



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2019 00723

(22) Data de depozit: 11/11/2019

(41) Data publicării cererii:
30/06/2020 BOPI nr. 6/2020

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
DEZVOLTARE PENTRU FIZICA
MATERIALELOR (INCDFM),
STR.ATOMIȘTILOR, NR.405A, CP.MG-7,
MĂGURELE, IF, RO

(72) Inventatori:
• BONI ANDRA GEORGIA, STR.FOCȘANI,
NR.10, BL.M193, SC.1, ET.6, AP.37,
SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
• CHIRILĂ CRISTINA FLORENTINA,
DRUMUL TABEREI, NR.48, BL.GII3, ET.10,
AP.64, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• PINTILIE LUCIAN, STR.ALUNIȘ NR.10,
MĂGURELE, IF, RO

(54) METODĂ DE CARACTERIZARE DIELECTRICĂ
A STRUCTURILOR FEROELECTRICE ÎN RELAȚIE
CU REVERSAREA POLARIZĂRII

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă de caracterizare dielectrică a structurilor feroelectrice în mod dinamic și în relație cu reversarea polarizării. Metoda, conform invenției, se bazează pe aplicarea unor pulsuri de tip trapezoidal de amplitudine maximă variabilă și de frecvență fixă, valorile R_p și C_p echivalente fiind determinate prin analiza la diferite momente de timp a curentului rezultat în urma aplicării pulsului de tensiune.

Revendicări: 4
Figuri: 4

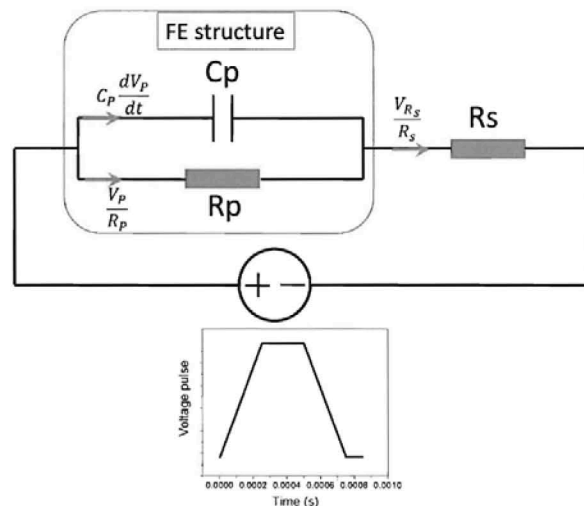


Fig. 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



36.

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	
Cerere de brevet de invenție	
Nr. a	2019 00 723
Data depozit	11-11-2019

1

Descrierea invenției:

METODA DE CARACTERIZARE DIELECTRICA A STRUCTURILOR FERROELECTRICE IN RELATIE CU REVERSAREA POLARIZARII

Prezenta invenție se referă la o metodă simplă de a obține informații despre caracteristicile dielectrice a unei structuri feroelectrice în mod dinamic și în relație cu reversarea polarizării. Metoda propusă se bazează pe aplicarea unor pulsuri de tip trapezoidal de amplitudine maximă variabilă și de frecvență fixă. Considerând un circuit echivalent de tip RpCp paralel atribuit structurii feroelectrice și analizând pentru diferite momente temporale, curentul rezultat prin structură, se determină valorile Rp și Cp în relație cu diferite grade de polarizare a structurii feroelectrice. Metoda descrisă permite caracterizarea dielectrică folosind un singur dispozitiv de tip feristerster, folosit în mod curent pentru măsurarea curbelor de histerezis polarizare-tensiune. De asemenea metoda propusă poate fi folosită pentru caracterizarea dielectrică a altor tipuri de structuri ne-feroelectrice ce prezintă răspuns neliniar în câmp electric aplicat și cărora li se pot atribui circuite echivalente de tip RpCp.

