

## DESARROLLO DE LA TECNOLOGIA BASICA PARA LA FABRICACION DE MATERIAL PIEZO ELECTRICO PARA ULTRASONIDOS

Hernandez Z. J. L.

Suaste G. E.

Sección de Bioelectrónica del Departamento de Ingeniería Eléctrica del CINVESTAV-IPN.

### RESUMEN-----

Presentamos la metodología que se siguió para la fabricación de obleas piezoeléctricas a partir de Titanato de Bario, así como su caracterización.

-----

### INTRODUCCION

El efecto piezoeléctrico fué descubierto en 1880 por Jacques y Pierre Curie y consiste en la habilidad de ciertos materiales cristalinos de desarrollar una carga eléctrica proporcional a la fuerza mecánica aplicada sobre ellos.

Fueron tres las etapas para el descubrimiento del efecto piezoeléctrico en las cerámicas. La primera fué el descubrimiento de una alta constante dieléctrica. La segunda fué la comprensión de que la causa de la alta constante dieléctrica era la ferroelectricidad y fué realizada en el Laboratory For Insulation Research en 1946 por Hippel quien partió de los datos empíricos obtenidos por Wainer y Salomon. La tercera etapa fué el descubrimiento de que la cerámica adquiría el efecto piezoeléctrico al someterla a un campo eléctrico fuerte, proceso que llamaron "Poling". La aplicación de un alto voltaje suficiente para invertir los momentos eléctricos de las regiones espontáneamente polarizadas en las cerámicas fué la etapa decisiva, y fué primeramente reconocido por R. B. Gray de la Erie Resistor Company en septiembre de 1946.

Los materiales piezoeléctricos cerámicos, son duros, químicamente inertes e inmunes a la humedad y a otras condiciones atmosféricas. Tienen propiedades mecánicas parecidas a aquellas de las cerámicas aislantes mejor conocidas y sus procesos de manufactura son en su mayoría muy semejantes, debe de ejercer un control muy estricto para la formación de sus características y propiedades eléctricas.

Gracias a su naturaleza cerámica, estos nuevos materiales piezoeléctricos se les puede dar cualquier forma y tamaño con la posibilidad de elegir libremente la dirección de polarización para obtener los requisitos necesarios del diseño de cada transductor. Consecuentemente, los materiales cerámicos piezoeléctricos ofrecen una gran versatilidad en el diseño de transductores mucho mayor que los dispositivos de cristal. Además son extremadamente "duros", es decir son capaces de resistir o ejercer grandes esfuerzos.

#### - MATERIALES Y EQUIPO NECESARIO PARA LA FABRICACION.

El titanato de bario es surtido normalmente en forma de polvo, su pureza para procesos industriales es del 98 %. La presencia de impurezas puede ser importante para controlar la estequiometría, por ejemplo, el exceso de bario provoca que la cerámica sea algo refractaria, que tenga una textura fina en su microestructura, el exceso de titanio por otro lado permite un fácil sinterizado y produce cristales tipificados como grandes (mayores de 100  $\mu\text{m}$ ) embebidos en una fina textura de una matriz policristalina. Lo anterior es una consecuencia de una pequeña cantidad de líquido intergranular en el proceso de sinterizado.

El equipo necesario para la fabricación de las obleas piezoeléctricas se fué consiguiendo conforme avanzó el trabajo que consistió en:

- 1 .- Diseño y fabricación de moldes para hacer la oblea y para cocinarla.
- 2 .- Horno de resistencias con rango de calentamiento desde temperatura ambiente hasta 1600°C.
- 3 .- Fuente de alto voltaje con su recipiente con aceite dieléctrico, calefactor y control de temperatura para polarizar las obleas en el punto de Curie.
- 4 .- Bomba de alto vacío con equipo para metalizar caras de obleas con plata.
- 5 .- Generador de señal senoidal pura con su amplificador de baja distorsión para obtener la frecuencia de resonancia del material piezoeléctrico.
- 6 .- Osciloscopio, multimetro, capacitometro, cautín, mortero de ágata, cajas de petri, balanza analítica, prensa, herramientas de banco para llevar a cabo las mediciones para caracterizar la piezoeléctricidad del material fabricado.

