

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE VALENCIA

ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR DE GANDÍA

MÁSTER EN INGENIERÍA ACÚSTICA



UNIVERSIDAD
POLITECNICA
DE VALENCIA



ESCUELA POLITÉCNICA
SUPERIOR DE GANDÍA

**“Caracterización, simulación y
optimización de cerámicas radiopuras
Nb-PZT para el detector PICO500”**

TESIS DE MÁSTER

Autor:

Josep Arbona Mut

Director/es:

D. Juan Antonio Martínez Mora

D. Ivan Felis Enguix

D. Miguel Ardid Ramirez

GANDÍA, 11 de septiembre de 2017

Caracterización, simulación y optimización de cerámicas radiopuras Nb-PZT para el detector PICO500

Autor: Josep Arbona Mut

Director 1: Juan Antonio Martínez Mora

Director 2: Ivan Felis Enguix

Director 3: D. Miguel Ardid Ramírez

Resumen

La tecnología usada en detectores para la búsqueda de materia oscura utilizan sensores piezoeléctricos. El grupo de Investigación en *Acústica Aplicada a la Detección de Astropartículas* de la UPV trabaja en el desarrollo de un detector de partículas, junto a él se ha realizado este trabajo en el cual se desarrolla un estudio sobre la caracterización de materiales piezoeléctricos y su comportamiento en cerámicas PZT. Se usa el método de la impedancia para caracterizar medidas de frecuencia de resonancia y antiresonancia, que posteriormente son utilizadas para resolver coeficientes que definen las matrices de comportamiento piezoeléctrico. Una vez analizadas se estudia mediante elementos finitos en COMSOL Multyphasic y cuyos resultados se comparan con las mediciones hechas en laboratorio. Una vez realizado el estudio previo se pasa a la fase de optimización donde se simularán los coeficientes obtenidos variando sus dimensiones para poder analizar su mejor comportamiento. Todo ello con un material innovador como son las cerámicas radiopuras.

Palabras claves: materia oscura, detección acústica de partículas, piezoelectricidad, cerámica piezoeléctrica, PIC500, radiopureza.

Abstract

The technology used in the detectors for the search of dark matter uses piezoelectric sensors. The group of search in Applied Acoustic to the detection of Astroparticles of the UPV works in developing of a study about the characterization of piezoelectric materials and their behaviour in PZT ceramics. Impedance method is used to characterize not only resonance frequency measures, but also non-resonance ones, which are later used to solve coefficients which define piezoelectric behaviour matrices. Once they have already been analyzed, they are studied with finite elements in COMSOL Multyphasic and their results are compared to measurements taken in the laboratory. After having finished with the previous study, we move to optimization phase where coefficients will be simulated varying their dimensions to be able to analyze their best behaviour. All this process is performed with an innovative materials which are known as radiopure ceramics.

Key words: dark matter, Acoustic particles detection, piezoelectric ceramic, PIC500, radiopurity.

Keys words: dark matter, acoustic detection of particles, piezoelectric , piezoelectric ceramic, PICO 500, ultrasound.

Autor: Josep Arbona Mut, email: joarmu@teleco.upv.es

Fecha de entrega: 11-09-2017

ÍNDICE

I. Introducción y Objetivos	5
I.1. Introducción	5
I.2. Objetivos	5
I.3. Estado del arte	6
II. El efecto Piezoeléctrico	7
II.1. Introducción a la piezoelectricidad	7
II.2. Propiedades generales del PZT	8
II.3. Ecuaciones piezoeléctricas	10
II.4. Coeficientes piezoeléctricos	12
II.5. Modos de vibración	13
II.6. Pérdidas piezoeléctricas	14
III. Caracterización del material piezoeléctrico	15
III.1. Protocolo de medición.....	15
III.2. Estimación de incertidumbre.....	16
III.3. Dispositivo experimental.....	17
III.4. Cerámicas y geometrías.....	18
III.5. Obtención de los elementos de la matriz.....	19
IV. Simulación de cerámicas piezoeléctricas radiopuras	22
IV.1. Método de los elementos finitos.....	22
IV.2. Modelo de simulación COMSOL Multiphysics	22
IV.3. Características y parámetros	25
IV.4. Impedancia eléctrica.....	27
V. Análisis de los resultados de las cerámicas radiopuras	28
V.2. Coeficientes de acoplamiento electromecánico y coeficiente de frecuencia.....	28
V.1. Coeficientes piezoeléctricos	29
V.3. Simulación de impedancia	30
VI. Optimización de cerámicas radiopuras	32
VI.1 Parámetros importantes	32
VI.1 Optimización cerámicas volumétricas	32
VI.1 Optimización cerámicas superficiales.....	34

VII. Conclusiones	35
VIII. Agradecimientos	36
XIX. Bibliografía	37
ANEXOS	39
Método de cálculo de los coeficientes de las matrices piezoeléctricas	45
Características PIC 255 fabricante	46
Densidades de las cerámicas	47
Coefficientes de las matrices piezoeléctricas.....	48

I. INTRODUCCIÓN y OBJETIVOS

I.1 Introducción

A principios del siglo XIX se produjo un salto significativo para la humanidad gracias en parte al desarrollo de tecnología en la física del sonido. Entre los más reseñables, uno que se puede marcar es el descubrimiento y avance en el campo de la piezoelectricidad, que tuvo gran significación en campos tan distintos como son el sanitario, militar, ingenieril, espacial y muchos otros. Hoy en día continúa esta evolución y el fenómeno piezoeléctrico se le considera de gran importancia, con innumerables recursos por explotar, y a la vanguardia en las revelaciones científico-tecnológicas de renombre.

Este Trabajo Final de Master (TFM) se desarrolla dentro del grupo de Acústica Aplicada a la Detección de Astropartículas de la UPV que, entre sus líneas de investigación, colabora en los detectores de búsqueda de materia oscura de la Colaboración PICO. Los detectores usan sensores piezoeléctricos con el fin de discriminar la señal acústica que emite las burbujas en el interior de un fluido sobrecalentado producido por el retroceso nuclear debido a una interacción de una partícula. La correcta discriminación de eventos depende en gran medida de las propiedades del sensor acústico en su conjunto, así como de las propiedades y radiopureza de la cerámica piezoeléctrica, núcleo activo del sensor. La obtención, caracterización y simulación de estas cualidades de las cerámicas han sido estudiadas con rigor en este trabajo.

Este TFM pretende estudiar los fenómenos piezoeléctricos desde la caracterización de los materiales piezoeléctricos hasta la optimización de las cerámicas a través de distintos análisis sobre los estudios de las propiedades de las cerámicas, pasando por la simulación de su comportamiento electro-mecánico para, con todo ello, presentar métodos de diseño de los sensores radiopuros para las futuras versiones del detector PICO, con el fin de conseguir mejores prestaciones y cualidades.

I.2 Objetivos

Objetivos principales:

- Caracterizar y simular cerámicas piezoeléctricas radiopuras Nb-PZT, manufacturadas por la empresa VirginiTech, para el detector PICO500.
- Contrastar las simulaciones de cerámicas piezoeléctricas con los resultados de las medidas experimentales, utilizando también los parámetros del fabricante de cerámicas similares (PIC-255) y comparando los resultados.
- Obtener un método de optimización de cerámicas piezoeléctricas radiopuras mediante métodos de simulación paramétricos

Objetivos secundarios:

- Comprender y mostrar el efecto piezoeléctrico de forma completa, pasando por la correcta identificación y relación de los parámetros existentes con un propósito didáctico, para posteriores estudios en el tema.
- Establecer un criterio para futuros estudios de cerámicas con bajos niveles de radioactividad.
- Estudiar la diferente respuesta de las habituales cerámicas volumétricas respecto a nuevas geometrías como son las cerámicas planas o superficiales.

El contenido de este TFM se estructura como sigue:

- Capítulo II: se muestra una la evolución histórica de la teoría piezoeléctrica, adaptada a nuestra investigación, con una visión didáctica. Se verán tanto los parámetros como las ecuaciones que son de utilidad para el estudio de caracterización, simulación y optimización para las cerámicas de PICO 500, que se detalla más específicamente en el siguiente capítulo. Se introduce una comparativa esencial de las cerámicas de características similares PIC255 para la comprensión posterior del trabajo.
- Capítulo III: se detallan las cerámicas bajo estudio y el protocolo a seguir para la obtención de todos los parámetros explicados en el capítulo anterior según la normativa DIN EN 50324.
- Capítulo IV: se explica el método de simulación mediante elementos finitos COMSOL Multiphysics para obtener la impedancia eléctrica de las cerámicas radiopuras usadas.
- Capítulo V: en primer lugar, se muestran los resultados de las mediciones de cada una de las cerámicas estudiadas (5 geometrías del materiales Nb-PZT, fabricados por VirginiaTech) para, con ello, obtener el conjunto completo de coeficientes piezoeléctricos del material en cuestión; en segundo lugar, se obtienen las impedancias simuladas de las mismas geometrías medidas, utilizando estos coeficientes, y se contrastan con las medidas experimentales realizadas.
- Capítulo VI: se muestran los resultados de un conjunto amplio de simulaciones para obtener la cerámica que mejor se adapte a distintas aplicaciones. Se distinguen dos tipos de geometrías: geometrías volumétricas (cilindros o discos de distintos diámetros y espesores) y superficiales (placas de espesor mucho menor que sus dimensiones laterales). Se concluyen las características geométricas de las cerámicas óptimas para PICO-500.
- Capítulo VII: se muestran las conclusiones principales de este trabajo con el análisis de los resultados, las investigaciones que se pueden emprender tras este trabajo y se revisan el cumplimiento de los objetivos propuestos.

I.3 Contexto del trabajo

Dentro del grupo de trabajo de *Acústica Aplicada a la Detección de Astropartículas* de la UPV, existe una línea de investigación orientada a la búsqueda de materia oscura con los detectores de la Colaboración PICO. Estos detectores usan sensores piezoeléctricos como elemento fundamental en la detección directa de materia oscura como partícula. En este trabajo se explica los fundamentos, estudios, diseños, con el fin de optimizar los elementos constructivos de las cerámicas piezoeléctricas. Cabe señalar que el principal componente de los sensores acústicos es la cerámica piezoeléctrica, en consecuencia en este TFM se detallarán aspectos fundamentales como la caracterización y optimización de materiales piezoeléctricos con especial énfasis en los materiales radiopuros. Estos resultados serán utilizados para el diseño de un transductor y su optimización en posteriores investigaciones. Para todo ello, se estudiaron diferentes geometrías y tamaños de las cerámicas piezoeléctricas PIC-255 utilizadas por el grupo de investigación para la obtención del conjunto de coeficientes de la matriz piezoeléctrica que lo caracteriza. Estas cerámicas son semejantes a las PZT-Nb, las cuales serán las que se usarán con mayor importancia en todo este trabajo final de máster. La comparación de las simulaciones obtenidas con las geometrías del PZT-Nb con los resultados de medidas experimentales, nos van a permitir tener una base de comparación para posteriormente estar en condiciones de testear métodos de optimización, los cuales se utilizarán para la caracterización de materiales radiopuros venideros. Todo ello dirigido a la colaboración para el experimento PICO500.

II. EL EFECTO PIEZOELÉCTRICO

II.1 Introducción a la piezoelectricidad.

Uno de los primeros en intuir que en el espacio existían ondas sonoras que no se podían detectar por las personas fué Lazzarro Spallanzani, sacerdote y psicólogo italiano (1729-1799) [1]. En el 1794 comprobó su hipótesis a través de un experimento con murciélagos, donde certificó que además de oír los sonidos inaudibles, también se guiaban por su oído para captar objetos en el aire y poder moverse sin ningún tipo de colisión, funcionando como su propia visión. Entonces, los estudió a fondo y comprobó que los murciélagos emiten ondas ultrasónicas mediante la laringe, de modo que estas ondas chocan con los cuerpos u objetos retornando en forma de ecos, que son captados por el oído e interpretados por el cerebro. Los murciélagos llegan a poder determinar la orientación, formas del objeto y distancia. La eco-localización es el nombre que recibe esta forma de orientación particular de los murciélagos y que comparten con los cetáceos aunque ahora el medio es el agua.

En el 1881 el físico francés Pierre Curie descubrió junto a su hermano (Jacques Curie) que algunos tipos de cristales generaban una determinada diferencia de potencial eléctrico cuando una tensión mecánica se ejercía sobre ellos [2]. Este mecanismo se conoce como el efecto piezoeléctrico. Posteriormente, los mismos hermanos Curie demostraron el efecto inverso: que los cristales se deformaban cuando eran sometidos a una diferencia de potencial. Este avance científico fue el punto inicial para la creación del transductor de ultrasonidos. Tras el hundimiento del Titanic en 1912, Paul Langevin (físico francés) inventó el primer eco localizador para detectar icebergs. El hidrófono, que así se llamaba, fue el primer transductor de ultrasonidos. Un aparato capaz de enviar y también recibir ondas acústicas de alta frecuencia. Más tarde, fue usado para la detección de submarinos enemigos en la I Guerra Mundial. A través de los avances de Langevin, se dio el paso más grande en la historia de los ultrasonidos.

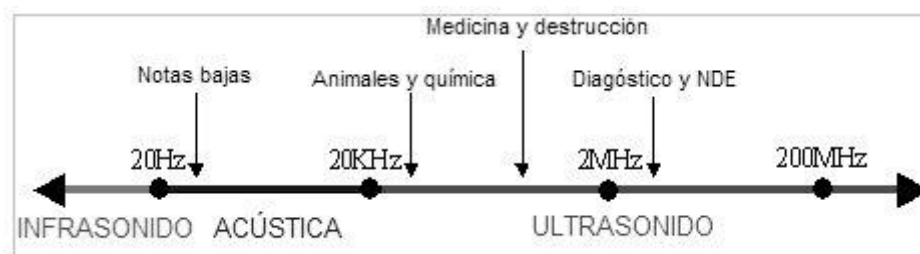


Fig. II.1. Espectro de frecuencias del sonido, a frecuencias a partir de 20KHz aparecen los US.

A finales de 1930, se avanzaba en otros ámbitos como en la medicina con el Dr. Karl Dussik, el cual utilizó imágenes de ultrasonido para intentar diagnosticar los tumores cerebrales. A esta técnica se le puso el nombre de "hyperphonography". En él se utilizaba papel sensible al calor para registrar ecos. Y se marca aquí el inicio de los ultrasonidos. En la década de 1940, el Dr. George Ludwig (Universidad de Pennsylvania), estudió y registró los cambios que se producían en las ondas sonoras al viajar a través de los diferentes tejidos del cuerpo humano.

Estos avances han llevado al fenómeno piezoeléctrico a estar en constante evolución, a ser visto como una disciplina indispensable y con grandes recursos para explotar, y a apoyarse en esta para realizar grandes revelaciones científicas. Dichas investigaciones han colocado al efecto piezoeléctrico a estar en evolución y a ser visto como una disciplina con recursos para explotar ampliamente.

II.2 Propiedades generales del PZT.

