

Design and construction of an automatic system of ferroelectric ceramics polarization

D. Romo¹, C. Tasiguano², L. Lascano³, and E. Acurio³

¹Departamento de Automatización y Control Industrial, Escuela Politécnica Nacional. Ecuador,
denis.romo@epn.edu.ec

²Instituto Superior Tecnológico Rumiñahui, Ecuador.
cristian.tasiguano@ister.edu.ec

³Departamento de Física, Escuela Politécnica Nacional, Ecuador.
luis.lascano@epn.edu.ec, eliana.acurio@epn.edu.ec

Abstract— This work shows the design and construction of an automatic polarizer for ferroelectric ceramics, guaranteeing security and user-friendliness during the whole process. The polarizer is composed of a DC high voltage supply and a heating system. The high voltage supply has been designed using a Buck topology voltage reducing circuit, a DC/AC converter, a high frequency transformer, which provides galvanic isolation, and a voltage multiplier stage. The heating system is fed through a direct phase control circuit and the process temperature is regulated by an integral proportional controller (PI). As a result of the correct functioning of the prototype, measurements are obtained of the piezoelectric constant charge d_{33} of a sample of $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ (92.7 and -95.5) within the range specified in the literature for this compound.

Keywords— Automation, ceramics, energy converters, PI controller, ferroelectricity, polarization.

Digital Object Identifier (DOI):
<http://dx.doi.org/10.18687/LACCEI2020.1.1.95>
ISBN: 978-958-52071-4-1 ISSN: 2414-6390

Diseño y construcción de un sistema automático de polarización de cerámicas ferroeléctricas

D. Romo¹, C. Tasiguano², L. Lascano³, and E. Acurio³

¹Departamento de Automatización y Control Industrial, Escuela Politécnica Nacional, Ecuador, denis.romo@epn.edu.ec

²Instituto Superior Tecnológico Rumiñahui, Ecuador. cristian.tasiguano@ister.edu.ec

³Departamento de Física, Escuela Politécnica Nacional, Ecuador. luis.lascano@epn.edu.ec, eliana.acurio@epn.edu.ec

Resumen—En este trabajo se muestra el diseño y construcción de un polarizador automático para cerámicas ferroeléctricas, garantizando seguridad y facilidad de manejo al usuario durante todo el proceso. El polarizador está compuesto por un suministro de corriente directa de alto voltaje y un sistema de calentamiento. El suministro de alto voltaje se ha diseñado utilizando un circuito reductor de voltaje de topología Buck, un convertidor de corriente continua a corriente alterna (DC/AC), un transformador de alta frecuencia, que proporciona aislamiento galvánico, y una etapa multiplicadora de voltaje. El sistema de calentamiento se alimenta a través de un circuito de control de fase directo y la temperatura del proceso se regula por medio de un controlador proporcional integral (PI). Como resultado del correcto funcionamiento del prototipo, se obtiene mediciones de la constante piezoeléctrica de carga d_{33} de una muestra de $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ (92.7 y -95.5) dentro del rango especificado en la literatura para este compuesto.

Keywords—Automatización, cerámicas, conversores, ferroelectricidad, PI, polarización.

I. INTRODUCCIÓN

La ferroelectricidad es una propiedad física que se ha utilizado durante las últimas décadas en el desarrollo de nuevas tecnologías. Desde el nacimiento de las cerámicas ferroeléctricas a principios de 1940, se han convertido en pilar importante del desarrollo tecnológico y económico de la industria [1]. En especial, han encontrado una amplia aplicación en memorias no volátiles, sensores, actuadores, capacitores de alta constante dieléctrica y transductores piezoeléctricos debido a sus propiedades de polarización remanente, piezoelectricidad y piroelectricidad lo que ha permitido mantener a la industria en constante evolución [2].

Los materiales cerámicos son sólidos cristalinos, unidos por enlaces iónicos de carácter covalente cuya orientación es aleatoria o dispareja. Sin embargo, existen regiones de material con polarización uniforme conocidas como dominios ferroeléctricos, es decir, una cerámica está compuesta por dominios con diferentes orientaciones.

Las cerámicas ferroeléctricas, poseen una polarización espontánea propia del material, que depende de la estructura cristalográfica, la temperatura y la presión a la que se encuentren expuestas [3]. Si la dirección de la polarización espontánea es aleatoria, entonces los efectos piezoeléctricos

se anulan impidiendo la fabricación de dispositivos basados en este material. Por lo tanto, la investigación exhaustiva del proceso de polarización es un aspecto esencial y requiere de sistemas que garanticen las condiciones necesarias para la caracterización eficiente de dichas cerámicas.

El proceso de polarización de estos materiales se realiza aplicando un fuerte campo eléctrico, en el orden de las decenas de kilovoltios por centímetro (kV/cm), a alta temperatura. Este proceso ayuda a reorientar los dominios hacia la dirección del campo aplicado, y consecuentemente a mejorar las características piezoeléctricas del material.

