

文章编号:1004-2474(2013)05-0716-03

## BaO-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> 薄膜的微波特性

张洪波, 王文君, 秦超, 张巧真, 张继华

(电子科技大学 薄膜与集成器件国家重点实验室, 四川 成都 610054)

**摘要:**在制作完底电极的 LaAlO<sub>3</sub> (100) 衬底上, 利用磁控溅射法制备了一层 BaO-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> (BNST) 系薄膜, 再对薄膜进行退火处理。X 线衍射仪 (XRD) 分析表明, 经退火处理的 BNST 薄膜结晶效果良好。采用薄膜电容结构来实现电容的测量, 主要研究了 BNST 薄膜电容的频率特性。阻抗分析测试和矢量网络分析测试表明, 在测试频率为 1 MHz 时, 介电常数为 58.3, 介电损耗小于 2%; 在 1 GHz 的测试频率下, 介电常数为 57.5, 介电损耗小于 3%。研究表明, 制备的 BNST 薄膜的频率特性稳定, 基本满足微波频率下使用的要求。

**关键词:** BNST 薄膜; 射频磁控溅射; 高频应用; 介电性能

**中图分类号:** TM 22 **文献标识码:** A

### Microwave Properties of BaO-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> Thin Film

ZHANG Hongbo, WANG Wenjun, QIN Chao, ZHANG Qiaozhen, ZHANG Jihua

(State Key Lab. of Electronic Thin Films and Integrated Devices, University of Electronic Science and Technology of China, Chengdu 610054, China)

**Abstract:** A layer of BaO-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> (BNST) thin films were prepared by RF magnetron sputtering technique on LaAlO<sub>3</sub> (100) substrates on which the bottom electrode has been fabricated, then the films were annealed to improve its crystallization. X-ray diffraction (XRD) analysis showed that BNST film after annealing has good crystallization. We use plate capacitor structure to measure the frequency characteristics of capacitor. This paper mainly studies the BNST film capacitor's frequency characteristics. LCR and vector network analyzer tests shows that at the frequency of 1 MHz, the dielectric constant is 58.3, the dielectric loss is less than 2%, while at the frequency of 1 GHz, the dielectric constant is 57.5, the dielectric loss is less than 3%. The results show that the frequency characteristic of prepared BNST film is stable, and basically meet the requirements for using in the microwave frequencies.

**Key words:** BNST film; RF magnetron sputtering; high frequency application; dielectric properties

### 0 引言

随着现代科学技术的发展, 单片微波集成电路 (MMIC) 在生活中占着越来越重要的地位, 并因其集成度高, 电路功能多, 频带宽度大而逐渐进入微波通信和高速测量系统市场的应用领域。金属-绝缘体-金属 (MIM) 电容器作为微波集成电路中的关键元件之一<sup>[1-3]</sup>, 为提高电路密度和降低生产成本, 迫切需要增大电容器的电容密度。因此, 一种高介电常数 ( $\epsilon_r$ )、高品质因数 (Q)、低频率稳定系数 ( $\tau_f$ ) 及低电压系数的介质薄膜材料的研究就很重要。高介

微波介质材料通常包括 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、BaTi<sub>4</sub>O<sub>9</sub> 及 BaSm<sub>2</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>12</sub> 等<sup>[4-6]</sup>。BaO-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> (BNT) 系微波介质陶瓷因其具有  $\epsilon_r$  高 ( $\epsilon_r \approx 80$ )、Q 大和  $\tau_f$  低等特点, 被广泛应用于军用和民用微波系统中<sup>[7-8]</sup>。通过向 BNT 中部分掺杂 Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 制备出高性能 BaO-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> (BNST) 四元系微波介质陶瓷材料, 在不改变 BNT 的  $\epsilon_r$  和 Q 前提下, 该陶瓷具有比 BNT 更低的  $\tau_f$ <sup>[9-10]</sup>。通过磁控溅射将 BNST 介质材料薄膜化, 有望获得具有高  $\epsilon_r$ 、高 Q 和低  $\tau_f$  特性的微波介质薄膜。而目前关于 BNST 薄膜的研究报道<sup>[11]</sup> 较少。本文采用射频磁控溅射法在 Pt/

收稿日期: 2012-12-07

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (51172035)

作者简介: 张洪波 (1987-), 男, 四川广安人, 硕士生, 主要从事无源器件薄膜集成技术的研究。E-mail: longyuetian123@sohu.com 通信作者: 张继华 (1975-), 副教授, 主要从事薄膜集成技术的研究。E-mail: jhzhang@uestc.edu.cn

Ti/LaAlO<sub>3</sub>(100)基片上制备 BNST 介质薄膜,并制作了薄膜电容器,研究了该薄膜电容器的频率特性,讨论了该薄膜电容器在微波频段下作为高性能集成薄膜电容器使用的可行性。