Los materiales dieléctricos en su totalidad están bajo una pequeña tensión que les provoca un minúsculo cambio en la geometría al aplicarse un campo eléctrico. En el caso de un dieléctrico isótropo, se puede observar que las tensiones internas forman un efecto cuadrático respecto del campo, eléctrico, efecto que tiene por nombre electrostricción (término usado a cualquier interacción entre el campo eléctrico y el de deformaciones de un material, sin que sea proporcional al cuadrado del campo obligatoriamente). En los cristales pertenecientes a todo un conjunto de clases cristalográficas se observa el mismo fenómeno. Sin embargo, para algunos tipos de simetrías, las propiedades de electrostricción de dichos materiales con estructura cristalina, tienen un diferente carácter. Se observa en ello unas tensiones en su interior que aparecen en estos elementos, llamados piezoeléctricos, debidas a un campo eléctrico que son proporcionales al campo aplicado, este fenómeno es llamado efecto piezoeléctrico directo. Del mismo modo, pero en sentido contrario, existe también el efecto llamado piezoeléctrico inverso, el efecto contrario, es decir, la deformación de un material piezoeléctrico va unida de la aparición en él de un campo eléctrico proporcional al valor de la deformación. Así, se entiende el comportamiento de las cerámicas piezoeléctricas que se detallan a lo largo de este trabajo, ya que, el efecto piezoeléctrico es el proceso en el que se basa el diseño de sensores acústicos piezoeléctricos.

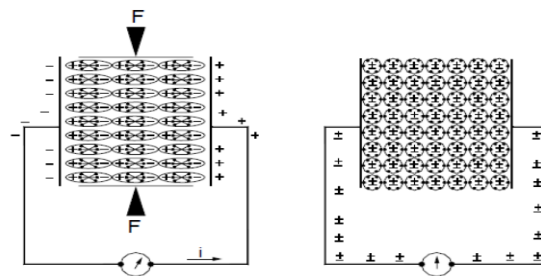


Figura II.1. Generación de corriente eléctrica a partir de una fuerza mecánica exterior.

En la *Figura II.1* se observa el proceso por el cual se genera una carga eléctrica en los bordes del material tras la aplicación de una fuerza sobre él. Antes de forzar el material a una tensión externa, las cargas negativas y positivas de cada molécula tienen el mismo centro de gravedad, de modo que los efectos externos de las cargas negativas y positivas se cancelan recíprocamente, dando como resultado una molécula eléctricamente neutra. Al ejercer cierta presión sobre el material, su estructura reticular interna se deforma, provocando la separación de los centros de gravedad positivos y negativos de las moléculas y generando pequeños dipolos (*Figura III.1*, izquierda). Los polos enfrentados dentro del material se cancelan mutuamente pero aparece una distribución de una carga en las superficies del material (*Figura III.1*, derecha). Es decir, el material está polarizado. Esta polarización genera un campo eléctrico y puede utilizarse para transformar la energía mecánica utilizada en la deformación del material en energía eléctrica. En efecto, si se utilizan dos placas de metal como electrodos, con una resistencia conectada entre ambas, al ejercer una presión variable, fluctuaría una corriente sobre ella, que podrá ser registrada y tratada posteriormente para el análisis de la señal acústica.

De las 32 clases cristalográficas, sólo 20 pueden presentar efectos piezoeléctricos. Una tensión aplicada a un cristal de este tipo alterará la separación entre los sitios de carga positiva y negativa en cada celda elemental que conduce a una polarización neta en la superficie del cristal.

Acercándonos al estudio que vamos a realizar, hay que entrar en las propiedades de las cerámicas PZT. Ya a mediados del siglo XX el cuarzo, turmalina y otros (los elementos naturales piezoeléctricos que se conocían), fueron retirados y se optó por otro tipo de materiales más sofisticado e ya fabricados por el hombre a base de distintos materiales que mejoraban en gran medida sus cualidades, por ejemplo llegaban a tener mejores coeficientes piezoeléctricos, mejor facilidad para su fabricación ya que se podían usar de distintas formas y tamaños, también mecánicamente eran más fuertes y robustos, además de químicamente llegaron a ser inertes y completamente inafectable por cambios atmosféricos de humedad. Una de las principales piezas piezoeléctricas fue la estructura del cristal perovskita, que consiste en una pequeña unidad de ion metálico tetravalente, usualmente titanio o zirconio. Los descubrimientos iniciales se iniciaron con titanato de bario (BaTiO_3), aunque otras cerámicas también demostraron buenas propiedades [3]. Después, algunos estudios dieron una demostración de que el titanato zirconato de plomo ($\text{PZT-Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$) presentaba una alta sensibilidad y también una capacidad de operación en altas temperaturas, mayores que los materiales BaTiO_3 [4]. Por tanto, el PZT empezó a reemplazar a la mayoría de aplicaciones en las que se necesitaban elementos piezoeléctricos.

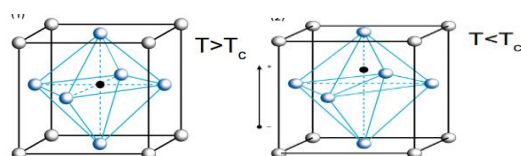


Figura II.2. Arriba, por encima de la temperatura de Curie (T_c), se forma simetría cúbica, de modo que las cargas se anulan en conjunto. Debajo, por debajo de T_c , da lugar a un dipolo eléctrico.

Por encima de la temperatura crítica (T_c), llamado el punto de Curie, cada uno de los cristales perovskita en cada grano del elemento presenta una simetría cúbica con arreglo de cargas negativas y positivas (Figura III.3, izquierda) y, por debajo de la temperatura de Curie, el material se comporta con una estructura rómbica o tetragonal que tiene dependencia con la composición del material, dando lugar al desplazamiento entre cargas, generando un dipolo eléctrico (Figura III.3, derecha). Por esta razón, este dipolo provoca que la estructura cristalina se deforme en presencia de un campo eléctrico (efecto piezoeléctrico inverso) y produce un desplazamiento eléctrico cuando es forzada a una deformación mecánica (efecto piezoeléctrico directo).

El elemento cerámico se puede polarizar al exponerlo a un gran campo eléctrico que genera una corriente continua y a una temperatura suficientemente alta pero por debajo del punto de Curie [5]. Por medio de esta polarización, el dominio está alineado con la dirección del campo eléctrico aplicado. Sin embargo, cuando se retira el campo eléctrico, existe cierto bloqueo en los dipolos de modo que no se encuentran estrictamente alineados a la dirección del campo al que fue sometido. Lo vemos en la figura siguiente *Figura II.3*:

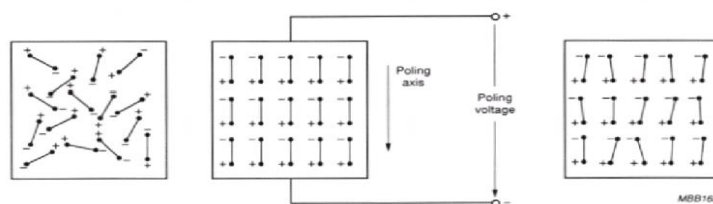


Figura II.3. Izquierda, antes de la polarización. En medio, durante la polarización. Derecha, después de la polarización.

II.3 Ecuaciones piezoeléctricas.

Una vez introducidos los conceptos que caracterizan el efecto piezoeléctrico, vamos a mostrar las ecuaciones que rigen el efecto piezoeléctrico y que relaciona cada una de las magnitudes físicas involucradas. El acoplamiento de las propiedades elásticas, dieléctricas y electromecánicas de un material piezoeléctrico se representan como unas ecuaciones de estado acopladas en notación matricial que se pueden visualizar de cuatro maneras distintas:

$$\begin{aligned} v_p &= s_{pq}^E \sigma_q + d_{pl} E_l \\ D_l &= d_{pl} \sigma_p + \varepsilon_{lm}^{\sigma} E_m \end{aligned} \quad (\text{Forma } d) \quad (1)$$

$$\begin{aligned} v_p &= s_{pq}^D \sigma_q + g_{pl} D_l \\ E_l &= -g_{pl} \sigma_p + \beta_{lm}^T D_m \end{aligned} \quad (\text{Forma } g) \quad (2)$$

$$\begin{aligned} \sigma_p &= C_{pq}^D v_q - e_{pl} E \\ D_l &= e_{pl} v_p + \varepsilon_{lm}^u E_m \end{aligned} \quad (\text{Forma } e) \quad (3)$$

$$\begin{aligned} \sigma_p &= C_{pq}^D v_q - h_{pl} D_l \\ E_l &= -h_{pl} v_p + \beta_{lm}^v D_m \end{aligned} \quad (\text{Forma } h) \quad (4)$$

Donde s es la compliancia elástica, k es factor de acoplamiento electromecánico, ε es permitividad o constante dieléctrica, d constante de carga piezoeléctrica, g voltaje piezoeléctrico constante, s es: compliancia elástica, T representa la tensión a la cual el material piezoeléctrico es sometido. Además de ε existen las matrices, β que es la inversa de la permitividad, g y h que son, respectivamente, la constante de tensión piezoeléctrica, y su inversa. . En el siguiente apartado II.4 se detallarán los parámetros más relevantes en este estudio.

La estructura cristalina de cada material es responsable del número de elementos independientes de la matriz que caracteriza cada magnitud. Una matriz característica de un material PZT policristalino polarizado contiene 10 variables independientes y una de cristal de cuarzo monocristalino tiene 26 valores independientes debido a su anisotropía. En general, el par de ecuaciones piezoeléctricas que caracterizan una cerámica PZT se pueden resolver con 18 constantes piezoeléctricas. En la forma d (1), que será la que utilizaremos para la resolución numérica, este par de ecuaciones (que representan el efecto piezoeléctrico directo e inverso) toman la forma siguiente:

Efecto piezoeléctrico inverso: $[\sigma] = [e] \cdot \vec{E}$	\leftrightarrow	$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} e_{11} & e_{21} & e_{31} \\ e_{12} & e_{22} & e_{32} \\ e_{13} & e_{23} & e_{33} \\ e_{14} & e_{24} & e_{34} \\ e_{15} & e_{25} & e_{35} \\ e_{16} & e_{26} & e_{36} \end{bmatrix} \cdot \begin{pmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{pmatrix} \quad (5)$
Efecto piezoeléctrico directo: $\vec{D} = [e] \cdot [S]$	\leftrightarrow	$\begin{pmatrix} D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} e_{11} & e_{12} & e_{13} & e_{14} & e_{15} & e_{16} \\ e_{21} & e_{22} & e_{23} & e_{24} & e_{25} & e_{26} \\ e_{31} & e_{32} & e_{33} & e_{34} & e_{35} & e_{36} \end{bmatrix} \cdot \begin{pmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{pmatrix} \quad (6)$

Los dos efectos tienen una relación mediante el tensor e . Por tanto, se pueden expresar las ecuaciones del efecto piezoeléctrico de manera explícita mediante la relación que existe entre la deformación y el campo eléctrico que se le aplica a los materiales PZT.

II.4 Coeficientes piezoeléctricos

En este subcapítulo se pretende plasmar cada una de las magnitudes físicas que tienen su importancia para entender el comportamiento piezoeléctrico en profundidad, es decir, las magnitudes que han sido usadas en las ecuaciones que correspondan al efecto piezoeléctrico en el anterior subcapítulo (II.3), y son implementadas mediante elementos finitos en el capítulo IV.

(k): Factor de acoplamiento electromecánico, coeficiente que evalúa la raíz cuadrada de la diferencia de la energía mecánica convertida en energía eléctrica en cada ciclo o al revés. Son constantes adimensionales altamente útiles para usar de modelo en una caracterización de una cerámica piezoeléctrica. Su expresión matemática para una geometría cualquiera, en términos generales, viene dada a partir de las frecuencias de resonancia y antiresonancia por la siguiente expresión:

$$k = \sqrt{1 - \left(\frac{f_r}{f_a}\right)^2} \quad (7)$$

(d): Constante de carga piezoeléctrica, es la polarización generada por unidad de fuerza mecánica (T) aplicada sobre el material piezoeléctrico o la fuerza mecánica (S) realizada por un material piezoeléctrico por unidad de campo eléctrico aplicado [5]. Unidades: [C/N] ó [m/V]

(ε): Permitividad o Constante dieléctrica, es el desplazamiento dieléctrico provocado por un campo eléctrico. ϵ^T es la permitividad en deformación constante, ϵ^S es la permitividad en tensión constante. El primer subíndice para ϵ indica del desplazamiento dieléctrico, el segundo índice hace referencia a la dirección del campo eléctrico.

(g): Voltaje piezoeléctrico constante, es el campo eléctrico generado por unidad de tensión mecánica aplicada, es decir, la fuerza mecánica producida por el desplazamiento eléctrico aplicado. Unidades: [V/N].

(s): Compliancia elástica, Es la deformación sometida en un material piezoeléctrico por unidad de tensión aplicada. Es un valor recíproco al módulo de Young. S^D es la compliancia sobre un constante desplazamiento eléctrico y S^E es la compliancia sobre un campo eléctrico constante. El primer subíndice indica la dirección de la deformación y el segundo subíndice hace referencia a la dirección de la tensión.

(Q_m): Factor de calidad mecánico, es el factor que hace referencia a la cualidad de la cerámica como un oscilador armónico o caracteriza la agudeza del espectro de resonancia electromecánico [6].

(N): Constantes de frecuencia, es el resultado del producto de la frecuencia de resonancia y las dimensiones lineales que obra sobre la resonancia, ($N = f_r \cdot D_{geom}$). Esta constante define la relación entre las dimensiones de la geometría con su respectiva frecuencia de resonancia y, también, está directamente relacionado con la velocidad del sonido en la misma dirección. El subíndice indica la correspondiente dirección de la oscilación.

(e): Coeficiente de deformación piezoeléctrica, la capacidad del material que tiene para deformarse al aplicar una determinada tensión eléctrica. En el efecto piezoeléctrico directo se hace referencia a la densidad de carga generada por una fuerza aplicada al material [7].

II. 5 Modos de vibración

Los modos de vibración en cerámicas piezoeléctricas se refieren al comportamiento vibratorio ante la acción de un voltaje eléctrico o viceversa, son función de su geometría y propiedades electromecánicas. Existen distintos modos posibles de vibración según la dirección de la vibración, la dirección del campo magnético y la geometría en la que oscila (Longitudinal, Transversal, Plana, espesor, cizalla).

En cada una de las cerámicas se ven al menos dos modos de vibración: una vibración en la frecuencia de resonancia (f_r) y otra en antiresonancia (f_a), que pueden observarse mediante una medida de la impedancia eléctrica en circuito abierto de la cerámica, tal como indica la *Fig. 1*

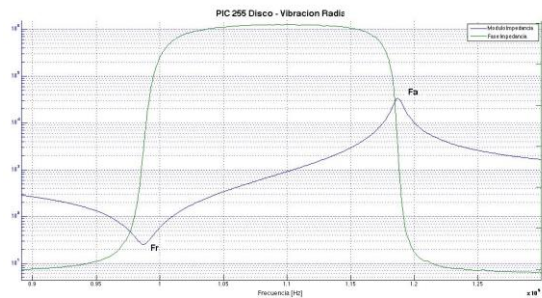


Figura II. 2: Frecuencia de resonancia (f_r) y antiresonancia (f_a) del módulo de la impedancia y su fase de una cerámica PZT 255 tipo disco, que caracteriza el modo de vibración radial.