El objetivo principal al final de este proceso es mantener una polarización espontánea remanente. El nivel de energía para cambiar la dirección de la polarización, se relaciona directamente con la dependencia que existe entre la polarización (P) y el campo eléctrico (E) aplicado. Como se observa en la Fig. 1, la relación entre P y E tiene un comportamiento histerético similar a la respuesta observada en un material ferromagnético en presencia de campo magnético [4]. Mientras mayor es el valor de la polarización remanente, mejor es el material ferroeléctrico.

Considerando, que en la actualidad no se han desarrollado equipos comerciales dedicados al estudio y experimentación del proceso de polarización de cerámicas ferroeléctricas en el país, el objetivo de este trabajo es el diseño y fabricación de un prototipo automático de polarización para el Laboratorio de Electrocerámica del Departamento de Física de la Escuela Politécnica Nacional. Esto incentivará la fabricación local de dispositivos basados en cerámicas ferroeléctricas, ya que el prototipo descrito en este trabajo permite la investigación exhaustiva del proceso de polarización garantizando las condiciones necesarias para la caracterización eficiente de dichas cerámicas.

Este documento está organizado de la siguiente manera: en la Sección II, se proporciona detalles del proceso de polarización; en las Sección III, IV y V, se especifican el diseño electrónico, estructural y de software del prototipo, respectivamente; en la Sección VI, se muestra y discute los resultados obtenidos. Finalmente, en la Sección VII se resumen los principales logros de este trabajo.

Digital Object Identifier (DOI):

<http://dx.doi.org/10.18687/LACCEI2020.1.1.95>

ISBN: 978-958-52071-4-1 ISSN: 2414-6390

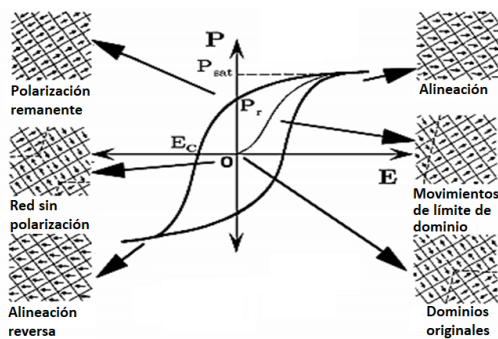


Fig. 1. Estados de los dominios ferroeléctricos en todas fases del proceso de polarización [3]

II. PROCESO DE POLARIZACIÓN

La polarización de cerámicas ferroeléctricas es el proceso durante el cual, un alto campo eléctrico se aplica a muestras cerámicas para forzar a sus iones a reorientarse en la dirección de dicho campo aplicado. Para reducir el espacio entre cargas, el cual actúa en contra del cambio dentro del dominio, se debe incrementar la temperatura. Antes de la polarización, las cerámicas ferroeléctricas no poseen ninguna propiedad piezoeléctrica debido a la orientación desordenada de los dominios ferroeléctricos en las cerámicas [1]. Al incrementar la temperatura, el espacio entre cargas disminuye favoreciendo la alineación de los iones en un sentido específico (cambio de dominio). Sin embargo, cuando la temperatura de polarización es demasiado alta, la conductividad eléctrica incrementa provocando un aumento de la corriente de fuga que puede resultar en la ruptura de la muestra durante el período de polarización. Por lo tanto, esta temperatura se debe mantener constante por un tiempo determinado dependiendo del compuesto de la cerámica. Transcurrido este tiempo, la muestra debe enfriarse hasta llegar a la temperatura ambiente manteniendo el campo eléctrico aplicado. Una vez que se alcanza la temperatura ambiente, se debe retirar el campo eléctrico dando por finalizado el proceso de polarización [1].

Considerando los requerimientos del proceso de polarización, en este trabajo, se han diseñado cuatro etapas de operación como se ilustra en la Fig. 2:

- 1) *Calentamiento* (t_0 a t_1): En esta etapa se aplica alto voltaje (entre 1 y 10 kV para este equipo) dependiendo de la muestra a polarizar, mientras la temperatura aumenta hasta el valor que el usuario ha predeterminado por la interfaz.
- 2) *Polarización* (t_1 a t_2): En esta etapa se mantiene aplicado el campo eléctrico y la temperatura durante el tiempo ingresado por el usuario en la interfaz. Es importante mencionar que esta es la única etapa que tiene un tiempo definido de operación.
- 3) *Enfriamiento* (t_2 a t_3): En este ciclo la muestra se enfría a temperatura ambiente pero sin dejar de aplicar el campo eléctrico.
- 4) *Interrupción de campo eléctrico* (t_3 a t_4): Una vez que

se detectado el enfriamiento de la muestra hasta una temperatura de 35 °C (determinada experimentalmente), se retira el voltaje aplicado y la muestra puede ser removida de forma segura para medir sus propiedades ferroeléctricas.

