

# Niedrigsinternde $\text{Ba}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{TiO}_3$ -Dickschichten für die Hochfrequenzanwendung: Herstellung und dielektrische Eigenschaften

Institut für Angewandte Materialien – Werkstoffprozesstechnik (IAM-WPT)

C. Kohler, X. Zhou, M. Sazegar,  
R. Jakoby, F. Stemme, J.R. Binder

*DKG-Tagung 2012, Nürnberg, 05.-07.03.2012*

# Gliederung

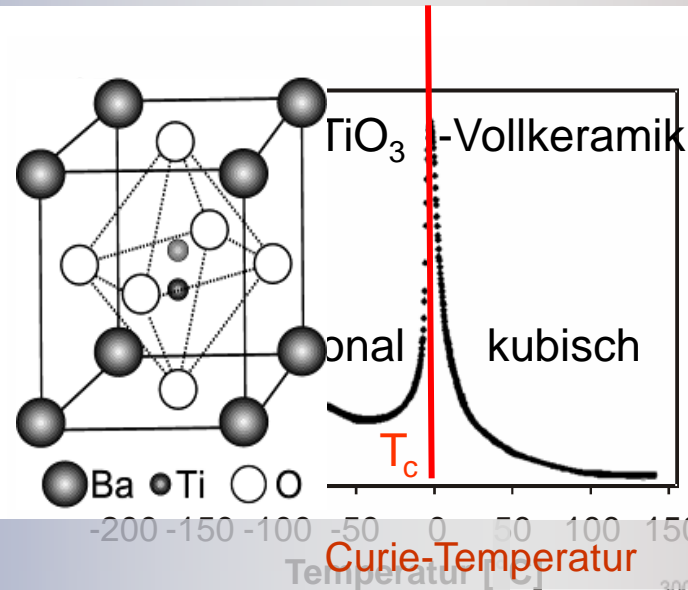
- Grundlagen
- Motivation
- Herstellung niedrigsinternder BST-Dickschichten
  - *Auswahl Additivsystem*
- Charakterisierung
  - *Einfluss Sintertemperatur*
  - *Einfluss Additivmenge*
  - *Einfluss Dotierung*
- Zusammenfassung

# System $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ (BST)

Ferroelektrische Phase

Paraelektrische Phase

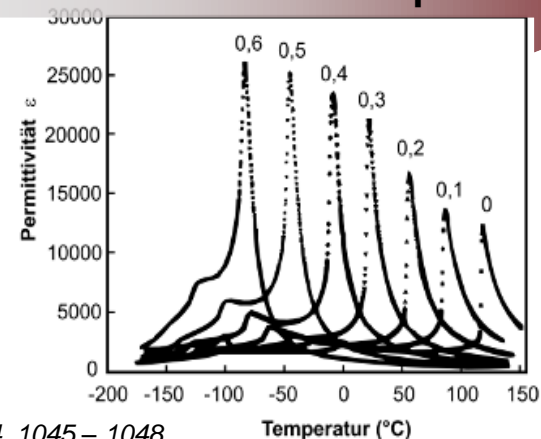
Tetragonale  
Kristallstruktur



Kubische  
Kristallstruktur

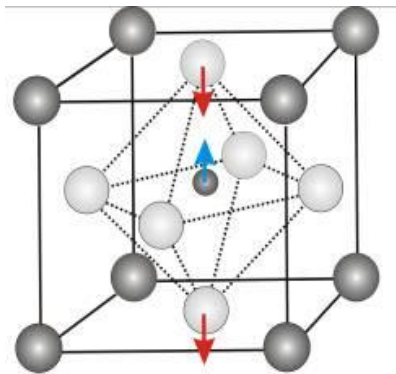
## Für Hochfrequenzanwendungen:

- Gebrauch der paraelektrischen Phase
- Anwendung bei RT  $\rightarrow Ba_{0,6}Sr_{0,4}TiO_3$

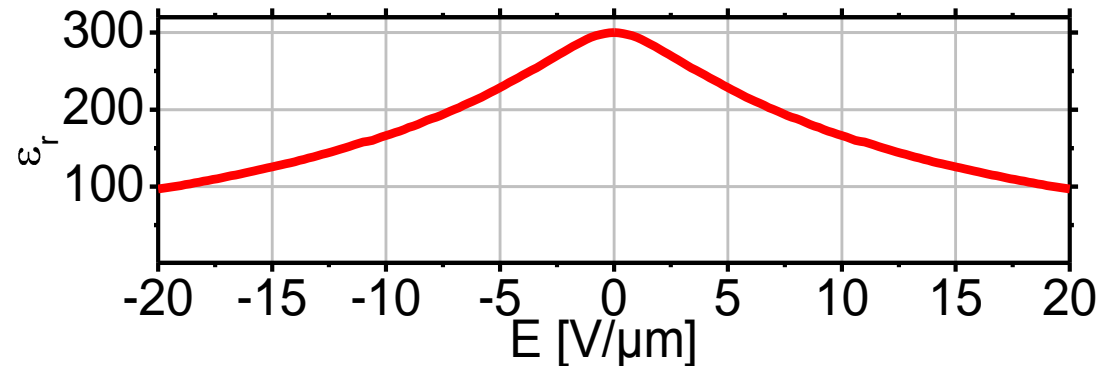


Jeon, J., *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2004, 24, 1045– 1048

# Ba<sub>0,6</sub>Sr<sub>0,4</sub>TiO<sub>3</sub> als steuerbares Dielektrikum



● Ba/Sr ● Ti ○ O



BST zeigt eine nicht-lineare Abhängigkeit der Permittivität von einer statischen E-Feldstärke

## Auslenkung des Ti<sup>4+</sup>-Ions durch ein externes elektrisches Feld

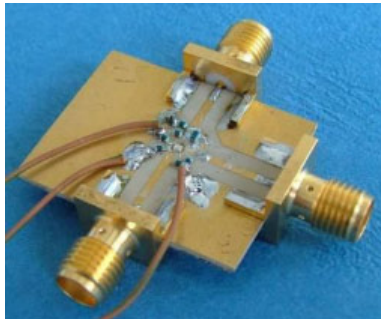
- *Leistungslose Steuerung*
- *Kontinuierlich steuerbar*
- *Steuerung im ns-Bereich*

### Dielektrische Steuerbarkeit

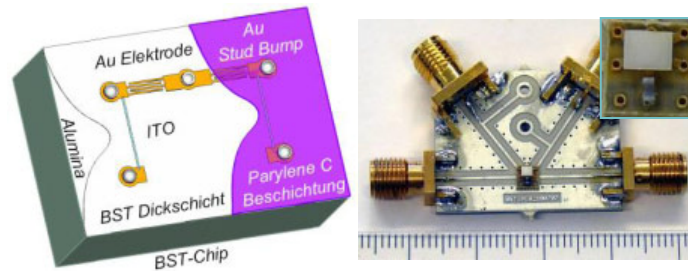
$$\tau_{\varepsilon}(E) = \frac{\varepsilon_r(E=0) - \varepsilon_r(E)}{\varepsilon_r(E=0)}$$

# Realisierte Mikrowellenkomponenten

## Steuerbarer Filter

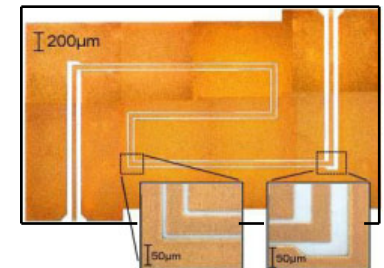


## Steuerbares Anpassnetzwerk

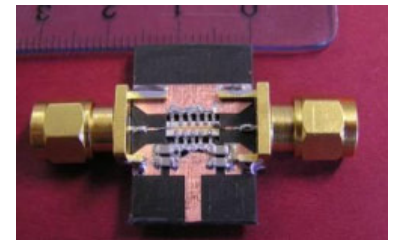


## Phasenschieber

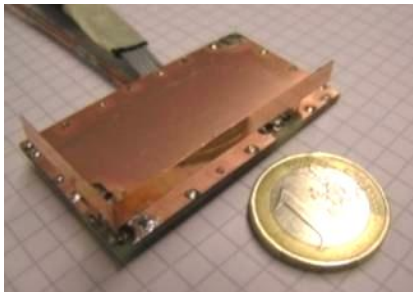
### Leistungsgebundener Phasenschieber



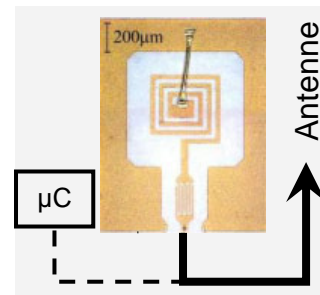
### Linkshändiger Phasenschieber



## Multibandantenne



## RF-ID-Modulator



Mikrowellentechnik, Technische Universität Darmstadt

<http://www.mwe.tu-darmstadt.de/de/fachgebiete/mikrowellentechnik/forschung/ferroelectrics/ferroelectrics.html>

