

**MINIATURIZACIÓN DE ANTENAS TIPO *MICROSTRIP* MEDIANTE
RECUBRIMIENTOS CON MATERIALES FERROELÉCTRICOS**

DIANA MARYBEL MOSQUERA PALACIO

dmmosquerp@eafit.edu.co



ESCUELA DE CIENCIAS

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FÍSICAS

MAESTRÍA EN FÍSICA APLICADA

MEDELLÍN, COLOMBIA

2021

**MINIATURIZACIÓN DE ANTENAS TIPO *MICROSTRIP* MEDIANTE
RECUBRIMIENTOS CON MATERIALES FERROELÉCTRICAS**

DIANA MARYBEL MOSQUERA PALACIO

dmmosquerp@eafit.edu.co

Tesis de Maestría presentada como requerimiento parcial para optar al título de Magíster en
Física Aplicada

Director:

Ph. D. JOSÉ IGNACIO MARULANDA BERNAL

jmarulan@eafit.edu.co

UNIVERSIDAD EAFIT

ESCUELA DE CIENCIAS

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FÍSICAS

MAESTRÍA EN FÍSICA APLICADA

MEDELLÍN, COLOMBIA

2021

*“Del mar y la angostura de esteros, abrázate
del guasá de semillas secas, abrázate
proverbio de alabao, grito de currulao
de la marimba de chontas vivas, abrázate
no te vayas... quédate
Abrázate a su olor marino
al timbre sonoro de río y selva, abrázate
ira de lluvia y trueno, yo siempre me abrazo a ti
anhelo de barro y mar que nunca te abandone
abrázate a Buenaventura”*

Willy García

AGRADECIMIENTOS

A mis padres por promover mis sueños y apoyarme en cada camino que decido emprender; a mis hermanos y sobrinos, por ser mi mayor motivación en la vida. Agradezco a José Miguel Narváez Patiño por brindarme su apoyo en este proceso; y a Santiago Betancourt Parra por su amistad y por incentivar-me a cumplir cada uno de mis propósitos.

Al destino, la vida y a Dios por trazarme este camino que comenzó como un desafío donde la persistencia y el aprendizaje fueron las bases fundamentales para lograr los resultados obtenidos. Al Ph. D. José Ignacio Marulanda Bernal, quien es el director de esta tesis, y a quien le agradezco de todo corazón la confianza depositada en mí, su respaldo en mis momentos de agobio, su apoyo en la realización de los procesos relacionados con el diseño, la fabricación y la caracterización de los dispositivos desarrollados, y sobre todo le agradezco muchísimo por su comprensión y paciencia durante todo este proceso de aprendizaje.

Le agradezco a los profesores Juan Manuel Jaramillo Ocampo y Claudia Constanza Palacio Espinosa por la ayuda brindada en reiteradas ocasiones. Y a cada uno de los profesores que hicieron parte de mi formación como Magíster en Física Aplicada.

Agradezco al personal del Centro de Laboratorio por la disposición y el apoyo técnico, lo que permitió el desarrollo de las experimentaciones. También se agradece la disponibilidad para brindar los servicios requeridos y las sugerencias relacionadas con el proyecto de investigación del personal de la Universidad de los Andes y de la Universidad de Antioquia.

Agradezco a la Universidad EAFIT por su contribución a la ejecución del proyecto interno 828-00031 Materiales de Microondas, al cual me encontraba vinculada; así como a la Vicerrectoría de Descubrimiento y Creación, a la Escuela de Ciencias, a la Maestría en Física Aplicada y al Grupo de Electromagnetismo Aplicado (GEMA), todas estas entidades de la misma universidad, quienes hicieron posible la financiación de mis estudios.

Sin la participación directa e indirecta de cada una de las personas y entidades que de un modo u otro se vieron involucradas en el desarrollo de esta investigación, no hubiera sido posible la culminación de mi tesis, muchas gracias por cada aporte.

RESUMEN

La limitación en el espacio donde se dispone la antena dentro de un dispositivo electrónico ha promovido la investigación de alternativas que permitan el desarrollo de antenas miniaturizadas con una amplia capacidad de emisión y recepción, siendo los materiales ferroeléctricos una de las opciones más acertadas para reducir el tamaño de las antenas sin generar cambios significativos en el diseño. Adicionalmente, estos materiales pueden ser obtenidos por diferentes técnicas, dentro de las que sobresale sol-gel por su flexibilidad en deposición de película. Por ello, el presente trabajo se centra en la evaluación del factor de miniaturización de antenas de parche *microstrip* recubiertas con materiales ferroeléctricos tales como titanato de estroncio (STO), titanato de bario-estroncio (BSTO), y titanato de bario (BTO), obtenidos vía sol-gel y depositados mediante *spin coating* a 3000 rpm (20 s) con tratamiento térmico a 700 °C (1 h, 1 °C/min). Estas antenas fueron diseñadas y simuladas dentro de un rango de frecuencia entre 1 y 8.5 GHz; se fabricaron por fotolitografía usando substratos de alúmina de 635 µm con metalización en oro (3.0 µm) y capa de adherencia de níquel-cromo (0.2 µm), para ser caracterizadas con el uso de un analizador vectorial de red (VNA).

La ejecución de esta investigación se verificó mediante difracción de rayos X, mostrando la presencia de estructuras cristalinas en fase perovskita cúbica, con parámetros de red para STO, BSTO y BTO de 3.9012 ± 0.0049 Å, 3.9631 ± 0.0055 Å, y 4.0268 ± 0.0119 Å, respectivamente. La caracterización microestructural y morfológica permitió establecer las condiciones de deposición y de tratamiento térmico de la película que permitieran uniformidad, homogeneidad y adherencia aceptable de la capa con poca presencia de defectos superficiales. Por su parte, la espectroscopía de rayos X de energía dispersa cuantificó composiciones elementales para STO de 1.48 ± 0.13 % wt Sr, y 0.54 ± 0.07 % wt Ti; BSTO: 0.69 ± 0.22 % wt Ba, 1.22 ± 0.12 % wt Sr, 0.63 ± 0.09 % wt Ti, y 6.05 ± 0.85 % wt O; y para BTO de 1.28 ± 0.23 % wt Ba, 0.74 ± 0.09 % wt Ti, y 7.28 ± 0.92 % O; todos estos materiales analizados en forma de película cristalizada y depositada sobre Al₂O₃/Ni-Cr/Au.

Los espesores obtenidos para las películas de STO, BSTO, y BTO fueron: 2.8130, 4.1070, y 3.9217 µm; con constante dieléctrica de 92, 136, y 232; tangente de pérdida de 0.0112, 0.0104, y 0.0080, con operación en 4.116 GHz (-12.6000 dB), 4.0800 GHz (-10.0900 dB), y 4.0200 GHz (-10.0900 dB), respectivamente para STO, BSTO y BTO.

Por otro lado, las antenas recubiertas con STO, BSTO y BTO evidenciaron tasas de miniaturización de 4.7 %, 7.0 %, y 15.6 %, con frecuencia de operación en 2.5925 GHz, 2.5300 GHz, y 2.2950 GHz, respectivamente. De

este modo se comprobó dentro de las instalaciones de la Universidad EAFIT la aplicabilidad de las películas ferroeléctricas en los procesos de miniaturización de antenas.

Palabras clave: Antena de parche *microstrip*, Ferroeléctricos, Materiales en microondas, Miniaturización, Películas delgadas, Sol-gel, *Spin coating*, Tasa de miniaturización, Titanato de bario, Titanato de bario-estroncio, Titanato de estroncio.

CONTENIDO

LISTA DE FIGURAS	I
LISTA DE GRÁFICAS.....	IV
LISTA DE TABLAS.....	V
1. INTRODUCCIÓN.....	1
1.1 Planteamiento del problema	2
1.1.1 Descripción del Problema.....	3
1.1.2 Pregunta de Investigación.....	3
1.2 Justificación.....	4
1.3 Objetivos	4
1.3.1 Objetivo General.....	4
1.3.2 Objetivos Específicos	4
1.4 Estructura del Documento	5
2. MARCO TEÓRICO	7
2.1 Antena <i>Microstrip</i> de Parche.....	7
2.1.1 Parámetros	8
2.2 Diseño de Antena <i>Microstrip</i> de Parche Rectangular.....	10
2.2.1 Cálculos Dimensionales.....	10
2.2.2 Alimentación de la Antena	11
2.3 Miniaturización de Antenas.....	13
3. ESTADO DEL ARTE	14
3.1 Generalidades y Antecedentes.....	14
3.2 Antena de Parche con Tecnología <i>Microstrip</i>	16
3.3.1 Materiales Cerámicos Ferroeléctricos	18
3.3 Estado Actual	22
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	23
4.1 Formación de Películas Cristalizadas	24

4.1.1 Titanato de Estroncio.....	26
4.1.2 Titanato de Bario-Estroncio ($Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$).....	28
4.1.3 Titanato de Bario.....	31
4.1.4 Películas Ferroeléctricas.....	33
4.2 Fabricación de Dispositivos.....	34
4.2.1 Resonador de Guía de Onda Coplanar.....	37
4.2.2 Antena <i>Microstrip</i> de Parche.....	38
4.3 Caracterización del Material.....	39
4.3.1 Caracterización Mineralógica.....	39
4.3.2 Caracterización Microestructural y Morfológica.....	39
4.3.3 Caracterización Dieléctrica.....	40
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	42
5.1 Películas Ferroeléctricas.....	42
5.1.1 Caracterización Mineralógica.....	43
5.1.2 Caracterización Microestructural y Morfológica.....	47
5.1.3 Caracterización Dieléctrica.....	74
5.2 Antena <i>Microstrip</i> con Parche Rectangular.....	79
5.2.1 Antena Referencia.....	80
5.2.3 Antena Recubierta con Ferroeléctrico.....	84
6. CONCLUSIONES Y PERSPECTIVAS.....	87
6.1 Respecto a los Objetivos Específicos.....	87
6.2 Sobre la Caracterización del Material.....	88
6.3 Acerca de la Miniaturización de la Antena.....	89
6.4 Trabajo Futuro.....	89
7. BIBLIOGRAFÍA.....	92

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1. Estructura de una antena microstrip de parche rectangular [26]	8
Figura 2-2. Alimentación por microstrip de un parche rectangular [26]	12
Figura 3-1. Antenas tipo (a) array de parche microstrip [56] y (b) de parche [57]	17
Figura 3-2. Coocurrencia para compuestos relacionados con materiales ferroeléctricos	18
Figura 3-3. Proceso sol-gel [63]	20
Figura 3-4. Sección transversal de un resonador CPW con película ferroeléctrica sobre el conductor, (a) modelo usado para simular películas gruesas depositas y (b) modelo para películas delgadas [74]	22
Figura 4-1. Diagrama de flujo metodológico	24
Figura 4-2. Representación experimental de la obtención de la solución “sol” de STO	27
Figura 4-3. Calentamiento de solución de STO, (a) inicio, (b) 2 h después del inicio, (c) 24 h con calentamiento y agitación, y (d) 2 h con calentamiento y agitación por 24 h	27
Figura 4-4. Película de STO depositadas por spin coating sobre, (a) acero al carbono, (b) cobre, y (c) vidrio .28	
Figura 4-5. Diagrama experimental para la preparación de la solución “sol” de BSTO	29
Figura 4-6. Solución “sol” de BSTO, (a) con etilenglicol, (b) sin etilenglicol; (c) mezcla 60/40, y películas gruesas secadas de la solución (d) con etilenglicol, y (e) sin etilenglicol	30
Figura 4-7. Deposición por spin coating de películas de BSTO sobre, (a) acero al carbono, y (b) cobre	30
Figura 4-8. Esquematzación experimental de la preparación de la solución “sol” de BTO	31
Figura 4-9. Preparación de solución de BTO sin calentamiento: (a) inicio de la agitación, y (b) final de la agitación; con calentamiento: (c) inicio de la agitación, y (d) fin de la agitación	32
Figura 4-10. Deposición por spin coating de la solución “sol” de BTO sobre, (a) vidrio, (b) cobre, y (c) acero al carbono	32
Figura 4-11. Limpieza de substratos, (a) detergente líquido, (b) solución de alcohol, y (c) secado	34
Figura 4-12. Proceso de fotolitografía, (a) máscara en acetato con patrón de cuatro circuitos, y (b) substrato $Al_2O_3/Ni-Cr/Au$ recubierto con resina	35
Figura 4-13. Ataque químico, (a) corrosión de oro en el substrato, (b) solución que ataca el oro, (c) verificación de temperatura en la solución que ataca Ni-Cr, (d) corrosión de Ni-Cr en substrato, y (e) solución que ataca Ni-Cr	36
Figura 4-14. Revelado fotolitográfico para: (a-c) resonadores CPW, y (d-f) antena de parche microstrip; proceso fotolitografía: (a y d) recubrimiento de patrones con resina , (b y e) corrosión de oro, y (c y f) corrosión de Ni-Cr en substrato	36
Figura 4-15. Diagrama y parámetros de los resonadores: (a) sección transversal, y (b) vista superior	37

Figura 4-16. Resonador CPW: (a) vista superficial con resina, y (b) perfil de altura o medición de espesor para la resina	38
Figura 4-17. Montaje del resonador CPW de referencia: (a) vista superior, y (b) vista inferior [1]	41
Figura 5-1. Polvos ferroeléctricos de: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO	46
Figura 5-2. Microscopía SEM del sustrato de Al ₂ O ₃	47
Figura 5-3. EDX del sustrato de Al ₂ O ₃	48
Figura 5-4. Micrografía SEM de las muestras: (a) STO_V1_t1, (b) STO_V1_t2, (c) STO_V2_t1, y (d) STO_V2_t2	49
Figura 5-5. Morfología de: (a) BSTO_V1_t1, (b) BSTO_V1_t2, (c) BSTO_V2_t1, y (d) BSTO_V2_t2	50
Figura 5-6. Vista superficial de: (a) BTO_V1_t1, (b) BTO_V1_t2, (c) BTO_V2_t1, y (d) BTO_V2_t2	50
Figura 5-7. Sección transversal de las muestras: (a) STO_V1_t1, (b) STO_V1_t2, (c) STO_V2_t1, y (d) STO_V2_t2 con sus respectivos valores de espesor	51
Figura 5-8. Morfología lateral de: (a) BSTO_V1_t1, (b) BSTO_V1_t2, (c) BSTO_V2_t1, y (d) BSTO_V2_t2	52
Figura 5-9. Morfología de la sección transversal de: (a) BTO_V1_t1, (b) BTO_V1_t2, (c) BTO_V2_t1, y (d) BTO_V2_t2	52
Figura 5-10. Vista lateral de la micrografía SEM de una capa de película ferroeléctrica de: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, y (c) BTO_V2_t2	53
Figura 5-11. Determinación de Rz _{lmax} de la película ferroeléctrica para: (a) STO_V1_t1, (b) STO_V1_t2, (c) STO_V2_t1, (d) STO_V2_t2, (e) BSTO_V1_t1, (f) BSTO_V1_t2, (g) BSTO_V2_t1, (h) BSTO_V2_t2, (i) BTO_V1_t1, (j) BTO_V1_t2, (k) BTO_V2_t1, y (l) BTO_V2_t2	54
Figura 5-12. Imágenes SEM de las muestras: (a) STO_T1, (b) BSTO_T1, (c) BTO_T1, (d) STO_T2, (e) BSTO_T2, y (f) BTO_T2; depositadas como una capa de película ferroeléctrica sobre Al ₂ O ₃	55
Figura 5-13. Vista transversal de la micrografía SEM de una capa de película ferroeléctrica de: (a) STO_T2, (b) BSTO_T2, y (c) BTO_T2	56
Figura 5-14. Morfología de las cinco capas de película ferroeléctrica de: (a) STO_T1, (b) BSTO_T1, (c) BTO_T1, (d) STO_T2, (e) BSTO_T2, y (f) BTO_T2	57
Figura 5-15. EDX de las cinco capas de: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO, cristalizadas a 700°C	59
Figura 5-16. Sustrato de alúmina: (a) morfología bidimensional AFM, (b) con película amorfa de cinco capas de BSTO	59
Figura 5-17. Morfología bidimensional de películas de cinco capas cristalizadas para: (a) STO_T1, (b) BSTO_T1, (c) BTO_T1, (d) STO_T2, (e) BSTO_T2, y (f) BTO_T2; depositadas sobre alúmina	60
Figura 5-18. Imágenes SEM de: (a) sustrato de alúmina (Al ₂ O ₃), (b) capa de níquel-cromo (Ni-Cr), y (c) capa de oro (Au)	61
Figura 5-19. EDX de (a) sustrato de alúmina (Al ₂ O ₃), (b) capa de níquel-cromo (Ni-Cr), y (c) capa de oro (Au)	63
Figura 5-20. Sustratos de Al ₂ O ₃ /Ni-Cr/Au: (a) desprendimiento de capa de oro, y (b) desprendimiento de capa Ni-Cr/Au/películas ferroeléctricas luego del tratamiento térmico	63

Figura 5-21. Substrato de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ con una capa de: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO	64
Figura 5-22. Micrografía superficial SEM de (a) substrato de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$, y películas ferroeléctricas de (b) STO, (c) BSTO, y (d) BTO	65
Figura 5-23. Morfología bidimensional de (a) substrato de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$, y de (b-d) substratos de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ con recubrimientos de: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO	65
Figura 5-24. SEM de substrato de Al_2O_3 con deposición de: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, (c) BTO_V2_t2, y (d) BTO_V1_t1	67
Figura 5-25. Morfología SEM del substrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ depositado con: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, (c) BTO_V2_t2, y (d) BTO_V1_t1	67
Figura 5-26. (a) EDX del substrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}/\text{STO}_V2_t2$; con mapeo de elementos: (b) titanio, (c) cromo, (d) níquel, (e) oro, y (f) estroncio	69
Figura 5-27. (a) EDX del substrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}/\text{BSTO}_V2_t2$; con mapeo de elementos: (b) titanio, (c) cromo, (d) oro, (e) estroncio, (f) oxígeno, y (g) bario	69
Figura 5-28. (a) EDX del substrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}/\text{BTO}_V2_t2$; con mapeo de elementos: (b) titanio, (c) cromo, (d) níquel, (e) oro, (f) oxígeno, y (g) bario	70
Figura 5-29. Morfología de la sección transversal de: (a) substrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$, (b) STO_V2_t2, (c) BSTO_V2_t2, y (d) BTO_V2_t2	71
Figura 5-30. Medición de espesor en AFM de substratos de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ depositados con: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, (c) BTO_V2_t2, y (d) BTO_V1_t1	72
Figura 5-31. Medición de espesor en el software WSxM de substratos de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ depositados con: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, (c) BTO_V2_t2, y (d) BTO_V1_t1	73
Figura 5-32. Determinación de $Rz1_{max}$ de la película ferroeléctrica depositadas sobre $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, (c) BTO_V2_t2, y (d) BTO_V1_t1	74
Figura 5-33. Resonador CPW: (a) con incorporación de STO, BSTO y BTO respectivamente, y (b) desprendimiento de capa Ni-Cr/Au	75
Figura 5-34. Antena de parche microstrip: (a) vista superficial con resina, y (b-c) perfil de altura o medición de espesor para dos patrones grabados de antena	80
Figura 5-35. Modelo de las antenas simulado en CST microwave Studio Suite	81
Figura 5-36. Antena de referencia en montaje de medición usado VNA	82

LISTA DE GRÁFICAS

Gráfica 3-1. Variación de artículos/patentes en el tiempo	15
Gráfica 3-2. Dispositivos RF/microondas que incorporan películas ferroeléctricas	16
Gráfica 3-3. Tipos de (a) material que compone la película y (b) película depositada	19
Gráfica 3-4. Tendencia de la relación molar Ba:Sr que compone el $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$	19
Gráfica 5-1. Identificación de fase usando el software HighScore Plus para películas de (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO depositadas sobre $Al_2O_3/Ni-Cr/Au$	44
Gráfica 5-2. Identificación de fase para: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO usando el software Match!	45
Gráfica 5-3. Coeficiente de transmisión medido (en rojo) y simulado (en azul) en rango de frecuencia entre 0 y 8.5 GHz para el resonador CPW de referencia o sin película ferroeléctrica	76
Gráfica 5-4. Acercamiento en el rango de frecuencia entre 4.0 y 4.6 GHz del pico de resonancia fundamental del resonador CPW de referencia (sin película)	76
Gráfica 5-5. Comparación de los picos de resonancia fundamental del resonador CPW recubierto con película de: (a) STO, (b) BSTO, y (c) STO, y el resonador CPW de referencia (sin película)	78
Gráfica 5-6. Parámetros S_{11} medidos y simulados para la antena de referencia (sin película)	82
Gráfica 5-7. Diagrama de radiación simulado: (a) Plano E, y (b) tridimensional	83
Gráfica 5-8. Parámetros S_{11} medidos y simulados a antenas recubiertas con: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO	86

LISTA DE TABLAS

Tabla 3-1. Métodos de deposición para películas de BTO, STO y BSTO obtenidas vía sol-gel	21
Tabla 4-1. Procedimientos experimentales seleccionados	25
Tabla 5-1. Parámetros determinados por el análisis DRX para los polvos ferroeléctricos	46
Tabla 5-2. Diseño de experimentos desarrollado para estudiar los parámetros de deposición por spin	49
Tabla 5-3. Parámetros experimentales que evalúan la temperatura de cristalización	55
Tabla 5-4. Tamaño de fragmentos distribuidos en intervalos para BSTO_T1 y BSTO_T2	58
Tabla 5-5. Composición elemental de las cinco capas de películas ferroeléctricas cristalizadas a 700 °C	58
Tabla 5-6. Rugosidad de películas ferroeléctricas cristalizadas a diferentes temperaturas.	61
Tabla 5-7. Composición elemental de las substrato de Al ₂ O ₃ /Ni-Cr/Au	62
Tabla 5-8. Verificación de condiciones de tratamiento térmico en substratos de Al ₂ O ₃ /Ni-Cr/Au.	64
Tabla 5-9. Condiciones de conformado de películas ferroeléctrica	66
Tabla 5-10. Cuantificación de la composición elemental de las películas ferroeléctricas depositadas sobre Al ₂ O ₃ /Ni-Cr/Au	68
Tabla 5-11. Parámetros usados en la incorporación de películas ferroeléctricas en resonadores CPW fabricados por diferentes técnicas	75
Tabla 5-12. Caracterización dieléctrica de STO, BSTO y BTO	79
Tabla 5-13. Parámetros calculados y medidos para la antena	81
Tabla 5-14. Relación entre las mediciones y las simulaciones de las antenas	84
Tabla 5-15. Tasa de miniaturización de las antenas	85

Capítulo 1

INTRODUCCIÓN

La ferroelectricidad es un fenómeno que fue descubierto en 1921 y consiste en la variación de la constante dieléctrica de un material debido al desplazamiento de fase originado al aplicar un campo eléctrico externo, conllevando a una respuesta dieléctrica (controlada por la dinámica de la red del material) [2]. En 1950 se generalizó el uso de cerámicas basadas en titanato de bario (BTO) en aplicaciones de condensadores y dispositivos transductores piezoeléctricos, ya que este tipo de materiales presentan altas constantes dieléctricas relativas (20-10000) y bajas pérdidas dieléctricas (0.1-7%) [3].

Los materiales cerámicos ferroeléctricos más característicos presentan estructura tipo perovskita, tales como el titanato de bario-estroncio (BSTO), que es uno de los materiales más estudiados para el desarrollo industrial de dispositivos con operación en frecuencia de microondas, el titanato de estroncio (STO) que tiene buenas propiedades aislantes y el titanato de bario (BTO). Estos materiales son incorporados en dispositivos eléctricos,

electrónicos y de telecomunicaciones por sus velocidades de sintonización, alta eficiencia de radiación, coeficiente de temperatura bajo con consumo de energía y pérdidas moderadas, además de su flexibilidad para ser integrados en los dispositivos en forma de películas, pues disminuyen el tamaño y el peso de los dispositivos [4]–[16].

El desarrollo de dispositivos integrados con películas ferroeléctricas estimuló la creación de una serie de procesos de síntesis y técnicas de deposición. Uno de ellos, sol-gel, que ofrece homogeneidad, pureza, control estequiométrico y flexibilidad en sus aplicaciones con bajos costos de producción. Este proceso junto con la tecnología de fotolitografía convencional son el complemento ideal para el desarrollo de dispositivos tipo MEMS (*Micro Electro Mechanical Systems*) [17].

El presente trabajo tiene como objetivo diseñar y construir antenas utilizando películas ferroeléctricas obtenidas vía sol-gel, con el fin de demostrar la miniaturización del dispositivo debido a las propiedades dieléctricas de los materiales utilizados. Para esto es necesario inicialmente llevar a cabo un procedimiento experimental de modo que se caracterice dieléctricamente el material elaborado, para luego verificar la miniaturización de las antenas.

1.1 Planteamiento del problema

Entre los años 2006 y 2010 se ejecutó el proyecto de investigación denominado “Aplicaciones de Materiales de Alta Constante Dieléctrica” desarrollado por el profesor José Ignacio Marulanda Bernal. Por medio de este proyecto, fue posible establecer las características dieléctricas en frecuencia de microondas de materiales cerámicos ferroeléctricos, obteniendo resultados promisorios en una amplia gama de aplicaciones [18]. Para dar continuidad a los resultados de caracterización obtenidos, se ejecutó el proyecto de investigación “Aplicación de Materiales Cerámicos Ferroeléctricos en Frecuencia de Microondas” bajo la supervisión del mismo profesor.

La ejecución de esta investigación es de interés para el desarrollo de aplicaciones de comunicación a grandes distancias que permitan la transmisión de datos provenientes de

diversos sistemas de monitoreo. En este caso, el Grupo Electromagnetismo Aplicado (GEMA) podría aportar al diseño e implementación de antenas para aplicaciones específicas en tecnologías de observación de la tierra, tales como cometas instrumentadas, globos cautivos y de gran altitud, picosatélites, redes de sensores y vehículos aéreos no tripulados (drones, RPAs, etc.). Adicionalmente, se potenciarían trabajos en el área de *Internet de las Cosas* (IoT) y diferentes tecnologías de comunicación entre dispositivos; esto se consigue al integrar la infraestructura de telecomunicaciones que ha alcanzado la línea de “Aplicaciones del Electromagnetismo” del GEMA con las antenas desarrolladas.

1.1.1 Descripción del Problema

El espacio disponible para las antenas en las plataformas inalámbricas es cada vez más reducido y se busca que operen en múltiples frecuencias. Por ello, desde hace más de 70 años se ha venido trabajando en las limitaciones relacionadas con las capacidades eléctricas de estos dispositivos para encontrar el mejor compromiso entre volumen, ancho de banda y eficiencia según la aplicación final del mismo [16], [19], [20].

1.1.2 Pregunta de Investigación

Presentadas las consideraciones anteriores, surge la siguiente pregunta:

¿Cómo aprovechar la ferroelectricidad y alta constante dieléctrica de un material para la implementación y miniaturización de antenas que operen en el rango de microondas?

1.2 Justificación

Los materiales novedosos y el proceso de fabricación de los dispositivos son la alternativa más acertada para reducir el tamaño de las antenas cruzando el límite tradicional de diseño. Uno de estos materiales novedosos, los ferroeléctricos, permiten la flexibilización del diseño de la antena alcanzando especificaciones técnicas críticas. Adicionalmente, las antenas basadas en tecnología de fabricación fotolitográfica son un avance de ingeniería para dispositivos y sistemas de comunicación, especialmente para uso remoto donde la compacidad es deseable [21], [22].

Por otro lado, la funcionalidad de muchos dispositivos que operan en frecuencia de microondas se basa en el uso de películas ferroeléctricas, donde las películas gruesas se caracterizan por aportar un alto porcentaje de miniaturización, mientras que las películas delgadas otorgan dispositivos livianos con tasas de miniaturización poco apreciables [23], [24].

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo General

Evaluar el factor de miniaturización de antenas *microstrip* recubiertas con materiales ferroeléctricos.

1.3.2 Objetivos Específicos

- ❖ Identificar y seleccionar, mediante el estado del arte, las aplicaciones tecnológicas en frecuencia de microondas relacionadas con las características dieléctricas de

películas de materiales cerámicos ferroeléctricos tales como los titanatos de bario, estroncio y bario-estroncio.

- ❖ Determinar las características dieléctricas de los materiales cerámicos obtenidos vía sol-gel mediante el uso de resonadores de guía de onda coplanar para cuantificar su constante dieléctrica y tangente de pérdidas.

- ❖ Fabricar las antenas *microstrip*, ajustando el diseño a las dimensiones físicas y al rango de frecuencias disponible para su caracterización (0 a 8.5 GHz).

- ❖ Estimar el factor de miniaturización por el recubrimiento de las antenas con los materiales ferroeléctricos obtenidos, mediante la medición de su frecuencia de resonancia.

1.4 Estructura del Documento

Se presenta el proyecto de forma general en el capítulo 1, mediante la exhibición del planteamiento del problema que se desea resolver junto con los motivos para la realización de la investigación y los objetivos planteados para resolver la pregunta de investigación. En el capítulo 2 se expone la revisión teórica que fundamenta el desarrollo de la investigación. La revisión del estado del arte sobre las aplicaciones de las propiedades dieléctricas de películas de materiales cerámicos ferroeléctricos que son incorporadas en dispositivos que operan en frecuencia de microondas (específicamente en GHz) se presenta en el capítulo 3. Mientras que, en el capítulo 4 se describe la metodología implementada para el desarrollo de la investigación, la cual consiste en la elaboración de películas ferroeléctricas a las que se le estudian sus características dieléctricas para luego ser incorporadas en antenas de parche tipo *microstrip*, a las que posteriormente se les evalúa su funcionalidad. En el capítulo 5 se

muestran los resultados de la investigación y, por último, en el capítulo 6 se presentan las conclusiones extraídas de los resultados.

Capítulo 2

MARCO TEÓRICO

La tecnología de parche con línea de transmisión tipo *microstrip* se introdujo en la década de 1970, pero no fue sino hasta el siglo 21 que se convirtió en la tecnología más usada en los sistemas de comunicación inalámbrica debido a su versatilidad, adaptabilidad y fácil fabricación [25], [26].

2.1 Antena *Microstrip* de Parche

Las antenas *microstrip* de parche constan de un conductor plano metálico (normalmente, de cobre u oro) que se encuentra dispuesto sobre un substrato dieléctrico ($1 \leq \epsilon_r \leq 12$) con espesor eléctricamente delgado ($0.0030\lambda_0 < h < 0.0500\lambda_0$) y conectado a un plano de

tierra metálico que abarca la zona inferior del sustrato dieléctrico (ver, Figura 2-1). Las geometrías de parche más utilizadas son la rectangular y cuadrada, ambas con longitud $L \cong n (\lambda_d/2)$ (donde n es un número entero y λ_d es la longitud de onda en el dieléctrico), ancho W y espesor $t \ll \lambda_0$ [25], [27].

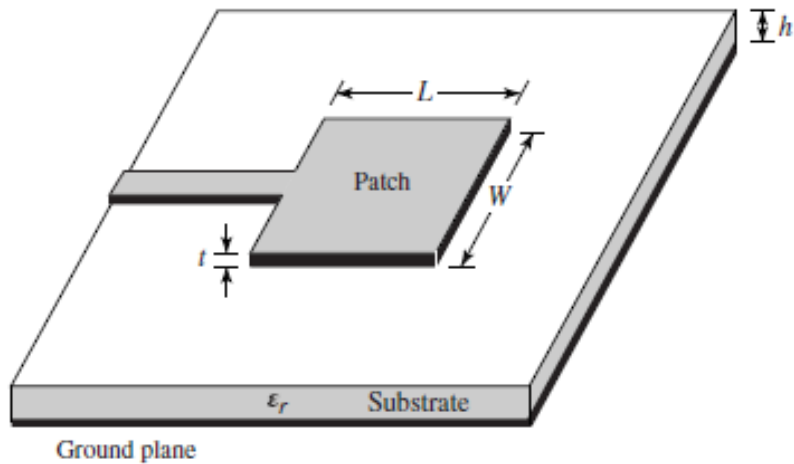


Figura 2-1. Estructura de una antena microstrip de parche rectangular [27].

2.1.1 Parámetros

Existen diversos tipos de parámetros que permiten describir y caracterizar las propiedades de las antenas. A continuación, se describen los parámetros de interés para esta investigación.

- Impedancia de Entrada

Se mide en ohmios (Ω) y es una cantidad compleja que relaciona el voltaje y la corriente a través del terminal de entrada de la antena; la parte real se conoce como resistencia de la antena (R_a) y la parte imaginaria es la reactancia de la antena (X_a , que es cero en f_0 , la frecuencia de resonancia fundamental de la antena) [28], [29]:

$$Z_{in} = \frac{V_i}{I_i} = R_a + jX_a = (R_{rad} + R_{\Omega}) + jX_a, \quad (2-1)$$

R_{rad} es la resistencia de radiación y R_{Ω} permite interpretar las pérdidas producidas en la antena por los conductores y/o dieléctricos.

