

## 6 CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES PIROELÉCTRICOS

### 6.1 INTRODUCCIÓN

El objetivo de esta práctica es estudiar los efectos piroeléctricos (a campo eléctrico cero) de los materiales ferroeléctricos. Un material piroeléctrico (TGS) se encuentra situado entre las armaduras de un condensador en cortocircuito. Mediante un electrómetro, se mide la corriente que circula al variar la temperatura. Se deduce la dependencia de la polarización con la temperatura y la *temperatura de Curie* del material.

### 6.2 FUNDAMENTO TEÓRICO

En los medios dieléctricos lineales, que son los más abundantes y estudiados, la polarización es directamente proporcional al campo eléctrico aplicado:

$$P = \varepsilon_0 \cdot \chi \cdot E \quad (1)$$

donde  $P$  es la polarización,  $E$  es el campo eléctrico,  $\varepsilon_0$  es la permitividad eléctrica del vacío, y  $\chi$  es la susceptibilidad dieléctrica del material, que no depende del campo aplicado. De la propia expresión se deduce que cuando  $E$  es nulo, también lo es  $P$ .

Al contrario de los medios lineales, los no lineales pueden tener una polarización diferente de cero, aunque el campo  $E$  sea nulo. Este es el caso de los *ferroeléctricos*, que presentan una dependencia de  $P$  respecto a  $E$  que tiene la forma de ciclo de histéresis (figura 1); formalmente semejante a la dependencia entre la magnetización,  $M$ , y el campo magnético aplicado,  $B$ , que se observa en los materiales ferromagnéticos. En la figura 1, la situación en la que, a campo aplicado nulo, tenemos polarización no nula (llamada polarización remanente,  $P_r$ ) correspondería a los dos puntos de corte del ciclo de histéresis con el eje de ordenadas. El valor de  $P_r$  da idea de "la altura" del ciclo de histéresis, mientras que el parámetro que informa de "la anchura" del ciclo, es el campo coercitivo,  $E_c$ , que no es otra cosa que el campo que hay que aplicar para tener el dieléctrico despolarizado. Gráficamente  $E_c$  corresponde a los dos puntos en los que el ciclo corta al eje de abscisas.

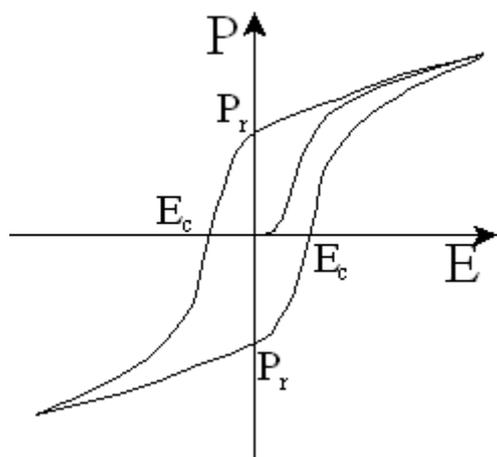


Figura 1

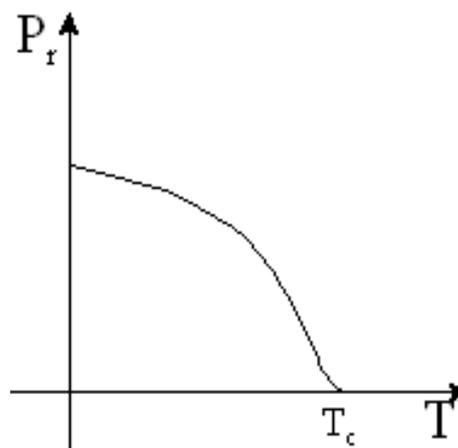


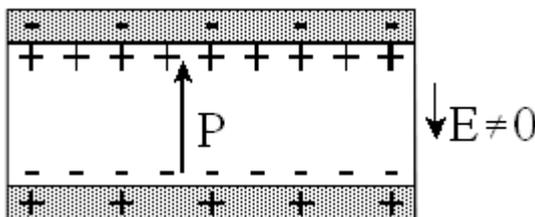
Figura 2

Otra característica muy notoria de estos materiales es la fuerte dependencia de la polarización con la temperatura,  $T$ . Se observa que cuando ésta se incrementa la polarización remanente disminuye (figura

2). Pero cuando  $T$  supera un cierto valor  $T_C$  (*temperatura de Curie*) el campo remanente es nulo, y el dieléctrico pasa a ser lineal. Esta dependencia con la temperatura constituye el llamado *efecto piroeléctrico* y se aprovecha para construir dispositivos detectores de calor. Los materiales con un efecto piroeléctrico importante se conocen genéricamente como *materiales piroeléctricos*, entre los que podemos citar, como importantes, la sal de la Rochelle, el sulfato de triglicina (TGS), y el titanato de plomo ( $PbTiO_3$ ).