# BST-Dickschichten - Einschränkungen

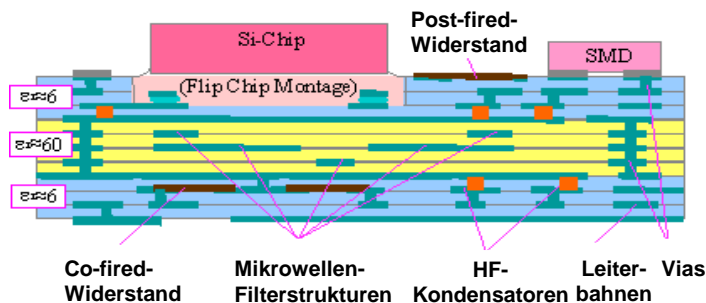
- **Sintertemperatur (~1200°C)**

→ nicht kompatibel mit LTCC-Technologie (Brenntemperatur 850-900°C)

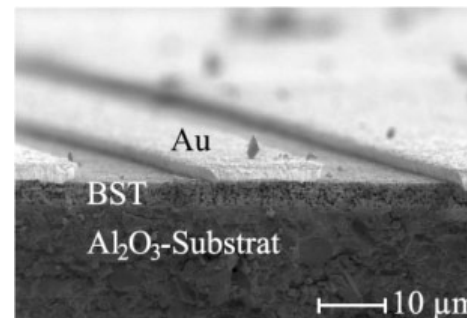
## LTCC: Low Temperature Co-fired Ceramics

→ Processing von Elektrodenmaterial (e.g. Ag, Au) **nach** Sintern von BST

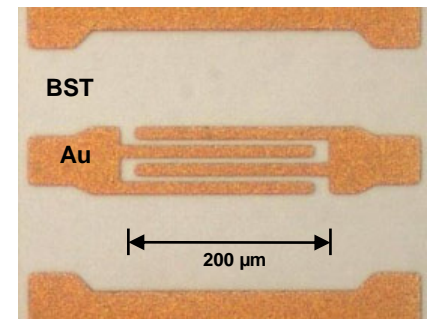
→ MIM-Strukturen in einem Sintervorgang nur möglich mit Platin, etc.



LTCC-Bauteil (<http://www.bam.de>)



Koplanarer Wellenleiter (Giere 2009)



Interdigitaler Plattenkondensator



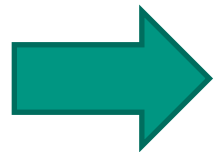
## Additive für:

- 1.) Erniedrigung der Sintertemperatur
- 2.) gezielte Einstellung dielektrischer Parameter (Verlust↓)

# Anforderungen Additivsysteme

- Herabsetzung Sinteremperatur
- Keine/kaum Fremdphasenbildung
- Geringe Permittivität und **dielektr. Verlust**
- Niedriger Erweichungspunkt

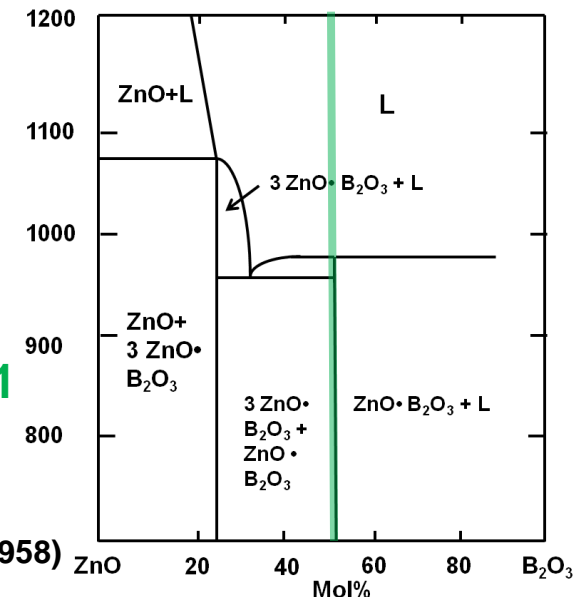
SiO <sub>2</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Li <sub>2</sub> O
-	+	+
-	±	±
+	±	-
-	+	+



## Fokus auf binäre Boratsysteme

System:  
ZnO – B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1:1

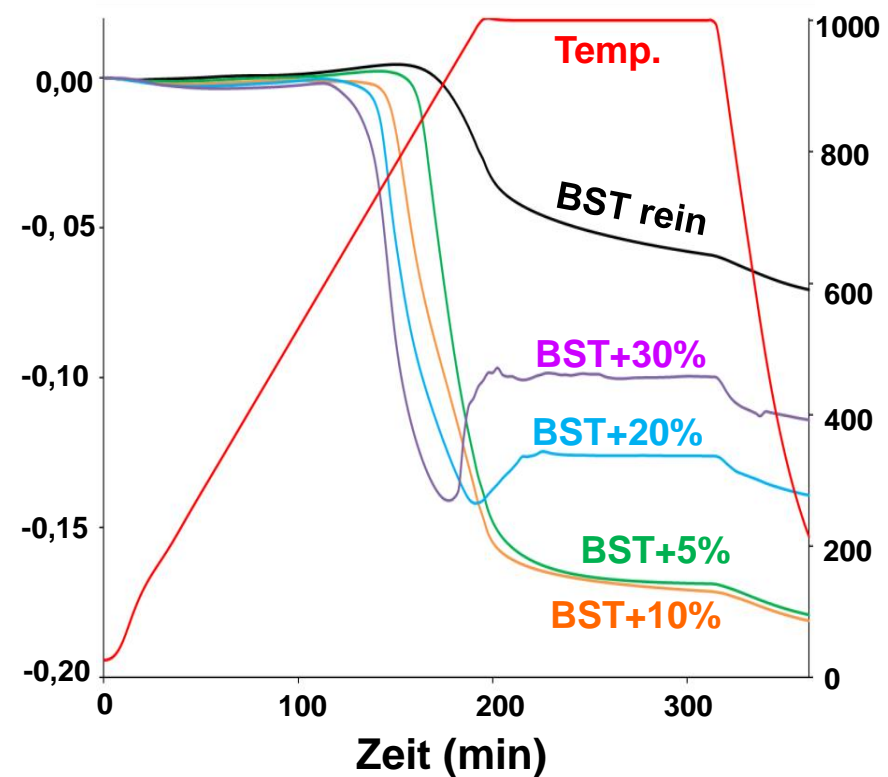
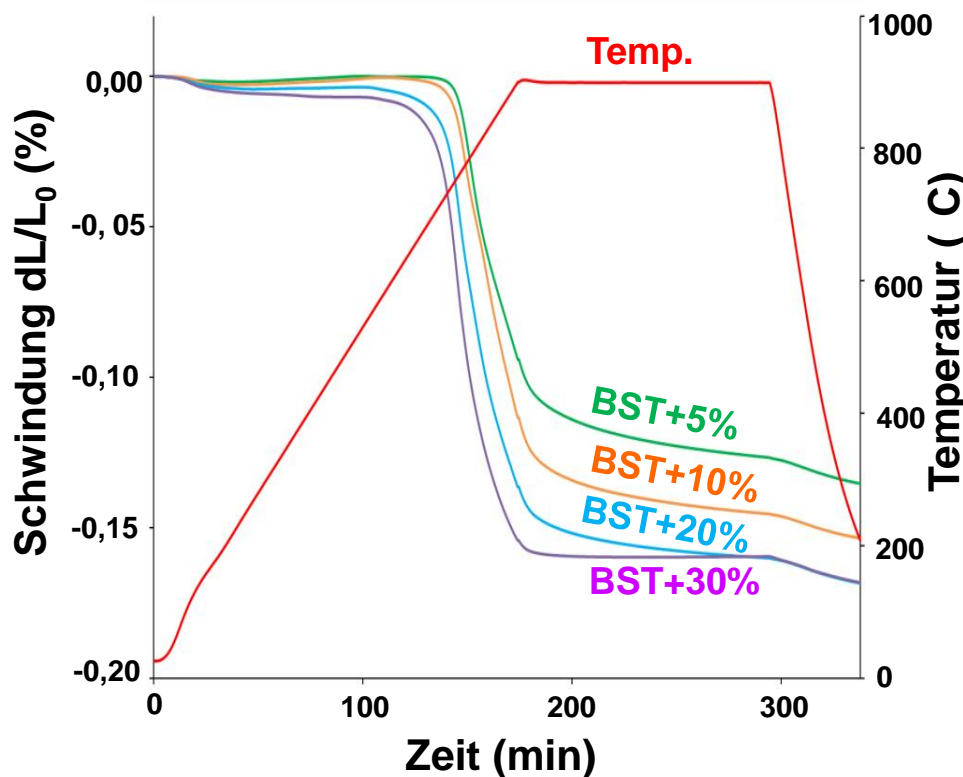
(based on Leonov, 1958)