- Coeficiente de Reflexión

El coeficiente de reflexión de voltaje (Γ) cuantifica el acoplamiento de impedancia entre la fuente y la carga en los terminales de entrada de la antena, mediante la determinación de las pérdidas por retorno (S_{11}) en dB [26], [27].

$$\Gamma = \frac{(Z_{in} - Z_0)}{(Z_{in} + Z_0)} \quad (2-2)$$

donde Z_0 es la impedancia característica de la línea de transmisión (típicamente de 50 Ω). Adicionalmente, el coeficiente de reflexión permite definir la relación de onda estacionaria de voltaje (VSWR) que mide la desadaptación de impedancia entre la antena y la fuente.

$$VSWR = \frac{1 + |\Gamma|}{1 - |\Gamma|} \quad (2-3)$$

- Ancho de Banda

Es el rango de frecuencias alrededor de una frecuencia de resonancia (f_0) donde el rendimiento de la antena es aceptable. Para frecuencias de microondas, la medición se realiza a 3dB por debajo de la altura máxima del pico de resonancia [30].

$$BW (\%) = \frac{\Delta f}{f_0} \times 100 = \frac{f_2 - f_1}{\frac{f_2 + f_1}{2}} \times 100, \quad (2-4)$$

con f_1 y f_2 las frecuencias en las que el coeficiente de reflexión tiene un valor determinado. El ancho de banda se relaciona con el factor de calidad total de una antena de parche, mediante la siguiente ecuación [26], [31]:

$$BW = \frac{1}{Q_T} = \frac{1}{Q_r} + \frac{1}{Q_c} + \frac{1}{Q_d} + \frac{1}{Q_s}, \quad (2-5)$$

donde los factores de calidad Q_r , $Q_c = h/\Delta$ (Δ es la profundidad de piel del conductor), $Q_d = 1/(\tan\delta)$ donde $\tan\delta$ es la tangente de pérdida dieléctrica, y Q_s corresponde a pérdidas por radiación, por conductor u óhmicas, por dieléctrico y por ondas superficiales en la antena, respectivamente.

▪ Diagrama de Radiación

Es la representación gráfica de las propiedades de radiación de la antena como función de las diferentes direcciones del espacio (sistema de coordenadas esféricas) a una distancia fija y con la antena situada en el origen [27].

2.2 Dimensiones para Antenas *Microstrip* de Parche Rectangular

Las dimensiones de la antena pueden ser analizadas por técnicas que utilizan el modelo de línea de transmisión, el modelo de cavidad, o el método de onda completa incorporado en softwares como CST, HFSS, COMSOL Multiphysics, FEKO, μ WaveTM, Wizard, Wasp-Net, entre otros. Seguidamente, se determina el tipo y punto de alimentación de la antena [32]–[34].

2.2.1 Parche Rectangular

Para calcular las dimensiones del parche primero se determina el ancho de este:

$$W = \frac{c}{2f_r} \sqrt{\frac{2}{\epsilon_r + 1}}, \quad (2-6)$$

donde $c = 1/\sqrt{\mu_0 \epsilon_0}$ es la velocidad de la luz en el espacio libre, μ_0 y ϵ_0 son la permeabilidad magnética y la permitividad eléctrica del espacio libre, respectivamente.

La permitividad relativa o constante dieléctrica (ϵ_r) presente en la ecuación 2-6 describe la interacción de un material con un campo eléctrico y es un parámetro complejo en el que la parte real (ϵ') representa el almacenamiento de energía de campo eléctrico externo en el material y la parte imaginaria (ϵ'') es el factor de pérdidas y mide la capacidad de disipación de un material que se somete a un campo eléctrico [35], [36]:

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} = \epsilon' - j\epsilon'' = \epsilon'(1 - \tan \delta). \quad (2-7)$$

Los componentes reales e imaginarios de la constante dieléctrica se encuentran desfasados 90° y la suma vectorial de ellos forma el ángulo δ con el eje de la componente real:

$$\tan \delta = \frac{\omega \epsilon'' + \sigma}{\omega \epsilon'} \approx \frac{\epsilon''}{\epsilon'} = D, \quad (2-8)$$

donde, ω y σ son la frecuencia angular y la conductividad, respectivamente. Las pérdidas tangenciales también son conocidas como factor de disipación (D) y se expresan en unidades angulares, miliradianes o microradianes.

Luego de calcular el ancho del parche, se determina la constante dieléctrica efectiva de una línea de transmisión para $W/h > 1$ con la siguiente ecuación:

$$\epsilon_{reff} = \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2} \left[1 + \frac{12h}{W} \right]^{-1/2}, \quad (2-9)$$

Finalmente, la longitud real del parche puede ser determinada como sigue:

$$L = \frac{c}{2f_r \sqrt{\epsilon_{reff}}} - 2 \left[0.4120h \frac{(\epsilon_{reff} + 0.3000) \left(\frac{W}{h} + 0.2640 \right)}{(\epsilon_{reff} + 0.2580) \left(\frac{W}{h} + 0.8000 \right)} \right], \quad (2-10)$$

2.2.2 Línea de Alimentación

Las técnicas de excitación de la antena por contacto usan líneas de transmisión o sondas, lo que las hace más eficientes que los métodos sin contacto. Las antenas alimentadas por

borde o línea de transmisión son fáciles de fabricar y permiten el control de la impedancia de entrada; esta línea de transmisión que puede ser tipo *microstrip* es la encargada de radiar. La alimentación ésta ubicada a una distancia y del parche. Si se asume que $y = 0$ en el borde del parche, y $y = y_0$ en el punto donde la impedancia de entrada es 50Ω , es posible determinar y_0 [25], [27], [31]:

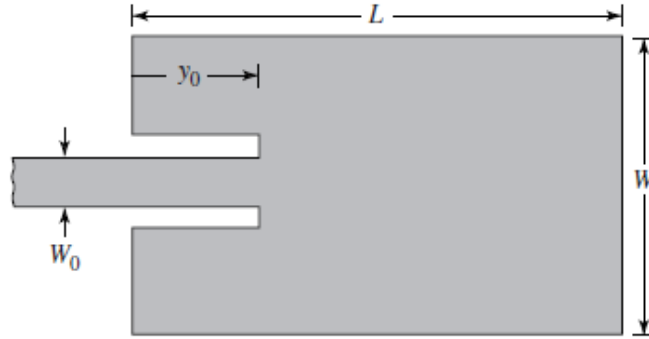


Figura 2-2. Alimentación por microstrip de un parche rectangular [27]

$$y_0 = \frac{L}{\pi} \cos^{-1} \left(\sqrt{\frac{50\Omega}{\frac{1}{2(G_1 \pm G_{12})}}} \right), \quad (2-11)$$

$$G_1 = \frac{1}{120\pi^2} \int_0^\pi \left[\frac{\sin\left(\frac{k_0 W}{2} \cos\theta\right)}{\cos\theta} \right] \sin^3\theta d\theta, \quad (2-12)$$

$$G_{12} = \frac{1}{120\pi^2} \int_0^\pi \left[\frac{\sin\left(\frac{k_0 W}{2} \cos\theta\right)}{\cos\theta} \right] J_0(k_0 L \sin\theta) \sin^3\theta d\theta \quad (2-13)$$

donde J_0 es la función de Bessel de primer tipo y orden cero, E_1 es el campo eléctrico irradiado por la ranura 1, H_2 es el campo magnético irradiado por la ranura 2, G_1 y G_{12} son las conductancias propia y mutua.

2.3 Miniaturización de Antenas

Con el fin de satisfacer las necesidades de radiación de la antena y reducir costos en el diseño de esta, se puede miniaturizar mediante la integración de materiales de alta constante dieléctrica, los cuales aumentan la constante dieléctrica efectiva (ϵ_{reff}) de la estructura *microstrip* permitiendo obtener un factor de reducción de $1/\sqrt{\epsilon_{reff}}$ en comparación con una antena sin recubrimiento [32], [34].

Las antenas miniaturizadas son eléctricamente pequeñas. Esto implica que su tamaño sea mucho más pequeño que la longitud de onda en frecuencia de operación y sus dimensiones menores a $\lambda/2\pi$ donde $\lambda = c/f$ es la longitud de onda. La reducción de tamaño o la tasa de miniaturización sobre el tamaño de la antena se determinada mediante la siguiente expresión [27], [37]–[39]:

$$MR = \left| \frac{f_{cargada} - f_{descargada}}{f_{descargada}} \right| \times 100, \quad (2-14)$$

donde, $f_{descargada}$ y $f_{cargada}$ son respectivamente, las frecuencias resonantes de la antena sin y con película ferroeléctrica.

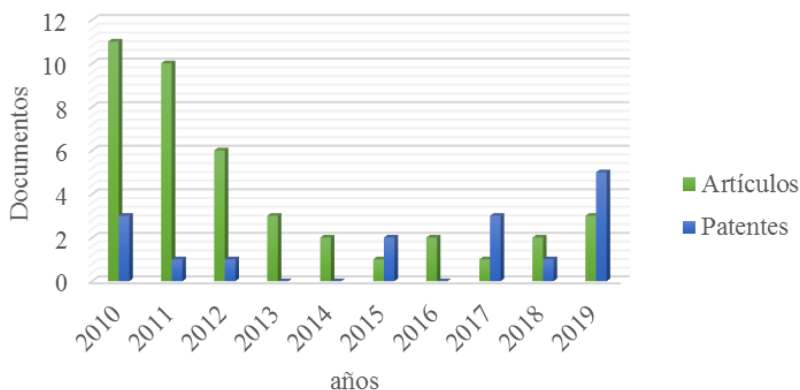
Capítulo 3

ESTADO DEL ARTE

3.1 Generalidades y Antecedentes

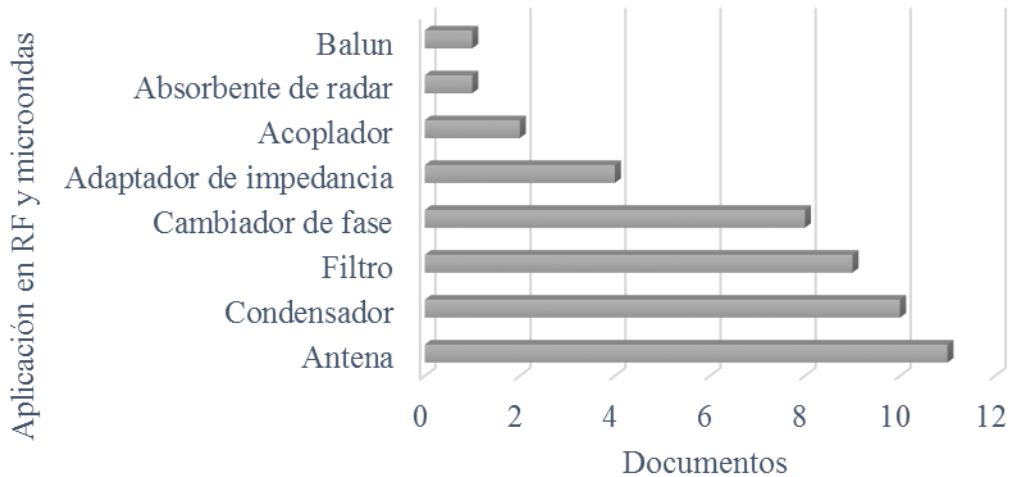
El estado del arte relacionado con las aplicaciones en frecuencia de microondas de las propiedades dieléctricas de películas de titanato de bario, estroncio y bario-estroncio para un período comprendido entre 2010 y 2019 se basa en la metodología implementada en el año 2013 por Michán y Muñoz-Velasco [40], la cual permitió la obtención de 57 documentos que se distribuyen entre artículos (72%) y patentes (28%), registrados mayoritariamente en Estados Unidos (68%), Países Bajos (18 %), Suiza (9%) y Reino Unido (6%) con repercusión en los sectores electrónicos y de telecomunicaciones.

En la Gráfica 3-1 se evidencia un descenso en las investigaciones relacionadas con la aplicación de estos materiales en dispositivos que operan en gigahertz (GHz), lo que se justifica con la estabilidad en el uso de estos materiales en la funcionalidad de los dispositivos, es decir, los ferroeléctricos aquí especificados otorgan condiciones funcionales que los hacen irremplazables, por ello, se abre camino a la producción y mejora de invenciones.



Gráfica 3-1. Variación de artículos/patentes en el tiempo

De los documentos revisados, el 86% de los dispositivos de RF/microondas obtenidos al incorporar titanato de bario (BTO), titanato de estroncio (STO) y titanato de bario-estroncio (BSTO) son usados en procesos de sintonización. Tal es el caso de los varactores [41], condensadores [42], antenas y filtros [43]–[47]; el 14% restante corresponde a productos electrónicos flexibles (6%), reconfigurables (4%) y miniaturizados (4%). Los dispositivos que se fabrican mayoritariamente con la incorporación de películas ferroeléctricas de estos materiales se reportan en la Gráfica 3-2.



Gráfica 3-2. Dispositivos RF/microondas que incorporan películas ferroeléctricas.

Esta investigación bibliográfica, bibliométrica y cuantitativa enfatiza en las antenas de parche microstrip (con frecuencia de operación entre 1 y 40 GHz) que son utilizadas en sistemas de radar de velocidad, arreglos en fase adaptativos y comunicaciones por satélite; además de caracterizarse por su longitud, ancho de resonancia, impedancia de entrada, radiación, patrones de ganancia y bajo costo de fabricación; este tipo de antena son de bajo perfil, ligeras, fáciles de adaptar, de modelado sencillo y pueden incorporarse a la tecnología de circuitos integrados de microondas [48]–[52].

3.2 Antena de Parche con Tecnología *Microstrip*

En el año 1995, K. A. Jose *et al.* diseñaron antenas de parche *microstrip* (con dimensiones de parche de 4.7600 cm de largo y 6.4300 cm de ancho) sobre sustratos de BSTO (constante dieléctrica de 16) [53]. Para el año 1999 estos mismos autores integraron BSTO (constante dieléctrica de 28) en una antena de parche *microstrip* (con dimensiones del parche de 4.6000 cm de largo y 3.3500 cm de ancho) [54].

Por su parte, Rodríguez-Acosta *et al.* en el 2003 realizaron una antena de parche *microstrip* acoplada a una ranura rectangular que contenía una película delgada de BSTO con ancho de 0.5000 micras, obteniendo ϵ_r de 800 a 29.5100 GHz y ϵ_r de 120 a 23.4700 GHz [55]. En el año 2009, H. Jiang *et al.* desarrollaron una antena de parche *microstrip* que usaba una red de impedancia y varactores de película delgada de BSTO de RF simple y múltiple en la línea de alimentación de la antena, cuyo varactor contenía líneas de transmisión de guía de onda coplanar (CPW), integrando líneas de *microstrip* cónicas entre la antena y el varactor para garantizar una transmisión idónea [56].

En el año 2012, F. H. Wee, & F. Malek, diseñaron y desarrollaron un *array* rectangular de antenas de parche *microstrip* con operación entre 2.3000 y 2.5000 GHz, adecuado para puntos de acceso WLAN y WiMAX e integrada por BSTO ($\epsilon_r = 15$) con una línea de alimentación metálica de cobre con ancho de 4.6000 mm que proporcionó una impedancia de entrada de 50Ω (ver, Figura 3-1 (a)) [57]. Por otro lado, en el año 2013, M. G. Hmeda, & T. S. Kalkur presentaron una antena de parche con operación entre 2 y 3 GHz. El dispositivo estaba compuesto por condensadores de película de BSTO (100 nm) de placas paralelas fabricados sobre zafiro, plano de tierra metálico e incorporación de CPW a los condensadores y al borde radiante; la investigación evidenció que el tamaño de la antena se puede reducir aproximadamente 4 veces al usar estos condensadores [58]. La antena se muestra en la Figura 3-1 (b).

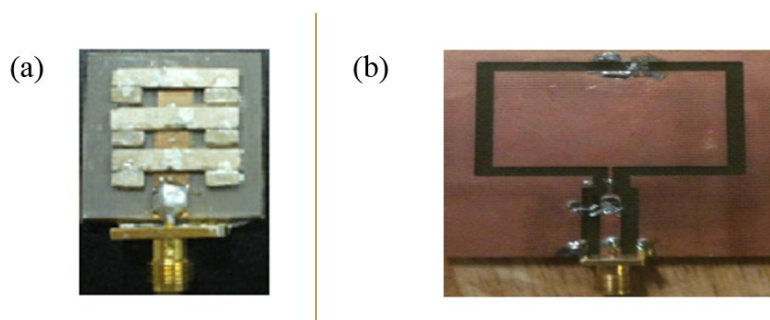


Figura 3-1. Antenas tipo (a) *array* de parche *microstrip* [57] y (b) de parche [58]

Por último, en el 2016, M. Rammal *et al.* diseñaron y simularon una antena compacta de parche integrada por condensadores interdigitales (IDC) de película delgada de BSTO

policristalina ($\epsilon_r = 650$ y $\tan\delta = 0.0700$ a 12.2810 GHz, con espesor de 650 nm y depositadas por láser pulsado sobre sustratos de MgO (001) de 500 μm de espesor) [59].

3.3.1 Materiales Cerámicos Ferroeléctricos

Por medio del software VOSviewer se identificaron los compuestos metálicos con mayor aplicabilidad en microondas, entre los que sobresalen las afinidades titanato-bario, titanato-estroncio, titanato-bario-estroncio y titanato-calcio; estas conforman normalmente los compuestos BTO, STO, BSTO y titanato de calcio (CaTiO_3 , CTO). Véase la Figura 3-2.

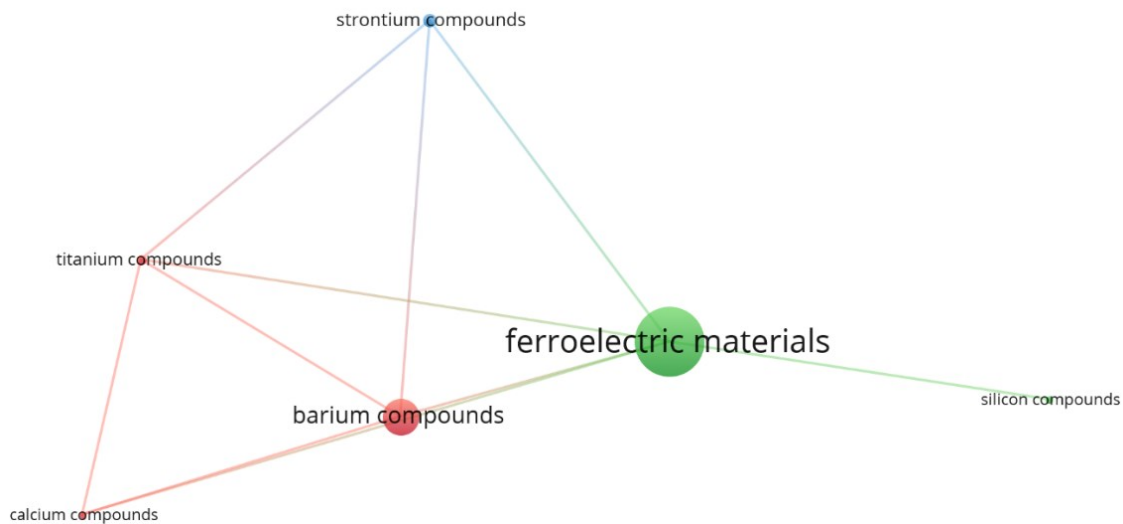
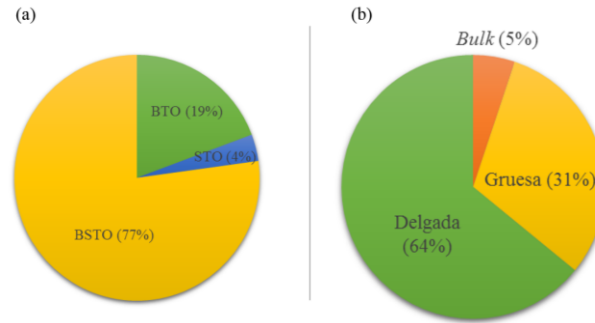


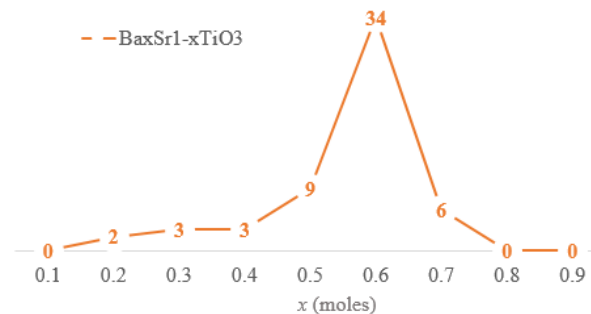
Figura 3-2. Coocurrencia para compuestos relacionados con materiales ferroeléctricos

Por otro lado, según los documentos revisados, los autores están interesados en el desarrollo de dispositivos que incorporen materiales ferroeléctricos como el BSTO en forma de película delgada, lo que se puede observar con claridad en la Gráfica 3-3. Esto se debe a que las películas delgadas (con constante dieléctrica mayor a 300) requieren de voltajes de polarización bajos en comparación con los materiales en *bulk* y las películas gruesas [60].



Gráfica 3-3. Tipos de (a) material que compone la película y (b) película depositada

Las películas son normalmente depositadas sobre sustratos de alúmina (Al_2O_3) que contienen metalización en platino (77%) y oro (23%). Debido a que el BSTO es el material cerámico ferroeléctrico más estudiado para aplicaciones en dispositivos que operan en microondas, en la Gráfica 3-4 se examinan las diferentes relaciones molares en las que puede estar presente, donde específicamente el compuesto $\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{TiO}_3$ presenta el mayor interés, ya que exhibe fase cúbica con propiedades paraeléctricas, lo que es apropiado para aplicaciones de sintonizabilidad [61], [62].



Gráfica 3-4. Tendencia de la relación molar Ba:Sr que compone el $\text{Ba}_x\text{Sr}_{(1-x)}\text{TiO}_3$

▪ Síntesis y Procesamiento

La obtención de los materiales cerámicos ferroeléctricos en forma de película puede desarrollarse por diferentes síntesis. Algunos de los procesos de síntesis más reportados en

la literatura son: sol-gel (50%), reacción en estado sólido (42%) y suspensión de partículas (8%). El proceso sol-gel se desarrolla mediante reacciones de hidrolisis (formación de enlaces M-OH) y policondensación (eliminación de moléculas de agua o alcohol), partiendo de precursores moleculares como alcóxidos metálicos o sales inorgánicas para obtener un “sol” que es una suspensión de partículas sólidas coloidales (10-10.000 Å) en un líquido, o un “gel” que es un sólido coloidal amorfo con un componente fluido disperso y atrapado en un esqueleto tridimensional. La solución puede formar el material en *bulk* o en forma de película. La generación de películas puede realizarse por rotación (*spin coating*) dejando caer gotas del material sobre el centro de un substrato que se encuentra girando a altas velocidades; al sinterizar las películas a bajas temperaturas, estas conformarán un esqueleto de óxidos (con enlaces M-O-M) [63]. Algunos autores modifican el proceso sol-gel con adición de óxidos o metales, dopaje, mezcla de polímeros o películas multicapa para obtener una mayor funcionalidad.

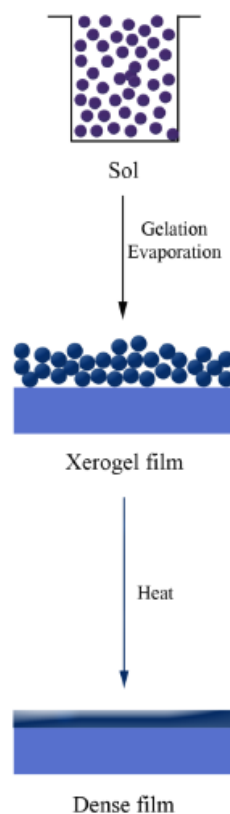


Figura 3-3. Proceso sol-gel [64]

La Tabla 3-1 muestra los métodos de deposición más comúnmente usados para la síntesis sol-gel. Para cada uno de estos se especifican rangos de temperatura de tratamiento térmico y espesores de película.

Tabla 3-1. Métodos de deposición para películas de BTO, STO y BSTO obtenidas vía sol-gel

Método de deposición	Tratamiento térmico [°C]	Espesor de película [μm]	Tipo de películas
		20-100 [65], [67], [68]	gruesa
<i>Screen printing</i> [65]–[68]	850-1300 [65], [67], [68]	1.5600-3.1800 [69]	delgada
<i>Spin coating</i> [70], [71]	400-780 [71]	0.1000-0.5500 [70], [71]	delgada
<i>Dip coating</i> [72], [73]	600-800 [72], [73]	0.0300-0.5800 [72]	delgada

▪ Caracterización

Análisis como difracción de rayos X (DRX), microscopia electrónica de barrido (SEM) con análisis EDS y microscopia de fuerza atómica (AFM) son implementados en materiales desarrollados en forma de película delgada mediante sol-gel para conocer la estructura cristalina, composición y fase polar/no polar del material.

Después de la caracterización fisicoquímica del material se procede con la caracterización dieléctrica en frecuencia de microondas que define la aplicabilidad de este. Esta técnica se desarrolla mediante la medición de los coeficientes de reflexión y/o transmisión (parámetros S) por barrido de respuesta de estímulo de alta frecuencia (300kHz a 325 GHz) usando un analizador vectorial de red (VNA). El dispositivo que permite la medición de propiedades dieléctricas es un resonador de guía de onda coplanar (CPW), que consiste en un patrón de circuito conductor dispuesto sobre un substrato dieléctrico y donde se depositan las películas. En la Figura 3-4 se describen las dos formas en que se obtienen las películas ferroeléctricas sobre el resonador CPW [1], [35], [74].

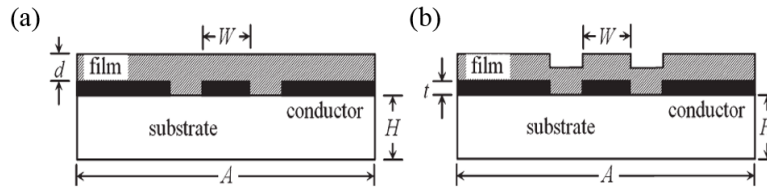


Figura 3-4. Sección transversal de un resonador CPW con película ferroeléctrica sobre el conductor, (a) modelo usado para simular películas gruesas depositadas y (b) modelo para películas delgadas [1]

3.3 Estado Actual

Los dispositivos RF/microondas integrados por películas ferroeléctricas de BTO, STO y BSTO requieren de un procesamiento principalmente vía sol-gel en conjunto con técnicas de deposición. La obtención de estas películas requiere de una validación de propiedades fisicoquímicas junto con la caracterización dieléctrica en la frecuencia en que operará el dispositivo que incorpore estos materiales, definiendo así la aplicabilidad del ferroeléctrico.

Se destaca que los dispositivos RF/microondas con mayor desarrollo investigativo son las antenas, y se percibe que una antena puede llegar a poseer diferentes funciones entrelazadas, como es el caso de la sintonizabilidad, la miniaturización y la reconfiguración. Lo anterior indica que las antenas pueden aprovechar las propiedades dieléctricas de los ferroeléctricos para mejorar su funcionalidad.

Esta investigación estudiará la miniaturización de antenas como punto de partida para en experimentaciones futuras verificar su sintonizabilidad, ya que para ello es necesario medir las propiedades dieléctricas del ferroeléctrico bajo un campo eléctrico de polarización de CC conocido, requiriendo el uso de circuitos especializados que protejan el equipo de medición de daños permanentes.

Capítulo 4

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las condiciones de fabricación de las películas ferroeléctricas incorporadas en las antenas de parche con tecnología *microstrip* se establecen mediante un proceso preliminar de síntesis, que luego permitirá la caracterización fisicoquímica y eléctrica de los materiales; esto para luego desarrollar las antenas y evaluar su miniaturización. Véase Figura 4-1.

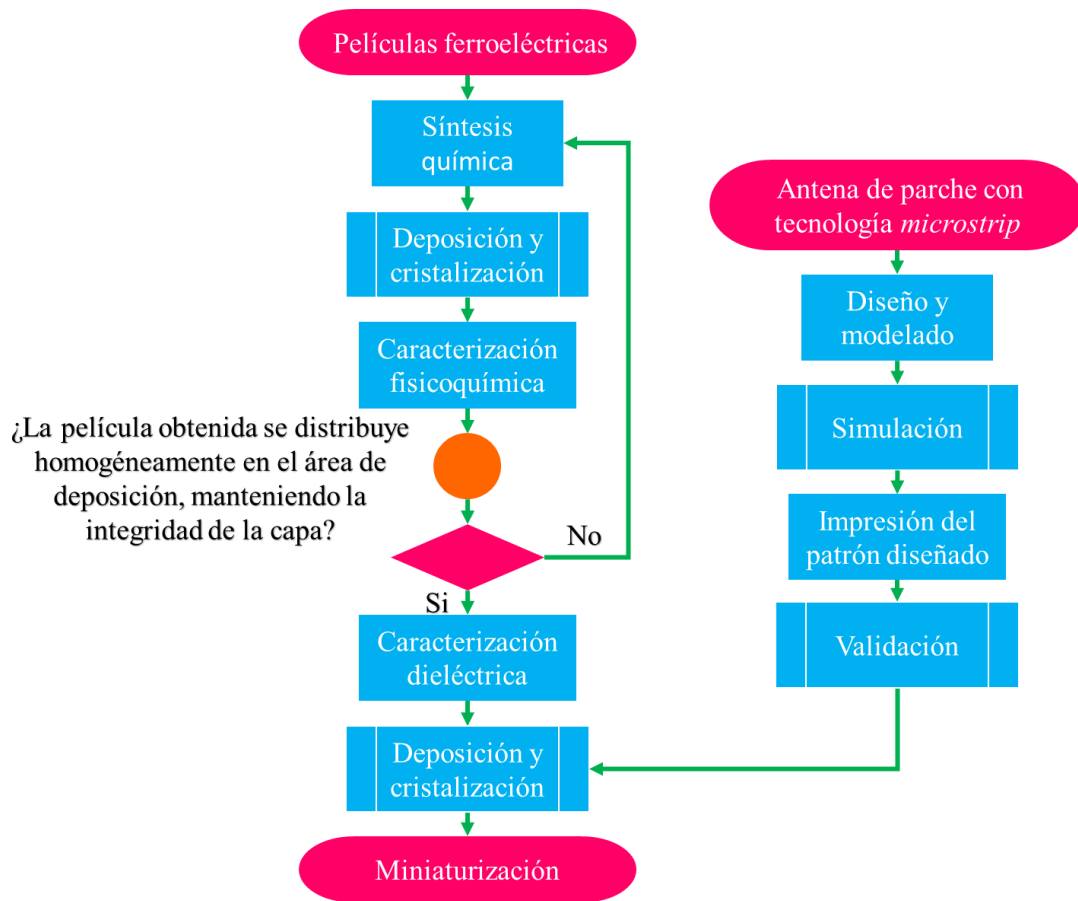


Figura 4-1. Diagrama de flujo metodológico

4.1 Formación de Películas Cristalizadas

Este proceso se realiza replicando procedimientos experimentales reportados en la literatura, obtenidos de seleccionar síntesis químicas con alta viabilidad para ser implementadas dentro de las instalaciones del Centro de Laboratorios (CLAB) de la Universidad EAFIT, y además, las sustancias empleadas son similares a las exploradas en la Tesis de Maestría [75], relacionada con este proyecto. A continuación, se presenta en la Tabla 4-1 un resumen de los artículos cuyo procedimiento experimental puede ser desarrollado bajo las condiciones de trabajo ya especificadas.

Tabla 4-1. Procedimientos experimentales seleccionados

Material/sustrato	Deposición	Película	Secado	Tratamiento térmico	Caracterización fisicoquímica
O/ vidrio de <i>corning</i> [76]	5 mm/min	Delgada	180 °C (20 min)	300 - 500 °C	DRX
			300 °C (2 h)	(2 h, 1 °C/min)	AFM
O/ zafiro [77]	4000 rpm (30 - 40 s)	Delgada (0.30 μm)	400 °C (3-5 min)	950 °C (2 h)	DRX
TO/ LNO/cuarzo [78]	4000 rpm (30 s)	Delgada (0.12 μm)	200 °C (45 min)	700 °C (1/2 h)	DRX AFM
TO/ alúmina policristalina [79]	<i>screen printing</i>	Gruesa		1150 - 1200 °C (1 y 10 h, 5 °C/min)	DRX SEM
O/vidrio sosa y cal [80]	10 mm/min	Delgada	100°C (60 min)	500 °C (1h, 5 °C/min)	DRX
O/sílice fundida [80], [81]		(0.03 μm)		800 °C (1h, 5 °C/min)	SEM AFM
O/Si (100) [82]	3000 rpm (30 s)	Delgada	500 °C (10 min)	600 y 700 °C	DRX
O/MgO (100) [82]				(1/2 a 1 h)	SEM

4.1.1 Titanato de Estroncio

Para obtener películas delgadas de titanato de estroncio (STO), inicialmente se desarrolla la síntesis del material agregando gota a gota y con pausas de 20 s, para evitar la formación de precipitado, 1.4000 ml de ácido nítrico (ACS con pureza del 65%, Panreac) en un erlenmeyer con cuello angosto de 25 ml que contiene 2.5000 ml de isopropóxido de titanio (IV) (comúnmente conocido como TTIP, pureza de 95%, Alfa Aesar) usando una pipeta graduada de 10 ml con agitación constante a 500 rpm, lo que genera una mezcla de color blanco. Seguidamente, se añade gota a gota 7.6000 ml de etilenglicol (Panreac) para promover la polimerización entre los iones de titanio y estroncio; esta mezcla amarillenta forma el ion titanio y se cubre con una lámina de cierre (Parafilm).