Materialele feroelectrice sunt o clasă de materiale ce prezintă polarizare spontană nenulă a cărei direcție se poate schimba prin aplicarea unui câmp electric extern [1]. Acestea sunt folosite pentru o multitudine de aplicații [2]. De asemenea, o altă proprietate intrinsecă a acestor materiale este tunabilitatea capacității în câmp electric aplicat. În mod uzual caracterizarea dielectrică a structurilor feroelectrice se face prin măsurarea unei curbe capacitate-tensiune, ce are o formă de tip fluture [3]. Aceasta poate fi obținută, de exemplu, folosind o punte RLC prin aplicarea unei tensiuni constante d.c. și măsurarea unei impedanțe complexe prin aplicarea unui semnal a.c. de amplitudine mică. Considerând diferite circuite echivalente, rezultatele măsurătorii de impedanță

Director General INCDEM

Dr. Ionuț Erculeșcu

pot fi transformate in masuratori de capacitate, rezistenta etc. O alta metoda de obtinere a unei curbe capacitate-tensiune este prin derivarea curbei de histerezis polarizare-tensiune, tinand cont de relatia $C \sim \frac{dP}{dV}$. Desi forma curbei de capacitate-tensiune este asemanatoare folosind cele doua metode, valorile capacitatii pot diferi si prin cateva ordine de marime, deseori explicatia fiind legata de modul in care se realizeaza masuratoare: in primul caz este o masuratoare statica (fiecare pas de tensiune d.c. este aplicat pentru un timp destul de lung pentru a aduce sistemul intr-un regim de echilibru inainte de efectuarea masuratorii efective in semnal a.c.), iar in al doilea caz este o masuratoare dinamica, realizata in timpul aplicarii unui puls de tensiune de amplitudine mare si de durata scurta (frecventa 1Hz-1kHz) [4], [5].

O alta metoda de caracterizare dielectrica folosita in cazul structurilor feroelectrice este prin masurarea curbilor de tip (impedanta, faza), (capacitate, rezistenta) sau a altor perechi complexe in functie de frecventa semnalului a.c. pentru deducerea circuitelor echivalente complexe in cazul in care exista contributi extrinseci in raspunsul dielectric (electrozii, interfetele cu electrozii, grain si grain-boundaries, domenii si pereti de domenii etc.) [6], [7]. De asemenea, acest tip de caracterizare este unul de tip static, proba masurata aflandu-se in echilibru electrostatic.

Prezenta inventie propune o metoda noua si simpla de determinare a capacitatii si a rezistentei echivalente structurii masurate in timpul unui puls trapezoidal de tensiune, de amplitudine mare si variabila folosind un sistem de tip feritester. Rezultatele obtinute astfel, sunt comparabile cu cele masurate folosind o punte RLC si pot fi folosite pentru o mai buna caracterizare dielectrica in mod dinamic si in legatura cu reversarea polarizarii.

Prezenta inventie este descrisa in continuare si in legatura cu figurile ce reprezinta:

Fig. 1 prezinta schema metodei propuse

Director General INCDFM

Dr. Ionut Enculescu



Fig. 2 a) prezinta masuratorile de curent in timpul pulsurilor de tensiune de diferite amplitudini in legatura cu reversarea polarizarii. b) prezinta rezultatul unei masuratori de curent in timpul pulsurilor de tensiune de diferite amplitudini fara reversare a polarizarii. c) prezinta diferenta intre caracteristica de curent obtinuta la aplicarea unui puls de tensiune cu si fara contributia reversarii polarizarii.

Fig.3 prezinta caracteristicile R_p si C_p deduse din masuratorile de curent in timpul pulsurilor de tensiune, folosind prezenta metoda.

Fig. 4 prezinta valorile capacitatii si a pierderilor dielectrice masurate folosind o punte RLC si o sursa d.c. de tensiune.