# Dilatometrie (Pellets)

900°C/2h

1000°C/2h



→ Verdichtung bereits bei niedrigen Sinteremperaturen möglich



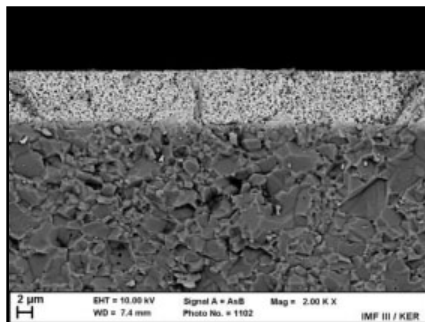
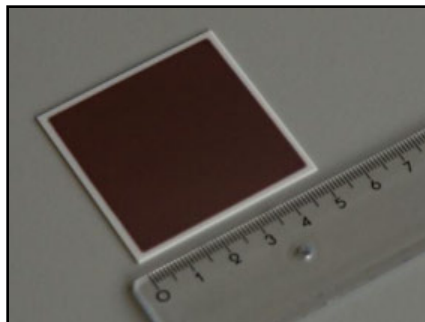
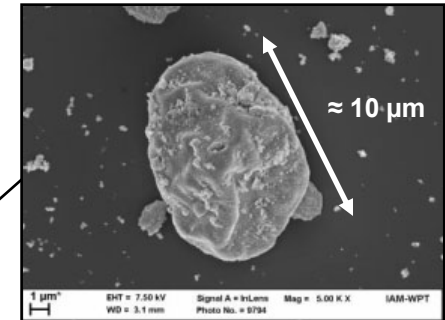
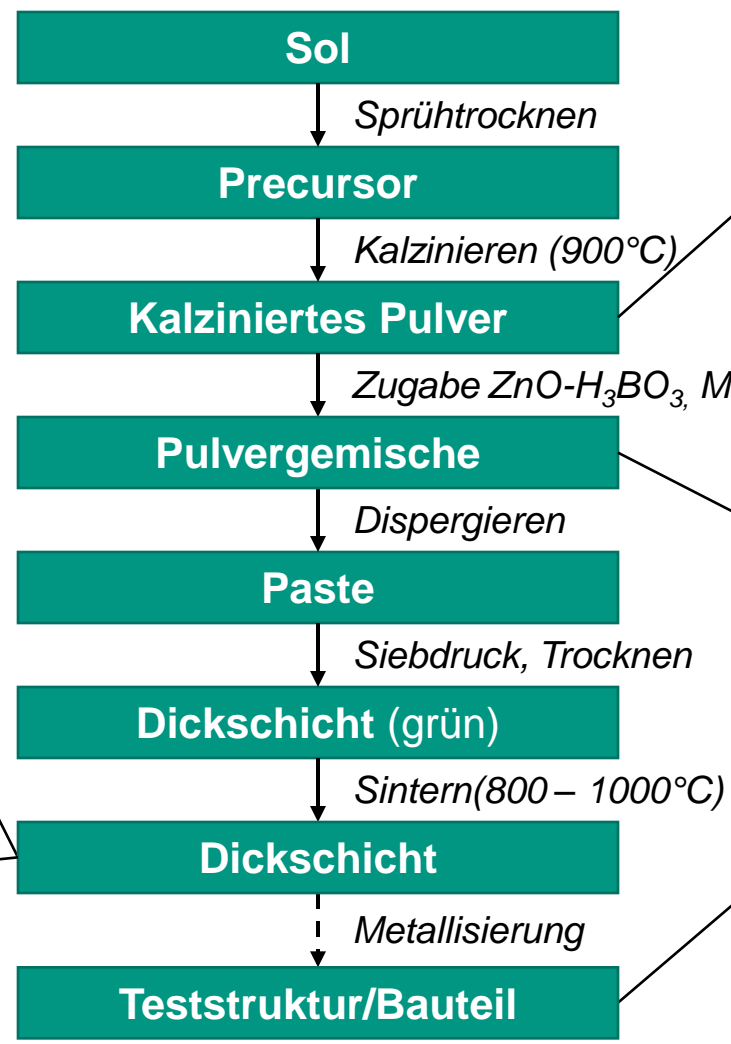
# Herstellung von BST-Dickschichten

*Edukte:*

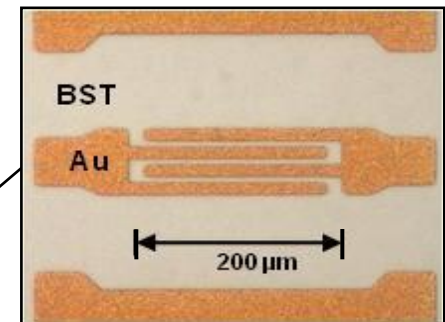
- (Ba / Sr)-Acetate
- Ti(IV)- Isopropoxid
- in Essigsäure + Wasser

*Bei Dotierung:*

- (Co/Cu)-Acetat
- Trifluoressigsäure



Anteil  $\text{ZnO-H}_3\text{BO}_3$ :  
**5, 10, 20 vol%**  
**(1,85, 3,84, 8,24 wt%)**



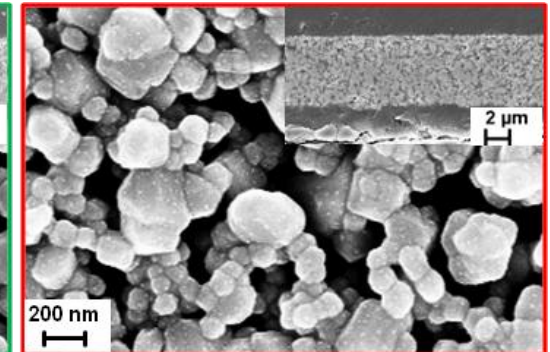
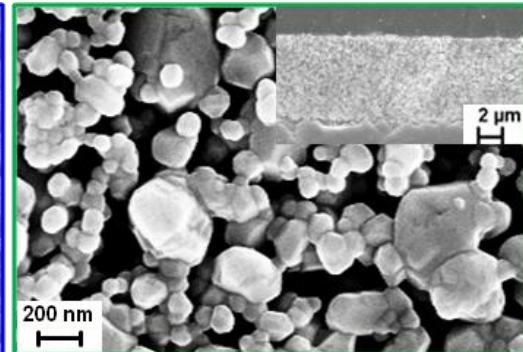
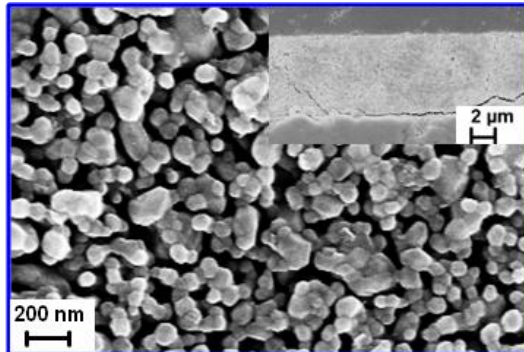
# Mikrostruktur von Dickschichten (undotiert)

800°C

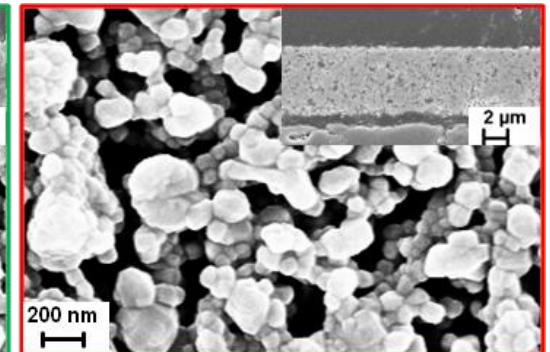
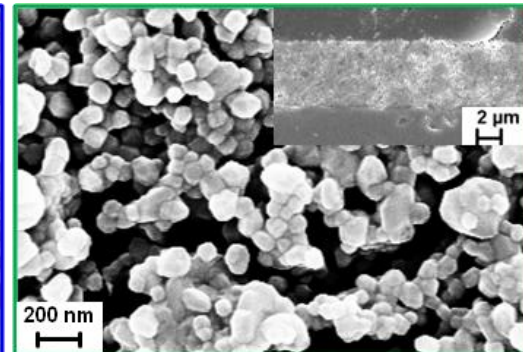
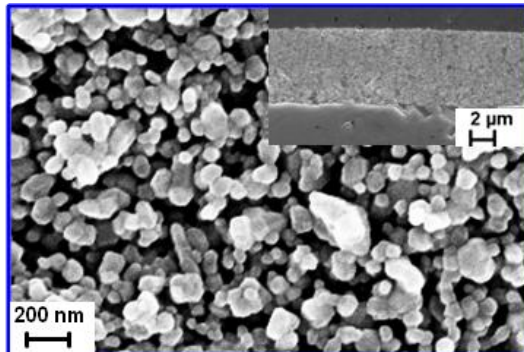
900°C

1000°C

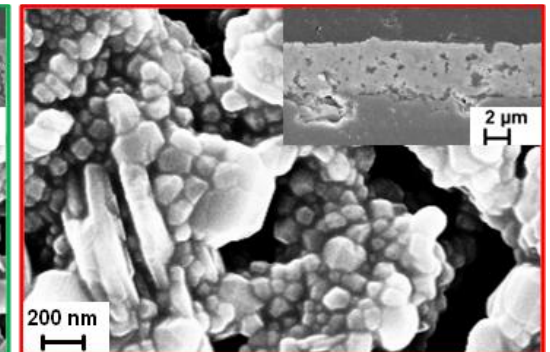
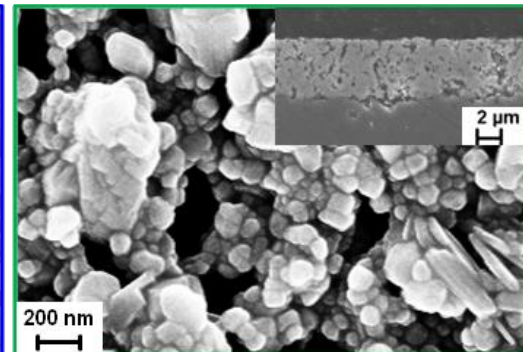
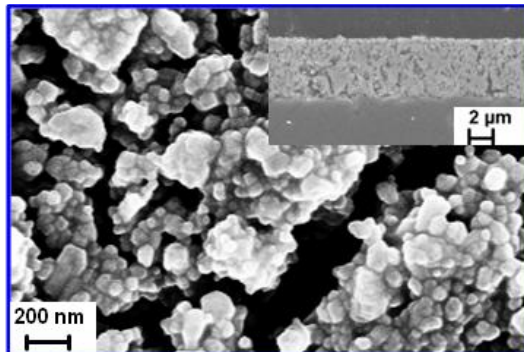
5%



