



**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS  
DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**

**UNIDAD ZACATENCO  
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA ELÉCTRICA  
SECCIÓN DE BIOELECTRÓNICA**

**Circuitos analógicos y digitales basados en cerámicas  
piezoeléctricas libres de plomo, con plomo e  
implantes metálicos**

**Tesis que presenta**

**Alejandro Florencio Ramírez**

**Para obtener el grado de**

**Maestro en Ciencias**

**en la Especialidad de**

**Ingeniería Eléctrica**

**Directores de la Tesis: Dr. Ernesto Suaste Gómez,  
Dr. José de Jesús Agustín Flores Cuautle.**

## *Agradecimientos*

*A mis padres Alejandra y Cosme, por su apoyo, comprensión, educación y tolerancia conmigo.*

*A mis hermanos Lizeth y Carlos por darme un motivo más para no renunciar a mis sueños ni a la vida.*

*A mis amigos y compañeros que en la vida me han apoyado en los momentos difíciles, por confiar en mí, en especial a aquella persona que me enseñó el significado de la esperanza.*

*A mis maestros de la primaria, secundaria, vocacional, y en la carrera, que me enseñaron y me mostraron un panorama para una vida que no esperaba.*

*A mi asesor Dr. Ernesto Suaste, por darme la oportunidad, de trabajar y formar parte de su equipo en el laboratorio, porque con sus palabras y regaños, entendí y aprendí a valorar y disfrutar la investigación con orgullo y dedicación. Solo me queda pedir disculpas por todos los inconvenientes que le hice pasar, espero un día compensar la oportunidad que me ofreció.*

*Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), por su apoyo de Beca durante mi estancia en el programa de maestría del Centro de Investigación y Estudios Avanzados del IPN (CINVESTAV).*

*A las personas, conocidos, vecinos, ciudadanos que forman parte del pueblo de México, que gracias a sus impuestos, es que pude recibir una beca para salir adelante en mi camino profesional.*

# Contenido

<b>Resumen</b> .....	1
<b>Abstract</b> .....	2
<b>1. Introducción</b> .....	3
1.1 Objetivo General.....	4
1.2. Objetivos particulares.....	4
<b>2. Antecedentes</b> .....	5
2.1. Cerámicas piezoeléctricas disponibles en el mercado características y aplicaciones.....	9
2.2 Materiales ferroeléctricos relaxores.....	19
<b>3. Desarrollo</b> .....	21
3.1 Fabricación de cerámicas piezoeléctricas.....	21
3.2 Mezclado húmedo y molienda.....	22
3.3 Sinterizado.....	24
3.4 Lijado y pulido.....	26
3.5 Determinación de las características físicas.....	26
3.6 Colocación de Contactos eléctricos.....	27
3.7 Polarización.....	28
3.8 Polarización por efecto corona.....	30
3.9 Caracterización.....	32
3.10 Obtención de la temperatura de Curie .....	33

3.11	Calculo de la constante dieléctrica.....	34
3.12.	Obtención de la frecuencia de resonancia.....	35
3.13.	Frecuencia de resonancia teórica.....	35
3.14.	Frecuencia de resonancia experimental.....	36
3.15.	Coeficientes de acoplamiento electromecánico.....	37
3.16.	Pruebas para determinar efecto relaxor en cerámicas con implantes CCP .....	40
3.17.	Obtención de la frecuencia de resonancia en CCP a temperatura de 75°C.....	41
3.18.	Implementación de las cerámicas piezoeléctricas como filtros analógicos para adquisición de señales .....	42
3.19.	Implementación de las cerámicas piezoeléctricas CCP como circuitos de superposición de señales .....	44
3.20.	Implementación de cerámicas CCP en circuitos osciladores.....	45
<b>4.</b>	<b>Resultados</b> .....	<b>48</b>
4.1	Comparación de respuesta en frecuencia y características generales de las cerámicas piezoeléctricas.....	48
4.2	Características dieléctricas de las cerámicas después de la polarización convencional.....	57
4.3	Resultados de las cerámicas y membranas sometidas a polarización por efecto corona.....	58
4.4	Respuesta en frecuencia de las cerámicas y membranas piroeléctricas que fueron sometidas a polarización por efecto corona.....	59
4.5	Resultados de la obtención de la temperatura de Curie.....	63

4.6 Efecto relaxor en cerámicas de PLZT con implante de platino.....	64
4.7. Barrido de frecuencias a cerámica CCP a temperatura de 75°C y circuito oscilador de CCP sometido a una rampa de temperatura hasta 100°C.....	67
4.8. Barrido de frecuencia a cerámica PLZT sin implante a 22°C y 75°C.....	69
4.9. Respuesta de cerámica PLZT CCP 1, ante barrido de frecuencia a temperaturas de 22°C y 75°C.....	70
4.10. Respuesta a frecuencia de cerámica PLZT CCP 2 a temperatura de 75°C comparando la respuesta de salida en implante y salida en cara.....	71
4.11. Respuesta de la cerámica y membranas en circuitos osciladores.....	72
4.12. Osciladores de cerámicas después de polarizar por efecto corona.....	76
4.13. Osciladores controlados por CCP .....	81
4.14. Resultados e implementación de filtros analógicos con cerámicas CCP.....	83
4.15. Diseño de filtros analógicos para cerámicas con implante de platino.....	88
4.16. Respuestas de cerámica con implante CCP, aplicadas como filtro pasa bajas .....	94
4.17. Implementación de la CCP como compuertas lógicas por efecto de superposición .....	98
4.18. Resultados de configuraciones híbridas de cerámicas piezoeléctricas con Mosfet canal N 2N7000, para implementación en compuertas lógicas y Flip Flop.....	101
4.19 Flip Flop RS con compuertas híbridas CCP (NOR).....	104
<b>5. Conclusiones.....</b>	<b>105</b>
<b>Referencias.....</b>	<b>108</b>
<b>Apéndice.....</b>	<b>111</b>

## Resumen.

En el transcurso de los años el descubrimiento de nuevos materiales ha sido de gran interés para la aplicación de nuevas tecnologías, un ejemplo claro de ello son los materiales ferroeléctricos cuyas propiedades son estudiadas hoy en día por investigadores y científicos. El presente trabajo consiste en la caracterización y comparación de materiales piezoeléctricos con base a plomo contra materiales libres de plomo, hacer uso de sus propiedades y su analogía como circuitos RLC cuando son expuestos a potenciales o flujos eléctricos.

Se muestran los distintos experimentos que se llevan a cabo con las cerámicas piezoeléctricas PLZT, BaTiO<sub>3</sub>, BNBT y KNbO<sub>3</sub> con implante de platino (CCP), entre ellos se tienen aplicaciones como compuertas lógicas, osciladores activados por flancos de potencial eléctrico, diseño de filtros analógicos y dispositivos de aislamiento no convencional para mantener la seguridad del paciente en adquisición de señales bioeléctricas.

Se elaboraron las cerámicas piezoeléctricas con implante (CCP), en el laboratorio 10 de la sección de Bioelectrónica, PLZT, BaTiO<sub>3</sub>, BNBT y KNbO<sub>3</sub>, bajo el protocolo establecido en el mismo. Al realizar las caracterizaciones y las comparaciones concluimos que existe compatibilidad para diversas aplicaciones en el campo del área biomédica, y por lo tanto se asegura el uso de cerámicas piezoeléctricas libres de sustancias peligrosas para el ser humano.

## **Abstract**

Over the years the discovery of new materials has been of great interest to the application of new technologies, a clear example is ferroelectric material whose properties are studied today by researchers and scientists. The work is carried out in the characterization and comparison of piezoelectric materials based on lead against lead-free materials, make use of their properties and analogy as RLC circuits when exposed to potential or power flows.

Various experiments carried out with the piezoelectric ceramics CCP PLZT, BaTiO<sub>3</sub>, and KNbO<sub>3</sub> BNBT, including applications as logic gates, triggered by flanks of electrical potential, design of analog filters. Oscillators and unconventional devices to maintain patient safety isolation and acquisition of bioelectric signals.

Piezoelectric ceramics implant (CCP) were developed in the laboratory section 10 Bioelectronics, PLZT, BaTiO<sub>3</sub>, and KNbO<sub>3</sub> BNBT under the protocol established in it, when comparisons and characterizations are made, it can be concluded that there is support for various applications in the biomedical field, and thus ensures the use of piezoelectric ceramics free of hazardous substances to humans.

# 1. Introducción

En ingeniería biomédica existe una gran variedad de dispositivos cuya aplicación es obtener diagnósticos y ayudar en intervenciones quirúrgicas, estos dispositivos deben entregar resultados precisos para la seguridad de los pacientes.

Los retos de mayor importancia en el diseño de un instrumento biomédico, es la obtención de señales biológicas del cuerpo humano, con un mínimo de pérdidas, y obtener la señal para que el personal capacitado pueda ver resultados para evaluación y diagnóstico.

En el laboratorio 10 de la sección de Bioelectrónica, Departamento de ingeniería Eléctrica, se lleva a cabo la elaboración de cerámicas, cuyo propósito es investigar e innovar nuevas aplicaciones, así como mejorar los diseños convencionales, para los propósitos más comunes.

Así que pensando en la innovación y mejora de estos dispositivos se ha recurrido al uso de materiales inteligentes, como lo son las cerámicas piezoeléctricas que por sus características electromecánicas, pueden emplearse como elementos pasivos o activos dependiendo, si su uso es como actuador o sensor.

Se pretende elaborar dispositivos híbridos o puramente cerámicos, para diversas aplicaciones como multiplexor de señales, transmisión y recepción con medios ópticos, diseño de compuertas lógicas, osciladores activados por flancos, filtros analógicos, entre otros dispositivos electrónicos que se puedan sustituir en etapas de instrumentos biomédicos, con el fin de mejorar, facilitar y reducir el uso componentes semiconductores y de almacenamiento de energía como elementos capacitivos o



inductivos y así poder adquirir, procesar y transmitir la información de las señales biológicas con la menor pérdida de información posible. Mejorando la circuitería, y evitando fallos o alteraciones por cambios de temperatura.

### **1.1 Objetivo General.**

Comparar cerámicas piezoeléctricas de Titanato Zirconato de Plomo modificado con Lantano (PLZT), contra cerámicas libres de plomo, Titanato de Bario ( $\text{BaTiO}_3$ ), (Titanato de Bismuto-Sodio) BNBT, y Niobato de Potasio ( $\text{KNbO}_3$ ), a partir de su caracterización, y aplicación en dispositivos como filtros analógicos, circuitos de superposición, osciladores y elementos de aislamiento, así como evaluar la potencialidad de las cerámicas con implante de platino CCP.

### **1.2 Objetivos particulares.**

1. Obtener la caracterización de las cerámicas piezoeléctricas con implantes de Pt, para su implementación en el desarrollo de los diversos dispositivos biomédicos a diseñar.
2. Diseñar osciladores redispares controlados por implante, mediante flancos de subida y bajada, para uso en sistemas de estimulación.
3. Diseñar compuertas lógicas universales.
4. Diseñar filtros analógicos con las cerámicas, para el procesamiento de señales analógicas, enfocados en señales bioeléctricas.

## 2. Antecedentes

Dependiendo de su geometría los cristales son comúnmente clasificados en siete sistemas: trigonal, monoclinico, ortorrómbico, tetragonal, hexagonal y cubico [1].

La piezoelectricidad se deriva de la palabra griega “piezo” que significa presión. La piezoelectricidad es un efecto lineal que se relaciona con la estructura microscópica de los sólidos. Algunos de los materiales cerámicos llegan a ser eléctricamente polarizados cuando son sometidos a tensiones mecánicas: este es un fenómeno reversible comúnmente nombrado como efecto piezoeléctrico directo. El efecto piezoeléctrico directo esta siempre acompañado por efecto piezoeléctrico inverso, donde un sólido llega a ser deformado cuando se somete a un campo eléctrico [2].

La piezoelectricidad no debe confundirse con la ferroelectricidad, que es la propiedad de presentar un momento eléctrico dipolar (espontaneo o inducido). Todos los materiales ferroeléctricos son piezoeléctricos, pero no al revés. Mientras la piezoelectricidad está relacionada con la estructura cristalina (iónica), el ferromagnetismo está relacionado con el espín de los electrones [3].

La historia del descubrimiento de ferroelectricidad se extiende tan lejos como a mediados de la década de 1600 cuando la sal de Rochelle (tartrato de sodio y potasio tetrahidratado) se preparó por primera vez por Elie Seignette en La Rochelle, Francia, para fines medicinales.

Alrededor de 200 años después, se descubrieron las propiedades piroeléctricas (térmicas polares) en el material cristalino, otro medio siglo después se descubrieron sus propiedades piezoeléctricas (estrés-polares) y, finalmente, otros 40 años pasarían antes de que la ferroelectricidad (una propiedad hipotética pero aun no probada de los

sólidos cerca del siglo 20) se descubrió por primera vez por Joseph Valasek en la misma sal de Rochelle [4].

Durante el conflicto mundial en la década de 1940, la necesidad urgente de condensadores con constantes dieléctricas (K) más altas que las que podían obtenerse de esteatita, mica, Dioxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ), Geikielita ( $\text{MgTiO}_3$ ) y Titanato de Calcio ( $\text{CaTiO}_3$ ) con  $K \leq 100$ , hacen que Thurnauer y Wainer y Solomon en su obra inédita sobre el Titanato de Bario ( $\text{BaTiO}_3$ ), establezcan a este compuesto firmemente como un nuevo tipo de condensador cerámico con una constante dieléctrica mayor a 1100 [5].

El conocimiento de la naturaleza de la cerámica ferroeléctrica  $\text{BaTiO}_3$  resulto ser invaluable cuando fue descubierto por Gray (en 1945) que un campo eléctrico externo pudiera orientar los dominios dentro de los granos, produciendo por lo tanto un material cerámico que actuó muy similar a un único cristal que posee propiedades tanto ferroeléctricas y piezoeléctricas. Esta alineación eléctrica, o “polarización”, como se ha llamado a este proceso, fue la clave para convertir cerámicas inertes en un material electromecánico activo. Con una multitud de usos industriales y comerciales, este fue un descubrimiento sorprendente, ya que la opinión predominante era que la cerámica no podía ser piezoeléctricamente activa, debido a que los cristalitos sinterizados y orientados al azar se podían, anular entre sí. Esto no resulto ser el caso para los cristalitos ferroeléctricos, ya que podrían estar alineados o reorientarse de forma permanente en un campo eléctrico, analogía semejante a la alineación magnética en imanes permanentes.

El nacimiento de las cerámicas ferroeléctricas en la década de 1940, el desarrollo de cerámicas piezoeléctricas de Titanato de Zirconato de plomo (PZT) a mediados de la década de 1950, la investigación y desarrollo de la transparencia electro óptica del Titanato Zirconato de Plomo Lantano (PLZT) a finales de 1960, los compuestos

ferroeléctricos, ingeniería de finales de 1970 y el uso de técnicas de sol-gel para la preparación de películas ferroeléctricas integradas en el silicio, y actualmente las cerámicas con implante, son parte del proceso y desarrollo tecnológico de los materiales ferromagnéticos [6].

Es posible realizar mediciones de frecuencias resonante y antiresonante para evaluar el efecto piezoeléctrico, este es un medio conveniente para permitir la observación de la interacción de la resonancia mecánica con el comportamiento eléctrico [7].

Los cuerpos elásticos muestran numerosas resonancias. Basándose en el circuito equivalente idealizado para una sola resonancia. Los valores de  $L$  y  $C_1$  son tales que a la frecuencia de resonancia  $f_r$  las impedancias  $2\pi f_r L$  y  $-1/2\pi f_r C_1$  son opuestas en signo e iguales en magnitud y la impedancia total de esta rama, está dada solamente por la resistencia mecánica  $R_m$  que es comparativamente muy pequeña. Esta rama mecánica esta sin embargo, en paralelo con la capacitancia eléctrica  $C_0$ . La frecuencia de mínima impedancia o resonancia,  $f_r$  es la de una onda estacionaria en condiciones de campo cero. Para frecuencias aplicadas por encima de  $f_r$  la rama mecánica llega a ser inductiva. Cuando la impedancia en serie de esta rama llega a ser opuesta e igual a la impedancia de  $C_0$ , la impedancia del cristal alcanza un máximo, ya que corrientes opuestas fluyen en las dos ramas. Esta condición de resonancia paralela, sin embargo significa carga constante en el cristal. La frecuencia de máxima impedancia o antirresonancia,  $f_a$  es por tanto la onda estacionaria dada bajo condiciones de circuito abierto [7].

Hoy en día, hay una creciente demanda para los productos ferroeléctricos y piezoeléctricos. Se requieren de mejores materiales para mejorar el funcionamiento de los componentes, dichos materiales ofrecen una amplia gama de posibilidades debido a su polarización espontanea ya que no requieren de una fuente de alimentación para su uso, como es el caso de los materiales hechos a base de Si [8].

Para encontrar nuevas oportunidades para los electro-cerámicos, es necesario desarrollar nuevos materiales y combinación de estos [9]. El uso principal de los ferroeléctricos es el condensador, utilizando alta constante dieléctrica alrededor de su Temperatura de Curie ( $T_c$ ). Un incremento en su capacidad se puede obtener si se agregan algunas capas internas, nombrado condensador multicapa [10]. En el contexto de la combinación de materiales, gracias a la inserción de un alambre de Pt en una cerámica de PLZT, la constante dieléctrica se ha visto modificada sin perder sus propiedades piezoeléctricas, y que además esta inserción demuestra un aumento significativo de dominios en la región al alambre [11].

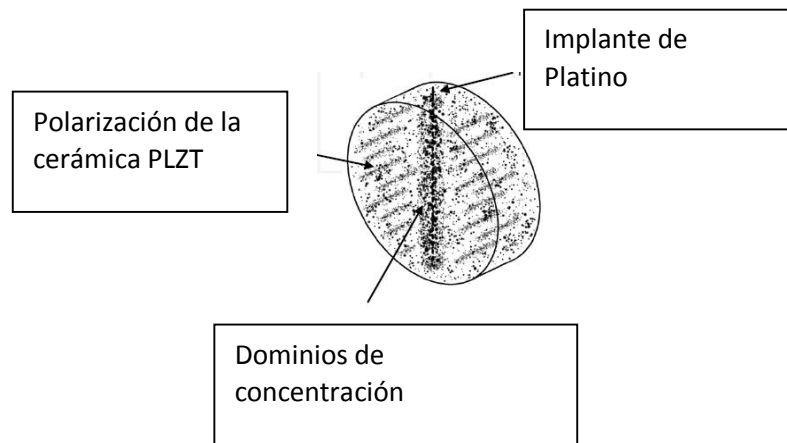


Figura 1. Esquema del CCP y sus dominios distribuidos en alrededor de hilo de Pt.

Algo importante de las cerámicas piezoeléctricas es la estructura cristalina denominada perovskita, tipo  $ABO_3$  como se muestra en la figura 2.

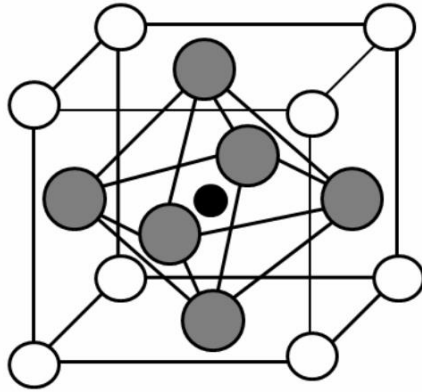


Figura 2. Estructura cubica perovskita.

Las cerámicas piezoeléctricas se clasifican principalmente de acuerdo a su composición química o acorde a sus condiciones de aplicación específicas.

Estos parámetros corresponden a:

- Temperatura de Curie: ( $T_c$ ),
- Constante dieléctrica relativa: ( $K$ ),
- Factor de pérdida dieléctrica,
- Factor de Calidad Mecánica: ( $Q_m$ ).
- Constante de Frecuencia: ( $N$ ),
- Coeficiente de acoplamiento Piezoeléctrico: ( $k_p$ ),
- Coeficiente de carga piezoeléctrica.
- Ciclo de Histéresis.

## 2.1 Cerámicas piezoeléctricas disponibles en el mercado características y aplicaciones.

Titanato de Bario ( $BaTiO_3$ ): Temperatura de Curie en un rango de  $115\text{ }^{\circ}\text{C}$ , baja resistencia mecánica y alta impedancia acústica, recomendada para aplicaciones en sonares y transductores que requieren un nivel de potencia y sensibilidad moderadas.

Titanato de Plomo (PT): Temperatura de Curie cercana a los 470 °C aplicaciones en ensayos no destructivos, hidrófono, acelerómetros y sensores de golpe.

Titanato Circonato de Plomo (blandas): Temperatura de Curie cercana a los 220 °C bajo valor de  $Q_M < 100$ , alta constante dieléctrica, alta actividad piezoeléctrica, aplicaciones en actuadores, sensores (golpe, sísmicos y de profundidad) y transductores ultrasónicos.

Titanato Circonato de Plomo (dura): bajo coeficiente piezoeléctrico, baja pérdida dieléctrica alto valor de  $Q_M$ , no pueden transmitir energía muy alta sin tener problemas con el recalentamiento y la despolarización, su aplicación es en tecnología de los sonares, hidrófonos, detectores de peces, generación de alto poder (limpieza, soldado, taladro ultrasónico).

Titanato Zirconato de Plomo modificado con Lantano (PLZT): posee alto comportamiento electro-óptico, rápido nivel de respuesta, alta transmitancia óptica en la región de onda visible, sus aplicaciones son de alta sensibilidad así como hidrófonos, sonares y parlantes y aplicaciones electro ópticas.

Solo por mencionar algunos ejemplos también se encuentran, Metaniobato de Plomo (PN), Titanato de Bismuto, Niobato de Plomo, Niobato de Potasio y Magnesio. Y las formas disponibles son en Anillos, Placas, Barras, Discos, Cilindro, Forma de tubo y Semihesferas y Fuentes (Focal Bowls).

El ultrasonido es empleado actualmente en diversos campos, para la generación de ultrasonido se emplean cerámicas piezoeléctricas. En particular son preferibles los piezoeléctricos duros con una  $Q_m$  alta; acoplados por un medio líquido. Los detectores

ultrasónicos de escaneo son útiles en ingeniería biomédica para aplicaciones clínicas desde el diagnóstico hasta la terapia y cirugía. Una de las más importantes aplicaciones es la obtención de imágenes por ultrasonido. Es similar al radar en que los pulsos son propagados a través del cuerpo humano y las ondas generadas son transmitidas al tejido. Cada pulso propagado a través de los tejidos se refleja parcialmente volviendo al transductor (obteniéndose un eco).

También existen diversas aplicaciones con cerámicas piezoeléctricas como ya se mencionó antes sensores de aceleración, donde una placa piezocerámica transforma las fluctuaciones de presión dinámica en una señal eléctrica, que puede ser posteriormente procesada. En la industria automotriz, este sistema es usado, por ejemplo, en máquinas de balanceo dinámico de ruedas, donde cada desbalance en la rueda genera una señal en la pieza piezoeléctrica.

En los giroscopios juegan un rol central en el sistema de estabilización de los vehículos modernos, los transductores piezoeléctricos son dispuestos a intervalos regulares sobre la circunferencia de un cilindro. Una parte de estos transductores generan una vibración constante sobre la pared del cilindro con lazos de vibración y puntos nodales. Otra parte del transductor está fijo al punto nodal y opera como sensor de vibración.

Las pruebas oftálmicas empleadas en modo A, incluyen un comportamiento con líquido y una membrana delgada, lo cual facilita su acoplamiento a la córnea. En las pruebas endovenosas los transductores son colocados en la punta de los catéteres; utilizan cristales muy delgados que generan ultrasonido a frecuencias de 40 MHz y permiten obtener imágenes muy detalladas de las paredes de las arterias. En el Modo B, la información acerca de la posición del haz además de la amplitud de los ecos amplificados y la detección de los tejidos son convertidos de manera que puedan manejar un tubo de rayos catódicos para su monitoreo. En Modo M, este tipo de instrumento es utilizado, por lo general, para analizar en forma cuantitativa y cualitativa



el movimiento de las estructuras del cuerpo, como las válvulas del corazón. Y en el Modo C (Tx-Rx), las imágenes en estos sistemas se obtienen mediante la transmisión de un pulso de ultrasonido colocado en un lado del cuerpo, y se detecta por medio de otro transductor, en el lado opuesto.

En lo que refiere al examen de las estructuras que componen la masa encefálica y del cráneo, existe una técnica ultrasónica llamada ecoencefalografía de línea media, con la que da una visión unidimensional de las distancias y posiciones que guardan unas estructuras cerebrales con respecto a las demás.

Los elementos y componentes piezocerámicos son ampliamente usados en tecnología médica. Equipos para el diagnóstico de imagen y monitoreo de la frecuencia cardiaca a nivel fetal emplean piezocerámicas en sus transductores.

Los baños de la limpieza ultrasónica han sido útiles para los laboratorios dentales para remover fluidos de los dispositivos que deben ser implantados en un paciente. Otras aplicaciones médicas que emplean la tecnología piezocerámica son:

- Marcapasos: sensor de presión para el corazón.
- Catéter: para quitar bloqueos en arterias.
- Prótesis de oído: como sensor o micrófono.
- Escalpelo ultrasónico: se utiliza rutinariamente en cirugía endoscópica y en procedimientos ginecológicos [11].

El procedimiento usual para determinar si un cristal es o no ferroeléctrico puede ser descrito de la siguiente manera: se toma una muestra delgada del cristal, (usualmente en forma de disco, aunque esto no es una regla), cortada perpendicularmente a cualquiera de los ejes mutuamente ortogonales, a continuación son colocados

electrodos en cada uno de los lados de dicha muestra y es colocada en una de las ramas de un puente de histéresis y se le aplica un voltaje de corriente alterna de baja frecuencia (generalmente de 50 o 60 Hz), como se muestra en la figura 3, en tanto que la lectura se hace por medio de un osciloscopio en modo de lectura de señales vertical y horizontal [7].

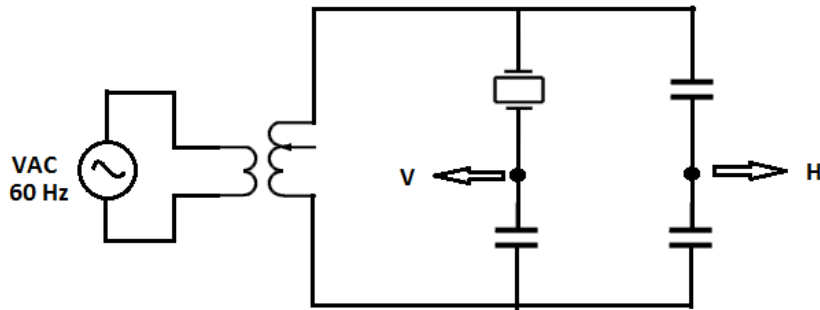


Figura 3. Puente de histéresis para la medición del lazo o ciclo de histéresis, los puntos marcados como V y H, son las conexiones hacia el osciloscopio.

La figura 4 muestra el ciclo de histéresis ferroeléctrico asociado a la presencia de dominios ferroeléctricos esto una vez más en analogía a los dominios magnéticos. La extrapolación de la línea AB define la polarización espontánea  $P_s$ , en esta región el material actúa como un único dominio, y la intersección con el eje Y define la remanencia  $P_r$  y con el eje X la coercitividad  $E_c$ .

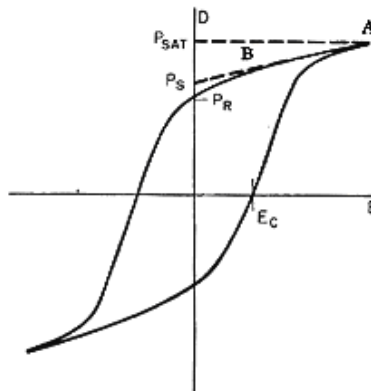


Figura 4. Lazo o ciclo de histéresis para un material ferroeléctrico ideal.

La transición al estado ferroeléctrico es un fenómeno cooperativo que se acompaña por un calor específico anómalo o por un calor latente. A la temperatura de transición la red se distorsiona espontáneamente hacia una estructura más complicada y de más baja simetría que posee un momento dipolar permanente. Los cristales ferroeléctricos despiertan un alto interés científico y técnico, ya que poseen valores de constante dieléctrica ( $\epsilon$ ) muy altos (entre 100 y 10.000) y fuertemente dependientes de la temperatura, y exhiben efecto piezoeléctrico y electroóptico, el hecho de que los materiales ferroeléctricos tengan valores tan altos de  $\epsilon$  es aprovechado en la fabricación de condensadores en circuito integrado, esto es de pequeñas dimensiones físicas y una gran capacitancia.

Por otra parte se define la temperatura de transición  $T_c$  como la temperatura por encima de la cual desaparece la ferroelectricidad, generalmente asociada con un cambio de estructura cristalina, y el cristal se vuelve paraeléctrico con una disminución rápida de  $\epsilon$  al aumentar  $T$  según la ley de Curie-Weiss [12]:

Los ferroeléctricos tienen, generalmente, un elevado valor de  $\epsilon$ , que aumenta hasta un valor máximo a  $T_c$ .

$$\epsilon = \frac{C}{T - T_c} \quad (1)$$

Por encima de  $T_c$ , la constante dieléctrica obedece la ley de Curie-Weiss donde:

$\epsilon$ . Constante Dieléctrica.

$C$ . Es la constante de Curie característica del material.

$T_c$ . Es la temperatura de Curie.

Basado en esta ley y en el hecho de que la constante dieléctrica tiende a aumentar conforme aumenta la temperatura, podemos afirmar que una forma de averiguar la temperatura de Curie asociada a un material ferroeléctrico, es medir la constante dieléctrica de la muestra mientras se aumenta la temperatura gradualmente, en este caso, el punto de inflexión de la curva generada por esta medición, nos da dicha temperatura, como puede apreciarse en la figura 5a, sin embargo, esto no es cierto para todos los casos, ya que algunos ferroeléctricos tienen transiciones que no son puntos de Curie, sino que son cambios de estructura, en los cuales no necesariamente pierden sus propiedades ferroeléctricas, como en la figura 4b [11].

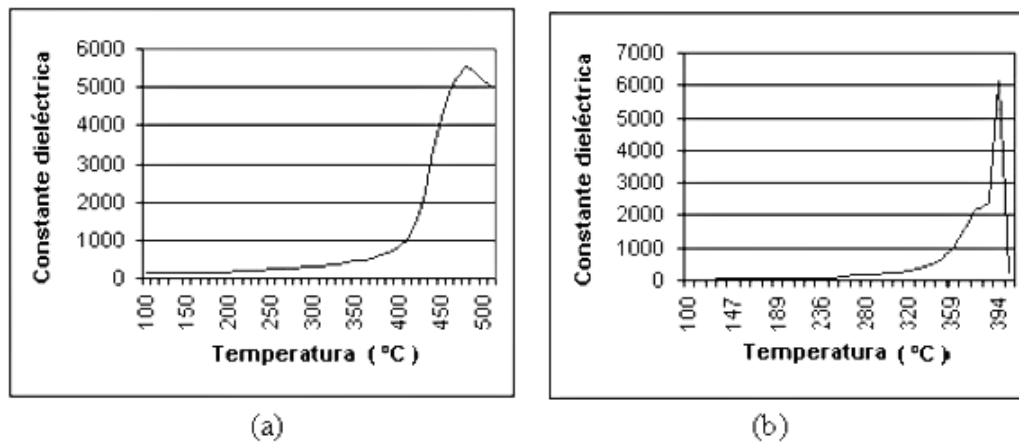


Figura 5a y 5b. Comportamiento de la constante dieléctrica para ferroeléctricos modificados con tierras raras  $Pb_{0.88}(Ln)_{0.08}Ti_{0.98}Mn_{0.02}O_3$  ( $Ln = La, Sm, Eu$ ), a) con europio y b) con samario.

Las cerámicas piezoeléctricas están hechas de material ferroeléctrico policristalino. Este material tiene una estructura cristalina en la cual pierde su polarización espontánea cuando pasa de la temperatura de Curie,  $T_c$ . Por debajo de esta temperatura, el material tiene un dipolo eléctrico en su estructura que puede ser invertido o cambiado de dirección mediante la aplicación de un campo eléctrico lo suficientemente grande (fase tetragonal ferroeléctrica).

En los materiales piezoeléctricos las propiedades eléctricas, mecánicas, magnéticas y térmicas están acopladas, así pues para el análisis de los diferentes parámetros, se debe asumir que, en un momento dado por lo menos dos de las cuatro variables serán constantes para simplificar el análisis. Por tanto asumiendo los efectos magnéticos y térmicos constantes, los parámetros eléctricos y mecánicos tienen que estar presentes en las relaciones constitutivas. Se tiene para un material dieléctrico no piezoeléctrico, que al aplicar una fuerza  $F$ , según la ley de Hooke, en el margen elástico parece una deformación

$$S = sT \quad (\varepsilon = \sigma/E) \quad (2)$$

Donde  $1/s$  es el modulo Young ( $E$ ) y  $T$  es el esfuerzo ( $f/A$ ).

Al aplicar una diferencia de potencial entre las placas, se crea un campo eléctrico  $\vec{E}$ , y se cumple

$$D = \varepsilon E = \varepsilon_0 E + P \quad (3)$$

Donde  $D$  es el vector desplazamiento (o densidad de flujo eléctrico),  $\varepsilon$  es la constante dieléctrica,  $\varepsilon_0 = 8,85 \text{ pF/m}$  es la permitividad del vacío y  $P$  es el vector polarización.