Reprezentarea schematica a metodei de caracterizare dielectrica a unei structuri feroelectrice in timpul reversarii polarizarii este ilustrata in Fig.1 Structura feroelectrica se considera a avea atribuit un circuit $R_p C_p$ echivalent (C_p -reprezentant componenta polarizabila, iar R_p componenta rezistiva, de valoare finita in cazul straturilor subtiri, atribuita unei conductii electrice a structurii). Componenta R_s reprezinta rezistenta serie echivalenta atribuita cablurilor de conexiune, electrozilor etc. Curentul prin circuit acesta este definit de :

$$I = \frac{V_{R_s}}{R_s} = \frac{V_p}{R_p} + C_p \frac{dV_p}{dt} \quad (1)$$

Unde, V_{R_s} este caderea de tensiune pe R_s , si V_p este caderea de tensiune pe R_p . Tensiunea aplicata, V_{app} este:

$$V_{app} = V_p + V_{R_s} \quad (2)$$

Daca $R_s \ll R_p$, atunci $V_{app} \approx V_p$ si

Director General INCDFM

Dr. Ionut Enculescu

$$I = \frac{V_{app}}{R_p} + C_p \frac{dV_{app}}{dt} \quad (3)$$

Pentru cazul in care R_p este foarte mare , primul termen in ecuatie (1) poate fi neglijat si $I \approx C_p \frac{dV_{app}}{dt}$. Daca tensiunea aplicata are o variatie liniara in timp (partea de crestere si scadere a tensiunii din pulsul trapezoidal), atunci curentul are o valoare constanta. Curentul devine zero atunci cand tensiunea este constanta. Daca R_p are valori mici sau $V_{app}(t)$ este suficient de mare, atunci contributia primului termn in ecuatie (1) este semnificativa si se evidentiaza printr-o contributie nenula in cazul V_{app} constant in timp.

In Fig. 2 sunt reprezentate curbele de curent in functie de timp pentru pulsuri de timp trapezoidal cu diferite valori ale amplitudinii maxime si de frecventa fixa. In Fig. 2 a) sunt reprezentate curbele de curent in cazul in care tensiunea aplicata determina reversarea polarizarii (inainte de fiecare puls de tensiune de masura, proba a fost prepolata cu o tensiune negative -5V). In Fig.2 b) sunt reprezentate caracteristicile de curent pentru cazul in care pulsurile de masura nu determina reversarea polarizarii (inainte de fiecare puls de tensiune de masura, proba a fost prepolata cu o tensiune negative +5V). In Fig. 2c) sunt prezentate doua masuratori de curent pentru aceeasi amplitudine a pulsului de masura, dar pentru doua cazuri de pre-polare diferita, pentru a evidentia cum reversarea polarizarii schimba aceasta caracteristica si in consecinta determina alte valori ale C_p, R_p echivalente.

Determinarea valorilor R_p si C_p in functie de amplitudinea maxima a pulsului se face astfel: R_p se determina din valoarea curentului la capatul segmentului de tensiunea constanta, unde $I = \frac{V}{R_p}$;

Director General INCDFM

Dr. Ionut Enculescu

C_p se determina din valoarea curentului la capatul segmentului de tensiune descrescator ($\frac{dV}{dt} < 0$ si $V \rightarrow 0$), unde $I = C_p \frac{dV}{dt}$.

In Fig. 3 sunt reprezentate valorile rezistentei si a capacitatii (R_p , C_p) determinate pentru structura feroelectrică, folosind aceasta metoda, in functie de amplitudinea maxima a pulsului de tensiune.

In Fig. 4 sunt reprezentate valorile capacitatii si a pierderilor dielectrice in functie de tensiunea d.c. aplicata folosind o punte RLC. Se observa ca pentru valori ale amplitudinii semnalului a.c. apropiate de tensiunea coercitiva (2V) valorile capacitatii masurate cu aceasta metoda clasica sunt apropiate de cele determinate prin metoda propusa. De asemeni se observa o crestere a pierderilor dielectrice o data cu formarea maximelor capacitatii, ceea ce este in concordanta cu scaderea valorilor R_p in cazul determinarii prin metoda dinamica propusa ($D = 1/\omega R_p C_p$).

