

13  
2 g m



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**ELABORACION Y CARACTERIZACION  
DIELECTRICA DEL TITANATO DE  
INDIO ( $In_2TiO_5$ )**

**T E S I S**  
**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:**  
**F I S I C O**  
**P R E S E N T A:**  
**MARIO DIAZ HERNANDEZ**



*COMISION DE ESTUDIOS*  
*Director de Tests*  
*M. en G. Octavio Alvarez Fragoso*  
*COMITES*

**MEXICO, D. F.**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**SECCION ESCOLAR**

**TESIS CON**  
**FALLA DE ORIGEN**

260074

1998



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

CIUDAD UNIVERSITARIA



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AVENIDA DE  
MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS  
División de Estudios  
Profesionales.  
Exp. Núm. 55

Jefe de la División de Estudios Profesionales.  
Universidad Nacional Autónoma de México.  
P r e s e n t e .

Por medio de la presente, nos permitimos informar a Usted, que habiendo revisado el trabajo de tesis que realizó el pasante te DIAZ HERNANDEZ MARIO

con el título Elaboración y Caracterización Dieléctrica del Titanato de Indio ( $In_2TiO_5$ ).

consideramos que reúne los méritos necesarios para obtener el título de FISICO.

Comunicamos lo anterior para los fines a que haya lugar.

Atentamente.  
México, D.F., a

- 1.- M.en C. Octavio Alvarez Fragoso.  
(grado) Nombre(s) Apellidos completos
- 2.- Fís. José A. Chávez Carvayar.  
(grado) Nombre(s) Apellidos completos
- 3.- Dr. Fernando Magaña Solis.  
(grado) Nombre(s) Apellidos completos
- 4.- Sup.Dr. Sebastian López Romero.  
(grado) Nombre(s) Apellidos completos
- 5.- Sup.Fís. Esteban Amano Toyomoto.  
(grado) Nombre(s) Apellidos completos

(firma)

(firma)

(firma)

(firma)

(firma)

A mi padre ...

por su invaluable cariño y sacrificio  
para otorgarme esta profesión.

A mi madre...

por la gran virtud de su  
ilimitado cariño

A Angy, mi querida esposa...

de quien he recibido  
todo el amor del mundo

## AGRADECIMIENTOS

Mi más sincero agradecimiento a mis padres, por brindarme la oportunidad de elegir.

A todos mis hermanos, por haberme dado el apoyo de una familia.

Un agradecimiento especial a mis padres políticos, así como a mi querida Angy por todo el apoyo recibido.

Agradezco al M.c. Octavio Alvarez Fregoso, director de esta tesis el haberme brindado su amistad y su confianza para la terminación de este trabajo.

A todos los integrantes del grupo de Materiales Cerámicos y en especial a la Dra. Leticia Baños por su colaboración, orientación y comentarios sobre esta tesis.

Agradezco a los profesores.

Fís. José A. Chávez Carvayar.

Dr. Fernando Magaña Solís

Fís. Esteban Amano Toyomoto

Dr. Sebastian López Romero

el haber aceptado ser miembros del jurado, así como sus importantes observaciones y comentarios durante la revisión de este trabajo.

A todos mis amigos por su apoyo y entusiasmo mostrado durante los años de estudio.

Agradezco al I.I.M. el haberme brindado la oportunidad de realizar este trabajo como parte de uno de sus proyectos de investigación, así como, el haberme permitido hacer uso de su equipo y sus instalaciones.

Para concluir agradezco a todos aquellos que de alguna manera colaboraron en la realización de esta tesis, y de manera muy especial a todos mis profesores, compañeros y amigos del Instituto de Investigaciones en Materiales. (IIM).

## RESUMEN

Los problemas de la física técnica de los materiales dieléctricos son de suma importancia tanto para los ingenieros como para los científicos que se dedican a su elaboración, al cálculo, a las pruebas y a la explotación del aislamiento dieléctrico de diferentes máquinas eléctricas, aparatos, aisladores, condensadores, conductores y cables; equipos automáticos y equipos de radiotécnica, etc.

Uno de los propósitos perseguidos en este trabajo es hacer una revisión de algunos aspectos cualitativos y cuantitativos de las mediciones AC cuando estas son aplicadas a cerámicas policristalinas.

Las mediciones AC han constituido en los últimos años un método para la investigación de la respuesta que nos proporciona un sistema físico bajo el estímulo eléctrico dependiente del tiempo.

Las cerámicas policristalinas como el  $\text{In}_2\text{TiO}_5$  es analizado adecuadamente en términos de circuitos equivalentes, conteniendo elementos dependientes de la frecuencia. Estos elementos los relacionamos con los fenómenos de migración de iones y electrones existentes en nuestro material.

Un gran número de autores han mostrado un gran interés en la utilización del método de impedancias complejas o métodos AC, ya que gracias a este método de aproximación se han podido aclarar un gran número de incógnitas referentes al comportamiento eléctrico de las cerámicas policristalinas.

## CONTENIDO

### 1.- ASPECTOS TEORICOS

1.1. <i>Introducción</i> . . . . .	1
1.2. <i>Conceptos Teóricos</i> . . . . .	3
1.3. <i>Polarización.</i> . . . . .	6
1.4. <i>Mediciones de Conductividad</i> . . . . .	9
1.5. <i>Energía de Activación</i> . . . . .	15

### 2.- DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1. <i>Preparación del <math>In_2TiO_5</math></i> . . . . .	17
2.2. <i>Propiedades de la Cerámica.</i> . . . . .	17
2.3. <i>Caracterización de la Cerámica.</i> . . . . .	18

### 3.- RESULTADOS

3.1. <i>Estructura del <math>In_2TiO_5</math></i> . . . . .	20
3.2. <i>Medición de la Cte. Dieléctrica.</i> . . . . .	23

### 4.- CONCLUSIONES

4.1. <i>Estructurales</i> . . . . .	25
4.2. <i>Eléctricas y Dieléctricas</i> . . . . .	25

5.- <b>BIBLIOGRAFIA</b> . . . . .	26
-----------------------------------	----

## **ASPECTOS TEORICOS**



## 1.1 Introducción

El gran avance que ha tenido la industria de la electrónica en la fabricación de instrumentos de precisión requiere de la creación de nuevos y más sofisticados elementos que satisfagan dicha demanda. En los últimos años, los materiales cerámicos se han aplicado en el desarrollo de dispositivos electrónicos en las áreas de telecomunicaciones, procesamiento de imagen, detectores de infrarojo, capacitores en miniatura, filtros, resonadores, etc. La fabricación de estos elementos por procesos cerámicos es barata, el producto final es resistente a la temperatura, la humedad y sus propiedades eléctricas son estables. Las cerámicas pueden prepararse por reacción de polvos en composición amplia y, en solución sólida, se pueden obtener en un intervalo de composición casi-continuo cuyas propiedades específicas se pueden conseguir a base de escoger una combinación composición-propiedades dieléctricas, para una aplicación particular.

Es por ello que en la realización de este trabajo se estudian las características eléctricas de la cerámica policristalina  $\text{In}_2\text{TiO}_5$  (Titanato de Indio), usando para ello el método a.c. de impedancias complejas que ha demostrado ser una técnica poderosa que proporciona un entendimiento de las propiedades dieléctricas de materiales policristalinos.

Por cerámica dieléctrica o electroaislante se comprende aquel material en el cual puede existir un campo electrostático durante un tiempo prolongado. Estos materiales ponen gran resistencia al paso de la corriente eléctrica bajo la acción de una tensión constante aplicada, y de este modo se distinguen considerablemente de los materiales conductores por sus propiedades eléctricas fundamentales.

Durante los últimos años, las condiciones en las que se usan los materiales (entre ellos los dieléctricos) en los dispositivos eléctricos y en los equipos de radiotécnica y automática se han hecho más rigurosas. Se han aumentado las tensiones de trabajo de las máquinas y los aparatos eléctricos.

Se han elevado las potencias unitarias de las máquinas y de los aparatos que junto al aumento de las tensiones, han provocado un incremento notable de las dimensiones geométricas de los aisladores, así también, de los sistemas de aislamiento eléctrico en las máquinas y otros dispositivos.

En una serie de casos, el aislamiento eléctrico debe funcionar en condiciones de humedad y temperatura elevada del medio ambiente, de acción de sustancias químicas activas, de radiación penetrante (de reactores nucleares, isótopos radioactivos y otros), y de esfuerzos mecánicos (en particular, altas presiones, golpes y vibraciones).

Todas las circunstancias expuestas dificultan el trabajo del aislamiento eléctrico, complican la selección de los materiales en cada caso determinado, y exigen la creación de nuevos materiales electroaislantes. Como regla, todos los nuevos materiales que poseen las más altas propiedades aislantes, son sintéticos. En particular, se pueden destacar por su importancia los compuestos macromoleculares sintéticos: polímeros orgánicos y elemento-orgánico. Tienen gran aplicación también los materiales inorgánicos tales como: vidrios, materiales cerámicos (como el caso del  $\text{In}_2\text{TiO}_5$ ), cerámica vitrificada y ferroeléctricos.