Para un material piezoeléctrico unidireccional, con campo, esfuerzo, etc., en la misma dirección, de acuerdo con el principio de conservación de la energía, a baja frecuencia (campos cuasi estáticos) se cumple

$$D = d T + \varepsilon^T E \quad (4)$$

$$S = s^E T + d' E \quad (5)$$

Donde  $\epsilon^T$  es la permitividad a esfuerzo constante y  $s^E$  es la complacía a campo constante. Es decir, respecto a un material no piezoeléctrico, aparece una deformación debida también al campo eléctrico y una carga eléctrica debido al esfuerzo mecánico (las cargas desplazadas en el interior de un material inducen en las placas cargas superficiales de polaridad opuesta).

Si el área superficial no cambia por el esfuerzo aplicado (cosa que no sucede en los polímeros),  $d=d'$  [4];  $d$  es el coeficiente piezoeléctrico de carga o constante piezoeléctrica. Sus dimensiones son culombio dividido por newton.  $[CN^{-1}]$ .

Si en la ecuación (4) se despeja  $E$  se obtiene

$$E = D / \epsilon^T - T d / \epsilon^T = D / \epsilon^T - g T \quad (6)$$

Donde  $g = d / \epsilon^T$  es el coeficiente piezoeléctrico de tensión.

Si en la ecuación (5) se despeja  $T$ , se obtiene

$$T = \frac{d}{s^E} E - \frac{1}{s^E} S = c^E S - e E \quad (7)$$

Donde  $e = d/s^E$  es el coeficiente piezoeléctrico de esfuerzo.

Otro parámetro empleado en la descripción del efecto piezoeléctrico es el coeficiente de acoplamiento electromecánico,  $k$ , que se define como la raíz cuadrada del cociente entre la energía disponible a la salida y la energía almacenada, a frecuencias muy inferiores a la resonancia magnética [3]. Es, pues, adimensional. Se demuestra que

$$k^2 = \frac{d^2}{(\epsilon^T s^E)} \quad (8)$$

En virtud de las diversas orientaciones de los dipolos, es razonable pensar que exista más de un factor de acoplamiento electromecánico, esto es cierto y existe uno para cada forma de vibración, por lo cual la forma geométrica de la cerámica nos dará el número de factores de acoplamiento. En el caso de cerámicas piezoeléctricas en forma de disco plano, existen dos formas de vibración: una planar o radial  $k_p$ , y otra en modo espesor  $k_t$ , para el caso de una cerámica con forma de paralelepípedo, existirán tres, uno para cada eje geométrico:  $x$ ,  $y$ ,  $z$ .

Las propiedades eléctricas y las dimensiones de un transductor piezoeléctrico dependen de las constantes dieléctricas, piezoeléctricas y elásticas del material. En las aplicaciones de los transductores es importante que las diversas características del material permanezcan estables con el tiempo, la temperatura, el esfuerzo mecánico o el campo eléctrico. Por otra parte, los límites de utilización del material (máxima deformación, fatiga, temperatura límite, etc.) son los que establecen su capacidad de potencia.

## 2.2. Materiales Ferroeléctricos Relaxores

Los materiales ferroeléctricos relaxores cerámicos se caracterizan por elevadas constantes dieléctricas y una distribución de máximos de permitividad en función de la temperatura, incluso en ausencia de aditivos. Los primeros datos acerca de este grupo especial de materiales se deben a Smolenskii.

Los materiales ferroeléctricos relaxores pertenecen a tres categorías de estructuras cristalinas: soluciones sólidas con un componente no polar ( $\text{BaTiO}_3\text{-BaSnO}_3$ ), soluciones sólidas con deficiencia atómica introducida mediante dopado [ $\text{Pb}_{1-x}\text{La}_x(\text{Zr}, \text{Ti})_{1-x/4}\text{V}_{x/4}\text{O}_3$ ] y perovskitas complejas con iones de diferente valencia [ $\text{A}^{2+}(\text{B}^{2+}_{1/2}\text{B}^{6+}_{1/2})\text{O}_3$ ,  $\text{A}^{2+}(\text{B}^{3+}_{1/2}\text{B}^{5+}_{1/2})\text{O}_3$  y  $\text{A}^{2+}(\text{B}^{2+}_{1/3}\text{B}^{5+}_{2/3})\text{O}_3$ ].

Las principales características de los materiales ferroeléctricos relaxores son la existencia de una distribución ancha de la dependencia de la constante dieléctrica con la temperatura, por lo que no hay una temperatura de Curie determinada sino, más bien, una región de Curie, y la existencia de la relajación dieléctrica, es decir, dependencia de la constante dieléctrica con la frecuencia.

Además, la polarización espontánea de los ferroeléctricos relaxores permanece más allá del máximo de la constante dieléctrica, aunque por encima de éste la fase es paraeléctrica (no polar).



Existe una dependencia de temperatura en los componentes de permitividad dieléctrica real ( $\epsilon'$ ) e imaginario ( $\epsilon''$ ), a varias frecuencias, para el PLZT de composición 10/80/20. Se observa un comportamiento característico relaxor, que se puede observar. La permitividad dieléctrica real disminuye, mientras que a su temperatura correspondiente ( $T_c$ ) aumenta, con el aumento de frecuencia en la medición [13].

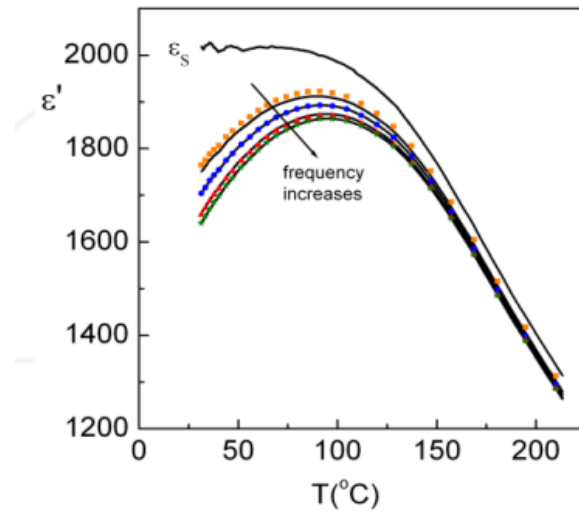


Figura 6. Comportamiento característico de efecto relaxor.

### **3. Desarrollo.**

#### **3.1. Fabricación de Cerámicas Piezoeléctricas.**

Para la obtención de cerámicas piezoeléctricas, se sigue un protocolo ya establecido en el laboratorio 10 en la sección de Bioelectrónica, que consiste en la elaboración, preparación y caracterización con algunas pruebas que determinan la aplicabilidad de dicha cerámica.

La fabricación de cerámicas piezoeléctricas implica un proceso de reacción en estado sólido, que depende del grado de compactación y densificación del polvo hecho a partir de óxidos de alta pureza.

La metodología de elaboración y obtención del transductor considera las siguientes etapas:

- a) Preparación de los polvos
- b) Mezclado húmedo y molienda
- c) Prensado y moldeo
- d) Sinterizado
- e) Lijado y pulido
- f) Determinación de las características físicas
- g) Colocación de contactos eléctricos
- h) Polarización

Los dispositivos ferroeléctricos son típicamente fabricados de cerámicas policristalinas. La forma de la partícula, la distribución del tamaño de la partícula y la uniformidad de la composición son los factores clave a ser controlados en los polvos a fin de entender la reproducibilidad de las características de las cerámicas [9].

Por otro lado, las impurezas pueden afectar la reactividad, así como las propiedades dieléctricas y conductoras de la cerámica y por consecuencia las propiedades piezoeléctricas.

En esta tesis para la elaboración de dichas cerámicas se partió de polvos previamente preparados y distribuidos por la compañía Aldrich.

### **3.2. Mezclado húmedo y molienda.**

Dado que se parte de polvos preparados, las propiedades piezoeléctricas y dieléctricas suelen sufrir si hay alguna falta de homogeneidad. Actualmente se cuenta con molinos que facilitan el mezclado, el cual debe ser lo suficientemente vigoroso como para romper los agregados [6].

Se pesa la cantidad necesaria de polvo para la elaboración de las cerámicas, posteriormente estos polvos son mezclados en un mortero de ágata con alcohol etílico (96°), el cual es agregado a fin de evitar la volatilización de los polvos durante este proceso. El volumen del líquido debe ser suficiente para formar una mezcla húmeda, usualmente entre 100 y 200% del volumen de los polvos [5].

Se realiza inicialmente una molienda de forma manual por un lapso de 5 minutos, posteriormente, la mezcla se muele durante 10 minutos en un molino electrónico que

contiene un mortero de ágata Fritsch pulverisette 2 aplicando una presión de 10 daN (decaNewtons). El alcohol es incorporado de manera paulatina desde la primer molienda evitando hacerla pastosa, este es agregado a una razón de 1.5 gotas de alcohol como máximo por cada gramo de polvo. Se realiza una segunda molienda durante 5 minutos, a una presión de 12.5 daN para hacer más fino el grano.



Figura 7. Molino electrónico Fritsch pulverisette 2 y mortero de ágata.

Los polvos molidos y aglutinados son pesados para formar las cerámicas con las dimensiones requeridas. Estos polvos son vertidos en los moldes de acero templado, de los cuales se obtienen cerámicas circulares de 11.564 mm de diámetro. En el caso de las cerámicas con implantes de platino CCP.



Figura 8. Moldes utilizados en el proceso de fabricación de cerámicas ferroeléctricas

Las cerámicas se elaboraron con un peso de 1g para las cerámicas con diámetro de 10 mm. Para el prensado de las cerámicas se aplicó una presión de entre 1.5 y 3,5 ton/cm<sup>2</sup> con ayuda de una prensa hidráulica marca Erkco modelo PH-21T. La presión aplicada quedo establecida de la siguiente manera: 3.5 ton para las cerámicas de 10 mm.



Figura 9. Presa hidráulica modelo PH-21T

### 3.3. Sinterizado

Después de haber moldeado la cerámica con la forma deseada, los polvos aglomerados son cocidos a alta temperatura. La difusión acelerada de los átomos constituyentes en las superficies de las partículas finas debido a la energía superficial promueve la unión del cristal en la superficie de contacto entre dos partículas adyacentes y ofrece suficiente resistencia mecánica para la cerámica. Sin distorsión significativa de la forma inicial de moldeado. Este proceso de cocción se llama “sinterizado”, elimina poros e incrementa la densidad de la cerámica.

Las pastillas prensadas son colocadas dentro de un crisol de platino con la finalidad de evitar la contaminación de las muestras manteniéndolas aisladas. Primeramente se coloca un ladrillo refractario que fungirá como base, posteriormente se coloca una placa de platino e inmediatamente después se esparce una cama de polvo del compuesto de la cerámica. Esta acción se efectúa, debido a que con la alta

temperatura a la que se realiza el sinterizado, parte del material de las muestras tiende a volatilizarse, y al colocar una cubierta con el mismo material, se crea una atmosfera enriquecida que compensa la pérdida de material y evita así la reducción en peso y tamaño de las muestras. Finalmente el arreglo es cubierto con el crisol de platino.



Figura 10. Crisol de platino utilizado para el sinterizado de las pastillas cerámicas.

Las cerámicas son sometidas al proceso de sinterizado a 1240°C con 5 segmentos. El arreglo es incorporado dentro de un Horno Bulten Khantal siguiendo el proceso que a continuación se describe.

1. Rampa de calentamiento hasta alcanzar 600°C a una tasa de 5°C/min.
2. Estancia de 30 minutos en una temperatura de 600°C.
3. Rampa a partir de esta temperatura hasta alcanzar 1240°C calentando a una tasa de 10°C/min.
4. Estancia de 60 minutos en 1240°C.
5. Se deja enfriar el horno de manera natural hasta alcanzar la temperatura ambiente. El enfriamiento se efectúa a una tasa aproximada de 6°C/min.

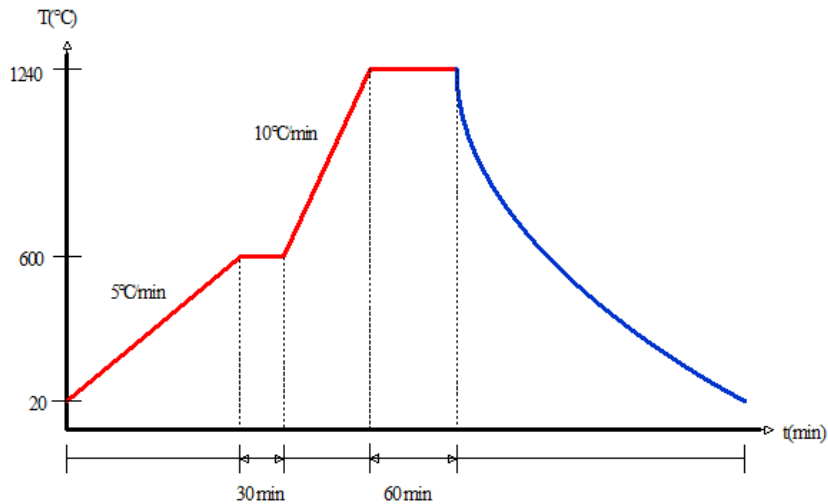


Figura 11. Grafica del proceso de sinterizado de la temperatura en función del tiempo.

### 3.4. Lijado y Pulido.

Cuando las cerámicas son retiradas del horno, presentan ciertas irregularidades, es necesario eliminar dichas imperfecciones a través de un proceso de lijado y pulido, la superficie donde se colocaran los electrodos debe estar perfectamente lisa para asegurar un buen contacto, por otro lado este proceso también provocara que aumente la densidad de la cerámica. La cerámica es limpiada y pulida con lija de agua N° 220 y N° 500 para el pulido final, procurando que las caras queden lisas y paralelas una con respecto a la otra.

### 3.5. Determinación de las características físicas.

Para realizar las pruebas correspondientes a las cerámicas, se procedió a determinar sus características físicas, mismas que sirven como base para determinar el voltaje de polarización aplicado a las muestras, así como para los cálculos de la constante

dieléctrica y la frecuencia de resonancia. Las dimensiones físicas se obtuvieron con ayuda de un micrómetro Starrett N°230 para medir el grosor y diámetro de la cerámica, con una báscula Scout Pro Dhaus se obtiene la masa de la misma. Con los datos es posible obtener el área, volumen y densidad de las muestras.



Figura 12. Micrómetro y báscula electrónica para la obtención de las medidas físicas de las cerámicas.

### **3.6. Colocación de contactos eléctricos.**

Los electrodos conductores son una parte integral de cada cerámica piezoeléctrica. La forma más común es una capa metálica, aplicada de tal manera que forme una capa conductora firmemente unida a la superficie de la cerámica. Idealmente, el electrodo debe estar adherido fuertemente al sustrato de la cerámica, este debería de ser muy delgado y debería de tener prácticamente cero resistencias y buena durabilidad física y química. En la práctica, estas condiciones no siempre son obtenidas. La adherencia del electrodo es crítica, si se presenta un espacio entre el electrodo y la alta constante dieléctrica de la cerámica, este actúa como una capacitancia en serie de bajo valor.

Las cerámicas dieléctricas son usualmente recubiertas con pintura de plata, o de óxido de plata. Se coloca pintura de plata de alta pureza SPI500 en ambas caras de la



cerámica, la pintura debe estar bien mezclada, ligeramente espesa y sin presentar grumos. La aplicación debe ser uniforme y dejando secar al medio ambiente por un lapso de 30 minutos.



Figura 13. Colocación de electrodos en las caras de las cerámicas con pintura de plata.

### **3.7 Polarización.**

La polarización se efectúa al aplicar un fuerte campo eléctrico al electrodo de la cerámica, el campo puede ser continuo, intermitente o variante y puede ser invertido periódicamente. Desafortunadamente, el campo de polarización tiene una tendencia a causar ruptura dieléctrica. Esta tendencia es acentuada en el vacío, grietas y defectos físicos. La ruptura también es dependiente del espesor, la forma y la configuración del electrodo de la cerámica.

Como resultado, la polarización es en algunas ocasiones la operación más difícil para producir un transductor deseado. La magnitud del campo requerido para polarizar, varía ampliamente de acuerdo a la composición de la cerámica. Este campo debe exceder el campo coercitivo. El campo de polarización generalmente decrementa con el incremento de la temperatura.

La intensidad del campo eléctrico depende del espesor de la cerámica (y del tamaño de los poros). Para las cerámicas sin implante bajo prueba, se aplicó un voltaje cercano a 3KV/mm de espesor, a las cerámicas CCP se les aplicó un voltaje cercano a 1.5KV/mm ya que al tener un implante de Platino la constante dieléctrica del material disminuye y este cambio provoca que a altos voltajes exista ruptura de la cerámica, ocasionado por un arco eléctrico. Debido a que la rigidez dieléctrica del aire es demasiado baja, se utilizó aceite de silicón que proporciona un aislamiento eléctrico de hasta 15KV/mm reduciendo la posibilidad de que se presenten arcos eléctricos.

Un parámetro importante durante el proceso de polarización es la temperatura, mientras más cercana se encuentre a la temperatura de Curie, la alineación de los dipolos será mayor. Por otro lado el valor de la rigidez dieléctrica del aceite aumenta con la temperatura hasta unos 60°C, en tanto la viscosidad baja. A partir de los 60°C la viscosidad permanece prácticamente constante, mientras que la rigidez dieléctrica vuelve a disminuir su valor.

Considerando estas dos cuestiones es necesario buscar un punto intermedio para lograr una adecuada polarización y permitir que los dipolos sean alineados en el menor tiempo posible para las cerámicas elaboradas se mantuvo una temperatura entre 60°C y 70°C. La cerámica es colocada en una base que ejerce presión sobre las caras con contactos metálicos que posteriormente es sumergido en silicón a las temperaturas antes mencionadas y se le aplica el voltaje adecuado dependiendo el grosor de la cerámica y si tiene implante o no de platino. El voltaje es aumentado de manera gradual hasta alcanzar el voltaje indicado de acuerdo al espesor de la cerámica.

Tal campo se suministró por medio de una fuente variable de alto voltaje y la medición se realizó por medio de una punta de alto voltaje (Fluke 80K-40) con atenuación de

1000:1 conectado a un voltímetro digital. Para calentar el silicón se utilizó un vaso de precipitados sobre una parrilla eléctrica, y con un termómetro para ver los cambios de temperatura.



Figura 14. Dispositivo para la polarización de las cerámicas.

### 3.8. Polarización por efecto corona.

En este experimento se aplicó el efecto corona para la polarización de las cerámicas en  $\text{BaTiO}_3$  y PLZT, en dicha prueba se usó un dispositivo que generaba 26 KVCD, utilizando el equipo seguridad necesario para evitar accidentes se colocaba la cerámica sobre una base de cobre aterrizada a tierra y la punta positiva se colocaba de 2.5 a 4 cm de la misma.

El dispositivo está elaborado por un monitor de computadora de CTR, modelo Monitor Samsung Syncmaster Modelo 753s utilizando el fly Back que genera el alto voltaje, al

encender el monitor este es excitado y genera alto voltaje una vez que se conectaba el cable VGA a una computadora Laptop Hp pavilion, el dispositivo de alto voltaje se coloca sobre una base de madera y la prueba se realiza a más de un metro de distancia de la persona que realiza la prueba. Dicha prueba fue filmada con la cámara de la misma computadora para poder apreciar el fenómeno, al momento de montar y desmontar las muestras cerámicas.

Se desconectaba el monitor del receptáculo de CA, y utilizando guantes aislantes para electricista y con pinzas de madera se acoplaba un caimán a la placa de tierra y se procedía a cortocircuitar con la punta del fly back para descargar la corriente almacenada, posteriormente se retiraba la muestra, o se modificaba la distancia de la muestra, mediante un tornillo que manipula un gato mecánico donde se montaba la punta, y así hacer más repeticiones de la prueba.

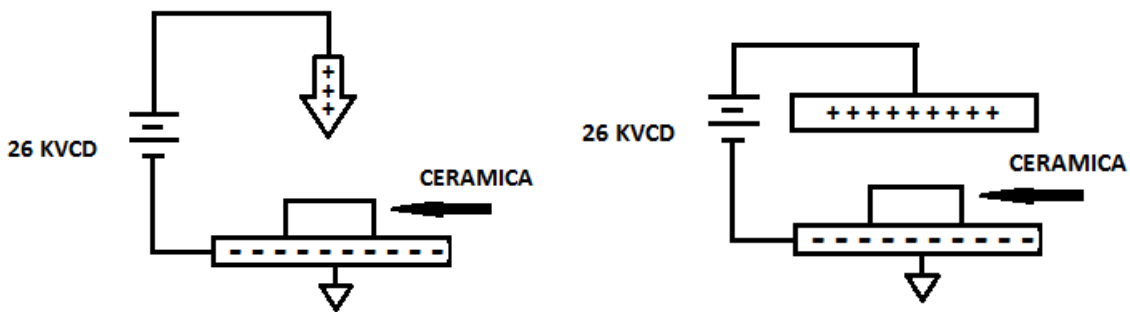


Figura 15. Técnicas empleadas para la polarización por efecto corona en los materiales piezoeléctricos.

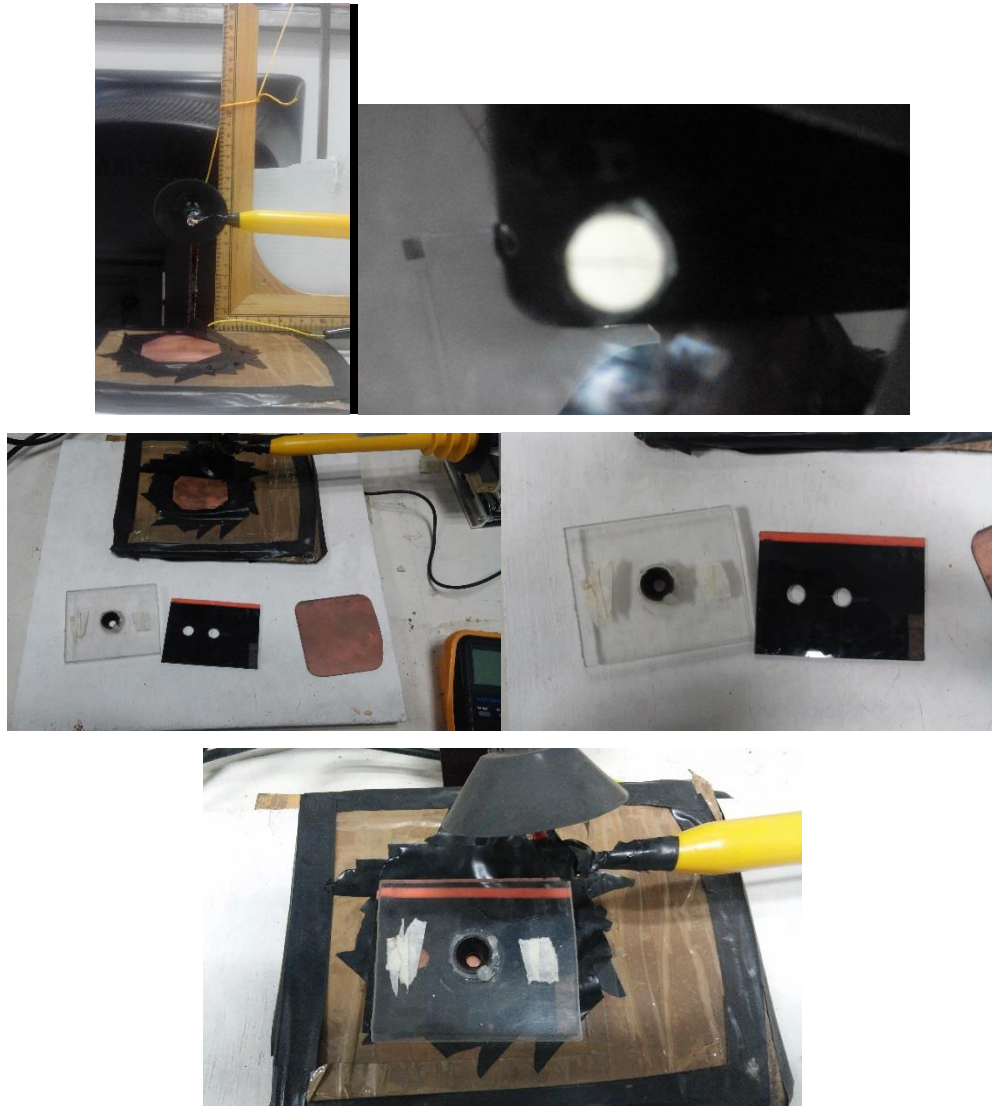


Figura 16. Imágenes para la aplicación de polarización por efecto corona.

### 3.9. Caracterización.

Posterior al proceso de polarización es necesario obtener algunas mediciones para determinar el comportamiento de la cerámica como: temperatura de Curie, constante dieléctrica y frecuencia de resonancia.

### 3.10. Obtención de la Temperatura de Curie.

Para obtener la temperatura de Curie de las cerámicas Piezoeléctricas, estas se colocan en un base compuesta por dos placas de cobre sujetas a dos placas de cerámica refractaria y ajustada mediante tornillos donde se conectan los cables que servirán de terminales para la medición de la capacitancia, se sujeta la cerámica en posición vertical, posteriormente se introduce dentro del horno modelo Carbolite 1100, que se programa para que aumente su temperatura en una escala de 5°C por minuto todas las pruebas se realizaron a no más de 500°C dependiendo el tipo de cerámica que dependiendo del material tienen diferente  $T_c$  entonces la prueba se terminan cuando se visualiza que la capacitancia llega a un valor máximo y posteriormente disminuye, mientras la temperatura aumenta.



Figura 17. Horno Carbolite 1100, empleado para someter a las cerámicas a altas temperaturas para la obtención de la Temperatura de Curie.

Las mediciones las adquirimos con un medidor de impedancias modelo LCR METER modelo 878 A de BK Precisión, ajustado a una frecuencia de 1Khz, y se utiliza el termómetro para termopar Amprobe modelo TMD 54 para medir directamente en la cerámica el cambio de temperatura y tener un dato más confiable de la Temperatura de Curie, todo este procedimiento es filmado, una vez terminado se crea una tabla y

se obtiene una gráfica de relación de temperatura contra capacitancia, donde el valor mayor de capacitancia se relaciona directamente con la temperatura de Curie de la cerámica.

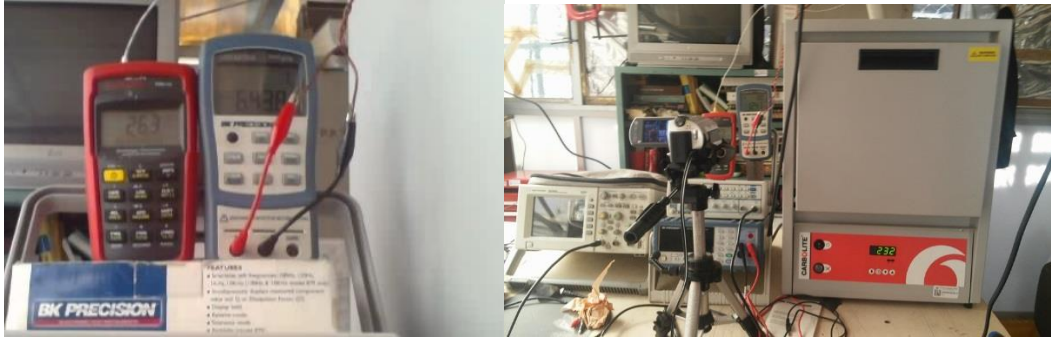


Figura 18. Equipo de medición y monitoreo para la obtención de la temperatura de los materiales.

### 3.11. Calculo de la Constante Dieléctrica.

A partir de la gráfica obtenida que nos entrega cambios de capacitancia al variar la temperatura se sabe que de manera proporcional se está modificando la constante dieléctrica y se calcula a partir de la fórmula 9. Se aplica considerando a la cerámica como un condensador de placas paralelas.

$$k = \frac{Cl}{\epsilon_0 A} \quad (9)$$

k = Constante Dieléctrica

C = Capacitancia (F)

l = Distancia entre placas (m)

$\epsilon_0 = 8.8541 \times 10^{-12}$  (F/m)

A = Área de las placas (m<sup>2</sup>)

Como  $A$ , el área de una cara circular por lo tanto  $A = \pi \times r^2$ , Donde  $r$  es el radio de la cara de la cerámica [6].

### 3.12. Obtención de la frecuencia de resonancia.

Para la obtención de la frecuencia de resonancia existe el método experimental y el teórico, este dato es importante para la aplicación en dispositivos de transductores ultrasónicos, sensores, osciladores, y filtros analógicos.

### 3.13. Frecuencia de resonancia teórica.

Para una cerámica piezoeléctrica de espesor  $l$ , la frecuencia de resonancia fundamental  $f_r$  tiene una longitud de onda  $\lambda$ , de tal manera que  $\lambda = 2 \cdot l$ , mientras  $f_r = C_t / \lambda$  donde  $C_t$  es la velocidad de fase de la onda ultrasónica en el material [6].

$$f_r = \frac{C_t}{2l} \quad C_t = f_r \cdot 2 \cdot l \quad (10)$$

Donde la

$f_r$  es la frecuencia de resonancia

$l$  es el espesor de la cerámica

Si se requiere un valor alto de la frecuencia de resonancia  $f_r$  es más factible reducir el espesor, dado que normalmente el valor de la densidad es un parámetro intrínseco al método de elaboración.



### 3.14. Frecuencia de Resonancia experimental

La frecuencia de resonancia y antirresonancia se determinan a partir del circuito mostrado, se utilizó el método descrito en la IRE Standard [6], el cual se muestra en los siguientes diagramas.

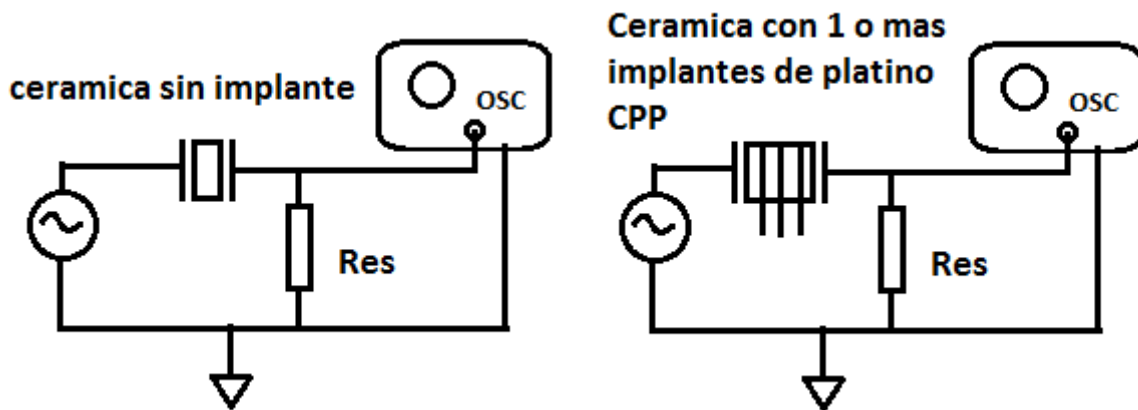


Figura 19. Método empleado para la obtención de frecuencia de resonancia y antirresonancia de cerámicas con y sin implante.

Para esta prueba se utilizó un generador de funciones marca Rigol DG-4062, un osciloscopio marca Tektronix MSO 3014, y con ayuda del software NI Labview 2013, se desarrolló una interfaz mediante USB para controlar y adquirir las señales del barrido que se tomaron desde 0.1 Hz hasta 60 Mhz a una amplitud de 10 Vpp, programando el osciloscopio y software se logró adquirir de manera precisa fase y función de transferencia para la obtención de la frecuencia de resonancia y antirresonancia.

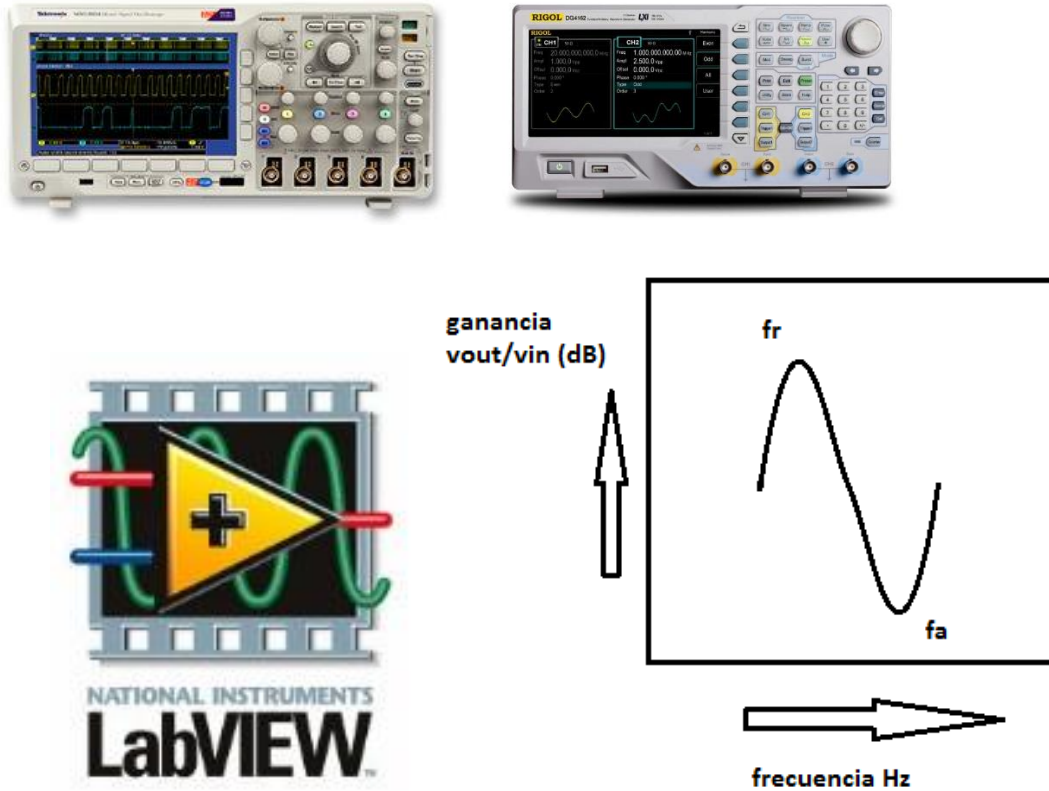


Figura 20. Equipo de medición oscilador Tektronics y generador de señales Rigol empleado en el laboratorio, con ayuda de interfaz Labview, para la obtención de la frecuencia de resonancia y antiresonancia de las cerámicas.

