



MEDIDA RESISTIVIDAD ELECTRICA

MUESTRAS POLVO

Informe Técnico SMF

SMF-2021.04.07-I99

Servicio de Medidas Físicas
SAI - Universidad de Zaragoza

Zaragoza, 07 de Abril 2021

I. Introducción.

Se han tenido varias consultas y solicitudes de medida de resistividad de muestras en polvo. Como por ejemplo, Javier Blasco (INMA), Marta Haro (UZ), José Alberto Baeza (UAM), Patricia de la Presa (UCM).

En algunos casos es posible realizar una pastilla sinterizada de la muestra de manera que se consigue una buena compactación que permite la medida de la conductividad eléctrica. En el proceso de sinterizado la muestra en polvo se comprime a altas temperaturas sin llegar a la temperatura de fusión. Este proceso es muy efectivo para reducir las distancias entre granos y reducir el efecto de la resistencia de contacto en la interfaz. Para cada material se tiene que buscar el punto óptimo de presión y temperatura para que el material compacte bien y se minimice el efecto de los espacios entre los granos sin que el material reaccione. Sin embargo, hay materiales que no permiten el sinterizado ya que altera sus propiedades, al ser un proceso de alta temperatura. Este es el caso, por ejemplo, de materiales carbonosos en los que se pueden cambiar fácilmente la composición según la atmósfera y la temperatura.

Para poder medir la resistividad de materiales en polvo sin sinterizar es necesario desarrollar un sistema de medida del polvo aplicando presión. Se podría hacer una pastilla, pero es posible que no compacte bien o que no aguante la manipulación y/o los cambios de temperatura. Se ha pensado en desarrollar un sistema que compacte el polvo y se mida con el polvo presionado la resistencia en función de la presión y la temperatura.

Las medidas de la resistencia de la muestra se harían con la opción de resistividad del equipo PPMS (Physical Properties Measurement System), por lo que se tiene que implementar una celda de compactación que se acople a un portamuestras de resistividad (puck) del PPMS.

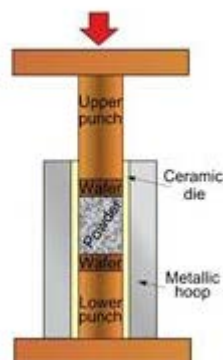


Figura 1. Esquema del sistema de medida de resistividad por dos puntos de una muestra en polvo.

II. Estudio de viabilidad

Se han realizado varias pruebas para estudiar la viabilidad, precisión y reproducibilidad de un sistema de medida tanto a temperatura ambiente como en función de la temperatura.

Set-up medida R(T) PPMS

Prototipo I

Se ha fabricado una celda de compactación con material aislante que se atornilla en el adaptador de la celda de presión del PPMS. Se rellena de muestra en polvo el compartimento cilíndrico y se presiona entre dos pistones metálicos mediante un tornillo. Se mide la resistencia por dos puntos entre los pistones metálicos superior e inferior. Este montaje está diseñado para poder medir en el PPMS en función de la T.



Figura2. Foto de la celda de medida de R para muestras en polvo para el PPMS. Primer prototipo.

Para comprobar el funcionamiento se ha utilizado con dos muestras suministradas por J. Blasco (JB), $\text{NdBaMn}_2\text{O}_6$ y $\text{SmBaMn}_2\text{O}_6$. Estas muestras se han usado previamente para sinterizar pastillas y medir una transición ferroeléctrica (JB). En la manganita de Nd ha medido la transición tanto mediante la medida de la resistencia como de la imanación

(Figura 3 izquierda). En el caso de la manganita de Sm, únicamente tiene medidas de la transición magnética.

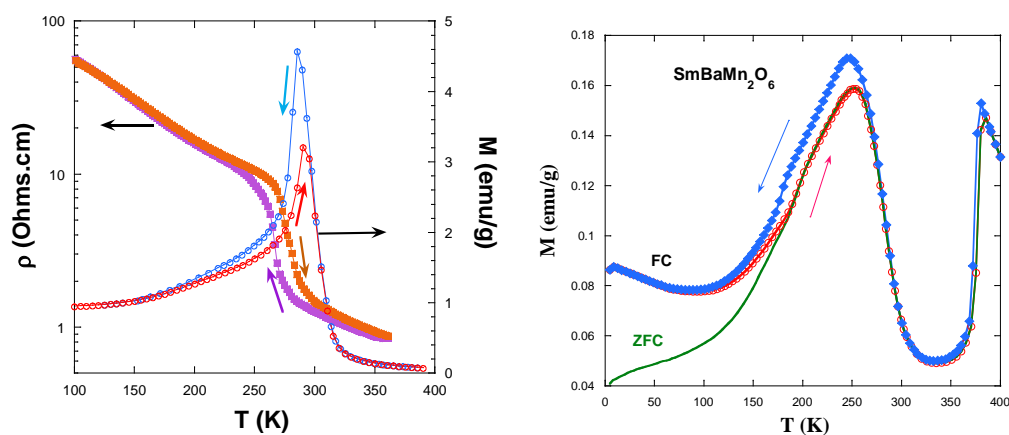


Figura3. Resultados de medidas de muestra sinterizada de $\text{NdBaMn}_2\text{O}_6$ y $\text{SmBaMn}_2\text{O}_6$. Medidas de Javier Blasco.

