

# **ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL**

**FACULTAD DE INGENIERÍA ELÉCTRICA Y ELECTRÓNICA**

**DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA AUTOMÁTICO DE  
CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA DE MATERIALES CERÁMICOS  
PARA EL LABORATORIO DE ELECTROCERÁMICA DEL  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA – EPN**

**PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO EN  
ELECTRÓNICA Y CONTROL**

**SARA EMILIA VALLADARES PORTILLA**  
**saravalladaresp@hotmail.com**

**DIRECTOR: Ing. Cristian Andrés Tasiguano Pozo, MSc.**  
**cristian.tasiguano@epn.edu.ec**

**CODIRECTOR: Luis Rodrigo Lascano Lascano, PhD.**  
**luis.lascano@epn.edu.ec**

**Quito, Agosto 2018**

## DECLARACIÓN

Yo, Sara Emilia Valladares Portilla, declaro bajo juramento que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

A través de la presente declaración cedo mis derechos de propiedad intelectual correspondientes a este trabajo, a la Escuela Politécnica Nacional, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normatividad institucional vigente.

---

Sara Emilia Valladares Portilla

## CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Sara Emilia Valladares Portilla, bajo mi supervisión.

---

**Ing. Cristian Tasiguano, MSc.**  
**DIRECTOR DEL PROYECTO**

---

**Luis Lascano, PhD.**  
**CODIRECTOR DEL PROYECTO**

## **AGRADECIMIENTO**

Agradezco inmensamente a mi madre por todo el apoyo que me ha brindado durante esta larga etapa de mi vida.

## **DEDICATORIA**

Este trabajo está dedicado a mi madre por el gran apoyo que siempre me ha brindado.

## CONTENIDO

<b>CONTENIDO</b> .....	v
<b>RESUMEN</b> .....	ix
<b>PRESENTACIÓN</b> .....	x
<b>CAPÍTULO 1</b> .....	1
<b>MARCO TEÓRICO</b> .....	1
<b>1.1 INTRODUCCIÓN</b> .....	1
<b>1.2 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA COMPLEJA</b> .....	1
<b>1.2.1 IMPEDANCIA COMPLEJA</b> .....	2
<b>1.2.2 CONSTANTE DIELECTRICA</b> .....	4
<b>1.2.2.1 Método de medición de placas paralelas</b> .....	4
<b>1.3 CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA</b> .....	5
<b>1.3.1 ANTECEDENTES DEL PROCESO DE CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA DEL LABORATORIO DE ELECTROCERÁMICA</b> .....	6
<b>1.4 AUTOMATIZACIÓN DEL SISTEMA DE CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA</b> ..	7
<b>1.4.1 ANALIZADOR DE IMPEDANCIAS</b> .....	8
<b>1.4.1.1 Analizador de impedancias HP 4263B LCR METER</b> .....	8
<b>1.4.1.2 Analizador de impedancias AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER</b> .....	9
<b>1.4.1.3 Dispositivo de pruebas</b> .....	10
<b>1.4.1.4 Correcciones</b> .....	10
<b>1.5 SISTEMA DE CALENTAMIENTO</b> .....	11
<b>1.5.1 CONTROLADOR</b> .....	12
<b>1.5.1.1 Controlador PID</b> .....	12
<b>1.5.1.2 Técnicas de sintonización del controlador</b> .....	13
<i>1.5.1.2.1 Método basado en la Curva de Reacción del proceso</i> .....	13
<b>1.5.1.3 Controlador de temperatura EUROTHERM 2404/P4</b> .....	17
<b>1.5.2 ACTUADORES</b> .....	18
<b>1.5.2.1 Controlador de potencia WATLOW DIN-A-MITE DB10-24F0-S200</b> .....	18
<i>1.5.2.1.1 Control por Ciclo Integral</i> .....	19
<b>1.5.3 PLANTA (HORNO ELÉCTRICO)</b> .....	20
<b>1.5.4 SENSOR DE TEMPERATURA (TERMOPAR)</b> .....	20
<b>1.5.4.1 Termopar tipo K</b> .....	22
<b>1.6 SINTONIZACIÓN DEL CONTROLADOR DE TEMPERATURA</b> .....	22

1.6.1	REQUERIMIENTOS DEL SISTEMA DE CALENTAMIENTO .....	23
1.7	ADQUISICIÓN DE DATOS .....	23
1.7.1	PROTOCOLO DE COMUNICACIÓN .....	24
1.7.2	PROTOCOLO MODBUS.....	24
1.7.2.1	Modo de transmisión.....	24
1.7.2.1.1	Trama del mensaje Modbus .....	25
1.7.2.1.2	Códigos de función de Modbus .....	26
1.7.3	GPIB.....	26
1.7.3.1	Elementos del GPIB .....	26
1.7.3.2	Direccionamiento GPIB .....	27
1.7.3.3	Tipos de mensajes.....	27
1.8	LABVIEW .....	28
1.9	CONFIGURACIONES GENERALES .....	28
CAPÍTULO 2.....		31
DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE ADQUISICIÓN DE DATOS .....		31
2.1	REDISEÑO DEL MÓDULO DE CONTROL DE TEMPERATURA.....	32
2.1.1	COMPENSACIÓN DE LA JUNTURA DE REFERENCIA .....	32
2.1.2	MÓDULO DE CONTROL DE TEMPERATURA.....	33
2.1.2.1	Cálculo del calibre del conductor .....	33
2.1.2.2	Fusibles.....	33
2.2	PARÁMETROS DEL CONTROLADOR DE TEMPERATURA .....	35
2.2.1	CURVA DE REACCIÓN DE LA PLANTA .....	36
2.2.1.1	Sintonización de los parámetros del Controlador .....	39
2.3	RAMPAS DE CALENTAMIENTO.....	42
2.3.1	RAMPA CON TASA DE CALENTAMIENTO CONSTANTE.....	42
2.3.2	RAMPA DE DURACIÓN DEFINIDA .....	43
2.4	CÉLULA DE MEDIDA.....	44
2.4.1	MEDIDAS PARA LA CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA.....	46
2.6.1	RED DE COMUNICACIÓN DEL SISTEMA AUTOMÁTICO DE CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA.....	47
2.6.2	COMUNICACIÓN DEL CONTROLADOR DE TEMPERATURA EUROTHERM Y EL COMPUTADOR.....	47
2.6.2.1	Tarjeta de comunicación del controlador de temperatura .....	48

2.6.2.1.1	Convertidor de RS485 a USB.....	49
2.6.3	<b>COMUNICACIÓN DEL ANALIZADOR DE IMPEDANCIAS Y EL COMPUTADOR</b> .....	50
2.6.3.1	<b>Interfaz USB/GPIB.</b> .....	50
2.7	<b>INSTRUMENT DRIVERS (LABVIEW)</b> .....	51
2.7.1	<b>ESTRUCTURA DE LOS INSTRUMENT DRIVERS</b> .....	51
2.8	<b>INICIALIZACIÓN DE PARÁMETROS PARA LA COMUNICACIÓN</b> .....	53
2.8.1	<b>PARÁMETROS CONTROLADOR DE TEMPERATURA EUROTHERM</b> .....	53
2.8.2	<b>ANALIZADORES DE IMPEDANCIAS</b> .....	54
CAPÍTULO 3	.....	55
<b>DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE LA INTERFAZ DE USUARIO</b> .....		55
3.1	<b>DESARROLLO DE LA INTERFAZ DE USUARIO</b> .....	55
3.1.1	<b>PESTAÑA “CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS GENERALES”</b> .....	57
3.1.2	<b>PESTAÑAS DE ENSAYOS (ENSAYO HP 4263B LCR METER Y ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER)</b> .....	62
3.1.3	<b>PESTAÑA “ENSAYO HP 4263B LCR METER”</b> .....	67
3.1.3.1	<b>Adquisición de medidas del analizador HP 4263B LCR METER</b> .....	69
3.1.4	<b>PESTAÑA “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER”</b> .....	71
3.1.4.1	<b>Adquisición de medidas DEL ANALIZADOR AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER</b> .....	73
3.2	<b>GENERACIÓN DE REPORTE</b> .....	77
3.2.1	<b>REPORTE DEL ENSAYO HP 4263B LCR METER</b> .....	77
3.2.2	<b>REPORTE DEL ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER</b> .....	79
3.3	<b>AVISOS Y ALARMAS</b> .....	82
3.3.1	<b>AVISO DEL ESTADO DEL ENSAYO ANTERIOR</b> .....	82
3.3.2	<b>AVISOS GENERALES</b> .....	84
3.3.3	<b>ALARMAS</b> .....	85
CAPÍTULO 4	.....	87
<b>PRUEBAS DE FUNCIONAMIENTO</b> .....		87
4.1	<b>PRUEBAS DEL CONTROL DE TEMPERATURA</b> .....	87
4.1.1	<b>RESULTADOS</b> .....	88
	A continuación se presentan los resultados de las rampas de temperatura. ....	88
4.1.1.1	<b>Primera rampa de calentamiento</b> .....	88



4.1.1.2	Segunda rampa de calentamiento .....	89
4.1.1.3	Tercera rampa de calentamiento .....	91
4.2	COMPROBACIÓN DE LA TASA CONSTANTE.....	93
4.2.1	TASA DE CALENTAMIENTO DE LA RAMPA DE 150°C .....	95
4.2.2	TASA DE CALENTAMIENTO DE LA RAMPA DE 500°C .....	95
4.2.3	TASA DE CALENTAMIENTO DE LA RAMPA DE 950°C .....	96
4.2.4	CÁLCULO DEL ERROR DE LA TASA DE CALENTAMIENTO .....	97
4.2.4.1	Error tasa de la rampa 150°C.....	98
4.2.4.2	Error tasa de la rampa 500°C.....	98
4.2.4.3	Error tasa de la rampa 950°C.....	98
4.3	RESULTADO DE LOS ENSAYOS DE CARACTERIZACIÓN.....	99
4.3.1	OBTENCIÓN DE LA TEMPERATURA DE TRANSICIÓN DE FASE DEL ESTADO FERROELÉCTRICO AL PARAELECTRICO PARA DIFERENTES MUESTRAS .....	101
4.3.1.1	Muestra de BaTiO <sub>3</sub> .....	101
4.3.1.2	Muestra de K <sub>0.5</sub> Na <sub>0.5</sub> NbO <sub>3</sub> .....	104
4.3.1.3	Muestra de PBIT .....	106
4.3.1.4	Muestra de P3BIT .....	107
4.4	COSTOS DEL PROYECTO.....	109
CAPÍTULO 5.....		111
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....		111
5.1	CONCLUSIONES .....	111
5.2	RECOMENDACIONES.....	113
Referencias Bibliográficas .....		114
ANEXOS:.....		118

## RESUMEN

El presente proyecto tiene como finalidad implementar un sistema automático de caracterización dieléctrica con los equipos disponibles en el Laboratorio de Electrocerámica de la Escuela Politécnica Nacional.

En el presente trabajo se realiza la caracterización dieléctrica de materiales electrocerámicos a través de la espectroscopia de impedancia compleja (EIC). La EIC es un método no destructivo que permite conocer las características de un material.

La caracterización dieléctrica de materiales electrocerámicos permite determinar el valor de la constante dieléctrica y el valor de la impedancia compleja para un amplio rango de temperatura y para distintas frecuencias del campo aplicado. La toma de medidas se realiza cada cierto intervalo de temperatura mientras la muestra se calienta lentamente en un horno a una tasa de calentamiento constante y al mismo tiempo se aplica un campo eléctrico a diferentes valores de frecuencia.

Para calentar la muestra se emplea un horno eléctrico controlado por el controlador PI implementado con el controlador de temperatura EUROTHERM 2404/P4. El controlador permite controlar la temperatura del horno mediante una rampa de calentamiento con una tasa de calentamiento constante.

Los reportes de los ensayos son generados automáticamente por la interfaz de usuario del sistema automático de caracterización dieléctrica. A partir del pico de la gráfica  $E_r'$  (parte real de la constante dieléctrica) vs Temperatura se determina la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico de las muestras analizadas.

## **PRESENTACIÓN**

Este trabajo detalla el diseño e implementación de un sistema de caracterización dieléctrica de materiales electrocerámicos para el Laboratorio de Electrocerámica del Departamento de Física de la Escuela Politécnica Nacional (EPN), el documento se divide en cinco capítulos.

En el capítulo 1 se detalla el marco teórico del proyecto, se explican conceptos y se describen las características principales y las configuraciones generales de los elementos que conforman el sistema de caracterización.

En el capítulo 2 se detalla el rediseño del módulo de control de temperatura, la sintonización de los parámetros del controlador PI implementado con el controlador EUROTHERM y la implementación de la red de comunicación del sistema automático de caracterización.

El capítulo 3 describe la interfaz de usuario del sistema de caracterización, mediante diagramas de flujo se describe la lógica del programa. Además, se detalla cómo se realizan los reportes de los datos generados en un ensayo de caracterización.

El capítulo 4 expone las pruebas realizadas para comprobar el buen funcionamiento del control de temperatura y parte de los resultados de los ensayos de caracterización dieléctrica.

En el capítulo 5 se presentan las conclusiones y recomendaciones obtenidas durante el desarrollo del trabajo.

# **CAPÍTULO 1**

## **MARCO TEÓRICO**

### **1.1 INTRODUCCIÓN**

Los materiales cerámicos son compuestos químicos inorgánicos no metálicos, de los cuales, los materiales electrocerámicos son ampliamente usados en el campo de la electrónica, por ejemplo, en capacitores, filtros, sensores, aislamientos eléctricos, semiconductores, imanes, etc. Estos materiales son utilizados debido a que, de manera general son buenos dieléctricos con buenas propiedades de polarización. Debido a su importancia en el campo de la electrónica es necesario realizar la caracterización de estos materiales, para de esta manera conocer sus propiedades eléctricas [1].

Un método no destructivo que permite dilucidar la naturaleza eléctrica del material cerámico es la espectroscopia de impedancia compleja, la cual permite realizar la caracterización dieléctrica del material [2].

En el presente trabajo se realiza la automatización del sistema de caracterización dieléctrica de materiales electrocerámicos que posee el Laboratorio de Electrocerámica del Departamento de Física de la Escuela Politécnica Nacional (EPN).

### **1.2 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA COMPLEJA**

La Espectroscopia de Impedancia Compleja (EIC) es un método que permite adquirir el espectro de impedancias de un material. A partir del espectro obtenido, se puede determinar la constante dieléctrica y la conductividad del material bajo análisis [2].

El procedimiento general parte de aplicar un estímulo eléctrico a los electrodos de la muestra. Este estímulo puede ser un voltaje o una corriente, de frecuencia y magnitud conocidas, para luego analizar la respuesta de la muestra a este estímulo. La técnica utilizada es una técnica estándar, la cual consiste en medir directamente la impedancia

del material en el dominio de la frecuencia, para lo cual se aplica sobre la muestra un voltaje a una frecuencia fija y se mide la amplitud y el desfase de la señal resultante con respecto a la señal aplicada. Las magnitudes que se estudian en la EIC pueden estar en función de la frecuencia y de la temperatura. La relación que existe entre los parámetros y la temperatura permite conocer la naturaleza de los mecanismos de conducción y polarización del material [2]-[3].

### 1.2.1 IMPEDANCIA COMPLEJA

La impedancia es una medida de la oposición que presenta un circuito al paso de corriente cuando se aplica un voltaje. La impedancia, como se puede observar en la ecuación 1.1, es una magnitud compleja que se compone de una parte real y una parte imaginaria.

$$Z^* = Z' - jZ'' = R - jX \quad (1.1)$$

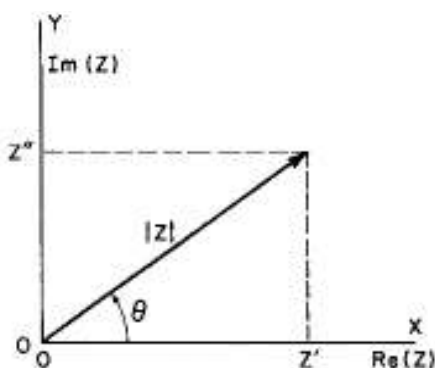
Donde:

$Z^*$ : Impedancia compleja [Ohms]

R: Resistencia [Ohms]

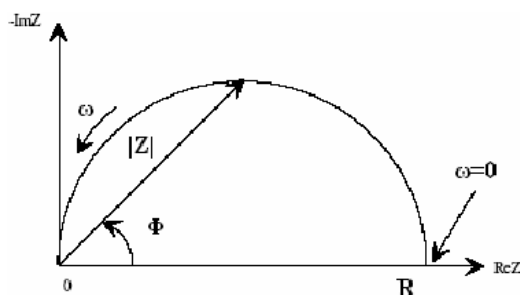
X: Reactancia [Ohms]

Esta magnitud compleja se representa gráficamente en el plano complejo mediante coordenadas polares o coordenadas rectangulares, como se muestra en la Figura 1.1 [4].



**Figura 1.1.** Impedancia Z representada en coordenadas polares y rectangulares [3].

La representación gráfica de la impedancia en el plano complejo es denominada como diagrama de Nyquist o Cole-Cole como se puede observar en la Figura 1.2, en la cual el eje X representa la parte real y el eje Y la parte imaginaria con signo negativo. Cada punto de la curva de impedancia representa un valor de impedancia a una determinada frecuencia, donde los valores de frecuencia aumentan de derecha a izquierda. A partir del diagrama de Cole – Cole se puede calcular la conductividad eléctrica y la energía de activación del proceso de conducción [4].



**Figura 1.2.** Diagrama de Cole-Cole [4].

Existen magnitudes complejas relacionadas a la impedancia, las cuales son: admitancia ( $Y^*$ ), módulo dieléctrico ( $M^*$ ) y permitividad dieléctrica relativa ( $\epsilon_r^*$ ).

La permitividad dieléctrica relativa, o permitividad relativa, permite observar la respuesta dieléctrica de un material [2]. Las ecuaciones que relacionan a estas magnitudes complejas son las siguientes:

$$Y^* = \frac{1}{Z^*} = Y' + jY'' = G + jB \quad (1.2)$$

$$M^* = j\omega \cdot C_0 \cdot Z^* \quad (1.3)$$

$$\epsilon_r^* = \frac{1}{M^*} \quad (1.4)$$

Donde:

G: Conductancia [S]

B: Suceptancia [S]

$C_0$ : Capacitancia del vacío [F]

## 1.2.2 CONSTANTE DIELECTRICA

Como se puede apreciar en la ecuación 1.5, la constante dieléctrica ( $K^*$ ) es equivalente a la permitividad relativa ( $\epsilon_r^*$ ) y de igual manera es equivalente a la relación entre la permitividad ( $\epsilon^*$ ) y la permitividad del vacío ( $\epsilon_0$ ) [5].

$$K^* = \epsilon_r^* = \frac{\epsilon^*}{\epsilon_0} \quad (1.5)$$

Donde:

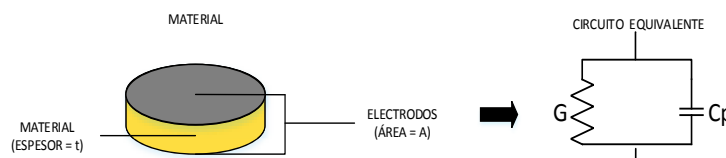
$\epsilon_0$ : Permitividad del vacío ( $8.854 \times 10^{-12}$  [F/m])

La permitividad y la permitividad relativa son magnitudes complejas. La permitividad relativa describe la interacción entre un material y el campo eléctrico aplicado a este. Cuando se analiza la parte real y la parte imaginaria de la permitividad relativa, ecuación 1.6, se puede observar que la parte real ( $\epsilon_r'$ ) se relaciona con la energía almacenada de un campo eléctrico externo en un material y la parte imaginaria ( $\epsilon_r''$ ), también llamada factor de pérdida, está relacionada con cuánta energía de un campo externo se pierde o disipa [5].

$$\epsilon_r^* = \epsilon_r' - j\epsilon_r'' \quad (1.6)$$

### 1.2.2.1 Método de medición de placas paralelas

El método de medición de placas paralelas (o electrodos plano-paralelos) se emplea cuando se dispone de un instrumento de medida de impedancias, como pueden ser los analizadores HP 4263B LCR METER y AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER, utilizados en este proyecto. Este método consiste en insertar entre dos placas (electrodos) una lámina delgada del material electrocerámico a estudiar para formar un capacitor [5], como se indica en la Figura 1.3.



**Figura 1.3.** Método de las placas paralelas [5].

La medida de la capacitancia obtenida mediante el instrumento de medida de impedancia es utilizada para calcular la constante dieléctrica a partir de las siguientes ecuaciones [5].

$$Y^* = G + jw \cdot C_p \quad (1.7)$$

$$\varepsilon_r^* = \frac{1}{M^*} = \frac{Y^*}{jw \cdot C_0} \quad (1.8)$$

$$\varepsilon_r^* = \frac{1}{jw \cdot C_0} (G + jw \cdot C_p) \quad (1.9)$$

$$\varepsilon_r^* = \frac{C_p}{C_0} - j \frac{G}{w \cdot C_0} \quad (1.10)$$

$$C_0 = \frac{\varepsilon_0 \cdot A}{t} \quad (1.11)$$

$$\varepsilon_r' = \frac{C_p \cdot t}{\varepsilon_0 \cdot A} \quad (1.12)$$

$$\varepsilon_r'' = \frac{G \cdot t}{w \cdot \varepsilon_0 \cdot A} \quad (1.13)$$

$$K^* = \varepsilon_r' - j\varepsilon_r'' \quad (1.14)$$

Donde:

A : Área del electrodo de la muestra [m<sup>2</sup>]

t : Espesor de la muestra [m]

w : Frecuencia angular (2πf) [rad/s]

### 1.3 CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA

El sistema de caracterización dieléctrica sirve para obtener las características del material electrocerámico bajo análisis. En el presente trabajo se utiliza la técnica de la espectroscopia de impedancia compleja para realizar la caracterización dieléctrica de materiales electrocerámicos.



La caracterización dieléctrica de materiales electrocerámicos permite determinar el valor de la constante dieléctrica y el valor de la impedancia compleja para un amplio rango de temperatura y para distintas frecuencias del campo aplicado [2]. La medida debe realizarse cada cierto intervalo de temperatura mientras la muestra se calienta lentamente en un horno a una tasa de calentamiento constante y al mismo tiempo se aplica un campo eléctrico a diferentes valores de frecuencia. Este proceso puede durar varias horas, generando una gran cantidad de datos que deben almacenarse de manera continua y adecuada para su posterior análisis.

Es importante mencionar que el objetivo principal de realizar la caracterización dieléctrica de materiales electrocerámicos en el presente trabajo es obtener la gráfica de la constante dieléctrica en función de la temperatura para determinar la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico.

### **1.3.1 ANTECEDENTES DEL PROCESO DE CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA DEL LABORATORIO DE ELECTROCERÁMICA**

Para realizar el proceso de caracterización dieléctrica de materiales electrocerámicos, el Laboratorio de Electrocerámica de la EPN posee un horno tubular eléctrico (de construcción manual), una célula de medida, un módulo de control de la temperatura dentro del cual se encuentran un controlador de temperatura EUROTHERM 2404/P4 y un controlador de potencia de estado sólido WATLOW DIN-A-MITE DB10-24F0-S200, un analizador HP 4263B LCR METER y un computador de escritorio DELL i5 para realizar las pruebas de caracterización. Todos estos dispositivos formaban parte de un sistema de medición que se encontraba sin uso.

Cada vez que se necesitaba realizar una medición, se debía conectar manualmente cada uno de los componentes y ponerlos en funcionamiento con la supervisión constante del usuario. La adquisición de datos de los analizadores, al igual que el montaje, la realizaba el usuario. Adicionalmente, los parámetros del controlador de temperatura no se encontraban configurados correctamente.

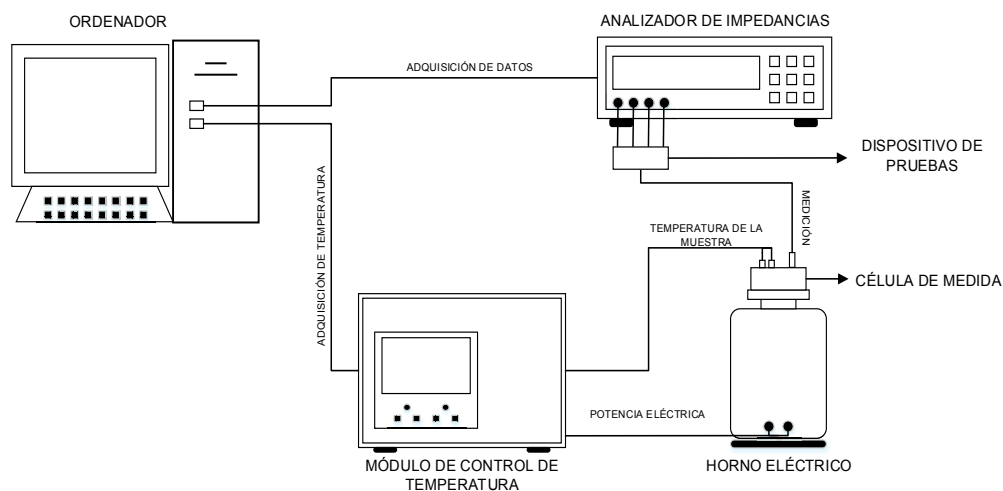
En vista de lo anterior, se propuso automatizar el proceso de caracterización dieléctrica, estableciendo la comunicación entre los diferentes equipos y el computador

para realizar la adquisición y almacenamiento de datos de forma continua y automática con el fin de generar reportes que ayuden al usuario a interpretar la información obtenida.

Adicionalmente, se propone el uso del analizador de impedancias AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER prestado por la Facultad de Ingeniería Mecánica de la EPN. Este equipo posee una mayor resolución de frecuencia en comparación al analizador de impedancias que posee el Laboratorio de Electrocerámica. Esta característica hace posible obtener el diagrama de Cole - Cole descrito anteriormente.

## 1.4 AUTOMATIZACIÓN DEL SISTEMA DE CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA

En la Figura 1.4 se muestra un esquema del sistema de caracterización implementado.



**Figura 1.4.** Esquema del sistema automático de caracterización dieléctrica.

El sistema automático de caracterización dieléctrica de materiales electrocerámicos implementado en el presente proyecto debe ser capaz de controlar la temperatura en todo el rango de medida, variar la frecuencia del campo eléctrico aplicado, realizar la adquisición de medidas de impedancia y las medidas asociadas a la constante dieléctrica, establecer la comunicación entre el analizador y el computador, y finalmente almacenar los datos para generar los reportes pertinentes. El sistema automático de caracterización dieléctrica consta de: un módulo de control de

temperatura, un horno eléctrico, una célula de medida, un analizador de impedancias y un computador.

#### **1.4.1 ANALIZADOR DE IMPEDANCIAS**

Un analizador de impedancias es un dispositivo electrónico que mide la impedancia de un material [6]. Generalmente estos equipos pueden operar en un amplio rango de frecuencias.

El sistema automático de caracterización puede hacer uso de los dos analizadores de impedancias que posee el Laboratorio de Electrocerámica (analizador HP 4363B LCR METER y el analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER), tomando en cuenta que sólo se puede utilizar un equipo a la vez. Cabe notar que la conexión de ambos analizadores, tanto para la adquisición de datos como para la medición, se realiza de la misma manera.

##### **1.4.1.1 Analizador de impedancias HP 4263B LCR METER**

El analizador de impedancias HP 4263B LCR METER mostrado en la Figura 1.5, es un medidor LCR, inductancia (L), capacitancia (C), resistencia (R) diseñado para el análisis de componentes electrónicos como por ejemplo resistencias, capacitores, etc [7]-[8].

Las características principales del analizador HP 4263B LCR METER son:

- Nivel de la señal de prueba: de 20mV a 1Vrms en pasos de 5mV.
- Frecuencia 100Hz, 120Hz, 1KHz, 10KHz, 100KHz.
- Correcciones OPEN/SHORT/LOAD.
- Interfaz de comunicación: GPIB (General Purpose Interface Bus).
- Parámetros de medida: impedancia (Z), admitancia (Y), resistencia (R), reactancia (X), conductancia (G), susceptancia (B), capacitancia (C), inductancia (L), factor de pérdidas (D), factor de calidad (Q).



**Figura 1.5.** Analizador de impedancias HP 4263B LCR METER [7].

#### 1.4.1.2 Analizador de impedancias AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER

El analizador de impedancias AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER mostrado en la Figura 1.6, es un equipo que sirve para la medición de impedancia y el análisis de componentes de un circuito [9]-[10].

Las características principales del analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER son:

- Rango del nivel de la señal de prueba: de 5 mV a 1 Vrms.
- Interfaces de comunicación: GPIB/Ethernet.
- Rango de frecuencia: 40 Hz - 110MHz.
- Correcciones OPEN/SHORT/LOAD.
- Parámetros de medida: Z, Y, R, X, G, B, C, L, D, Q.



**Figura 1.6.** Analizador de impedancias AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER [10].

### 1.4.1.3 Dispositivo de pruebas

Un dispositivo de pruebas es un dispositivo que se utiliza para probar un material, muestra o dispositivo. El dispositivo de pruebas 16089B de Agilent está equipado con dos clips kelvin aislados (pinzas), que permiten sujetar al componente bajo análisis, como se puede observar en la Figura 1.7.

Las características principales del dispositivo de pruebas Agilent 16089B son:

- Instrumentos de medida a los que puede ser conectado: 4192A, 4194A, 4263B, 4278A, 4284A, 4285A y E4980A.
- Rango de frecuencia de operación: 5 Hz -100KHz.



**Figura 1.7.** Dispositivo de pruebas Agilent 16089B [11].

### 1.4.1.4 Correcciones

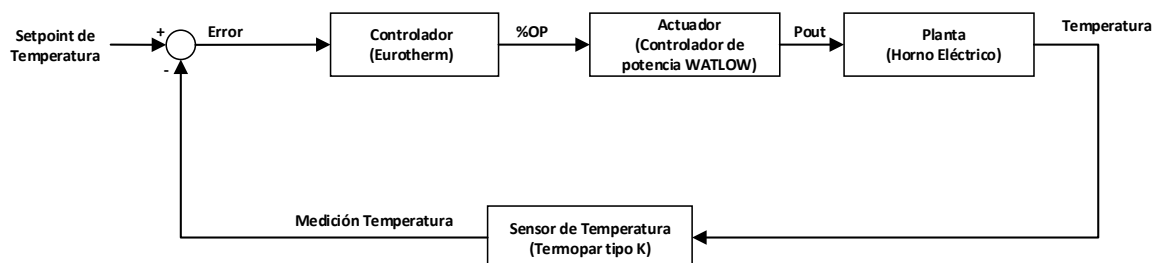
Antes de conectar el dispositivo de pruebas se debe realizar la corrección de errores para remover errores residuales del accesorio de conexión. En la Tabla 1.1 se muestran las correcciones disponibles en los analizadores de impedancias utilizados.

**Tabla 1.1.** Correcciones [8].

CORRECCIÓN	DESCRIPCIÓN
OPEN	Se emplea para cancelar la admitancia parásita del dispositivo de pruebas.
SHORT	Con esta corrección se cancela los efectos de la impedancia residual del dispositivo de pruebas.
LOAD	Esta corrección se emplea para remover el error residual que no se puede remover con las correcciones OPEN y SHORT. Esta corrección no es necesaria cuando se utiliza un dispositivo de pruebas Agilent.

## 1.5 SISTEMA DE CALENTAMIENTO

El sistema de calentamiento consta de un controlador de temperatura (EUROTHERM 2404), un actuador (Controlador de potencia de estado sólido WATLOW DIN-A-MITE DB10-24F0-S200), una planta (Horno Eléctrico) y un sensor de temperatura (Termopar tipo K). En la Figura 1.8 se indica mediante un diagrama de bloques el sistema de control de temperatura implementado en el presente proyecto.

**Figura 1.8.** Diagrama de bloques del sistema de control de temperatura.

El controlador tiene como entrada el error entre el punto de consigna de temperatura (setpoint) y la medición de la temperatura del horno, y en función de este error se toma una acción de control. Esto se denomina control en lazo cerrado. La señal de salida del controlador se expresa en porcentaje de potencia (%OP). La temperatura del horno eléctrico se denomina como variable del proceso (PV) o variable controlada. Dependiendo del valor de la señal de salida del controlador, el actuador modifica el valor de la variable manipulada, que en este caso es la potencia eléctrica que alimenta al horno eléctrico.