#### - MOLDES.

La forma tradicional de hacer las pastillas u obleas es únicamente introducir la cantidad del polvo de titanato de bario en el molde y presionarlo hasta lograr la oblea. Se procedió entonces a el diseño y fabricación de un molde, de acero 4140 el cual fué templado para obtener una dureza mínima de 50 puntos y el diámetro se calculó a partir de la premisa de que deseabamos una área de 1  $\text{cm}^2$  para uniformizar nuestras mediciones. Se prensaron varias obleas, utilizando el polvo de titanato de bario mezclado

perfectamente con un 3 % en peso de pegamento organico y aplicando diferentes presiones desde 1000 Kg/cm<sup>2</sup> hasta 20,000 Kg/cm<sup>2</sup>. Estas obleas tuvieron diferentes consistencias, pero si se pudieron manejar para sinterizarlas en el horno de resistencias.

#### - SINTERIZADO.

El BaTiO<sub>3</sub> madura en el rango de 1350° a 1450°C y pueden ser empleados diversos tiempos de calentamiento, dependiendo de la forma y del tamaño del grano. Si el tiempo de quemado es grande puede resultar una estructura abierta con baja densidad y baja e irregular fuerza dieléctrica. La cantidad adecuada de calor aplicado, produce una optima densidad de la cerámica al menos del 95 %, recristalizada unicamente lo suficiente para mostrar una fuerza óptima y unas óptimas propiedades dieléctricas y piezoeléctricas. Idealmente el calentamiento deberá ser en un rango de temperatura en el cual el crecimiento del grano por la difusión en el estado sólido, es el único mecanismo de sinterizado.

Con base en lo expuesto anteriormente, se iniciaron los procesos de sinterizado en el horno de resistencias. En el cocimiento realizado, se introdujeron dos crisoles de Alcant y en cada uno se colocaron 4 obleas iniciando rampa de calentamiento con 12 amperes y terminandola con 15 amperes hasta 1400°C tomando un tiempo de 45 minutos, se deja en esa temperatura durante 30 minutos y se inicia rampa de enfriamiento, tomando 50 minutos, al cabo de los cuales se sacaron las obleas y se pudo observar que sinterizaron bien, por lo cual se procede a hacerles mediciones. Se les saco la densidad obteniendose un promedio de 5.0, al observarse al microscopio se noto lo siguiente: El color que presentaban la mayoría era amarillo con ligeras manchas cafes, solo una salio color verde oscuro pero uniforme, la uniformidad de la superficie vista con 50 aumentos fue bastante tersa y con poco brillo, lo que nos indico que no habían sido sobrecalentadas; sufrieron contracciones en su diametro de hasta 1.5 mm; aproximadamente de un 15 % lo mismo en su espesor.

#### METALIZACION.

El Q mecánico de la cerámica es influenciado facilmente por los aditivos. Compuestos con alto o bajo Q son elegidos de acuerdo a su aplicación. Generalmente los cuerpos con alto Q<sub>m</sub> son fragiles y se rompen facilmente comparados con los que tienen un bajo Q<sub>m</sub>.

En nuestro caso las obleas que salieron bien sinterizadas del horno, no fué necesario pulirlas ni cambiar sus dimensiones ya que salieron con una superficie bastante uniforme que no requirió de un acabado especial.

Respecto a la metalización de los electrodos podemos decir que estos son una parte integral del transductor cerámico piezoeléctrico. Su forma mas comun es una capa de plata metálica aplicada dispersa en un líquido o en una pasta aplicados con calor para sinterizarlos a la superficie cerámica y formar una capa conductiva intimamente unida. La mayoría de preparaciones de plata

incluyen algun vidrio finamente dividido o un formador vitreo para suministrar un pegamento cerámico a la temperatura de sinterizado de los electrodos.

