



Desarrollo de Prototipo Electrónico para Caracterización de Dispositivos Fotovoltaicos y Biosensores Utilizando la Técnica de Espectroscopia de la Impedancia

Santiago Restrepo Muñoz

Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de:
Ingeniero Electricista

Asesores:

Esteban Velilla Hernández
Juan Bernardo Cano

Universidad de Antioquia
Faculta de Ingeniería
Ingeniería Eléctrica
Medellín, Antioquia, Colombia
2023

Cita	Restrepo Muñoz [1]
Referencia Estilo IEEE [1] (2020)	S. Restrepo Muñoz, “Desarrollo de Prototipo Electrónico para Caracterización de Dispositivos Fotovoltaicos y Biosensores Utilizando la Técnica de Espectroscopia de la Impedancia”, Trabajo de grado, Ingeniería eléctrica, Universidad de Antioquia, Medellín, 2023.



Biblioteca Carlos Gaviria Díaz

Repositorio Institucional: <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia: www.udea.edu.co

Rector: John Jairo Arboleda Céspedes

Decano/director: Julio César Saldarriaga Molina

Jefe departamento: Noé Alejandro Mesa Quintero.

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

Tabla de Contenido

1. Resumen	4
2. Abstract	5
3. Introducción	6
4. Objetivos	8
4.1. Objetivo General	8
4.2. Objetivos Específicos	8
5. Marco Teórico	9
5.1. Impedancia	9
5.2. Circuitos equivalentes en espectroscopia	10
5.3. Medida de impedancia	11
5.4. Circuitos conversores de corriente a voltaje	11
5.5. Medidas de espectroscopia en celdas solares	13
6. Metodología	14
6.1. Medida de impedancia eléctrica mediante el kit AD5941	15
6.2. Medida de impedancia mediante el AD5941	16
6.3. Cálculo de R_{TIA} óptimo	18
7. Resultados	19
7.1. Verificación de las señales de salida impuestas a muestra o impedancia desconocida	20
7.1.1. Señal de salida medida entre CEO y GND	20
7.1.2. Variación de frecuencia y amplitud en la señal de salida	21
7.2. Mediciones a circuitos resistivos	23
7.3. Mediciones a circuitos equivalentes mediante dummy dell	26
7.3.1. Resultados usando la dummy cell mediante el software SensorPal	26
7.3.2. Resultados usando la dummy cell mediante el compilador Keil	28
7.3.3. Selección de Software y variación de parámetros	31
7.4. Mediciones a celdas solares en condiciones de oscuridad	32
8. Conclusiones	32
9. Anexos	38
9.1. Resultados a circuitos resistivos	38

Lista de Figuras

1.	Esquema simplificado de la espectroscopia o respuesta en frecuencia; imágenes extraídas de [1,2].	10
2.	Circuito equivalente	10
3.	Representación gráfica de la impedancia del circuito mediante el diagrama logarítmico (magnitud y fase) y de Nyquist para $R_s = 100$, $R_p = 1000$ y $C = 1\mu F$	11
4.	Representación gráfica de la impedancia del circuito mediante el diagrama logarítmico (magnitud y fase) y de Nyquist para $R_s = 100$, $R_p = 1000$ y $C = 1\mu F$	12
5.	Convertidor simple de corriente a voltaje.	12
6.	Amplificador de Transimpedancia.	13
7.	Apariencia del software SensorPal.	15
8.	Apariencia del compilador keil.	16
9.	Medida de la impedancia desconocida, imagen extraída de [3]	17
10.	Diagrama del AD5941	18
11.	Montaje experiemetal	20
12.	Señal de salida del kit EVAL-AD5941 entre el contra electrodo (CE0) y la referencia del sistema (GND).	21
13.	Señal de salida impuesta a la impedancia desconocida o muestra mediante el kit EVAL-AD5941 entre el contra electrodo (CE0) y el electrodo de censado (SE0). . . .	22
14.	Error al variar la frecuencia desde los softwares y fijar la amplitud en 600 mV. . . .	23
15.	Error al variar la amplitud desde los softwares y fijar la frecuencia en 1 kHz. . . .	24
16.	Espectro de impedancia a resistencias desde SensorPal electrodos CE0 y DE0. . . .	25
17.	Espectro de impedancia a resistencias desde keil electrodos CE0 y SE0.	26
18.	Error al variar la amplitud desde los softwares y fijar la frecuencia en 1 kHz. . . .	27
19.	Dummy cell o celda ficticia, el polígono de color rojo corresponde a los elementos pasivos utilizados, $R_s = 100\Omega$, $R_p = 1k\Omega$ y $C = 1\mu$	27
20.	Medida del circuito equivalente mediante el software Sensor	28
21.	Medida del circuito equivalente mediante el compilador Keil	30
22.	Medida a 0.4 V y eliminación de saturación la región de frecuencias altas (medida 2. 3 de la tabla 4).	31
23.	Resultado al variar registros ADCsinc3os y DftSrec, medidas 2. 17 y 2. 18	32
24.	Caption	34
25.	Caption	34
26.	Señales de salida al variar frecuencia	38
27.	Señales de salida al variar Amplitud	38

1. Resumen

Para evaluar el desempeño de celdas solares de tercera generación, se diseña e implementa un prototipo electrónico que permita obtener la respuesta en frecuencia o espectroscopia de la impedancia en un rango definido de frecuencias. La caracterización del prototipo es realizada usando dos software suministrados por el fabricante, SensorPal y el compilador Keil.

En este trabajo se presenta la caracterización de un prototipo para la medida de espectroscopia de la impedancia. Se inicia con la medida de las señales de voltaje a la salida, esto al variar la amplitud y frecuencia, posteriormente se pasa a evaluar la respuesta en frecuencia a circuitos resistivos y equivalente, por último se presenta la medida de espectroscopia a una celda solar de primera y tercera generación.

2. Abstract

In order to assess the performance of third-generation solar cells, an electronic prototype is designed and implemented to obtain the frequency response or impedance spectroscopy within a defined frequency range. The prototype's characterization is conducted using two software tools provided by the manufacturer, namely SensorPal and the Keil compiler.

This work presents the characterization of a prototype for impedance spectroscopy measurement. It commences with the measurement of voltage signals at the output, varying amplitude and frequency. Subsequently, the frequency response to resistive and equivalent circuits is evaluated, and finally, impedance spectroscopy is applied to a first and third-generation solar cell.

3. Introducción

La espectroscopia de la impedancia es una herramienta de diagnóstico que permite conocer el envejecimiento, pérdidas de rendimiento y variaciones en los protocolos de fabricación. Esto se logra al caracterizar la respuesta de un sistema ante una excitación determinada en un rango de frecuencias. En sistemas eléctricos, la respuesta generalmente está dada en términos de la impedancia, permitiendo observar, a partir de su dependencia con la frecuencia, patrones característicos correlacionados con la parte estructural o de diseño del sistema evaluado. En este sentido, estos patrones pueden utilizarse para observar cambios en la respuesta debidos a variables externas (por ejemplo, iluminación, temperatura, humedad...), realizar análisis a partir de la evolución temporal de la variable, establecer modelos circuitales para un mayor entendimiento de la dinámica del sistema, entre otros [4–6].

La respuesta en frecuencia de la impedancia o espectroscopia de la impedancia, como es usualmente llamada en la literatura, puede ser obtenida de dos formas: variando la frecuencia de la señal senoidal de voltaje en un rango de interés para observar los cambios en la corriente, conocida como modo potencióstato; variando la frecuencia de la señal senoidal de corriente para observar el voltaje, conocida como modo galvanostato. En ambos casos, para garantizar la validez de la técnica, se debe verificar el comportamiento lineal entre la señal de salida con respecto a la señal de entrada, esto es, que la frecuencia de la señal de salida sea igual a la frecuencia de la señal de entrada [5, 7]. Siendo este uno de los puntos fundamentales a considerar en el diseño de un potencióstato, reflejado en el rango de frecuencia confiable para la medición, el cual dependerá del sistema a evaluar.

La respuesta en frecuencia es conocida como la huella dactilar de un sistema, debido a que esta es única y presenta unos patrones característicos observados en diferentes rangos de frecuencias. Por ejemplo, en el caso de celdas solares, la impedancia se asemeja a la respuesta de un filtro pasa bajas. En bajas frecuencia se presenta un comportamiento constante debido a los procesos de conducción y polarización en el dispositivo (frecuencias menores a 100 Hz). En frecuencias intermedias (100 Hz - 200 kHz), la impedancia presenta un comportamiento decreciente influenciado principalmente por el semiconductor utilizado para la foto-conversión. A frecuencias mayores a 500 kHz, se observa el comportamiento de los contactos eléctricos y cableado involucrado en la medición. De esta manera, los cambios observados en el espectro de impedancia se pueden correlacionar con cambios en la fabricación, procesos de degradación o defectos en el dispositivo. De allí la importancia de esta técnica para la caracterización o para el diagnóstico del sistema evaluado. Los biosensores son un tipo de sensor que utiliza un elemento biológico (tejido, célula, enzima, anticuerpo, etc) como elemento principal de medida. Este elemento sufre un cambio en alguna variable fisicoquímica al entrar en contacto con un analito de interés. En algunos casos la variable fisicoquímica evaluada es la impedancia eléctrica, por lo que se hace necesario el uso de equipos de espectroscopia de impedancia para su medición [4–6, 8, 9].

En este sentido, los grupos GIMEL y CIDEMAT han venido trabajando en la fabricación de biosensores y celdas solares de tercera generación, sistemas en los cuales la espectroscopia de la impedancia juega un papel importante no solo para la caracterización con miras a ayudar en el proceso de fabricación, sino también, para determinar las condiciones de operabilidad. Por esta razón, este proyecto pretende desarrollar un prototipo electrónico portable que pueda ser usado en ambos sistemas, para determinar los espectros de impedancia no solo en condiciones de laboratorio, sino también en condiciones reales de operación (exteriores), las cuales son de fundamental interés para realizar

un diagnóstico en tiempo real de los procesos de degradación de los dispositivos [4, 8, 10, 11].

4. Objetivos

4.1. Objetivo General

Desarrollar un prototipo electrónico para caracterizar dispositivos fotovoltaicos y/o biosensores mediante la técnica de espectroscopia de la impedancia (respuesta en frecuencia).

4.2. Objetivos Específicos

1. Diseñar un prototipo electrónico para la medición de respuesta en frecuencia de dispositivos fotovoltaicos o biosensores, teniendo en cuenta la portabilidad, confiabilidad, costo y las condiciones de operación de los dispositivos de interés.
2. Implementar el prototipo electrónico diseñado.
3. Evaluar el desempeño del prototipo electrónico en la caracterización de los sistemas de prueba (dispositivos fotovoltaicos y/o biosensores).

5. Marco Teórico

La espectroscopia de impedancia es una herramienta de diagnóstico que brinda información detallada sobre las propiedades físicas y químicas de dispositivos en función de diversas variables como; voltaje, iluminación, temperatura, etc. Ampliamente utilizada en sistemas electroquímicos y dispositivos de estado sólido para investigar procesos de envejecimiento, pérdida de rendimiento debido a condiciones de estrés externo, identificación de variaciones en la fabricación y su impacto en los parámetros del dispositivo. En este contexto, la respuesta en frecuencia de la impedancia suele ajustarse a circuitos equivalentes, los cuales permiten interpretar e identificar los parámetros involucrados en el modelo subyacente [5].

5.1. Impedancia

La impedancia se representa por un número complejo y puede expresarse en forma polar (1a); amplitud $|\mathbf{Z}|$ y fase (ϕ) o en forma rectangular (1b); con su parte real (Z') y una imaginaria (Z''). Esta propiedad eléctrica se define como la relación del voltaje (\mathbf{V}) y corriente (\mathbf{I}), generalmente muestra una dependencia con la frecuencia y se concibe como una función de transferencia (1c), ya que relaciona la perturbación aplicada en la entrada con el efecto resultante en la salida [9, 12].

$$\mathbf{Z} = |\mathbf{Z}| \angle \phi \quad (1a)$$

$$\mathbf{Z} = Z' + Z'' \quad (1b)$$

$$\mathbf{Z} = \frac{\mathbf{V}}{\mathbf{I}} \quad (1c)$$

La respuesta en frecuencia (RF) o espectroscopia de impedancia se obtiene al estimular eléctricamente el sistema a lo largo de un rango de frecuencias y medir la respuesta resultante [5]. En [13], se describen dos técnicas para generar estímulos eléctricos que permiten obtener la respuesta en frecuencia, ver figura 1. La primera técnica implica aplicar una señal de tensión compuesta por ruido aleatorio (ruido blanco) y medir la corriente resultante. Luego, la señal obtenida se somete a un análisis en el dominio de Fourier para obtener el espectro correspondiente. Esta técnica ofrece rapidez en la recopilación de datos, ya que solo se aplica una señal durante un breve período de tiempo. Sin embargo, su limitación radica en la generación precisa de una señal con verdadero ruido blanco y en la necesidad de realizar el análisis mediante la transformada de Fourier.

El segundo enfoque consiste en estimular eléctricamente el sistema a una frecuencia específica, y luego medir tanto el desplazamiento de fase como la amplitud en la señal resultante. Para construir el espectro, se varía gradualmente la frecuencia del estímulo en el rango de interés y se registran las mediciones correspondientes en cada punto de frecuencia. Los dispositivos comúnmente utilizados para llevar a cabo estas mediciones son el potenciostato y el galvanostato, ya que ofrecen una accesibilidad generalizada y son relativamente sencillos de utilizar [5, 6, 9].

La dinámica arrojada por el espectro de impedancia es visualizada y analizada generalmente mediante los diagramas de Nyquist, Bode o logarítmicos. La representación por diagrama de Nyquist es obtenida al graficar las componentes reales (Z') e imaginarias (Z'') de la impedancia. El diagrama de Bode o logarítmico representa el comportamiento de la magnitud de la impedancia $|\mathbf{Z}|$ y el desplazamiento de fase (ϕ) del sistema según el rango de frecuencias definido [14].

