

Instalación para medir el lazo de histéresis y las corrientes de conmutación en láminas delgadas de materiales ferroeléctricos

D. Rivero, L. Pardo^a, R. Jiménez^a

Instituto Superior de Ciencias y Tecnologías de Avanzada. CITMA. Cuba; doris@instec.cu †

^a) Instituto de Ciencia de los Materiales de Madrid, CSIC, España; riqjim@icmm.csic.es, lpardo@icmm.csic.es

†autor para la correspondencia

Recibido el 15/7/2008. Aprobado en versión final el 07/07/2009.

Sumario. La característica principal de un material con propiedades ferroeléctricas es el lazo de histéresis de la polarización. Por otro lado, en la aplicación de los materiales ferroeléctricos preparados como láminas delgadas en memorias no volátiles de acceso aleatorio (NvFeRAM) el conocimiento de la velocidad de conmutación es necesario. Existen dispositivos comerciales que permiten realizar estas medidas en un amplio rango de frecuencias y campos eléctricos. Por otro lado sistemas de medidas ferroeléctricas flexibles pueden implementarse combinando aparatos específicos controlados por un ordenador. En el presente trabajo se describe la modernización de una instalación para estudiar el lazo de histéresis y el transitorio de conmutación ferroeléctrica en láminas delgadas. La instalación se ha desarrollado utilizando las técnicas de la instrumentación virtual, usando equipamiento de medición convencional acoplado a una computadora personal a través de una interfaz estándar IEE488 y el paquete de programación LabVIEW.

Abstract. The main characteristic of a material with ferroelectric properties is the hysteresis loop of its polarization. On the other hand, the information about the switching time is necessary in the application of the ferroelectric materials prepared as thin films in random access non volatile memories (NvFeRAM). On the other hand flexible systems to do ferroelectrics measurements can be implemented combining specific equipments controlled by a computer. In this work is described the upgrading of an installation to measure the hysteresis loops and the switching current transitory in thin films. The installation has been developed using the virtual instrumentation techniques, using conventional equipment of measurements coupled to a personal computer through a standard interface IEE488 and LabVIEW.

Palabras clave. Histéresis ferroeléctrica 77.80.Dj, materiales ferroeléctricos, 77.84.Lf

1 Introducción

Durante los últimos años, ha atraído mucha atención el uso de láminas delgadas ferroeléctricas para su aplicación en memorias de ordenador de acceso aleatorio no volátiles (NvFeRAM), debido a la habilidad de estos materiales para conmutar la polarización entre dos estados estables^{1,2}. La conmutación entre los dos estados estables de la polarización, puede realizarse mediante la aplicación de una onda eléctrica alterna (sinusoidal o triangular) a la muestra, midiéndose la corriente o la car-

ga expulsada. En el caso de la medida de la carga se obtiene el lazo de histéresis que es la característica más importante de los materiales ferroeléctricos³. Del lazo de histéresis se obtiene información relevante de la polarización ferroeléctrica y su conmutación, como la polarización a saturación (P_{st}) la polarización espontánea (P_s), la polarización remanente (P_r) el campo coercitivo (E_c), y el campo de BIAS d.c. (E_b) entre otros parámetros⁴. Esta información es muy útil para conocer las posibilidades de uso en dispositivos de la lámina delgada ferroeléctrica.

El método clásico de medición de estos lazos ha sido empleando el circuito Sawyer – Tower aplicando a las muestras un voltaje alterno y midiendo la polarización correspondiente a cada valor de voltaje⁵. Es también utilizado el método de medir la densidad de corriente del lazo de histéresis usando sistemas de medida de masa virtual⁶. En el caso de láminas delgadas ferroeléctricas y a diferencia de las cerámicas masivas, los lazos de histéresis se suelen trazar a frecuencias relativamente altas (> 100 Hz). La variación del ciclo de histéresis con la frecuencia de la onda de voltaje aplicada da información sobre la cinética de conmutación y la influencia de los campos de despolarización sobre la conmutación (Variación del campo coercitivo con la frecuencia).⁷