### 3.15 Coeficientes de Acoplamiento Electromecánico.

Para la determinación del coeficiente de acoplamiento electromecánico en modo radial, una vez que se conocen las frecuencias de resonancia y antiresonancia principales, se calcula el  $k_p$  por medio de la ecuación.

$$k_p = \frac{f_a - f_r}{f_r} \quad (11)$$

Dónde:  $f_r$  = Frecuencia de resonancia

$f_a$  = Frecuencia de antiresonancia

Para aplicaciones biomédicas, especialmente en ultrasonido se requiere que  $k_p$  sea muy pequeño.

Para la determinación del coeficiente de acoplamiento electromecánico en modo de espesor:

$$k_t = h_{33} \sqrt{\frac{e_{33}^S}{c_{33}^D}} \quad (12)$$

En un enfoque alternativo, se define el coeficiente de acoplamiento tal como surge de forma natural en la solución analítica de la ecuación de propagación de ondas. Esto conduce a una medida del coeficiente de acoplamiento por métodos dinámicos, quedando determinado a partir de la separación relativa entre las frecuencias de resonancia y antiresonancia [14].

$$k_t^2 = \frac{\pi f_r}{2f_a} \tan \frac{\pi(f_a - f_r)}{2f_a} \quad (13)$$

Donde:

$f_r$ . es Frecuencia de Resonancia

$f_a$ . es Frecuencia de Antiresonancia

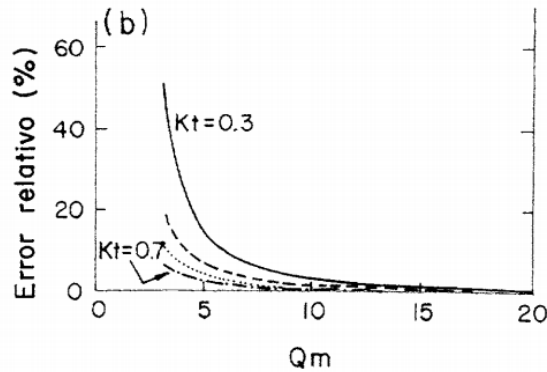


Figura 21. Error relativo para el cálculo de  $K_t$  a partir del valor de  $Q_m$ .

El error que se produce aumenta para materiales de altas pérdidas y bajo coeficiente de acoplamiento. No obstante este error es muy pequeño para materiales con un valor moderadamente alto del producto  $Q_m \cdot k_t$ . En concreto, el error es menor del 0.25% cuando  $Q_m \cdot k_t > 15$ , siendo por tanto aplicable el método convencional de medida dentro del margen de este error. Únicamente en el caso de materiales con valores muy bajos del producto  $Q_m \cdot k_t$  deja de ser aplicable la expresión convencional de caracterización [15].

La resistencia mecánica,  $R_m$  en resonancia puede ser medida directamente con el circuito de la figura 22b si la resistencia serie  $R_1$  es mucho mayor que la impedancia del resonador a  $f_r$ . La impedancia en resonancia está representada por la resistencia  $R_m$  en paralelo con el capacitor  $C_o$ , figura 22a cuya impedancia es tan alta que tiene un efecto despreciable [14].

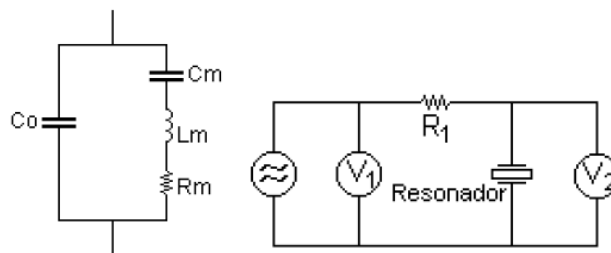


Figura 22a y 22b. Analogía de modelo de un cerámica piezoeléctrica y modelo eléctrico para la obtención de frecuencia de resonancia para el cálculo de las variables  $R_m$  y  $C_o$ .

A la frecuencia ( $f_r$ ) el voltaje pico a pico da una lectura mínima  $V_2$ , de modo tal que el valor de  $R_m$  puede ser determinado de:

$$V_2 = \frac{R_m}{R_1 + R_m} \times V_1 \quad (14)$$

Cuando se mide la capacidad del resonador a una frecuencia muy por debajo de la frecuencia de resonancia, digamos 1 KHZ, se encuentra un valor  $C_{1f}$  que es la suma de  $C_0$  y  $C_m$ .

$$C_0/C_m = f_r^2/(f_a^2 - f_r^2) \quad C_m = \frac{C_{1f}}{1+(C_0/C_m)} \quad (15)$$

Una vez que se han realizado las mediciones de  $f_r$ ,  $f_a$ ,  $R_m$  y  $C_{1f}$ , pueden ser finalmente evaluados cada uno de los elementos representativos del resonador y obtener el factor de calidad mecánico  $Q_m$  [14].

$$Q_m = \frac{1}{\omega_r \times C_m \times R_m} \quad (16)$$

### 3.16. Pruebas para determinar Efecto Relaxor en cerámicas con implante CCP.

El efecto relaxor es un fenómeno que presentan diversos materiales piezoeléctricos como ya se mencionó, ya esta ha demostrado que existe el efecto relaxor en PLZT, donde se aprecia el cambio de la constante dieléctrica como temperatura de Curie cuando el material es excitado a diferentes frecuencias, en estas pruebas se pretende aplicar la metodología de constante dieléctrica para la obtención de la temperatura de Curie aplicando diferentes frecuencias a la cerámica mientras se aumenta la

temperatura en el horno. Utilizando las diferentes cerámicas con implante de platino se pretende demostrar si el efecto relaxor sigue presente en las cerámicas CCP. Utilizando el medidor de impedancias ya mencionado LCR METER modelo 878 A, que permite trabajar a diferentes frecuencias 100 Hz, 120 Hz, 1KHz y 10 KHz. Así que primero se procede a analizar el efecto relaxor en cerámicas sin implantes, para posteriormente hacer las comparaciones correspondientes.

### 3.17. Obtención de la Frecuencia de Resonancia en CCP a Temperatura de 75° C

Considerando las propiedades piroeléctricas y piezoeléctricas, así como el efecto relaxor que se presenta en las cerámicas PLZT, en esta prueba se mantiene constante la temperatura en la cerámica a 75° C con una tolerancia de error del 5 %, (ya que si aplicamos temperaturas superiores se corre el riesgo de alcanzar la Temperatura de Curie lo cual provocaría que la cerámica se despolarice y pierda sus propiedades piezoeléctricas) mientras se aplica un barrido de frecuencias para observar cambios en la frecuencia de resonancia lo cual relaciona directamente un cambio en la constante dieléctrica.



Figura 23. Horno y termómetro para las pruebas en frecuencia a las cerámicas a temperatura de 75 grados centígrados.

Como complemento se realizó una prueba en la cual la cerámica funcionara en un circuito oscilador utilizando una compuerta 74HC04, en esta prueba se incrementa la temperatura esperando ver algún cambio en la frecuencia mostrada en el osciloscopio marca Agilent Technologies DSO3062A. La configuración del circuito es la que se muestra en la siguiente figura.

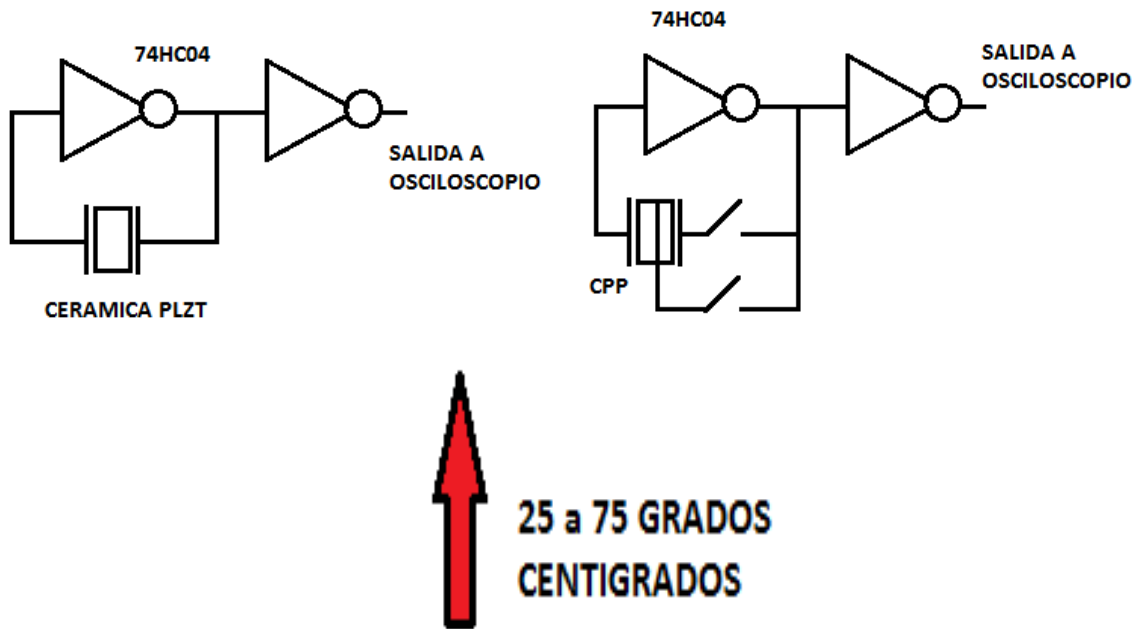


Figura 24. Osciladores para cerámicas piezoeléctricas en incremento continuo de temperatura.

### 3.18. Implementación de las cerámicas piezoeléctricas como filtros analógicos para adquisición de señales.

En la actualidad existen filtros piezoeléctricos para sistemas que trabajan a altas frecuencias como en comunicaciones y aprovechando sus propiedades de poseer frecuencia de resonancia y anti resonancia suelen ser utilizados como filtros pasa banda, sin embargo se pretende hacer pruebas como filtros de baja frecuencia, ya que son muy utilizados en equipos biomédicos, en esta prueba se harán acoplamientos y se utilizarán diferentes cerámicas PLZT y libres de plomo como  $\text{BaTiO}_3$ , BNBT y

KNbO<sub>3</sub>, así como cerámicas CCP, en configuración puramente cerámicos, y acoplamientos híbridos con ayuda de resistencias, sin utilizar materiales que almacenan energía como inductores y condensadores. Las configuraciones serán muy parecidas a las configuraciones de obtención de frecuencia de resonancia, se realizaron para el diseño de filtros pasa baja y pasa altos.

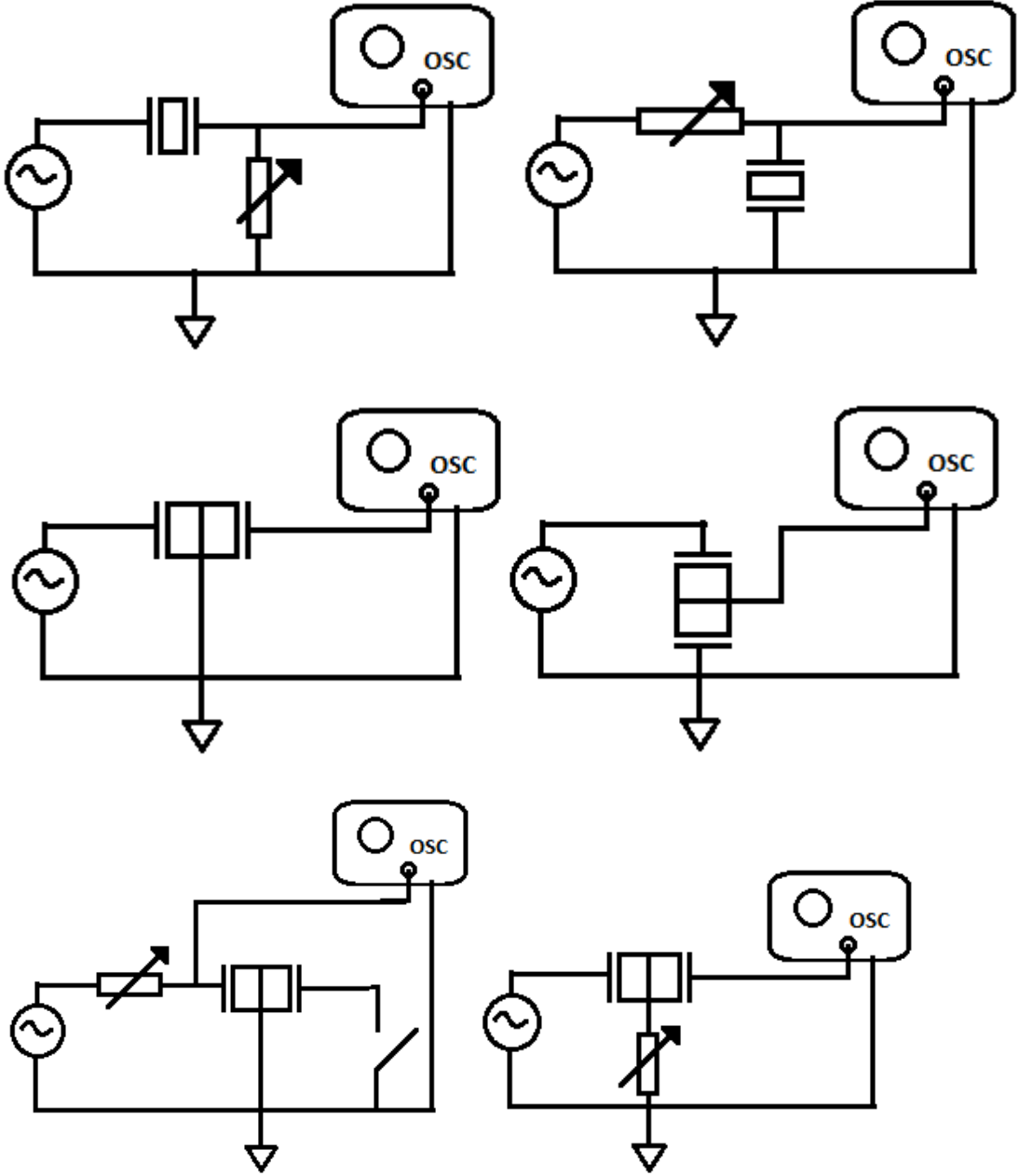


Figura 25. Configuraciones de las cerámicas piezoeléctricas para su implementación como filtros analógicos.



### 3.19. Implementación de las cerámicas piezoeléctricas CCP como circuitos de superposición de señales.

Las cerámicas piezoeléctricas con implante de platino pueden tener ventajas en el momento del diseño de diversos circuitos, esta prueba consiste en excitar por dos de las terminales de las cerámicas y observar su comportamiento a través de las otras terminales que pueden ser los implantes de platino o las caras de la cerámica. La excitación se realiza con señales digitales y analógicas senoidales, triangular y cuadradas.

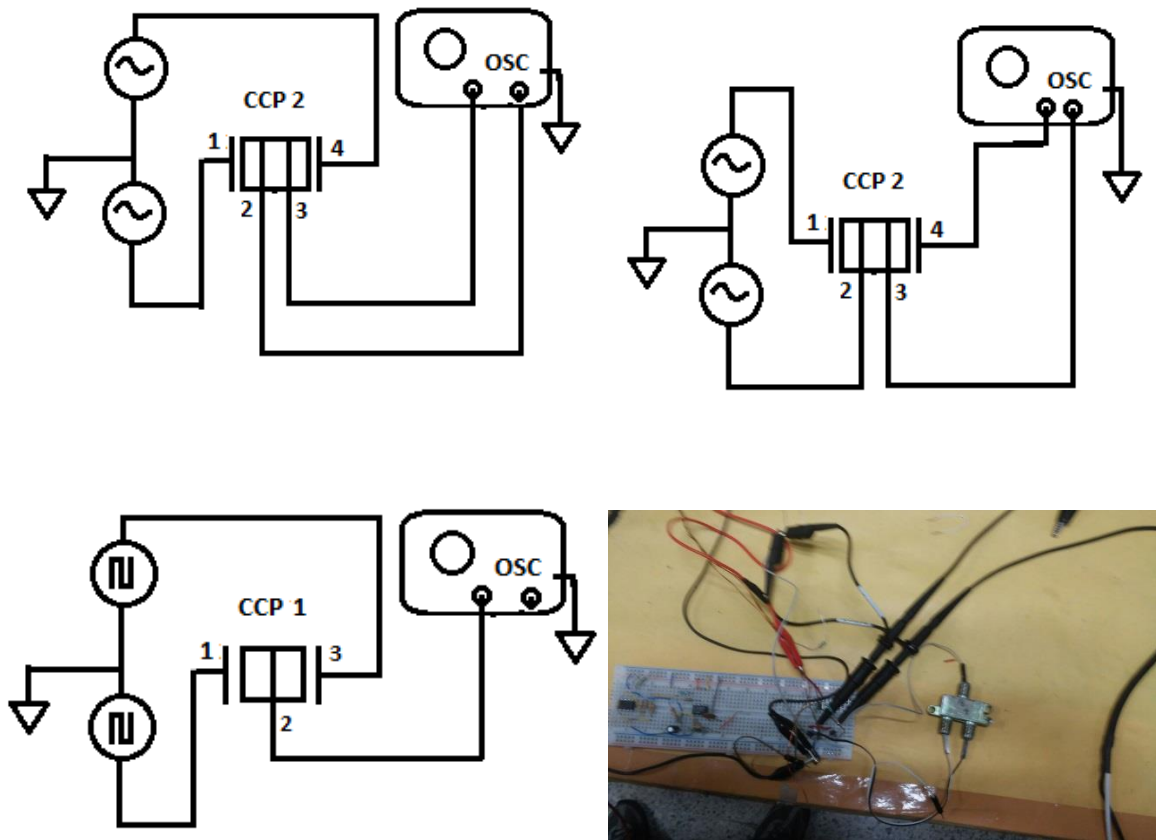


Figura 26. Configuraciones para aplicación de cerámicas piezoeléctricas, como circuitos de superposición de señal y compuertas lógicas.

### 3.20. Implementación de cerámicas CCP en circuitos osciladores.

Los materiales cerámicos tienen ciertos usos entre ellos es muy común su utilidad como circuitos osciladores para circuitos analógicos como digitales su utilidad es muy común en especial por su estabilidad.

En esta pruebas se analizara el cambio que produce el implante de platino en las cerámicas, utilizando un circuito oscilador para altas frecuencias mediante transistor bipolar 2N2222, como el uso de compuertas 74HC14 con salida Smith y 74HC04 ambos con tecnología CMOS mediante las siguientes conexiones las señales se visualizan en el osciloscopio Tektronix MSO 3014.

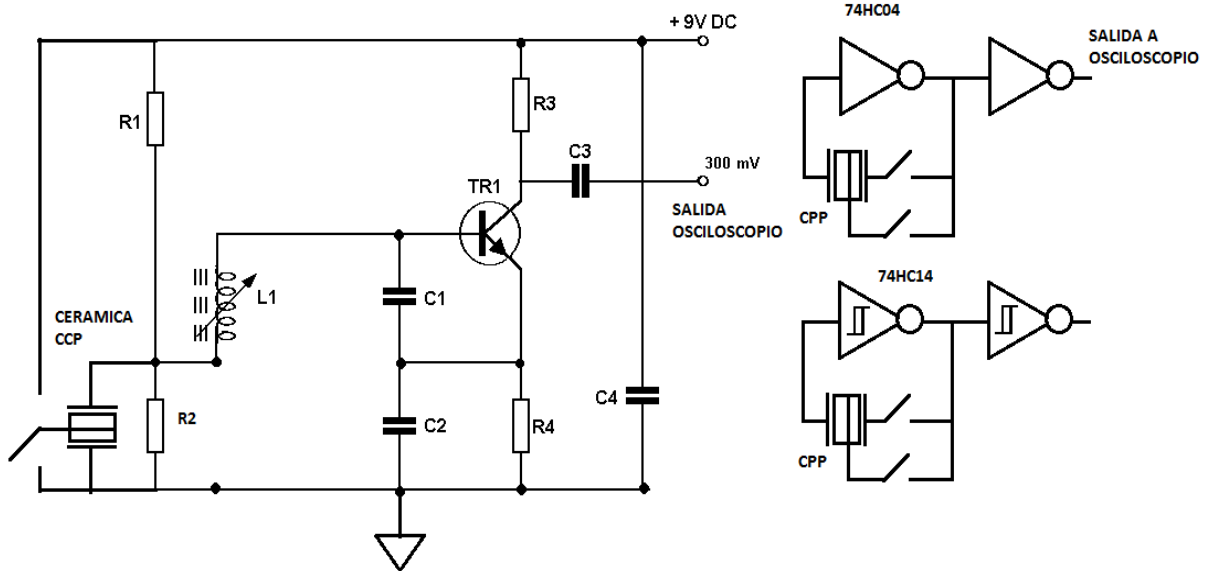


Figura 27. El oscilador mediante transistor bipolar se utiliza, R2 470  $\Omega$ , C1 12 pF, R3 330  $\Omega$ , C2 18pF, R4 470  $\Omega$ , C3 33pF, C4 1000 pF, R1 1.2 y L1 1 uH. Y osciladores con compuertas inversoras lógicas 74HC04 y 74HC14.

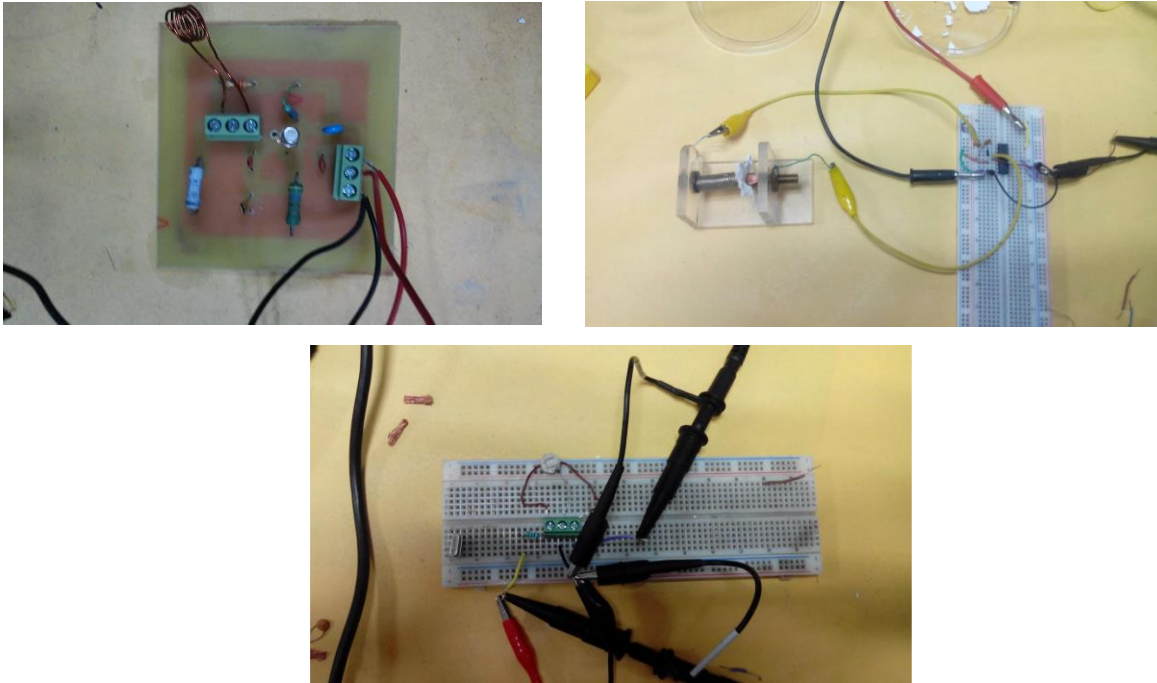


Figura 28. Circuitos osciladores empleados para los diferentes materiales cerámicos.

La comunicación entre el osciloscopio, el generador de funciones y la computadora, se realiza a través de una interfaz con protocolo RS 232, mediante puertos USB. Para poder establecer la correcta comunicación con la interfaz desarrollada en Labview 2013, fue necesario descargar en internet los controladores correspondientes proporcionadas por el fabricante de los instrumentos, así mismo un controlador para comunicación serial, NI VISA de Labview actualizado.

El osciloscopio cuenta con puerto para memoria USB, que en caso de ser necesario adquiere una impresión de pantalla del osciloscopio y la guarda en la memoria como imagen.jpg.

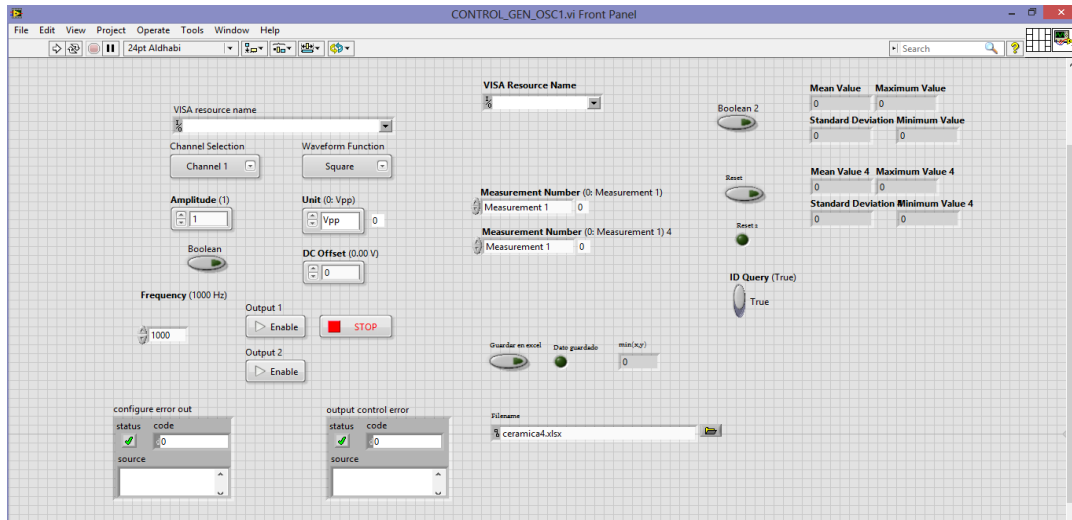


Figura 29. Equipo utilizado para el análisis de las cerámicas piezoeléctricas en tiempo real, para respuestas en frecuencia, a temperatura ambiente y en altas temperaturas.

## **4. Resultados.**

### **4.1 Comparación de Respuesta en frecuencia y características generales de las cerámicas piezoeléctricas.**

Para la fabricación de las cerámicas piezoeléctricas se sigue el mismo protocolo para los diferentes materiales de las cerámicas de PLZT, BNBT y BaTiO<sub>3</sub>, que ya habían sido fabricadas previamente en el laboratorio 10 de la Sección de Bioelectrónica, para su caracterización y pruebas, por lo tanto se fabricaron las cerámicas faltantes necesarias para el actual trabajo de tesis.

Las cerámicas faltantes de KNbO<sub>3</sub> se fabricaron siguiendo el protocolo encontrando algunos defectos en el momento de calcular la densidad y en la prueba para la obtención de la temperatura de Curie, este problema se debe a que este material requería una mayor presión a la que se requiere con otros materiales, entonces al principio se obtuvieron cerámicas porosas con y sin implante, las pastillas se formaron usando una presión alta, de 3 ton/cm<sup>2</sup>, los moldes usados fueron de 1,2 cm de diámetro, sin embargo al calcular la densidad obtuvimos un valor bajo comparado al de otras cerámicas el valor obtenido fue 3.20 g/cm<sup>3</sup>, cuando en el laboratorio consideramos un valor adecuado a partir de 6 g/cm<sup>3</sup>, por lo que se procedió a repetir la fabricación de las cerámicas esta vez se aplicó una presión de 4 ton/cm<sup>2</sup>, esto dio como resultado que las cerámicas alcanzaran un valor de 6.15 g/cm<sup>3</sup> en promedio. Posteriormente la prueba de obtención de temperatura de Curie se realizó sin inconvenientes. Todas las cerámicas son cilíndricas y sus características físicas muy parecidas ya que los moldes utilizados de 1.2 cm de diámetro fueron usados para su elaboración y la cantidad para la fabricación fue de un gramo de material. Físicamente tienen un tamaño muy similar, sin embargo cada material es distinto y como ya se hizo mención algunas tienen un valor de densidad mayor a otras.



Figura 30. Cerámicas elaboradas en el laboratorio 10 sección de Bioelectrónica Piezoeléctricas CCP

Una vez medidas las cerámicas se obtiene su valor de densidad los parámetros se resumen a continuación.

Tabla 1. Comparación de medidas de densidad en las diferentes cerámicas.

	Espesor (l)	Diametro (d)	Masa (m)	Densidad sin Pt ( $\rho$ )	Densidad ( $\rho$ ) CCP1	Densidad ( $\rho$ ) CCP2	Densidad ( $\rho$ ) CCP3
PLZT	1.99 mm	9.8 mm	1.1 g	7.33 g/cm <sup>3</sup>	7.05 g/cm <sup>3</sup>	7.12 g/cm <sup>3</sup>	7.30 g/cm <sup>3</sup>
BNBT	2 mm	10 mm	1 g	6.36 g/cm <sup>3</sup>	6.2 g/cm <sup>3</sup>	*	*
BaTiO <sub>3</sub>	2 mm	9.8 mm	1 g	6.62 g/cm <sup>3</sup>	6.6 g/cm <sup>3</sup>	*	*
KNbO <sub>3</sub>	2.5 mm	9 mm	0.99 g	6.22 g/cm <sup>3</sup>	6.15 g/cm <sup>3</sup>	*	*
KNbO <sub>3</sub> (baja densidad)	3 mm	11.5 mm	1 g	3.2 g/cm <sup>3</sup>	3 g/cm <sup>3</sup>	*	*

Algunas cerámicas caracterizadas se obtuvieron de manera particular en el proceso de polarización. A continuación se muestran las tablas con los resultados de manera convencional donde se comparan las cerámicas PLZT con y sin implante de platino (CCP). Donde se muestran las características principales de las cerámicas tales como, frecuencia de resonancia ( $f_r$ ), frecuencia de antiresonancia ( $f_a$ ), factor de acoplamiento electromecánico ( $k_p$  y  $k_t$ ), velocidad de fase de la onda ultrasónica en el material ( $C_t$ ), resistencia mecánica ( $R_m$ ), capacitancia mecánica ( $C_m$ ), Factor de Calidad Mecánica ( $Q_m$ ), y capacitancia a baja frecuencia, medición obtenida a través de capacitometro ( $C_{1f}$ ).

Tabla 2. Resultados de la caracterización de las cerámicas 1, \* Platino a Gnd, \*\* Cara a Gnd.

	$f_r$ (Hz)	$f_a$ (Hz)	$k_p$ (modo radial)	$k_t$ (modo espesor)
PLZT	2.40E+07	3.30E+07	1.33E-01	0.509007782
PLZT CCP1*	2.00E+07	2.50E+07	2.50E-01	0.638989912
PLZT CCP1**	2.00E+07	3.00E+07	5.00E-01	0.777562159
PLZT CCP2*	2.90E+07	3.30E+07	1.38E-01	0.515801251
PLZT CCP2**	2.00E+07	2.50E+07	2.50E-01	0.638989912

Tabla 3. Resultados de la caracterización de las cerámicas 2, \* Platino a Gnd, \*\* Cara a Gnd.

	( $C_t$ ) cm/s	( $Q_m$ )	$R_m(\Omega)$	$C_m(F)$	$c_{1f}(F)$
PLZT	1.19E+07	1.50E+01	4.03	8.7917E-11	3.97E-10
PLZT CCP1*	8.00E+06	9.77E+00	5.71	1.4266E-10	3.96E-10
PLZT CCP1**	8.00E+06	4.92E+00	5.5	2.9389E-10	5.29E-10
PLZT CCP2*	1.22E+07	1.06E+01	5.73	9.0592E-11	3.98E-10
PLZT CCP2**	8.40E+06	7.60E+00	5.5	1.9044E-10	5.29E-10

Las siguientes graficas son el resultado del barrido de frecuencias aplicado a las cerámicas PLZT para encontrar la frecuencia de resonancia de las mismas, utilizando el método descrito con anterioridad, barrido de frecuencias de 0.1 Hz hasta 60 MHz con una amplitud constante en el generador de 10 Vpp, la conexión básicamente es el acoplamiento de una resistencia a la cerámica simulando un circuito pasa altas con la cerámica piezoeléctrica.