#### - POLARIZACION.

La polarización se efectua aplicando un fuerte campo eléctrico a los electrodos de las obleas. El campo puede ser continuo, alterno o intermitente o variando en fuerza, etc. Debido a la baja constante dieléctrica del aire, es necesario el uso de aceites dieléctricos para sumergir las obleas y ahí dentro aplicarles la polarización, además de que este aceite dielectrico, sirve como medio de conduccion de calor para aplicar la temperatura del punto de Curie a las obleas y mantenerlas ahí durante un periodo de tiempo de una hora mínimo, al cabo de la cual se inicia enfriamiento sin disminuir el campo polarizante.

Se pudo observar que cuando la temperatura se incrementaba, el voltaje de polarización se decrementaba y la la corriente se incrementaba, por lo cual era necesario volver a incrementar el voltaje y observar que la corriente no subiera mucho, (maximo 10 miliamperios), sin embargo en algunas de las obleas se llevo a incrementar la potencia aplicada hasta 30 watts, notando que al buscar efecto piezoeléctrico en dichas obleas, estas lo presentaban muy pequeño o no lo tenían.

#### - EQUIPO NECESARIO Y PRUEBAS PARA MEDIR EL EFECTO

##### PIEZOELECTRICO EN LAS OBLEAS FABRICADAS.

La grafica de la figura 1 muestra la impedancia de un resonador piezoeléctrico en la vecindad de la resonancia fundamental, graficada como una función de la frecuencia. Las frecuencias específicas a las cuales la impedancia de un resonador se aproximan al mínimo y al máximo son denominadas *Frecuencia a Impedancia Mínima*  $f_m$  y *Frecuencia a Impedancia Máxima*  $f_n$  respectivamente. Ellas caen muy cercanamente, en particular las frecuencias de resonancia serie y paralelo  $f_s$  y  $f_p$  en las cuales la impedancia llega a ser cero o infinito respectivamente, cuando no hay elementos disipativos en el circuito equivalente. La frecuencia de resonancia en serie  $f_s$  y la constante de frecuencia para el modo vibracional planar  $N_p^E$ , se relacionan con el diámetro del disco D por:

$$f_s = \frac{N_p^E}{D} \quad (1)$$

Para aplicaciones practicas, es importante conocer los valores de varios elementos del circuito equivalente del resonador piezoeléctrico. La figura 2 muestra el circuito equivalente en su forma mas simple. Ya que los cuatro elementos de este circuito, es decir, la inductancia  $L_1$ , resistencia  $R_1$ , capacitancia  $C_1$  (en la rama del circuito llamada dinámica o mecánica) y el capacitor  $C_e$ , no existen como elementos individuales, sus valores deberán ser

determinados por mediciones indirectas. Existen varios métodos, uno de los cuales es el que se siguió y es la medición de las cantidades siguientes:

- La capacitancia a una frecuencia muy abajo de  $f_s$ ;
- La frecuencia de resonancia en serie  $f_s$ ;
- La frecuencia de resonancia en serie  $f_{sL}$  con una capacitancia de carga  $C_L$  conectada en serie;
- La resistencia  $R_1$  a la frecuencia de resonancia en serie.

Si la capacitancia se mide a una frecuencia muy abajo de la frecuencia de resonancia, es decir a 1 KHz, el valor encontrado representa una buena aproximación.

$$C_U \cong C_0 + C_1 \quad (2)$$

Las frecuencias de resonancia en serie  $f_s$  y  $f_{sL}$  se miden adecuadamente con el circuito de la figura 3 el cual reduce el efecto de las capacidades de fuga. La frecuencia del generador se ajusta para máxima transmisión mientras que el resonador se conecta entre los terminales A y B del circuito. Esta frecuencia es igual a la máxima frecuencia de transmisión del circuito y como primera aproximación también es igual a la frecuencia a la impedancia mínima y a la frecuencia de resonancia en serie  $f_s$  del resonador.

