Keramische Funktionsmaterialien für integrierte Mehrlagenbauelemente

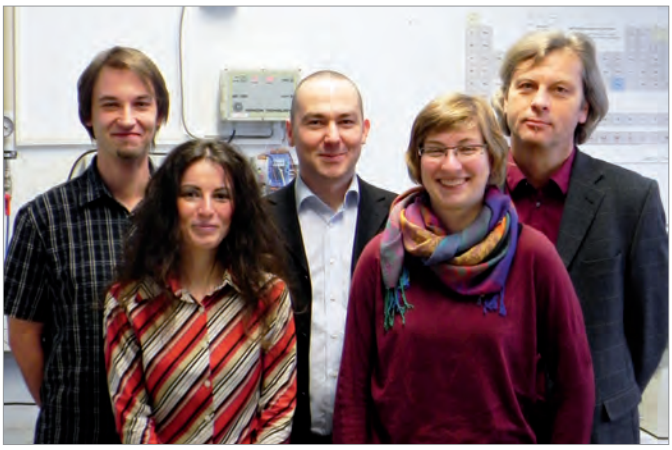
Projektleiter:
Prof. Dr. rer. nat. Jörg Töpfer
FB SciTec

Mitarbeiter:
Ph.D. S. Bierlich, M.Eng. R. Löhnert, Dipl.-Ing. (FH) T. Reimann, Dipl.-Ing. (FH) C. Teichmann

Forschungspartner:
Fraunhofer-Institut für keramische Technologien und Systeme (IKTS), Technische Universität Ilmenau

Laufzeit und Fördermittelgeber:
August 2009 bis Dezember 2012; gefördert mit Mitteln des Thüringer Ministeriums für Bildung, Wissenschaft und Kultur im Rahmen des Landesprogramms „ProExzellenz Thüringen“

Kontakt:
✉ joerg.toepfer@fh-jena.de
☎ (03641) 205 479



v. l.: C. Teichmann, S. Bierlich, T. Reimann, R. Löhnert, J. Töpfer

Im Rahmen des Forschungsprojektes wurden neuartige Funktionskeramiken für die Integration von induktiven, kapazitiven und Widerstandsfunktionalitäten in LTCC (Low Temperature Ceramic Cofiring) Mehrlagenschaltungen entwickelt. Die Entwicklung hatte das Ziel, keramische Multilagenbauelemente weiter zu miniaturisieren und zusätzliche Funktionsschichten zu integrieren.
Um die Integration in LTCC-Module zu ermöglichen, mussten zunächst Funktionskeramiken entwickelt werden, die bereits bei 900 °C hinreichend dicht sinterten und dabei die geforderten Funktionseigenschaften aufweisen. Außerdem ist es notwendig, im Hinblick auf die Kombination verschiedener Funktionskeramiken mit Basistapes das Sinter- und thermische Ausdehnungsverhalten aufeinander abzustimmen. Darüber hinaus muss die chemische Kompatibilität der verschiedenen Funktionswerkstoffe sichergestellt werden. Die Entwicklung aufeinander abgestimmter Werkstoffe an der EAH Jena stellte somit einen wesentlichen Entwicklungsschwerpunkt des Projektes dar. Im nächsten Schritt wurden die entwickelten Funktionskeramiken am Fraunhofer-IKTS durch Zusatz geeigneter organischer Binder zu druckfähigen Pasten und Grünfolien verarbeitet. Die Pasten wurden auf typische Dickschichtsubstrate (Al_2O_3 96 %) gedruckt und bei 900 °C eingebrannt. Aus den keramischen Folien wurden an der TU Ilmenau monolithische Mehrlagenbauelemente mit Innenmetallisierung sowie in LTCC-Substrate integrierte Mehrlagenbauelemente hergestellt. Als integrierbare Funktionalitäten wurden Werkstoffe für NTC-Thermistoren, Kondensatoren und Induktivitäten untersucht.