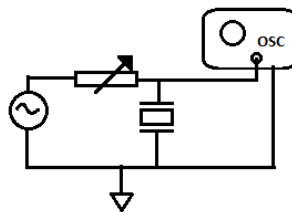
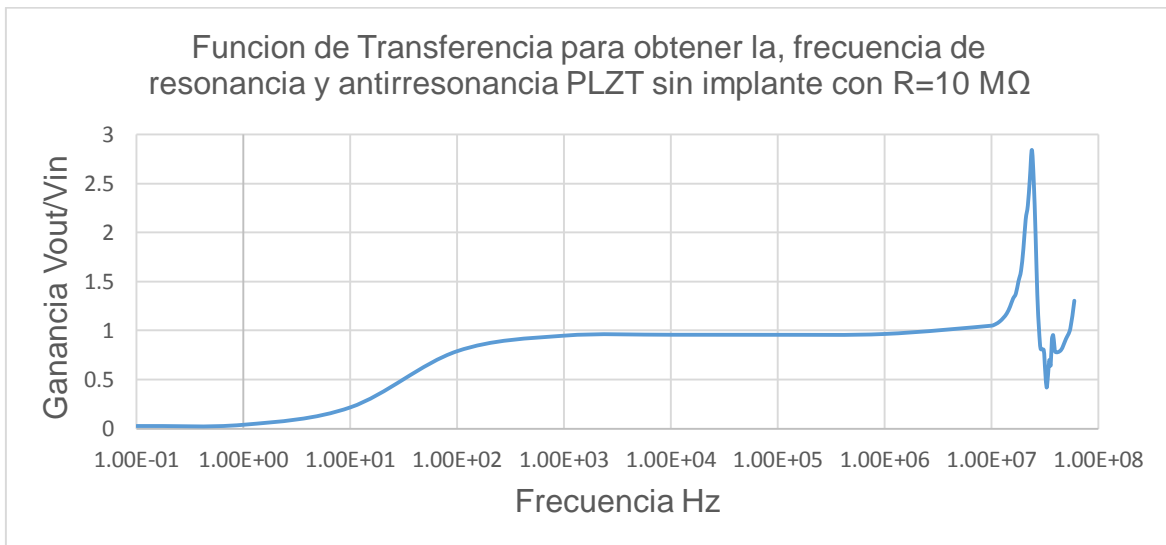


Figura 31. Circuito para obtención de la frecuencia de resonancia y fase de una cerámica PLZT sin implante con  $R = 10 \text{ M}\Omega$ .





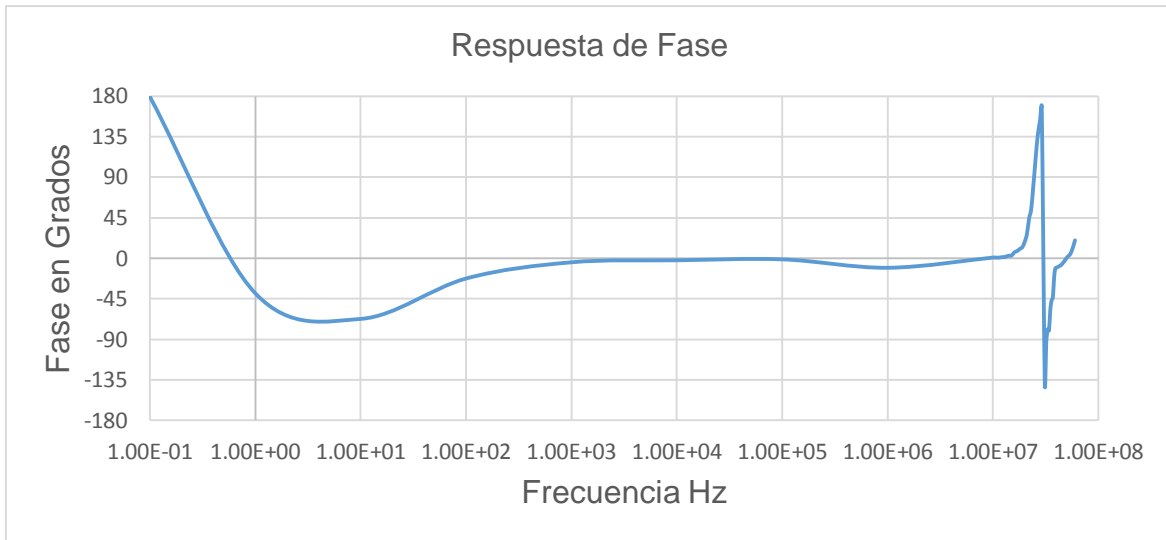


Figura 32. Graficas de Magnitud y Fase para la cerámica Piezoeléctrica sin implante PLZT, del circuito Frecuencia de Resonancia 24 MHz, Frecuencia de Antiresonancia 34 MHz.

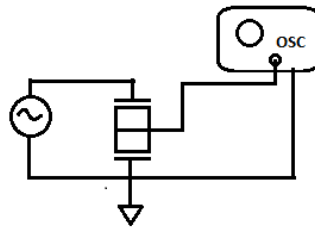
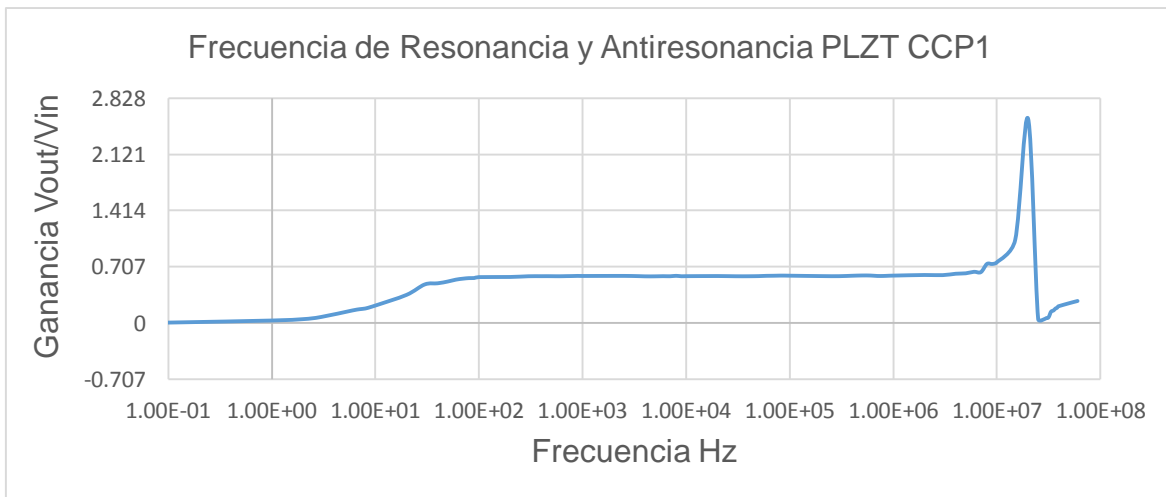


Figura 33. Circuito para obtención de la frecuencia de resonancia y fase de una cerámica PLZT CCP1. Obteniendo la respuesta en la terminal de implante.



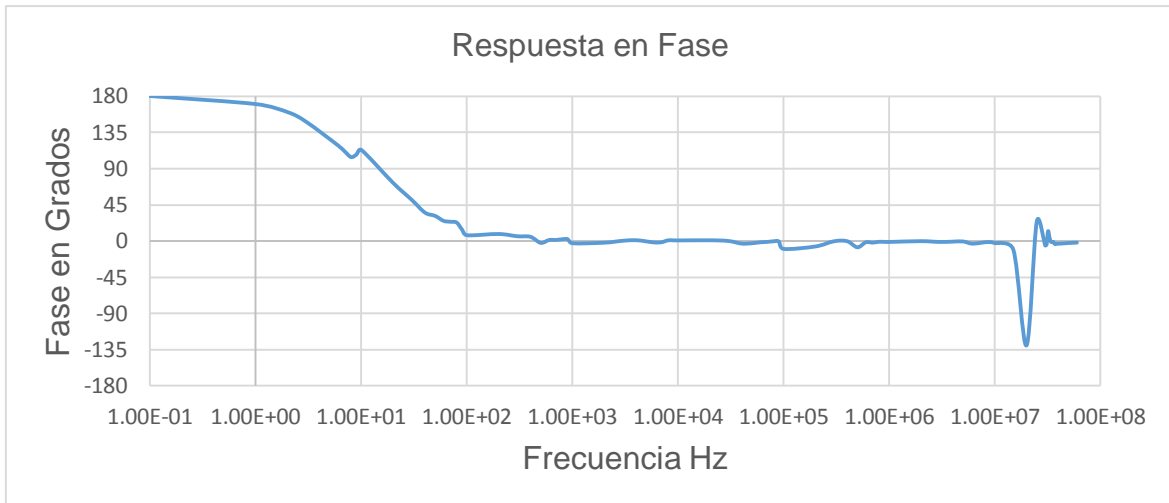


Figura 34. Graficas de Magnitud y Fase para circuito de la Figura 33.

Frecuencia de Resonancia 20 MHz, Frecuencia de Antiresonancia 25 MHz. Respuesta obtenida aplicando la fuente en los extremos de la cerámica y la respuesta en el implante de platino.

En los circuitos mostrados podemos observar que a baja frecuencia y muy por debajo de la frecuencia de resonancia la capacitancia  $C_0$  predomina sobre el material, por lo que su respuesta parece de un filtro pasa altas. Por otra parte la caracterización de la cerámica CCP 1 nos muestra una respuesta parecida a un filtro pasa altas sin necesidad de una resistencia, sin embargo presenta una respuesta con una atenuación que no llega a un valor unitario, como si existiera un divisor de voltaje interno en la cerámica por lo que se puede considerar el siguiente modelo.

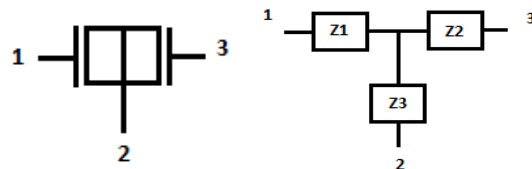


Figura 35. Modelo aplicado a una cerámica piezoeléctrica con 1 implante de Platino.

En el siguiente circuito se aplica el barrido de frecuencias en las caras de la cerámica CCP 2, y se obtiene la respuesta en las salidas de los implantes de platino (Terminales 2 y 3).

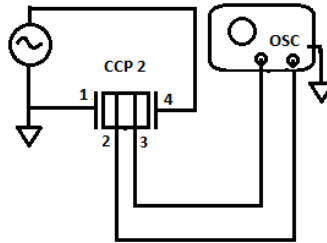


Figura 36. Barrido para Respuesta a Frecuencia a CCP 2.

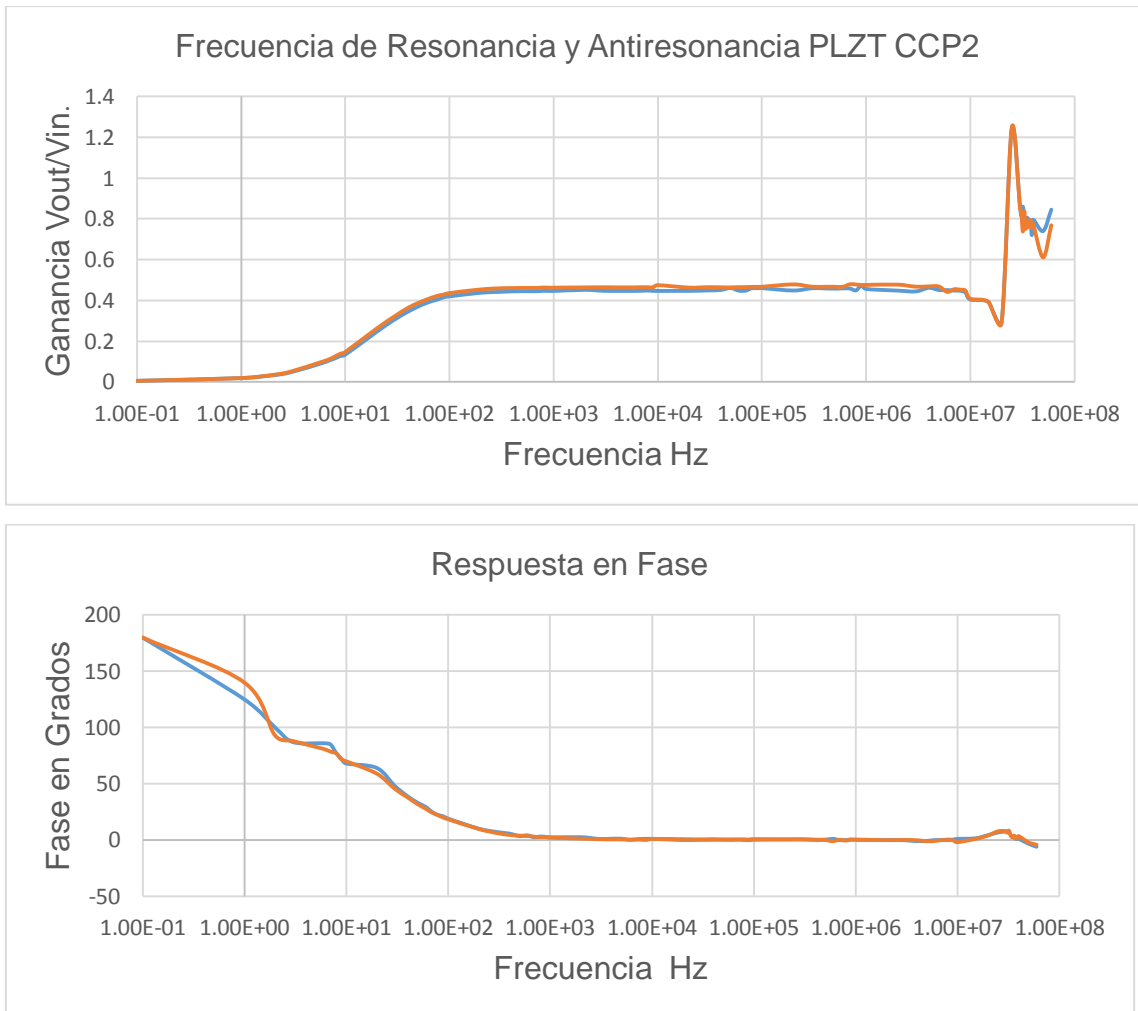


Figura 37. Graficas de Magnitud y Fase para CCP 2.

La frecuencia de resonancia obtenida es de 20 MHz, y la frecuencia de antiresonancia de 25 MHz, con respuesta en ambas salidas que son los implantes de platino línea azul (terminal 2) y línea naranja (terminal 3).

En el siguiente circuito se emplea la misma mecánica para obtener la Respuesta en Frecuencia de las cerámicas CCP 2, pero la conexión difiere como se muestra en la siguiente imagen.

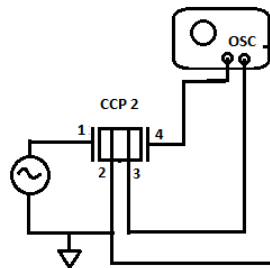
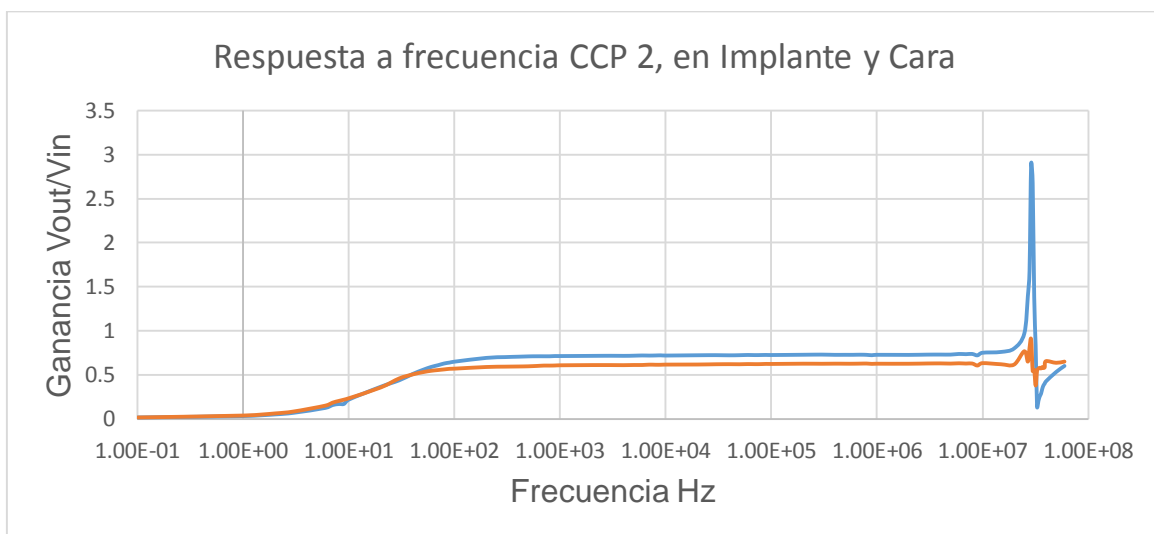


Figura 38. Obtención de Respuesta en frecuencia a CCP 2, utilizando un platino como terminal común, y una cara como terminal de salida.



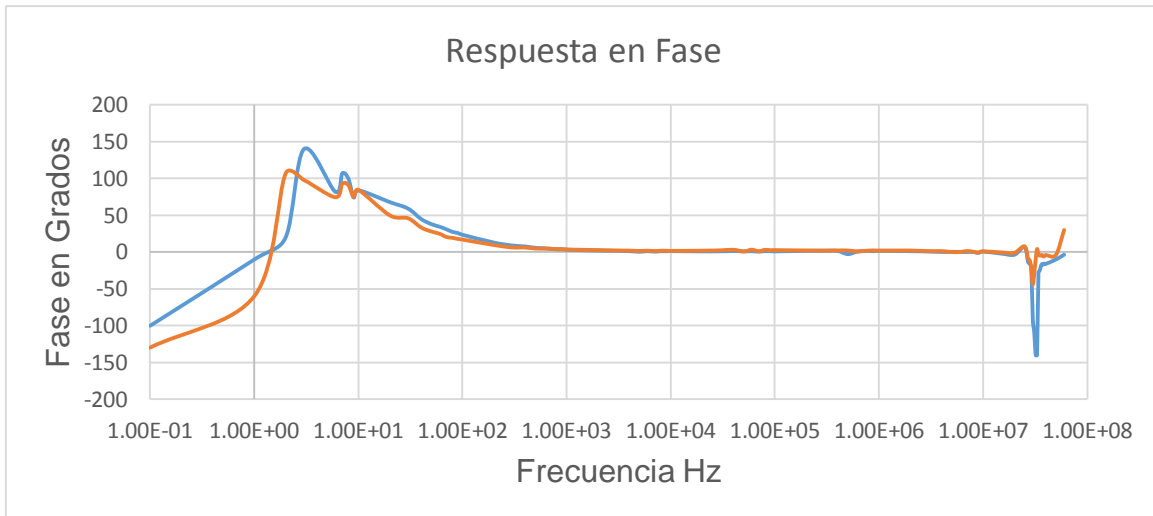


Figura 39. Graficas de Magnitud y Fase de una CCP 2, tomando como salidas una cara y un implante. En el circuito se obtuvo una frecuencia de resonancia de 29 MHz, y una frecuencia de antiresonancia de 33 MHz. Respuestas obtenidas a través de Implante de Platino (Línea azul) y Cara de la cerámica (Línea naranja).

En esta parte del experimento se analizó el comportamiento de una cerámica con 2 implantes de platino (CCP 2). En el primer circuito se conectó como entrada de alimentación las caras de la cerámica y la salida son los implantes, donde se observa que existe mucha similitud en las respuestas tanto de magnitud como de fase, y al igual que en la CCP 1 existe una atenuación en la ganancia, además en la respuesta existe un desfase mínimo en comparación con las CCP 1, al llegar a la frecuencia de resonancia.

Por otra parte en el segundo circuito, se conectó la fuente en la cara e implante de la cerámica y se obtuvo su respuesta en la cara e implantes faltantes, en dicha prueba se observa que existen diferencias en las respuestas de magnitud y fase, de ambas salidas, se observa una mayor sensibilidad en resonancia en la respuesta del platino alcanzando una ganancia mayor a la unidad, mientras que en la cara pierde

sensibilidad y se alcanza una ganancia menor a la unidad. Por lo tanto podemos considerar que un circuito equivalente a la cerámica es el siguiente:

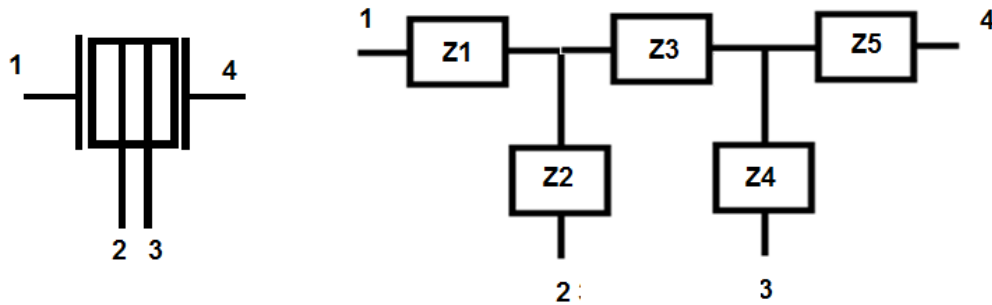


Figura 40. Analogía en función de impedancias aplicada a cerámica de 2 implantes de platino.

En la imagen mostrada se aplica una analogía donde se considera que las impedancias son diferentes dependiendo de la distancia y posición de los implantes y caras, en este caso, partiendo de la respuesta de la gráfica de magnitud, la posición de los implantes es muy cercana lo que provoca que la impedancia  $Z_4$  al nodo 1 sea menor por lo tanto la corriente a través de esta impedancia es mayor y existe una mayor sensibilidad, con respecto a la impedancia  $Z_5$  que por la distancia que es más lejana al implante de la  $Z_2$  la corriente es menor y existe una menor sensibilidad.

#### 4.2. Características dieléctricas de las cerámicas después de la Polarización convencional.

El método de polarización convencional que como ya se mencionó consiste en colocar la cerámica en una base dentro de un recipiente con dieléctrico a una temperatura de  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , y aplicar una tensión de CD dependiendo del espesor y si la cerámica tiene implante o no.

(\*) Las cerámicas ya estaban fabricadas y polarizadas por lo tanto no se reportó capacitancia inicial. (\*\*) Las cerámicas de baja densidad, por su porosidad, su capacitancia inicial no era constante variaba dependiendo de condiciones ambientales como humedad y aire, al momento de la polarización absorbieron aceite lo que provocó que la cerámica no mostrara una capacitancia constante y su capacitancia se volvió tan pequeña que era muy difícil obtener un valor aproximado.

Tabla 4. Capacitancia, antes y después de la Polarización, obtenidas con medidor de impedancia a 1 KHz de frecuencia ~platino a gnd, “cara a gnd.

	C1f (sin polarizar)	C1f (polarizada)
PLZT	*	0.397 nF
PLZT CCP1~	*	0.396 nF
PLZT CCP1”	*	0.529 nF
PLZT CCP2 ~	*	0.398 nF
PLZT CCP2”	*	0.529 nF
KNbO <sub>3</sub>	1.1 nF	0.074 nF
KNbO <sub>3</sub> CCP1	0.640 nF	0.153 nF
KNbO <sub>3</sub> (baja densidad)	**	**
KNbO <sub>3</sub> (baja densidad) CCP1	**	**
BNBT	0.471 nF	0.230 nF
BNBT CCP1	0.439 nF	0.344 nF

#### 4.3. Resultados de las cerámicas y membranas sometidas a polarización por efecto corona.

En esta polarización se mantuvo distancias a la muestra de 2 cm a 4 cm, lo cual provocaba que la diferencia de potencial cambiara desde 10 KV a 25 KV, (una distancia

menor a 2 cm provocaba que el potencial se volviera prácticamente 0 y la fuente de poder se protegiera y se apagara). La muestra se exponía 2 minutos al efecto.

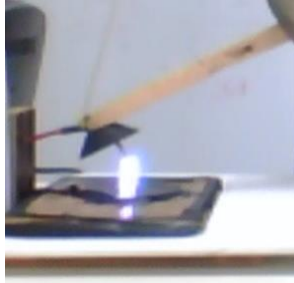


Figura 41. Dispositivo para polarización por efecto corona

Tabla 5. Capacitancia, antes y después de la Polarización por Efecto Corona.

	C1f (sin polarizar)	C1f (polarizada)
PLZT	0.017 nF	0.022 nF
BaTiO <sub>3</sub> CCP1 (cara a implante)	0.35 nF	0.025 nF
BaTiO <sub>3</sub> CCP1 (cara a cara)	0.6 nF	0.6 nF
Membrana de BaTiO <sub>3</sub> sinterizada	0.01 nF	0.001 nF
Membrana de BaTiO <sub>3</sub> sin sinterizar	0.03 nF	0.025 nF

#### 4.4. Respuesta en Frecuencia de las ceramicas y membranas, piezoelectricas que fueron sometidas a Polarizacion por Efecto Corona.

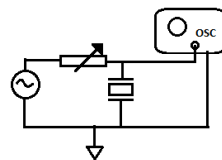


Figura 42. Circuito utilizado para la obtención de Respuesta en frecuencia de la cerámica PLZT sin implante expuesto a efecto corona.



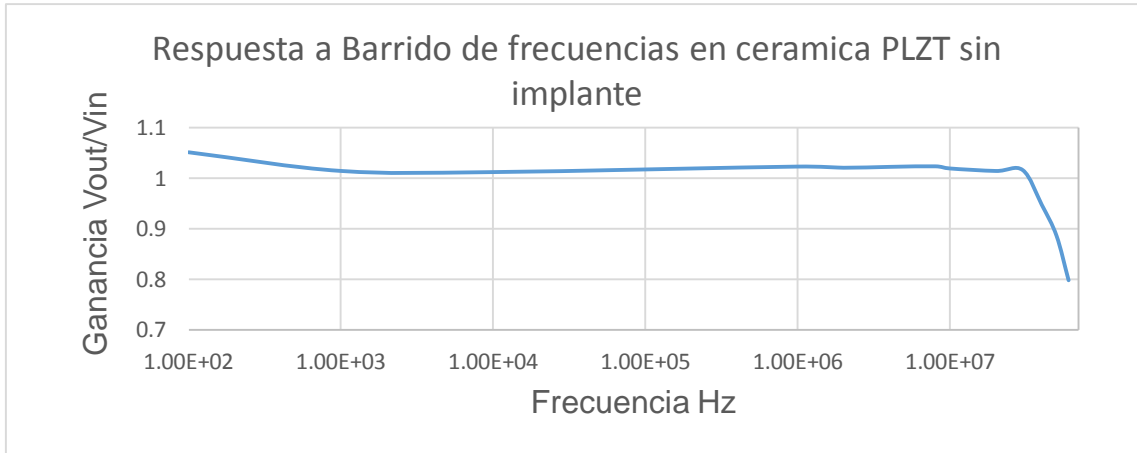


Figura 43. Respuesta en Frecuencia a cerámica PLZT sin implante, sometida a efecto corona.

La respuesta se realizó aplicando, a un circuito con configuración como filtro pasa bajos con una resistencia de  $100 \Omega$  un barrido de frecuencias para obtener la frecuencia de resonancia sin embargo no se obtiene un resultado significativo. La tendencia de la respuesta indica que la frecuencia de resonancia está por arriba de los 60 MHz por lo tanto no es posible evaluar las propiedades piezoeléctricas de la cerámica.

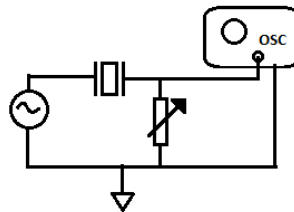


Figura 44. Circuito para la obtención de la Respuesta en frecuencia de las membranas de  $BaTiO_3$

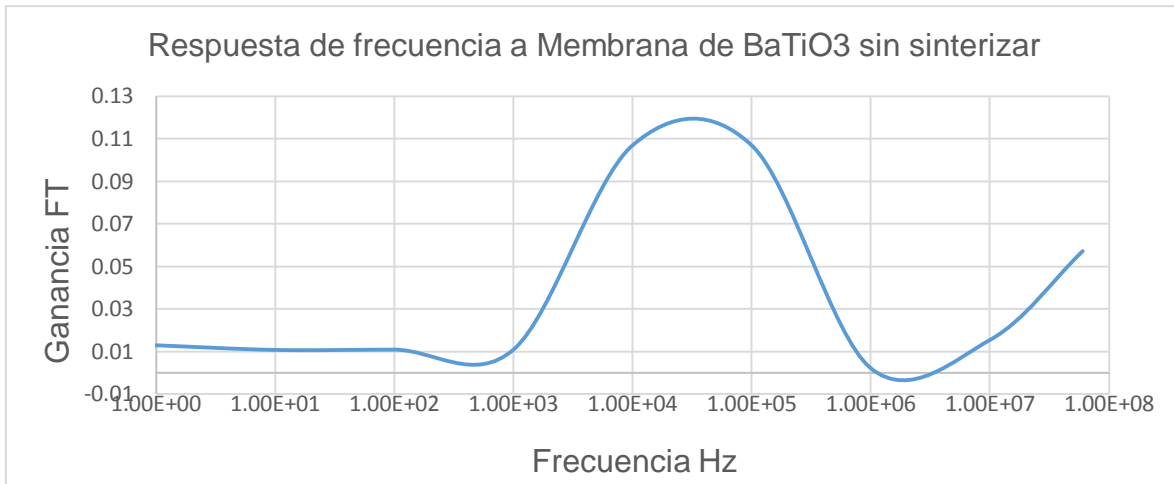


Figura 45. Respuesta de Magnitud al barrido de frecuencia en una membrana sin sinterizar de BaTiO<sub>3</sub>

En la gráfica de la prueba realizada a la membrana de BaTiO<sub>3</sub> sin sinterizar se observó que después de aplicar la polarización por efecto corona la sensibilidad de frecuencia de resonancia es muy pequeña sin embargo se puede observar los valores cercanos a resonancia y antiresonancia,  $f_r = 70$  KHz y  $f_a = 2$  MHz.

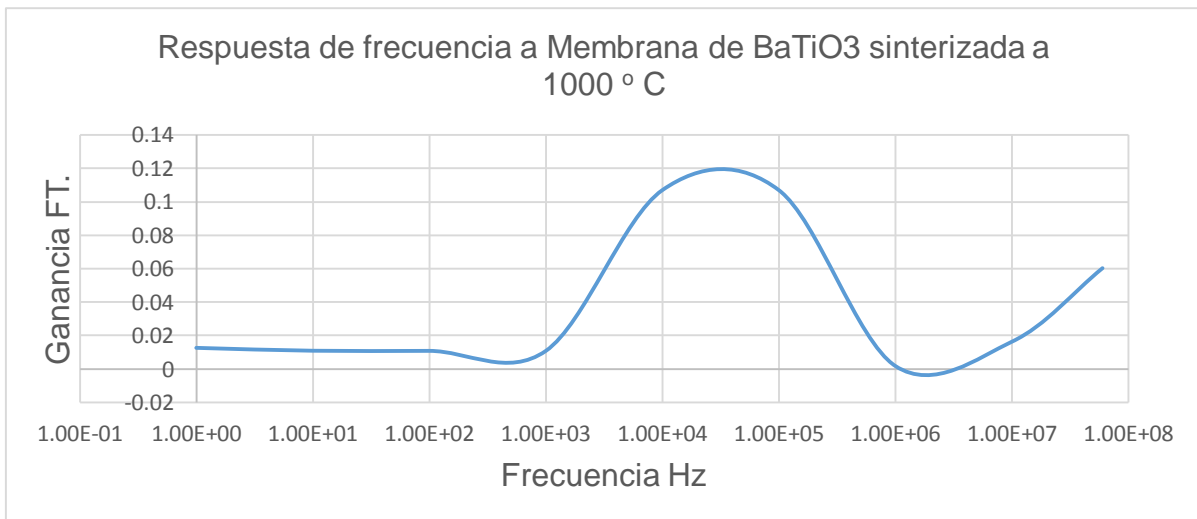


Figura 46. Respuesta de magnitud en barrido de frecuencias a membrana de BaTiO<sub>3</sub> sinterizada a 1000 ° C.

La respuesta obtenida con la membrana sinterizada es similar a la respuesta de la membrana sin sinterizar. Se mantiene una baja sensibilidad de la frecuencia de resonancia.

En la siguiente grafica (Figura 48) se muestra la respuesta de una cerámica CCP 1 de  $BaTiO_3$  que fue sometida a la polarización del efecto corona se tiene que resaltar que al hacer la prueba se observó que el arco eléctrico pasaba a través del implante de platino, y como se mostró, la capacitancia del implante con respecto a las caras se vio modificado.

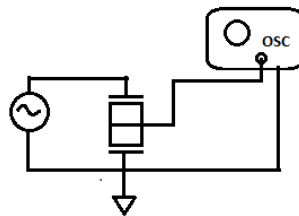


Figura 47. Circuito para la obtención de la Respuesta en frecuencia de la cerámica de  $BaTiO_3$  CCP 1, expuesto a efecto corona.