Por otro lado la forma más directa de medir la cinética de conmutación ferroeléctrica es la medida del transitorio de corriente de conmutación (J_s), mediante la aplicación de pulsos de voltaje a la muestra. El tiempo de conmutación ferroeléctrica se define como el tiempo necesario para que la densidad de corriente de conmutación se reduzca una cierta fracción, casi siempre el 90% de su valor máximo siendo del orden de ns en láminas delgadas⁸. El tiempo de conmutación va a limitar la velocidad de escritura / lectura del dispositivo de memoria NVFeRAM, por lo que su conocimiento es fundamental en la caracterización de láminas delgadas ferroeléctricas. La medida del transitorio J_s vs t permite estudiar el mecanismo de conmutación en las láminas, mediante la aplicación de modelos físicos adecuados.⁹

Así la puesta en marcha de técnicas experimentales de medida de lazos de histéresis y corrientes de conmutación es necesaria para la correcta caracterización de las láminas ferroeléctricas con vistas a su posible empleo en memorias RAM no volátiles.

Para llevar a cabo estas medidas existen equipos comerciales como el RT66B de Radiant Technologies y el TF 2000 de AIXACCT. Debido a que el rango de frecuencia empleado debe ser alto y los pulsos cortos (microsegundos (μ s)), únicamente los productos de gama más alta de Radiant y AixACCT son adecuados.

Por otra parte la instrumentación virtual, es aquella que se desarrolla utilizando un sistema de adquisición de datos digitales combinado con un programa que garantice su funcionalidad, o dicho de otra forma, un programa y un hardware adicionados a una computadora u ordenador de propósitos generales de tal forma que el usuario puede interactuar con la computadora tal como si esta fuese la instrumentación tradicional diseñada a tal efecto. La instrumentación virtual tiene la ventaja de resultar más económica que la instrumentación especializada y/o tradicional, además tiene la flexibilidad de poder ser reajustada a las necesidades experimentales en cada momento.^{10, 11}

Como antecedente a este trabajo, se había desarrollado una instalación para medir el lazo de histéresis en cerámicas utilizando las técnicas de instrumentación virtual y labVIEW, pero con el uso de un sistema de adquisición de datos insertado dentro del ordenador.¹²

El objetivo de este trabajo ha sido la modernización de una instalación de medición de los lazos de histéresis a la que se ha añadido la medición de la densidad de corriente de conmutación en láminas delgadas de materiales ferroeléctricos construida con instrumentación electrónica convencional con interfaz estándar GPIB IEEE 488, para su conexión a los ordenadores y el paquete de programación gráfica LabVIEW.



Figura 1. Esquema general de la instalación.

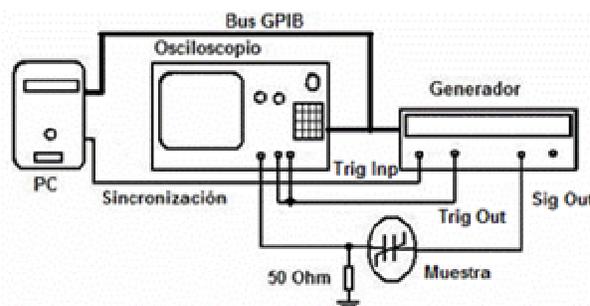


Figura 2. Circuito para medir las densidades de corriente de conmutación y relajación.

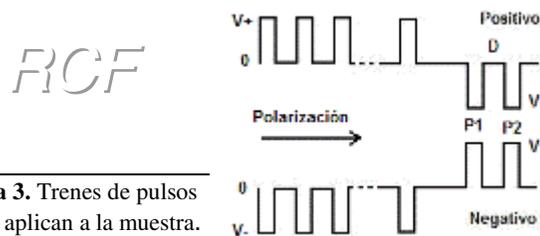


Figura 3. Trenes de pulsos que se aplican a la muestra.

2 Descripción de la instalación

Para conformar la instalación se ha usado un osciloscopio digital Tektronic TDS 520, un generador programable de pulsos y funciones HP 8116 A y un amplificador de corriente Keithley K428, conectados a través de la interfaz GPIB IEEE488 a un ordenador (PC) como se muestra en la figura 1. Completan el hardware de la instalación el portamuestras y los circuitos de conexión para cada una de las mediciones.

Para realizar las mediciones de las densidades de corrientes de conmutación y relajación, así como para medir los lazos de histéresis en muestras de láminas delgadas de materiales ferroeléctricos, se han desarrollado un grupo de programas usando el paquete de programación gráfica comercial LabVIEW 8.25 y la tecnología de instrumentación virtual.