NTC-Thermistor Materialien auf Basis von $NiMn_2O_4$

NTC-Thermistoren sind preiswerte und weit verbreitete Bauteile zur Temperaturmessung. Durch geeignete Substitution mit Zink, Kobalt und Kupfer konnte die chemische und thermische Stabilität des Thermistormaterials entscheidend erhöht werden. Es wurden zwei LTCC-Technologie-kompatible Stoffsysteme gefunden. Dabei handelt es sich um einen Zn-Co-substituierten Spinell der Zusammensetzung $Zn_{0,75}Ni_{0,5}Co_{0,5}Mn_{1,25}O_4$ mit Zusatz von Bi_2O_3 als Sinteradditiv und einen Cu-Zn-Co-substituierten Spinell $Cu_{0,37}Zn_{0,53}Ni_{0,44}Co_{0,44}Mn_{1,23}O_4$, welcher ohne niedrigschmelzende Sinteradditive bei 900 °C dicht gesintert werden konnte. Aus beiden Materialien wurden nach Sinterung bei 900°C funktionsfähige NTC-Dickschichten zur Temperatursensorik, monolithische Multilayer-Thermistoren mit Innenmetallisierung aus Ag und Ag/Pd und integrierte Thermistoren hergestellt. Die aus Cu-Zn-Co-substituiertem Spinell hergestellten additivfreien NTC-Dickschichten zeigen einen Flächenwiderstand von ca. 300 kΩ/W und eine B-Konstante von 3350 K. Die B-Konstante beschreibt dabei die Empfindlichkeit des elektrischen Widerstandes gegenüber Temperaturänderungen. Es konnte außerdem durch EDX-Untersuchungen nachgewiesen werden, dass bei der Sinterung keine chemischen Reaktionen zwischen der NTC-Dickschicht und Ag/Pd-Metallisierung stattgefunden haben (Abbildung 1). Damit wurde die Entwicklung eines LTCC Dickschicht-NTC-Thermistors erfolgreich abgeschlossen. Die bei 900 °C gesinterten monolithischen Multilayer-Thermistoren zeigten auch keinerlei chemische Reaktionen mit der Ag/Pd-Metallisierung und hatten einen elektrischen ▶

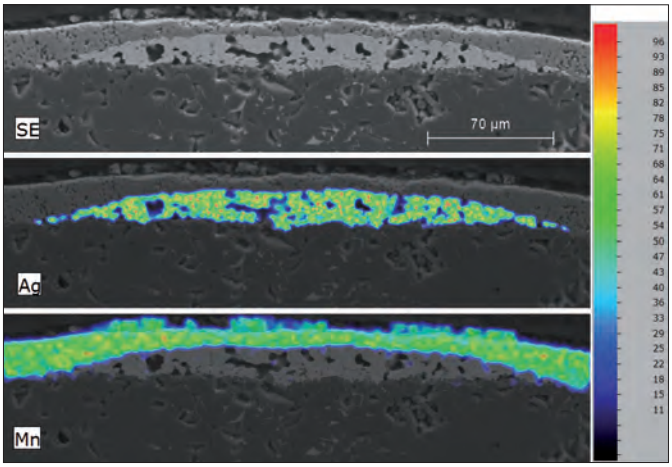


Abb. 1: EDX Mapping eines Dickfilm-NTC-Thermistors mit Ag/Pd-Metallisierung (QM21, DuPont) auf Al_2O_3-Substrat (96 %), gesintert 2 h bei 900 °C

Widerstand von 750 Ωcm und eine B-Konstante von 3310 K. Es wurden weder Risse, noch Delaminationen oder Verwölbungen nach dem Sintern beobachtet. Die Funktion der in LTCC-Basistape integrierten NTC-Thermistoren wurde nachgewiesen.

High-DK-Werkstoff $CaCu_3Ti_4O_{12}$ (CCTO)