10%



20%



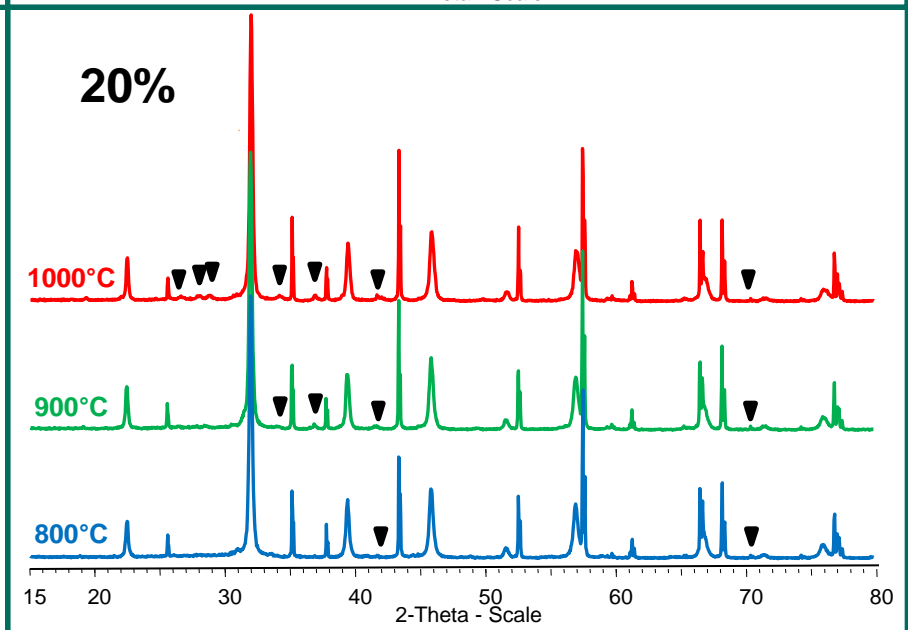
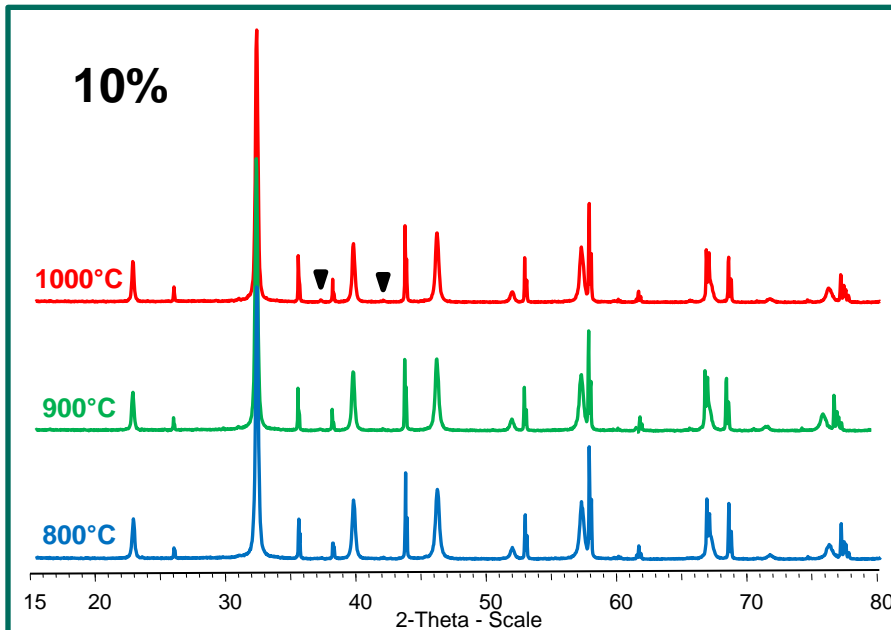
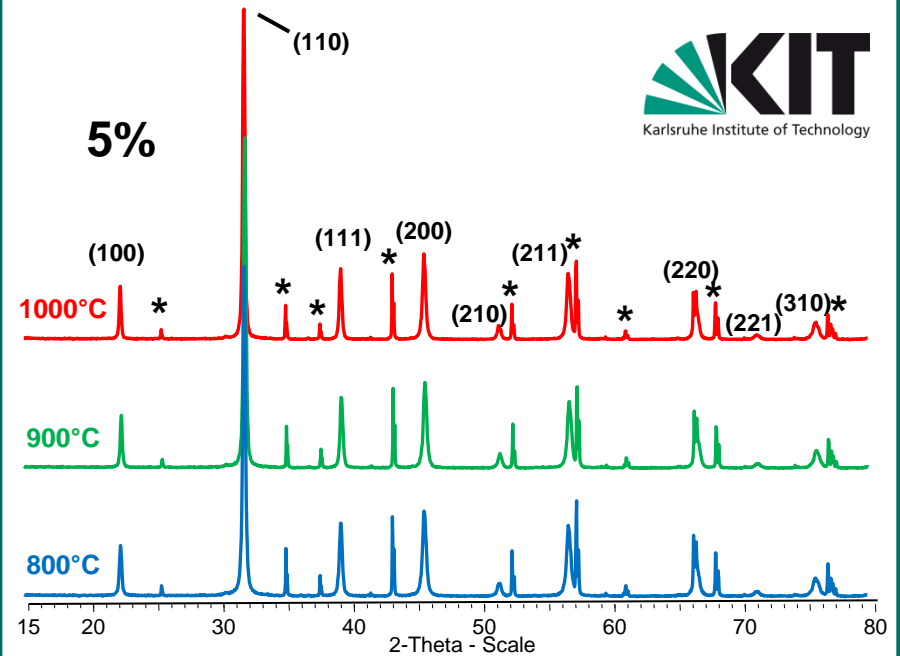
# XRD - Phasenbestand

(hkl) : BST

\* :  $\text{Al}_2\text{O}_3$

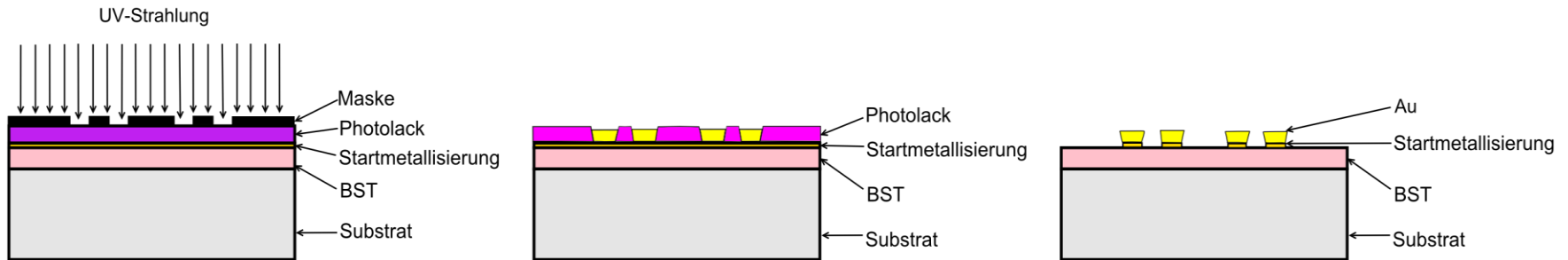
→ kaum Fremdphasenbildung

→ kein sichtbarer Versatz der BST-  
Reflexe; Ba/Sr Verhältnis konstant



# Dielektrische Charakterisierung

## Strukturierung der Koplanarleitung



### Streuparameter $S_{ij}$

$$b_1 = s_{11} \cdot a_1 + s_{12} \cdot a_2$$

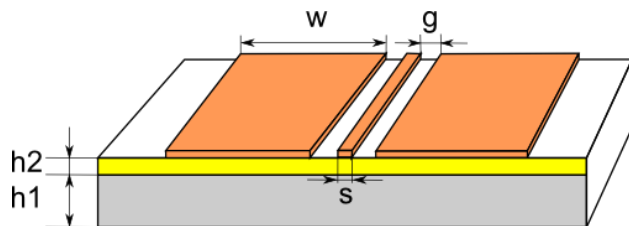
$$b_2 = s_{21} \cdot a_1 + s_{22} \cdot a_2$$