### 1.5.1 CONTROLADOR

El elemento de control (controlador) tiene el objetivo de mantener a la variable controlada en el punto de trabajo deseado (setpoint) [12]. Es decir, si existe una diferencia entre el setpoint y el valor de la variable controlada, el controlador envía una señal al actuador para que modifique la variable manipulada y así poder mantener la variable controlada en el setpoint.

#### 1.5.1.1 Controlador PID

La gran mayoría de controladores de temperatura son controladores tipo PID [13], cuyo algoritmo de control está basado en una acción proporcional, una acción integral y una acción derivativa. En la ecuación 1.15 se puede observar la forma general del controlador tipo PID.

$$u(t) = K_c \left( e(t) + \frac{1}{T_i} \int_0^t e(\tau) d\tau + T_d \frac{de(t)}{dt} \right) \quad (1.15)$$

Donde,  $u(t)$  es la acción de control y  $e(t)$  es la señal de error que existe entre el valor del setpoint y el valor de variable controlada. Los parámetros del controlador son: la ganancia proporcional ( $K_c$ ), el tiempo integral ( $T_i$ ) y el tiempo derivativo ( $T_d$ ).

La acción de control proporcional amplifica el valor del error para establecer la salida del controlador. Para un sistema con solamente acción proporcional, el valor de la variable controlada nunca alcanza el valor del setpoint [14]-[15]. Al aumentar el valor de  $K_c$ , se reduce el valor del error, pero al mismo tiempo la respuesta del sistema se vuelve más oscilatoria [14].

La acción de control integral se basa en la integración del error en el tiempo para establecer la salida del controlador. Adicionalmente, la acción integral asegura que el error de régimen permanente sea cero ante una señal de referencia de valor constante [15]. La constante de tiempo  $T_i$  usualmente se expresa en segundos o minutos [12]. Al aumentar el valor de  $T_i$  la respuesta del sistema alcanza el valor de referencia más lentamente [14]. Por el contrario, al disminuir el valor de  $T_i$  la respuesta del sistema es más rápida, pero al mismo tiempo se vuelve más oscilatoria [14].

La acción de control derivativa responde a la tasa de cambio del error (primera derivada del error). Si ocurre un cambio brusco en la variable controlada, la acción derivativa produce una corrección significativa en la salida del controlador con el propósito de compensar la perturbación antes de que la magnitud del error aumente demasiado [15]. La acción derivativa permite obtener un controlador de alta sensibilidad de carácter predictivo, lo cual hace que la acción de control sea más rápida. Sin embargo, este tipo de controladores tienen la desventaja de ser muy sensibles ante señales de ruido [15]. La constante de tiempo ( $T_d$ ) usualmente se expresa en segundos o minutos [12].

Como se expresa en la ecuación 1.15, la salida del controlador tipo PID es el resultado de la acción combinada de las tres acciones de control descritas anteriormente.

#### **1.5.1.2 Técnicas de sintonización del controlador**

La sintonización de un controlador tipo PID tiene como objetivo encontrar los valores de los parámetros del controlador ( $K_c$ ,  $T_i$  y  $T_d$ ) que permitan lograr obtener la respuesta deseada del sistema en lazo cerrado [12]. Las técnicas de sintonización de Ziegler y Nichols son las más ampliamente usadas en la práctica para la sintonización de controladores tipo PID [16]. Existen dos métodos de sintonización propuestos por Ziegler y Nichols: el Método de Oscilación (lazo cerrado) y el Método basado en la Curva de Reacción (lazo abierto). Ambos métodos se basan en la caracterización de la respuesta dinámica del proceso por medio de un conjunto de parámetros, los cuales se determinan mediante la realización de pruebas en el sistema [14]. A partir de estos parámetros, se calculan los parámetros del controlador utilizando ecuaciones simples dadas por el método de sintonización que se utilice. En el presente trabajo se describe el método de sintonización basado en la Curva de Reacción. Cabe notar que los valores obtenidos del controlador son un punto de partida para el diseñador, y probablemente deban ser ajustados para lograr la respuesta deseada del sistema [12].

##### *1.5.1.2.1 Método basado en la Curva de Reacción del proceso*

El método de sintonización basado en la Curva de Reacción consiste en caracterizar la respuesta del proceso en lazo abierto mediante un modelo simple [14].



Generalmente se utiliza un modelo de primer orden con tiempo muerto debido a que, en la práctica, muchas plantas pueden ser descritas satisfactoriamente por este modelo [15]. En la ecuación 1.16 se muestra la función de transferencia del modelo de primer orden con tiempo muerto.

$$G_1(s) = \frac{Ke^{-t_0s}}{\tau s + 1} \quad (1.16)$$

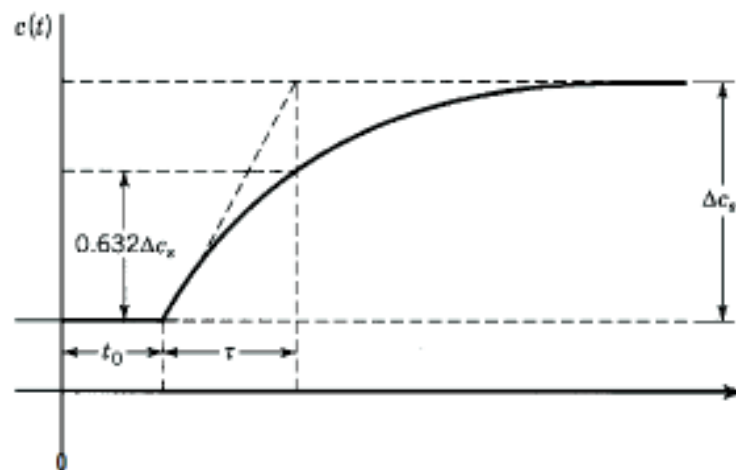
Donde:

K: Ganancia en estado estacionario

$t_0$ : Tiempo muerto del proceso

$\tau$ : Constante de tiempo del proceso

En la Figura 1.9 se puede observar la respuesta de un sistema de primer orden con tiempo muerto ante una señal de entrada tipo escalón.

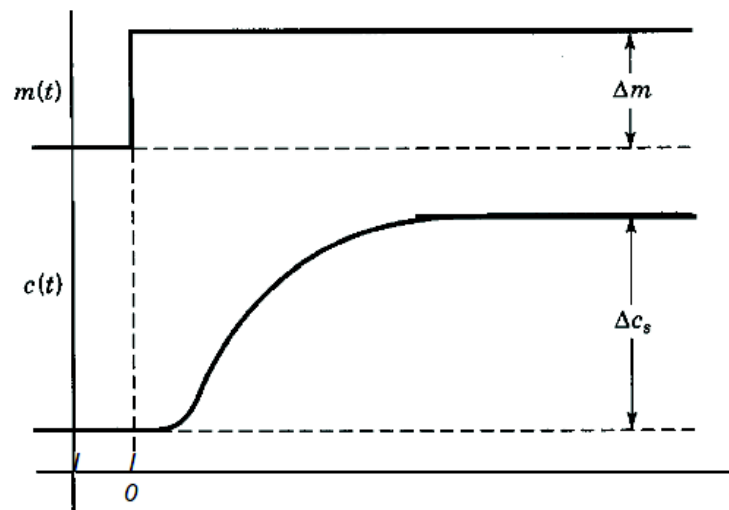


**Figura 1.9.** Respuesta del sistema de primer orden con tiempo muerto ante una señal de entrada tipo escalón [12].

Para estimar los valores de los parámetros del modelo ( $K$ ,  $t_0$  y  $\tau$ ) se realiza una prueba a la planta en lazo abierto para obtener su curva de reacción utilizando el siguiente procedimiento [15]:

1. Se coloca a la planta en lazo abierto, para lo cual es necesario poner al controlador en modo “manual”. Es decir, se retira la realimentación del lazo de control.
2. Se aplica un cambio en la señal de salida del controlador de tipo escalón. Es recomendable que el cambio aplicado sea de 10% al 20% del rango completo de la salida del controlador para provocar un cambio apreciable en la salida de la planta.
3. Se registra la señal de salida de la planta hasta que alcance un nuevo punto de operación estable.

En la Figura 1.10 se muestra una curva de reacción típica que se obtiene al seguir este procedimiento.



**Figura 1.10.** Curva de reacción del proceso [12].

Donde:

$\Delta m$ : Variación de la señal de salida del controlador

$\Delta c_s$ : Variación de la señal de salida de la planta

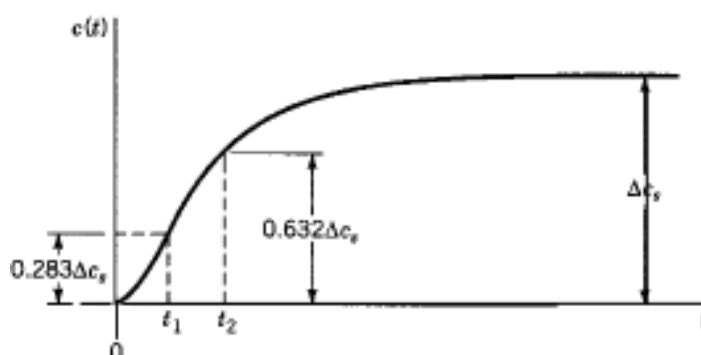
A partir de la curva de reacción, se determinan los parámetros del modelo de primer orden con tiempo muerto ( $K$ ,  $t_0$  y  $\tau$ ) utilizando las siguientes ecuaciones [12]:

$$K = \frac{\Delta c_s}{\Delta m} \quad (1.17)$$

$$\tau = \frac{3}{2}(t_2 - t_1) \quad (1.18)$$

$$t_0 = t_2 - \tau \quad (1.19)$$

Donde,  $t_1$  es el instante de tiempo en el cual la señal de salida de la planta,  $c(t)$ , alcanza el 28.3% del valor de  $\Delta c_s$  y  $t_2$  es el instante de tiempo en el cual la señal de salida de la planta alcanza el 63.2% del valor de  $\Delta c_s$ . Estos dos instantes de tiempo se ilustran en la Figura 1.11.



**Figura 1.11.** Ubicación de  $t_1$  y  $t_2$  en la respuesta de un sistema de primer orden [12].

Una vez obtenidos los parámetros del modelo de primer orden con tiempo muerto se procede a calcular los parámetros del controlador utilizando las fórmulas propuestas por Ziegler y Nichols que se muestran en la Tabla 1.2 para cada variación del controlador tipo PID [12].

**Tabla 1.2.** Fórmulas para obtener los parámetros de un controlador tipo PID [12].

TIPO DE CONTROLADOR	Kc	Ti	Td
PROPORCIONAL (P)	$\frac{1}{K} \left(\frac{t_0}{\tau}\right)^{-1}$	-	-
PROPORCIONAL-INTEGRAL (PI)	$\frac{0.9}{K} \left(\frac{t_0}{\tau}\right)^{-1}$	$3.33t_0$	-
PROPORCIONAL-INTEGRAL-DERIVATIVO (PID)	$\frac{1.2}{K} \left(\frac{t_0}{\tau}\right)^{-1}$	$2.0t_0$	$\frac{1}{2}t_0$

### 1.5.1.3 Controlador de temperatura EUROTHERM 2404/P4

El controlador de temperatura EUROTHERM 2404/P4, mostrado en la Figura 1.12, está construido de forma modular, permitiendo la conexión de hasta tres módulos de salida de diferentes señales y dos módulos para comunicaciones de los cuales solo uno puede ser para comunicación serial. El controlador que posee el Laboratorio de Electrocerámica cuenta con un módulo para comunicación serial y un módulo de salida para señal de control tipo PID. Además, se puede escoger entre dos algoritmos de control: PID y ON/OFF. Sin embargo, el laboratorio no posee ningún módulo de salida tipo relé, por lo cual no es posible escoger el algoritmo de control ON/OFF.

El módulo de salida para señal de control tipo PID proporciona una señal de salida de corriente que varía entre 4 y 20mA.

Cuando se selecciona el algoritmo de control tipo PID, el controlador determina el porcentaje de potencia de salida (%OP) que requiere el horno eléctrico para mantenerse en el valor de temperatura deseado. El porcentaje de potencia (%OP) se envía al actuador como una señal proporcional de 4 a 20mA por medio del módulo de salida para señal de control tipo PID.



**Figura 1.12.** Controlador de temperatura EUROTHERM 2404/P4 [17].

El controlador cuenta con 4 niveles de acceso: Operador, Full, Configuración y Edición. Cada nivel permite la configuración de diferentes parámetros del controlador. Además, posee 4 modos de operación: dos modos de operación básicos (automático y manual) y dos modos de operación adicionales (Setpoint Remoto y Programador). En la Tabla 1.3 se pueden apreciar las características de cada modo de operación [17].

**Tabla 1.3.** Modos de operación del controlador [17].

MODO	DESCRIPCIÓN
AUTOMÁTICO	La salida que se envía para mantener la temperatura del proceso en el setpoint se ajusta automáticamente debido al algoritmo de control.
MANUAL	El usuario puede ajustar la salida independientemente del setpoint.
SETPOINT REMOTO	El setpoint es generado por una fuente externa, por ejemplo el computador.
PROGRAMADOR	Dentro del controlador existe un módulo de software llamado programador, el cual varía el setpoint usando el setpoint programming. Este módulo puede almacenar hasta 4 programas con 16 segmentos cada uno. Los segmentos pueden ser ramp, dwell, step, call y end.

## 1.5.2 ACTUADORES

El actuador es el encargado de interpretar la señal de salida del controlador de temperatura y regular la potencia de salida que alimenta al horno eléctrico, para de esta manera mantener la variable controlada en el valor de referencia (setpoint) [12].

### 1.5.2.1 Controlador de potencia WATLOW DIN-A-MITE DB10-24F0-S200

El controlador de potencia de estado sólido WATLOW DIN-A-MITE DB10-24F0-S200 es el actuador del sistema de control de temperatura. Este dispositivo es utilizado para conmutar altas corrientes en calentadores eléctricos [18]. Este controlador de potencia consta de tres partes principales: el circuito de potencia compuesto por SCRs, el

circuito de control que conmuta a los SCRs entre encendido y apagado, y un disipador para liberar el calor generado por los SCRs del circuito de potencia [18].

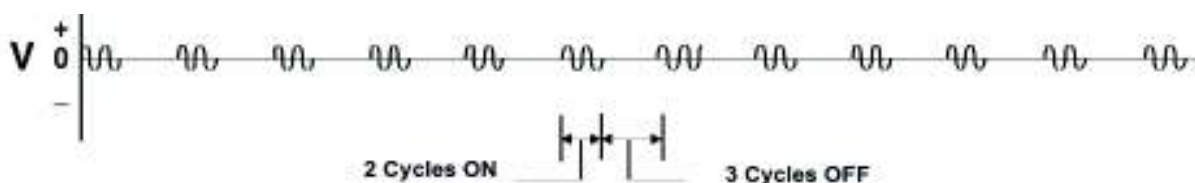
Al recibir la señal del controlador de temperatura, el controlador de potencia de estado sólido WATLOW DIN-A-MITE DB10-24F0-S200 calcula la frecuencia con la que se deben apagar o encender los SCRs permitiendo así controlar el voltaje rms que le llega al calentador (horno eléctrico) [18]. Cabe mencionar que el controlador de potencia que dispone el laboratorio, es específico para trabajar con una señal de 4 a 20mA.

#### 1.5.2.1.1 Control por Ciclo Integral

El control por ciclo integral permite variar la frecuencia con la que se encienden o se apagan los SCRs. Es decir, permite el paso y bloqueo de un número de ciclos de corriente para cumplir el nivel de potencia requerido por el controlador de temperatura [18]. El controlador de potencia de estado sólido WATLOW DIN-A-MITE DB10-24F0-S200 usa esta técnica (control por ciclo integral) para regular la potencia que alimenta el horno eléctrico.

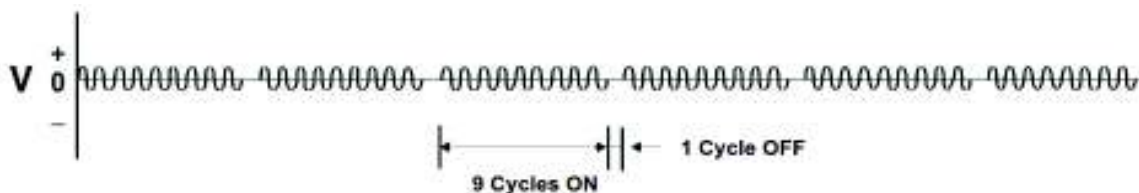
La base de tiempo (time base) utilizada por el controlador de potencia determina la frecuencia con la que se permite o se bloquea el paso de los ciclos de corriente [18]. Con una base de tiempo variable, el controlador de potencia calcula el menor número de ciclos necesarios para cumplir con el requerimiento de nivel de potencia enviado por el controlador de temperatura.

Por ejemplo, si se requiere suministrar el 40% del nivel de potencia al horno, se permite el paso de dos de un total de cinco ciclos como se puede observar en la Figura 1.13 [18].



**Figura 1.13.** Control por ciclo integral con base de tiempo variable - 40% de potencia requerida [18].

En cambio, sí se requiere un 90% del nivel de potencia, de diez ciclos se permite el paso de nueve ciclos como se puede observar en la Figura 1.14 [18].



**Figura 1.14.** Control por ciclo integral con base de tiempo variable - 90% de potencia requerida [18].

### 1.5.3 PLANTA (HORNO ELÉCTRICO)

Un horno eléctrico es aquel que requiere de energía eléctrica para efectuar el calentamiento. El Laboratorio de Electrocerámica de la EPN posee un horno eléctrico tubular, mostrado en la Figura 1.15, mandado a construir por lo cual se desconocen sus datos de placa. Sin embargo, debido a su composición y los requerimientos del laboratorio se ha establecido que la temperatura máxima de calentamiento sea de 950°C.



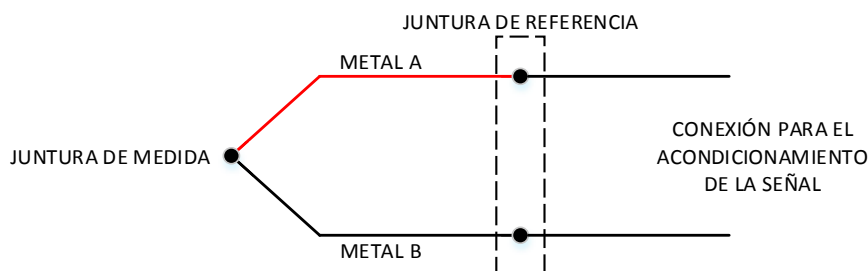
**Figura 1.15.** Horno eléctrico del Laboratorio de Electrocerámica.

### 1.5.4 SENSOR DE TEMPERATURA (TERMOPAR)

En 1821, Thomas Seebeck descubrió que si dos metales de materiales diferentes se unían en ambos extremos y un extremo de ellos estaba a una diferente temperatura

que el otro una corriente circulaba por los metales. Este fenómeno fue denominado el efecto Seebeck y es la base de todos los termopares [19].

El termopar es un sensor de temperatura que consiste de dos cables, cada uno de un material diferente, unidos en uno de sus extremos. Como se indica en la Figura 1.16, el punto de unión de los cables se denomina junta de medida y el punto donde los dos filamentos no se unen se denomina junta de referencia.



**Figura 1.16.** Juntas del termopar.

El voltaje producido en los terminales del termopar depende tanto de la junta de referencia como de la junta de medida, debido a que el termopar es un sensor que mide la temperatura diferencial [20]. Si se toma la medida de temperatura sin realizar la compensación de la junta referencia este valor solo mostrará la diferencia de temperatura entre la temperatura a la que se encuentra la junta de referencia y la temperatura a la que se encuentra el objeto bajo prueba.

Para obtener la medida de temperatura real del objeto se debe realizar la compensación de la junta referencia o compensación de punto frío, la cual requiere conocer la temperatura de la junta de referencia en todo el rango de medida [20].

Para realizar la compensación de la junta de referencia se coloca un sensor de temperatura muy cercano a la junta y con este valor se realiza la compensación.

El termopar es uno de los sensores de temperatura más utilizados en la industria por su bajo costo y su amplio rango de medida. La conexión del termopar es simple ya que no necesita de alimentación externa. El acondicionamiento de la señal es un poco complejo, debido a que se deben amplificar voltajes en los terminales del sensor del orden de los milivoltios y hacer la compensación de punto frío [19]-[20].



#### 1.5.4.1 Termopar tipo K

El termopar tipo K consta de un cable de Cromel (positivo) y otro de Alumel (negativo) su rango de medida se encuentra entre  $-200$  a  $1260^{\circ}\text{C}$  [20].

En la Figura 1.17 se puede observar el termopar tipo K que posee el Laboratorio de Electrocerámica, el cual se encuentra protegido de un capuchón de cerámica.



**Figura 1.17.** Termopar tipo K.

### 1.6 SINTONIZACIÓN DEL CONTROLADOR DE TEMPERATURA

Previo a realizar la sintonización del controlador de temperatura, es necesario seleccionar el tipo de acción de control, pudiendo ser: directa o inversa.

La acción que debe tomar el controlador es muy importante, ya que si no es escogida correctamente no se realizará el control de una manera adecuada [12]. Cuando un incremento en la variable de proceso (temperatura) requiere un decremento en la salida del controlador, se denomina acción reversa. Por otro lado, cuando el incremento de la variable de proceso requiere un incremento en la salida del controlador la acción se denomina acción directa [12].

Para el calentamiento del horno, la acción tomada es la acción reversa debido a que si la temperatura se incrementa la salida del controlador (señal de 4-20mA) debe decrementarse para mantener a la temperatura en el valor deseado.

### **1.6.1 REQUERIMIENTOS DEL SISTEMA DE CALENTAMIENTO**

Los requerimientos del sistema de calentamiento están determinados por dos factores principales: equipos existentes y requerimientos propios del proceso.

Los equipos existentes en el Laboratorio de Electrocerámica limitan principalmente la selección del controlador. En este caso, el controlador de temperatura EUROTHERM dispone de dos tipos de algoritmos de control: ON/OFF y PID.

Dentro de los requerimientos propios del proceso se tiene que el sistema de calentamiento debe ser capaz de variar la temperatura en un rango desde temperatura ambiente hasta un máximo de 950°C, dependiendo de la muestra electrocerámica analizada. Adicionalmente, el proceso requiere que la temperatura no varíe abruptamente desde la temperatura inicial hasta la temperatura final. Por el contrario, se requiere que la temperatura aumente “poco a poco” hasta alcanzar su valor final.

El control ON/OFF es el tipo de control realimentado más simple y permite controlar la variable del proceso mediante el encendido (ON) o apagado (OFF) completo del elemento final de control. Este tipo de control conlleva a la oscilación de la variable del proceso alrededor del punto de consigna, lo cual no es adecuado para los requerimientos del sistema de calentamiento. Debido a lo anterior, en el presente trabajo se realiza la implementación y sintonización de un controlador tipo PID utilizando el controlador de temperatura EUROTHERM disponible en el Laboratorio de Electrocerámica.

La sintonización de los parámetros del controlador se realizará mediante el método de sintonización basado en la Curva de Reacción del proceso, que consiste en caracterizar la respuesta del proceso en lazo abierto mediante un modelo simple. Y una vez obtenidos los parámetros del modelo se calcula los parámetros del controlador utilizando las fórmulas propuestas por Ziegler y Nichols.

### **1.7 ADQUISICIÓN DE DATOS**

La comunicación entre el computador y el analizador de impedancias (HP 4263B LCR METER o AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER) se efectúa mediante el protocolo

GPIB. La comunicación entre el computador y el controlador de temperatura EUROTHERM 2404/P4 se realiza a través del protocolo de comunicación MODBUS.

### 1.7.1 PROTOCOLO DE COMUNICACIÓN

Un protocolo de comunicación define las reglas de intercambio de información utilizadas por todos los dispositivos de la red, el intercambio ordenado de mensajes y la detección de errores [21].

### 1.7.2 PROTOCOLO MODBUS

El protocolo Modbus es un protocolo de comunicación serial que define una red de comunicación digital que tiene un maestro y uno o varios esclavos. Una transacción típica consiste en enviar una solicitud (request) desde el maestro y seguida se encuentra una respuesta (response) por parte del esclavo [21].

Un mensaje enviado entre el maestro y el esclavo en cualquier dirección consiste de la información descrita en la Tabla 1.4.

**Tabla 1.4.** Información que lleva un mensaje [21].

DIRECCIÓN DEL DISPOSITIVO	CÓDIGO DE FUNCION	DATOS	VERIFICACIÓN DE ERRORES AL FINAL DE LA TRANSMISIÓN
---------------------------	-------------------	-------	--

Cada esclavo tendrá una única dirección de 8 bits, la dirección '0' es un caso especial en el cual se envía un mensaje a todos los esclavos de la red [21].

#### 1.7.2.1 Modo de transmisión

El modo de transmisión describe la estructura de la información dentro de un mensaje, y el sistema de codificación numérica utilizado para intercambiar un solo carácter de datos [21].

El modo de transmisión Modbus RTU para un solo carácter consta de la información descrita en la Tabla 1.5.

**Tabla 1.5.** Definición RTU del modo de transmisión para un carácter [21].

Un bit de inicio	8 bits de datos								1 bit de paridad	1 o 2 bits de parada
INICIO	d7	d6	d5	d4	d3	d2	d1	d0	PARIDAD	PARADA

#### 1.7.2.1.1 Trama del mensaje Modbus

Un mensaje consiste de un número de caracteres secuenciados, para que el dispositivo receptor de la información pueda entender el mensaje. Esta estructura es conocida como el formato de la trama del mensaje [21].

A continuación en la Tabla 1.6 se puede observar la secuencia de la trama que define el mensaje MODBUS.

**Tabla 1.6.** Secuencia de la trama que define el mensaje MODBUS [21].

INICIO DE LA TRAMA 3 BYTES	DIRECCIÓN DE DISPOSITIVO 1 BYTE	CÓDIGO DE FUNCIÓN 1 BYTE	DATOS n BYTES	CRC 2 BYTES	EOT 3 BYTES
-------------------------------	------------------------------------	-----------------------------	------------------	----------------	----------------

El inicio de la trama es un periodo de inactividad de al menos 3.5 veces el tiempo utilizado para enviar un carácter. Por ejemplo, a 9600 baudios un carácter con 1 bit de inicio, 1 bit de parada y 8 bits de datos requerirá 3.5 ms de trama de inicio [21].

La dirección de dispositivo es única para cada elemento de la red, esta dirección está compuesta de un solo byte (8 bits).

Los códigos de función de Modbus son instrucciones de un byte que están dirigidas al esclavo describiendo la acción a realizar.

El segmento de datos del mensaje dependerá del código de función y el número de bytes también variará en consecuencia. Comúnmente el segmento de datos contendrá la dirección del parámetro y el número de parámetros para leer o escribir.

El CRC o (Cyclic Redundance Check) es un código de verificación de errores de dos bytes (16 bits).

El EOT o (End of Transmission segment) es un período de inactividad de 3.5 veces el tiempo utilizado para transmitir un carácter. Este periodo al final del mensaje indica al dispositivo oyente que la siguiente transmisión será un mensaje y que por lo tanto hay un carácter de dirección de dispositivo [21].

#### 1.7.2.1.2 Códigos de función de Modbus

En la Tabla 1.7 se encuentran todas las instrucciones que soporta el controlador de temperatura EUROTHERM 2404. Estas instrucciones describen que acción debe realizar el controlador.

**Tabla 1.7.** Códigos de función soportados por el controlador EUROTHERM [21].

CÓDIGO	FUNCIÓN
01 o 02	Leer n bits
03 o 04	Leer n palabras
05	Escribir n bits
06	Escribir una palabra
07	Lectura rápida del estado
16	Escribir n palabras

Es recomendable que el código de función 03 sea usado para leer y el código de función 16 sea usado para escribir, esto incluye datos booleanos. Cabe recalcar que el canal de comunicación es half dúplex, es decir es capaz de operar en dos direcciones (envío y recepción) pero no simultáneamente [21].

### 1.7.3 GPIB

El estándar ANSI/IEEE 488.1-2003 también conocido como GPIB (General Purpose Interface Bus) describe una interfaz de comunicación estándar para instrumentos y controladores de diferentes fabricantes. El GPIB es una interfaz digital de comunicación paralela de 8 bits [22].

#### 1.7.3.1 Elementos del GPIB

Los dispositivos GPIB o elementos del bus pueden ser Talkers (locutores), Listeners (oyentes) o Controllers (controladores).

Ciertos instrumentos pueden cumplir más de un rol, por ejemplo, un voltímetro digital puede cumplir el rol de locutor y oyente [22].

Usualmente el controlador del bus es un computador que está encargado de manejar el flujo de datos, definir los enlaces de comunicación y enviar los comandos GPIB a los instrumentos. Dentro del bus pueden existir varios controladores, pero solo se permite un controlador activo a la vez. El GPIB soporta un controlador del sistema y hasta 14 instrumentos adicionales [22].

### 1.7.3.2 Direccionamiento GPIB

Todos los dispositivos GPIB deben ser asignados con una única dirección GPIB. La dirección GPIB es un número entero que se encuentra en el rango de 0 a 30. El controlador del bus usa esta dirección para establecer la dirección de locutor u oyente. Esta dirección es enviada por el bus cuando el controlador se está comunicando con un instrumento. El controlador GPIB gestiona la comunicación a través del bus utilizando las direcciones para designar qué dispositivos deben estar escuchando o hablando en cualquier momento dado [22].

La dirección de locutor se define configurando el bit 6, el bit TA (Talk Active) de la dirección GPIB. La dirección de oyente se define configurando el bit 5, el bit LA (Listen Active) de la dirección GPIB. En la Tabla 1.8 se muestra la configuración de los bits de la dirección GPIB [22].

**Tabla 1.8.** Configuración de los bits de la dirección GPIB [22].

Posición del Bit	7	6	5	4	3	2	1	0
Significado	0	TA	LA	Dirección GPIB (rango 0 - 30)				

### 1.7.3.3 Tipos de mensajes

Los controladores del bus utilizan los mensajes de comando (command messages) para indicar a los dispositivos del bus cuando pueden hablar para proveer información al bus y cuando pueden escuchar para recibir la información del bus. Las asignaciones de locutor u oyente son enviadas como command messages, mientras la información

se pasa como data messages [23]. Los command messages realizan funciones como inicializar el bus, direccionar o des-direccionar dispositivos y ponerlos en modo de programación remota o local. Los data messages contienen información específica tal como instrucciones de programación, resultados de medidas, estado de la máquina y archivos de datos [24].

## **1.8 LABVIEW**

El computador del Laboratorio de Electrocerámica es un computador DELL i5 que cuenta con los sistemas operativos Linux y Windows. La interfaz de usuario del sistema automático de caracterización dieléctrica es desarrollada usando la partición que tiene como sistema operativo a Windows 7, ya que el entorno de programación utilizado es Labview y este solo es compatible con Windows.

Labview es un entorno de programación desarrollado por National Instruments para el diseño de sistemas. La programación es realizada mediante un lenguaje de programación gráfico que presenta facilidades en el manejo de interfaces de comunicación como puerto serie, GPIB, etc.

Los programas desarrollados en Labview se denominan VIs (Instrumentos Virtuales). Cada VI consta de dos partes: el panel frontal y el diagrama de bloques. El panel frontal es la interfaz con el usuario y el diagrama de bloques es donde se define la funcionalidad del programa.

Labview cuenta con una gran variedad de librerías que facilitan y reducen el tiempo de desarrollo de software para ingeniería. Considerando estas ventajas la interfaz de usuario ha sido implementada con esta herramienta. Además, la versión utilizada es Labview 2012.

## **1.9 CONFIGURACIONES GENERALES**

En esta sección se describe brevemente las configuraciones básicas de los equipos del sistema automático de caracterización dieléctrica: controlador de temperatura

EUROTHERM 2404/P4, analizador HP 4263B LCR METER y el analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER.

Las configuraciones generales que se deben tener en cuenta en el controlador de temperatura EUROTHERM son:

- 1. Configuración del tipo de sensor de temperatura a utilizar.** Se debe especificar el tipo de sensor que se utiliza en la aplicación. El controlador de temperatura EUROTHERM posee una tabla de sensores (estándares), de la cual se debe seleccionar el sensor que se va a utilizar [17]. Como se mencionó anteriormente, en esta aplicación se utiliza un termopar tipo K debido a su amplio rango de temperatura.
- 2. Configuración de la compensación de la junta de referencia (termopar).** Una vez seleccionado el termopar tipo K, se debe especificar la forma de realizar la compensación de la junta de referencia del termopar. El controlador EUROTHERM dispone de varias formas para hacer la compensación: compensación utilizando una referencia externa (0°C, 45°C o 50°C), compensación interna automática y sin compensación de punto frío [17]. En esta aplicación se escoge la compensación interna automática debido a que ofrece la ventaja de no requerir un sensor de temperatura externo.
- 3. Configuración del controlador.** Primero, se debe especificar el tipo de control a utilizar. El controlador EUROTHERM permite escoger entre un control tipo ON/OFF o tipo PID [17].
- 4. Configuración de alarmas.** El controlador EUROTHERM tiene varias alarmas que se pueden configurar. Las alarmas se configuran de acuerdo a las necesidades de la aplicación.