Sobre la base de nuevos materiales como cerámicas semiconductoras y cerámicas super-

conductoras, se pueden diseñar diferentes circuitos sólidos, diversos condensadores no lineales y elementos resistivos con parámetros que se regulan con métodos sin contacto, varios dispositivos del tipo ferroeléctricos, piezoeléctricos y piroeléctricos; retificadores, amplificadores, transformadores de energía, células de memoria; aparatos electroluminiscentes; generadores y amplificadores cuánticos; generadores termoeléctricos con alto rendimiento y otros muchos aparatos y dispositivos de técnica nueva, que pueden desarrollarse industrialmente.

En este trabajo se reporta el proceso de elaboración de cerámicas del  $\text{In}_2\text{TiO}_5$  así como su caracterización dieléctrica por medio de la técnica de impedancia compleja.

Las mediciones a.c. constituyen un método para investigar la respuesta de un sistema físico a un estímulo eléctrico dependiente del tiempo. Los materiales policristalinos como el caso del  $\text{In}_2\text{TiO}_5$  pueden ser analizados adecuadamente en términos de circuitos equivalentes que contengan elementos dependientes de la frecuencia, estos elementos estarán relacionados con el fenómeno de migración de iones y electrones existentes en dichos materiales <sup>3</sup>.

El modelo utilizado corresponde a un circuito equivalente que consiste de un arreglo de mallas RC en paralelo conectadas en serie.

## 1.2 Conceptos teóricos

### *Constante dieléctrica.*

Una de las características importantes que presenta la materia bajo la influencia de un campo eléctrico es la llamada constante dieléctrica que presentan los aislantes, materiales que no conducen la electricidad. Nuestra primera reacción sería creer que no habría efecto en dichos materiales, bajo la acción de un campo eléctrico, sin embargo, usando un simple electroscopio y un capacitor de placas paralelas. FÁRADAY descubrió que no era así. Sus experimentos muestran que la capacitancia de dicho capacitor aumenta cuando se coloca un material aislante entre las placas. Si el material aislante llena completamente el espacio entre las placas, la capacitancia aumenta en un factor  $\epsilon$  que depende únicamente de la naturaleza del material aislante, los materiales aislantes son llamados también dieléctricos. El factor  $\epsilon$  es una característica importante del dieléctrico y es llamada constante dieléctrica <sup>1</sup>.

Ahora veamos por qué se produce un efecto eléctrico. Consideraremos un capacitor de placas paralelas con algunas cargas transportadas por las superficies de los conductores, digamos cargas (+) en la placa superior y (-) en la placa inferior. Supongamos que el espaciamiento entre las placas sea "d" y que la superficie de cada placa sea "A". Sabemos que la capacitancia esta dada como:

$$C = \epsilon_0 \frac{A}{d} \quad (1)$$

donde  $\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-14} \text{ f/cm}$ . es la permitividad eléctrica en el vacío y la carga y el voltaje en el capacitor estan relacionados por:

$$Q = C_0 V. \quad (2)$$

ahora el hecho experimental es que si colocamos un trozo de material aislante como lucita o vidrio entre las placas encontraremos que la capacitancia C es mayor. Esto significa, por supuesto, que el voltaje es menor para la misma carga. Podemos concluir que dentro del capacitor el campo eléctrico disminuye aunque las cargas no cambian.

Si una sustancia dieléctrica se introduce entre las placas del condensador. fig.(1), y se aplica una diferencia de potencial variable en el tiempo  $V = V_0 e^{-j\omega t}$ , la cantidad de carga almacenada será Q y la capacitancia por lo tanto aumentará a C, i.e.,

$$Q = CV, \quad (3)$$

y se tiene una corriente de carga

$$I_c = \frac{dQ}{dt} = -j\omega CV \quad (4)$$

que se encuentra adelantada al voltaje por una diferencia de fase de 90°. En el segundo caso la capacidad se multiplica por un factor  $\epsilon' > 1$  que es la constante dieléctrica relativa o permitividad relativa; este factor es independiente de la forma y tamaño del condensador.

La magnitud de  $\epsilon'$  depende de el grado de polarización o desplazamiento de carga que pueda ocurrir en el material.

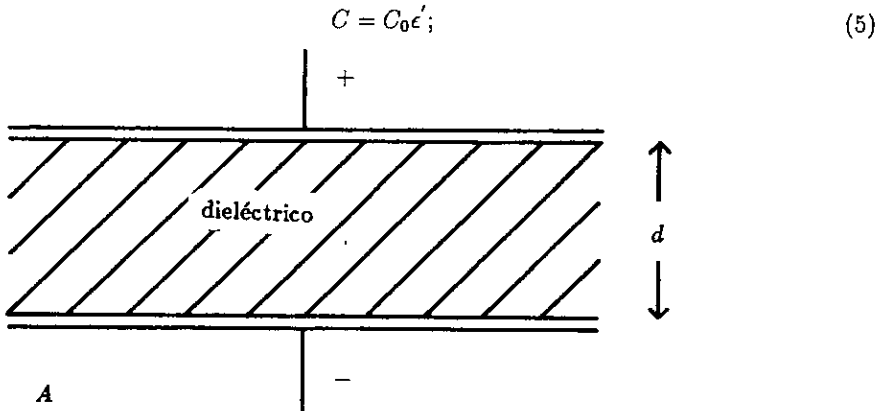


Fig.1.- Modelo de placas paralelas con material dieléctrico.

Simultáneamente, además de la corriente a través del capacitor, cc.(4), puede aparecer una corriente independiente de la frecuencia debido a la resistencia  $R$  del material

$$I_r = \frac{V}{R} \quad (6)$$

en fase con el voltaje; así la corriente total a través del condensador, con (4) y (6), es

$$I = I_c + I_r \quad (7)$$

$$= (-j\omega C + \frac{1}{R})V \quad (8)$$

$$= (-j\omega C_0 \epsilon' + \frac{1}{R})V, \quad (9)$$

que está inclinada por un ángulo  $\theta < 90^\circ$  contra el voltaje aplicado  $V$  es decir por un ángulo de pérdida  $\delta$  contra el eje  $+j$ .

Se acostumbra escribir la expresión anterior como

$$I = [-j\omega C_0 \epsilon' + \frac{\omega C \epsilon''}{\epsilon'}]V; \quad (10)$$

que nos conduce a la expresión

$$I = j\omega C_0 \epsilon^* V. \quad (11)$$

resulta que

$$J = \frac{I}{A} = j\omega\epsilon_0\epsilon^* \frac{V}{d}. \quad (12)$$

es decir

$$J = (\epsilon' - j\epsilon'')\epsilon_0 j\omega E. \quad (13)$$

por lo tanto,

$$J = \epsilon^* \epsilon_0 \frac{dE}{dt}, \quad (14)$$

Según la ley de Ohm vemos que la frecuencia angular por el factor de pérdida es equivalente a la conductividad eléctrica  $\sigma = \omega\epsilon''$ , que puede ser la conductividad real causada por los portadores de carga migratorios o se puede referir a otra fricción tal como la orientación de dipolos. La conductividad específica  $\sigma$  está dada por

$$\sigma = \sum_i n_i e_i \mu_i, \quad (15)$$

donde  $n_i$  es el número de portadores de carga,  $e_i$  es su carga y  $\mu_i$  su movilidad, mientras que  $\mu_i$ , en función de la temperatura, está dado por:

$$\mu = \mu_0 \exp\left(\frac{-E_m}{kT}\right), \quad (16)$$

donde  $k$  es la constante de Boltzmann y  $T$  la temperatura absoluta.

En las regiones extrínsecas, la conductividad depende tanto de la concentración de portadores de carga como la movilidad y se obtiene al combinar las ecuaciones (21) y (22).

$$\sigma = ne\mu_0 \exp\left(\frac{-E_m}{kT}\right). \quad (17)$$

En la región de conductividad intrínseca a altas temperaturas, la concentración de portadores de cargas inducidas térmicamente es mayor que la concentración de cargas débiles asociadas al envenenante. El número de cargas,  $n$  es dependiente de la temperatura, dado por

$$n = NG \exp\left(\frac{-E_f}{kT}\right) \quad (18)$$

La conductividad de los portadores de carga en la región intrínseca, por lo tanto es,

$$\sigma = NGe\mu_0 \exp\left(\frac{-E_m}{kT}\right) \exp\left(\frac{-E_f}{kT}\right), \quad (19)$$

donde la  $G$  es una constante, así las conductividades, generalmente dependientes de la temperatura, pueden expresarse por la ecuación de Arrhenius:

$$\sigma = A \exp\left(\frac{-E}{kT}\right), \quad (20)$$

donde  $E$  es la energía de activación y  $A$  una constante de proporcionalidad.