Consecutivamente, disolver 1.8000 g de nitrato de estroncio anhidrido (pureza de 98%, Alfa Aesar) en 6.1000 ml de agua desionizada usando un beaker de 25 ml a 500 rpm. Al tener una mezcla homogénea y transparente, agregarla gota a gota en la mezcla de ion titanio que se comienza a calentar a 65 °C para mejorar el proceso de poliesterificación y formar una solución polimérica de titanato de estroncio que es agitada a 300 rpm con calentamiento durante 2 h tapando el beaker con Parafilm. Después de apagar el calentamiento dejar agitar por 22 h para obtener una solución amarilla pálida de alta estabilidad sin presencia de precipitado, con pH entre 0 y 1, y densidad de 1154 kg/m³. En la Figura 4-2 se representa el procedimiento explicado.

▪ Experimentos Preliminares

Se modificó el procedimiento experimental presentado en [76], realizando la agitación con calentamiento a 65 °C durante 2 h para evitar que bajo las condiciones ambientales de trabajo el “sol” se torne blanco con presencia de precipitado coloidal. Lo anterior se visualiza en la Figura 4-3. Por otro lado, la película sin cristalizar de STO presenta una apariencia blanca en la superficie de los substratos evaluados, lo que se observa en la Figura 4-4.

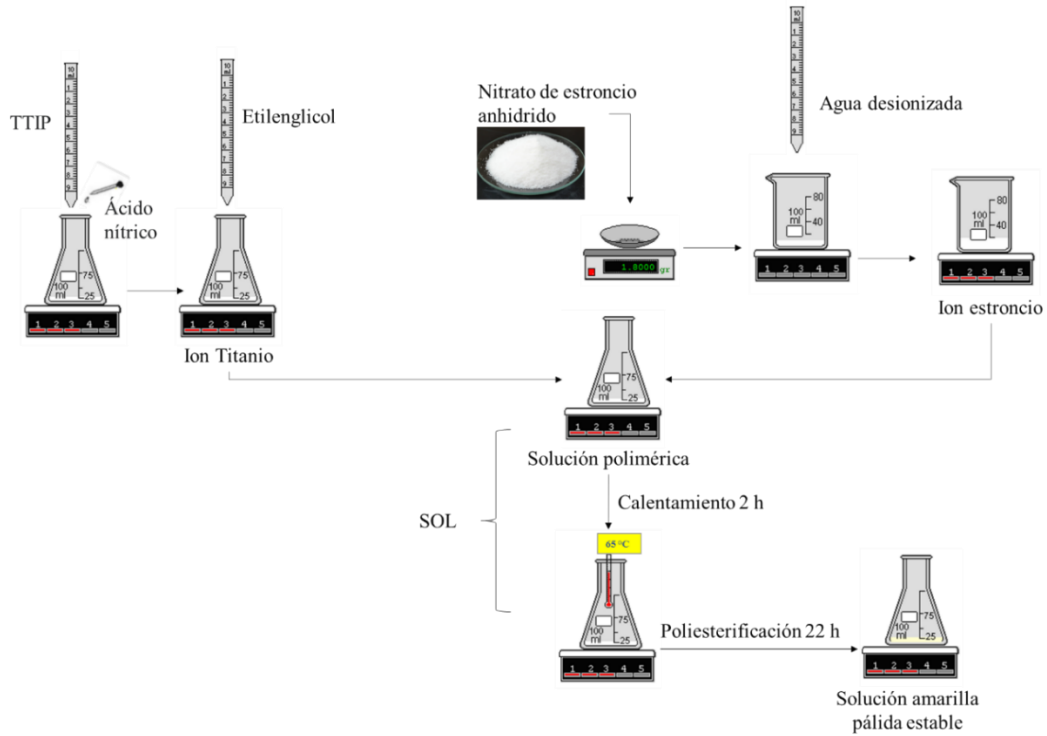


Figura 4-2. Representación experimental de la obtención de la solución “sol” de STO

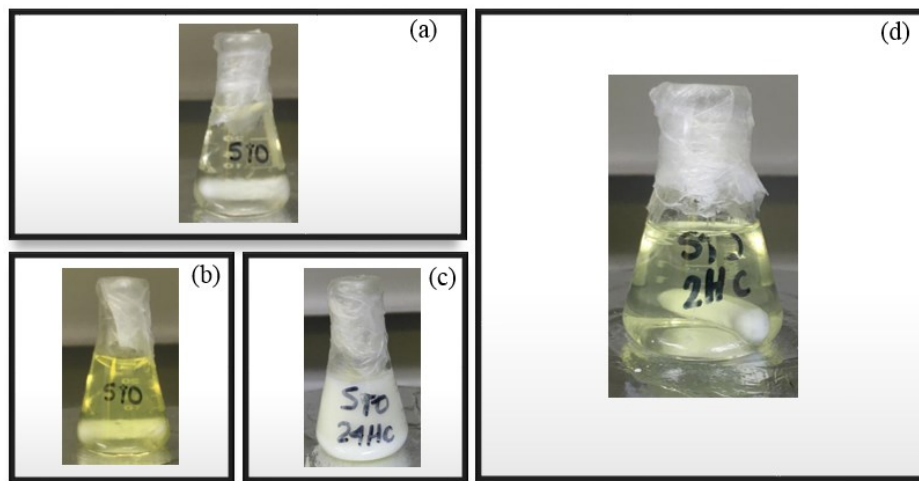


Figura 4-3. Calentamiento de solución de STO, (a) inicio, (b) 2 h después del inicio, (c) 24 h con calentamiento y agitación, y (d) 2 h con calentamiento y agitación por 24 h

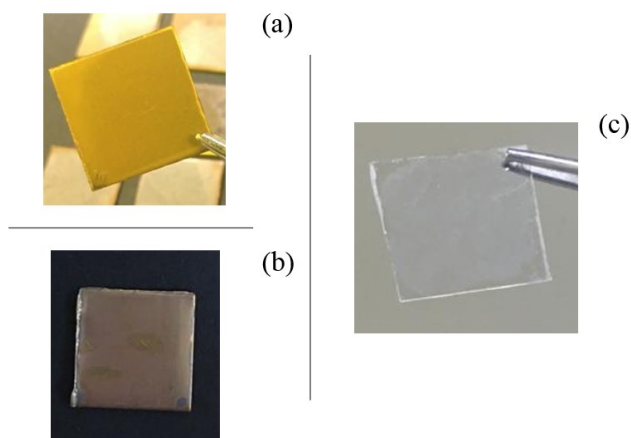


Figura 4-4. Película de STO depositadas por *spin coating* sobre, (a) acero al carbono, (b) cobre, y (c) vidrio

4.1.2 Titanato de Bario-Estroncio ($\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{TiO}_3$)

El procedimiento para obtener películas de titanato de bario-estroncio comienza por disolver 0.8500 g de acetato de bario (p.a. EMSURE® ACS, Merck) y 0.4500 g de acetato de estroncio (pureza de 98 %, Sigma Aldrich) en 13.5000 ml de ácido acético glacial usando un beaker de 25 ml y agitación a 500 rpm con calentamiento a 70 °C, hasta 10 min después de la disolución total de los acetatos, luego apagar el calentamiento. Este procedimiento permite asegurar la formación de una mezcla transparente que contiene iones de bario y estroncio.

Continuamente, en un erlenmeyer con cuello angosto de 50 ml adicionar gota a gota 2.0000 ml de alcohol etílico absoluto (o etanol, con pureza de 99.5%, Panreac) con una pipeta graduada de 10 ml en 1.7000 ml de TTIP a temperatura ambiente y 300 rpm, obteniéndose una mezcla de color amarillo pálido, cubriendo el erlenmeyer con una lámina de cierre (Parafilm) para evitar la degradación del TTIP al estar expuesto al vapor de agua del ambiente.

Transcurridos 10 min de agitación de la mezcla Ba-Sr, agregar a la mezcla de titanio usando un gotero de vidrio con cabeza de goma, y seguidamente adicionar 4.4000 ml de

etilenglicol con una pipeta graduada de 10 ml. Esta solución se agita a temperatura ambiente durante 24 h para promover la reacción de condensación entre el ácido acético glacial y el etilenglicol, produciendo una solución “sol” de BSTO amarilla con pH entre 3 y 5, y densidad de 1060 kg/m³. Ver diagrama experimental en la Figura 4-5.

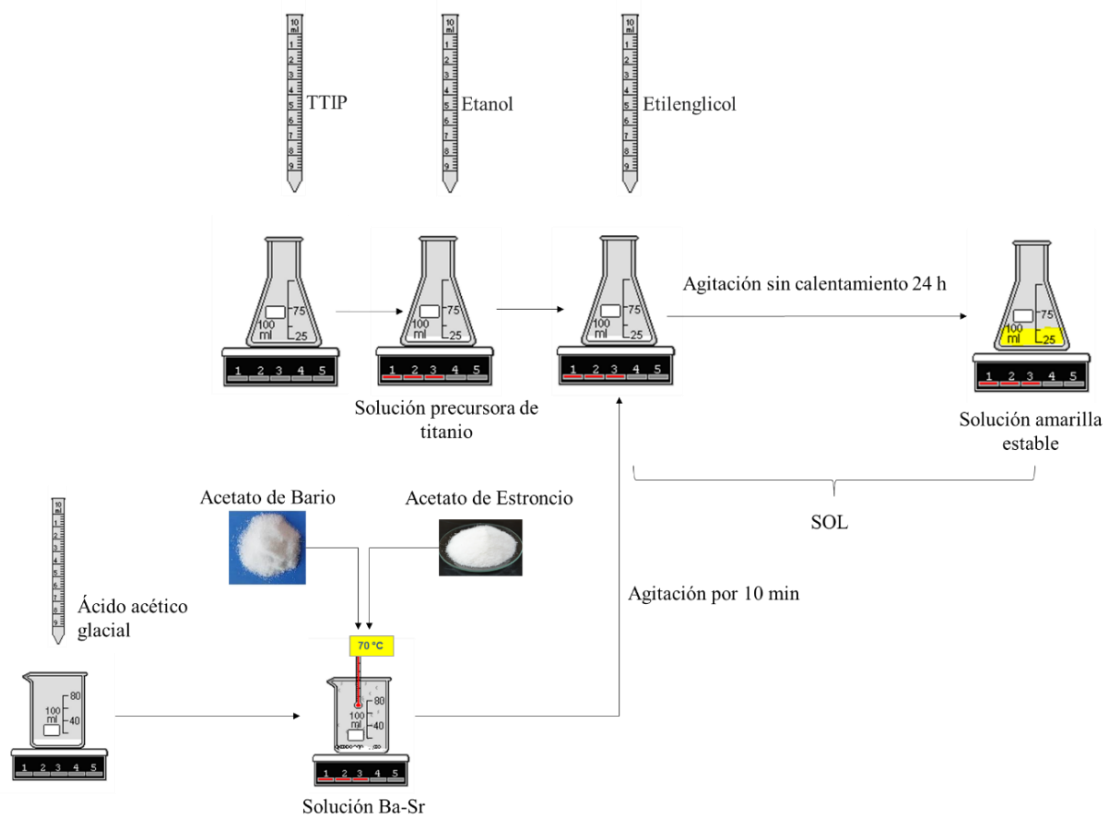


Figura 4-5. Diagrama experimental para la preparación de la solución “sol” de BSTO.

■ Experimentos Preliminares

Esta síntesis se desarrolló siguiendo el procedimiento experimental para obtener BSTO en polvo reportado en [83] junto con un conjunto de modificaciones [73], [77]–[79], [84], [85] que permitieron la obtención de una solución química mediante la técnica sol-gel. El procedimiento de [83] se selecciona por la similitud en las sustancias químicas que se adquirieron para la investigación.

La Figura 4-6 evalúa los cambios que presenta el “sol” de BSTO con y sin etilenglicol. Se hace notoria la reducción de grietas al adicionar etilenglicol en el “sol” de BSTO, pues esta sustancia retiene la movilidad de los átomos, mejorando la estabilidad de la solución química y evitando su precipitación [84]–[86]. Además, se mezcló en proporción 60/40 las soluciones de BTO y STO para formar $\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{TiO}_3$, obteniendo una solución blanca demasiado densa que se precipita con facilidad. Razón por la cual, no se considera esta forma de obtención del “sol” de BSTO. En la Figura 4-7 se observa la apariencia de dos substratos metálicos recubiertos con BSTO bajo la presencia de luz solar.

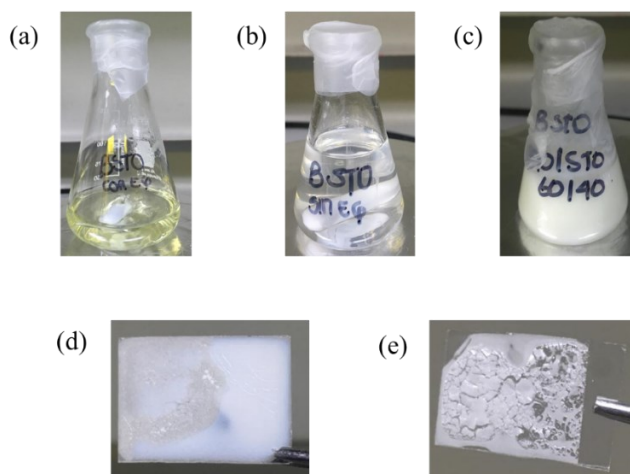


Figura 4-6. Solución “sol” de BSTO, (a) con etilenglicol, (b) sin etilenglicol; (c) mezcla 60/40, y películas gruesas secadas de la solución (d) con etilenglicol, y (e) sin etilenglicol.

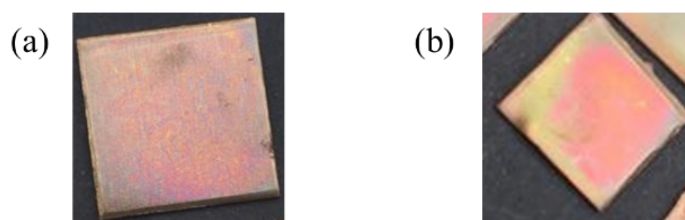


Figura 4-7. Deposición por *spin coating* de películas de BSTO sobre, (a) acero al carbono, y (b) cobre.

4.1.3 Titanato de Bario

Para la síntesis de titanato de bario se disolvió 0.8500 g de acetato de bario en 4.5000 ml de ácido acético glacial utilizando un beaker de 25 ml cubierto con una lámina de cierre (Parafilm), agitando a 500 rpm con calentamiento a 70 °C durante 10 min verificando la disolución del acetato de bario. Apagar el calentamiento y dejar agitar por 30 min hasta llegar a temperatura ambiente, obteniéndose una solución precursora de bario traslúcida.

Transcurrido el tiempo especificado, añadir gota a gota con una pipeta graduada de 10 ml, 1.0000 ml de TTIP con agitación a 300 rpm. La solución transparente se torna de un color amarillo pálido sin presencia de precipitado. Después de 5 min de agitación, hidrolizar con 10 ml de agua desionizada y 1.5000 ml de etilenglicol utilizando una pipeta graduada de 10 ml. La solución de BTO se torna amarilla, y al agitarse durante 24 h se obtiene un “sol” estable amarillo claro con pH entre 3 y 4 y densidad de 1083 kg/m³.

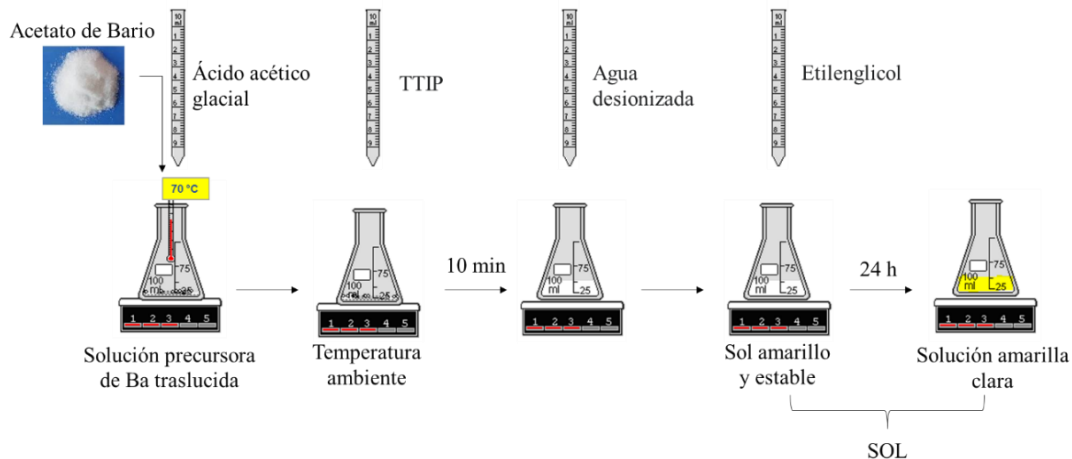


Figura 4-8. Diagrama experimental de la preparación de la solución “sol” de BTO.

▪ Experimentos Preliminares

La síntesis se desarrolló bajo las condiciones especificada en [82] con cambios en el agente quelante [77], [87]. Esta modificación se realiza por disponibilidad de material. La

Figura 4-9 evalúa la necesidad de calentar la solución de BTO, observándose un “sol” con aspecto semejante al reportado en la literatura para ambos casos, con la diferencia de los cambios en opacidad para la solución sin calentar. La apariencia blancuzca de los recubrimientos de BTO se observa en la Figura 4-10 para todos los substratos utilizados.

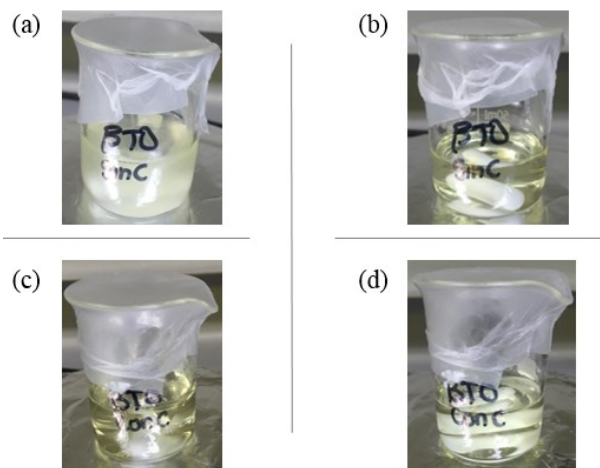


Figura 4-9. Preparación de solución de BTO sin calentamiento: (a) inicio de la agitación, y (b) final de la agitación; con calentamiento: (c) inicio de la agitación, y (d) fin de la agitación

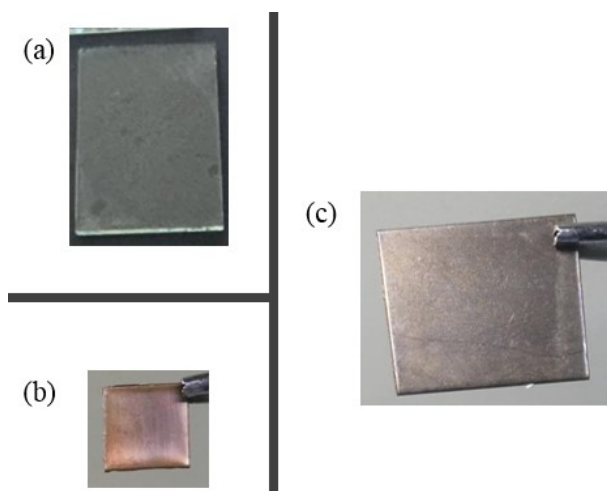


Figura 4-10. Deposición por *spin coating* de la solución “sol” de BTO sobre, (a) vidrio, (b) cobre, y (c) acero al carbono

4.1.4 Películas Ferroeléctricas

Las películas son depositadas en el laboratorio de microingeniería de la Universidad EAFIT por rotación (*spin*) a 2000 y 3000 rpm durante 5 y 20 s [88], [89]. El proceso de secado se realiza a temperatura ambiente para garantizar un valor de constante dieléctrica más alto que el obtenido al secar el substrato a temperaturas moderadas [90], [91]. El tratamiento térmico de los substratos recubiertos se realiza a 700 °C durante 1 h con velocidad de calentamiento de 1 °C/min para evitar tensiones térmicas y deformaciones especificadas en [75], utilizando un horno tipo mufla marca Naberthem, modelo LT 15/13/P330 que posee una precisión de control de temperatura de ± 1 °C [85], [92], [93]. Para retirar los substratos o los dispositivos del tratamiento térmico, se hace necesario que el horno enfríe hasta aproximadamente 30 °C, lo que requiere de 2 a 3 días después de terminado el calentamiento.

- Limpieza de substratos

Los substratos se remojan durante 10 min en agua con detergente líquido y son lavados con abundante agua para después ser introducidos por 30 min en una solución de alcohol que consta de 5 ml de acetona (que además elimina la resina remanente en la superficie de los circuitos impresos) y 15 ml de etanol agitados a 300 rpm durante 30 min; seguidamente, se lavan varias veces con agua ultrapura y se elimina el exceso de agua superficial. Los substratos limpios son secados en un horno esterilizador de aire caliente marca Gemmy888 modelo YCO-010 (36L) con convección forzada por ventiladores a 50 °C durante 30 min y se dejan enfriar hasta temperatura ambiente para luego verificar que no exista material particulado en la superficie ni marcas de agua [76]. La solución de alcohol puede ser usada para la limpieza de varios substratos como se muestra en la Figura 4-11.

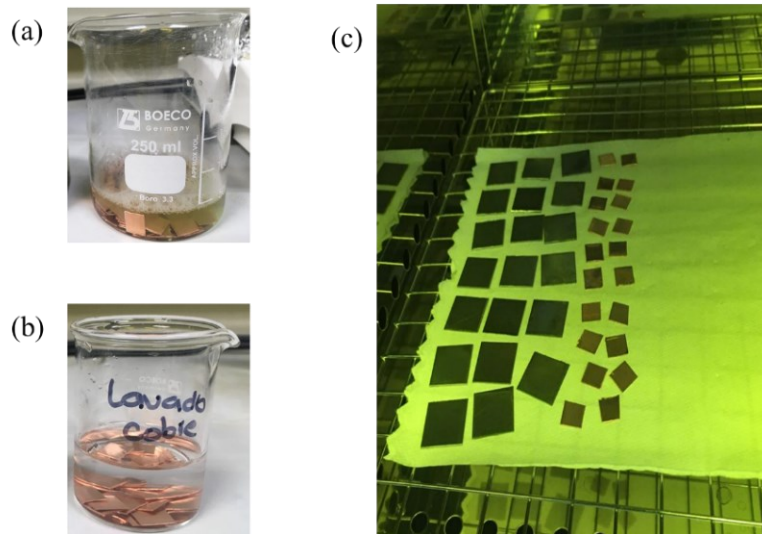


Figura 4-11. Limpieza de substratos, (a) detergente líquido, (b) solución de alcohol, y (c) secado

4.2 Fabricación de Dispositivos

La fabricación de los dispositivos se realiza mediante un proceso fotolitográfico [74], [94], [95], el cual se desarrolló en el Laboratorio Sala Limpia de la Universidad de los Andes, usando un alineador de máscara marca Karl Süss MJB3 con resina positiva de referencia SC 1827, depositada por un *spin coater* challenger 150E con rotación a 6000 rpm durante 1 min y luego se somete a un proceso de curado a 100 °C por 1 min, para después exponerla por 23 s a la fuente de luz UV (potencia de 350 W) del alineador. El substrato empleado para imprimir los patrones de circuito fue alúmina metalizada en oro con una capa de adherencia de níquel-cromo ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$).

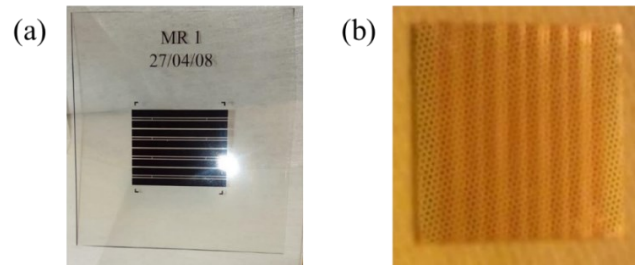


Figura 4-12. Proceso de fotolitografía, (a) máscara en acetato con patrón de cuatro circuitos, y (b) substrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ recubierto con resina.

Para las antenas, la transferencia de los patrones dispuestos en el acetato al substrato metalizado por ambas caras consistió en recubrir una de las caras con resina y grabar el patrón de la antena en la cara opuesta. Luego se realizó la medición de altura de capa de resina con un perfilómetro referencia Dektak 3 para los dispositivos. Estos resultados se presentan en los incisos 4.2.1 y 4.2.2.

Seguidamente, el ataque químico se desarrolla en el Laboratorio de Microingeniería de la Universidad EAFIT siguiendo el procedimiento expresado en [18]. Inicialmente, se remueve la metalización de oro (espesor de $3.0000\ \mu\text{m}$) utilizando una solución corrosiva que contiene 20 g de yoduro de potasio (p.a. EMSURE® ACS, Merck), 5 g de yodo (sublimado para análisis EMSURE® ACS, Merck) y 20 ml de agua desionizada, agitándola a 300 rpm durante 30 min, y a temperatura ambiente. El substrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ recubierto con resina se sumerge en esta solución durante 3 min con 50 s. Luego se extrae y se introduce en agua desionizada por 5 min para neutralizar el proceso.

La solución que corroe la capa de níquel-cromo (espesor de $0.2000\ \mu\text{m}$) se prepara con 3.1600 g de nitrato de amonio cérico (IV, para análisis, Merck), 1.2200 ml de ácido nítrico y 20 ml de agua desionizada, agitando la mezcla por 30 min a 300 rpm con calentamiento a $60\ ^\circ\text{C}$. Transcurrido el tiempo de agitación y luego de llegar a la temperatura expresada, se procede con el proceso de corrosión durante 50 s, para finalizar con la inmersión del substrato por 5 min en agua desionizada. Estas soluciones de corrosión pueden ser usadas para revelar el patrón de varios substratos.

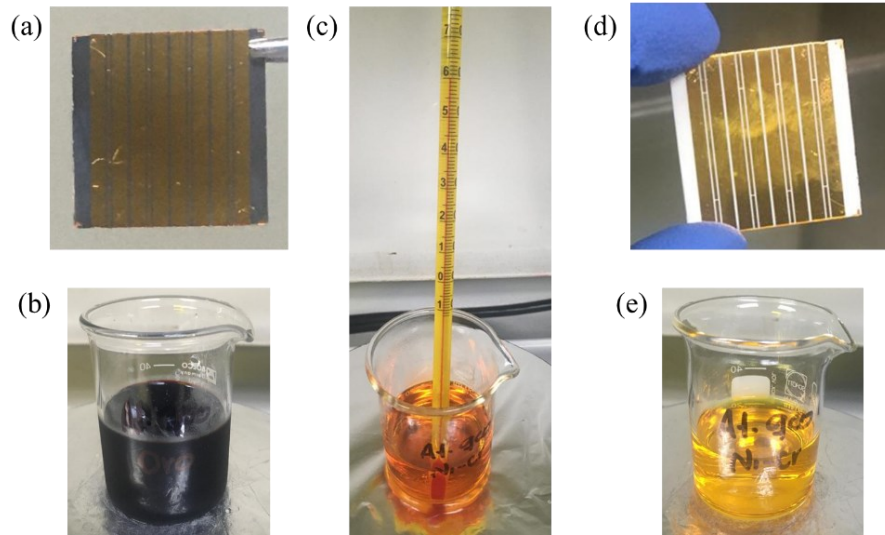


Figura 4-13. Ataque químico, (a) corrosión de oro en el sustrato, (b) solución que ataca el oro, (c) verificación de temperatura en la solución que ataca Ni-Cr, (d) corrosión de Ni-Cr en sustrato, y (e) solución que ataca Ni-Cr

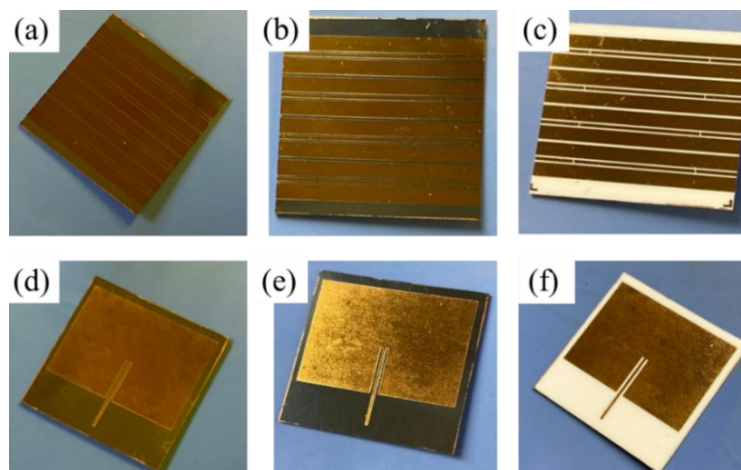


Figura 4-14. Revelado fotolitográfico para: (a-c) resonadores CPW, y (d-f) antena de parche *microstrip*; proceso fotolitografía: (a y d) recubrimiento de patrones con resina, (b y e) corrosión de oro, y (c y f) corrosión de Ni-Cr en sustrato

Al tener los circuitos impresos, en el caso de los resonadores CPW, se usa un cortador de vidrio con punta de diamante referencia número 1 (espesores de 0.5000 a 2 mm) para

separarlos. Se verifica con un voltímetro que el gap se encuentre totalmente libre de oro en los bordes, ya que esto indicaría un cortocircuito. A cada dispositivo se le aíslan los bordes (1.5000 mm de ancho y 1 mm de largo) con cinta Kapton para mantener protegidos del material ferroeléctrico los contactos de acople eléctrico entre los resonadores y el ensamble coaxial conectado al analizar vectorial de red (VNA). En el caso específico de la antena, se recubre solo la zona considerada como parche, evitando recubrir la línea *microstrip* de transmisión [87].

4.2.1 Resonador de Guía de Onda Coplanar

Estos resonadores se fabrican con la configuración convencional (sin blindaje de tierra) reportada en [1]. En la Figura 4-15 se especifica la geometría de la línea de transmisión CPW, para la cual se tiene un ancho (A) y altura de substrato dieléctrico (H , alúmina con ϵ_r de 9.8000) de 5 mm y 635 μm respectivamente, con longitud del resonador (L) de 25.4000 mm, ancho de línea central (W) de 500 μm , sección media (L_1) de 15.1900 mm y espacio de acoplamiento (D) de 146 μm , además de un gap (G) de 274 μm . Las zonas oscuras del diseño corresponden a la metalización de oro con capa de adherencia de níquel-cromo (Ni-Cr/Au), mientras que las franjas en blanco se caracterizan por la presencia de alúmina (Al_2O_3).

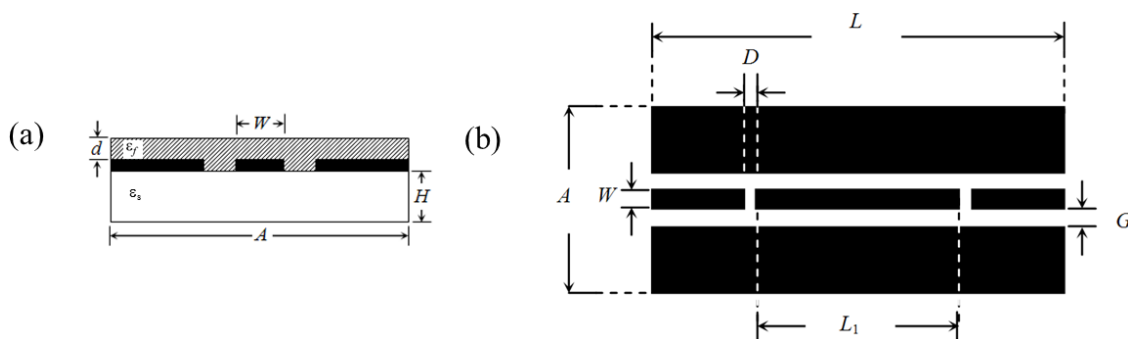


Figura 4-15. Diagrama y parámetros de los resonadores: (a) sección transversal, y (b) vista superior

En la Figura 4-16 se observa el perfil de altura de la resina depositada mediante el proceso litográfico; se aprecia un espesor de capa de resina de $3.8000\ \mu\text{m}$ con un patrón grabado con alta definición, lo que confirma una transferencia aceptable del patrón impreso en acetato al sustrato.