El tiempo de duración de cada etapa puede variar de acuerdo con la muestra y las condiciones requeridas, pero en general, la ejecución de las cuatro etapas es obligatoria .

En la metodología de este trabajo, una vez que se determinó el funcionamiento del proceso de polarización con sus diferentes etapas, se estableció la necesidad de diseñar tres sistemas que abarquen el componente electrónico, estructural, y de software que se requiere para una correcta operación (ver secciones III, VI y V).

Finalmente, se obtiene la respuesta piezoeléctrica de una cerámica ferroeléctrica de $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ mediante la medición de su constante de carga piezoeléctrica d_{33} después de haber sido sometida al proceso de polarización. Este valor es entonces comparado con otros resultados obtenidos en la literatura para comprobar la apropiada polarización de la muestra con el sistema automático implementado.

III. DISEÑO DEL SISTEMA ELECTRÓNICO

Como se muestra en la Fig. 3, la arquitectura del sistema de polarización cuenta con dos entradas de voltaje independientes. La primera toma el voltaje directamente de la red eléctrica para alimentar principalmente al sistema de calentamiento. La segunda en cambio utiliza una fuente de poder ininterrumpible (UPS) para la alimentación tanto de los circuitos de potencia, que permiten generar alto voltaje, como de los circuitos de control.

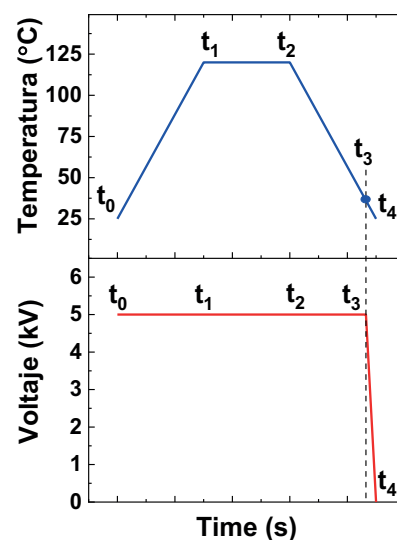


Fig. 2. Diagramas esquemáticos de la temperatura (superior) y voltaje (inferior) en función del tiempo.

A. Subsistema de alto voltaje

Como se ilustra en el diagrama de bloques de la Fig. 4, para la construcción de la fuente de alto voltaje se requirió de un circuito de rectificación con puente de diodos, que luego de ser filtrado (C_f en la Fig. 5), se reguló a través de un convertor reductor DC-DC Buck síncrono que entrega un voltaje de amplitud variable. La salida del regulador Buck se conectó a un inversor tipo puente monofásico para entregar una salida de voltaje AC cuadrada, cuya amplitud depende del voltaje del regulador. Para aislar la salida del inversor y elevar el voltaje de la etapa anterior, se conectó un transformador que triplica el voltaje AC. Este voltaje alterno entra directamente a una etapa de multiplicación de voltaje, misma que convierte el voltaje alterno de alta frecuencia en voltaje directo en el orden de los kilovoltios.

1) *Convertor tipo Buck*: Este convertor varía el nivel de voltaje DC mediante la carga y descarga de los elementos de almacenamiento de energía (L y C_o) que se observan en la Fig. 5. Para el diseño del circuito reductor de voltaje tipo Buck se considera que la inductancia descarga completamente su energía, a esta condición se le llama conducción discontinua (DCM). Usando la ecuación de la corriente máxima [5], la inductancia de salida puede ser determinada por la ecuación 1

$$L = \frac{V_{in}(1 - \delta)}{f I_{L,max}} \delta \quad (1)$$

donde V_{in} , δ , f e $I_{L,max}$, son el voltaje rectificado y filtrado de la red, la relación de trabajo (duty cycle), frecuencia de operación (PWM) y corriente pico de la inductancia, respectivamente.

Considerando señales PWM de 80 kHz, 170 V como voltaje rectificado, una corriente máxima de 214 mA y una relación de trabajo máxima de 0.75, entonces se obtiene un valor de $L=1.86$ mH.