Las configuraciones generales que se deben tener en cuenta en el analizador de impedancias HP 4263B LCR METER son:

- 1. Configuración de las correcciones del dispositivo de pruebas.** Antes de conectar el dispositivo de pruebas Agilent 16089B se debe realizar la corrección



de errores, para remover errores residuales del accesorio de conexión (dispositivo de pruebas), en este caso se realizan las correcciones open y short recomendadas por el fabricante [8].

Las configuraciones generales que se deben tener en cuenta en el analizador de impedancias analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER son:

- 1. Configuración del tipo de dispositivo de pruebas.** En este analizador se puede conectar diferentes tipos de dispositivos de pruebas, por lo cual se debe seleccionar uno de la lista disponible en el analizador [10]. Cabe notar que sólo se puede conectar un dispositivo de pruebas a la vez. Como se mencionó anteriormente, en este trabajo se utiliza el dispositivo de pruebas (Test Fixture) 16089B de Agilent. De acuerdo al manual del analizador [10], al utilizar el Test Fixture 16089 no se debe hacer las correcciones del dispositivo de prueba, ya que el analizador considera que se realiza una conexión directa.
- 2. Configuración del barrido de frecuencia.** El analizador AGILENT 4294A dispone de tres opciones para realizar el barrido de la señal de prueba: barrido por frecuencia, barrido por nivel de oscilación, y barrido por voltaje DC [10]. En esta aplicación se utiliza el barrido por frecuencia ya que las otras dos opciones necesitan de una fuente externa. Luego, se debe especificar los parámetros del barrido por frecuencia. Esto es, se debe definir la frecuencia de inicio, la frecuencia de fin, y el número de puntos de barrido.

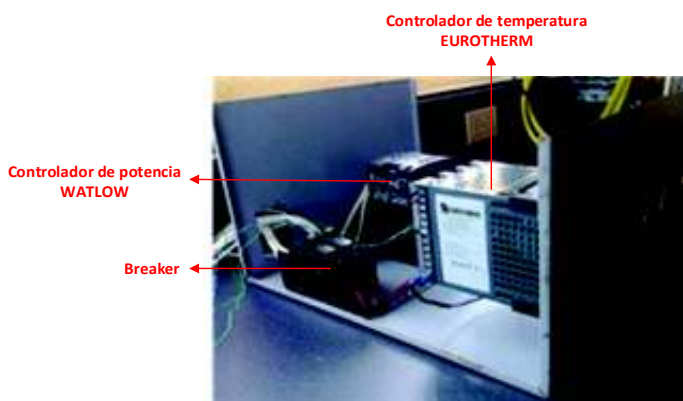
Estas configuraciones son necesarias para el correcto funcionamiento del sistema automático de caracterización dieléctrica.

## CAPÍTULO 2

### DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE ADQUISICIÓN DE DATOS

El objetivo principal del presente trabajo es lograr que el sistema de caracterización dieléctrica funcione automáticamente, por lo tanto, el computador a través de la interfaz de usuario debe realizar la adquisición de datos y la generación de reportes. Para lograr esto es necesario establecer la comunicación entre los equipos que conforman el sistema de caracterización dieléctrica.

Como se mencionó en el capítulo anterior, el Laboratorio de Electrocerámica contaba con el módulo de control de temperatura mostrado en la Figura 2.1, compuesto por el controlador de potencia de estado sólido WATLOW DIN-A-MITE DB10-24F0-S200, el controlador de temperatura EUROTHERM 2404/P4 y un elemento de protección (breaker para la protección del módulo de SCRs). Segundo, este módulo estaba diseñado para trabajar con 220V, pero se comprobó que los requerimientos del equipo se podían cumplir con una alimentación de 120V. Finalmente, cabe mencionar que el controlador de temperatura EUROTHERM 2404/P4 contaba con una tarjeta de comunicación que no estaba siendo utilizada y que el cable de extensión del termopar era un cable de micrófono, lo cual no es adecuado para la transmisión de la señal del sensor de temperatura, motivos por los cuales se planteó el rediseño total del módulo.



**Figura 2.1.** Módulo de control de temperatura (diseño anterior).

## 2.1 REDISEÑO DEL MÓDULO DE CONTROL DE TEMPERATURA

Para la medición de la temperatura en el interior del horno se utiliza un termopar tipo K con capuchón cerámico. De igual manera, para llevar la señal del sensor hacia el controlador se utiliza un cable compensado que presenta las mismas propiedades termoeléctricas que el sensor. En la Figura 2.2 se muestra el cable compensado a utilizar.



**Figura 2.2.** Cable de compensación.

### 2.1.1 COMPENSACIÓN DE LA JUNTURA DE REFERENCIA

El controlador de temperatura EURO THERM puede realizar la compensación de la junta de referencia de varias formas: con referencia externa ( $0^{\circ}\text{C}$ ,  $45^{\circ}\text{C}$ ,  $50^{\circ}\text{C}$ ), compensación interna automática y sin compensación. En el presente trabajo se utiliza la compensación de junta automática, debido a que en las otras opciones se requiere colocar una referencia externa de temperatura. Cuando se utiliza la compensación automática, el controlador sensa la temperatura en el punto de conexión entre el cable de compensación y los terminales del controlador de temperatura. En la Figura 2.3 se muestra la junta de referencia.



**Figura 2.3.** Junta de referencia.

## 2.1.2 MÓDULO DE CONTROL DE TEMPERATURA

Se procedió a realizar un nuevo diseño del módulo de control de temperatura utilizando los equipos disponibles considerando: la reducción de las dimensiones del módulo, la ubicación de los equipos dentro del módulo, la inclusión de la comunicación del controlador EUROTHERM con el computador, el redimensionamiento del cableado y protecciones, y la ventilación del módulo.

### 2.1.2.1 Cálculo del calibre del conductor

El elemento de calentamiento del horno eléctrico es una resistencia de calentamiento y tiene un valor de 18,2 ohmios. Este valor fue medido utilizando un multímetro Fluke.

Empleando el valor de la resistencia del horno eléctrico y la ecuación 2.1 se obtiene la corriente que circulará por el horno con una alimentación de 120V.

$$I = \frac{V}{R} \quad (2.1)$$

$$I = \frac{120}{18,2} = 6,6 \text{ A}$$

Tomando en cuenta un sobre dimensionamiento del 25%, se estima que la corriente que circulará por el cable será:

$$I(\text{cable}) = 125\%I = 1,25 * 6.6 = 8,25 \text{ A}$$

Para una corriente de 8,25A es suficiente un cable de calibre 14AWG, por el cual puede circular hasta 15A [25].

Para la conexión del controlador de temperatura EUROTHERM se utiliza un cable de calibre 16 AWG como se sugiere en el manual del controlador [17].

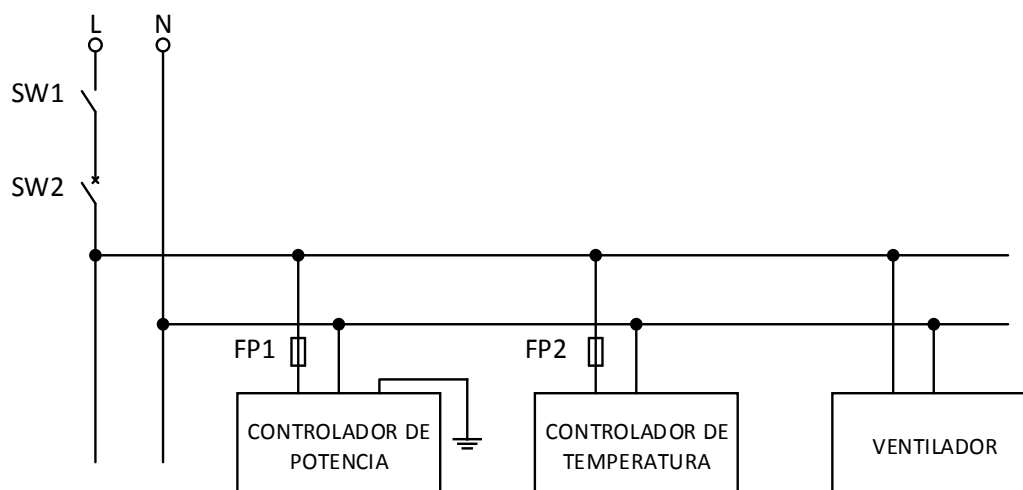
### 2.1.2.2 Fusibles

El fabricante del controlador de temperatura EUROTHERM recomienda colocar como protección para sobrecorrientes un fusible de 2A cuando se conecta a 120V [17].

El fabricante del controlador de potencia de estado sólido WATLOW DIN-A-MITE DB10-24F0-S200 recomienda colocar un fusible para proteger al equipo de sobrecorrientes [26]. El valor de este fusible se obtiene a partir de la corriente máxima que circula por el controlador de potencia, la cual depende de la carga (horno eléctrico) y es igual al valor de la corriente máxima calculada anteriormente. Entonces, se coloca un fusible de 8A para la protección del controlador de potencia WATLOW.

Además, tanto el fabricante del controlador de temperatura EUROTHERM como el fabricante del controlador de potencia WATLOW recomiendan el uso de un breaker que proteja a todo el circuito de potencia. En consecuencia, para la protección de todos los equipos del módulo se coloca un breaker de 10A (valor estandar), considerando que la corriente máxima tiene un valor cercano a 8A.

La alimentación de: el controlador de potencia de estado sólido, el controlador de temperatura y el ventilador proviene de la red de suministro eléctrico (120V). En la Figura 2.4 se muestra el esquema de conexión eléctrica de los equipos. Dónde: SW1 corresponde al interruptor del módulo, SW2 al breaker que protege a todo el circuito de potencia, FP1 al fusible del controlador de potencia y FP2 al fusible del controlador de temperatura.



**Figura 2.4.** Esquema de la conexión eléctrica de los equipos.

Se utiliza un ventilador para enfriar los equipos que se encuentran dentro del módulo de control de temperatura.

Finalmente, se realizó un rediseño de la organización de los equipos dentro del módulo de control de temperatura considerando las recomendaciones de los fabricantes en cuanto a distancias se refiere. En el Anexo C se adjuntan los planos de construcción del módulo. En la Figura 2.5 se puede observar el módulo de control de temperatura actual.



**Figura 2.5.** Módulo de Control de Temperatura (diseño actual).

## 2.2 PARÁMETROS DEL CONTROLADOR DE TEMPERATURA

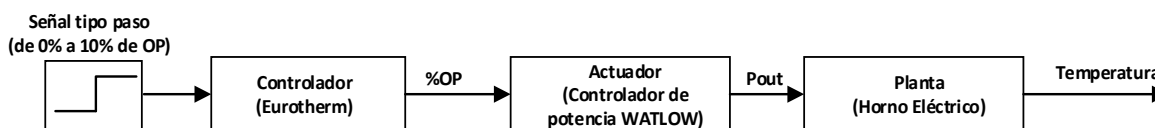
El controlador debe permitir “controlar” la temperatura mediante una rampa de calentamiento con una tasa de calentamiento constante. Cabe mencionar que el valor de la tasa de calentamiento está limitado principalmente por la sensibilidad térmica de los tubos de alúmina que protegen a los hilos de platino de la célula de medida, ya que si éstos tubos se calientan bruscamente pueden romperse.

Es importante indicar que el controlador EUROTHERM tiene la posibilidad de realizar un proceso de sintonización automática, en donde el usuario define el tipo de control (P, PI, PD o PID) y el equipo se encarga de sintonizar los parámetros del controlador de manera automática. Sin embargo, debido a que la respuesta de la planta es muy lenta, el proceso de sintonización automática no se realizó con éxito. Esto debido a

que, de acuerdo al manual del controlador EUROTHERM [17], si el proceso de sintonización no termina en un tiempo máximo de dos horas se despliega el mensaje de error “tU.Er”, lo cual informa al usuario que no es posible sintonizar los parámetros del controlador de manera automática por lo que se debe optar por un método de sintonización manual.

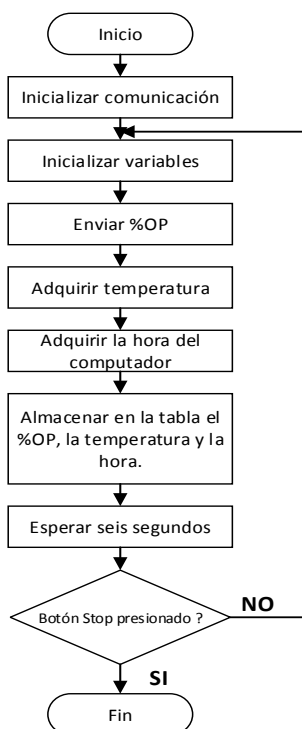
### 2.2.1 CURVA DE REACCIÓN DE LA PLANTA

Como se mencionó en el capítulo 1, el primer paso para sintonizar el controlador es obtener un modelo “simple” de la planta en función de transferencia. Para esto se procede a aplicar una entrada tipo paso con la planta en lazo abierto para obtener su curva de reacción. En la Figura 2.6 se muestra el sistema en lazo abierto conformado por el controlador EUROTHERM, el controlador de potencia WATLOW y el horno eléctrico. La señal de entrada tipo paso es de un valor de 0% a 10% de OP.



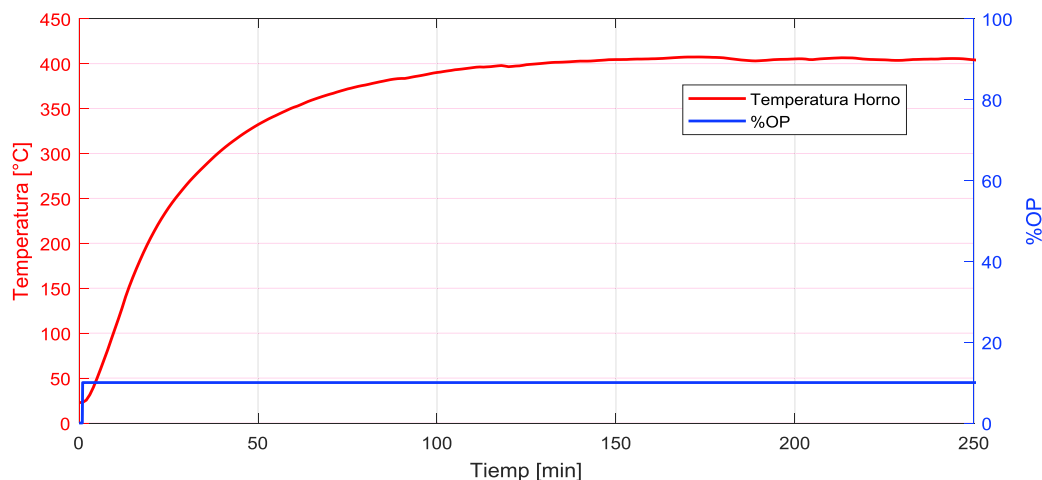
**Figura 2.6.** Sistema de control de temperatura.

La prueba en lazo abierto tuvo una duración de cinco horas. Durante la prueba se almacenaron los valores medidos de la temperatura del horno (mediante la rutina mostrada en la Figura 2.7), a una tasa de diez muestras por minuto. Luego de inicializar la comunicación, dentro del programa para adquirir la temperatura se envía la señal paso de 10% de OP. Los datos de la hora, el paso de potencia y la temperatura del horno se almacenan en una tabla cada seis segundos.



**Figura 2.7.** Rutina para tomar la temperatura.

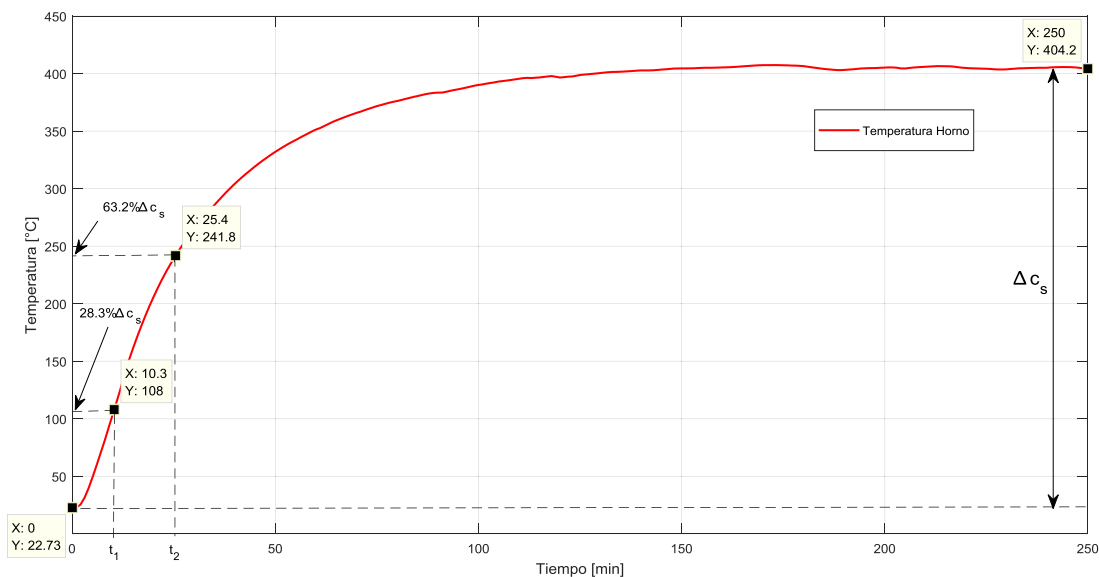
En la Figura 2.8 se muestra la curva de reacción obtenida para la planta. Se puede observar que esta curva tiene una forma de “S”, característica de procesos de segundo orden o superior [12]. Para obtener un modelo simple de la planta se procede a ajustar la curva de reacción de la planta a un modelo en función de transferencia de primer orden con tiempo muerto siguiendo el procedimiento detallado en el primer capítulo.



**Figura 2.8.** Variación de la temperatura ante un paso de %OP del 10%.



Una vez obtenida la curva de reacción de la planta, se procede a estimar los valores de los parámetros del modelo de primer orden con tiempo muerto, es decir los valores de  $K$ ,  $\tau$ , y  $t_0$ . En la Figura 2.9 se muestra la ubicación de los tiempos  $t_1$  y  $t_2$  dentro de la gráfica.



**Figura 2.9.** Tiempos  $t_1$  y  $t_2$

De la gráfica se obtiene los siguientes valores:

$$\Delta c_s = 405.1 - 22.73 \text{ } ^\circ\text{C} = 382.37 \text{ } ^\circ\text{C}; \Delta m = 10\% \text{ OP}$$

$$28.3\% \Delta c_s \rightarrow t_1 = 10.3 \text{ min}$$

$$63.2\% \Delta c_s \rightarrow t_2 = 25.4 \text{ min}$$

Una vez obtenidos estos valores, se procede a calcular los parámetros del modelo de primer orden con tiempo muerto ( $K$ ,  $\tau$ , y  $t_0$ ) utilizando las ecuaciones 1.17, 1.18, 1.19 presentadas en el capítulo 1.

$$K = \frac{\Delta c_s}{\Delta m} = \frac{382.37 \text{ } ^\circ\text{C}}{10 \text{ } \% \text{OP}} = 38.24 \frac{^\circ\text{C}}{\% \text{OP}}$$

$$\tau = \frac{3}{2}(t_2 - t_1) = \frac{3}{2}(25.4 - 10.3) = 22.65 \text{ minutos}$$

$$t_0 = t_2 - \tau = 25.4 - 22.65 = 2.75 \text{ minutos}$$

Utilizando estos valores calculados se obtiene que el modelo obtenido para la planta en función de transferencia de primer orden con tiempo muerto es el siguiente:

$$G_p(s) = \frac{K}{\tau s + 1} e^{-t_0 s} = \frac{38.24}{22.65 s + 1} e^{-2.75 s} \quad (2.2)$$

Donde, la constante de tiempo ( $\tau$ ) y el tiempo muerto ( $t_0$ ) se expresan en minutos.

### 2.2.1.1 Sintonización de los parámetros del Controlador

Una vez obtenido el modelo de la planta se procede a sintonizar el controlador. Primero, se debe seleccionar la estructura del controlador. De acuerdo a [27], en procesos simples que presentan una curva de reacción similar a la de esta planta, es adecuado utilizar un controlador tipo PI. Adicionalmente, la ecuación 2.2 de la función de transferencia corresponde a un sistema de primer orden con tiempo muerto, por lo que es recomendable utilizar el controlador tipo PI [28]. Posteriormente, se procede a calcular los parámetros de este controlador utilizando las fórmulas de sintonización dadas por el método de Ziegler-Nichols.

Con los valores calculados de  $\tau$  y  $t_0$  y las fórmulas de la Tabla 1.2 que se muestra en el capítulo 1 para la sintonización de un controlador PI, se determina los valores de  $K_c$  y  $T_i$ .

$$K_c = \frac{0.9}{K} \left( \frac{t_0}{\tau} \right)^{-1} = \frac{0.9}{38.24} \left( \frac{2.75}{22.65} \right)^{-1} = 0.194$$

$$T_i = 3.33 t_0 = 3.33 * 3.5 = 9.16 \text{ min}$$

La ganancia del controlador ( $K_c$ ) generalmente se denomina como “banda proporcional” (PB) para su uso en controladores comerciales [12], como es el caso del controlador EURO THERM. La banda proporcional expresa la ganancia del controlador como un porcentaje del rango del instrumento [16]. La ecuación que relaciona a  $K_c$  y PB es la siguiente:

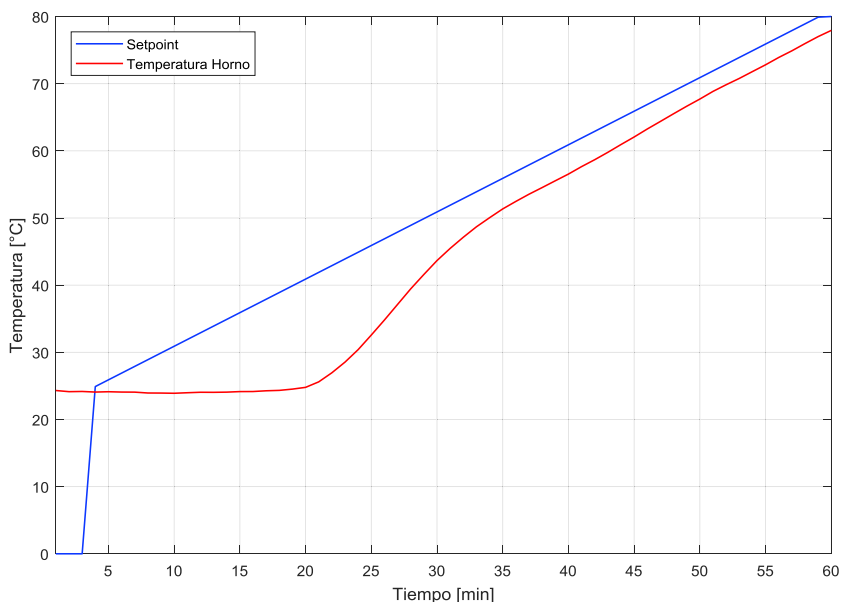
$$PB\% = \frac{100}{K_c} \quad (2.3)$$

Utilizando los valores calculados de  $K_c$  y  $T_i$ , se obtienen los valores de los parámetros utilizados en el controlador EURO THERM:

$$PB\% = \frac{100}{0.194} = 515.46$$

$$T_i = 9.16 \text{ min}$$

Para comprobar el buen funcionamiento del controlador PI con los parámetros obtenidos se utilizó una rampa con tasa de calentamiento de  $1^\circ\text{C}/\text{min}$  y una temperatura final de  $80^\circ\text{C}$ , obteniendo la respuesta mostrada en la Figura 2.10.



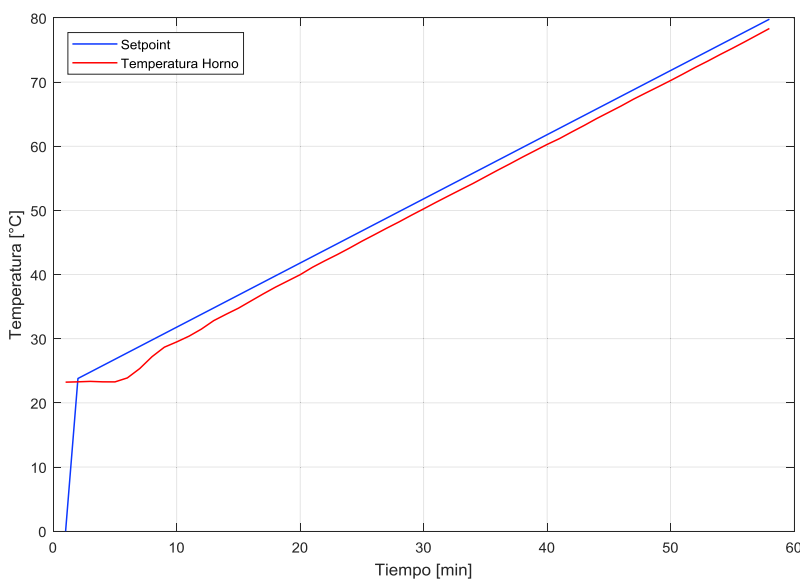
**Figura 2.10.** Rampa de calentamiento con el PI calculado.

Como se puede observar en la Figura 2.10 la respuesta se demora aproximadamente 30 minutos en seguir a la señal del setpoint de temperatura con una tasa de calentamiento constante. Por esta razón, se procede a realizar una sintonización fina de manera manual con base en los valores calculados mediante las ecuaciones de Ziegler y Nichols para un controlador PI. Para esto, se procedió a disminuir el valor de PB y reducir el valor de  $T_i$  con el objetivo de reducir el tiempo de respuesta del sistema. De esta manera, los nuevos valores encontrados para PB y  $T_i$  son los siguientes:

$$PB \% = 100$$

$$T_i = 8.6 \text{ min}$$

En la Figura 2.11 se muestra la respuesta del sistema ante una señal de referencia tipo rampa utilizando los nuevos valores de PB y  $T_i$  del controlador PI. Como se puede observar, el tiempo de respuesta con estos nuevos valores es de aproximadamente de cinco minutos, lo cual es una mejora significativa con respecto a los anteriores valores.



**Figura 2.11.** Rampa de calentamiento con el PI modificado.

En la Tabla 2.1 se muestra una comparación entre los valores calculados y los valores modificados de los parámetros del controlador PI.

**Tabla 2.1.** Valores de los parámetros – Controlador PI.

	PI calculado	PI modificado
<b>Kc</b>	0.194	1.0
<b>PB</b>	515.46	100.0
<b>Ti</b>	9.16 min	8.6 min

## **2.3 RAMPAS DE CALENTAMIENTO**

Como se mencionó en el capítulo 1, la caracterización dieléctrica de materiales electrocerámicos implementada en el presente trabajo requiere que la muestra del material se caliente a una tasa de calentamiento constante.

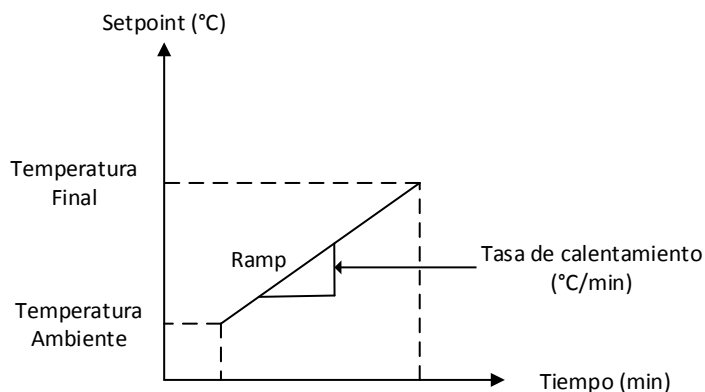
Como se indicó en la Tabla 1.3 del apartado 1.5.1.3 el programador de setpoint del controlador de temperatura EUROTHERM permite almacenar hasta un máximo de cuatro programas y dentro de cada programa hasta un total de 16 segmentos [17]. Los segmentos dentro de los programas sirven para definir la señal de referencia (setpoint) de temperatura del lazo de control.

Los segmentos utilizados para determinar la señal de referencia de temperatura en el presente trabajo son los siguientes: ramp (rampa), dwell (meseta), y end (fin). En el segmento dwell el setpoint se mantiene constante por un periodo de tiempo específico, en el segmento rampa el setpoint se incrementa linealmente y el segmento end termina el programa y finaliza el calentamiento.

El programador del controlador de temperatura EUROTHERM permite elegir entre dos tipos de segmento rampa, el segmento rampa por tasa constante de calentamiento y el segmento rampa por duración definida.

### **2.3.1 RAMPA CON TASA DE CALENTAMIENTO CONSTANTE**

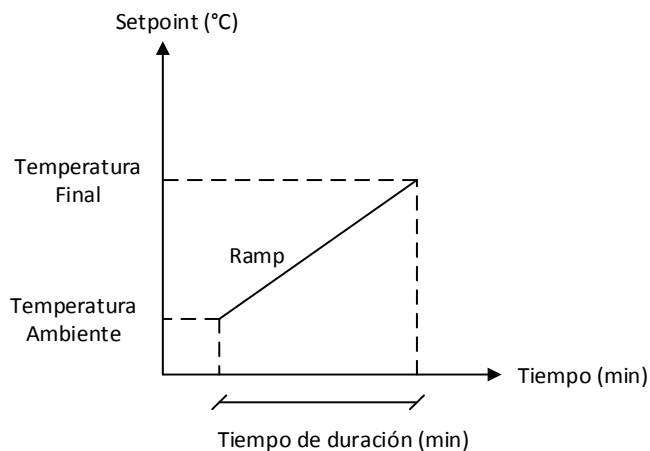
En la rampa con tasa de calentamiento constante, el usuario define la tasa de calentamiento y la temperatura final. Además, es posible precisar la temperatura de inicio en un valor específico, pero en el caso del presente trabajo se determina que comience desde la temperatura ambiente. En la Figura 2.12 se muestra la rampa con tasa de calentamiento constante y sus respectivos parámetros.



**Figura 2.12.** Rampa de calentamiento con tasa de calentamiento constante.

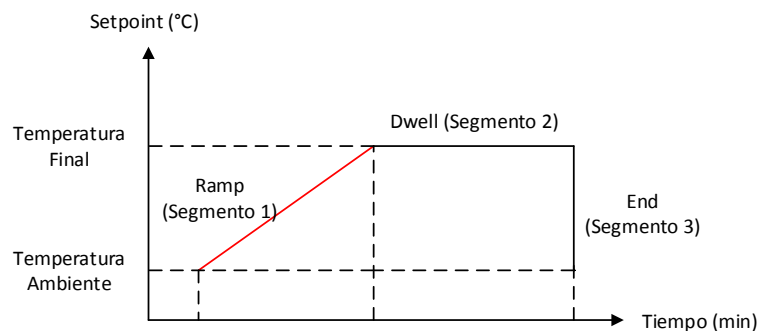
### 2.3.2 RAMPA DE DURACIÓN DEFINIDA

En la rampa de calentamiento de duración definida, el usuario determina el tiempo de duración y la temperatura final. De igual forma que en el caso anterior, es posible precisar la temperatura de inicio en un valor específico, pero se determina que comience desde la temperatura ambiente. En la Figura 2.13 se muestra la rampa de calentamiento de duración delimitada y sus respectivos parámetros.



**Figura 2.13.** Rampa de calentamiento de duración definida.

En el presente trabajo se utiliza la señal de referencia de temperatura mostrada en la Figura 2.14, la cual define un calentamiento desde la temperatura ambiente hasta la temperatura final utilizando los segmentos ramp, dwell y end.