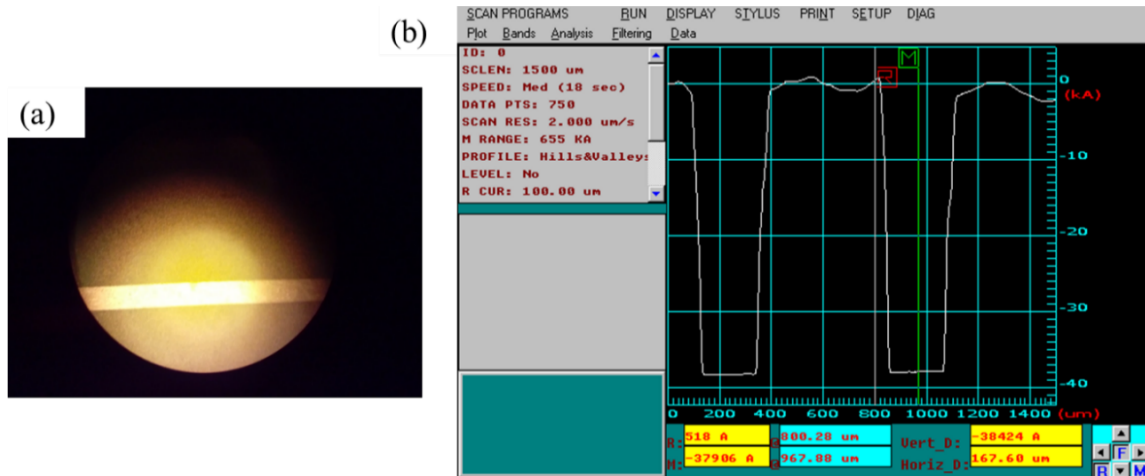


Figura 4-16. Resonador CPW: (a) vista superficial con resina, y (b) perfil de altura o medición de espesor para la resina

4.2.2 Antena *Microstrip* de Parche

El diseño de la antena *microstrip* de parche se desarrolla mediante dos etapas fundamentales descritas en [96], [97]. En la primera etapa se define y calculan las variables eléctricas y de diseño de la antena para un rango de frecuencia de operación entre 1 y 8.5 GHz. Después, se validan las variables eléctricas y de diseño generadas para planear la línea de transmisión de la antena.

La segunda etapa consiste en simular la antena usando el software CST Microwave Studio Suite™, para luego analizar los datos generados por el software. Por último, se validan los resultados mediante la fabricación del circuito seleccionado de forma impresa y se caracteriza el prototipo de antena mediante un analizador vectorial de red (VNA). Esto consiste en la realización de un análisis detallado entre las mediciones experimentales y los valores obtenidos en las simulaciones.

4.3 Caracterización del Material

4.3.1 Caracterización Mineralógica

La composición de la fase mineralógica de las películas y los polvos ferroeléctricos se determinó por difracción de rayos X (DRX), ya que es el único método capaz de proporcionar información cualitativa y cuantitativa acerca de las estructuras de los compuestos presentes en una muestra sólida [98]. El análisis se desarrolla en la Universidad de Antioquia utilizando un difractómetro modelo Empyeon 2012, marca Malvern-PANalytical Serie II – Alpha 1, con detector píxel 3D y fuente de cobalto ($\lambda=1.7903$) a 40 kV para las muestras en forma de película y 40 mA y cobre ($\lambda=1.5403$) a 45 kV y 40 mA para los polvos ferroeléctricos, con funcionamiento en 2θ en un intervalo hasta de 80° , tiempo de recogida de cuentas por paso de 54 s, velocidad del goniómetro de Omega/2 theta, y configuración de la plataforma en reflexión/transmisión con spinner girando a 4 rpm. La identificación y el análisis mineralógico fueron realizados utilizando los softwares HighScore Plus y Match! junto con la base de datos COD.

4.3.2 Caracterización Microestructural y Morfológica

El microscopio de fuerza atómica (AFM) marca Nanosurf y modelo Easyscan2 con sonda CT170R-25 tiene forma cónica de 15 μm de altura, radio de curvatura de 8 nm, cantiléver con longitud de 225 μm , ancho de 42 μm , espesor de 6.5000 μm , frecuencia de resonancia de 170 kHz, constante de retorno de 50 N/m y *reflex coating* de aluminio; fue usado para distinguir atómicamente detalles relativos de la superficie de las muestras, de modo que hizo posible la determinación de las características topológicas [98] en el modo de no contacto.

Adicionalmente, se empleó un microscopio electrónico de barrido (termoiónico) marca JEOL, modelo JSM-6490LV, disponible en la Universidad de Antioquia y dotado con una microsonda de rayos X referencia INCA PentaFETx3 Oxford Instruments para la realización del microanálisis químico cualitativo y semicuantitativo por medio de dispersión de energía de rayos X (XEDS). Se utilizó el análisis SEM, ya que evalúa la microestructura de las películas ferroeléctricas al detectar las partículas emitidas después de que un haz de electrones finamente enfocado choca en la superficie de la muestra para obtener una imagen que se adquiere por medio de electrones retrodispersados a alto y bajo vacío, y secundarios a alto vacío [98]. Las muestras son recubiertas con capas finas de oro y grafito respectivamente para los substratos de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ y Al_2O_3 , por un *sputtering* de referencia VACUUM DESK IV.

4.3.3 Caracterización Dieléctrica

Las propiedades dieléctricas (permitividad y pérdidas dieléctricas) de los ferroeléctricos se miden en frecuencia de microondas bajo las condiciones de funcionamiento por la técnica de guía de onda coplanar (CPW) usando un analizador vectorial de red (VNA) marca Agilent E5063 de dos puertos con rango de medición entre 0.1000 y 8.5000 GHz junto con un ensamble coaxial tipo RP SMA que acopla los resonadores CPW al equipo. La determinación de las propiedades dieléctricas se realiza en resonadores CPW con y sin película ferroeléctrica incorporada para evaluar el desplazamiento en las medidas de los parámetros S extraídos de la matriz de dispersión que se obtiene al desarrollar el análisis de onda completa implementando la técnica de mapeo conforme [99], [100]. Adicionalmente, el diseño y la construcción de la antena se valida con las mediciones de los parámetros de interés mediante el uso del VNA [101].

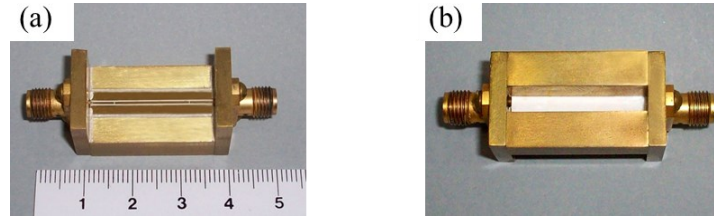


Figura 4-17. Montaje del resonador CPW de referencia: (a) vista superior, y (b) vista inferior [1]

El VNA posee una fuente que envía una señal en una sola frecuencia hacia el ferroléctrico, al incidir una onda sobre la superficie del material, en el límite aire-dieléctrico se forma el ángulo θ , y esta se refleja y se transmite siendo detectada como señal por el receptor del equipo, para luego transformarse en una respuesta medida que produce los datos de magnitud y fase. Seguidamente, la fuente pasa a la siguiente frecuencia y se repite el proceso de medición para mostrar la respuesta de reflexión y transmisión de la frecuencia al sumar las ondas reflejadas y transmitidas, expresando la respuesta en términos de los parámetros de dispersión de reflexión de entrada (S_{11}), y de ganancia directa (S_{21}). Mediante S_{21} se hace posible definir la constante dieléctrica y las pérdidas del ferroléctrico [74]:

$$\varepsilon' = \left[\left(\frac{\Delta\theta}{\Delta f} \right) \frac{c}{2\pi l} \right], \quad (4-1)$$

$$\tan \delta = \left(\frac{\Delta|S_{21}|}{\Delta f} \right) \left[\frac{8686c}{\pi l \sqrt{\varepsilon'}} \right], \quad (4-2)$$

$\left(\frac{\Delta|S_{21}|}{\Delta f} \right)$ y $\left(\frac{\Delta\theta}{\Delta f} \right)$ son las pendientes de magnitud (en dB) y fase (en radianes) respecto a la frecuencia f , c es la velocidad de la luz en el espacio libre, l es el espesor de la muestra y ε' es la parte real de la constante dieléctrica.

Capítulo 5

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 Películas Ferroeléctricas

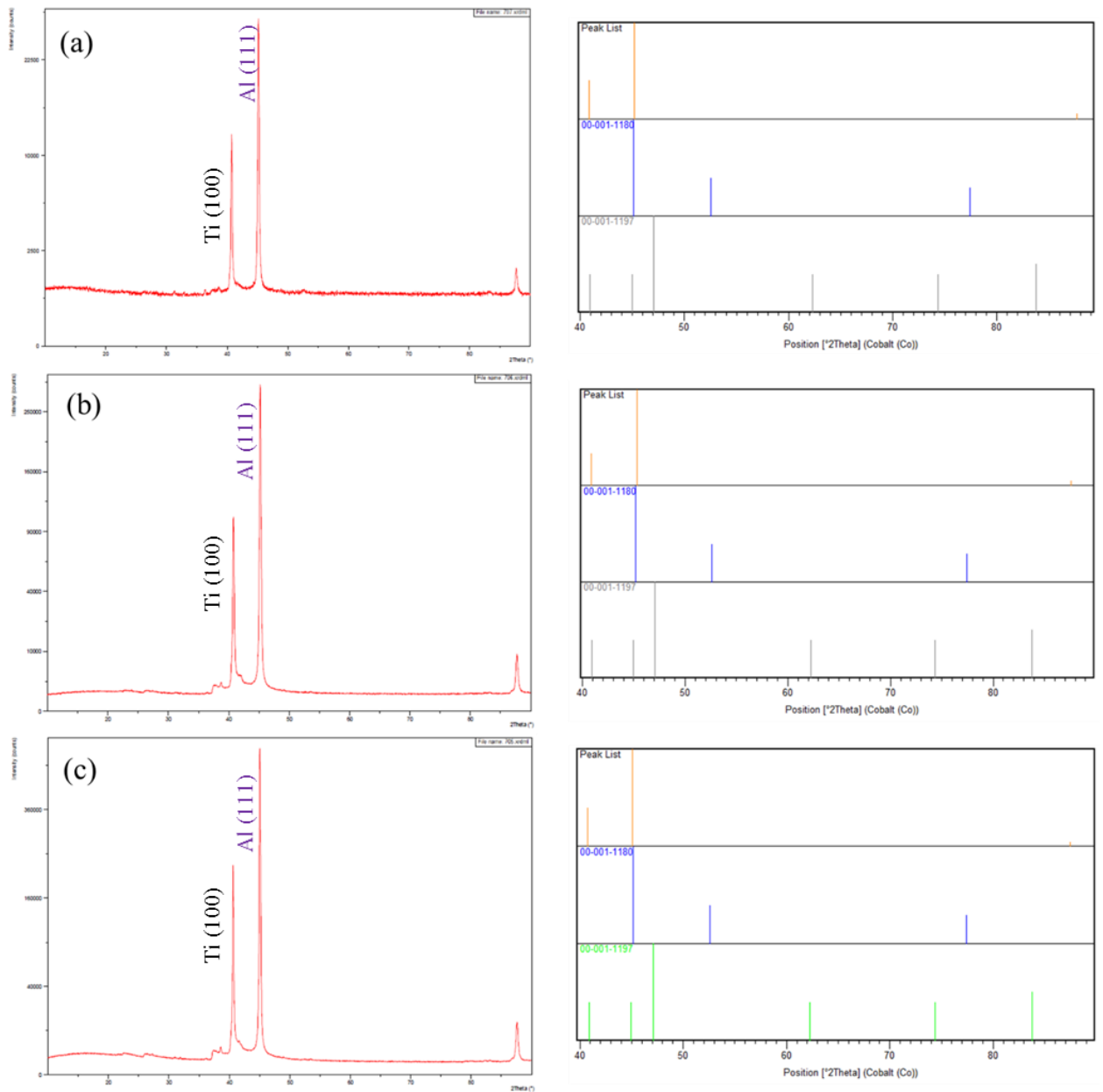
A continuación, se especifica el desarrollo de los experimentos relacionados con la deposición de la película ferroeléctrica cristalizada sobre los substratos de interés: alúmina (Al_2O_3) y alúmina metalizada con oro ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr/Au}$), mostrando a su vez la caracterización fisicoquímica y dieléctrica de los materiales ferroeléctricos evaluados.

5.1.1 Caracterización Mineralógica

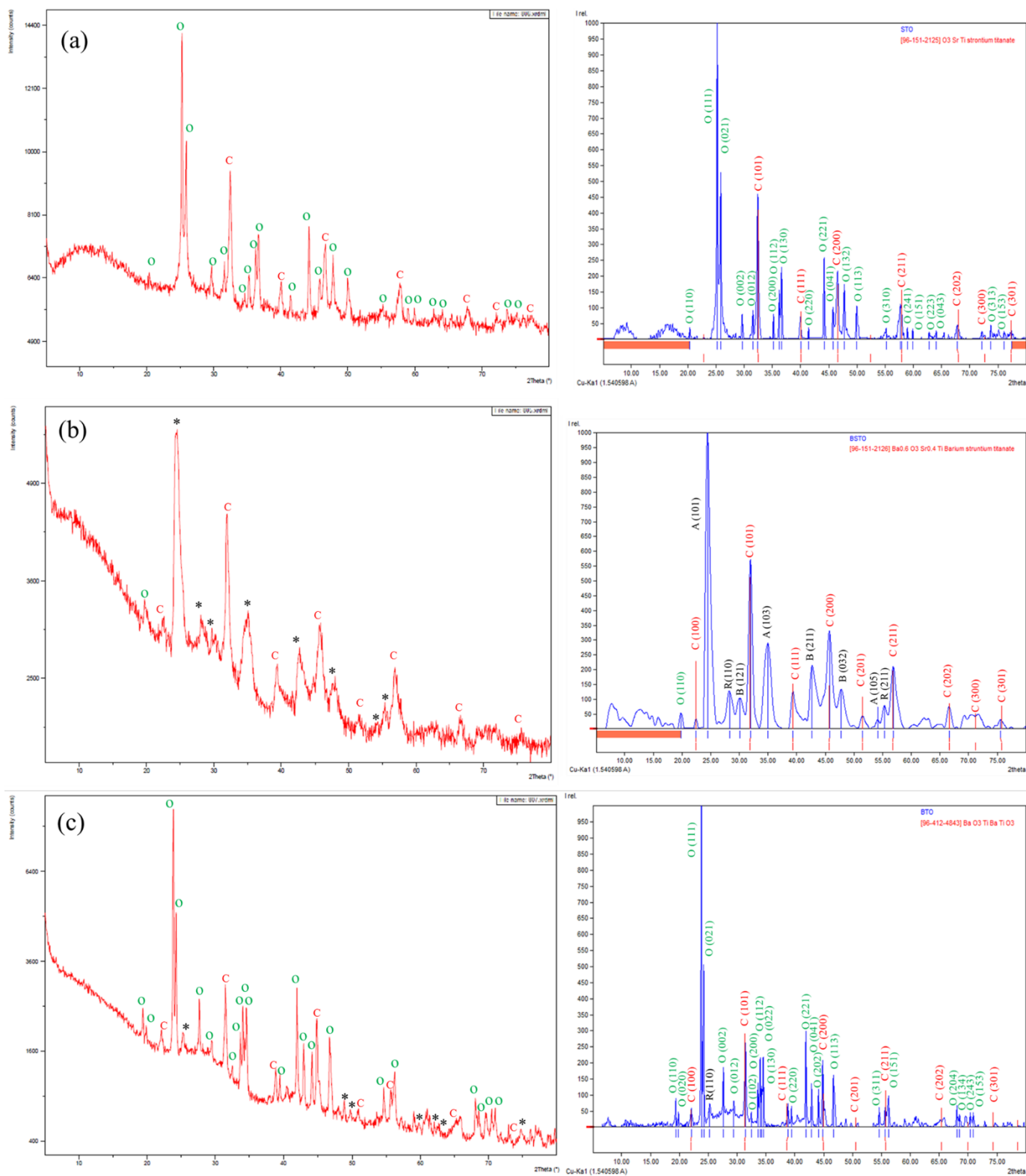
La Gráfica 5-1 exhibe los difractogramas para una capa de película de diferentes ferroeléctricos depositados sobre $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ y sus respectivas similitudes en la ubicación de los picos para dos referencias encontradas por medio del software HighScore Plus. En estos gráficos sobresalen tres picos; el primer corresponde al pico (100) de la fase tetragonal del titanio (Ti) [102]; el pico con difracción más prominente coincide con la orientación (111) del aluminio (Al) en fase cúbica [103]; y, el tercero no fue identificado. Estos resultados evidencian que los espesores substrato-película no son lo suficientemente considerables para caracterizar las películas ferroeléctricas por la técnica de difracción de rayos X. Autores como [82] muestran similitudes entre los picos de difracción de los polvos y las películas de BTO; razón por la que se desarrollan polvos ferroeléctricos tratados térmicamente bajo las condiciones de cristalización de las películas, lo que se parecía en la Figura 5-1.

Al estudiar los polvos ferroeléctricos por medio de la Gráfica 5-2 se exhibió la presencia de fase cúbica para los tres materiales cerámicos estudiados con una orientación predominante en el pico (101) y con formación de fases secundarias que involucran otros materiales como es el caso del carbonato de estroncio (SrCO_3) representado con color verde en la Gráfica 5-2(a) [104], dióxido de titanio (TiO_2) con todas sus fases mostradas en color negro [105], [106], y carbonato de bario (BaCO_3) mostrado en color verde en la Gráfica 5-2(c) [104].

Los patrones de difracción de rayos X de los polvos ferroeléctricos en su fase cúbica permitieron medir el parámetro de red (a) mostrado en la Tabla 5-1 junto con el tamaño de los cristalitos determinado mediante la fórmula de Scherrer. Los valores de parámetro de red son comparables a los expresados por [22], [76], [107], [108] con porcentajes de error de 0.06 %, 0.15 %, y 0.17 %, para STO, BSTO, y BTO respectivamente; lo que indica que el polvo se cristalizó con la fase de estructura perovskita.



Gráfica 5-1. Identificación de fase usando el software HighScore Plus para películas de (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO depositadas sobre Al₂O₃/Ni-Cr/Au



Gráfica 5-2. Identificación de fase para: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO usando el software Match!

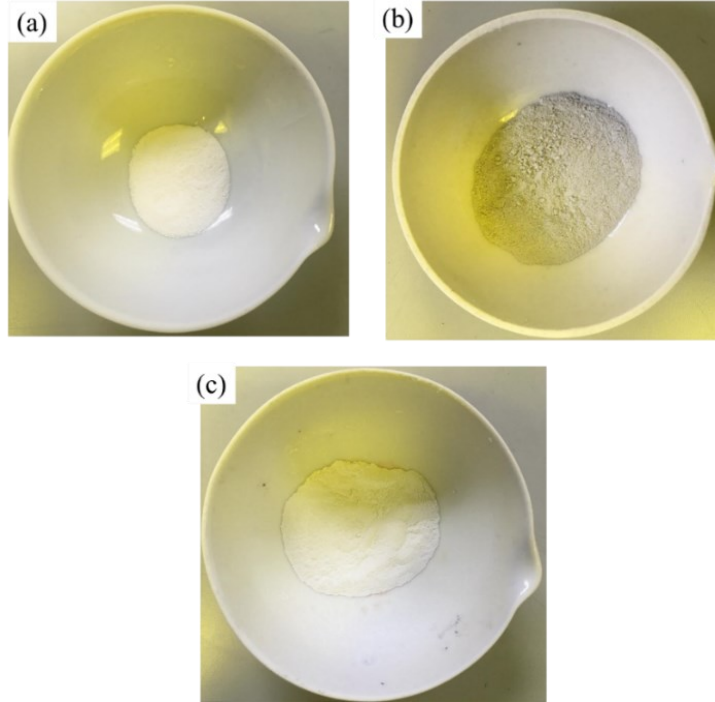


Figura 5-1. Polvos ferroeléctricos de: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO

Tabla 5-1. Parámetros determinados por el análisis DRX para los polvos ferroeléctricos

Polvo	a [Å]	t [nm]	Fase cristalina
STO	3.9012 ± 0.0049	18.9219 ± 7.3216	c-STO+o-SCO
BSTO	3.9631 ± 0.0055	4.6475 ± 1.9827	c-BSTO+TiO ₂ + o-SCO
BTO	4.0268 ± 0.0119	18.1676 ± 7.1424	c-BTO+o-BCO+ TiO ₂

Los picos de fases secundarias mostrados en los patrones de DRX se generan debido al tratamiento térmico. Según lo especificado por [109] y [110], la cristalización tiende a iniciar a 700 °C y se completa entre 800 y 900 °C, formándose una composición controlada con estructura de perovskita monofásica; adicionalmente el tiempo de sinterización también es fundamental para mejorar la cristalización de la película o, en su defecto, del polvo.

5.1.2 Caracterización Microestructural y Morfológica

- Substrato de Al_2O_3

Las deposiciones aquí especificadas se desarrollan sobre alúmina totalmente cerámica cocida con espesor de $500\ \mu\text{m}$ y morfología no uniforme mostrada en la Figura 5-2. Se selecciona este material para evaluar algunas de las variables más significativas del proceso de conformado de la película ferroeléctrica debido a que se encuentra presente en los substratos usados para fabricar los dispositivos.

Por otro lado, en la Figura 5-3 se evidencia la textura porosa del substrato Al_2O_3 , el cual posee una composición elemental en porcentaje de peso de $41.48 \pm 0.59\%$ para O (K) y $58.52 \pm 0.59\%$ para Al (K), así como también un porcentaje atómico de 54.46% y 45.54% respectivamente para O (K) y Al (K).

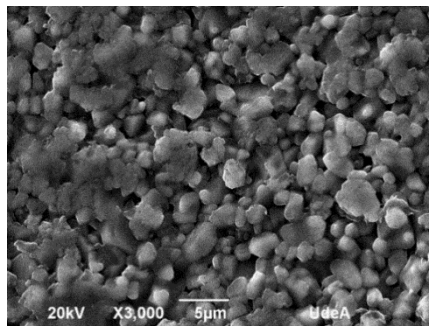


Figura 5-2. Microscopia SEM del substrato de Al_2O_3

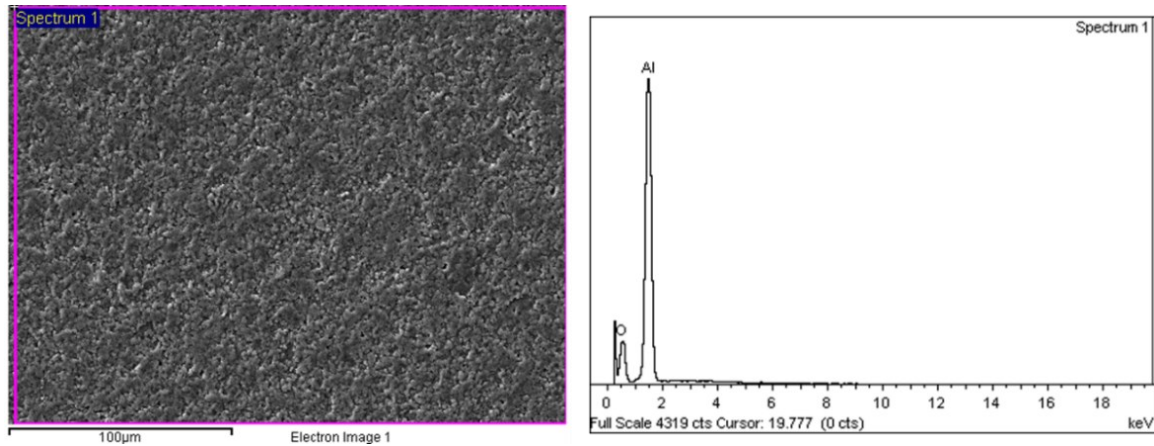


Figura 5-3. EDX del substrato de Al_2O_3

Deposición por *spin coating*

Mediante el diseño experimental planteado en la Tabla 5-2 se estudia la influencia de los parámetros de deposición (velocidad y tiempo de rotación) sobre la formación de una capa de película ferroeléctrica desarrollada con materiales como el titanato de estroncio (STO), titanato de bario-estroncio (BSTO) y titanato de bario (BTO). La representación de V1 y V2 corresponde a las velocidades de rotación 2000 y 3000 rpm; y los tiempos de rotación t1 y t2 simbolizan a 5 y 20 s, respectivamente. En esta tabla también se muestran los espesores de las películas ferroeléctricas, que se obtienen al determinar la diferencia entre el espesor total del substrato con y sin película ferroeléctrica.

Las Figuras 5-4, 5-5 y 5-6 exhiben las diferentes formas de las películas ferroeléctricas de STO, BSTO, y BTO al ser depositada sobre Al_2O_3 bajo diferentes condiciones de velocidad y tiempo de rotación. Estas figuras evidencian capas con mayor visibilidad de recubrimiento y presencia de grietas para las muestras con tiempo de rotación de 5 s; por el contrario, las muestras con tiempos de rotación de 20 s muestran menos presencia de grietas y una mejor apariencia superficial específicamente para STO, BSTO y BTO evaluados a 3000 rpm.

Tabla 5-2. Diseño de experimentos desarrollado para estudiar los parámetros de deposición por spin

Código	Deposición	Tratamiento Térmico	Espesor película [μm]
STO_V1_t1	2000 rpm (5 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	18.5843
STO_V1_t2	2000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	14.4120
STO_V2_t1	3000 rpm (5 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	12.0877
STO_V2_t2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	11.2500
BSTO_V1_t1	2000 rpm (5 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	16.1863
BSTO_V1_t2	2000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	16.8143
BSTO_V2_t1	3000 rpm (5 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	12.5827
BSTO_V2_t2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	13.7167
BTO_V1_t1	2000 rpm (5 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	16.8890
BTO_V1_t2	2000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	14.5833
BTO_V2_t1	3000 rpm (5 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	15.8593
BTO_V2_t2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	11.0133

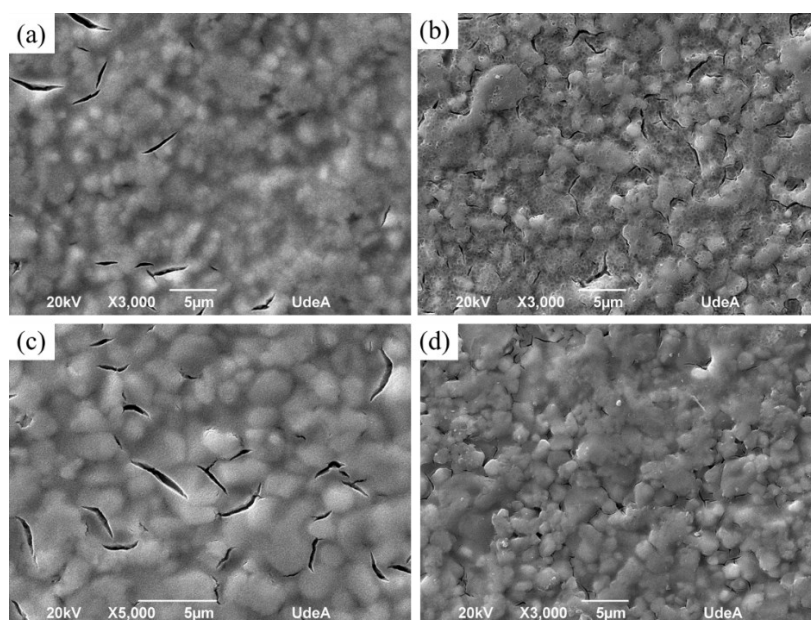


Figura 5-4. Micrografía SEM de las muestras: (a) STO_V1_t1, (b) STO_V1_t2, (c) STO_V2_t1, y (d) STO_V2_t2

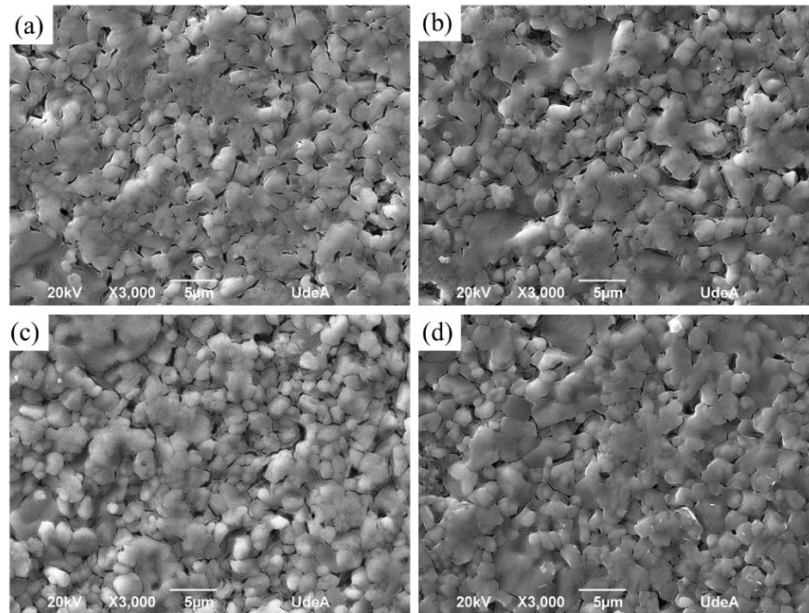


Figura 5-5. Morfología de: (a) BSTO_V1_t1, (b) BSTO_V1_t2, (c) BSTO_V2_t1, y (d) BSTO_V2_t2

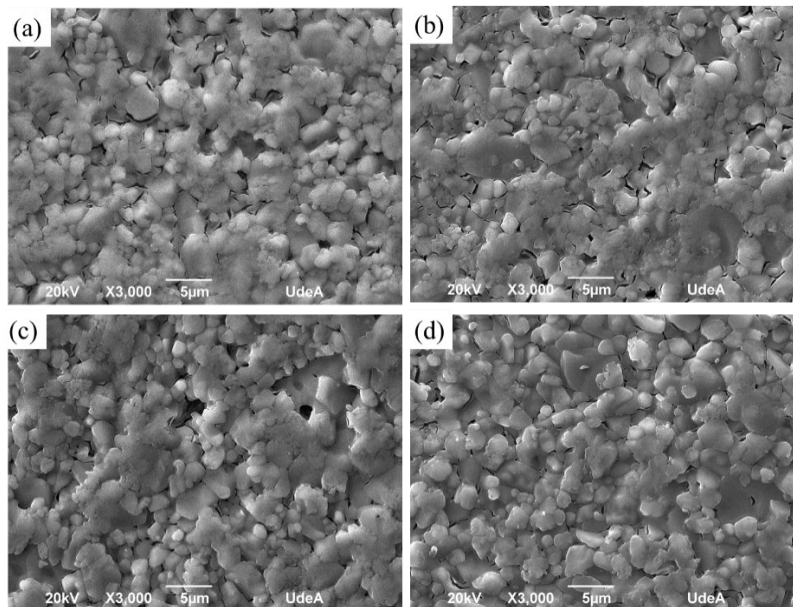


Figura 5-6. Vista superficial de: (a) BTO_V1_t1, (b) BTO_V1_t2, (c) BTO_V2_t1, y (d) BTO_V2_t2

La vista transversal de las muestras de STO, BSTO, y BTO se observa en la Figura 5-7, 5-8, y 5-9 respectivamente. Se evidencian diferencias significativas en el espesor del sustrato con película para cada una de las condiciones evaluadas, con respecto al espesor de sustrato sin película ferroeléctrica. Con esto, en la Tabla 5-2 se reportan los espesores de película ferroeléctrica para cada una de las condiciones de trabajo. Para todos los tipos de material ferroeléctrico evaluados, las películas con mayor espesor se obtienen bajo las condiciones de 2000 rpm (5s).

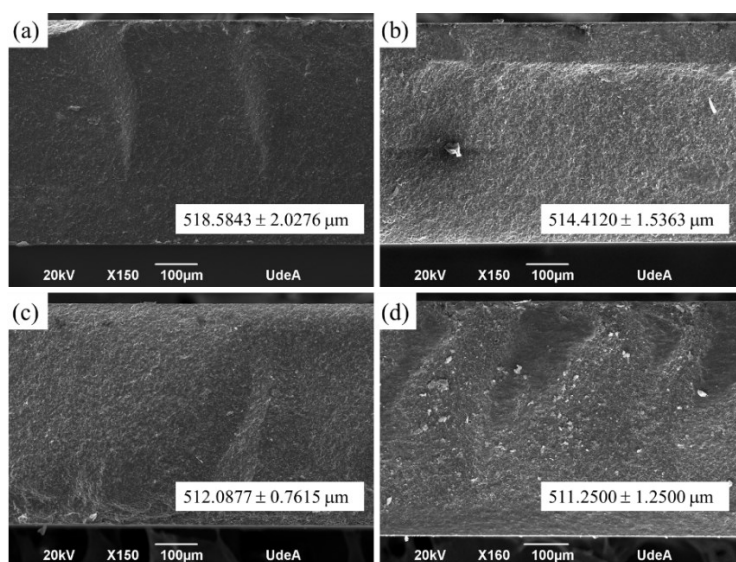


Figura 5-7. Sección transversal de las muestras: (a) STO_V1_t1, (b) STO_V1_t2, (c) STO_V2_t1, y (d) STO_V2_t2 con sus respectivos valores de espesor.

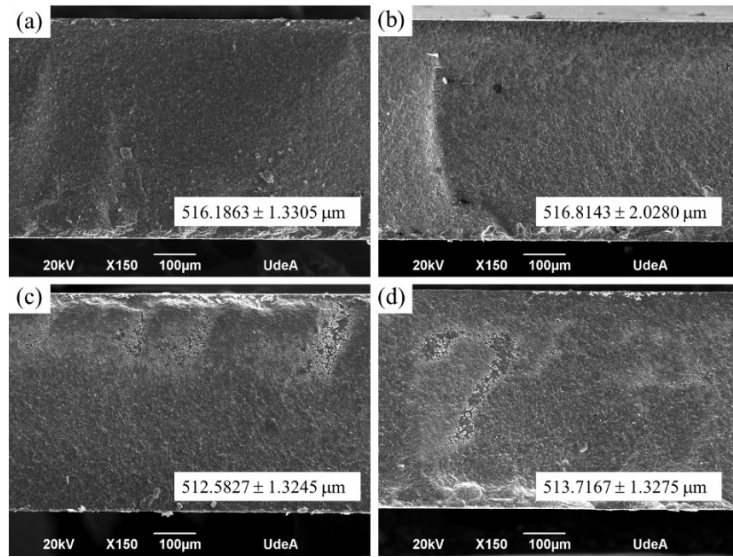


Figura 5-8. Morfología lateral de: (a) BSTO_V1_t1, (b) BSTO_V1_t2, (c) BSTO_V2_t1, y (d) BSTO_V2_t2.