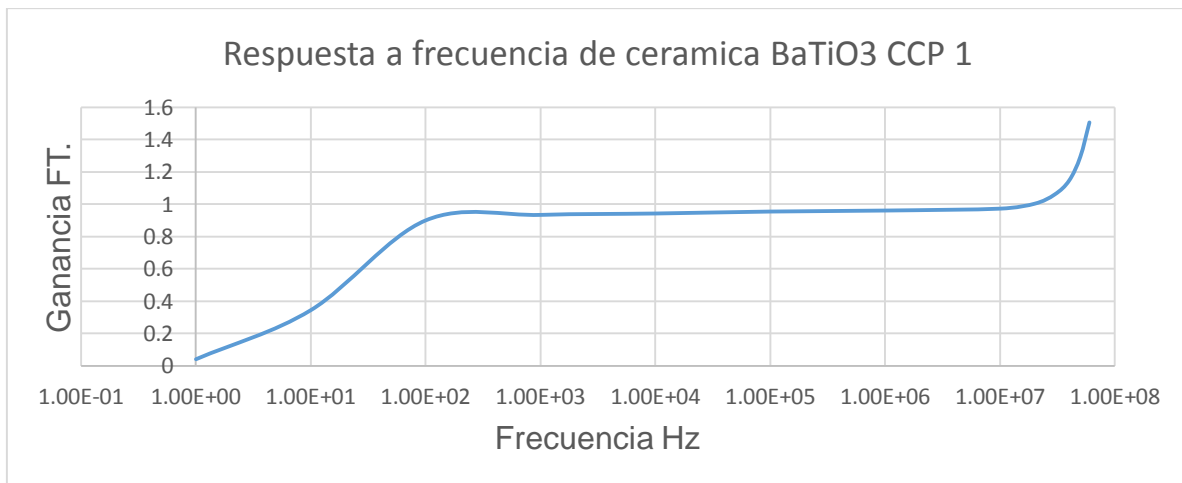


Figura 48. Respuesta de magnitud a barrido de frecuencia para cerámica de  $BaTiO_3$ , sometida a efecto corona.

Como se observa la cerámica muestra una buena sensibilidad en la frecuencia de resonancia de la cerámica de BaTiO<sub>3</sub> que alcanza una frecuencia de resonancia de poco más de 60 MHz.

#### 4.5. Resultados de la obtención de la Temperatura de Curie Tc.

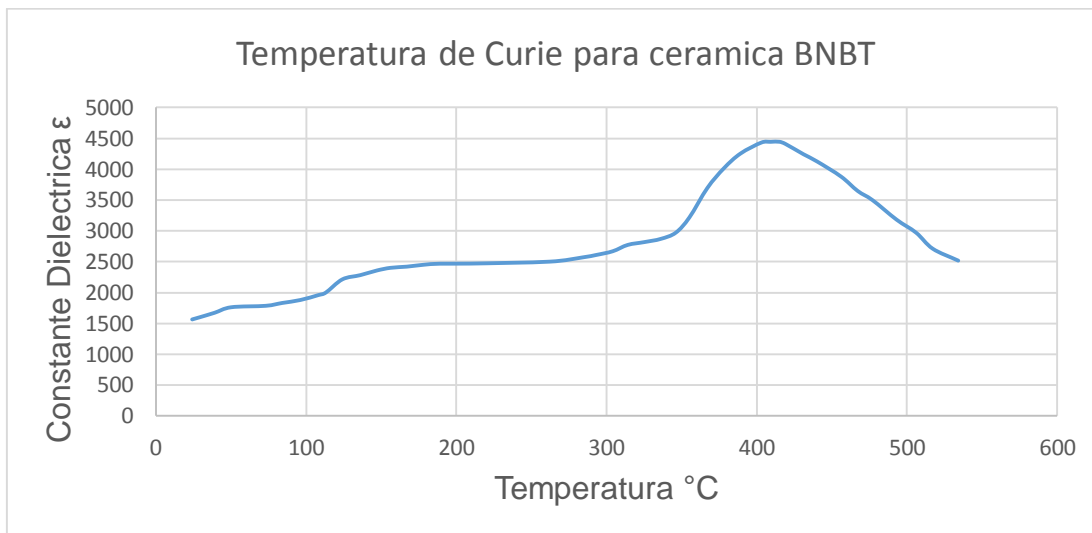


Figura 49. Obtención de Temperatura de Curie, mediante el método de constante dieléctrica.

La prueba de temperatura de Curie realizada para la cerámica BNBT sin implante dio como resultado Tc de 415 °C y una constante dieléctrica de 4443. La obtención de la constante dieléctrica se obtuvo mediante el método de medición de capacitancia, por lo que se utilizó un medidor de impedancia ajustado a una frecuencia de 1 KHz.

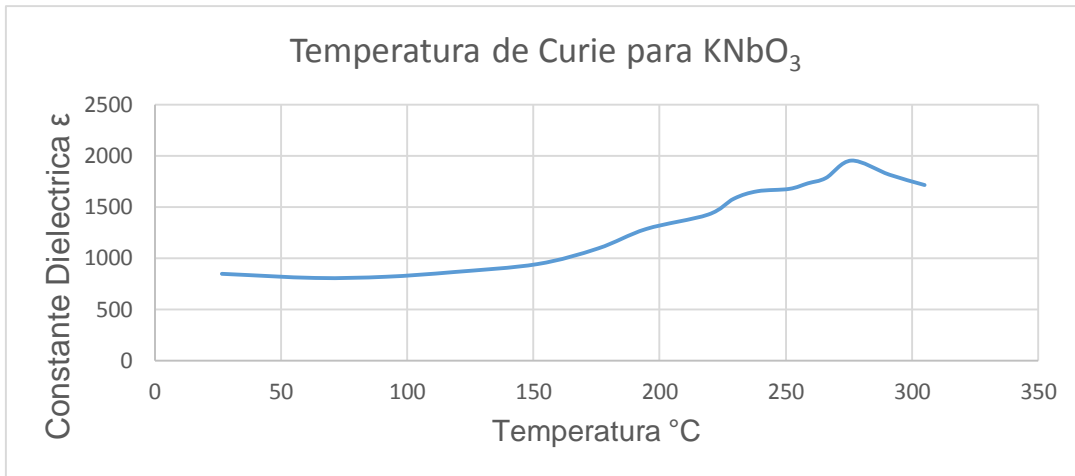


Figura 50. Obtención de Tc para Niobato de Potasio fue de 219.3 °C y constante dieléctrica de 1427.

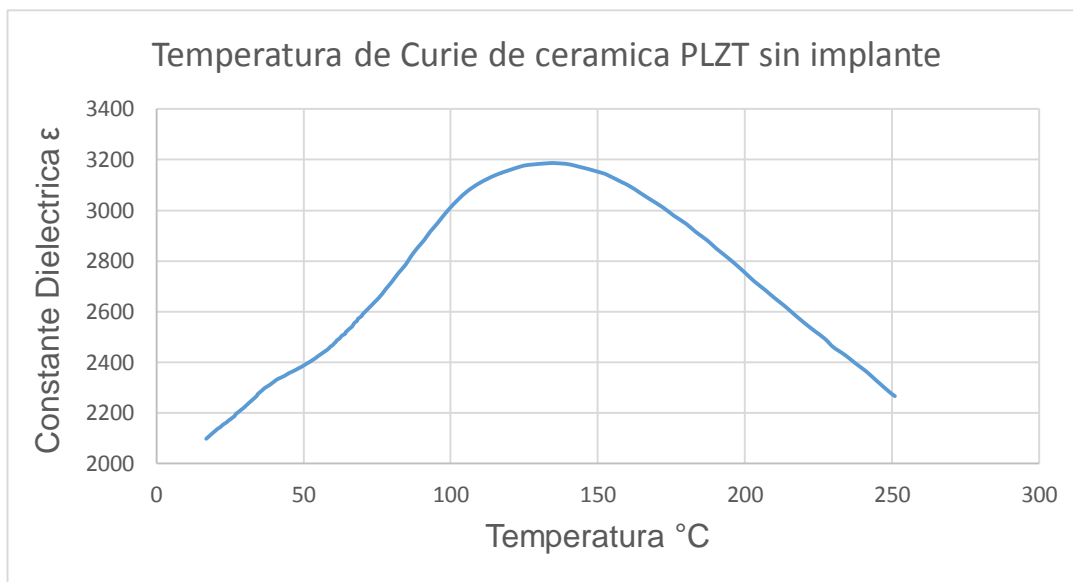


Figura 51. La cerámica PLZT se obtuvo, Tc de 135.7 °C y Constante dieléctrica de 3186.

#### 4.6. Efecto Relaxor en cerámicas de PLZT con implante de platino.

Para realizar esta prueba se requirió aplicar el método de la obtención de la Temperatura de Curie, sin embargo para la medición de la capacitancia se requirió ajustar el medidor de impedancias a diferentes frecuencias en las gráficas que a continuación se muestran se observa la respuesta de la temperatura de Curie con una

frecuencia de 100 Hz y compararla con otra de 10 KHz, y las pruebas se realizaron en cerámicas de 2 y 3 implantes de platino.

Tabla 6. Respuestas de efecto relaxor en cerámicas CCP

PLZT CCP 2			PLZT CCP 3	
frecuencia aplicada	T <sub>c</sub> °C	Constante Dieléctrica ε	T <sub>c</sub> °C	Constante Dieléctrica ε
100 Hz	113	3922	113	3327
1 KHz	115	3312	100	3371
10 KHz	125	2897	102	3142

Se observa un cambio tanto en constante dieléctrica como temperatura de Curie en las cerámicas de PLZT con implantes de platino, las gráficas se presentan a continuación.

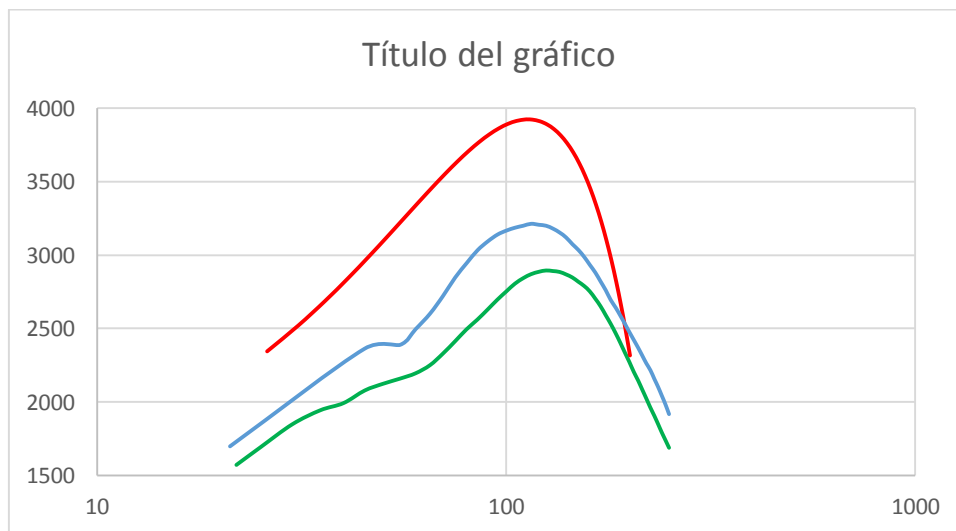


Figura 52. Obtención de temperatura de Curie a diferentes frecuencias a CCP 2.

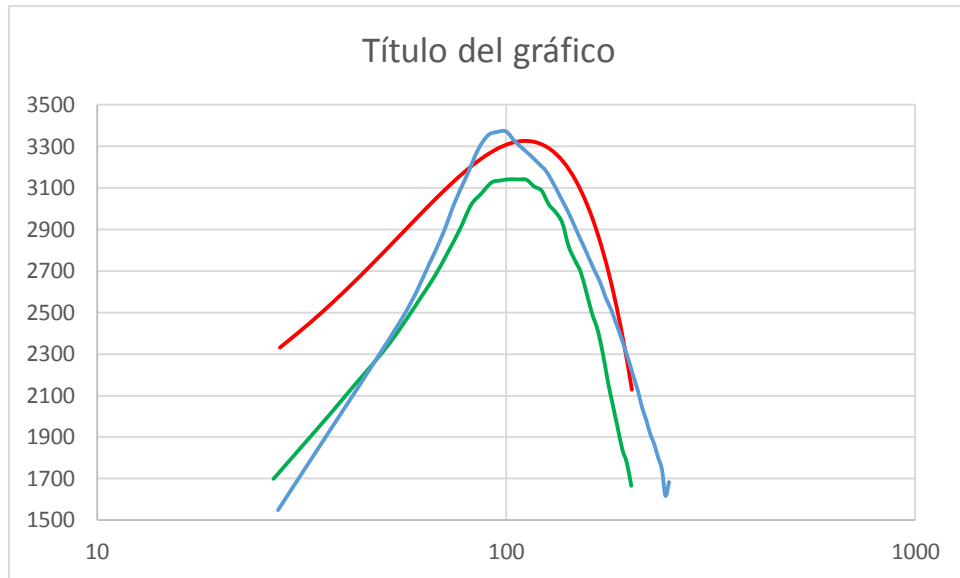


Figura 53. Obtención de temperatura de Curie a diferentes frecuencias a CCP 3.

En las gráficas se ven las respuestas de las curvas para la obtención de la temperatura de Curie para las CCP, a diferentes frecuencias mediante el método de la obtención de la constante dieléctrica.

Línea Roja. Frecuencia de 100 Hz

Línea Azul. Frecuencia de 1KHz

Línea Verde. Frecuencia de 10 KHz.

El Efecto Relaxor que existe en las cerámicas PLZT, no se ve afectado por los implantes de Pt.

**4.7. Barrido de frecuencias a cerámicas CCP a temperatura de 75° C y Circuito Oscilador de CCP, sometido a una rampa de temperatura hasta 100° C.**

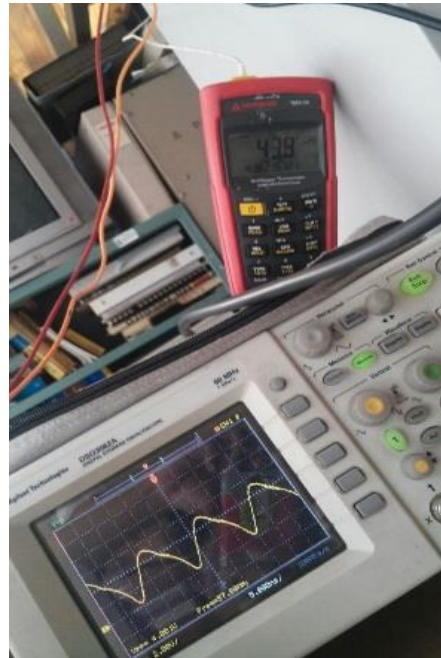
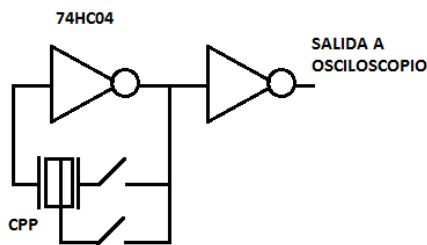


Figura 54. Circuito oscilador cerámico expuesto a incremento de temperatura, monitoreado mediante osciloscopio y termómetro.

Tabla 7. Resultados de frecuencia de oscilador de una cerámica CCP 1 PLZT, expuesta a un incremento de temperatura en tiempo continuo.

Temperatura °C	Frecuencia MHz	Temperatura °C	Frecuencia MHz
16.8	58.1	55	56.8
20	56.34	60	58.48
25	56.5	65	56.18
30	57.9	70	57.18
35	57.3	75	55.4
40	59	80	55.4
45	56.8	85	54.7
50	57	90	54.9
		95	54.79
		100	54.79



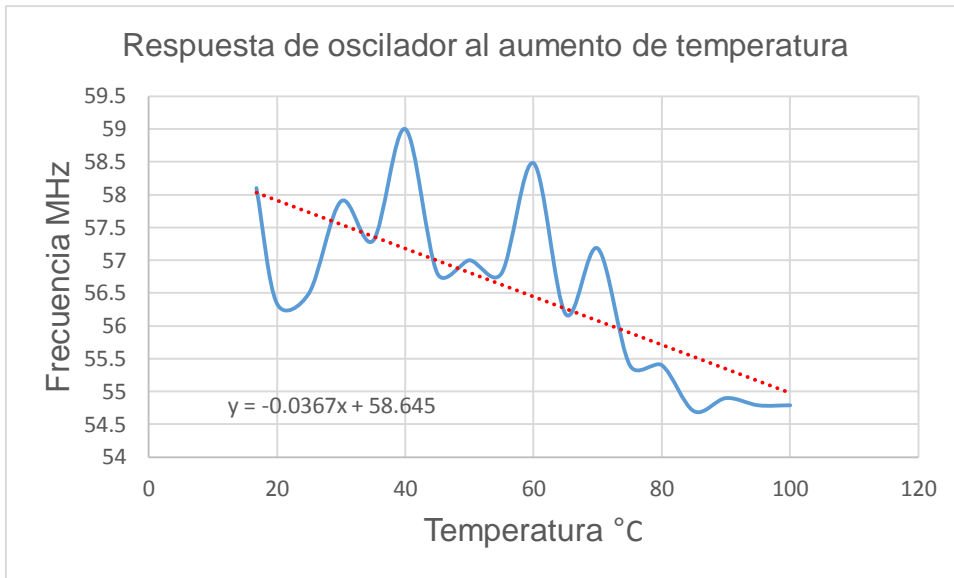


Figura 55. Grafica de la tendencia de la frecuencia al aumento de temperatura sobre la cerámica CCP1.

En esta prueba se observa un circuito oscilador colocando la cerámica PLZT CCP 1 en un horno y aumentando la temperatura a una velocidad de 5° C por minuto, se utilizó una compuerta inversora 74HC04 para el oscilador de la cerámica.

Teniendo como base que existe fenómeno relaxor en las cerámicas PLZT CCP1, se analiza el cambio de frecuencia en el oscilador esto tiene sentido puesto que se sabe que existe una relación de constante dieléctrica con respecto a la temperatura, como se muestra en la gráfica solo se llegó a una temperatura de 100° C para evitar alcanzar la temperatura de Curie y la cerámica pierda sus propiedades piezoeléctricas.

Y como resultado de la prueba se aprecia que la frecuencia de oscilación disminuye conforme al aumento de temperatura. De 58 MHz a 16.8° C hasta 54.79 a 100° C.

#### 4.8. Barrido de Frecuencia a cerámica PLZT sin implante a 22° C y 75° C.

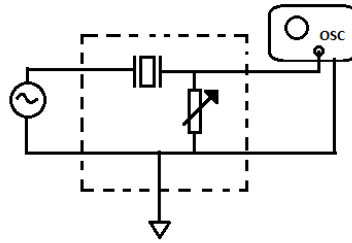


Figura 56. Circuito para la Respuesta en frecuencia, de una cerámica a diferentes temperaturas dentro de un horno, con  $R = 10M\Omega$ .

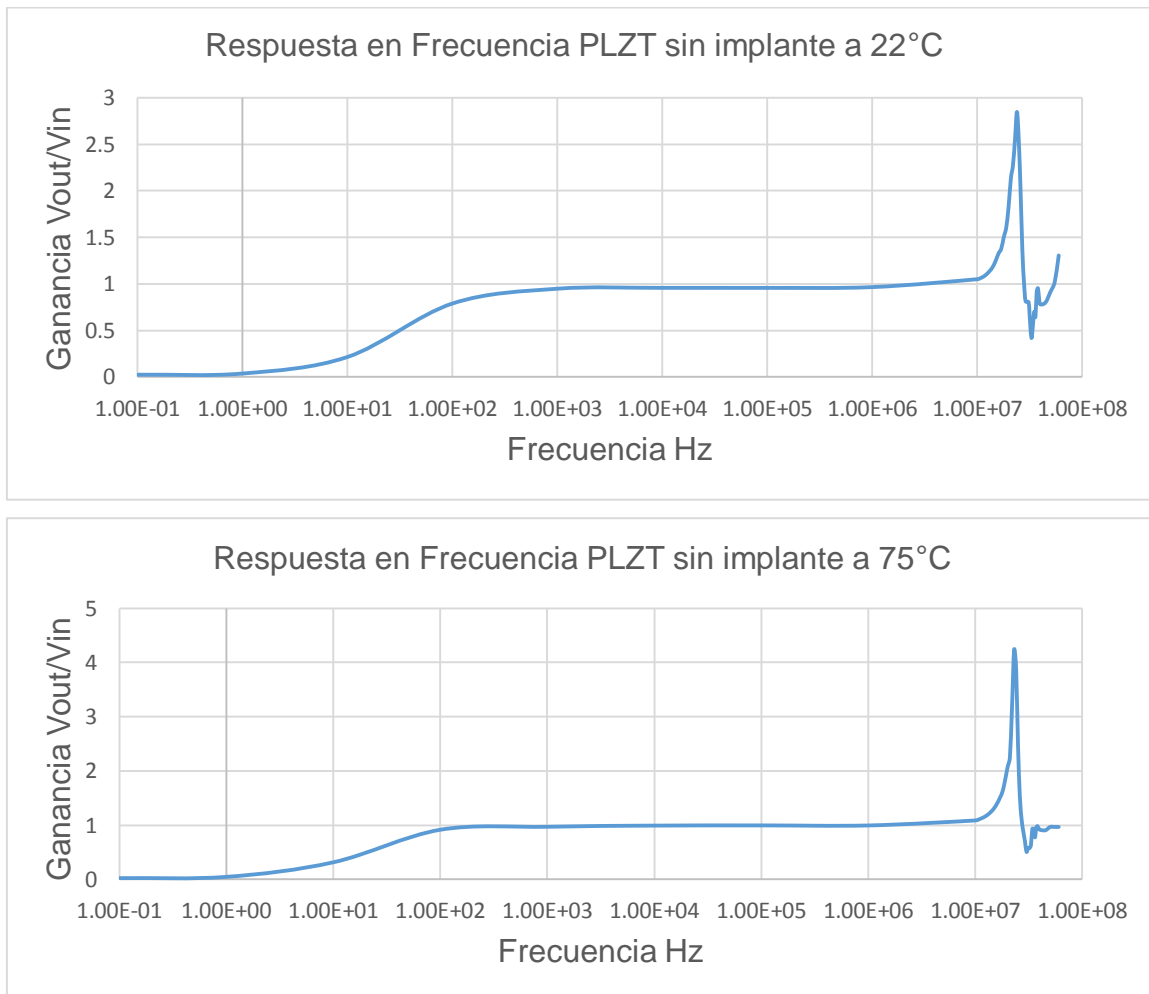


Figura 57. Comparativas de Respuesta a frecuencia, a diferentes temperaturas.

#### 4.9 Respuesta de cerámica PLZT CCP1, ante barrido de frecuencias a temperaturas de 22° C y 75° C.

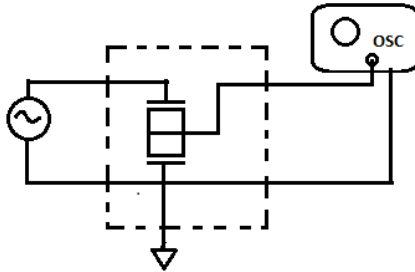


Figura 58. Conexión de cerámica CCP 1 a diferentes temperaturas para obtener respuesta a frecuencia.

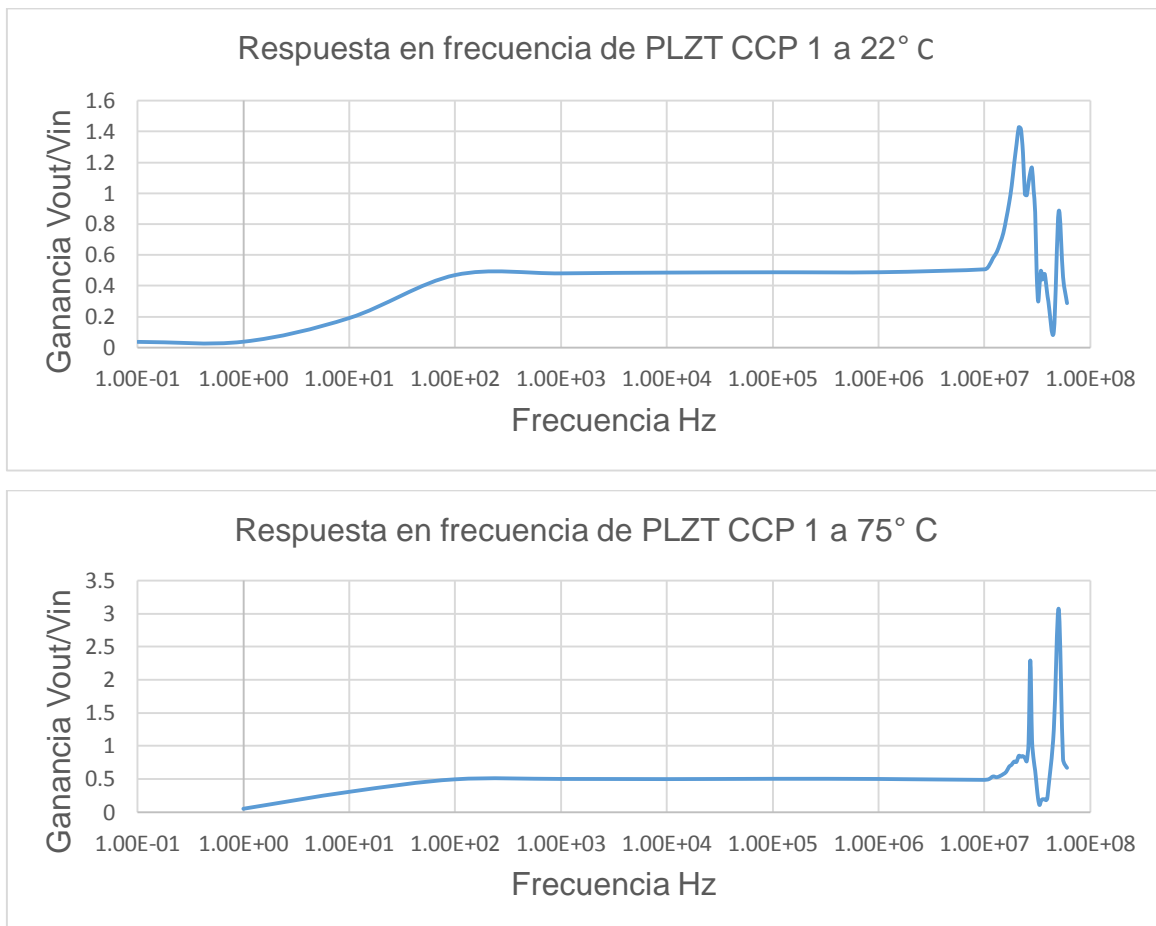


Figura 59. Graficas de Respuesta en frecuencia de cerámica CCP 1 a 22 y 75 grados centígrados.

#### 4.10. Respuesta a Frecuencia de cerámica PLZT CCP2 a temperatura de 75° C, comparando la respuesta de salida en implante y salida en cara.

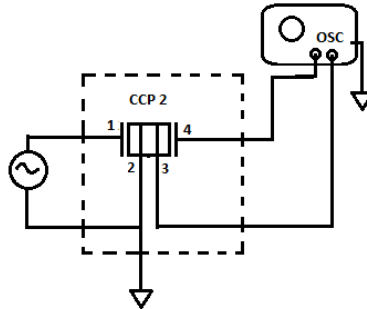


Figura 60. Circuito para obtener la respuesta a frecuencia en el implante y cara de la cerámica a temperatura de 75° C.

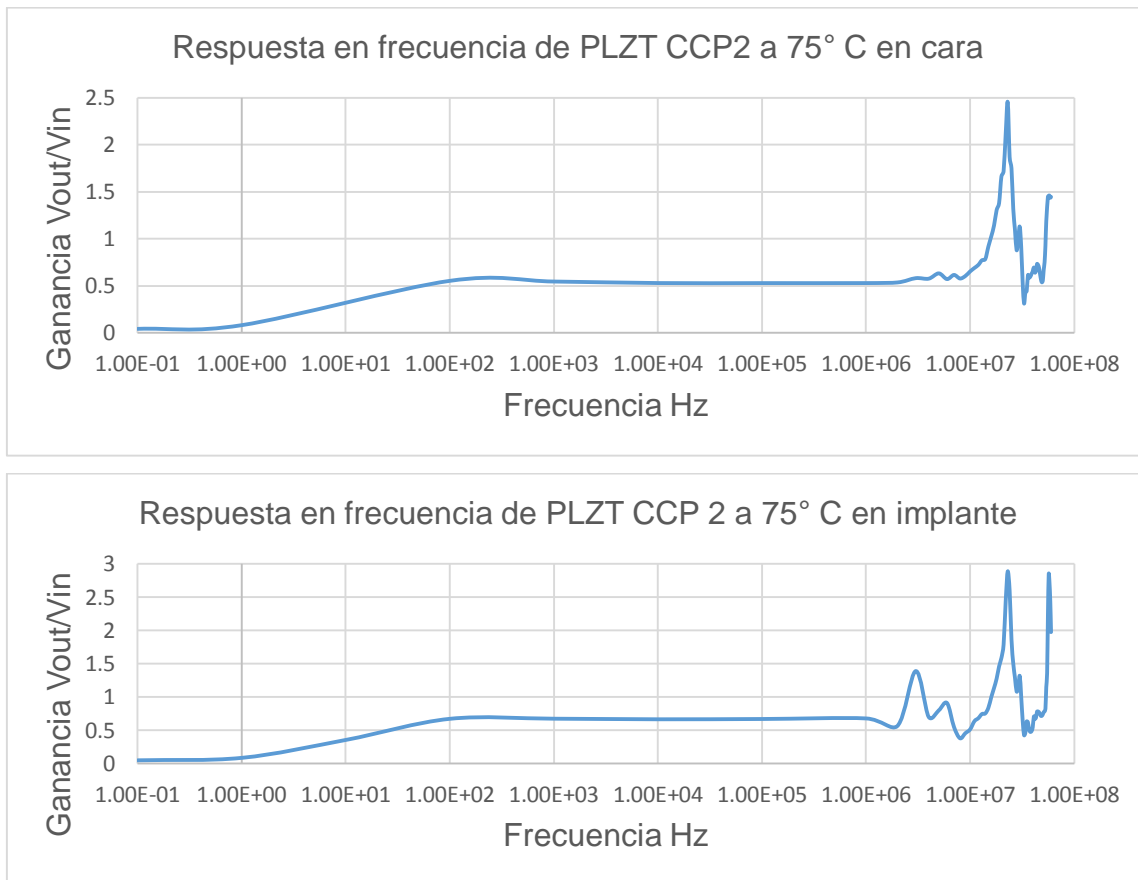


Figura 61. Graficas comparativas de Respuesta en frecuencia entre cara e implante como salidas, a una temperatura de 75° C.

En las gráficas mostradas para este experimento se contempla que existen importantes diferencias en las muestras a las que se realizó la prueba a 22° C con las de 75° C. en todas las muestras la sensibilidad de la frecuencia de resonancia se vio aumentada en ganancia al aumentar la temperatura, así como la frecuencia de resonancia cambio, también cabe resaltar que al aumentar la temperatura las gráficas mostraron picos en ganancia en las frecuencias armónicas.

Tabla 8. Respuesta en frecuencia para las cerámicas a temperaturas de 22 y 75 grados centígrados, \* respuesta en implante, \*\* respuesta en cara.

	Frecuencia de Resonancia (MHz)	Ganancia FT
PLZT sin Pt 22° C	24	2.84
PLZT sin Pt 75° C	23	4.23
CCP1 22° C *	22	1.41
CCP1 75° C *	27	2.28
CCP2 75° C **	23	2.45
CCP2 75° C *	23	2.88

#### 4.11. Respuesta de las cerámicas y membranas en circuitos osciladores.

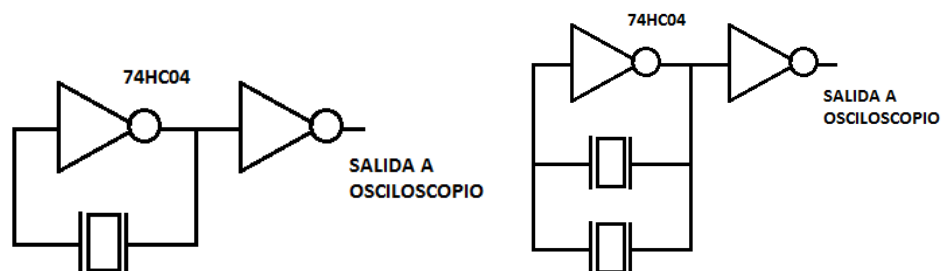


Figura 62. Osciladores con cerámicas sin implante.