Para un voltaje de rizado de 1%, se calcula el capacitor de salida mínimo que asegure un rizado suave empleando la

ecuación 2 [5].

$$C_{min} = \frac{(1 - \delta)}{8V_r L f^2} V_o = 31 \mu F \quad (2)$$

donde V_r es el factor de rizado y V_o el voltaje de salida. El dimensionamiento de los MOSFETs toma en cuenta las condiciones máximas de corriente y voltaje (214 mA y 170V), por lo tanto para esta aplicación se ha elegido el MOSFET IRF720 que maneja 400 V y 3.3 A

2) *Circuito inversor*: El objetivo del inversor cuadrado tipo puente es obtener un voltaje AC que alimente al transformador. Para el dimensionamiento se considera el voltaje máximo que deben soportar los elementos de conmutación y la corriente de la carga. Considerando que la corriente en el primario es tres veces la corriente en el secundario debido a la relación de transformación, se requiere un transistor que conduzca una corriente mínima de $75 \mu A$. El voltaje máximo que deben soportar los MOSFETs depende del voltaje máximo entregado por el convertor Buck, es decir 120 V. Con base en estas consideraciones también se usa el MOSFET IRF720 en este circuito.

3) *Transformador de alta frecuencia*: El transformador se diseña en base a sus requerimientos de voltaje en el primario y el secundario por medio de la relación de transformación. La selección del material del núcleo es muy importante, especialmente cuando se trabaja a altas frecuencias. Debido a las altas pérdidas por corrientes de Eddy que presentan los núcleos de hierro, es más adecuado usar núcleos de ferrita [4]. El núcleo seleccionado para la construcción del transformador es el EI-33, que tiene una densidad de flujo máxima de 150 mT y una frecuencia de conmutación de 30 kHz. La sección mínima del núcleo es de 217 mm^2 . Es importante considerar que el flujo en un transformador de voltaje alterno se mueve en direcciones opuestas en cada semiciclo. Por lo tanto, la densidad de flujo oscilará entre un valor positivo de su valor máximo y su opuesto negativo B_{max} y $-B_{max}$, es decir, el núcleo trabaja con un ΔB de 300 mT. Para calcular el número de vueltas necesarias para el bobinado primario se utiliza la ecuación 3 [6]

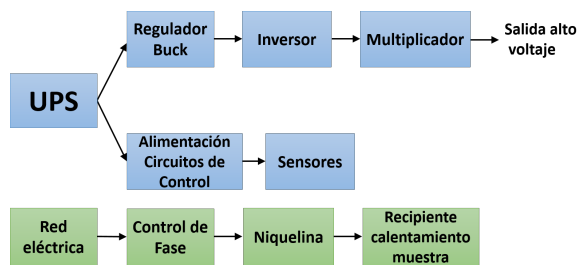


Fig. 3. Arquitectura del sistema de polarización.

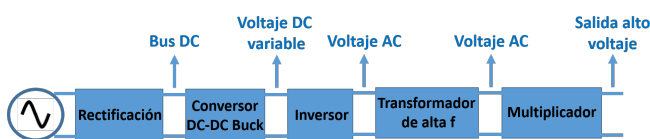


Fig. 4. Diagrama de bloques de la fuente de alto voltaje.

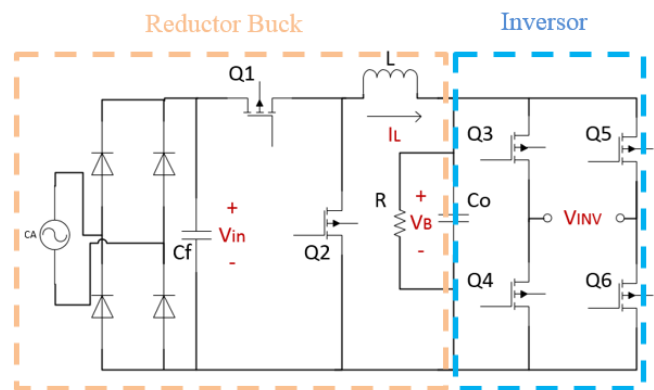


Fig. 5. Circuito reductor de voltaje tipo Buck y circuito inversor tipo puente monofásico.

$$N_1 \geq \frac{V_{in} * \frac{1}{2f}}{\Delta B * A_{min}} \quad (3)$$

donde N_1 es el número de vueltas del bobinado primario, V_{in} es el voltaje pico de entrada del transformador, f es la frecuencia del voltaje alterno y A_{min} es la mínima sección transversal del núcleo. El voltaje máximo que se tiene a la entrada del transformador es de 120 V y la frecuencia de operación del inversor es de 30 kHz. Por lo tanto, el número mínimo de vueltas en el primario es 32 y usando la relación de transformación (N_2/N_1) para obtener 360 V en la salida, se obtiene que el número de vueltas en el secundario es 96.

4) *Multiplicador de voltaje*: El circuito multiplicador de voltaje es un arreglo de capacitores y diodos conectados de tal forma que se puede conseguir un voltaje DC elevado de manera proporcional al número de etapas a partir de un voltaje AC (ver Fig. 6).

El voltaje que deben soportar los capacitores en cada etapa es de al menos el doble del voltaje máximo a la salida del transformador, es decir, 720 V. Por lo tanto, se utiliza capacitores electrolíticos de 4.7 μ F de 450 V conectados en serie para lograr superar el requerimiento mínimo de voltaje.