### 1 实验

#### 1.1 薄膜的制备

采用射频磁控溅射法在带有底电极的 LaAlO<sub>3</sub>(100)衬底上制备了 BNST 薄膜,所用靶材为 BaO-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> 四元系陶瓷靶。样品制备时本底真空度为 5.0×10<sup>-4</sup> Pa,Ar、O<sub>2</sub> 分别作为溅射气体和反应气体,氧/氩流量比为 1:4,工作气压为 0.5 Pa。样品沉积温度为 400 °C,溅射功率 100 W,靶基距 70 mm,薄膜厚约 420 nm。制备的样品在 O<sub>2</sub> 气氛中进行晶化退火处理,退火温度为 860 °C。再在其表面制备 Au/NiCr 上电极,形成 MIM 电容结构,然后进行介电性能测试。图 1 为 MIM 电容结构及其测试示意图。

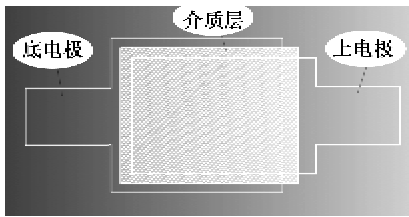


图 1 MIM 电容结构及测试示意图

#### 1.2 薄膜结构及介电性能表征

采用 BEDE D1 型多功能 X 线衍射仪(XRD),电压 30 kV,管电流 15 mA,连续扫描模式(0.04/s),分析薄膜的结晶程度;对于 MIM 结构的 BNST 薄膜电容,采用 Agilent B1500 型精密 LCR 测试仪在 1MHz 频率下进行了电容-电压(C-V)及介电损耗-电压(tan δ-V)测试。使用 Cascade 探针台和 Agilent 8363B 矢量网络分析仪在 0.2~40.0 GHz 测试了电容的 S 参数,分析相应的容值 C 和 Q 值随频率的变化情况。

### 2 结果与分析

#### 2.1 BNST 薄膜的微观结构分析

图 2 为退火后 BNST 薄膜的 XRD 图谱。由图可看出,BNST 薄膜为钙青铜结构的多晶薄膜。BNST 薄膜晶粒大小可根据图 2 中 BaSm<sub>2</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>12</sub>, BaNd<sub>2</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>10</sub> 的晶体衍射峰半高宽和衍射角及 Scherrer 公式<sup>[12]</sup>进行计算,即

$$D = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

式中:λ 为 X 线的波长(λ=0.154 06 nm);B 为衍射峰的半高宽;θ 为衍射角。计算获得 BNST 薄膜晶粒大小约为 ∅38.841 nm。

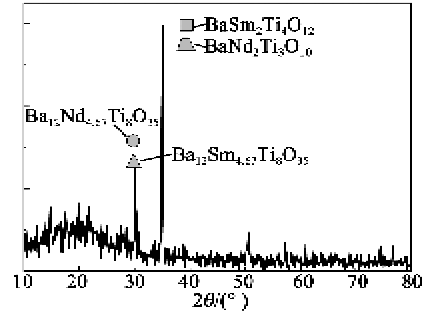


图 2 BNST 薄膜的 XRD 图谱

#### 2.2 BNST 薄膜的介电性能分析

将退火处理后的样品制备成 MIM 结构薄膜电容器,先使用 Agilent B1500 精密 LCR 测试仪和探针台进行低频的 V-C 和 V-tan δ 关系测试,根据 MIM 结构电容器计算公式可得 ε<sub>r</sub> 与 C 的关系为

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{A\epsilon_0} \quad (2)$$

式中:ε<sub>0</sub>=8.85 pF/m 为真空介电常数;A 为电容器样品的电容有效面积;d 为介质薄膜厚度。已知薄膜电容器有效面积大小为 250 μm<sup>2</sup>,通过式(2)计算得出,该薄膜电容器介质薄膜的 ε<sub>r</sub> 可达 58.3,。与 BNST 陶瓷相比,其薄膜的 ε<sub>r</sub> 略低,这是由介质的薄膜效应造成的。图 3 为 1 MHz 测试频率下电容和电导随偏压的变化曲线。根据电容模型<sup>[13]</sup>的等效模型公式,将电导换算成 tan δ,即

$$\tan \delta = 1/(\omega RC) = G/(\omega C) \quad (3)$$

式中:ω=2πf 为对应频率下的角频率;G 为电容的漏电导;R 为对应的电阻。由式(3)可知,其低频损耗小于 2%。

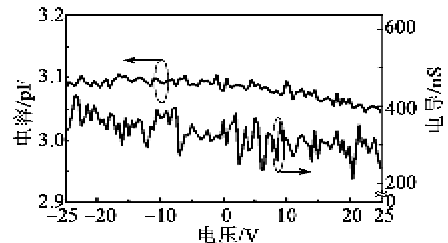


图 3 1 MHz 下电容、电导与偏压的关系曲线

使用 Cascade 探针台和 Agilent 8363B 矢量网络分析仪在 0.2~40.0 GHz 范围内测试该电容器的二端网络参数 S 参数,然后计算出对应的 Y 参数,相应的容值 C 和电容 Q 值为

$$C = \frac{\text{Im}(Y_{11})}{2\pi f} \quad (4)$$

$$Q = \frac{\text{Im}(Y_{11})}{\text{Re}(Y_{11})} \quad (5)$$

式中： $\text{Im}(Y_{11})$ 、 $\text{Re}(Y_{11})$ 分别为 $Y$ 参数中 $Y_{11}$ 的虚部和实部； $f$ 为相应的频率。