### 1.3 Polarización.

Una característica importante de los dieléctricos es la capacidad de polarizarse bajo la acción de un campo eléctrico exterior. La noción sobre la polarización de los dieléctricos fue introducida a la ciencia en los años 30 del siglo XIX por M. Faraday. Según los conocimientos modernos, el fenómeno de polarización se reduce a la variación de la posición de partículas eléctricamente cargadas del dieléctrico en el espacio, más aún, el dieléctrico adquiere un momento eléctrico. Como resultado de estos desplazamientos, surge una carga neta en la superficie de la sustancia. Desde el punto de vista atómico, el desplazamiento relativo de los centros de carga produce otro efecto, una colección de dipolos eléctricos, es decir un momento dipolar por unidad de volumen  $P$ , llamado vector de polarización. La intensidad del campo eléctrico caracteriza la acción de las fuerzas de dicho campo en los cuerpos o las partículas eléctricamente cargadas. Ella es igual al límite de la razón de la fuerza, con la cual el campo eléctrico actúa sobre un cuerpo cargado puntual inmóvil, introducido en el punto a examinar del campo, y la carga de este cuerpo, cuando esta carga tiende a cero. Como sentido del vector de la intensidad del campo eléctrico se toma la dirección de la fuerza en el caso donde la carga del cuerpo puntual es positiva.

La polarización o la llamada, intensidad de polarización  $P$ , es una magnitud que caracteriza numéricamente el fenómeno de la polarización del dieléctrico en un campo eléctrico exterior. En ausencia de ese campo, cada elemento del volumen del dieléctrico no posee momento eléctrico puesto que la suma de las cargas de todas las moléculas del dieléctrico en dicho volumen es igual a cero y los centros de gravedad de las cargas positivas y negativas coinciden en el espacio.

Bajo la acción del campo eléctrico exterior, tiene lugar cierta ordenación en la disposición de las cargas de las moléculas del dieléctrico en el espacio. Como ya se ha mencionado, la polarización representa un desplazamiento acompañado de cierta orientación en el espacio en límites del dieléctrico, de las partículas de éste cargadas eléctricamente bajo la acción de las fuerzas del campo eléctrico exterior, que provoca la formación de un momento eléctrico lo mismo que de todo el volumen del dieléctrico, como de cada partícula individual que se polariza (átomo, ion, molécula, etc.).

Durante la polarización electrónica, iónica y dipolar tiene lugar traslado de cargas ligadas con determinadas moléculas de la sustancia, estas cargas no pueden salir de dicha molécula, mientras que la electroconductividad se ve condicionada por el movimiento de las cargas libres (portadores) que pueden trasladarse en la sustancia a distancias bastante largas, en el caso límite: a través de todo el espesor del dieléctrico, desde un extremo hacia el otro.

La polarización tiene lugar en todas las moléculas del dieléctrico, esta es su propiedad. Al mismo tiempo, la electroconductividad del dieléctrico con frecuencia en la práctica se determina completamente por la presencia de cierta cantidad de impurezas (envenenantes) y no por la sustancia fundamental del dieléctrico.

Existen varios tipos de polarización, cada uno de los cuales se explica por su propio mecanismo físico del fenómeno, así que los más comunes son: la polarización electrónica, iónica y dipolar.

#### *La polarización electrónica.*

La polarización electrónica es el desplazamiento de los electrones con respecto al núcleo del átomo. Hablando con más exactitud acerca del desplazamiento (bajo la acción del campo eléctrico exterior) de los orbitales, por los cuales se mueven los electrones cargados negativamente alrededor del núcleo del átomo con carga positiva. La polarización electrónica tiene lugar en todos los átomos o iones, de este modo, independientemente de la posibilidad de la presencia en el dieléctrico de otros tipos de polarización.

#### *La polarización iónica*

La polarización iónica representa el desplazamiento de los iones uno respecto al otro, que forman la molécula heteropolar (iónica). El proceso de la polarización iónica para su establecimiento requiere también poco tiempo, pero con todo, más que para la polarización electrónica, a saber,  $10^{-13}$  --  $10^{-12}$ seg.

#### *Polarización Dipolar.*

Los dieléctricos polares poseen capacidad de polarización dipolar. La esencia de este tipo de polarización se simplifica, como lo propuso por primera vez Debye, debido a la orientación en dirección del campo eléctrico de las moléculas del dieléctrico polar, las cuales tienen un momento dipolar permanente.

La polarizabilidad  $\alpha$  de un dieléctrico está definida como

$$P = \alpha E \quad (21)$$

donde P es el momento dipolar inducido por el campo eléctrico local, E.

La polarizabilidad  $\alpha$  tiene cuatro componentes estas son: electrónica, iónica, dipolar y de carga localizada, y está dado por la suma:

$$\alpha = \alpha_e + \alpha_i + \alpha_d + \alpha_s, \quad (22)$$

Es claro que no todos los materiales muestran estos tipos de polarización. Experimentalmente, las cuatro contribuciones de  $\alpha$  sobre  $\epsilon'$  pueden ser separados realizando mediciones apropiadas sobre un amplio intervalo de frecuencias, que van desde  $\sim 10^{-3}$ hz hasta unos  $\sim 10^{12}$ hz, por medio de un puente de combinaciones de impedancias y capacitancias y así obtener información detallada de los materiales dieléctricos.

Sin embargo, debemos tener presente que la respuesta eléctrica de las cerámicas policristalinas es alterada por la complicada microestructura del material como lo es la distribución del tamaño del grano y el grueso de la frontera de grano, ya que los portadores de carga pasan sucesivamente a través de ellos. En la frontera de grano (interfase entre dos granos en un material policristalino considerada como una red dislocada y cuya resistividad es generalmente mucho mayor que la del grano) actúa la mayoría del campo eléctrico aplicado, por lo que es ella la que controla las propiedades eléctricas de estos materiales. Esta diferencia de resistividades nos conduce a la consideración de los efectos de la frontera de grano y del grano, de manera que ambos pueden observarse como materiales con resistividades y propiedades dieléctricas diferentes.<sup>22</sup>

### *Ferroelectricidad.*

Ciertos tipos de sustancias dieléctricas están polarizadas espontáneamente en ausencia de campos exteriores. Esta autopolarización es debida a desplazamientos de iones en el cristal por la acción de campos eléctricos locales, esto da lugar a fuerzas elásticas restauradoras en el cristal. Como consecuencia, las posiciones de equilibrio de los iones son tales, que el cristal presenta una polarización neta. a dichos materiales que presentan estas características se les denomina Ferroeléctricos, los cuales, además de tener grandes valores de susceptibilidad, tienen la posibilidad de retener cierta polarización eléctrica residual después de que el voltaje aplicado ha sido desconectado; dichos materiales pierden su polarización espontánea por encima de una temperatura crítica, denominada temperatura de Curie ( $T_c$ ).



## 1.4 Mediciones de conductividad

### *Método d.c.*

Las mediciones de la conductividad en materiales cerámicos policristalinos por métodos d.c. son frecuentemente difíciles e insuficientes para caracterizar el material. Una forma alternativa para obtener valores de la conductividad es mediante el uso de métodos a.c. sobre un amplio intervalo de frecuencias.

### *Métodos a.c.*

El método a.c. proporciona información sobre las propiedades a través de la respuesta del material a un estímulo eléctrico dependiente del tiempo, como lo es un campo eléctrico senoidal de frecuencia variable  $E = E_0 \sin \omega t$ , de manera que se pueda obtener la relación entre el voltaje aplicado y la corriente que pasa a través del sistema como una función del tiempo. A bajas frecuencias, puede ocurrir diversas polarizaciones en el material antes de que el campo eléctrico se invierta; estos procesos de polarización actúan para transmitir energía a través del dieléctrico y son equivalentes a una corriente alterna. A bajas frecuencias la corriente a.c. adelanta a la f.e.m. por exactamente  $90^\circ$ . En tal caso, la energía es transmitida a través de la muestra sin que ocurran pérdidas dieléctricas. Al aumentar la frecuencia se alcanza una etapa donde las polarizaciones no pueden seguir al voltaje aplicado. Consecuentemente, la corriente adelanta al voltaje por menos de  $90^\circ$ . Así, si en una muestra cuyas propiedades eléctricas serán determinadas se colocan en serie con una resistencia y esta combinación a la salida de un generador de ondas senoidales, los parámetros que caracterizan el modelo pueden ser determinados de la variación de la impedancia y el ángulo de fase con la frecuencia<sup>17,23</sup>.

Las mediciones a.c. son normalmente hechas con un puente tipo Wheatstone; en este puente de impedancias R y C están conectadas en serie, mientras que, en un puente de admitancias R y C están en paralelo. En materiales policristalinos la resistencia de la muestra puede ser determinada como una combinación de la resistencia del volumen o resistencia del cristal,  $R_f$ , y las resistencias de la frontera de grano  $R_{fg}$ . Las resistencias de la frontera de grano tienen asociada una capacitancia,  $C_{fg}$ , en paralelo con  $R_{fg}$ ;  $R_f$  y  $R_{fg}$  son muy dependientes de la temperatura mientras que las capacitancias cambian muy poco con ella. La resistencia del volumen del cristal,  $R_f$ , está en paralelo con una capacitancia asociada del volumen. Si las muestras tienen electrodos bloqueadores de oro, surgirá una resistencia  $R_{el}$  y la interfase contacto-cerámica puede ser representada como una capacitancia  $C_{el}$ . Si el material tiene conductividad electrónica así como conductividad iónica, se representará por una resistencia separada  $R_i$  en paralelo con el resto del circuito; si la resistencia electrónica es pequeña puede cortocircuitar el resto del circuito.