En el laboratorio del SMF se han realizado medidas de la resistencia el polvo prensado de ambas muestras usando el setup desarrollado (Fig. 2). Se observan valores bastante mayores de resistencia que en la muestra sinterizada y un cambio en la resistencia tras la transición, que es debido al cambio de parámetro de celdilla que cambia la presión efectiva en el polvo.

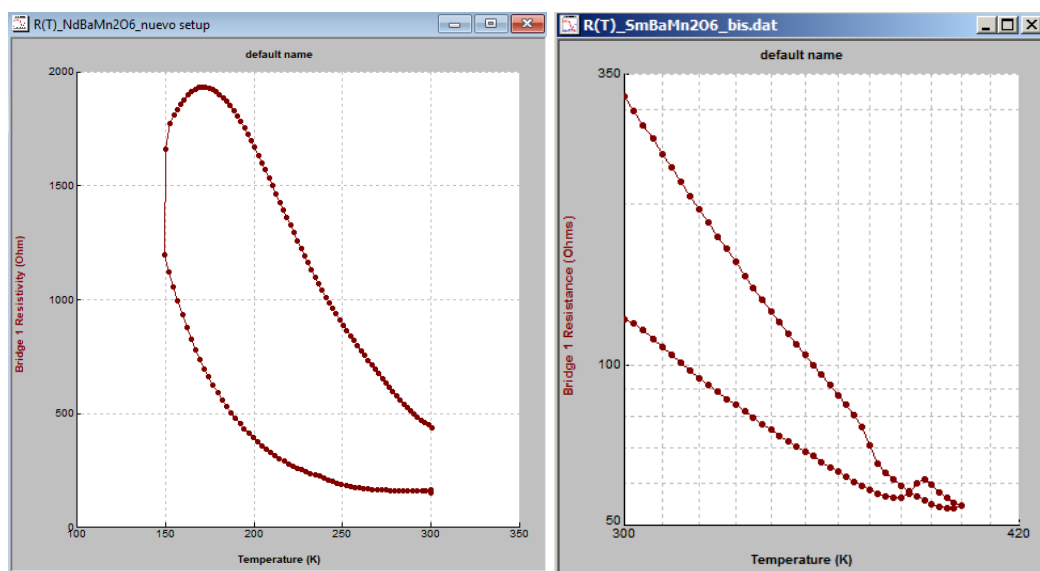


Figura4. Resultados de medidas de muestra en polvo prensado de $\text{NdBaMn}_2\text{O}_6$ y $\text{SmBaMn}_2\text{O}_6$.

Se hizo una prueba previa con un primer setup que no tenía suficiente fuerza mecánica para aguantar la presión del tornillo y hubo que rediseñar la pieza. En la figura 4 se muestran los resultados para ambas muestras con el setup de la Figura 2. Se observa la transición y la histéresis de la misma, aunque los valores obtenidos de resistencia son bastante mayores que para la muestra sinterizada.

Se concluye que este sistema se puede utilizar siempre que no sea posible sinterizar una pastilla, ya que los valores de R son mayores aunque se aumente la presión. Se necesita un sistema que permita determinar la presión aplicada y el espesor de la pastilla para tener medidas reproducibles y precisas de la resistencia del material en polvo.

Prototipo II

Rediseñamos el prototipo I para poder ejercer una mayor presión sobre el material en polvo, y diseñamos un sistema para poder ajustar y medir la presión aplicada a los pistones metálicos con una prensa hidráulica. (Modelo RIKEN SEIKI P-163)