Los modos de vibración se expresan mediante subíndices en cada magnitud física que caracteriza la cerámica en dicho movimiento (constante piezoeléctrica k , permitividad eléctrica, constante de carga piezoeléctrica d , compliancia elástica s , etc.), el significado su física se detallará en el siguiente subcapítulo.

Los modos de vibración tienen una directa relación con todos los subíndices de la *matriz característica piezoeléctrica*. Hay que tener en cuenta que el primer subíndice indica la dirección en la que se aplica el campo eléctrico sobre la cerámica mientras que el segundo subíndice describe la dirección en la que se produce la vibración mecánica.

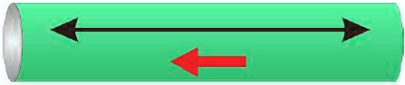

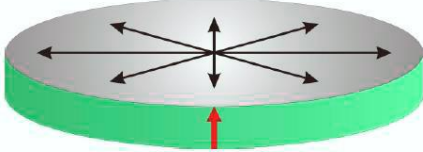
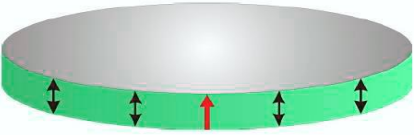
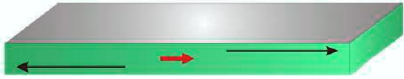
Modos de vibración y condicionantes geométricos	Coeficientes de cada modo
<p>▪ Vibración Longitudinal: $h > 2.5d$</p> 	$k_{33} = \sqrt{\frac{\pi f_{33R}}{2f_{33A}} \cdot \cot\left(\frac{\pi f_{33R}}{2f_{33A}}\right)} \quad (8)$ $N_{33} = f_a \cdot L_{Largo\ Cilindro} \quad (9)$
<p>▪ Vibración Transversal: $l > 5a, l > 5b$</p> 	$k_{31} = \sqrt{\frac{\pi f_{31A}}{2f_{31A}} \cdot \frac{1}{\frac{\pi f_{31A}}{2f_{31A}} - \tan\left(\frac{\pi f_{31A}}{2f_{31A}}\right)}} \quad (10)$ $N_{31} = f_a \cdot L_{Largo\ Placa} \quad (11)$
<p>Vibración Radial o Plana: $d > 10h$</p> 	$k_p = \sqrt{2.51 \frac{f_{PA} - f_{PR}}{f_{PA}} - \left(\frac{f_{PA} - f_{PR}}{f_{PA}}\right)^2} \quad (12)$ $N_p = f_r \cdot D_{Diámetro} \quad (13)$
<p>Vibración Espesor: $d > 10h$</p> 	$k_t = \sqrt{\frac{\pi f_{tR}}{2f_{tA}} \cdot \cot\left(\frac{\pi f_{tR}}{2f_{tA}}\right)} \quad (14)$ $N_t = f_a \cdot T_{Espesor} \quad (15)$
<p>Vibración en Cizalla: $l > 3.5a, l > 3.5b$</p> 	$k_{15} = \sqrt{\frac{\pi f_{15R}}{2f_{15A}} \cdot \cot\left(\frac{\pi f_{15R}}{2f_{15A}}\right)} \quad (16)$ $N_{15} = f_a \cdot T_{Espesor} \quad (17)$

Tabla II.1. Modos de vibración y condicionamiento de coeficientes.

II. 7 Pérdidas

Con el fin de introducir la disipación o pérdidas en un material piezoeléctrico (presentan histéresis), todas las magnitudes que aparecen en las relaciones constitutivas deben ser tratadas como valores complejos donde la parte imaginaria define la función disipativa del material.

Así, cada magnitud compleja del material puede expresarse por una parte real y un conjunto de factores de pérdida η_x , del siguiente modo:

$$x = (1 \pm i\eta_x) \quad (18)$$

Donde el signo depende de la propiedad del material utilizado. Dependiendo de si la pérdida o disipación es mecánica o eléctrica, se utiliza una nomenclatura diferente. En las magnitudes eléctricas se trabaja con la tangente de la pérdida $\tan\delta$, que tiene el mismo significado que el factor de pérdida ($\eta = \tan\delta$). En las magnitudes mecánicas (C^E , S^E), se trabaja con el factor de calidad Q_m , que está relacionada con el factor de pérdida a través de $\eta = 1/Q_m$.

III. CARACTERIZACIÓN CERÁMICAS RADIOPURAS

III. 1 Protocolo de medición

La resolución de los coeficientes piezoeléctricos se obtiene según la normativa estándar DIN EN 50324-02 [25] en la que se emplearán cerámicas previamente polarizadas y con geometrías definidas. Detalla el estándar que se emplean 5 geometrías del mismo material piezoeléctrico debidamente polarizadas (que caracterizan 5 modos de vibración claramente diferenciados) en las cuales se miden las frecuencias de resonancia (f_r) y antiresonancia (f_a) con un analizador de impedancias, cuando éstas vibran de forma libre. A partir de cada una de ellas, se obtienen los correspondientes factores de acoplamiento (k). También, mediante cada una de las frecuencias de resonancia y antiresonancia, así como con las medidas de cada geometría (ancho, largo, espesor, radio) y la densidad del material, existen relaciones entre ellas para obtener cada uno de los coeficientes que conforman las matrices piezoeléctricas.

En la figura III.1. se muestra de modo esquemático el protocolo que establece la normativa DIN EN 50324-02 para la obtención del conjunto completo de coeficientes piezoeléctricos, partiendo de las cinco geometrías estandarizadas.

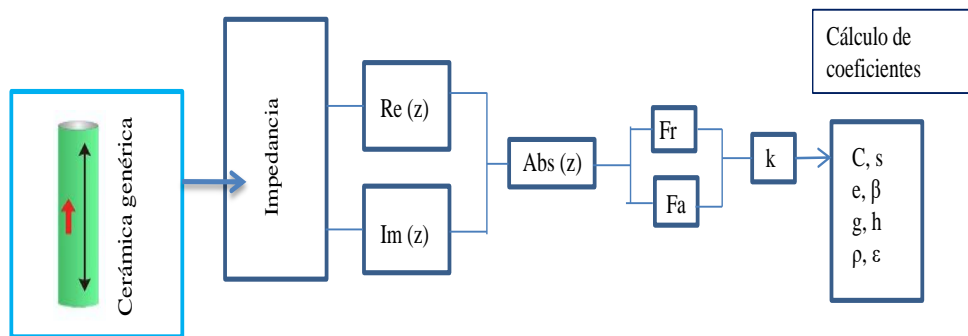


Figura.III.1. Método de la impedancia esquemático empleados en las matrices que usa COMSOL para obtener el comportamiento del material.

En subcapítulos venideros se puede ver el dispositivo experimental realizado para la obtención de las frecuencias de resonancia y antiresonancia, así como la relación matemática que existe entre éstas y todo el conjunto de coeficientes piezoeléctricos. Posteriormente, en el subcapítulo III.2. se expondrán los resultados obtenidos al caracterizar tres materiales piezoeléctricos, y compararemos los resultados con los valores dados por el fabricante de la cerámica PIC 255.

Se puede tener una visión clara del proceso de caracterización de materiales radiopuros en tres pasos:

1. Se miden las frecuencias de resonancia (f_r) y antiresonancia (f_a) que se detallarán en el III.4 junto con sus correspondientes geometrías obtenidas mediante el dispositivo experimental III.3.
2. Cálculo de los coeficientes de la matriz en el subcapítulo III.5.

III. 2 Estimación de incertidumbre errores

Un estudio de la estimación de incertidumbre es imprescindible para medir la fiabilidad del proceso de medida. Se ha tenido en cuenta tanto el error instrumental como el error metodológico (sistemático) para poder obtener los coeficientes. Todo ello se ha adjuntado con detalle en el anexo, especificando los resultados para los casos particulares.

Las reglas para el cálculo de errores que hemos visto se pueden deducir de una fórmula más general que nos permite resolver casos más complicados. Sean las medidas x , y con errores δx , δy usadas para calcular:

$$q = f(x, y) \quad (19)$$

Mediante un desarrollo en serie para el caso de varias variables:

$$\partial q (x + \partial x, y + \partial y) - f(x, y) \approx \left| \frac{\partial f}{\partial x} \right| \partial x + \left| \frac{\partial f}{\partial y} \right| \partial y \quad (20)$$

El máximo valor posible de q , $q \pm \delta q$ se alcanza cuando nos equivocamos simultáneamente δx en x y δy en y , lo que es altamente improbable si las medidas son aleatorias e independientes. Una sobreestimación (o subestimación) de x no viene necesariamente acompañada de una sobreestimación (o subestimación) de y . [12]

- Cálculo de la densidad se ha tenido en cuenta los errores de medición. Existe un error de pie de rey de 0,03 mm y un error de báscula de 0,0001 gr, esto se ha utilizado para poder calcular la incertidumbre de medida mediante la siguiente expresión:

$$\frac{\partial \rho}{|\rho|} = \frac{\partial m}{|m|} + \frac{\partial V}{|V|}$$

- Cálculo de los coeficientes electromecánicos: para tener unos cálculos fiables de las medidas de las frecuencias de resonancia y antirresonancia se han medido las cuatro cerámicas tres veces cada una. Después se ha calculado la media de las tres medidas y se ha obtenido la desviación típica entre todas las medias. Para obtener el coeficiente k se sigue la fórmula indicada en la *Figura.III.1*. Ésta fórmula es dependiente tanto de f_r como de f_a , por tanto, para poder calcular el error de k , necesitamos seguir los procedimientos según la ecuación (20). En los anexos se puede ver el procedimiento de cálculo del error de k . En el Anexo X se mostrarán las expresiones explícitas del error de k para cada uno de los modos.
- Cálculo de los coeficientes de frecuencia: Lo mismo ocurre con el coeficiente N , pero éste para cada modo depende de una frecuencia distinta (frecuencia de resonancia o antirresonancia). De forma simplificada se expresa la ecuación empleada:

$$\frac{\partial N}{|N|} = \frac{\partial N}{f_r} + \frac{\partial d}{d}$$

III. 2 –Dispositivo experimental

La medición de la impedancia eléctrica se realiza por medio de un analizador de impedancias. En la Fig. III. 2. también se observa el esquema básico del analizador de impedancias Wayne Kerr Electronics 6500P.

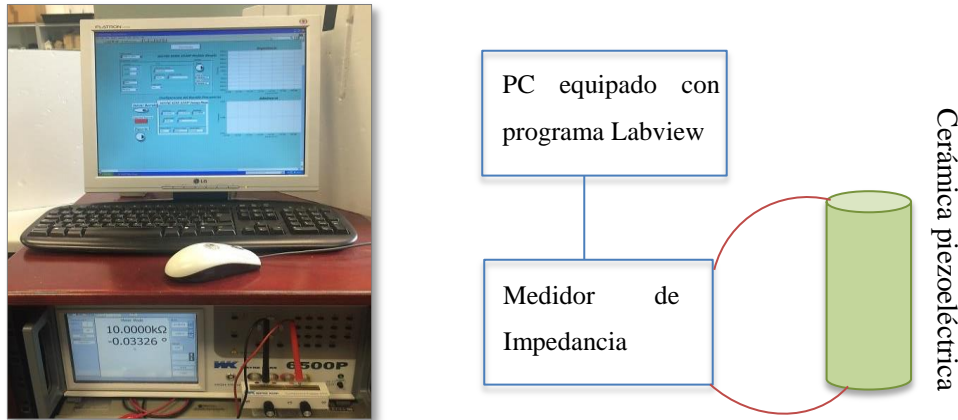


Fig. III. 2. Analizador de impedancias (izquierda) y esquema de montaje y conexionado para medida de impedancia eléctrica (derecha).

Una forma práctica de obtener las frecuencias de resonancia de una cerámica piezoeléctrica consiste en conectarla a la salida de un generador de onda y, con un amperímetro, tomar la frecuencia a la cual la corriente es máxima (Fig. III. 3.).

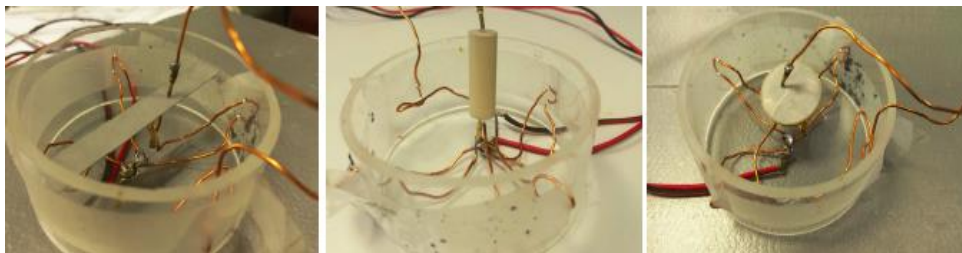


Fig. III. 3. Fotografía y esquema de montaje y conexionado para la medida de la impedancia eléctrica.

La frecuencia de antirresonancia se detecta cuando la corriente es la más baja. Con este método, el generador de señales debe tener una muy baja distorsión en frecuencia baja para realizar mediciones de resonancia y antirresonancia con una precisión correcta.

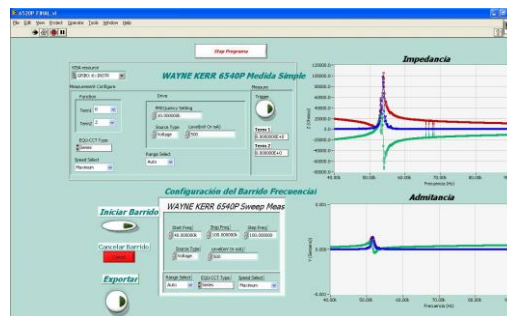
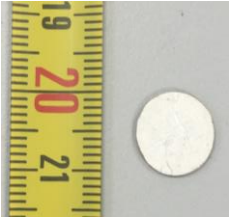
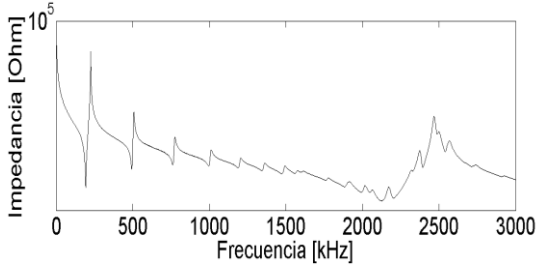
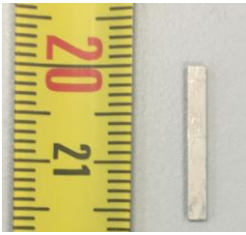
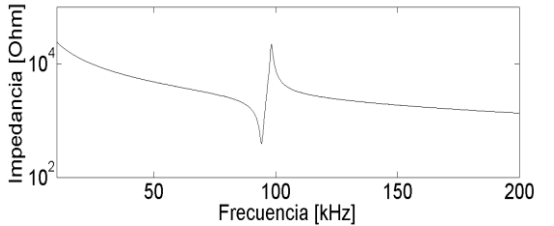
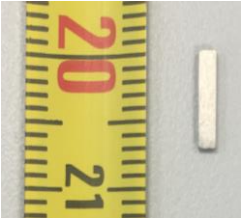
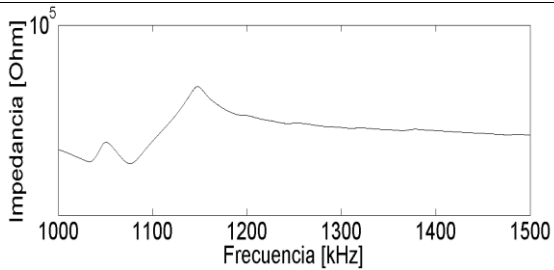

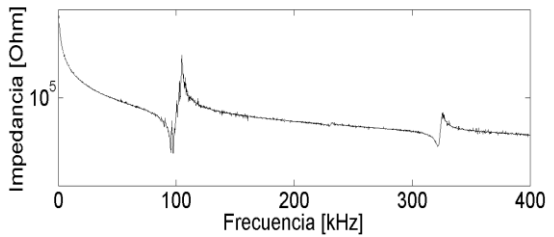


Fig. III. 4. Pantalla de resultados del software del analizador de impedancias en el laboratorio.