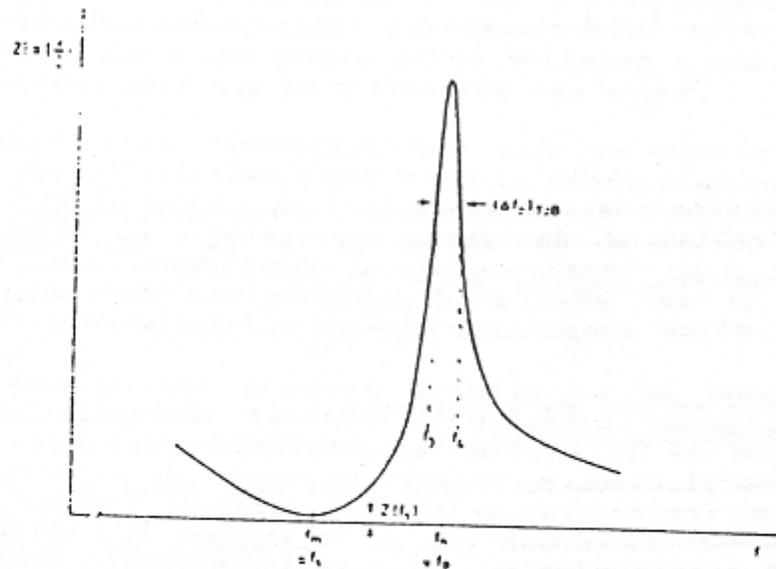


Figura 1 .- Impedancia como función de la frecuencia. La frecuencia de resonancia en serie  $f_s$  cae cerca de la frecuencia a impedancia mínima  $f_m$ ; la frecuencia de resonancia en paralelo  $f_p$  cae cerca de la frecuencia a impedancia máxima  $f_n$ . Abajo de  $f_m$  y arriba de  $f_n$  el transductor se comporta capacitivamente, entre  $f_m$  y  $f_n$  se comporta inductivamente.

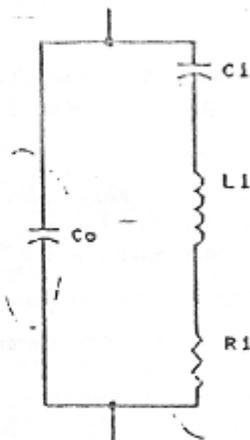


Figura 2. - Circuito equivalente simplificado.

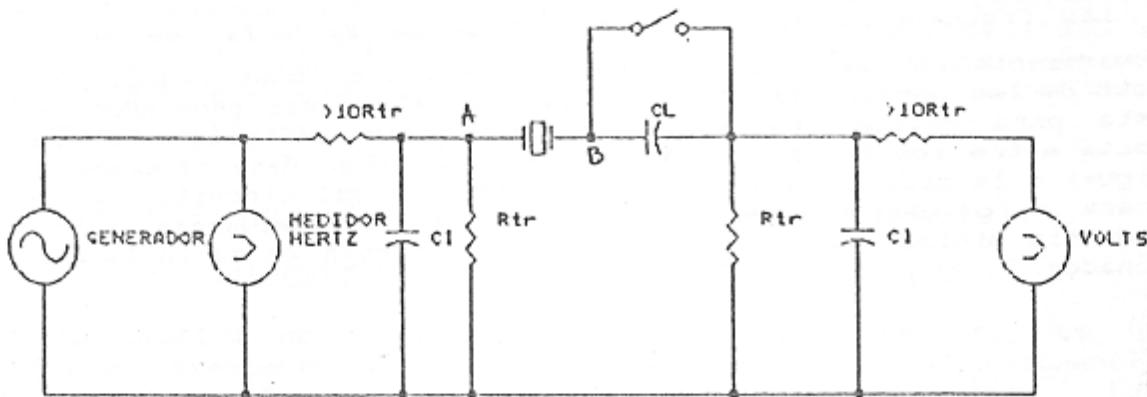


Figura 3 .- Circuito de transmisión para determinar las frecuencias de resonancia en serie  $f_s$  y  $f_{sL}$  así como la resistencia  $R_L$ . Las reactancias  $1/\omega C_1$  ( $C_1$  es la capacitancia de fuga) deberán ser altas comparadas con  $R_{tr}$ .