El tiempo de recuperación inversa influye sobre la frecuencia de operación del circuito multiplicador. Cuando la frecuencia de operación es muy grande tal que el tiempo de recuperación de los diodos es mayor que el período de conmutación, el circuito multiplicador presenta deficiencias en su funcionamiento. Por esta razón se ha optado por utilizar diodos rápidos que soportan 1 A y un voltaje de polarización inversa de 800 V.

El voltaje DC máximo a la salida del multiplicador está en función de la amplitud del voltaje de entrada y el número de etapas del circuito multiplicador de voltaje ($V_{max} = nV_{trafo}$). La fuente de alto voltaje requiere como salida máxima 10 kV, por lo tanto se ha implementado un total de 28 etapas.

Para monitorear constantemente el nivel de voltaje en la fuente, se utiliza un divisor de tensión de 1001 a 1 con resistencias $R_a=400$ M Ω y $R_b=400$ k Ω , las cuales permiten acondicionar la señal a niveles aceptados por el microcontrolador sin perder demasiada sensibilidad como se muestra en la Fig. 6. La máxima caída de voltaje de la fuente, debido a la cantidad de etapas del multiplicador, es de 5.32 V que

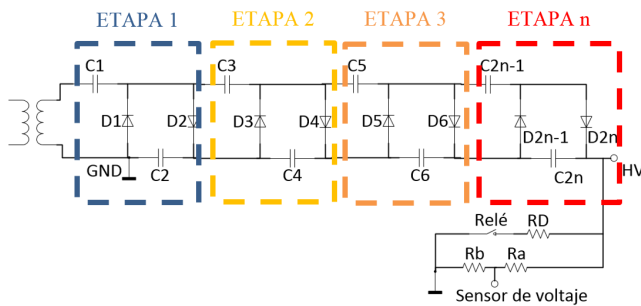


Fig. 6. Circuito multiplicador de voltaje multietapa

representa un 0.05 % del valor máximo que entrega la fuente. Además, posee un voltaje de rizado V_{rip} de 0.035 lo que indica que la fuente entrega un voltaje DC óptimo para la polarización de cerámicas ferroeléctricas.

B. Subsistema de calentamiento

El subsistema de calentamiento debe ser controlado electrónicamente para obtener una temperatura específica durante un tiempo determinado como lo requiere la etapa de *polarización* (rango de t_1 a t_2 en la Fig. 2). Existen diferentes métodos de conversión de energía para aplicaciones de calentamiento, sin embargo, este trabajo usa el principio de calentamiento resistivo. Por lo tanto, se aplica voltaje a una niquelina para hacer circular una corriente a través de ella. Esta corriente hace que la niquelina se caliente y transmita su calor hacia el recipiente que contiene el aceite dieléctrico en el cual se sumerge la muestra a polarizar. Las principales características de la niquelina en forma de espiral seleccionada son 120 V, 10 A, 1200 W, 500 °C, 3 mm de radio de la espiral y 1 mm de diámetro. Este subsistema toma directamente el voltaje de la red y mediante un control de fase directo (convertor AC/AC), permite la regulación del voltaje RMS aplicado a la niquelina por medio de la variación del ángulo de disparo del elemento de conmutación como se ilustra en la Fig. 7. El ángulo de disparo se limita a 150 °C para evitar corrientes demasiado elevadas que sobrecalienten el aceite dieléctrico llevándolo a la evaporación. Como resultado, el voltaje máximo aplicado a la niquelina viene definido por

$$V_{RMS} = V_s \left[1 - \frac{\alpha}{\pi} + \frac{\sin 2\alpha}{2\pi} \right]^{1/2} = 28.86 \text{ V}. \quad (4)$$

Tomando en cuenta que el elemento de conmutación debe tener una capacidad de conducción de al menos 2.4 A, y debe soportar como mínimo el voltaje pico de la red de 170 V se ha elegido el Triac BTA12 para cumplir con estos requerimientos.

C. Subsistema de circuitos complementarios

La manipulación del prototipo sin una descarga total de los capacitores pueden causar graves daños al usuario. Para evitar este problema, se ha implementado un circuito de descarga rápida, el mismo que entrará en funcionamiento cuando haya terminado el proceso de polarización o cuando el operador cancele el proceso. El circuito de descarga está compuesto por una resistencia de descarga y un relé de alto voltaje colocados en paralelo al multiplicador de voltaje y al sensor (divisor

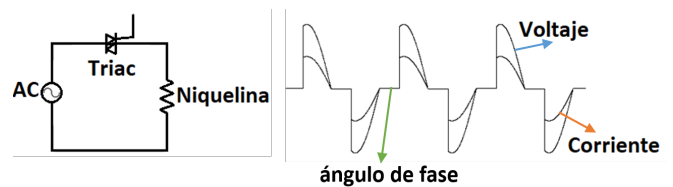


Fig. 7. Circuito de control de fase con sus respectivas formas de onda de voltaje y corriente.