Keramische Multilayerkondensatoren (MLCC) sind wichtige Bestandteile vieler elektrischer Schaltungen. Ein wesentlicher Vorteil dieser jährlich in Millionenstückzahlen produzierten Bauelemente ist die Erzeugung einer hohen Kapazität bei geringem Platzbedarf. Der hoch-dielektrische Werkstoff $CaCu_3Ti_4O_{12}$ (CCTO) ermöglicht im Frequenzbereich bis 10^5 Hz des elektrischen Wechselfeldes gegenüber herkömmlich verwendeten MLCC-Werkstoffen eine bis um das Zehnfache erhöhte Kapazität mit sehr geringer Temperaturabhängigkeit. Dabei ist die Materialkenngröße relative Permittivität (ε_r) bedeutend, da sie die Kapazität des Kondensators direkt beeinflusst. Durch Integration von Kondensatoren in funktionelle keramische Mehrlagenbauelemente können zusätzlich kapazitive Verluste verringert werden. Durch den Zusatz eines Glases konnte die Sinteraktivität von CCTO erhöht werden, sodass eine ausreichende Verdichtung und gute relative Permittivität von 1.000 nach Sinterung bei 900 °C erzielt wurde. CCTO-MLCCs mit unterschiedlichen Metallisierungssystemen (Ag, Ag-Pd) sowie integrierte Bauelemente aus CCTO und kommerziellen sowie im Projekt entwickelten Basistapes wurden erfolgreich hergestellt.

Die glashaltigen CCTO-MLCCs konnten rissfrei bei 900 °C gesintert werden (Abbildung 2). Sie weisen ebenfalls hohe Permittivität auf. Additivfreie MLCCs, die bei 1050 °C gesintert wurden, zeigen eine sehr hohe effektive Permittivität ε_{eff} = 4.000. Integrierte CCTO-Schichten zeigen nach Sinterung bei 900 °C gute relative Permittivitäten, jedoch muss das Schwindungsverhalten noch besser auf das Basistape abgestimmt werden.

Hexagonale Ferrite für Hochfrequenzanwendungen

Für den Einsatz als integrierte Multilayer-Funktionalitäten in komplexen LTCC-Modulen wurden substituierte Ferrite vom Y-Typ $Ba_2Co_{2-x-y}Zn_xCu_yFe_{12}O_{22}$ und substituierte M-Typ Ferrite $BaCo_xTi_xFe_{12-2x}O_{19}$ getestet. Das Ziel der Untersuchungen bestand darin, Ferrite mit hoher Sinteraktivität, hoher chemischer Stabilität und hoher Permeabilität von $\mu' \geq 10$ bei Arbeitsfrequenzen bis 1 GHz zu entwickeln.

Es wurde gezeigt, dass substituierte Y-Typ Ferrite gute Permeabilitäten (μ' = 10 bis 2 GHz) nach Sinterung bei 900 °C aufweisen, jedoch sind die Verbindungen bei 900 °C thermisch instabil, sodass neben der Y-Typ-Matrix zusätzlich eine Spinell-Fremdphase nachgewiesen wurde, was zu einer Degradation der magnetischen Eigenschaften führt.

Im Gegensatz dazu sind M-Typ Ferrite $BaCo_xTi_xFe_{12-2x}O_{19}$ der Zusammensetzungen x = 1,1; 1,2; 1,3 und 1,4 mit planarer Anisotropie bei der Sintertemperatur von 900 °C stabil. Für die geforderten Prozessbedingungen wurde die repräsentative Verbindung $BaCo_{1,3}Ti_{1,3}Fe_{9,4}O_{19}$ ausgewählt, weil diese durch Zugabe von 5 Ma% Glasadditiv eine hohe Sinteraktivität aufweist und dem entsprechend dichte Sinterkeramik liefert. Aus diesem Stoffsystem wurden Ringkerne gepresst, Folien gegossen und Leerfolienlaminate aufgebaut. Die Sinterung der Ringkerne bzw. Laminate bei 900 °C führte zu fehlerfreien Ferriten mit vergleichbarer Permeabilität von μ' = 16 und einer Grenzfrequenz f_g > 1 GHz (Abbildung 3).

Durch Sinterung bei 900 °C wurden ausgehend von Ferritfolien Multilayer-Induktivitäten hergestellt (Abbildung 3), die weder Delamination, Verwölbungen oder andere Defekte aufweisen. Es konnte gezeigt werden, dass bei der Sinterung keine chemischen Reaktionen zwischen dem M-Typ Ferrit und der Ag/bzw. AgPd-Metallisierung stattfinden.