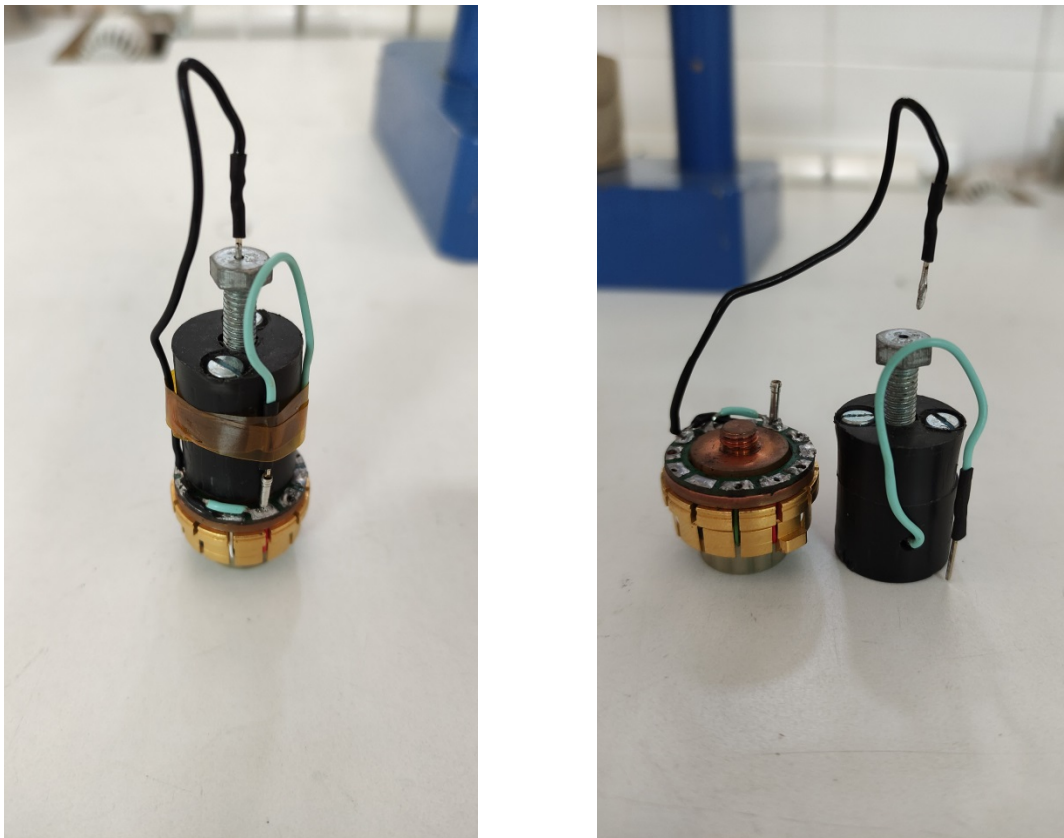


Figura 5. Fotos de la celda de medida de R para muestras en polvo para el PPMS. Segundo prototipo.

Set-up medida R(P) a temperatura ambiente.

Para poder medir la resistividad de materiales en polvo sin sinterizar en función de la presión aplicada a temperatura ambiente, desarrollamos una célula de compactación de acero con unos cilindros huecos de material aislante y unos pistones metálicos con un sistema de cableado para conectar al equipo de medición.

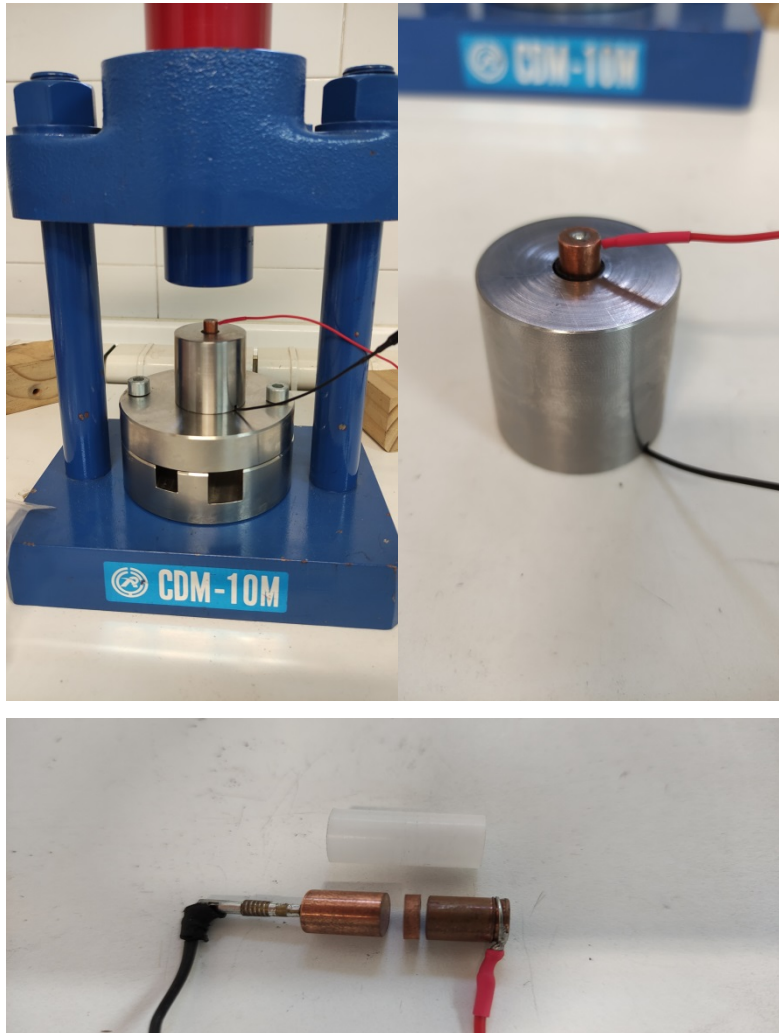


Figura6. Sistema de compactación de muestra en polvo para la medida de resistencia eléctrica a temperatura ambiente. Derecha arriba se muestra una foto de la celda de compactación, izquierda arriba la célula de acero y abajo es sistema aislante con los pistones metálicos.