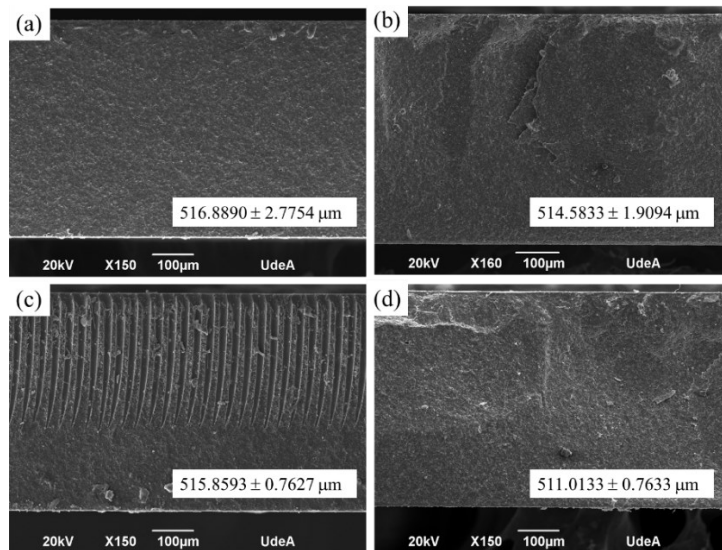


Figura 5-9. Morfología de la sección transversal de: (a) BTO_V1_t1, (b) BTO_V1_t2, (c) BTO_V2_t1, y (d) BTO_V2_t2.

La Figura 5-10 evidencia que no es posible visualizar con claridad la interfaz entre el sustrato y la película ferroeléctrica depositada. Adicionalmente, se descarta la medición de

espesor usando el análisis AFM, pues al tener un sustrato blanco (alúmina) con una película de igual color, no se identifica claramente el límite película-sustrato en el microscopio del equipo.

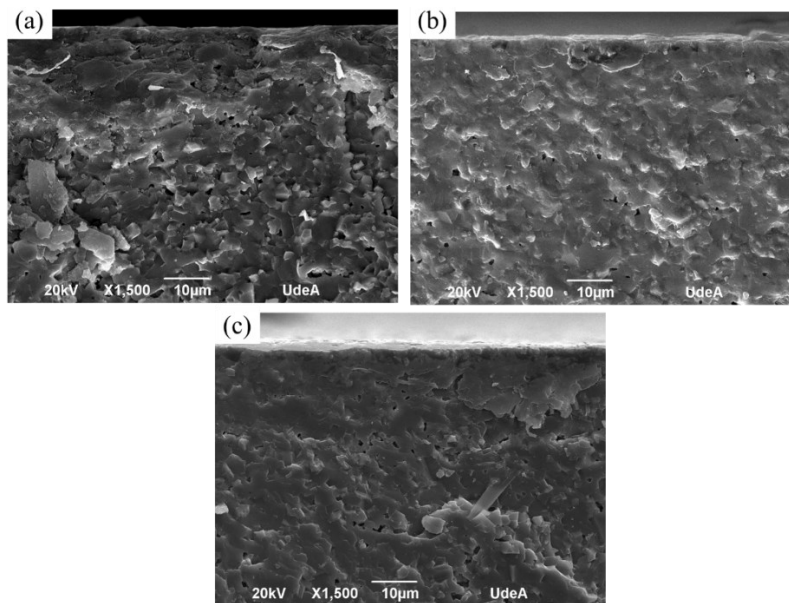


Figura 5-10. Vista lateral de la micrografía SEM de una capa de película ferroeléctrica de:
(a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, y (c) BTO_V2_t2.

Se mide el parámetro de rugosidad (EN ISO 4287) conocido como la profundidad máxima de rugosidad (Rz_{1max}) usando un rugosímetro surfest SJ-210 marca Mitutoyo [111]. Los resultados de estas mediciones se representan en la Figura 5-11, donde se exhiben las gráficas y los valores de Rz_{1max} medido para cada uno de los ensayos reportados en la Tabla 5-2. En el caso del STO el valor más apreciable de Rz_{1max} se obtiene al realizar la deposición a 3000 rpm (20s); para el BSTO la deposición es a 2000 rpm (5 s); por último, el BTO presenta Rz_{1max} más significativo bajo la condición de 2000 rpm (20 s).

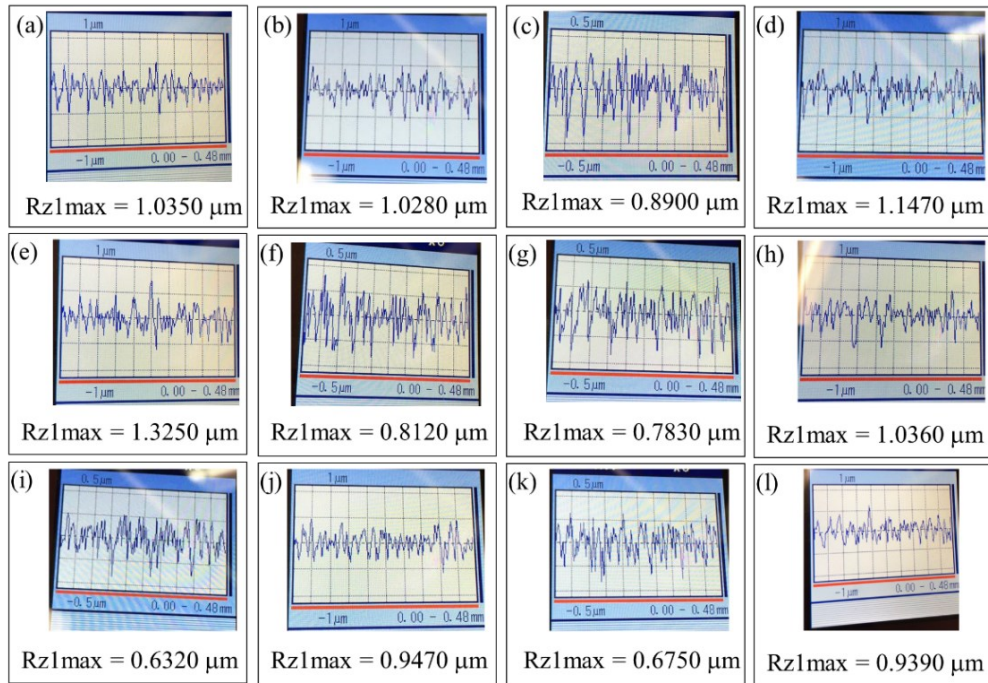


Figura 5-11. Determinación de $Rz1max$ de la película ferroeléctrica para: (a) STO_V1_t1, (b) STO_V1_t2, (c) STO_V2_t1, (d) STO_V2_t2, (e) BSTO_V1_t1, (f) BSTO_V1_t2, (g) BSTO_V2_t1, (h) BSTO_V2_t2, (i) BTO_V1_t1, (j) BTO_V1_t2, (k) BTO_V2_t1, y (l) BTO_V2_t2

Temperatura de cristalización

En el proceso de conocer el comportamiento de las películas ferroeléctricas generadas por la técnica de *spin coating*, se depositan películas de una y cinco capas sobre Al_2O_3 , evaluando su cristalización a $650\text{ }^\circ\text{C}$ (T1) y $700\text{ }^\circ\text{C}$ (T2), para lo cual el diseño experimental se exhibe en la Tabla 5-3. Las multicapas se depositan con repeticiones cada 15 min y secado de cada capa a temperatura ambiente (aproximadamente $27\text{ }^\circ\text{C}$).

La Figura 5-12 evidencia la morfología visualizada en SEM para los tres materiales cerámicos ferroeléctricos en forma de película de una capa, revelando la presencia de grietas en la película ferroeléctrica debido a tensiones que se generan por la morfología superficial del sustrato. Estos defectos superficiales son visiblemente claros para el BSTO en las dos temperaturas de cristalización, teniendo una mejor distribución, homogeneidad e integridad

de la película al tratarla térmicamente a 700 °C. Además, se observa que bajo la forma de deposición adoptada (adición de “sol” ferroeléctrico durante el proceso de *spin* con substrato en reposo) presenta mayores defectos superficiales, con una menor distribución de la solución “sol” en toda la superficie del substrato.

Tabla 5-3. Parámetros experimentales que evalúan la temperatura de cristalización

Código	Deposición	Tratamiento Térmico
STO_T1	3000 rpm (20 s)	650 °C (1 h, 1 °C/min)
STO_T2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)
BSTO_T1	3000 rpm (20 s)	650 °C (1 h, 1 °C/min)
BSTO_T2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)
BTO_T1	3000 rpm (20 s)	650 °C (1 h, 1 °C/min)
BTO_T2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)

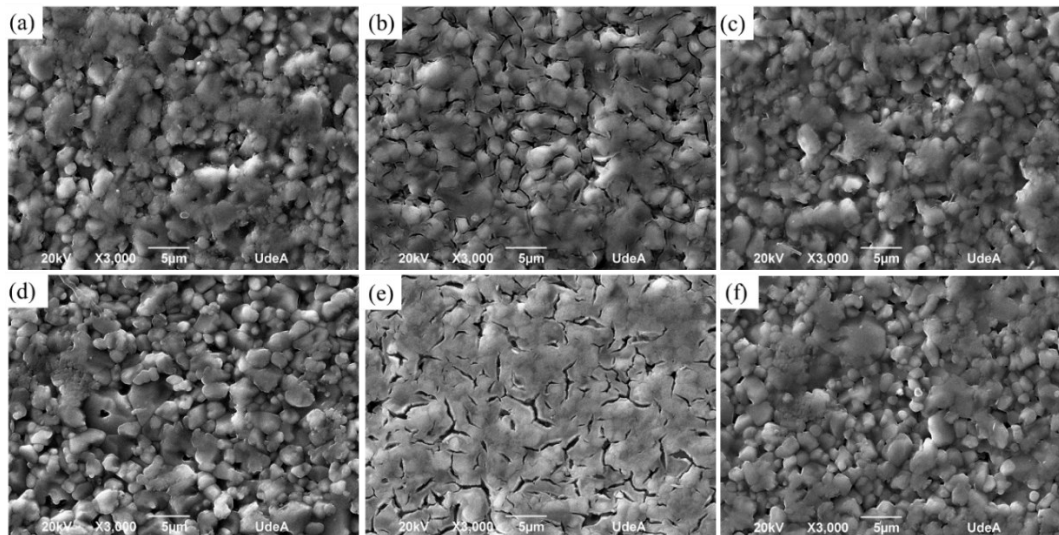


Figura 5-12. Imágenes SEM de las muestras: (a) STO_T1, (b) BSTO_T1, (c) BTO_T1, (d) STO_T2, (e) BSTO_T2, y (f) BTO_T2; depositadas como una capa de película ferroeléctrica sobre Al_2O_3 .

La vista lateral de las películas ferroeléctricas de una capa cristalizadas a 700 °C se observa en la Figura 5-13. Las fotomicrografías correspondientes al material BSTO evidencian la expansión del material más allá de los bordes superficiales del sustrato debido a la forma utilizada para depositar la película, razón por lo cual se hace más factible desarrollar las deposiciones con el sustrato en rotación mientras sobre este caen gotas de la solución “sol”, tal como lo reporta [63].

Por otro lado, las micrografías SEM mostradas en la Figura 5-14 para las cinco capas de película ferroeléctrica evidencian cambios morfológicos considerables con modificaciones en la densificación de la película ferroeléctrica al aumentar la temperatura de cristalización. Al comparar STO_T2 con STO_T1 se observa una mayor homogeneidad y distribución de la película, además de cavidades superficiales reducidas y menos profundas. Por su lado, la muestra BTO_T1 tiene capas internas agrietadas con cavidades superficiales profundas mientras que para BTO_T2 no se observa agrietamiento de capas internas.

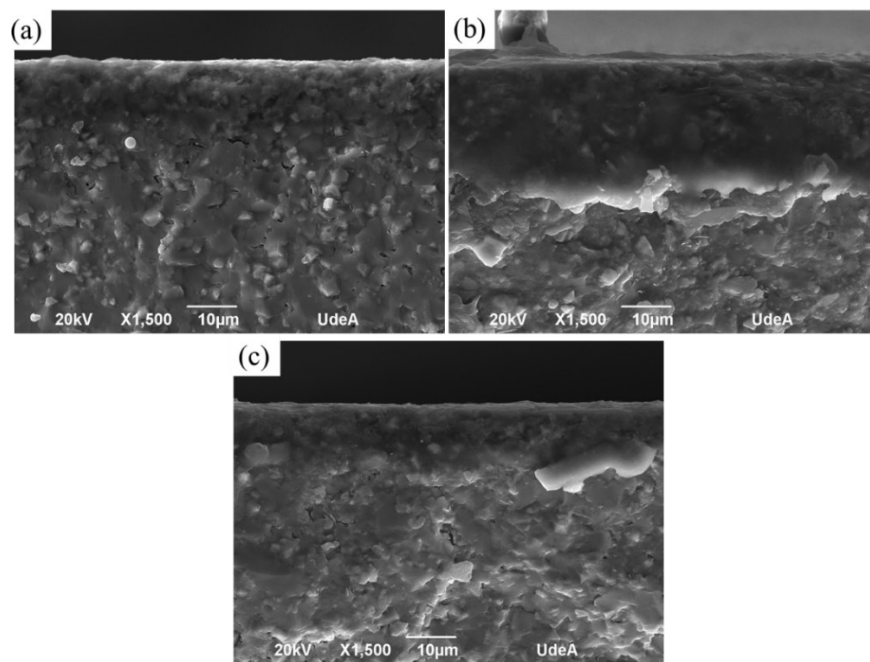


Figura 5-13. Vista transversal de la micrografía SEM de una capa de película ferroeléctrica de: (a) STO_T2, (b) BSTO_T2, y (c) BTO_T2

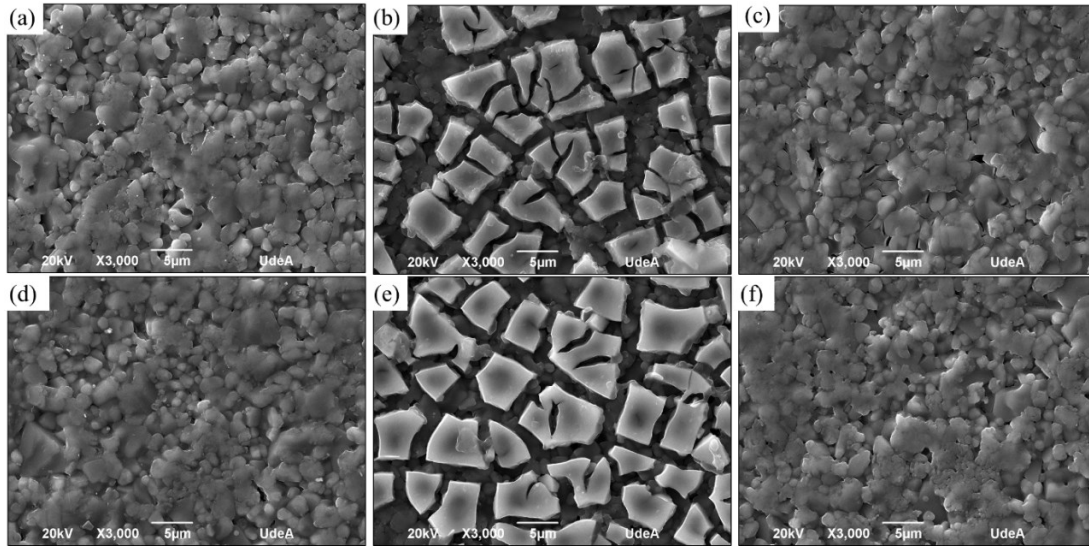


Figura 5-14. Morfología de las cinco capas de película ferroeléctrica de: (a) STO_T1, (b) BSTO_T1, (c) BTO_T1, (d) STO_T2, (e) BSTO_T2, y (f) BTO_T2

El material BSTO presenta fragmentación de la película en ambas temperaturas de tratamiento térmico, con una mayor prolongación de grietas al cristalizar la película a 650 °C. En la Tabla 5-4 se observa la clasificación del área promedio de 25 fragmentos para cada caso (T1 y T2), lo que se determina usando el software ImageJ versión Fiji. El área promedio evaluada en la totalidad de fragmentos es de $13.374 \pm 6.987 \mu\text{m}^2$ y $21.101 \pm 9.858 \mu\text{m}^2$ respectivamente para T1 y T2, lo que corresponde a fragmentos más pequeños para T1 y una mayor variabilidad en tamaños de fragmentos para T2.

En la Figura 5-15 se muestra el análisis EDX para las películas ferroeléctricas cristalizadas a 700 °C (T2), el cual se desarrolla mediante un barrido sobre el área mostrada. Y además, se confirma la composición elemental en porcentaje peso y en porcentaje atómico de las películas ferroeléctricas con presencia de elementos del sustrato en la Tabla 5-5.

Por otro lado, la Figura 5-16 muestra la imagen AFM 2D del sustrato de alúmina en un área de escaneo de 2.496 nm^2 , observándose una microestructura superficial sin rayado, con rugosidad R_a de $0.166 \mu\text{m}$ y R_q de $0.212 \mu\text{m}$.

Tabla 5-4. Tamaño de fragmentos distribuidos en intervalos para BSTO_T1 y BSTO_T2

Código	Rango de área evaluado [μm^2]	Fragmento	Área [μm^2]
BSTO_T1	2.6110 – 10.5220	Pequeño	7.1710 ± 2.6410
BSTO_T2	8.2020 – 10.7530	Pequeño	9.3380 ± 1.0570
BSTO_T1	11.1790 – 18.2060	Mediano	13.8610 ± 1.9660
BSTO_T2	11.2510 – 20.2100	Mediano	16.4190 ± 3.6400
BSTO_T1	21.6030 – 28.4870	Grande	24.8080 ± 2.8770
BSTO_T2	23.3970 – 28.5210	Grande	25.5460 ± 2.2870
BSTO_T2	31.1040 – 51.3070	Más grandes	36.7880 ± 9.7170

Tabla 5-5. Composición elemental de las cinco capas de películas ferroeléctricas cristalizadas a 700 °C

Elemento	STO_T2		BSTO_T2		BTO_T2	
	Peso [%]	Atómico [%]	Peso [%]	Atómico [%]	Peso [%]	Atómico [%]
O K	38.94 ± 0.36	52.27	31.07 ± 0.53	51.66	37.15 ± 0.39	50.41
Al K	59.20 ± 0.37	47.13	36.70 ± 0.39	36.19	61.03 ± 0.41	49.12
Ti K	0.73 ± 0.08	0.33	14.52 ± 0.27	8.06	0.61 ± 0.12	0.28
Sr L	1.14 ± 0.23	0.28	5.93 ± 0.27	1.80		
Ba L			11.79 ± 0.52	2.28	1.21 ± 0.3	0.19

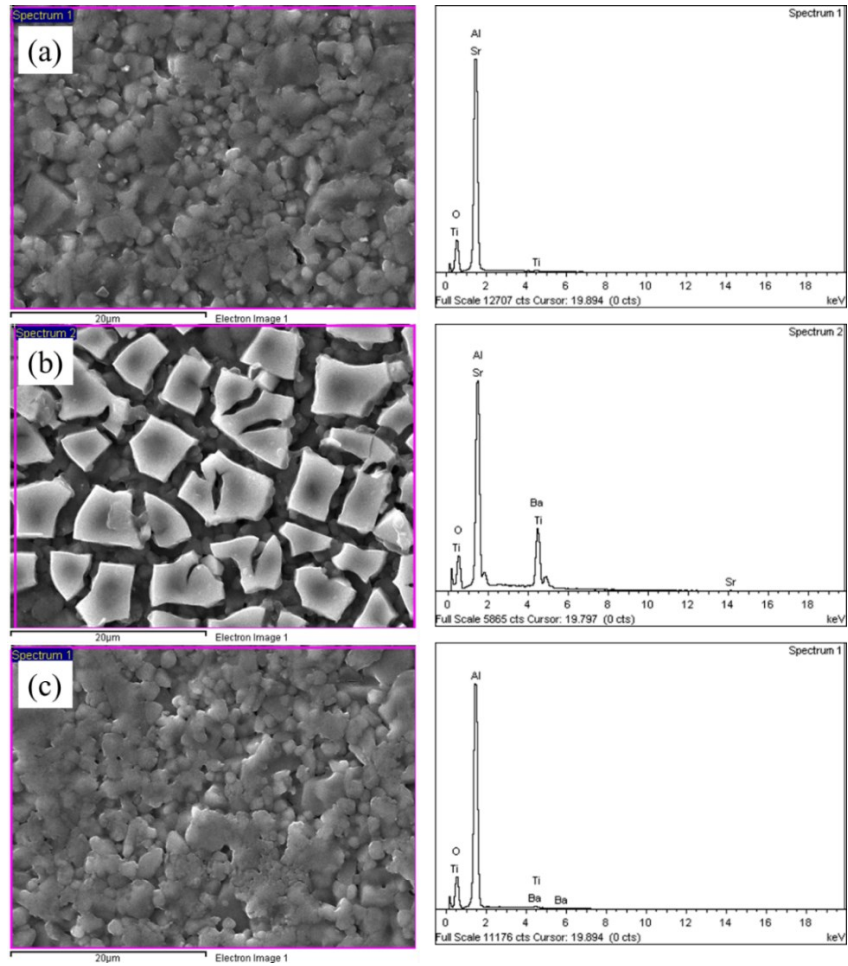


Figura 5-15. EDX de las cinco capas de: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO, cristalizadas a 700°C

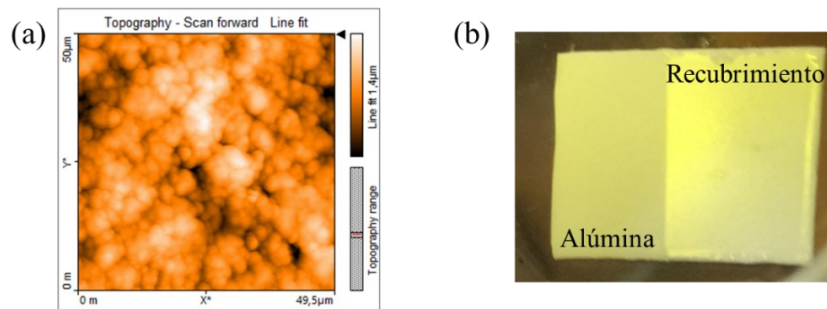


Figura 5-16. Substrato de alúmina: (a) morfología bidimensional AFM, (b) con película amorfa de cinco capas de BSTO.

La Figura 5-17 exhibe las estructuras superficiales de las películas ferroeléctricas, encontrándose diferencias significativas con respecto al sustrato para las películas de BSTO que, como se indicó con anterioridad, se encuentran fragmentadas. La Tabla 5-6 muestra la rugosidad media aritmética (R_a) y la rugosidad media cuadrática (R_q) determinada para cada película ferroeléctrica en un área de escaneo de 2.496 nm^2 . Las muestras de alúmina recubiertas con STO y BTO presentan una microestructura superficial levemente más suave que las películas de BSTO.

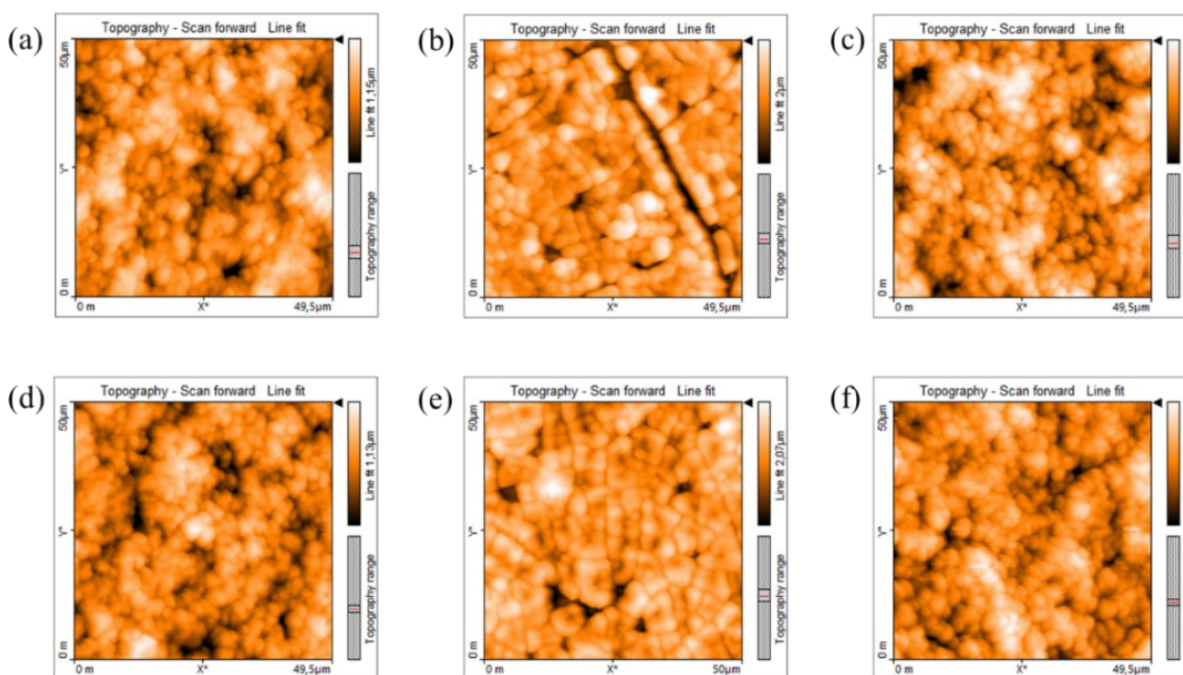


Figura 5-17. Morfología bidimensional de películas de cinco capas cristalizadas para: (a) STO_T1, (b) BSTO_T1, (c) BTO_T1, (d) STO_T2, (e) BSTO_T2, y (f) BTO_T2; depositadas sobre alúmina

Autores como [78], [112], [113] indican que la morfología de la superficie de la película puede afectar el desempeño del dispositivo; defectos como grietas en las películas ferroeléctricas pueden llegar a generar cortocircuitos en los dispositivos, razón por la cual se hace necesario la visualización superficial mediante estas técnicas de caracterización. Adicionalmente, en el artículo [85] se reporta que al activarse la movilidad de los iones por aumentos en la temperatura, la densificación del material aumenta junto con el tamaño de

grano de las películas, lo que valida lo reportado mediante el desarrollo del experimento de temperaturas de cristalización.

Tabla 5-6. Rugosidad de películas ferroeléctricas cristalizadas a diferentes temperaturas.

Código	R _a [μm]	R _q [μm]
STO_T1	0.1480	0.1860
STO_T2	0.1390	0.1770
BSTO_T1	0.2370	0.3120
BSTO_T2	0.2240	0.2910
BTO_T1	0.1540	0.1940
BTO_T2	0.1440	0.1810

▪ Substrato de Al₂O₃/Ni-Cr/Au

En la Figura 5-18 se muestra la morfología de cada uno de los materiales que componen el substrato de Al₂O₃/Ni-Cr/Au, observándose defectos como rayas, lo que puede generar el desprendimiento de la capa Ni-Cr/Au/películas ferroeléctricas antes o después del tratamiento térmico. Adicionalmente, se realiza análisis EDX a los materiales que componen el substrato, el cual se reporta en la Figura 5-19 y la Tabla 5-7, confirmando los elementos presentes en el substrato junto con su cuantificación elemental.

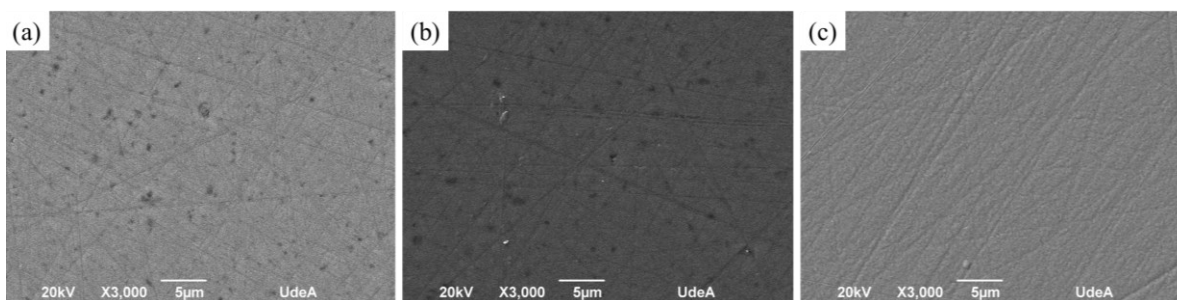


Figura 5-18. Imágenes SEM de: (a) substrato de alúmina (Al₂O₃), (b) capa de níquel-cromo (Ni-Cr), y (c) capa de oro (Au)

Tabla 5-7. Composición elemental de las substrato de Al₂O₃/Ni-Cr/Au

Elemento	Alúmina		Níquel-cromo		Oro	
	Peso [%]	Atómico [%]	Peso [%]	Atómico [%]	Peso [%]	Atómico [%]
O K	40.81 ± 0.58	53.77				
Al K	59.19 ± 0.58	46.23	90.15 ± 0.53	94.94		
Ni K			4.67 ± 0.33	2.55		
Cr K			5.17 ± 0.44	2.50		
Au M					100.00 ± 0.00	100.00

En la Figura 5-20 se observa el substrato de Al₂O₃/Ni-Cr/Au con poca adherencia de capa de oro, esto también es reportado por [75]. En la Figura 5-20(a) se evidencia el desprendimiento de la capa de oro luego de fijar cinta Kapton sobre la superficie y retirarla. Tratando de preservar la integridad de la capa de oro, se intentó realizar un tratamiento térmico rápido a 700 °C (15 min, 1°C/min) obteniéndose un desprendiendo total de Ni-Cr/Au/películas ferroeléctricas, lo que permitió establecer la condición de tratamiento térmico en 700 °C (1h, 1°C/min), pues bajo esta condición fue menos frecuente el desprendimiento. Además, según lo reportado por [75], bajo altas temperaturas de tratamiento térmico (900 °C) también se observa este fenómeno.

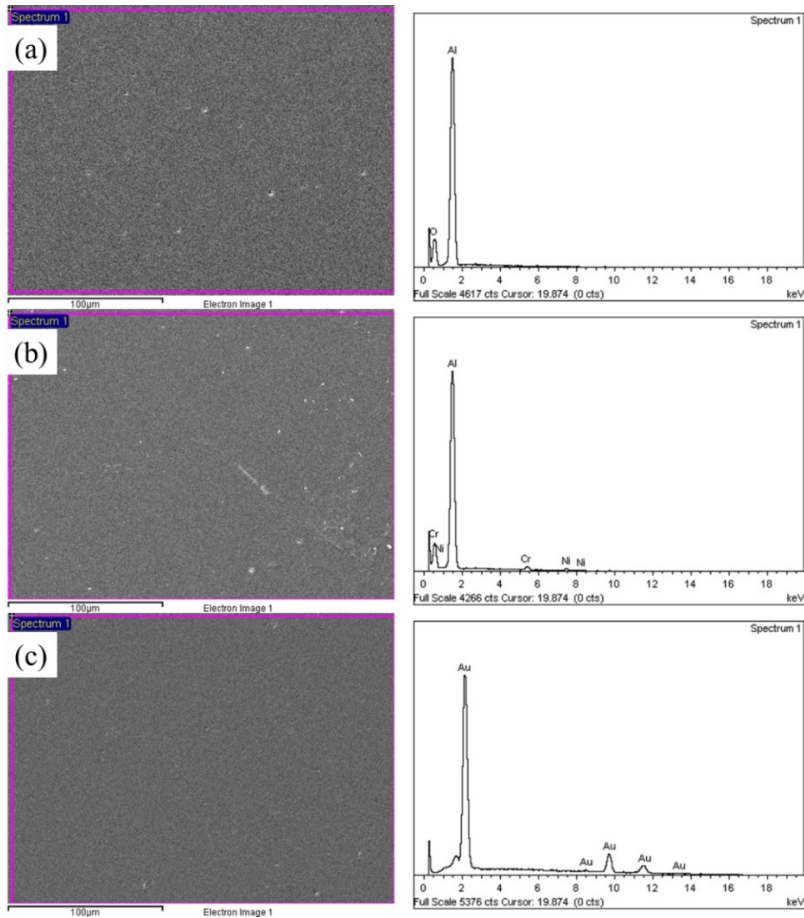


Figura 5-19. EDX de (a) sustrato de Al_2O_3 , (b) capa de níquel-cromo (Ni-Cr), y (c) capa de oro (Au)

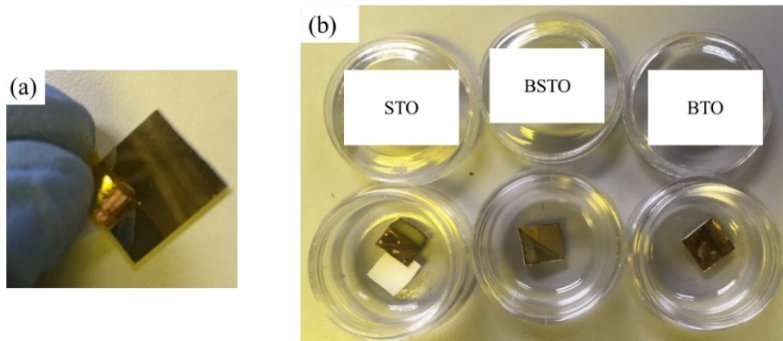


Figura 5-20. Substratos de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$: (a) desprendimiento de capa de oro, y (b) desprendimiento de capa Ni-Cr/Au/películas ferroeléctricas luego del tratamiento térmico.