III. 3 - Cerámicas y geometrías empleadas

Además de las Cerámicas radiopuras Nb-PZT protagonistas en este trabajo, se emplearan materiales de la compañía PIC Ceramics, hay que recordar el objetivo que buscamos, como se ha comentado, incide en la reducción de los fondos en PICO, por ello se ha testeado cerámicas piezoeléctricas Nb-PZT manufacturadas específicamente para ello. En este apartado mostramos los estudios realizados en la caracterización de este material aplicando el protocolo DIN EN 50324-02 al conjunto de geometrías que se muestra en la *Tabla III.2*.

Modos de vibración y condicionantes geométricos	Coeficientes de cada modo
<p>Nb-PZT DISCO</p> <ul style="list-style-type: none"> Diámetro: 10 mm Espesor: 1 mm 	
<p>Nb-PZT PLACA</p> <ul style="list-style-type: none"> Largo: 16 mm Ancho: 1.9 mm Espesor: 0.9 mm 	
<p>Nb-PZT PLACA</p> <ul style="list-style-type: none"> Largo: 7.5 mm Ancho: 1.8 mm Espesor: 0.9 mm 	
<p>Nb-PZT CILÍNDRICA</p> <ul style="list-style-type: none"> Longitud: 15 mm Diámetro: 0.4 mm 	

Con ello se obtendrá el conjunto de coeficientes que definen las matrices piezoeléctricas de nuestras cerámicas PZT-Nb y contrastarán con los de una cerámica de la cerámica comercial PIC255, que ha demostrado ser adecuada y suficientemente sensible para nuestros propósitos.

Para definir la PZT-Nb diremos que está basada en una modificación del Titanato Zirconato de Plomo (PZT) y el titanato de bario, hasta aquí igual que la PIC 255, y en el proceso añaden el material más cuidado. Las propiedades de los materiales están clasificadas de acuerdo al estándar europeo DIN EN 50324 pero, de forma adicional, una serie de modificaciones han sido adaptadas según la variedad de la aplicación. Estos valores son los aportados por el fabricante de las cerámicas.

Se mostraran los valores obtenidos en los distintos coeficientes utilizando el método de la resonancia, y una vez comparados los valores con los del fabricante se realizará un estudio con las cerámicas Nb-PZT. Como se ha descrito en este subcapítulo, las cerámicas piezoeléctricas presentan numerosas resonancias siendo la más destacable, como acontece con los medios elásticos, la que ocurre cuando el elemento cerámico se puede ajustar a media longitud de onda. La frecuencia de antirresonancia y de resonancia se obtiene fácilmente mediante el módulo de la impedancia, caracterizadas con el método del análisis de la impedancia cumpliendo con la normativa internacional ya mencionada.

III. 5 Obtención de los elementos de la matriz

Después de realizar las pertinentes medidas de impedancia para hallar las frecuencias de resonancia y antirresonancia que caracterizan a los materiales y geometrías ya mencionados, y que se muestran en la tabla 2, es necesario calcular aquellos valores que representan la matriz característica de un material [10].

Existe una relación directa entre la frecuencia de resonancia, antirresonancia y la geometría de las cerámicas con algunos de los coeficientes de las matrices:

$$s_{11}^E = \frac{1}{4\rho f_{31A}^2 t_{31}^2} \quad (22) \quad s_{33}^D = \frac{1}{4\rho f_{33A}^2 l_{33}^2} \quad (23)$$

$$s_{44}^D = \frac{1}{4\rho f_{15A}^2 t_{15}^2} \quad (24) \quad c_{33}^D = 4\rho f_{PA}^2 t_P^2 \quad (25)$$

Donde:

- f_{31A} : frecuencia de antirresonancia para el modo transversal.
- f_{33A} : frecuencia de antirresonancia para el modo longitudinal.
- f_{15A} : frecuencia de antirresonancia para el modo cizalla.
- f_{PA} : frecuencia de antirresonancia para el modo radial del disco.
- t_{31} : espesor de la placa.
- l_{33} : largo del cilindro.
- t_P : espesor del disco.
- t_{15} : espesor de la placa.
- ρ : densidad del material.

Los factores de acoplamiento (k) se relacionan con las constantes elásticas en circuito abierto y cerrado de la forma:

$$s_{44}^D = s_{44}^E(1 - k_{15}^2) \quad (26) \quad s_{33}^D = s_{33}^E(1 - k_{33}^2) \quad (27)$$

$$s_{11}^D = s_{11}^E(1 - k_{31}^2) \quad (28) \quad s_{12}^D = s_{12}^E(1 - k_{31}^2 s_{11}^E) \quad (29)$$

$$c_{33}^E = c_{33}^D(1 - k_t^2) \quad (30)$$

s características de la matriz que faltan se pueden calcular de acuerdo a la propuesta por el esquema de Helke [10]:

$$\varepsilon_{33}^S = \varepsilon_{33}^T[(1 - k_t^2)(1 - k_p^2)] \quad (31) \quad \varepsilon_{11}^S = \varepsilon_{11}^T(1 - k_{15}^2) \quad (32)$$

$$\beta_{33}^T = \frac{1}{\varepsilon_{33}^T} \quad (33) \quad \beta_{11}^T = \frac{1}{\varepsilon_{11}^T} \quad (34)$$

$$\beta_{33}^S = \frac{1}{\varepsilon_{33}^S} \quad (35) \quad \beta_{11}^S = \frac{1}{\varepsilon_{11}^S} \quad (36)$$

$$c_{44}^D = \frac{1}{s_{44}^D} \quad (37) \quad s_{44}^E = \frac{s_{44}^D}{1 - k_{15}^2} \quad (38)$$

$$c_{44}^E = \frac{1}{s_{44}^E} \quad (39) \quad s_{12}^E = -s_{11}^E \left(1 - \frac{2k_{31}^2}{k_p^2}\right) \quad (40) \quad s_{11}^D = s_{11}^E(1 - k_{31}^2) \quad (41)$$

$$s_{33}^E = \frac{1}{1 - k_{33}^2} \quad (42) \quad c_{33}^E = c_{33}^D(1 - k_t^2) \quad (43) \quad s_{33}^E = \frac{1}{1 - k_{33}^2} \quad (44)$$

$$s_{13}^E = -\sqrt{\frac{1}{2} \left[s_{33}^E (s_{11}^E + s_{13}^E) - \frac{s_{11}^E + s_{12}^E}{c_{33}^E} \right]} \quad (45) \quad s_{66}^E = 2(s_{11}^E - s_{12}^E) \quad (46) \quad s_{66}^D = 2(s_{11}^D - s_{12}^D) \quad (47)$$

$$d_{31} = -k_{31} \sqrt{\varepsilon_{33}^T s_{11}^E} \quad (46) \quad d_{33} = k_{33} \sqrt{\varepsilon_{33}^T s_{33}^E} \quad (47) \quad d_{15} = k_{15} \sqrt{\varepsilon_{11}^T s_{44}^E} \quad (48)$$

$$g_{31} = \frac{d_{31}}{\varepsilon_{33}^T} \quad (48) \quad g_{33} = \frac{d_{33}}{\varepsilon_{33}^T} \quad (49) \quad g_{31} = \frac{d_{15}}{\varepsilon_{11}^T} \quad (50)$$

$$s_{13}^D = s_{13}^E - \frac{d_{31} d_{33}}{\varepsilon_{33}^T} \quad (51) \quad c_{11}^E = \frac{(s_{11}^E s_{33}^E - s_{13}^E)^2}{(s_{11}^E - s_{12}^E) [s_{33}^E (s_{11}^E + s_{12}^E) - 2s_{13}^E]} \quad (52)$$

$$c_{12}^E = \frac{(s_{13}^E - s_{12}^E s_{33}^E)}{(s_{11}^E - s_{12}^E) [s_{33}^E (s_{11}^E + s_{12}^E) - 2s_{13}^E]} \quad (53) \quad c_{13}^E = \frac{-s_{13}^E}{s_{33}^E (s_{11}^E + s_{12}^E) - 2s_{13}^E} \quad (54)$$

$$c_{66}^E = \frac{c_{11}^E - c_{12}^E}{2} \quad (55) \quad c_{11}^D = \frac{(s_{11}^D s_{33}^D - s_{13}^D)^2}{(s_{11}^D - s_{12}^D) [s_{33}^D (s_{11}^D + s_{12}^D) - 2s_{13}^D]} \quad (56)$$

$$c_{12}^D = \frac{(s_{13}^D - s_{12}^D s_{33}^D)}{(s_{11}^D - s_{12}^D) [s_{33}^D (s_{11}^D + s_{12}^D) - 2s_{13}^D]} \quad (57) \quad c_{13}^D = \frac{-s_{13}^D}{s_{33}^D (s_{11}^D + s_{12}^D) - 2s_{13}^D} \quad (58)$$

$$c_{66}^D = \frac{c_{11}^D - c_{12}^D}{2} \quad (59)$$

$$e_{31} = d_{31}(c_{11}^E + c_{12}^E) + d_{33} c_{13}^E \quad (60) \quad e_{33} = k_t \sqrt{\varepsilon_{33}^S c_{33}^D} \quad (61) \quad e_{15} = k_t \sqrt{\varepsilon_{11}^S c_{44}^D} \quad (62)$$

$$h_{31} = \frac{e_{31}}{\varepsilon_{33}^S} \quad (63)$$

$$h_{33} = \frac{e_{33}}{\varepsilon_{33}^S} \quad (64)$$

$$h_{15} = \frac{e_{15}}{\varepsilon_{11}^S} \quad (65)$$

Dada las relaciones de simetría que existe entre las matrices, se pueden adicionar los siguientes elementos [10]:

$$\begin{aligned} c_{21}^E &= c_{12}^E & c_{22}^E &= c_{11}^E & c_{31}^E &= c_{13}^E & c_{32}^E &= c_{13}^E \\ c_{23}^E &= c_{13}^E & c_{55}^E &= c_{44}^E & c_{21}^D &= c_{12}^D & c_{22}^D &= c_{11}^D \\ c_{31}^D &= c_{13}^D & c_{32}^D &= c_{13}^D & c_{23}^D &= c_{13}^D & c_{55}^D &= c_{44}^D \end{aligned} \quad (66)$$

$$\begin{aligned} s_{21}^E &= s_{12}^E & s_{22}^E &= s_{11}^E & s_{31}^E &= s_{13}^E & s_{32}^E &= s_{13}^E \\ s_{23}^E &= s_{13}^E & s_{55}^E &= s_{44}^E & s_{21}^D &= s_{12}^D & s_{22}^D &= s_{11}^D \\ s_{31}^D &= s_{13}^D & s_{32}^D &= s_{13}^D & s_{23}^D &= s_{13}^D & s_{55}^D &= s_{44}^D \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} d_{24} &= d_{15} & d_{32} &= d_{31} & g_{24} &= g_{15} & g_{32} &= g_{31} \\ e_{24} &= e_{15} & e_{32} &= e_{31} & h_{24} &= h_{15} & h_{32} &= h_{31} \\ \varepsilon_{22}^T &= \varepsilon_{11}^T & \varepsilon_{22}^S &= \varepsilon_{11}^S \end{aligned}$$

Obtener los 12 elementos de la matriz de propiedades es posible con las ecuaciones enumeradas anteriormente, sin embargo sólo 10 son independientes entre sí. Para definir una matriz de propiedades fiables se debe cumplir las siguientes condiciones [17]:

$$c^E = \frac{1}{s^E} \quad (67) \quad c^D = \frac{1}{s^D} \quad (68) \quad \beta^T = \frac{1}{\varepsilon^T} \quad (69)$$

$$\beta^S = \frac{1}{\varepsilon^S} \quad (70) \quad d = g\varepsilon^T = e s^E \quad (71) \quad e = h\varepsilon^S = d c^E \quad (72)$$

$$g = d\beta^T = h s^D \quad (73) \quad h = e\beta^S = g c^D \quad (74) \quad Y = \frac{1}{s} \quad (75)$$

Los componentes con los más altos errores debido a la inversión de la matriz son: s_{13} , c_{13} , s_{12} y c_{12} [10]. Por ello, para tener una buena obtención del conjunto completo de coeficientes de las matrices piezoeléctricas necesita de un algoritmo de minimización del error de las expresiones anteriores (31) a (75) que excede del contenido de un trabajo de Trabajo Fin de Máster. Aun así, el método que seguido anteriormente es válido para obtener los valores generales, pues en los siguientes apartados aplicaremos este protocolo de caracterización a las cerámicas Nb-PZT que se utilizarán en el mencionado detector PICO 500.

IV. SIMULACIÓN DE CERÁMICAS PIEZOELÉCTRICAS

En este capítulo se detallará las acciones realizadas para la simulación de cerámicas piezoeléctricas, esto conlleva a tener que seguir unos pasos que se explicarán en los próximos subcapítulos.

IV. 1 Método de los elementos finitos

Emergido en la mitad del siglo XX en la industria aeronáutica, el método de los elementos finitos (FEM) se introdujo pronto como uno de los más eficaces. Consiste en una aproximación de ecuaciones diferenciales para problemas continuos, es decir, en transformar un problema continuo en un modelo discreto aproximado para su análisis [11]. El FEM está pensado para ser usado en ordenadores y permite resolver ecuaciones diferenciales asociadas a un problema físico sobre geometrías complicadas. Se utiliza principalmente en el diseño y mejora de productos, así como análisis previo a la realización del prototipo. La variedad de problemas a los que puede aplicarse ha crecido enormemente en los últimos años, convirtiéndolo en un instrumento fundamental que permite una drástica reducción de los costes de innovación y desarrollo [12].

IV. 2 Modelo de simulación COMSOL Multiphysics

COMSOL Multiphysics es una plataforma de software multipropósito, basado en métodos numéricos avanzados (método de elementos finitos), que puede modelar virtualmente una gran variedad de fenómenos físicos que se puedan describir con ecuaciones diferenciales parciales (PDE).