Director General INCDEM

Dr. Ionut Enculescu

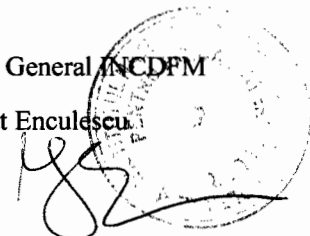


Referinte

- [1] *Physics of Ferroelectrics*, vol. 105. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007.
- [2] M. Lallart, Ed., *Ferroelectrics - Applications*. InTech, 2011.
- [3] R. Ramesh, *Thin Film Ferroelectric Materials and Devices*. Springer Science & Business Media, 2013.
- [4] D. Damjanovic, "Ferroelectric, dielectric and piezoelectric properties of ferroelectric thin films and ceramics," *Rep. Prog. Phys.*, vol. 61, no. 9, p. 1267, Sep. 1998.
- [5] N. Setter *et al.*, "Ferroelectric thin films: Review of materials, properties, and applications," *J. Appl. Phys.*, vol. 100, no. 5, p. 051606, Sep. 2006.
- [6] L. Pintilie, L. Hrib, I. Pasuk, C. Ghica, A. Iuga, and I. Pintilie, "General equivalent circuit derived from capacitance and impedance measurements performed on epitaxial ferroelectric thin films," *J. Appl. Phys.*, vol. 116, no. 4, p. 044108, Jul. 2014.
- [7] N. Ortega, A. Kumar, P. Bhattacharya, S. B. Majumder, and R. S. Katiyar, "Impedance spectroscopy of multiferroic $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3 / \text{CoFe}_2\text{O}_4$ layered thin films," *Phys. Rev. B*, vol. 77, no. 1, p. 014111, Jan. 2008.

Director General INCDFM

Dr. Ionut Enculescu



Revendicari:

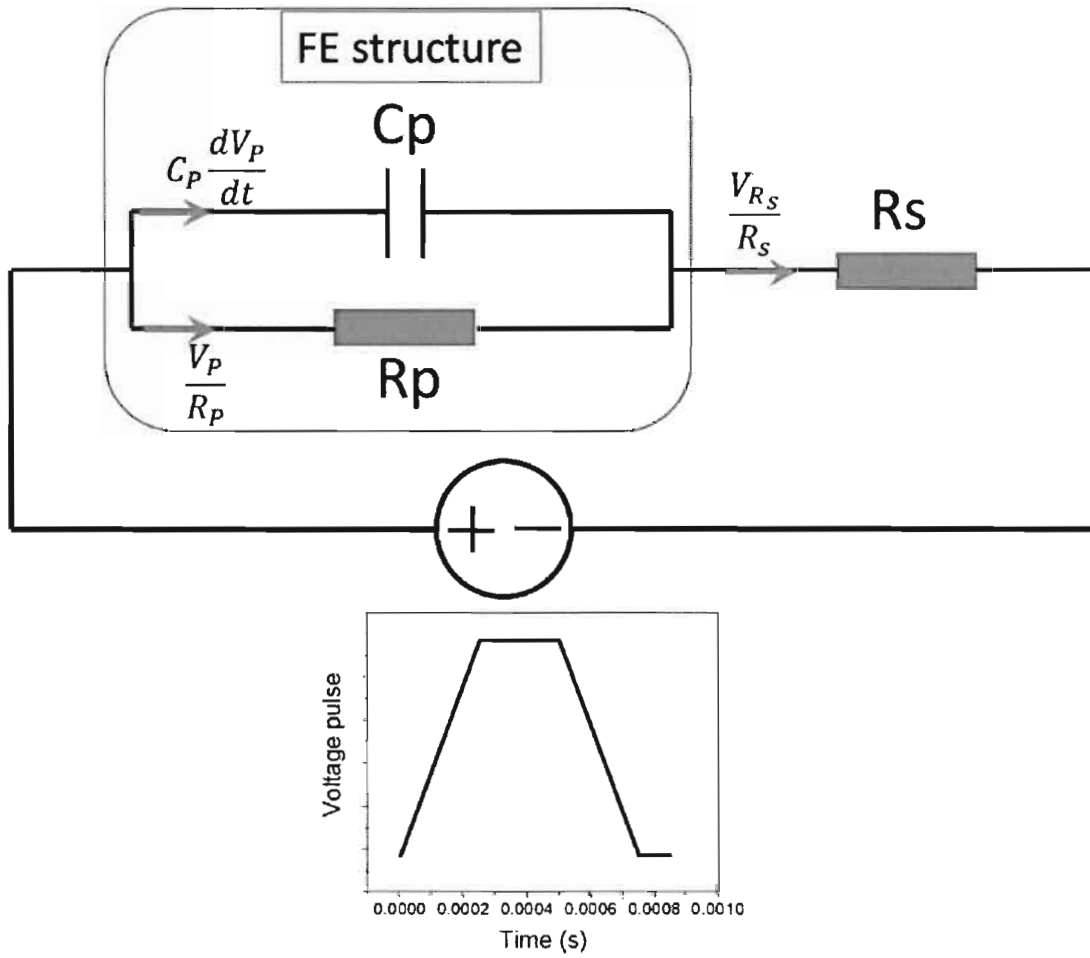
1. Metoda dinamica de masurare a R_p , C_p echivalente unei structuri feroelectrice, **caracterizata prin aceea ca** foloseste pulsuri rapide de tip trapezoidal, de amplitudine variabila.
2. Metoda ca cea descrisa in revendicarea 1, **caracterizata prin aceea ca** valorile R_p si C_p echivalente se determina prin analiza, la diferite momente de timp, a curentului rezultat in urma aplicarii pulsului de tensiune.
3. Metoda ca cea descrisa in revendicarea 1, **caracterizata prin aceea ca** se obtin in mod dinamic caracteristici dielectrice cu valori comparabile ca cele masurate in mod static.
4. Metoda ca cea descrisa in revendicarea 1, **caracterizata prin aceea ca** se poate folosi pentru sisteme cu raspuns neliniar in camp electric aplicat.