### 6.2.1 Fundamento de la caracterización piroeléctrica

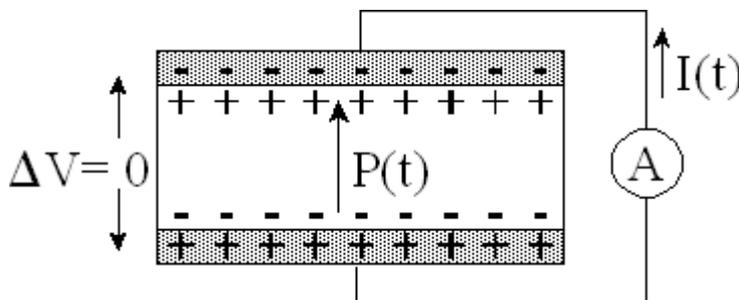
Para efectuar la caracterización piroeléctrica, la muestra se sitúa entre las armaduras de un condensador, como se representa en la figura 3. De manera general, se ha supuesto que el piroeléctrico presenta una cierta polarización y se indican, de manera esquemática, las cargas de polarización equivalentes (que en geometría plana y para un material homogéneo son superficiales y están localizadas en las superficies del piroeléctrico). También figuran en el esquema las cargas libres localizadas en los electrodos (representadas de color gris). En el caso particular de que las cargas libres de los electrodos compensen perfectamente las de polarización, el campo eléctrico resulta cero y la diferencia de potencial entre placas, consecuentemente, también. Esta circunstancia se consigue simplemente cortocircuitando el condensador.



**Figura 3.** Polarización eléctrica, campo eléctrico, y densidades de carga libre y de polarización, en un condensador ferroeléctrico.

El estudio que se llevará a cabo consiste en registrar los cambios que experimenta la polarización en un determinado proceso de calentamiento del piroeléctrico.

Sea el esquema de la figura 4, donde el piroeléctrico, que está a una temperatura estable  $T < T_C$ , presenta una cierta  $P_r$ . Entre las placas del condensador se ha conectado un amperímetro que, como tal, presenta una resistencia de entrada,  $R_A$ , baja (idealmente nula). Debido a ésto si, durante el proceso que se seguirá, las corrientes a través del amperímetro no son demasiado elevadas, la diferencia de potencial entre placas será prácticamente nula ( $\Delta V = IR_A \approx 0$ ), por lo que en las armaduras del condensador se acumularán las cargas libres necesarias para que el campo eléctrico que creen compense exactamente el campo creado por  $P$  (o lo que es equivalente, que las cargas libres siempre están compensando las de polarización).



**Figura 4**

Ahora calentamos el piezoeléctrico de manera que su temperatura se incremente a un ritmo  $T(t)$ . En un intervalo  $dt$ , la variación de la polarización,  $dP$ , será:

$$dP = \frac{\partial P}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} dt \quad (2)$$

Esta variación de P supone una variación igual de la carga de polarización  $\sigma_p$ , con lo que la variación correspondiente de la carga en las armaduras (de área S) del condensador en dt resulta:

$$dQ = Sd\sigma = -Sd\sigma_p = -S \frac{\partial P}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} dt \quad (3)$$

Esto da lugar a una corriente I(t) que circula por el amperímetro, de valor:

$$I = \frac{dQ}{dt} = -S \frac{\partial P}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4)$$

Cuando se alcanza  $T > T_C$ , la polarización es nula y, por lo tanto, su derivada y la I serán también nulas.

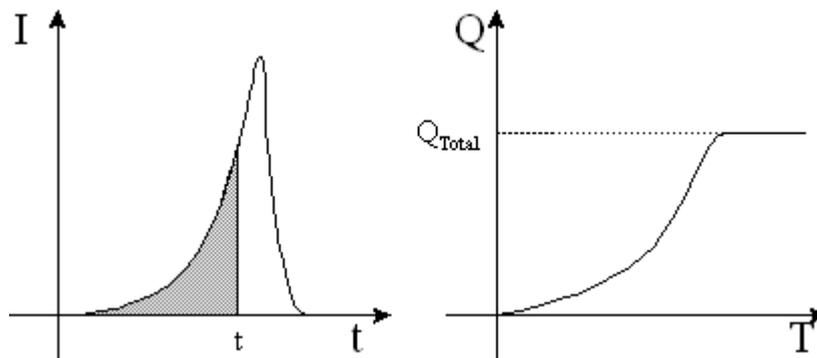
Del análisis efectuado, teniendo en cuenta la forma general de P(T), es de esperar que la dependencia de la intensidad en función del tiempo sea de la forma de la figura 5a). Para un instante cualquiera, t, del proceso, en el cual la temperatura del piroeléctrico es T, tenemos que la carga que, hasta aquel instante, ha circulado por el amperímetro viene dada por:

$$Q(t) = \int_0^t I(t) dt \quad (5)$$

que gráficamente corresponde al área de color gris de la misma figura 5a). Si ahora representamos esta carga Q(t) en función de la temperatura, T, que el piroeléctrico tenía en el instante t obtenemos una Q(T) de la forma de la figura 5b). La dependencia P(T) se calcula, a partir de la Q(T), aplicando:

$$P(T) = \frac{Q_{Total} - Q(T)}{S} \quad (6)$$

donde  $Q_{Total}$  es la totalidad de la carga que ha circulado por el amperímetro desde el inicio del proceso ( $P=P_r$ ) hasta que la temperatura del piroeléctrico ha superado  $T_C$  ( $P=0$ ).



**Figura 5.** a) intensidad en función del tiempo y b) carga en función de la temperatura en un proceso de calentamiento de una muestra piroeléctrica.

### 6.2.2 Coeficiente piroeléctrico

A menudo, y sobretodo de cara a las aplicaciones, se habla del coeficiente piroeléctrico,  $\lambda$ , que se define como:

$$\lambda = \frac{\partial P}{\partial T} \quad (7)$$

Del análisis de la dependencia  $P(T)$  se comprueba que  $\lambda$  es función de  $T$  y que presenta fuertes variaciones para temperaturas próximas a las de Curie,  $T_C$ .

### 6.2.3 Permitividad eléctrica, $\epsilon_r$

Aunque no se trata de medios lineales, también se acostumbra asociar a estos materiales una permitividad eléctrica,  $\epsilon_r$ , cuya definición es análoga a la que se aplica a los medios lineales:

$$\epsilon_r = 1 + \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\partial P}{\partial E} \quad (8)$$

con la diferencia de que ahora  $\epsilon_r$  depende del campo eléctrico.

### 6.2.4 Aplicación: Dispositivo piroeléctrico para la detección de radiación infrarroja

El efecto piroeléctrico se aprovecha para la detección de radiación infrarroja, tanto en aparatos de medida como también, y más habitualmente, en dispositivos detectores de presencia en sistemas de seguridad y protección doméstica.

El elemento básico es el “detector piroeléctrico” de tipo dual que responde al esquema mostrado en la figura 6. Los dos condensadores son de piroeléctrico y vienen montados sobre el mismo bloque de silicio. Uno ellos está puesto a la radiación exterior y el otro está protegido por una pantalla. Cuando el sistema está en equilibrio térmico y la radiación incidente es nula, los dos condensadores están igualmente polarizados y la tensión total es cero. Este voltaje nulo aplicado a la “puerta” de un transistor FET (*transistor de efecto de campo*), hace que aparezca cierta tensión a la salida, OUTPUT, del FET. Cuando incide radiación sobre el dispositivo, cambia el estado de polarización del condensador no protegido por la pantalla. Esto hace que los dos condensadores no soporten la misma tensión, por lo que el voltaje aplicado a la puerta ya no es nulo y aparece un cambio de tensión en la salida.

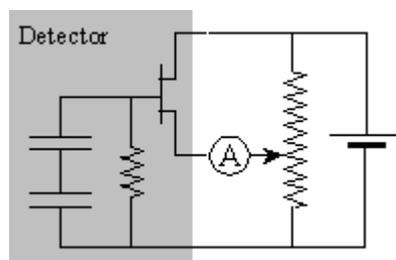


Figura 6

## 6.3 REALIZACIÓN EXPERIMENTAL

### 6.3.1 Dispositivo experimental

La figura 7 muestra un esquema del dispositivo para la caracterización del piroeléctrico, donde el elemento básico de medida eléctrica es el electrómetro. Con la muestra piroeléctrica, de geometría plana, se ha construido un condensador, que se ha situado dentro de una caja metálica para lograr el apantallamiento electrostático. Una abertura en esta caja permite que un foco halógeno caliente la muestra. La temperatura de la muestra se mide con un termopar. Un ordenador personal controla el electrómetro y la electrónica del termopar mediante el protocolo GPIB.

