



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA



ESCUELA TÉCNICA
SUPERIOR INGENIEROS
INDUSTRIALES VALENCIA

Curso Académico:

AGRADECIMIENTOS:

**A mis padres, por acompañarme en esta etapa y dejarme siempre elegir mi camino,
confiando ciegamente en mi.**

A mi abuela, por darme fuerzas todos y cada uno de los días.

**A mis compañeros, por los momentos compartidos tanto en la universidad como fuera de
ella, ayudándome a ver las cosas desde una perspectiva distinta.**

**A mi tutor Pedro, por la portunidad que me ha brindado y dedicación con la que me a
ayudado a realizar el trabajo.**

RESUMEN

En el trabajo de fin de grado expuesto a continuación se ha desarrollado un material piezoeléctrico a partir de polímeros espumados de poliolefina en base propileno utilizando técnicas como la metalización y la carga mediante descarga corona.

Como partes del tratamiento del polímero inicial, se encuentran el tratamiento térmico de estirado, el metalizado mediante técnica de sputtering con un electrodo de plata y la aplicación de la descarga corona con la finalidad de crear un macro-dipolo en la totalidad de las cavidades del material utilizando el banco de electrostática del Instituto de Tecnología Eléctrica (ITE) de la Universidad Politécnica de Valencia (UPV).

Con el piezoeléctrico creado, el siguiente paso es medir su constante piezoeléctrica d_{33} . Para ello se hará uso de un generador de pulsos de fuerza progresivos acoplado a un osciloscopio que monitorice la señal, todo ello accionado por un ordenador. Para ello, en este TFG se ha implementado un nuevo programa de control para facilitar el procedimiento de cálculo de dicha constante.

Para finalizar, se ha establecido una relación entre la tensión aplicada a cada muestra y la constante piezoeléctrica obtenida en cada caso y se ha deducido la densidad de carga eléctrica de cada muestra a partir de un modelo teórico.

Palabras Clave: piezoeléctricos, constante d_{33} , polímeros espumados, electrostática, densidad de carga.

RESUM

En el treball de fi de grau exposat a continuació s'ha desenrotllat un material piezoelèctric a partir de polímers espumats de poliolefina en base propilè utilitzant tècniques com, la metal·lització i la càrrega per mitjà de descàrrega corona.

Com a parts del tractament del polímer inicial, es troben el tractament tèrmic d'estirat, el metal·litzat per mitjà de tècnica de sputtering amb un elèctrode de plata i l'aplicació de la descàrrega corona amb la finalitat de crear un macro-dipol en la totalitat de les cavitats del material utilitzant el banc d'electrostàtica de l'Institut de Tecnologia Elèctrica (ITE) de la Universitat Politècnica de València (UPV).

Amb el piezoelèctric creat, el següent pas és mesurar el seu constant piezoelèctric d_{33} . Per a això es farà ús d'un generador de polsos de força progressius acoblat a un oscil·loscopi que monitoritza el senyal, tot això accionat per un ordinador. Per a això, en este TFG s'ha implementat un nou programa de control per a facilitar el procediment de càlcul de dita constant.

Per a finalitzar, s'ha establert una relació entre la tensió aplicada a cada mostra i la constant piezoelèctrica obtinguda en cada cas i s'ha deduït la densitat de càrrega elèctrica de cada mostra a partir d'un model teòric.

Paraules Clau: piezoelèctrics, constant d_{33} , polímers espumats, electrostàtica, densitat de càrrega.

ABSTRACT

For my end of degree dissertation set out below, It's been developed a piezoelectric material from a foal polymer of polyolefin based on polypropylene using techniques such as metallization and corona discharge.

The processing of the polymer consists of the following parts: thermal process of stretch, metallization process purchased with a sputtering technique with a silver electrode and the corona discharge with the aim of creating a macro-dipole in the totality of the material cavities using the electrostatic bank of the Institute of Electrical Technology (ITE) in the Polytechnic University of Valencia.

Once the piezoelectric is created, the next step is to measure the piezoelectric coefficient d_{33} . To that end, a strength progressives pulse generator coupled with an oscilloscope that monitor the signal will be used, all of this must be triggered by a computer. Furthermore, a new control program has been implemented in order to facilitate the calculation of the piezoelectric constant.

In closing, a relation between the applied tension and the piezoelectric constant obtained in each case has been established. Also, the surface charge density (σ) of each sample it's been deduced from a theoretical model.

Keywords: piezoelectrics, d_{33} constant, foam polymer, electrostatic, surface charge density.

Índice:

CAPÍTULO I. OBJETIVO E INTRODUCCIÓN	15
1. OBJETIVO	16
2. INTRODUCCIÓN	16
2.1. Motivación	16
2.2. Justificación	16
2.3. Antecedentes	17
2.3.1. Introducción a la piezoelectricidad.	17
2.3.2. Constante de carga piezoeléctrica d33	17
2.3.3. Piezoelectricidad en materiales cristalinos	18
2.3.4. Piezoelectricidad en materiales poliméricos.....	19
2.3.5. Piezoelectricidad en polímeros espumados.....	22
2.3.6. Fundamentos de la descarga corona	23
2.4. Explicación de montajes utilizados.	24
2.4.1. Montaje para la carga y barrido de muestra.....	24
2.4.2. Montaje para la medición de constante piezoeléctrica	27
CAPÍTULO II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	31
3. CREACIÓN DEL PIEZOELÉCTRICO	32
3.1. Proceso de estirado del polimero espumado PP	32
3.2. Descripción de la aplicación de capa de metalizado.....	34
3.3. Descripción del proceso de polarización de la muestra mediante carga y barrido	37
4. MEDIDA DEL PARAMETRO CARACTERÍSTICO D33	38
CAPÍTULO III. RESULTADOS EXPERIMENTALES	47
5. RESULTADO DE EXPERIMENTOS CON DISTINTAS CARGAS APLICADAS	48
5.1. Muestras cargadas a 6 kV.....	48
5.2. Muestras cargadas a 8 kV.....	53
5.3. Muestras cargadas a 10 kV.....	55
6. MODELO MATEMÁTICO. CÁLCULO DE LA DENSIDAD DE CARGA SUPERFICIAL	58
CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES.....	63
CAPÍTULO V. BIBLIOGRAFÍA.....	65
ANEXOS. FICHA DE SEGURIDAD ARGÓN	67
PRESUPUESTO	75

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN	77
CAPÍTULO II. PRECIOS DESCOMPUESTOS.....	79
CAPÍTULO III. COSTES TOTALES	83

Índice de figuras:

Figura 1. Simbología de las direcciones de los tensores de un material piezoeléctrico	18
Figura 2. Molécula de cuarzo sometida a esfuerzo de flexión, tensión y en reposo.	19
Figura 3. Distintas maneras de conectividad para composites	22
Figura 4. a) Poliolefina en base etileno, b) Poliolefina en base propileno	22
Figura 5. a) Cadena polimérica de un ferro eléctrico, b) Esquema de fuerzas de acoplamiento dentro y fuerza del dipolo, c) Macro dipolo formado en las cavidades del polímero	23
Figura 6. Zona de ionización en aguja y deriva hasta el plano base en descarga corona	24
Figura 7. Montaje formado por fuente Bertan, fuente Spellman y voltímetro electrostático. ...	25
Figura 8. Cuadro de control.....	26
Figura 9. Cabina con el montaje de carga y barrido formado por sonda, sistema de movimiento y aguja para realizar la descarga corona.	26
Figura 10. Enclavamientos de seguridad.....	27
Figura 11. a) Montaje formado por solenoide, sensor de fuerza y el recinto de estudio de la muestra b) montaje de conexión del amplificador operacional.....	28
Figura 12. Fuente de alimentación TPR 3005-3C.	29
Figura 13. Batería GS3 modelo GP 12260 de 12V y 26 Ah.	29
Figura 14. a) Osciloscopio utilizado para el proceso, b) Tarjeta de adquisición de datos NI 6008.	29
Figura 15. Colocación muestra de PP en bastidor.....	32
Figura 16. Pistola de calor.	33
Figura 17. Muestra de PP tras primer estiramiento.....	33
Figura 18. a) Recolocación de la muestra en el bastidor con orientación perpendicular, b) repetición del procedimiento de estirado.	34
Figura 19. Proceso de sputtering.	35
Figura 20. Metalizador Fedelco modelo k550.....	35
Figura 21. Metalización en acción.....	36
Figura 22. a) Muestra de polímero sin metalizar. b) Muestra de polímero metalizada	36
Figura 23. Interface del programa que ejecuta la carga y barrido de la muestra.....	37
Figura 24. Interface del generador de pulsos.	38

Figura 25. Escalón empleado para pulsos de fuerza.	39
Figura 26. Interface del picoscope ejecutado en una muestra ejemplo, siendo la señal A la tensión generada y la señal B cada uno de los escalones de fuerza introducidos.	39
Figura 27. Bloque de control completo para el cálculo de la constante d_{33}	40
Figura 28. Primera parte del bloque de cálculo de constante.	40
Figura 29. Bucle FOR.	42
Figura 30. Función extraer un vector.	43
Figura 31. Función para calcular media de valores.	43
Figura 32. función que realiza la integral de la señal de tensión.	43
Figura 33. Parte final del bloque de cálculo.	44
Figura 34. Interface principal del programa de cálculo de d_{33}	45
Figura 35. Interface secundaria del programa de cálculo de d_{33}	46
Figura 36. Interface de Picoscope tras realizar los impulsos en muestra ejemplo.	50
Figura 37. Ejemplo de micrófono de electret	59
Figura 38. Simplificación de las capas de polímero espumoso.	59
Figura 39. Hoja 1 de la ficha de seguridad del Argón.....	68
Figura 40. Hoja 2 de la ficha de seguridad del Argón.....	69
Figura 41. Hoja 3 de la ficha de seguridad del Argón.....	70
Figura 42. Hoja 4 de la ficha de seguridad del Argón.....	71
Figura 43. Hoja 5 de la ficha de seguridad del Argón.....	72
Figura 44. Hoja 6 de la ficha de seguridad del Argón.....	73

Índice de tablas:

Tabla 1. Propiedades de distintos polímeros tipo bulk	20
Tabla 2. Propiedades de distintos polímeros espumados	21
Tabla 3. Interpolación de las constantes a partir de los ficheros obtenidos con el programa de detección de valles para muestras cargadas a 6 kV.....	52
Tabla 4 Interpolación de las constantes a partir de los ficheros obtenidos con el programa de detección de valles para muestras cargadas a 8 kV.....	54
Tabla 5. Interpolación de las constantes a partir de los ficheros obtenidos con el programa de detección de valles para muestras cargadas a 10 kV.....	57
Tabla 6. Valores de desidad de carga σ_j ($\mu\text{C}/\text{m}^2$) promedio para los tres experimentos realizados.	62
Tabla 7. Cuadro de precios descompuestos para la unidad de obra 1 (materiales empleados).80	

Tabla 8. Cuadro de precios descompuestos para la unidad de obra 2 (mano de obra).	81
Tabla 9. Cuadro de precios descompuestos para la unidad de obra 3 (maquinaria utilizada)...	81
Tabla 10. Cuadro de costes totales del TFG.	84

MEMORIA

CAPÍTULO I. OBJETIVO E INTRODUCCIÓN

1. OBJETIVO

El objetivo del trabajo es principalmente el tratamiento y caracterización de espumas de polipropileno para ser utilizadas como materiales piezoeléctricos. Para el tratamiento del polímero se ha llevado a cabo una metalización del mismo con posterior carga mediante descarga corona realizada en el banco de electrostática del Instituto de Tecnología Eléctrica (ITE).

Con el tratamiento realizado, medir la constante d_{33} para realizar la caracterización del material. Para ello se ha diseñado un código de programación que facilita el cálculo de la misma.

Tras obtener la d_{33} , se propone un modelo teórico eléctrico que permite el cálculo de la densidad de carga.

2. INTRODUCCIÓN

2.1. Motivación

El presente trabajo de fin de grado se desarrolla dentro de la línea de investigación del Instituto Técnico de Electricidad de la UPV sobre materiales inteligentes llevado a cabo por el departamento de materiales y alta tensión.

Una de las motivaciones principales para la elección del trabajo ha sido la asignatura de Sistemas Eléctricos y Electrónicos cursada en el último año del Grado en Ingeniería Química, cada una de las dos partes impartida por Pedro Llovera y Marta María Montserrat, respectivamente. Para la realización del TFG me han servido los conceptos básicos de análisis de instalaciones eléctricas, así como los métodos para adecuar las salidas de las señales mediante circuitos de filtrado impartidos en la asignatura.

Por otra parte, en segundo de carrera me llamó la atención en la asignatura de Ciencia de Materiales la existencia de ciertos materiales inteligentes que presentaban propiedades para ser aprovechados en gran cantidad de aplicaciones industriales.

2.2. Justificación

En la mayoría de aplicaciones industriales en las que se requieren piezoeléctricos, se opta por utilizar materiales cristalinos o cerámicos. Estos materiales presentan alto coste de producción, por ello en este trabajo se opta por el estudio del material espumado mencionado por su inferior coste, así como su alta resistividad eléctrica, un reducido espesor y un módulo de Young bajo. Por tanto, se consiguen piezoeléctricos con diferentes propiedades a los materiales piezoeléctricos tradicionales.

2.3. Antecedentes

2.3.1. Introducción a la piezoelectricidad.

La piezoelectricidad es una propiedad poseída por ciertos materiales que permite transformar de manera directa energía eléctrica en mecánica, y viceversa. Dicha propiedad es un fenómeno que aparece en algunos cristales dependiendo de la estructura del cristal. El fenómeno fue descubierto en 1880 por los hermanos Jacques y Pierre Curie y ha seguido siendo estudiado en las siguientes décadas. Ellos detectaron el llamado efecto directo que consiste en la inducción de polarización eléctrica mediante la variación de presión. Sin embargo, el efecto inverso fue descubierto un año más tarde mediante un modelo de predicción teórico. [2]

El mercado de la piezoelectricidad cubre un elevado rango de aplicaciones técnicas, tales como en los campos de información y telecomunicaciones, la industria de la automoción, el control del tráfico, en el ámbito de la medicina para la ayuda en los diagnósticos clínicos o la automatización industrial.

Tradicionalmente esta propiedad se ha aprovechado de los materiales cristalinos, los cuales presentan unos complejos procesos de producción aparte de que conllevan la implantación de infraestructuras y costes elevados. Por tanto, cabe remarcar el interés de encontrar otros materiales que presenten mejores propiedades mecánicas y tengan mejor procesabilidad con un coste reducido, como pueden ser los polímeros piezoeléctricos.

Para el caso de los polímeros piezoeléctricos, la principal aplicación que se les ha encontrado es la de su uso como actuadores en altavoces para sistemas activos de cancelación de ruido debido a que su comportamiento al encontrarse a frecuencias altas mejora con respecto a los sistemas tradicionales electromecánicos, así como su capacidad de adaptarse a distintas formas y posiciones por sus propiedades mecánicas. Además, pueden ser utilizados como sensores para sistemas de medida de vibraciones a partir de la detección de ondas de presión.

2.3.2. Constante de carga piezoeléctrica d_{33}

Se pasa a explicar el fundamento teórico de la constante de carga piezoeléctrica d_{33} , la cual va a ser objeto de estudio en el presente trabajo. Esta constante suele expresarse en las unidades de C/N (carga eléctrica generada relacionada con la fuerza ejercida) o m/V (longitud de deformación relacionada con los voltios generados).

Debido a que el efecto piezoeléctrico presenta un efecto directo e inverso, la constante puede calcularse mediante su forma directa (d) y su inversa (g):

$$d = \frac{\text{Variación dimensional}}{\text{Campo aplicado}} = \frac{\text{Carga eléctrica generada}}{\text{Fuerza aplicada}} \quad \text{Ecuación 1}$$

$$g = \frac{\text{Campo aplicado}}{\text{Variación dimensional}} = \frac{\text{Fuerza aplicada}}{\text{Carga eléctrica generada}} \quad \text{Ecuación 2}$$

Tomando las coordenadas cartesianas representadas en la figura 1 como eje de referencia para un material piezoeléctrico, se considera el eje Z como la dirección paralela a la dirección de polarización del material.

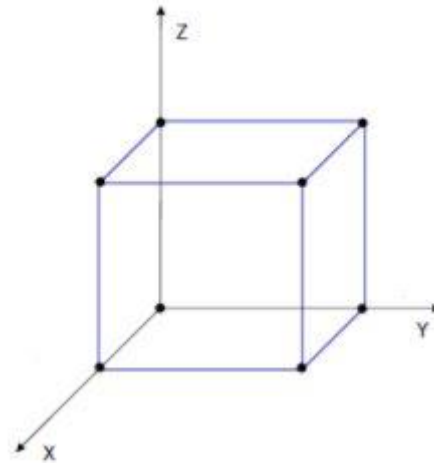


Figura 1. Simbología de las direcciones de los tensores de un material piezoeléctrico

Para una constante de la forma d_{ij} , la letra "i" indica la dirección que toma el campo eléctrico asociado con el voltaje aplicado; además, el subíndice "j" se refiere a la dirección de la fuerza mecánica aplicada.

Por tanto, la constante de carga d_{33} corresponde con la carga generada en la dirección 3 (el eje Z) por unidad de fuerza aplicada en la misma dirección. Dicho esto, cabe destacar que tanto la carga como el esfuerzo aplicado presentan la misma dirección que la polarización del material.

2.3.3. Piezoelectricidad en materiales cristalinos

Como se ha comentado anteriormente, los piezoeléctricos tienen la capacidad de convertir la tensión mecánica en electricidad (efecto directo), así como la electricidad en vibraciones mecánicas (efecto inverso). Dicha capacidad es debida a la forma que tienen las moléculas y a la orientación que toman sus átomos en el espacio. [4]

Para explicar el fenómeno se toma como referencia la estructura del cuarzo, el cual se trata de un cristal piezoeléctrico de origen natural. Los cristales de cuarzo presentan átomos de silicio y oxígeno durante un patrón repetitivo. Tal como muestra la figura 2, los átomos de oxígeno tienen carga negativa mientras que los de silicio tienen carga positiva. En condiciones normales, si el cristal no se encuentra bajo el efecto de la presión sus cargas se distribuyen de manera uniforme en la molécula a través del cristal. Por el contrario, al estirar o comprimir el cuarzo, el orden de los átomos cambia ligeramente.

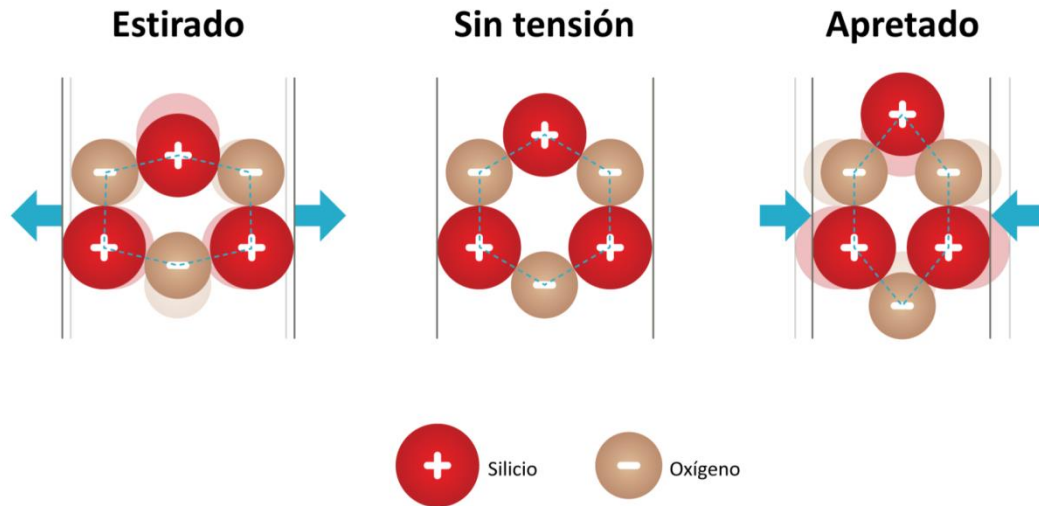


Figura 2. Molécula de cuarzo sometida a esfuerzo de flexión, tensión y en reposo[11].

Dicho cambio provoca que un flujo de electrones se dirija hacia un extremo generando una carga negativa, formándose en el otro extremo una carga positiva inducida. De esta manera se genera una polarización eléctrica que compensa la presión ejercida.

Conviene tratar los cristales piezoeléctricos para conseguir una polarización uniforme en la totalidad del material. El procedimiento que se realiza consiste en calentar el material hasta su temperatura de Curie (por encima de la cual los dipolos del cristal son capaces de cambiar su orientación sin que esto afecte a la fase del material, que continua en fase sólida), aplicando seguidamente un campo eléctrico en la dirección del cual se orientan sus dipolos. Finalmente, se enfría por debajo de la temperatura de Curie manteniendo el campo eléctrico y el material queda polarizado.