Director General INCDFM
Dr. Ionut Enculescu



Figuri:

Fig 1

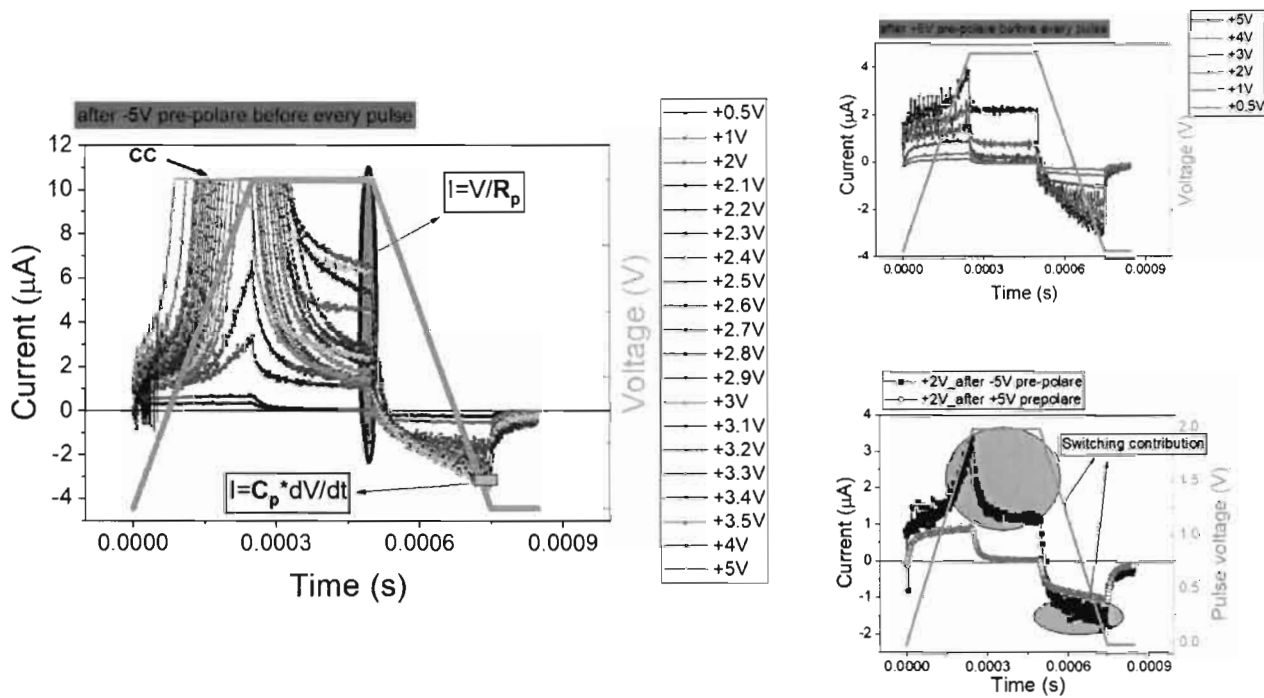


Director General INCDFM