El mismo método se usa para determinar la máxima frecuencia de transmisión cuando una capacitancia adicional de carga  $C_L$  se conecta en serie con el resonador. Aquí otra vez, como una primera aproximación, esta frecuencia es igual a la correspondiente frecuencia a la impedancia mínima y a la frecuencia de resonancia en serie  $f_{sL}$  de el resonador cargado. La capacitancia e inductancia dinámicas se calculan entonces con:

$$C1 = (C_L + C_U) \frac{f_s^2 - f_{sL}^2}{f_{sL}^2} \text{ Farads } (3)$$

$$L_1 = \frac{1}{4\pi^2 f_o^2 (C_L + C_{1f})} \frac{f_{oL}^2}{f_{oL}^2 - f_o^2} \text{ Henries (4)}$$

Una vez que conocemos  $C_1$ ,  $C_o$  se calcula con la ecuación (2), la cual nos da una buena aproximación. La resistencia  $R_1$  puede determinarse reemplazando el resonador piezoeléctrico por una resistencia de referencia  $R_{st}$  que nos de el mismo voltaje que daba la cerámica piezoeléctrica a la misma frecuencia a máxima transmisión. La resistencia  $R_{st}$  es igual a la impedancia mínima y como una primera aproximación es igual a  $R_1$ .

De acuerdo a lo anterior para obtener los parámetros internos del circuito equivalente simplificado, se empleó un generador de funciones marca Philips, modelo PM5131 con un rango de frecuencias de 0.1 Hz a 2 MHz, una amplitud de señal de 3 a 30 V<sub>pp</sub>, impedancia de salida de 50 ohms, eligiendo onda senoidal para obtener las frecuencias de resonancia. El osciloscopio empleado fue marca Kikusui, modelo COS 5060, con resistencia de entrada de 1 MΩ y capacitancia de entrada de 25 pF; por lo que si nuestras cerámicas piezoeléctricas nos resonaban máximo a 300 KHz, tendríamos una impedancia de entrada por canal de  $1/\omega C = 21.2 \text{ K}\Omega$ , como la resistencia en la que vamos a tomar la señal con el osciloscopio debe de ser menor de 10 veces dicha impedancia, elegimos una de 2 KΩ, y el capacitor de carga  $C_L = 1415 \text{ pF}$ .

Con base en el montaje indicado en la figura 4 se realizaron las mediciones obteniendo los datos y parámetros indicados en la siguiente tabla.