Desarrollo del dispositivo de medida del transitorio de corriente de conmutación. Cuando se miden las densidades de corrientes de conmutación en función del tiempo así como la densidad de las corrientes de

relajación se aplica a las láminas los trenes de pulsos desde el generador y se miden las respuestas en la muestra con el osciloscopio, usando el circuito mostrado en la figura 2. Para estas mediciones se controla el disparo externo del generador desde la PC a través de su puerto estándar LPT1 con el fin de sincronizar el inicio de las mediciones con el de los trenes de pulsos a generar, ver

figura 3.

El tren de pulsos se usa para polarizar el condensador ferroeléctrico en uno de los sentidos, después se espera un tiempo, donde puede haber una cierta relajación, y se dan dos pulsos del mismo signo P_1, P_2 con una separación entre ellos D , ver referencia [8].

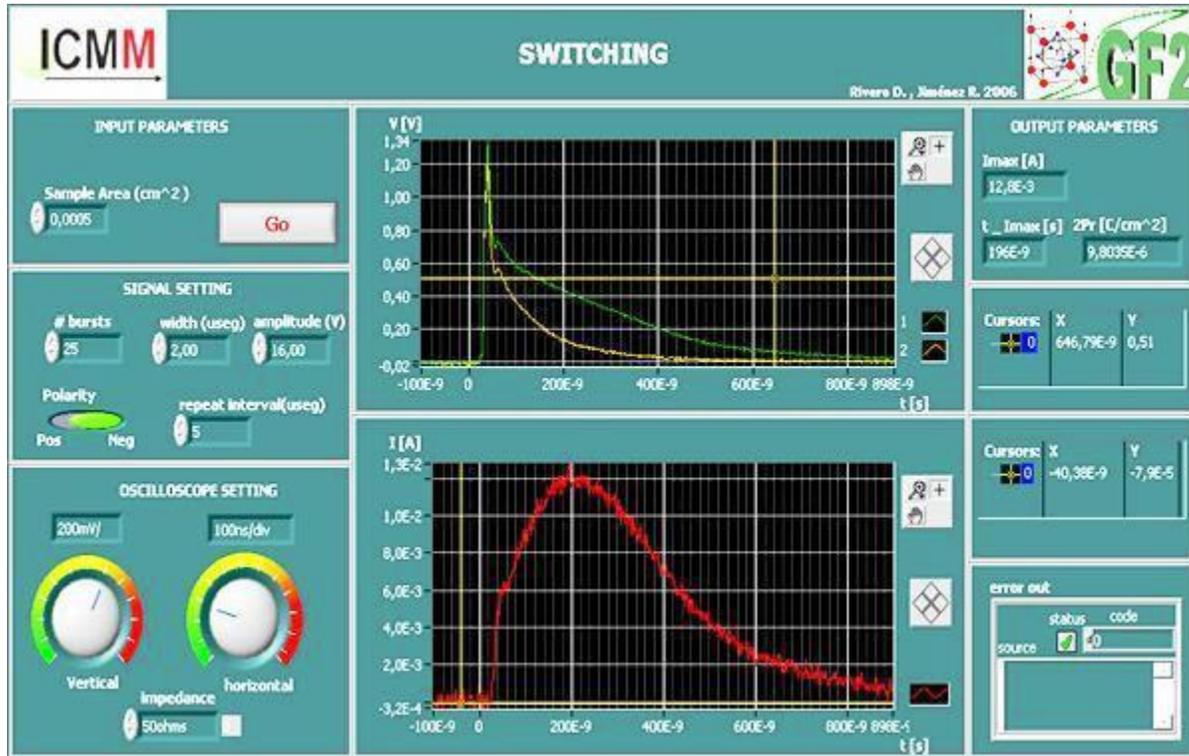


Figura 4. Pantalla principal del instrumento virtual SWITCHING.

El primer pulso conmuta la muestra en sentido contrario y además carga el condensador en el sentido del campo eléctrico aplicado. El segundo pulso vuelve a polarizar el condensador en el sentido del campo aplicado, ya que durante el tiempo de espera (D), cuando el voltaje aplicado es cero ($V=0$), se debe haber relajado. Idealmente la corriente de respuesta al primer pulso puede describirse como $j_1 = j_s + j_{ns}$; siendo la del segundo

$j_2 = j_{ns}$, de lo que se deduce que

$$J_s = j_1 - j_2$$

donde j_s corriente de conmutación, j_{ns} corriente de no conmutación.