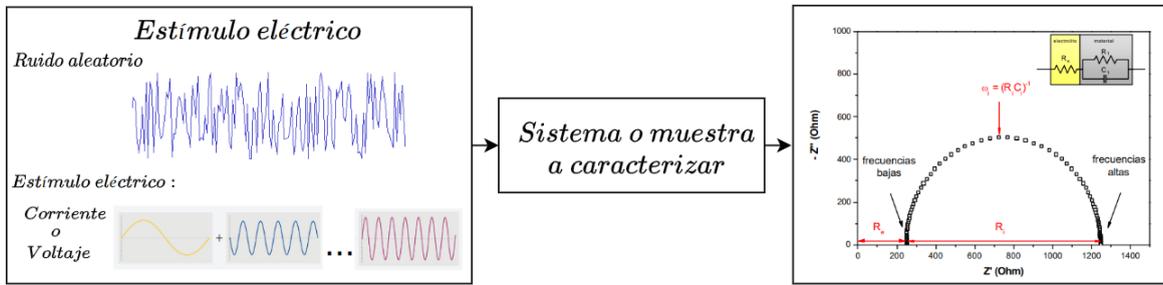


Figura 1: Esquema simplificado de la espectroscopia o respuesta en frecuencia; imágenes extraídas de [1,2].

5.2. Circuitos equivalentes en espectroscopia

Las representaciones gráficas de los datos medidos son acompañadas por el ajuste a funciones de transferencia o circuitos equivalentes, siendo esta una estrategia relativamente rápida, para obtener información acerca de la respuesta global de los procesos físicos de relajación que son influenciados con el transporte y la recombinación de portadores en el dispositivo, y para asociar propiedades físicas de los materiales como resistividad, permitividad y permeabilidad [13, 15]. Los procesos de relajación ideales para muestras físicas son modelados utilizando un circuito RC, ya que, este permiten generar un semicírculo completo mediante la representación del diagrama de Nyquist, donde la constante característica (RC) representa el tiempo que toma el sistema perturbado en regresar a su estado de equilibrio, este bloque resulta ser la base constructiva para obtener nuevos circuitos equivalentes, debido a que cantidad de semicírculos es un indicativo de los procesos de relajación [5].

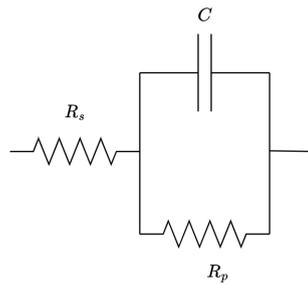


Figura 2: Circuito equivalente

El circuito de la figura 2 es usado frecuentemente para caracterizar y probar el funcionamiento de los potencióstatos, este circuito modela un proceso de relajación mediante el circuito RC, más un efecto resistivo debido a la resistencia de contacto del sistema. En la figura 3a se presenta el diagrama logarítmico de magnitud y fase, la respuesta en frecuencia para la magnitud presenta una apariencia similar a un filtro pasa bajo, mientras que el comportamiento de la fase es nulo para el inicio, va decrementando hasta llegar a un valor mínimo y luego se incrementa hasta llegar nuevamente al valor inicial figura 3a. La representación por diagrama de Nyquist del circuito se muestra en la figura 3b, este contiene un semicírculo desplazado hacia la derecha del eje real debido al valor de la resistencia en serie del circuito equivalente, mientras que la resistencia en paralelo genera un impacto sobre el radio del semicírculo y la capacitancia tiene un impacto sobre el rango de frecuencia en la cual se puede trazar el semicírculo [5, 9].

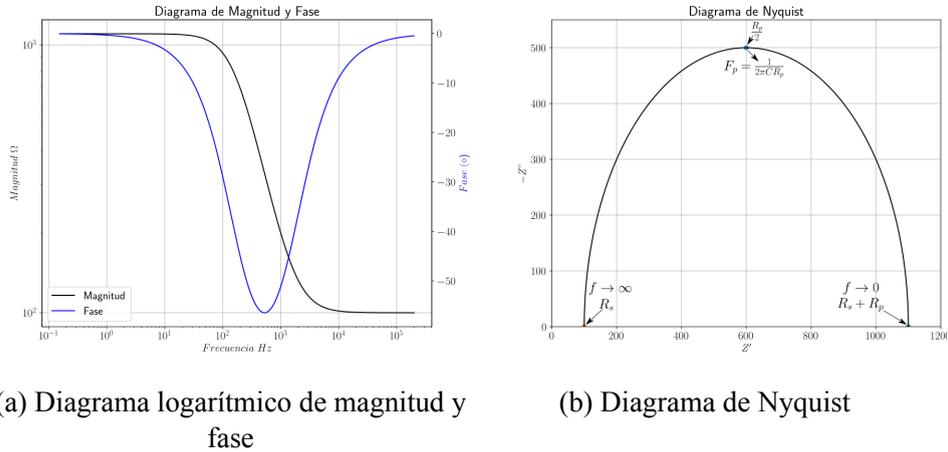


Figura 3: Representación gráfica de la impedancia del circuito mediante el diagrama logarítmico (magnitud y fase) y de Nyquist para $R_s = 100$, $R_p = 1000$ y $C = 1\mu F$.

5.3. Medida de impedancia

La medida de impedancia generalmente se obtiene mediante la relación métrica entre el voltaje y la corriente (1c), esta medida se suele obtener al imponer un estímulo eléctrico sobre la muestra y medir su respuesta. Frecuentemente, son utilizadas las geometrías de dos, tres y cuatro electrodos o hilos. Un sistema de dos electrodos, figura 4a, suele estar compuesto por un electrodo de referencia (RE) en el cual se establece la tensión y mediante el electrodo de trabajo (WE) o electrodo de censado (SE) se mide la corriente.

En el sistema de tres electrodos, figura 4b, se agrega un electrodo auxiliar (CE), en esta configuración el electrodo auxiliar y el electrodo de trabajo están sometidos a una diferencia de potencial. El electrodo de referencia presenta una alta impedancia, por lo que el flujo de corriente a través de él es cero. Este electrodo es usado para realimentar el sistema que controla el potencial entre el electrodo auxiliar y el electrodo de trabajo. La corriente generada en el proceso, es medida a través del electrodo de trabajo [8].

El sistema de cuatro electrodos, figura 4c, es utilizado para obtener la medida de impedancia a través de 4 hilos, dos para la medida de la corriente y dos para la medida de voltaje, esto elimina las contribuciones resistivas e inductivas del cableado. Este método es ampliamente utilizado para lograr mediciones precisas y para impedancias de pequeño valor.

5.4. Circuitos conversores de corriente a voltaje

Para obtener el valor de corriente mediante un ADC es necesario convertir este flujo de corriente a un valor de voltaje, son ampliamente usados en el campo de la óptica, sistemas de comunicación y detección, en estas aplicaciones suelen incorporar fotodiodos o sensores con salida de corriente [16–18]. El circuito convertidor de corriente a voltaje más simple, consiste en conectar una resistencia en paralelo con la fuente de corriente (I_s), figura 5, la corriente proveniente de la fuente o sensor, fluye a través de la resistencia (R) o carga y produce un voltaje (V) proporcional al valor de R (ley de ohm); sin embargo, este circuito presenta una alta dependencia con la impedancia interna

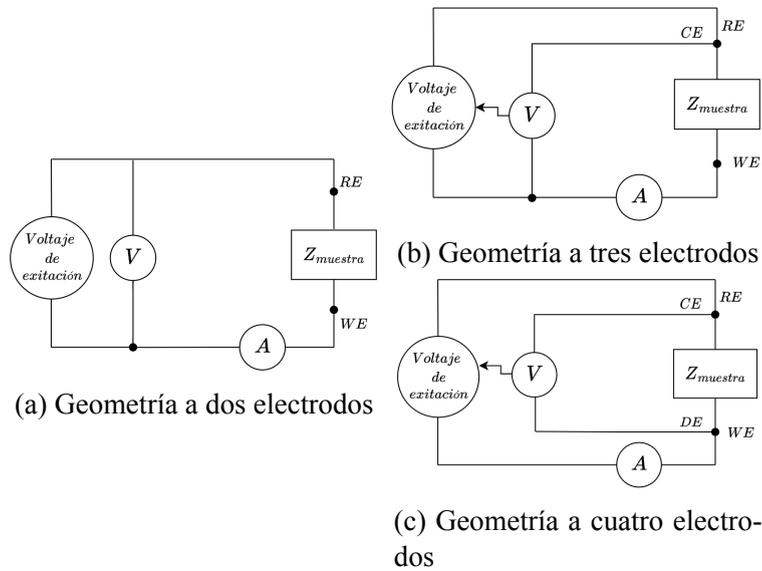


Figura 4: Representación gráfica de la impedancia del circuito mediante el diagrama logarítmico (magnitud y fase) y de Nyquist para $R_s = 100$, $R_p = 1000$ y $C = 1\mu F$.

de la fuente y de la carga, ocasionando que la corriente vea un camino de alta impedancia y que ante valores grandes de resistencia se presenten tiempos de respuesta largos, generando valores de voltaje a la salida inexactos que su vez limitan el ancho de banda [19–21].

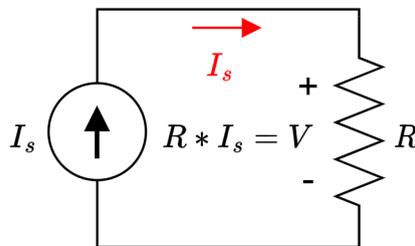


Figura 5: Convertidor simple de corriente a voltaje.

Para eliminar los inconvenientes mencionados y obtener una señal lineal, se incorpora un amplificador operacional al circuito, ver figura 6, cuyas características principales son; una alta ganancia de voltaje, alta impedancia en las terminales de entrada (terminales 1 y 2), baja impedancia en la terminal de salida y un ancho de banda amplio. El circuito consta de una resistencia conectada en realimentación negativa entre la terminal de salida (terminal 3) y la entrada inversora (-), la fuente de corriente o sensor se conectan a la misma entrada o nodo V_A , la entrada no inversora (+) es conectada a una referencia o tierra [22,23].

Se asume un amplificador operacional ideal para simplificar el análisis del circuito, donde la impedancia de entrada es infinita, la corriente a través de la entrada inversora es igual a cero, por tanto, entre la entrada inversora y no inversora no se genera caída de tensión y el voltaje en el nodo A es igual al voltaje en la terminal 2, $V_A = 0$, este voltaje cero en la entrada inversora se conoce como tierra virtual y se mantiene mientras el amplificador opere en la región lineal. Aplicando ley de corrientes de Kirchhoff y desarrollando la expresión, obtenemos la salida de voltaje del amplificador

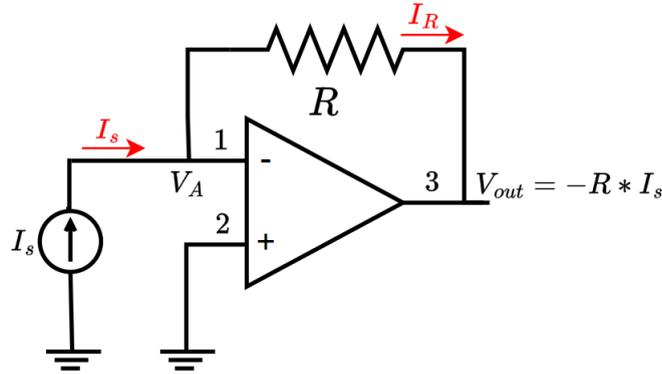


Figura 6: Amplificador de Transimpedancia.

(2), nótese que la corriente de medición viaja a través de la resistencia, $I_s = I_R$, [8, 23, 24].

$$\begin{aligned}
 I_s - I_R &= 0 \\
 I_s - \frac{V_{out} - V_A}{R} &= 0 \\
 \frac{V_{out} - 0}{R} &= -I_s \\
 V_{out} &= -I_s * R
 \end{aligned} \tag{2}$$

El circuito analizado es denominado amplificador de transimpedancia, debido a que, su función de transferencia en lazo cerrado es la relación entre el voltaje de salida y la corriente de entrada (impedancia), permitiendo convertir un valor de corriente a un valor de voltaje, eliminando los efectos de la impedancia interna de la fuente y la impedancia de carga sobre el valor de voltaje. El voltaje a la salida del amplificador de transimpedancia depende del valor de R , resistencia de transimpedancia (R_{TIA}) o ganancia, es la responsable de ajustar la sensibilidad o rango de medición de corriente. Algunos integrados suelen incluir una etapa de ganancia programable, para maximizar el rango dinámico en los sistemas de espectroscopia [16].

5.5. Medidas de espectroscopia en celdas solares

La celda solar es un dispositivo de corriente continua y al ser caracterizada exhibe una impedancia que es afectada por condiciones ambientales (principalmente por la temperatura e irradiancia). Las celdas solares a través de su desarrollo han sido clasificadas por generaciones; la primera generación está constituida principalmente por dispositivos de silicio monocristalinos y policristalinos, un problema conocido de estas células es su reducida capacidad de absorber el componente difuso de la radiación luminosa. Esta limitación es mitigada en los dispositivos de segunda generación, que se fabrican con películas delgadas amorfas (silicio, telururo de cadmio, seleniuro de cobre, indio, galio, entre otros), caracterizados por coeficientes de absorción mayores en comparación con los materiales cristalinos, pero compuestos de materiales que suelen ser tóxicos y, en algunos casos, presentan una estabilidad reducida a largo plazo. Las células solares de tercera generación se proyectan a que sus costos de fabricación sean más bajos, gracias al uso de materias primas: capas

semiconductoras nanoestructuradas en el caso de células solares sensibilizadas por colorantes, o polímeros para lo que concierne a la materia orgánica de células solares [3,14]

Al aplicar la técnica de espectroscopia en los dispositivos fotovoltaicos, se puede estudiar el comportamiento dinámico con una señal de CA de pequeña amplitud superpuesta a un voltaje de CC [15, 18]. El conocimiento de los parámetros de corriente alterna de una celda solar, permite en el ámbito de desarrollo mejorar las técnicas empleadas en la construcción del dispositivo y a nivel de evaluación ayuda a establecer un mejor diagnóstico de su desempeño. Una descripción sobre espectroscopia de la impedancia aplicada a celdas solares sensibilizadas de tercera generación es proporcionada en [3], en este trabajo se da un punto de partida para iniciar en el tema y ofrecer una metodología en la aplicación de esta técnica de manera precisa, en este se evalúa una celda solar de tercera generación y los resultados son presentados en diagramas de bode y Nyquist para condiciones de circuito abierto y a diferentes niveles de voltajes. Los resultados describen las características para el rango de frecuencias definido a partir de los diagramas de Nyquist, señalando los arcos generados en tres diferentes rangos de frecuencia e indicando diferentes dinámicas o respuestas de los dispositivos.