de tensión) como se muestra en la Fig. 6. La ecuación 5 [7] determina el voltaje del capacitor frente a una resistencia de descarga

$$V_c = V_o \frac{t}{e^{RD*CT}} \quad (5)$$

donde V_c y V_o son el voltaje final e inicial de los capacitores, t es el tiempo de descarga, RD es la resistencia de descarga y CT es la capacitancia del multiplicador. El valor de la capacitancia del sistema se ha determinado experimentalmente con un multímetro y se encuentra alrededor de $70 \mu\text{F}$. Asumiendo un tiempo de descarga máximo de 5 segundos para alcanzar un nivel de voltaje de 20 voltios que asegure la integridad de los usuarios, se obtiene una resistencia de descarga de $12 \text{ k}\Omega$.

Para facilitar la supervisión del proceso por parte del usuario, también se han implementado señales indicadoras (luces piloto y pantalla táctil) que proveen señales de aviso y monitoreo del sistema como se muestra en la Fig. 8.

El proceso también requiere calentar aceite de silicona a una temperatura de hasta aproximadamente $150 \text{ }^\circ\text{C}$, por lo tanto se necesita un sensor capaz de medir en ese rango y lo suficientemente robusto para tolerar posibles interferencias a causa del alto voltaje. En base a estos parámetros y considerando que el sensor se coloca a una corta distancia del microcontrolador, se eligió una termocupla tipo K con un rango entre $-180 \text{ }^\circ\text{C}$ y $1372 \text{ }^\circ\text{C}$ y un error máximo de $0.5 \text{ }^\circ\text{C}$.

D. Subsistema de alimentación de los circuitos de control

Los circuitos de control deben tener distintas fuentes de alimentación para el manejo correcto del microcontrolador, los circuitos de disparo de los MOSFETs y los sensores. Para la alimentación exclusiva del microcontrolador y la pantalla táctil, se utilizó el módulo de regulación de voltaje LM2596. Este módulo permite obtener un voltaje de salida de 5 V, y entregar hasta 3 A de corriente hacia la carga. De igual manera, para la alimentación de los circuitos de disparo de los MOSFETs y los sensores, se usa el mismo módulo, pero con una regulación de 12 V en lugar de 5 V.

IV. DISEÑO DEL SISTEMA ESTRUCTURAL

Para este proyecto se ha diseñado una estructura que permita sumergir las muestras cerámicas en aceite dieléctrico con el



Fig. 8. Tablero de control del prototipo de polarización de cerámicas ferroeléctricas. 1) Luz indicadora de alto voltaje. 2) Luz indicadora de alta temperatura. 3) Ventilador. 4) Pantalla táctil.

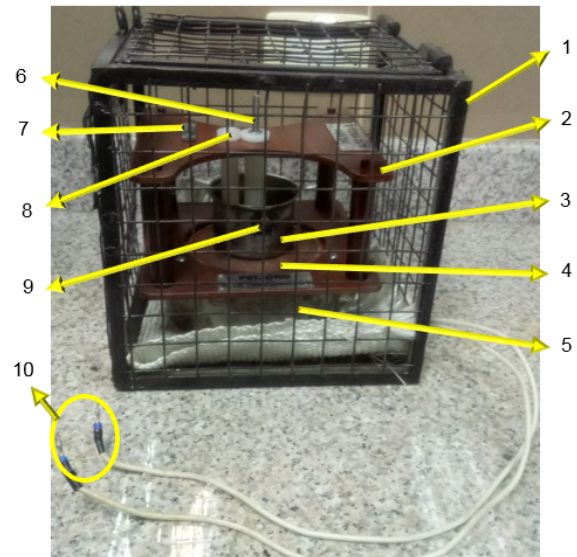


Fig. 9. Prototipo implementado de polarización. 1) Jaula de Faraday. 2) Estructura de madera. 3) Recipiente. 4) Aislamiento de seguridad para el recipiente. 5) Base metálica. 6) Electrodo de alto voltaje. 7) Sujetador para sensor de temperatura. 8) Aislamientos entre sensor de temperatura y electrodo. 9) Conector de tierra de alto voltaje. 10) Cables térmicos para el subsistema de calentamiento.

fin de mantener las condiciones de temperatura necesarias para que el proceso de polarización sea apropiado. La estructura consiste de un soporte para la niquelina, una base para un recipiente y un electrodo para la aplicación de voltaje sobre la muestra. Adicionalmente, se ha incluido una jaula de Faraday para contener a la estructura, incrementando el nivel de seguridad del usuario frente a descargas o arco eléctricos durante el proceso como se ilustra en la Fig. 9.

