

Mesure de la permittivité du PbZrTiO3 dans les radiofréquences par une méthode en réflexion

Caroline Borderon, Julien Sarrazin, Dominique Averty, Yann Mahe, Hartmut Gundel

▶ **To cite this version:**

Caroline Borderon, Julien Sarrazin, Dominique Averty, Yann Mahe, Hartmut Gundel. Mesure de la permittivité du PbZrTiO3 dans les radiofréquences par une méthode en réflexion. 9èmes journées de caractérisation microondes et matériaux, Mar 2006, Saint-Etienne, France. 4 p. hal-00983555

HAL Id: hal-00983555
https://hal.science/hal-00983555

Submitted on 25 Apr 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

MESURE DE LA PERMITTIVITÉ DU $PbZrTiO_3$ DANS LES RADIOFRÉQUENCES PAR UNE MÉTHODE EN RÉFLEXION

C. Borderon[1], J. Sarrazin[2], D. Averty[1], Y. Mahe[2], H.W. Gundel[1]*
IREENA – Institut de Recherche en Electrotechnique et Electronique de Nantes Atlantique
[1]Faculté des Sciences et des Techniques, 2 rue de la Houssinière - BP 92208 44322 Nantes Cedex 3,
[2]École polytechnique de l'Université de Nantes, Rue Christian Pauc - BP 50609 44306 Nantes Cedex 3,
** Mail : caroline.borderon@univ-nantes.fr,*
Téléphone : +33 (0)2 51 12 55 37, Fax : +33 (0)2 40 14 09 87

RÉSUMÉ

Des couches minces de $PbZr_{0,34}Ti_{0,66}O_3$ ont été réalisées sur substrat de verre par voie chimique et dépôt par centrifugation. Afin de déterminer la permittivité effective de l'échantillon ferroélectrique dans la gamme des hyperfréquences (1-5 GHz), nous utilisons une méthode de mesure en réflexion sur une structure coplanaire. Appuyé sur une succession de transformations conformes, un modèle d'analyse statique de la structure est utilisé permettant de remonter à la permittivité relative du ferroélectrique.

1. INTRODUCTION

Récemment, les matériaux ferroélectriques en couches minces ont attiré un intérêt général pour l'accordabilité de leur permittivité permettant d'envisager différentes applications en hyperfréquence [1,2]. Des études ont été menées entre autre sur des matériaux tels que $BaSrTiO_3$ [3-5], $PbTiO_3$ [6] ou encore $SrBi_2Nb_2O_9$ [7] et un effort d'intégration pour la réalisation de filtre accordable a été effectué [2,8]. Des déphaseurs à base de $BaSrTiO_3$ allant jusqu'à 30 GHz ont ainsi été réalisés [9].

Dans la plupart des cas, ces études sont basées sur l'utilisation des matériaux ferroélectriques texturés ou épitaxiés sur des substrats mono-cristallins rendant ainsi la réalisation complexe et entraînant un coût élevé des dispositifs. Dans l'objectif de démontrer la faisabilité d'un procédé plus simple et plus rapide, des couches minces ferroélectriques de $PbZr_{0,34}Ti_{0,66}O_3$ (PZT 34/66) sont réalisées, dans le cadre de notre étude, par voie chimique et dépôt par centrifugation sur un substrat de verre.

2. MÉTHODE EXPÉRIMENTALE

Les couches minces de PZT sont réalisées par un procédé sol-gel modifié basé sur des précurseurs alkoxydes (CSD, *chemical solution deposition*). L'acétate de plomb tri-hydraté est introduit dans de l'acide acétique puis chauffé à 110°C jusqu'à dissolution complète et la solution est ensuite refroidie à température ambiante. Parallèlement, des solutions de n-propoxyde de zirconium et de n-propoxyde de titane sont mélangées afin d'obtenir une proportion de Zr/Ti de 34/66. Le mélange des deux solutions est effectué et de l'éthylène glycol est ajouté pour éviter les craquelures du PZT lors de la cristallisation du film [10,11]. La solution ainsi obtenue est déposée par centrifugation (*spin-coating*) à 1200 tours/min pendant 16 secondes sur un substrat de verre. Un traitement thermique à 650°C dans un four ouvert pendant deux minutes permet la cristallisation des films dans la structure pérovskite et l'obtention de couches d'épaisseur 1 μm. Dans le cas de notre étude, deux dépôts successifs ont été réalisés afin d'obtenir des films d'épaisseur e = 2 μm. L'épaisseur d du substrat est de 700 μm.