Mediante el experimento especificado en la Tabla 5-8 se obtuvieron películas homogéneas depositadas sobre Al₂O₃/Ni-Cr/Au. Las películas que son mostradas en la Figura 5-21 se desarrollan sin proceso de secado y no presentan desprendimiento de Ni-Cr/Au/películas ferroeléctricas.

Tabla 5-8. Verificación de condiciones de tratamiento térmico en sustratos de Al₂O₃/Ni-Cr/Au.

Código	Deposición	Tratamiento Térmico
STO_C	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)
BSTO_C	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)
BTO_C	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)

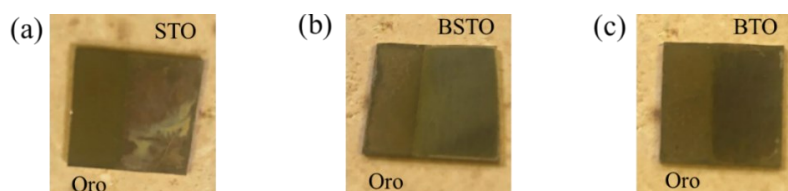


Figura 5-21. Substrato de Al₂O₃/Ni-Cr/Au con una capa de: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO

Al visualizar en SEM las muestras anteriores se obtienen las fotomicrografías mostradas en la Figura 5-22, donde se observan cambios superficiales al depositar las películas ferroeléctricas en el sustrato. Por otro lado, la Figura 5-23 evidencia con mayor claridad la superficie rayada del sustrato, así como también la presencia de nanopartículas de material ferroeléctrico.

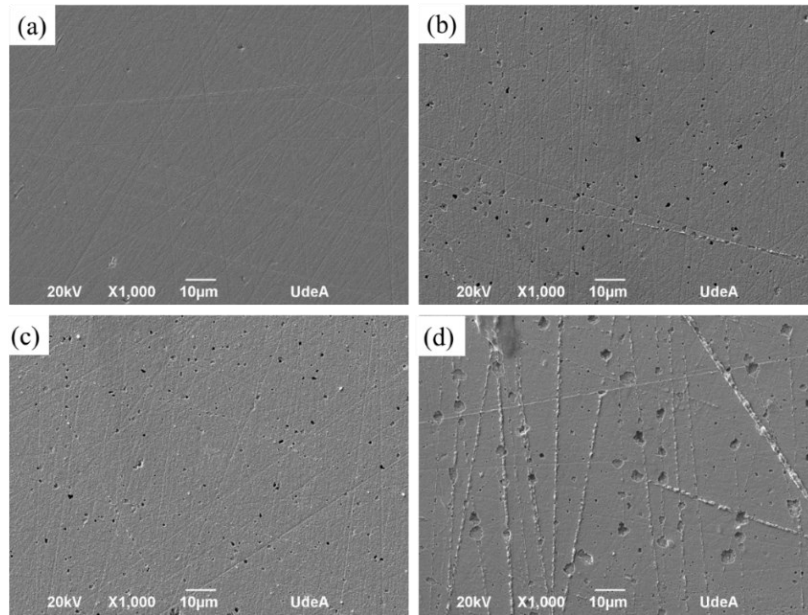


Figura 5-22. Micrografía superficial SEM de (a) sustrato de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$, y películas ferroeléctricas de (b) STO, (c) BSTO, y (d) BTO

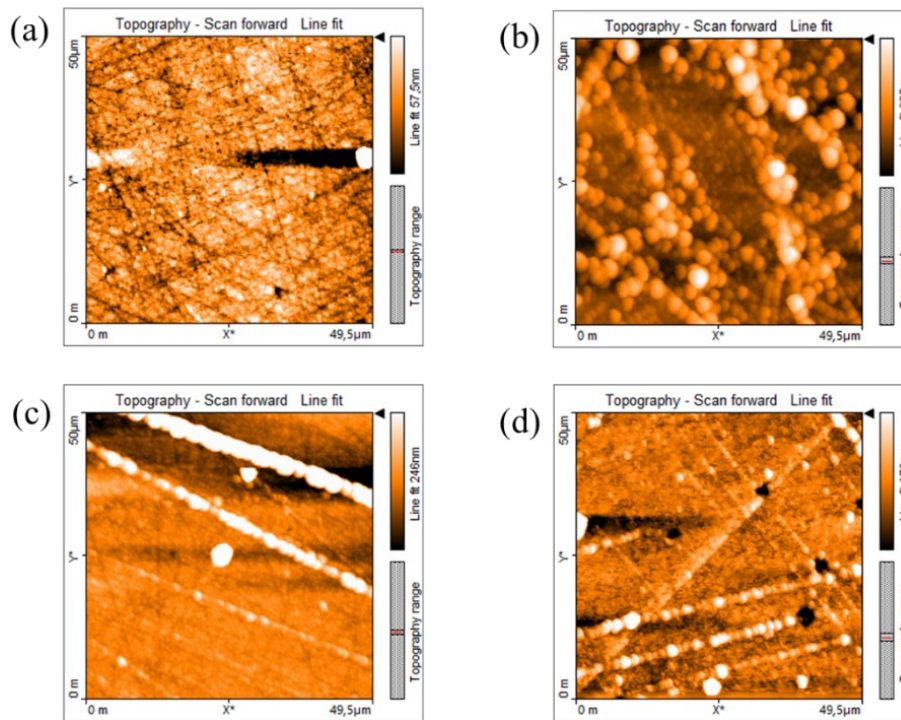


Figura 5-23. Morfología bidimensional de (a) sustrato de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$, y de (b-d) sustratos de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ con recubrimientos de: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO

Al definir las condiciones de trabajo más viables para el desarrollo de los dispositivos sobre estos sustratos, se hace un segundo experimento usando el sustrato de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ y la alúmina (Al_2O_3); este se especifica en la Tabla 5-9.

Tabla 5-9. Condiciones de conformado de películas ferroeléctrica

Código	Deposición	Tratamiento Térmico	Fabricación del resonador	Espesor película [μm]
STO_V2_t2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	Fotolitografía	2.8130
BSTO_V2_t2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	Fotolitografía	4.1070
BTO_V2_t2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	Fotolitografía	3.9217
BTO_V1_t1	2000 rpm (5 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	Fotolitografía	

En la Figura 5-24 es posible visualizar el sustrato de Al_2O_3 con presencia de capa de diferentes películas ferroeléctricas, estas micrografías presentan una tonalidad diferente a la mostrada en la Figura 5-18(a) que representa el sustrato de Al_2O_3 . Las diferentes imágenes permiten apreciar un alto cubrimiento de la película ferroeléctrica sobre este tipo de sustratos, siendo la muestra BTO_V1_t1 la que exhibe una menor integridad y homogeneidad de la película ferroeléctrica.

Por otro lado, la Figura 5-25 presenta las micrografías bidimensionales de las películas ferroeléctricas desarrolladas sobre $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$, para las cuales se evidencian cambios superficiales al ser comparadas con la Figura 5-18(c), además de observarse presencia de zonas que parecen no estar recubiertas (“islas”). En el caso de la muestra de BTO_V1_t1, la superficie es más porosa y sin presencia de “islas”, lo que se debe a las condiciones de deposición de la película ferroeléctrica.

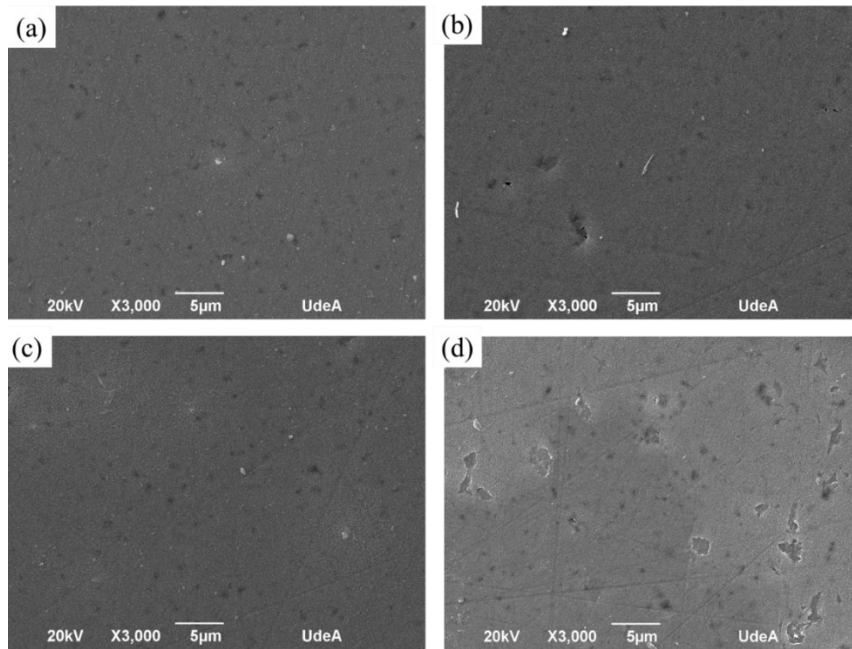


Figura 5-24. SEM de sustrato de Al_2O_3 con deposición de: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, (c) BTO_V2_t2, y (d) BTO_V1_t1

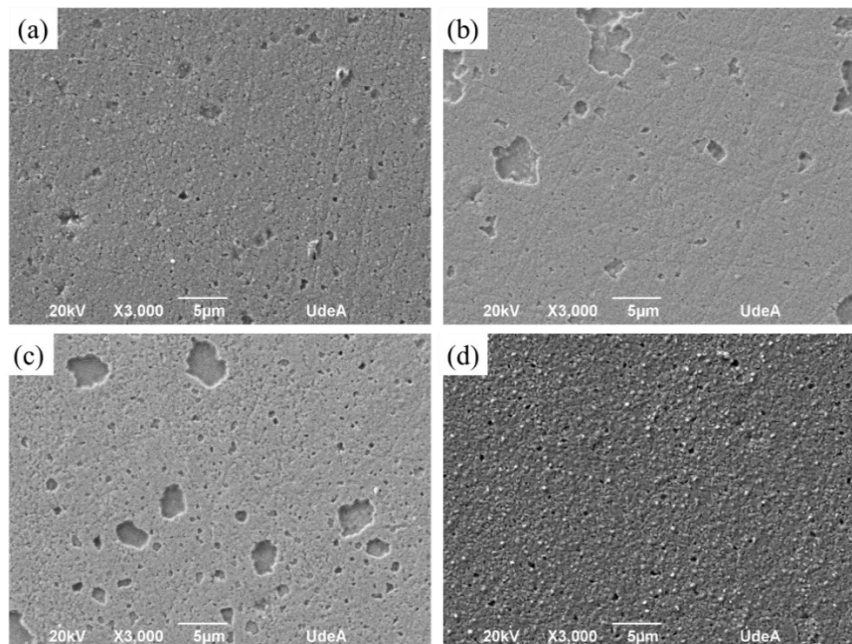


Figura 5-25. Morfología SEM del sustrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ depositado con: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, (c) BTO_V2_t2, y (d) BTO_V1_t1

Tabla 5-10. Cuantificación de la composición elemental de las películas ferroeléctricas depositadas sobre Al₂O₃/Ni-Cr/Au

Elemento	STO_V2_t2		BSTO_V2_t2		BTO_V2_t2	
	Peso [%]	Atómico [%]	Peso [%]	Atómico [%]	Peso [%]	Atómico [%]
O K			6.05 ± 0.85	42.61	7.28 ± 0.92	46.89
Ti K	0.54 ± 0.07	1.98	0.63 ± 0.09	1.47	0.74 ± 0.09	1.59
Cr K	1.73 ± 0.08	5.86	0.93 ± 0.07	2.01	1.54 ± 0.08	3.04
Ni K	1.37 ± 0.11	4.11			0.73 ± 0.10	1.27
Sr L	1.48 ± 0.13	2.99	1.22 ± 0.12	1.57		
Ba L			0.69 ± 0.22	0.56	1.28 ± 0.23	0.96
Au M	94.89 ± 0.19	85.06	90.49 ± 0.85	51.78	88.43 ± 0.92	46.25

La Tabla 5-10 junto con las Figuras 5-26, 5-27 y 5-28 expresan la cuantificación de los elementos que componen las películas ferroeléctricas, mostrando a su vez algunos elementos representativos del sustrato de Al₂O₃/Ni-Cr/Au. El análisis EDX mostrado en las figuras es desarrollado mediante barrido sobre el área mostrada y por mapeo; este último exhibe la distribución de los elementos que componen la película y el sustrato. Al realizar el análisis EDX por mapeo se identificó que las “islas” son zonas que contienen recubrimiento ferroeléctrico con un menor espesor. En el caso específico de la Figura 5-26, el análisis EDX no identificó la presencia del oxígeno contenido en la película ferroeléctrica de STO y en el sustrato.

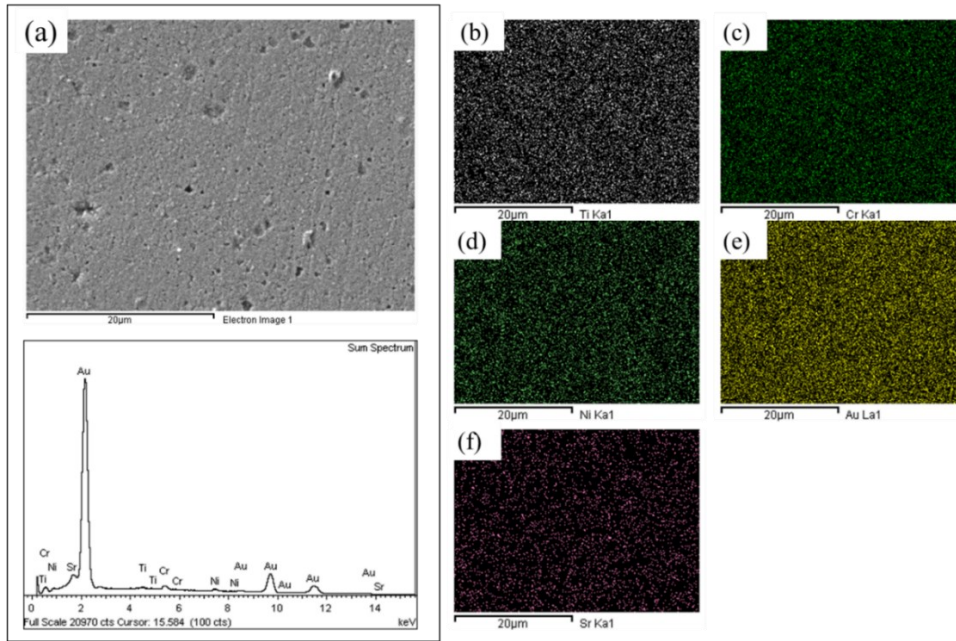


Figura 5-26. (a) EDX del substrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr/Au/STO_V2_t2}$; con mapeo de elementos: (b) titanio, (c) cromo, (d) níquel, (e) oro, y (f) estroncio

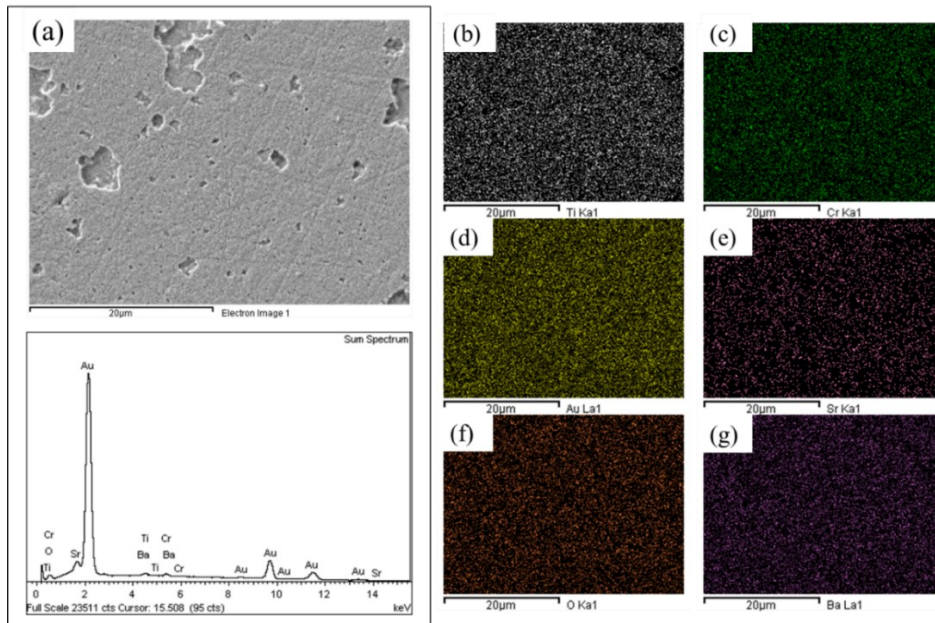


Figura 5-27. (a) EDX del substrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr/Au/BSTO_V2_t2}$; con mapeo de elementos: (b) titanio, (c) cromo, (d) oro, (e) estroncio, (f) oxígeno, y (g) bario.

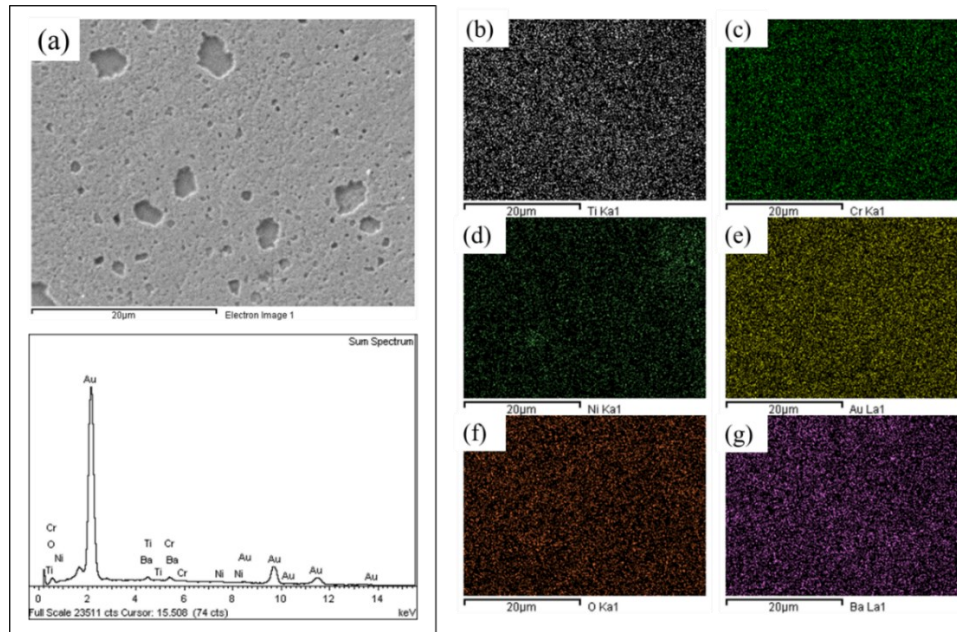


Figura 5-28. (a) EDX del sustrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}/\text{BTO_V2_t2}$; con mapeo de elementos: (b) titanio, (c) cromo, (d) níquel, (e) oro, (f) oxígeno, y (g) bario.

Por medio de la Figura 5-29 fue posible determinar los espesores de las películas ferroeléctricas que se reportan en la Tabla 5-9; de esta forma se obtienen espesores más gruesos que los reportados para películas delgadas depositadas por *spin coating* en la Tabla 3-1 (ver, inciso 3.3.1). El valor de espesor de sustrato de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ determinado por medio de la imagen SEM presenta un error de 3.76 % con respecto al valor reportado por el fabricante (635 μm de Al_2O_3 , 0.2 μm de Ni-Cr, y 3 μm de Au; lo que corresponde a un espesor total de 638.2 μm).

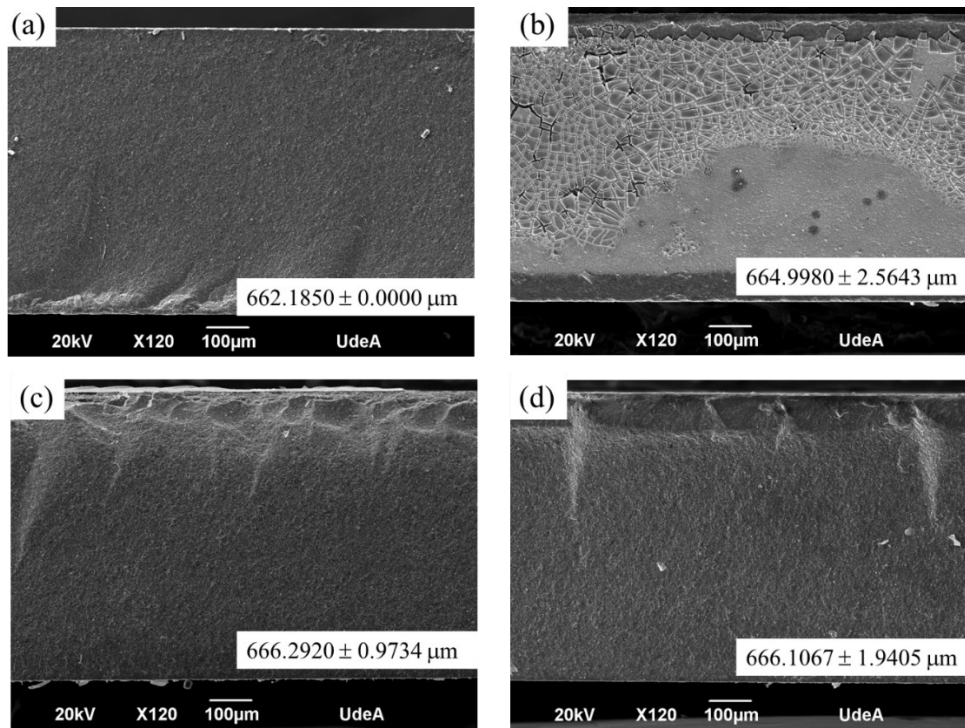


Figura 5-29. Morfología de la sección transversal de: (a) sustrato $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$, (b) STO_V2_t2 , (c) BSTO_V2_t2 , y (d) BTO_V2_t2 .

Por otra parte, el espesor de la capa $\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ es de $3.2 \mu\text{m}$; al depositar las películas ferroeléctricas sobre sustratos de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ que presentan una zona sin $\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ se obtiene mediante imagen AFM 2D la Figura 5-30, donde se observa una reducción considerable del espesor del escalón ($3.2 \mu\text{m}$). La Figura 5-31 rectifica lo evidenciado en la Figura 5-30 al usar el software WSxM. Las mediciones de Rz1max se reportan en la Figura 5-32 mostrando también la presencia del escalón en su grafica adjunta.

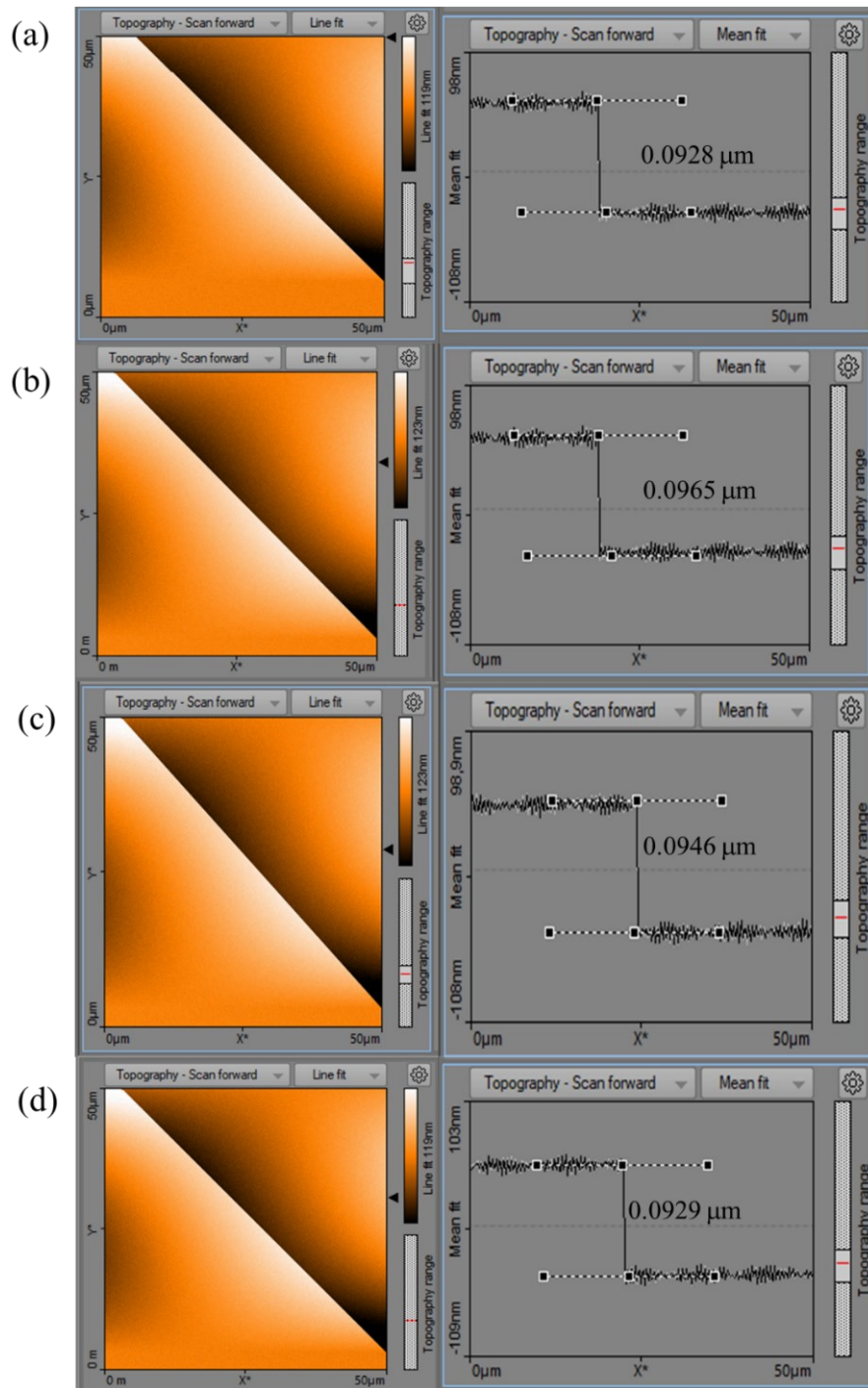


Figura 5-30. Medición de espesor en AFM de sustratos de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ depositados con: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, (c) BTO_V2_t2, y (d) BTO_V1_t1.

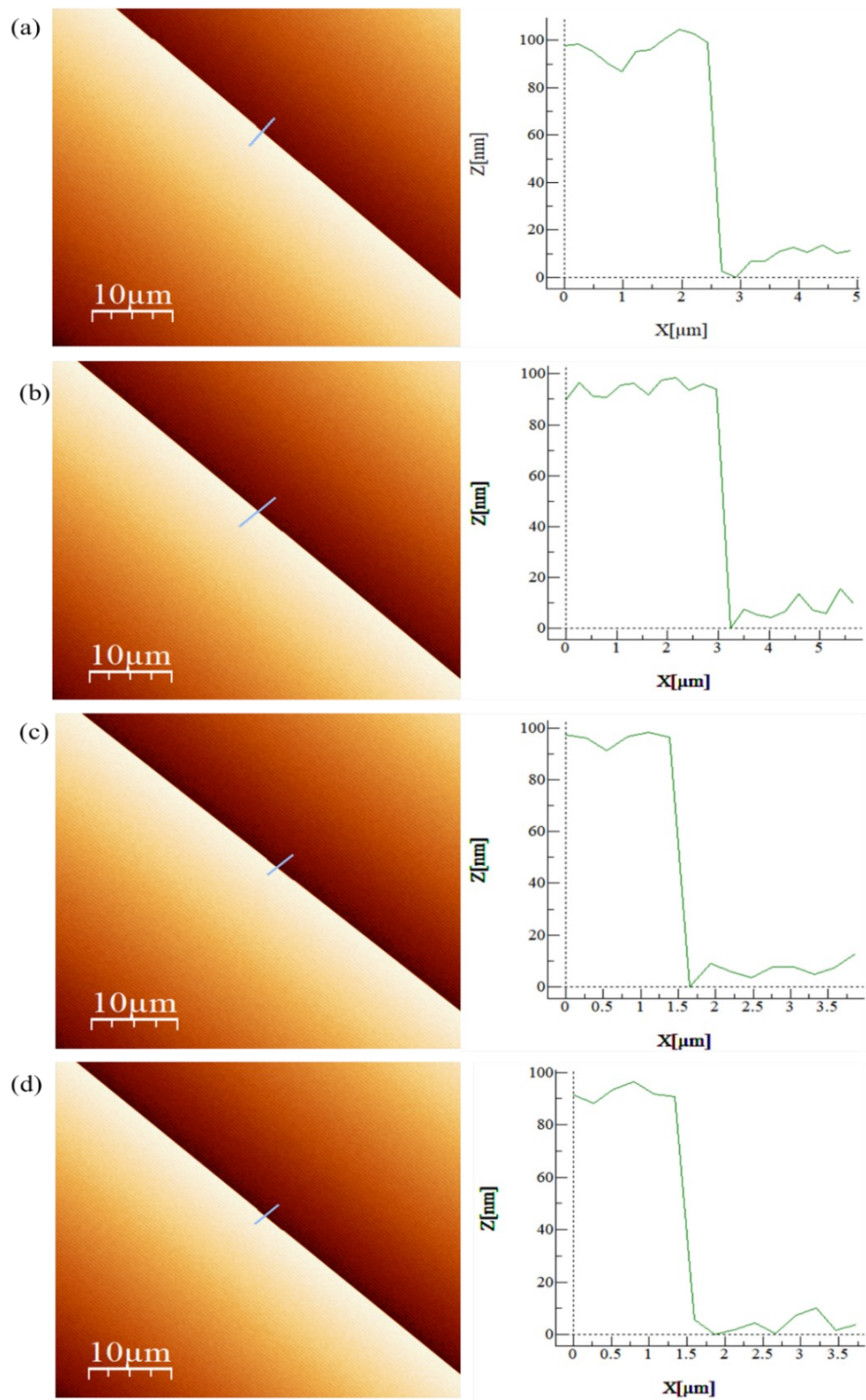


Figura 5-31. Medición de espesor en el software WSxM de substratos de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ depositados con: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, (c) BTO_V2_t2, y (d) BTO_V1_t1

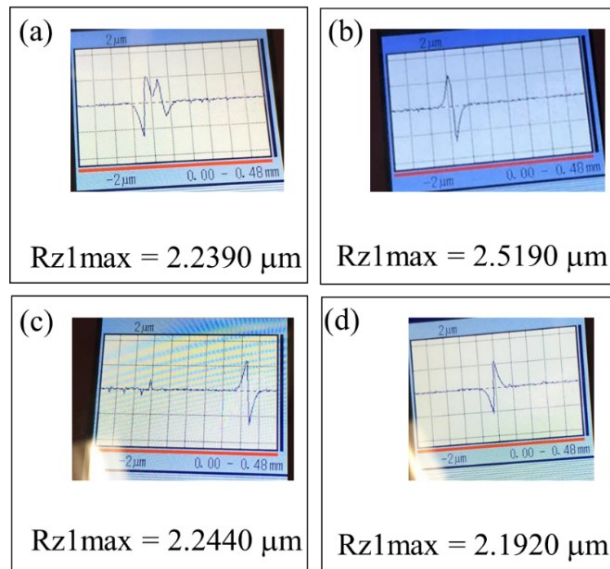


Figura 5-32. Determinación de Rz1 max de la película ferroeléctrica depositadas sobre $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$: (a) STO_V2_t2, (b) BSTO_V2_t2, (c) BTO_V2_t2, y (d) BTO_V1_t1

5.1.3 Caracterización Dieléctrica

En la Figura 5-33 se visualizan los resonadores CPW usados para realizar la medición de las características dieléctricas de las tres películas de materiales cerámicos ferroeléctricos evaluadas. En esta figura resalta el desprendimiento total de la capa Ni-Cr/Au para algunos resonadores. Según lo expresado por [75] y los resultados reportados en la Tabla 5-11, es más común el desprendimiento total de la capa Ni-Cr/Au para los dispositivos fabricados mediante ablación láser.