V. DISEÑO DEL SOFTWARE DE CONTROL

A. Software para el microcontrolador

El programa en el microcontrolador ATXMEGA32A4U empieza con la inicialización y configuración de timers, módulos de comunicación, módulos de adquisición y puertos de entrada y salida. En el lazo principal se realizan las siguientes tareas: se disminuye el tiempo programado por el usuario en la etapa de *polarización* utilizando el reloj en tiempo real (RTC) interno del microcontrolador; se ejecuta el algoritmo de control de temperatura cada 250 ms; se adquiere los datos del sensor de temperatura mediante el módulo de comunicación de interfaz periférica serial (SPI); se envía datos a la pantalla táctil y se detecta sobrevoltaje y sobretemperatura. Las tareas de adquisición del sensor de voltaje en el convertidor análogo-digital (ADC), recepción de datos desde la pantalla táctil, control de pulso del triac y detección de cruces por cero se realizan empleando banderas de estado y subrutinas de interrupción para optimizar el trabajo del microcontrolador.

Para el acondicionamiento del sensor de temperatura, se utilizó un circuito de compensación de punto frío MAX6675, el cual transmite los datos directamente al microcontrolador por medio de comunicación SPI. Para el control del sistema

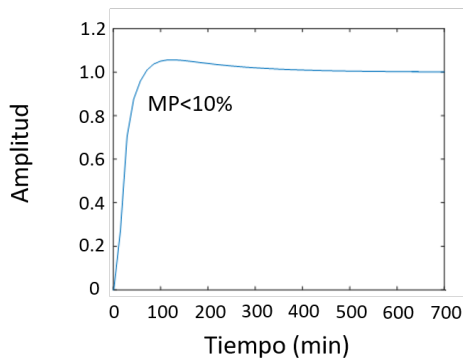


Fig. 10. Respuesta pasa del sistema de control de temperatura.



Fig. 11. Ventana inicial (izquierda), ventana de configuración (centro) y ventana de monitoreo del proceso (derecha) desarrolladas en la pantalla táctil.

de calentamiento, cuya función de transferencia se indica en la ecuación 6, se calibró un regulador PI.

$$G(s) = \frac{2.83e^{-7s}}{324s + 1} \quad (6)$$

Empleando el método de sintonización de Dahlin [8], se obtiene una constante proporcional $k_p=8.17$ y un tiempo de integración $T_i=324$ logrando un máximo sobre impulso menor al 10% como se indica en la Fig. 10. Es importante resaltar que el proceso no requiere periodos cortos de calentamiento o enfriamiento, por lo tanto el tiempo de establecimiento no fue considerado como un parámetro crítico.

B. Software para la interfaz de usuario

Para el desarrollo de la interfaz de usuario que permite configurar el nivel de voltaje de la fuente, tiempo de operación, temperatura a la que se realizará la polarización y gestión de alarmas, se empleó una pantalla táctil (TFT) NX3224T024-011R de Nextion.

La interface de usuario cuenta con una ventana principal, a través de la cual se tiene acceso a las ventanas de configuración del tiempo, voltaje y temperatura. Posee también un botón de confirmación, con el cual se inicia el funcionamiento del prototipo y un botón que permite cancelarlo. Durante el proceso de polarización, la pantalla táctil permite en todo momento visualizar los valores medidos de voltaje, temperatura y cuenta regresiva del tiempo en la etapa de *polarización* como se muestra en la Fig. 11.

VI. PRUEBAS Y RESULTADOS

El tiempo que tarda el sistema en calentarse a una temperatura de 120° en tres subsecuentes experimentos estuvo entre

TABLA I
VALORES MEDIDOS DE LA CONSTANTE PIEZOELECTRICA DE CARGA d_{33}

Material	d_{33} positiva (pC/N)	d_{33} negativa (pC/N)
$K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$	92.7	-95.5
$Pb_3Bi_4Ti_6O_{21}$	5	-7.9
$Pb_3Bi_4Ti_6O_{21}$	5.4	-7.6
$Ba_3Bi_4Ti_6O_{21}$	0	-3.3
$Ba_3Bi_4Ti_6O_{21}$	0.2	-3

los 54 y 57 minutos. Una vez alcanzada esta temperatura, el sistema inicia el conteo regresivo del tiempo de polarización, sin registrarse ninguna caída de voltaje representativa. El tiempo que tarda el recipiente con aceite dieléctrico en enfriarse a temperatura ambiente tuvo una variación mayor, comprendida entre 94 y 102 minutos.

Cuando se termina el proceso de polarización de una muestra, se debe medir su respuesta piezoeléctrica para determinar que tan buen material ferroeléctrico es. El método utilizado para medir las características piezoeléctricas de las muestras cerámicas en el Laboratorio de Electrocerámica requiere de un medidor de la constante piezoeléctrica de carga d_{33} , para esto se cuenta con un instrumento modelo YE2730. La constante d_{33} indica la respuesta física que tiene un material polarizado sobre su eje axial, cuando se aplica una excitación eléctrica sobre el mismo eje. Esta constante se mide en picocoulombios sobre newton pC/N.