### *Circuitos equivalentes.*

La conducta eléctrica del material dieléctrico puede ser representada por medio de un circuito equivalente a base de una combinación de elementos RC, resistencias y capacitancias

en serie y/o en paralelo. Frecuentemente la complejidad de la microestructura hace modelar al material policristalino por un circuito equivalente prácticamente imposible, por lo que es necesario realizar una serie de simplificaciones para realizar la representación apropiada.

### *Modelo.*

En base a las consideraciones eléctricas de las fronteras de grano y de los granos mismos, podemos considerar que la muestra, de material policristalino, está formada por  $n$  barras pequeñas colocadas una a continuación de la otra. A su vez, cada barra puede ser aproximada por granos separados por capas de fronteras de grano perpendiculares al eje de la barra que, al aplicarles un campo eléctrico en los extremos, funcionarán como una barrera para los portadores de carga provocando una acumulación de carga en la región cercana a ella.

Cada una de estas fases estará representada por un circuito RC. mientras que cada una de estas barras pequeñas será simulada por una combinación de varios circuitos en serie, así la respuesta eléctrica de la muestra podrá ser descrita por una combinación en paralelo de esta cadena de redes. El circuito equivalente de la muestra, en este caso, consiste de la unión de dos mallas RC en paralelo, conectadas en serie  $R_f C_f$  para los granos y  $R_{fg} C_{fg}$  para las fronteras de grano; donde la resistencia  $R_f$  describe el proceso de transferencia de carga, y  $C_f$  la acumulación de carga cerca de las fronteras;  $R_{fg}$  indica la resistencia a la transferencia de portadores entre granos vecinos y  $C_{fg}$  la capacitancia producida por el almacenamiento de cargas en la periferia de los granos de manera que la frontera de grano será caracterizada por otra malla RC en paralelo. Para cada barrita la impedancia estará dada por

$$Z_{barra} = Z_{grano} + Z_{f.grano} \quad (23)$$

Al colocar los electrodos metálicos, idealmente polarizables, aparece una resistencia caracterizada por  $R_{el}$ . Si cada interfase electrodo-cerámica consiste de una superficie metálica cargada, adyacente a otra capa de carga igual pero de signo opuesto, localizada en la primera capa atómica del sólido, estas interfaces se pueden modelar como un capacitor  $C_{el}$  y la interface quedará conectada en serie con la impedancia total de la muestra

$$Z_{total} = Z_{grano} + Z_{f.grano} + Z_{electrodos}. \quad (24)$$

Debemos tener presente que el modelo de capas es en realidad una simplificación de un complicado problema estructural en que la variación continua de la resistividad puede atribuirse a la inhomogeneidad microestructural de las cerámicas.

El modelo para materiales policristalinos no homogéneos debe ser modificado ya que, es necesario tomar en cuenta los mecanismos de conducción de cada región del material. la conductividad y la constante dieléctrica de las fronteras de grano no son idénticas, sin embargo, el comportamiento eléctrico puede ser simulado por una conexión de una serie de capas delgadas, en este caso, la dispersión de la impedancia compleja se desvía del semicírculo ideal convirtiéndose más bien en la superposición de varios arcos circulares. Fenomenológicamente

las capas delgadas son cortocircuitadas consecutivamente conforme la frecuencia de operación del campo aplicado aumenta; a frecuencias suficientemente bajas, la impedancia de tal modelo modificado igualaría a la suma de las resistencias individuales de las fronteras de grano más las del cristal como en el modelo simplificado<sup>22</sup>. El sistema físico considerado en este trabajo consiste en un bloque o pastilla de material cerámico policristalino con electrodos de oro en sus extremos.

*Formalismos para analizar los datos a.c.*

El comportamiento eléctrico del sistema puede ser descrito matemáticamente por alguno de los siguientes cuatro formalismos básicos a.c., estos son:

*Impedancia compleja:*

$$Z^* = R_s - \frac{j}{\omega C_s} \quad [s : \text{serie}] \quad (25)$$

$$= Z' - jZ'' \quad (26)$$

*Admitancia Compleja:*

$$Y^* = (Z^*)^{-1} \quad (27)$$

$$= (R_p)^{-1} + j\omega C_p \quad [p : \text{paralelo}] \quad (28)$$

$$= Y' + jY'' \quad (29)$$

*Permitividad compleja:*

$$\epsilon^* = \frac{Y^*}{j\omega C_o} \quad (30)$$

$$= \epsilon' - j\epsilon'' \quad (31)$$

*Módulo eléctrico complejo:*

$$M^* = (\epsilon^*)^{-1} \quad (32)$$

$$= -j\omega C_o Z^* \quad (33)$$

$$= M' + jM'' \quad (34)$$

a pesar de que los diferentes formalismos para cualquier circuito RC contienen fundamentalmente la misma información, éstos son capaces de ilustrar diferentes características del circuito, de manera que el uso de un formalismo en particular depende del tipo de datos que se desean obtener.

*Impedancia Compleja.*

Las expresiones (6) y (4) nos proporcionan la corriente a través de una resistencia y un capacitor respectivamente

$$I_r = \frac{V}{R} \quad \text{e} \quad I_c = -j\omega CV, \quad (35)$$

que la podemos reescribir de la forma

$$I = \frac{V}{Z}, \quad (36)$$

donde ahora  $Z$  es la impedancia.

Para un circuito que contiene una resistencia y una capacitancia en serie [fig. 2a] la impedancia total es:

$$Z = R + \frac{1}{j\omega C} \quad (37)$$

$$= R - \frac{j}{\omega C} \quad (38)$$

debido a que la expresión anterior contiene términos reales e imaginarios es llamada impedancia compleja  $Z^*$  con (32) estos términos resultan ser

$$Z' = R \quad \text{y} \quad Z'' = \frac{1}{\omega C}. \quad (39)$$

ahora para una resistencia y una capacitancia en paralelo [fig. 2b] esta dado por

$$Z = \frac{R}{1 + (\omega RC)^2} - \frac{j\omega R^2 C}{1 + (\omega RC)^2} \quad (40)$$

de manera que en este caso

$$Z' = \frac{R}{1 + (\omega RC)^2} \quad \text{y} \quad Z'' = \frac{\omega R^2 C}{1 + (\omega RC)^2}. \quad (41)$$

resolviendo para  $Z''$ , tenemos

$$(Z'')^2 + (Z' - R/2)^2 = (R/2)^2 \quad (42)$$

ecuación que define un semicírculo en el plano  $Z^*$ , con centro en  $R/2$  y sobre el eje  $Z'$ . Así, la combinación de elementos RC en paralelo, sujetos a un campo eléctrico alterno producirá una curva de dispersión semicircular en el plano de impedancias complejas. Cada punto de la curva representa una impedancia instantánea a una frecuencia particular.

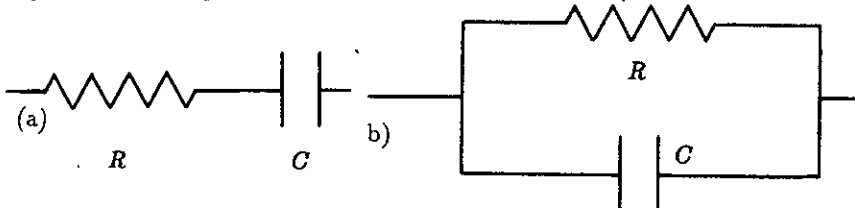


Fig.2. - Combinaciones RC : a) En serie y b) En paralelo

Las ecuaciones anteriores resultan más complicadas al aumentar el número de elementos en el circuito. Si se considera el caso electrodo-cerámica-electrodo la impedancia total será:

$$Z^* = (1/R_f + j\omega C_f)^{-1} + (1/R_{fg} + j\omega C_{fg})^{-1} + (1/R_{el} + j\omega C_{el})^{-1}. \quad (43)$$

Cuando se desarrolla esta expresión para separarla en componentes real e imaginaria resulta un poco más extensa.

#### *Análisis de datos a.c.*

Al graficar  $Z''$  vs.  $Z'$  en una escala lineal, éstos pueden tomar la forma de rectas o de semicírculos.

El circuito en serie mostrado en la Fig.(2.a) conduce a una vertical en el plano complejo  $Z^*$ , dado que  $Z'$  tiene un valor fijo  $R$  y  $Z''$  disminuye al aumentar  $\omega$ , Fig(3a); las ecuaciones para el circuito RC en paralelo, Fig.(2b), proporcionan un semicírculo en el plano  $Z^*$  (Fig.3b). El valor de  $R$  puede ser determinado a partir de la intercepción con el eje  $Z'$ , ya sea de la recta o del semicírculo; en el segundo caso el máximo ocurre para  $(1/2)R$  y en la frecuencia tal que satisface la relación  $\omega RC = 1$ ,  $C$  se determina a partir del máximo de la curva y del valor de la frecuencia. Este proceso es semejante para los granos y las fronteras de grano.

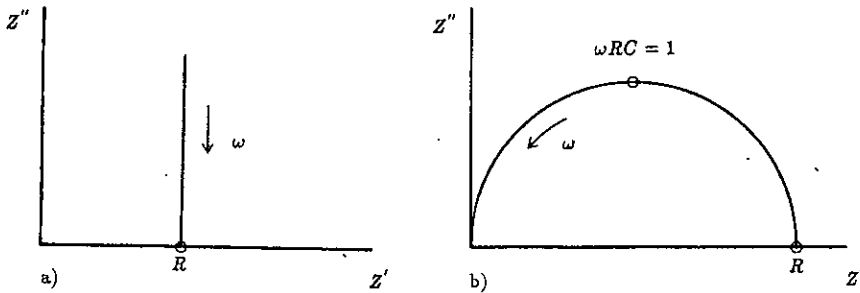


Fig.3. - a) Recta y b) Semicírculo.