$$w = 300 \mu\text{m}$$

$$g = 10 \dots 20 \mu\text{m}$$

$$s = 10 \mu\text{m}$$

$$h_2 = 4 \dots 8 \mu\text{m}$$



analytisches  
Modell



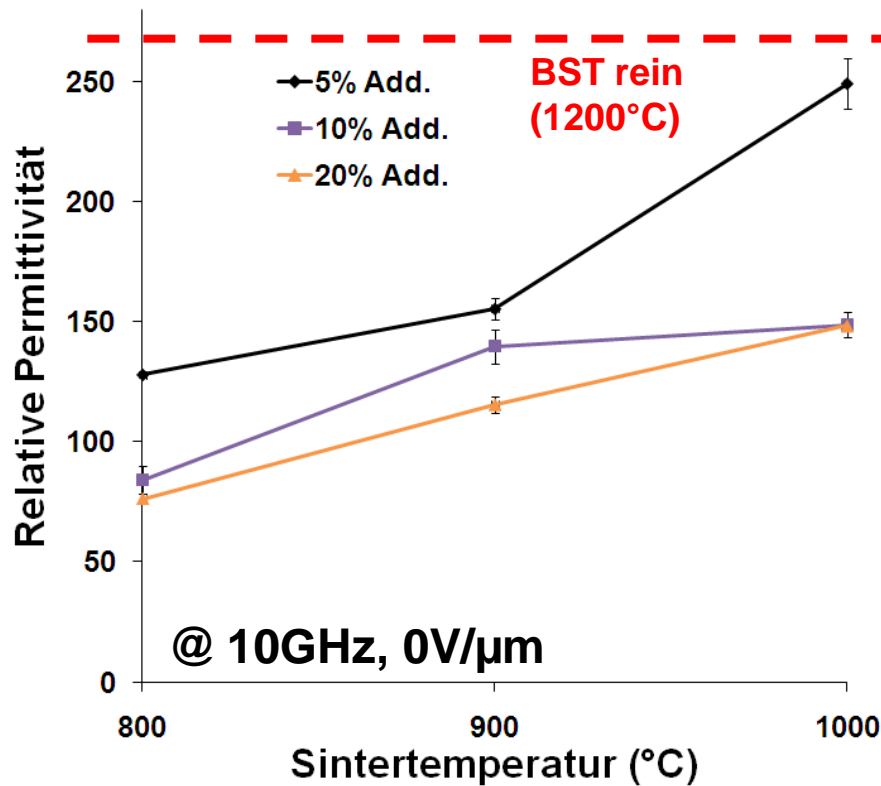
Permittivität  $\epsilon_r$   
( $f = 0 - 40 \text{ GHz}$ )

Verlustfaktor  $\tan\delta$   
( $f = 0 - 40 \text{ GHz}$ )

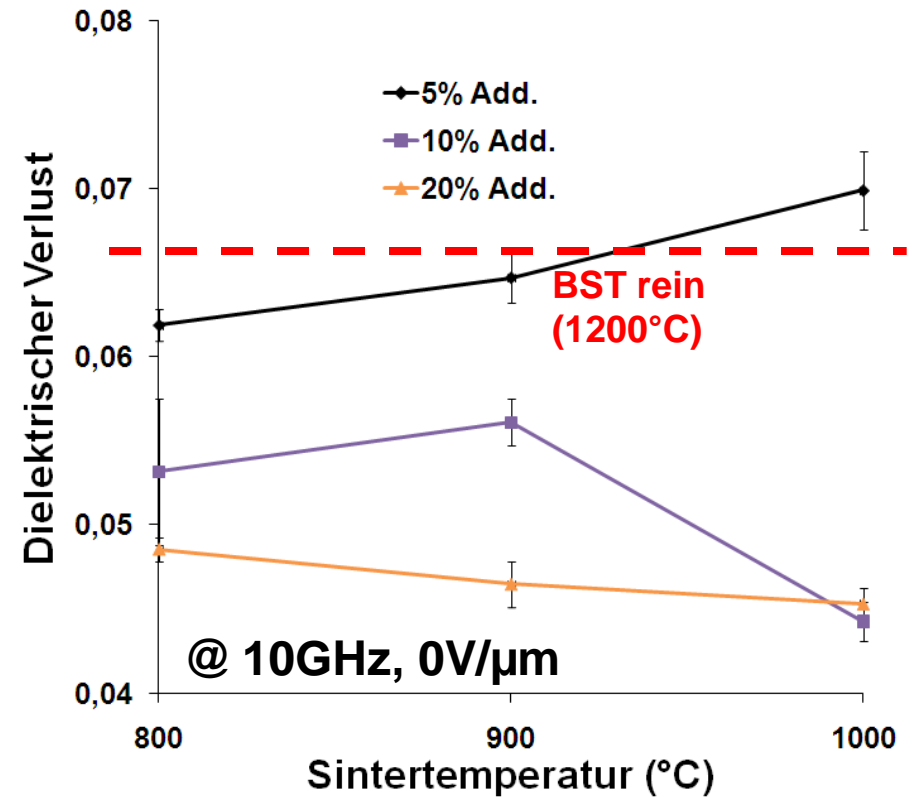
Steuerbarkeit  $\tau(E)$   
( $E = 0 - 10 \text{ V}/\mu\text{m}$ )

# Dielektrische Eigenschaften (BST, undotiert)

## Permittivität vs. Sintertemperatur



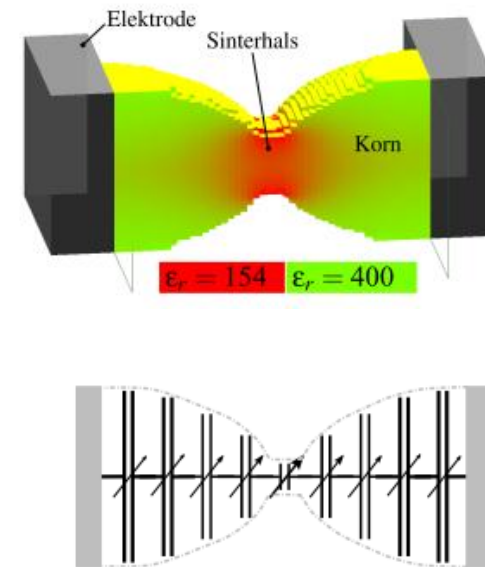
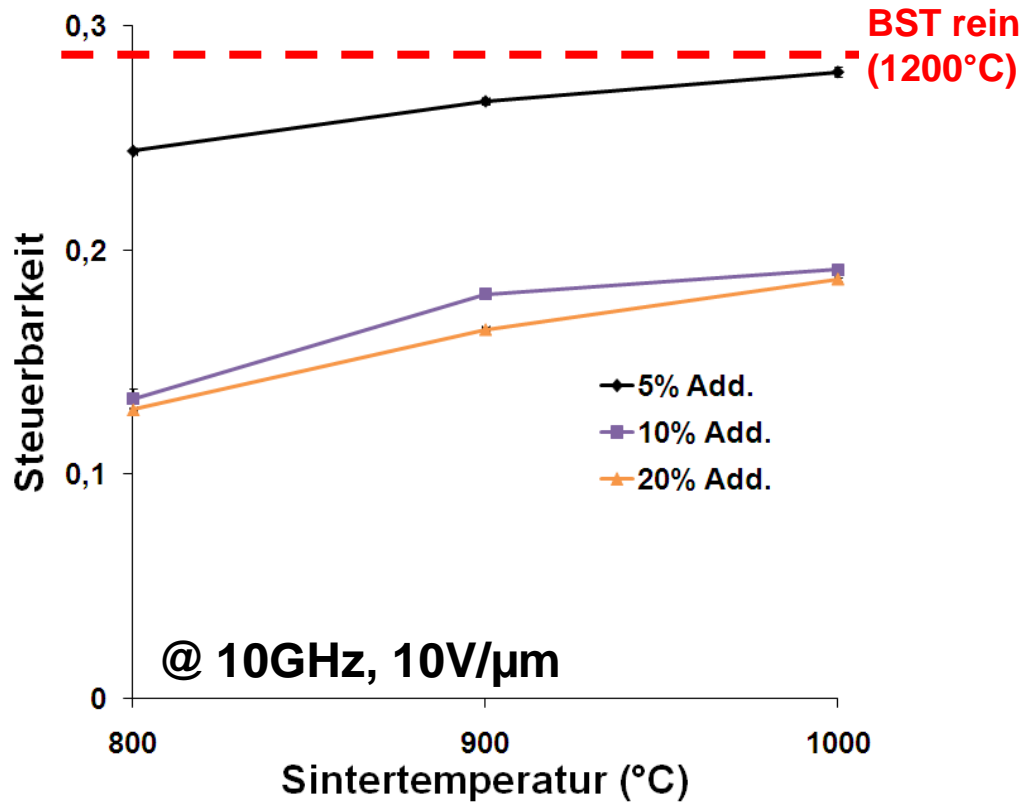
## Dielektrischer Verlust vs. Sintertemp.