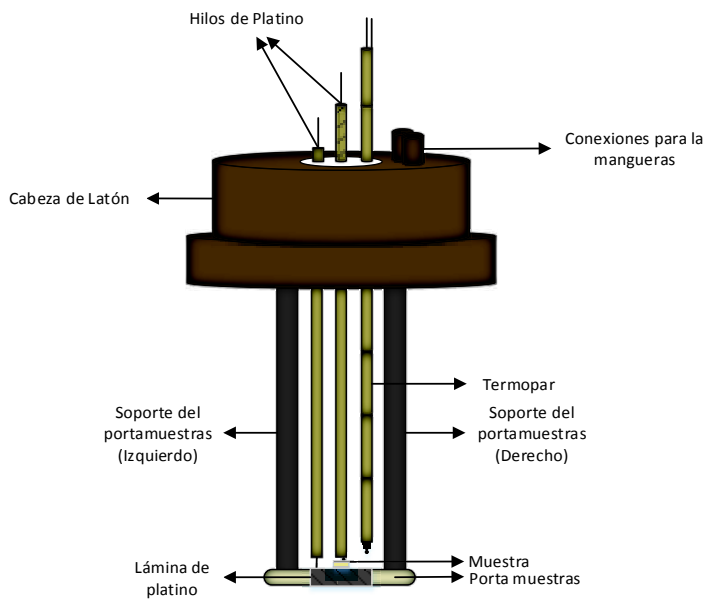


**Figura 2.14.** Variación del Setpoint.

Los tres segmentos utilizados para establecer la señal de referencia de temperatura serán almacenados en los programas del programador del controlador de temperatura EURO THERM. Cuando el segmento 1 se trate del segmento rampa definido por una tasa de calentamiento constante los parámetros se almacenarán en el programa 3, en cambio, si el segmento 1 se trata del segmento rampa definido por el tiempo de duración los parámetros se almacenarán en el programa 4.

## 2.4 CÉLULA DE MEDIDA

La célula de medida mostrada en la Figura 2.15, está diseñada para trabajar en el margen de temperatura requerido.



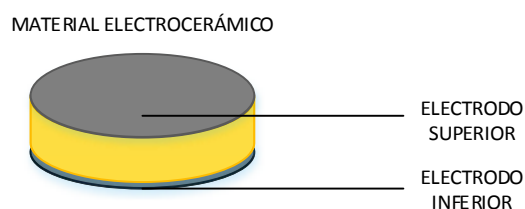
**Figura 2.15.** Célula de medida.

En la parte superior de la célula se encuentra la cabeza de latón que se compone de las conexiones del sensor de temperatura (termopar), las conexiones de los hilos de platino (contactos de los electrodos) y las conexiones para las mangueras para la circulación de agua.

La cabeza se enfría con la circulación de agua, evitando así la deformación a altas temperaturas de las conexiones del termopar y los contactos de los electrodos de la muestra hacia el analizador de impedancias.

En la parte inferior de la célula de medida se encuentran: el portamuestras, los soportes del portamuestras, el termopar y los hilos de platino protegidos por tubos de alúmina.

Los electrodos de la muestra de material electrocerámico se pintan con pintura de plata en la parte superior y en la parte inferior de la muestra formando así los electrodos superior e inferior como se puede observar en la Figura 2.16.



**Figura 2.16.** Electrodo de la muestra.

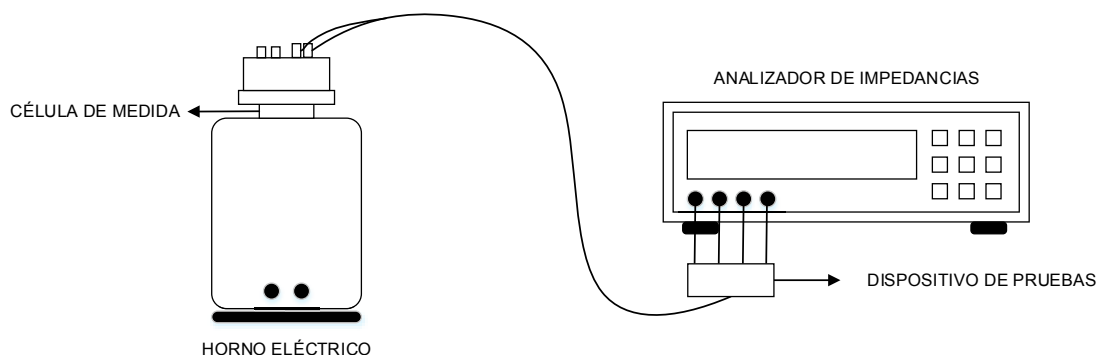
La célula de medida consta de dos hilos de platino; el primer hilo se une a una lámina de platino para hacer contacto con el electrodo inferior de la muestra, el segundo hilo se encuentra enrollado sobre sí mismo para hacer contacto con el electrodo superior de la muestra. Los hilos pasan a través de pequeños tubos de alúmina. El tubo por donde pasa el segundo hilo de platino permite presionar a la muestra contra el portamuestras para fijarla en un solo lugar mientras se realice el ensayo.

Se utiliza hilo de platino debido a que a altas temperaturas este material no se corroe y tiene buenas propiedades eléctricas [29].



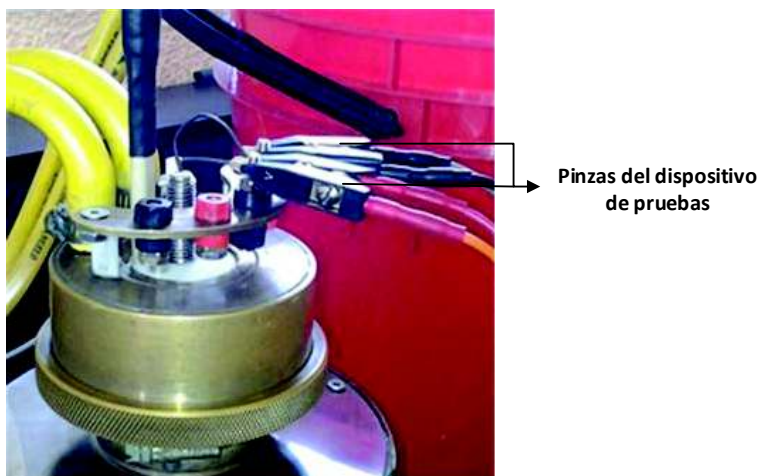
### 2.4.1 MEDIDAS PARA LA CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA

Las medidas de capacitancia paralela equivalente ( $C_p$ ), conductancia ( $G$ ) e impedancia compleja ( $Z^*$ ), útiles para la caracterización dieléctrica del material son obtenidas a través del sistema conformado por: el analizador de impedancias, el dispositivo de pruebas y la célula de medida. En la Figura 2.17 se presenta el esquema de conexión de los equipos.



**Figura 2.17.** Sistema de medición de los parámetros para la caracterización dieléctrica.

Los hilos de platino que vienen de hacer contacto con los electrodos de la muestra se conectan en la cabeza de la célula de medida y a estos se acoplan las pinzas del dispositivo de pruebas Agilent 16089B como se puede observar en la Figura 2.18.



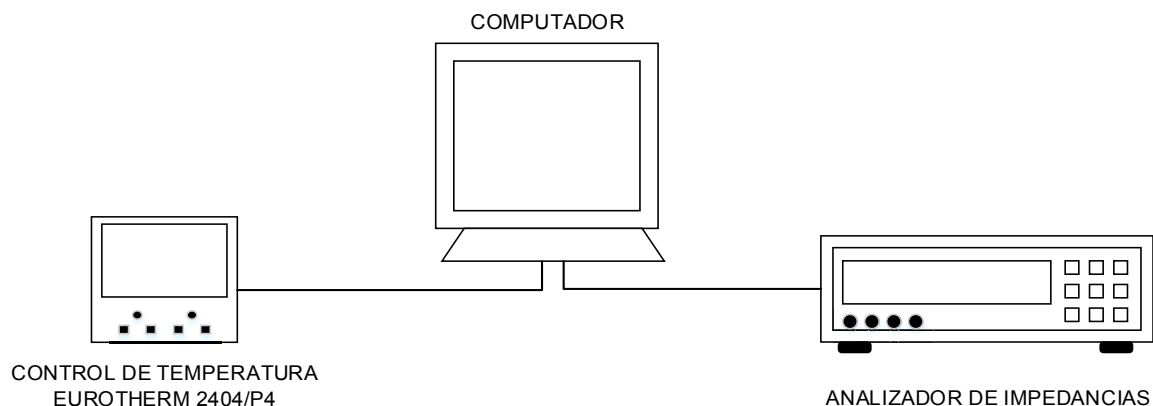
**Figura 2.18.** Conexión del hilo de platino y el dispositivo de pruebas.

## 2.5 IMPLEMENTACIÓN DE LA ADQUISICIÓN DE DATOS

Para realizar la adquisición tanto de la temperatura del horno como de las medidas que permiten realizar la caracterización dieléctrica de un material electrocerámico de forma automática, es necesario implementar una red de comunicación entre los equipos que conforman el sistema automático de caracterización dieléctrica.

### 2.6.1 RED DE COMUNICACIÓN DEL SISTEMA AUTOMÁTICO DE CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA

En la Figura 2.19 se puede observar un esquema del diseño de la red de comunicación del sistema. Esta red está conformada por el computador que será tanto el maestro de la red Modbus (computador – controlador de temperatura EUROTHERM), como el controlador del bus GPIB (computador – analizador de impedancias).



**Figura 2.19.** Diagrama de la red para la adquisición de datos.

### 2.6.2 COMUNICACIÓN DEL CONTROLADOR DE TEMPERATURA EUROTHERM Y EL COMPUTADOR

El controlador de temperatura EUROTHERM utiliza el protocolo MODBUS con el modo de transmisión MODBUS RTU para realizar la comunicación.

El protocolo Modbus define un tamaño de 16 bits por registro para el envío de datos. De manera general, un registro almacena un número entero de 16 bits (con o sin signo). En caso de que se necesite transmitir un número con punto flotante se utiliza

dos registros consecutivos para almacenar el número. Cabe notar que estos dos registros son tratados como un solo registro, por lo que es necesario leer o escribir ambos registros en un solo bloque de lectura o escritura. De esta manera, se puede transmitir un número con punto flotante de 32 bits (con o sin signo) [21].

El controlador de temperatura EUROTHERM permite al usuario configurar la transmisión de datos con resolución entera (número entero de 16 bits) o resolución completa (número con punto flotante de 32 bits) [21]. En este trabajo se utiliza la resolución completa para obtener los datos de las mediciones de temperatura en formato decimal.

#### 2.6.2.1 Tarjeta de comunicación del controlador de temperatura

El controlador de temperatura EUROTHERM posee la tarjeta de comunicación “RS485 COMSS” que se puede observar en la Figura 2.20, esta tarjeta emplea el estándar EIA485 a dos hilos para definir las características del enlace físico.



**Figura 2.20.** Tarjeta de comunicación del controlador de temperatura.

El estándar EIA485 permite que uno o más instrumentos se conecten utilizando una conexión de dos hilos, con una longitud máxima del cable de 1200 metros. De esta manera pueden conectarse hasta 31 instrumentos y un maestro.

A pesar de que el estándar EIA485 se conoce comúnmente como una conexión de dos hilos, se proporciona un hilo de retorno/blindaje de tierra como una conexión común, que se utiliza como una protección adicional contra el ruido. La transmisión de señal diferencial balanceada es menos propensa a interferencias y debe ser utilizada en ambientes ruidosos [21]. En la Tabla 2.2 se encuentran las características principales de este estándar.

**Tabla 2.2.** Características principales del estándar EIA485 [21].

EIA Standard	RS485
Modo de transmisión	Diferencial
Conexiones eléctricas	3 hilos
Velocidad máxima	10 Mbits/s
Longitud máxima del cable	1200 metros

El controlador de temperatura opera en el modo halfdúplex, es decir, no se permite la transmisión y recepción simultánea de datos, esto hace que los datos se transfieran a través de un intercambio alternado [21].

Considerando que el computador que posee el Laboratorio de Electrocerámica solo dispone de puertos USB, se propone utilizar un convertidor de RS485 a USB para formar el enlace de comunicación entre el controlador de temperatura EURO THERM y el computador.

#### 2.6.2.1.1 Convertidor de RS485 a USB.

El convertidor de RS485 (dos hilos y GND) a USB 2.0 mostrado en la Figura 2.21, puede trabajar sobre dos tipos de enlaces físicos (multi-punto o punto a punto).

El convertidor transforma las señales de RS485 a señales de RS232 utilizando el circuito integrado MAX485 y luego, utilizando el circuito integrado FT232R convierte las señales de RS232 a señales de USB.

**Figura 2.21.** Convertidor de RS485 a USB.

### 2.6.3 COMUNICACIÓN DEL ANALIZADOR DE IMPEDANCIAS Y EL COMPUTADOR

El analizador de impedancias dentro de la red de comunicación puede ser el analizador HP 4263B LCR METER o el analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER. Ambos analizadores cuentan con un puerto para la comunicación mediante GPIB.

#### 2.6.3.1 Interfaz USB/GPIB.

El Laboratorio de Electrocerámica posee la interfaz Agilent 82357B USB/GPIB mostrada en la Figura 2.22. Esta interfaz permite conectar directamente los analizadores de impedancias al puerto USB del computador [30].

Las características principales de la interfaz USB/GPIB son:

- Uso de los estándares USB y IEEE-488.
- Velocidad máxima de transferencia 1.15 MB/s.



**Figura 2.22.** Interfaz Agilent 82357B USB / GPIB [30].

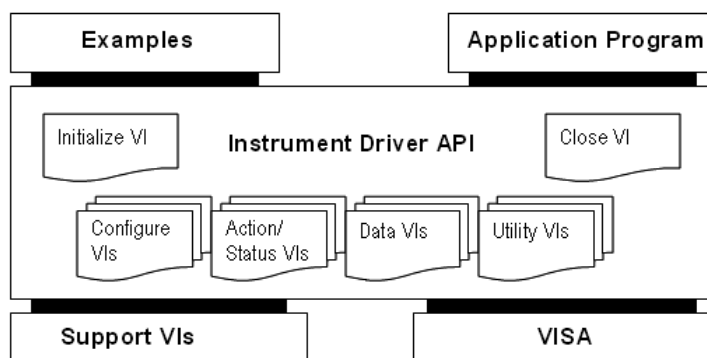
La implementación de la comunicación dentro del programa de la interfaz de usuario del sistema automático de caracterización dieléctrica se desarrolla utilizando los Instruments Drivers de Labview.

## 2.7 INSTRUMENT DRIVERS (LABVIEW)

Los controladores de instrumento o Instrument Drivers de LABVIEW son sets de funciones de alto nivel, que permiten la comunicación y el control de un instrumento programable. Cada una de estas funciones provee una funcionalidad sobre el instrumento, se puede obtener funciones desde inicialización y configuración hasta la adquisición de datos [31].

### 2.7.1 ESTRUCTURA DE LOS INSTRUMENT DRIVERS

La estructura interna del Instrument Driver define la organización de los Vis, en la Figura 2.23, podemos encontrar su estructura interna.



**Figura 2.23.** Instrument Driver Component Vis [32].

Se tiene 6 categorías diferentes, que son las encargadas de controlar una funcionalidad específica del instrumento [32].

**Initialize VI:** Este VI establece comunicación con el instrumento y debe ser el primer VI llamado.

**Configure VIs:** Los VIs de configuración son un conjunto de rutinas de software que configuran el instrumento para realizar operaciones específicas.

**Action /Status VIs:** Estas VI hacen que el instrumento inicie o finalice las operaciones de medición. Estas operaciones incluyen armar el trigger (disparo) o generar un estímulo. Estos VI ordenan al instrumento que realice una acción basada en su

configuración actual. Los VI de estado obtienen el estado actual del instrumento o el estado de las operaciones pendientes.

Data VIs: Estos VIs transfieren datos hacia o desde el instrumento, y su funcionalidad dependerá del instrumento.

Utility VIs: Los Utility VIs realizan una gran variedad de operaciones auxiliares, tales como restablecimiento y autocomprobación, y pueden incluir otras rutinas personalizadas, como la calibración o el almacenamiento y la recuperación de configuraciones de instrumentos.




Close VI: Este VI termina la comunicación con el instrumento.

Cada categoría de VI, con la excepción de inicializar y cerrar, contiene varios VIs modulares [32].

Existe una gran variedad de Instruments Drivers para instrumentos de diferentes fabricantes.

Los Instruments Drivers empleados en el desarrollo del programa de la interfaz de usuario se muestran en la Tabla 2.3. Cada Instrument Driver corresponde a los equipos que pueden formar parte de la red de comunicación del sistema automático de caracterización dieléctrica.

**Tabla 2.3.** Instruments Drivers empleados en el desarrollo de la interfaz de usuario.

<b>INSTRUMENT DRIVER</b>	<b>EQUIPO</b>
ET24XX 	Controlador de temperatura EURO THERM 2404/P4
Agilent 4263BX 	Analizador HP 4263B LCR METER
Agilent 4294 	Analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER

## 2.8 INICIALIZACIÓN DE PARÁMETROS PARA LA COMUNICACIÓN

### 2.8.1 PARÁMETROS CONTROLADOR DE TEMPERATURA EUROTHERM

Para inicializar la comunicación entre los equipos que conforman el sistema automático de caracterización es necesario configurar ciertos parámetros.

En la Tabla 2.4 se detallan los parámetros configurados dentro del controlador de temperatura EUROTHERM. Estos parámetros corresponden a: el protocolo de comunicación utilizado, la velocidad de transmisión, la paridad, la resolución de la transmisión y la dirección del controlador de temperatura.

**Tabla 2.4.** Parámetros configurados en el controlador de temperatura EUROTHERM.

PARÁMETRO	VALOR
Función (Func)	Mod (Protocolo Modbus)
Velocidad (Baud)	9600
Paridad (Prty)	None (No paridad)
Resolución (Res)	Full (Resolución completa)
Dirección de la unidad	2

Los parámetros configurados en el programa de la interfaz de usuario para inicializar la comunicación se muestran en la Tabla 2.5, y corresponden a: la dirección del controlador o unidad, el puerto de comunicación utilizado dentro del computador, la velocidad de transmisión y la paridad.

**Tabla 2.5.** Parámetros definidos dentro del programa de la interfaz (Labview).

PARÁMETRO	VALOR
Dirección de la unidad	2
Puerto de comunicación	COM3
Configuración de la comunicación serial	Velocidad: 9600
	Paridad: Ninguna



La dirección de la unidad, la velocidad y la paridad deben ser asignadas con el mismo valor, tanto dentro del programa de la interfaz de usuario como dentro del controlador de temperatura EUROTHERM.

### **2.8.2 ANALIZADORES DE IMPEDANCIAS**

Los analizadores de impedancias utilizados en el presente trabajo tienen por defecto la dirección GPIB 17, esta dirección no ha sido modificada ya que se conecta un solo analizador a la vez. Es decir, el sistema automático de caracterización dieléctrica utiliza solo un analizador de impedancias por ensayo.

En el programa de la interfaz de usuario se debe configurar el puerto de comunicación utilizado dentro del computador. Esto es suficiente para inicializar la comunicación entre el analizador HP 4263B LCR METER y el programa de la interfaz de usuario.

Sin embargo, para inicializar la comunicación entre el analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER y el programa de la interfaz de usuario, es necesario definir que dispositivo va a realizar el direccionamiento, es decir, quien va a ser el controlador del bus GPIB.

En el presente trabajo el controlador del bus GPIB es el computador, por lo que al analizador se lo debe configurar en el modo direccionable solamente (ADDRESSABLE-ONLY MODE).

## CAPÍTULO 3

# DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE LA INTERFAZ DE USUARIO

Con la implementación del sistema automático de caracterización dieléctrica se busca obtener datos de la muestra electrocerámica, tanto de la constante dieléctrica en función de la temperatura como de la constante dieléctrica en función de la frecuencia de forma automática. Además, se requiere adquirir datos de la impedancia ( $Z$ ) en función de la frecuencia para realizar el diagrama de Cole – Cole.

El valor de la constante dieléctrica se obtiene a partir de las medidas de capacitancia paralela equivalente ( $C_p$ ) y la conductancia ( $G$ ). Las medidas de  $C_p$ ,  $G$  y  $Z$  se consiguen a través de los analizadores HP 4263B LCR METER o AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER y de la célula de medida utilizando el método de medición de placas paralelas.

### 3.1 DESARROLLO DE LA INTERFAZ DE USUARIO

La interfaz de usuario cuenta con una pantalla de presentación y una ventana la cual contiene cuatro pestañas para realizar la caracterización. La pantalla de presentación se muestra en la Figura 3.1.

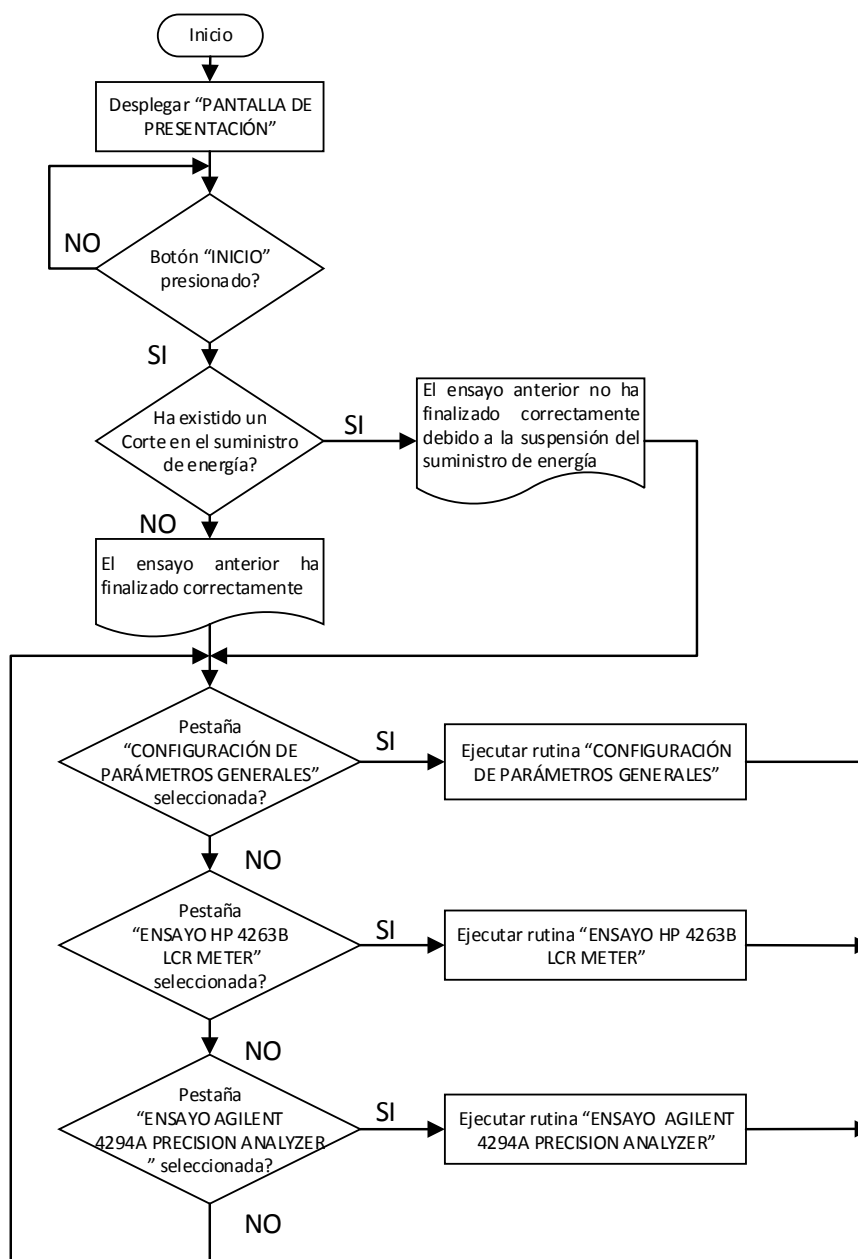


**Figura 3.1.** Pantalla de presentación.

La primera pestaña de la interfaz de usuario permite realizar la configuración de parámetros generales y acceder a los manuales de los equipos que conforman el sistema automático de caracterización dieléctrica, la segunda y tercera pestaña permiten realizar los ensayos con los analizadores de impedancias HP 4263B LCR METER y AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER, respectivamente. En la Figura 3.2 se muestran estas tres pestañas.

**Figura 3.2.** Interfaz de usuario.

En las Figura 3.3, a través de un diagrama de flujo se muestra la funcionalidad general del programa de la interfaz de usuario.



**Figura 3.3.** Diagrama de flujo del funcionamiento general del programa de la interfaz de usuario.

### 3.1.1 PESTAÑA “CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS GENERALES”

En la Figura 3.4 se muestra la pestaña “CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS GENERALES” de la interfaz de usuario, esta pestaña cuenta con seis secciones donde se realiza la configuración de datos del reporte, parámetros del tipo de rampa de

calentamiento y el intervalo de temperatura para la toma de medidas y el acceso a los manuales del sistema. Para la generación del reporte es necesario el nombre del usuario, el título del reporte, el espesor de la muestra, el área del electrodo de la muestra y el directorio donde será almacenado el reporte, todos estos parámetros se encuentran disponibles para su configuración en la sección 1.

La sección 2 permite configurar el tipo de rampa de calentamiento que se va a utilizar y los parámetros correspondientes al tipo de rampa como se indicó en el apartado 2.3.

The screenshot shows a software window titled "CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS GENERALES". At the top, there are three tabs: "CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS GENERALES", "SHIMADU HP-ANALYZER LCR METER", and "SHIMADU ANALYZER ALPHA PRECISION ANALYZER". The main content area is divided into several sections:

- DATOS PARA REPORTE:** Includes fields for "USUARIO:" (with "JARA VILLACABRE" selected), "TÍTULO:" (with "REPORTE" selected), and "REPORTE:".
- DATOS DE LA MUESTRA:** Includes "ESPESOR (mm):" (with "4.3" entered) and "ÁREA (cm²):" (with "5" entered).
- GUARDAR REPORTE (.xml):** Includes "DIRECTORIO DEL ARCHIVO:" (with "1" selected).
- PARÁMETROS RAMPA DE TEMPERATURA:** Includes "TIPO DE RAMPA:" (with "RAMPA (TASA CONSTANTE DE CALENTAMIENTO)" selected), "TASA DE CALENTAMIENTO (°C/min):" (with "1.5" entered), "DURACIÓN DE LA RAMPA (min):" (with "1" entered), and "TEMPERATURA FINAL (°C):" (with "40.0" entered).
- INTERVALO DE MEDICIÓN:** Includes "MEDIDA CADA # GRADOS:" (with "5" entered).
- MANUALES:** Includes a dropdown menu for "EQUIPO - ITEM:" (with "Manual de usuario del Sistema Patrimonial de Caracterización Dado.doc" selected).
- CONFIGURAR:** A button to save the configuration.
- ABRIR:** A button to open the manual.

Red arrows point from the following sections to labels at the bottom:

- SECCIÓN 1: Points to the "DATOS PARA REPORTE" section.
- SECCIÓN 2: Points to the "PARÁMETROS RAMPA DE TEMPERATURA" section.
- SECCIÓN 3: Points to the "INTERVALO DE MEDICIÓN" section.
- SECCIÓN 4: Points to the "CONFIGURAR" button.
- SECCIÓN 5: Points to the "MANUALES" section.
- SECCIÓN 6: Points to the "ABRIR" button.

**Figura 3.4.** Pestaña "CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS GENERALES".

Al seleccionar la rampa con tasa de calentamiento constante, se habilita el cuadro para que el usuario especifique el valor numérico de la tasa de calentamiento, el cual se encuentra en el rango de 0,1 hasta 5°C/min, teniendo por defecto un valor de

0,5°C/min, comúnmente utilizado para esta prueba, debido a que esta tasa permite tener un calentamiento lento y uniforme.

Si se selecciona la rampa de duración definida, el usuario debe especificar el tiempo de duración de la rampa en minutos hasta alcanzar el valor final de temperatura, el tiempo de duración se encuentra en un rango de 5 hasta 1200 minutos.

En los dos tipos de rampas se define la temperatura final a la que debe llegar la rampa de calentamiento. Los rangos de los valores que deben ser ingresados en esta pestaña se encuentran en el Anexo A.

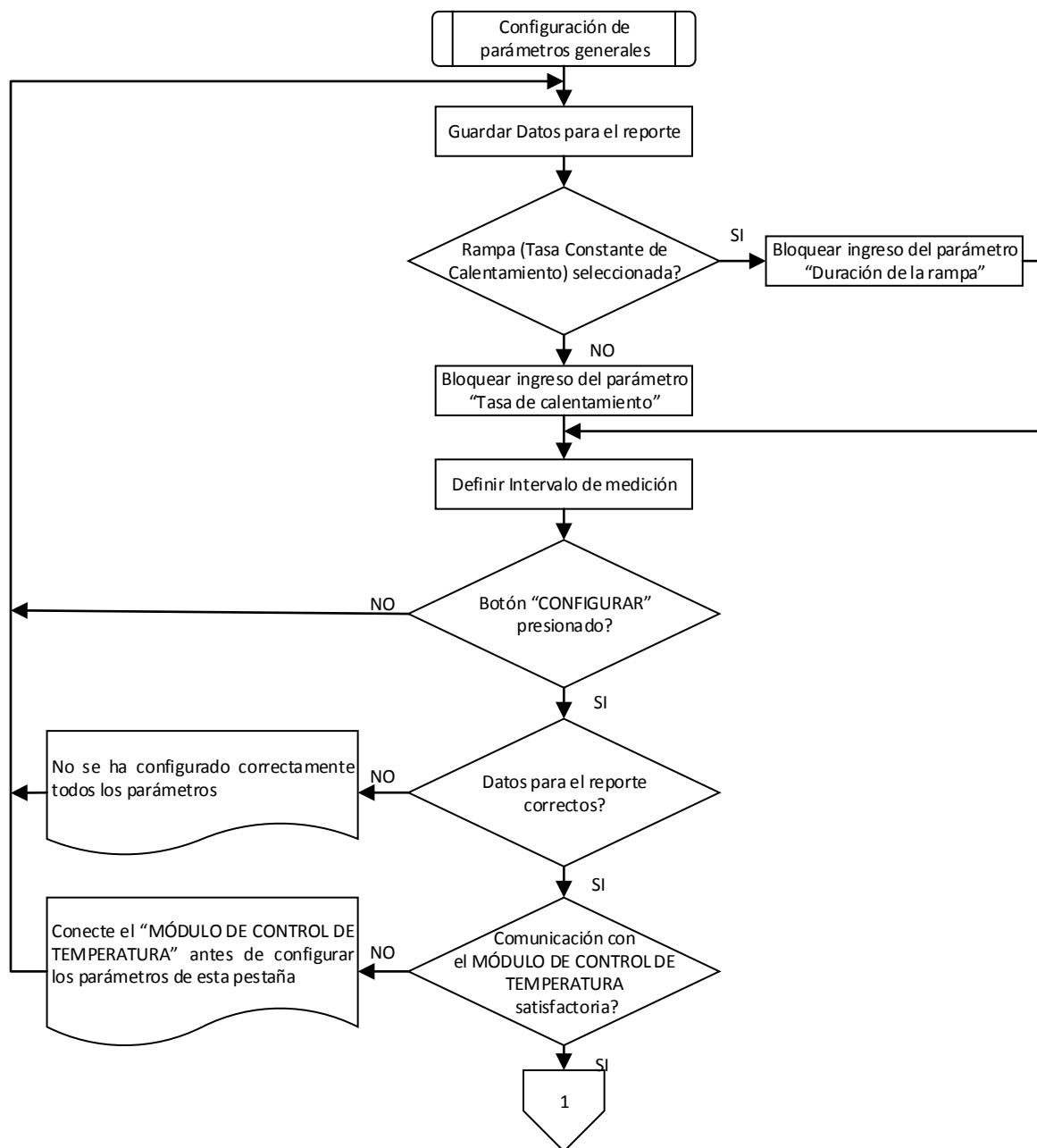
Como se mencionó en el apartado 2.3 los segmentos utilizados para determinar la señal de referencia de temperatura en el presente trabajo son: ramp (rampa), dwell (meseta), y end (fin). Los parámetros que definen al segmento rampa o simplemente rampa de calentamiento son definidos por el usuario, en cambio, los parámetros que definen a los segmentos dwell y end son definidos con un valor específico dentro del programa de la interfaz de usuario, es decir, no se encontraran disponibles para que el usuario los modifique. El segmento dwell tendrá un tiempo de duración de tres minutos, tiempo en el cual se termina la última medida del analizador de impedancias. El segmento end se encuentra configurado para que termine el programa y finalice el calentamiento, produciendo así el enfriamiento natural del horno.

Como se mencionó en la Tabla 1.3 del apartado 1.5.1.3, el controlador de temperatura EUROTHERM posee un módulo de software denominado “programador”, este programador permite almacenar cuatro programas diferentes, y dentro de cada programa hasta 16 segmentos. Los segmentos definen la señal de referencia de temperatura. Para este trabajo se utilizan los programas 3 y 4, y se deja libres los programas 1 y 2 para el uso del Laboratorio de Electrocerámica.