2.3.4. Piezoelectricidad en materiales poliméricos

En comparación con los materiales cristalinos o cerámicos, los polímeros piezoeléctricos presentan mejores propiedades mecánicas, por lo que se postulan como un sustituto fiable en ciertas aplicaciones tanto por la simplificación del proceso productivo como en la reducción del coste de fabricación de los mismos. Dicho material es útil para aplicaciones como transductores electromecánicos y termoelectrónicos.

Existen tres categorías diferentes para englobar la totalidad de polímeros que pueden ser utilizados para la fabricación de piezoeléctricos:

Polímeros piezoeléctricos:

Se trata de polímeros semicristalinos que son capaces de generar un momento dipolar interno debido a su estructura molecular, por lo que presentan propiedades piezoeléctricas. El más estudiado es el PVDF, pero existen otros tipos como son LCP (polímeros líquidos de cristal), poliamidas y Parylene-C.

Para el caso del PVDF, puede tener tres formas de configuración molecular, alfa, beta y gamma, siendo la beta la estructura que mejores propiedades piezoeléctricas y piroeléctricas presenta. Su configuración depende del modo de deformación de la cadena (vínculos Trans o Grauche). Según el tipo de estructura se obtiene la $\alpha, \beta, \gamma, \delta$ y ϵ . A partir de la estructura α se obtienen las demás mediante diferentes velocidades de enfriamiento, siendo ésta la única estructura que no presenta propiedad ferro-eléctrica.

Tabla 1. Propiedades de distintos polímeros tipo bulk [7]

		PVDF	PVDF-TrFE	Parylene-C
Density	(kg m^{-3})	1800	1900	1290
Young's modulus Y	(GPa)	2.5–3.2	1.1–3	2.8
Dielectric constant ϵ_r		12	12	3.15
Dielectric loss $\tan \delta_e$		0.018	0.018	
Mechanical loss $\tan \delta_m$		0.05	0.05	0.06
d_{33}	(pC N^{-1})	13–28	24–38	2.0
d_{31}	(pC N^{-1})	6–20	6–12	
k_{33}		0.27	0.37	0.02
k_{31}		0.12	0.07	
Maximum use temperature	($^{\circ}\text{C}$)	90	100	

En la figura 3 se observan distintas formas de polímeros PVDF, como es el caso del PVDF-TrFE (un polímero PVDF al cual se le a colocado la nano partícula TrFE con la finalidad de aumentar la constante d_{33} [8]) o el parylene-C, el cual está formado por un anillo simple de benceno y un átomo de cloro. La molécula de cloro le confiere potencial como material piezoeléctrico, pero registra constantes d_{33} entorno a 2 pC/N, como se muestra en la tabla 1. [9]

Las aplicaciones de los PVDF son diversas, al poder utilizarse como transductores electroacústicos, en sistemas MEMS para sensores de presión o generando energía y en sistemas de ultrasonidos mediante imagen.

Polímeros espumados:

Son el objeto de estudio de este trabajo de fin de grado y pasan a explicarse sus propiedades piezoeléctricas en el siguiente apartado. Así mismo, se presenta la tabla 2 con información de distintos tipos de polímeros espumados. En la parte superior aparecen los polímeros que presentan las burbujas formadas en su interior, mientras que en la clasificación inferior se observan polímeros cuyas cavidades se han formado añadiendo capas de material intercaladas con aire.

Tabla 2. Propiedades de distintos polímeros espumados [7].

Material	Film dimensions	Quasistatic d_{33}	Poling process
Void formation and expansion based VCPs			
Cellular polypropylene	85 μm thick sheets	$d_{33,f} = \sim 200 \text{ pC N}^{-1}$ at room temperature	N/A
Fluorinated and post-treated cellular PP	50 μm thick sheets with 40% voids	After 9 days $d_{33,f} = \sim 270 \text{ pC N}^{-1}$ at 70 $^{\circ}\text{C}$ $d_{33,f} = \sim 200 \text{ pC N}^{-1}$ at 90 $^{\circ}\text{C}$	Corona poling • Tip voltage: 25 kV • Temperature: RT for 30 s • Gas: nitrogen
COC based cellular electrets	—	After 9 days $d_{33,f} = \sim 13 \text{ pC N}^{-1}$ at 110 $^{\circ}\text{C}$	Corona poling • Tip voltage: 60 kV • Temperature: RT for 60 s • Gas: N_2 or SF_6
Cellular polyethylene-naphthalate (PEN)	60 μm thick sheets with 30% voids	$d_{33,f} = \sim 45 \text{ pC N}^{-1}$ at RT $d_{33,f} = \sim 30 \text{ pC N}^{-1}$ at 100 $^{\circ}\text{C}$	DC electrode poling • DC voltage: 8.5 kV • Temperature: RT for 30 s • Gas: ambient air
Multilayer VCPs			
PTFE/FEP multilayer VCP	5 layers of 150 μm total thickness with 40% voids	$d_{33,f} = \sim 225 \text{ pC N}^{-1}$ at 90 $^{\circ}\text{C}$	Corona poling • Tip voltage: 20 kV • Temperature: RT for 20 s
FEP multilayer	2 layers of 85 μm total thickness with 80% voids	$d_{33,f} = \sim 1000 \text{ pC N}^{-1}$ at 120 $^{\circ}\text{C}$ after two days	Triangular electrode poling • Electric field: 18 MV m^{-1} • Temperature: RT
Cellular PDMS	3 layers of 300 μm total thickness with 25% voids	$d_{33,f} = 1148 \text{ pC N}^{-1}$ at RT	Triangular electrode poling • Electric field: 35 MV m^{-1} • Temperature: 90 $^{\circ}\text{C}$
Micromachined integrated cellular Parylene	10 \times 18 voided cell structure: each cell has the dimensions 820 $\mu\text{m} \times 80 \mu\text{m}$ and the depth is 350 μm	$d_{33,f} = 1200 \text{ pC N}^{-1}$ at RT stable after 120 days	Soft x-ray charging

Materiales Compuestos:

En la actualidad, estos materiales son los más novedosos con respecto al campo de uso de polímeros para la fabricación de piezoeléctricos. Dicho material presenta propiedades intermedias entre poliméricos y cerámicos. Por una parte, tienen características de flexibilidad debido a su base de polímero. Por otra parte, el material cerámico le confiere una mayor constante piezoeléctrica.

Como se observa en la figura 3, se obtienen distintos tipos de estructuras de composite dependiendo del tipo de conectividad entre las partes del piezoeléctrico. Actualmente uno de los más utilizados es el PZT/composite, formado por barras de PZT correspondientes con la estructura 1-3 de la figura 3. Este tipo de composite puede ser utilizado como sistema microelectromecánico (MEMS). Otro dispositivo parecido es el MFC (macro-fiber-composite) que presenta aplicaciones como generación de energía o aplicaciones acústicas.

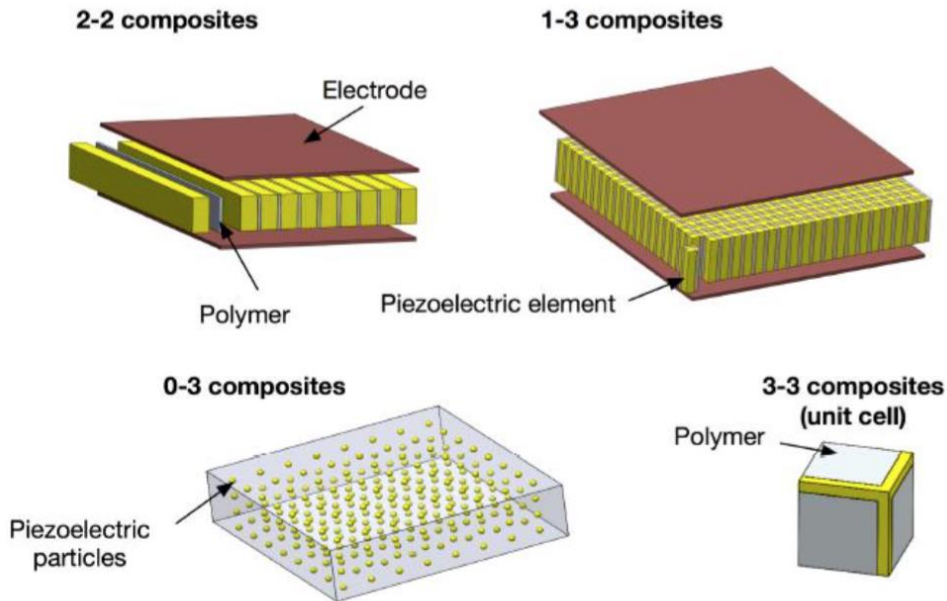


Figura 3. Distintas maneras de conectividad para composites [6].

2.3.5. Piezoelectricidad en polímeros espumados

Se procede a explicar el fundamento teórico de los polímeros espumados utilizados como piezoeléctricos. El material empleado se conoce con el nombre de poliolefina (que puede ser en base etileno o en base propileno). Dicho material presenta la siguiente estructura:

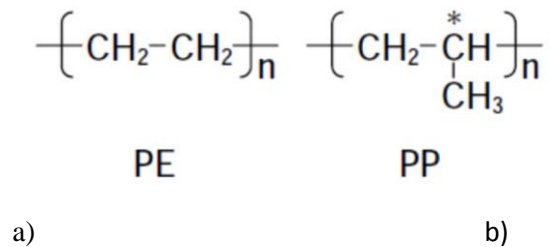


Figura 4. a) Poliolefina en base etileno, b) Poliolefina en base propileno [10].

Este tipo de estructuras poliméricas no son piezoeléctricas. Ambos pueden ser espumados por procesos físicos o químicos creando celdas de aire de varios cientos de μm hasta varios mm en su interior. Estas celdas pueden ser aprovechadas para acumular carga estática en su superficie por medio de una aplicación de un campo eléctrico elevado y la creación de descargas eléctricas en su interior. De manera que estas estructuras espumadas de polímeros adquieren la capacidad de almacenar dipolos eléctricos. Dicho de otro modo, además de que la porosidad interna le confiere ciertas características mecánicas, del mismo modo se puede utilizar para retener dipolos eléctricos en su interior. Dichos dipolos se le pueden introducir mediante un alto campo eléctrico, generalmente obtenido por medio de cargas superficiales depositadas por una descarga corona. [5]

De esta manera, se producen micro descargas entre la parte superior e inferior de las porosidades, así como una reagrupación de cargas en la interfaz de aire polímero, por la cual se genera un macro dipolo en la totalidad de cada una de las cavidades (5).

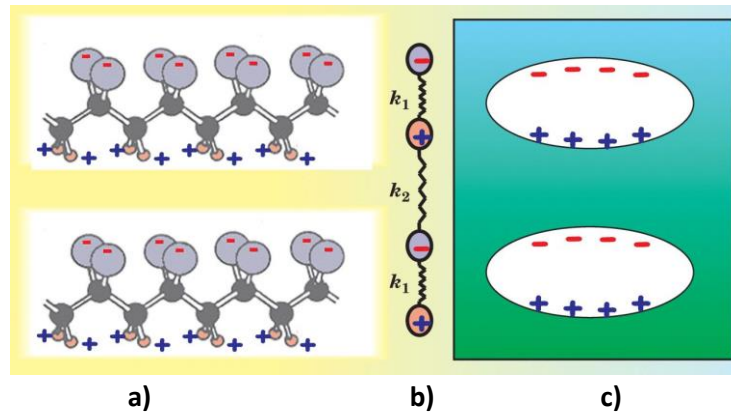


Figura 5. a) Cadena polimérica de un ferro eléctrico, b) Esquema de fuerzas de acoplamiento dentro y fuerza del dipolo, c) Macro dipolo formado en las cavidades del polímero [15].

Este material se convierte en piezoeléctrico tras haber realizado el tratamiento de carga y metalizado y muestra un coeficiente d_{33} alrededor de 200 pC/N [14]. Sin embargo, es posible mejorar la capacidad piezoeléctrica de este tipo de estructura realizando un proceso de doble expansión antes de cargar y metalizarlo, consiguiendo constantes de 1400 pC/N a 0,01 Hz de frecuencia y sobre 500 pC/N a 25 kHz [17].

2.3.6. Fundamentos de la descarga corona

La descarga corona se caracteriza por tratarse de una descarga auto sostenida e ininterrumpida en un gas. Dicho fenómeno se produce cuando aparece una alta diferencia de potencial suficiente entre electrodos asimétricos, como pueden ser la fina punta de una aguja y un plano conductor.[1]

Al aplicar el campo eléctrico elevado, el aire se ioniza. Los iones aparecidos (en la región de ionización de la figura 6) son dirigidos hacia el electrodo opuesto. El umbral de campo eléctrico para la aparición de la descarga corona depende de las condiciones del gas.

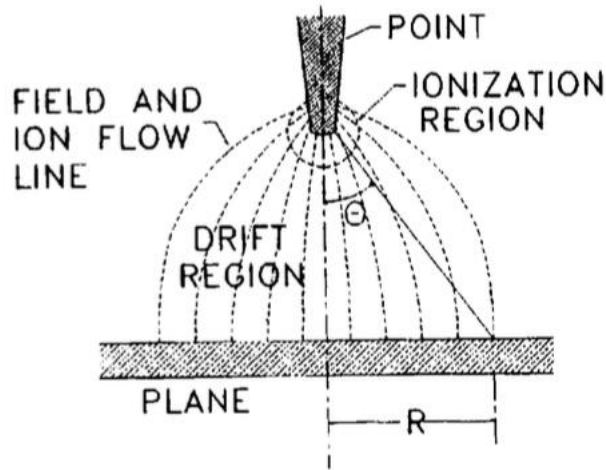


Figura 6. Zona de ionización en aguja y deriva hasta el plano base en descarga corona [1].

La descarga corona se puede clasificar como una descarga luminiscente donde la ionización se confina en la región cercana al alto campo eléctrico y es más pequeña que en la región de conducción. Por tanto, dicha luminiscencia es observada en una pequeña región del espacio. Los portadores de carga que se encuentran en la región de deriva se caracterizan por presentar una sola polaridad y una baja movilidad, por lo que la corona se incrementará aumentando el voltaje de la descarga. Esto permite un buen control de la descarga a la hora de producir iones para cargar dieléctricos.

Así mismo, los iones generados por la descarga son diferentes según la polaridad de la tensión aplicada. En aire, el ión predominante para descargas corona positivas son iones hidratados con la fórmula $(\text{H}_2\text{O})_n\text{H}^+$, donde n es un valor que incrementa dependiendo de la humedad relativa. En descargas corona negativas predominan los iones CO_3^- . Al 50% de humedad relativa, entorno al 10% de las formas de los iones hidratados son del tipo $(\text{H}_2\text{O})_n\text{CO}_3^-$. El estudio de los iones y su dependencia con la humedad puede ser un punto importante para el tratamiento de descargas corona en superficies sólidas. A parte de iones, en dicha descarga se producen moléculas neutras excitadas en estados vibratorios o electrónicos.

2.4. Explicación de montajes utilizados.

2.4.1. Montaje para la carga y barrido de muestra

El banco de pruebas utilizado para la medición de cargas electrostáticas presenta los siguientes componentes:

- Ordenador Pentium 4 con plataforma Windows 7 Professional, utilizado para programar con lenguaje G (Labview the National Instruments) y ejecutar el Picoscope para monitorizar la acción del osciloscopio.

- Sistema de movimiento de dos dimensiones el cual de manera automática controlada por el ordenador se encarga de situar la muestra en las posiciones requeridas para su carga y barrido.
- Fuente Bertan (modelo 205B-10R) encargada de alimentar el voltaje de la rejilla.
- Fuente Spellman (modelo SL150) encargada de alimentar a la aguja, la cual realiza la descarga corona sobre la muestra polimérica.
- Voltímetro electrostático marca Trek (modelo 370), el cual permite medir los valores de perfil de potencial con la ayuda de la sonda utilizada para el proceso.
- Cuadro de control preparado para controlar las señales digitales que participan en el sistema. En el mismo se sitúan los dos controladores de los accionadores del mecanismo de movimiento de la muestra para el barrido, así como los relés.



Figura 7. Montaje formado por fuente Bertan, fuente Spellman y voltímetro electrostático.



Figura 8. Cuadro de control.

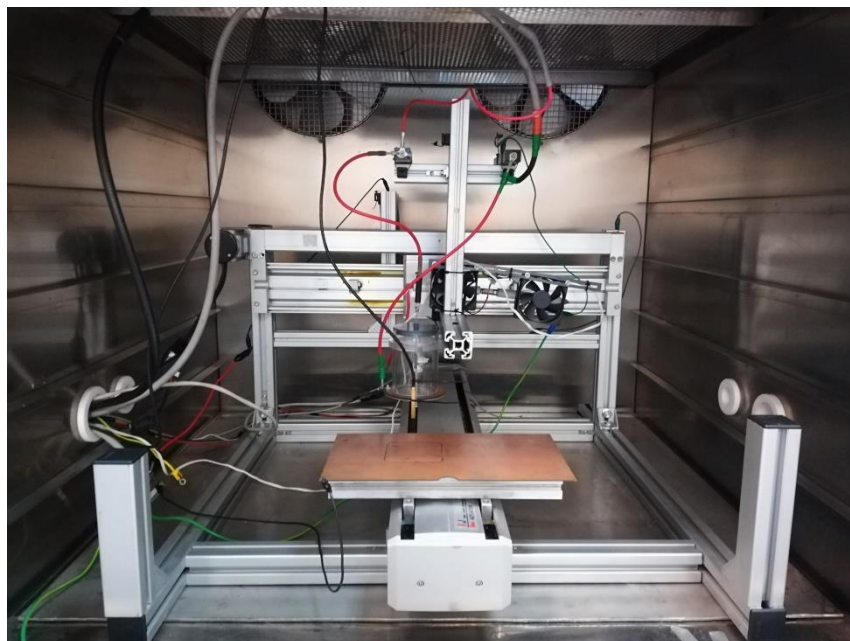


Figura 9. Cabina con el montaje de carga y barrido formado por sonda, sistema de movimiento y aguja para realizar la descarga corona.

Al trabajar con voltajes elevados, se ha implementado un sistema de cierre de seguridad mediante unos enclavamientos magnéticos colocados en la puerta de la cabina, los cuales dejan funcionar a las fuentes solo mientras la puerta de la cabina permanece cerrada. De este modo, si la puerta permanece abierta en las fuentes se indica un mensaje de interlock opened, quedando las fuentes inhabilitadas. Al cerrar la puerta, los imanes entran en contacto y posibilitando el funcionamiento de las fuentes, en las cuales se genera el mensaje de interlock closed.



Figura 10. Enclavamientos de seguridad.

2.4.2. Montaje para la medición de constante piezoeléctrica

Una vez cargada la muestra y metalizada pos ambas caras, se pasa a medir la constante d_{33} . Para ello, se ha modificado el montaje inicial que se utilizaba en el ITE sustituyendo el generador de señales por una tarjeta de adquisición de datos que junto a un programa de generación de pulsos (los cuales se realizan solo en los valles de la señal) hacen el proceso de medición más versátil. Se emplea un montaje con los siguientes elementos:

- Solenoide tubular marca Black night, de 12V DC. Se encarga de realizar los 10 pulsos de fuerza sobre la muestra ya cargada.
- PicoScope, el cual se encarga de monitorizar los pulsos de fuerza y obtener los ficheros de datos que contienen el tiempo, la amplitud y la fuerza de cada una de las pruebas.
- Amplificador operacional. Es necesario para alimentar al solenoide debido a que éste consume una corriente elevada (hasta 1 A) y una tensión de hasta 12 V, valores que no pueden generarse con la tarjeta USB ni con el generador de señales ahora descartado.
- Batería GS3 modelo GP 12260 de 12V y 26 Ah. Se encarga de alimentar el montaje de medición de la constante.
- Tarjeta analógica de adquisición de datos National Instruments. Actúa como receptor y emisor de datos de la muestra al ordenador.