Cuando el ferroeléctrico no es ideal durante la relajación, ($V=0$), hay una despolarización de manera que el segundo pulso volverá a polarizar el condensador y a volver a conmutar la polarización relajada siendo la corriente del segundo pulso:

$$j_2 = j_{ns} + j_{rs};$$

donde J_{rs} corriente de reconmutación. Y lo que obtenemos al restar la corriente asociada a los pulsos:

$$j_1 - j_2 = j_s - j_{rs};$$

es decir, menos corriente.

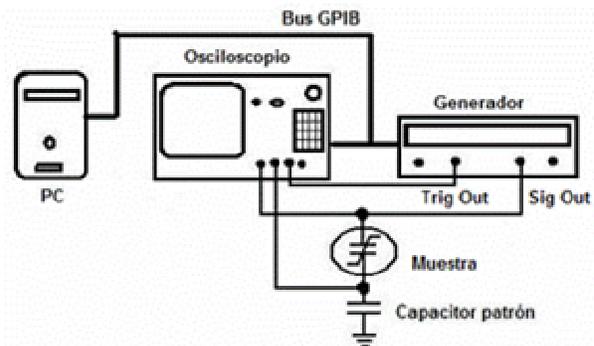


Figura 5. Esquema del dispositivo experimental para medir los lazos de carga.

El experimento de relajación consiste en medir el transitorio a $V=0$ durante el tiempo D . De esta medida podemos obtener cuanta polarización ferroeléctrica se relaja o en otras palabras no es remanente.

Con ayuda de la pantalla principal de los instrumentos virtuales desarrollados SWITCHING, figura 4 (al final

del artículo) y **RELAXATION** se escogen los parámetros correspondientes a la muestra de lámina bajo estudio, los trenes de pulsos que se aplicarán a la misma (amplitud y número de pulsos para la polarización; polaridad, duración y distancia entre los pulsos de escritura) y la configuración necesaria para el osciloscopio.

En la misma pantalla se muestran los gráficos de las señales medidas y la corriente de conmutación y relajación calculadas, así como los valores de la corriente máxima, tiempo para la corriente máxima y la polarización remanente correspondiente.

Desarrollo del sistema de trazado de lazos de histéresis. Cuando se miden los lazos de histéresis se usan dos tipos de circuitos, el clásico circuito de Sawyer y Tower, con el que se toma la señal del condensador pa-

trón o de referencias y se obtienen los lazos de carga, ver figura 5.

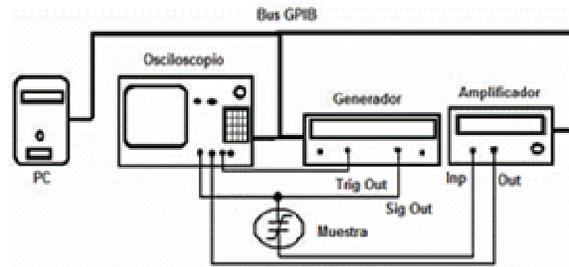


Figura 6. Esquema del dispositivo experimental para medir los lazos de densidad de corriente.