Las medidas de la resistencia de la muestra se harían con la opción de resistividad del equipo PPMS (Physical Properties Measurement System), por lo que se desarrolla la celda de compactación de manera que se pueda conectar a la caja de conexiones externa del PPMS para hacer medidas por cuatro puntos a la vez que variamos la presión con la prensa hidráulica. (Modelo RIKEN SEIKI P-163).

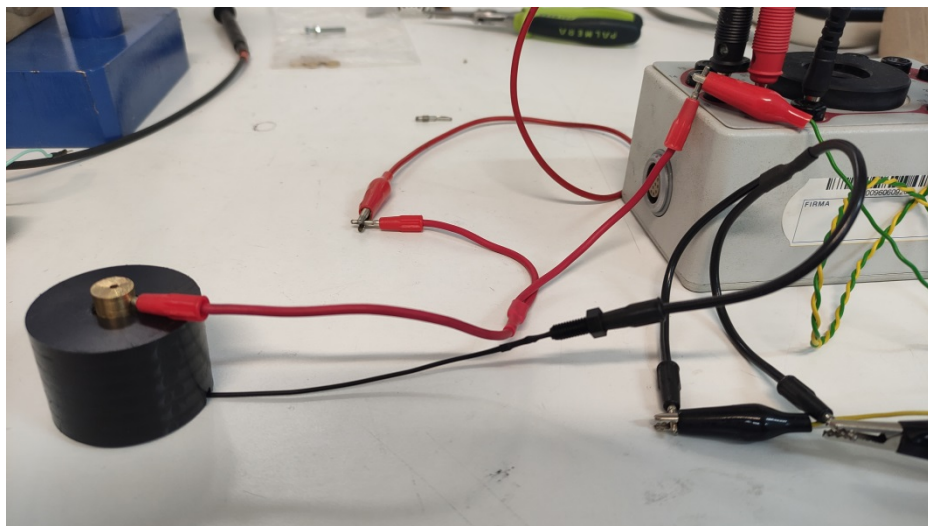


Figura7. Sistema de medida de la resistencia eléctrica por cuatro puntos mediante la caja de conexiones externa del equipo PPMS.

III. Medición y resultados.

Usando el setup de medida de $R(P)$ a temperatura ambiente (Fig. 6 y Fig. 7) se han realizado medidas de la resistividad a diferentes presiones de varias muestras de materiales carbonosos en polvo enviadas por J.A. Baeza del Departamento de Ingeniería Química de la Universidad Autónoma de Madrid (UAM). Los resultados han sido satisfactorios.

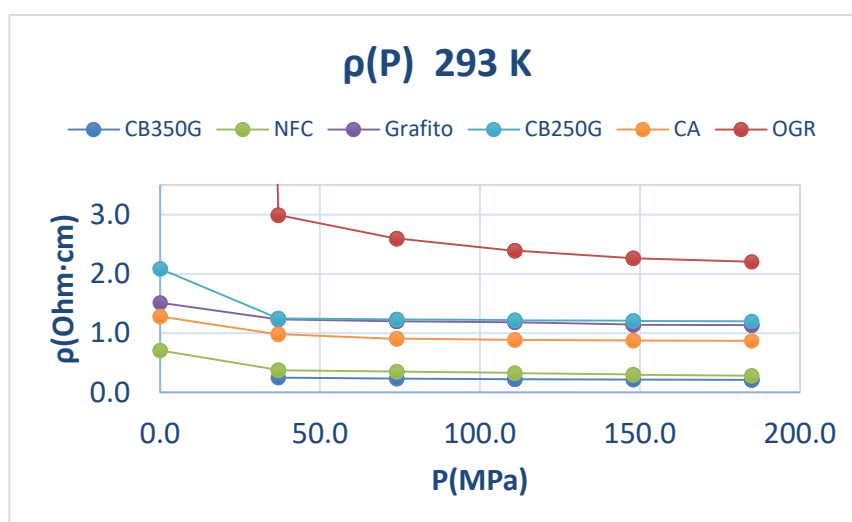


Figura8. Medida de la resistividad en función de la presión aplicada para distintos materiales carbonosos. Muestras de Alberto Baeza (UAM).