Cuando se trata de una rampa con tasa de calentamiento constante los segmentos ramp, dwell y end se almacenan en el programa 3, en cambio, si se trata de una rampa de duración definida los segmentos ramp, dwell y end se almacenan en el programa 4 como se indicó en el apartado 2.3.2.

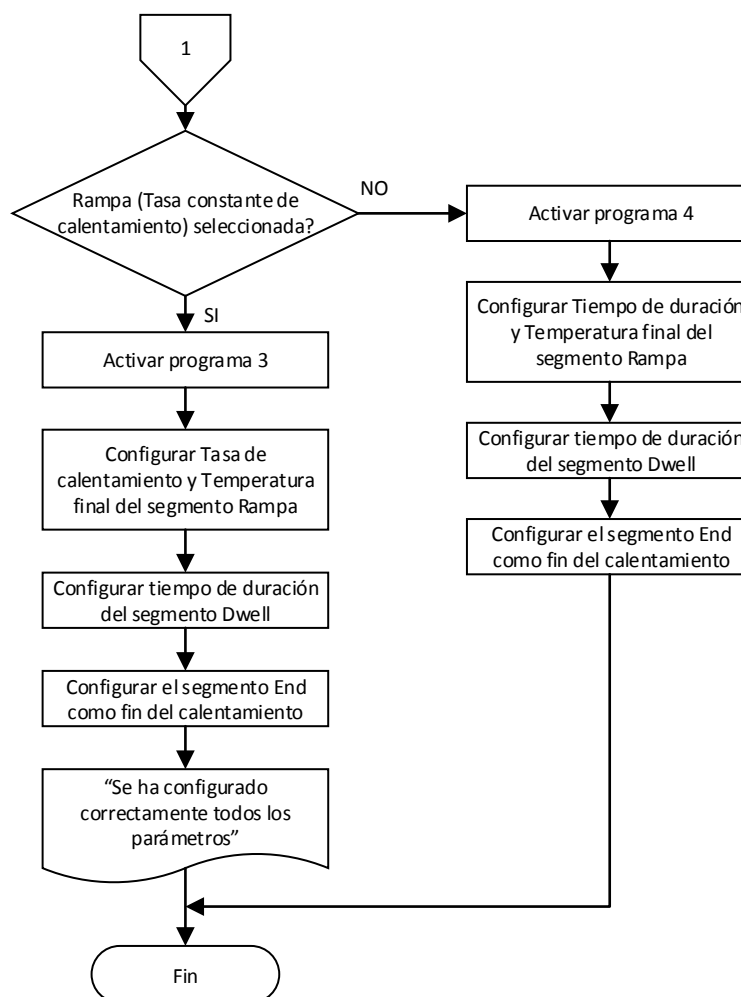
En la sección 3 se especifica el intervalo de temperatura para la toma de medidas, es decir, el usuario define cada cuantos grados Celsius se realiza la medida y adquisición de los parámetros  $C_p$ ,  $G$  y  $Z^*$  de los analizadores. En la sección 4 se encuentra el botón “CONFIGURAR”, este botón posibilita la configuración de todos los parámetros de esta pestaña. En la sección 5 se encuentra el menú donde se listan todos los manuales y en la sección 6 se ubica el botón “ABRIR”, el cual permite abrir el manual seleccionado.

La funcionalidad de la pestaña “CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS GENERALES” se implementa mediante la rutina que lleva el mismo nombre cuyo diagrama de flujo se muestra en la Figura 3.5 y la Figura 3.6.



**Figura 3.5.** Diagrama de flujo de la rutina de “CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS GENERALES” parte a.





**Figura 3.6.** Diagrama de flujo de la rutina de “CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS GENERALES” parte b.

### 3.1.2 PESTAÑAS DE ENSAYOS (ENSAYO HP 4263B LCR METER Y ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER)

En la Figura 3.7 se muestran las pestañas “ENSAYO HP 4263B LCR METER” y “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER”, las cuales permiten realizar el ensayo de caracterización dieléctrica usando el analizador HP 4263B LCR METER o el analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER, respectivamente.

Como se puede observar ambas pestañas poseen indicadores de “CALENTAMIENTO” y de “TOMA DE MEDIDAS”, la opción de adquirir medidas

adicionales, los botones “INICIAR”, “PAUSAR” y “FINALIZAR” y varias gráficas diferentes para cada ensayo.

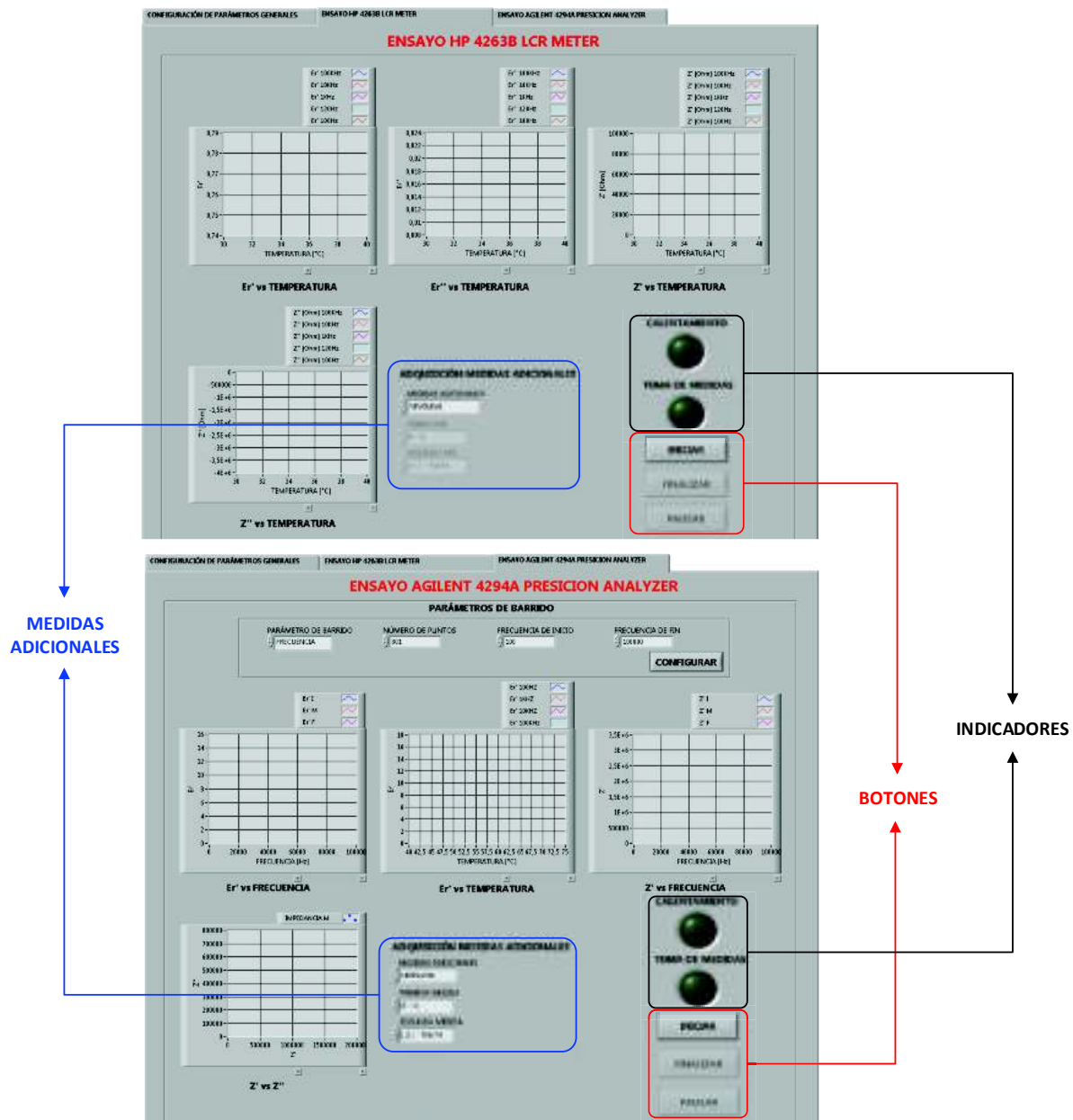


Figura 3.7. Pestañas de ensayos.

Estas dos pestañas de ensayos tienen un funcionamiento similar, por lo que, a continuación se describen sus funciones comunes de manera general, y posteriormente se describen las funciones específicas correspondientes a cada pestaña.

El ensayo comienza cuando se presiona el botón “INICIAR”. Si se presiona este botón sin antes haber configurado correctamente todos los parámetros de la pestaña “CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS GENERALES”, la interfaz desplegará un aviso para que el usuario la configure correctamente antes de iniciar el ensayo.

El indicador “CALENTAMIENTO” parpadea mientras el horno se encuentra calentando, y el indicador “TOMA DE MEDIDAS” parpadea mientras se realiza la medición y adquisición de datos del analizador.

En vista de que, al inicio del proceso de calentamiento la temperatura del horno no sigue a la señal de referencia de temperatura con una tasa constante, se configura dentro del programa de la interfaz de usuario que la medición y adquisición de datos del analizador comience a partir de 35°C, momento en el cual la temperatura del horno aumenta a una tasa de calentamiento constante, este retraso en seguir a la señal de referencia se debe al comportamiento propio del horno.

A partir de 35°C se habilitan los botones “PAUSAR” y “FINALIZAR”, los cuales permiten pausar y finalizar el ensayo, respectivamente. Los dos botones se deshabilitan mientras se ejecuta la medición y adquisición de parámetros del analizador de impedancias.

Las medidas principales que se adquieren de los analizadores de impedancias durante los ensayos son: capacitancia paralela equivalente ( $C_p$ ) y factor de calidad ( $D$ ); conductancia ( $G$ ) y susceptancia ( $B$ ); e impedancia ( $Z$ ). Estas medidas siempre vienen en pares.

El valor de la constante dieléctrica (parte real y parte imaginaria) se obtiene a partir de estas medidas utilizando las ecuaciones 1.12 y 1.13 del apartado 1.2.2.1.

Si el usuario desea adquirir dos pares de medidas adicionales (cuatro medidas) debe escoger de entre todas las medidas disponibles dentro de cada analizador. En la Tabla 3.1 se puede observar todos los parámetros de medida disponibles dentro de los

analizadores de impedancias, tomando en cuenta que cada analizador tiene una forma diferente de ordenar estos parámetros para su medición.

**Tabla 3.1.** Parámetros disponibles dentro de los analizadores de impedancias [8]-[10].

SÍMBOLO	DESCRIPCIÓN
Z	Impedancia compleja
Y	Admitancia compleja
Z	Módulo de la impedancia [Ohm]
Y	Módulo de la admitancia [S]
THETA	Ángulo de fase
R	Resistencia [Ohm]
X	Reactancia [Ohm]
G	Conductancia [S]
B	Suceptancia [S]
Cp	Capacitancia paralela equivalente [F]
D	Factor de disipación
Q	Factor de calidad
Rp	Resistencia paralela equivalente [Ohm]
Rs	Resistencia en serie equivalente [Ohm]
Cs	Capacitancia en serie equivalente [F]
Lp	Inductancia paralela equivalente [H]
Ls	Inductancia en serie equivalente [H]

En las Tabla 3.2 se puede observar la organización de los parámetros de medición disponibles en el analizador HP 4263B. En la primera columna se encuentra la medida primaria y en la segunda columna la medida secundaria que puede acompañar a la primaria.

**Tabla 3.2.** Parámetros disponibles en el analizador HP 4263B LCR METER [8]

PRIMARIA	SECUNDARIA
Z	THETA
Y	THETA
R	X
G	B
Cp	D, Q, G, Rp
Cs	D, Q, Rs
Lp	D, Q, G, Rp
Ls	D, Q, Rs

En las Tabla 3.3 se puede observar la organización de los parámetros de medición disponibles en el analizador AGILENT 4294A. En la primera columna se encuentra la medida primaria y en la segunda columna la medida secundaria que puede acompañar a la primaria.

**Tabla 3.3.** Parámetros disponibles en el analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER [10].

PRIMARIA	SECUNDARIA
Z	Y
Z	THETA, Ls, Rs, Cs, D, Q, Lp, Cp
Y	THETA
R	X
G	B
Cp	D, Q, G, Rp
Cs	D, Q, Rs
Lp	D, Q, G, Rp
Ls	D, Q, Rs

El tiempo requerido en cada ensayo para realizar la medición y adquisición de parámetros del analizador ha sido medido con un cronometro. En la Tabla 3.4 se listan los tiempos requeridos por cada analizador.

**Tabla 3.4.** Tiempo requerido para realizar la medición y adquisición de parámetros del analizador.

	Tiempo de ejecución analizador HP 4263B (segundos)	Tiempo de ejecución analizador AGILENT 4294A (segundos)
3 pares de medidas	109	130
5 pares de medidas	181	217

Como se puede observar en la Tabla 3.4 la medición y adquisición de los parámetros de los analizadores se demora un intervalo de tiempo determinado.

Si se realiza la adquisición de los parámetros del analizador mientras se calienta el horno a una tasa constante, las mediciones obtenidas del analizador se realizarán a diferentes puntos de temperatura. Para evitar esto, se coloca al programador del controlador de temperatura EURO THERM en la opción de “HOLD” (espera), la cual es decir mantiene al setpoint de temperatura en un valor fijo para así poder realizar la adquisición de todos los parámetros del analizador en un solo punto de temperatura.

Al finalizar el ensayo se muestra dentro de un aviso el directorio en el cual el usuario podrá encontrar el reporte. La funcionalidad de las pestañas “ENSAYO HP 4263B LCR METER” y “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER” se implementa mediante las rutinas “ENSAYO HP 4263B LCR METER” y “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER”, respectivamente. Los diagramas de flujo de las rutinas no se presentan en este capítulo debido a que son bastante extensos. Los diagramas de flujo se encuentran en el Anexo B.

### **3.1.3 PESTAÑA “ENSAYO HP 4263B LCR METER”**

En la Figura 3.8, se indica la pestaña “ENSAYO HP 4263B LCR METER” y sus diferentes secciones. Esta pestaña permite realizar el ensayo de caracterización dieléctrica utilizando el analizador de impedancias HP 4263B LCR METER y se

encuentra dividida en cuatro secciones. La sección 1 incluye a los botones de comando “INICIAR”, “FINALIZAR” y “PAUSAR”. La sección 2 incluye a los indicadores “CALENTAMIENTO” y “TOMA DE MEDIDAS”. En la sección 3 se encuentra disponible la adquisición de dos pares (cuatro medidas) adicionales, sumadas al conjunto de medidas principales. En la sección 4 se encuentra disponible la adquisición de dos pares (cuatro medidas) adicionales, sumadas al conjunto de medidas principales.

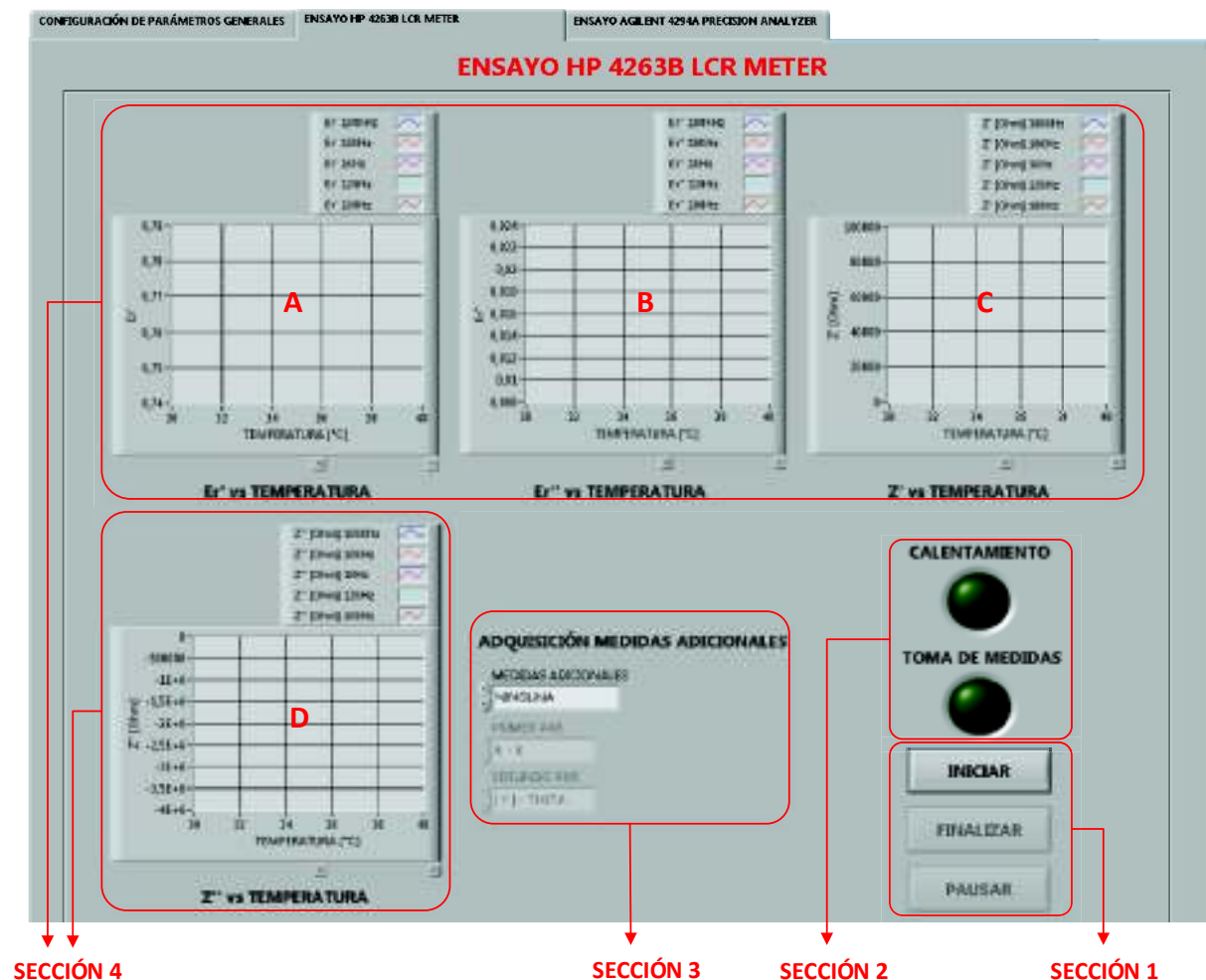


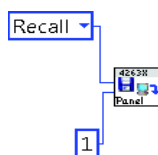
Figura 3.8. Pestaña “ENSAYO HP 4263B LCR METER”.

Las medidas resultantes de este ensayo se obtienen en función de la temperatura para cada una de las cinco frecuencias fijas de 100Hz, 120Hz, 1000Hz, 10000Hz y 100000Hz que proporciona el analizador HP 4263B.

Una vez concluido el ensayo, se genera el reporte de la muestra y se almacena en el directorio especificado por el usuario. Adicionalmente, en la sección 4 se despliegan

las gráficas de la parte real de la constante dieléctrica (gráfica A), la parte imaginaria de la constante dieléctrica (gráfica B), la parte real de la impedancia (gráfica C) y la parte imaginaria (gráfica D).

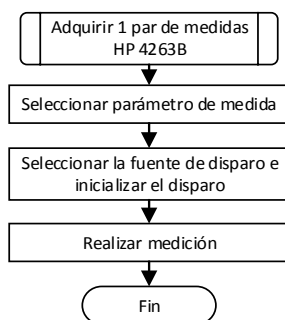
Como se mencionó en el capítulo 1, para el analizador HP 4263B se debe realizar las correcciones de errores residuales cuando se realiza la conexión del dispositivo de pruebas Agilent 16089B. Las correcciones Short y Open utilizadas para eliminar errores residuales se ejecutan manualmente una sola vez para el dispositivo de pruebas. El resultado de las correcciones y el nivel de voltaje de la señal de prueba (500 mVrms) son almacenados en la memoria no volátil (EEPROM) del analizador HP 4263B en el registro número 1. Cuando inicia el ensayo, se trae una sola vez estos parámetros de configuración con la función RECALL como se muestra en la Figura 3.9.



**Figura 3.9.** SubVI para traer los parámetros de configuración del analizador HP 4263B.

### 3.1.3.1 Adquisición de medidas del analizador HP 4263B LCR METER

La adquisición de medidas del analizador HP 4263B LCR METER se implementa mediante la subrutina “Adquirir 1 par de medidas HP 4263B”, cuyo diagrama se puede observar en la Figura 3.10. Esta subrutina permite obtener un par de medidas del analizador desde el programa de la interfaz de usuario utilizando el protocolo GPIB.



**Figura 3.10.** Diagrama de flujo de la subrutina “Adquirir 1 par de medidas HP 4263B”.



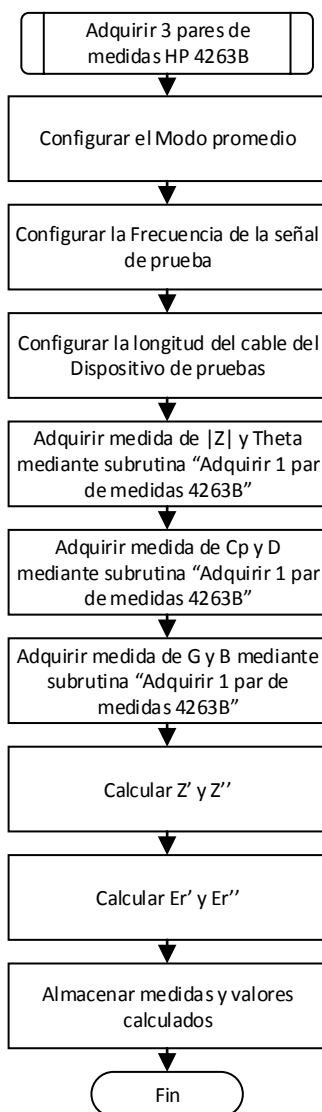
Como se indicó anteriormente para obtener el valor de la constante dieléctrica y la impedancia compleja es necesario adquirir tres pares de medidas del analizador desde el programa de la interfaz de usuario.

Si en la sección 3 el usuario deja como “NINGUNA” la opción de medidas adicionales, la toma de datos del analizador se realizará mediante la subrutina “Adquirir 3 pares de medidas HP 4263B”, adquiriendo solo las medidas necesarias para la caracterización dieléctrica. En cambio, sí escoge la opción “DOS PARES” la toma de datos del analizador se realizará mediante la subrutina “Adquirir 5 pares de medidas HP 4263B”, permitiendo así adquirir dos pares de medidas adicionales a las medidas necesarias para la caracterización dieléctrica. Ambas subrutinas se implementan a través de la subrutina “Adquirir 1 par de medidas HP 4263B”.

Como las subrutinas “Adquirir 3 pares de medidas HP 4263B” y “Adquirir 5 pares de medidas HP 4263B” son implementadas de forma similar, a continuación solo se presenta el diagrama de flujo de la subrutina “Adquirir 3 pares de medidas HP 4263B” y el diagrama de flujo de la subrutina “Adquirir 5 pares de medidas HP 4263B” lo podrá encontrar en el Anexo B.

En la Figura 3.11 se puede observar el diagrama de flujo de la subrutina “Adquirir 3 pares de medidas HP 4263B”.

La pestaña “ENSAYO HP 4263B LCR METER” esta implementada mediante la rutina del mismo nombre y debido a que su diagrama de flujo es extenso no se muestra en esta sección pero lo podrá encontrar en el Anexo B.



**Figura 3.11.** Diagrama de flujo de la subrutina “Adquirir 3 pares de medidas HP 4263B”.

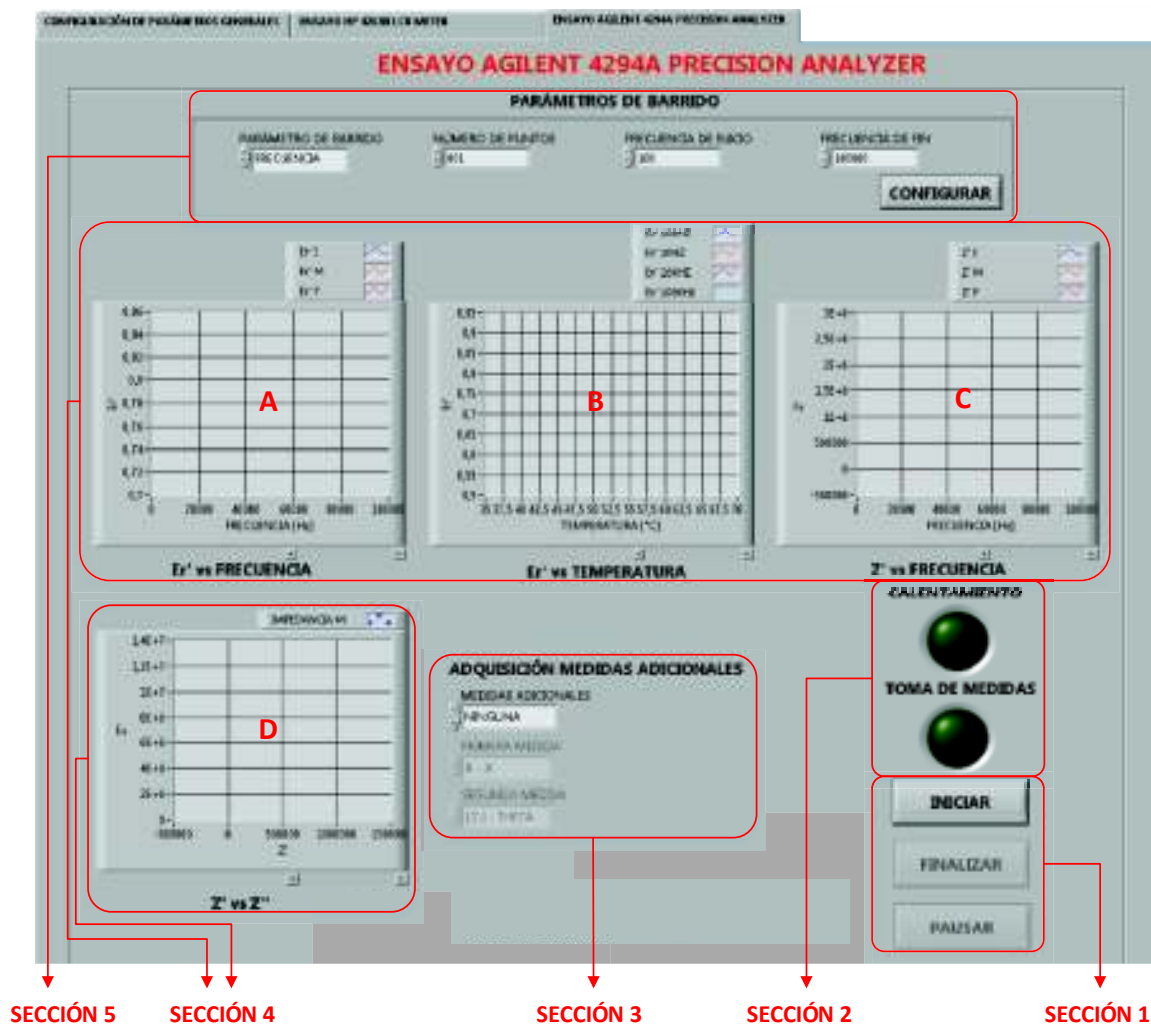
### 3.1.4 PESTAÑA “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER”

En la Figura 3.12 se muestra la pantalla de la pestaña “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER” y sus diferentes secciones. Esta pestaña permite realizar el ensayo de caracterización dieléctrica usando el analizador de impedancias AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER.

A diferencia del anterior analizador, el analizador AGILENT 4294A tiene disponible un barrido de frecuencia desde 40Hz hasta 110Mhz, con un máximo de 801 puntos de frecuencia diferentes. El dispositivo de pruebas Agilent 16089B tiene un rango de

trabajo de 5Hz a 100KHz, lo cual limita el rango de barrido de este ensayo (de 40Hz hasta 100Khz).

Las medidas de capacitancia paralela equivalente ( $C_p$ ) y factor de calidad ( $D$ ); conductancia ( $G$ ) y susceptancia ( $B$ ); e impedancia ( $Z$ ) se obtienen para este rango de frecuencias.



**Figura 3.12.** Pestaña “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER”.

La pestaña “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER” está dividida en secciones similares a las presentadas en la pestaña “ENSAYO HP 4263B LCR METER”, las cuales tienen las mismas funcionalidades descritas anteriormente. Sin embargo, esta pestaña cuenta con una sección adicional (sección 5 de la Figura 3.12)

la cual permite especificar los parámetros del barrido de frecuencia del analizador. Los parámetros que se pueden definir son: el número de puntos de frecuencia, la frecuencia de inicio del barrido y la frecuencia del fin del barrido.

De igual manera que en el “ENSAYO HP 4263B LCR METER”, una vez concluido el ensayo se genera el reporte de la muestra y se almacena en el directorio especificado por el usuario.

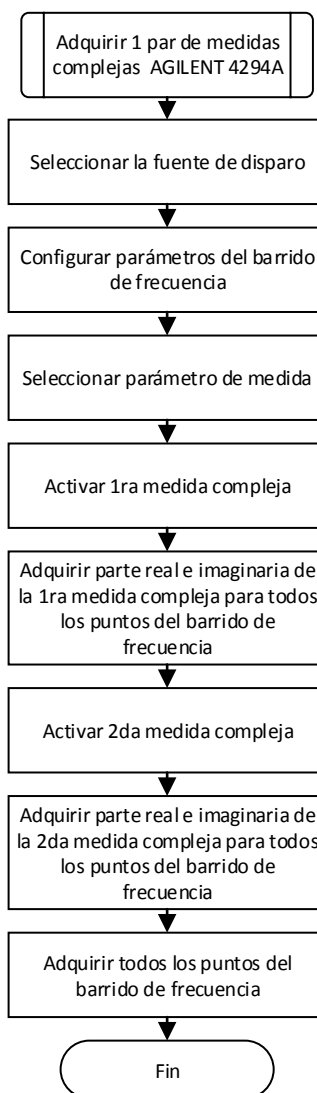
En la sección 4 de la Figura 3.12 se muestran las gráficas de: la parte real de la constante dieléctrica en función de la frecuencia para tres diferentes valores de temperatura (gráfica A), la parte real de la constante dieléctrica en función de la temperatura para todo el barrido de frecuencia (gráfica B), la parte real de la impedancia en función de la frecuencia para tres diferentes valores de temperatura (gráfica C) y el diagrama de Cole - Cole (gráfica D). La construcción de estas gráficas es posible debido a que el analizador AGILENT 4294A permite realizar un barrido de frecuencias con un máximo de 801 puntos mientras varía la temperatura.

En el analizador AGILENT 4294A no es necesario realizar las correcciones del dispositivo de pruebas, porque la conexión entre el analizador y el dispositivo de pruebas se considera como una conexión directa, de acuerdo a lo especificado en el manual del analizador [10].

#### **3.1.4.1 Adquisición de medidas DEL ANALIZADOR AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER**

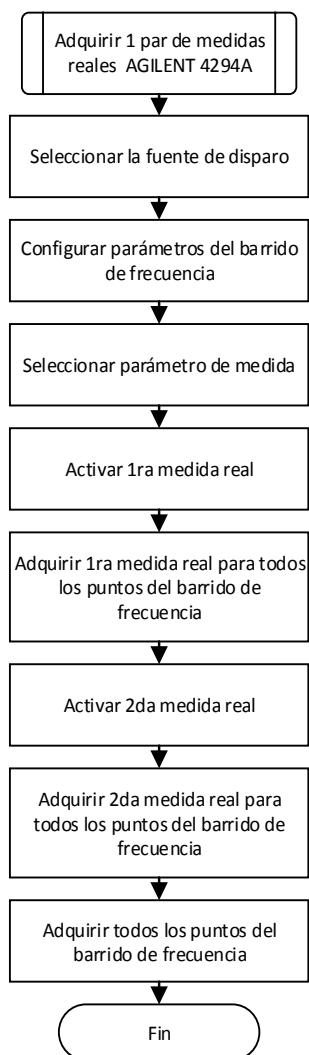
El analizador AGILENT 4294A permite adquirir medidas reales y medidas complejas, por lo que, para cada tipo de medida se ha implementado una subrutina de adquisición de datos diferente.

La subrutina “Adquirir 1 par de medidas complejas AGILENT 4294A” permite adquirir un par de medidas complejas mediante el protocolo GPIB. En la Figura 3.13 se puede observar el diagrama de flujo de esta subrutina.