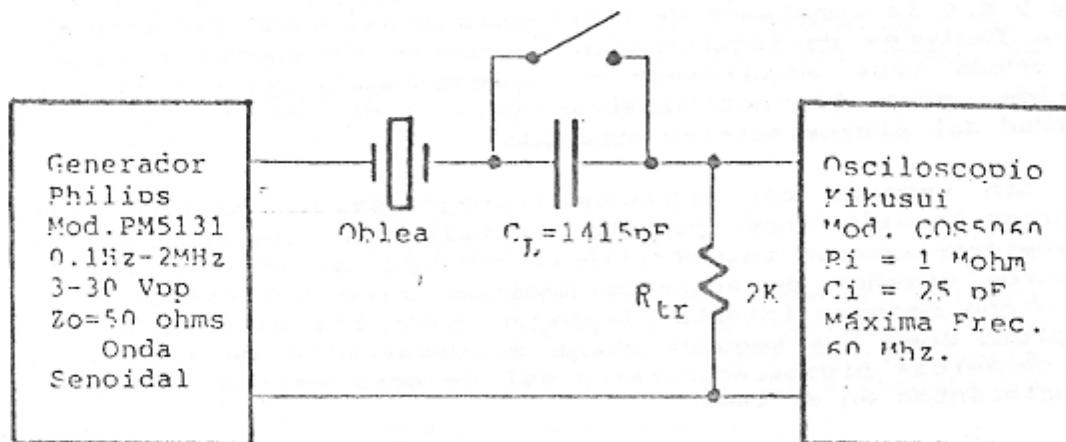


Figura 4.- Circuito para obtener mediciones y parámetros en cerámicas piezoeléctricas.

TABLA DE DATOS OBTENIDOS EN OBLEAS QUE DIERON PIEZOELECTRICIDAD.

Oblea No.	$C_{Lr}$ pF	$f_z$ KHz	$f_{z1}$ KHz	$V_{m1}$ volts	$R_1$ K $\Omega$	C1 pF	L1 $\mu$ H	$C_0$ pF	$Q_n$
5	589	256.24	256.46	12.6	1.49	4.99	77.22	584.81	83.61
6	590	244.85	245.25	13.4	1.20	6.53	64.64	583.47	77.80
8	686	255.23	255.87	13.2	1.33	10.49	37.82	675.51	44.71
13	851	223.09	223.78	6.20	5.09	10.25	49.60	240.75	13.60
21	822	256.31	256.74	16.8	0.62	7.48	51.48	814.52	133.73
23	860	254.03	254.49	16.0	0.75	8.21	47.76	851.79	101.80
28	888	243.01	243.19	13.8	1.19	8.40	126.10	879.60	161.95

## CONCLUSIONES.

Como se habra podido observar a lo largo del presente trabajo, el llegar a obtener la piezoelectricidad en una cerámica no es tarea facil ya que se necesita contar con equipo especial que es costoso, pero que afortunadamente se puede implementar con los recursos con que cuenta la Sección de Bioelectrónica.

Al término del presente, se cuenta ya con casi todo el equipo necesario, pero aun existe mucho trabajo por realizar ya que hasta aqui solo hemos desarrollado la piezoelectricidad en material cerámico con forma de obleas y con polarizaciones para que vibren radialmente, falta por desarrollar material que vibre en forma cortante o que genere altos voltajes y que tengan ademas formas variadas para que su aplicación sea mayor.

Obtener otros parámetros que son característicos de las cerámicas piezoelectricas tales como la constantes piezoelectricas  $d$ ,  $g$  y  $k$  o la constante de frecuencia  $N$  asi como las compliancias y los factores de acoplamiento requieren de equipo especializado que puede irse adquiriendo o implementando poco a poco en la Sección, pero que nos sirvan para cada vez ir mejorando la calidad del piezoelectrico obtenido.

Sin embargo del presente trabajo se ha obtenido una gran experiencia que nos permite actualmente desarrollar material piezoelectrico con una eficiencia cercana al 80 % y aplicarlo en nuestros diseños de aparatos medicos o de aplicación biológica. Claro que debemos intentar trabajar con los zirconatos titanatos de plomo como una segunda etapa de desarrollo de tecnología para las cerámicas piezoelectricas y asi de esta manera obtener mayores conocimientos en el tema.

De todo el trabajo desarrollado pudimos observar que las dos partes críticas del mismo son el sinterizado y la polarización con las cuales deberemos de observar un estricto control de sus parametros con el objeto de obtener una buena reproducibilidad en