Dr. Ionut Enculescu



Fig 2

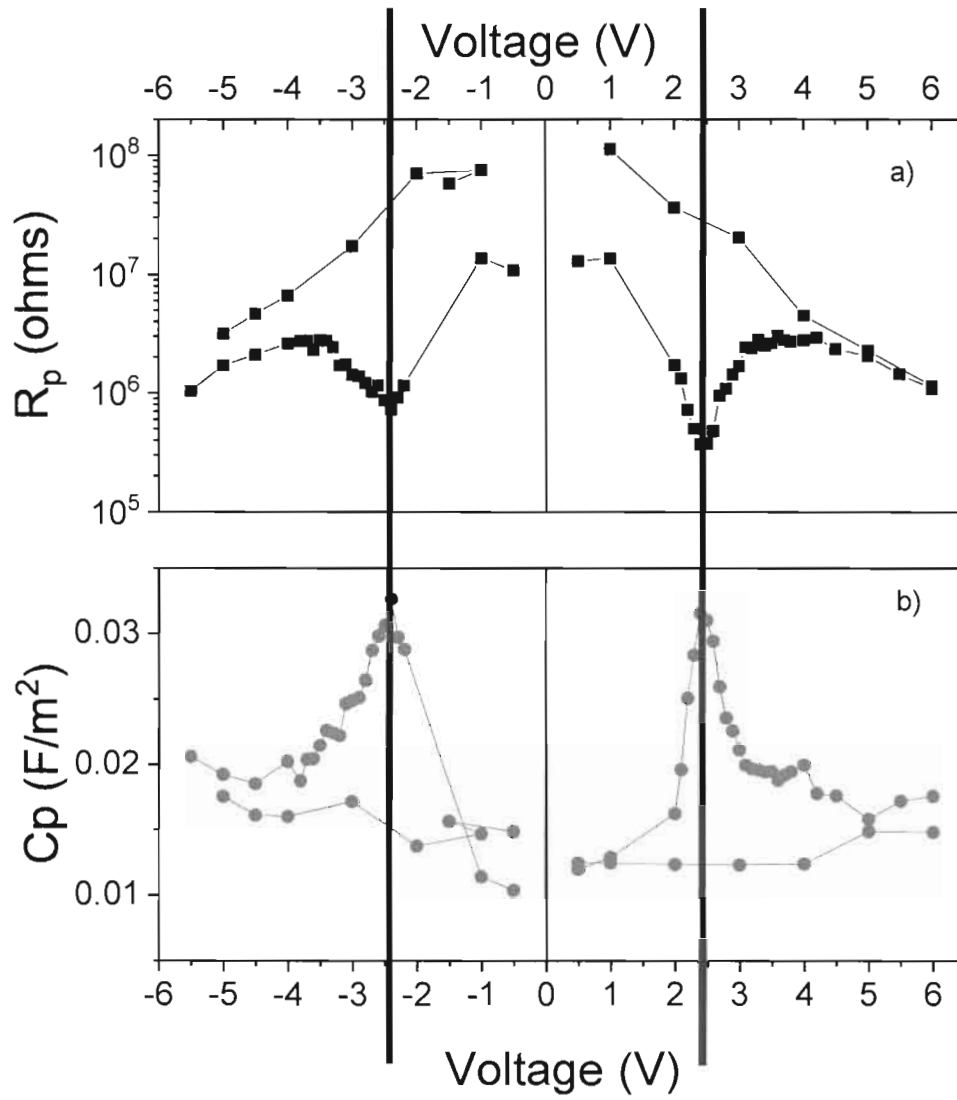


Director General INCDFM

Dr. Ionut Enculescu



Fig 3