Es importante mencionar que una correcta polarización debe garantizar la simetría en las mediciones en los dos sentidos, sin embargo se tiene un pequeño desfase debido a que el equipo de medición no permite una calibración muy precisa del cero.

Para este trabajo se midieron 5 muestras diferentes, una de las cuales tiene características que indican que es un buen material ferroeléctrico ($K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$), así como dos pares de muestras de iguales compuestos, como se observa en la tabla I.

La polarización de un material depende de sus métodos de fabricación o sinterización. La muestra de $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ polarizada en el laboratorio arrojó un valor de ~ 93 pC/N. Comparando con resultados previamente obtenidos en la literatura [9], donde el valor de d_{33} oscila entre 80 y 160 pC/N, el dato obtenido en este trabajo se encuentra dentro de los rangos de respuesta documentados. La variación con los resultados obtenidos por otros grupos se debe principalmente a diferencias en las dimensiones de las muestras y por ende a la diferencia de voltaje a la que son sometidas. En el caso de los compuestos $Pb_3Bi_4Ti_6O_{21}$ y $Ba_3Bi_4Ti_6O_{21}$, se han polarizado dos muestras similares bajo las mismas condiciones de voltaje y temperatura. Tras obtener mediciones muy cercanas, se verificó la repetibilidad del proceso.

VII. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha realizado el diseño e implementación de un sistema automático de polarización de cerámicas ferroeléctricas regido por cuatro etapas: calentamiento, polarización, enfriamiento e interrupción del campo eléctrico. Para el correcto funcionamiento, se ha diseñado una fuente de alto

voltaje de hasta 10 kV usando un convertidor Buck (reductor), un inversor y un multiplicador de voltaje. Adicionalmente, se ha implementado un sistema de calefacción resistivo alimentado con un control de fase directo y con un regulador de temperatura tipo PI. La estructura del prototipo ha considerado principalmente una fácil manipulación de las muestras y conjuntamente con el desarrollo de la interfaz de usuario, ofrecen seguridades físicas (jaula Faraday), alarmas visuales (luces piloto/ mensajes en la pantalla táctil) y un ambiente de configuración simple al operador. El correcto proceso de polarización, así como su repetibilidad fueron comprobados mediante la medición de la constante piezoeléctrica de carga d_{33} en cerámicas ferroeléctricas de $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$, $Pb_3Bi_4Ti_6O_{21}$ y $Ba_3Bi_4Ti_6O_{21}$.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Ing. Fernanda Narváez, encargada del Laboratorio de Electrónica e Instrumentación durante el período de realización de este trabajo, por su acogida y apoyo.

REFERENCIAS

- [1] A. Gruverman and A. Kholkin, "Nanoscale ferroelectrics: processing, characterization and future trends," *Reports on Progress in Physics*, vol. 69, no. 8, pp. 2443–2474, jul 2006. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1088%2F0034-4885%2F69%2F8%2F04>
- [2] G. H. Haertling, "Ferroelectric Ceramics: History and Technology," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 82, no. 4, pp. 797–818, apr 1999. [Online]. Available: <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.1999.tb01840.x>
- [3] M. B. Smith, K. Page, T. Siegrist, P. L. Redmond, E. C. Walter, R. Seshadri, L. E. Brus, and M. L. Steigerwald, "Crystal Structure and the Paraelectric-to-Ferroelectric Phase Transition of Nanoscale $BaTiO_3$," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 130, no. 22, pp. 6955–6963, jun 2008. [Online]. Available: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/ja0758436>
- [4] T. Kamel, "Poling and Switching of PZT Ceramics field and grain size effects," Ph.D. dissertation, Technische Universiteit Eindhoven, 2007.
- [5] ON Semiconductor, "LC Selection Guide for the DC-DC Synchronous Buck Converter," 2013. [Online]. Available: <https://www.onsemi.com/pub/Collateral/AND9135-D.PDF>
- [6] M. Álvarez, *Cálculo fácil de transformadores*. Marcombo, 2009.
- [7] S. Gamboa, "Diseño y construcción de un variador de velocidad con el microcontrolador 80C196MC," Master's thesis, Escuela Politécnica Nacional, 2004.
- [8] A. O'Dwyer, *Handbook of PI and PID Controller Tuning Rules*. Londres: Imperial College Press, 2009.
- [9] H. Birol, D. Damjanovic, and N. Setter, "Preparation and characterization of $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ ceramics," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 26, no. 6, pp. 861–866, jan 2006. [Online]. Available: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S095522190400559X>