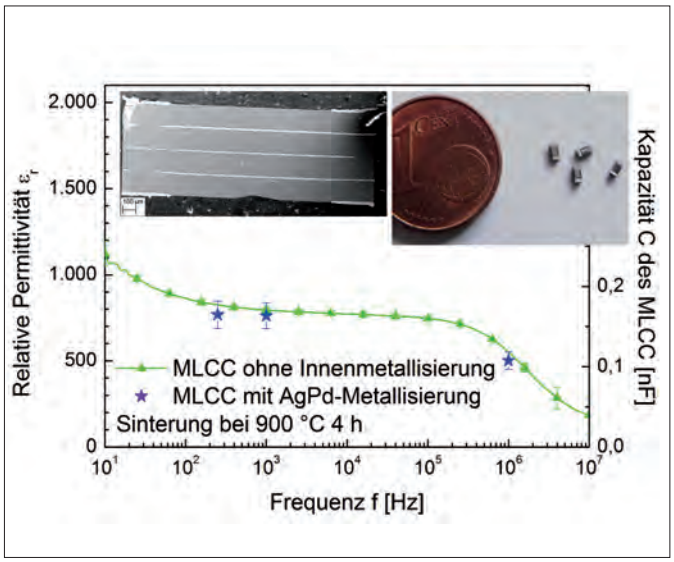


Abb. 2: Ermittelte relative Permittivität an hergestellten CCTO MLCCs (Lichtbild und REM-Aufnahme)

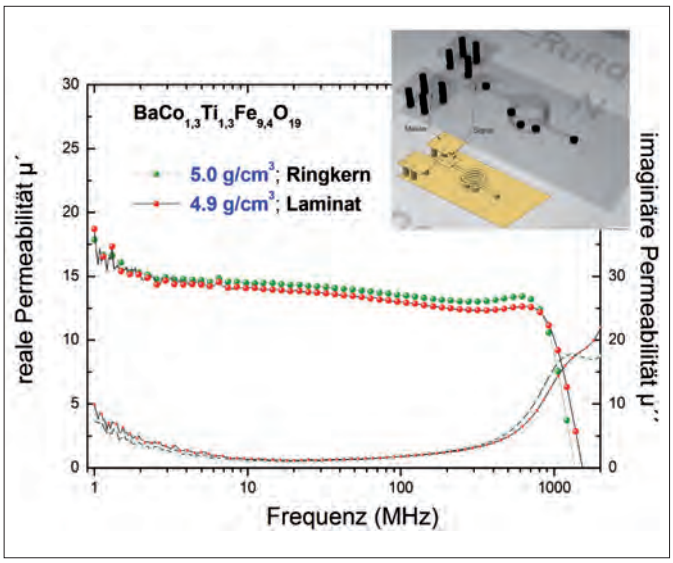


Abb. 3: Permeabilität der BaM Ferrite als Funktion der Frequenz und CT-Aufnahme einer Mehrlagen-Induktivität mit Skizze

Struktur-Eigenschaftsbeziehungen bleifreier piezokeramischer Materialien für Multilayer-Aktoren und Thermistor-Komponenten (SEPIMAK)

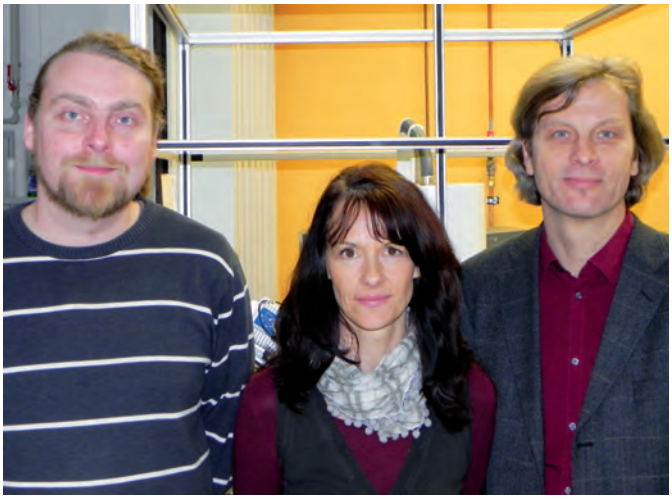
Projektleiter:
Prof. Dr. rer. nat. Jörg Töpfer
FB SciTec