# Steuerbarkeit (BST, undotiert)

## Steuerbarkeit vs. Sinter Temperatur



A. Giere et al., *Frequenz* **62** (2008) 47-51

- Grundlagen
- Motivation
- Herstellung niedrigsinternder BST-Dickschichten

→ *Auswahl Additivsystem*



- Charakterisierung → *Einfluss Sintertemperatur*



→ *Einfluss Additivmenge*

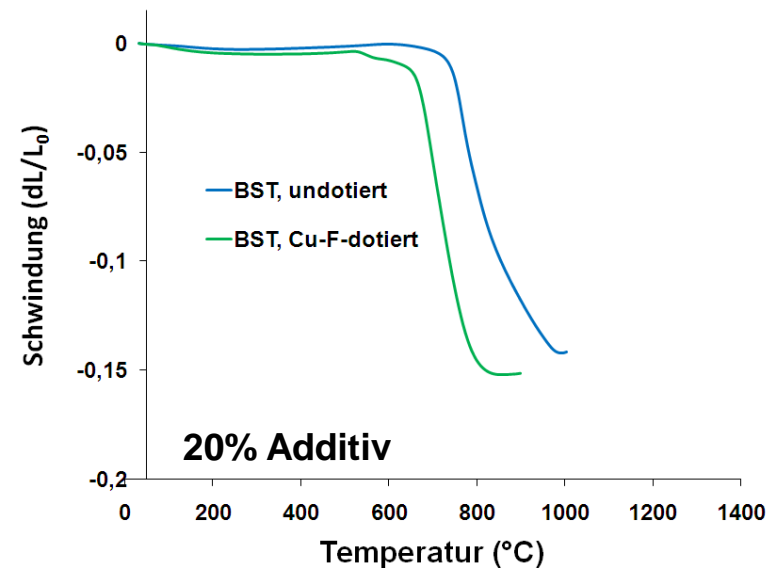
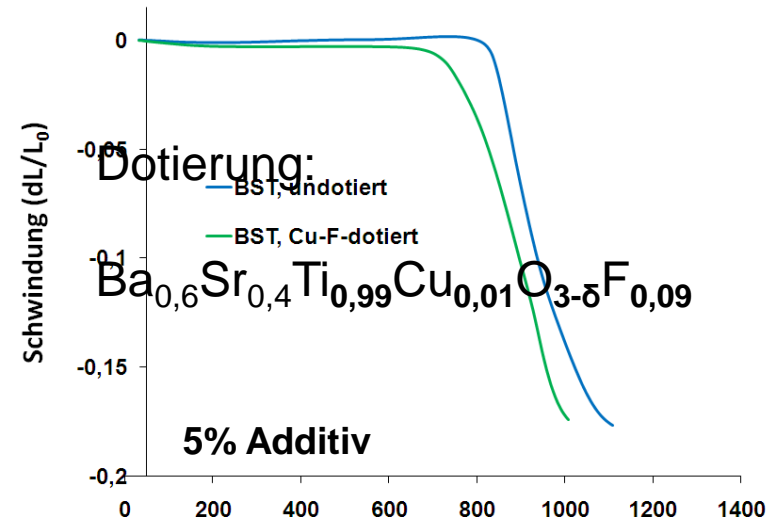
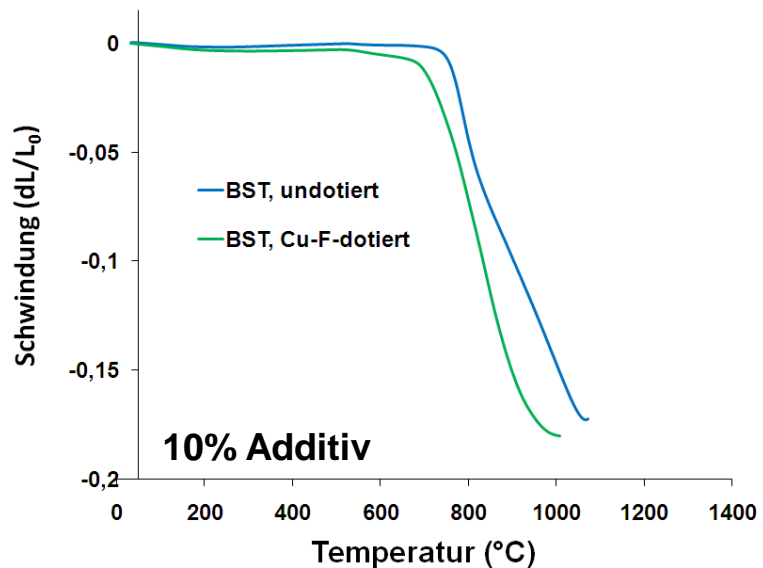
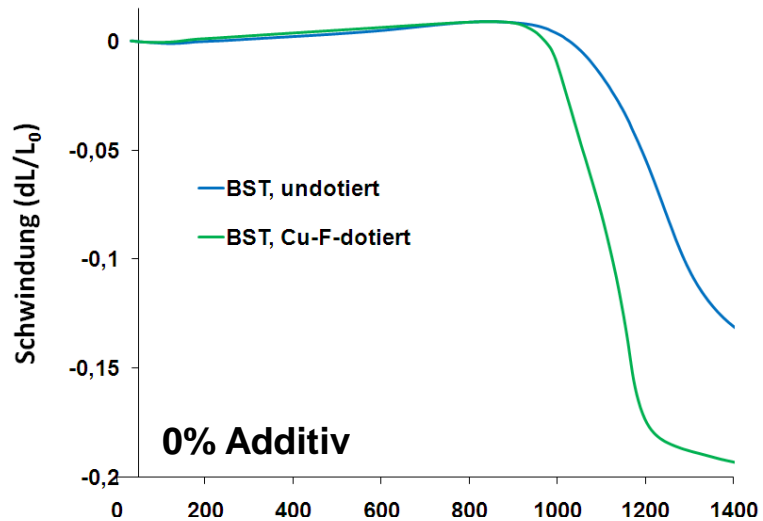


→ *Einfluss Dotierung*



- Zusammenfassung und Ausblick

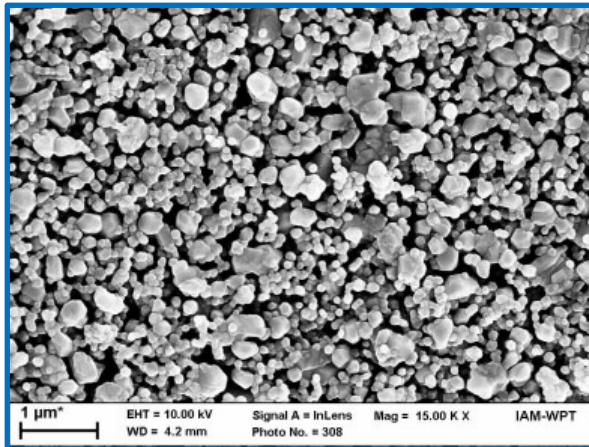
# Dilatometrie – Vergleich



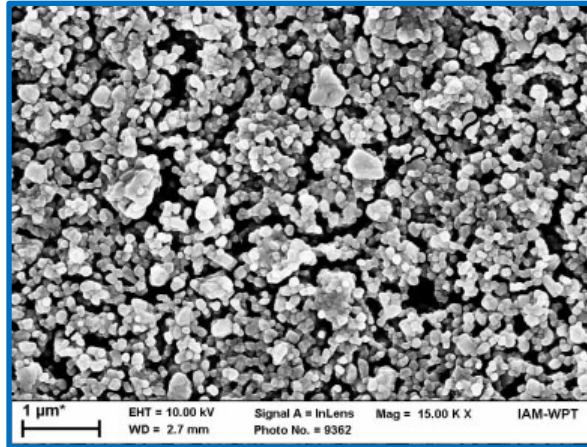


# Mikrostruktur – Dickschichten (gesintert @900°C)

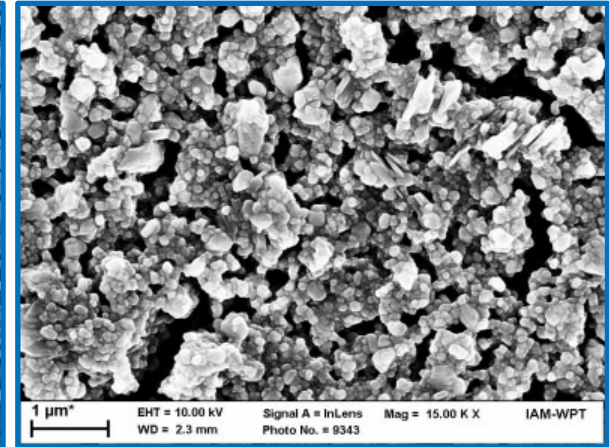
## Undotiert, 5% Add.



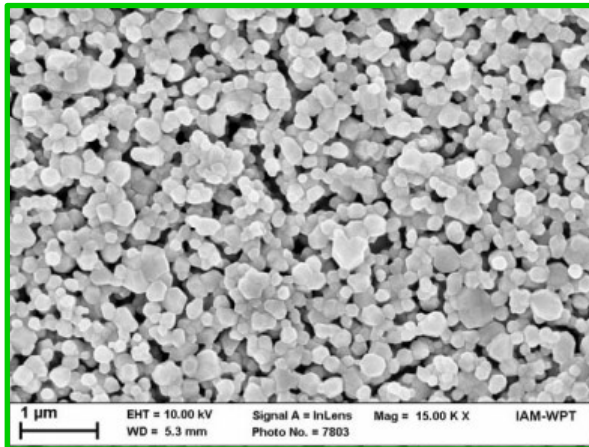
## Undotiert, 10% Add.