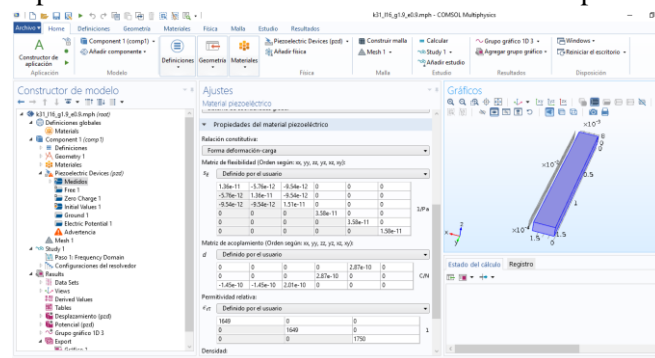


Figura IV. 1. Interfaz gráfica COMSOL Multiphysics.

Como parámetro de entrada para caracterizar los materiales piezoeléctricos, es necesario introducir los coeficientes de las matrices que relacionan la parte mecánica con la eléctrica en las ecuaciones constitutivas del efecto piezoeléctrico de la forma en que están implementadas en COMSOL.

Study 1, Frequency Domain

$$s - S_0 = c_E : (\epsilon - \epsilon_0) - e^T \cdot E$$

$$D - D_r = e : (\epsilon - \epsilon_0) + \epsilon_S \cdot E$$

Figura IV.2. Ecuaciones que implementa COMSOL

Donde:

- T Coeficiente calculada a tensión [N/m^2]
- S Deformación
- D Desplazamiento eléctrico [C/m^2]
- E Campo eléctrico [V/m]

- c^E Constante de rigidez elástica - campo eléctrico [N/m^2]
- e Constante piezoeléctrica [C/m^2]
- ε^S Constante de permitividad – deformación [F/m]

A continuación veremos las matrices a utilizar dentro de COMSOL. Debido a las simetrías en las matrices sólo son necesarias ciertas componentes para realizar las simulaciones:

$$c^E = \begin{bmatrix} c_{11}^E & c_{21}^E & c_{31}^E & 0 & 0 & 0 \\ c_{12}^E & c_{22}^E & c_{32}^E & 0 & 0 & 0 \\ c_{13}^E & c_{23}^E & c_{33}^E & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44}^E & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{55}^E & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66}^E \end{bmatrix} \quad p = \text{densidad} [kg/m^3]$$

Matriz de elasticidad

Densidad del material

$$e = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & e_{51} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_{42} & 0 & 0 \\ e_{13} & e_{23} & e_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

$$\varepsilon_{relative}^S = \begin{bmatrix} \varepsilon_{r11}^S & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{r11}^S & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{r11}^S \end{bmatrix}$$

Matriz de acoplo tensorial

Matriz de permitividad

Dentro del entorno de simulación COMSOL, la interfaz de dispositivos piezoeléctricos es una combinación de las interfaces de mecánica de sólidos y de electrostática. Consecuentemente, las variables dependientes son el potencial eléctrico V y las tres componentes del desplazamiento mecánico u .

La propiedad de Modelo de Dispositivos Piezoeléctricos en COMSOL se aplica al volumen que representa la cerámica piezoeléctrica. Se ha definido el factor de amortiguación mecánica ηc^E de la matriz de elasticidad c^E , y el factor de pérdidas dieléctricas $\eta \varepsilon^S$ de la matriz de permitividades eléctricas ε^S . Ambos definidos como isotrópicos.

Las diferentes condiciones de contorno específicas de la interfaz de dispositivos piezoeléctricos se describen a continuación, que corresponden a la parte eléctrica de la cerámica:

- Carga nula: es la condición de contorno electrostática por defecto. Implica que no hay carga eléctrica en el contorno, de modo que se aplica en las superficies de la cerámica donde no hay electrodos.
- Potencial eléctrico: fija un potencial eléctrico en el contorno elegido. Se aplica a una de las dos superficies que representan los electrodos en nuestros modelos.
- Tierra: fija un potencial eléctrico nulo en el contorno elegido. Se aplica a la otra superficie que representa un electrodo de la cerámica en estudio.

Además, respecto al comportamiento mecánico del material, se establece la condición de contorno libre en todas las superficies de la cerámica.

Se quiere obtener la impedancia eléctrica, para ello se calcula a partir de la densidad de carga superficial Jn que obtiene la simulación en uno de los electrodos hacia el interior de la cerámica, y de la diferencia de potencial V con la que se ha generado. Dado que a lo largo de esta Sección, todas las cerámicas piezoeléctricas simuladas van a tener una configuración similar, salvo en su geometría, en la Figura IV. 3. mostramos un ejemplo genérico de modelo utilizado en las simulaciones volumétricas

(izquierda) y de la curva de impedancia obtenida (derecha), para el caso de una cerámica PIC255 de 10 mm de diámetro y 5 mm de espesor. El resultado se compara con una medida la implementación obtenida del modelo analítico. Se observa ambos métodos coinciden en las frecuencias del primer modo (modo extensional radial), mientras que la simulación numérica muestra un mayor número de resonancias, que no son armónicos de la fundamental pues vienen dadas por acoplamientos de vibraciones en las tres dimensiones del espacio. Aun así, los resultados de ambas herramientas pueden compararse para los modos fundamentales y frecuencias inferiores, que son las de interés.

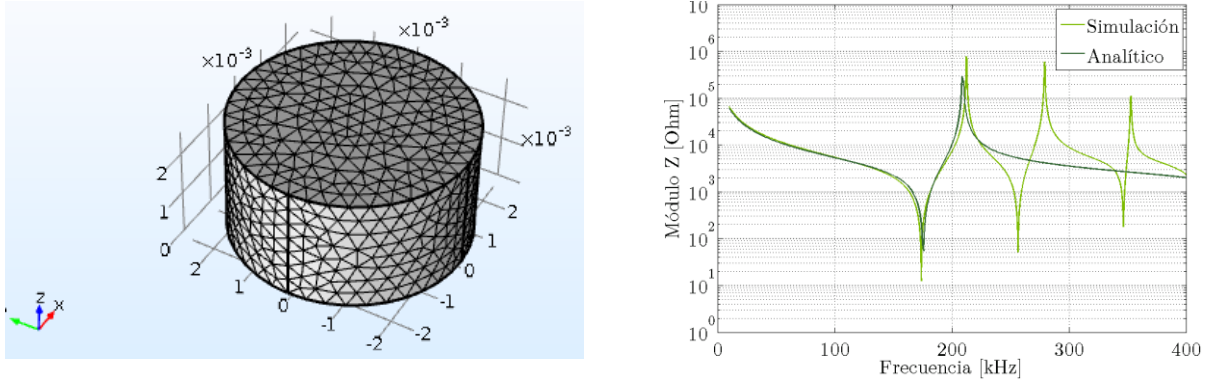


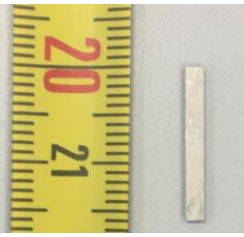
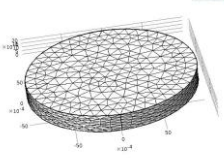
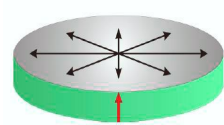

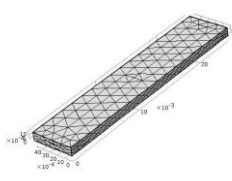


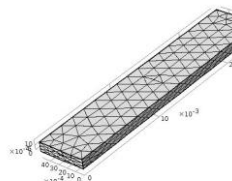
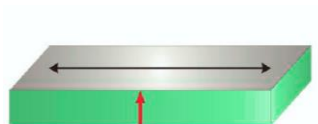
Figura IV. 3. Modelo de la simulación (izquierda) y resultado de la impedancia obtenida (derecha).

IV. 3 Características y parámetros.

Las geometrías empleadas para caracterizar los coeficientes de la matriz piezoeléctrica, dependen de las dimensiones de cada una de las cerámicas. En la siguiente tabla se muestran cada una de las formas evaluadas en su imagen real como el modelo generado en COMSOL. Las características del mallado dependen de las dimensiones de la superficie en la cual se desea evaluar el movimiento, el mallado debe estar controlado como regla general por:

$$\Delta x = \lambda/8 \quad (86)$$

En la *Tabla IV. 1.* se muestran las características de cada una de las mallas así como las dimensiones físicas de cada cerámica piezoeléctrica.

Modos de vibración y condicionantes geométricos	Coeficientes de cada modo
<p>Nb-PZT PLACA</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Largo: 16 mm Ancho: 1.9 mm Espesor: 0.9 mm 	 
<p>Nb-PZT PLACA</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Largo: 7.5 mm Ancho: 1.8 mm Espesor: 0.9 mm 	 
<p>Nb-PZT PLACA</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Largo: 7.5 mm Ancho: 1.8 mm Espesor: 0.9 mm 	 

Nb-PZT CILÍNDRICA

- Longitud: 15 mm Diámetro: 0.4 mm

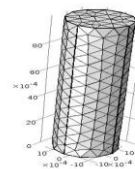


Tabla IV. 4. Medidas y gráficas de las cerámicas piezoeléctricas según el material.

En la fiabilidad de las medidas tiene gran importancia la repetitividad de las medidas, se realizaron tres medidas de la impedancia para cuatro muestras de las mismas dimensiones de cada geometría. En la siguiente *Tabla IV. 1.* del siguiente capítulo se puede observar las curvas de impedancia características para cada modo en módulo después de su representación. Se anotará la frecuencia de resonancia y la frecuencia de antirresonancia asociada a cada uno de los modos que corresponden a los mínimos y máximos del módulo de la impedancia respectivamente.

IV.5 Impedancia eléctrica

De entre la amplia gama de “outputs” o variables de salida que podemos calcular en COMSOL, ninguna es exactamente la impedancia o la admitancia eléctricas. Aun así, podemos calcularla a partir de la densidad de carga superficial (J_n) que obtiene la simulación en uno de los electrodos hacia el interior de la cerámica, y de la diferencia de potencial ($V = 0,5 V$) con que la hemos excitado, mediante la siguiente expresión:

$$\mathbf{Z} = \frac{V}{I} = \frac{V}{\int_S J_n ds} \quad (76)$$

Donde I es la intensidad de corriente a través del electrodo y la integral se extiende a toda la superficie S del electrodo. Definida de esta forma, la impedancia queda como un número complejo del que podemos obtener su módulo, fase, parte real e imaginaria, y compararla directamente con las medidas experimentales, tal como hacemos en la Sección V.

V. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS DE CARACTERIZACIÓN DE CERÁMICAS RADIOPURAS

V.2 Coeficiente de acoplamiento electromecánico y Coeficiente de frecuencia

En base de las curvas de impedancia vistas anteriormente, se calculan las siguientes frecuencias de resonancia y antirresonancia. Se ha resumido en la *Tabla V. 1*. Al estudiar los datos se observó cierta desviación, sobre la cual también se añadirán los datos en la misma tabla.

	fr [kHz] $\pm \delta$ fr	fa [kHz] $\pm \delta$ fa
Radial (p)	193,37 \pm 1,14	226,4 \pm 0,81
Espesor (t)	2205,9 \pm 27,83	2481,3 \pm 45,63
Longitudinal (33)	96,8 \pm 0,14	104,8 \pm 0,11
Transversal (31)	93,9 \pm 0,38	97915,8 \pm 0,28
Cizalla (15)	1046,1 \pm 14,95	1122,7 \pm 11,09

Tabla V. 1. Frecuencias de resonancia y antirresonancia asociadas a cada uno de los modos del material Nb-PZT medido.

El primero de los parámetros que podemos comparar es el factor de acoplamiento electromecánico pues se extraen directamente de las frecuencias de resonancia y antirresonancia de cada uno de los modos. La *Tabla V. 2* muestra los resultados obtenidos, y los comparamos con los ofrecidos por el fabricante de las cerámicas PIC255, de gran sensibilidad cuando se utiliza como receptor acústico, con las que se ha trabajado. Los valores obtenidos son algo inferiores en todos los modos, salvo el espesor, pero relativamente elevados para poderse utilizar como elemento activo en los sensores acústicos de PICO. $\pm 14958,3$.

	$k_{Nb-PZT} + \delta k$	k_{P255}
Radial (p)	0,587 + 0,034	0,620
Espesor (t)	0,496 + 0,055	0,471
Longitudinal (33)	0,416 + 0,006	0,691
Transversal (31)	0,316 + 0,043	0,351
Cizalla (15)	0,392 + 0,061	0,661

Tabla V. 2. Factores de acoplamiento electromecánico para los materiales en estudio.

Al mismo tiempo, se ha realizado un estudio con la medida de la densidad del material para poder de las cerámicas. Para ello, como se detalla en el *anexo Densidad* para cada una de las muestras, se ha determinado a su masa con una báscula digital de precisión y medida con un pie de rey. Aquí se expone el resultado obteniendo una densidad global de: $\rho = 8114,2 \text{ kg/m}^3$.

Una vez obtenidas las matrices que resuelven el comportamiento mecánico y eléctrico de los materiales y haber realizado las simulaciones de cada cerámica para cada material, es posible determinar los coeficientes de acoplamiento electromecánico y utilizarlo a manera de factor característico de las cerámicas piezoeléctricas.

V.3 Coeficientes piezoeléctricos

Como referencia de las frecuencias de resonancia de la *Tabla V. 1.*, de los factores de acoplamiento de la *Tabla V. 2.*, de la densidad del material piezoeléctrico y de las dimensiones de cada geometría empleada, se han obtenido el conjunto completo de constantes que definen todas las matrices del efecto de piezoelectricidad, en sus diferentes formas, aplicando las ecuaciones (30) a (75). La *Tabla V.3.* muestra los valores obtenidos en las cerámicas PZT-Nb, comparados con los típicos de la cerámica comercial PIC255. Con ello, podemos obtener el comportamiento piezoeléctrico de una geometría arbitraria de cerámica PZT-Nb a partir de la implementación numérica de las correspondientes ecuaciones piezoeléctricas.