#### *Admitancia Compleja.*

Cuando un material dieléctrico es descrito por un circuito equivalente que consiste en una combinación en paralelo de una resistencia  $R$  y una capacitancia  $C$ , al graficar la reactancia contra la resistencia  $R$  se espera un semicírculo sobre un amplio rango de frecuencias. Como  $R$  y  $C$  se encuentran conectadas en paralelo, es posible escribir la admitancia compleja  $Y^*$  como el recíproco de la impedancia compleja

$$Y^* = \frac{1}{Z^*} = \frac{1}{R} + j\omega C. \quad (44)$$

en este caso también la admitancia compleja se puede separar en componentes real e imaginaria, con la ec. (35)

$$Y' = \frac{1}{R} \quad \text{e} \quad Y'' = \omega C. \quad (45)$$

En el plano de admitancias la curva de dispersión, dada por la ec.(49) es una recta que corta al eje  $Y'$  en  $R^{-1}$ .

Para una combinación RC en serie  $Z^* = R - (j/\omega C)$  describe una recta que corta al eje  $Z'$  en  $R$ , pero

$$Y^* = \frac{1}{R} \left[ \frac{1}{1 + (\omega RC)^2} \right] + \left[ \frac{j\omega RC}{1 + (\omega RC)^2} \right], \quad (46)$$

define un semicírculo centrado en  $(1/2)R$  sobre el eje  $Y''$ .

Así es como en el plano de impedancias la combinación RC en paralelo queda descrita por un semicírculo.

En principio cualquier circuito equivalente puede ser representado ya sea por una combinación en serie de mallas RC en paralelo, modelo de Voigt, o por una combinación en paralelo de mallas RC en paralelo, modelo de Maxwell, ya que ambos son matemáticamente equivalentes dado que una elección apropiada de valores de los elementos RC se pueden tener los mismos valores de impedancias con todas las frecuencias, a pesar de que la transformación resulta difícil con más de dos elementos. Una gráfica de impedancias dará mayor información para un modelo de Voigt, mientras que un modelo de admitancias es preferible para un modelo de Maxwell.

### 1.5 Energía de Activación

La curva de Arrhenius para las conductividades de la frontera de grano y del grano puede ser obtenida de los valores de las resistencias deducida de la intercepción correspondiente del semicirculo en el eje real  $Z'$ . De la pendiente de la curva se determina el valor de la energía de activación en el proceso de conducción. La observación de varios autores de que la curva de Arrhenius  $\log\sigma T$  vs.  $1000/T$  no es lineal se debe a que la resistencia del cristal tiene un coeficiente de temperatura que difiere considerablemente de aquel para las fronteras de grano<sup>23</sup>.

#### *Permitividad Compleja.*

Los resultados son graficados normalmente como diagramas Cole-Cole de permitividad compleja y/o como un factor de pérdida dieléctrica representado como  $\text{sen}\delta$ .

En estas gráficas  $\epsilon''$ , la parte imaginaria de la constante dieléctrica compleja se grafica contra la parte real,  $\epsilon'$ , y donde a cada punto le corresponde una frecuencia de medición.

La curva característica es un semicirculo cuyo centro está en el eje real  $\epsilon'$ , los valores de  $\epsilon'_0$  y  $\epsilon'_\infty$  pueden ser obtenidos extrapolando los datos que cortan al eje  $\epsilon'$ .

$\epsilon''$  tiene una dependencia característica con la frecuencia que pasa a través de un valor máximo a la frecuencia donde  $\epsilon'$ , alcanza su máximo valor de cambio con la frecuencia. La forma del pico de  $\epsilon''$  es llamado pico de Debye.

Las partes real e imaginaria,  $\epsilon', \epsilon''$ , de la constante dieléctrica compleja como función de la frecuencia están dadas por

$$\epsilon' = \epsilon'_\infty + \frac{(\epsilon'_0 - \epsilon'_\infty)}{1 + \omega^2\tau^2}, \quad (47)$$

$$\epsilon'' = \frac{(\epsilon'_0 - \epsilon'_\infty)\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2}, \quad (48)$$

donde  $\epsilon'$  es la parte real de permitividad y es equivalente a la constante dieléctrica medida,  $\epsilon''$  es el factor de pérdida y es una medición de la conductancia de las pérdidas dieléctricas en el material;  $\tau$  es el tiempo de relajación característico o tiempo de decaimiento de la polarización iónica; el máximo del pico de  $\epsilon''$  ocurre cuando  $\omega\tau = 1$ .

En la práctica, las curvas Cole-Cole con frecuencia no son exactamente semicírculos sino que estan distorsionados, así también, los picos en la pérdida dieléctrica  $\epsilon''$ , no son picos de Debye sino que tienen un ensanchamiento asimétrico. Lo que se hace para describir estos picos distorsionados es reducir a la superposición de un número apropiado de picos de Debye. donde cada uno de ellos ocurre a diferente frecuencia lo cual introduce el concepto de una distribución de tiempos de relajación.

*Métodos de relajación.*

La teoría de relajación en cerámicas y sólidos policristalinos están representados por las ecuaciones de Debye (55) con la pérdida dieléctrica dada por.

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} = \frac{(\epsilon_s - \epsilon_\infty)\omega\tau}{\epsilon_s + \epsilon_\infty\omega^2\tau^2}, \quad (49)$$

donde los subíndices  $s$  e  $\infty$  corresponden a los valores de la frecuencia baja y alta respectivamente y  $\tau$  es el tiempo de relajación.

En la relajación dieléctrica  $\delta$  es conocida como el "ángulo de pérdida". La función  $\epsilon''$  cuando se grafica contra  $\log\omega\tau$  da un pico simétrico centrado alrededor de  $\log\omega\tau = 0$ , es decir  $\omega\tau = 1$  es llamado "pico de Debye". Es común y útil estudiar el pico de Debye no al cambiar  $\omega$  sino al cambiar  $\tau$  al modificar la temperatura. Esto se puede hacer ya que  $\tau^{-1}$  generalmente obedece a la ecuación de Arrhenius dada por

$$\tau^{-1} = \tau_0^{-1} \exp\left(\frac{\Delta E}{KT}\right), \quad (50)$$

donde  $\Delta E$  es una energía de activación.

Es común definir la constante de tiempo de Maxwell para el circuito como

$$RC = \frac{1}{\omega_{max}} = \tau, \quad (51)$$

el cual mide la rapidez de descarga exponencial del capacitor  $C$  a través de la resistencia  $R$  y describe básicamente un tiempo de relajación del sistema  $RC$ .



## **DESARROLLO EXPERIMENTAL**

## Desarrollo Experimental

### 2.1 Preperación del $\text{In}_2\text{TiO}_5$

Para el desarrollo experimental fueron ocupadas las siguientes sustancias:

#### -Reactivos:

Para la síntesis del  $\text{In}_2\text{TiO}_5$  los materiales usados fueron los siguientes  $\text{TiO}_2$  (Baker 99.2%) e  $\text{In}_2\text{O}_3$  (alfa-Ventron 99.99%) en una relación 1:1 molar.

#### -Mezclado

Los polvos fueron mezclados en alcohol grado químico (Isopropanol-2), procediendo luego a someter los polvos a un tratamiento de ultrasonido, durante 30 minutos. Una vez evaporado el alcohol a la mezcla resultante se le molió en un mortero de ágata al grado de polvo fino.

#### -Tratamiento Térmico.

Los polvos fueron puestos en una matriz para darles forma de pastilla, las cuales se introdujeron en un horno con atmósfera de aire a las temperaturas siguientes: 600°C por 3 hrs; 750°C por 8hrs.; 900°C por 24 hrs y 1200°C por 72 hrs. Las pastillas fueron colocadas en un crisol de platino para efectuar los horneados. Después de cada horneado las muestras fueron molidas una vez más en un mortero de ágata al grado de polvo fino. los polvos fueron analizados por difracción de rayos-X con ayuda de el sistema Siemens D500 y radiación  $\text{CuK}\alpha$ ; para analizar la estructura cristalina y el estado de reacción de la muestra. Las pastillas fueron molidas una vez más, al grado de polvo fino, procesando dicho polvo en pastillas para minimizar las fluctuaciones en la composición debidas a la reacción de los compuestos a altas temperaturas. Los patrones de difracción de rayos X correspondientes al horneado de 1200°C indicaron que se tenía el compuesto correspondiente al titanato de Indio ( $\text{In}_2\text{TiO}_5$ ) por lo cual se procedio a preparar las muestras para el análisis dieléctrico.

#### -Formación de las Pastillas

Los polvos fueron prensados en forma de pastilla con un diámetro de  $\sim 6.5\text{mm}$  y un grosor de  $\sim 1.5\text{mm}$ .