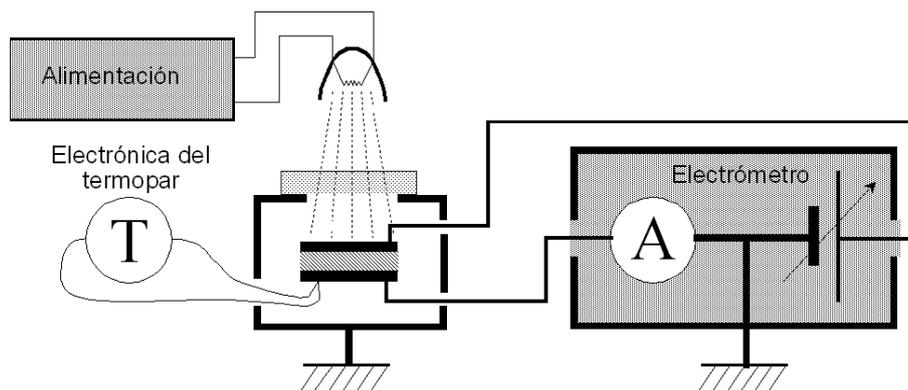


Figura 7

Características de la muestra: condensador piroeléctrico obtenido depositando los electrodos metálicos en las caras opuestas de un paralelepípedo de sulfato de triglicina (TGS) monocristalino. La superficie de los electrodos es de  $4 \text{ mm}^2$  y la separación entre ellos (espesor del cristal de TGS) es de 0.8 mm.

Electrómetro: es un aparato de medida eléctrica capaz de realizar las funciones habituales de un multímetro: voltímetro, amperímetro y ohmímetro, y otras más especializadas como pueden ser las de coulombímetro y unidad fuente-medidor. Para poder hacer este último tipo de medidas el electrómetro incorpora una fuente de tensión controlable. Las características instrumentales del electrómetro, en cualquiera de sus funciones, son de más nivel que las de un multímetro corriente. Como ejemplo, la impedancia de entrada que presenta en modo voltímetro -superior a  $200 \text{ T}\Omega$ - es mucho más elevada que los  $10 \text{ M}\Omega$  de un voltímetro convencional.

### 6.3.2 Procedimiento experimental

La medida experimental se realiza en tres diferentes etapas, debiéndose registrar un archivo de medidas para cada una.

Todas las medidas se realizan con el electrómetro en el modo amperímetro, en la escala de intensidad de  $10^{-9} \text{ A}$  (con lectura hasta el dígito de  $10^{-13} \text{ A}$ ).

Las medidas se registran mediante el comando C:piro en el sistema operativo, y siguiendo las instrucciones que aparecen en pantalla. Una vez activado el programa, éste registra a intervalos regulares de tiempo los valores de la Temperatura, Intensidad y Carga acumulada que se archivarán en las columnas A, B, C y D respectivamente.

#### 1) Medida del transitorio de polarización a alta temperatura

- Se estabiliza primero la muestra a una temperatura mayor que su temperatura de Curie. Se recomienda un valor de aproximadamente  $60^\circ\text{C}$ , que se consigue con una corriente de calefacción de 4.5 A.

- Una vez estabilizada la temperatura, se activa el comando piro para registrar esta situación. A continuación, se selecciona mediante el botón DISPLAY del electrómetro una tensión de 100 V de la fuente interna (al pulsar de nuevo el botón DISPLAY se recupera la lectura de la intensidad en la pantalla del electrómetro). Cuando han transcurrido uno o dos minutos de medida, se aplica la tensión seleccionada a la muestra, pulsando el botón OPERATE del electrómetro lo que se manifiesta en el encendido del indicador SOURCE. La medida se finaliza al cabo de unos cinco minutos de la aplicación de la tensión.
- Se observará un transitorio de corriente debido a la carga del condensador que contiene la muestra. La intensidad en el régimen estacionario corresponde a una corriente de fugas debida a que los dieléctricos reales presentan una conductividad no nula, que en muchos casos esta "activada térmicamente", es decir, tiene una dependencia del tipo:

$$\sigma = \sigma_0 \exp\left(\frac{E_{act}}{kT}\right) \quad (9)$$

### 2) Polarización de la muestra por enfriamiento en presencia de un campo eléctrico.

- Se activa nuevamente el comando piro, y al cabo de un minuto se suprime la calefacción de la muestra. De esta manera se registra la intensidad en el proceso de enfriamiento. La medida finaliza cuando se alcanza la temperatura de 20 °C.