	Nb-PZT	PIC 255		Nb-PZT	PIC 255
s11E	$1,540 \cdot 10^{-11}$	$1,590 \cdot 10^{-11}$	s11D	$1,384 \cdot 10^{-11}$	$1,393 \cdot 10^{-11}$
s12E	$-6,105 \cdot 10^{-12}$	$-5,700 \cdot 10^{-12}$	s12D	$-7,658 \cdot 10^{-12}$	$-7,660 \cdot 10^{-12}$
s13E	$-5,644 \cdot 10^{-12}$	$-7,376 \cdot 10^{-12}$	s13D	$-3,569 \cdot 10^{-12}$	$-2,945 \cdot 10^{-12}$
s33E	$1,516 \cdot 10^{-11}$	$2,097 \cdot 10^{-11}$	s33D	$1,238 \cdot 10^{-11}$	$1,100 \cdot 10^{-11}$
s44E	$3,363 \cdot 10^{-11}$	$4,492 \cdot 10^{-11}$	s44D	$2,873 \cdot 10^{-11}$	$2,530 \cdot 10^{-11}$
s66E	$4,300 \cdot 10^{-11}$	$4,320 \cdot 10^{-11}$	s66D	$4,300 \cdot 10^{-11}$	$4,320 \cdot 10^{-11}$
c11E	$1,215 \cdot 10^{11}$	$1,230 \cdot 10^{11}$	c11D	$1,440 \cdot 10^{11}$	$1,300 \cdot 10^{11}$
c12E	$7,499 \cdot 10^{10}$	$7,670 \cdot 10^{10}$	c12D	$9,790 \cdot 10^{10}$	$8,350 \cdot 10^{10}$
c13E	$7,316 \cdot 10^{10}$	$7,025 \cdot 10^{10}$	c13D	$6,980 \cdot 10^{10}$	$5,730 \cdot 10^{10}$
c33E	$1,204 \cdot 10^{11}$	$9,711 \cdot 10^{10}$	c33D	$1,694 \cdot 10^{11}$	$1,220 \cdot 10^{11}$
c44E	$2,973 \cdot 10^{10}$	$2,226 \cdot 10^{10}$	c44D	$3,448 \cdot 10^{10}$	$3,949 \cdot 10^{10}$
c66E	$2,325 \cdot 10^{10}$	$2,315 \cdot 10^{10}$	c66D	$2,330 \cdot 10^{10}$	$2,320 \cdot 10^{10}$
d31	$-1,550 \cdot 10^{10}$	$-1,740 \cdot 10^{10}$	g31	$-1,000 \cdot 10^{-2}$	$-1,130 \cdot 10^{-2}$
d15	$2,673 \cdot 10^{10}$	$5,350 \cdot 10^{10}$	g15	$1,832 \cdot 10^{-2}$	$3,550 \cdot 10^{-2}$
d33	$2,071 \cdot 10^{10}$	$3,940 \cdot 10^{10}$	g33	$1,337 \cdot 10^{-2}$	$2,540 \cdot 10^{-2}$
e31	-15,33	-7,15	h31	$-2,090 \cdot 10^9$	$-9,430 \cdot 10^8$
e15	7,95	11,90	h15	$2,587 \cdot 10^9$	$1,810 \cdot 10^9$
e33	18,95	13,70	h33	$6,374 \cdot 10^8$	$1,540 \cdot 10^9$

Tabla V. 3. Factores de acoplamiento electromecánico para los materiales en estudio.

Se ven importantes similitudes entre coeficientes *c* y *d* en ambas cerámicas, así como algunas diferencias entre el resto de coeficientes. Con todo, son del mismo orden de magnitud. Se tiene en cuenta que el material Nb-PZT ha sido manufacturado de forma específica para la colaboración PICO, teniendo en cuenta, sobre todo, la necesidad de radiopureza en el material, no se disponen de las habituales fichas con su caracterización con las que contrastar estos valores obtenidos.

Una vez definido los valores de la matriz que aplica para todas las geometrías de cada material, es necesario agregar un valor de potencial eléctrico que funcione a manera de fuente que proporcione la señal a la cerámica piezoeléctrica justo donde se encuentran los electrodos.

Por defecto en cada modelo COMSOL se da la posibilidad de controlar la malla mediante la física, sin embargo para este trabajo los datos de malla fueron manualmente introducidos, porque en los modos radiales no se necesita emplear mallas minúsculas como con el modo espesor. Las características de la malla empleada para cada cerámica de cada uno de los modos (k_p , k_t) se especificó para ocupar la zona con una malla lo suficientemente estrecha para que los datos sean aceptables.

V.4 Simulación de impedancias

El método del analizador de impedancias permite obtener de manera fiable para la mayoría de las geometrías, un valor para la frecuencia de resonancia y anti resonancia en cada material. En este apartado se comparan los resultados obtenidos para los modos de vibración radial, espesor, longitudinal, transversal y cizalla entre las medidas realizadas en el laboratorio y las simulaciones realizadas en COMSOL Multiphysics. Se mostrarán resultados del módulo de la impedancia eléctrica en función de la frecuencia.

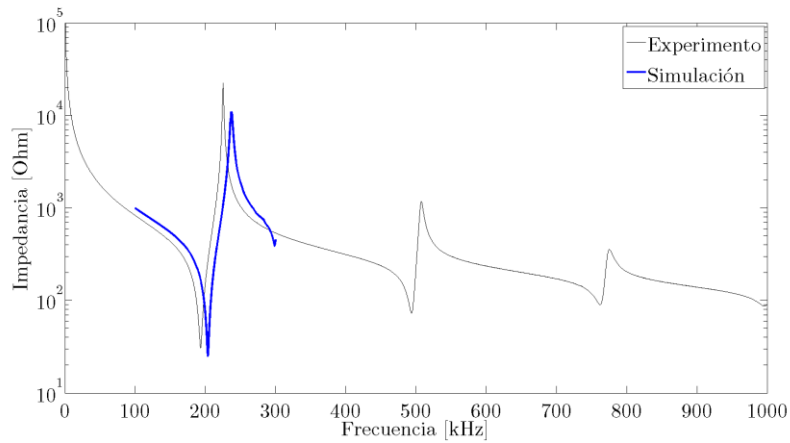


Figura V. 1. Valor absoluto de la Impedancia eléctrica del Disco Nb-PZT modo Kp.

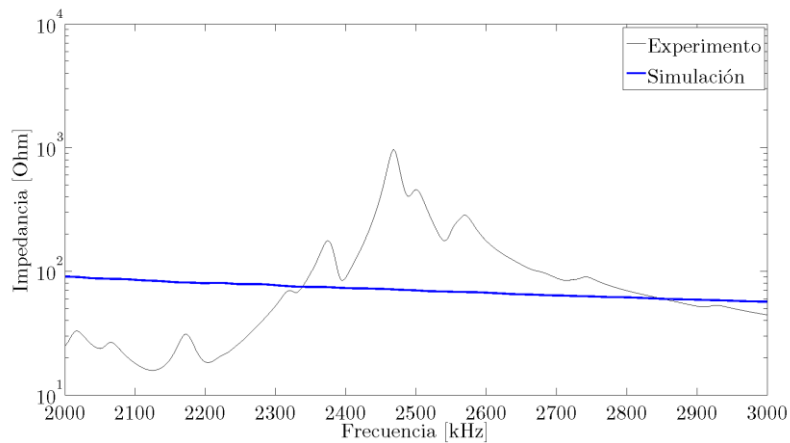


Figura V. 2. Valor absoluto de la Impedancia eléctrica del Disco Nb-PZT modo Kp.

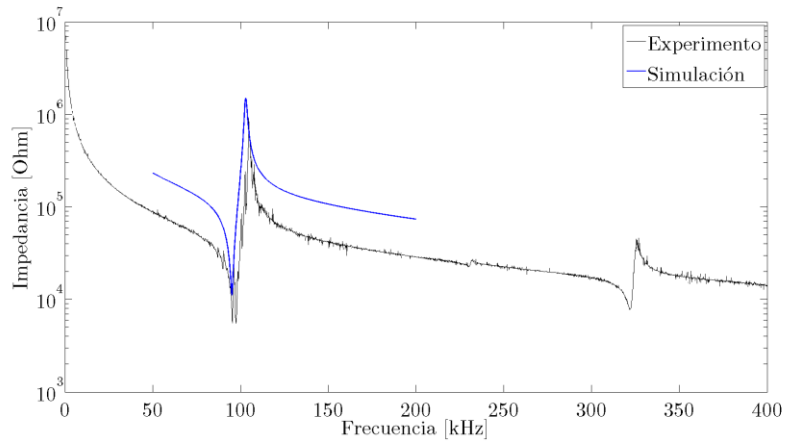


Figura V. 3. Valor absoluto de la Impedancia eléctrica del cilindro Nb-PZT modo K_{33} .

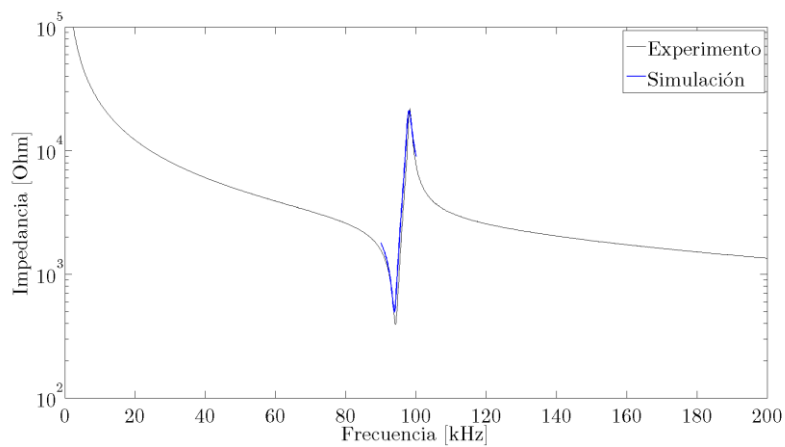


Figura V. 4. Módulo de la Impedancia eléctrica para la placa Nb-PZT modo k_{31} .

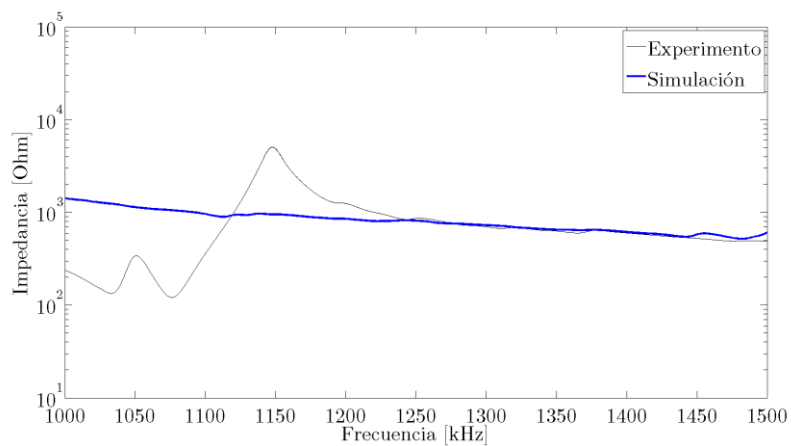


Figura V. 5. Módulo de la Impedancia eléctrica para la placa Nb-PZT modo k_{15} .

En la gráfica anterior se muestra la medida realizada por el método de la impedancia contra la simulación en COMSOL para el disco Nb-PZT. Para el cilindro Nb-PZT solo se evaluaron valores cercanos a la frecuencia de resonancia pues los demás modos vibratorios no son relevantes al análisis de los coeficientes de las matrices. En la anteriores gráficas se muestra la medida obtenida con el analizador de impedancias para el disco (Figura V. 1., Figura V. 2.), para la placa PZT-Nb (Figura V. 4. Y Figura V. 5) y para el cilindro Figura V. 3. contra la simulación por elementos finitos.

VI. OPTIMIZACIÓN DE CERÁMICAS RADIOPURAS

VI.1 Parámetros importantes.

Las cerámicas PZT-Nb estudiadas a lo largo de este trabajo son cerámicas que no están estudiadas con profundidad. Pues partimos de un material nuevo, es por ello que se ha ido trabajando minuciosamente para poder tener un estudio completo tanto de su fiabilidad y comportamiento.

Resulta interesante optimizar su comportamiento. Se cuenta con una geometría cilíndrica que se simulará variando sus parámetros y una estructura plana. Se ha estudiado su comportamiento en función de su diámetro y su altura. Es decir, detectar en las variaciones de volumen las deficiencias del material para poder determinar la holgura del rango de frecuencias de trabajo con exactitud.

Se llevará a cabo un estudio de la optimización de cerámicas radiopuras para una estructura volumétrica, que pasará de tener forma de un disco a una cilíndrica si se varían las dimensiones de altura y diámetro de forma adecuada. Y por otro lado una estructura plana, una estructura que tendrá un largo y ancho pero con un espesor minúsculo. En los subcapítulos siguientes se detalla cada uno de estos estudios.

VI.2 Optimización de cerámicas volumétricas.

El estudio de optimización de la estructura volumétrica consta de unas primeras simulaciones mediante COMSOL Multiphysic donde se varia el diámetro desde 0.2 mm hasta 10 mm, con un paso de 0.2 milímetros. Se mantiene constante en todo momento el volumen de 500 mm³. Todo ello variando la altura de la estructura para poder visualizarlo mediante una gráfica como la *Figura VI. 1*.

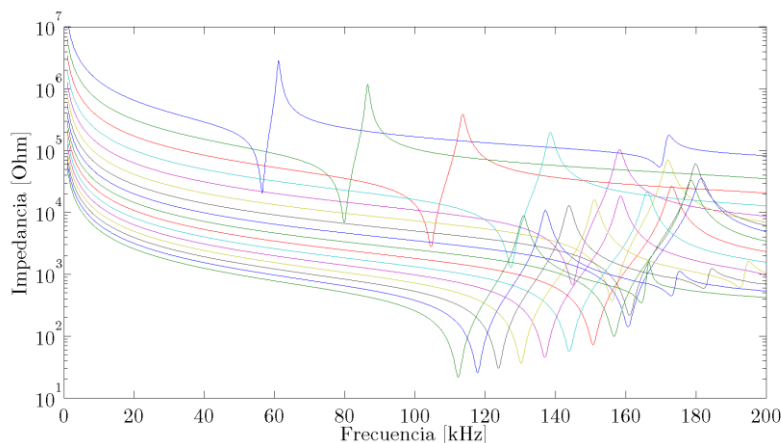


Figura VI. 1. Comparación de las medidas de la cerámica volumétrica Nb-PZT.

En la *Figura VI. II* podemos observar el estudio del módulo de las frecuencias resonancia (azul) y antirresonancia (verde) de la cerámica volumétrica Nb-PZT en función de la relación de la geometría $\frac{d}{h}$ (diámetro/altura). Hay que destacar que la curva de la frecuencia de antirresonancia es mayor durante toda la geometría prácticamente desde el inicio. En él se observa, ambas curvas siguen dos comportamientos. Por una parte, desde prácticamente 0 hasta 2, crecen las frecuencias. A partir de aquí, deja de comportarse como un

cilindro y se comporta como un disco, es decir, se ve que aumentando la relación geométrica disminuye las frecuencias de resonancia y antirresonancia.

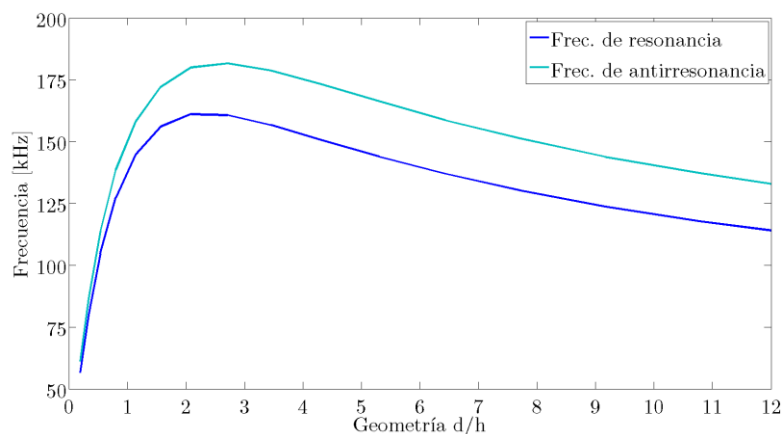


Figura VI. 1. Comparación de las frecuencias resonancia (azul) y antirresonancia (verde) de la cerámica volumétrica Nb-PZT.