### 2.2 Determinación de las propiedades de la cerámica.

#### -Microscopia electrónica.

El tamaño de grano fue determinado por medio de un microscopio electrónico de barrido (SEM), modelo 20T.

- Las pastillas sinterizadas fueron analizadas por difracción de rayos-X con ayuda de

el sistema Siemens D500 y radiación  $\text{CuK}\alpha$ ; así fue analizada la estructura del compuesto  $\text{In}_2\text{TiO}_5$ .

#### *Determinación de las propiedades eléctricas.*

Una vez concluido el sinterizado de las muestras, se procedió a colocar electrodos en las pastillas usando para ello pasta de oro y 2 láminas de oro, procediendo luego a poner las muestras en un horno pequeño Thermolyne 1500, Sybron Co., a  $750^\circ\text{C}$ , durante aproximadamente 2 hrs., para la eliminación del solvente orgánico de la pasta.

Para la obtención de datos dieléctricos de la pastilla ésta fue introducida en hornos verticales de temperatura controlable. En la fig. 4, se observa que la pastilla esta sujeta, mediante alambres de platino, al extremo inferior de un tubo de alúmina de alta temperatura y junto a ella un termopar que nos permite tener un registro de la temperatura a la cual se encuentra el sistema.

El intervalo de temperatura a la cual se trabajó la muestra fue desde  $\sim 200^\circ\text{C}$  hasta  $800^\circ\text{C}$  con una diferencia de unos  $10^\circ\text{C}$  aproximadamente entre 2 mediciones consecutivas.

Las mediciones se hicieron a intervalos de aproximadamente 2 o 3 hrs. es por ello que en las temperaturas reportadas se puede asegurar un error no mayor de  $\pm 3^\circ\text{C}$ .

#### *Caracterización de la cerámica $\text{In}_2\text{TiO}_5$ .*

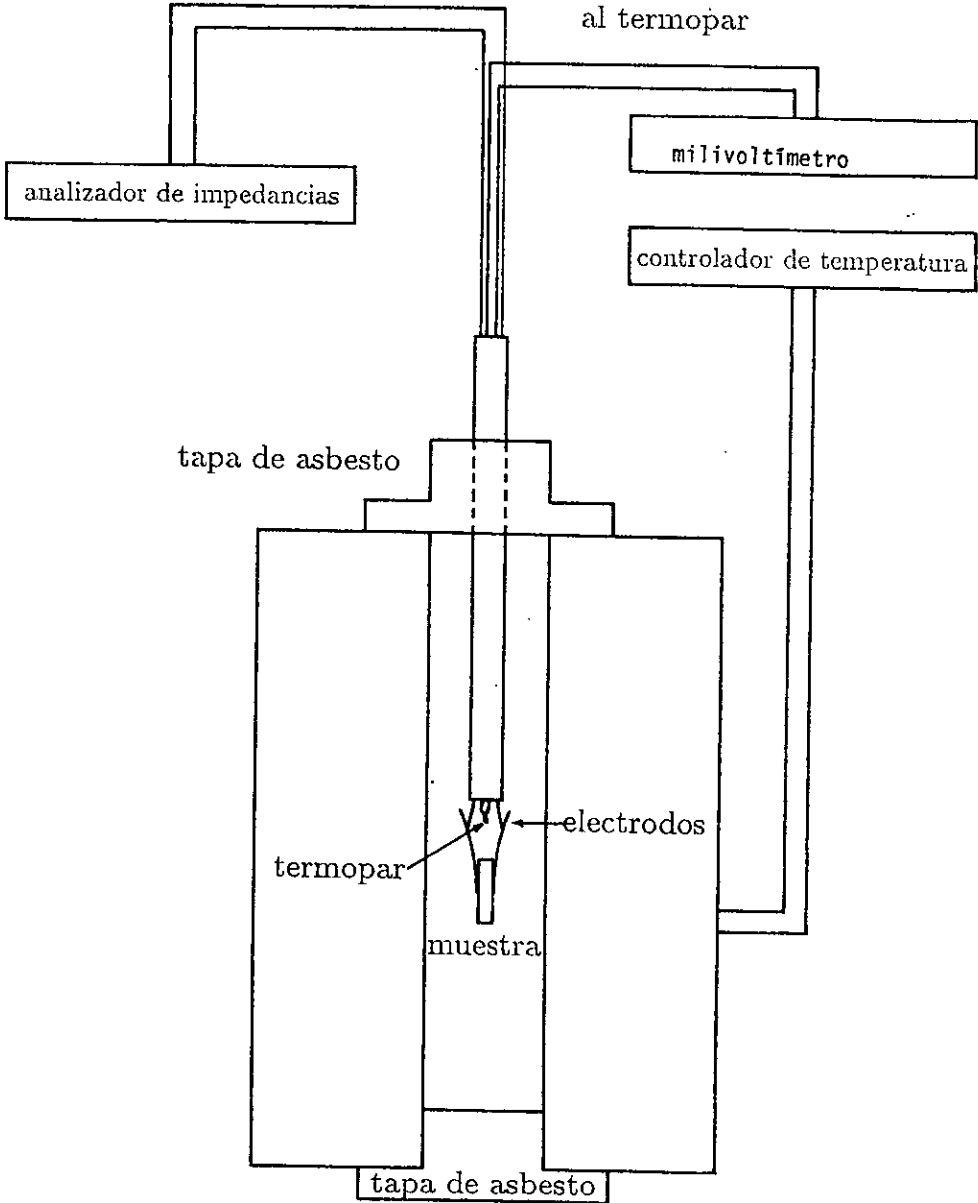
Para la caracterización de las pastillas por métodos a.c. las muestras se conectaron, a través de los alambres de platino del horno, a un analizador de impedancias HP4192a controlado por una microcomputadora HP85, con la cual se obtienen en forma simultánea los valores de las diversas variables como son: impedancia, capacitancia, inductancia, ángulo de fase, factor de disipación y otras muchas más. Las mediciones fueron realizadas isotérmicamente, para frecuencias que van desde 5Hz hasta 13 MHz ( $13 \times 10^6$ ). El voltaje de prueba aplicado, para todas las mediciones fue de  $1v_{pp}$ .

Usando un programa que nos permitió la obtención de una serie de 94 datos (cada uno como resultado del promedio de 10 mediciones) de capacitancia, inductancia e impedancias (real e imaginaria) para frecuencias establecidas de antemano.

Una vez analizados los datos para cada una de las diferentes temperaturas se presentan los resultados obtenidos de este trabajo.

Fig. 4.- Horno vertical con la muestra instalada y todas las conexiones llevan la información al resto del equipo.

a los electrodos



## **RESULTADOS**

## Resultados

### 3.1 La estructura del $\text{In}_2\text{TiO}_5$

Los parámetros de red y las diferentes fases cristalinas presentes en el compuesto se determinaron por medio de análisis de difracción de rayos X. La estructura cristalina coincide con el estándar reportado en la literatura\* por lo que consiste en una perovskita ortorrómbica con parámetros de red  $a=7.237 \text{ \AA}$ ,  $b=3.429 \text{ \AA}$  y  $c=14.86 \text{ \AA}$  como lo muestra la Figura (5).

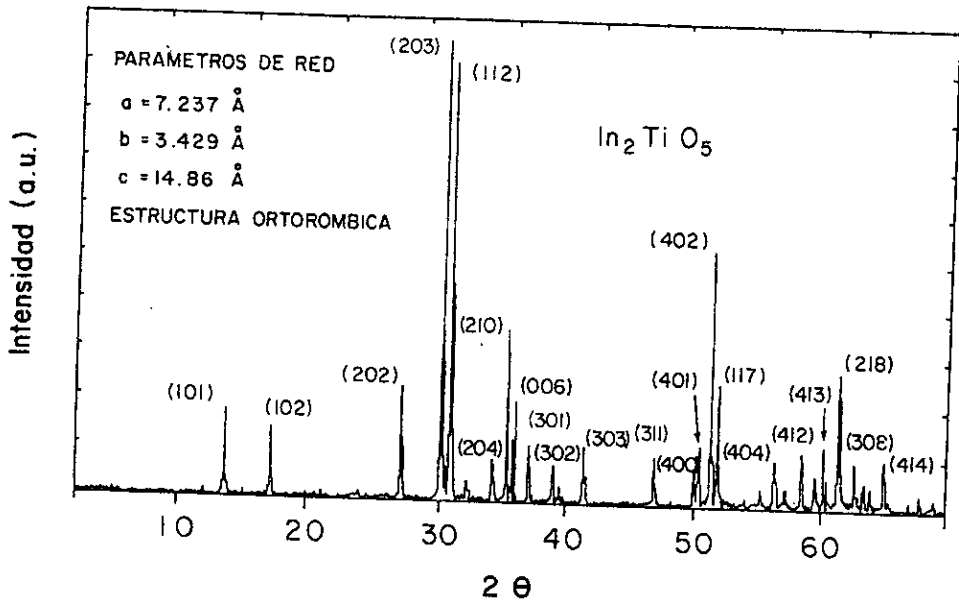


Fig. 5 Patrón de difracción del  $\text{In}_2\text{TiO}_5$  indexado de acuerdo al estándar del ASTM-JPDS, 30-640.