**Figura 3.13.** Diagrama de flujo de la subrutina “Adquirir 1 par de medidas complejas AGILENT 4294A.”

La subrutina “Adquirir 1 par de medidas reales AGILENT 4294A” permite adquirir un par de medidas reales mediante el protocolo GPIB. En la Figura 3.14 se puede observar el diagrama de flujo de esta subrutina.



**Figura 3.14.** Diagrama de flujo de la subrutina “Adquirir 1 par de medidas reales AGILENT 4294A”.

Para obtener el valor de la constante dieléctrica y la impedancia compleja es necesario adquirir tres pares de medidas del analizador desde el programa de la interfaz de usuario.

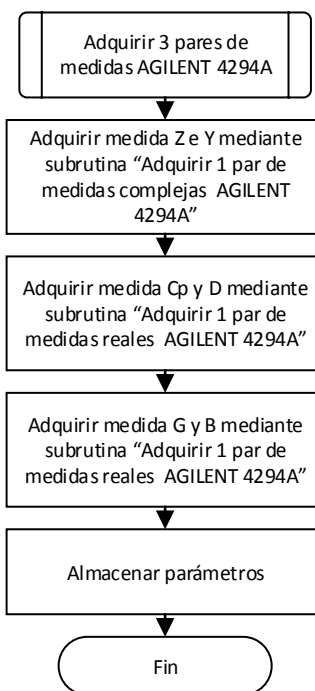
Si en la sección 3 el usuario deja como “NINGUNA” la opción de medidas adicionales, la toma de datos del analizador se realizará mediante la subrutina “Adquirir 3 pares de medidas AGILENT 4294A”, adquiriendo solo las medidas necesarias para la caracterización dieléctrica. En cambio, sí escoge la opción “DOS PARES” la toma de datos del analizador se realizará mediante la subrutina “Adquirir 5 pares de medidas

AGILENT 4294A”, permitiendo así adquirir dos pares de medidas adicionales a las medidas necesarias para la caracterización dieléctrica. Ambas subrutinas se implementan a través de la subrutinas “Adquirir 1 par de medidas complejas AGILENT 4294A” y “Adquirir 1 par de medidas reales AGILENT 4294A”.

Las subrutinas “Adquirir 3 pares de medidas AGILENT 4294A” y “Adquirir 5 pares de medidas AGILENT 4294A”, son implementadas de forma similar, por esta razón a continuación solo se presenta el diagrama de flujo de la subrutina “Adquirir 3 pares de medidas AGILENT 4294A” y el diagrama de flujo de la subrutina “Adquirir 5 pares de medidas AGILENT 4294A” lo podrá encontrar en el Anexo B.

En la Figura 3.15 se puede observar el diagrama de flujo de la subrutina “Adquirir 3 pares de medidas AGILENT 4294A”.

La pestaña “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER” esta implementada mediante la rutina del mismo nombre y debido a que su diagrama de flujo es extenso no se muestra en esta sección pero lo podrá encontrar en el Anexo B.



**Figura 3.15.** Diagramas de flujo de la subrutina “Adquirir 3 pares de medidas AGILENT 4294A”.

## **3.2 GENERACIÓN DE REPORTE**

Un reporte es un informe que busca transmitir una información ya sea mediante texto, gráficas o tablas de datos [33].

Para obtener un adecuado manejo de los datos obtenidos en los diferentes ensayos, los reportes son generados en Microsoft Excel utilizando el Report Generation Toolkit de Labview.

### **3.2.1 REPORTE DEL ENSAYO HP 4263B LCR METER**

El reporte obtenido en Microsoft Excel de este ensayo contendrá dos hojas, la primera hoja u HOJA 1 se denomina "TABLA DE DATOS" y la segunda hoja u HOJA 2 se denomina "GRÁFICAS DE DATOS". En la Figura 3.17 se puede observar que en el encabezado de la hoja "TABLA DE DATOS" del reporte se encuentran los datos de la muestra. En la parte inferior se encuentra la tabla de datos, donde se almacenan las mediciones de temperatura, frecuencia, impedancia ( $Z'$  y  $Z''$ ), capacitancia paralela equivalente ( $C_p$ ), factor de calidad ( $D$ ), conductancia ( $G$ ), susceptancia ( $B$ ) y constante dieléctrica ( $Er'$  Y  $Er''$ ) para todo el rango de temperatura definido y para las cinco frecuencias fijas (100Hz, 120Hz, 1KHz, 10KHz y 100KHz) que tiene disponible el analizador HP 4263B.

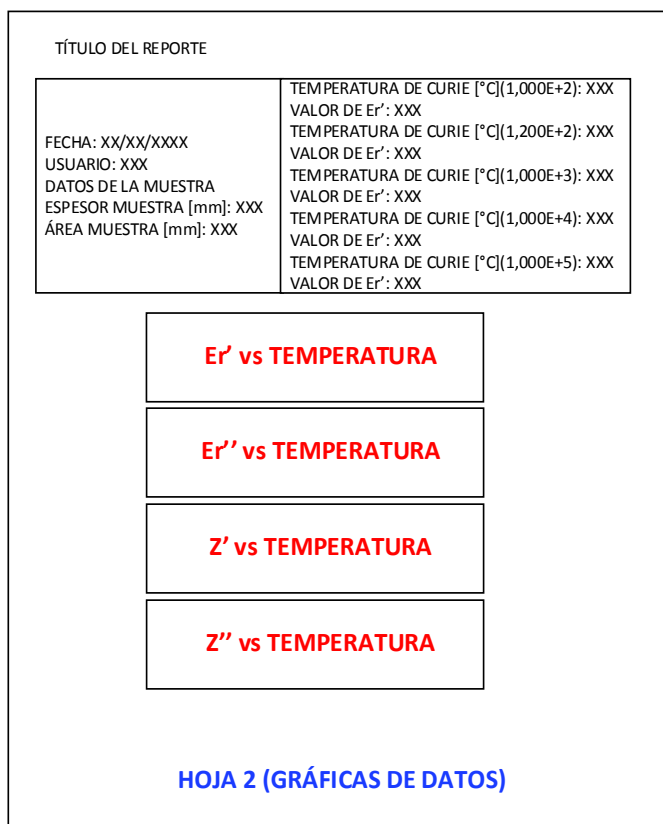


TÍTULO DEL REPORTE													
FECHA: XX/XX/XXXX USUARIO: XXX DATOS DE LA MUESTRA ESPESOR MUESTRA [mm]: XXX ÁREA MUESTRA [mm]: XXX													
TEMPERATURA [°C]	FRECUENCIA 100 [Hz]	Z' [Ohm]	Z'' [Ohm]	Cp [F]	D	G [S]	B [S]	Er'	Er''	.	.	.	.
T1													
T2													
.													
.													
.													
.													
.													
.													
.													
.													
TFINAL													

**HOJA 1 (TABLA DE DATOS)**

**Figura 3.16.** Esquema de la hoja “TABLA DE DATOS” del reporte generado en el “ENSAYO HP 4263B LCR METER”.

El esquema de la hoja “GRÁFICAS DE DATOS” del reporte se muestra en la Figura 3.17. El encabezado de esta hoja cuenta con la información que posee la HOJA 1 y también se encuentra la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico obtenida para la muestra para cada una de las cinco frecuencias fijas que posee el analizador, en la parte inferior de la hoja se muestran las representaciones gráficas de: la parte real de la constante dieléctrica en función de la temperatura ( $Er'$  vs Temperatura), la parte imaginaria de la constante dieléctrica en función de la temperatura ( $Er''$  vs Temperatura), la parte real de la impedancia en función de la temperatura ( $Z'$  vs Temperatura) y la parte imaginaria de la impedancia en función de la temperatura ( $Z''$  vs Temperatura) para las cinco frecuencias fijas que dispone el analizador HP 4263B.



**Figura 3.17.** Esquema de la hoja “GRÁFICAS DE DATOS” del reporte generado en el “ENSAYO HP 4263B LCR METER”.

### 3.2.2 REPORTE DEL ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER

El reporte obtenido en Microsoft Excel al finalizar el ensayo contendrá dos hojas, la primera hoja u HOJA 1 denominada “TABLA DE DATOS” y la segunda hoja u HOJA 2 denominada “GRÁFICAS DE DATOS”. Cabe notar que este reporte es diferente al obtenido en la pestaña “ENSAYO HP 4263B LCR METER”.

En la Figura 3.18 se puede observar que en el encabezado de la HOJA 1 del reporte se encuentran los datos de la muestra. En la parte inferior se encuentra la tabla de datos, donde se almacenan las mediciones de temperatura, impedancia ( $Z'$  y  $Z''$ ), admitancia ( $Y'$  y  $Y''$ ), capacitancia paralela equivalente ( $C_p$ ), factor de calidad ( $Q$ ), conductancia ( $G$ ), susceptancia ( $B$ ) y constante dieléctrica ( $Er'$  Y  $Er''$ ) para todo el rango de temperatura y para todos los puntos de frecuencias (especificados por el usuario) que se encuentran entre las frecuencias inicial y final de barrido.

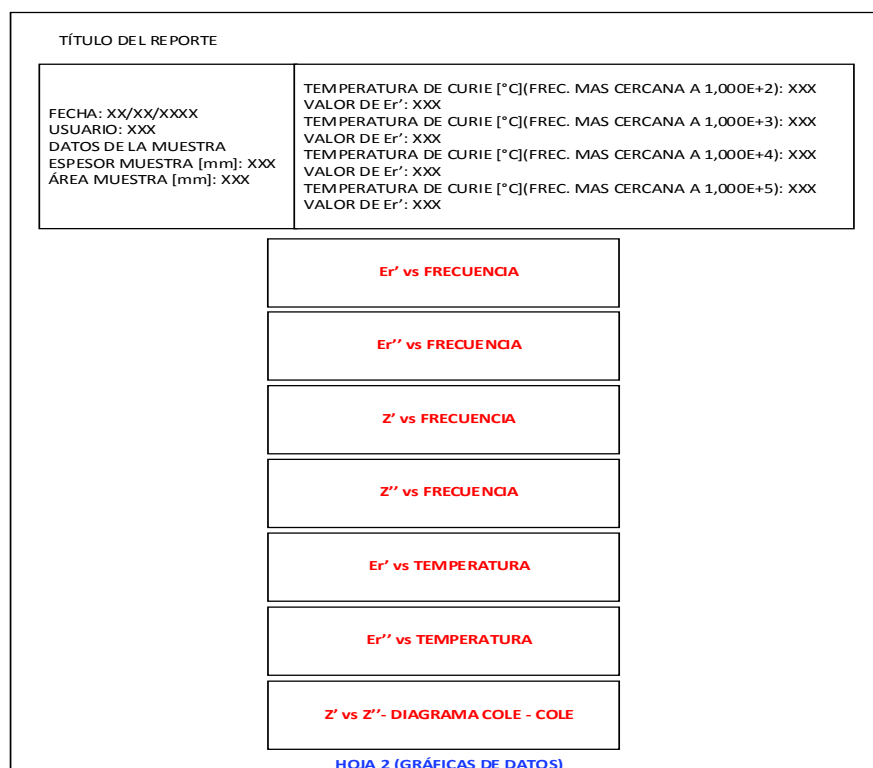
TÍTULO DEL REPORTE											
FECHA: XX/XX/XXXX USUARIO: XXX DATOS DE LA MUESTRA ESPESOR MUESTRA [mm]: XXX ÁREA MUESTRA [mm]: XXX											
TEMPERATURA [°C]	FRECUENCIA [Hz]	Z'[Ohm]	Z''[Ohm]	Y'[Ohm]	Y''[Ohm]	Cp[F]	D	G[S]	B[S]	Er'	Er''
T1	FINICIAL										
T1	.										
.	.										
.	.										
T1	FFINAL										
T2	FINICIAL										
T2	.										
.	.										
.	.										
T2	FFINAL										
T3	FINICIAL										
T3	.										
.	.										
.	.										
T3	FFINAL										
.	.										
.	.										
.	.										
TFINAL	.										

**HOJA 1 (TABLA DE DATOS)**

**Figura 3.18.** Esquema de la hoja “TABLA DE DATOS” del reporte generado en el “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER”.

El esquema de la HOJA 2 del reporte se muestra en la Figura 3.19. El encabezado de esta hoja cuenta con la información que posee la HOJA 1 y también se encuentra la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico obtenida para la muestra para las frecuencias más cercanas a (100Hz, 1KHz, 10KHz y 100KHz), respectivamente. Se buscan los valores de frecuencia más cercanos ya que el barrido se realiza con parámetros que especifica el usuario (frecuencia inicial, frecuencia final y número de puntos), es decir, no tiene frecuencias fijas como en el caso del analizador HP 4263B. En la parte inferior de esta hoja se muestran las representaciones graficas de la parte real de la constante dieléctrica en función de la frecuencia ( $Er'$  vs Frecuencia), la parte imaginaria de la constante dieléctrica en función de la frecuencia ( $Er''$  vs Frecuencia), la parte real de la impedancia en función de la frecuencia ( $Z'$  vs Frecuencia), la parte imaginaria de la impedancia en función de la frecuencia ( $Z''$  vs

Frecuencia) cada representación gráfica se realiza solo para tres temperaturas, ya que el rango de calentamiento es bastante amplio y para visualizar el comportamiento de la muestra es suficiente con los puntos de temperatura inicial, temperatura media y temperatura final. También se representan la parte real de la constante dieléctrica en función de la temperatura ( $Er'$  vs Temperatura), la parte imaginaria de la constante dieléctrica en función de la temperatura ( $Er''$  vs Temperatura), para las frecuencias más cercanas a (100Hz, 1KHz, 10KHz y 100KHz), y finalmente, la parte real de la impedancia en función de la parte imaginaria de la impedancia (con signo negativo) para todo el rango de frecuencias (diagrama Cole – Cole).



**Figura 3.19.** Esquema de la HOJA 2 “GRÁFICAS DE DATOS” del reporte generado en el ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER.

Cabe notar que en este ensayo se obtienen la representaciones gráficas de la constante dieléctrica en función de la temperatura, con el propósito de que el usuario pueda realizar una comparación del valor de la temperatura de transición de fase del

estado ferroeléctrico al paraeléctrico obtenido utilizando el analizador AGILENT 4294A y el analizador HP 4263B.

Como se mencionó en el capítulo 1 la gráfica de la constante dieléctrica en función de la temperatura permite determinar la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico (temperatura de Curie) [1].

La representación gráfica de la parte imaginaria de la impedancia en función de la parte real de la misma (diagramas Cole – Cole) permite calcular la conductividad eléctrica y la energía de activación del proceso de conducción, para así discriminar el comportamiento conductor de las diferentes fases presentes en el material [1].

En el caso de materiales piezoeléctricos, las curvas de impedancia en función de la frecuencia permiten determinar las frecuencias de resonancia y anti-resonancia [1], las mismas que se utilizan para calcular varios coeficientes piezoeléctricos.

En este trabajo se han obtenido las gráficas mencionadas utilizando los datos adquiridos durante los ensayos, pero el usuario es quien le dará el uso necesario e interpretará los datos obtenidos.

### **3.3 AVISOS Y ALARMAS**

#### **3.3.1 AVISO DEL ESTADO DEL ENSAYO ANTERIOR**

Al presionar el botón “INICIO” de la pantalla de presentación se desplegará un aviso indicando el estado del ensayo anterior.

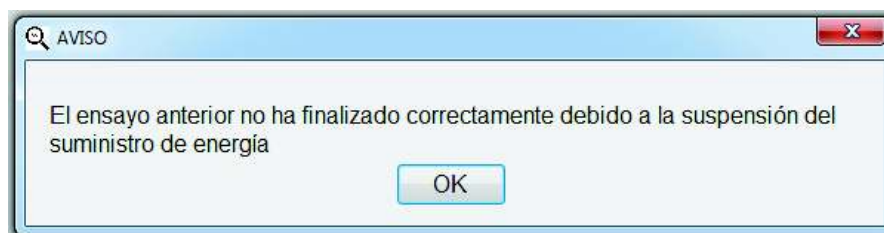
Puesto que los ensayos pueden llegar a durar varias horas debido a que la muestra de material electrocerámico se calienta a una tasa de calentamiento baja y el rango de variación de temperatura es bastante grande. Por ejemplo: un ensayo a una tasa de calentamiento de  $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , que inicia a temperatura ambiente aproximadamente  $22^{\circ}\text{C}$  (en la ciudad de Quito) hasta una temperatura final de  $500^{\circ}\text{C}$  demoraría cerca de 950 minutos (15.9 horas), sin tomar en cuenta el tiempo para adquirir los datos. Durante todo este tiempo puede ocurrir un corte en el suministro de energía, lo cual provocaría que el ensayo de caracterización finalice abruptamente sin generar

reportes, razón por la cual se ha requerido que exista un aviso que indique al usuario dicho evento. Para reconocer cuándo ha existido un corte en el suministro de energía se utiliza el parámetro “Power Failure” del controlador de temperatura EURO THERM y una bandera denominada “bandera\_in” dentro del programa de la interfaz de usuario.

La bandera “Power Failure” del controlador de temperatura es una bandera que se pone en 1 lógico siempre que haya existido un corte en el suministro eléctrico. En el programa de la interfaz de usuario, esta bandera es colocada en 0 lógico cuando inicia el ensayo, y si el ensayo finaliza satisfactoriamente se mantiene en el mismo valor. Por el contrario, si se produce un corte en el suministro de energía la bandera “Power Failure” se colocará automáticamente en 1 lógico.

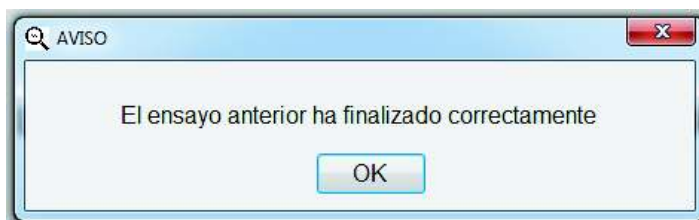
Así mismo, al inicio del ensayo la bandera “bandera\_in” se coloca en 0 lógico y si el ensayo termina satisfactoriamente se coloca en 1 lógico. Si el ensayo no termina satisfactoriamente debido a un corte en el suministro de energía esta bandera se mantiene en un valor de 0 lógico.

La próxima vez que se inicie un ensayo se leerán estas dos banderas y, en el caso de haber ocurrido un corte en el suministro eléctrico, se mostrará el aviso de la Figura 3.20, indicando que el ensayo anterior ha finalizado debido al corte del suministro eléctrico.



**Figura 3.20.** Aviso indicando que el ensayo anterior no ha finalizado correctamente.

En cambio, si el ensayo anterior ha finalizado correctamente se mostrará el aviso de la Figura 3.21, indicando que el ensayo anterior ha finalizado correctamente.



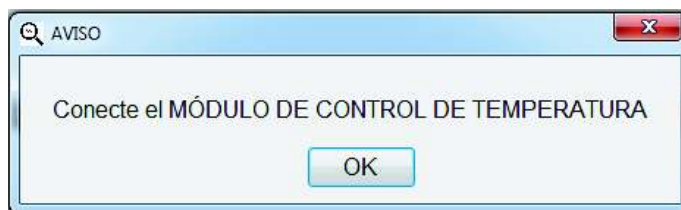
**Figura 3.21.** Aviso indicando que el ensayo anterior ha finalizado correctamente.

Es importante que el usuario conozca el suceso de este evento para que pueda repetir el ensayo anterior en caso de que se haya suspendido el suministro eléctrico durante la ejecución del ensayo.

### 3.3.2 AVISOS GENERALES

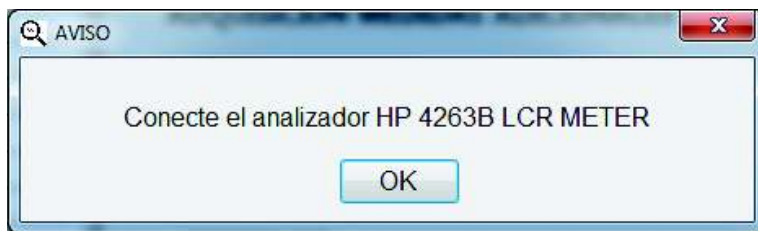
El error más común que se puede cometer al iniciar un ensayo es la conexión errónea de los equipos que conforman el sistema automático de caracterización dieléctrica. Por esta razón se ha decidido mostrar avisos del suceso de este evento.

Si se presiona el botón “INICIO” de la pantalla de presentación o el usuario intente iniciar el ensayo de caracterización sin antes haber conectado correctamente “MÓDULO DE CONTROL DE TEMPERATURA” se desplegará el aviso de la Figura 3.22 indicando que este equipo debe ser conectado.



**Figura 3.22.** Aviso desplegado cuando no se ha conectado correctamente el “MÓDULO DE CONTROL DE TEMPERATURA”.

Si en la pestaña “ENSAYO HP 4263B LCR METER” se intenta iniciar el ensayo y el analizador HP 4263B LCR METER no se encuentra conectado correctamente, el programa desplegará el aviso de la Figura 3.23 indicando que este equipo debe ser conectado.



**Figura 3.23.** Aviso desplegado cuando no se ha conectado el analizador HP 4263B LCR METER.

Si en la pestaña “ENSAYO AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER” se intenta iniciar el ensayo y el analizador AGILENT 4294A no se encuentra conectado correctamente, el programa desplegará el aviso de la Figura 3.24 indicando que este equipo debe ser conectado.



**Figura 3.24.** Aviso desplegado cuando no se ha conectado el analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER.

### 3.3.3 ALARMAS

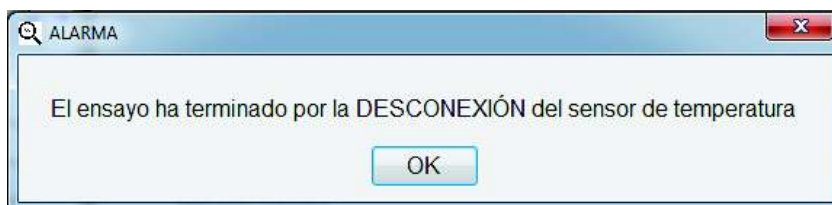
Si se desconecta el sensor de temperatura del controlador EURO THERM, se desplegará el mensaje de alarma “Sb.r” (sensor break), Figura 3.25, en el panel frontal del controlador hasta que se conecte correctamente el sensor.



**Figura 3.25.** Mensaje de alarma por desconexión del sensor de temperatura.



Si durante la ejecución del ensayo de caracterización se despliega esta alarma, la interfaz de usuario desplegará un mensaje de alarma indicando al usuario el suceso de este evento. Este mensaje de alarma se muestra en la Figura 3.26.



**Figura 3.26.** Mensaje de alarma por desconexión del sensor de temperatura en la interfaz de usuario.

## CAPÍTULO 4

### PRUEBAS DE FUNCIONAMIENTO

En este capítulo se indican las pruebas realizadas para comprobar el correcto funcionamiento del control de temperatura y del sistema automático de adquisición de datos.

#### 4.1 PRUEBAS DEL CONTROL DE TEMPERATURA

Como se indicó en el apartado 2.2.3.1 el controlador PI implementado satisface los requerimientos del control de temperatura con los valores que se muestran a continuación:

$$PB\% = 100$$

$$Ti = 8.6 \text{ min}$$

Para comprobar el correcto funcionamiento del controlador PI implementado utilizando el controlador de temperatura EUROTHERM se realizó tres pruebas, cada prueba con una rampa de calentamiento de temperatura final diferente.

Se utiliza como referencia de temperatura una rampa de tasa de calentamiento constante ya que como se mencionó en el apartado 2.2.2 el proceso requiere que la temperatura del horno varíe desde la temperatura ambiente hasta la temperatura final de una manera controlada. Es decir, se requiere que la temperatura aumente “poco a poco” hasta alcanzar su valor final. Es así, que para comprobar el adecuado funcionamiento del controlador implementado se utiliza una rampa de temperatura con tasa de calentamiento constante como señal de referencia de temperatura.

Se emplea una tasa de calentamiento constante de  $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  debido a que esta tasa permite tener un calentamiento lento y uniforme como se indicó en el apartado 3.1.1.

Se utiliza tres rampas con una tasa de calentamiento constante de  $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Estas rampas comienzan el calentamiento desde temperatura ambiente hasta una temperatura final de  $150^{\circ}\text{C}$ ,  $500^{\circ}\text{C}$  y  $950^{\circ}\text{C}$ , respectivamente.

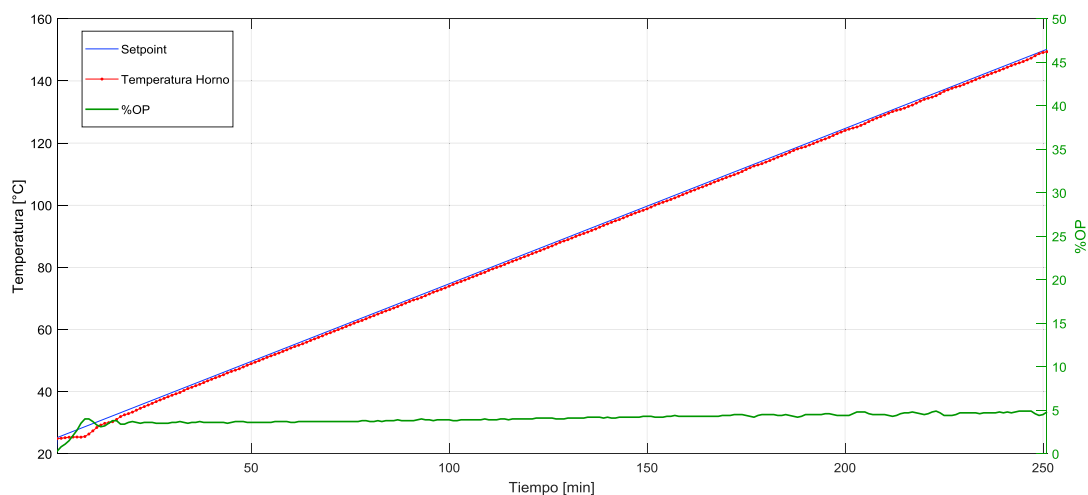
#### 4.1.1 RESULTADOS

A continuación se presentan los resultados de las rampas de temperatura.

##### 4.1.1.1 Primera rampa de calentamiento

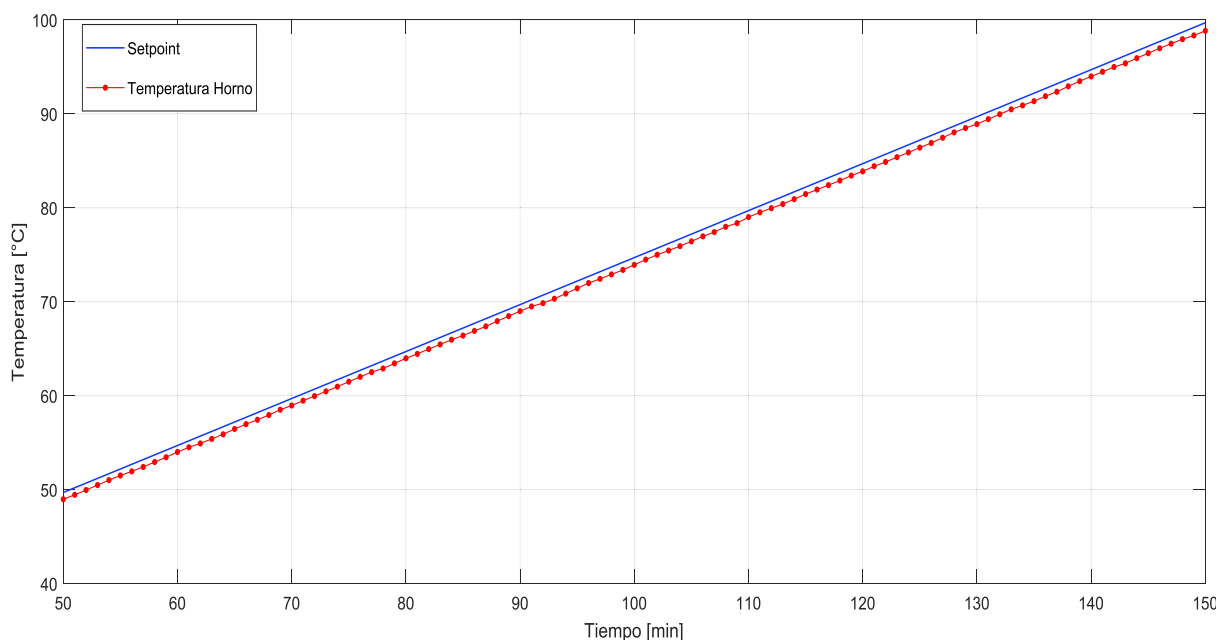
La primera rampa efectúa el calentamiento desde temperatura ambiente hasta la temperatura final de  $150^{\circ}\text{C}$  con una tasa de calentamiento de  $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

Los datos para generar la gráfica que se muestra en la Figura 4.1 han sido tomados en un intervalo de un minuto para comprobar que realmente el calentamiento se realiza con una tasa de  $0,5^{\circ}\text{C}$  por cada minuto. En color azul se muestra el valor del setpoint, en color rojo los valores medidos de la temperatura del horno y en color verde el porcentaje de potencia de salida (%OP) que requiere el horno eléctrico para mantenerse en el valor de temperatura deseado, durante todo el intervalo de tiempo que se realiza el calentamiento del horno. Como se puede observar en esta gráfica, la temperatura del horno sigue adecuadamente al setpoint y como valor máximo del porcentaje de potencia de salida (%OP) del controlador se tiene un valor del cinco por ciento.



**Figura 4.1.** Rampa de calentamiento desde temperatura ambiente hasta  $150^{\circ}\text{C}$  con una tasa de calentamiento de  $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

Como se puede observar en la Figura 4.1 no es muy notable la diferencia que existe entre el setpoint y la temperatura del horno. Razón por la cual, para visualizar de mejor manera la señal de referencia de temperatura y la evolución en el tiempo de la temperatura del horno se hace un acercamiento a la Figura 4.1 y se obtiene la Figura 4.2 en la cual se muestran el setpoint o señal de referencia en color azul y la temperatura del horno en color rojo, en el intervalo de tiempo de 50 a 150 minutos.



**Figura 4.2.** Acercamiento a la rampa de calentamiento de 150°C en el intervalo de tiempo de 50 a 150 minutos.

En la Figura 4.2 se puede percibir que la temperatura del horno sigue la tendencia de la señal de referencia (setpoint) y que la temperatura del horno se encuentra retrasada con respecto al setpoint, debido a que realiza un calentamiento lento con una tasa de calentamiento baja.

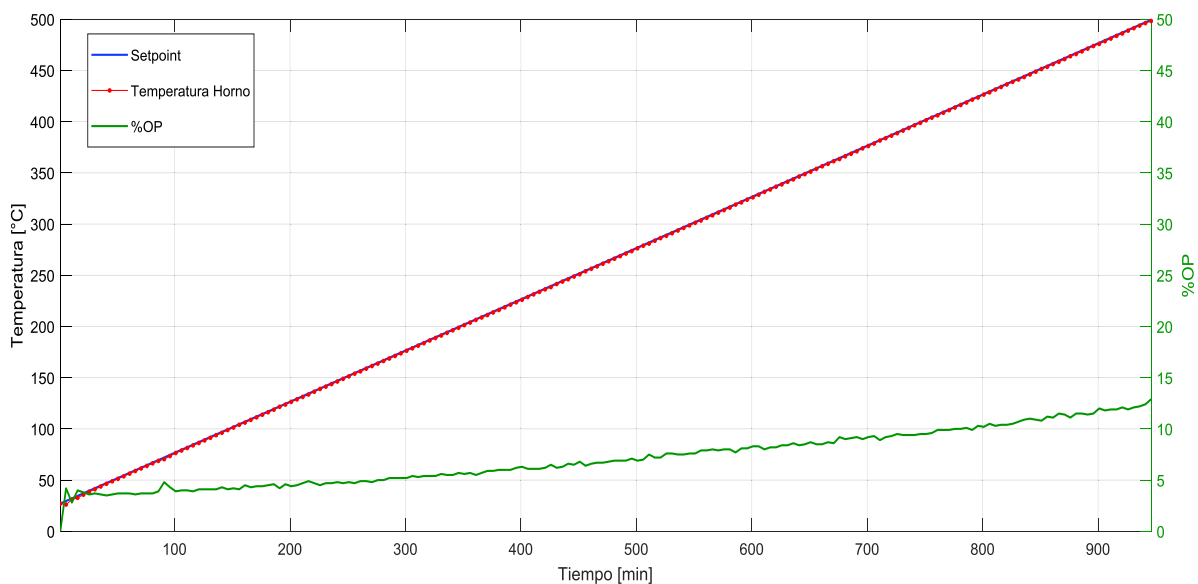
#### 4.1.1.2 Segunda rampa de calentamiento

La segunda rampa efectúa el calentamiento desde temperatura ambiente hasta la temperatura final de 500°C con una tasa de calentamiento de 0,5°C/min.