- Fuente de alimentación TPR 3005-3C. Se encarga de alimentar el montaje de medición de la constante.
- Sensor de fuerza con constante de 0.24 mV/g. Se encuentra situado al final del solenoide y obtiene los newton de fuerza aplicados.
- Recinto de estudio de la muestra

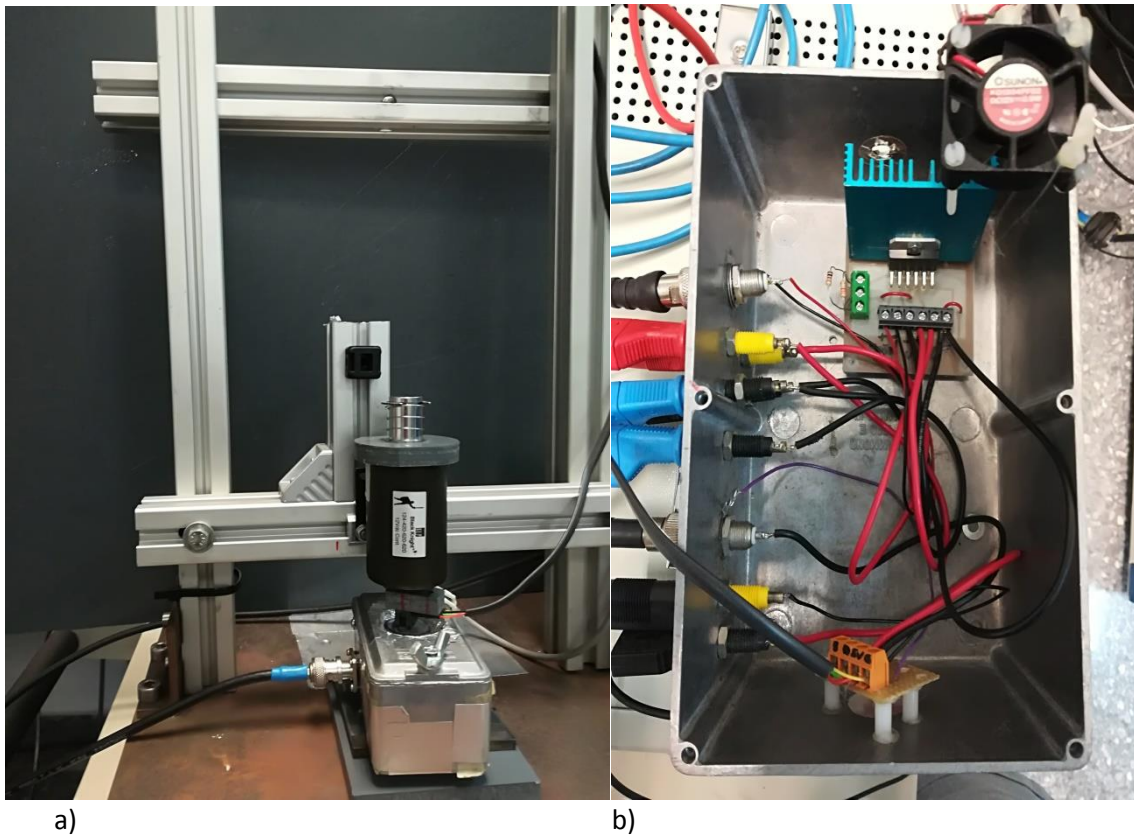


Figura 11. a) Montaje formado por solenoide, sensor de fuerza y el recinto de estudio de la muestra b) montaje de conexión del amplificador operacional.



Figura 12. Fuente de alimentación TPR 3005-3C.



Figura 13. Batería GS3 modelo GP 12260 de 12V y 26 Ah.



a)

b)

Figura 14. a) Osciloscopio utilizado para el proceso, b) Tarjeta de adquisición de datos NI 6008.

CAPÍTULO II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3. CREACIÓN DEL PIEZOELÉCTRICO

3.1. Proceso de estirado del polímero espumado PP

El primer paso para conseguir el piezoeléctrico polimérico es el estirado térmico del material. La materia prima de la que se dispone para realizar el experimento es un polímero espumado llamado poliolefina de tipo propileno (pp) de 1 mm de grosor, color crema o beige. Se pretenden conseguir muestras de entre 90 y 120 micras, por lo que se procede a estirar distintas muestras de plástico con la ayuda de un bastidor.

Primeramente, se corta una muestra algo menor que el estirador (para que encaje adecuadamente) y de alto 10 cm. Dicha muestra se introduce por la ranura del bastidor hasta que haga tope con los tornillos para conferirle una sujeción adecuada. Esto queda reflejado en la figura 15.

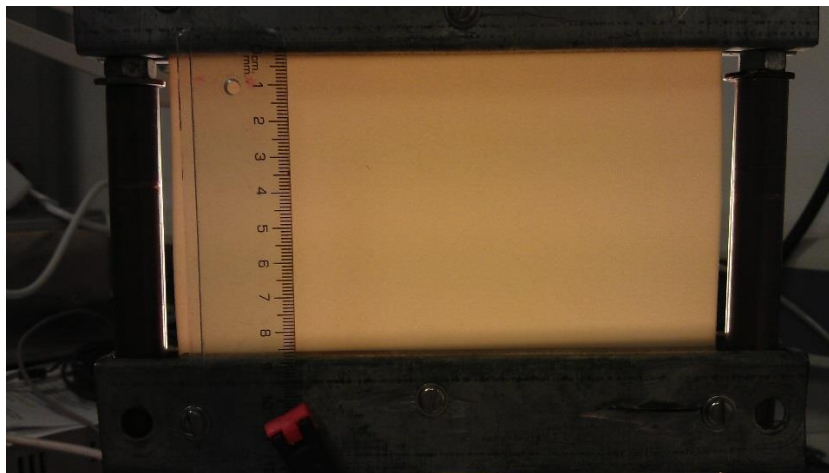


Figura 15. Colocación muestra de PP en bastidor

Se debe tener en cuenta que la muestra se coloque en el estirador con las celdas en dirección perpendicular al estiramiento, ya que siempre el primer estirado debe ser perpendicular al pre estirado que trae el material consigo. Para ello, se coloca una luz detrás de la muestra y se observa la dirección del pre estirado.

Con la ayuda de una pistola de calor (figura 16) a 400°C y velocidad media, se procede al calentamiento de la muestra de manera uniforme a unos 20 cm de la superficie de la misma. Cuando se observa que se ha estirado 1 cm, se mantiene firme la muestra (sin hacer fuerza en la dirección de estirado) y se calienta de la misma forma para que el material se reajuste solo. Este paso debe repetirse hasta haber alcanzado aproximadamente el doble de longitud inicial (Figura 17).



Figura 16. Pistola de calor.

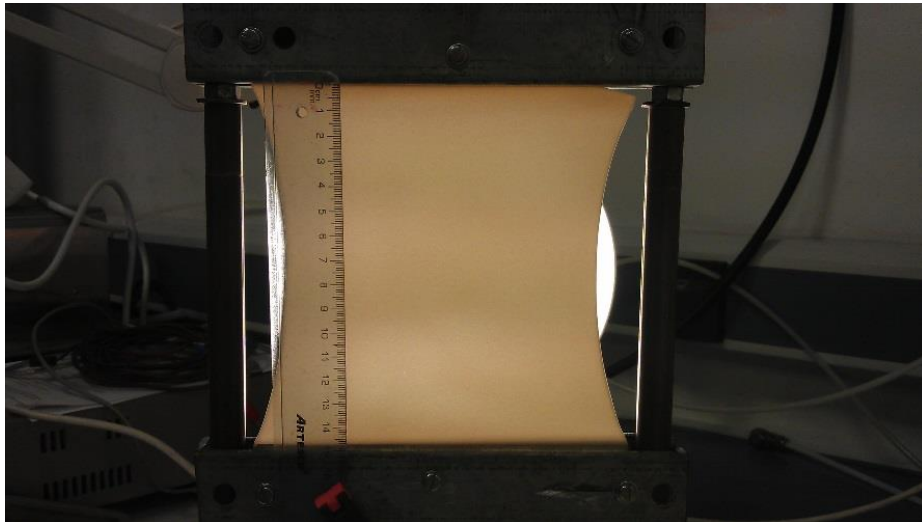
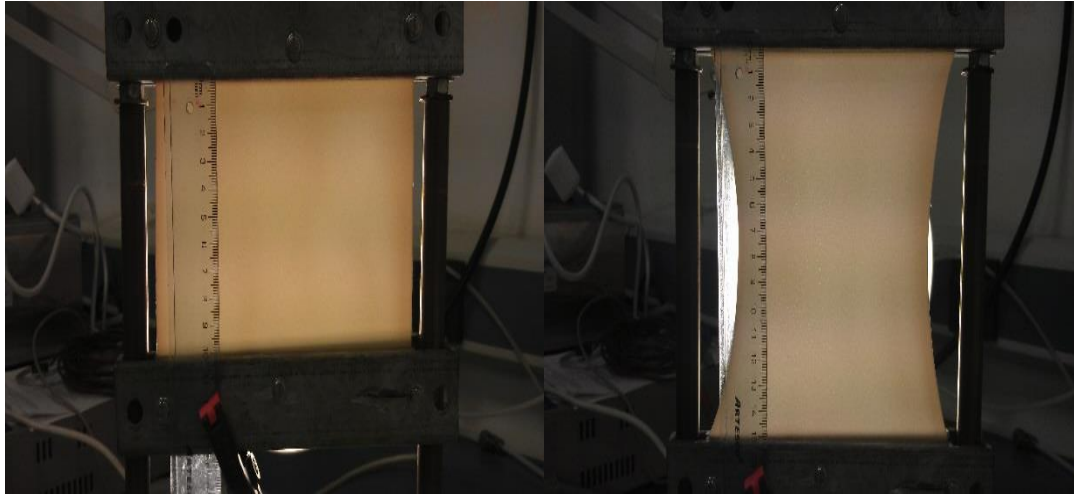


Figura 17. Muestra de PP tras primer estiramiento

Llegado a este punto, se repite el procedimiento anterior en la dirección perpendicular (figura 18). Para ello se pone especial cuidado a la hora de cortar los bordes que quedan en el material, los cuales se cortarán a la mitad ya que luego sirven de soporte para que al volver a estirar los costados de la muestra no se doblen demasiado hacia dentro.



a) Recolocación de la muestra en el bastidor con orientación perpendicular, b) repetición del procedimiento de estirado.

Llegados a este punto se realizarán más estiramientos si no se ha conseguido el espesor deseado, por lo que conviene ir comprobando con un pie de rey el espesor de la muestra.

Por tanto, mediante este proceso se han conseguido muestras de 90 a 120 micrómetros y anchos útiles de más de 100x100 mm.

3.2. Descripción de la aplicación de capa de metalizado

Tras realizar el estirado del material, el siguiente paso es metalizar las muestras. El proceso realizado para obtener la capa de plata sobre el polímero espumoso es una técnica conocida como sputtering. Se trata de una deposición del material mediante una pulverización catódica en presencia de vacío, la cual se basa principalmente en un proceso de bombardeo iónico que consigue que la fase vapor (en el presente experimento es plata) se deposite sobre la otra fase (en este caso el polímero espumoso) [3].

De este modo, los iones formados en el electrodo son acelerados hacia el material de deposición con la ayuda de un campo eléctrico y en presencia de una atmósfera con un gas noble (Argón). Estos electrones, al colisionar con el cátodo, consiguen arrancar átomos de su superficie por un proceso de transferencia de momento. Las múltiples colisiones que se producen hacen posible que algunos átomos consigan la energía suficiente como para abandonar la superficie y adherirse a la superficie polimérica [3].

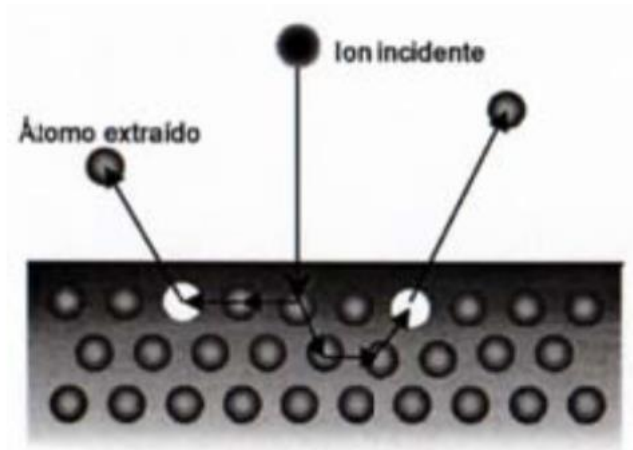


Figura 19. Proceso de sputtering [3].

Una vez obtenida la muestra del polímero espumado, se pasa a recubrir una de sus caras con una capa de plata para conseguir que el campo eléctrico que posteriormente atraviese el material sea lo más homogéneo posible.

Para realizar la acción del metalizado se cuenta con el equipo Fedelco modelo k550 (Figura 20). Al introducir la muestra en la cámara de vacío y cerrar la misma, se pasa a configurar el panel de control del equipo. Se trata de una interface sencilla en la cual se introducen los parámetros de tiempo de metalización (3 minutos) y de corriente (40 mA).



Figura 20. Metalizador Fedelco modelo k550

En la figura 21, la cámara de vacío se encuentra de color violeta ya que al estar en funcionamiento es el color que toman las descargas coronas que se dirigen hacia las partes colocadas a tierra del recinto.



Figura 21. Metalización en acción.

Cabe destacar que este proceso se lleva a cabo a $1 \cdot 10^{-1}$ mbar y en presencia de gas inerte Argón, por lo que tiene que abrirse la válvula para la pasada de la sustancia.

Como resultado, la capa de plata depositada sobre la muestra es de 40 nm y dotando a la muestra de capacidad conductora al conseguir una resistencia eléctrica casi nula de $0,1 \Omega$. Esto se puede comprobar con un polímetro, situando ambas puntas sobre dos extremos de la diagonal de la muestra, habiéndose realizado correctamente la metalización si el valor de Resistencia obtenido es muy bajo.



Figura 22. a) Muestra de polímero sin metalizar. b) Muestra de polímero metalizada

3.3. Descripción del proceso de polarización de la muestra mediante carga y barrido

Con la muestra metalizada por una cara, el siguiente paso es realizar la carga por la cara contraria al metalizado. Para ello se utiliza el montaje del banco de pruebas de electrostática citado en el capítulo 1.

Dicho montaje es ejecutado automáticamente gracias a los comandos de control elaborados por el ITE con Labview, con la finalidad de generar varios ficheros .txt con los datos de corriente aplicada sobre la muestra y de las coordenadas del barrido de la sonda en función del tiempo que permiten orientar sobre la carga que recibe la muestra.

Primeramente, se sitúa la muestra con la parte metalizada tocando la superficie del actuador en el interior de la cabina, donde se va a realizar el recorrido llevando la muestra a la posición de carga y la zona de barrido.

Tras situar la muestra, se procede a ejecutar en el Labview el programa de carga y barrido, el cual presenta la interface mostrada en la figura 23. Por tanto, se introducen los parámetros necesarios para que se realice el proceso con éxito, que son el tiempo de carga de descarga corona (fijado en 2 segundos), la tensión de rejilla y tensión de la aguja. El resto de parámetros de la interfaz no se modifican, pues se trata de longitudes de posicionamiento de la muestra que han sido fijadas tras realizar ensayos de prueba para que el barrido se realice de forma correcta.

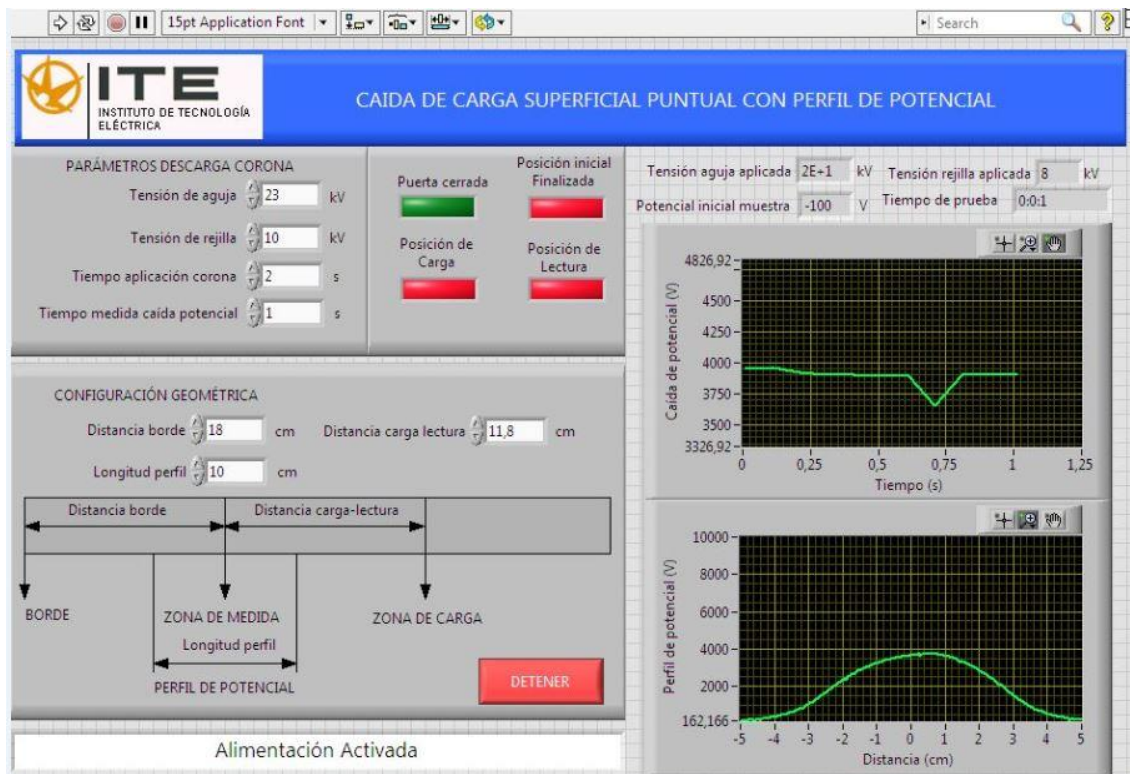


Figura 23. Interface del programa que ejecuta la carga y barrido de la muestra.

Finalmente, se ejecuta el programa mediante la opción "RUN" y se guardan los ficheros generados, los cuales sirven para observar si el ciclo de carga se ha realizado de forma satisfactoria o si es necesario repetir el proceso, así como para observar la relación entre tensión aplicada y tensión retenida por el material. Con la muestra ya cargada, conviene realizar lo antes posible la segunda metalización por la cara restante y de este modo obtener el dispositivo piezoeléctrico objeto de estudio.

Cabe destacar que se han mantenido los tiempos entre la finalización del piezoeléctrico y la medición de la constante, pues la carga que poseen se va perdiendo con el tiempo. Para ello, se han fijado tiempos de aproximadamente 10 minutos entre la segunda metalización y la preparación del programa para la medida de la d_{33} .

4. MEDIDA DEL PARAMETRO CARACTERÍSTICO D33

Tras realizar la metalización de la segunda cara de la muestra y obtener el piezoeléctrico, se pasa a medir la constante d_{33} . Es necesario generar los pulsos en dirección perpendicular a la muestra, por tanto para mover el vástago se ha utilizado un código en Labview que se encarga de generar 10 pulsos de fuerza que van incrementando (figura 24). En dicho programa se implementan los parámetros de cada pulso, los cuales son la amplitud máxima, el número de pulsos y el ancho de los mismos.

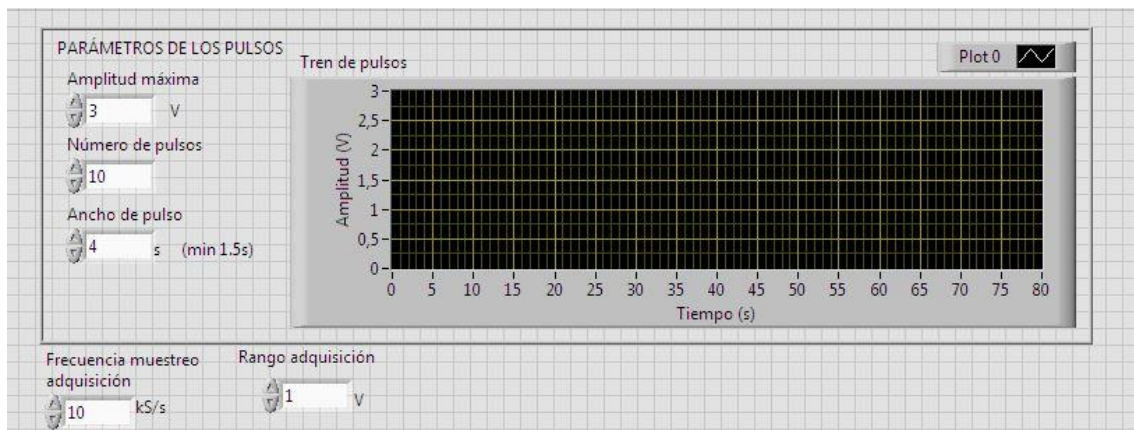


Figura 24. Interface del generador de pulsos.

En un principio se propusieron pulsos rectangulares, pero tras comprobar que el sensor de fuerza detectaba ruido producido por sobresaltos en el muelle del actuador en el momento de aplicación de la fuerza, se ha optado por pulsos crecientes con pendiente constante y acabados en escalón de 90 grados (figura 25) para observar la corriente obtenida al dejar de ejercer la fuerza al final del escalón.



Figura 25. Escalón empleado para pulsos de fuerza.

Tras generar los pulsos, al mismo tiempo se monitoriza la señal de fuerza y tensión con el osciloscopio, el cual se ejecuta con la interface del programa Picoscope. En dicha interface se implementan las divisiones por segundo que se desean, así como el número de muestras a obtener.