*Microscopía electrónica*

El tamaño de grano se determinó por microfotografía (SEM) de la superficie de la pastilla. El grano se reveló al someter a la pastilla en ácido fluorídrico (10% en volumen), clorídrico (20% en volumen) y agua oxigenada ( $H_2O_2$ ) durante dos horas. El tamaño de grano promedio fue de  $4.6 \pm 0.5\mu m$ . Nótese que los granos son muy regulares en cuanto a tamaño y forma. Fig.(6).

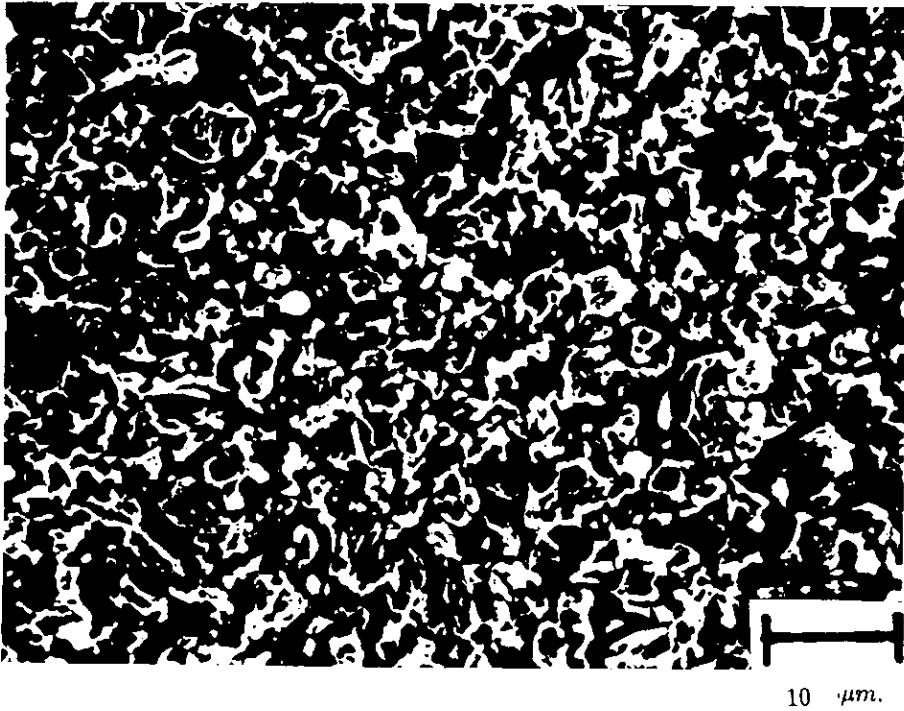


Fig. 6.- Microfotografía SEM para determinar tamaño de grano promedio:  $t_g = 4.6 \pm 0.5\mu m$

*Propiedades eléctricas*

El comportamiento dieléctrico de la cerámica  $\text{In}_2\text{TiO}_5$ , se estudió por medio de la técnica de impedancias complejas. Las gráficas  $Z'$  vs  $Z''$  en función de la temperatura son resultado de una serie de puntos a frecuencia diferente dentro del intervalo de trabajo, la información representativa apareció por encima de los  $400^\circ\text{C}$  y la temperatura máxima alcanzada fue de  $800^\circ\text{C}$ . Las gráficas de impedancia compleja para nuestro compuesto y para diferentes temperaturas indican un solo arco semicircular, como lo muestra la Fig.7.

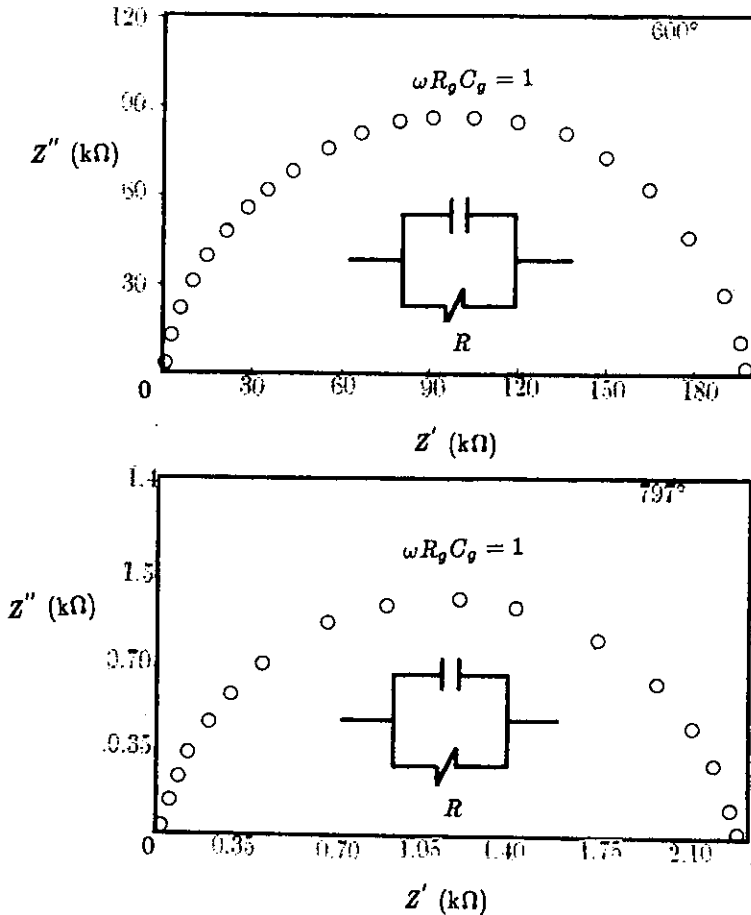


Fig.7.- Curvas de impedancia experimentales, a diferentes temperaturas: y  $797$  grados centigrados.



### 3.2 Medición de la constante dieléctrica

En la gráfica (7) se puede observar que surge un semicírculo que comienza a completarse por encima de los 400°C, en este caso, el círculo equivalente asociado corresponde a una malla RC en paralelo; al no observar efectos de polarización en la interface electrodo-cerámica a bajas frecuencias podemos decir que se realiza una conducción electrónica a través de la muestra. De cada uno de los máximos de las curvas de impedancia se obtiene la frecuencia máxima característica de cada temperatura y la intercepción de la curva con el eje correspondiente a la parte  $Z'$ , con los cuales se calcula la constante dieléctrica del volumen  $\epsilon'_v$  de la siguiente manera:

a) La intercepción de los puntos experimentales con el eje  $Z'$ , nos dan el valor de  $R_g$ , de donde obtenemos el valor de la conductividad ( $\sigma_g$ ) del grano. Esto se hace para cada temperatura con lo cual obtenemos la dependencia del proceso de conductividad.

$$\sigma_{exp} = \left(\frac{1}{R_g}\right)\left(\frac{l}{A}\right). \quad (52)$$

donde  $l$ = distancia entre electrodos y  $A$ = área de la pastilla.

b) Del máximo del semicírculo obtenemos el valor de la frecuencia  $f$  y conociendo previamente  $R_g$ , calculamos la capacitancia  $C_g$ , para las diferentes temperaturas.i.e.,

$$C_g = \frac{1}{2\pi f_{max} R_g}. \quad (53)$$

c) A partir del valor calculado de  $C_g$ , y conociendo la capacitancia geométrica  $C_0$ , calculamos el valor de la constante dieléctrica del material. En este caso, del titanato de Indio.

$$\epsilon' = \frac{C_g}{C_0}. \quad (54)$$

con  $C_0 = \frac{\epsilon_0 A}{l} = 3.27 \times 10^{-13} \text{ farads}$ .

### 3.3 Conductividad en función de la temperatura.

En la Fig.(8) se muestra el comportamiento de la conductividad en función de la temperatura; se observa que la distribución de los datos caen sobre una línea recta, la curva de Arrhenius muestra un mecanismo de conducción (activado) en el que la energía de activación es de  $E = 1.64\text{eV}$ . La resistividad del  $\text{In}_2\text{TiO}_5$  a temperatura ambiente se trató de medir con un electrómetro digital Keitley 616C de alta impedancia de entrada, debido a que el analizador de impedancias no tiene tan alta impedancia. Los resultados indican que  $\rho > 10^{16}\Omega\cdot\text{cm}$ , por lo que se tiene un buen compuesto aislante. Considerando que la energía de activación del proceso de conducción se determinó a altas temperaturas ( $T > 400^\circ$ ), este valor corresponde a la parte intrínseca, por lo cual, el ancho de energías prohibidas a estas temperaturas es del orden de  $3.3\text{eV}$ . Como a bajas frecuencias no se observan efectos de polarización en la interfase electrodo-cerámica, se considera que el proceso físico asociado es conducción de electrones a través de la muestra.

Por medio de los valores de  $C_g$ ,  $C_0$  y  $\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-14}\text{f/cm}$ , a cada temperatura se calculó el valor de la constante dieléctrica, obteniéndose un valor promedio de  $\epsilon' = 348 \pm 26$  que es mayor que el valor  $\epsilon \sim 140$  reportado para el rutilo ( $\text{TiO}_2$ ). El comportamiento de  $\epsilon$  es prácticamente independiente de la temperatura, por lo cual, no se observó ninguna transición ferroeléctrica en este material.