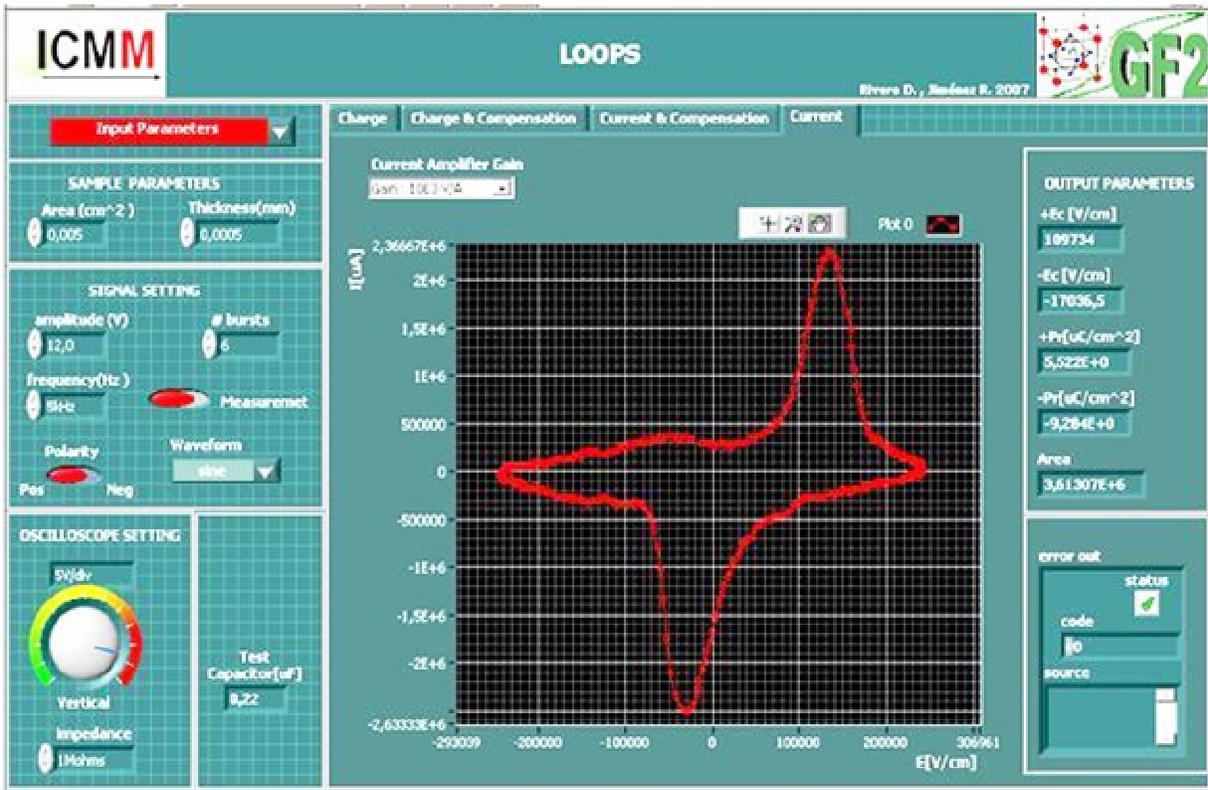


Figura 7. Pantalla principal del instrumento virtual **LOOPS**

3 Resultados.

Como resultados del trabajo se cuenta con una instalación funcional y flexible para medir los lazos de histéresis y las corrientes de conmutación y de relajación con características modernas que permite ajustar y cambiar los parámetros según las necesidades del experimento, así como guardar los ficheros de datos para ser analizados usando otros software más especializados y desarrollados al efecto.

La incertidumbre en las mediciones con esta instalación es la típica en mediciones experimentales y hemos tomado para su estimación el método propuesto por Ra-

mos P. en [6]. En el caso de los lazos de histéresis hay que tener en cuenta las desviaciones estándar al medir los voltajes con el osciloscopio, y la de la superficie del electrodo y al medir las corrientes con el amplificador. En el caso de las corrientes de conmutación depende además de la resolución en tiempo del osciloscopio por tanto estimamos nuestras incertidumbres aproximadamente de 6% para P_r y E_c , en las medidas de ciclo mientras que en las de conmutación es aproximadamente un 8% para la P_r y un 10% para el tiempo de conmutación t_{sw} .

Usando la instalación han sido medidas algunas de estas características en varias muestras de laminas delga-

das de $\text{Pb}_{0.76}\text{Ca}_{0.24}\text{TiO}_3$ obtenidas por Sol-Gel preparadas en el Departamento de Materiales Ferroelectricos del ICMM. En la figura 8 se muestra un ejemplo de mediciones de transitorio de corriente de conmutación en láminas delgadas realizados con esta instalación. Estas densidades de corrientes son las resultantes de aplicar a una de las muestras pulsos de $4\mu\text{s}$ y 12V con una separación de $10\mu\text{s}$ entre ellos. En la figura 9 se muestra un ejemplo de medidas de lazos de corriente realizados con la instalación.

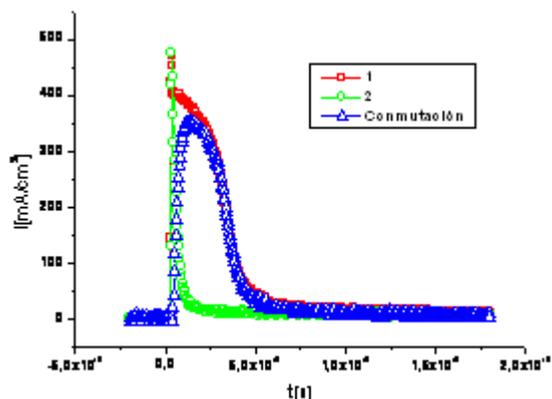


Figura 8. Medición de tiempos de conmutación en láminas delgadas.