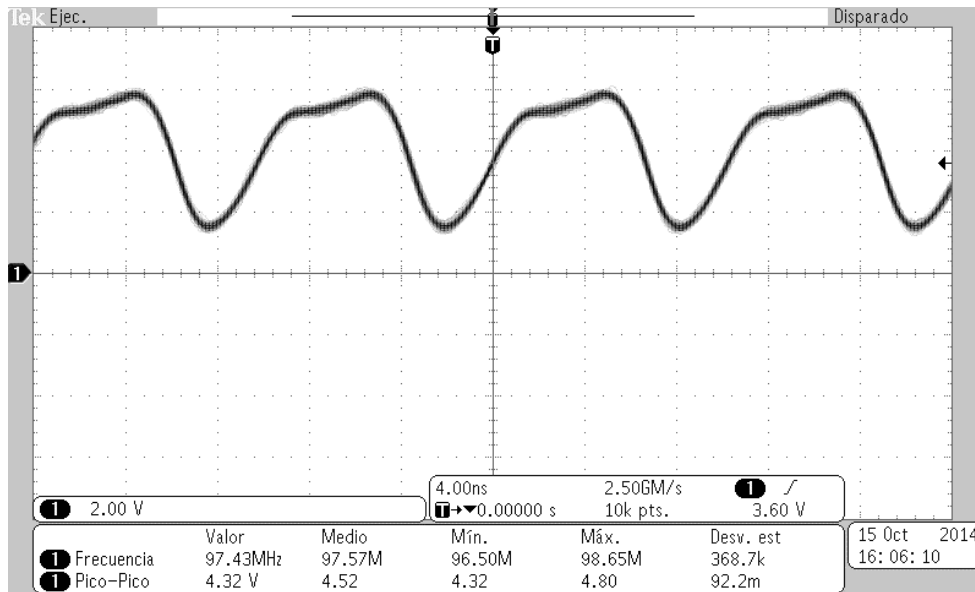


Figura 63. Respuesta de osciladores para cerámicas en paralelo.

Para los circuitos osciladores donde se utilizaron compuertas inversoras 74HC04, se comprobaron diferentes conexiones con las cerámicas, en circuito mostrado en la figura 64, se conectaron dos cerámicas en paralelo, donde la frecuencia de resonancia no tuvo algún cambio significativo respecto a conectar una sola cerámica. La frecuencia de oscilación en todas las pruebas no mostró un error mayor a 1%.

Esto se debe a las propiedades de las cerámicas piezoeléctricas como lo muestra la fórmula (10), la frecuencia de resonancia no depende de  $C_o$  por lo tanto no podemos relacionar la respuesta de la frecuencia de resonancia en base al cambio de capacitancia en conexión serie y paralelo de las cerámicas. La frecuencia de resonancia depende de la velocidad de fase ultrasónica del material ( $C_t$ ), el cual es un valor constante para las cerámicas que tienen las mismas características, la frecuencia de resonancia depende del espesor ( $l$ ), por lo tanto al conectar las cerámicas en paralelo cambia el área, un parámetro que no altera el resultado en la fórmula y el espesor ( $l$ ) de ambas cerámicas sigue siendo el mismo.

En los osciladores donde se conectaron las cerámicas en serie (Figura 64) se mostró que la frecuencia de oscilación disminuye en comparación a una sola cerámica (Figura 65). Como ya se mencionó la frecuencia de resonancia solo depende del espesor (l), al conectar en serie las cerámicas, es equivalente a aumentar el espesor por lo tanto esto produce que la frecuencia de resonancia disminuya.

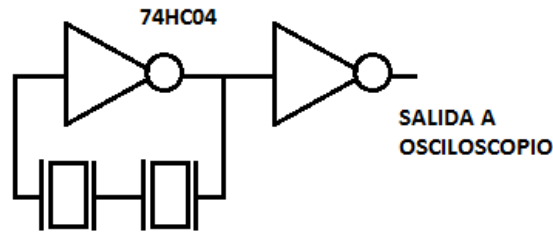


Figura 64. Oscilador 2 cerámicas en serie.

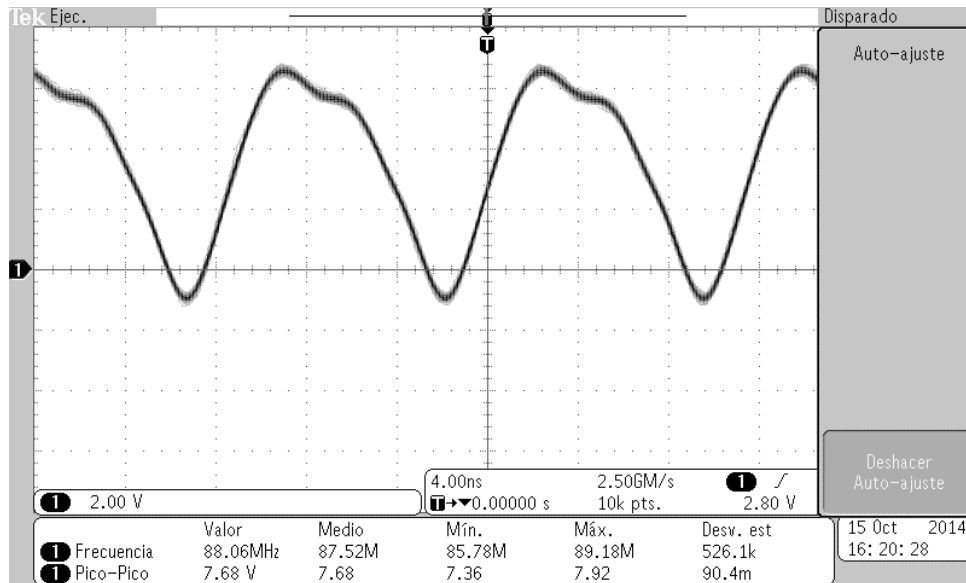


Figura 65. Frecuencia de oscilación para un oscilador con 2 cerámicas en serie.

Los osciladores con cerámicas CCP 1 (Figura 66), dependiendo la manera en que se conecten pueden modificar la frecuencia de oscilación, cuando se conectan cualquier de sus terminales a la compuerta, la frecuencia es muy cercana a la de una cerámica

del mismo material y mismas dimensiones sin implante, sin embargo, al conectar la terminal del implante la frecuencia aumenta debido a que se reduce internamente el espesor entre la cara y el implante de la cerámica.

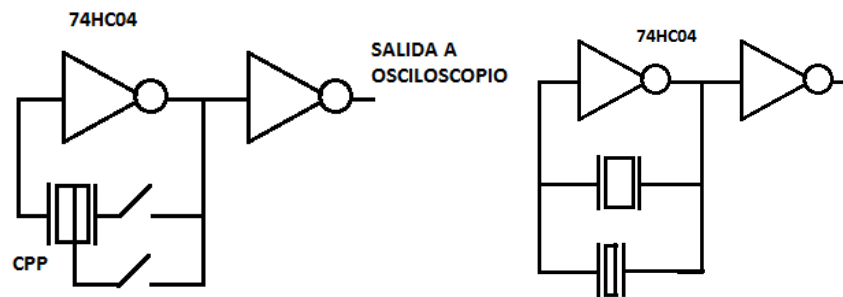


Figura 66. Oscilador con cerámica CCP1

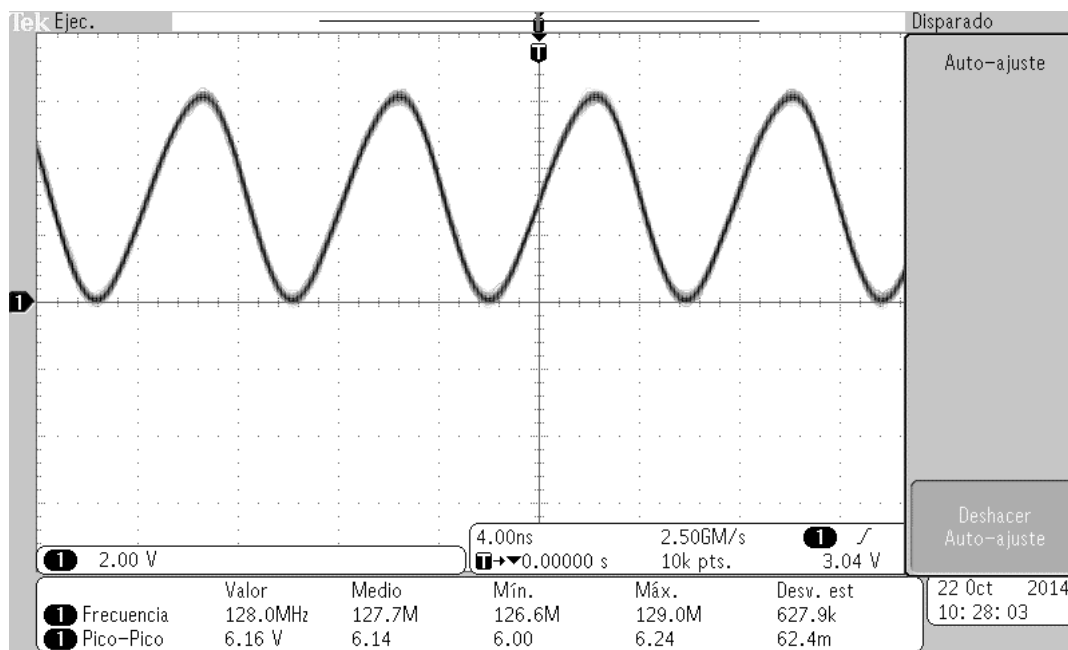


Figura 67. Frecuencia de oscilación para una cerámica CCP 1



#### 4.12. Osciladores de cerámicas después de polarizar por efecto corona

Se realizaron pruebas de oscilación a los materiales que fueron sometidos a polarización por efecto corona, los materiales son membranas de BaTiO<sub>3</sub>, cerámica CCP 1 de BaTiO<sub>3</sub> y cerámica PLZT sin implante.

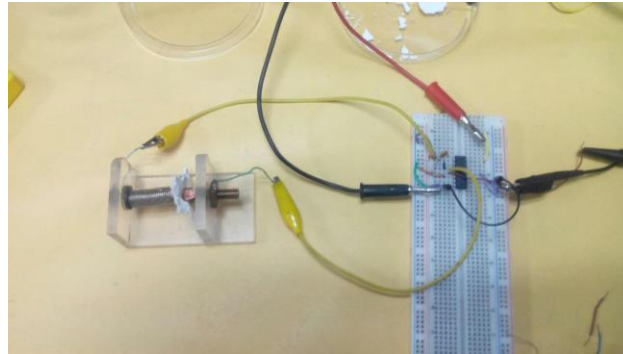


Figura 68. Conexión de membrana de BaTiO<sub>3</sub> sinterizada a 1000° C con compuerta 74HC04 para observar la frecuencia de oscilación.

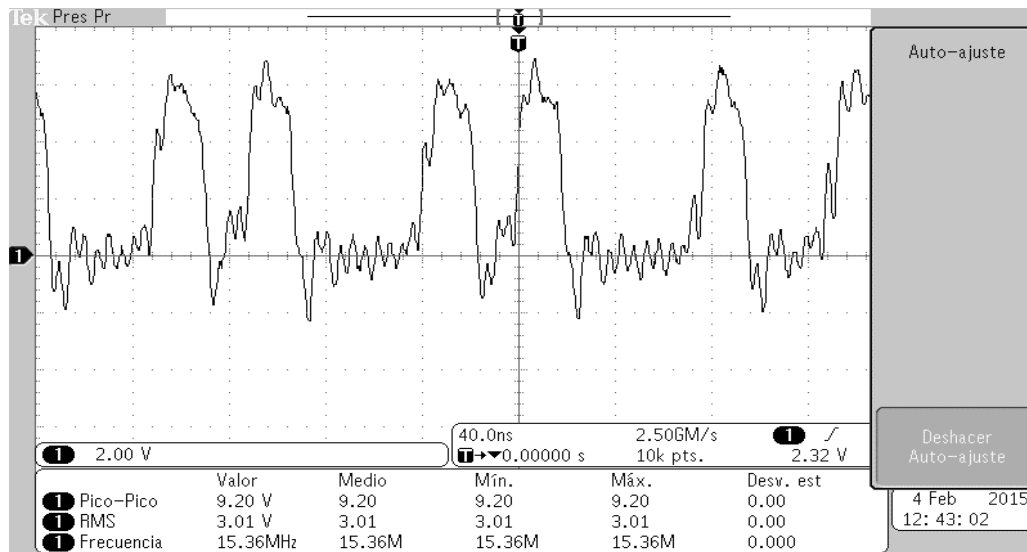


Figura 69. Respuesta de oscilador para membrana sinterizada a 1000° C con compuerta 74HC04.

Para la membrana sin sinterizar no fue posible que oscilara con un circuito con la compuerta 74HC04, como ya se reportó en la caracterización de respuesta en

frecuencia las membranas no alcanzaron una sensibilidad adecuada en su frecuencia de resonancia, y para la membrana sin sinterizar no fue posible generar una frecuencia en el circuito ya mencionado, por lo tanto se recurrió a utilizar el oscilador 555 para poder analizar su cambio de frecuencia a partir del cambio de constante dieléctrica.

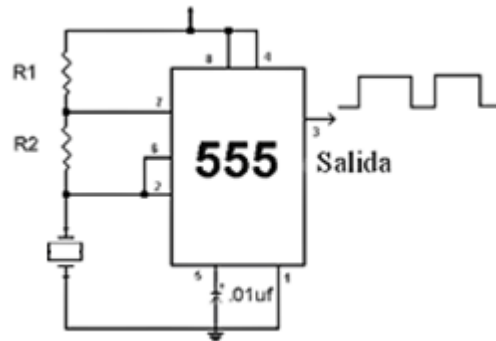


Figura 70. Circuito oscilador aplicado para la membrana de BaTiO<sub>3</sub> sin sinterizar.

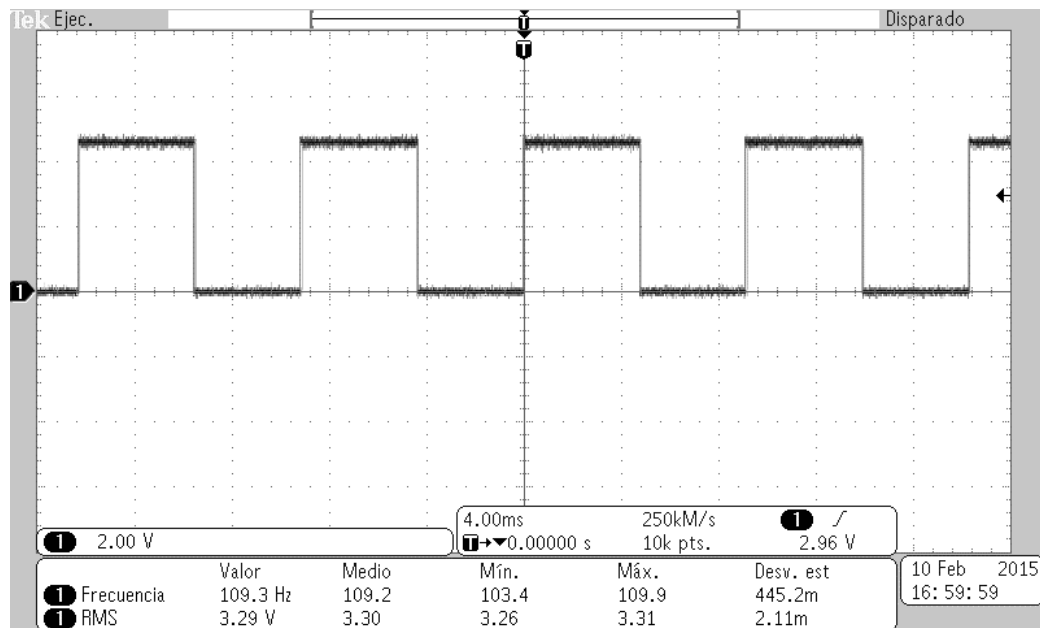


Figura 71. Respuesta de la frecuencia en el oscilador 555 para membrana de BaTiO<sub>3</sub> sin sinterizar.

Para la cerámica CCP 1 de BaTiO<sub>3</sub>, se aplicó el circuito oscilador ya mencionado 74HC04 y como era de esperarse tuvo buenos resultados sin embargo se polarizo al principio al efecto corona con la punta del Fly back a una distancia de 4 cm. Durante dos minutos obteniendo la siguiente respuesta.

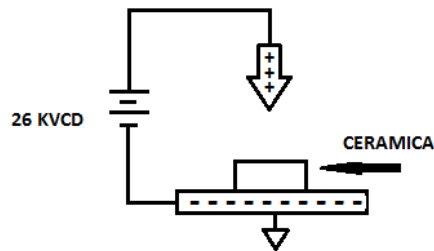


Figura 72. Polarización por efecto corona primer prueba en cerámica BaTiO<sub>3</sub>.

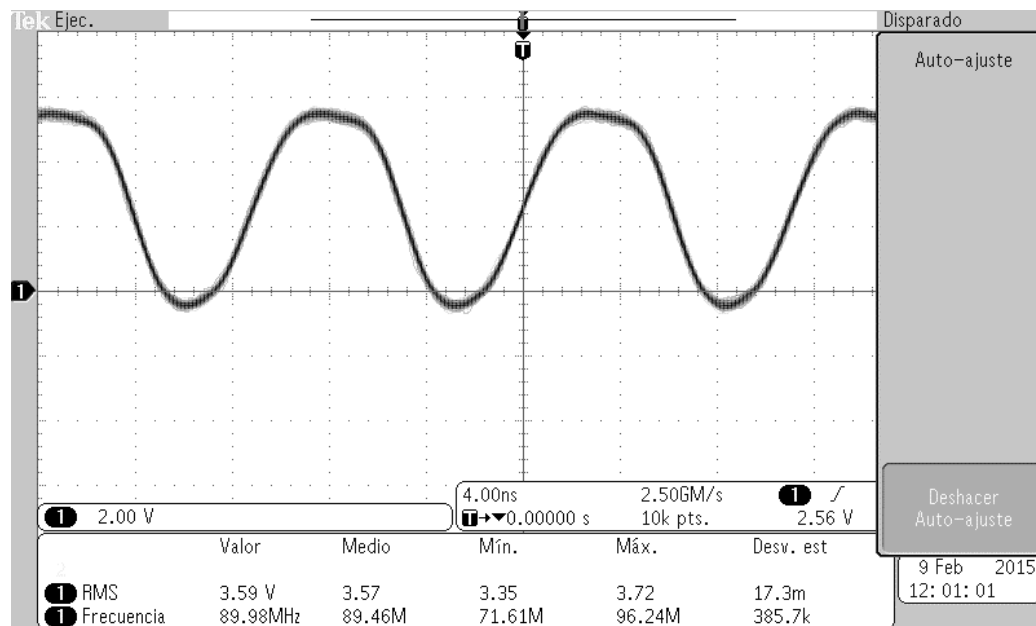


Figura 73. Respuesta en frecuencia de oscilación a primera exposición al efecto corona.

Es importante mencionar que esta prueba no dio el mejor resultado para la polarización puesto que la punta de alto voltaje, provoco que se polarizara el implante de platino, y

se formó un arco eléctrico a través del implante lo que provocó que perdiera sensibilidad en la terminal del platino. Posteriormente se decidió volver a polarizar por efecto corona esta vez se utilizó en vez de una punta una placa paralela con el fin de que las líneas de campo se distribuyeran uniformemente sobre toda la cerámica y evitar que arcos eléctricos atravesaran el implante de la cerámica de BaTiO<sub>3</sub>.

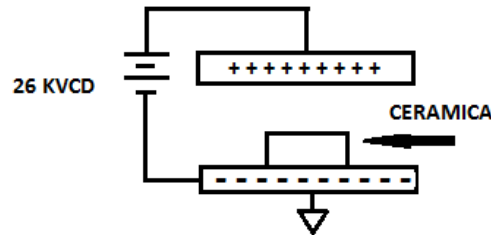


Figura 74. Segunda polarización por efecto corona esta vez utilizando placas paralelas.

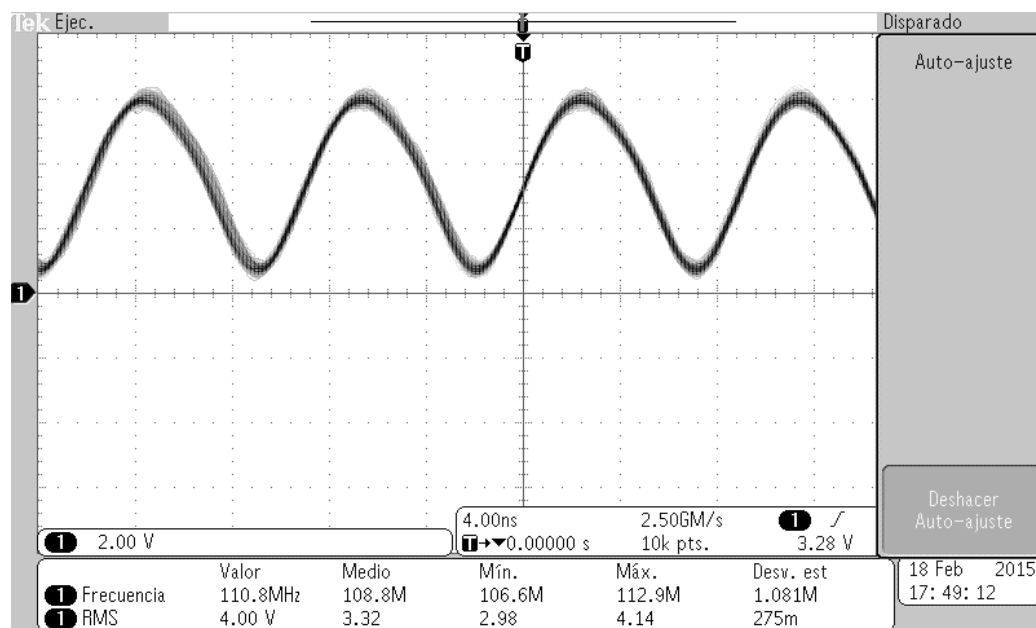


Figura 75. Frecuencia de oscilación a la cerámica de BaTiO<sub>3</sub> después del segundo método de polarización por efecto corona.

Como se puede observar la frecuencia de oscilación aumento al cabo de la segunda polarización, la distancia entre las placas de cobre es de 4 cm. El campo se aplicó de manera uniforme ya no se presentaron arcos eléctricos a través del implante.

La metodología para la cerámica polarizada por efecto corona PLZT sin implante, fue la misma que se aplicó para la cerámica de BaTiO<sub>3</sub> primero se polarizo colocando la cerámica en una base plana de cobre y una punta con alto voltaje, y se obtuvo una frecuencia en el circuito oscilador, posteriormente se utilizó el método de las 2 placas paralelas y se encontró un aumento en la frecuencia de oscilación.

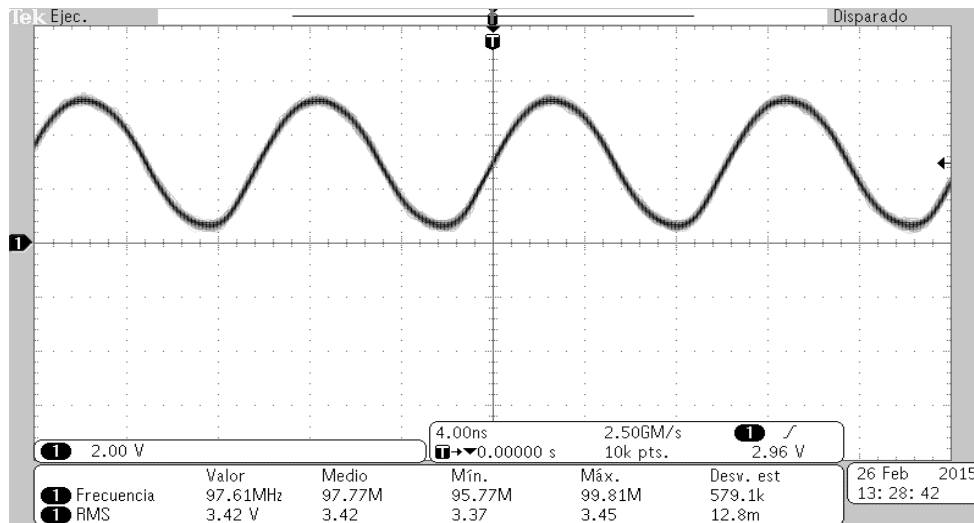


Figura 76. Frecuencia de oscilación de la cerámica PLZT después de primera exposición al efecto corona (punta de alto voltaje).

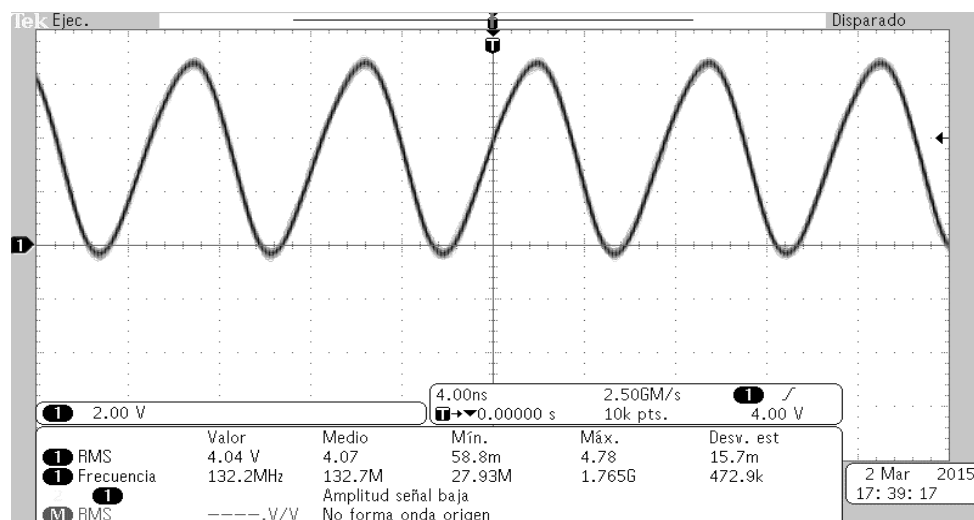


Figura 77. Frecuencia de oscilación de la cerámica PLZT después de la segunda exposición al efecto corona (placas paralelas).

### 4.13. Osciladores controlados por CCP

En los experimentos realizados se observó una prueba donde se realizó un circuito oscilador con un circuito 74HC04 con cerámicas CCP, y se comprobó que el o los implantes de platino de una cerámica CCP1, CCP2 y CCP3, al ser polarizados con un potencial positivo o conectando a GND, podían controlar la excitación del oscilador, cuando el platino del oscilador es conectado a GND del circuito este comienza a oscilar y no se requiere mantener conectada la terminal pues una vez que comienza a oscilar podemos desconectar el implante y sigue oscilando el circuito.

Suponiendo que este fenómeno depende de potenciales eléctricos sobre el platino se comprueba que la corriente necesaria para la activación del oscilador es tan pequeña que incluso la oscilación se activa cuando el implante llega a estar en contacto con la piel de la yema de los dedos.

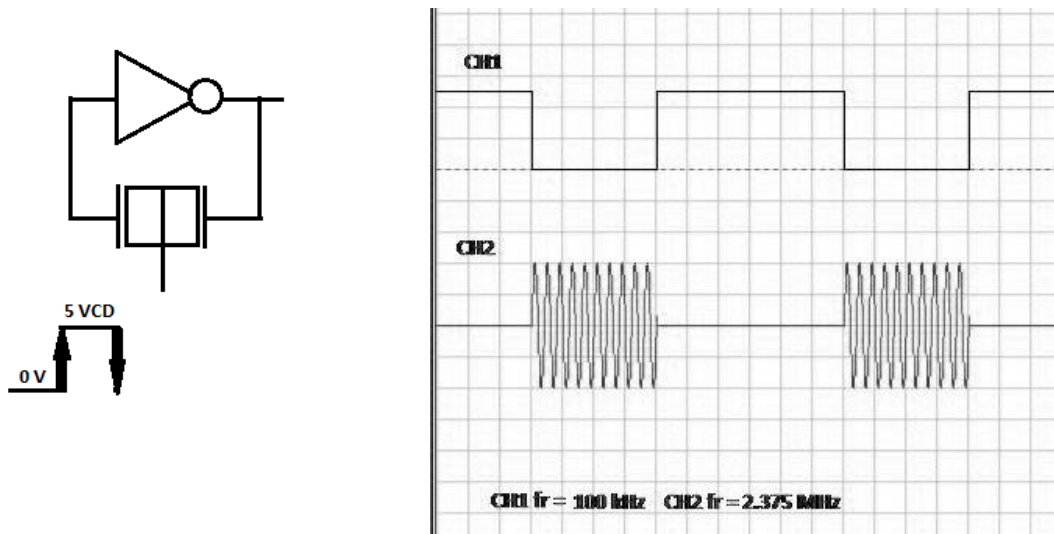


Figura 78. Imagen de circuito oscilador controlado por el implante de platino y su excitación a los flancos de subida y bajada.

En el caso de que el circuito este oscilando si a este se le aplica un potencial positivo, el circuito oscilador se detiene, al realizar pruebas se conectó una fuente de alimentación de cc variable al implante de la cerámica CCP y encontró que el voltaje mínimo para que el circuito detenga su oscilación es a partir de 2.5 VCD, y el voltaje máximo para que vuelva a entrar en estado de oscilación debe ser menor a 1 VCD.

Al igual que con los flancos negativos para hacer oscilar el circuito, basta un flanco o impulso negativo que sobrepase el voltaje mínimo para detener la oscilación. No se requiere que sea una señal constante.

Por lo tanto se pudo establecer una tabla que explique mejor su funcionamiento para los experimentos a realizar.

Tabla 9. Estado de la cerámica que controla su oscilación mediante flancos de potenciales eléctricos en implante de platino.

<b>Estado Actual</b> <b>Q</b>	<b>Excitación en implante</b>	<b>Estado Siguiete</b> <b>Q+1</b>
Sin oscilación	Sin Conexión	Sin oscilación
Sin oscilación	Flanco de Bajada ↓	Oscila
Sin oscilación	Flanco de Subida ↑	Sin oscilación
Oscila	Sin Conexión	Oscila
Oscila	Flanco de Bajada ↓	Oscila
Oscila	Flanco de Subida ↑	Sin oscilación

Este circuito puede ser útil, como circuitos osciladores redisparables, además de mostrar tener fenómeno de memoria como un circuito Flip Flop, que controla una frecuencia de oscilación.

Este circuito también es aplicable en cerámicas de 1, 2, o 3 implantes sin embargo el efecto mostro mejores resultados en los implantes situados en el centro de las cerámicas, los implantes que están posicionados muy cerca de alguna cara no tienen la sensibilidad suficiente para realizar la excitación. Sin embargo esto también ayudo a observar que si es posible activar la oscilación con un implante se puede detener mediante la excitación en otro implante, la unión de 2 o 3 implantes conectados a GND no solo garantiza una mejor estabilidad para la frecuencia de oscilación sino que también podemos modificar la frecuencia de resonancia.

#### **4.14. Resultados e implementación de Filtros analógicos con cerámicas CCP.**

Como se sabe la analogía de la cerámica piezoeléctrica se puede representar como un circuito RLC serie en paralelo a un condensador  $C_0$ . El valor  $C_0$  es muy próximo al valor que podemos obtener con un medidor de impedancias a baja frecuencia midiendo sobre las caras de la cerámica con electrodos. Sin embargo cuando modificamos la frecuencia del instrumento para medir la capacitancia el valor varía sin darnos una precisión de la capacitancia  $C_0$  de la cerámica.

En las pruebas ya realizadas de las cerámicas con y sin implantes, a partir de la respuesta en frecuencia, obtenemos los diagramas de magnitud y fase. Podemos ver que existe una relación muy similar a la de un filtro analógico pasivo, al hacer pruebas de respuesta en frecuencia a las cerámicas sin implante se utilizó una resistencia



mínima ( $100 \Omega$ ) y una resistencia máxima ( $10 \text{ M}\Omega$ ), para ver las diferencias se observó un cambio en el ancho de banda de la magnitud.

Por lo tanto es posible aplicar las cerámicas piezoeléctricas como filtros pasa bajas o pasa altas, puesto que a frecuencias muy por debajo de la frecuencia de resonancia la impedancia RLC es muy alta por tanto no causa mayor efecto sobre el valor de  $C_0$ . Y con ayuda de elementos resistivos a diferentes valores, podemos modificar el ancho de banda. Las cerámicas CCP mostraron en su caracterización un comportamiento similar al de un filtro pasa altas sin necesidad de un elemento resistivo, y al mismo tiempo su respuesta en magnitud muestra una atenuación que llega al 60 % de la unidad en términos de ganancia.

La cuestión fue determinar el ancho de banda natural de la cerámica CCP, además de saber si es posible modificar su ancho de banda como filtro analógico. Por lo tanto primero se demostró que existe relación entre un filtro de primer orden pasa alta o pasa bajo compuesto por un condensador y un resistencia, contra un filtro compuesto por una cerámica piezoeléctrica y una resistencia, así como ver las limitaciones de los mismos. Como primer paso obtuvimos la respuesta en frecuencia de una cerámica sin implante, en conexión con una resistencia conocida, como filtro pasa altas.

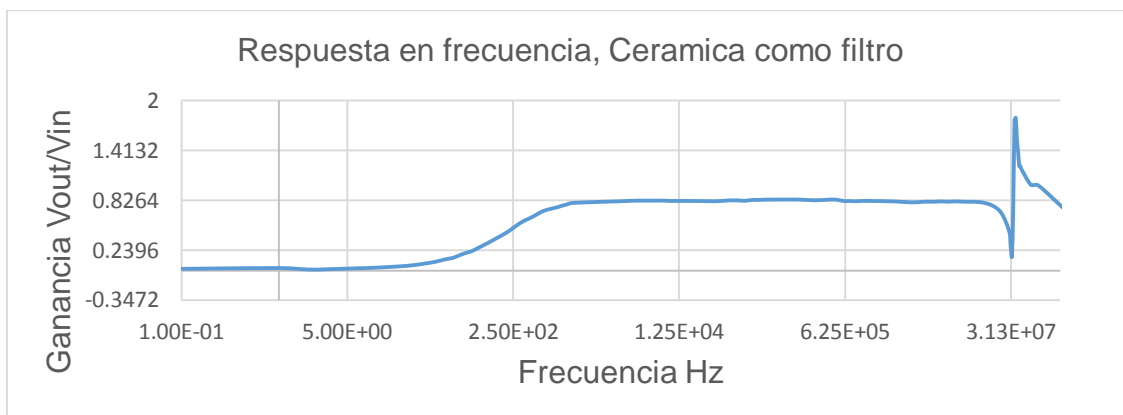


Figura 79. Respuesta en Frecuencia de una cerámica sin implante con una resistencia de  $10 \text{ M}\Omega$ .