En la *Figura VI. 3* podemos observar el módulo de la impedancia eléctrica de cada una de las frecuencias de resonancia y antirresonancia. Se observa un comportamiento plano, para un aumento de la relación diámetro-altura disminuye la impedancia, es decir, más libertad de movimiento al vibrar cuanto mayor sea. Se buscan bajas frecuencias, pero vemos que la impedancia es mayor por tanto hay que buscar un equilibrio entre las partes.

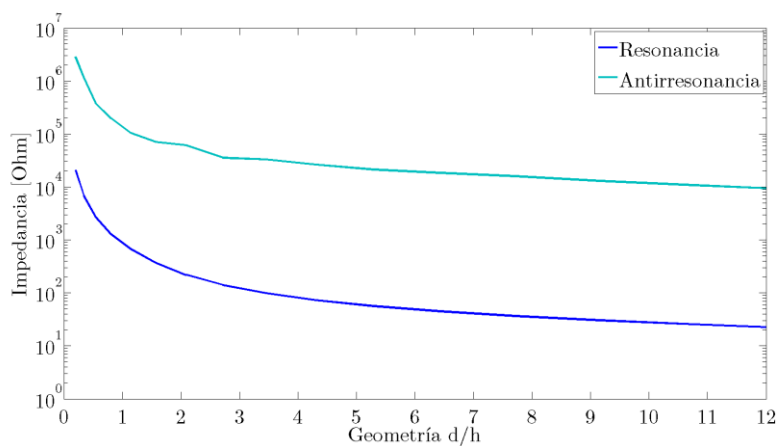


Figura VI. 2. Módulo de la Impedancia eléctrica cerámica paramétrica Nb-PZT

En la *Figura VI. 4* podemos observar el parámetro k general para cada uno de los módulos estudiados. Aquí se ha estudiado la eficiencia de cada uno de los módulos. Cuando más grande es la relación geométrica también aumenta el factor k, pero se observa una clara tendencia a estabilizarse rápidamente.

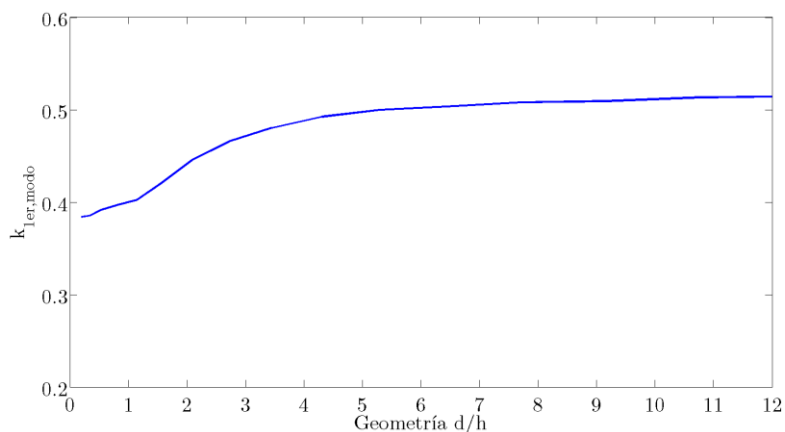


Figura VI. 4. Coeficiente k de la cerámica paramétrica volumétrica.

Si se quiere una eficiencia grande, es decir, un 80% del máximo que se puede llegar a tener con ese volumen seleccionado, una relación geométrica $\frac{d}{h} = 4$. Por tanto, se tiene una frecuencia de resonancia de 150 KHz con una impedancia 100 ohms. Estos datos indican que se llega a unas características similares a las actuales sin cerámicas radiopuras.

Se puede considerar por otra parte una cerámica con una $\frac{d}{h}$ muy baja, es decir, baja eficiencia del primer modo. Cuando se obtiene un valor del coeficiente k del primer modo muy bajo, se obtendría una frecuencia baja y una impedancia alta. A priori esto último sería una elección no optimizada, pues e ha elegido unos parámetros que no son los mejores. Pero si se tuviese que elegir dicho coeficiente k , hay estudios que indican que en esta elección existe una dependencia de la energía a agruparse en el primer modo. Esto se puede seguir en líneas futuras sobre líneas ya estudiadas como la tesis de I.Felis. [13]

VI.3 Optimización cerámicas superficiales.

Por otra parte se ha realizado una optimización de cerámicas superficiales mediante COMSOL Multiphysics donde se varía el largo y el ancho para poder visualizarlo mediante una gráfica. El estudio consta de unas primeras simulaciones donde se varía el largo y el ancho. Todo ello manteniendo como en la estructura cerámica volumétrica, un volumen constante. En este caso, un volumen de 300 mm^3 .

En la *Figura VI. II* podemos observar el estudio del módulo de la frecuencia de resonancia de la cerámica superficial Nb-PZT en función de la relación de la geometría $\frac{d}{h}$ (diámetro/altura). Hay que destacar que la curva sigue dos comportamientos. Por una parte, desde prácticamente 0 hasta 0.9, crece. A partir de aquí, se ve que aumentando la relación geométrica disminuye las frecuencias de resonancia.

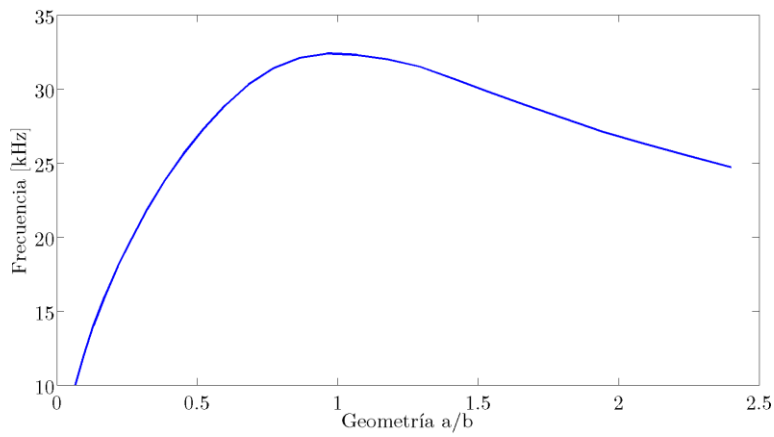


Figura VI. 4. Coeficiente k de la cerámica paramétrica volumétrica.

En la *Figura VI. 3* podemos observar el módulo de la impedancia eléctrica de la frecuencia de resonancia. Se observa un comportamiento donde un aumento de la relación diámetro-altura disminuye la impedancia de 0 a 0.5, aquí aumenta llegando a un máximo inmediatamente antes de 1 con una impedancia máxima de 35 ohms. A partir de esta geometría disminuye continuamente la impedancia.

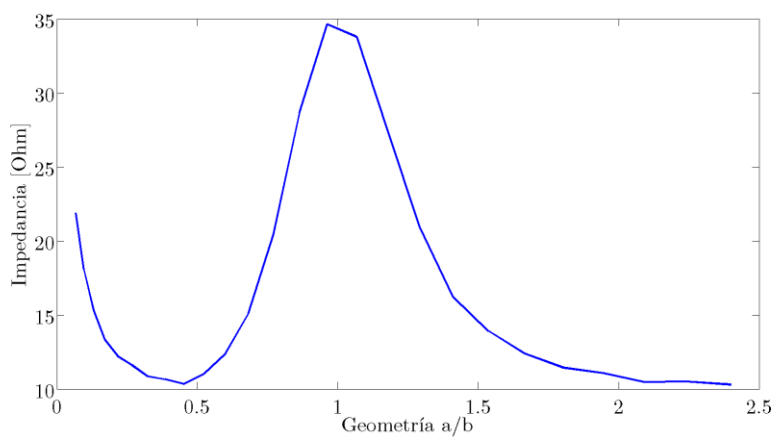


Figura VI. 4. Coeficiente k de la cerámica paramétrica volumétrica.

VII. CONCLUSIONES

- Se ha conseguido caracterizar y simular por el método de la impedancia de acuerdo a la norma DIN EN 50324 y se han obtenido los coeficientes a partir de las medidas de impedancia, con ello se han obtenido unos resultados satisfactorios para las cerámicas radiopuras facilitadas por Virginia Tech, para el detector PICO500. Se ha conseguido que un material nuevo e interesante por su radiopureza también sea interesante desde el punto de vista de la fiabilidad de trabajo.
- Se ha demostrado de una manera clara, mediante una optimización de las cerámicas piezoeléctricas radiopuras por métodos de simulación, la relación directa entre la frecuencia, el factor de acoplamiento electromecánico y la separación entre los niveles de la frecuencia. En ella se ha observado el comportamiento al variar los parámetros geométricos.
- Se ha simulado el material radiopuro a través del método de elementos finitos del software COMSOL Multiphysics obteniendo en general, una reproducción similar al comportamiento de la cerámica piezoeléctrica analizada. Aun así, las altas frecuencias presentan más desviaciones que las bajas frecuencias, que deben ser estudiadas con mucho detalle ya que necesitan un gran mallado y, por tanto, enormes tiempos de cálculo.
- Se ha organizado un estudio de la optimización de las cerámicas piezoeléctricas radiopuras mediante métodos de simulación. Con ella se ha demostrado que los resultados, reproducen correctamente el comportamiento de las cerámicas piezoeléctricas. Observando con detalle, en frecuencias altas existen algunas desviaciones en las cuales se debería hacer un estudio más pormenorizado al requerir un gran mallado y, por consiguiente, grandes tiempos de cálculo.
- Este trabajo final de máster puede ser empleado como modelo de caracterización y simulación de cerámicas piezoeléctricas en general, y radiopuras en particular, pues se ha estudiado de manera clara los componentes de interés para rellenar las matrices en los coeficientes piezoeléctricos del material cerámico a partir de los datos obtenidos de la caracterización experimental y usando las simetrías en las matrices. Los pasos aquí descritos para el modelado de cerámicas piezoeléctricas son los básicos en una simulación por elementos finitos y su comportamiento depende del tipo de cerámica, sus características eléctricas, mecánicas y geométricas.

VIII. AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer en primer lugar a Ivan Felis por haberme dado la oportunidad y la confianza de trabajar de un modo entusiasta a su lado, consiguiendo que mi visión se enfoque a la excelencia en todas las tareas. A Joan Martínez y a Miguel Ardid por realizar este trabajo bajo su tutela y haberme revisado el trabajo.

Agradecer a mis padres todo el apoyo y por ser la fuente de mi motivación. A mi abuela Rosa por su confianza ciega. A Isabel por cada palabra de ánimo durante este año. Y por último, quiero recordar a mis abuelos y a Fina porque han sido mi guía en todo este viaje y siempre lo serán.

IX. BIBLIOGRAFÍA

Sobre piezoelectricidad

- [1] Dra. Dulia Orteg, *Historia del ultrasonido: El caso chileno*. Revista chilena de Radiología, Vol.10 n° 2 (2004).
- [2] Shaul Katzir, “Measuring constants of nature: confirmation and determination in piezoelectricity (2003).
- [3] H. Blattner, W. Känzig y W. Merz, «Preparation and Investigation of Barium Titanate Single Crystals.», *Helv. Phys. Acta*, n° 22, 35, 1949.
- [4] W. Cady, *Piezoelectricity. An Introduction to the Theory and Applications of Electromechanical Phenomena in Crystals*, New York: McGraw-Hill, 1964.
- [5] A. Arnau, *Piezoelectric Transducers and Applications*, 2ª ed., Springer, 2008.
- [6] *APC International. Piezoelectric Ceramics: principles and applications*. Año, 2005.
- [7] Manfred Hoflich, Santiesban. *Desenvolupament d'un node sensor sense fils autoaliment. Módul Piezo-Magnetic*.
- [8] Valero, Fias, Eduardo. *El método de los elementos finitos (MEF ó FEM)*. Cap, pp. 144-352.
- [9] Propagación de errores. <https://www.uv.es/zuniga/3.2_Propagacion_de_errores.pdf>
- [10] Dr. Ing. Timo Sholehwar. *Caracterización de la estructura y las relaciones de las propiedades de los materiales piezoeléctricos PZT*. Año, 2010.
- [11] Arnau, Antonio. *Piezoelectric Transducers and Applications*, pp.1-38 y pp.98-116
- [12] Cálculo de errores. <https://www.uv.es/zuniga/3.2_Propagacion_de_errores.pdf>
- [13] Felis, Enguix, Ivan. *Tecnologías acústicas para la detección de Materia Oscura. Diseño y desarrollo de un detector Geysler*. Cap, III pp. 45-46.
- [14] Pardo. L, Jiménez. R, García. A, Brebot. K, Leighton. G, Huang. Z. *Impedance measurements for determination of the elastic and piezoelectric coefficients of films. Published in Advances in Applied Ceramics: Structural, Functional and Bioceramics*. Año, 2010.
- [15] Uchino. Kenji. *Introduction to Piezoelectric Actuators and Transducers*. International Center for Actuators and Transducer, Penn State University. Año, 2003.
- [16] Stewart. Mark, Cain. Markys, Gee. Mark. *Piezoelectric displacement in ceramics*. Año, 1999.

ANEXOS

Coefficientes de las matrices piezoeléctricas

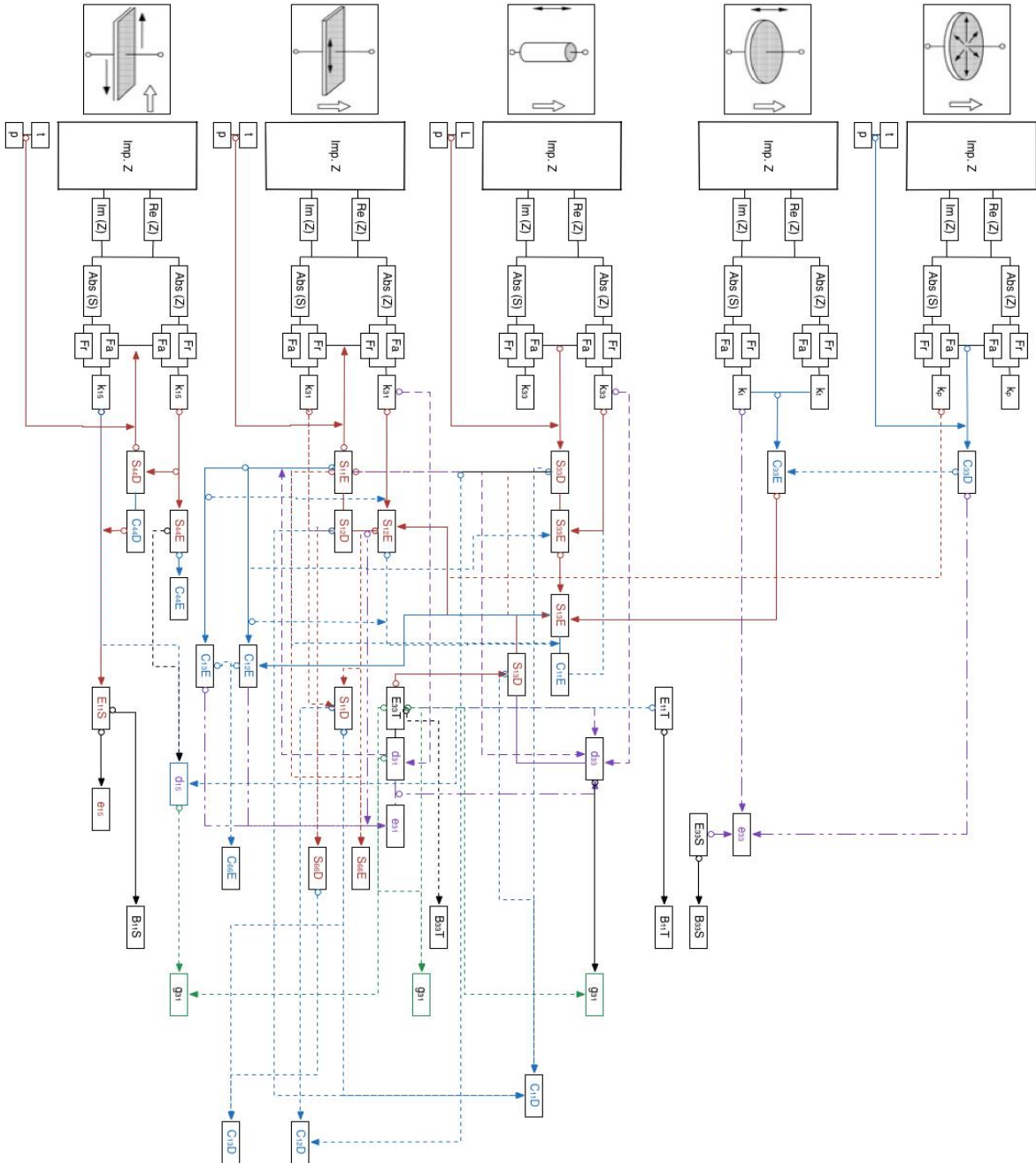


Figura 79. Relación de los coeficientes de las matrices que describen el comportamiento piezoeléctrico de un material PZT