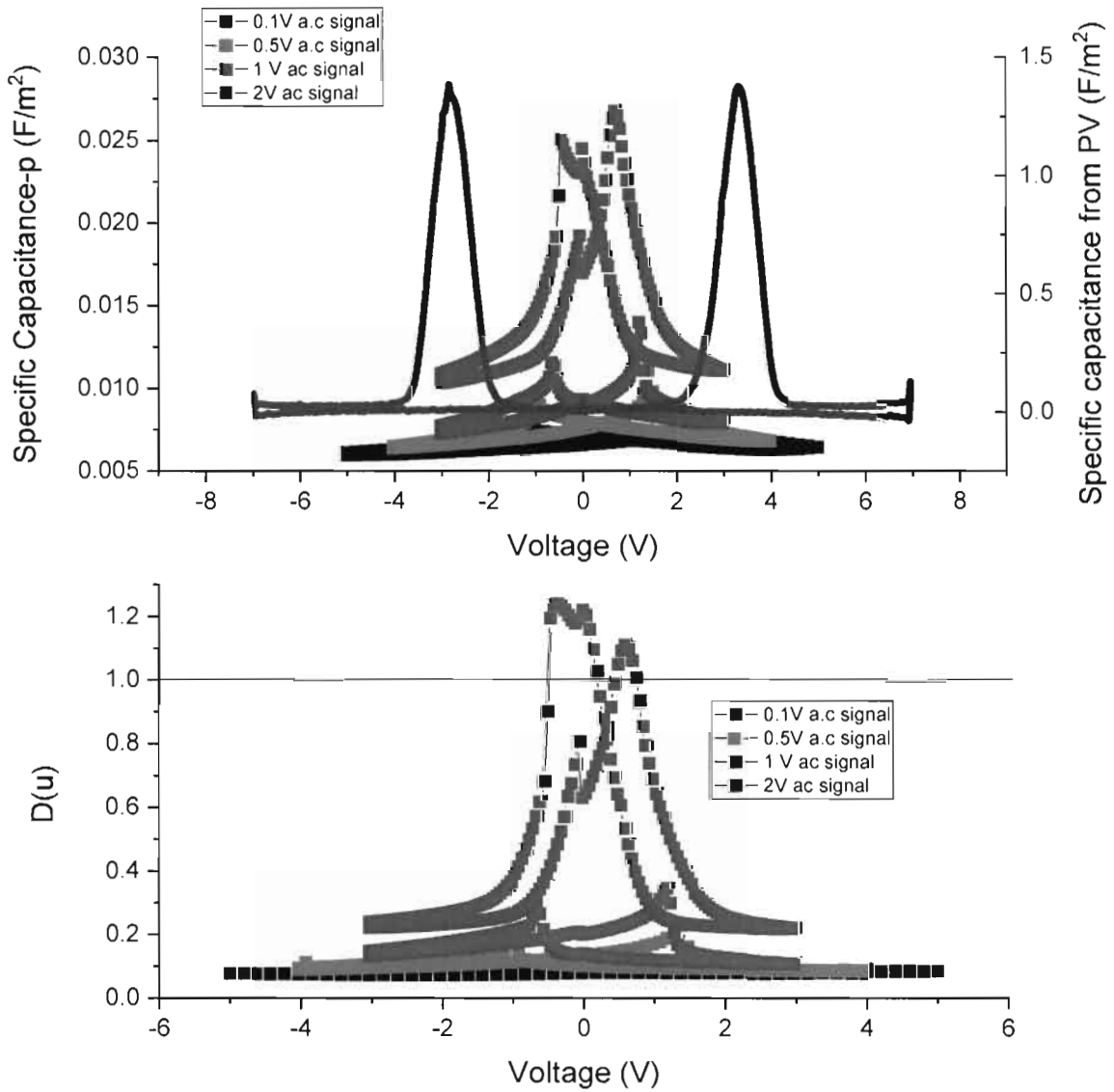


Director General INCDFM

Dr. Ionut Enculescu



Fig 4



Director General INCDFM

Dr. Ionut Enculescu