Mitarbeiter:
Dr. Dipl.Chem. A. Rechtenbach, Dipl.-Ing. D. Mächler

Forschungspartner:
PI Ceramic GmbH
Karlsruher Institut für Technologie

Laufzeit und Fördermittelgeber:
Mai 2010 bis April 2013; gefördert mit Mitteln des BMBF im Programm Forschung an Fachhochschulen „Profil-NT“

Kontakt:
✉ joerg.toepfer@fh-jena.de
☎ (03641) 205 479



v. l.: D. Mächler, A. Rechtenbach, J. Töpfer

Perowskite stellen für Piezoaktoren und -sensoren sowie für PTC-Thermistoren die bedeutendste keramische Werkstoffgruppe dar. Besonders herausragende Eigenschaften für beide Anwendungsfelder erzielt man durch den Einbau von Blei in die Keramiken. Der Umgang mit Bleiverbindungen bei der Herstellung, beim Betrieb und der Entsorgung von Bauteilen ist aber nicht ganz unbedenklich. Deshalb wurde 2003 die RoHS-Richtlinie (Restriction of (the use of certain) hazardous substances) auf den Weg gebracht, die die Verwendung von gefährlichen Stoffen in Elektrogeräten im gesamten europäischen Raum regulieren soll. Momentan existieren noch Ausnahmeregelungen, die es den Produzenten von Piezo- und Thermistorbauteilen erlauben, ihre Produkte weiterhin unter Verwendung von Blei herzustellen. Langfristig muss aber auch hier eine alternative und gleichwertige Lösung gefunden werden. In diesem Projekt werden werkstoffliche Grundlagen für bleifreie Piezo- und Thermistorwerkstoffe untersucht. Folgende Zusammensetzungen stehen dabei im Mittelpunkt des Interesses:

- System $(Bi_{0.5}Na_{0.5})_{1-x}\,Ba_xTiO_3$, kurz BNBT mit x = 0,75 – 1,00
- System $[(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO_3]_{1-x-y}\,[BaTiO_3]_x\,[SrTiO_3]_y$, kurz BNBST x-y mit x = 0 - 0,35 und y = 0,03 – 0,07

Die Herstellung der keramischen Werkstoffe erfolgt nach der Mixed-Oxide-Methode, die in der keramischen Industrie breit etabliert und kostengünstig ist. Die dabei notwendigen Abläufe der Homogenisierung, Kalzinierung und Feinmahlung der Pulver wurden optimiert. Die Sinterung der Proben erfolgt im Bereich zwischen 1200 - 1350 °C an Luft. Im Ergebnis wurden phasenreine Proben hinreichender Dichte erhalten. Neben selbst hergestellten Verbindungen wurden auch Proben von PI Ceramic (Lederhose) und dem Karlsruher Institut für Technologie in die Untersuchungen einbezogen.
Von grundlegender Bedeutung für die angestrebten Verwendungen sind Phasenumwandlungsprozesse in den angegebenen Systemen. Aus diesem Grunde wurden umfangreiche röntgendiffraktometrische Untersuchungen an ausgewählten Zusammensetzungen der Systeme BNBT und BNBST zunächst bei Raumtemperatur durchgeführt. Dazu wurden im Ergebnis von Rietveld-Refinements Gitterparameter, Peakbreiten und Phasenanteile bestimmt.
Im nächsten Schritt wurde mittels HT-XRD das temperaturabhängige Phasenverhalten der Perowskite untersucht und in Bezug zum Phasendiagramm von Takenaka et. al. gesetzt. Für die Temperaturkalibrierung am Pt-Heizer der Temperaturmesskammer des Diffraktometers D8 wurden Testmessungen an mehreren Verbindungen durchgeführt, bei denen die Temperaturen der Phasenumwandlung aus der Literatur bekannt sind. Zur weiteren Absicherung wurden die Phasenumwandlungstemperaturen der betrachteten Verbindungen zusätzlich unabhängig durch thermische Analysen bestimmt.
Die Zusammensetzungen BNBT besitzt sowohl für Piezo- als auch für Thermistoranwendungen interessante Eigenschaften. Die Auswertung der Phasenumwandlungstemperaturen von tetragonaler Phase (Raumgruppe P4mm) zu kubischer Phase (Raumgruppe Pm-3m) erfolgte sowohl graphisch anhand der Diffraktogrammänderung/Reflexverschiebungen, als auch rechnerisch über Rietveldverfeinerung/Strukturänderungen. Die graphische Auswertung (Programm EVA) basiert auf der visuellen Beurteilung der Änderung der tetragonalen (002) und (200) Reflexe bei 45° 2 Theta und damit nur einem kleinen Ausschnitt aus dem gesamten Diffraktogramm im Gegensatz zu der rechnerischen Auswertung (Programm Topas) mit dem kompletten Datensatz. Dennoch beträgt die Differenz der ermittelten Phasenumwandlungstemperaturen zwischen beiden Methoden nur maximal 5 °C.
Die Phasenumwandlungstemperaturen betragen für reines Bariumtitanat 130°C und nehmen dann stetig mit Zunahme des Anteils an Bismut und Natrium bis auf 205 °C zu.
Um diese Ergebnisse abzusichern, wurden zusätzlich röntgendiffraktometrische Untersuchungen am Pulver (mit kleinerer Temperaturabstufung von 5 °C) und DSC-Messungen am Pulver durchgeführt. Die Phasenumwandlungstemperaturen haben sich bestätigt und sind der Abb. 1 zu entnehmen. ▶