Como en el caso de la rampa anterior los datos para generar la gráfica de la Figura 4.3 han sido adquiridos en un intervalo de un minuto, para comprobar que realmente el

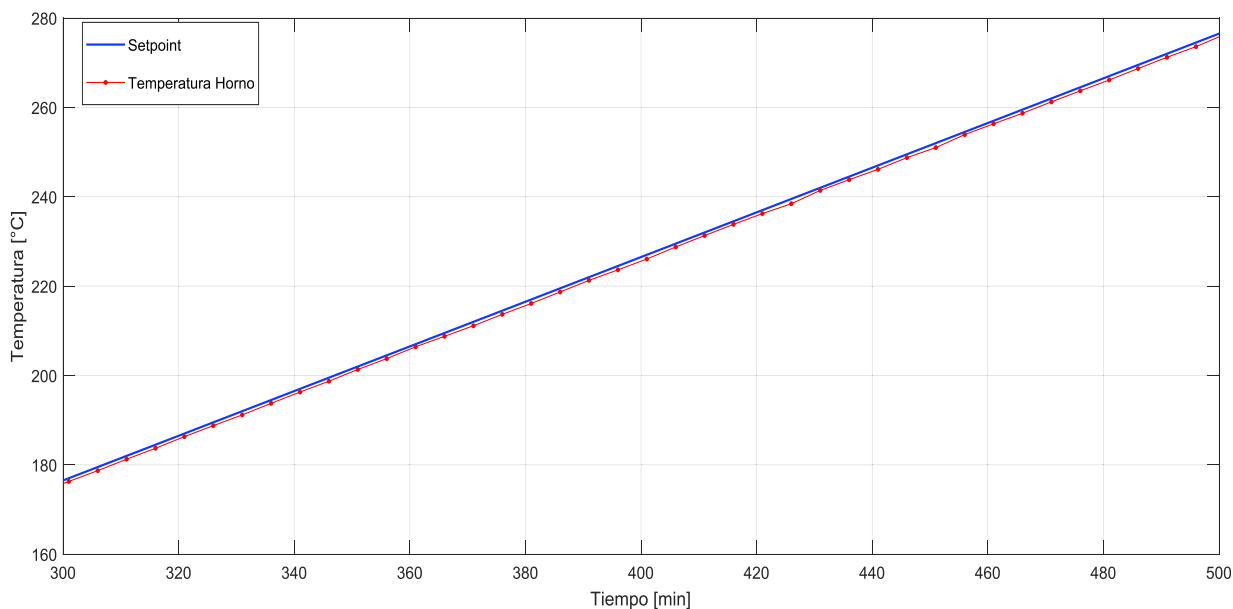
calentamiento se realice con una tasa de  $0,5^{\circ}\text{C}$  por minuto, pero debido a que se genera gran cantidad de datos, se muestra la temperatura cada cinco minutos para una mejor visualización de la gráfica.

En color azul se muestra el valor del setpoint, en color rojo los valores medidos de la temperatura del horno y en color verde el porcentaje de potencia de salida (%OP) que requiere el horno eléctrico para mantenerse en el valor de temperatura deseado durante todo el intervalo de tiempo que se realiza el calentamiento del horno. Como se puede observar en esta gráfica, la temperatura del horno sigue adecuadamente al setpoint y como valor máximo del porcentaje de potencia de salida (%OP) se tiene un valor del trece por ciento.



**Figura 4.3.** Rampa de calentamiento desde temperatura ambiente hasta  $500^{\circ}\text{C}$  con una tasa de calentamiento de  $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

Tal como en el caso anterior para observar la diferencia que existe entre el setpoint y la temperatura del horno se hace un acercamiento a la Figura 4.3 y se obtiene la Figura 4.4, en la cual se muestran el setpoint en color azul y la temperatura del horno en color rojo en el intervalo de tiempo de 300 a 500 minutos.



**Figura 4.4.** Acercamiento a la rampa de calentamiento de 500°C en el intervalo de tiempo de 300 a 500 minutos.

En la Figura 4.4 se puede percibir que la temperatura del horno sigue la tendencia de la señal de referencia (setpoint) y que la temperatura del horno se encuentra retrasada con respecto al setpoint, debido a que realiza un calentamiento lento con una tasa de calentamiento baja.

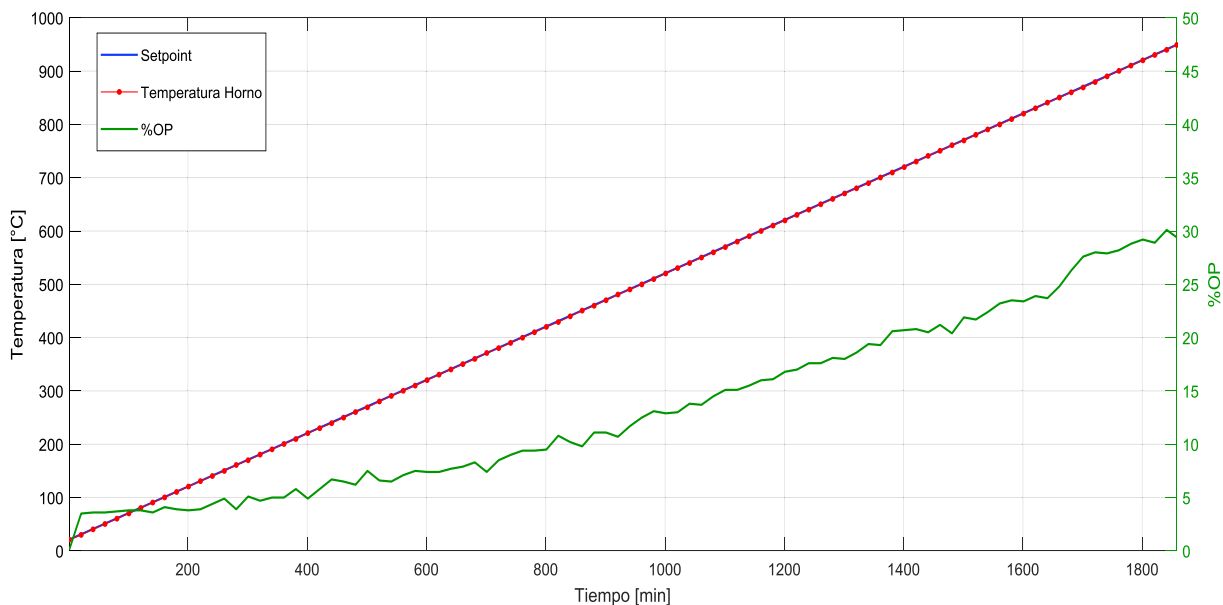
#### 4.1.1.3 Tercera rampa de calentamiento

La tercera rampa efectúa el calentamiento desde temperatura ambiente hasta una temperatura final de 950°C con una tasa de calentamiento de 0,5°C/min.

Los datos para generar la gráfica que se muestra en la Figura 4.5 han sido tomados en un intervalo de un minuto para comprobar que realmente el calentamiento se realice con una tasa de 0,5°C por cada minuto, pero debido a que se genera gran cantidad de datos, se muestra la temperatura cada veinte minutos para una mejor visualización de la gráfica.

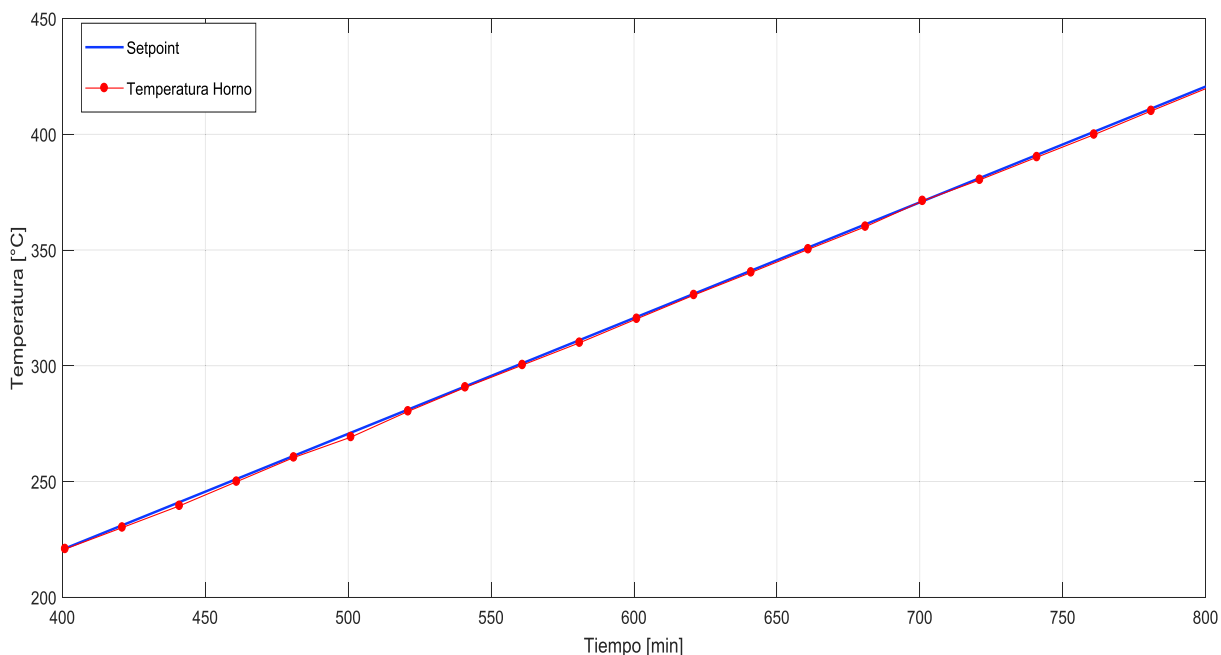
En color azul se muestra el valor del setpoint, en color rojo los valores medidos de la temperatura del horno y en color verde el porcentaje de potencia de salida (%OP) que requiere el horno eléctrico para mantenerse en el valor de temperatura deseado

durante todo el intervalo de tiempo que se realiza el calentamiento del horno. Como se puede observar la temperatura del horno sigue adecuadamente al setpoint y como valor máximo del porcentaje de potencia de salida (%OP) se tiene un valor del treinta por ciento.



**Figura 4.5.** Rampa de calentamiento desde temperatura ambiente hasta 950°C con una tasa de calentamiento de 0,5°C/min.

De la misma manera que en los casos anteriores para observar la diferencia que existe entre el setpoint y la temperatura del horno se realiza un acercamiento a la Figura 4.5 y se obtiene la Figura 4.6, en la cual se muestran el setpoint o señal de referencia en color azul y la temperatura del horno en color rojo en el intervalo de tiempo de 400 a 800 minutos.



**Figura 4.6.** Acercamiento a la rampa de calentamiento de 950°C en el intervalo de tiempo de 400 a 800 minutos.

En la Figura 4.6 se puede percibir que la temperatura del horno sigue la tendencia de la señal de referencia (setpoint) y que la temperatura del horno se encuentra retrasada con respecto al setpoint, debido a que realiza un calentamiento lento con una tasa de calentamiento baja.

## 4.2 COMPROBACIÓN DE LA TASA CONSTANTE

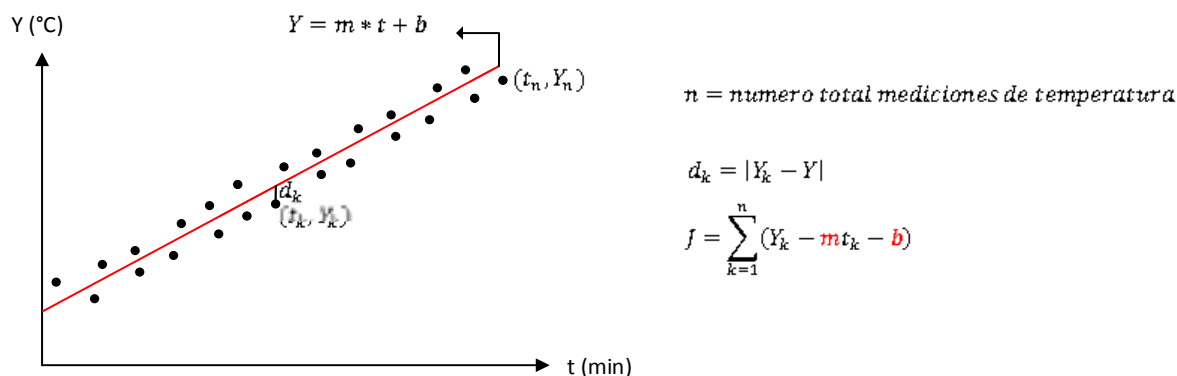
Para verificar que la tasa de calentamiento del horno sea la adecuada, es decir, tenga un valor igual al valor de la tasa de calentamiento dada por la señal de referencia, se determina la línea recta que mejor se ajuste al conjunto de mediciones de temperatura del horno, utilizando el método de regresión lineal simple por mínimos cuadrados. La pendiente de la recta calculada corresponde a la tasa de calentamiento promedio de los valores de temperatura del horno.

La ecuación de la recta a calcular es la ecuación 4.1.

$$Y = m * t + b \quad (4.1)$$



Donde,  $m$  es la pendiente de la recta (en °C/min) y  $b$  es el punto de corte con el eje Y (en °C). La pendiente de la recta calculada es el valor medido de la tasa de calentamiento del horno. En la Figura 4.7 se ilustra gráficamente el método de regresión lineal simple por mínimos cuadrados, cuyo objetivo principal es calcular los valores de  $m$  y  $b$  tal que la recta pase lo más cerca posible del conjunto de mediciones.



**Figura 4.7.** Regresión lineal simple por mínimos cuadrados.

En Matlab, el comando “polyfit” permite calcular la pendiente ( $m$ ) y el punto de corte con el eje Y ( $b$ ) de la recta que mejor se ajusta al conjunto de mediciones de temperatura con el criterio de mínimos cuadrados. La sentencia del comando es la siguiente:

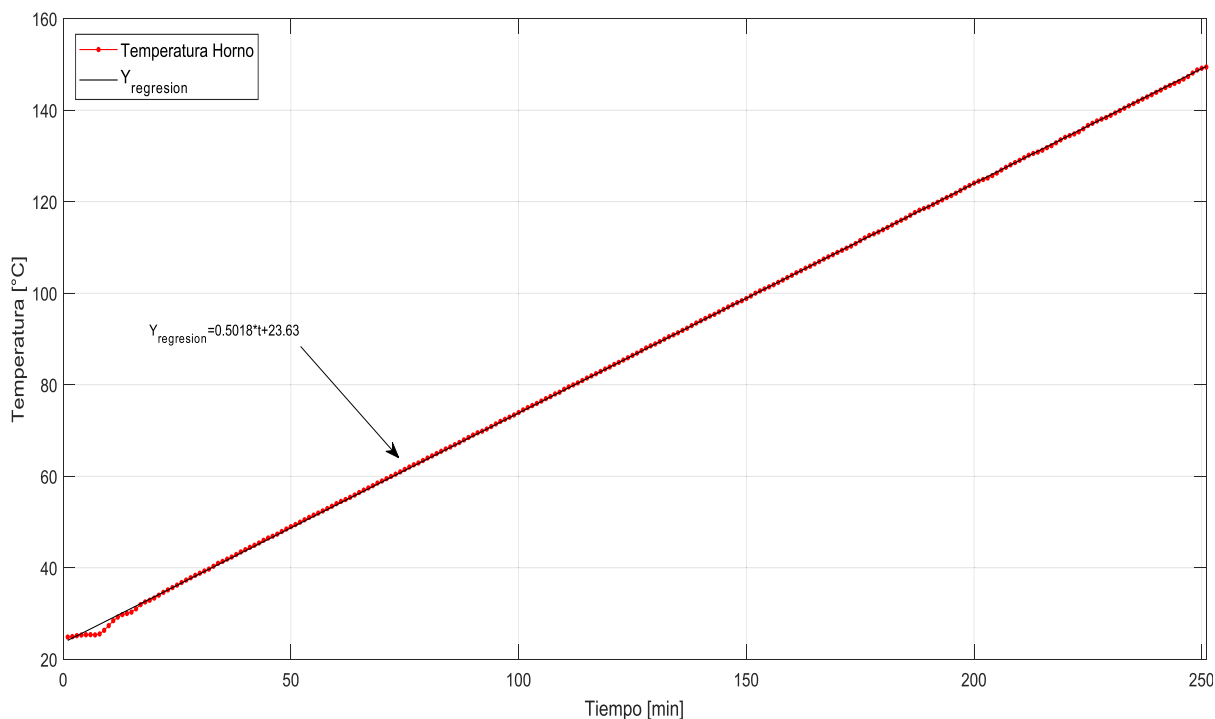
$$p = \text{polyfit}(x,y,1)$$

Donde,  $x$  es un vector que contiene la información de tiempo de las mediciones,  $y$  es un vector que contiene las mediciones de temperatura del horno y la tercera entrada es igual al grado del polinomio, que en este caso es igual a uno ya que la función que se utiliza es una línea recta. El resultado de este comando se almacena en el vector  $p=[p(1) p(2)]$ , en donde  $p(1)$  es la pendiente y  $p(2)$  es el punto de corte con el eje Y.

A continuación se aplica este comando de Matlab al conjunto de todas las mediciones de temperatura del horno para las tres rampas de calentamiento probadas y se obtiene los resultados mostrados a continuación.

#### 4.2.1 TASA DE CALENTAMIENTO DE LA RAMPA DE 150°C

En la Figura 4.8 se muestra la gráfica de la recta calculada en color negro y los valores medidos de la temperatura del horno en color rojo. Se puede observar que la recta calculada se ajusta adecuadamente a los valores medidos.

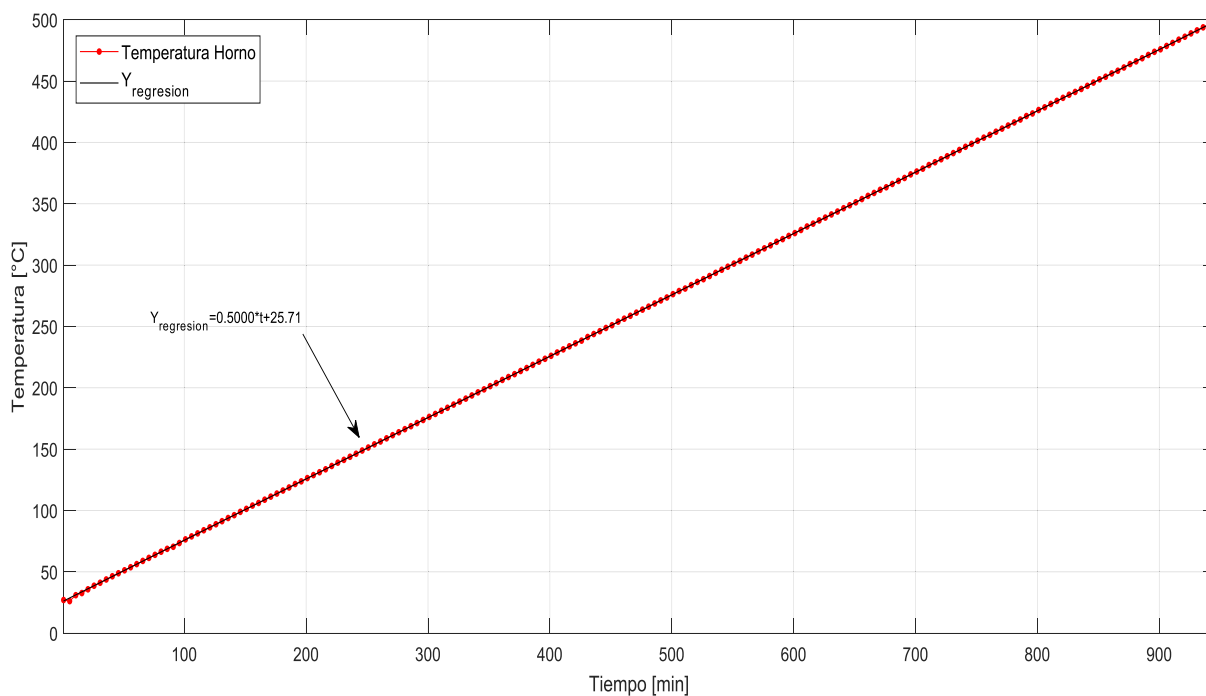


**Figura 4.8.** Recta que mejor se ajusta a los valores de temperatura medidos para la rampa de 150°C.

La ecuación de la recta obtenida es  $Y = 0,5018 \cdot t + 23,63$  donde la pendiente de la recta calculada  $0,5018^{\circ}\text{C}/\text{min}$  corresponde a la tasa de calentamiento promedio de los valores de temperatura de la rampa de 150°C, y  $23,63^{\circ}\text{C}$  corresponde al punto de corte con el eje de la temperatura.

#### 4.2.2 TASA DE CALENTAMIENTO DE LA RAMPA DE 500°C

En la Figura 4.9 se muestra la gráfica de la recta calculada en color negro y los valores medidos de la temperatura del horno en color rojo. Se puede observar que la recta calculada se ajusta adecuadamente a los valores medidos.

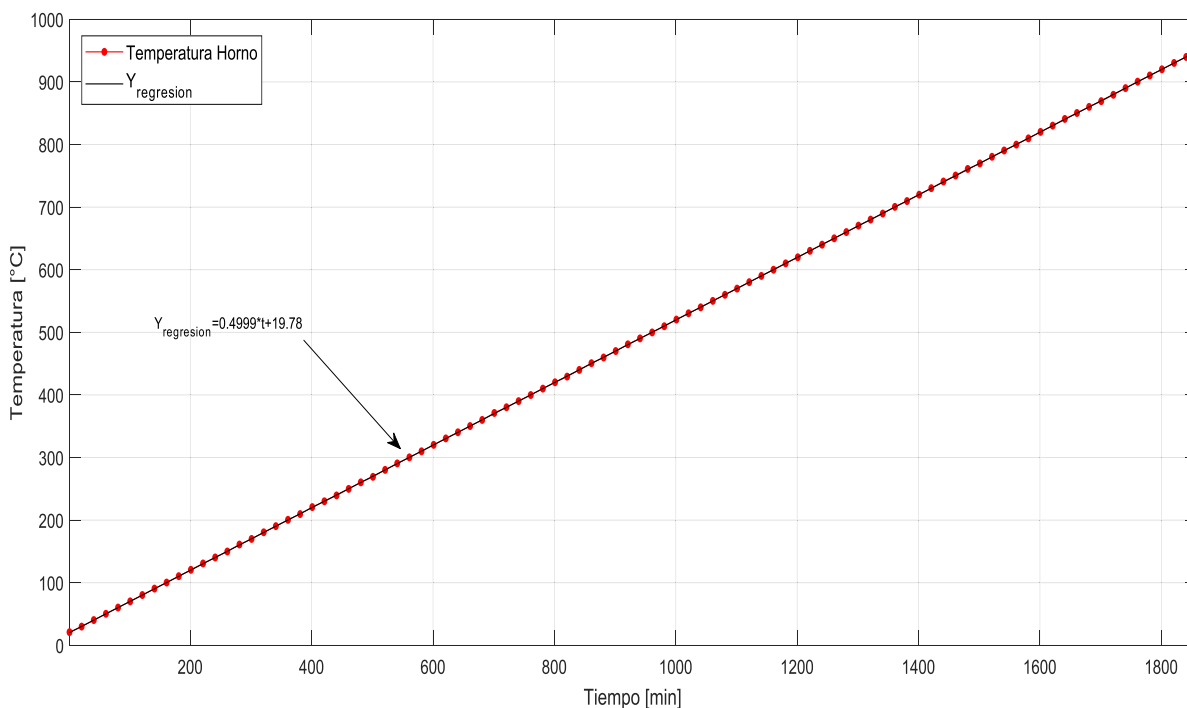


**Figura 4.9.** Recta que mejor se ajusta a los valores de temperatura medidos para la rampa de 500°C.

La ecuación de la recta obtenida es  $Y = 0,50001 \cdot t + 25,71$  donde la pendiente de la recta calculada  $0,50001^\circ\text{C}/\text{min}$  corresponde a la tasa de calentamiento promedio de los valores de temperatura de la rampa de 500°C, y  $25,71^\circ\text{C}$  corresponde al punto de corte con el eje de la temperatura.

#### 4.2.3 TASA DE CALENTAMIENTO DE LA RAMPA DE 950°C

En la Figura 4.10 se muestra la gráfica de la recta calculada en color negro y los valores medidos de la temperatura del horno en color rojo. Se puede observar que la recta calculada se ajusta adecuadamente a los valores medidos.



**Figura 4.10.** Recta que mejor se ajusta a los valores de temperatura medidos para la rampa de 950°C.

La ecuación de la recta obtenida es  $Y = 0,4999 * t + 19,78$  donde la pendiente de la recta calculada 0,4999°C/min corresponde a la tasa de calentamiento promedio de los valores de temperatura de la rampa de 950°C, y 19,78°C corresponde al punto de corte con el eje de la temperatura.

#### 4.2.4 CÁLCULO DEL ERROR DE LA TASA DE CALENTAMIENTO

El error absoluto de la tasa de calentamiento es obtenido a partir de la ecuación 4.2, para lo cual se establece como valor real a la tasa de calentamiento constante de la señal de referencia de temperatura (0,5°C/min) y como valor medido a la tasa de calentamiento promedio del horno obtenida de la ecuación de la recta que se ajusta a los valores medidos de temperatura.

$$Error\ Absoluto = |Valor\ Medido - Valor\ Real| \quad (4.2)$$

A partir del valor del error absoluto obtenido en la ecuación se determina el valor del error porcentual, utilizando la ecuación 4.3.

$$\text{Error \%} = \frac{\text{Error Absoluto}}{\text{Valor Real}} \times 100 \quad (4.3)$$

Utilizando las ecuaciones 4.2 y 4.3 se calcula el error de la tasa de calentamiento como se indica a continuación.

#### 4.2.4.1 Error tasa de la rampa 150°C

$$\text{Error Absoluto} = |0,5 - 0,5018|$$

$$\text{Error Absoluto (tasa de calentamiento)} = 0,0018$$

$$\text{Error \%} = \frac{0,0018}{0,5} \times 100$$

$$\text{Error \% (tasa de calentamiento)} = 0,36 \%$$

#### 4.2.4.2 Error tasa de la rampa 500°C

$$\text{Error Absoluto} = |0,5 - 0,50001|$$

$$\text{Error Absoluto (tasa de calentamiento)} = 0,00001$$

$$\text{Error \%} = \frac{0,00001}{0,5} \times 100$$

$$\text{Error \% (tasa de calentamiento)} = 0,002 \%$$

#### 4.2.4.3 Error tasa de la rampa 950°C

$$\text{Error Absoluto} = |0,5 - 0,4999|$$

$$\text{Error Absoluto (tasa de calentamiento)} = 0,001$$

$$\text{Error \%} = \frac{0,001}{0,5} \times 100$$

$$\text{Error \% (tasa de calentamiento)} = 0,2 \%$$

En la Tabla 4.1 se listan los errores calculados para las diferentes rampas de temperatura.

**Tabla 4.1.** Errores de las tasas de calentamiento de las diferentes rampas de prueba.

Rampas	Error % (tasa de calentamiento)
Rampa de 150°C	0,36
Rampa de 500°C	0,002
Rampa de 950°C	0,2

Como se puede observar en la Tabla 4.1 para cada rampa se tiene un error muy cercano al cero por ciento, demostrando que el controlador PI implementado con el controlador EUROTHERM es capaz de aumentar la temperatura del horno con una tasa de calentamiento constante adecuada conforme avanza el tiempo.

### 4.3 RESULTADO DE LOS ENSAYOS DE CARACTERIZACIÓN

Las mediciones de los parámetros para realizar la caracterización dieléctrica (Z, Cp y G) dependen de varios factores: la pureza y la porosidad de la muestra [36], la calidad del electrodo de plata pintado en los extremos de la muestra, las dimensiones de la muestra, entre otros. Las muestras analizadas en el presente trabajo han sido proporcionadas por el Laboratorio de Electrocerámica. Los compuestos de estas muestras son:  $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ , PBIT, P3BIT y  $BaTiO_3$ .

Cabe notar que las dimensiones de las muestras de cada compuesto son irregulares y no corresponden a un tamaño estándar, por tal razón no es posible obtener datos para una muestra idéntica en artículos científicos. Además, es importante mencionar que no se cuenta con mediciones previas de Z, Cp y G para ninguna de las muestras proporcionadas.

Por esta razón, se plantea comprobar los datos obtenidos de los reportes generados por el sistema automático de caracterización dieléctrica mediante la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico de cada compuesto. Se realiza la comparación de la temperatura de transición de fase debido a que esta temperatura no se encuentra relacionada con el tamaño de la muestra, sino con su composición. Es decir, muestras del mismo compuesto tendrán temperaturas de transición de fase similares.

La temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico se obtiene a partir del valor máximo de la constante dieléctrica (pico de la curva  $\epsilon_r'$  vs Temperatura) [2]. Es decir, se localiza el pico de la curva  $\epsilon_r'$  vs Temperatura, obtenida de los reportes generados, para obtener la temperatura de transición de fase para cada una de las muestras analizadas. La comparación de los valores de esta temperatura se realiza empleando como valor de referencia a los valores de la temperatura de transición de fase obtenidos en artículos científicos que utilizan muestras de los mismos compuestos que las muestras proporcionadas por el laboratorio, pero de diferentes características [34]-[35]-[36]. Adicionalmente, los valores de la temperatura de transición de fase que se indican en los artículos científicos permiten tener una idea aproximada del rango de temperatura necesario para visualizar el pico de la curva  $\epsilon_r'$  vs Temperatura. Por lo tanto, se utiliza estos valores para fijar la temperatura final de la rampa de calentamiento para cada muestra analizada.

Como se mencionó anteriormente a continuación solo se utilizará la gráfica de las curvas de  $\epsilon_r'$  vs Temperatura para realizar la comprobación de los datos adquiridos en los reportes. Las curvas de  $\epsilon_r'$  vs Temperatura se muestran para las frecuencias fijas de 1KHz, 10KHz, 100KHz (analizador HP 4263B) o para las frecuencias cercanas a estas (analizador AGILENT 4294A), para visualizar de mejor manera los picos de las curvas  $\epsilon_r'$  vs Temperatura.

La calidad de los electrodos de la muestra afecta a la medida de la constante dieléctrica, es decir, si el electrodo se encuentra en mal estado las medidas de la constante dieléctrica no serán confiables.

Las muestras  $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ , PBIT y P3BIT tienen una temperatura final de la rampa de calentamiento mayor a  $300^\circ\text{C}$  y debido a que el calentamiento hasta altas temperaturas degrada la calidad del electrodo se realiza el ensayo de caracterización solo con el analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER. La ventaja de realizar el ensayo con este analizador es que se puede obtener la gráfica de Cole – Cole, debido a que este analizador cuenta con un amplio barrido de frecuencia. El ensayo para estas muestras solo se realiza con el AGILENT ya que los electrodos se

degradaran luego del primer ensayo y si se repite el ensayo con el otro analizador y con los electrodos degradados las mediciones no serán confiables.

Por el contrario, la muestra de BaTiO<sub>3</sub> no requiere una temperatura final alta, es decir, no se degrada a los electrodos con el calentamiento. Por lo que el ensayo de caracterización se realiza con los analizadores HP 4263B LCR METER y AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER.

#### **4.3.1 OBTENCIÓN DE LA TEMPERATURA DE TRANSICIÓN DE FASE DEL ESTADO FERROELÉCTRICO AL PARAELECTRICO PARA DIFERENTES MUESTRAS**

##### **4.3.1.1 Muestra de BaTiO<sub>3</sub>**

La primera muestra analizada, mostrada en la Figura 4.11, es una muestra de titanato de bario (BaTiO<sub>3</sub>), de aproximadamente 0,6mm de espesor y 38,48mm<sup>2</sup> de área.