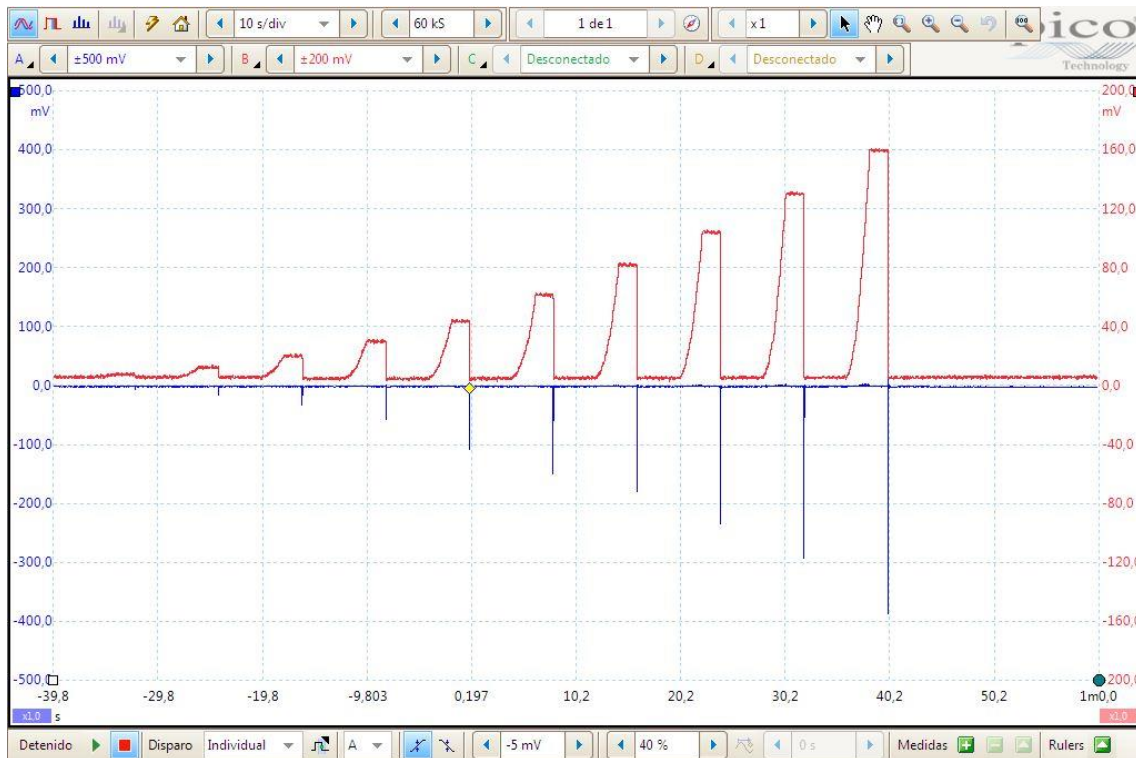


Figura 26. Interface del picoscopio ejecutado en una muestra ejemplo, siendo la señal A la tensión generada y la señal B cada uno de los escalones de fuerza introducidos.

Tras colocar la muestra en el recinto de estudio donde se le va a realizar las fuerzas, se ejecutan sendos programas a la vez y se guarda el fichero de datos que contiene tres columnas, siendo estas de tiempo en segundos, fuerza en "mV" y tensión en "mV".

El siguiente paso es el cálculo de la constante d_{33} a partir de los datos generados. Para ello se ha implementado el siguiente bloque de control mediante Labview (Figura 27).

Este programa se propone como alternativa al Excel o al Matlab para el cálculo de la constante. Se realiza este bloque con Labview ya que así se utiliza el mismo ordenador del banco de pruebas del ITE con el que se han adquirido los datos y facilita el proceso de cálculo. Además, presenta una interface relativamente sencilla para el usuario y se obtienen unos resultados fáciles de visualizar y assimilar.

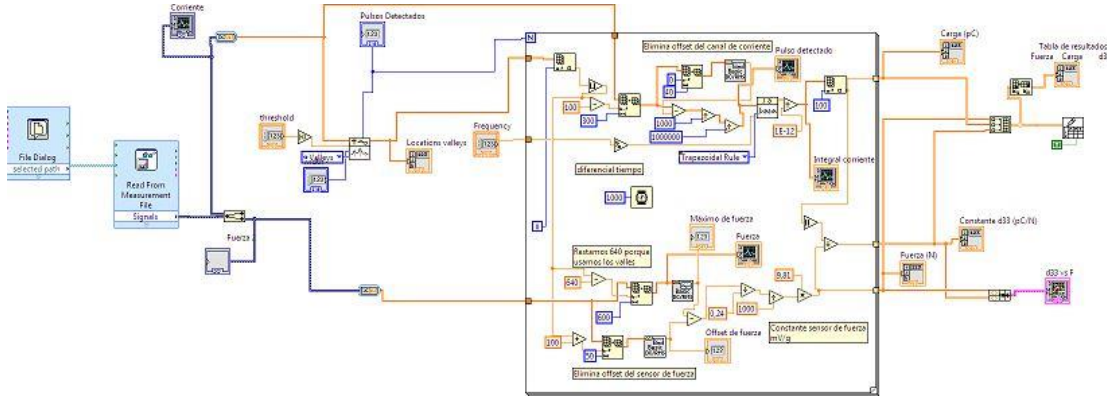


Figura 27. Bloque de control completo para el cálculo de la constante d_{33} .

Se pasa a explicar el bloque por partes para entender las distintas funciones utilizadas en el proceso. Para ello se utiliza la siguiente imagen correspondiente a la primera parte del bloque, figura 28.

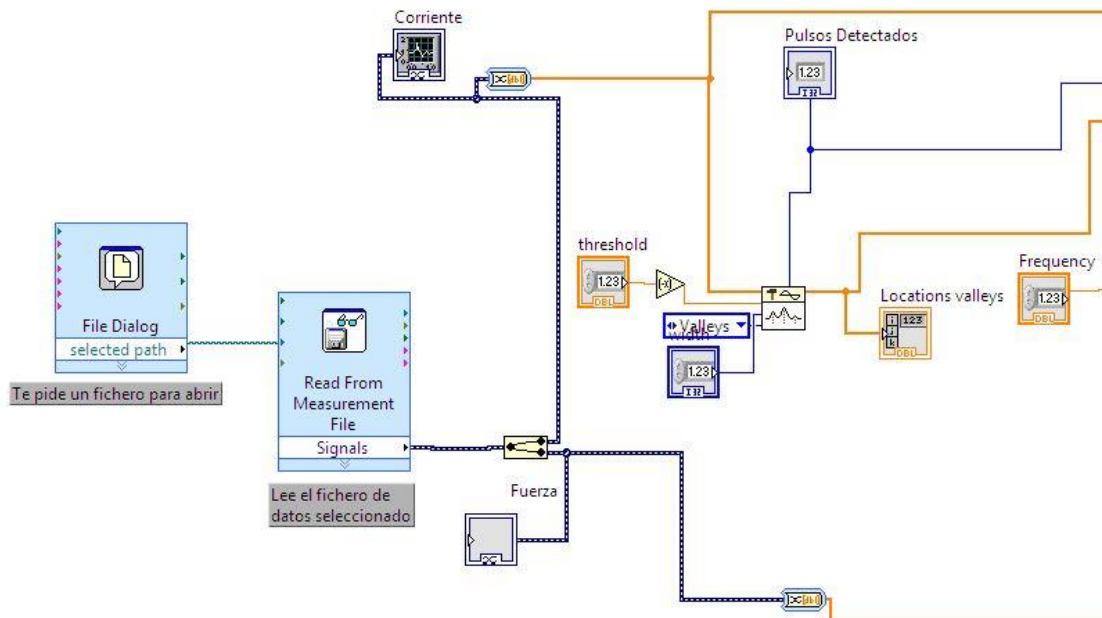


Figura 28. Primera parte del bloque de cálculo de constante.

Primeramente, el programa te pide que le digas que fichero quieres que te abra con los datos generados por el Picoscope mediante la función "File Dialog" para de ese modo analizar los datos que se encuentran en varias columnas con la siguiente función "read from measurement file". Tras leer el fichero, se dispone a separar ambas señales además de representar cada una de ellas y así generar sendas gráficas de corriente y fuerza, respectivamente. Así mismo, ambas señales se pasan por un convertidor de datos dinámicos a tipo vector.

Dejando de lado por ahora la señal de fuerza y siguiendo la rama de la corriente, la siguiente función que aparece se encarga de identificar los valles de corriente correspondientes a cada uno de los momentos donde se relaja la fuerza tras realizar el pulso. A dicha función se le introduce un valor umbral a partir del cual buscará los valles y se le indica que muestre en la interface del programa el número de valles detectados, así como la posición de cada uno de ellos en el fichero de datos. A partir de esos valores, se deben extraer los pulsos de corriente y tratarlos para obtener la carga eléctrica en pC. Como se realizan diez pulsos de fuerza, se requiere crear un bucle "for" para repetir el proceso de cálculo, el cual se representa en la figura 29.

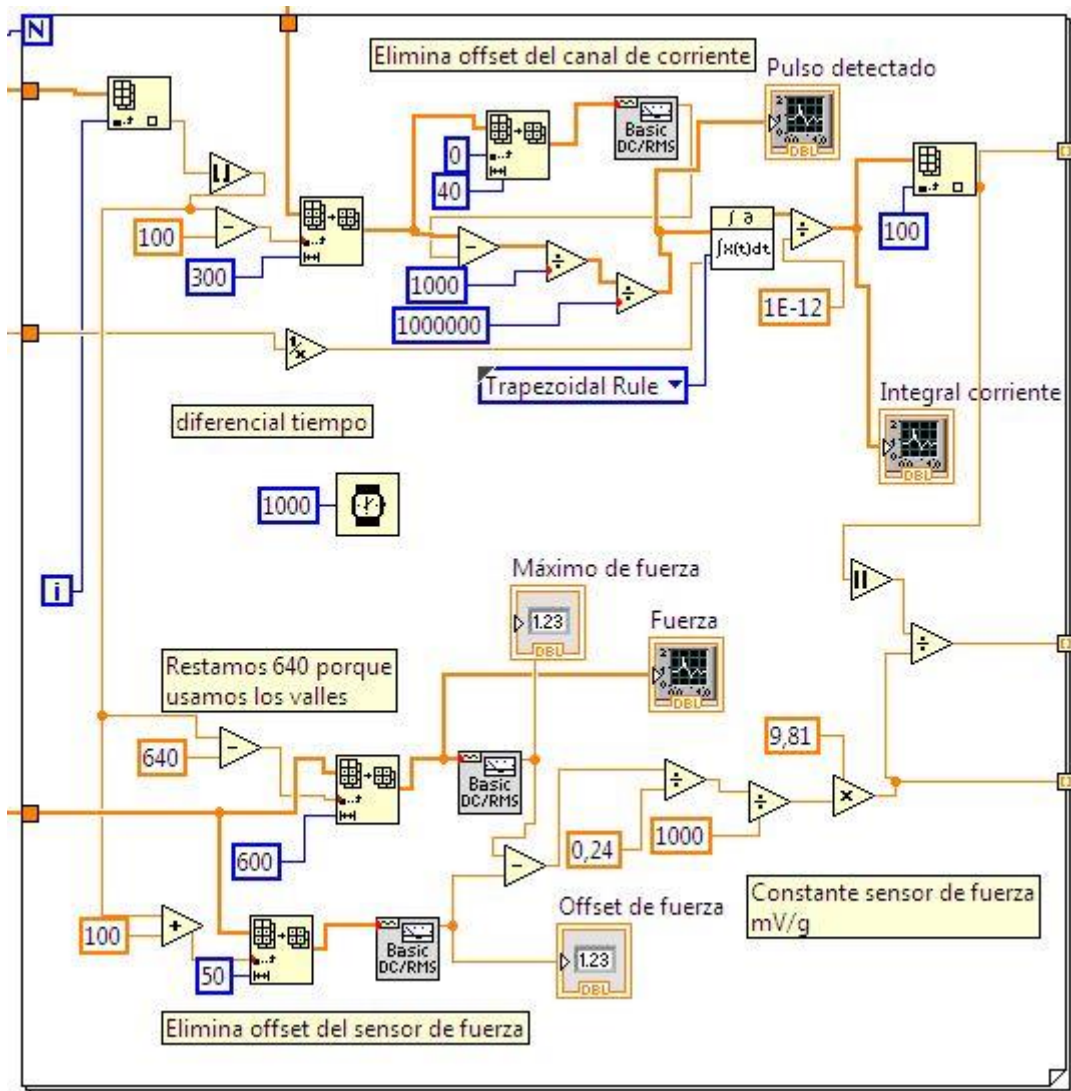


Figura 29. Bucle FOR.

La primera función que aparece en el bucle es "Index array" a la que le introduces el contador desde uno hasta los valles que encuentre, a partir del fichero global se encarga de identificar la posición del valle a estudiar. Como la posición del valle detectada se encuentra con decimales debido al algoritmo de cálculo de posición del programa, se le indica que realice un redondeo para que obtenga un número entero.

Después de obtener el valor de posición, el bucle se bifurca en dos direcciones, siendo una para la corriente y otra para la fuerza.

Sobre esa posición en la rama de la corriente y mediante la función "extraer un vector" (figura 30) se generan los datos en columna de los 100 valores anteriores al valle y la posición 300 posterior al mismo.

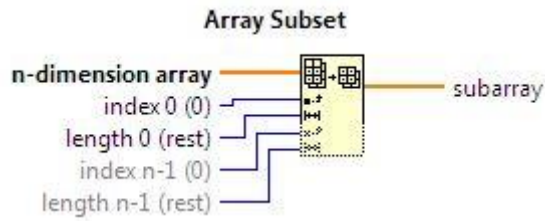


Figura 30. Función extraer un vector.

Al conseguir la nueva tabla objeto de estudio para realizar la integral y calcular la carga, previamente se elimina el off-set del canal de corriente para mejorar la señal de pulso detectada con ayuda de la función “Basic Averaged DC-RMS” figura 31. De ese modo, se realiza la media de los primeros 40 valores anteriores al valle para restarlos a la tabla obtenida anteriormente y así conseguir una mejor integral.

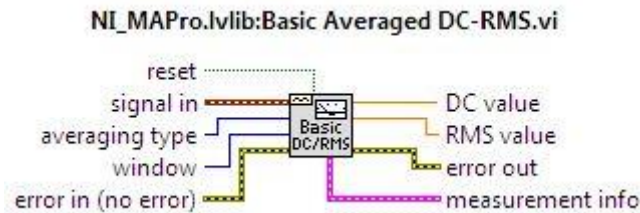


Figura 31. Función para calcular media de valores.

El siguiente paso es pasar los datos de milivoltios a Voltios, dividiendo entre 1000 para pasar de mV a V y $1 \cdot 10^6$ para pasar de V a amperios debido a que esa es la resistencia del canal de medida del osciloscopio y, por lo tanto, la corriente es la tensión medida dividida por esa resistencia. Tras realizar el cambio de unidades, se le indica que vaya haciendo el seguimiento de los pulsos detectados para cada valle, realizando la representación pertinente.

Seguidamente, se pasa a calcular la integral de la corriente obtenida con la función “integral x(t)” (figura 32). A dicha función se le introduce el diferencial de tiempo (que en nuestro caso es la inversa de la frecuencia de muestreo) y el método de integración deseado (se realiza la integral por el método del trapecio).

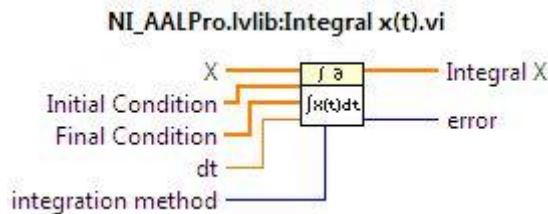


Figura 32. función que realiza la integral de la señal de tensión.

De la función integral se extrae el valor 100 (que es el valor en el que coinciden todos los valores de pulso como el final de la integral) con el cual se obtiene el valor de la carga. Este valor es preferible a utilizar el máximo porque, aunque se ha compensado el offset, este ajuste no es perfecto y el valor máximo puede ser superior al valor real de la integral del pulso. Antes de obtener el valor de carga se ha ido representando para cada valor de pulso la integral del mismo.

A su vez, el bucle se encarga de calcular la fuerza media aplicada en cada valle. Para ello se repite la misma metodología explicada para los valores de corriente. Con la función “array subset” se genera la subtabla con valores de tiempo y fuerza de los datos cercanos al valle encontrado para posteriormente calcular el valor máximo de fuerza realizando la media de esos valores con la función “Basic Averaged DC-RMS”. También se representan los valores de fuerza sobre los que se calcula la media.

Con la media calculada, se procede a restar el off-set calculado de la misma manera que para la corriente; así mismo se realiza el cambio de unidades, pasando de mV a N. Para ello se divide entre la constante del sensor de fuerza (0,24 mV/g), se divide entre 1000 para pasar de gramos a kilogramos y se multiplica por 9,81 para pasar de kg a N.

Tras calcular los valores de carga (los cuales son negativos y hay que pasarlos a valor absoluto) y de fuerza, se realiza la división de los mismos para calcular el valor de d_{33} . Cabe destacar que cada valle es estudiado en 1 segundo al indicarse con la función “Wait” que cada ciclo del bucle se realice en 1000 milisegundos. Este valor sólo se ha fijado a efectos de visualizar los pulsos durante las operaciones para poder controlar que son correctas.

Al finalizar el bucle FOR, se generan en la interface del programa los valores de carga, fuerza y valor de constante para cada uno de los valles encontrados, bien mostrándolo en valores por separado como generando una tabla con todos ellos. También se genera una función para guardar dicho fichero de datos, así como una gráfica que representa cada valor de d_{33} (pC/N) frente a cada valor de fuerza (N). Esto queda reflejado en la figura 33 y la figura 34.

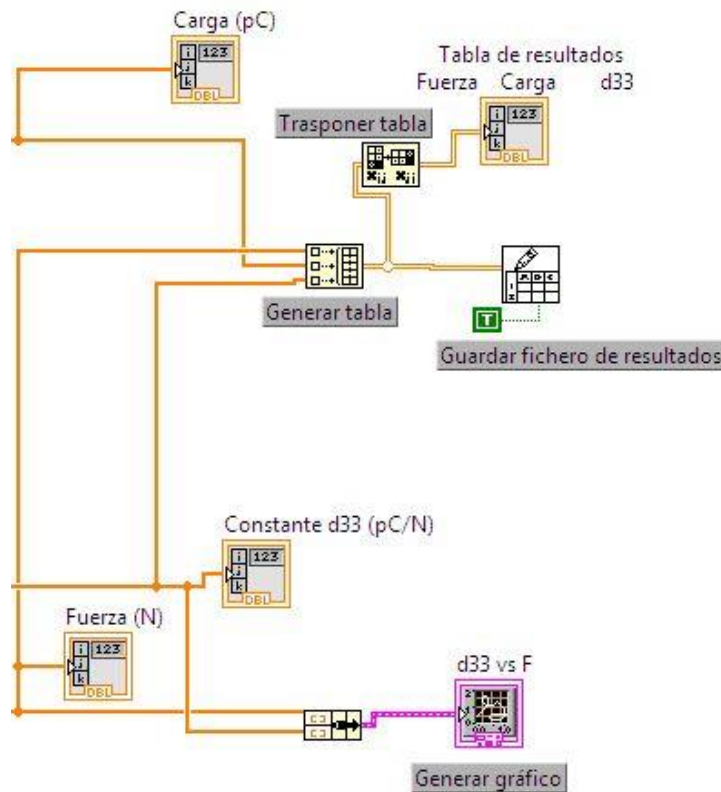


Figura 33. Parte final del bloque de cálculo.

A efectos de forma se ha traspuesto la tabla para mostrar dichos valores en vertical y de ese modo dejar la interfaz principal del programa más ordenada. A parte de la interface principal que muestra tanto la representación de los escalones de fuerza como datos de corriente junto con la tabla con los valores de constante calculados y la representación de valores de d_{33} vs fuerza, se tiene una segunda interface (figura 35) de seguimiento donde aparece tanto la representación de las integrales de corriente para cada pulso detectado como la de fuerza media aplicada, indicándose para cada representación los datos de interés.