En los trabajos [14-17], se someten celdas de silicio de primera generación al análisis por espectroscopia de la impedancia en condiciones de polarización directa y de diferentes condiciones de iluminación controladas en laboratorio, los resultados son ajustados a combinaciones (serie o paralelo) de elementos de Voigt; donde un solo elemento Voigt es una combinación en paralelo de una resistencia (R) y un capacitor (C) o un inductor (L), Figura 1.

Por otro lado, los biosensores son dispositivos de análisis que combina un elemento biológico con transductor eléctrico, óptico o químico [20, 21]. Muchos biosensores se basan en mediciones de corriente y voltaje para detectar la actividad biológica, la cual se manifiesta en los cambios de la impedancia. El análisis de espectroscopia de la impedancia es uno de los métodos utilizados para extraer esta información [20].

Uno de los circuitos eléctricos equivalentes utilizados para la modelación de biosensores es el circuito Randles (Figura 2a), este modelo circuital se utiliza para ajustar la curva de datos experimentales y extraer los parámetros eléctricos responsables del cambio de impedancia. El circuito está compuesto por la resistencia no compensada del electrolito (R_s), en serie con la capacitancia de la capa dieléctrica (C_{dl}), la resistencia de transferencia de carga (R_{ct}) y la impedancia de Warburg (Z_w). La dinámica de las interacciones biomoleculares se evalúa utilizando el diagrama de Nyquist y Bode. En la representación gráfica de Nyquist (Figura 2b), el componente de impedancia imaginaria (ZI) se representa frente al componente de impedancia real (ZR). Por el contrario, tanto el logaritmo de la impedancia absoluta (Z) como el desplazamiento de fase (ϕ) se representan en el diagrama de Bode contra el logaritmo de la frecuencia de excitación. [20-22].

6. Metodología

El montaje experimental utilizado en la exploración de la tarjeta, se dividió en cuatro momentos; verificación de las señales de salida entre los electrodos al variar amplitud y frecuencia, respuesta en frecuencia o espectro de impedancia a circuitos resistivos, respuesta en frecuencia para el circuito equivalente de la figura 2 de parámetros ($R_s = 100\Omega$, $R_p = 1k\Omega$, $C = 1\mu$) y por último la respuesta en frecuencia a una celda solar.

En el primer momento, la frecuencia fue variada, mientras el valor de amplitud se fijó en un valor, posteriormente el valor de la amplitud fue variada y la frecuencia permaneció fija. Para el segundo momento se realizó la respuesta en frecuencia para ocho valores de resistencias diferentes, con propósito de conocer cuáles son los parámetros que permiten modificar los entornos de trabajo del kit, además de poder comprobar de manera rápida el espectro o los resultados arrojados. El tercer momento consistió en realizar el espectro de impedancia a circuitos equivalentes contenidos en una dummy cell, esta ofrece una alta confiabilidad a la hora de caracterizar potencióstatos, debido a que los elementos pasivos son calibrados y no se ven tan influenciados por variables externas, como la temperatura. Como último momento se presenta una aplicación práctica real, al medir el espectro de impedancia de una celda solar en condiciones de oscuridad.

6.1. Medida de impedancia eléctrica mediante el kit AD5941

El kit EVAL-AD5941 cuenta con dos formas de realizar mediciones; mediante el software proporcionado por la empresa Analog Device (SensorPal) o mediante los scripts que contienen los programas para la compilación. La primera forma permite configurar, medir y visualizar de manera rápida, la segunda toma un poco más de tiempo e involucra el uso de compiladores y softwares externos como keil, python o terminales seriales, esta última forma permite tener un mayor control sobre la configuración de los parámetros de la tarjeta.

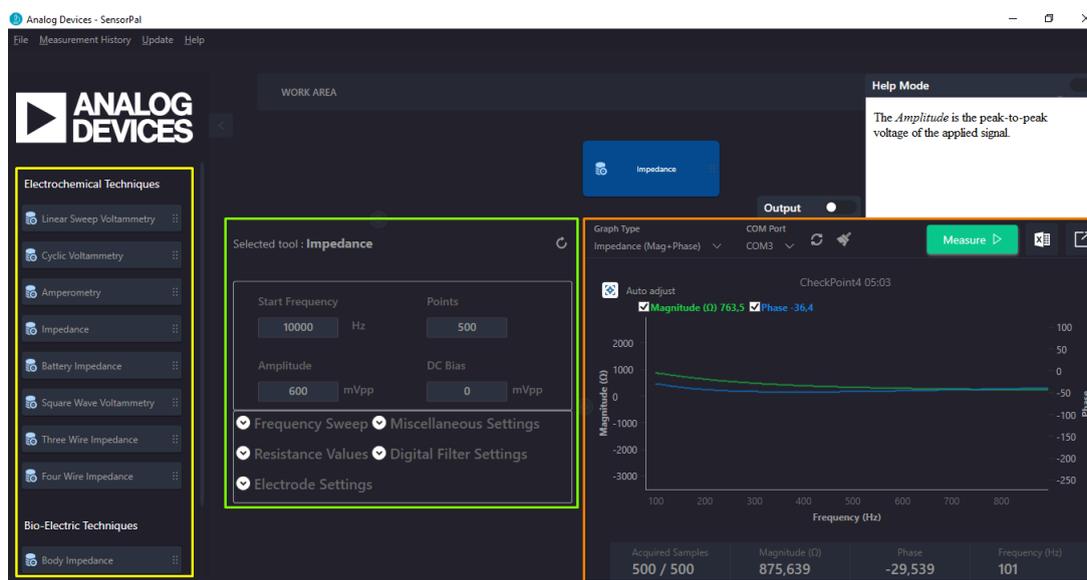


Figura 7: Apariencia del software SensorPal.

El software SensorPal presenta la apariencia de la figura 7, se divide en 4 secciones, la primera sección corresponde a la parte superior y está compuesta por área de trabajo, barra de herramientas y recuadro de ayuda, la segunda sección se compone del recuadro amarillo, desde esta, se selecciona el tipo de medida deseada al dar clic sostenido y arrastrarla hasta el área de trabajo, la tercera sección (recuadro verde) corresponde a las configuraciones previas para realizar las mediciones, finalmente sección 4 (recuadro naranja) es desde donde se inicia la medida y se visualizan los resultados.

La apariencia del compilador keil se presenta en figura 8, el recuadro de color rojo corresponde a los archivos del proyecto ejemplo AD5940_Impedance utilizados para la compilación del firmware

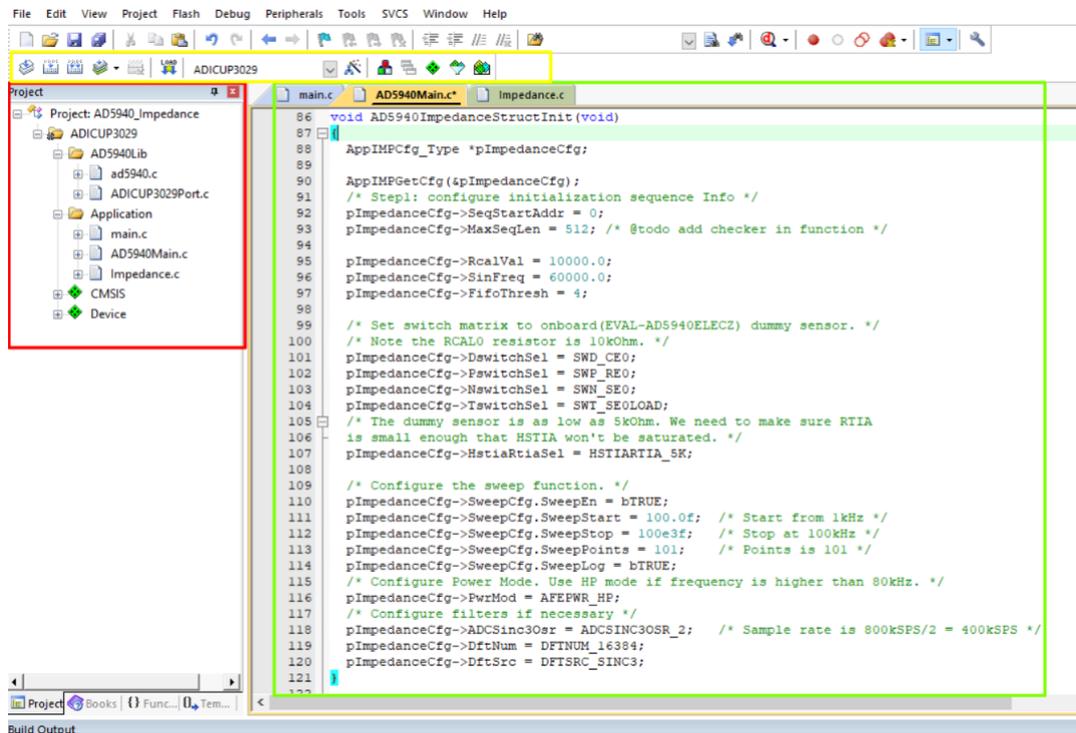


Figura 8: Apariencia del compilador keil.

correspondiente a la medida de impedancia. La carpeta principal es nombrada como ADICUP3029 y se compone de las subcarpetas AD5940Lib, Application, CMSIS y Device. La primera subcarpeta contiene el archivo principal del AD5940/AD5941 con todas las funciones de la biblioteca y no se recomienda realizar modificaciones a este archivo, mientras las últimas subcarpetas no deben editarse, CMSIS (Cortex Microcontroller Software Interface Standard) y dispositivo, contiene el archivo de inicio para la MCU elegida.

Desde Application se configuran los parámetros para realizar la respuesta en frecuencia o espectroscopia de la impedancia; main.c, maneja las funciones de inicialización del microcontrolador, por ejemplo, UAR y los relojes del sistema, AD5940Main.c, proporciona las funciones para el control de las aplicaciones de alto nivel, como el manejo de interrupciones y la transmisión de datos. Impedance.c, maneja las secuencias de medición principales, incluida la configuración del secuenciador, la lectura de datos del FIFO y el procesamiento de los datos.

El archivo AD5940Main.c contiene la función de inicialización que se utiliza para configurar los parámetros de medidas, estos los podemos encontrar en la función AD5940ImpedanceStructInit(), este archivo puede ser editado una vez abierto en la sección del recuadro de color verde. El recuadro de color amarillo se utiliza para compilar, generar el archivo hexadecimal y programar el dispositivo, ver figura 8.

6.2. Medida de impedancia mediante el AD5941

El AD5941 es un integrado de alta precisión y de bajo consumo, diseñado para aplicaciones portátiles que requieren técnicas de medición electroquímicas de alta precisión como mediciones amperométricas, voltamperométricas o de impedancia. Este consta de dos lazos de excitación de alta

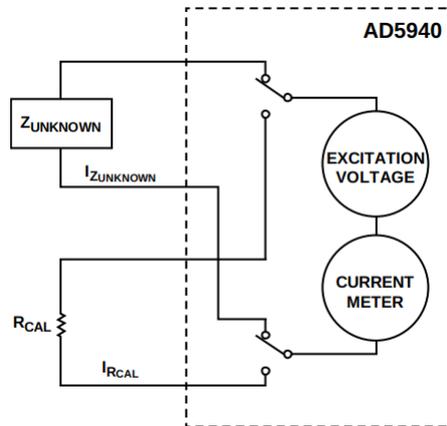


Figura 9: Medida de la impedancia desconocida, imagen extraída de [3]

precisión y un canal de medición común, figura 10 muestra el diagrama de bloques de los componentes internos del AD5941.

El primer lazo de excitación consta de un DAC con salida dual y un potenciostato de bajo ruido, recuadro azul de la figura 10, una de las salidas del DAC controla la entrada no inversora del potenciostato (AMP) y la otra salida controla la entrada no inversora del amplificador de transimpedancia (LPTIA), este bucle de excitación de baja potencia es capaz de generar señales desde CC hasta 200 Hz. El segundo bucle de excitación, recuadro rojo 10, consta de un DAC de 12 bits, denominado DAC de alta velocidad, este DAC es capaz de generar señales de excitación de alta frecuencia de hasta 200 kHz.

El canal de medición del AD5941 cuenta una resolución de 16 bit, 800 kSPS y un ADC multicanal de aproximaciones sucesivas, un filtro antialiasing integrado y un amplificador de ganancia programable (PGA). Un multiplexor de entrada (mux) al frente del ADC permite al usuario seleccionar una entrada del canal para la medición. Estos canales de entrada incluyen múltiples entradas de corriente externas, entradas de voltaje externas y canales internos. Los canales internos permiten mediciones de diagnóstico de los voltajes de suministro interno, la temperatura del troquel y los voltajes de referencia.