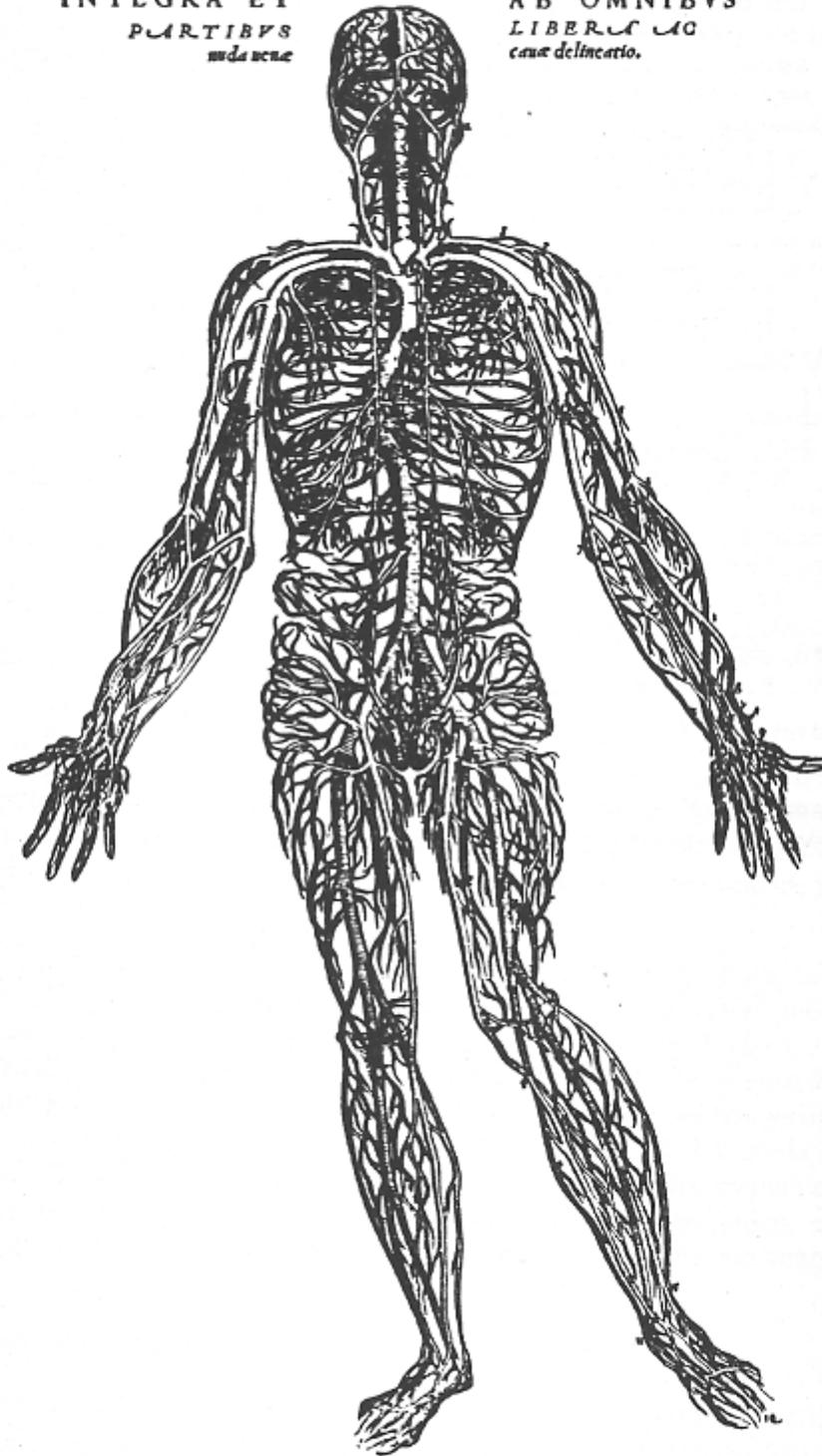
las cerámicas que deseemos fabricar.

Como conclusión final podemos decir que las mejores presiones de formación para las obleas estuvieron entre 1 y 3 ton/cm<sup>2</sup>; la rampa de ascenso de temperatura, el tiempo de sinterizado y la rampa de descenso de temperatura fueron de 40, 30 y 40 minutos respectivamente; los mejores tiempos de polarización estuvieron entre 10 y 20 minutos, el voltaje fué de 13,000 volts/cm de espesor; y que es en extremo importante analizar las obleas al salir del sinterizado para poder elegir las que sean mas uniformes en su constitución, que no esten estrelladas y que den o se acerquen lo mas posible al 95 % de su densidad.