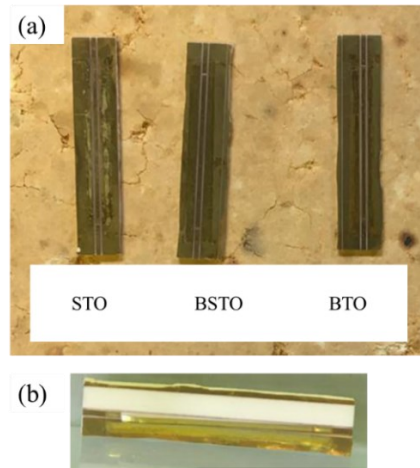


Figura 5-33. Resonador CPW: (a) con incorporación de STO, BSTO y BTO respectivamente, y (b) desprendimiento de capa Ni-Cr/Au

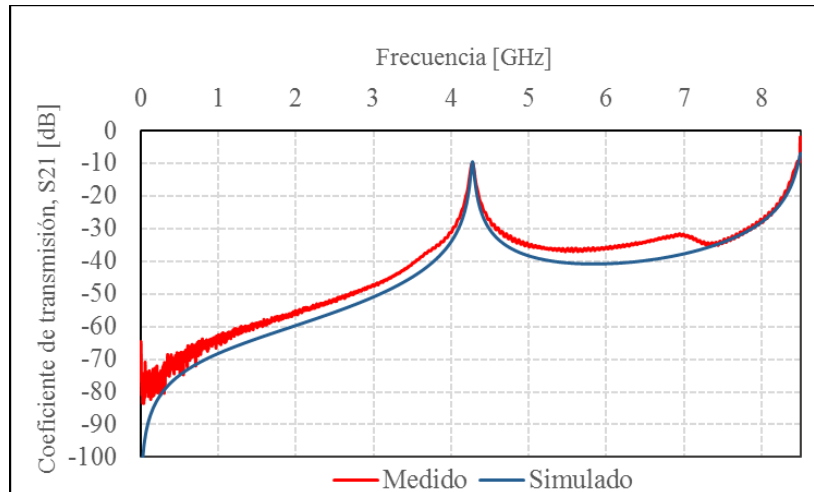
Tabla 5-11. Parámetros usados en la incorporación de películas ferroeléctricas en resonadores CPW fabricados por diferentes técnicas

Código	Deposición	Tratamiento Térmico	Fabricación del resonador	Observación
STO_V1_t1	2000 rpm (5 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	Ablación láser	Se desprende capa de Au
BSTO_V1_t1	2000 rpm (5 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	Ablación láser	Se desprende capa de Au
BTO_V1_t1	2000 rpm (5 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	Ablación láser	Se desprende capa de Au
STO_V2_t2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	Fotolitografía	Adherencia débil de Au
BSTO_V2_t2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	Fotolitografía	Adherencia débil de Au
BTO_V2_t2	3000 rpm (20 s)	700 °C (1 h, 1 °C/min)	Fotolitografía	Adherencia débil de Au

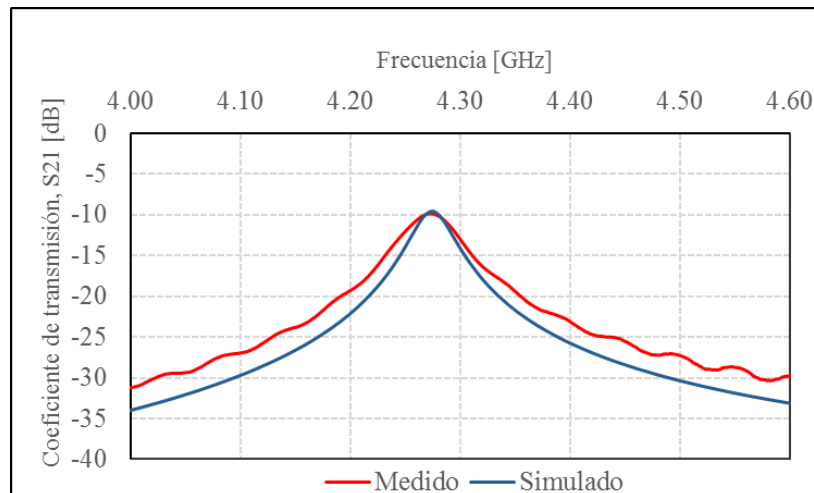
- Resonador CPW sin Película Ferroeléctrica

Se realizaron simulaciones del resonador CPW sin película ferroeléctrica utilizando el software de simulación electromagnética CST Microwave Studio Suite™ 2019, y se midieron en el analizador vectorial de red (VNA) los picos de resonancia en un intervalo de frecuencia entre 0 y 8.5 GHz para el resonador CPW fabricado, como se muestra en la Gráfica

5-3, de este modo fue posible validar el diseño y la construcción de los resonadores CPW por la concordancia en la frecuencia de resonancia reportada en la Gráfica 5-4, obteniéndose un pico de resonancia fundamental de 4.2755 GHz (-9.5500 dB).



Gráfica 5-3. Coeficiente de transmisión medido (en rojo) y simulado (en azul) en rango de frecuencia entre 0 y 8.5 GHz para el resonador CPW de referencia o sin película ferroeléctrica.



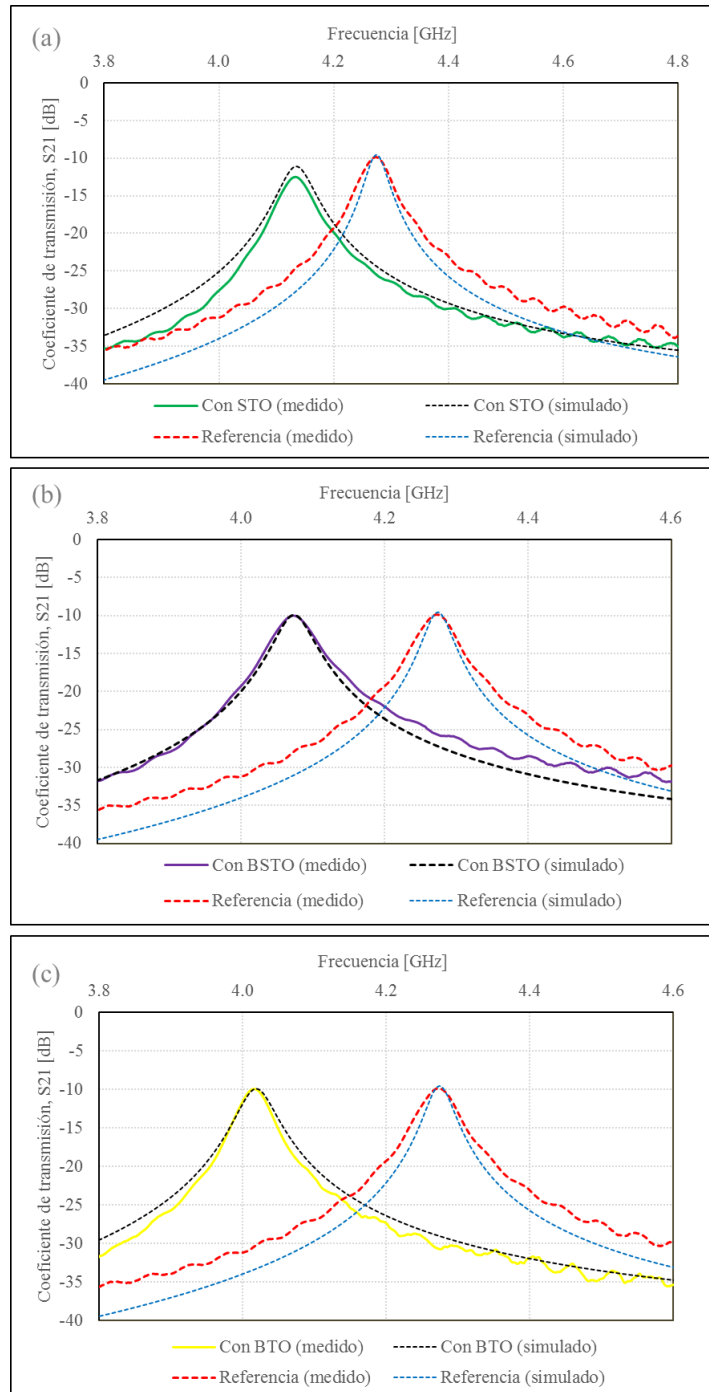
Gráfica 5-4. Acercamiento en el rango de frecuencia entre 4.0 y 4.6 GHz del pico de resonancia fundamental del resonador CPW de referencia (sin película).

▪ Resonador CPW con Película Ferroeléctrica

En la Gráfica 5-5 se presentan los picos de resonancia medidos y simulados en el intervalo de frecuencia entre 3.8 y 4.8 GHz para los resonadores CPW con y sin presencia de recubrimiento ferroeléctrico, de modo que se observa un desplazamiento promedio de 0.2035 GHz hacia frecuencias menores para los resonadores CPW con películas ferroeléctricas. Los picos de resonancia fundamental para los resonadores con recubrimientos de STO, BSTO, y BTO se presentan en 4.116 GHz (-12.6000 dB), 4.0800 GHz (-10.0900 dB), y 4.0200 GHz (-10.0900 dB) respectivamente.

Es importante tener en cuenta que las dimensiones de los resonadores con películas ferroeléctricas son las mismas del resonador de referencia (sin película). Por otro lado, en la Tabla 5-12 se reportan las constantes dieléctricas (ϵ_r) y la tangente de pérdidas ($\tan \delta$) para los diferentes materiales desarrollados en las frecuencias de resonancia, parámetros determinados según lo descrito en [1], [75]. Esta tabla muestra reducciones en frecuencia de resonancia de 0.1595, 0.1955, y 0.2555 GHz, respectivamente para STO, BSTO y BTO en comparación con el resonador sin película (referencia). Adicionalmente, se exhibe un aumento significativo en la tangente de pérdidas al incorporar materiales ferroeléctricos en la superficie del resonador CPW de referencia, con excepción del resonador recubierto con BTO que, al ser comparado con el resonador de referencia, evidencia pérdidas despreciables junto con el valor más alto de constante dieléctrica entre los materiales evaluados.

Al determinar el porcentaje de reducción de tamaño (MR) de los resonadores CPW (ecuación 2.14) utilizados para el proceso de caracterización de estos materiales, se determinan valores de 3.7 % para STO, 4.6 % por recubrimiento de BSTO, y 6.0 % por presencia de BTO, con respecto al resonador de referencia. Los bajos porcentajes de reducción, se deben a diferentes factores relacionados con el material desarrollado: el tipo de película (en este caso, delgada), la distribución de esta en la superficie del dispositivo y la presencia de defectos superficiales en la capa depositada.



Gráfica 5-5. Comparación de los picos de resonancia fundamental del resonador CPW recubierto con película de: (a) STO, (b) BSTO, y (c) STO, y el resonador CPW de referencia (sin película)

Tabla 5-12. Caracterización dieléctrica de STO, BSTO y BTO

Código	Frecuencia [GHz]	Caracterización dieléctrica	
		ϵ_r	$\tan \delta$
STO_V2_t2	4.1160	92	0.0112
BSTO_V2_t2	4.0800	136	0.0104
BTO_V2_t2	4.0200	232	0.0080
Referencia	4.2577		0.0078

Autores como [45], [114], [115] desarrollaron invenciones usando materiales como el STO con baja constante dieléctrica en antenas que operan a baja frecuencia. En el caso de BSTO, se reporta permitividad de 130 y pérdidas de 0.0153 en [78]; mientras que, [116], [117] muestran tangentes de pérdida alrededor de 0.01, lo que corresponde con los resultados obtenidos. Por otro lado, [44], [118], [119] evidenciaron para BTO constantes dieléctricas altas (ϵ_r entre 10 y 40000). Además, se identificó que al usar la técnica de deposición de *screen printing* (películas gruesas) en materiales como BTO y BSTO ($\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{TiO}_3$) se obtendrían constantes dieléctricas más altas que las reportadas para películas delgadas, lo que se debe a un mayor espesor de material ferroeléctrico depositado sobre el dispositivo [120], [121].

Estos materiales ferroeléctricos (ϵ_r entre 92 y 232, $\tan \delta$ alrededor de 0.01), pueden ser utilizados en dispositivos sintonizables como varactores, condensadores, antenas de baja frecuencia, antenas UHF de banda ancha, antenas dipolo de bajo perfil integradas con varactores, antenas VHF/UHF miniaturizadas, entre otros [115], [116], [118], [122]–[128].

5.2 Antena *Microstrip* con Parche Rectangular

La Figura 5-34 muestra el espesor de la resina usada en el proceso litográfico para grabar los patrones de las antenas sobre los substratos, obteniendo un valor aproximado de 3.7000 μm . Esta figura exhibe algunos picos o saltos que se deben a la baja resolución del patrón

generado en el acetato. Esto se visualiza con mayor precisión en la Figura 5-34(a), donde se muestran detalles en los bordes del grabado relacionados con la porosidad del acetato que contiene el patrón de la antena, por lo que es importante garantizar la porosidad del acetato para tener procesos fotolitográficos con alta precisión de grabado.

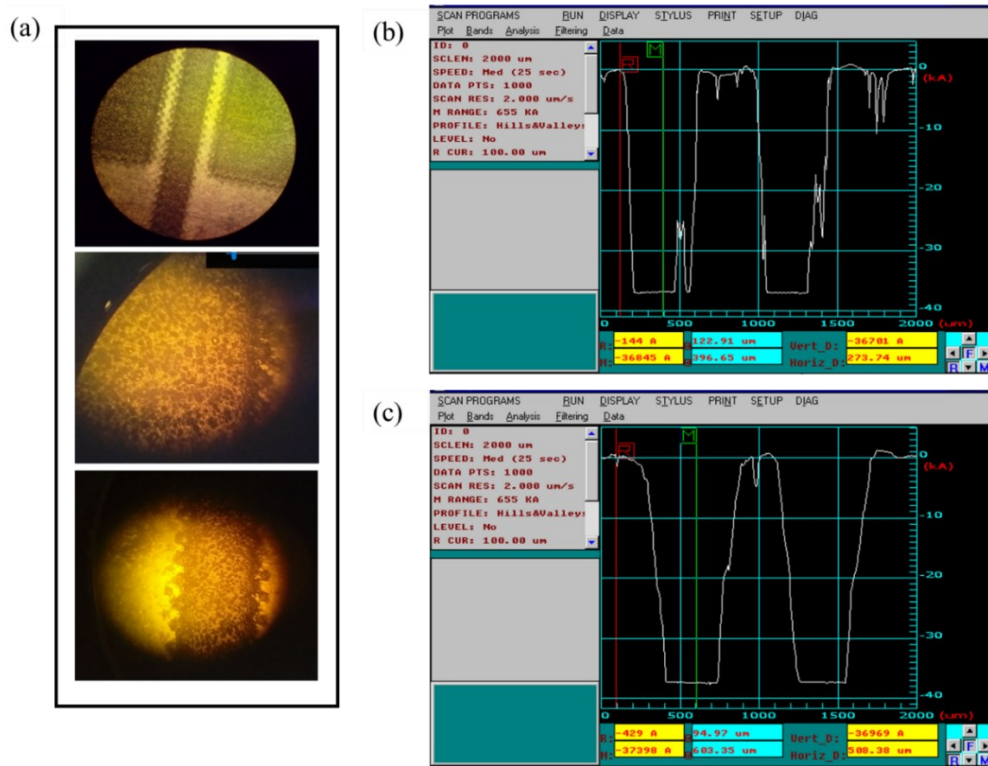


Figura 5-34. Antena de parche *microstrip*: (a) vista superficial con resina, y (b-c) perfil de altura o medición de espesor para dos patrones grabados de antena

5.2.1 Antena Referencia

Los parámetros de diseño mostrados en la Tabla 5-13, se determinaron según lo reportado en el marco teórico (inciso 2), para una frecuencia de 2.8 GHz, $h = 0.6350 \text{ mm}$, y $\epsilon_r = 9.8$. Al comparar los parámetros calculados por medio de las ecuaciones con los simulados en el software CST Microwave Studio Suite™ 2019, se aprecian diferencias entre 0.2 y 5.3 %. En

la Figura 5-35 se puede visualizar el modelo de la antena de parche *microstrip* simulado por medio del software ya mencionado.

Tabla 5-13. Parámetros calculados y medidos para la antena

Parámetro	Calculado [mm]	Simulado [mm]	Error [%]
Ancho (W)	23.0500	23.1000	0.22
Longitud (L)	17.6000	17.9000	1.70
Distancia (y_0)	6.8400	7.2000	5.26

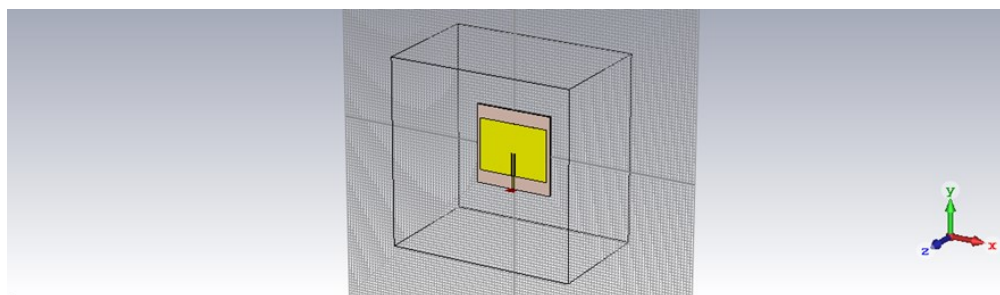


Figura 5-35. Modelo de las antenas simulado en CST microwave Studio Suite

Luego de diseñar y construir la antena, se prosigue con la validación de los parámetros S_{11} (pérdida de retorno) utilizando el analizador vectorial de red (VNA) y un montaje que consta del ensamble con conector SMA (Amphenol RF 132414) de la Figura 5.36. Aquí se mide la frecuencia de resonancia para las antenas diseñadas, la cual, según la Gráfica 5-6, corresponde a 2.7200 GHz (-16.0237 dB), teniendo una concordancia admisible con respecto a la simulación realizada.

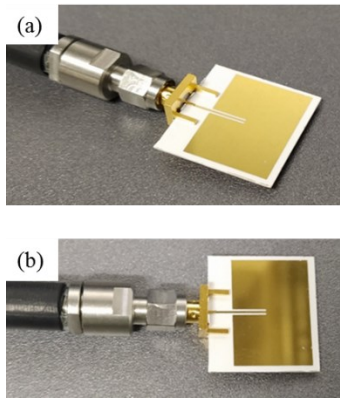
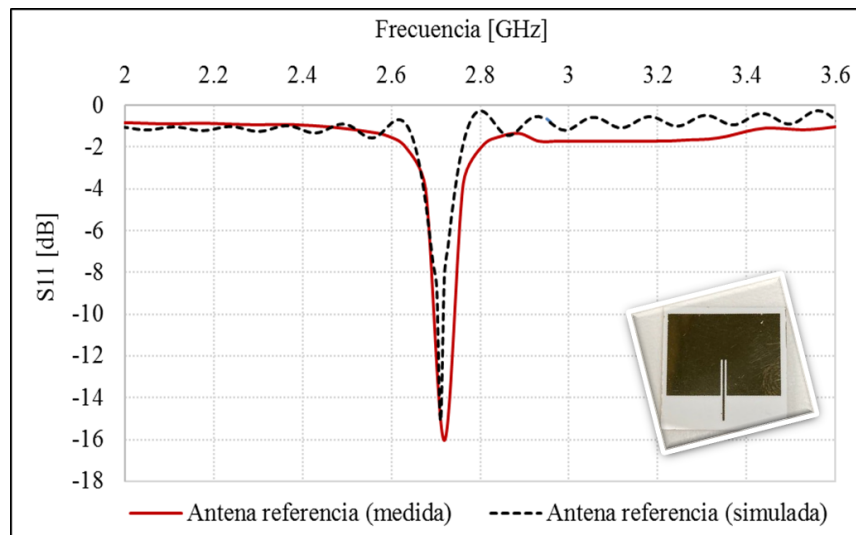


Figura 5-36. Antena de referencia en montaje de medición usado VNA

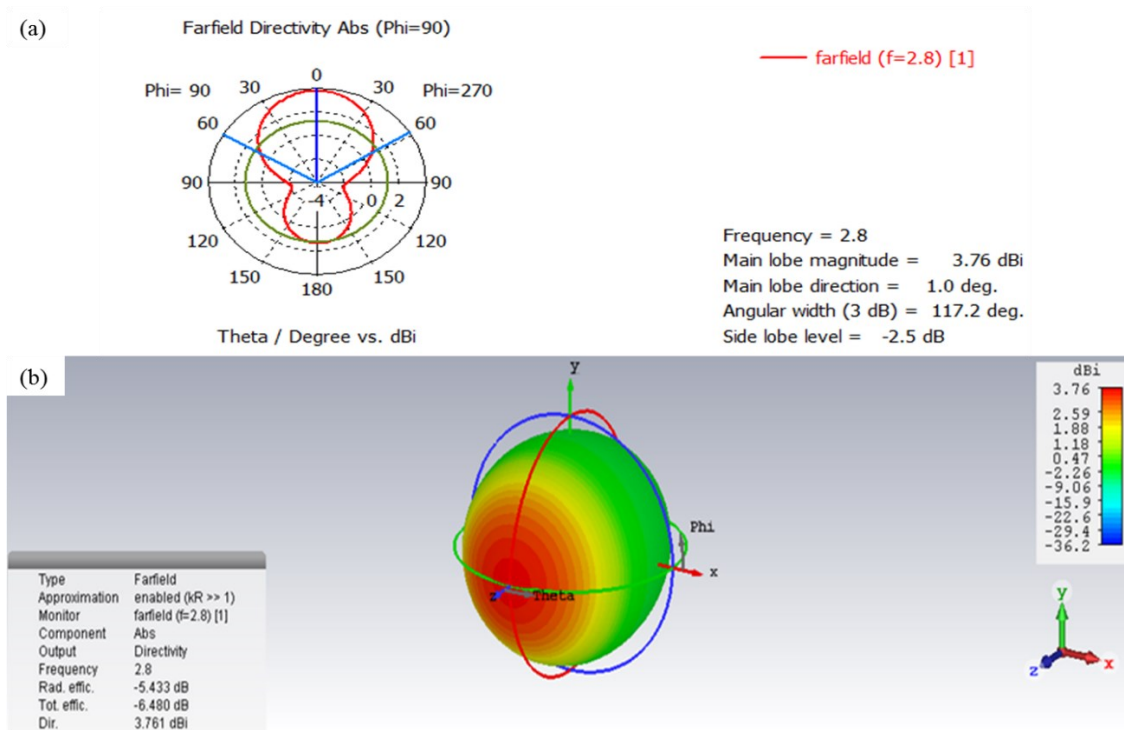


Gráfica 5-6. Parámetros S_{11} medidos y simulados para la antena de referencia (sin película)

La Gráfica 5-6 también muestra que se diseñó una antena con banda única, con pérdidas de 0 dB en frecuencias diferentes a 2.7200 GHz. Además, según [129] las diferencias encontradas en los niveles de radiación de las simulaciones y las mediciones pueden ser mejoradas significativamente al variar la posición de la línea de alimentación, de modo que la impedancia se acerque más a 50Ω . Para las dimensiones y material del sustrato utilizado en las antenas (alúmina con $\epsilon_r = 9.8$ y espesor de 0.635 mm) se obtuvo finalmente una impedancia de entrada de 58Ω ; al determinar el coeficiente de reflexión del voltaje, se

obtiene un valor de acoplamiento de impedancia entre la fuente y la carga en los terminales de entrada de la antena de 0.0741, con una desadaptación de impedancia entre la antena y la fuente de 0.1482. Las dimensiones de la línea de alimentación bien podrían ajustarse a los 50Ω , pero esto comprometería el acople con las dimensiones del conector SMA, presentando una discontinuidad en la entrada de la antena.

Según la Gráfica 5-7, la antena que opera a 2.8 GHz es direccional con un lóbulo principal ubicado en 1° (directividad de 3.76 dB), eje de ganancia máxima en z positivo, y eficiencia total y de radiación de -6.4800 y -5.4330 dB, respectivamente. La relación entre lo que radia por delante y por detrás es de 2.76 dB, que se consideran como los dB adicionales que presenta la antena en comparación con una antena isotrópica (trazo verde en la gráfica polar). De este modo se obtiene una antena con poca directividad que tiene la capacidad de radiar con intensidad heterogénea en todas las direcciones.



Gráfica 5-7. Diagrama de radiación simulado: (a) Plano E, y (b) tridimensional

5.2.3 Antenas Recubiertas con Ferroeléctrico

Al desarrollar las antenas con presencia superficial de materiales ferroeléctricos y comparar los resultados obtenidos al simular y medir los parámetros fundamentales, se evidencian porcentajes de error de frecuencias de resonancia despreciables para antenas recubiertas con materiales como STO y BTO (Tabla 5-14), mientras que se muestran errores con un grado de relevancia muy bajo para la antena con película BSTO y la antena sin presencia de película ferroeléctrica. También, es posible deducir esto en la Gráfica 5-8, donde a diferencia de la antena de referencia se distinguen picos secundarios de baja intensidad, y se observan cercanías en la ubicación de los picos de resonancia.

Tabla 5-14. Relación entre las mediciones y las simulaciones de las antenas

Código	f_0 [GHz]	f_0 [GHz]	Error f [%]	S_{11} [dB]	S_{11} [dB]	Error S_{11} [%]
	medida	simulada		medida	simulada	
STO_V2_t2	2.5925	2.5925	0.001	-14.2222	-12.9958	9.437
BSTO_V2_t2	2.5300	2.5200	0.397	-14.8000	-14.4000	2.778
BTO_V2_t2	2.2950	2.2950	0.001	-17.6076	-17.5371	0.402
Referencia	2.7200	2.7115	0.313	-16.0237	-15.0955	6.149

En la Tabla 5-15 se observan anchos de banda (BW) que no superan el 1%; esto implica que las antenas resuenan a rangos de frecuencias reducidos que rodean cercanamente a la frecuencia de resonancia. Específicamente, para STO, BSTO, y BTO se tienen rangos de frecuencia de resonancia de 2.5840 – 2.6009 GHz, 2.5100 – 2.5500 GHz, y 2.2534 – 2.3375 GHz, respectivamente. La diferencia más apreciable que se obtuvo entre la frecuencia de resonancia de la antena con y sin presencia de película fue para el material BTO. Adicionalmente, el factor de calidad total de las antenas de parche con alimentación *microstrip* muestra bajas tasas de pérdida de energía en relación con la energía almacenada en los dispositivos.

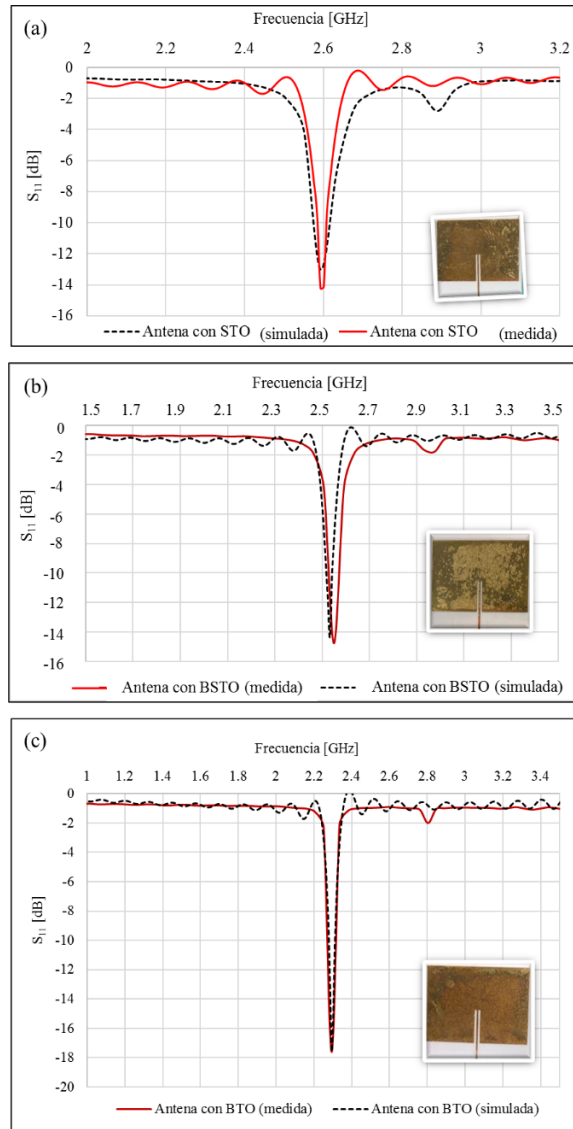
Por otro lado, la tasa de miniaturización sobre el tamaño de las antenas más relevante se obtiene para el BTO con un valor aproximado de 16% debido a la calidad de la distribución del material en el dispositivo, como se puede observar en la Gráfica 5-8(c). Al comparar este resultado con el obtenido para los resonadores CPW, es posible evidenciar que el área recubierta y la cantidad de recubrimiento que se deposita juegan un papel importante en la miniaturización de los dispositivos.

Autores como [16], [128] desarrollaron procesos de miniaturización de antenas multifuncionales con películas delgadas de estos materiales; esto implica que las condiciones de miniaturización obtenidas puede ser ligadas a procesos de sintonizabilidad, o reconfiguración para generar una mayor aplicabilidad de la antena desarrollada.

Las antenas desarrolladas con operación en rangos de frecuencia entre 2.30 y 2.60 GHz pueden ser útiles para aplicaciones en la banda S, como es el caso de los radares meteorológicos, radares de buques de superficies y algunos satélites de comunicación utilizados por la NASA [130], [131].

Tabla 5-15. Tasa de miniaturización sobre el tamaño de las antenas

Código	f_0 [GHz]	S11[dB]	BW [%]	Factor Q_T	MR [%]
STO_V2_t2	2.5925	-14.2222	0.01	10000	4.7
BSTO_V2_t2	2.5300	-14.8000	0.02	20000	7.0
BTO_V2_t2	2.2950	-17.6076	0.04	40000	15.6
Referencia	2.7200	-16.0237	0.03	30000	



Gráfica 5-8. Parámetros S_{11} medidos y simulados a antenas recubiertas con: (a) STO, (b) BSTO, y (c) BTO

Capítulo 6

CONCLUSIONES Y PERSPECTIVAS

6.1 Respecto a los Objetivos Específicos

Uno de los resultados más relevantes del presente trabajo lo constituye la obtención de películas delgadas de materiales ferroeléctricos (titanatos de estroncio, bario-estroncio y bario, STO, BSTO y BTO, respectivamente) por la técnica de Sol-Gel con buena calidad para las aplicaciones propuestas. En este sentido, pudo determinarse una ruta de trabajo para la elaboración de estos materiales con una estabilidad aceptable, después de adaptar los procedimientos reportados en la literatura con las condiciones de trabajo del Centro de Laboratorios de la Universidad EAFIT.

Mediante el estado del arte fue posible identificar los dispositivos que operan en RF/microondas con mayor tendencia a la incorporación de películas ferroeléctricas. Para el caso específico de los titanatos de estroncio, bario-estroncio y bario, se determinó que las antenas miniaturizadas, sintonizables o reconfigurables deben la optimización de su

funcionalidad a las características dieléctricas de estos materiales cerámicos. Adicionalmente, se logró evidenciar que antes de desarrollar antenas con incorporación de materiales cerámicos ferroeléctricos, se hace necesario estudiar las características fisicoquímicas y dieléctricas del material para determinar su grado de utilidad en una aplicación específica.

La constante dieléctrica de las películas ferroeléctricas estudiadas se determinó en 92, 136, y 232, con tangente de pérdidas de 0.0112, 0.0104, y 0.0080, respectivamente para STO, BSTO y BTO y con tasa de miniaturización (MR) de los resonadores CPW de 3.7 %, 4.6 %, y 6.0 %, para STO, BSTO y BTO respectivamente.

Para las antenas microstrip elaboradas se obtuvieron MR de 4.7 %, 7.0 %, y 15.6 %, para STO, BSTO y BTO con frecuencias de resonancia de 2.5925 GHz (-14.2222 dB), 2.5300 GHz (-14.8000 dB), y 2.2950 GHz (-17.6076 dB), con anchos de banda de 0.01%, 0.02%, y 0.04%. Las comparaciones se hicieron con una antena de referencia (sin recubrimiento) con las siguientes especificaciones: frecuencia de resonancia de 2.7200 GHz (-16.0237dB), y ancho de banda de 0.03%.

6.2 Sobre la Caracterización del Material

La técnica sol-gel permite obtener materiales ferroeléctricos con fase cristalina de STO, BSTO y BTO que presentan una estructura perovskita cúbica, también con presencia de fases secundarias relacionadas con la presencia de dióxido de titanio, carbonato de estroncio y carbonato de bario, que se generan al tratar las muestras a 700 °C (1h, 1°C/min), o por debajo de este valor.

Los ensayos realizados sobre sustratos de Al_2O_3 permitieron identificar las mejores condiciones de deposición por *spin coating* y de tratamiento térmico para estas películas, en este caso 3000 rpm (20 s) y 700 °C (1h, 1°C/min), respectivamente; al trabajar bajo estas condiciones los daños superficiales tienden a ser menores. Al llevar a cabo la caracterización

de los materiales ferroeléctricos se cumplió con el 80% de los pendientes y trabajos futuros reportados en [75], tesis de maestría que precede a la presente.

Por otro lado, los experimentos que se realizaron sobre los sustratos $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ y el tipo de Al_2O_3 presente en el sustrato anterior, permitieron visualizar películas ferroeléctricas con una distribución homogénea que mantenía la integridad de la capa ferroeléctrica en toda la superficie depositada, presentando mayor porosidad de películas ferroeléctricas al ser depositadas sobre la superficie del oro.