La medición de la impedancia (Z_{unknow}) es un proceso de dos pasos, se aplica la señal oscilatoria sobre la muestra (Z_{unknow}) y luego esta misma señal sobre la resistencia de calibración (R_{CAL}), en ambos casos la corriente es medida y sobre estos datos se aplica una DFT para obtener el valor real e imaginario, mediante las expresiones:

$$|Z_{unk}| = \frac{|I_{R_{CAL}Mag}|}{|I_{Z_{unk}Mag}|} R_{CAL} \quad (3)$$

$$Z_{unkPhase} = R_{CALPhase} - R_{Z_{unk}Phase} \quad (4)$$

Donde:

- Z_{unk} Impedancia desconocida de la muestra o sistema de interés

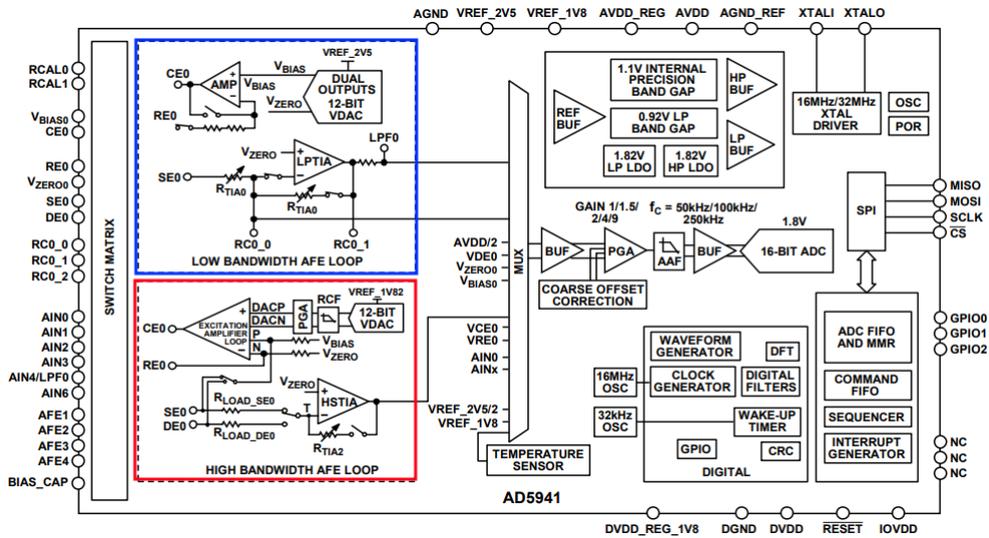


Figura 10: Diagrama del AD5941

- $I_{RCAL_{Mag}}$ Magnitud de corriente de la corriente a través de la resistencia de calibración
- $I_{Zunk_{Mag}}$ Magnitud de la corriente a través de la impedancia desconocida

estándar se realiza frecuentemente a dos hilos, este valor se obtiene medida métrica de relación. Se aplica una señal a través de la resistencia conocida (RCAL) y se mide la corriente de respuesta. A continuación, se aplica la misma señal a través de la impedancia desconocida y se mide la corriente de respuesta. Se realiza una DFT en las corrientes de respuesta para determinar la magnitud y los valores de fase de cada una. La impedancia desconocida se puede calcular usando la siguiente ecuación:

6.3. Cálculo de R_{TIA} óptimo

El AD5941 contiene un amplificador de transimpedancia de bajo consumo (TIA) que se encarga transformar pequeñas señales de corriente a su entrada a señales de voltaje a su salida, después estas son medidas por el ADC. Para garantizar un adecuado medición de la impedancia se debe garantizar que el amplificador no trabaje en región lineal y su vez que el nivel de voltaje a su salida este en el rango de medida para el ADC.

Los elementos utilizados en el circuito de transimpedancia (TIA) no son ideales, por ende es importante asegurar que el valor de R_{TIA} o ganancia seleccionada no sature el amplificador, es decir, garantizar que la caída de tensión entre las entradas del amplificador sea cero y mantener la tierra virtual. Además, es importante asegurar que la señal a la salida del amplificador de transimpedancia no sea demasiado pequeña para una posterior medida del ADC, ambos escenarios, ocasionaría una medida poco confiable, la primera por deformación en la señal de salida, debido a la no linealidad del amplificador y la segunda por el ruido al medir la señal de salida.

El fabricante recomienda en la sección “LOW POWER TIA” usar la ecuación 5 para el cálculo de la resistencia de transimpedancia (R_{TIA}) o ganancia. Esta nos permite encontrar la corriente máxima por el amplificador de transimpedancia antes de pasar a la región de saturación y es la relación entre la amplitud máxima a la entrada del ADC y el valor de ganancia seleccionado.

$$I_{maxTIA} = \frac{0,9V}{R_{TIA}} \quad (5)$$

Donde:

- I_{maxTIA} corriente máxima medida por el amplificador de transimpedancia antes de pasar a región de saturación.
- 0.9 V corresponde a la amplitud del voltaje de entrada para el ADC.
- R_{TIA} resistencia de ganancia seleccionada para hacer la conversión de corriente a voltaje.

Al conocer la corriente máxima que puede medir el TIA y suponer que la amplitud de la señal de salida es conocida, dado que es una variable que el usuario establece antes de realizar la medida de espectroscopia, podemos encontrar el valor de la impedancia mínima que se puede medir en función de la resistencia de transimpedancia y la amplitud de voltaje en la salida (V_{out}).

$$Z_{min} = \frac{I_{maxTIA}}{V_{out}} \quad (6)$$

Al reemplazar la ecuación 5 en 6 obtenemos:

$$Z_{min} = \frac{V_{out} * R_{TIA}}{0,9} \quad (7)$$

El valor de ganancia o R_{TIA} que permite medir la corriente máxima generada por la impedancia mínima se encuentra al despejar R_{TIA} de la ecuación 7, si incrementáramos el valor de la ganancia, el valor a la salida del amplificador sería mayor a los 0,9V lo que resultaría en una medida no confiable de la impedancia. De esto último podemos concluir que el valor de R_{TIA} debe ser menor o igual a:

$$R_{TIA} \leq \frac{0,9 * Z_{min}}{V_{out}} \quad (8)$$

7. Resultados

El montaje experimental utilizado para caracterizar el prototipo se muestra en la figura 11, constó de un osciloscopio GWINSTEK GDS-2204-A, el prototipo implementado y una dummy cell. El osciloscopio es usado para visualizar la señal impuesta a través de la salida del potencióstato o prototipo, y como medio para detectar deformidades o armónicos que se pueden generar por la saturación del amplificador de transimpedancia.

El prototipo implementado se compone por el kit EVAL-AD5941, una raspberry y una fuente de alimentación. Estos elementos se ensamblan sobre una placa de acrílico y son encapsulados dentro de una caja con protección IP67. La dummy cell o celda ficticia contiene circuitos equivalentes de precisión, que permiten simular procesos de relación y son usados como referencia para la calibración y prueba de potencióstatos y/o galvanostatos.

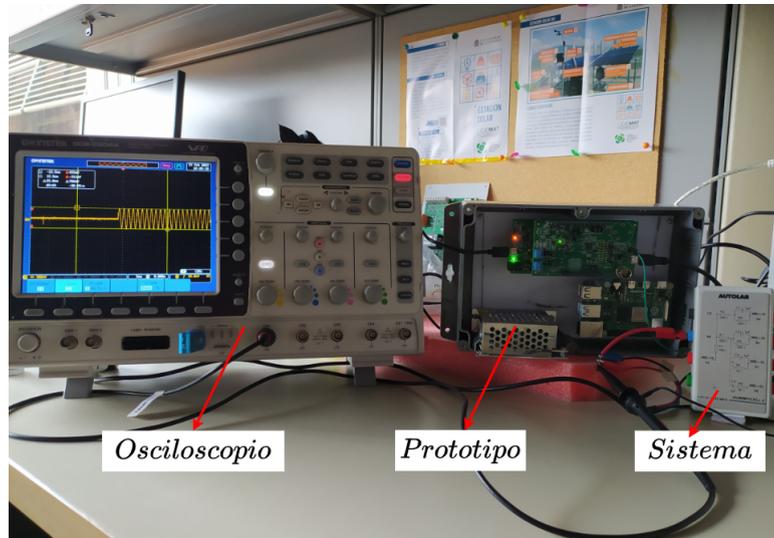


Figura 11: Montaje experiemntal

Las señales fueron registradas haciendo uso del osciloscopio GWINSTEK GDS-2204-A, entre los electrodos CE0-GND, CE0-SE0 y CE0-DE0. La señal captura entre el primer par de electrodos (CE0-GND) puede ser configurada desde ambos software, mientras que los últimos dos pares de electros se usan con compilador Keil (CE0-SE0) y el software SensorPal (CE0-DE0) respectivamente.

7.1. Verificación de las señales de salida impuestas a muestra o impedancia desconocida

7.1.1. Señal de salida medida entre CE0 y GND

La figura 12a muestra la señal capturada entre el contra electrodo (CE0) y la referencia de la tarjeta (GND) a lo largo de un tiempo completo de muestreo. La señal presenta un comportamiento periódico. Al tomar un periodo de esta señal, se identifican dos ciclos, los cuales coinciden con la documentación entregada por el fabricante y son nombrados como el ciclo de medición, marcado como A, y el ciclo de hibernación, marcado como B. Para examinar con mayor detalle la señal periódica generada por el kit, se presenta un acercamiento en la figura 12b.

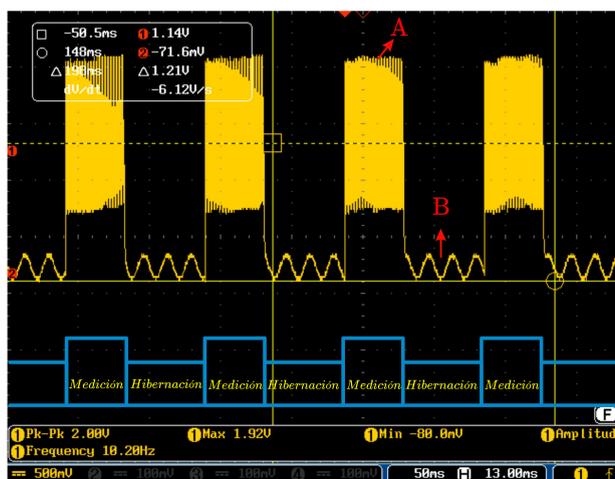
La señal medida en la figura 12 no corresponde a la señal impuesta sobre la muestra o impedancia desconocida, pero resulta útil para conocer el funcionamiento de la tarjeta, debido a que la señal aplicada se hace a través del pin CE0. La señal que realmente vería la muestra o impedancia desconocía es la obtenida por la diferencia de potencial entre los electrodos CE-SE0 o CE-DE0, figura 13, esta señal presenta un offset o valor de cercano a cero, para las configuraciones por defecto entregadas por el fabricante.

En el ciclo A, el AD5941 ejecuta la secuencia de medición en la que se aplica una señal oscilatoria de voltaje sobre la impedancia desconocida y la resistencia de calibración. Esta señal oscilatoria experimentará cambios en la frecuencia para los ciclos subsiguientes de acuerdo a los parámetros definidos por el usuario. Simultáneamente, se lleva a cabo la medición de corriente y voltaje para la impedancia desconocida. Los resultados de estas mediciones son almacenadas en la FIFO del AD5941

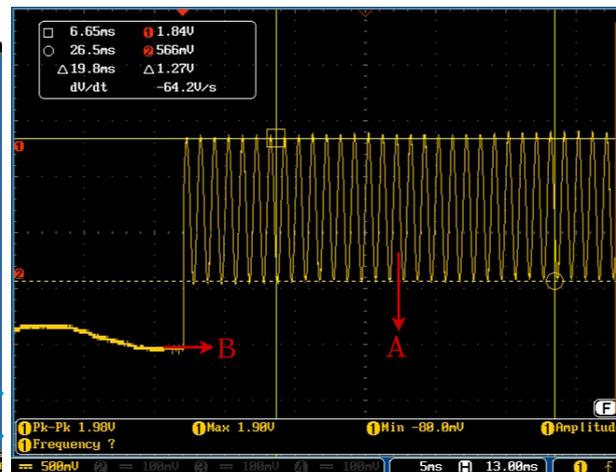
y luego son procesadas mediante una DFT.

El periodo de la señal capturada en la figura 12a es aproximadamente de 10 Hz, lo cual deriva a que el tiempo del ciclo A o ciclo de medición es aproximadamente 40 ms y para el ciclo B o ciclo de hibernación es de 60 ms, esto de acuerdo a las configuraciones por defecto del fabricante. La medida de tiempo para el ciclo A es registrada en la figura 13a. Este valor corresponde a la ventana de tiempo en la que se imponen las señales oscilatorias. La frecuencia mínima a la cual se traza un ciclo completo de onda es igual al inverso de este tiempo, es decir, 25 Hz. Esta señal fue medida y registrada en la figura 13b, se presenta un zoom para este ciclo y se puede apreciar que la señal presenta similitudes con una senoidal.

Para el ciclo B o estado de hibernación, el kit desconecta la señal periódica impuesta de la muestra o impedancia desconocida y habilita la comunicación con el microcontrolador host (ADCUP3029) mediante el protocolo SPI. Sobre la señal del ciclo B se percibe oscilaciones, las cuales coinciden con la frecuencia de la red eléctrica, estas oscilaciones son mitigadas en el ciclo A o ciclo de medición por filtros digitales integrados en la tarjeta.



(a) Señal medida entre el contra electrodo (CE0) y GND para un tiempo completo de muestreo.



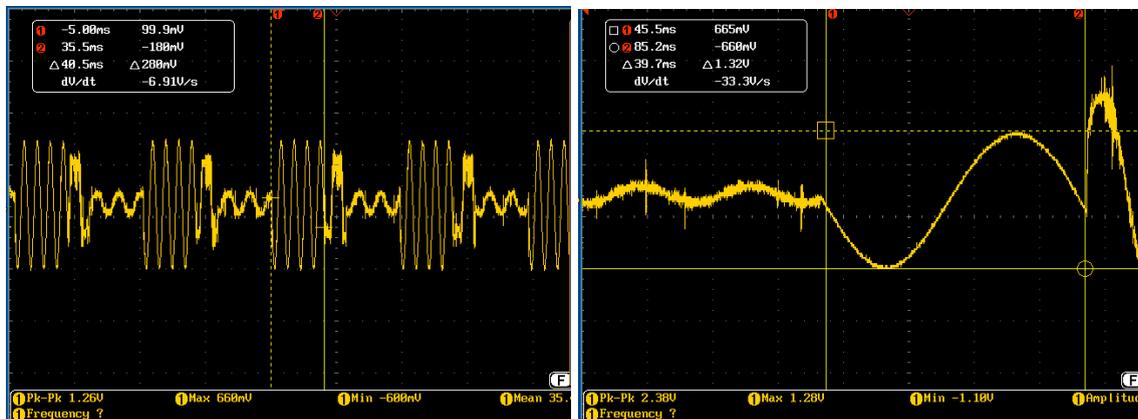
(b) Zoom de la señal capturada entre el contra electrodo (CE0) y GND, para detallar la señal periódica en el ciclo A.

Figura 12: Señal de salida del kit EVAL-AD5941 entre el contra electrodo (CE0) y la referencia del sistema (GND).