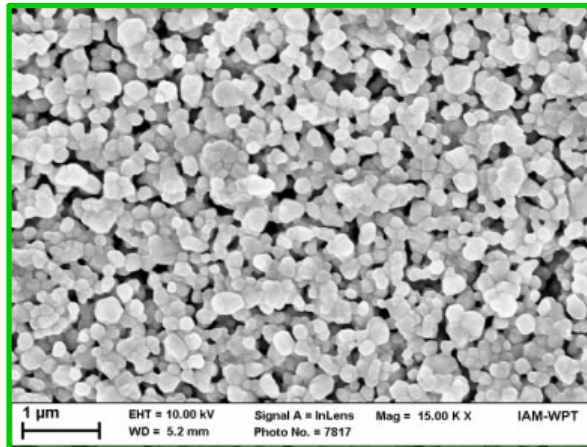
## Undotiert, 20% Add.



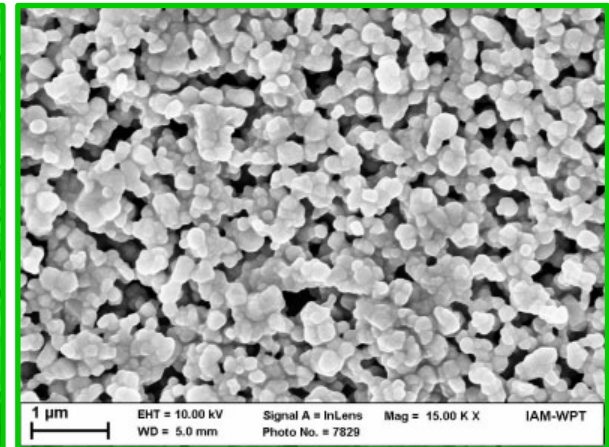
## Cu-F-dotiert, 5% Add.



## Cu-F-dotiert, 10% Add.

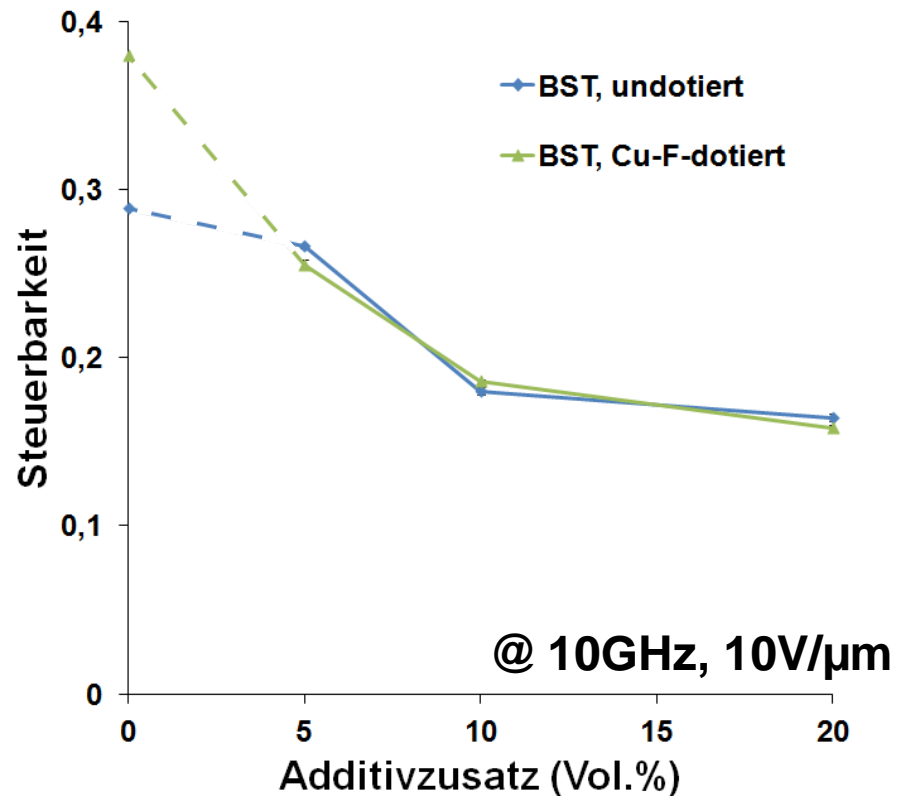
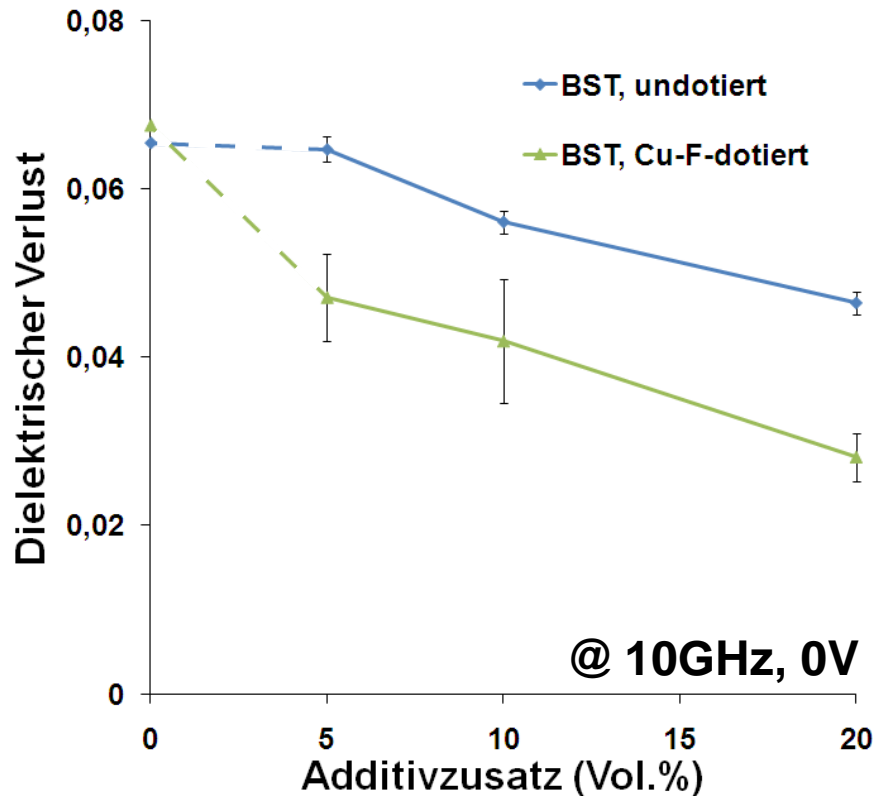


## Cu-F-dotiert, 20% Add.



# Vergleich – Dielektrische Eigenschaften

Dickschichten mit Additiv gesintert bei 900°C/1h  
 ohne (0%) gesintert bei 1200°C/1h