Este proceso de enfriamiento en presencia del campo eléctrico aplicado, garantiza que la muestra está ahora polarizada.

### 3) Medida de la Intensidad y la Carga asociada a la despolarización por calentamiento.

- Se suprime el campo eléctrico aplicado a la muestra pulsando el botón OPERATE del electrómetro. Se espera unos 2-3 minutos para asegurar la descarga de la carga libre en las armaduras del condensador.

En estas condiciones ( $E = 0$ ) la polarización de la muestra será su valor remanente, y la intensidad que circula será prácticamente nula (menor que 10-12 A).

- Se activa el comando *piro* para comenzar a registrar las medidas y se conecta la calefacción con una intensidad de 4.5 A.
- Al llegar a una temperatura (55 °C aproximadamente) suficientemente mayor que la de Curie, se suprime la calefacción, mientras se continúa registrando las medidas hasta que se recupera la temperatura de 20 °C.

### Aplicación: Dispositivo piroeléctrico para la detección de radiación infrarroja:

- Conectar el electrómetro al dispositivo para que actúe como el amperímetro que muestra la figura 6, y hacerlo funcionar en el rango de  $10^9$  A.
- Ajustar el potenciómetro de forma que la corriente registrada sea tan pequeña como se pueda.
- Acercar el detector a una fuente de calor (la mano, una llama, un soldador caliente...) y observar el efecto que se produce. Experimentar el apantallamiento de la fuente de calor mediante una placa metálica y, también, una pantalla de silicio. Observar como la radiación infrarroja se refleja en un espejo. Probar de iluminar el detector con luz "fría".

### 6.3.3 Presentación de resultados

- Presentar una síntesis no demasiado extensa de todo el trabajo.

- Presentar las curvas experimentales:
  - $I(t)$  del transitorio a alta temperatura,
  - $T(t)$  y  $\log I$  en función de  $1000/T$  del proceso de enfriamiento bajo campo aplicado,
  - $T(t)$ ,  $I(T)$  i  $Q(T)$  del proceso de calentamiento y enfriamiento sin campo aplicado.
- Presentar las curvas deducidas:  $P(T)$ , y  $\lambda(T)=\delta P(T)/\delta T$  (La derivada puede hacerse fácilmente usando el *Origin*). Deducir, en particular, el valor de la polarización del material a 20°C.
- Presentar, de forma resumida, los pequeños experimentos realizados con el detector piroeléctrico (utilización de pantalla metálica, de pantalla de silicio, iluminación con luz fría, reflexión en un espejo...).

#### 6.3.4 Elementos de discusión

- Indicar esquemáticamente sobre un ciclo de histéresis ferroeléctrico:
  - a) en que región se ha trabajado durante las medidas piroeléctricas efectuadas,
  - b) la zona en la que se daría la situación de  $P$  i  $E$  mostrada en la figura 3.
- Discutir los diferentes parámetros del material que se pueden deducir de las gráficas obtenidas.
- Compare los valores experimentales con los de la bibliografía:
  - $T_C = 49 - 52 \text{ }^\circ\text{C}$
  - $P_r (20 \text{ }^\circ\text{C}) = 2.8 \times 10^{-2} \text{ Cm}^{-2}$
  - $\lambda (20 \text{ }^\circ\text{C}) = 200-350 \text{ } \mu\text{Cm}^{-2}\text{K}^{-1}$
  - $\lambda (25 \text{ }^\circ\text{C}) = 250-300 \text{ } \mu\text{Cm}^{-2}\text{K}^{-1}$
  - $\lambda (45-50 \text{ }^\circ\text{C}) = 1000-1400 \text{ } \mu\text{Cm}^{-2}\text{K}^{-1}$
- Discutir si la existencia de corrientes de fuga en ferroeléctrico afectaría o no a las medidas.
- Valorar los experimentos realizados para poner de manifiesto el fenómeno físico de la piroelectricidad.
- Presentar información sobre otros tipos de detector de calor, Comparar sus características instrumentales (sensibilidad, respuesta espectral...) con las que presentan los detectores de tipo piroeléctrico. (Este apartado es importante para los alumnos que estén cursando, o hayan cursado, la asignatura de “Instrumentación Física”).

## 6.4 BIBLIOGRAFÍA

- Apuntes de la asignatura.
- Aldert Van der Ziel, Electrónica Física del Estado Sólido, Ed. Prentice/Hall International, Madrid 1972.