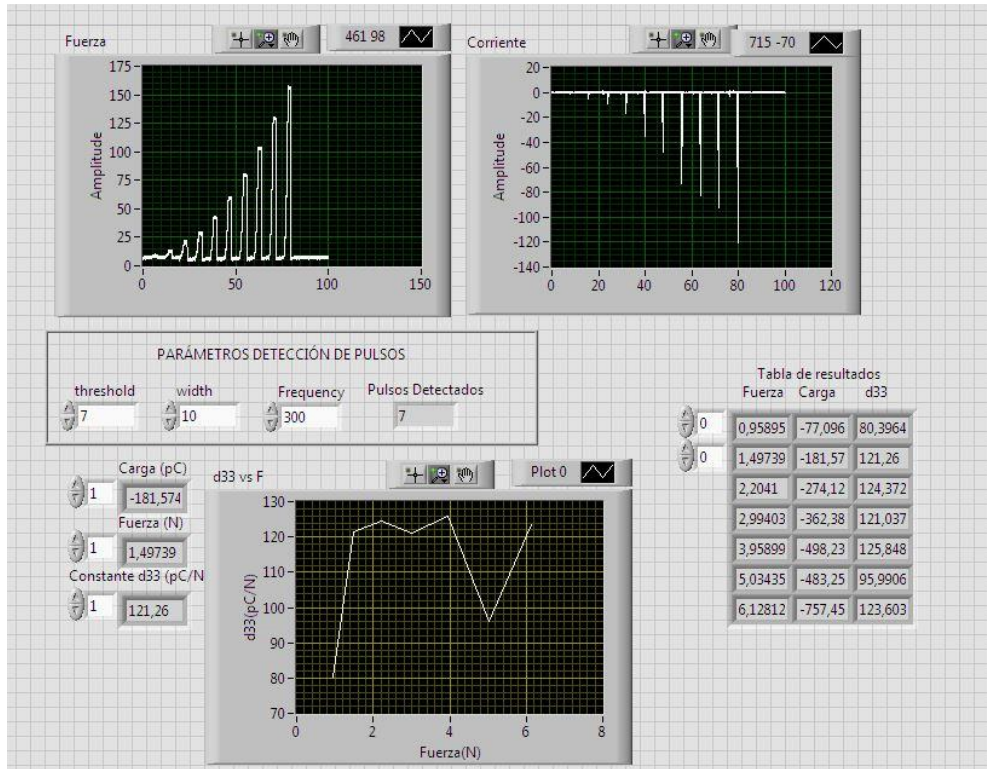


Figura 34. Interface principal del programa de cálculo de d_{33} .

En este panel frontal se deben de introducir los valores umbral (threshold), el ancho (width) y la frecuencia que se desea para que te detecte los pulsos. En cada muestra se irá variando los valores debido a la variabilidad de las medidas.

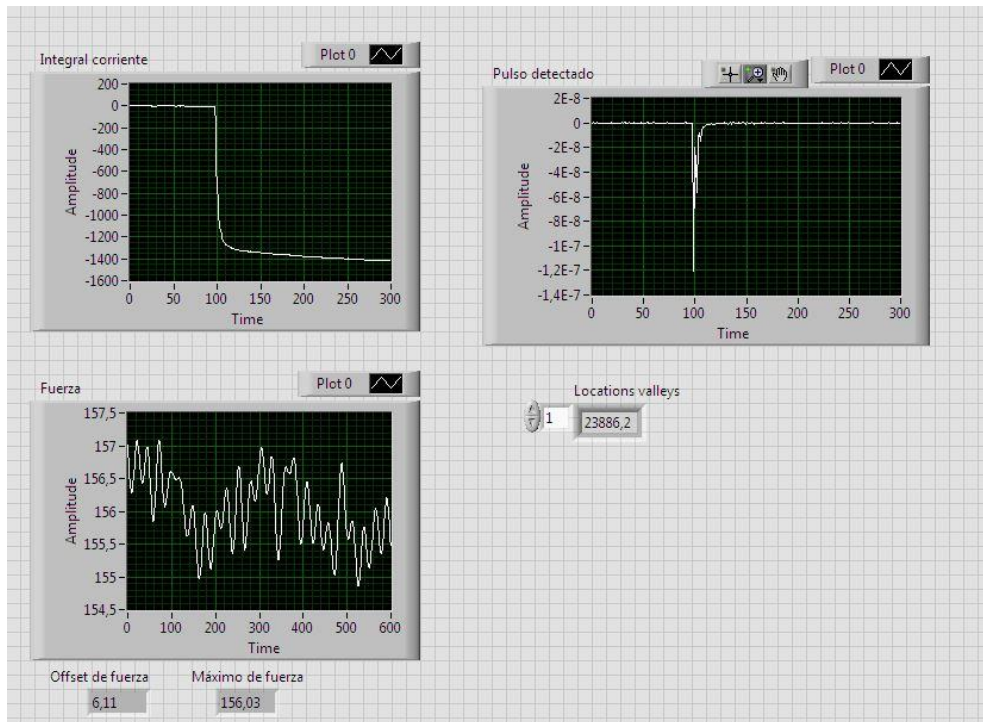


Figura 35. Interface secundaria del programa de cálculo de d_{33} .

CAPÍTULO III. RESULTADOS EXPERIMENTALES

En el siguiente capítulo se procede a presentar los resultados de los experimentos realizados sobre 9 muestras estiradas de polímero espumado PP con un espesor medio de entre 0.09 y 0.12 mm tras ser cargadas a diferentes tensiones. Exactamente se han cargado las tres primeras muestras a 6 kV, otras tres a 8 kV y finalmente otras tres muestras a 10 kV.

Para que el capítulo no resulte repetitivo puesto que se ha realizado el mismo procedimiento para todas las muestras, se va a presentar de forma más extensa los resultados para una de las muestras y solamente los resultados finales para las siguientes muestras.

El sensor de fuerza ha dado problemas durante todas las mediciones debido a efectos rebote del muelle que han generado ruido. Por ello se ha tenido que disminuir el recorrido del actuador para eliminar el ruido en los últimos escalones, lo que ha conllevado una disminución de la fuerza aplicada sobre la muestra que ha pasado a ser de 6 Newton frente a los 12 Newton esperados que es capaz de aplicar el vástago utilizado en el experimento.

Otra consideración a tener en cuenta es que el programa de detección de valles no es capaz de reconocer todos los escalones, quedando los primeros fuera del alcance de cálculo al tratarse de corrientes muy pequeñas y difíciles de detectar. Por eso en ningún caso se han detectado los 10 escalones generados.

Por otra parte, en cada muestra ha variado el momento exacto del escalón, por lo que no se han medido las constantes para los mismos valores de fuerza. Por este motivo, se ha realizado una interpolación de los resultados de constante obtenidos en cada pulso de fuerza detectado para poder comparar cada muestra con los mismos escalones, centrándonos en los escalones de 0,6 N, 1 N, 2 N, 3 N, 4 N, 5 N y 6 N.

Tras obtener las representaciones pertinentes con los valores de constante para cada caso, se aplica el modelo teórico desarrollado en el primer capítulo de la memoria para calcular la densidad de carga de cada muestra.

5. RESULTADO DE EXPERIMENTOS CON DISTINTAS CARGAS APLICADAS

5.1. Muestras cargadas a 6 kV

Se pasa a presentar todos los datos obtenidos en el proceso para la obtención de la constante d_{33} de la muestra 1. Tras haber realizado todo el proceso, se presentarán los resultados finales para las muestras 2 y 3.

Primero, con los datos obtenidos del barrido y carga, se obtienen las gráficas de caída de potencial y el perfil generado en la muestra.

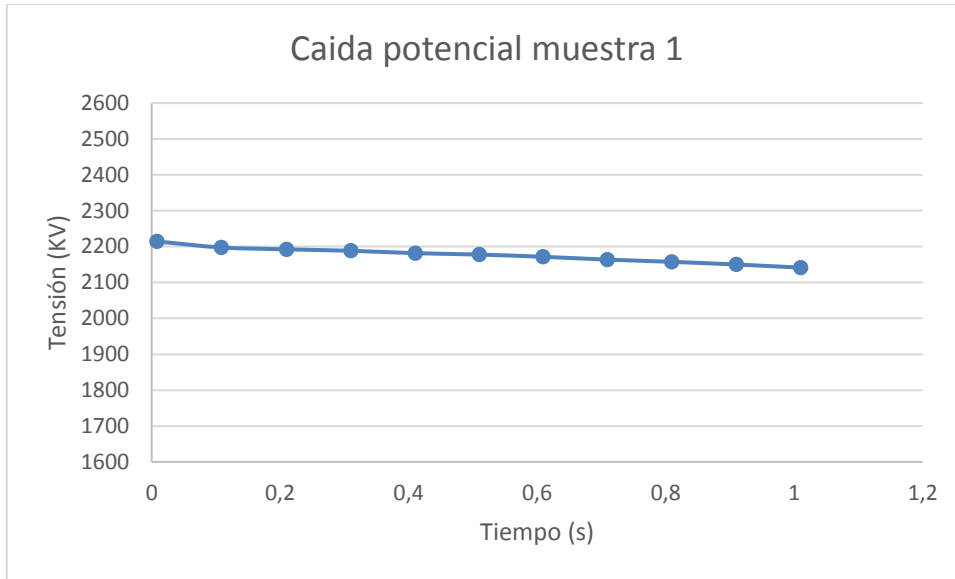


Gráfico 1. Caída de potencial de la muestra 1.

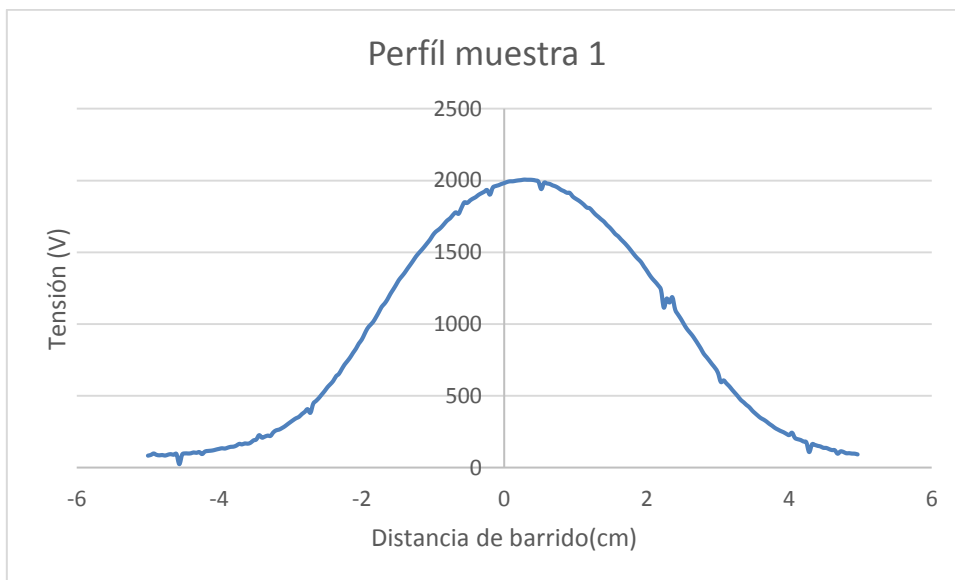


Gráfico 2. Barrido de muestra 1.

Cabe destacar que en la representación del perfil, el eje X presenta valores de longitud negativos, debido a que el programa de Labview considera la mitad de la muestra como el punto medio del barrido, el cual coincide con el cero en el eje. Al realizarse el barrido ambas direcciones de la muestra, aparecen distancias negativas que carecen de sentido físico, pero no son obstáculo para observar que el barrido se ha realizado de manera óptima.

También se observa que a pesar de haber cargado la muestra a 6 kV, tanto en la caída de potencial como en el perfil solo se muestra 2 kV. Esto es debido a que la sonda que realiza el barrido solamente llega a medir 3 kV y no se ha situado lo suficiente cerca de la muestra, ya que el

barrido se realiza para observar que efectivamente la muestra ha sido cargada y no tener que repetir el proceso de carga.

Seguidamente, mediante el procedimiento de cálculo de la d_{33} se representa la interface del Picoscope así como la gráfica que relaciona la d_{33} obtenida para cada pulso de fuerza.

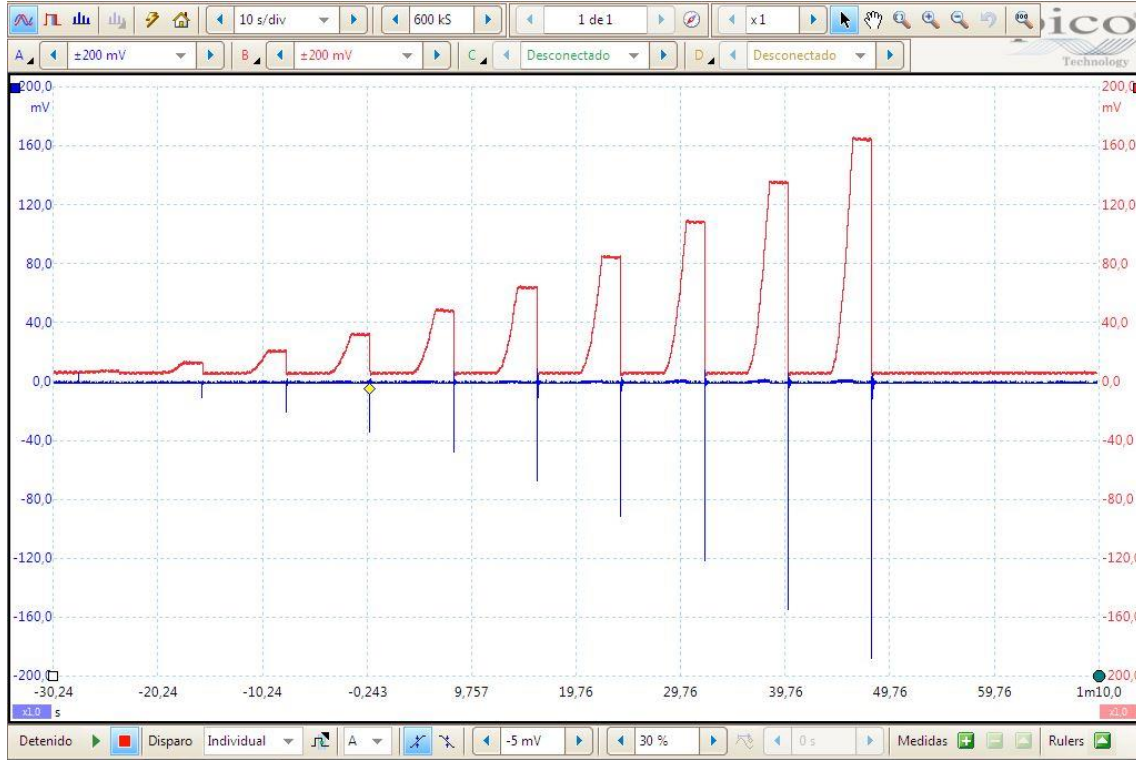


Figura 36. Interface de Picoscope tras realizar los impulsos en muestra ejemplo.

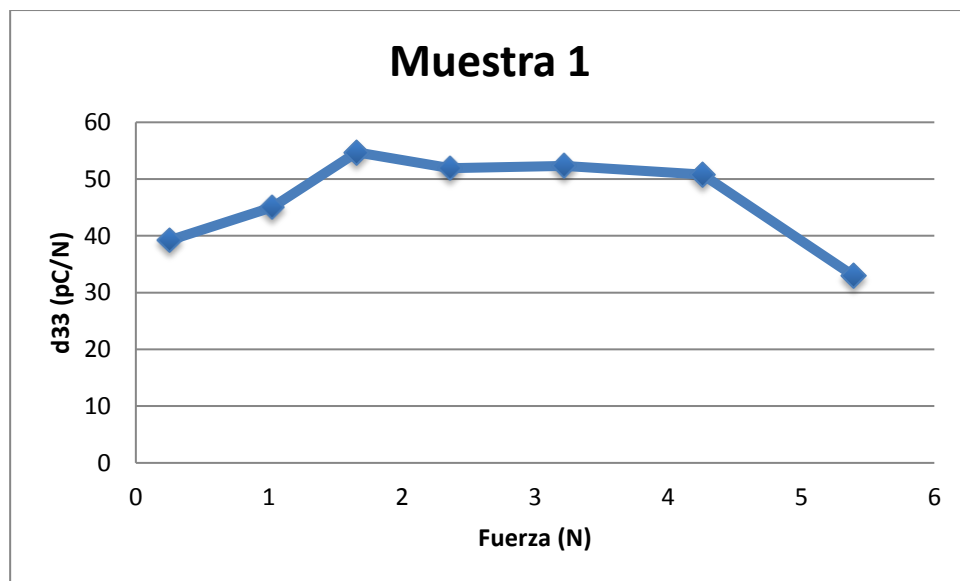


Gráfico 3. Representación de constante para cada pulso de fuerza para la muestra 1.

Para esta primera muestra se han encontrado 7 valles, con sus respectivos valores de d_{33} para cada pulso de fuerza generado.

Se procede a representar los datos finales de las otras dos muestras cargadas a 6 kV y a comentar los resultados obtenidos.

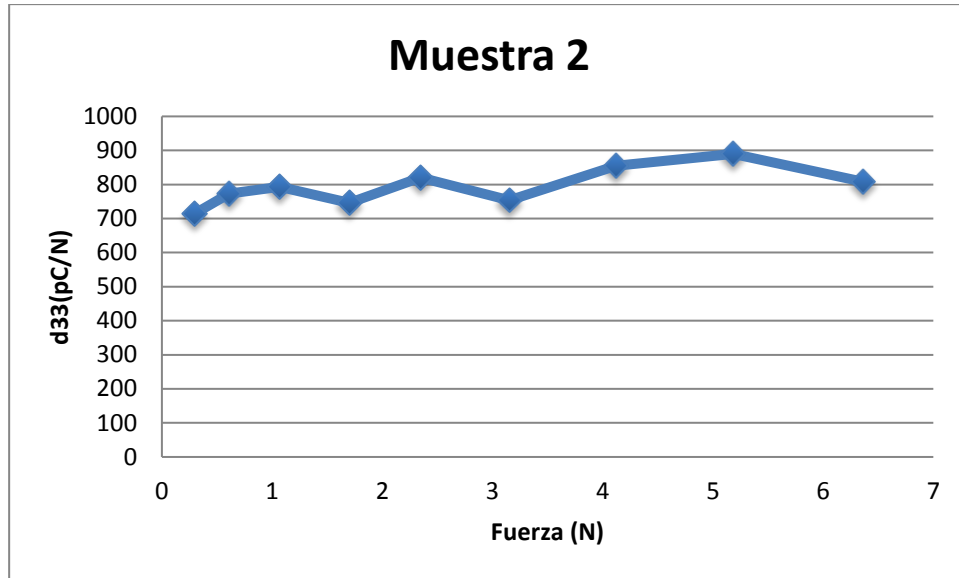


Gráfico 4. Representación de constante para cada pulso de fuerza para la muestra 2.

Al realizar la muestra 2, el programa solo ha sido capaz de encontrar 9 valles. Por otra parte, esta muestra queda desechada al presentar una constante demasiado elevada e imposible de conseguir ya sea por la carga aplicada como por el material del polímero que se estudia.

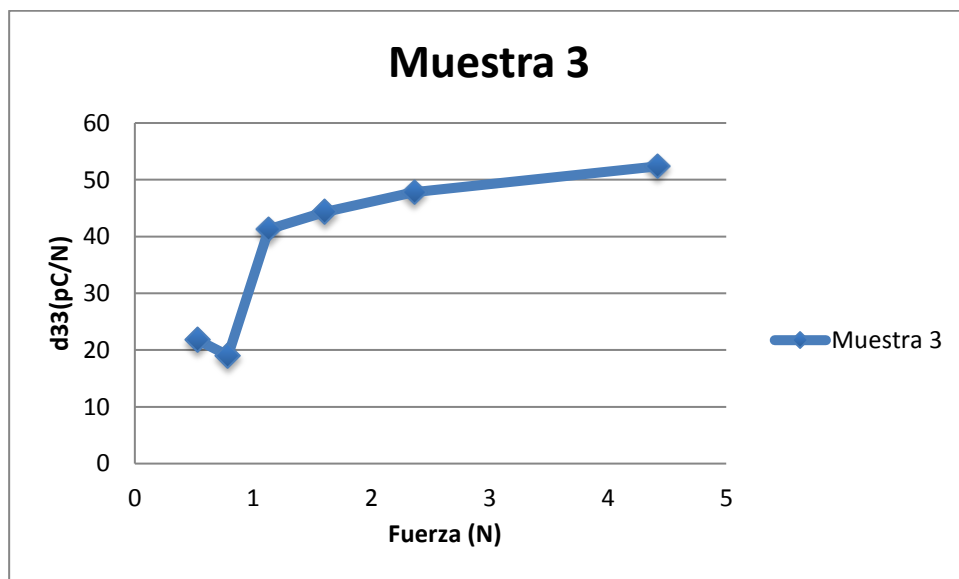


Gráfico 5. Representación de constante para cada pulso de fuerza para la muestra 3.

En este caso, en el gráfico 5 se observan 7 escalones, quedando el sexto descartado como dato anómalo al haberse realizado una mala medición del mismo. A partir de 1 N, al aumentar la fuerza aparece un valor de constante creciente, tal como se espera.