#### BIBLIOGRAFIA.-

- 1.- Thurnauer, H. an Deaderick, J., U.S. Patent 2,429,588, Oct. 21, 1947; filed Oct. 2, 1941.
- 2.- Gray, R. B. U. S. Patent 2,486,560, Nov. 1, 1949; filed sept. 20, 1946.
- 3.- Standard Definitions and Methods of Measurment for Piezoelectric Vibrators Operating Over the Frequency Range up to 30 Mhz., International Electrotechnical Commission Publication, 302, 1969.
- 4.- Berlincourt, D. and Brunarski, F. T., U. S. Patent 2,928,163, March 15, 1960; filed Aug. 11, 1955.
- 5.- Hernández, J.L., *Implementación y Desarrollo de la Tecnologia Basica para la Fabricación de Material Piezoeléctrico para Aplicaciones Biomédicas, usando Titanato de Bario*, tesis de Maestria, Especialidad Bioelectronica, 18 junio 1991, CINVESTAV IPN.

ANDREAS VESALIUS BRUXELLENSIS  
INTEGRA ET AB OMNIBVS  
PARTIBVS LIBERUS AC  
*in d. v. c.* *causa delineatio.*



A Chart of Veins (Workshop of Titian)

## "ESPIUAM": VERSION INICIAL DE UN ESPIROMETRO DIGITAL

Agustín Suárez Fernández\*, Fernando Prieto Hernández\*\*

\* Depto. de Ing. Eléctrica, Área de Ing. Biomédica  
Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa

\*\*Coordinador de Ing. Biomédica del Hospital General de México S.Sa.

**RESUMEN** El instrumento básico para pruebas funcionales respiratorias es el espirómetro. Debido a su gran utilidad se ha diseñado y construido en, el área de Ingeniería Biomédica de, la UAM-Iztapalapa un prototipo basado en un microprocesador Z-80 que emplea un neumotacómetro original.

### INTRODUCCION

El instrumento básico para pruebas funcionales respiratorias es el espirómetro [1,2]. Mediante este instrumento y una serie de maniobras respiratorias es posible diagnosticar con precisión el estado del sistema respiratorio del paciente bajo estudio. En el área de Ingeniería Biomédica de la UAM-Iztapalapa, se diseñó y construyó un primer prototipo basado en un microprocesador Z-80 [4]. Este incluye las ventajas que incorpora cualquier instrumento que se basa en un microprocesador tales como facilidad de manejo, comprobación del funcionamiento y calibración automáticas. El instrumento emplea como sensor un neumotacómetro original.

### CIRCUITERIA

La circuitería utilizada para el procesamiento de la señal se muestra en la figura 1 en forma de diagrama de bloques. Consiste de:

- Amplificadores diferenciales 1 y 2 TL 082.
- Convertidores D/A 1 y 2, 1408 y 723.
- Comparadores 1 y 2, 311.
- Fuente de referencia +8V., TL 081, TL 430.
- Circuito de interrupción 555.
- Tarjeta MKE-Z80 (sistema mínimo microprocesador Z-80).
- Transductor de presión diferencial de 12.7 cm. de agua (S.I. 1246 Pa).
- Válvula solenoide de 220 V.C.A.

La mayoría de estos componentes son de amplia disponibilidad en el mercado nacional.

### FUNCIONAMIENTO DEL CIRCUITO

Ya que el instrumento se basa en un microprocesador la función de la circuitería es adecuar la señal para su adquisición en este caso las variaciones de la salida del transductor de presión que se adquieren, mediante interrupciones, a una frecuencia de 20 Hertz. Una parte de la circuitería realiza la autocalibración y otra adquiere