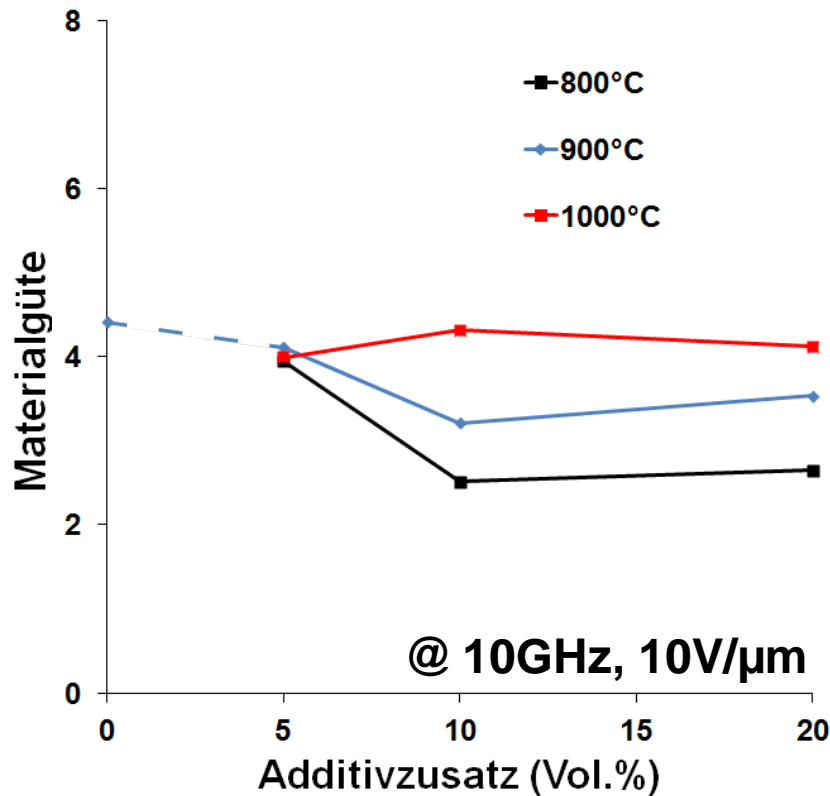


**Cu-F-Kodotierung → Erniedrigung dielektr. Verlust, vergleichbare Steuerbarkeit**

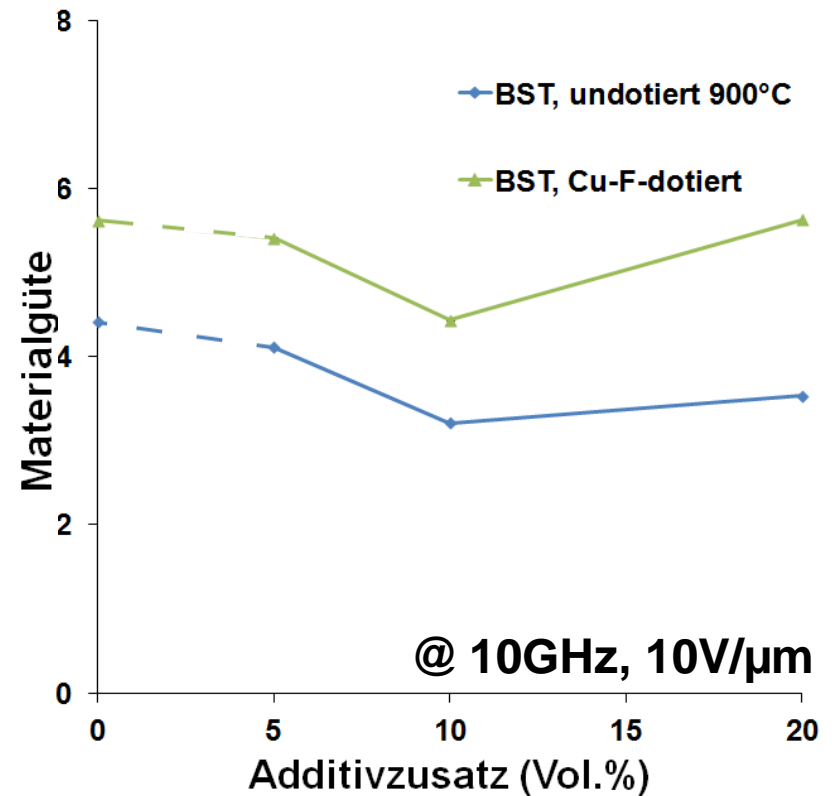
# Vergleich – Dielektrische Eigenschaften

$$\text{Materialgüte } \eta = \frac{\tau(E, f)}{\tan \delta(E, f)}$$

### BST, undotiert



### BST (gesintert bei 900°C)



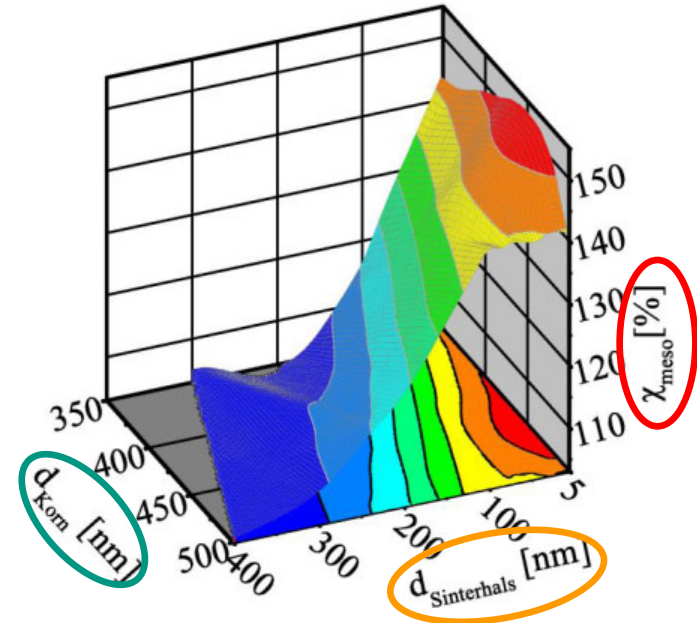
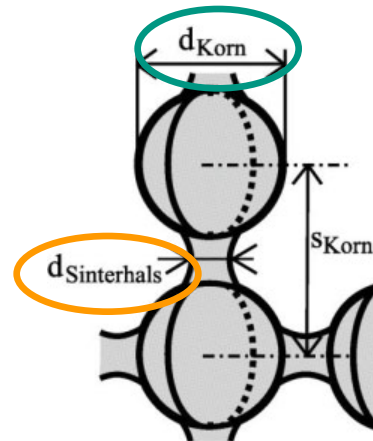
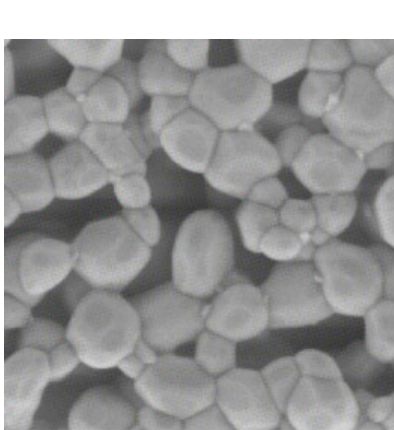
# Zusammenfassung

- Herabsetzung der Sintertemperatur erreicht
- Kaum Fremdphasenbildung
- gute Annäherung an hochsinternde BST-Dickschichten (1200°C) hinsichtlich der dielektrischen Eigenschaften
- Einfluss der Additivmenge, Sintertemperatur sowie Dotierung auf Mikrostruktur und dielektrische Eigenschaften
- Gezielte Einstellung der Eigenschaften möglich

**Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!**

# Modellierung des Gefügeeinflusses

Model zur Simulation der effektiven dielektrischen Eigenschaften mit Hilfe der FDTD Methode



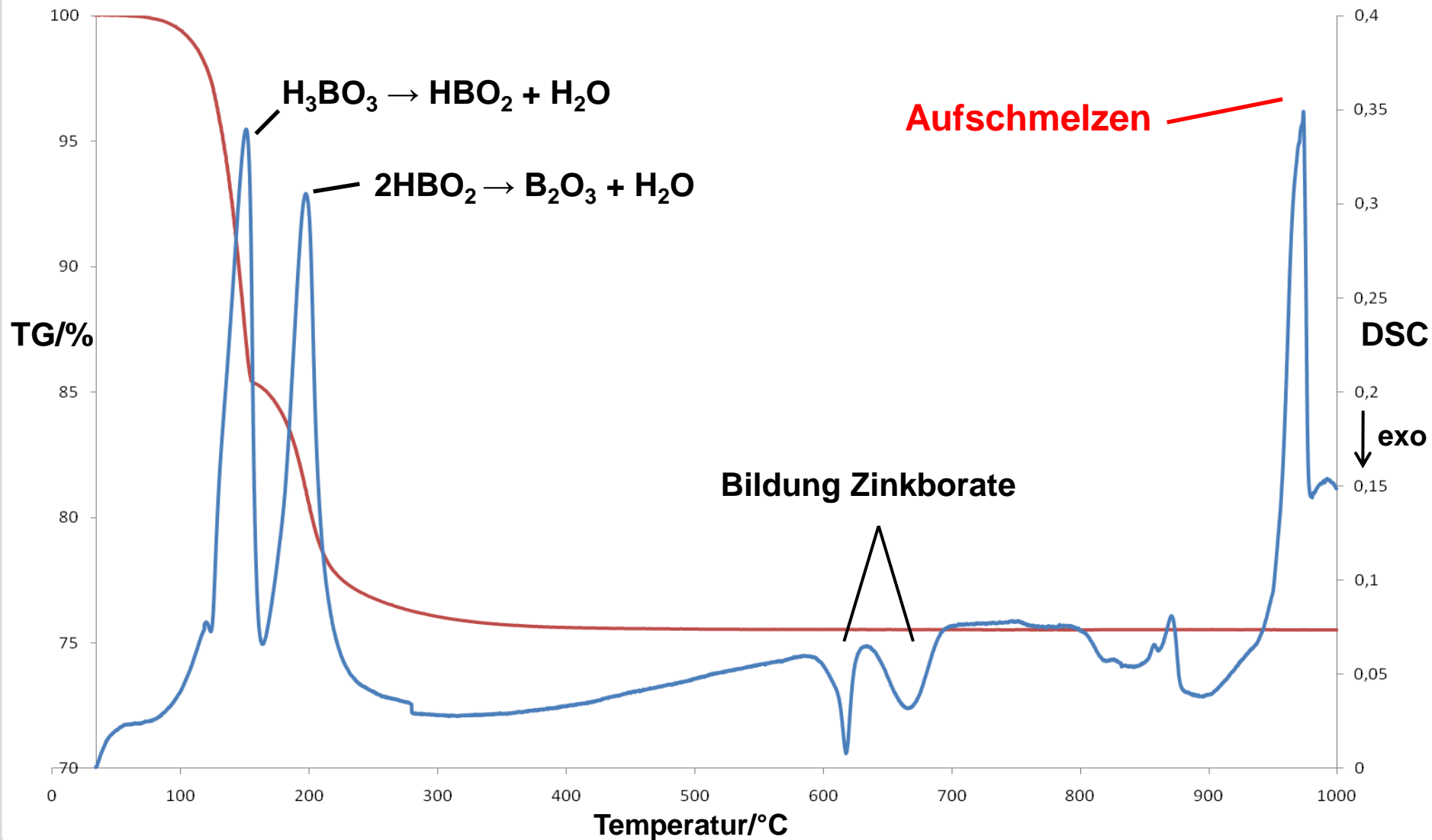
Material-Steuerbarkeitseffizienz

$$\chi_{meso} = \frac{\tau_{meso}}{\tau_{bulk}}$$

$$\frac{d_{Korn}}{d_{Sinterhals}} \uparrow \Rightarrow \chi_{meso} \uparrow$$

Giere, Zhou, et. al. Frequenz, 2008, 3/4, 47

# TG/DSC – H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>-ZnO 50:50





# TG/DSC – Komposite