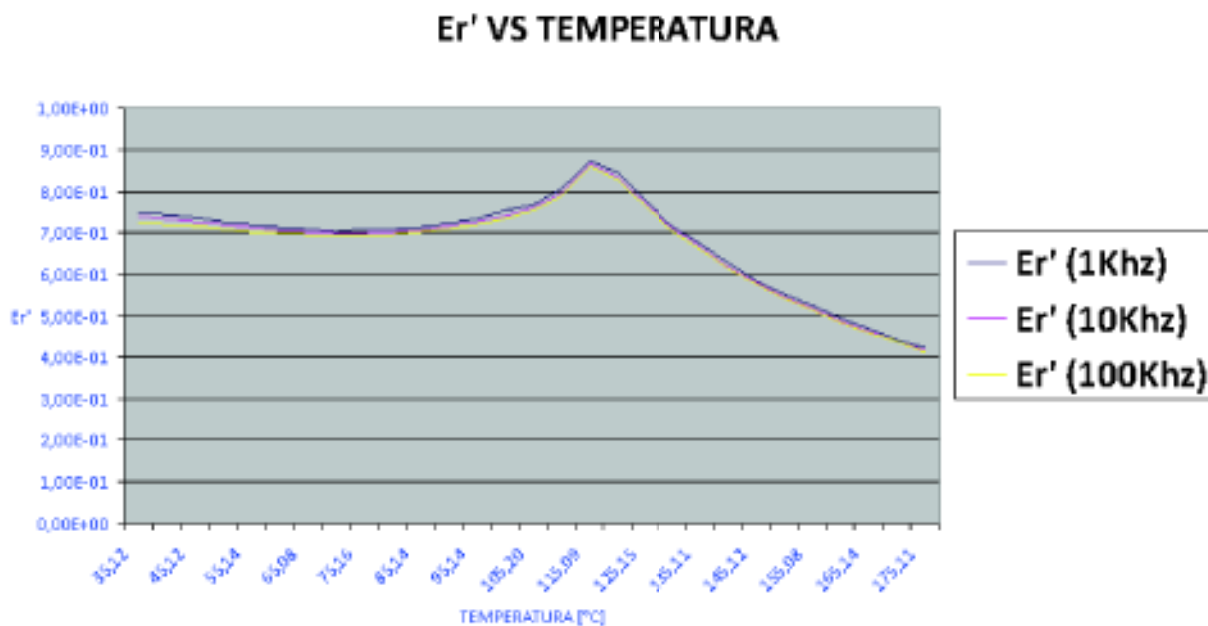


**Figura 4.11.** Muestra de BaTiO<sub>3</sub>.

La curva  $Er'$  vs Temperatura para la muestra de BaTiO<sub>3</sub> fue obtenida realizando el calentamiento desde temperatura ambiente hasta 180°C, para así visualizar el pico del valor de la constante dieléctrica (parte real) y obtener la temperatura de Curie.

El ensayo realizado con el analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER permitió obtener la representación gráfica de las curvas  $Er'$  vs Temperatura que se muestra en la Figura 4.12, para las frecuencias cercanas a 1000Hz, 10000Hz y 100000Hz.





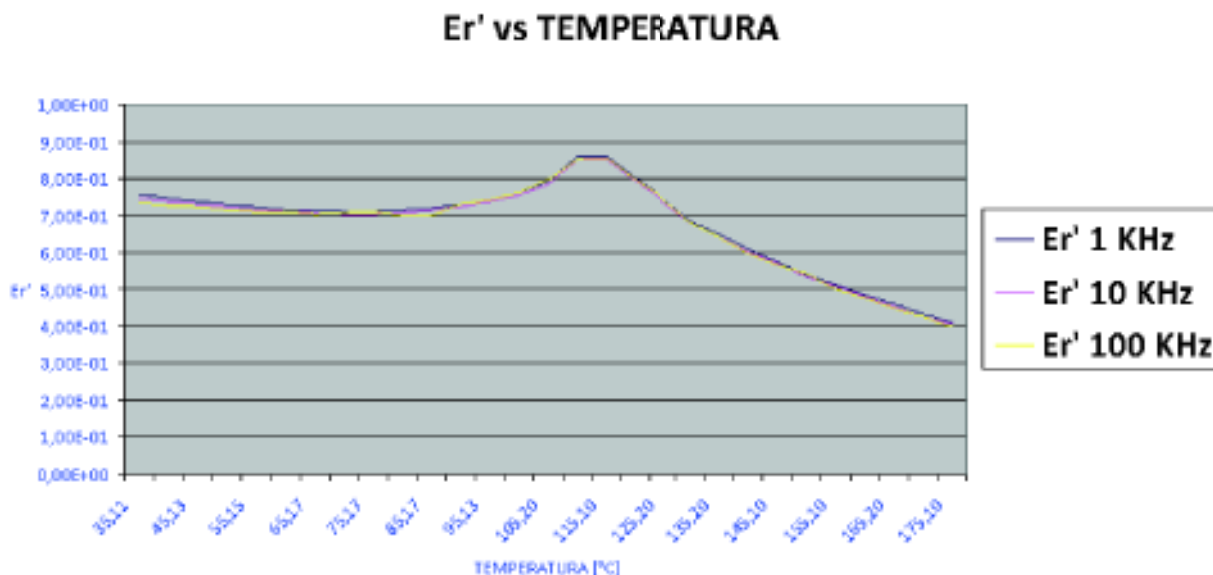
**Figura 4.12.** Curvas  $Er'$  en función de la Temperatura para la muestra de titanato de bario ( $BaTiO_3$ ) obtenidas con el analizador AGILENT 4294A.

De acuerdo a [34] la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico para el  $BaTiO_3$  tiene un valor cercano a  $125^\circ\text{C}$ . En la Tabla 4.2 se listan las temperaturas de Curie obtenidas en este ensayo y el error absoluto calculado utilizando  $125^\circ\text{C}$  como valor real.

**Tabla 4.2.** Temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico para la muestra de  $BaTiO_3$  a diferentes frecuencias.

<b>BaTiO3 (BT)</b>			
	<b>974,12Hz</b>	<b>9965,1Hz</b>	<b>100KHZ</b>
<b>Tc (°C)</b>	115,09	115,09	115,09
<b>Er' (max)</b>	0,872	0,864	0,857
<b>Error Absoluto (Tc)</b>	9,91	9,91	9,91
<b>Error % (Tc)</b>	7,928%	7,928%	7,928%

El ensayo realizado con el analizador HP 4263B LCR METER permitió obtener la representación gráfica de las curvas  $Er'$  vs Temperatura que se muestra en la Figura 4.13, para las frecuencias fijas 1000Hz, 10000Hz y 100000Hz.



**Figura 4.13.** Curvas  $Er'$  en función de la Temperatura para la muestra de titanato de bario ( $BaTiO_3$ ) obtenidas con el analizador HP 4263B.

En la Tabla 4.3 se listan las temperaturas de Curie obtenidas en este ensayo y el error absoluto calculado utilizando  $125^\circ\text{C}$  como valor real.

**Tabla 4.3.** Temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico para la muestra de  $BaTiO_3$  a diferentes frecuencias.

<b>BaTiO<sub>3</sub> (BT)</b>			
	<b>1KHz</b>	<b>10KHz</b>	<b>100KHz</b>
<b>TCurie (°C)</b>	115,10	110,20	115,10
<b>Er' (max)</b>	0,861	0,853	0,856
<b>Error Absoluto (Tc)</b>	9,9	14,8	9,9
<b>Error % (Tc)</b>	7,92%	11,84%	7,92%

Como se puede observar en la Tabla 4.2 y Tabla 4.3, la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico obtenida para la muestra de  $BaTiO_3$  con ambos analizadores es similar y tiene un valor muy cercano al que se indica en el documento de referencia.

#### 4.3.1.2 Muestra de $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$

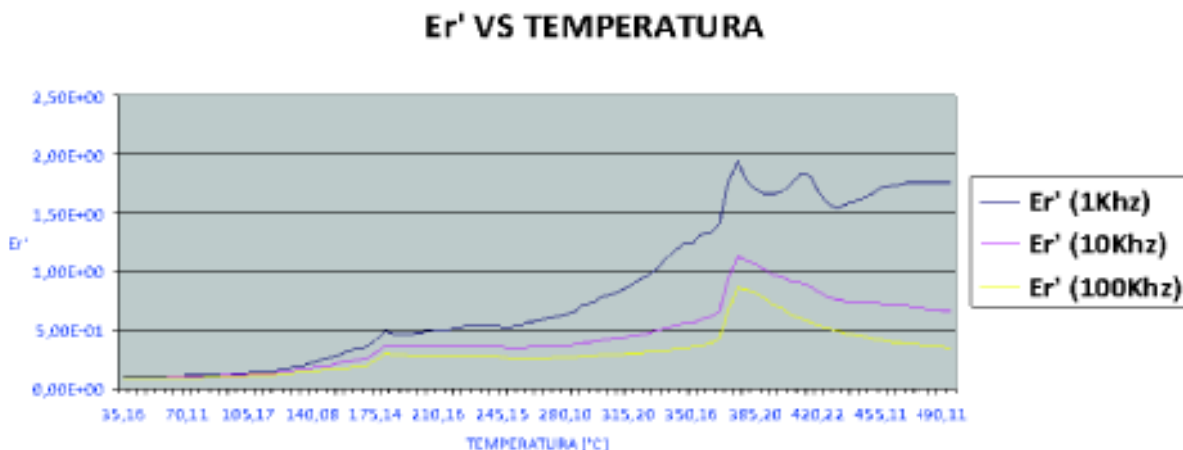
La segunda muestra analizada es el niobato de sodio y potasio  $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$  que se muestra en la Figura 4.14, de aproximadamente 2mm de espesor y 150,12mm<sup>2</sup> de área.



**Figura 4.14.** Muestra de  $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ .

La curva  $Er'$  vs Temperatura para la muestra de  $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$  fue obtenida realizando el calentamiento desde temperatura ambiente hasta 500°C, para así visualizar el pico del valor de la constante dieléctrica (parte real) y obtener la temperatura de Curie.

El ensayo realizado permitió obtener la representación gráfica de las curvas  $Er'$  vs Temperatura que se muestra en la Figura 4.15, para las frecuencias cercanas a 1000Hz, 10000Hz y 100000Hz.



**Figura 4.15.** Er' vs Temperatura para la muestra de niobato de sodio y potasio ( $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ ).

En la Figura 4.15 se puede constatar que esta muestra presenta dos picos en la curva Er' vs Temperatura para las frecuencias cercanas a 1KHz, 10KHz y 100KHz. De acuerdo al artículo científico que estudia el niobato de sodio y potasio [35] presenta dos picos en valores cercanos a 190°C y a 400°C.

En la Tabla 4.4 se listan las temperaturas de Curie obtenidas en este ensayo y el error absoluto calculado, utilizando 190°C y 400°C como valores reales.

**Tabla 4.4.** Temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico para la muestra de  $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$  a diferentes frecuencias.

<b>K<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>NbO<sub>3</sub></b>						
	<b>PRIMER PICO</b>			<b>SEGUNDO PICO</b>		
	<b>1039,6Hz</b>	<b>10036Hz</b>	<b>100KHZ</b>	<b>1039,6Hz</b>	<b>10036Hz</b>	<b>100KHZ</b>
<b>Tc (°C)</b>	180,13	180,13	180,13	375,12	375,12	375,12
<b>Er' (max)</b>	0,49544	0,36757	0,29736	1,9435	1,1296	0,85571
<b>Error Absoluto (Tc)</b>	9,87	9,87	9,87	24,88	24,88	24,88
<b>Error % (Tc)</b>	5,19%	5,19%	5,19%	6,22%	6,22%	6,22%

#### 4.3.1.3 Muestra de PBIT

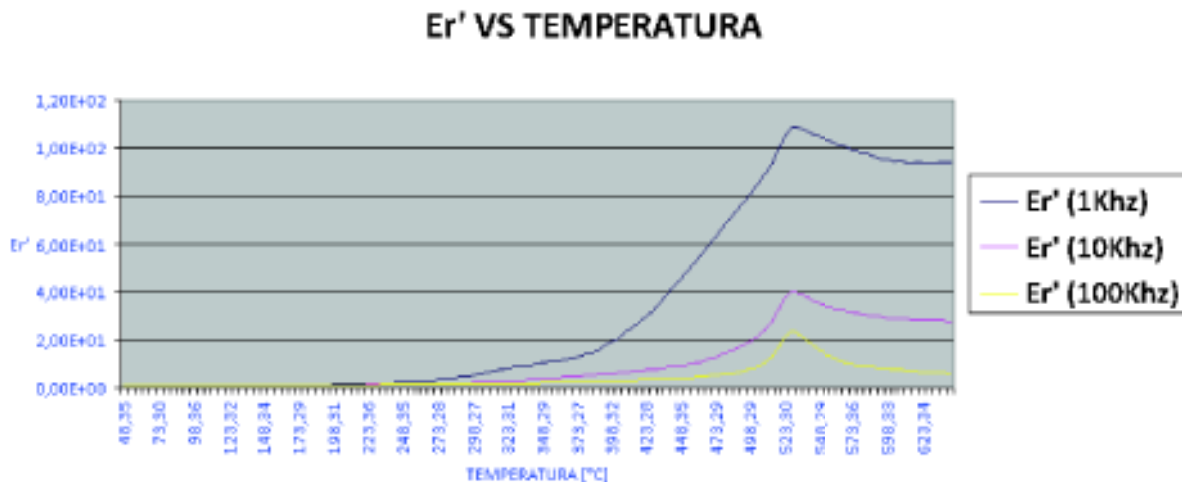
La tercera muestra bajo análisis es el titanato de bismuto y plomo ( $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ) que se muestra en la Figura 4.16, de aproximadamente 0,08mm de espesor y 0,38mm<sup>2</sup> de área.



**Figura 4.16.** Muestra de  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ .

La curva  $\text{Er}'$  vs Temperatura para la muestra de  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  fue obtenida realizando el calentamiento desde temperatura ambiente hasta 650°C, para así visualizar el pico del valor de la constante dieléctrica (parte real) y obtener la temperatura de Curie.

El ensayo realizado permitió obtener la representación gráfica de las curvas  $\text{Er}'$  vs Temperatura que se muestra en la Figura 4.17, para las frecuencias cercanas a 1000Hz, 10000Hz y 100000Hz.



**Figura 4.17.** Er' vs Temperatura para la muestra de titanato de bismuto y plomo (PbBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>).

De acuerdo a [36] la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico para el PbBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> tiene un valor cercano a 535°C. En la Tabla 4.5 se listan las temperaturas de Curie obtenidas en este ensayo y el error absoluto calculado utilizando 535°C como valor real.

**Tabla 4.5.** Temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico para la muestra de PbBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> a diferentes frecuencias.

<b>PBIT (PbBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>)</b>			
	<b>974HZ</b>	<b>9,96KHZ</b>	<b>100KHZ</b>
<b>T<sub>Curie</sub> (°C)</b>	528,31	528,31	528,31
<b>Er' (max)</b>	108,9	40,48	23,88
<b>Error Absoluto (T<sub>c</sub>)</b>	6,69	6,69	6,69
<b>Error % (T<sub>c</sub>)</b>	1,25%	1,25%	1,25%

#### 4.3.1.4 Muestra de P3BIT

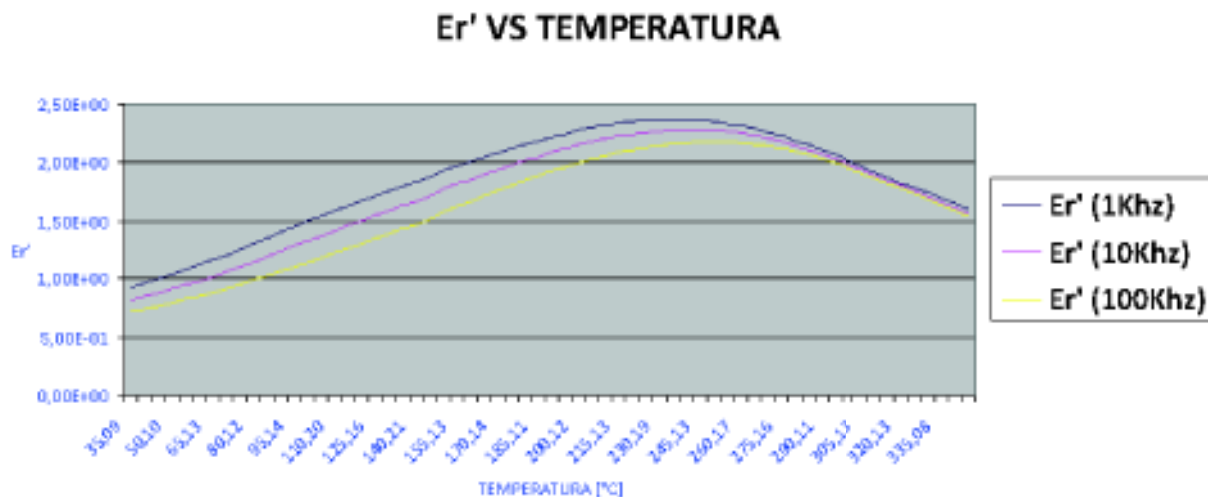
La cuarta muestra analizada es el Pb<sub>3</sub>Bi<sub>4</sub>Ti<sub>6</sub>O<sub>21</sub>, mostrada en la Figura 4.18, de aproximadamente 1,13mm de espesor y 59,50mm<sup>2</sup> de área.



**Figura 4.18.** Muestra de  $\text{Pb}_3\text{Bi}_4\text{Ti}_6\text{O}_{21}$ .

La curva  $\text{Er}'$  vs Temperatura para la muestra de  $\text{Pb}_3\text{Bi}_4\text{Ti}_6\text{O}_{21}$  fue obtenida realizando el calentamiento desde temperatura ambiente hasta  $400^\circ\text{C}$ , para así visualizar el pico del valor de la constante dieléctrica (parte real) y obtener la temperatura de Curie.

El ensayo realizado permitió obtener la representación gráfica de las curvas  $\text{Er}'$  vs Temperatura que se muestra en la Figura 4.19, para las frecuencias cercanas a 1000Hz, 10000Hz y 100000Hz.



**Figura 4.19.**  $\text{Er}'$  vs Temperatura para la muestra de  $\text{Pb}_3\text{Bi}_4\text{Ti}_6\text{O}_{21}$ .

De acuerdo a [36] la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico para el  $\text{Pb}_3\text{Bi}_4\text{Ti}_6\text{O}_{21}$  tiene un valor cercano a  $235^\circ\text{C}$ . En la Tabla 4.6

se listan las temperaturas de Curie obtenidas en este ensayo y el error absoluto calculado, utilizando 235°C como valor real.

**Tabla 4.6.** Temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico para la muestra de Pb<sub>3</sub>Bi<sub>4</sub>Ti<sub>6</sub>O<sub>21</sub> a diferentes frecuencias.

<b>P3BIT (Pb<sub>3</sub>Bi<sub>4</sub>Ti<sub>6</sub>O<sub>21</sub>)</b>			
	<b>1,03KHZ</b>	<b>10,03KHZ</b>	<b>100KHZ</b>
<b>TCurie (°C)</b>	235,16	240,11	250,13
<b>Er' (max)</b>	2,36	2,28	2,18
<b>Error Absoluto</b>	0,16	4,95	14,97
<b>Error %</b>	0,07%	2,11%	6,37

Como se puede observar en las tablas de las muestras analizadas en la mayoría de casos el error en la obtención de la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico no es mayor al 10%, indicando que la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico no se encuentra muy alejada al valor que presentan los documentos de referencia.

#### **4.4 COSTOS DEL PROYECTO**

En la Tabla 4.7 se muestran los costos hasta Mayo 2018 y la lista de materiales utilizados para la construcción e implementación del Sistema Automático de Caracterización Dieléctrica.

Adicional a los costos de los componentes del Sistema Automático de Caracterización Dieléctrica se toma en cuenta que la hora de ingeniería tiene un costo de 12 dólares, y en el desarrollo del sistema se invirtieron un total de 400 horas, dando como total 4800 dólares.



**Tabla 4.7.** Costos de los materiales del Sistema Automático de Caracterización Dieléctrica.

MATERIAL	CANTIDAD	COSTO UNITARIO (USD)	TOTAL (USD)
Controlador de temperatura EUROTHERM 2404/P4	1	765	765
Analizador HP 4263B LCR METER	1	2950	2950
Analizador AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER	1	16500	16500
Interfaz Agilent 82357B	1	195	195
Dispositivo de pruebas Agilent 16089B	1	1230	1230
Controlador de potencia WATLOW DIN-A-MITE	1	131	131
Termopar K	1	23,15	23,15
Hilo de platino	1	110	110
Lámina de platino	1	30	30
Estructura módulo	1	30	30
Soporte portamuestras (Teflón)	1	62	62
Tubos de alúmina	2	19,88	39,76
Ventilador	1	9,5	9,5
Cable extensión Termopar	1	24,08	24,08
Convertidor RS485/USB	1	8,5	8,5
Cable USB	1	5,5	5,5
Breaker	1	4,4	4,4
Base Breaker	1	3,1	3,1
Fusibles	6	0,1	0,6
Cable de poder 1.8m P	1	2,23	2,23
Cable UTP 1m	1	0,5	0,5
Cable 14 awg 1m	6	0,32	1,92
Cable 16 awg 1m	6	0,2	1,2
Portafusibles	2	0,59	1,18
Conectores Eléctricos	1	15	15
Costo de Ingeniería			4800
<b>TOTAL</b>			<b>26943,62</b>

## CAPÍTULO 5

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

En este capítulo se detallan las conclusiones y las recomendaciones a las que se ha llegado durante todo el desarrollo del proyecto de titulación.

#### 5.1 CONCLUSIONES

- Se ha cumplido satisfactoriamente con el objetivo de diseñar e implementar un sistema automático de medición de la constante dieléctrica y de la impedancia de materiales cerámicos, en función de la frecuencia del campo aplicado y de la temperatura.
- La espectroscopia de impedancia compleja es un método no destructivo que permite determinar propiedades eléctricas de un material, tales como constante dieléctrica, conductancia e impedancia en función de la frecuencia, permitiendo así encontrar la temperatura de transición de fase del estado ferroeléctrico al paraeléctrico de las muestras analizadas.
- El sistema automático de caracterización dieléctrica implementado permite controlar la temperatura en todo el rango de medida, establecer la comunicación entre el analizador de impedancias y el computador, realizar la adquisición de medidas de impedancia y las medidas asociadas a la constante dieléctrica de forma automática, y finalmente generar los reportes de los datos almacenados durante el desarrollo del ensayo de caracterización.
- Los Instrument Drivers y el Report Toolkit de Labview permiten reducir el tiempo de desarrollo del programa de la interfaz de usuario debido a que proporcionan funcionalidades específicas que facilitan el establecimiento de comunicación con los analizadores y la generación de reportes. Sin embargo, es importante señalar que en varios casos éstos debieron ser modificados de acuerdo a los requerimientos

específicos de la interfaz de usuario del sistema automático de caracterización dieléctrica.

- Los valores de la temperatura de transición de fase obtenidos para las diferentes muestras analizadas permiten evidenciar el correcto funcionamiento del sistema automático de caracterización. En la comparación de los valores de la temperatura de transición de fase se puede apreciar que los valores obtenidos están en concordancia con los valores tomados como referencia para cada una de las muestras analizadas.
- Para el control de temperatura del presente trabajo es suficiente utilizar un controlador PI ya que el proceso requiere una tasa de calentamiento baja y que no exista grandes oscilaciones entre los valores de temperatura
- Para sintonizar el controlador de temperatura EUROTHERM en primer lugar se optó por realizar el autotuning pero debido al tiempo de respuesta de la planta (horno eléctrico) no se pudo obtener los parámetros. Es así que se optó por el método de sintonización en base a la curva de reacción del proceso. El método de sintonización basado en la curva de reacción permite caracterizar la respuesta del proceso mediante un modelo simple en función de transferencia. Los valores de los parámetros del controlador PI obtenidos en base a método de la curva de reacción pueden ser ajustados hasta lograr la respuesta deseada del sistema.
- Al diseñar la interfaz de usuario del sistema automático de caracterización dieléctrica se buscó satisfacer los requerimientos del sistema y los requerimientos del usuario con los recursos disponibles. Además se priorizó la facilidad de operación presentando avisos de los eventos importantes durante la puesta en marcha y la ejecución del ensayo de caracterización.

## 5.2 RECOMENDACIONES

- Para obtener óptimos resultados es recomendable que el ensayo de caracterización comience desde temperatura ambiente y que la tasa de calentamiento tenga un valor de  $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  para tener un calentamiento lento y así evitar daños en los tubos de alúmina que se encuentran dentro de la célula de medida.
- Antes de modificar los parámetros del controlador EURO THERM, es recomendable realizar una copia de la configuración actual del controlador, ya que de producirse algún inconveniente con la nueva configuración del controlador no existe la opción de volver a la configuración de fábrica.
- Se recomienda que las muestras a ser caracterizadas con el sistema automático de caracterización dieléctrica cuenten con los electrodos de pintura de plata en buen estado y que estas sean colocadas correctamente en el portamuestras para evitar alteración en las medidas.
- El sistema automático de caracterización dieléctrica se encuentra implementado para trabajar con los analizadores HP 4263B LCR METER y AGILENT 4294A PRECISION ANALYZER pero se recomienda realizar el ensayo de caracterización con el analizador AGILENT 4294A ya que este posee un amplio rango de frecuencia.

## Referencias Bibliográficas

- [1] Textoscientificos.com. (2018). “Otros aspectos de interés sobre las electrocerámicas”. [En línea]. Available: <https://www.textoscientificos.com/quimica/ceramicas-avanzadas/otros-aspectos-electroceramicas>
- [2] Pedro Durán Martín, “*Propiedades Ferro Eléctricas de Materiales Cerámicos con Estructura Tipo Aurivillius De Composiciones Basadas En  $Bi_2 Sr Nb_2 O_9$* ”, Memoria de título, Doctor en Ciencias Físicas, Dpto. de Física de Materiales, Universidad Autónoma de Madrid, 1997.
- [3] Evgenij Barsoukov y J. Ross Macdonald, “*Impedance Spectroscopy Theory, Experiment, and Applications*”, Segunda edición ed., John Wiley & Sons, 2005.
- [4] Silvana Raquel Guitarra Bastidas, “*Estudio de la microestructura y las propiedades eléctricas de las cerámicas policristalinas  $Sn_xTi_{1-x}O_2$ , con  $x=0.25, 0.50, 0.75$* ”, Quito, Departamento de Física de la EPN 2006.
- [5] Keysight Technologies, “*Solutions for Measuring Permittivity and Permeability with LCR Meters and Impedance Analyzers*”. [En línea]. Available: <http://literature.cdn.keysight.com/litweb/pdf/5980-2862EN.pdf>
- [6] Wikipedia, “*LCR meter*”, [En línea]. Available: [https://en.wikipedia.org/wiki/LCR\\_meter](https://en.wikipedia.org/wiki/LCR_meter)
- [7] Keysight Technologies, “*4263B LCR Meter*”, [En línea]. Available: <http://www.keysight.com/en/pd-1000000850%3Aeapsg%3Apro-pn-4263B/lcr-meter-100-hz-to-100-khz?cc=EC&lc=eng>
- [8] *Agilent 4263B LCR Meter Operation Manual*, Sexta edición, Agilent Technologies, Japon, 2003.
- [9] Keysight Technologies, “*4294A Precision Impedance Analyzer*”, [En línea]. Available: <http://www.keysight.com/en/pd-1000000858%3Aeapsg%3Apro-pn-4294A/precision-impedance-analyzer-40-hz-to-110-mhz?nid=-32775.536879654.00&cc=EC&lc=eng>

- [10] *Agilent 4294A Precision Impedance Analyzer Operation Manual*, Séptima edición, Agilent Technologies, Japon, 2003.
- [11] Keysight Technologies, “ *16089B Medium Kelvin Clip Lead* ”, [En línea]. Available: <http://www.keysight.com/en/pd-1000000489%3Aepsg%3Apro-pn-16089B/medium-kelvin-clip-lead?nid=-34051.536879617&cc=EC&lc=eng>
- [12] Carlos A. Smith y Armando B. Corripio, “*Principles and Practice of Automatic Process Control*”, Segunda edición ed., John Wiley & Sons, 2004.
- [13] A. González, E. Sánchez y J. M. Ramos, “*Controlador de temperatura con rampa de calentamiento*”, en 6to. Congreso Nacional de Mecatrónica, Noviembre, 2007, pp. 80-83.
- [14] K. J. Astrom y R. M. Murray, “*Feedback Systems: An Introduction for Scientists and Engineers*”, Princeton: Princeton University Press, 2008.
- [15] V. Mazzone, “*Controladores PID*”. [En línea]. Argentina: Universidad Nacional de Quilmes, 2002. Available: [www.eng.newcastle.edu.au/~jhb519/teaching/caut1/Apuntes/PID.pdf](http://www.eng.newcastle.edu.au/~jhb519/teaching/caut1/Apuntes/PID.pdf)
- [16] Eurotherm, “*Pid Control and Controller Tuning Techniques*”, [En línea]. Available: <http://www.dcnz.com/resources/tutorials/pid.pdf>
- [17] *Models 2408 and 2404 Process Controller User Manual*, Eurotherm, Durrington, 2014.
- [18] Watlow, “*SCR Power Control The Watlow Educational Series Book Six*”, [En línea]. Available: [http://www.i-marshall.co.kr/catalog/watlow/w\\_con02/acrobat\\_user\\_manuals/WE6E\\_16.pdf](http://www.i-marshall.co.kr/catalog/watlow/w_con02/acrobat_user_manuals/WE6E_16.pdf)
- [19] Pyromation, “*Thermocouple Theory*”, [En línea]. Available: [http://www.pyromation.com/Downloads/Doc/Training\\_TC\\_Theory.pdf](http://www.pyromation.com/Downloads/Doc/Training_TC_Theory.pdf)
- [20] AnalogDialog, “*Two Ways to Measure Temperature Using Thermocouples Feature Simplicity, Accuracy, and Flexibility*”, [En línea]. Available: <http://www.analog.com/en/analog-dialogue/articles/measuring-temp-using-thermocouples.html>
- [21] “*Series 2000 Communication Handbook*”, Eurotherm, 2011.
- [22] “*NI-488.2 User Manual for Windows*”, National Instruments, Texas, 2000.

- [23] National Instruments, “*GPIB Messages*”, [En línea]. Available: <http://www.ni.com/white-paper/3389/en/>
- [24] Taylor Electronics Services, “*GPIB TUTORIAL*”, [En línea]. Available: <http://www.tayloredge.com/reference/Interface/gpib3.pdf>
- [25] Fausto G. Avilés, “*Instalaciones Industriales*”, 2005.
- [26] *DIN-A-MITE Style B Solid-State Power Controller User’s Manual*, WATLOW, Minnesota, 2016.
- [27] K. J. Astrom y R. M. Murray, “*Feedback Systems: An Introduction for Scientists and Engineers*”, Princeton: Princeton University Press, 2008.
- [28] S. Skogestad, "Simple analytic rules for model reduction and PID controller tuning", *Journal of Process Control*, 2003.
- [29] Lenntech, “*Platino (Pt) Propiedades químicas y efectos sobre la salud y el medio ambiente*”, [En línea]. Available : <https://www.lenntech.es/periodica/elementos/pt.htm>
- [30] Keysight Technologies, “*GPIB, USB and Instrument Control for easy PC-to-Instrument Connections*”, [En línea]. Available: <http://literature.cdn.keysight.com/litweb/pdf/5989-1889EN.pdf>
- [31] National Instruments, “*Instrument Drivers*”, [En línea]. Available: <http://www.ni.com/tutorial/4376/en/>
- [32] National Instruments, “*Developing LabVIEW Plug and Play Instrument Drivers*”, [En línea]. Available: <http://www.ni.com/tutorial/3271/en/#toc1>
- [33] Definición.DE (2018). “*DEFINICIÓN DE REPORTE*”. [En línea]. Available: <https://definicion.de/reporte/>
- [34] Petrovsky, V., Petrovsky, T., Kamlapurkar, S. and Dogan, F. (2008). Dielectric Constant of Barium Titanate Powders Near Curie Temperature. *Journal of the American Ceramic Society*, 91(11), pp.3590-3592.
- [35] Birol, H., Damjanovic, D. and Setter, N. (2006). Preparation and characterization of (K<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>)NbO<sub>3</sub> ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 26(6), pp.861-866.
- [36] Lascano, L., Caballero, A., Villegas, M., Moure, C., Durán, P. and Fernández, J. (1999). *Materiales cerámicos texturados*

$\text{Pb}_x\text{Bi}_4\text{Ti}_{3+x}\text{O}_{12+3x}$

( $x=0,1,2,3$ ). Parte II: Propiedades dieléctricas. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 38(6), pp.573-576.



**ANEXOS:**

Anexo A. Manual de usuario

Anexo B. Diagramas de flujo

Anexo C: Planos estructurales del Módulo de control de temperatura