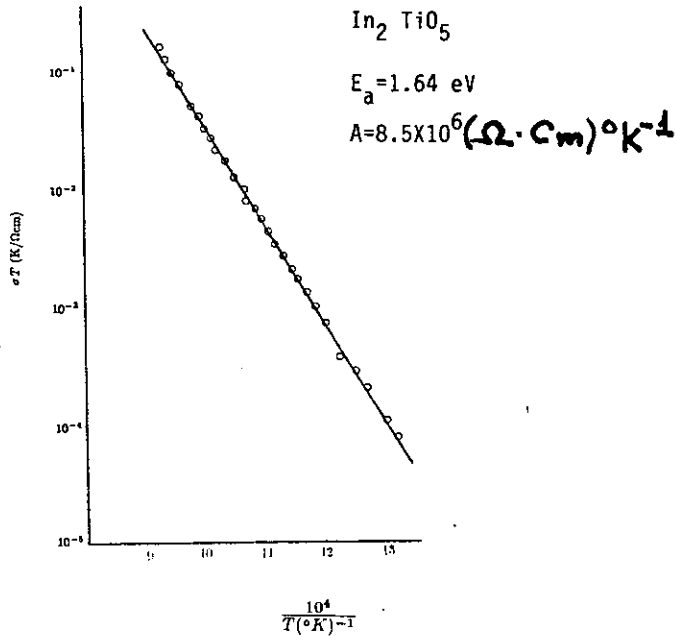


Fig.8.-Conductividad en función de la temperatura

## **CONCLUSIONES**

## Conclusiones

### 4.1 Estructurales

La estructura cristalina se analizó a través de los patrones de difracción de rayos-X. De estos patrones se encontró que la estructura de la muestra corresponde a una estructura ortorrómbica, que coincidió con el estándar reportado en la literatura.

### Tamaño de grano

El tamaño de grano fue determinado por métodos SEM obteniéndose que el tamaño promedio del grano es de  $4.6\mu$ . con granos muy regulares.

### 4.2 Propiedades eléctricas

Las características eléctricas fueron analizadas por los métodos a.c. El comportamiento dieléctrico de la cerámica  $\text{In}_2\text{TiO}_5$  se estudió por medio de la técnica de impedancias complejas; donde las mediciones se efectuaron en función de la frecuencia y la temperatura.

Las gráficas  $Z''$  vs  $Z'$ , Fig.(7) en el intervalo de temperatura,  $400^\circ\text{C}$  a  $800^\circ\text{C}$ , presentaron un semicírculo pudiendo desglosar la impedancia de los granos.

El modelo se puede representar mediante un circuito equivalente que consiste de un arreglo de mallas RC en paralelo conectadas en serie. De estas curvas se obtuvieron los valores de  $R_g$  y  $C_g$  con los cuales se determinó el comportamiento de la conductividad de los granos como función de la temperatura.

A continuación se construyó la curva de Arrhenius para la conductividad del grano, en la que observamos una relación lineal, con un coeficiente de correlación muy cercano a uno. Fig.(8). La curva de Arrhenius muestra un mecanismo de conductividad activado, cuya energía de activación es  $E = 1.64\text{eV}$ . Debido a que el proceso de conducción corresponde a la región intrínseca, el ancho de bandas prohibida es del orden de  $3.3\text{eV}$ . A partir de los máximos de los semicírculos correspondientes a los granos, se obtuvo el valor de la constante dieléctrica siendo su valor promedio de  $\epsilon' = 348 \pm 26$  que es mayor que la del rutílo.

No se observó una dependencia de  $\epsilon'$  con la temperatura y ninguna transición ferroeléctrica en el intervalo de temperaturas de  $400$  a  $800^\circ\text{C}$ .

Como resultado de la caracterización dieléctrica de este compuesto, se puede inferir que podría aplicarse como filtro cerámico pasa altos-pasa bajos (bypass); como micro-capacitor resistente al medio ambiente y probablemente como cerámica refractaria. Además, es un compuesto altamente resistivo, por lo que, podrá aplicarse como un buen aislante a temperatura ambiente ( $\rho > 10^{16}\Omega\text{cm}$ ) en circuitos y dispositivos de alta potencia.

Por último es necesario señalar que el desarrollo y la investigación en el campo de nuevas cerámicas nos da una alternativa de mejorar los procesos de elaboración y de reducir enormemente los costos de producción, y así poder lograr una autosuficiencia en las componentes electrónicas necesarias en nuestro país.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] Feynman, Leighton. Sands. *The Feynman Lectures of Physics* Volumen dos.
- [2] A. Huanosta, *Rev. Mex. Fís.* 25(1989), 123-125.
- [3] A.Huanosta, M.A. Castellanos, R.M.Chávez y A.R.West, *Rev. Mex. Fís.* 36(1990), 258-265.
- [4] O.W. Johnson and J.W. DeFord, *J.Appl.Phys.* 43(1972), 807-816.
- [5] G.H.Johnson, *J.Am.Ceramic Soc.* 36 (1953), 97-101.
- [6] I.M.Hodge, M.D.Ingram and A.R.West, *J.Electronal.Chem.* 74(1976), 125-143.
- [7] Yasuo Kita, *J.Appl.Phys.* 55(1984), 3747-3755.
- [8] Bi-Shiou Chiou, Chao-Ming Koh and Jeng-Gong Duh, *J.Mat. Sci.* 22(1987), 3893-3900.
- [9] R.W. Powers and S.P. Mitoff, *Electrochem.Sci. and Tech.* 122 (1975), 226-231.
- [10] F.Dogan, A.Roosen and H.Hausner, *Juornal de Physique* 47 (1986), C1 231-235.
- [11] I.A.Hodge, M.D.Ingram and A.R.West, *Electronal. Chem. and Interf. Electrochem.* 58 (1975), 429-432.
- [12] A.K. Jonscher, *J.Mat. Sci* 16 (1981), 2037-2060.
- [13] K.S. Cole and R.H. Cole, *J.Chem. Phys.* 9(1941), 341-351.
- [14] R.Waser, T.Baiatu and H.Hrdtl, *Mat. Sci and Eng.* A 109 (1989), 171-182.
- [15] A.Fouskova and L.E. Cross, *J. Appl. Phys.* 41(1970), 2834-2838.
- [16] J.F. Cordaro and M. Tomazawa, *J.Amer.Ceramic Soc.* 64 (1981), 713-717.
- [17] B.Elouadi and F.E.Mouahid, *Mat. Res. Bull.* 23(1988), 241-248.
- [18] F. Weill, J.L. Rehspringer and C. Bernier, *Mat. Sci and Eng.* A 109(1989), 193-199.
- [19] Hsiu-Fung Cheng, *J.Appl. Phys.* 56(1984), 1831-1836.
- [20] M. Kitabakate, T. Mitsuyu and K. Wasa, *J. Appl. Phys.* 56(1984), 1780-1784.
- [21] G.J. Hill, *Brit. J. Appl. Phys.* 1(1968), 1151-1161.
- [22] M. Tomazawa, J. Cordaro and M. Singh, *J. Mat. Sci.* 14(1979), 1945-1951.
- [23] J.E. Bauerle, *J. Phys. Chem. Solids* 30(1969), 2657-2670.
- [24] J. Takahashi, M. Kuwayama, H. Kamiya, M. Takatsu, T. Cota and I. Yacamai, *J. Mat. Sci.* 23(1988), 337-342.

- [25] G. de Portu, A. Fiegna and B. Fabri, *Journal de Physique* 47(1986), C1: 777-781.
- [26] M:H: Islam and C.A. Hogarth, *J. Mat. Sci.*24(1989), 4392-4398.
- [27] P. Lighfoot and P.D. Battle, *Mat. Res. Bull.* 25(1990), 89-93.
- [28] D. Kim, K.M. Choi, K.H. Kim and J.S. Choi, *J. Phys. Chem. Solids.* 50(1989), 821-828.
- [29] R. Flores-Ramírez, A. Huanosta, E. Amano, R. Valenzuela and A.R. West, *Ferroelectrics.* 99(1989), 195-201.
- [30] R. Flores Ramírez, *Comportamiento de Curie-Weiss en Titanato de bario policristalino por métodos AC.* Tesis de maestría, 1989.
- [31] E: Andrich, *Philips Tech. Rev.* 30(1969), 170.
- [32] K.H. Hardtl, *Ferroelectrics* 12(1976), 9.
- [33] Leonel M. Levinson, *Adv. in Ceramics Vol.1, American Ceram. Soc.* (1931), 138.
- [34] M. Loudjani, A.M. huntz and G. Petot-evars, *J. Phys. Colloque C1, Suppl.No. 2* 47(1936), C1-323.
- [35] A. Huanosta, O. Alvarez Fregoso, M.E. Mendoza Alvarez, C. Tabares M. y J.G. Mendoza alvarez, Propiedades eléctricas de capas cristalinas del ferroeléctrico  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ . *Memorias VIII Cong. Nal. Ciencia de Superficies y Vacío AC* (1988), 154.
- [36] A.R Von Hippel, *Dielectric Material and Applications* (Wiley, New York, 1976).
- [37] B.M.Tareiev *Física de los Materiales Dieléctricos* Editorial Mir. Moscu, 1978.