7.1.2. Variación de frecuencia y amplitud en la señal de salida

Con el propósito de verificar la concordancia entre los valores ingresados desde el software y la señal de salida del potencióstato, se llevaron a cabo variaciones en los parámetros de frecuencia y amplitud. Inicialmente, se realizaron cambios en la frecuencia, manteniendo constante el valor de amplitud en 600 mV. Posteriormente, se procedió a variar los valores de amplitud, mientras que la frecuencia se mantuvo fija en 1 kHz. Las formas de onda resultantes se registraron utilizando el osciloscopio GWINSTEK GDS-2204-A, tanto en un circuito en estado abierto como entre los electrodos CE0 y DE0 para el sistema SensorPal, y entre CE0 y SE0 para el sistema Keil.

En las tablas 5 y 6 se presentan los valores ingresados desde el software SensorPal y el compilador



(a) Medición de la ventana de tiempo para una señal impuesta entre los electrodos CE-SE. (b) Frecuencia mínima en la ventana de tiempo definida en las configuraciones por defecto.

Figura 13: Señal de salida impuesta a la impedancia desconocida o muestra mediante el kit EVAL-AD5941 entre el contra electrodo (CE0) y el electrodo de censado (SE0).

Keil respectivamente, se registran los valores medidos de la frecuencia, amplitud y el cálculo del error porcentual entre el valor ingresado y medido. Las figuras 14 y 15 ilustran el comportamiento de los errores porcentuales, mientras las figuras 26 y 27 las formas de onda de las señales de salida al variar la frecuencia y la amplitud respectivamente.

La figura 14a presenta el gráfico del error porcentual en las mediciones de frecuencia al variar esta misma desde el compilador Keil y el software SensorPal, es decir, se analiza cómo cambia el valor fijo de amplitud ante cambios de frecuencia. Los errores porcentuales de frecuencia obtenidos entre los electrodos CE0-SE0 (Keil) son menores al 1 % y presentan menor variabilidad que los errores porcentuales entre los electrodos CE0-SE0 (SensorPal) que están dentro del rango del 1.5 %. Esto indica que las mediciones de frecuencia son más estables y precisas entre los electrodos CE0-SE0 en comparación con CE0-DE0.

Para la misma prueba experimental, se presenta en la figura 14b el gráfico del error porcentual de amplitud respecto a las variaciones de frecuencia. Para frecuencias menores a 100 kHz, los errores porcentuales obtenidos entre los electrodos CE0-SE0 (Keil) tienen a ser menor a los errores porcentuales obtenidos mediante los electrodos CE0-DE0 (SensorPal), y en ambos casos, estos errores son menores al 10 %. Para valores mayores a 100 kHz, se observa un aumento en el error porcentual para ambos software. Este último efecto se puede deber a que estamos cerca a los límites de operación de la tarjeta y se refleja con el decaimiento de la amplitud de la señal de salida, esto se logró corroborar de manera visual en las señales de las figuras 26d, 26e y 26f.

La figura 15a ilustra el comportamiento del error porcentual de la frecuencia al variar la amplitud entre los electrodos CE0-SE0 (Keil) y CE0-DE0 (SenSorPal), es decir, se analiza cómo cambia el valor fijo de frecuencia ante cambios de amplitud. Los errores entre los electrodos CE0-SE0 son menores al 0.5 % y entre CE0-DE0 son menores al 1 %. Los errores obtenidos entre los electrodos CE0-SE0 presenta menor variabilidad respecto a los errores porcentuales obtenidos entre los electrodos CE0-DE0. Esto sugiere de nuevo que las mediciones de frecuencia son más estables y precisas entre los electrodos CE0-SE0 en comparación con CE0-DE0.

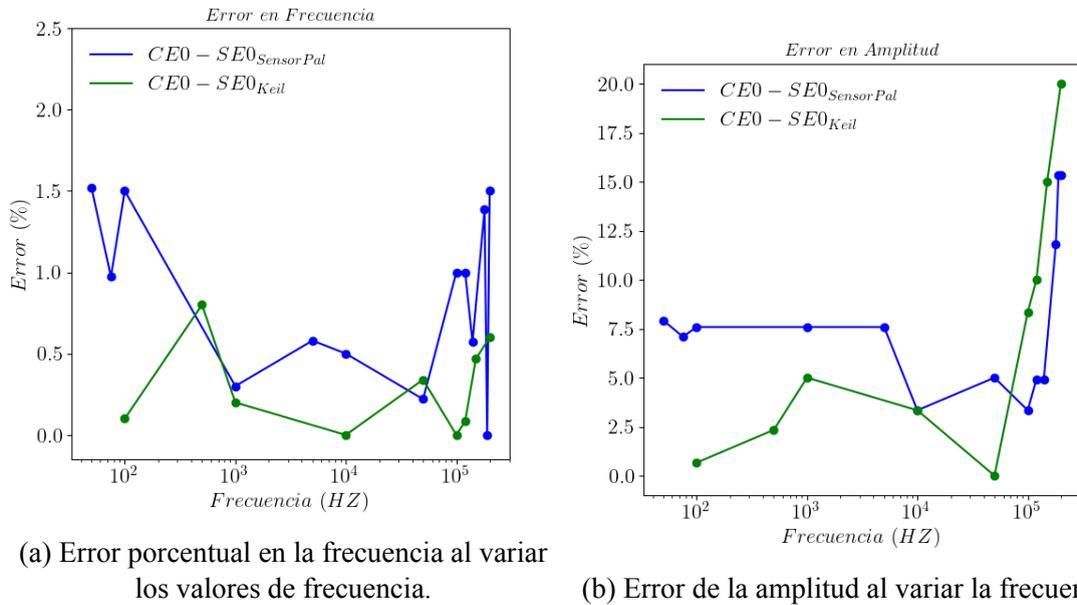


Figura 14: Error al variar la frecuencia desde los softwares y fijar la amplitud en 600 mV.

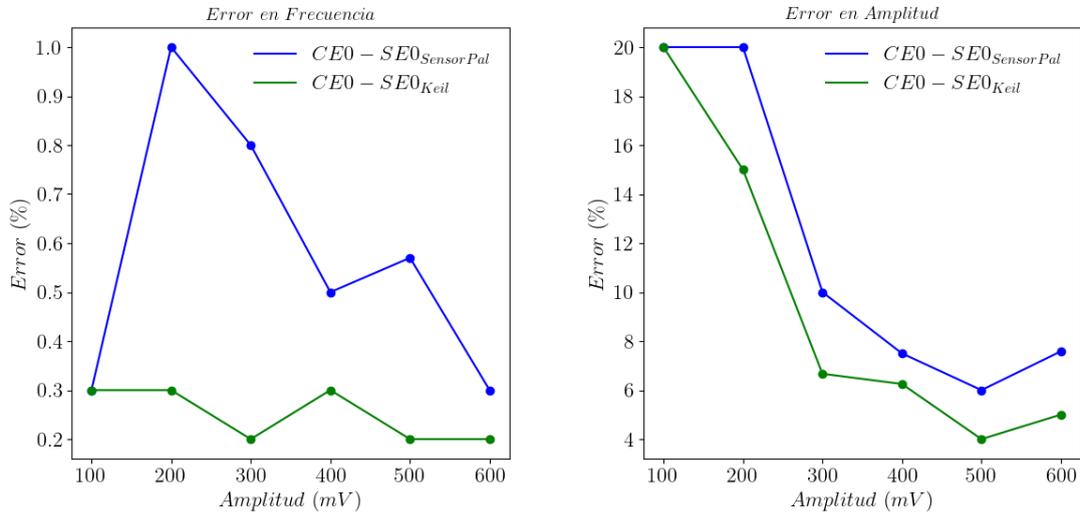
La figura 15b ilustra el gráfico del error porcentual de amplitud al variar la amplitud desde 100 mV pico a pico hasta 600 mV con pasos de 100 mV. En ambos gráficos, se observa que el error porcentual aumenta para magnitudes menores a 300 mV. Los errores porcentuales tienden a ser menores entre los electrodos CE0-SE0, y muestran una tendencia similar en ambos gráficos. Medir voltajes pequeños presenta desafíos, ya que es más sensible al ruido eléctrico, interferencias electromagnéticas y limitaciones propias del instrumento de medición.

7.2. Mediciones a circuitos resistivos

Con el propósito de visualizar de manera rápida y detectar posibles anomalías en el rango de frecuencias permitido por el prototipo, se realizó la medida de espectroscopia de la impedancia a ocho valores diferentes de resistencia. Esto debido, a que el espectro ideal para este elemento pasivo es constante e invariante con la frecuencia. Estas mediciones se configuraron y realizaron a través del compilador Keil y el software SensorPal.

Los parámetros seleccionados para la medida de espectroscopia de la impedancia presenta pocas modificaciones respecto a los valores por defecto definidos por el fabricante. En la tabla 1 se presentan los parámetros modificados para realizar la medición. La frecuencia mínima de 25 Hz fue seleccionada de acuerdo a la ventana de tiempo medida en la sección anterior, figura 13b. El valor máximo seleccionado fue de 200 kHz, este corresponde a la frecuencia máxima de operación definida por el fabricante, la amplitud se define 600 mV y una resistencia de transimpedancia de 200 Ω , la resistencia de calibración en ambos software es de 10 k Ω , este valor corresponde a la resistencia física soldada en el hardware.

Las figura 16 y 17 corresponde al espectro de impedancia medido para los ocho valores de resistencia diferentes entre los electrodos CE0-DE0 y CE0-SE0. En ambas figuras se presentan los diagramas logarítmicos de magnitud y fase. Para las resistencias menores a 10 k Ω se aprecian dos



(a) Error de la frecuencia al variar la amplitud. (b) Error de la amplitud al variar la amplitud.

Figura 15: Error al variar la amplitud desde los softwares y fijar la frecuencia en 1 kHz.

Measurement Parameters Settings:		
Start Frequency	25	Hz
Stop Frequency	200	kHz
Amplitude	600	mV
Internal RTIA Selection	200	Ω
Power Mode	LowPower	

Tabla 1: Parámetros utilizados en la medición del espectro de impedancia para los circuitos resistivos

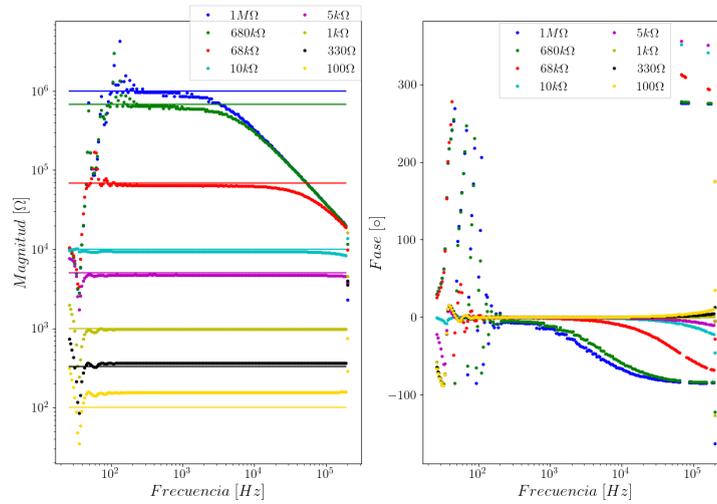


Figura 16: Espectro de impedancia a resistencias desde SensorPal electrodos CE0 y DE0.

regiones representativas, mientras para las mayores se aprecia una más, estas se describen en el sentido creciente frecuencia.

Para los resultados obtenidos mediante ambos software se habla de una primera sección, la cual abarca un rango aproximado entre 25 Hz y 200 Hz, esta se caracteriza por oscilaciones y valores atípicos en ambos gráficos y diagramas, lo que es más evidente en frecuencias inferiores a los 100 Hz. Además, en el diagrama de magnitud, se observa un comportamiento subamortiguado, lo cual se debe a que la ventana de tiempo utilizada para la medida de la señal periódica es reducida, lo cual lleva a que se presente un derramamiento espectral al aplicar la DFT. Después de esta sección inicial, los resultados establece un comportamiento constante en las mediciones para todo el rango restante, esto solo en los valores cuyas resistencias de prueba fueron menores a $10\text{k}\Omega$. Finalmente, para las resistencias mayores a los $10\text{k}\Omega$, se aprecia un decaimiento lineal en la magnitud de la señal medida, acompañado de un cambio en el valor de la fase. Esto último notorio en valores de resistencia mayores a $68\text{k}\Omega$. Además, se apreció que entre los electrodos usados desde el software SensorPal, las medidas presentan un offset de 50 ohmios, lo cual es más notorio para las medias de resistencias pequeñas, debido a la escala logarítmica.

La Figura 18a corresponde al barrido en frecuencia para ocho valores de resistencia con una ganancia superior a los resultados anteriores ($R_{TIA} = 5\text{ k}\Omega$). En esta figura, se puede observar el efecto de saturación para las resistencias inferiores a $5\text{ k}\Omega$. Este fenómeno se identificó al visualizar la señal de salida mediante el osciloscopio y al emplear la ecuación (1), la cual indica que la impedancia mínima que se puede medir sin experimentar este efecto de saturación es aproximadamente de $3.3\text{ k}\Omega$. Por otro lado, la Figura 3 muestra la forma de la señal de salida entre los electrodos cuando el amplificador de transimpedancia está saturado. Se puede observar la presencia de armónicos en la señal, lo que provoca la pérdida de linealidad en la prueba.

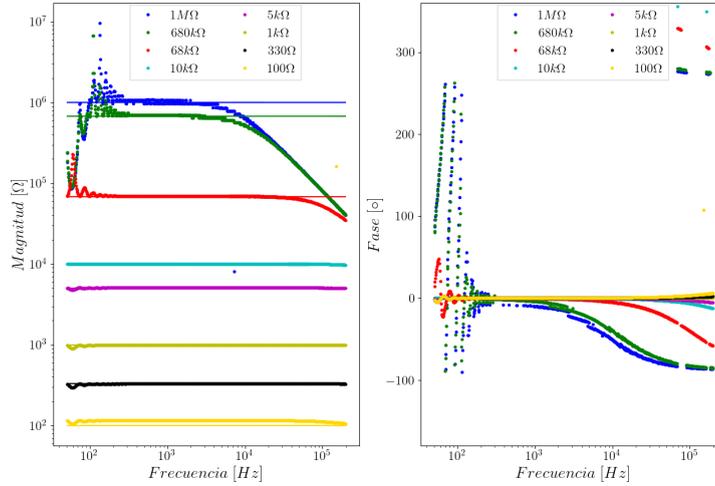


Figura 17: Espectro de impedancia a resistencias desde keil electrodos CE0 y SE0.