En general, las películas ferroeléctricas desarrolladas no pudieron ser visualizadas con claridad en vista transversal usando el microscopio electrónico de barrido (SEM). Sin embargo, se determinaron los espesores de estas al evaluar las diferencias en la totalidad de los sustratos. De este modo, para las películas depositadas sobre $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Cr}/\text{Au}$ se obtuvieron espesores de 2.8130, 4.1070, y 3.9217 μm , respectivamente para STO, BSTO, y BTO.

6.3 Acerca de la Miniaturización de la Antena

Al evaluar el factor de miniaturización de antenas de parche *microstrip* recubiertas con diferentes materiales ferroeléctricos, ha sido posible evidenciar la importancia de desarrollar películas ferroeléctricas con un alto nivel de integridad, recubrimientos homogéneos con espesores apreciables y baja presencia de defectos superficiales para afianzar una mayor ganancia de porcentaje de miniaturización en los dispositivos intervenidos.

6.4 Trabajo Futuro

Como trabajo futuro se propone realizar las deposiciones de películas delgadas vía sol-gel por técnicas como *dip coating* y *screen printing* para determinar el método que permita

obtener dispositivos con incorporación de películas ferroeléctricas más funcionales, con mejor apariencia superficial de la película y características dieléctricas optimizadas.

Adicionalmente, se hace necesario desarrollar películas ferroeléctricas en sustratos cerámicos con y sin metalización como es el caso de Si/SiO₂/Ti/Pt, Si/SiO₂/Ti/Pt/Au, materiales flexibles, zafiro, silicio, entre otros, por medio de deposiciones usando la técnica seleccionada con anterioridad, para identificar la importancia de agregar la metalización antes (película ferroeléctrica incorporada en sándwich en el dispositivo) o después de la deposición de la película ferroeléctrica.

También, se debe modificar el proceso de síntesis sol-gel con adiciones de óxido, y dopaje (normalmente con itrio, manganeso, magnesio, y potasio), para aumentar la funcionalidad de las propiedades dieléctricas de los tres materiales estudiados, así como también, la formación de multicapas escalando los titanatos.

Se propone evaluar el comportamiento de las características dieléctricas de las películas ferroeléctricas bajo diferentes espesores y temperaturas de operación para establecer los límites de una funcionalidad con mayor aplicabilidad.

Diseñar y fabricar arreglos de antenas de parche con tecnología microstrip en la alimentación con incorporación de películas ferroeléctricas, de modo que se pueda establecer la condición de diseño que permita brindar un mayor aprovechamiento de las propiedades dieléctricas del material ferroeléctrico, variando a su vez las dimensiones de los diferentes diseños.

También, debe estandarizarse el procedimiento convencional de fotolitografía dentro de las instalaciones de la Universidad EAFIT, teniendo en cuenta que la fuente UV tipo H del autenticador de moneda SLD-16M tiene una alta resistencia de 16 W. Por lo tanto, para desarrollar el proceso fotolitográfico bajo condiciones similares a las indicadas por la Universidad de los Andes, es necesario que la resina sea expuesta en este dispositivo por lo menos 8 min con 26 s.

Por último, se hace necesario evaluar para los dispositivos desarrollados la dependencia de la permitividad dieléctrica a un campo eléctrico aplicado para la determinación de la

sintonizabilidad, que también permitirá especificar parámetros de la antena sintonizable como la tasa de frecuencia y su desempeño.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] J. I. Marulanda, M. Cremona, R. Santos, M. C. R. Carvalho, and L. S. Demenicis, “Characterization of SrTiO₃ Thin Films at Microwave Frequencies Using Coplanar Waveguide Linear Resonator Method,” *Microw. Opt. Technol. Lett.*, vol. 53, no. 10, pp. 2418–2422, 2011.
- [2] R. Ramesh, *Thin Film Ferroelectric Materials and Devices*. New York: Springer Science+Business Media, LLC, 1997.
- [3] G. H. Haertling, “Ferroelectric Ceramics: History and Technology,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 82, no. 4, pp. 797–818, 1999.
- [4] M. Nikfalazar *et al.*, “Steerable Dielectric Resonator Phased-Array Antenna Based on Inkjet-Printed Tunable Phase Shifter with BST Metal-Insulator-Metal Varactors,” *IEEE Antennas Wirel. Propag. Lett.*, vol. 15, pp. 877–880, 2016.
- [5] Y. Ren, Z.-H. Huang, and L.-F. Guo, “A Electrically Tunable Patch Antenna With P(Vdf-Trfe) Thin Film,” *Mater. Eng. Mech. Eng. Proc. Mater. Eng. Mech. Eng.*, pp. 239–245, 2016.
- [6] M. T. Aligodarz, A. Rashidian, and D. Klymyshyn, “Meta-Material Resonator Antennas,” U.S. Patent 10,340,599, 2019.
- [7] Y. Zheng, M. Sazegar, H. Maune, M. Arshad, and R. Jakoby, “Compact tunable dual-channel antenna based on ferroelectric ceramics,” *Electron. Lett.*, vol. 47, no. 16, pp. 897–898, 2011.
- [8] J. Perruisseau-Carrier, P. Pardo-Carrera, and P. Miskovsky, “Modeling, design and characterization of a very wideband slot antenna with reconfigurable band rejection,” *IEEE Trans. Antennas Propag.*, vol. 58, no. 7, pp. 2218–2226, 2010.
- [9] V. K. Palukuru, J. Peräntie, M. Komulainen, T. Tick, and H. Jantunen, “Tunable microwave devices using low-sintering-temperature screen-printed barium strontium

- titanate (BST) thick films,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 30, no. 2, pp. 389–394, 2010.
- [10] R. Balachandran, H. Yow, M. Jayachandran, W. Y. W. Yusof, and V. Saaminathan, “Particle Size Analysis of Barium Titanate Powder by Slow-Rate Sol-Gel Process Route,” in *2006 IEEE International Conference on Semiconductor Electronics*, 2006, pp. 406–409.
- [11] U. S. Modani and G. Jagrawal, “A survey on Application of Ferroelectric Materials for Fabrication of Microstrip Patch Antennas,” *Int. J. Recent Technol. Eng.*, vol. 1, no. 5, pp. 65–72, 2012.
- [12] A. Dhaneshwari Devi, H. B. Sharma, and H. N. K. Sarma, “Sol-gel processed strontium titanate ceramics,” *Ferroelectr. Lett.*, vol. 31, no. 3–4, pp. 73–78, 2004.
- [13] A. M. Youssef, H. K. Farag, A. El-Kheshen, and F. F. Hammad, “Synthesis of Nano-Structured Strontium Titanate by Sol-Gel and Solid State Routes,” *Silicon*, vol. 10, pp. 1225–1230, 2018.
- [14] B. Bajac *et al.*, “Structural characterization and dielectric properties of BaTiO₃ thin films obtained by spin coating,” *Process. Appl. Ceram.*, vol. 8, no. 4, pp. 219–224, 2014.
- [15] A. Ahmed, I. A. Goldthorpe, and A. K. Khandani, “Electrically tunable materials for microwave applications,” *Appl. Phys. Rev.*, vol. 2, no. 1, pp. 011302 (0–18), 2015.
- [16] H. Jiang *et al.*, “Miniaturized and reconfigurable CPW square-ring slot antenna loaded with ferroelectric BST thin film varactors,” *IEEE Trans. Antennas Propag.*, vol. 60, no. 7, pp. 3111–3119, 2012.
- [17] M. Kobune *et al.*, “Effects of sputtering gas pressure on physical properties of ferroelectric (Bi_{3.25}Nd_{0.65}Eu_{0.10})Ti₃O₁₂ nanoplate films,” *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 54, no. 10S, p. 10NA01, Oct. 2015.
- [18] J. I. Marulanda Bernal, “Dispositivos de Microondas Utilizando Filmes de Alta Constante Dielétrica,” Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2010.
- [19] V. H. Nguyen, C. Borderon, R. Benzerga, C. Delaveaud, A. Sharaiha, and H. W.

- Gundel, "Miniaturized and reconfigurable notch antennas using a BST thin film varactor," in *Proceedings of the 2012 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation*, 2012, pp. 17–18.
- [20] S. Alzahrani, T. S. Kalkur, and H. Song, "A frequency agile miniaturized antenna utilizing ferroelectric barium-strontium-titanate capacitors," in *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 2014, vol. 1691, pp. 1–7.
- [21] H. Jiang *et al.*, "Miniaturized and reconfigurable CPW square-ring slot antenna using thin film varactor technology," in *2011 IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest*, 2011, pp. 18–21.
- [22] R. Divya and M. Priya, "Design and Characterization of E-Shape Microstrip Patch Antenna for Wireless Communication," *ICTACT J. Commun. Technol.*, vol. 04, no. 01, pp. 691–694, 2013.
- [23] C. Kohler *et al.*, "Fully Screen-Printed Tunable Microwave Components Based on Optimized Barium Strontium Titanate Thick Films," *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 12, no. S1, pp. E96–E105, Jan. 2015.
- [24] H. Basantakumar Sharma, H. N. K. Sarma, and A. Mansingh, "Ferroelectric and dielectric properties of sol-gel processed barium titanate ceramics and thin films," *J. Mater. Sci.*, vol. 34, no. 6, pp. 1385–1390, 1999.
- [25] R. B. Waterhouse, *Microstrip patch antennas: A designer's guide*, 1st ed., no. C. New York: Springer Science+Business Media, LLC, 2003.
- [26] M. Bailey, "Microstrip antenna: theory and design," *IEEE Antennas Propag. Soc. Newsl.*, vol. 24, no. 4, pp. 31–31, 1982.
- [27] C. A. Balanis, *Antenna theory: analysis and design*, Fourth. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2016.
- [28] D. M. Pozar and D. H. Schaubert, *Microstrip antennas: the analysis and design of microstrip antennas and arrays*. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1995.
- [29] P. K. Chaturvedi, *Microwave, Radar & RF Engineering with laboratory manual*.

Ghaziabad: Springer Nature Singapore Pte Ltd. 2018, 2018.

- [30] I. M. Reaney and D. Iddles, “Microwave dielectric ceramics for resonators and filters in mobile phone networks,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 89, no. 7, pp. 2063–2072, 2006.
- [31] R. Bancroft, *Microstrip and Printed Antenna Design*, Second. SciTech Publishing Inc.
- [32] J. I. Marulanda Bernal and D. A. Campo Caicedo, “Computational design of miniaturized microstrip antenna for satellite communications in the S and C bands,” in *Satellite Data Compression, Communications, and Processing X (Proc. SPIE 9124)*, 2014, vol. 9124, p. 91240R.
- [33] K. Lee and K. Tong, “Microstrip Patch Antennas-Basic Characteristics and Some Recent Advances,” in *Proceedings of the IEEE*, 2012, vol. 100, no. 7, pp. 2169–2180.
- [34] J. R. James and P. S. Hall, *Handbook of Microstrip Antennas*. London: Peter Peregrinus Ltd., 1989.
- [35] A. K. Tagantsev, V. O. Sherman, K. F. Astafiev, J. Venkatesh, and N. Setter, “Ferroelectric Materials for Microwave Tunable Applications,” *J. Electroceramics*, vol. 11, pp. 5–66, 2004.
- [36] Y. Zheng, *Tunable Multiband Ferroelectric Devices for Reconfigurable RF-Frontends*. New York: Springer, 2013.
- [37] H. Viet Nguyen *et al.*, “Miniaturized and reconfigurable notch antenna based on a BST ferroelectric thin film,” *Mater. Res. Bull.*, vol. 67, pp. 255–260, 2015.
- [38] H. Viet Nguyen and A. Sharaiha, “Design of Miniaturized and Tunable Antenna by Integrating BST Thin Film Varactor,” in *International Conference on Advanced Technologies for Communications 2018*, 2018, pp. 65–68.
- [39] J. L. Volakis, C.-C. Chen, and K. Fujimoto, *Small Antennas: Miniaturization Techniques & Applications*. New York: The McGraw-Hill Companies, 2010.
- [40] L. Michán and I. Muñoz-Velasco, “Cienciometría para ciencias médicas: definiciones, aplicaciones y perspectivas,” *Investig. en Educ. Médica*, vol. 2, no. 6, pp. 100–106, Apr. 2013.

- [41] G. Subramanyam, "Nanostructured Barium Strontium Titanate (BST) Thin-Film Varactors on Sapphire," U.S. Patent Application 12/254,256, 2010.
- [42] D. Gao *et al.*, "All-Inorganic Flexible Ba_{0.67}Sr_{0.33}TiO₃ Thin Films with Excellent Dielectric Properties over a Wide Range of Frequencies," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 11, no. 30, pp. 27088–27097, 2019.
- [43] L. C. Sengupta, X. Zhang, and L. H. Chiu, "Electronically Tunable, Low-Loss Ceramic Materials Including a Tunable Dielectric Phase and Multiple Metal Oxide Phases," U.S. Patent 8,562,899, 2013.
- [44] C. R. Needes, M. F. McCombss, and K. M. Nair, "Thick film paste via fill composition for use in LTCC applications," U.S. Patent 8,562,899, 2010.
- [45] A. M. Tishin and S. V. Halilov, "Low-frequency antenna," U.S. Patent Application 14/859,889, 2016.
- [46] K. R. Manssen, M. R. Greene, and D. Rabe, "Method and apparatus for tuning antennas in a communication device," U.S. Patent 9,379,454, 2016.
- [47] C. Hoirup, K. Manssen, and M. Greene, "Method and apparatus for radio antenna frequency tuning," U.S. Patent 8,712,340, 2014.
- [48] W. Wu, J. Yin, and N. Yuan, "Design of an Efficient X-Band Waveguide-Fed Microstrip Patch Array," *IEEE Trans. Antennas Propag.*, vol. 55, no. 7, pp. 1933–1939, 2007.
- [49] M. D. Sharma, A. Katariya, and R. S. Meena, "E shaped patch microstrip antenna for WLAN application using probe feed and aperture feed," in *2012 International Conference on Communication Systems and Network Technologies*, 2012, pp. 66–70.
- [50] R. R. Romanofsky, "Ferroelectric / Semiconductor Tunable Microstrip Patch Antenna Developed," 2001.
- [51] S. K. Patel and Y. P. Kosta, "E-shape microstrip patch antenna design for GPS application," in *2011 Nirma University International Conference on Engineering: Current Trends in Technology, NUiCONE 2011 - Conference Proceedings*, 2011, pp.

8–10.

- [52] P. Subbulakshmi and R. Rajkumar, “Design and Characterization of Corporate Feed Rectangular Microstrip Patch Array Antenna,” in *2013 IEEE International Conference ON Emerging Trends in Computing, Communication and Nanotechnology (ICECCN)*, 2013, pp. 547–552.
- [53] K. A. Jose, V. K. Varadan, and V. V. Varadan, “Microstrip antenna on tunable substrate,” in *Smart Structures and Materials 1995: Smart Electronics*, 1995, vol. 2448, pp. 63–67.
- [54] K. A. Jose, V. K. Varadan, and V. V. Varadan, “Experimental Investigations on Electronically Tunable Microstrip Antennas,” vol. 20, no. 3, pp. 167–169, 1999.
- [55] S. Rodríguez-Acosta, R. A. Rodríguez-Solís, and J. G. Colom-Ustáiriz, “Design and Characterization of a Tunable Aperture Coupled Microstrip Patch Antenna with Ferroelectric Films,” in *IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium. Digest. Held in conjunction with: USNC/CNC/URSI North American Radio Sci. Meeting (Cat. No.03CH37450)*, 2003, pp. 536–539.
- [56] P.-Z. Ge, X.-G. Tang, Q.-X. Liu, Y.-P. Jiang, W.-H. Li, and B. Li, “Temperature-dependent dielectric relaxation and high tunability of (Ba_{1-x}Sr_x)TiO₃ ceramics,” *J. Alloys Compd.*, vol. 731, pp. 70–77, 2018.
- [57] F. H. Wee and F. Malek, “Design and Development of Ferroelectric Material for Microstrip Patch Array Antenna,” *World Acad. Sci. Eng. Technol.*, vol. 62, pp. 290–293, 2012.
- [58] M. G. Hmeda and T. S. Kalkur, “Tunable patch antenna with BST capacitors,” *Integr. Ferroelectr.*, vol. 141, no. 1, pp. 112–119, 2013.
- [59] M. Rammal *et al.*, “BST thin film capacitors integrated within a frequency tunable antenna,” in *2016 International Workshop on Antenna Technology (iWAT)*, 2016, pp. 44–47.
- [60] S. Gevorgian, *Ferroelectrics in microwave devices, circuits and systems : physics, modelling, fabrication and measurements*. Springer, 2009.

- [61] S. W. Kim *et al.*, “Electrical properties and phase of BaTiO₃-SrTiO₃ solid solution,” *Ceram. Int.*, vol. 39, no. Supplement 1, pp. S487–S490, 2013.
- [62] S. Gevorgian, *Ferroelectrics in Microwave Devices, Circuits and Systems: Physics, Modelling, Fabrication and Measurements*, vol. 53, no. 9. Springer Science+Business Media, LLC, 2009.
- [63] L. M. Rojas Cervantes, *Diseño y síntesis de materiales “a medida” mediante el método sol-gel*, Primera. Madrid: Universidad Nacional de Educación a Distancia, 2012.
- [64] C. T. Shelton, “Development of Perovskite Thin Films for Use in Piezoelectric Based Microelectromechanical Systems,” Oregon State University, 2009.
- [65] B. Su, J. E. Holmes, C. Meggs, and T. W. Button, “Dielectric and microwave properties of barium strontium titanate (BST) thick films on alumina substrates,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 23, no. 14, pp. 2699–2703, 2003.
- [66] T. Tick, J. Peräntie, H. Jantunen, and A. Uusimäki, “Screen printed low-sintering-temperature barium strontium titanate (BST) thick films,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 28, no. 4, pp. 837–842, 2008.
- [67] B. D. Stojanovic, C. R. Foschini, V. B. Pavlovic, V. M. Pavlovic, V. Pejovic, and J. A. Varela, “Barium titanate screen-printed thick films,” *Ceram. Int.*, vol. 28, no. 3, pp. 293–298, 2002.
- [68] M. M. Vijatović, J. D. Bobić, B. D. Stojanović, and B. Malič, “Barium titanate thick films prepared by screen printing technique,” *Process. Appl. Ceram.*, vol. 4, no. 2, pp. 53–58, 2010.
- [69] I. O. Dulina, S. O. Umerova, and A. V. Ragulya, “Barium Titanate Thin Films Obtained by Screen Printing Technology,” in *Proceedings of the International Conference Nanomaterials: Applications and Properties*, 2013, vol. 2, no. 1, pp. 01NTF10 (1-3).
- [70] D. Tahan, A. Safari, and L. C. Klein, “Sol-gel preparation of barium strontium titanate thin films,” in *Proceedings of 1994 IEEE International Symposium on Applications of*

Ferroelectrics, 1994, pp. 427–430.

- [71] R. Thomas and D. C. Dube, “Optical properties of sol-gel processed amorphous and crystalline SrTiO₃ thin films,” *Japanese J. Appl. Physics, Part 1 Regul. Pap. Short Notes Rev. Pap.*, vol. 39, no. 4A, pp. 1771–1775, 2000.
- [72] T. Hayashi, N. Oji, and H. Maiwa, “Film thickness dependence of dielectric properties of BaTiO₃ thin films prepared by sol-gel method,” *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 33, no. 9B, pp. 5277–5280, 1994.
- [73] F. Wang, A. Uusimäki, and S. Leppävuori, “Preparation and electrical properties of Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO₃ thin films deposited by the sol-gel method,” *Phys. Scr.*, vol. 69, no. T69, pp. 332–335, 1997.
- [74] V. R. K. Murthy, S. Sundaram, and B. Viswanathan, *Microwave Materials*, 1 st. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH, 1994.
- [75] W. H. Gallo Castrillón, “Caracterización de materiales ferroeléctricos en frecuencia de microondas,” Universidad EAFIT, 2019.
- [76] S. Maarof, K. Deraman, W. Nurulhuda, W. Shamsuri, B. Ismail, and S. A. Mat, “Microstructure Studies of Strontium Titanate Thin Films Prepared by Sol-gel Dip Coating Method,” *Malaysian J. Fundam. Appl. Sci.*, vol. 9, no. 3, pp. 134–138, 2013.
- [77] S. Gupta and R. S. Katiyar, “Temperature-dependent structural characterization of sol-gel deposited strontium titanate (SrTiO₃) thin films using Raman spectroscopy,” *J. Raman Spectrosc.*, vol. 32, pp. 885–891, 2001.
- [78] R. B. Upadhyay, S. Annam, M. R. Patel, and U. S. Joshi, “Influence of Aliovalent Doping on Dielectric Properties of Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO₃ Thin Film for Voltage Tunable Applications,” *Integr. Ferroelectr.*, vol. 167, no. 1, pp. 184–191, 2015.
- [79] X. Zhou, M. Sazegar, F. Stemme, J. Haußelt, R. Jakoby, and J. R. Binder, “Correlation of the microstructure and microwave properties of Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO₃ thick-films,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 16, pp. 4311–4318, 2012.
- [80] R. Ashiri, A. Nemati, M. S. Ghamsari, and M. M. Dastgahi, “Nanothickness films,

nanostructured films, and nanocrystals of barium titanate obtained directly by a newly developed sol–gel synthesis pathway,” *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 25, pp. 5345–5355, 2014.

- [81] R. Ashiri, A. Nemati, and M. S. Ghamsari, “Crack-free nanostructured BaTiO₃ thin films prepared by sol – gel dip-coating technique,” *Ceram. Int.*, vol. 40, no. 6, pp. 8613–8619, 2014.
- [82] D. Hernandez Cruz and R. A. Lessard, “BaTiO₃ Thin Films Fabricated By Sol-Gel Process,” in *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, 2002, vol. 4804, no. Sol-Gel Optics VI, pp. 9–16.
- [83] M. E. Azim Araghi, N. Shaban, and M. Bahar, “Synthesis and characterization of nanocrystalline barium strontium titanate powder by a modified sol-gel processing,” *Mater. Sci. Pol.*, vol. 34, no. 1, pp. 63–68, 2016.
- [84] H.-Y. Tian, W.-G. Luo, X.-H. Pu, X.-Y. He, P.-S. Qiu, and A.-L. Ding, “Synthesis and dielectric characteristic of Ba_{1-x}Sr_xTiO₃ thin films-based strontium-barium alkoxides derivatives,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 69, no. 1–3, pp. 166–171, 2001.
- [85] C. Borderon, D. Averty, R. Seveno, and H. W. Gundel, “Preparation and characterization of barium strontium titanate thin films by chemical solution deposition,” *Ferroelectrics*, vol. 362, no. 1, pp. 1–7, 2008.
- [86] N. V. Giridharan, R. Jayavel, and P. Ramasamy, “Structural, morphological and electrical studies on barium strontium titanate thin films prepared by sol-gel technique,” *Cryst. Res. Technol.*, vol. 36, no. 1, pp. 65–72, 2001.
- [87] J.-I. Marulanda-Bernal, W.-H. Gallo-Castrillón, and D.-M. Mosquera-Palacio, “Microwave Frequency Characterization of Barium Titanate Films Obtained Via Sol-Gel,” *Rev. Fac. Ing.*, vol. 29, no. 54, p. e10416, 2020.
- [88] H. B. Sharma, “Structure and Properties of BT and BST Thin Films,” *Ferroelectrics*, vol. 453, no. 1, pp. 113–121, 2013.
- [89] S. B. Singh and H. B. Sharma, “Effect of crystallization on optical properties of sol-gel processed nano-sized strontium titanate (SrTiO₃) thin films,” *Eur. Phys. J. Appl.*

Phys., vol. 30602, no. 45, pp. 1–8, 2009.

- [90] K. Nadaud, C. Borderon, R. Gillard, E. Fourn, R. Renoud, and H. W. Gundel, “Temperature stable BaSrTiO₃ thin films suitable for microwave applications,” *Thin Solid Films*, vol. 591, pp. 90–96, 2015.
- [91] S. Riaz, S. Shamaila, B. Khan, and S. Naseem, “Barium titanate films for electronic applications: Structural and dielectric properties,” *Surf. Rev. Lett.*, vol. 15, no. 3, pp. 237–244, 2008.
- [92] N. Suzuki, M. Osada, M. Billah, Y. Bando, Y. Yamauchi, and S. A. Hossain, “Chemical Synthesis of Porous Barium Titanate Thin Film and Thermal Stabilization of Ferroelectric Phase by Porosity-Induced Strain,” *J. Vis. Exp.*, vol. e57441, no. 133, pp. 1–7, 2018.
- [93] N. Suzuki *et al.*, “Synthesis of Highly Strained Mesostructured SrTiO₃/BaTiO₃ Composite Films with Robust Ferroelectricity,” *Chem. a Eur. J.*, vol. 19, no. 14, pp. 4446–4450, 2013.
- [94] P. M. Martin, *Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology*, Second. Kennewick: Elsevier Inc., 2009.
- [95] H. Altenburg, J. Plewa, G. Plesch, and O. Shpotyuk, “Thick films of ceramic, superconducting, and electro-ceramic materials,” *Pure Appl. Chem.*, vol. 74, no. 11, pp. 2083–2096, 2002.
- [96] B. E. Rodriguez Barrera, “Diseño y simulación de una antena microstrip de rango de operación de super altas frecuencia (3.5 GHz a 6 GHz) para la evaluación de la tasa de absorción específica en tejidos humanos,” Universidad Católica de Colombia, 2019.
- [97] A. Murcia Pinilla and R. F. Arzuza Peña, “Diseño , Simulación y Fabricación de Antenas de Ultra Banda Ancha (UWB) con Filtro en la Frecuencia de 5.5GHz para Sistemas de Comunicaciones Inalámbricas,” Universidad de los Andes, 2012.
- [98] D. A. Skoog, F. J. Holler, and S. R. Crouch, *Principios de análisis instrumental* , Séptima. México: Cengage, 2018.

- [99] L. S. Demenicis, J. I. Marulanda, R. A. A. Lima, and M. C. R. Carvalho, "Dielectric Properties Characterization of High Dielectric Constant Thick Films," *Microw. Opt. Technol. Lett.*, vol. 52, no. 10, pp. 2339–2344, 2010.
- [100] E. G. San Román Castillo, P. R. Castillo Aranibar, M. G. Sotomayor Polar, L. V. Gonzales Fuentes, and E. Zenteno Bolaños, *Aplicaciones y Teoría de Ingeniería de Microondas*, Primera. Arequipa: Iniciativa Latinoamericana de Libros de Texto Abiertos (LATIn), 2014.
- [101] N. Setter *et al.*, "Ferroelectric thin films: Review of materials, properties, and applications," *J. Appl. Phys.*, vol. 100, no. 5, pp. 051606 (1–46), 2006.
- [102] R. A. Patterson, "Crystal structure of titanium and chromium," *Phys. Rev.*, vol. 26, no. 1, pp. 56–59, Jul. 1925.
- [103] J. D. Hanawalt, H. W. Rinn, and L. K. Frevel, "Chemical Analysis by X-Ray Diffraction: Classification and Use of X-Ray Diffraction Patterns," *Ind. Eng. Chem. - Anal. Ed.*, vol. 10, no. 9, pp. 457–512, Sep. 1938.
- [104] S. M. Antao and I. Hassan, "The orthorhombic structure of CaCO₃, SrCO₃, PbCO₃ and BaCO₃: linear structural trends," *Can. Mineral.*, vol. 47, pp. 1245–1255, 2009.
- [105] K. Thamaphat, P. Limsuwan, and B. Ngotawornchai, "Phase characterization of TiO₂ powder by XRD and TEM," *Kasetsart J.(Nat. Sci.)*, vol. 42, no. 5, pp. 357–361, 2008.
- [106] I. Tsuyumoto and H. Uchikawa, "New orthorhombic titanium oxide, TiO_{1.94}," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 19, pp. 2075–2076, 2000.
- [107] E. K. Al-Shakarchi and N. B. Mahmood, "Three Techniques Used to Produce BaTiO₃ Fine Powder," *J. Mod. Phys.*, vol. 02, no. 11, pp. 1420–1428, 2011.
- [108] A. A. Saif and P. Poopalan, "Effect of the film thickness on the impedance behavior of sol-gel Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO₃ thin films," *Phys. B Condens. Matter*, vol. 406, no. 6–7, pp. 1283–1288, 2011.
- [109] H. Kumazawa and K. Masuda, "Fabrication of barium titanate thin films with a high dielectric constant by a sol-gel technique," *Thin Solid Films*, vol. 353, no. 1, pp. 144–

148, 1999.

- [110] S. Budiawanti, B. Soegijono, and I. Mudzakir, "Influence of layer number and sintering on ferroelectric behaviour of barium titanate films prepared with sol-gel method," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 985, no. 1, p. 012034, 2018.
- [111] Mitutoyo, "Quick guide to surface roughness measurement: Reference guide for laboratory and workshop."
- [112] F. Alema and K. Pokhodnya, "Dielectric properties of BaMg $_{1/3}$ Nb $_{2/3}$ O $_3$ doped Ba $_{0.45}$ Sr $_{0.55}$ TiO $_3$ thin films for tunable microwave applications," *J. Adv. Dielectr.*, vol. 5, no. 3, pp. 1–9, 2015.
- [113] A. Lüker, "Sol-Gel derived Ferroelectric Thin Films for Voltage Tunable Applications," University of Cranfield, 2009.
- [114] G. Taraschi, K. Pance, S. P. Williams, K. E. Sprentall, M. O'connor, S., Sethumadhavan, and M. S. White, "Electromagnetic reflector for use in a dielectric resonator antenna system," U.S. Patent Application 15/957,078, 2019.
- [115] Q. Tan and P. C. Irwin, "Composites having tunable dielectric constants, methods of manufacture thereof, and articles comprising the same," U.S. Patent 7,741,396, 2010.
- [116] G. Subramanyam *et al.*, "Linearity and temperature dependence of large-area processed high-Q barium strontium titanate thin-film varactors," *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 57, no. 7, pp. 1692–1695, 2010.
- [117] J. Liao, P. Wang, X. Wei, Z. Xu, X. Wei, and B. Yang, "Preparation and Dielectric Properties of Cerium and Manganese Codoped Ba $_{0.6}$ Sr $_{0.4}$ TiO $_3$ Ferroelectric Films," *Integr. Ferroelectr.*, vol. 144, no. 1, pp. 107–111, 2013.
- [118] J. A. Horn and M. Berolini, "Vertical Electrode Decoupling/Bypass Capacitor," U.S. Patent Application 16/357,516, 2019.
- [119] A. L. Talalaevsky, M. Marek, and E. O' Neill, "Thin Film Surface Mountable High Frequency Coupler," U.S. Patent Application 16/287,089, 2019.
- [120] T. T. Kodas *et al.*, "Method for the fabrication of conductive electronic features," U.S.

Patent 7,732,002, 2010.

- [121] M. Sazegar *et al.*, “Low-cost phased-array antenna using compact tunable phase shifters based on ferroelectric ceramics,” *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 59, no. 5, pp. 1265–1273, 2011.
- [122] M. Sazegar *et al.*, “Low-cost phased-array antenna using compact tunable phase shifters based on ferroelectric ceramics,” *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 59, no. 5, pp. 1265–1273, 2011.
- [123] A. D. Kanareykin, N. F. Kartenko, I. M. Gaidamaka, and S. S. Redozubov, “Low permittivity ferroelectric composite ceramics for tunable applications,” *Ferroelectrics*, vol. 506, no. 1, pp. 174–183, 2017.
- [124] C. Frederik du Toit and D. A. Ryan, “Tunable microwave devices with auto adjusting matching circuit,” U.S. Patent 6,759,918, 2012.
- [125] G. Subramanyam, A. Vorobiev, and S. Gevorgian, “FERROELECTRIC VARACTORS SUITABLE FOR CAPACTIVE SHUNT SWITCHING,” U.S. Patent 7,692,270, 2010.
- [126] E. Bershadsky, M. Kravchik, R. Katraro, D. Ben-Bassat, and D. Alon, “Ceramic dielectric formulation for broad band UHF antenna,” U.S. Patent 7,907,090, 2011.
- [127] D. Cure, T. M. Weller, T. Price, F. A. Miranda, and F. W. Van Keuls, “Low-profile tunable dipole antenna using barium strontium titanate varactors,” *IEEE Trans. Antennas Propag.*, vol. 62, no. 3, pp. 1185–1193, 2014.
- [128] D. Alon and D. Ben-Bassat, “Miniature sub-resonant multi-band VHF-UHF antenna,” U.S. Patent 8,126,410, 2012.
- [129] S. B. Patil, R. D. Kanphade, and V. V. Ratnaparkhi, “Design And Performance Analysis Of Inset Feed Microstrip Square Patch Antenna For 2.4 GHz Wireless Applications,” in *IEEE SPONSORED 2ND INTERNATIONAL CONFERENCE ON ELECTRONICS AND COMMUNICATION SYSTEM (ICECS)*, 2015, pp. 1–19.
- [130] N. M. Sabidha Banu, P. M. Ramkumar, and U. T. Sasikala, “Design A Square

Microstrip Patch Antenna for S-Band Application,” *IOSR J. Electron. Commun. Eng.*, vol. 10, no. 2, pp. 24–30, 2019.

- [131] T. Weller, D. Cure, P. A. Herzig, and F. Miranda, “Flexible antenna and method of manufacture,” U.S. Patent 9,780,434, 2017.