A partir de los datos utilizados para representar los gráficos 3 y 5 (desechando el gráfico 4), se ha realizado el tratamiento de dichos datos mediante interpolación con la finalidad de calcular la constante promedio en cada escalón. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Tabla 3. Interpolación de las constantes a partir de los ficheros obtenidos con el programa de detección de valles para muestras cargadas a 6 kV.

Escalones	Muestra 1	Muestra 3	Media
Fuerza(N)	d_{33} (pC/N)	d_{33} (pC/N)	d_{33} (pC/N)
0,6	41,839	16,826	19,555
1	44,851	32,739	25,863
2	53,368	46,119	33,162
3	52,223	77,169	43,131
4	51,184	67,297	39,494
5	39,149	-	39,149
6	-	-	-

No se ha conseguido llegar a 6 Newton de fuerza en ambas muestras, por lo que no ha sido estudiada la constante para dicho pulso.

Con las d_{33} promedio obtenidas, es posible calcular la d_{33} promedio total de las muestras cargadas a 6 kV.

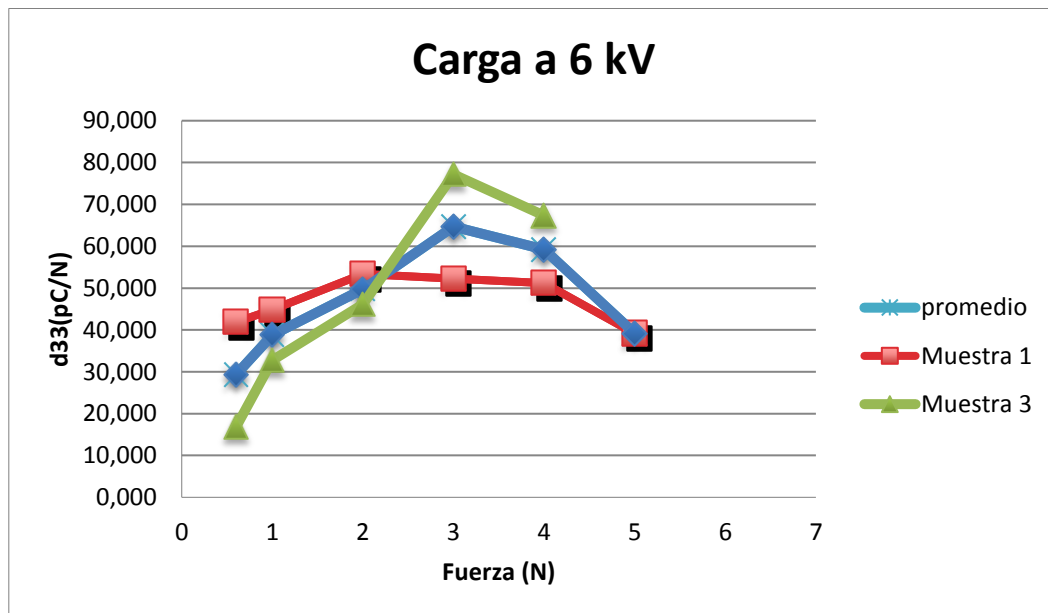


Gráfico 6. Representación de la constante para cada pulso detectado tras realizar el tratamiento de datos para la muestra 1, la muestra 3 y el promedio de ambas para una carga de 6 kV.

5.2. Muestras cargadas a 8 kV.

A continuación, se representan las tres gráficas correspondientes a la muestras cargadas a 8 kV.

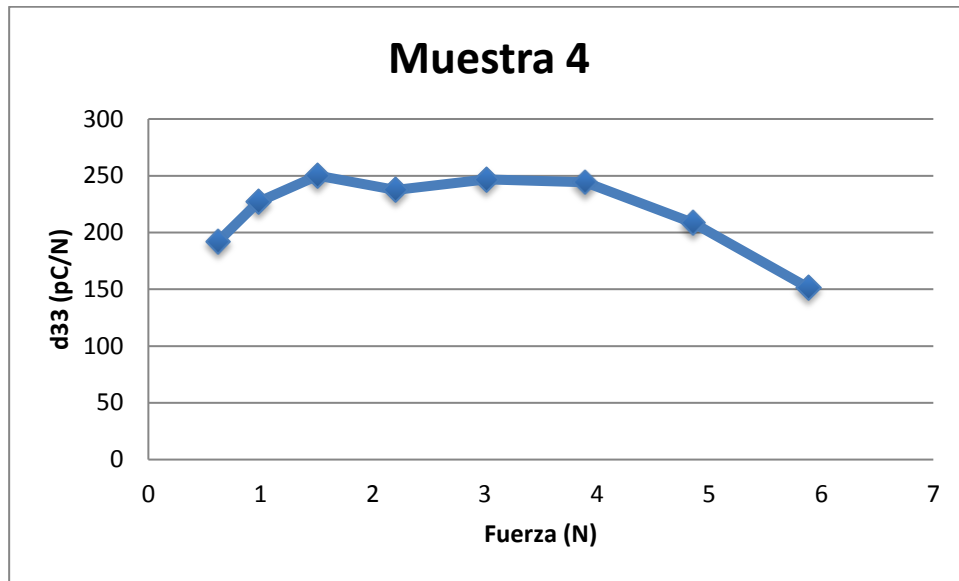


Gráfico 7. Representación de constante para cada pulso de fuerza para la muestra 4.

Se han detectado 8 pulsos, alcanzándose valores de constante entre 200 y 250 pC/N.

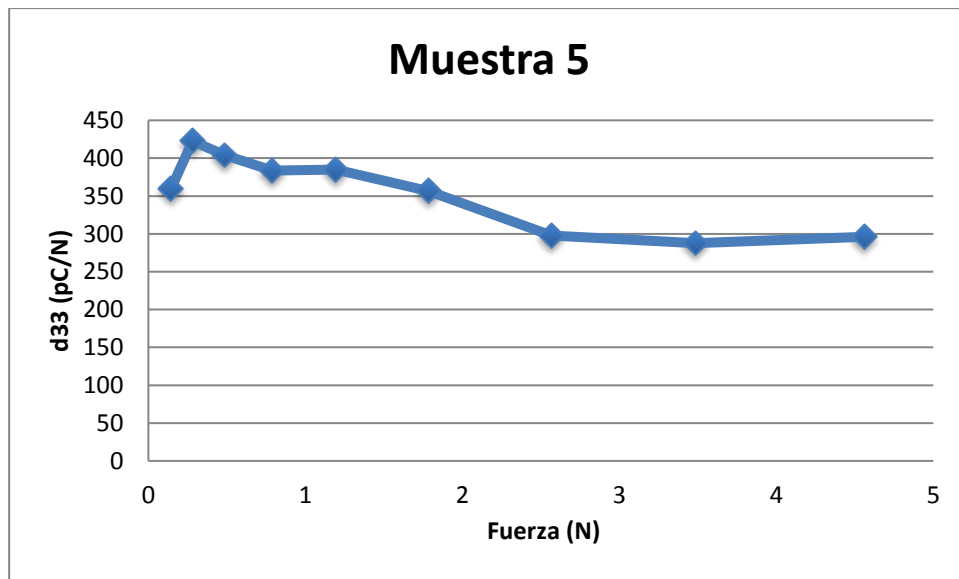


Gráfico 8. Representación de constante para cada pulso de fuerza para la muestra 5.

Han sido detectados 9 pulsos, los cinco primeros con un valor de constante mayor que los cuatro posteriores. Sin embargo, aun obteniéndose 9 pulsos, no se ha conseguido llegar a 5 Newton de fuerza.

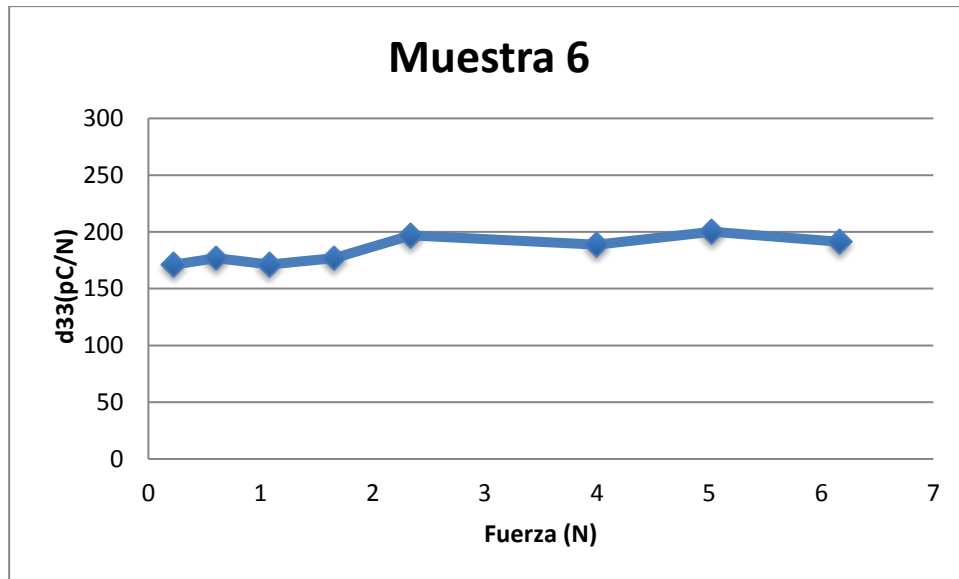


Gráfico 9. Representación de constante para cada pulso de fuerza para la muestra 6.

Se han detectado 8 pulsos, obteniéndose una constante d_{33} entre 150 y 200 pC/N.

Del mismo modo que con las muestras cargadas a 6 kV, se ha realizado la interpolación de los datos para obtener el valor de constante para los mismos escalones de fuerza. Se representan los datos en la siguiente tabla:

Tabla 4. Interpolación de las constantes a partir de los ficheros obtenidos con el programa de detección de valles para muestras cargadas a 8 kV.

Escalones	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6	Media
Fuerza(N)	d33(pC/N)	d33(pC/N)	d33(pC/N)	d33(pC/N)
0,6	192,000	396,446	176,900	255,115
1	227,847	384,301	172,269	261,472
2	241,141	340,488	186,902	256,177
3	246,575	293,113	193,675	244,454
4	240,464	302,018	188,904	243,795
5	200,446	-	199,874	200,160
6	171,874	-	192,571	182,222

Como se ha comentado anteriormente, en la muestra 5 no se alcanzan los 5 Newton de fuerza, por lo que no se puede realizar la interpolación en esos puntos. Igualmente se ha calculado la media con los datos proporcionados por las otras muestras.

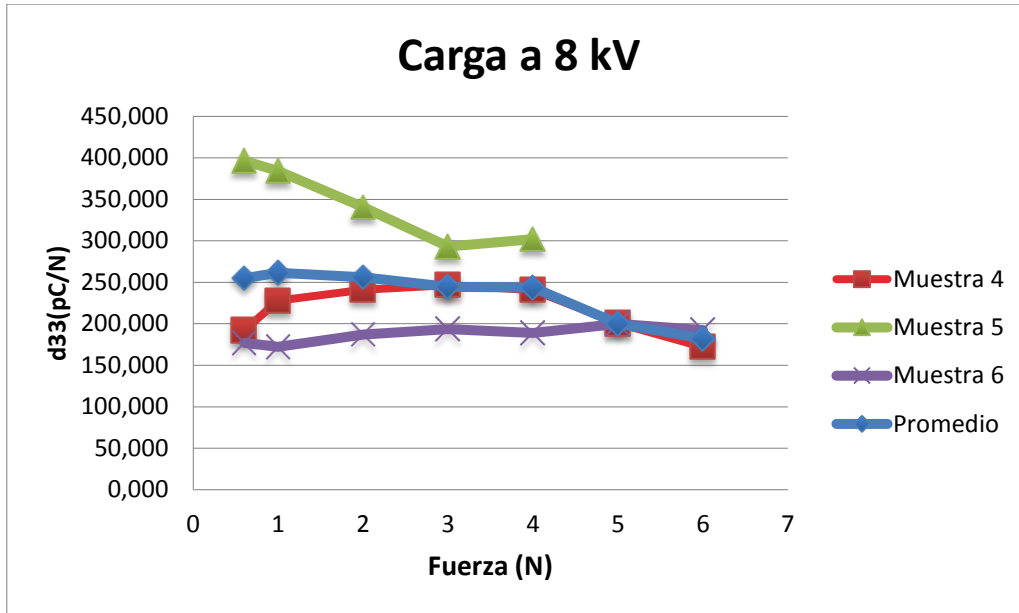


Gráfico 10. Representación de la constante para cada pulso detectado tras realizar el tratamiento de datos para las muestras 4, 5 y 6 y el promedio de ambas para una carga de 8 kV.

Comparando el promedio con el resto de muestras, se observa que la muestra 5 ha generado mayor carga eléctrica para los primeros pulsos de fuerza, aumentando los valores de constante al realizar la media.

5.3. Muestras cargadas a 10 kV.

A continuación, se representan las tres gráficas correspondientes a las muestras cargadas a 8 kV.

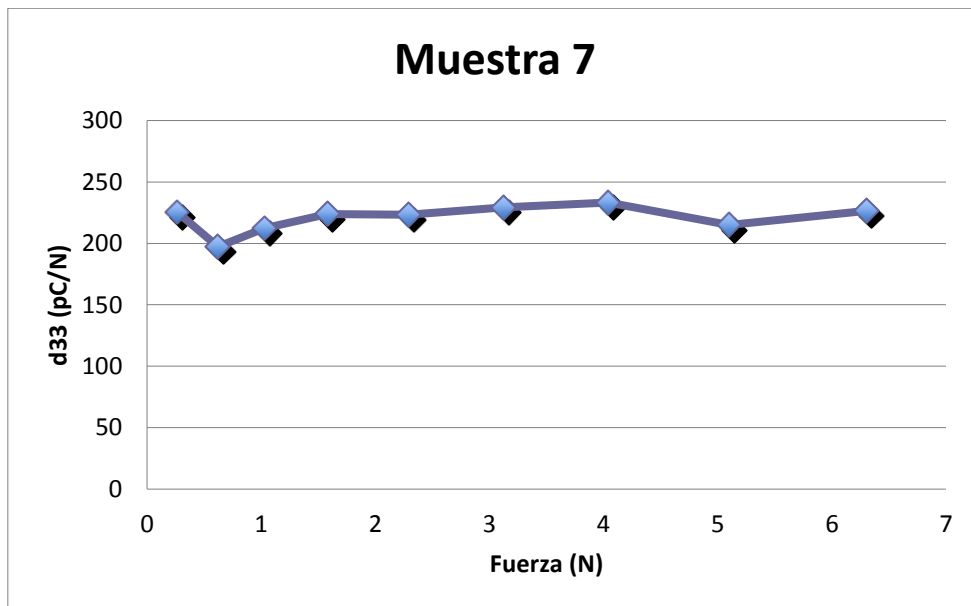


Gráfico 11. Representación de constante para cada pulso de fuerza para la muestra 7.

Se aprecian 9 valles encontrados para la muestra 7 con los cuales se han calculado los resultados de constante observados en el gráfico 9. En este caso, la relación constante-fuerza es razonablemente lineal.

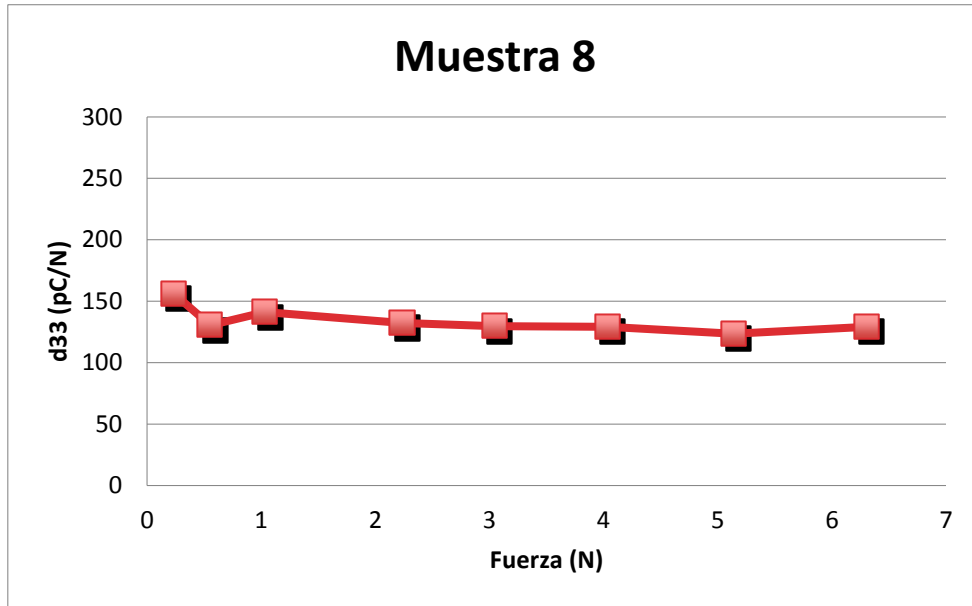


Gráfico 12. Representación de la constante d_{33} para cada pulso de fuerza para la muestra 8.

En este caso se han encontrado 8 valles y sigue apareciendo cierta linealidad entre los valores de constante y fuerza, observándose valores cercanos a 150 pC/N.

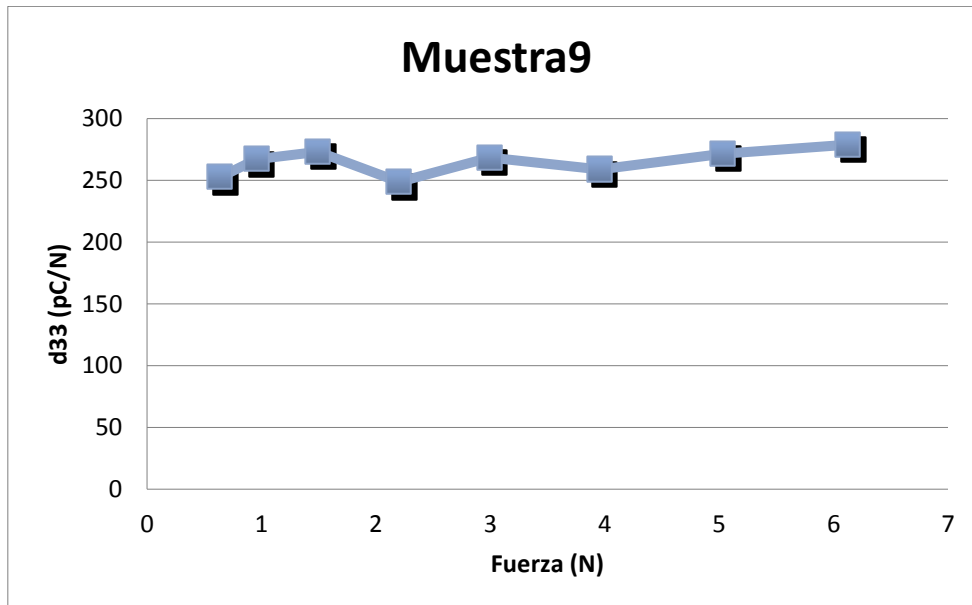


Gráfico 13. Representación de la constante d_{33} para cada pulso de fuerza para la muestra 9.

Aparecen 8 valles para la última muestra estudiada, con valores que rondan los 250 pC/N.

Repitiendo el procedimiento anterior, se interpolan los valores de d_{33} y fuerza para cuadrar los escalones en cada muestra, obteniendo la siguiente tabla:

Tabla 5. Interpolación de las constantes a partir de los ficheros obtenidos con el programa de detección de valles para muestras cargadas a 10 kV.

Escalones	Muestra 7	Muestra 8	Muestra 9	Media
Fuerza(N)	d33(pC/N)	d33(pC/N)	d33(pC/N)	d33(pC/N)
0,6	198,942	131,603	252,624	194,390
1	211,148	140,573	267,532	206,418
2	223,588	134,153	255,803	204,515
3	222,948	129,773	268,496	207,072
4	233,067	129,221	258,331	206,873
5	216,752	124,290	271,190	204,077
6	223,495	127,692	278,038	209,742

En las tres muestras cargadas a 10.000 V se ha llegado a los 6 Newtons aplicados, por lo que ha sido posible interpolar para sacar la d_{33} correspondiente.