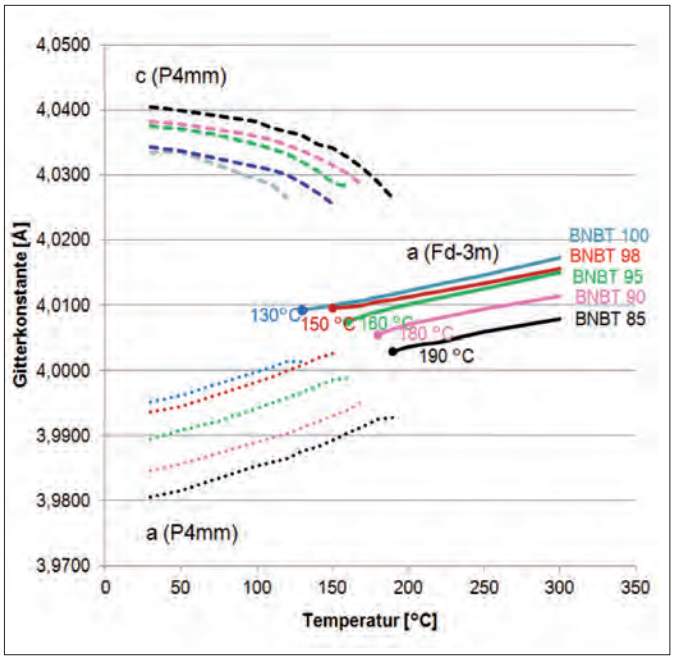


*Abb. 1: Gitterkonstantenänderung als f(T) im System BNBT [x * 100]*

Analog wurden Messungen an Proben der bleifreien Systeme BNBST $(Bi_{0.5}Na_{0.5})_{1-x-y}Ba_xSr_yTiO_3$ durchgeführt. Ein Beispiel für eine strukturelle Umwandlung von rhomboedrischer in die tetragonale Perowskitstruktur mit Variation der Zusammensetzung an einer der Reflexgruppen ist der Abbildung 2 zu entnehmen.