En esta grafica se puede observar que la respuesta en magnitud de la cerámica no alcanza la unidad en ganancia, tiene una atenuación de 0.83 en ganancia, entonces para hallar la frecuencia de corte que de manera convencional en un filtro pasivo, la encontramos cuando la magnitud se ubica en la caída de -3 dB y en términos de ganancia  $\frac{1}{\sqrt{2}} = 0.707 \text{ aprox.}$  En este circuito se propone multiplicar la ganancia máxima por el inverso multiplicativo de raíz de 2.

$$\begin{aligned} \text{Ganancia máxima} \times \frac{1}{\sqrt{2}} & \qquad \qquad \qquad (17) \\ (0.83) \times \left(\frac{1}{\sqrt{2}}\right) & = 0.5868 \end{aligned}$$

Entonces se considera que en la gráfica de magnitud, encontraremos la frecuencia de corte, cuando la ganancia alcance el valor de 0.5868.

Paso 2: Encontramos en la gráfica que la frecuencia de corte es de 338 Hz. Ahora a partir de la fórmula para el cálculo de la frecuencia de corte de un filtro pasivo de primer orden es:

$$F_c = \frac{1}{2\pi RC} \qquad \qquad \qquad (18)$$

Donde:

$F_c$ . Frecuencia de corte. = 338 Hz

$R$ . valor de la resistencia. = 10 MΩ

$C$ . valor del capacitancia.

Entonces a partir de esta fórmula podemos despejar el valor de capacitancia.

$$C \approx 4.708 \text{ E } -11 \approx 47.08 \text{ pF.}$$

El valor de  $C \approx C_o$ .

Esta es una alternativa para el cálculo de la capacitancia es muy preciso y efectivo cuando se tiene que medir cerámicas de baja capacitancia o cuando no se cuenta con un medidor de impedancias.

Pasó 3: Una vez obtenidos los valores de resistencia y capacitancia análogos al filtro con cerámica, consideramos la fórmula para la obtención de la función de transferencia de un filtro pasa altas RC de primer orden.

$$Gr = \frac{wRCo}{\sqrt{1+(wRCo)^2}} \quad (19)$$

Donde:

*Gr.* Ganancia en la salida del filtro

*w.* frecuencia angular =  $2\pi f$ .

*R.* valor de la resistencia = 10 MΩ

*Co.* valor de la capacitancia de la cerámica = 47.08 pF.

Teniendo todos los valores necesarios la función de transferencia queda únicamente en función de la frecuencia, hay que recordar que esta función está diseñada para filtros RC donde se alcanza un valor prácticamente unitario en ganancia como máximo valor, así que para este caso debemos multiplicar *Gr* x Factor de atenuación. Para acercarnos a la magnitud de la respuesta de nuestra cerámica.

$$Gr = \frac{(0.002958)(f)(0.83)}{\sqrt{1+((0.002958)(f))^2}} \quad (20)$$

Función para obtener la magnitud teórica para el diseño de filtro pasa altas, con una cerámica piezoeléctrica.

Al graficar la función en Excel y compararla con la función de transferencia de la cerámica se obtuvo el siguiente resultado.

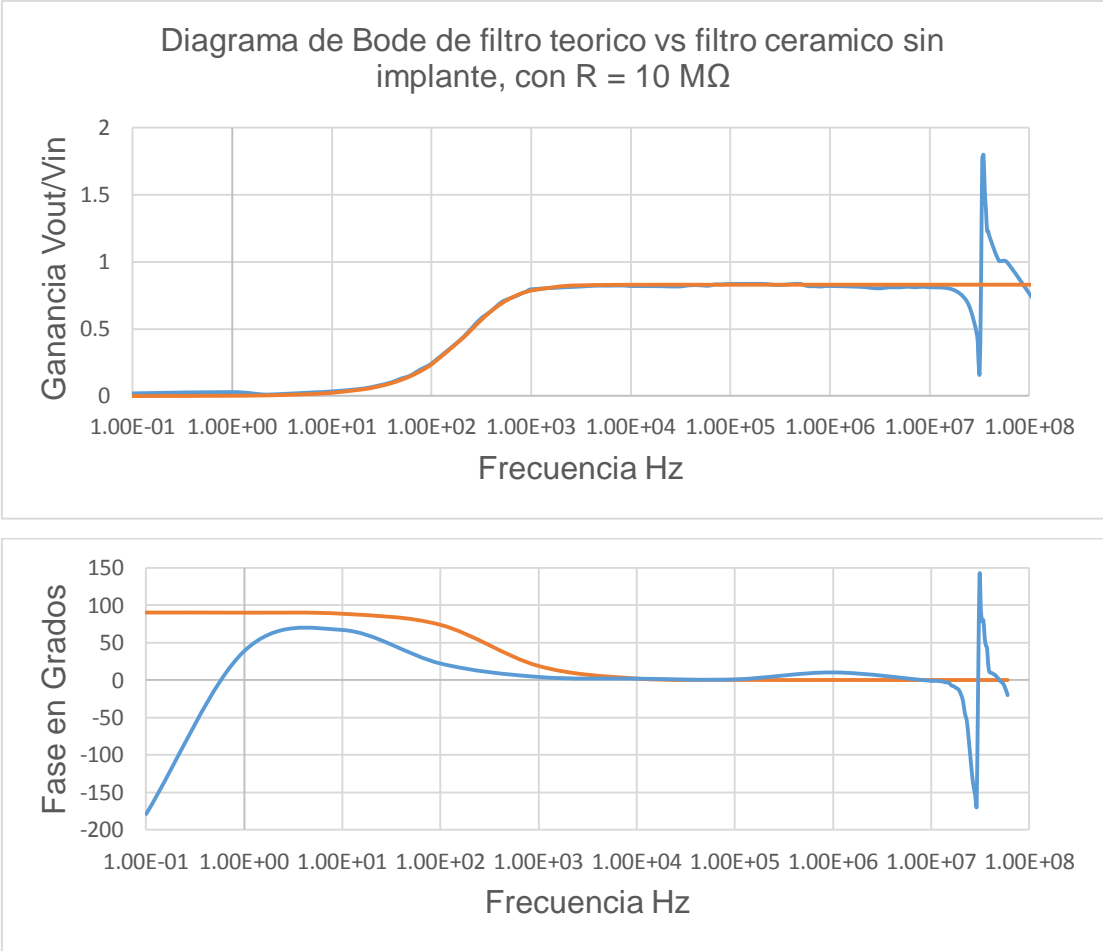


Figura 80. Grafica comparativa de filtro pasa alto con cerámica piezoeléctrica para el diseño de filtros cerámicos.

Con este resultado se comprueba que la metodología para la obtención de la capacitancia  $C_0$  es confiable, además de que ahora sabemos que una vez encontrado el valor  $C_0$ , podemos calcular la resistencia para la frecuencia de corte que deseemos alcanzar, la única limitación en frecuencia es hasta que nos acercamos a la frecuencia de resonancia de la cerámica.

También cabe resaltar que podemos aprovechar la frecuencia de resonancia de las cerámicas para obtener un filtro pasa banda, el único inconveniente es que la frecuencia de resonancia no se puede modificar en la cerámica a menos que se acoplen cerámicas en serie para poder disminuir la frecuencia de resonancia. O fabricar cerámicas a una frecuencia de resonancia que nos sea conveniente para el diseño de un filtro pasa banda cuyo ancho de banda estará dado como la diferencia de la frecuencia de resonancia de la cerámica y la frecuencia de corte del filtro calculado.

#### 4.15. Diseño de filtros analógicos para cerámicas con implante de platino CCP.

Para la elaboración de filtros con CCP se tiene en cuenta la siguiente configuración.

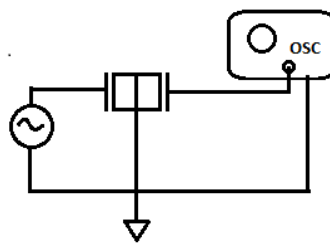


Figura 81. Configuración para análisis de la cerámica CCP1 en su respuesta en frecuencia.

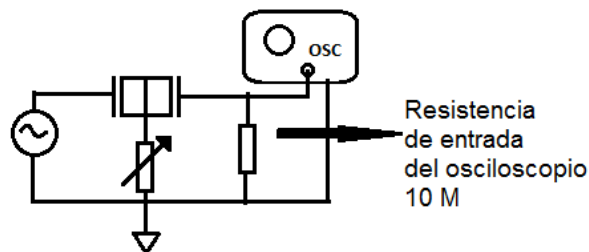


Figura 82. Configuración con elementos resistivos para diseño de filtros con CCP.

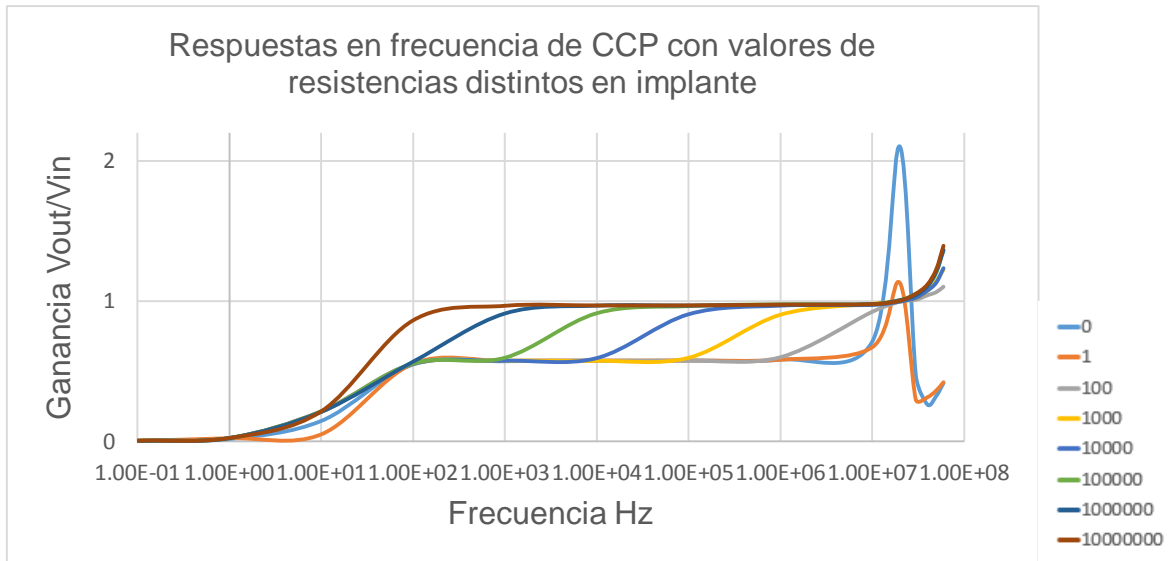


Figura 83. Grafica de respuesta a frecuencia de la CCP con elementos resistivos.

Como se muestra en la grafica (Figura 83) existen 3 respuestas importantes la primera es cuando la resistencia en el platino  $R_p = 10 \text{ M}\Omega$ , la segunda cuando el platino se conecta directo a GND y la tercera cuando  $R_p$  tiene valores muy debajo de  $10 \text{ M}\Omega$ .

Cuando la resistencia  $R_p$  es igual a  $10 \text{ M}\Omega$  la respuesta que obtenemos es la de un filtro pasaalta con una frecuencia de corte de  $49.13 \text{ Hz}$ , su respuesta en ganancia alcanza un valor de  $0.97$ , tambien se puede observar que la sencibilidad en frecuencia de resonancia es bajo. Se realizaron los calculos correspondientes como los realizados en la ceramica sin implante para encontrar la funcion de transferencia de filtro de primer orden, que corresponda a la respuesta de la configuracion. Obteniendo los siguientes resultados.

$$Gr = \frac{(0.02035)(f)(0.97)}{\sqrt{1+((0.02035)(f))^2}} \quad (21)$$

Función de transferencia para filtro cerámico CCP con una resistencia en implante de  $10 \text{ M}\Omega$ , y una resistencia de salida por la punta del osciloscopio de  $10 \text{ M}\Omega$ .

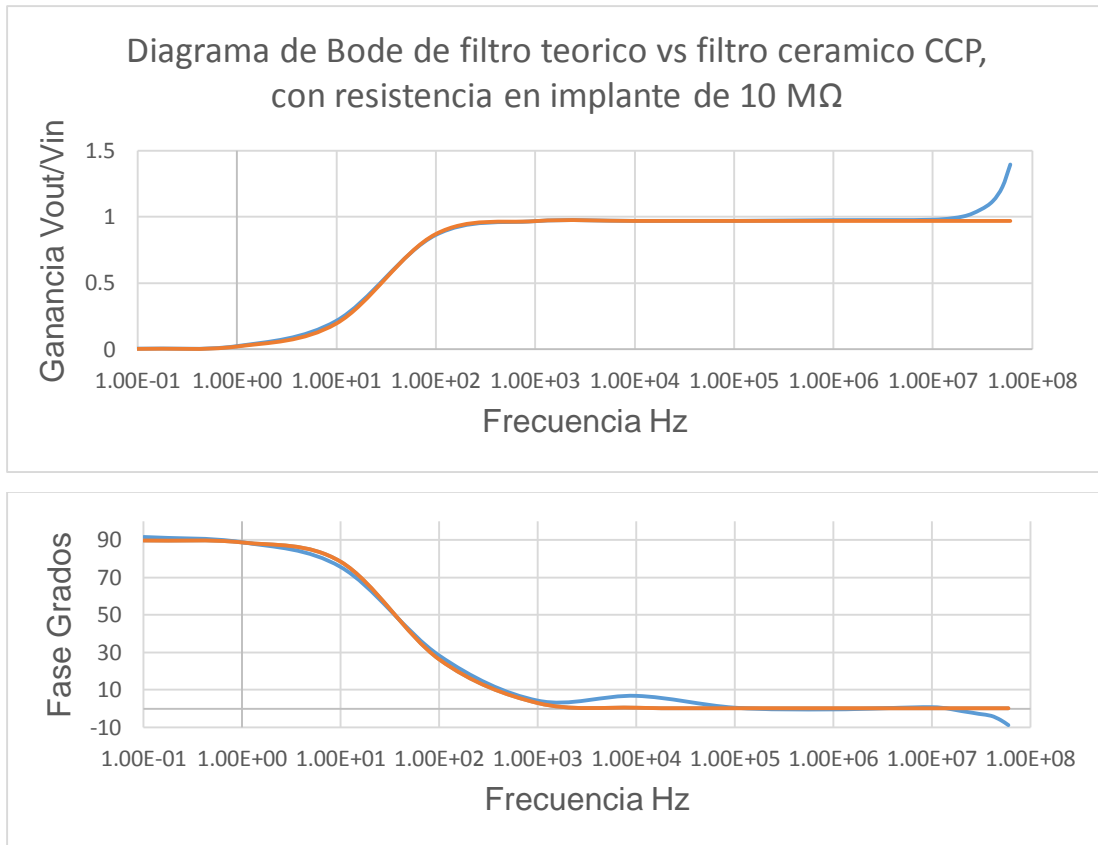


Figura 84. Grafica comparativa de la aproximación a un filtro pasa altos para un filtro cerámico aplicable antes de llegar a la frecuencia de resonancia.

El valor obtenido de capacitancia es:  $C_o = 323.94 \text{ pF}$ .

Analizando el modelo de la cerámica con CCP podemos determinar que la respuesta alcanzó un valor de ganancia alto, a partir del siguiente diagrama.

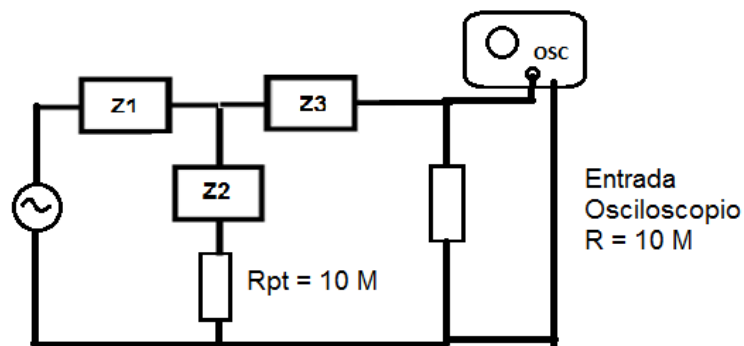
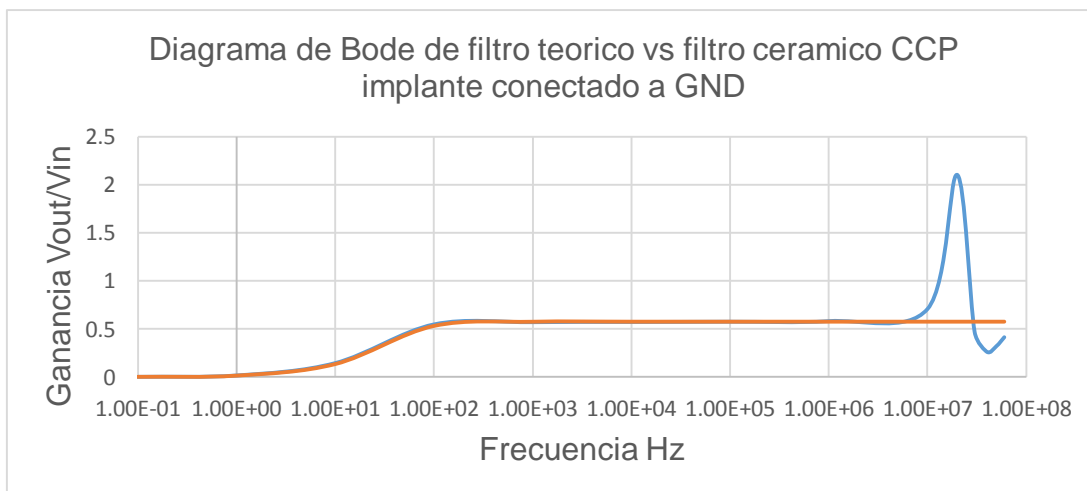


Figura 85. Analogía del circuito de filtro con CCP1, con resistencia de 10 MΩ en implante de platino.

En esta prueba es importante considerar la impedancia de entrada del osciloscopio, ya que la cerámica con implante presenta la impedancia  $Z_3$  no puede ser considerada como un nodo o como un elemento nulo, puesto que cierra circuito a través de la resistencia de entrada del osciloscopio, entonces es simple detectar que la resistencia conectada al implante y a tierra, es de una impedancia tan grande que se puede considerar al platino como desconectado de GND.

Esto nos deja con  $Z_1$ ,  $Z_3$  y la resistencia de entrada del osciloscopio, en forma de circuito serie y esta conexión se comporta como un filtro pasa altos con baja sensibilidad en la frecuencia de resonancia de la cerámica.

Para el segundo caso se muestra a continuación la respuesta de la cerámica CCP sin resistencia de entrada, obteniendo los siguientes resultados donde se observa respuesta real de la cerámica, modelo de función de transferencia para filtro pasa altos, y frecuencia de corte.





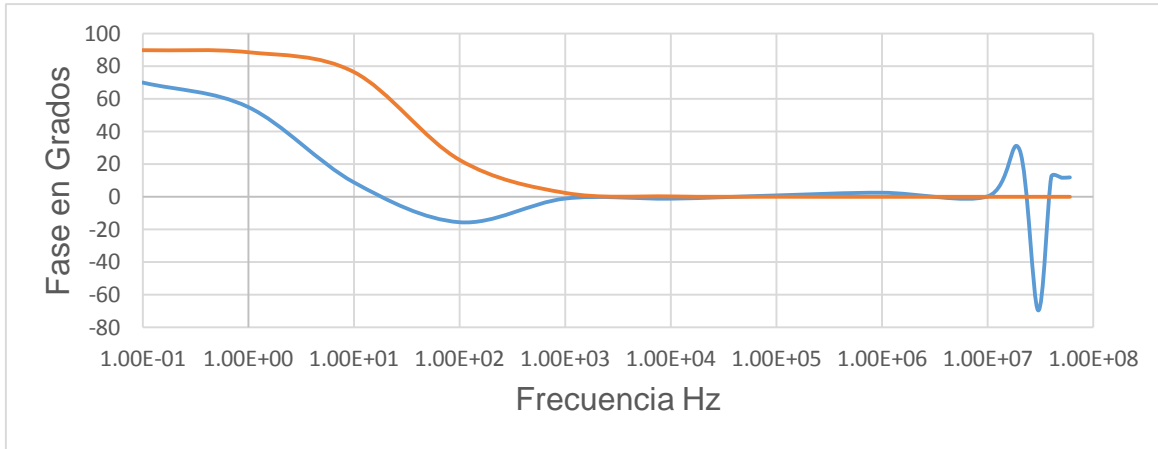


Figura 86. Comparación entre señal real de la cerámica (azul) y señal de modelo teórico (naranja).

$$Gr = \frac{(0.02396)(f)(0.97)}{\sqrt{1+((0.02396)(f))^2}} \quad (22)$$

Función de transferencia obtenida a partir de la frecuencia de corte de la señal real.

Como el platino va conectado directo a GND no se puede calcular con precisión la capacitancia entre el platino y cara. Puesto que no hay un valor de resistencia como referencia, por lo tanto para obtener el modelo se partió de la frecuencia de corte.

En el tercer caso a analizar en esta prueba obtenemos una señal donde se presentan dos cambios de ganancia en diferentes anchos de banda de la cerámica al ser expuesta al barrido de frecuencias, al utilizar valores de resistencia menores de 10 MΩ y mayores a 1 Ω, conectadas en el implante y a GND.

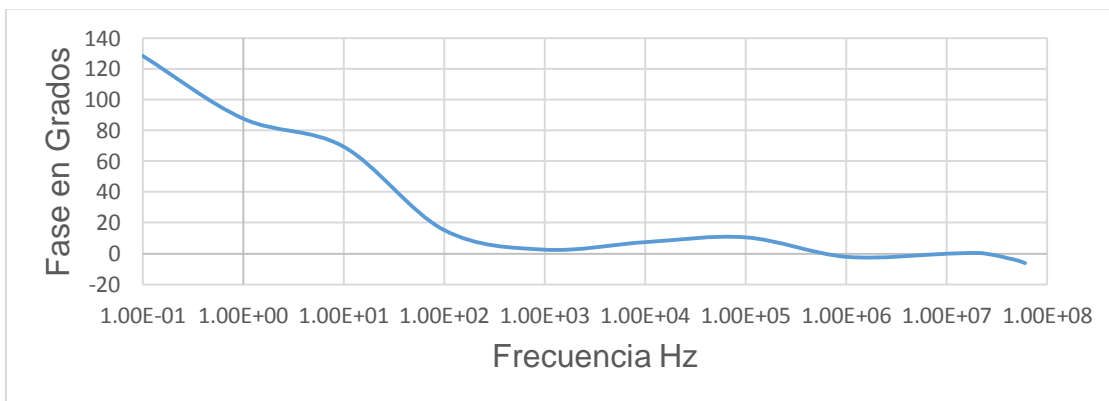
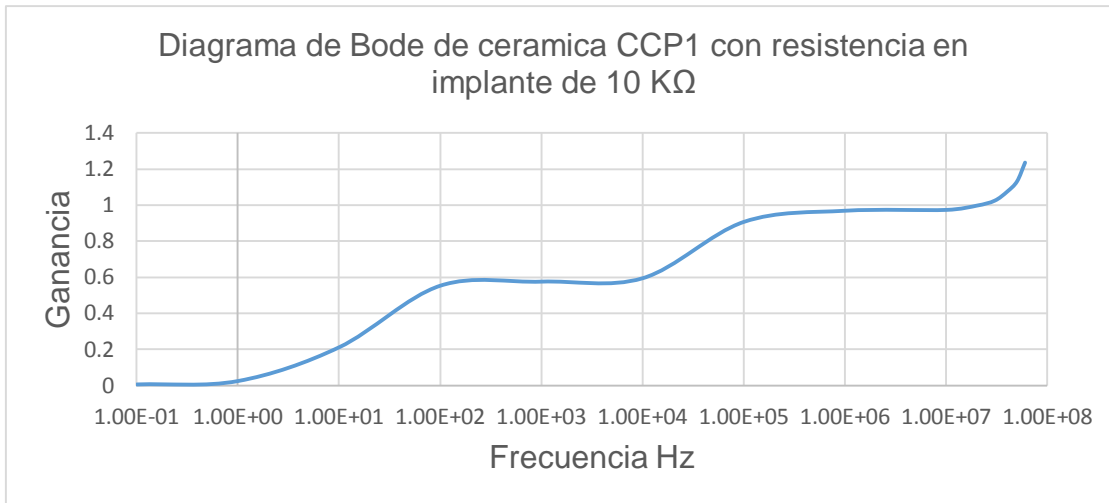


Figura 87. Grafica de respuesta en frecuencia a la cerámica CCP, con elementos resistivos conectados en implante de platino ( $R = 10 \text{ K}\Omega$ ).

En esta grafica se ve la sensibilidad del implante de platino sobre la cerámica, pues dependiendo de la resistencia conectada, podemos modificar tanto en amplitud de ganancia como en frecuencia.

Este fenómeno indica que al principio, el valor de la resistencia es menor al de la cerámica por tanto su primer amplitud a la que tiende a llegar es a la misma cuando se conecta la CCP directo a GND, al aumentar la frecuencia la impedancia en toda la cerámica tiende a ser menor que el valor de la resistencia conectada en el implante, sin embargo aún está por debajo de la frecuencia de resonancia, por lo que el valor  $C_o$  modifica su capacitancia entre las caras y al estar presente la resistencia de entrada

del osciloscopio se forma un circuito RC pasa altas y así obtenemos un segundo cambio en amplitud de ganancia.

#### 4.16. Respuesta de cerámicas con implante CCP, aplicadas como filtro pasa bajas.

Las pruebas se realizaron a partir de, circuitos con elementos resistivos de entrada y obtención de una respuesta en la cerámica, conectando los implantes o caras a común o GND.

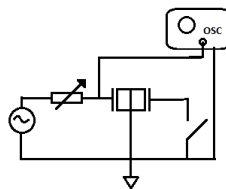


Figura 88. Imagen conexión de cerámica CCP y resistencia para obtención de filtro basa bajos.

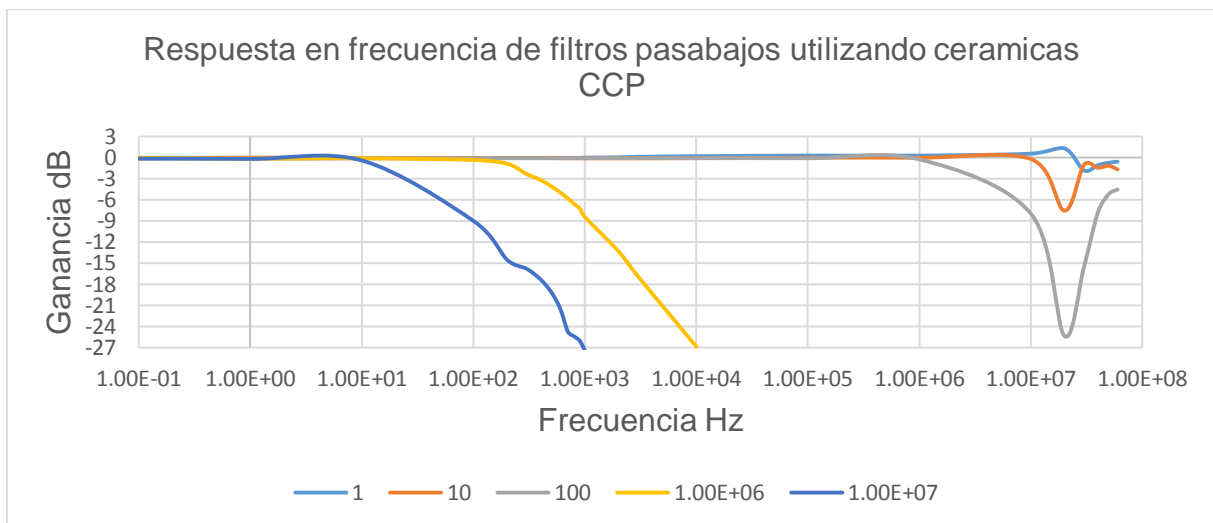


Figura 89. Respuesta en Frecuencia de filtro pasa bajos aplicando cerámicas CCP, con elementos resistivos líneas, azul 1Ω, naranja 10 Ω, gris 100 Ω, amarillo 1 MΩ y azul marino 10 MΩ.

Para obtener la función de transferencia para las respuestas de las cerámicas utilizamos el modelo matemático para la función de transferencia de filtros RC pasa bajos de primer orden.

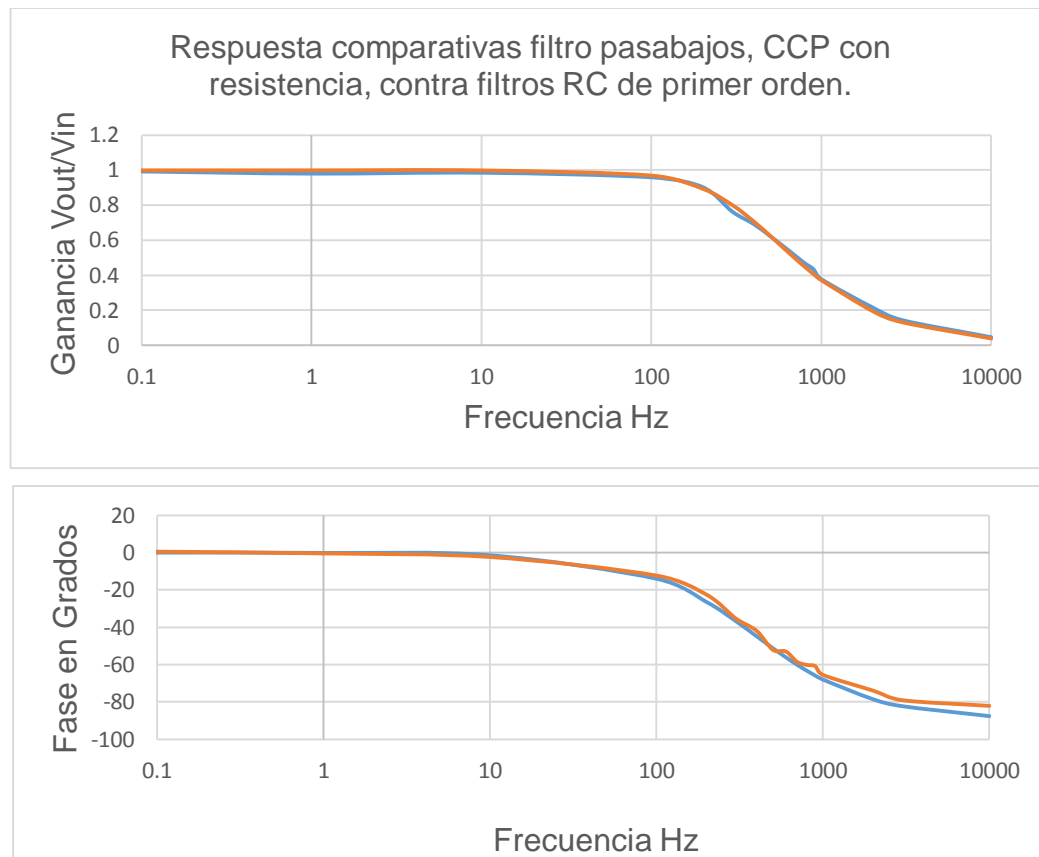


Figura 90. Grafica de respuesta real (línea azul) en frecuencia de filtro con cerámica CCP1, con resistencia de entrada de  $1\text{ M}\Omega$ , contra respuesta calculada (línea naranja) de filtro RC de primer orden.

Para obtener la función de transferencia, se obtuvo la frecuencia de corte de la respuesta de la cerámica  $f_c = 401.6\text{ Hz}$ , con este dato y el valor de la resistencia de entrada  $R = 1\text{ M}\Omega$ , se obtuvo la función de transferencia y el valor de la capacitancia  $C_o$ , en este caso de una cara de la cerámica al implante de platino.

$$G_c = \frac{1}{\sqrt{1+(wRC_o)^2}} = \frac{1}{\sqrt{1+((0.00249)(f))^2}} \quad (23)$$

Donde:

$G_c$ . Ganancia en la salida del filtro pasa bajas.