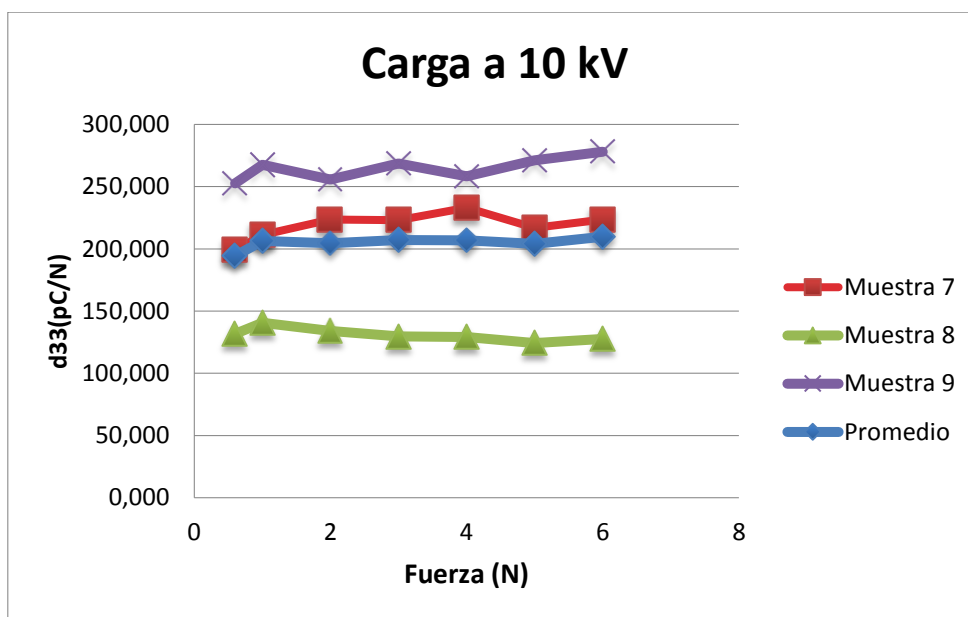


Gráfico 14. Representación de la constante para cada pulso detectado tras realizar el tratamiento de datos para las muestras 7, 8 y 9 y el promedio de ambas para una carga de 10 kV.

Pese a ser representaciones con una cierta linealidad, el rango de valores de constante no presenta similitud entre las muestras, observándose prácticamente el doble de valor de d_{33} al comparar la muestra 9 y la 8.

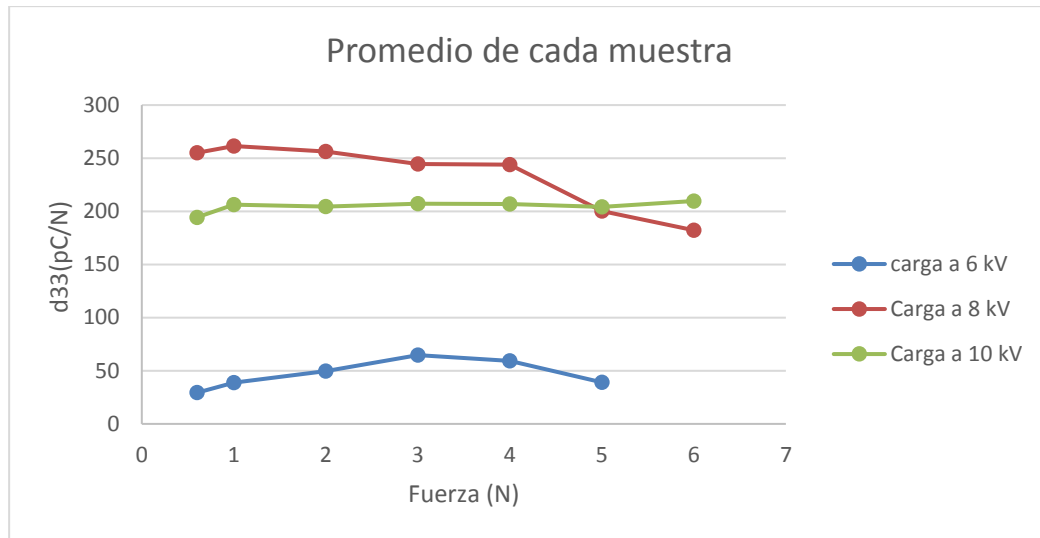


Gráfico 15. Representación del promedio de valores de constante piezoeléctrica en cada pulso de fuerza para las distintas cargas realizadas.

Observando el resultado final de promedios de d_{33} se tiene que al aumentar el campo eléctrico la señal de corriente emitida por el piezoeléctrico aumenta, llegando a constantes sobre 250 pC/N.

Por otra parte, no se han conseguido los resultados esperados tanto en la carga de muestras a 8 kV como en la de 10 kV, ya que se ha obtenido una mayor constante al realizar la carga a 8 kV que a 10 kV. Esto es debido posiblemente a un error en el posicionamiento del vástago que aplica la fuerza, pues es preciso que se sitúe centrado en el valor máximo de tensión (gráfico 2).

Tras los resultados obtenidos, se propone un barrido de la muestra mientras se realiza la medida de d_{33} con el objetivo de asegurar el correcto posicionamiento del vástago en el montaje de medida.

6. MODELO MATEMÁTICO. CÁLCULO DE LA DENSIDAD DE CARGA SUPERFICIAL.

En este apartado se ha calculado la densidad de carga media estimada a partir de un modelo teórico matemático siguiendo la simplificación mostrada en la figura 38.

Al observar el comportamiento de los micrófonos de electret (figura 37), los cuales se basan en el principio de funcionamiento en el cual el aire y el material aislante se encuentran separados, se aprecia similitud con los polímeros espumados estudiados.

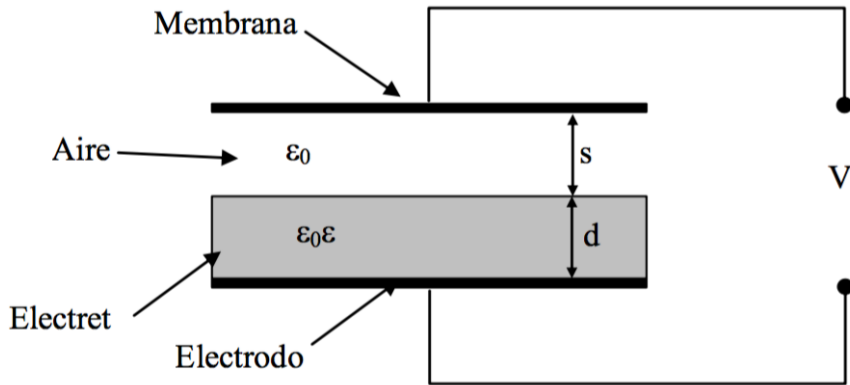


Figura 37. Ejemplo de micrófono de electret [14].

Es posible demostrar que al aparecer diferencias de espesor en el aire debidas a vibraciones de la membrana conlleva una variación de la tensión media en bornes del sistema. Esta relación es la siguiente:

$$\Delta U = \frac{d\sigma}{\epsilon_0 \cdot (\epsilon s + d)} \cdot \Delta s \quad \text{Ecuación 3}$$

Para la ecuación 3, ΔU es la variación de tensión, σ es la densidad de carga eléctrica en la superficie, ϵ_0 corresponde con la permitividad del vacío, ϵ es la permitividad del propio polímero, d se refiere al espesor del polímero y s al espesor de la capa de aire. Al tratarse de un polímero espumado, las capas de aire ya se encuentran en su interior, por tanto no es necesario incluirlas como es el caso del micrófono de electret.

Es posible realizar la siguiente simplificación de las capas que forman el polímero para así plantear un modelo teórico eléctrico coherente. Como se muestra en la figura 38, las capas de aire deben de ser más largas en el eje X que en el eje Z [17]; **Error! No se encuentra el origen de la referencia..**

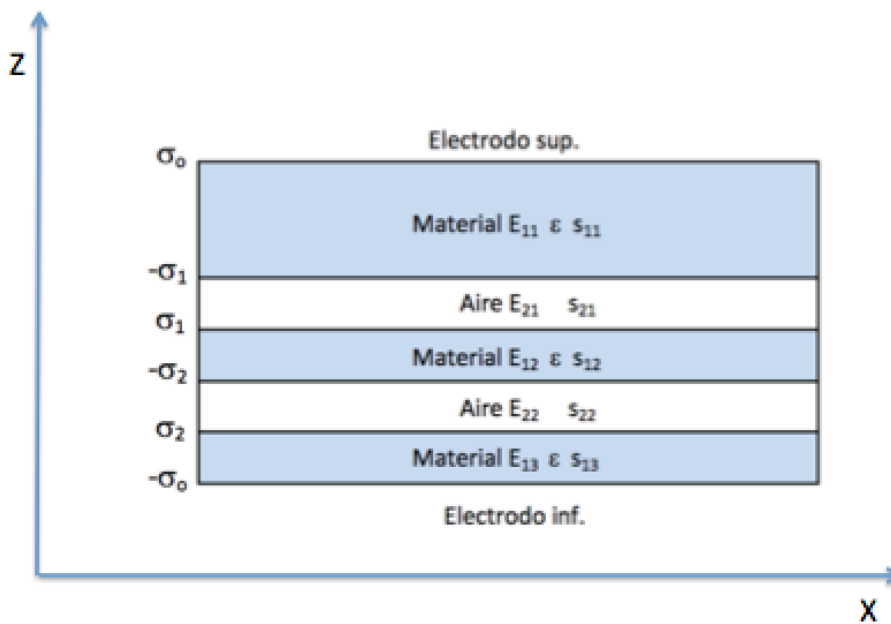


Figura 38. Simplificación de las capas de polímero espumoso [14].

Con la ayuda de la ecuación de Gauss para el flujo campo eléctrico (θE), se obtiene la siguiente expresión:

$$\theta E = \oint_s E \cdot dS \quad \text{Ecuación 4.}$$

En ésta última ecuación, E corresponde con el campo eléctrico que atraviesa un diferencial de superficie (dS). A partir de la ecuación 4 y de la 2^{da} Ley de Kirchhoff (ecuación 5), se obtiene la siguiente expresión:

$$\sum_n V_n = 0 \quad \text{Ecuación 5.}$$

$$-\varepsilon \cdot E_{1i} \cdot S + \varepsilon_0 \cdot E_{2j} = \sigma_i \cdot S \quad \text{Ecuación 6.}$$

Siendo E_{1i} el campo eléctrico en el material, E_{2j} el campo eléctrico en el aire, S el espesor total de la muestra, ε_0 la permitividad del vacío, ε la permitividad del material y σ_i la densidad de carga superficial que presenta la muestra.

Con la ecuación 6 se obtiene la expresión para el cálculo del campo eléctrico en el aire.

$$E_{2j} = \frac{\sigma_i}{\varepsilon_0} + \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} \cdot E_{1i} \quad \text{Ecuación 7.}$$

Siendo $\varepsilon/\varepsilon_0$ la permitividad relativa ε_r . Teniendo en cuenta las demás capas del material y con respecto a la 2^{da} Ley de Kirchhoff, se obtiene:

$$\sum_i S_{1i} \cdot E_{1i} + \sum_i S_{2i} \cdot E_{2i} = 0 \quad \text{Ecuación 8.}$$

Introduciendo la ecuación 7 en la 8 y ordenando los distintos términos, se obtiene la expresión del campo eléctrico en el material:

$$E_{2i} = \frac{-\sum_j S_{2j} \cdot \sigma_j}{-\left[\varepsilon_0(S_{1j} + S_{2j} \cdot \varepsilon_r)\right]} \quad \text{Ecuación 9.}$$

Tras obtener la ecuación del campo eléctrico del material, se obtiene la del campo eléctrico en el aire:

$$E_{2i} = \frac{-\sum_j S_{2j} \cdot \sigma_j}{\frac{\sigma_i}{\varepsilon_0} \left[\varepsilon_0(S_{1j} + S_{2j} \cdot \varepsilon_r)\right]} \quad \text{Ecuación 10.}$$

Al tratarse del modelo representado en la figura 38, se deduce lo siguiente:

$$S_1 = \sum_i S_{1i} ; S_2 = \sum_i S_{2i} \quad \text{Ecuación 11.}$$

Por tanto, con las ecuaciones 9 y 10 se obtiene el campo eléctrico de cada una de las capas de la muestra.

Además, la densidad de carga eléctrica del electrodo superior se obtiene mediante la siguiente expresión:

$$\sigma_0 = -\varepsilon_0 \cdot \varepsilon \cdot E1 \quad \text{Ecuación 12.}$$

Introduciendo la ecuación 9 en la expresión de la ecuación 12, se obtiene:

$$\sigma_0 = \frac{\varepsilon \cdot \sum_j S_{2j} \cdot \sigma_j}{(S_{1j} + S_{2i} \cdot \varepsilon)} \quad \text{Ecuación 13.}$$

La densidad de carga obtenida en la ecuación 13 es la que aparece al producirse un cambio de espesor tras aplicar una fuerza sobre la muestra. Dicha fuerza causa la compresión de las capas de aire que contienen la carga, por lo que al carga está controlada por las diferencias de espesor $\delta\sigma_0/\delta S_2$. Como $\delta S_{2i}/\delta S_2 = S_{2i}/S_2$, realizando el desarrollo de la ecuación 13 se obtiene:

$$\frac{\delta\sigma_0}{\delta S_2} = \frac{\varepsilon \cdot \left[\left(\sum_j \frac{S_{2j}}{S_2} \cdot \sigma_j \right) \cdot (S_1 + S_2 \cdot \varepsilon) - \sum_j S_{2j} \cdot \sigma_j \right]}{(S_{1j} + S_{2i} \cdot \varepsilon)^2} \quad \text{Ecuación 14.}$$

Operando se tiene:

$$\frac{\delta\sigma_0}{\delta S_2} = \frac{\varepsilon \cdot S_{1j} \cdot \sum_j S_{2j} \cdot \sigma_j}{S_2 \cdot (S_1 + S_2 \cdot \varepsilon)^2} \quad \text{Ecuación 15.}$$

Para este modelo cuasi estático y de circuito cerrado se cumple la siguiente relación:

$$\frac{\Delta S_2}{S_2} = \frac{\Delta P}{Y} \quad \text{Ecuación 16.}$$

En la ecuación 16, ΔP es el incremento de presión aplicado relacionado con la variación de espesor producida en los poros y la Y es el módulo de Young del plástico. Sabiendo esto, se puede obtener la expresión de la constante d_{33} para el modelo de n capas a estudiar.

$$d_{33} = \frac{\Delta\sigma_0}{\Delta S_2} = \frac{\Delta\sigma_0}{\Delta S} \frac{S}{Y} \quad \text{Ecuación 17.}$$

$$d_{33} = \frac{\varepsilon \cdot S}{Y} \cdot \frac{S_1 \cdot \sum_j S_{2j} \cdot \sigma_j}{S_2 \cdot (S_1 + S_2 \cdot \varepsilon)^2} \quad \text{Ecuación 18.}$$

De este modo se logra relacionar la constante piezoeléctrica d_{33} con la densidad de carga σ_j del material polimérico poroso.

El modelo de “n” capas mostrado en la figura 40 se aproxima a un modelo de dos capas, de modo que la densidad de carga es igual en cada una de las capas mencionadas. Por tanto, es posible sacar σ_j como constante del sumatorio en la ecuación 18 y S_{2j} pasa a ser el espesor total del aire en el poro del material.

Se despeja σ_j de la ecuación 18, obteniendo la densidad de carga media estimada de los electrodos en la muestra.

$$\sigma_j = \frac{d_{33} \cdot Y}{\varepsilon \cdot S} \cdot \frac{(S_1 + S_2 \cdot \varepsilon)^2}{S_1 \cdot S_2} \quad \text{Ecuación 19.}$$

Se ha utilizado como valor teórico aproximado la permitividad relativa así como el módulo de Young de 2 y 0,3 MPa respectivamente (valores calculados por D. Gustavo Ortega Braña en su tesis [9]) para el caso del polímero espumado PP.

Las muestras se han estirado con un espesor total medio de $S = 100 \mu\text{m}$, siendo el espesor de aire $S_2 = 60 \mu\text{m}$ y el espesor del polímero $S_1 = 40 \mu\text{m}$, ya que el material posee un 60 % de porosidad.

Tabla 6. Valores de densidad de carga σ_j ($\mu\text{C}/\text{m}^2$) promedio para los tres experimentos realizados.

Carga	d_{33} (pC/N)	ε	Y (Mpa)	S_1 (μm)	S_2 (μm)	S (μm)	σ_j ($\mu\text{C}/\text{m}^2$)
6.000 kV	45,170	2	0,3	40	60	100	43,363
8.000 kV	232,878	2	0,3	40	60	100	223,563
10.000 kV	204,675	2	0,3	40	60	100	196,488

Es un dato importante para caracterizar al piezoeléctrico, ya que sin éste procedimiento teórico no es posible obtener la densidad de carga. Dicho valor es útil para comparar el polímero PP con otros materiales de distinto espesor o distinta porosidad a la hora de fabricar dispositivos piezoeléctricos.

CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES

Tras la realización del trabajo se ha llegado a las siguientes conclusiones:

- Se ha logrado convertir el polímero espumado PP en un dispositivo piezoeléctrico mediante su tratamiento.

- Se han obtenido las constantes piezoeléctricas para cada experimento realizado, observándose una diferencia entre los resultados obtenidos y esperados, al obtenerse una constante piezoeléctrica mayor para las muestras cargadas a 8 kV que a 10 kV. Posiblemente, esto es debido a una mala posición del sensor de fuerza, que no ha presionado sobre el punto más alto de la distribución de tensión en la muestra.


- Se ha mejorado el banco de medida existente, implementando con éxito un nuevo código en Labview para facilitar el cálculo de la constante piezoeléctrica, modificando los pulsos de fuerza usados con anterioridad.

- Mediante un modelo teórico ha sido posible conocer la densidad de carga de las muestras, cosa que no es posible de saber de otra forma al encontrarse en el interior de las mismas.

CAPÍTULO V. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Jose A. Giacometti and Osvaldo N. Oliveira Jr. "Corona Charging of polymer".
- [2] Shaul Katzir. The beginnings of piezoelectricity, a study in mundane physics, Boston studies in philosophy of science, 2006.
- [3] J Sánchez-Barricarte, Disposición de capas constituyentes de estructuras multicapa con funciones controlables eléctricamente, Trabajo académico curso 2005/2006 Depto. De Física Aplicada, Universidad de Zaragoza.
- [4] W. Heywang, K. Libitz, W. Wersing. "Piezoelectricity evolution and future of a technology. Springer series in materials" 114, November 2008.
- [5] S. Bauer, R. Gerhard-Multhaupt, and G. M. Sessler, "Ferroelectrets: Soft electro active foams for transducers," Phys. Today, vol. 57, no. 2, pp. 37–43, Feb. 2004.
- [6] H. Lee, S. Zhang, Y. Bar-Cohen, and S. Sherrit, "High Temperature, High Power Piezoelectric Composite Transducers," Sensors, vol. 14, no. 8, pp. 14526–14552, Aug. 2014. <http://dx.doi.org/10.3390/s140814526>.
- [7] K. S. Ramadan, D. Sameoto and S. Evoy. "A Review of: 'Energy Scavenging for Wireless Sensor Networks with Special Focus on Vibrations,'" International Journal of Distributed Sensor Networks, vol. 2, no. 2, pp. 189–190, 2006. <http://dx.doi.org/10.1080/15501320500354794>.
- [8] C.-C. Hong, S.-Y. Huang, J. Shieh, and S.-H. Chen, "Enhanced Piezoelectricity of Nanoimprinted Sub-20 nm Poly(vinylidene fluoride–trifluoroethylene) Copolymer Nanograss," Macromolecules, vol. 45, no. 3, pp. 1580–1586, Feb. 2012. <http://dx.doi.org/10.1021/ma202481t>.
- [9] J. Y.-H. Kim, A. Cheng, and Y.-C. Tai, "Parylene-C as a piezoelectric material," 2011 IEEE 24th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Jan. 2011. <http://dx.doi.org/10.1109/memsys.2011.5734464>.
- [10] Thein Kyu. Polyolefin Blends. 2008.
- [11] http://www.nisenet.org/sites/default/files/catalog/uploads/spanish/12194/electricsqueeze_images_13nov13_sp.pdf
- [12] G. M. Sessler and J. Hillenbrand, "Electromechanical response of cellular electret films," Appl. Phys. Lett., vol. 75, no. 21, p. 3405, 1999. <http://dx.doi.org/10.1063/1.125308>.
- [13] J. Hillenbrand and G. M. Sessler, "Piezoelectricity in cellular electret films," IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, vol. 7, no. 4, pp. 537–542, 2000. <http://dx.doi.org/10.1109/94.868074>.
- [14] D. Gustavo Ortega Braña y Dr. D. Pedro Llovera Segovia. "Optimización de la activación eléctrica y de la respuesta piezoeléctrica de los polímeros espumados y modelización de los procesos electrostáticos internos" Enero del 2016.
- [15] M. Lindner, H. Hoislbauer, R. Schwodiauer, S. Bauer-Gogonea, and S. Bauer, "Charged cellular polymers with 'ferroelectretic' behavior," IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, vol. 11, no. 2, pp. 255–263, Apr. 2004. <http://dx.doi.org/10.1109/tdei.2004.1285895>.
- [16] J. Hillenbrand and G. M. Sessler, "High-sensitivity piezoelectric microphones based on stacked cellular polymer films (L)," The Journal of the Acoustical Society of America, vol. 116, no. 6, p. 3267, 2004. <http://dx.doi.org/10.1121/1.1810272>.
- [17] X. Zhang, J. Hillenbrand, and G. M. Sessler, J.Phys.D <https://doi.org/JPAPBE> <https://doi.org/10.1088/0022-3727/37/15/015> **37**, 2146 (2004).