7.3. Mediciones a circuitos equivalentes mediante dummy cell

En esta sección se presentan los resultados obtenidos al realizar la medida de espectroscopia de la impedancia o respuesta en frecuencia para el circuito equivalente de la figura 2 de parámetros ($R_s = 100\Omega$, $R_p = 1k\Omega$ y $C = 1\mu$). Para estas medidas se hace uso de una celda ficticia o dummy cell, la cual se muestra en la figura 19. El circuito fue seleccionado porque al evaluar, a función de transferencia en el rango disponible de la tarjeta, se puede observar la tendencia a trazar el semicírculo completo en el rango de frecuencias disponibles de la tarjeta.

La impedancia mínima que se puede medir al utilizar el circuito seleccionado, una amplitud senoidal a la salida del potenciómetro de 0.6 V y con una resistencia de transimpedancia de 200 sería:

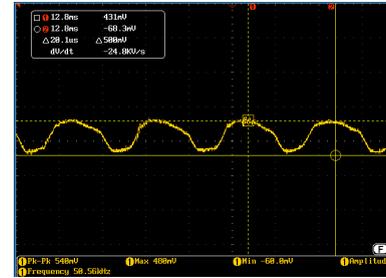
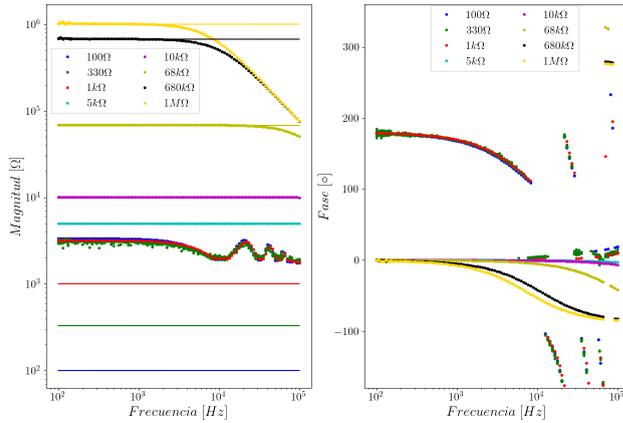
$$Z_{min} = \frac{0,6 * 200}{0,9} = 133,3\Omega \quad (9)$$

7.3.1. Resultados usando la dummy cell mediante el software SensorPal

La configuración utilizada desde el software SensorPal se muestra en la tabla 2, los resultados de la medición se muestran en la figura 20. En el lado izquierdo, se presentan el diagrama logarítmico de magnitud y el semilogarítmico de fase, al lado derecho se presenta el diagrama de Nyquist. Las mediciones se representan mediante puntos de color negro, mientras que la respuesta en frecuencia del circuito de referencia se ilustra mediante la gráfica continua de color azul.

Del diagrama logarítmico de magnitud entre los 25 Hz a 100 Hz se presentan oscilaciones típicas de un comportamiento subamortiguado, para valores menores a los 40 Hz, los valores medidos presentan una mayor lejanía respecto a los valores teóricos o de referencia. Para frecuencias entre los 100 Hz a 1000 Hz se presenta un decaimiento lineal en la amplitud de la impedancia y visualmente se observa cercanía de los datos medidos e ideales, para frecuencias entre 1000 Hz a 200 kHz el valor de impedancia entregado por el potenciómetro no coincide con el valor teórico y este presenta

Electrodos CE y SE0



(a) RF para ocho resistencias entre los electrodos CE0-SE0 y RTIA=5k

(b) Señal del potenciostato ante saturación del amplificador de transimpedancia.

Figura 18: Error al variar la amplitud desde los softwares y fijar la frecuencia en 1 kHz.

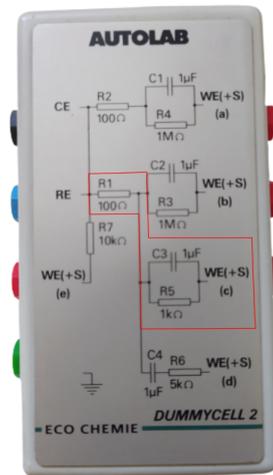


Figura 19: Dummy cell o celda ficticia, el polígono de color rojo corresponde a los elementos pasivos utilizados, $R_s = 100\Omega$, $R_p = 1k\Omega$ y $C = 1\mu$

un offset por encima del valor real igual 50 ohms.

Del diagrama logarítmico de fase se aprecia, al igual que para el diagrama de magnitud, que para frecuencias entre 25 Hz a 100 Hz se presentan leves oscilaciones y valores atípicos para frecuencias menores a los 40 Hz. Para frecuencias entre 100 a 250 Hz no se aprecian oscilaciones, hay un decremento lineal de la fase y visualmente los datos medidos coinciden con los datos teóricos. Para el rango de 250 Hz a 10 kHz se alcanza el valor mínimo en el cambio de fase y posteriormente se comienza a incrementar hasta retornar a cero, para los valores medidos el cambio de fase ocurre primero. Para el rango de 10 kHz a 200 kHz, la fase presenta un valor cercano a cero.

Del diagrama de Nyquist, se aprecia que el semicírculo formado por los datos medidos presenta un desplazamiento a la derecha del eje real, además de presentar un menor radio respecto los datos ideales, estas dos diferencias ocasionan que los datos medidos con los datos teóricos no coincidan, los datos medidos entre el rango aproximadamente entre 159.1 Hz a los 200 kHz, presenta un comportamiento suave sin variaciones en la tendencia circular significativa, para el rango entre restante los datos presentan oscilaciones y después de los 50 Hz presentan una mayor lejanía a los valores teóricos.

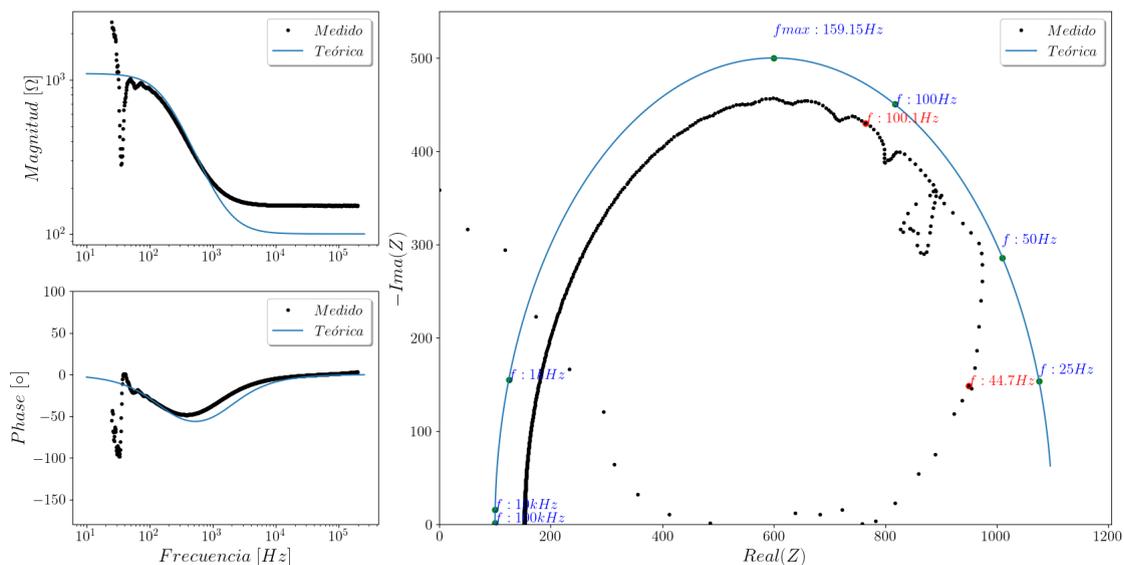


Figura 20: Medida del circuito equivalente mediante el software Sensor

7.3.2. Resultados usando la dummy cell mediante el compilador Keil

La configuración utilizada desde el compilador Keil se muestra en la tabla 3, los resultados de la medición se muestran en la figura 21. En el lado izquierdo, se presentan el diagrama logarítmico de magnitud y el semilogarítmico de fase, al lado derecho se presenta el diagrama de Nyquist. Las mediciones se representan mediante puntos de color negro, mientras que la respuesta en frecuencia del circuito de referencia se ilustra mediante la gráfica continua de color azul.

Del diagrama logarítmico de magnitud entre los 25 Hz a 40 Hz aproximadamente no se presentan una tendencia clara, a partir de los 40 Hz a 100 Hz se aprecian que los datos medidos presentan cercanía con los valores teóricos, además de presentar oscilaciones leves típicas de un comportamiento subamortiguado. Este último efecto conoce como “derramamiento espectral” y se atribuye a que

Measurement Parameters Settings:		
Start Frequency	200000	Hz
Points	1000	
Amplitude	600	mVpp
DC Bias	0	mVpp
Enable	1	
Stop Frequency	25	Hz
Logarithmic	1	
Power Mode	High Power	
Sample Rate	10	sps
Internal RTIA Selection	200	Ω
Calibration Resistor	10000	Ω
Filter Level	Level 1.1	
Hanning Window	1	
DFT Number	16384	
PGA Gain Select	GNPGA_1	
Counter Electrode	CE0	
Sense Electrode	DE0	

Tabla 2: Parámetros utilizados en la medición del espectro de impedancia para el circuito equivalente de la DummyCell mediante el software SensorPal

Measurement Parameters Settings:		
DacVoltPP	600	mV
DswitchSel	SWD_CE0	
PswitchSel	SWP_RE0	
NswitchSel	SWN_SE0	
TswitchSel	SWT_SE0LOAD	
HstiaRtiaSel	HSTIARTIA_5K	
SweepCfg.SweepEn	bTRUE	
SweepCfg.SweepStart	200e3f	Hz
SweepCfg.SweepStop	1	HZ
SweepCfg.SweepPoints	1000	
SweepCfg.SweepLog	bTRUE	
PwrMod	AFEPWR_HP	
ADCSinc3Osr	ADCSINC3OSR_2	
DftNum	DFTNUM_16384	
DftSrc	DFTSRC_AVG	
AdcPgaGain	ADCPGA_1	
BiasVolt	0.0	mV

Tabla 3: Parámetros utilizados en la medición del espectro de impedancia para el circuito equivalente de la DummyCell mediante el compilador Keil

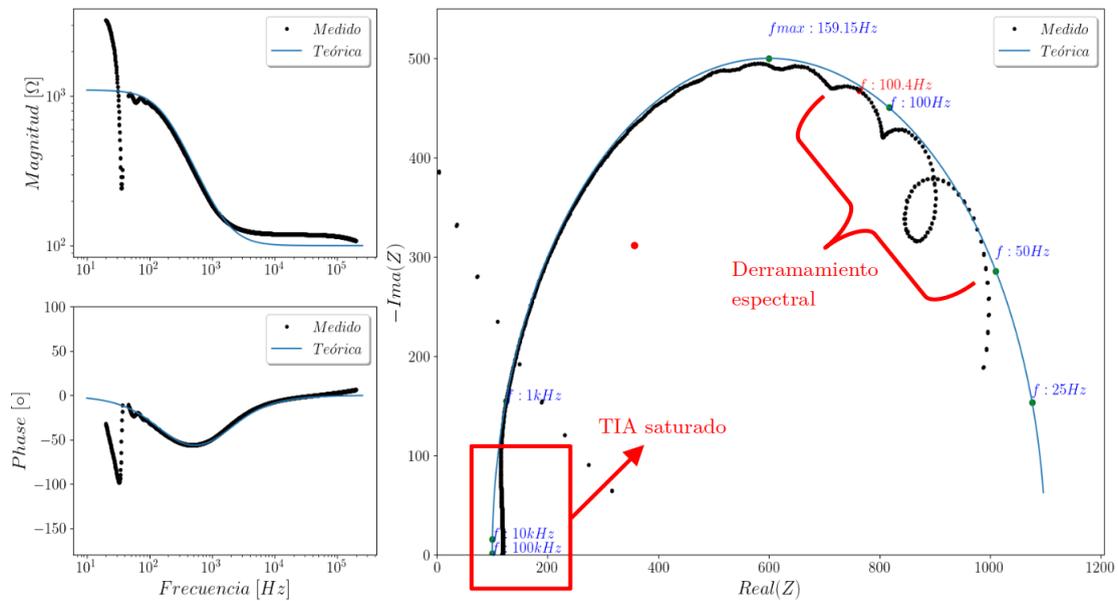


Figura 21: Medida del circuito equivalente mediante el compilador Keil

la ventana de tiempo tomada para el cálculo de la impedancia mediante la Transformada Discreta de Fourier (DFT) es cercana al periodo de la señal resultante. Para el rango de frecuencias entre 100 Hz a 2 kHz la magnitud de impedancia presenta un decaimiento lineal, visualmente se observa cercanía de los datos medidos e ideales. Para frecuencias entre 2 kHz a 200 kHz, el valor de impedancia entregado por el potensióstato no coincide con el valor teórico, esto a que la impedancia medida esta región es de menor a 120Ω lo cual resulta en que el amplificador de transimpedancia se encuentra saturado.

Del diagrama logarítmico de fase se aprecia, al igual que para el diagrama de magnitud, que para frecuencias entre 25 Hz a 40 Hz no se presentan una tendencia clara en los datos medidos y para el rango de 40 Hz a 100 Hz se aprecian cercanía de los valores medidos con los valores teóricos, así como oscilaciones. Para frecuencias entre 100 a 100 kHz los datos medidos para la fase coinciden de manera visual con los valores teóricos. Para el rango de 100 kHz a los 200 kHz la fase comienza alejarse de manera leve de los valores teóricos.