PIC 255 Características

Material coefficients PIC255					
Coefficient	Unit	Value	Coefficient	Unit	Value
Density	kg/m ³	7,80E+03	N1	Hzm	1420
Qm		80	N3	Hzm	1710
			N5	Hzm	1125
ε 11Tr		1649	Np	Hzm	2000
ε 33Tr		1750	Nt	Hzm	2000
ε 11Sr		930			
ε 33Sr		857	d31	m/V	-1,74E-10
			d33	m/V	3,94E-10
β 11T	Vm/As	6,85E+07	d15	m/V	5,35E-10
β 33T	Vm/As	6,45E+07			
β 11S	Vm/As	1,21E+08	g31	Vm/N	-1,13E-02
β 33S	Vm/As	1,32E+08	g33	Vm/N	2,54E-02
			g15	Vm/N	3,66E-02
tan δ		20,0E-3			
			e31	N/Vm	-7,15
k31		0,351	e33	N/Vm	13,70
k33		0,691	e15	N/Vm	11,90
k15		0,661			
kp		0,620	h31	N/As	-9,43E+08
kt		0,471	h33	N/As	1,81E+09
			h15	N/As	1,45E+09
Poisson (σ)		0,36			
s11E	m ² /N	1,590E-11	c11E	N/m ²	1,230E+11
s33E	m ² /N	2,097E-11	c33E	N/m ²	9,711E+10
s55E	m ² /N	4,492E-11	c55E	N/m ²	2,226E+10
s12E	m ² /N	-5,699E-12	c12E	N/m ²	7,670E+10
s13E	m ² /N	-7,376E-12	c13E	N/m ²	7,025E+10
s44E	m ² /N	4,492E-11	c44E	N/m ²	2,226E+10
s66E	m ² /N	4,319E-11	c66E	N/m ²	2,315E+10
s11D	m ² /N	1,393E-11	c11D	N/m ²	1,298E+11
s33D	m ² /N	1,096E-11	c33D	N/m ²	1,220E+11
s55D	m ² /N	2,532E-11	c55D	N/m ²	3,949E+10
s12D	m ² /N	-7,660E-12	c12D	N/m ²	8,345E+10
s13D	m ² /N	-2,945E-12	c13D	N/m ²	5,729E+10
s44D	m ² /N	2,532E-11	c44D	N/m ²	3,949E+10
s66D	m ² /N	4,319E-11	c66D	N/m ²	2,315E+10

Obtención del volumen de las cerámicas piezoeléctricas.

Error pie de rey [mm] =	0,03
Error báscula [gr] =	0,0001

	V [mm ³]	δ V [mm ³]	m x4 [g]	m [mg]	δ m [mg]	ρ [kg/m ³]	δ ρ [kg/m ³]
NbPZT_disc_o10_t1	78,54	2,59	2,5782	644,55	0,025	8206,67	271,03
Poled along thickness	27,36	1,40	0,887	221,75	0,025	8104,90	414,25
Poled along length	12,15	0,66	0,3904	097,6	0,025	8032,92	435,84
						8114,20	357,22

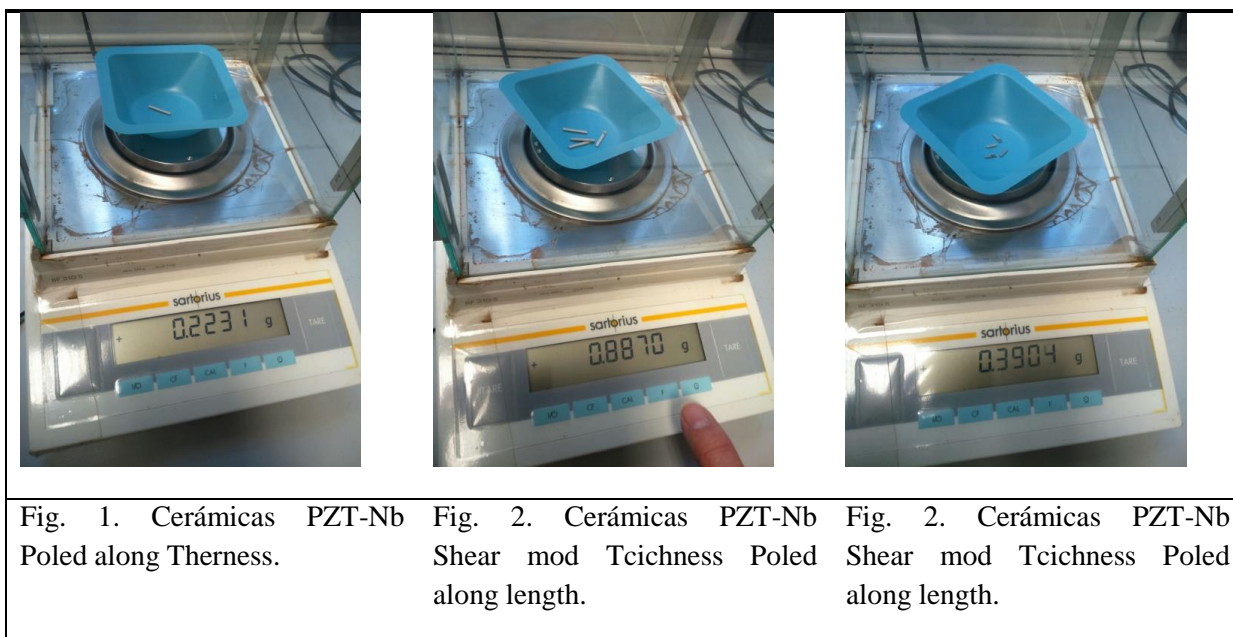
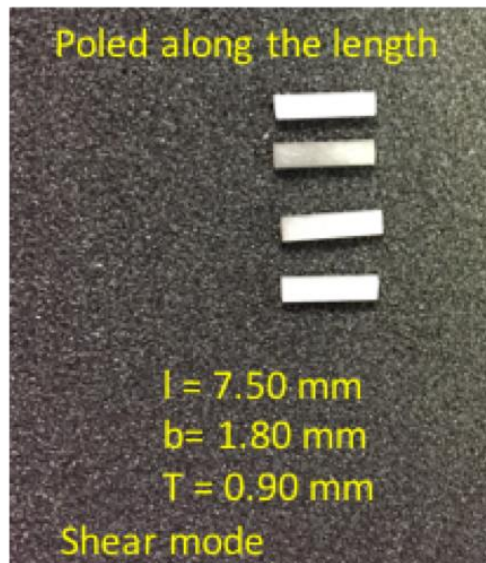


Fig. 1. Cerámicas PZT-Nb Poled along Therness.

Fig. 2. Cerámicas PZT-Nb Shear mod Tcichness Poled along length.

Fig. 2. Cerámicas PZT-Nb Shear mod Tcichness Poled along length.

Dimensiones



- Poled along thickness= $16 \times 1.9 \times 0.9 = 27,36 \text{ mm}^3$
- Poled along the length= $7.5 \times 1.8 \times 0.9 = 12,15 \text{ mm}^3$
- Radial= $\pi \times r^2 \times \text{espesor} = 78,54 \text{ mm}^3$

Tablas frecuencias y coeficientes de las cerámicas radiopuras

Modo P	fr	fa	fr	fa	fr	fa
p ₄	192000	226600	192300	226600	192200	226300
p ₃	192400	225900	192300	225800	192400	225900
p ₂	193300	225300	193300	225400	193400	225300
p ₁	195700	228000	195700	227900	195600	227800

fr	fa	δ fr	δ fa	k	δ k	N [m]	δ N
192166,6	226499,9	111,1	133,3	0,598	0,004	1921,67	6,88
192366,7	225866,7	44,4	44,4	0,592	0,001	1923,67	6,22
193333,3	225333,3	44,4	44,4	0,580	0,002	1933,33	6,24
195666,7	227900,0	44,4	66,7	0,579	0,002	1956,67	6,31
193373,4	226395,9	1144,4	816,7	0,587	0,034	1933,73	17,25

Modo T	fr	fa	fr	fa	fr	fa
t ₄	2248000	2561000	2244000	2561000	2248000	2261000
t ₃	2221000	2524000	2223000	2523000	2222000	2524000
t ₂	2204000	2467000	2203000	2468000	2204000	2468000
t ₁	2154000	2483000	2154000	2483000	2153000	2483000

fr	fa	δ fr	δ fa	k	δ k	N [m]	δ N
2246665,1	2452529,0	1777,8	133333,3	0,437	0,121	2452,53	75,52
2221999,7	2523666,6	666,7	444,4	0,513	0,001	2523,67	76,47
2203666,6	2467666,6	444,4	444,4	0,488	0,001	2467,67	74,53
2153666,6	2483000,0	444,4	0,0	0,537	0,000	2483,00	75,00
2205968,1	2481434,2	27833,3	45638,9	0,496	0,055	2481,43	105,75

Modo 33	fr	fa	fr	fa	fr	fa
K ₃₃	96800	104600	96700	104800	96600	104800
K ₃₃	96800	104600	97100	105000	97000	104700

fr	fa	δ fr	δ fa	k	δ k	N [m]	δ N
96699,9	104733,2	66,7	88,9	0,419	0,004	1361,53	4,08
96966,5	104766,4	111,1	155,6	0,413	0,006	1571,50	4,94
96833,0	104749,8	144,4	116,7	0,416	0,006	1571,25	5,49

Modo 31	fr	fa	fr	fa	fr	fa
k _{31₁}	93700	97700	93600	97600	93200	97600
k _{31₂}	94300	98200	94200	98300	94300	98100

fr	fa	δ fr	δ fa	k	δ k	N [m]	δ N
93499,5	97633,3	200,0	44,4	0,320	0,043	1562,13	6,27
94266,6	98199,9	44,4	66,7	0,311	0,044	1571,20	3,69
93881,5	97915,8	383,3	283,3	0,316	0,44	1566,65	9,33

Modo 15	fr	fa	fr	fa	fr	fa
k _{15₁}	1036000	1119000	1035000	1120000	1036000	1119000
k _{15₂}	1035000	1115000	1036000	1117000	1035000	1116000
k _{15₃}	1039000	1111000	1038000	1111000	1038000	1111100

k15 ₄	1076000	1145000	1076000	1145000	1077000	1145100	
fr	fa	δ fr	δ fa	k	δ k	N [m]	δ N
1035666,5	1119333,1	444,4	444,4	0,414	0,002	1007,40	34,01
1035333,1	1115999,4	444,4	666,7	0,408	0,002	1004,40	33,91
1038333,1	1111033,3	444,4	44,4	0,389	0,001	999,93	33,76
1076333,1	1145033,3	444,4	44,4	0,374	0,001	1030,53	34,78
1046135,4	1122697,7	14958,3	11091,7	0,397	0,061	1010,43	48,13

Medidas y frecuencias del material PZT-Nb	Fabricante	% desviación	
Rho	8114,20	7800	--
t15	0,0009	--	--
tp	0,010	--	--
L33	0,015	--	--
L31	0,016	--	--
F15A	1122697,68	--	--
F31R	93881,50	--	--
F33A	104749,82	--	--
FPA	226395,91	--	--
kt	0,496	0,471	59%
kp	0,587	0,620	0%
E33T	1750	1750	2%
E11T	1649	1649	0%
K15	0,397	0,661	-31%
K31	0,316	0,351	-16%
K33	0,416	0,691	24%
E33S	864	680	27%

E11S	1,3894E+03	873	59%
B33T	5,7143E-04	5,7143E-04	0%
B33S	0,001156756	1,1349E-03	2%
B11T	6,0643E-04	6,0643E-04	0%
B11S	7,1975E-04	1,0407E-03	-31%
S11E	1,366E-11	1,6170E-11	-16%
S33D	1,2480E-11	1,0100E-11	24%
S44D	3,0178E-11	3,0480E-11	-1%
C33D	1,6636E+11	1,4400E+11	16%
C44D	3,31E+10	3,2810E+10	1%
S44E	3,58E-11	5,2370E-11	-32%
S12E	-5,76E-12	-4,842E-12	19%
C44E	2,79E+10	1,9090E+10	46%
S11D	1,23E-11	1,4210E-11	-13%
S33E	1,51E-11	1,7800E-11	-15%
C33E	1,25E+11	1,1080E+11	13%
S12D	-7,12E-12	-6,80E-12	5%
S13E	-9,54E-12	-7,0500E-12	35%
S66E	1,58E-11	4,20E-11	-62%
S66D	1,03E-11	4,20E-11	-75%
d31	-1,45E-10	-1,54E-10	-6%
d33	2,01E-10	3,07E-10	-34%
d15	2,87E-10	5,39E-10	-47%
g31	-9,37E-03	-1,29E-02	-27%
g33	1,30E-02	2,57E-02	-49%
g15	1,97E-02	4,06E-02	-52%
S13D	-9,54E-12	-3,100E-12	208%

C11E	-9,42E+10	1,11E+11	-185%
C12E	-2,22E+10	6,33E+10	-135%
C13E	-1,52E+11	6,89E+10	-320%
C66E	-3,60E+10	2,38E+10	-251%
C11D	-7,78E+09	1,15E+11	-107%
C12D	-2,24E+10	6,70E+10	-133%
C13D	-8,12E+10	5,58E+10	-246%
C66D	7,33E+09	2,38E+10	-69%
e31	-1,36E+01	-5,60	143%
e33	17,70	12,80	38%
e15	8,01	10,30	-22%
h31	-1,78E+09	-9,43E+08	89%
h33	2,31E+09	1,81E+09	28%
h15	6,51E+08	1,45E+09	-55%