ANEXOS. FICHA DE SEGURIDAD ARGÓN

	FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD	Página : 1 de 9
		Edición revisada (*) Nº : 7
		Fecha : 25 / 2 / 2016
Argón / Arcal™ 1 /Alphagaz™ 1 Argón / Alphagaz™ 2 Argón / Argón Industrial / Argon HP ICP		003A-1



Atención



SECCIÓN 1. Identificación de la sustancia o la mezcla y de la sociedad o la empresa

1.1. Identificador del producto

Nombre comercial : Argón / Arcal™ 1 /Alphagaz™ 1 Argón / Alphagaz™ 2 Argón / Argón Industrial / Argon HP ICP

Número de la Ficha de Datos de Seguridad : 003A-1

Descripción Química : Argón
Nº CAS :7440-37-1
Nº EC :231-147-0
Nº índice :---

Número de registro : Figura en la lista del Anexo IV / V de REACH, exento de solicitud de registro.

Fórmula química : Ar

1.2. Usos pertinentes identificados de la sustancia o de la mezcla y usos desaconsejados

Usos aplicables identificados : Gas purgante, gas disolvente, gas inertizante.
Industrial y profesional.Llevar a cabo evaluación de riesgo antes de usar.
Gas de ensayo / gas de calibrado. Uso en laboratorio. Purgado.
Gas de protección en procesos de soldadura.
Usado para la fabricación de componentes electrónicos/fotovoltaicos.
Para mayor información sobre su uso contactar con el suministrador.

Usos desaconsejados : Sin datos disponibles.

1.3. Datos del proveedor de la ficha de datos de seguridad

Identificación de la Compañía (*) : AL AIR LIQUIDE ESPAÑA S.A.
Pº DE LA CASTELLANA, 79
28046 MADRID (ESPAÑA)


E-mail:e-business.ALE@airliquide.com
www.airliquide.es

Dirección e-mail (persona competente): e-business.ALE@airliquide.com

1.4. Teléfono de emergencia

Teléfono de emergencia [24h] : : +34 91 502 9300

Figura 39. Hoja 1 de la ficha de seguridad del Argón

	FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD	Página : 2 de 9
		Edición revisada (*) N° : 7
		Fecha : 25 / 2 / 2016
Argón / Arcal™ 1 /Alphagaz™ 1 Argón / Alphagaz™ 2 Argón / Argón Industrial / Argon HP ICP		003A-1

SECCION 2. Identificación de los peligros

2.1. Clasificación de la sustancia o de la mezcla

Clase y categoría de riesgo, Código de Normativa CE 1272/2008 (CLP)

- Peligros físicos : Gases a presión - Gases comprimidos - Atención - (CLP : Press. Gas Comp.) - H280

2.2. Elementos de la etiqueta

Normativa de Etiquetado CE 1272/2008 (CLP)

- Pictogramas de peligro



- Código de pictogramas de peligro : GHS04
- Palabra de advertencia : Atención
- Indicación de peligro : H280 - Contiene gas a presión; peligro de explosión en caso de calentamiento.
- Consejos de prudencia - Almacenamiento : P403 - Almacenar en un lugar bien ventilado.

2.3. Otros peligros

- : Asfixiante a altas concentraciones.

SECCION 3. Composición/información sobre los componentes

3.1. Sustancia / Mezcla

Sustancia.

Nombre del componente	Contenido	Nº CA 3 Nº EC Nº Índice Nº de Registro	Clasificación(DSD)	Clasificación(CLP)
Argón	: 100 %	7440-37-1 231-147-0 ----- * 1	No clasificado (DSD)	Press. Gas Comp. (H280)

- No contiene otros componentes o impurezas que puedan influir en la clasificación del producto.
- * 1: Figura en la lista del Anexo IV / V de REACH, exento de solicitud de registro.
- * 2: No ha expirado el plazo límite de solicitud de registro.
- * 3: No exige su registro. Sustancias fabricadas o importadas < 1t/y.
- Texto completo de Frases-R, véase capítulo 16. Texto completo de declaraciones-H, véase capítulo 16.
- Para saber la composición exacta del producto consultar las especificaciones técnicas de Air Liquide.

SECCION 4. Primeros auxilios

4.1. Descripción de los primeros auxilios


- Inhalación : Retirar a la víctima a un área no contaminada llevando colocado el equipo de respiración autónoma. Mantener a la víctima caliente y en reposo. Llamar al doctor. Aplicar la respiración artificial en caso de parada respiratoria.
- Contacto con la piel : No se esperan efectos adversos de este producto.
- Contacto con los ojos : No se esperan efectos adversos de este producto.
- Ingestión : La ingestión no está considerada como una vía potencial de exposición.

4.2. Principales síntomas y efectos, agudos y retardados

- : A elevadas concentraciones puede causar asfixia. Los síntomas pueden incluir pérdida de la consciencia o de la movilidad. La víctima puede no haberse dado cuenta de la asfixia. Para mas información, ver la Sección 11.

4.3. Indicación de toda atención médica y de los tratamientos especiales que deban dispensarse inmediatamente

Figura 40. Hoja 2 de la ficha de seguridad del Argón

	FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD	Página : 3 de 9
		Edición revisada (*) Nº : 7
		Fecha : 25 / 2 / 2016
		Reemplaza : 11 / 2 / 2015
Argón / ArcalTM 1 / AlphagazTM 1 Argón / AlphagazTM 2 Argón / Argón Industrial / Argon HP ICP		003A-1

SECCION 4. Primeros auxilios /...

: Ninguno.

SECCION 5. Medidas de lucha contra incendios

5.1. Medios de extinción

- Medios de extinción adecuados : Agua en spray o en nebulizador.
- Medios de extinción inadecuados : No usar agua a presión para extinguirlo.

5.2. Peligros específicos derivados de la sustancia o la mezcla

- Peligros específicos : La exposición al fuego puede causar la rotura o explosión de los recipientes.
- Productos de combustión peligrosos : Ninguno.

5.3. Recomendaciones para el personal de lucha contra incendios

- Métodos específicos : Desplazar los envases lejos del área del fuego si ello se puede hacer sin riesgo. Si es posible, detener la fuga de producto. Utilizar medidas de control de incendios apropiadas con el incendio circundante. La exposición de los envases de gas al fuego y al calor pueden provocar su ruptura. Enfriar los envases dañados con chorro de agua pulverizada desde una posición protegida. No vaciar el agua contaminada por el fuego en los desagües. Usar agua en spray o en nebulizador para disipar humos de incendios.
- Equipo de protección especial para extinción de incendios : Utilizar equipos de respiración autónoma de presión positiva (ERA). Vestimenta y equipo de protección estándar (aparato de respiración autónoma) para bomberos. Norma UNE-EN 469: Vestimenta protectora para bomberos. Norma UNE-EN 659: Guantes de protección para bomberos. Norma UNE-EN 137: Máscara de cara completa que incluya un aparato de respiración autónomo de aire comprimido en circuito abierto.

SECCION 6. Medidas en caso de vertido accidental

6.1. Precauciones personales, equipo de protección y procedimientos de emergencia

- : Intentar parar la fuga. Evacuar el área. Prevenir la entrada en alcantarillas, sótanos, fosos de trabajo o en cualquier otro lugar donde la acumulación pueda ser peligrosa. Utilizar equipos de respiración autónoma cuando entren en el área a menos que esté probado que la atmósfera es segura. Asegurar la adecuada ventilación de aire. Actuar de acuerdo con el plan de emergencia local. Mantenerse en contra del viento.

6.2. Precauciones relativas al medio ambiente

- : Intentar parar la fuga.


6.3. Métodos y material de contención y de limpieza

- : Ventilar la zona.

6.4. Referencia a otras secciones

- : Para más información sobre control frente a la exposición, protección personal o consideraciones de eliminación, ver también las Secciones 8 y 13.

Figura 41. Hoja 3 de la ficha de seguridad del Argón

	FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD	Página : 4 de 9
		Edición revisada (*) Nº : 7
		Fecha : 25 / 2 / 2016
		Reemplaza : 11 / 2 / 2015
Argón / Arcal™ 1 /Alphagaz™ 1 Argón / Alphagaz™ 2 Argón / Argón Industrial / Argon HP ICP		003A-1

SECCION 7. Manipulación y almacenamiento

7.1. Precauciones para una manipulación segura

- Uso seguro del producto** : Sólo personas experimentadas y debidamente entrenadas deben manejar gases sometidos a presión.
 La sustancia debe ser manipulada de acuerdo con los procedimientos de buena higiene industrial y seguridad.
 Utilizar sólo equipo específicamente apropiado para este producto y para su presión y temperatura de suministro, en caso de duda contacte con su suministrador.
 No fumar cuando se manipule el producto.
 Comprobar que el conjunto del sistema de gas ha sido, o es con regularidad, revisado antes de usarse respecto a la posibilidad de fugas.
 Considerar los instrumentos de reducción de la presión en las instalaciones de gas.
 No respirar el gas.
 Evitar la eliminación del producto a la atmósfera.
- Manipulación segura del envase del gas** : Solicitar del suministrador las instrucciones de manipulación de los envases.
 Debe prevenirse la filtración de agua al interior del recipiente.
 No permitir el retroceso hacia el interior del recipiente.
 Proteger las botellas de los daños materiales, no arrastrar, ni rodar, deslizar o dejar caer.
 Si mueve botellas, incluso en pequeños recorridos, use una carretilla (mecánica, manual, etc) diseñada para transportar botellas.
 Mantener colocada la protección (tulipa) de la válvula hasta que el envase quede fijo contra una pared, un banco o situado en una plataforma, y ya dispuesto para su uso.
 Si el usuario aprecia cualquier problema en una válvula de una botella en uso, cierre el envase y contacte al suministrador.
 Nunca intentar reparar o modificar las válvulas de las botellas o los mecanismos de seguridad.
 Las válvulas que están dañadas deben ser inmediatamente comunicadas al suministrador.
 Mantener los accesorios de la válvula libres de contaminantes, especialmente aceites y agua.
 Reponer la tulipa de la válvula si es facilitada por el suministrador , siempre que el envase esté desconectado del equipo.
 Cierre la válvula del envase despues de su uso y cuando se quede vacío, incluso si aún está conectado al equipo.
 No intentar nunca trasvasar gases de una botella/envase a otro.
 No utilizar nunca mecanismos con llamas o de calentamiento eléctrico para elevar la presión del envase.
 No quitar ni desfigurar las etiquetas facilitadas por el suministrador para identificar el contenido de las botellas .

7.2. Condiciones de almacenamiento seguro, incluidas posibles incompatibilidades

- : Mantener el contenedor por debajo de 50°C, en un lugar bien ventilado.
 Observar todas las regulaciones y los requerimientos locales relativos al almacenamiento de las botellas. Los envases deben de ser almacenados en posición vertical y debidamente asegurados para evitar su caída. Los envases almacenados deben ser comprobados periódicamente respecto a su estado general y a posibles fugas . Las protecciones de las válvulas y las tulipas deben estar siempre colocadas. Almacenar los envases en un lugar libre de riesgo y lejos de fuentes de calor e ignición. Mantener alejado de materiales combustibles. Los envases no deben ser almacenados en condiciones que favorezcan la corrosión .

7.3. Usos específicos finales

- : Ninguno.

SECCION 8. Controles de exposición/protección individual

8.1. Parámetros de control




- DNEL: Nivel de efectos no derivados (trabajadores)** : Sin datos disponibles.
- PNEC: Concentración prevista sin efectos** : Sin datos disponibles.

Figura 42. Hoja 4 de la ficha de seguridad del Argón

	FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD	Página : 5 de 9
		Edición revisada (*) Nº : 7
		Fecha : 25 / 2 / 2016
		Reemplaza : 11 / 2 / 2015
Argón / Arcal™ 1 / Alphagaz™ 1 Argón / Alphagaz™ 2 Argón / Argón Industrial / Argon HP ICP		003A-1

SECCION 8. Controles de exposición/protección individual /...

8.2. Controles de la exposición

- 8.2.1. Controles técnicos apropiados : Deben usarse detectores de oxígeno cuando pueden ser emitidos gases asfixiantes. Considerar un sistema de permisos de trabajo p.ej para trabajos de mantenimiento. Los sistemas sujetos a presión deben ser regularmente comprobados respecto a fugas. Proporcionar ventilación adecuada, general y local, a los gases de escape.
- 8.2.2. Equipo de protección personal : Un análisis de riesgos debe ser realizado y formalizado en cada área de trabajo para evaluar los riesgos relacionados con el uso del producto y para determinar el EPI que corresponde a un riesgo relevante. Estas recomendaciones deben ser tenidas en cuenta. Sólo los EPI que cumplan los estándares recomendados por las normas EN-UNE/ISO deben seleccionarse.
- Protección para el ojo/cara : Usar gafas de seguridad con protecciones laterales. Norma UNE-EN 168: Protección para los ojos.
 - Protección para la piel
 - Protección de las manos : Usar guantes de trabajo al manejar envases de gases. Norma EN-UNE 388: Guantes que protegen contra riesgos mecánicos.
 - Otras : Usar zapatos de seguridad mientras se manejan envases. Norma ISO 20345: Equipos de protección personal, zapatos de seguridad.
 - Protección de las vías respiratorias : Un aparato de respiración asistida (SCBA) o una máscara con una vía de aire a presión tienen que usarse en atmósferas con insuficiente oxígeno. Norma UNE-EN 137: Máscara de cara completa que incluya un aparato de respiración autónomo de aire comprimido en circuito abierto. Los usuarios de los aparatos de respiración deben ser entrenados.
 - Peligros térmicos : No necesaria.
- Protección personal
- 


- 8.2.3. Controles de exposición medioambiental : No necesaria.

SECCION 9. Propiedades físicas y químicas

9.1. Información sobre propiedades físicas y químicas básicas

- Apariencia : Gas.
- Estado físico a 20°C / 101.3kPa : Gas.
- Color : Incoloro.
- Olor : Sin olor que advierta de sus propiedades.
- Umbral olfativo : El umbral de olor es subjetiva e inadecuado para advertir de sobreexposición.
- Valor de pH : No aplica.
- Masa molecular [g/mol] : 40
- Punto de fusión [°C] : -189
- Punto de ebullición [°C] : -186
- Temperatura crítica [°C] : -122
- Punto de inflamación [°C] : No es aplicable a gases ni a mezcla de gases.
- Velocidad de evaporación (éter=1) : No es aplicable a gases ni a mezcla de gases.
- Rango de inflamabilidad [% de volumen en aire] : No inflamable.
- Presión de vapor [20°C] : No aplica.
- Densidad relativa del gas (aire=1) : 1.38
- Densidad relativa del líquido (agua=1) : No aplica.
- Solubilidad en agua [mg/l] : 67
- Coefficiente de reparto n-octanol/agua [log Kow] : No es aplicable a gases inorgánicos.

Figura 43. Hoja 5 de la ficha de seguridad del Argón


	FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD	Página : 6 de 9
		Edición revisada (*) Nº : 7
		Fecha : 25 / 2 / 2016
		Reemplaza : 11 / 2 / 2015
Argón / Arcal TM 1 / Alphagaz TM 1 Argón / Alphagaz TM 2 Argón / Argón Industrial / Argon HP ICP		003A-1
SECCION 9. Propiedades físicas y químicas /...		
Temperatura de auto-inflamación [°C] : No aplica. Viscosidad a 20°C [mPa.s] : No aplica. Propiedades explosivas : No aplica. Propiedades comburentes : Ninguno.		
9.2. Información adicional		
Otros datos : El vapor es mas pesado que el aire. Puede acumularse en espacios confinados, particularmente al nivel del suelo o en sótanos.		
SECCION 10. Estabilidad y reactividad		
10.1. Reactividad : Sin riesgo de reactividad salvo lo expresado en la sub-sección más adelante.		
10.2. Estabilidad química : Estable en condiciones normales.		
10.3. Posibilidad de reacciones peligrosas : Ninguno.		
10.4. Condiciones que deben evitarse : Ninguno en las condiciones de manejo y almacenamiento recomendados (ver sección 7).		
10.5. Materiales incompatibles : Para información complementaria sobre su compatibilidad referirse a la Norma ISO 11114.		
10.6. Productos de descomposición peligrosos : Ninguno.		
SECCION 11. Información toxicológica		
11.1. Información sobre los efectos toxicológicos		
Toxicidad aguda : No se conocen los efectos toxicológicos de este producto. Corrosión o irritación cutánea : Se desconocen los efectos de este producto. Lesiones o irritación ocular graves : Se desconocen los efectos de este producto. Sensibilización respiratoria o cutánea : Se desconocen los efectos de este producto. Carcinogénesis : Se desconocen los efectos de este producto. Mutagenicidad : Se desconocen los efectos de este producto. Toxicidad para la reproducción : Se desconocen los efectos de este producto. Toxicidad específica en determinados órganos (STOT) – exposición única : Se desconocen los efectos de este producto. Toxicidad específica en determinados órganos (STOT) – exposición repetida : Se desconocen los efectos de este producto. Peligro de aspiración : No es aplicable a gases ni a mezcla de gases.		

Figura 44. Hoja 6 de la ficha de seguridad del Argón

PRESUPUESTO

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

Se procede a calcular el coste total de la realización del trabajo fin de grado. Se ha tenido en cuenta el coste de los materiales utilizados, de los equipos empleados y de la mano de obra de los implicados en el mismo, creándose unidades de obra para cada una de las tres partes mencionadas.

La maquinaria ya había sido adquirida por el ITE de antemano y por tanto se ha considerado un periodo de amortización de 5 años para calcular el precio unitario de cada equipo. De este modo, el precio unitario se ha calculado dividiendo el precio del equipo de adquisición del equipo entre la totalidad de horas de esos 5 años.

Calculados los precios descompuestos de cada unidad de obra se pasa a calcular los costes totales del proyecto, teniendo en cuenta un IVA del 21 %.

CAPÍTULO II. PRECIOS DESCOMPUESTOS

Tabla 7. Cuadro de precios descompuestos para la unidad de obra 1 (materiales empleados).

Ud	Descripción:	Cantidad	Precio unitario (€/Ud)	Importe (€)
Ud	Cable coaxial	15	1,79	26,85
Ud	Cable banana-cocodrilo	10	2,88	28,80
Ud	Cable banana-banana	13	1,04	13,52
Ud	Cable cocodrilo-cocodrilo	20	0,18	3,60
Ud	Cable simple	100	0,09	9,00
Ud	Recambio para pistola de silicona	2	0,08	0,16
Ud	Polímero PP (1.500x10.000 mm)	1	71,81	71,81
Ud	Electrodo de plata	1	18,99	18,99
Ud	Botella de argón	1	146,38	146,38
Ud	Cinta adhesiva	2	0,50	1,00
Ud	Tarjeta adquisición de datos	1	288,00	288,00
Ud	Sensor de fuerza	1	85,21	85,21
Ud	Amplificador Operacional	1	7,61	7,61
Ud	Multímetro	1	10,95	10,95
Ud	Pistola Calefactora	1	280,00	280,00
Ud	Guantes termoprotectores	1	58,74	58,74
Ud	Pistola silicona	1	4,49	4,49
Ud	Kit de soldador	1	15,99	15,99
Ud	Carrete de estaño cobre	1	7,50	7,50
	Importe total			1.078,60

Tabla 8. Cuadro de precios descompuestos para la unidad de obra 2 (mano de obra).

Ud	Descripción:	Cantidad	Precio Unitario (€/hr)	Importe (€)
hr	Alumno	200	20	4.000
hr	Tutor	120	40	4.800
hr	Técnico de laboratorio	100	25	2.500
	Importe total			11.300

Tabla 9. Cuadro de precios descompuestos para la unidad de obra 3 (maquinaria utilizada).

Ud	Descripción:	Cantidad	Precio Unitario (€/hr)	Importe (€)
hr	Ordenador sobremesa	80	0,026	2,10
hr	Fuente Bertan	35	0,037	1,30
hr	Fuente Spellman	35	0,043	1,51
hr	Voltímetro electrostático Treck	35	0,011	0,39
hr	Metalizador	10	0,30	3,00
hr	Cabina	35	0,145	5,08
hr	osciloscopio	15	0,01	0,15
hr	Fuente de alimentación TPR 3005-3C.	15	0,008	0,12
hr	Batería GS3	15	0,003	0,04
	Importe total			13,69

CAPÍTULO III. COSTES TOTALES

Tabla 10. Cuadro de costes totales del TFG.

Unidad de Obra	Descripción:	Coste (€)
1	Materiales Utilizados	1.078,60
2	Mano de obra	11.300
3	Equipos Empleados	13,69
	Coste de ejecución	12.392,29
	IVA (21%)	2.602,38
	Coste total	14.994,68

El coste total de la realización del proyecto es de catorce mil novecientos noventa y cuatro euros con sesenta y ocho centimos.