Haciendo el recorrido en el sentido creciente del eje real de impedancia, el diagrama de Nyquist se puede dividir en tres regiones, la primera región, nombrada como TIA saturado, corresponde al rango aproximado de frecuencias entre los 200 kHz a 2 kHz, los datos medidos no coinciden con los valores teóricos y como el nombre de la región lo indica se debe a la saturación del amplificador, ya que la mínima impedancia que se puede medir de acuerdo a 9 es de 133.3Ω . La segunda región se puede identificar como aquellos datos donde los valores medidos coinciden con los valores teóricos, decir que siguen la trayectoria del semicírculo y corresponde al rango aproximado de frecuencias entre 2 kHz y 159.15 Hz. La tercera presenta oscilaciones las cuales se deben al fenómeno del derramamiento espectral y corresponde al rango aproximado de frecuencias entre 159.15 a 25 Hz.

Una medida similar se puede obtener al definir la amplitud en 0.4 V. En este caso, solo se pueden apreciar dos de las tres regiones mencionadas anteriormente. Esto se debe a que al disminuir la amplitud, se elimina el efecto de saturación del amplificador, como se puede observar en el diagrama

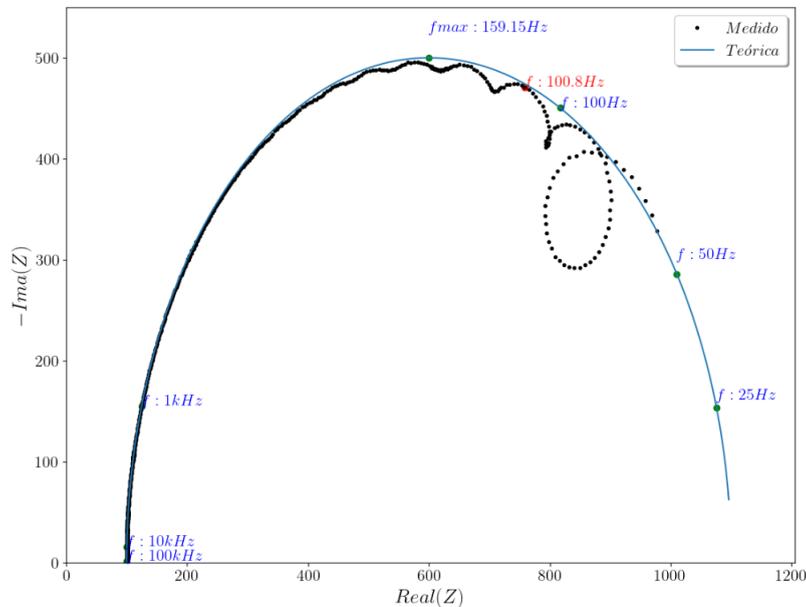


Figura 22: Medida a 0.4 V y eliminación de saturación la región de frecuencias altas (medida 2. 3 de la tabla 4).

de Nyquist de la figura 22.

7.3.3. Selección de Software y variación de parámetros

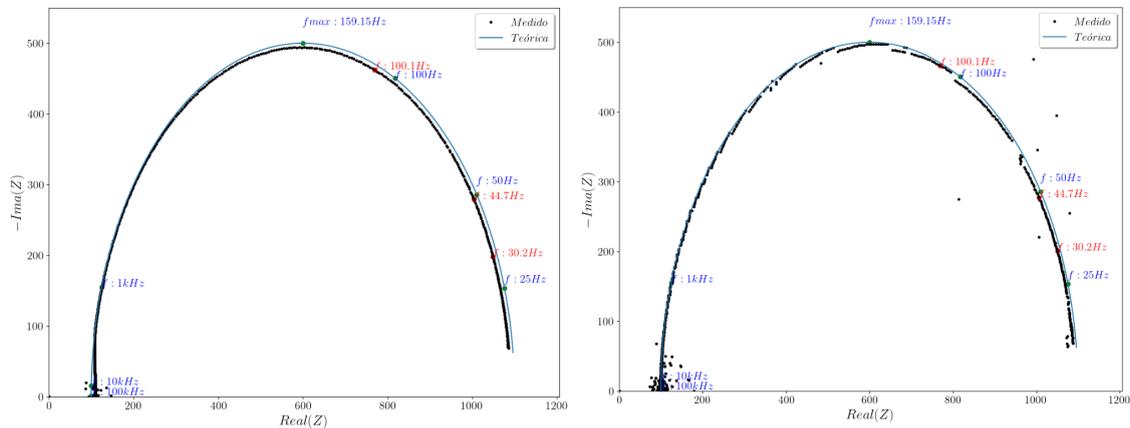
El compilador keil se selecciona como herramienta principal de configuración, debido a que los resultados obtenidos presentan mayor exactitud y coherencia respecto a los valores teóricos. Otro factor a resaltar es la flexibilidad y control sobre los registros para generar el firmware de la tarjeta, algo que no se logra con el software SensorPal, aunque este presente una interfaz más amigable para el usuario al configurar y visualizar las medidas.

En la tabla 4 se muestra diferentes configuraciones que se realizaron a los parámetros desde el software. Los resultados de las medidas obtenidos se evaluaron mediante el índice del error cuadrático medio (MSE), este mide el promedio de los errores al cuadrado, entre los valores medidos y los datos teóricos.

El orden seguido al presentar las configuraciones y evaluación de los resultados obtenidos son: variación de la amplitud, variación del RTIA, ventana de tiempo y medidas al cambiar el método para aplicar la DFT de los resultados medidos por el ADC.

Se identifica que a medida que se disminuye la amplitud de la señal senoidal, hay una tendencia a aumentar el MSE, esto se muestra en la última columna de la tabla. Un valor alto en el MSE puede ser rectificado al aumentar la ganancia del amplificador de transimpedancia y al modificar los filtros digitales disponibles desde la tarjeta, esto se logra si se modifican los registros ADCSinc30sr y el registro DFtSrc.

Modificando el registro ADCSinc30sr y asignando como ADCSINC30SR_4 se logró aumentar la ventana de tiempo para la medida de espectroscopia, en este caso se pasó de tener 40 ms a 80 ms, lo cual permitió llegar a 12.5 Hz. Al modificar el registro DftSrc y asignar DFtSRC_AVG se obtiene



(a) Medida a 0.5V con RTIA de 200 Ω , ventana de tiempo de 80 ms y DFT del promedio. (b) Medida a 0.01 V con RTIA de 1 k Ω , ventana de tiempo de 80 ms y DFT del promedio.

Figura 23: Resultado al variar registros ADCsinc3os y DftSrec, medidas 2. 17 y 2. 18

una mejor medida, la cual elimina las oscilaciones presentadas por el derramamiento espectral; sin embargo, esto ocasiona que la medida tome más tiempo, casi el doble de tiempo. Los resultados de las medidas con esta configuración se puede apreciar en las medidas de la figura 23.

7.4. Mediciones a celdas solares en condiciones de oscuridad

Las figuras 24 y 25 corresponde a los resultados obtenidos al realizar la medida de espectroscopia a dos celdas solares en condiciones de oscuridad. La primera figura corresponde a una celda solar de silicio policristalina primera generación y una celda solar de tercera generación de perovskita.

Para ambas figuras se puede apreciar un decaimiento lineal en el diagrama logaritmo de magnitud. Para la celda de silicio se observa un decremento su fase, mientras que para la celda de perovskita se aprecia un comportamiento constante en la fase.

Observando el diagrama de Nyquist para la celda de silicio y haciendo el recorriéndolo en el sentido creciente del eje real, se puede apreciar que el diagrama es formado por dos arcos de radios diferentes, el primer radio del semicírculo es de menor al valor del radio siguiente, esto quiere decir, que la celda presenta dos procesos de relajamiento y que al obtener un circuito equivalente se debe hacer mínimo con dos bloques constructivos RC. Del diagrama podemos extraer que la resistencia en serie es aproximadamente cero y que para la resistencia en paralelo el valor tienen a estar al rededor de los 38 k Ω .

La celda de perovskita presenta aproximadamente un cuarto del semicírculo y posterior a este se presenta dispersión en los datos.

8. Conclusiones

- Se identifican dos ciclos en la señal impuesta por el potenciostado: ciclo de medición y ciclo de hibernación, que coinciden con la documentación del fabricante. La duración del ciclo de

	Medida	Frec Inicio [kHz]	Frec Parada [Hz]	Amplitud [mVpp]	Ventana de tiempo [ms]	RTIA [Ω]	DftSrc	MSE
Variación de amplitud	2. 1	200	25	600	40	200	SIN3	9.15
	2. 2	200	25	500	40	200	SIN3	0.88
	2. 3	200	25	400	40	200	SIN3	0.69
	2. 4	200	25	300	40	200	SIN3	11.9
	2. 5	200	25	200	40	200	SIN3	19.13
	2. 6	200	25	100	40	200	SIN3	29.68
	2. 7	200	25	50	40	200	SIN3	46.78
	2. 8	200	25	30	40	200	SIN3	65.84
	2. 9	200	25	20	40	200	SIN3	66.57
	2. 10	200	25	10	40	200	SIN3	69.12
2. 11	200	25	5	40	200	SIN3	69.19	
Variación de RTIA	1. 10	200	25	10	40	1k	SIN3	36.35
	1. 11	200	25	10	40	5k	SIN3	41.49
	1. 12	200	25	10	40	10k	SIN3	4.37
	1. 13	200	25	10	40	20k	SIN3	3.9
	1. 14	200	25	10	40	10k	SIN3	8.63
Ventana de tiempo	2. 12	200	1	5	80	200	SIN3	66.66
	2. 13	200	1	50	80	200	SIN3	95.7
	2. 14	200	1	500	80	200	SIN3	18.05
AVG	2. 15	200	1	50	80	200	AVG	68.86
	2. 16	200	1	10	80	200	AVG	46.35
	2. 17	200	1	500	80	200	AVG	13.16
	2. 18	200	1	10	80	1k	AVG	27.96

Tabla 4: Variación de la configuración parámetros desde el compilador keil

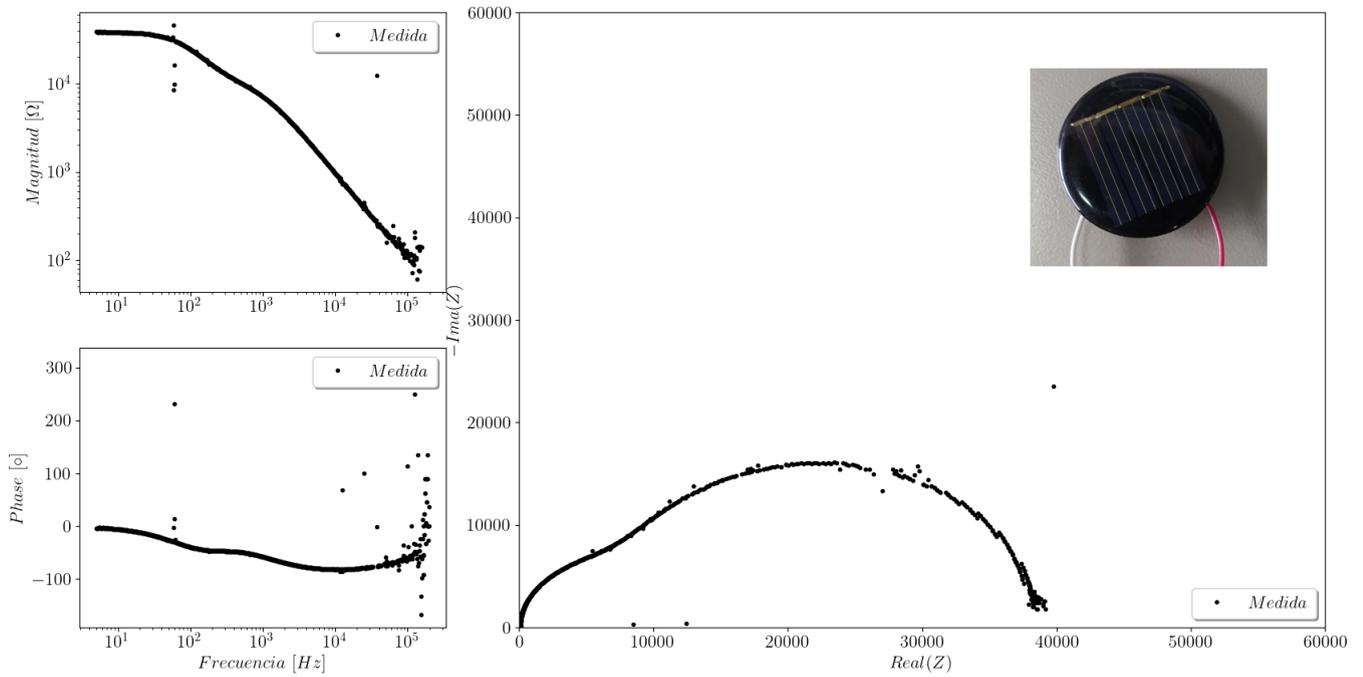


Figura 24: Caption

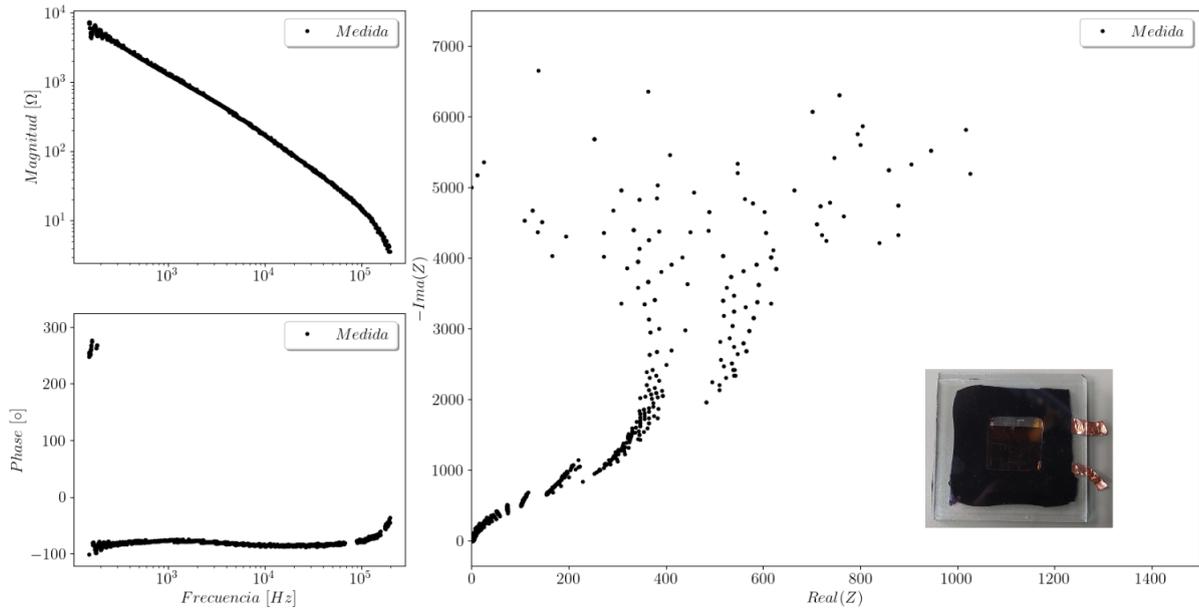


Figura 25: Caption

medición define la ventana de tiempo con la cual puedo calcular la mínima frecuencia a la que se puede trazar un ciclo completo de onda.