图4为 $C$ 与 $f$ 关系曲线。图5为电容 $Q$ 值与 $f$ 关系曲线。由图4可看出，电容的截止频率为6 GHz，因此最多可选取其截止频率1/3处为电容的应用频率，结合图5可看出，选应用频率小于1 GHz，在该频率变化范围内 $\tan \delta < 3\%$ 。通过拟合得出，在该范围内的等效电容值约为3.03 pF，与1 MHz下测得的电容值(3.07 pF)相比，其介电常数变化小于1.4%。

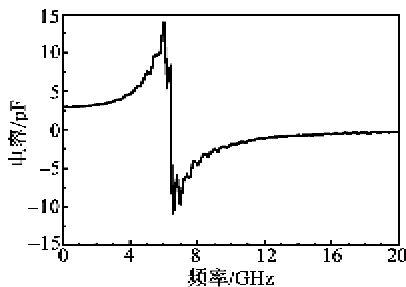


图4  $C$ 与 $f$ 关系图

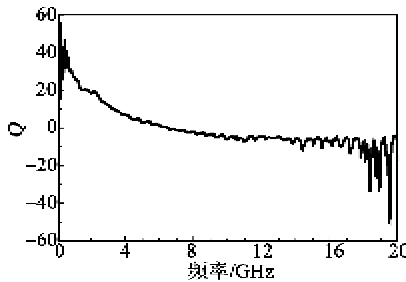


图5 电容 $Q$ 值与 $f$ 关系图

### 3 结束语

利用射频磁控溅射法在Pt/Ti/LaAlO<sub>3</sub>(100)衬底上制备BNST薄膜，构成薄膜电容器。研究了该薄膜电容器的频率特性，在1 MHz时测得其介电系数达58.3，低频介电损耗低于2%；1 GHz以下介电常数变化小于1.4%，介电损耗低于3%，基本能满足微波器件的应用。

### 参考文献：

[1] TSENG Binchiy, LIAO Lichun. Design of embedded capacitor with enhanced high-frequency performance [J]. Journal of the Chinese Institute of Engineers, 2012, 2(35): 141-149.

- [2] BAUDOIN D, HYSLOP A, NISHIMURA A, et al. Integrated capacitor on the back of a chip: U. S., 6373127B1[P]. 2002-04-16.
- [3] RAMESH S, SHUTZBERG B A, HUANG C, et al. Dielectric nanocomposites for integral thin film capacitors: materials design, fabrication and integration issues[J]. Advanced Packaging, 2003, 26(1): 17-24.
- [4] CHEN S B, LAI J H, CHAN K T, et al. Frequency-dependent capacitance reduction in high- $k$  AlTiO<sub>x</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gate dielectrics from IF to RF frequency range [J]. IEEE Electron Device Lett, 2002, 23(4): 203-205.
- [5] JANG Boyun, KIM B J, LEE S J, et al. BaTi<sub>4</sub>O<sub>9</sub> thin films for high-performance metal-insulator-metal capacitors[J]. Appl Phys Lett, 2005, 87(11): 112902.
- [6] JEONG Y H, PAIK J H, LEE Y J, et al. Effects of post metalization oxygen annealing on electrical properties of 25 nm thick amorphous BaSm<sub>2</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>12</sub> film [J]. Journal of The Electrochemical Society, 2008, 10(155): 214-217.
- [7] CHANG Lichun, CHIOU Bishioc, LEE Wenhsi. Effect of glass additions on the sintering behaviors and electrical microwave properties of BaO-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> ceramics [J]. Journal of Materials Science, 2004, 15(3): 153-158.
- [8] SUVOROV D, VALANT M, KOLAR D. The role of dopants in tailoring the microwave properties of Ba<sub>6-2x</sub>R<sub>8-3/2x</sub>Ti<sub>6</sub>O<sub>34</sub> (R = La-Gd) ceramics [J]. Journal of Materials Science, 1997, 32(24): 6483-6488.
- [9] 杨传仁, 叶耀红, 杨成滔, 等. BaO-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> 四元系微波介质陶瓷 [J]. 硅酸盐通报, 1999, 10(2): 48-51.
- [10] CHOI J H, KIM J H, LEE B T, et al. Microwave dielectric properties of Ba-Nd-Ti-O system doped with metal oxides [J]. Materials Letters, 2000, 44(1): 29-34.
- [11] 莫尚军, 张继华, 杨传仁, 等. BNST 薄膜电容的制备及电性能研究 [J]. 压电与声光, 2011, 33(4): 582-584. MO Shangjun, ZHANG Jihua, YANG Chuanren, et al. Study on fabrication and properties of BaO-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> (BNTS) thin films capacitor [J]. Piezoelectrics & Acoustooptics, 2011, 33(4): 582-584.
- [12] KLUG H P, ALEXANDER L E. X-ray diffraction technology [M]. Second Edition. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1986.
- [13] POZAR D M. Microwave engineering [M]. Third Edition. Beijing: Publishing House of Electronics Industry, 2007.