La méthode de mesure de la permittivité repose sur la mesure du coefficient de réflexion d'une ligne coplanaire, fermée sur 50 Ω. La géométrie de la ligne coplanaire a été choisie pour profiter d'une forte interaction entre le champ électromagnétique et le matériau. Celle-ci permet aussi un changement simple de l'impédance caractéristique par modification du rapport entre la largeur de la ligne et la séparation avec le plan de masse. Une impédance de la ligne différente de 50 Ω est utilisée dans le but d'assurer un contraste suffisant en réflexion et de pouvoir ainsi remonter à la permittivité du matériau. Le ruban et les plans de masse constituant la ligne coplanaire sont réalisés en aluminium par photolithographie et gravure chimique. L'épaisseur des électrodes est de 1μm et la longueur l de la ligne

est 24,6 mm. La géométrie utilisée ainsi que le circuit équivalent correspondant à la mesure en réflexion sont représentés sur la figure 1.

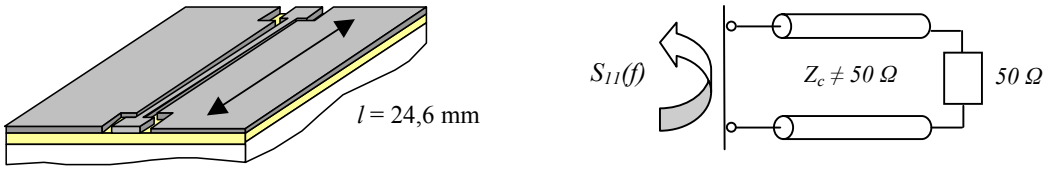


Figure 1 : Schéma de la géométrie des échantillons de PZT et circuit équivalent pour la mesure de la ligne coplanaire en réflexion.

3. ANALYSE STATIQUE D'UNE LIGNE COPLANAIRE

Compte tenu de la bande de fréquences dans laquelle est effectuée l'analyse, la caractérisation théorique de la structure est faite à partir d'une analyse statique. Cette analyse est basée sur la transformée conforme du plan de section droite de la ligne pour calculer la capacité linéique afin de remonter à la valeur de la permittivité du matériau ferroélectrique et de l'impédance caractéristique de la structure $Z_c = \sqrt{\varepsilon_{reff}} / C v_0$.

L'épaisseur de métallisation n'est pas prise en compte, la largeur du plan de masse et l'épaisseur du substrat *d* sont supposées infinies. Les différents paramètres de calcul (permittivité, dimensions) sont résumés par la figure 2*a*.

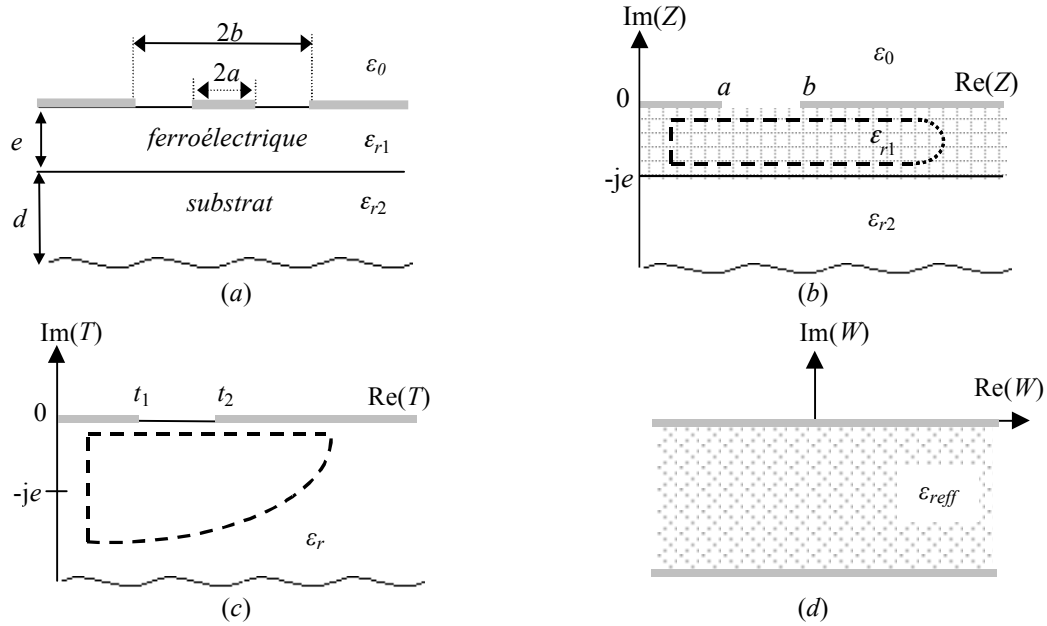


Figure 2 : Schéma de la ligne coplanaire (a) du plan Z (b), du plan T (c) et du plan W (d) de la transformation conforme.