- Las mediciones de frecuencia fueron más estables y precisas entre los electrodos CE0-SE0 usando el compilador Keil en comparación con los electrodos CE0-DE0 usando el software SensorPal, con errores porcentuales menores al 1 % en el primer caso y dentro del rango del 1.5 % en el segundo. En cuanto a las mediciones de amplitud, se observaron errores porcen-

tuales menores al 10 % para frecuencias inferiores a 100 kHz, con menor error en las medidas adquiridas con los electrodos CEO-SEO (Keil) y un aumento del error por encima de 100 kHz. El estudio destacó que medir amplitudes pequeñas (menos de 300 mV) presenta desafíos debido a la sensibilidad al ruido eléctrico y las limitaciones de resolución del instrumento de medición.

- Para obtener un espectro de impedancia confiable, es necesario definir la frecuencia mínima como dos veces el inverso de la ventana de tiempo.
- La ecuación 7 permite dimensionar los valores de ganancia o resistencias de transimpedancia garantizan la tierra virtual y evitar la saturación del amplificador.
- De la evaluación del software SensorPal y keil, el software Keil se presenta, mayor flexibilidad y control de sus registros.
- Es recomendado visualizar la señal de salida mediante un osciloscopio con el fin de visualizar posibles deformidades o armónicos debido a que para un rango de frecuencias el amplificador de transimpedancia puede trabajar en la región de saturación, ocasionando medidas no confiable en todo o parte del espectro de impedancia.
- Las opciones DFTSRC AVG y SINC3 desde el compilador Keil, permiten disminuir de manera significativa el derramamiento espectral en los datos, pero un efecto negativo radica en el aumentando el tiempo que toma la medición.
- Con el prototipo se logró obtener una medida de espectroscopia de la impedancia a una celda solar de silicio y perovskita y se logró apreciar mediante el diagrama de Nyquist los semicírculos que constituyen los procesos de relajación.
- Las medidas de espectroscopia obtenidas a las celdas solares se puede extrapolar a biosensores, ya que los comportamientos de estos son similares a los obtenidos a través de las medidas.

Referencias

- [1] Jorge Gómez García, “Análisis de la Degradación de Recubrimientos de Barrera Térmica Mediante Espectroscopía de Impedancia Electroquímica.”
- [2] circutor, “Técnicas de compensación y filtrado de perturbaciones armónicas.”
- [3] M. Lambe, “Optimizing the AD5940 for electrochemical measurements.”
- [4] E. Velilla, F. Jaramillo, and I. Mora-Seró, “High-throughput analysis of the ideality factor to evaluate the outdoor performance of perovskite solar minimodules,” vol. 6, no. 1, pp. 54–62.
- [5] E. von Hauff, “Impedance spectroscopy for emerging photovoltaics,” vol. 123, no. 18, pp. 11329–11346.
- [6] A. Lasia, *Electrochemical Impedance Spectroscopy and its Applications*. Springer New York.
- [7] A. Sacco, “Electrochemical impedance spectroscopy: Fundamentals and application in dye-sensitized solar cells,” vol. 79, pp. 814–829.
- [8] J. B. Cano, K. Buonasera, and G. Pezzotti, “Transduction methods used on biosensors: amperometry and fluorescence,” no. 72, pp. 104–115.
- [9] M. E. Orazem and B. Tribollet, *Electrochemical impedance spectroscopy*. The Electrochemical Society series, Wiley. OCLC: ocn144517368.
- [10] Duvan Fernando Morales Castaño, “DESARROLLO DE UNA RED INALÁMBRICA DE BIOSENSORES PARA LA DETECCIÓN DE CONTAMINANTES TÓXICOS EN AGUAS.”
- [11] Esteban Velilla Hernández, “COMPUTATIONAL MODELING OF THE ELECTRICAL PERFORMANCE AND DEGRADATION OF THIRDDGENERATION PHOTOVOLTAIC MODULES, UNDER ACCELERATED AND REAL OPERATING CONDITIONS.”
- [12] C. K. Alexander, M. N. O. Sadiku, C. R. Cordero Pedraza, and E. O. López Caudana, *Fundamentos de circuitos eléctricos*. McGraw-Hill/Interamericana, sexta edición ed. OCLC: 1055290654.
- [13] “Frontmatter,” in *Impedance Spectroscopy* (E. Barsoukov and J. R. Macdonald, eds.), Wiley, 1 ed.
- [14] J. C. Caicedo-Eraso, F. O. Díaz-Arango, and A. Osorio-Alturo, “Espectroscopia de impedancia eléctrica aplicada al control de la calidad en la industria alimentaria,” vol. 21, no. 1, pp. 1–20.
- [15] V. F. Lvovich, *Impedance spectroscopy: applications to electrochemical and dielectric phenomena*. Wiley. OCLC: ocn668195856.
- [16] L. Orozco, “Programmable-gain transimpedance amplifiers maximize dynamic range in spectroscopy systems,”
- [17] JANET HEATH, “Transimpedance amplifier role in current to voltage conversion.”

- [18] Bonnie Baker, “How to design stable transimpedance amplifiers for automotive and medical systems.”
- [19] B. Razavi, “The transimpedance amplifier [a circuit for all seasons],” vol. 11, no. 1, pp. 10–97.
- [20] X. Ramus, “Transimpedance considerations for high-speed amplifiers.”
- [21] Yang Zhen, “AN1494 - using MCP6491 op amps for photodetection applications.”
- [22] Adel S. Sedra and Kenneth C. Smith, *Circuitos microelectrónicos*. OXFORD UNIVERSITY PRESS, cuarta ed.
- [23] T. L. Floyd, R. Navarro Salas, F. J. Rodríguez Ramírez, and A. Vázquez Sánchez, *Dispositivos electrónicos*. Pearson Educación de México, 8{487} ed., ed. en español ed. OCLC: 1050272743.
- [24] Michael F. Robbins, *Ultimate Electronics: Practical Circuit Design and Analysis*, vol. 1. 1 ed.

9. Anexos

9.1. Resultados a circuitos resistivos

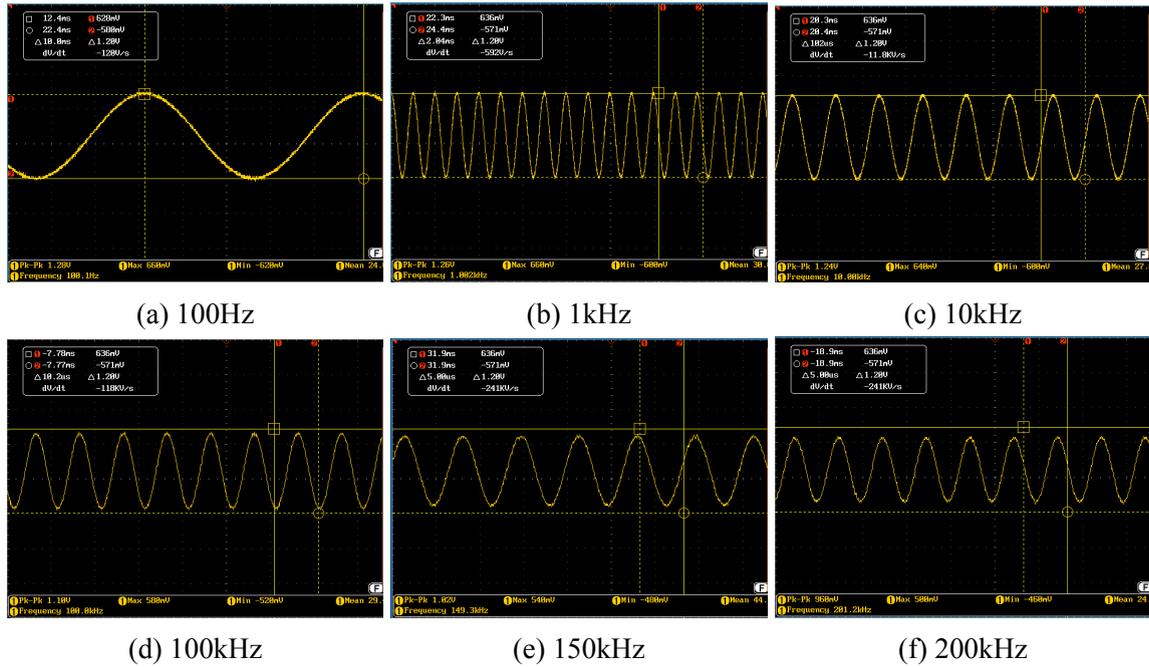


Figura 26: Señales de salida al variar frecuencia

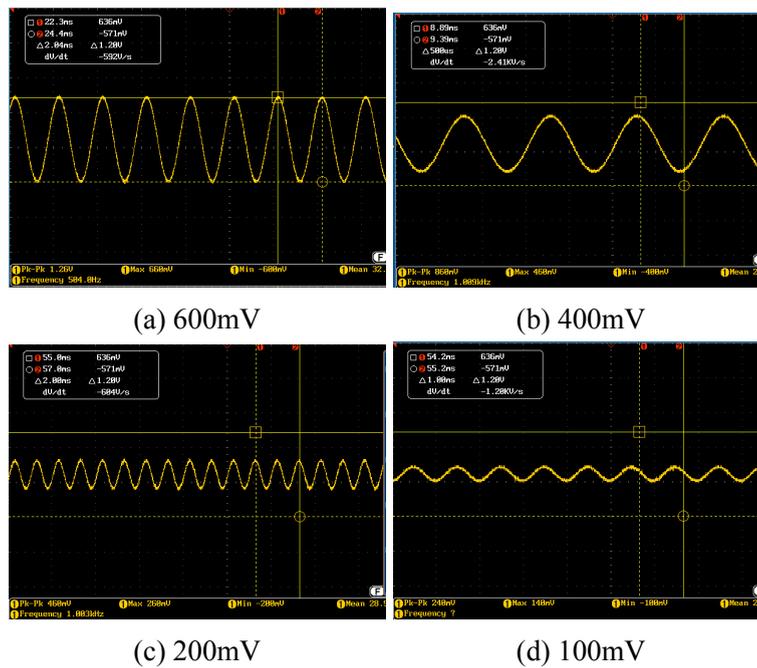


Figura 27: Señales de salida al variar Amplitud

	Desde SensorPal		Medida con el osciloscopio				%Error en Frecuencia	%Error en Amplitud
	Amplitud (mVpp)	Frecuencia (Hz)	Vpp (mV)	Vmax (mV)	Vmin (mV)	Frecuencia (Hz)		
Variación de la frecuencia	600	200000	508	855	-161	203000	1.5	15.3
	600	190000	508	871	-145	190000	0.0	15.3
	600	180000	529	930	-128	177500	1.4	11.8
	600	140000	570.5	830	-311	140800	0.6	4.9
	600	120000	570.5	930	-211	121200	1.0	4.9
	600	100000	620	640	-600	101000	1.0	3.3
	600	50000	630	620	-640	50110	0.2	5.0
	600	10000	620	640	-600	10050	0.5	3.3
	600	5000	645.5	705	-586	5029	0.6	7.6
	600	1000	645.5	785	-506	1003	0.3	7.6
	600	100	645.5	685	-606	101.5	1.5	7.6
	600	75	642.5	645	-640	75.73	1.0	7.1
600	50	647.5	655	-640	50.76	1.5	7.9	
Variación de la amplitud	600	1000	645.5	785	-506	1003	0.3	7.6
	500	1000	530	560	-500	994.3	0.6	6.0
	400	1000	430	460	-400	1005	0.5	7.5
	300	1000	330	360	-300	1008	0.8	10.0
	200	1000	240	280	-200	1010	1.0	20.0
	100	1000	120	140	-100	1003	0.3	20.0

Tabla 5: Valores de amplitud y frecuencia ingresados desde SensorPal y medidos con el osciloscopio GWINSTEK GDS-2204-A

	Desde keil		Medida con el osciloscopio				%Error en Frecuencia	%Error en Amplitud
	Amplitud (mVpp)	Frecuencia (Hz)	Vpp (mV)	Vmax (mV)	Vmin (mV)	Frecuencia (Hz)		
Variación de la frecuencia	600	100	604	628	-580	100.1	0.1	0.7
	600	500	614	636	-592	504	0.8	2.3
	600	1000	630	660	-600	1002	0.2	5.0
	600	10000	620	640	-600	10000	0.0	3.3
	600	50000	600	620	-580	50170	0.3	0.0
	600	100000	550	580	-520	100000	0.0	8.3
	600	120000	540	560	-520	120100	0.1	10.0
	600	150000	510	540	-480	149300	0.5	15.0
	600	200000	480	500	-460	201200	0.6	20.0
Variación de la amplitud	600	1000	630	660	-600	1002	0.2	5.0
	500	1000	520	560	-480	1002	0.2	4.0
	400	1000	425	460	-400	1003	0.3	6.3
	300	1000	320	340	-300	1002	0.2	6.7
	200	1000	230	260	-200	1003	0.3	15.0
	100	1000	120	140	-100	1003	0.3	20.0

Tabla 6: Valores de amplitud y frecuencia ingresados desde el compilador keil y medidos con el osciloscopio GWINSTEK GDS-2204-A