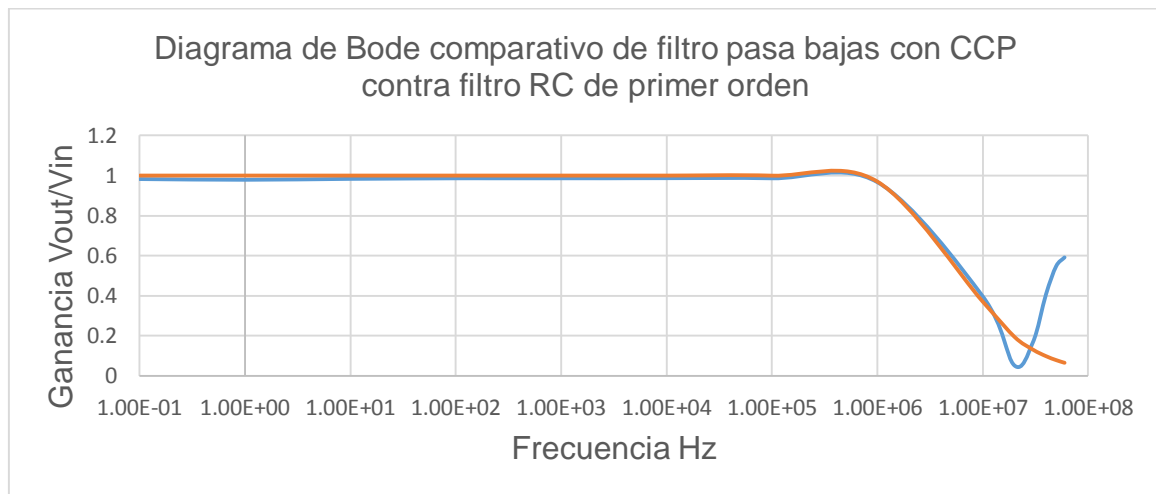
$w$ . frecuencia angular =  $2\pi f$ .

$R$ . valor de la resistencia = 1 M $\Omega$

$C_o$ . valor de la capacitancia calculada a partir de la respuesta real en frecuencia de la cerámica = 396 pF.

Las respuestas en modo de filtros pasa bajas, conectando el implante o una de las caras a GND, o la interconexión entre dichas terminales no cambia el orden del filtro, únicamente cambia de modo no significativo el valor de capacitancia de la cerámica  $C_o$ .

El funcionamiento de los filtros pasa bajas con cerámicas CCP, es aplicable hasta poco antes de llegar a la frecuencia de resonancia de la cerámica y mientras el valor de las resistencias sea mayor a 100  $\Omega$ , de lo contrario podemos tener una respuesta como a continuación se muestra.



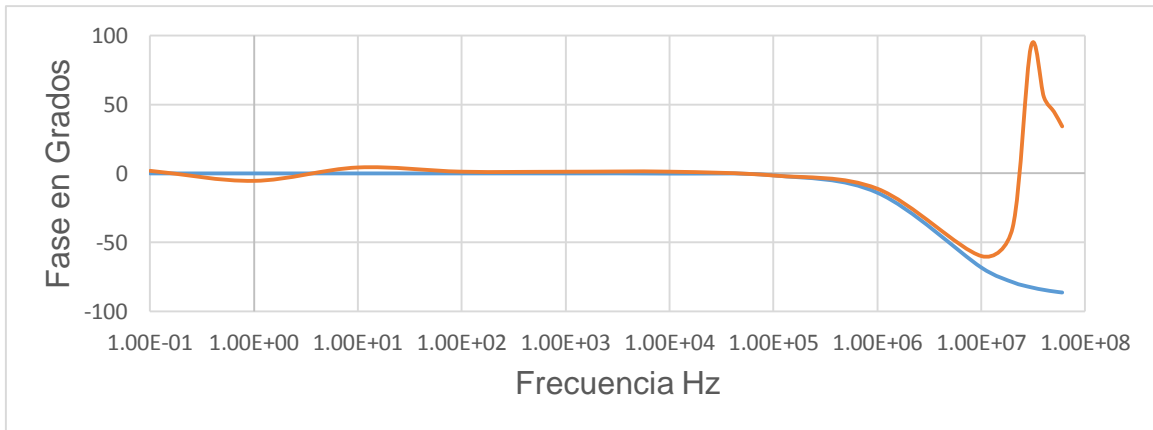


Figura 91. Respuestas comparativas entre respuesta real (línea azul) de la CCP, contra la señal obtenida mediante la función de transferencia de un filtro RC (línea naranja) ajustado a la misma frecuencia de corte.

La resistencia de entrada en el filtro CCP, que se utilizó en esta prueba es de un valor de 100  $\Omega$ . El filtro pasa bajos con CCP, por alcanzar la frecuencia de resonancia tiende a comportarse como un filtro rechaza banda.

Por lo tanto es posible diseñar filtros rechaza banda sin embargo está limitado a condiciones básicas las cuales serían utilizar resistencias próximas a 100  $\Omega$ , utilizar resistencias de menor valor hace que se pierda sensibilidad en frecuencia de resonancia de la cerámica, y dejaría de funcionar como filtro.

Para mantener un alto factor de calidad del filtro, es mejor opción conectar a común GND, el implante en vez de una cara de la cerámica. Puesto que existe una mayor sensibilidad en frecuencia de resonancia sobre el implante de platino de la cerámica.

#### 4.17. Implementación de las CCP como compuertas lógicas por efecto de superposición.

En esta prueba se utilizaron las cerámicas CCP 1 y se aplicaron frecuencias cuadradas TTL que se aplican en circuitos digitales en las caras de la cerámica y en el implante se esperaba encontrar una señal y se obtuvo lo que se muestra en la siguiente imagen.

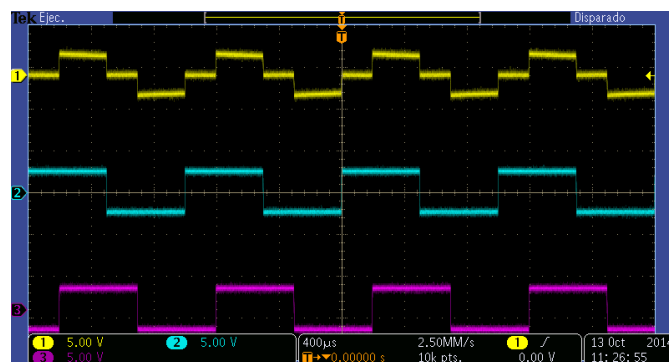


Figura 92. Respuesta de la salida de implante de una cerámica CCP (señal amarilla), aplicando señales TTL de entrada (señales azul y rosa) diferentes en las caras.

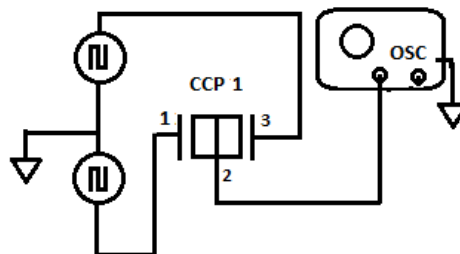


Figura 93. Aplicación de la cerámica CCP como elemento de superposición.

Este efecto de superposición en la cerámica CCP 1 genera una señal del tipo alterna puesto que la cerámica piezoeléctrica elimina los componentes de CD. Nos da como resultado una señal con una amplitud pico a pico de  $-2.5$  VCD a  $2.5$  VCD, pero al mismo tiempo se puede apreciar que la cerámica funciona de tal manera que en la

entrada de las caras al encontrar 2 valores altos en la salida obtenemos un valor alto de 2.5 volts, cuando ambas señales de entrada son bajas la señal de salida es de -2.5 volts y cuando entran un valor alto y uno bajo la respuesta en la salida es de 0 volts. Partiendo de la referencia de 0 volts podemos considerar los valores de 2.5 como altos y los valores de 0 y -2.5 como bajos, y esta analogía se puede aplicar como una compuerta lógica tipo AND.

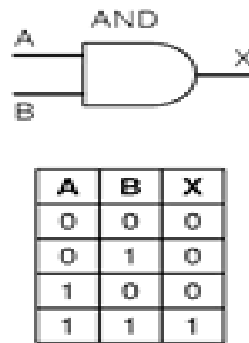


Figura 94. Tabla de verdad y símbolo de cerámica AND

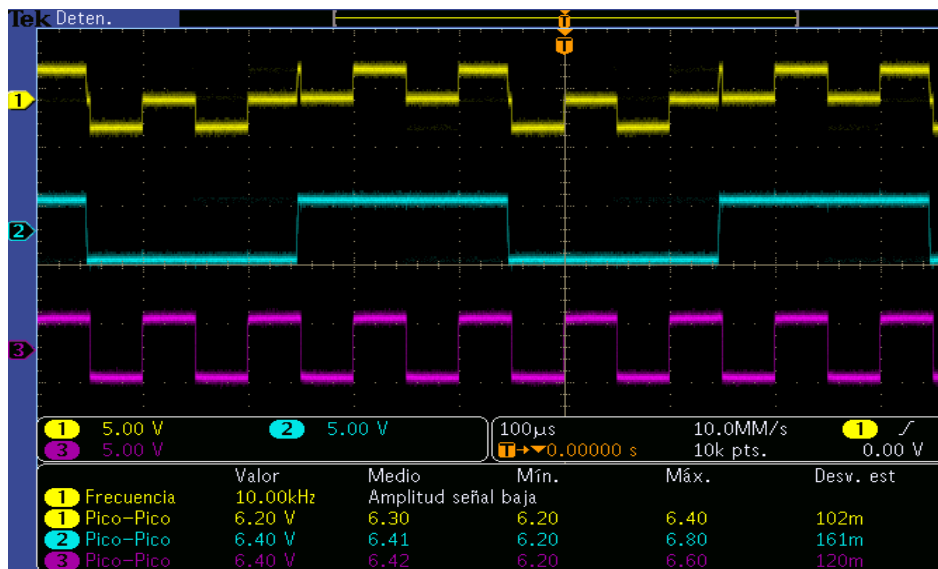


Figura 95. Cerámica CCP a entrada con 2 diferentes frecuencias (señales rosa de 500 Hz y azul de 100 Hz) y la salida se compuerta como una salida lógica tipo AND (señal amarilla).



Posteriormente se realizó la prueba utilizando un rango más amplio de frecuencias, y se observó que las cerámicas no podían trabajar a frecuencias mayores de 500 KHz, y tampoco a frecuencias menores a 30 Hz.

Esto debido al efecto derivativo de las mismas que no permitía pasar frecuencias bajas, y en altas frecuencias la impedancia de la cerámica tiende a disminuir. Lo que provoca conducción de corriente de una entrada a otra esto provocaba que en estas fuentes no existiera un aislamiento ya que en la cerámica piezoeléctrica las señales pueden viajar de manera bidireccional.

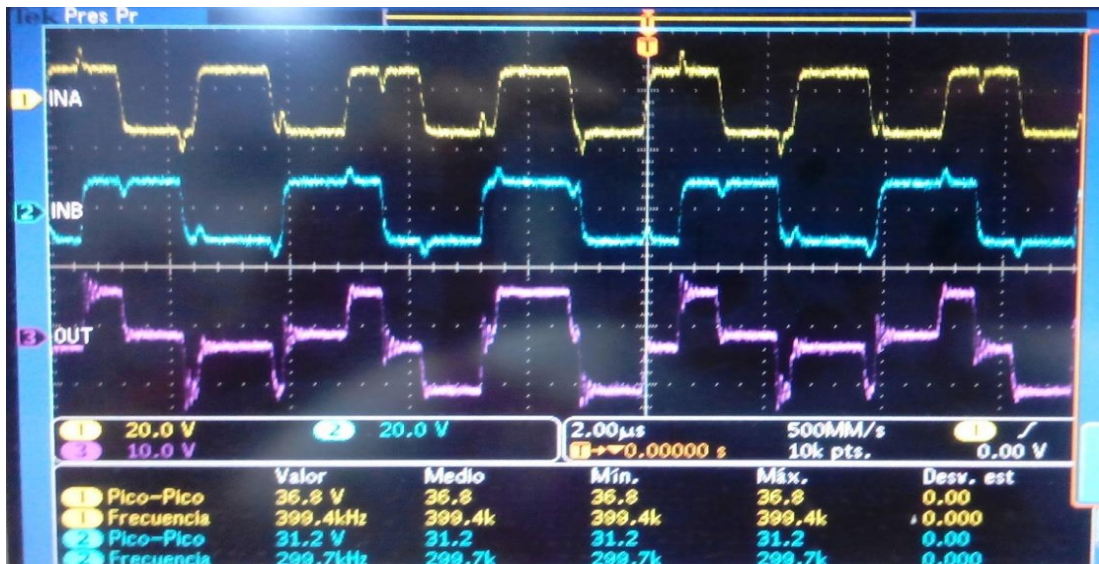


Figura 96. Respuesta en las entradas y salida de una cerámica CCP al someterse a altas frecuencias.

Se puede apreciar como comienza a existir deformidad en la señal de salida así como en las entradas de la cerámica al ser utilizada como compuerta lógica.

#### 4.18. Resultados de configuraciones híbridas de cerámicas piezoeléctricas con Mosfet Canal N 2N7000, para implementación en compuertas lógicas y Flip Flop.

Una vez que se sabe que las cerámicas CCP tienen un límite para trabajar como compuertas lógicas se considera trabajar con componentes externos que ayuden a mejorar su rendimiento, en el momento que se conectan las cerámicas unas con otras mediante sus terminales de implante o caras por sus características impiden el libre paso de la corriente lo que genera una derivación en las señales y pérdidas de información.

Por lo tanto se sugiere en este experimento adicionar un transistor tipo mosfet, el motivo es que el mosfet es un semiconductor que posee una alta impedancia de entrada en la compuerta (Gate), y el consumo de corriente está en el orden de los nano amperes. Por tanto es ideal para acoplar a las cerámicas piezoeléctricas puesto que la salida de las cerámicas sea en implante o caras, la impedancia es muy alta y las corrientes de salida son muy pequeñas.

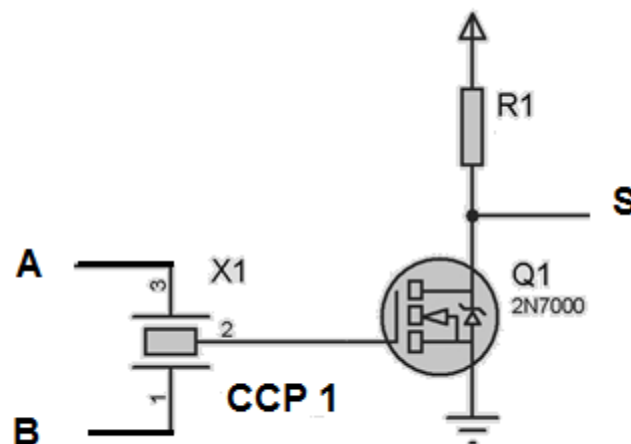


Figura 97. Circuito híbrido adaptado de cerámica CCP y Mosfet canal N.

El circuito mostrado mostro varias ventajas en el experimento, la compuerta del mosfet tiene la ventaja de recibir tensiones negativas como positivas con respecto a su referencia (GND), y cuando recibe los voltajes de 2.5 volts positivos el transistor se polariza y conduce una corriente mayor entre sus terminales drain y source, cuando recibe el voltaje negativo o está en 0 volts no conduce.

Esto permite funcionar como un circuito rectificador para la señal que sale alterna de la cerámica, al mismo tiempo se puede aprovechar la circuitería para conectar de tal modo que podamos invertir la señal de salida de la cerámica. Pues como ya se analizó las cerámicas piezoeléctricas CCP al obtener sus respuestas en frecuencia podemos observar en los diagramas de fase que no tienen la propiedad de invertir 180° una señal eléctrica.

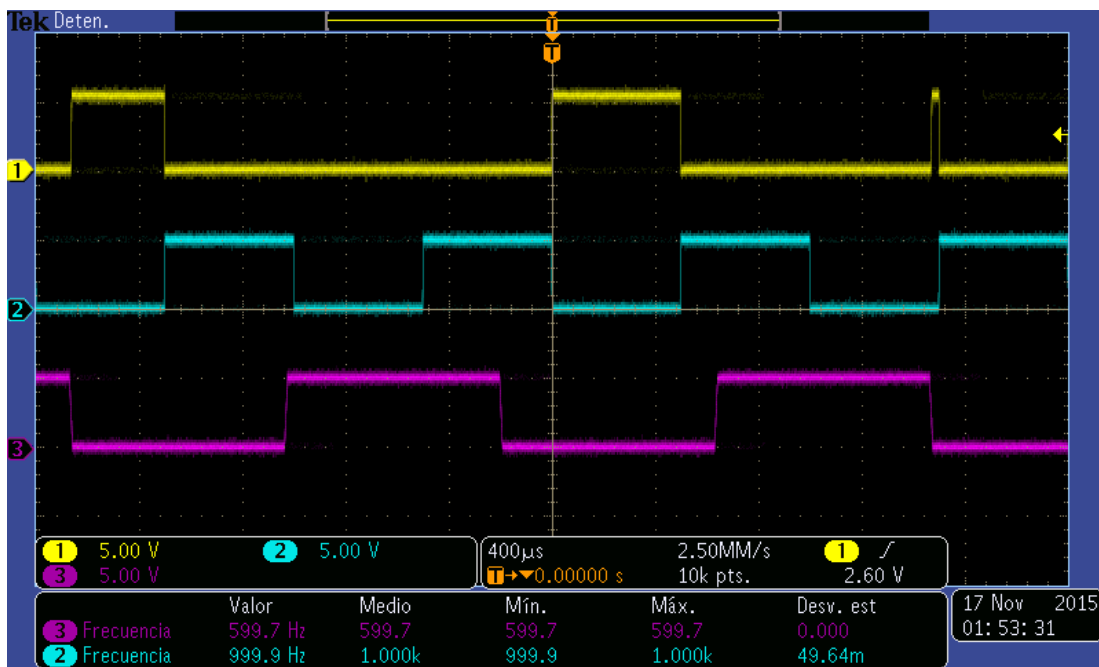


Figura 98. Implementación del circuito hibrido entre cerámica CCP 1 y Mosfet canal N, señal de salida (línea amarilla), señales de entrada (líneas azul y rosa).

La imagen de osciloscopio nos muestra que la señal de salida corresponde al comportamiento de una compuerta NOR que es una compuerta universal, a partir de esta se pueden crear todas las demás compuertas, por lo que se puede pensar en la construcción de circuitos digitales, donde prácticamente el 50% del material podría ser de cualquier tipo de cerámica con implante CCP.

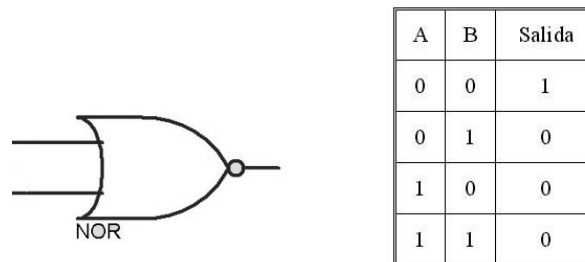


Figura 99. Compuerta hibrida obtenida.

Una ventaja sobre las compuertas con tecnología CMOS es que las compuertas con CCP no son sensibles a las tensiones y corrientes electrostáticas por lo tanto son elementos de protección para el Mosfet, y al mismo tiempo mantienen una alta impedancia de entrada por lo que el consumo de corriente es despreciable.

El ancho de banda mejoro significativamente su pueden manejar frecuencias desde un voltaje constante hasta 10 MHz, desaparecieron los errores por derivación de señal o corrientes parasitas, y se mantiene una tensión de 0 a 5 volts tal como se requiere para el estándar TTL.

#### 4.19. Flip Flop RS con compuertas hibridas CCP (NOR).

Partiendo de la compuerta hibrida NOR, se realizó la configuración para un Flip-Flop RS, como elemento de memoria de 1 bit, en esta configuración se compara con un circuito únicamente de semiconductores Mosfet canal N, y se puede comprobar que el circuito con los elementos CCP necesita menos elementos para su construcción ambos circuitos tienen alta impedancia de entrada sin embargo como ya se mencionó el CCP es inmune a corrientes electrostáticas, el cual es un problema muy común en los circuitos CMOS convencionales.

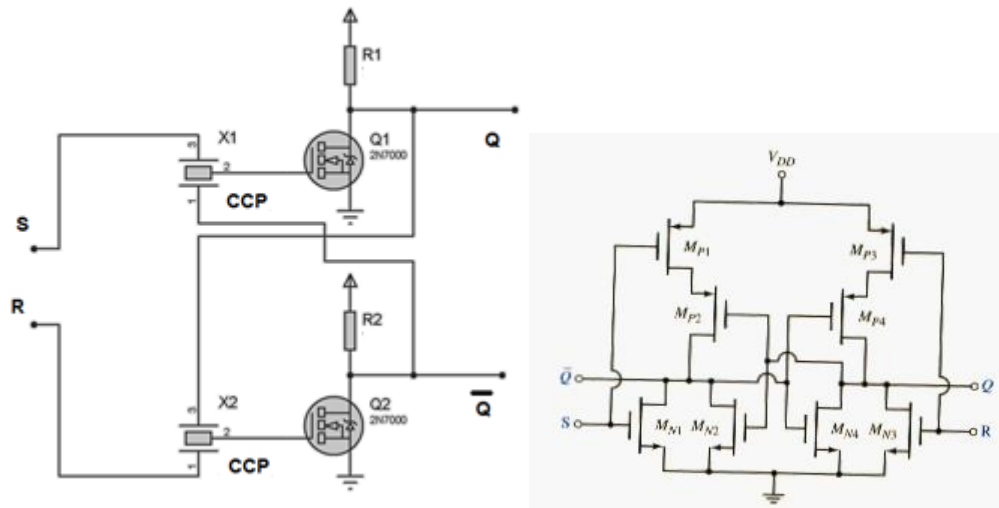


Figura 100. Imágenes comparativas de los circuitos Flip-Flop RS.

S	R	Q	$\bar{Q}$	
1	0	1	0	
0	0	1	0	después de S=1 y R=0
0	1	0	1	
0	0	0	1	después de S=0 y R=1
1	1	0	0	

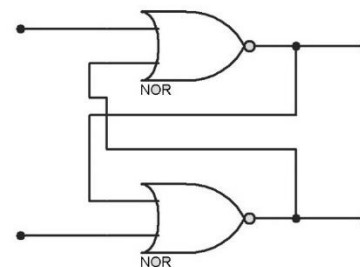


Figura 101. Tabla de verdad y símbolo de Flip-Flop RS con compuertas NOR hibridas CCP.

## 5. Conclusiones.

En la fabricación de las cerámicas en el que se siguió el protocolo del laboratorio, se presentaron complicaciones para la elaboración de cerámicas  $\text{KNbO}_3$  por su baja densidad de  $3 \text{ g/cm}^3$  sin embargo pudo resolverse aplicando una mayor presión hasta que alcanzaron una densidad de  $6.15 \text{ g/cm}^3$ . A pesar de presentar estas dificultades, los resultados en la caracterización sobre todo las cerámicas con implante dieron buenos resultados como circuitos de superposición de señales y osciladores.

En la obtención de la Temperatura de Curie, es importante cambiar las placas de cobre en cada prueba ya que la oxidación de las mismas a causa de las altas temperaturas, afectaba en las pruebas posteriores, generando errores en los análisis, es importante utilizar cables en par trenzado de cobre para la conexión a las placas de la cerámica para eliminar el efecto capacitivo y no afecte la medición de la capacitancia en tiempo real.

Durante el proceso de polarización de modo convencional, no es recomendable el uso de aceite de silicón en cerámicas de baja densidad, si es que se pretende el uso de las mismas, para alguna aplicación, puesto que la cerámica al ser porosa puede absorber el aceite lo que complica mucho el poder trabajar con la misma como lo fue con  $\text{KNbO}_3$ , y tener en cuenta que al ser de baja densidad en el momento de polarizar se pueden generar arcos eléctricos, por lo que se procedió a disminuir el voltaje de polarización, por el contrario las cerámicas de BNBT que mostraron soportar voltajes mayores a lo que el cálculo de protocolo recomienda aun con implantes de platino.

Los resultados de la polarización por efecto corona mostraron cambios en la constante dieléctrica de los materiales, sin embargo se requiere seguir un protocolo que dé

mejores resultados, esto dependiendo del material, así como la distancia y tiempo de polarización. Es importante considerar que los resultados obtenidos demostraron que es importante mantener un campo constante y uniforme sin necesidad de que formen arcos eléctricos. Así como tener cuidado con no colocar la punta de alto voltaje cerca de la muestra de lo contrario se puede formar un arco eléctrico que crea perforaciones sobre el material como lo sucedido con las membranas de BaTiO<sub>3</sub>.

Existieron resultados positivos en las cerámicas de PLZT y BaTiO<sub>3</sub>, existió un aumento en la sensibilidad de su frecuencia de resonancia posiblemente se requiera aumentar el tiempo de polarización manteniendo el voltaje a 25 KV para este tipo de materiales. Sin embargo la polarización por efecto corona no es recomendable para las cerámicas CCP, el implante puede atraer un arco eléctrico lo que ocasiona que la corriente circule a través del implante y se destruya parte del material en el interior de la cerámica y el implante pierda sensibilidad.

Los resultados en sus aplicaciones como circuitos osciladores, filtros analógicos o compuertas, presentan compatibilidad todas las cerámicas con y sin implante. Por lo tanto las cerámicas son útiles para dispositivos de filtrado y estimulación de aplicaciones bioeléctricas, aplicando métodos no convencionales que reduce el uso de elementos a base de silicio, siendo más práctico su aplicación. Lo que se debe considerar para la sustitución de cerámicas PLZT por cerámicas libres de plomo, es la frecuencia de la resonancia en las aplicaciones de filtrado y osciladores.

Los osciladores controlados por flancos en las cerámicas CCP, se utilizan como osciladores redispares, su aplicación es compatible para circuitos digitales y analógicos gracias a la sensibilidad del implante de platino, que puede recibir diferentes tipos de señales puede soportar altas tensiones y el consumo de corriente

es mínimo debido a una alta impedancia de entrada y así mantener aislamiento en equipos que requieran seguridad.

Los filtros analógicos con cerámicas CCP no son convencionales, y su funcionamiento es aplicable a sistemas especiales donde se requieran filtros que modifiquen amplitud y frecuencia, en el caso que se quiera trabajar como filtros pasa altas, de lo contrario pueden utilizarse cerámicas sin implante acopladas con elementos resistivos, y como se comprobó es compatible su diseño con el de filtros RC para calcular la frecuencia de corte deseada. En el caso de filtros pasa bajos y rechaza banda, no existe mayor inconveniente también pueden calcular dichos filtros es importante resaltar que el acoplamiento y conexión del implante de platino es necesario para el diseño de un filtro rechaza banda, para obtener un buen factor de calidad.

El implante de platino demostró ser un elemento que interacciona directamente en la cerámica y las aplicaciones se ven mejoradas con este elemento, puede controlarse por corriente y voltaje, la adición de resistencias provoca que las respuestas se vean modificadas puesto que estas pueden modificar la sensibilidad de resonancia en la cerámica, esto sugiere ser el motivo por el cual a cambios de tensión puede controlar un circuito oscilador , o modificar el factor de calidad en un filtro rechaza banda.

Los resultados del desarrollo de circuitos híbridos pueden generar muchas ventajas para el mejoramiento de dispositivos actuales donde pueda sustituirse gran parte de semiconductores a base de silicio por materiales ferroeléctricos.



## Referencias.

- [1] R. R. Ruiz, "Fabricación de cerámicas piezoeléctricas sin contaminación ambiental con formulación  $(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})_{0.935}\text{Ba}_{0.065}\text{TiO}_3$  para su aplicación en un ecotomógrafo", Tesis de M. en C., Ingeniería Eléctrica, Cinvestav, México D.F., 2008.
- [2] T.L. Jordan, and Z. Ounaies, "Piezoelectric ceramics characterization", Icase report No 2001-28, NASA, Virginia, Sep. 2001.
- [3] Ramón Pallás Areny 2007, "Sensores y acondicionadores de señal", 4ta edición, Alfaomega Grupo Editor, S.A, México DF, 2007.
- [4] W. Kanzig, "History of Ferroelectricity, 1938-1955", *Ferroelectrics*, 74, 285-91 (1987).
- [5] W. W. Coffeen, "Ceramic Capacitors-Past, Present, and Future" *Ceram. Ind.*; published in three parts: Nov. 1974, Feb. 1975, and June 1975.
- [6] Cotzareli Trinidad Cruz, "Circuitos Electrónicos Analógicos y Digitales Equivalentes Desarrollados con Cerámicas Piezoeléctricas de PLZT con Implante", Tesis de M. en C., Ingeniería Eléctrica, Cinvestav, Mexico DF, 2013.
- [7] B. Jaffe, W. R. Cook Jr., and H. Jaffe, *Piezoelectric Ceramics*, Academic Press, London, 1971.
- [8] M. Ichiki, R. Maeda, Y. Morikawa, Y. Mabune, T. Nakada and K. Nonaka "Preparation and Photovoltaic Properties of Lead Lanthanum Zirconate Titanate in Desing of Multilayers", *Japanese Journal Appl. Phys.*, Vol. 44, pp. 6927-6933, 2005.
- [9] C. Hoffmann: Proc. Of the 11 th European Meeting on ferroelectricity, Bled-Slovenia, 2007, p. 38.
- [10] Uchino K: *Ferroelectric Devices* (Marcel Dekker, Inc., New York, 2000) p. 107.

- [11] Ernesto Suaste Gómez y Carlos Omar González Moran, “Materiales inteligentes Piezocerámicos y Piezopolímeros”, Innovación Editorial Lagares de México, S.A. de C.V. Naucalpan Estado de México, 2013.
- [12] West, A. R. Solid State Chemistry and Its Applications; John Wiley and Sons, 1991; p. 742.
- [13] A. Peláiz-Barranco, F. Calderón-Piñar, O. García-Zaldívar and Y. González-Abreu, “Relaxor Behaviour in Ferroelectric Ceramics”, 2013 licensee InTech.
- [14] Adolfo F. González, Ing. Ricardo M. Cesari, Ing. Rubén O. Vicioli, “Materiales Piezoeléctricos Y Efecto Piezoeléctrico”, 2009 Universidad Tecnológica Nacional Facultad Regional Mendoza.
- [15] Marina Villegas, “Materiales cerámicos ferroeléctricos relaxores basados en PbO”, Instituto de Cerámica y Vidrio (CSIC). BOL. SOC. ESP. CERAM. VIDR. 31 (1992), 6, 473-48.
- [16] R. González-Ballesteros, J. E. Morales, A. Cruz-Orea, E. Suaste-Gómez, “Determination of thermal diffusivity of  $Pb_{0.88}Ln_{0.08}Ti_{0.98}Mn_{0.03}O_3$  (Ln = La, Eu) Ferroelectric Ceramic System by Photoacoustic Technique” *Ferroelectrics*, Vol 336, 2006 , pp. 55-59.
- [17] J. J. A. Flores “Fabricación y caracterización de cerámicas ferroeléctricas con implante de Platino para mejorar su desempeño” Tesis de Maestría, Sección de Bioelectrónica, Departamento de Ingeniería Eléctrica, CINVESTAV-IPN, México 2008.
- [18] E. Suaste, C. O. Gonzalez. and A. Flores. *Ceramic-Controlled Piezoelectric: Development, Applications and Potentiality in Electrical and Biomedical Engineering*. Piezoelectric Ceramics, Ernesto Suaste-Gomez, ISBN: 978-953-307-122-0, Sciyo (2010).

- [19] W. W. Coffeen, "Ceramic Capacitors—Past, Present, and Future," *Ceram. Ind.*; published in three parts: Nov. 1974, Feb. 1975, and June 1975.
- [20] C. O. González-Morán, E. Suaste-Gómez, "Developed and experimental evidence of a ceramic-controlled piezoelectric bulk implanted with Pt wire based on PLZT" *Ferroelectrics*, Volume 392, Pages 98-106, 2009.
- [21] C. O. González-Morán, "Preparación de cerámicas con implante de Pt, polímeros de Polyvinil Difloruro con implante de Cu, del tipo ferroeléctrico para el desarrollo sensores aplicados en el área biomédica", Tesis de Doctorado, Sección de Bioelectrónica, Departamento de ingeniería Eléctrica, CINVESTAV-IPN, México 2013
- [22] Carlos O. González-Morán, J.J. Agustín Flores-Cuautle and Ernesto Suaste-Gómez, "A Piezoelectric Plethysmograph Sensor Based on a Pt Wire Implanted Lead Lanthanum Zirconate Titanate Bulk Ceramic" *Sensors* 2010, 10, 7146-7156; doi:10.3390/s100807146.
- [23] Ernesto Suaste-Gomez, Omar Teran-Jimenez, Hector Reyes-Cruz, "Colorimetry technique on BaTiO<sub>3</sub> and KNbO<sub>3</sub> ceramics to determine the phase transition", *Journal of the European Ceramic Society* 30 (2010) 3153–3156.
- [24] Suaste-Gomez E, Flores-Cuautle J, Gonzalez-Moran C. "Opacity Sensor Based on Photovoltaic Effect of Ferroelectric PLZT Ceramic With Pt Wire Implant". *IEEE Sensors Journal* (2010) 10(6): 1056-1060.

## **Apéndice.**

Participación en Congresos.

A. Florencio-Ramírez, E. Suaste-Gómez, “Characterization and application of piezoceramic devices, with platinum implant, for the design of devices for biomedical purposes”, International Conference Material Science In The Age Of Sustainability, Havana Cuba 2015.

A. Florencio-Ramírez, E. Suaste-Gómez, “Potentiality Of Piezoceramic Devices, With Platinum Implants In Applications Of Unconventional Electronic For Biomedical Purposes”, International Materials Research Congress, Cancun Mexico 2015.