Dans le cadre de notre étude, la structure est considérée comme une ligne coplanaire composée d'une couche mince de diélectrique sur un substrat d'épaisseur supposée infinie (figure 2*b*). La capacité linéique totale de la ligne est modélisée comme la mise en parallèle des capacités C_0 due à l'air, C_1 due à la couche ferroélectrique et C_2 due au substrat. La capacité C_0 correspondant au demi plan supérieur peut être déterminée par la transformation conforme du plan *T* (figure 2*c*) où $t_1=a$ et $t_2=b$ en plan *W* (figure 2*d*). Ainsi, la capacité plane peut être aisément calculée [12] :

$$C_0 = 2\varepsilon_0 \frac{K(k_0)}{K(k_0')}, \text{ avec } k_0 = a / b \qquad \textbf{(1)}$$

avec *K* l'intégrale elliptique complète du premier ordre et $k_i' = \sqrt{1 - k_i}$.

Pour obtenir la capacité C_1, liée au matériau ferroélectrique, une première transformation conforme du plan Z (figure 2b) en plan T est effectuée afin de se ramener au cas d'un demi plan infini. Puis, d'une manière analogue à la précédente, le plan T est transformé en plan W [13] :

$$C_1 = 2\varepsilon_0\varepsilon_{r1}\frac{K(k_1)}{K(k_1')} \text{ avec } k_1 = \frac{t_1}{t_2} = \frac{\sinh\left(\frac{\pi a}{2e}\right)}{\sinh\left(\frac{\pi b}{2e}\right)} \quad \textbf{(2)}$$

La capacité C_2 doit tenir compte de l'effet de l'épaisseur e :

$$C_2 = 2\varepsilon_0\varepsilon_{r2}\left(\frac{K(k_0)}{K(k_0')} - \frac{K(k_1)}{K(k_1')}\right) \quad \textbf{(4)}$$

Finalement, la capacité totale de la ligne coplanaire peut être calculée par la somme $C = C_0 + C_1 + C_2$ et la permittivité effective de la ligne représentée par :

$$\varepsilon_{reff} = \frac{C}{C^a} = \frac{1}{2} + \frac{\varepsilon_{r2}}{2} + \frac{\varepsilon_{r1} - \varepsilon_{r2}}{2}\frac{K(k_1)}{K(k_1')}\frac{K(k_0')}{K(k_0)} \quad \textbf{(5)}$$

où $C^a = 2\ C_0$ est la capacité de la ligne où le diélectrique et le substrat sont remplacés par de l'air.

4. MESURE EN REFLEXION DE LA PERMITTIVITE EFFECTIVE DE LA STRUCTURE COPLANAIRE

L'évolution du coefficient de réflexion S_{11} en fonction de la fréquence, mesurée sur une ligne coplanaire de rapport $a/b = 0.33$, est montrée sur la figure 3 pour une gamme de fréquences allant de 100 MHz à 5 GHz. Le minimum principal de la courbe se trouve à la fréquence $f_0 = 1{,}57$ GHz.

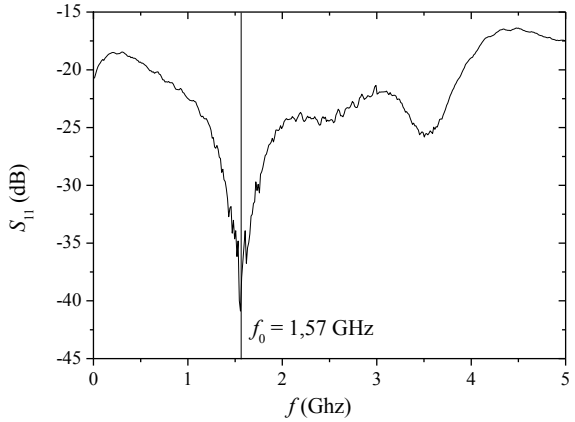


Figure 3 : Évolution du coefficient de réflexion S_{11} en fonction de la fréquence

A cette fréquence la longueur de la ligne est un multiple de $\lambda_g/2$ et une constante diélectrique effective de 15,1 peut être déduite à partir de la relation :

$$\varepsilon_{reff} = \left(\frac{c}{2f_0 l}\right)^2 \quad \textbf{(6)}$$

Finalement, en reliant les équations (5) et (6), il est possible, de remonter à la valeur de la permittivité relative ε_{r1} du film ferroélectrique.

La figure 4 donne l'évolution de la permittivité effective ε_{reff} de l'échantillon en fonction de la permittivité relative ε_{r1} du PZT pour différents rapports a/b obtenue par l'analyse décrite ci-dessus. Dans le cas des couches minces étudiées (PZT 34/66, $e = 2$ µm, $a/b = 0{,}33$, 1,57 GHz), la permittivité effective de l'échantillon de 15,1 résulte en une constante diélectrique relative de 185 du ferroélectrique.