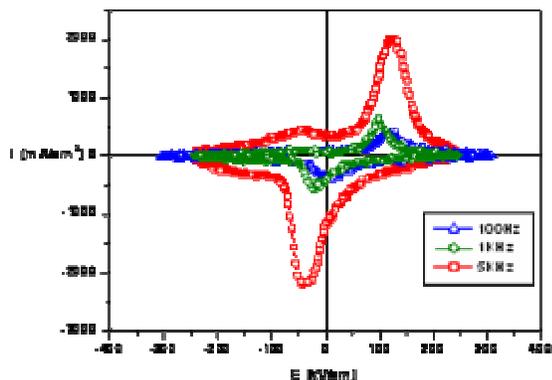


Figura 9. Lazos de corriente en láminas delgadas.

En el caso de láminas delgadas donde la amplitud del voltaje aplicado es baja, en nuestro dispositivo experimental $V_{\text{max}} = 16\text{V}$, es posible emplear el método alternativo basado en la medida de la corriente amplificada y convertida en voltaje del lazo, directamente en el osciloscopio. Para la amplificación se emplea un amplificador inversor de banda ancha como se muestra en la figura 6.

En ambos casos se usa la pantalla principal del instrumento virtual **LOOPS** (figura 7) desde donde se selecciona el tipo de lazo a medir (carga o corriente), se in-

troducen los parámetros de la muestra y el condensador de referencia a usar en caso de lazos de carga, y la ganancia para el amplificador en caso de lazos de corriente. Desde la misma se escogen además los parámetros de la señal a aplicar a la muestra y la configuración necesaria para el osciloscopio. En la misma pantalla se muestra el gráfico del lazo medido y algunos parámetros del mismo calculados a partir de las mediciones efectuadas.

Una particularidad especial en el instrumento de los lazos es que se ha programado de tal forma que puede medirse el lazo luego de aplicar el primer tren de ondas, o el llamado primer ciclo, que puede ser empleado para conocer el estado de autopolarización del condensador ferroelectrico. También permite la programación de tratamientos eléctricos a los condensadores ferroelectricos mediante la aplicación de trenes de ondas de duración programable.

Agradecimientos

Este trabajo fue respaldado por la red de excelencia europea Multifunctional & Integrated Piezoelectric Devices (No-E Mind CE FP6515757-2). Los autores agradecen a la Dr. M.L. Calzada la disponibilidad de muestras.

Referencias

1. O. Auciello, JF Scott, R. Ramesh. Phys. Today 1998; 51(7) 22.
2. CA-Paz de Araujo, JD Cuchiaro, LD McMillan, MC Scott, JF Scott. Nature (1995); 647, 627
3. E. Fatuzzo and W. J. Merz, in Ferroelectricity, ed. North-Holland (1967).
4. R. Jiménez, C. Alemany, ML. Calzada, A. González, J. Ricote, J. Mendiola. J. Appl phys A, 2002, 75(5), 607.
5. B. Jaffe, W. R. Cook Jr and H. Jaffe Piezoelectric Ceramics, Academic Press (1971)
6. P. Ramos Estudio de la Ferroelectricidad en Láminas Delgadas de Titanato de Plomo modificados, obtenidas por Sol-Gel. Tesis de Doctorado. Facultad de Ciencias UAM (1997)
7. M. Dawber, P. Chandra, PB. Littlewood, JF Scott. J. Phys. Cond. Matt.2003, 15(24), L393.
8. PK. Larsen, GLM. Kampschöer, MJE Ulenaers, GACM Spierings, R. Cuppens. Appl. Phys. Lett. 1991, 59(5), 611.
9. JF. Scott "Ferroelectric memories". (2000) Springer-Verlag Berlin and Heidelberg GmbH & Co. KG.
10. La Instrumentación Virtual. Nacional Instrument Corp. Traducción al español: Tracnova S. A., www.tracnova.com
11. LabVIEW Measurements Manual. Nacional Instrument Corp. 2000. P.N. 322661A-01.
12. D. Rivero, J. Portelles, J.I. Benavides, M. Hernández, F. J. Quiles, M. Díaz. Rev. Cub. Física vol. 25 No. 2B (2008), 133.