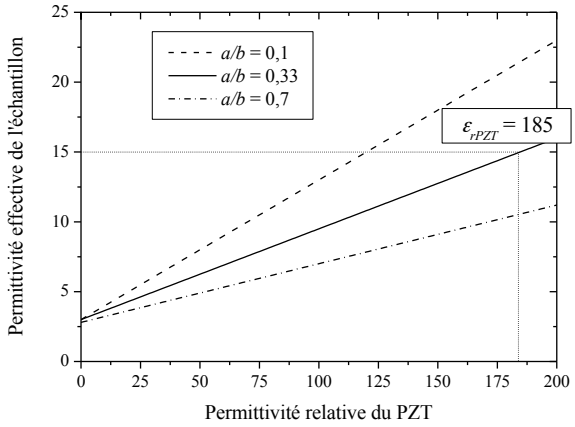


Figure 4 : Évolution de la permittivité effective de l'échantillon en fonction de la permittivité relative du PZT 34/66 pour une épaisseur du ferroélectrique e = 2 µm et pour différents rapports a/b

5. CONCLUSION

L'accordabilité de la permittivité d'un matériau ferroélectrique par l'application d'une tension continue, permet d'envisager une utilisation dans différents dispositifs pour les télécommunications. La connaissance du matériau et la maîtrise du procédé de fabrication sont des conditions nécessaires afin d'obtenir un dispositif répondant aux exigences structurales et économiques.

Dans l'étude présente, nous avons mis au point au laboratoire une méthode de caractérisation par mesure du coefficient de réflexion d'une ligne coplanaire chargée par une impédance connue. Cette étude est associée à une analyse statique de la ligne basée sur la transformation conforme du plan de section droite. Ceci nous permet de remonter à la permittivité relative du matériau ferroélectrique à partir de l'évolution du coefficient de réflexion S_{11}. Les couches minces de $PbZr_{0,34}Ti_{0,66}O_3$ utilisées ont été réalisées par voie chimique et dépôt par spin-coating sur un substrat de verre. L'avantage de ce procédé réside dans sa simplicité et dans la possibilité d'obtenir des films dont l'épaisseur peut atteindre plusieurs micromètres [14], caractéristique importante pour une interaction forte entre le champ électromagnétique et le matériau. Les premières mesures montrent une permittivité relative du PZT 34/66 d'environ 185 à 1,57 GHz,

Différentes géométries de lignes coplanaires pourront être utilisées afin d'étudier la réponse du matériau dans une gamme plus large en fréquence. Une étude comparative de plusieurs matériaux est prévue et finalement l'accordabilité des couches minces déposées par procédé de spin-coating sera étudiée.

REFERENCES

[1] Electroceramic-based MEMS, Edt. N. Setter, Springer 2005, ISBN 0-387-23310-5

[2] Ouaddari M., Delprat S, Vidal F., Chaker M. et Wu K., *IEEE Transactions on microwave theory and techniques*, **53(4)**, 2005, 1390-1397

[3] Outzourhit A., Trefny J.U., Kito T., Yarar B., Naziripour A. et Hermann A.M., *Thin Solid Films*, **259** (1995) 218-224

[4] Tombak A., Maria J.P., Ayguavives F.T., Zin J., Stauf G.T., Kingon A.I. et Mortazawi A., *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, **51** (2003) 462-466

[5] Vorobiev A., Rundqvist P., Khamchane, K. et Gevorgian S., *J. Appl. Phys.* **96** (2004) 4642-4649

[6] Kim Y., Lee D. et Park B., *Appl. Phys. Lett.*, **85** (2004) 2328-2330

[7] Guilloux-Viry M.,Duclère J.R.,Rousseau A., Perrin A. Fasquelle D., Carru J.C., Cattan E., Soyer C. et Rèmiens D., *J. Appl. Phys.*, **97** (2005) 114102/1-114102/7

[8] Subramanyam G., Van Keuls F.W., Miranda F.A., Romanofsky R.R. et Warner J.D., *Materials Chemistry and Physics*, **79(2-3)**, 2003, 147-150

[9] Velu G., Burgnes L., Carru J.C., Blary K., Delos E., Lippens D., 14ème JNM, Nantes **(2005)** 8D5

[10] Seveno R., « Réalisation et caractérisation de couches minces ferroélectriques et antiferroélectriques de PZT », *PhD thesis, Université de Nantes*, (2004) France

[11] Jiwei Z., Xi Y., Liangying Z., Bo S. et Chen H., *Journal of Crystal Growth*, **262** (2004) 341-347

[12] Cheng P. Wen, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, **12** (1969) 1087-1090

[13] Veyres C. et Fouad Hanna V., *Int. J. Electronics*, **48(1)** (1980) 47-56

[14] Seveno R., Limousin P., Averty D., Chartier J.-L., Le Bihan R. et Gundel H.W., *J. Europ. Ceram. Soc.*, **20** (2000) 2025-2028