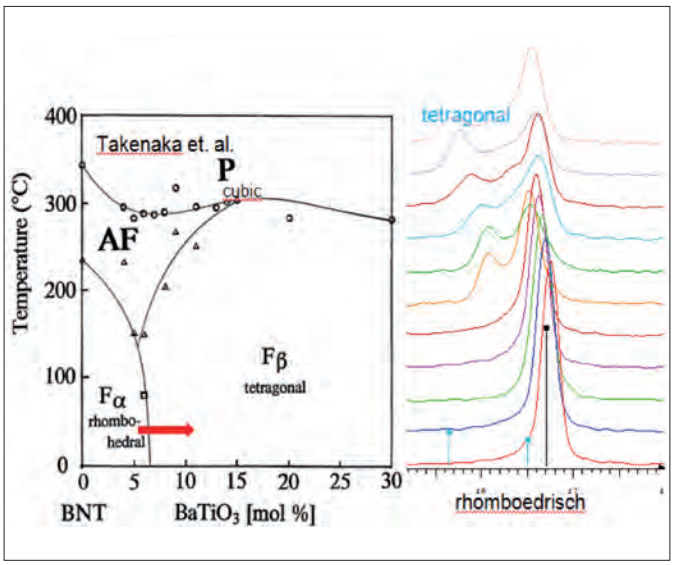


Abb. 2: Beispiel einer Phasenumwandlung

Weiterhin wurden die Voraussetzungen geschaffen, um mit in-situ XRD Röntgenuntersuchung in verschiedenen Gasatmosphären Phasenumwandlungen als Funktion des Sauerstoffpartialdrucks der Gasatmosphäre untersuchen zu können. Dazu wurde die Hochtemperaturkammer des Diffraktometers an eine Gasdosierung mit Massflowcontrollern und Steuerung angeschlossen. Zur Testung des Systems wurde zunächst die Phasenumwandlung einer einfachen Modellsubstanz Fe_2O_3/Fe_3O_4 als Funktion der Temperatur und des Sauerstoff-Partialdrucks untersucht und mit einem bekannten Phasendiagramm verglichen. Für die Herstellung von bleifreien PTC-Thermistoren wurde mit den röntgendiffraktometrischen Untersuchungen im System BNBT eine wichtige Grundlage geschaffen, da die Phasenumwandlungstemperatur entscheidenden Einfluss auf die Temperatur des charakteristischen Widerstandsanstieges solcher Bauteile hat. Gegenüber dem Einsatz als Piezoelemente müssen diese Bismut-Natrium-Barium-Titanate für Thermistoranwendungen aber leitfähig gemacht werden. Die elektrische Leitfähigkeit erzielt man durch die Dotierung der Zusammensetzungen mit beispielsweise Niob oder Lanthan. Es wurden umfangreiche Untersuchungen zur Ermittlung des optimalen Gehalts der Donatordotierungen durchgeführt. Somit kann man also durch Zugabe von Bismut und Natrium die Sprungtemperatur des Thermistors beeinflussen, mittels Dotierungen die elektrische Leitfähigkeit in Grenzen variieren und außerdem durch die Substitution mit Akzeptordotierungen die Höhe des Widerstandsanstieges einstellen. Auch für diesen letzten Punkt mussten zahlreiche Zusammensetzungen getestet werden. Zielstellung für dieses Teilprojekt ist die weitere Erhöhung der Sprungtemperatur auf bis zu 180 °C (Abbildung 3).

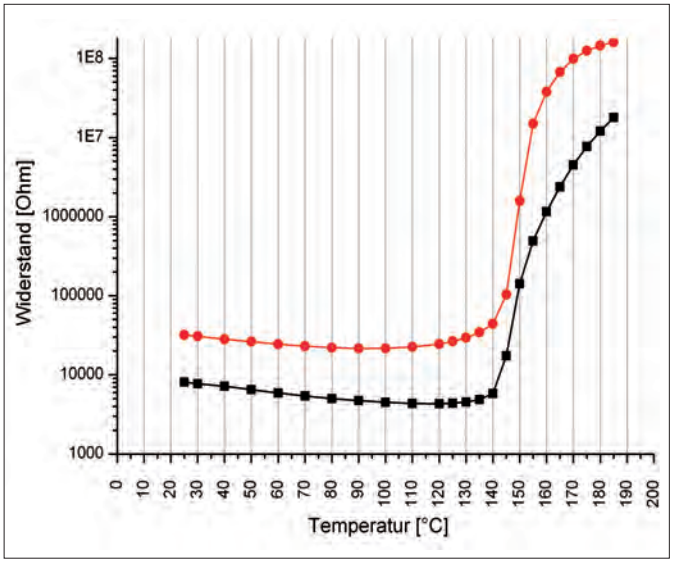


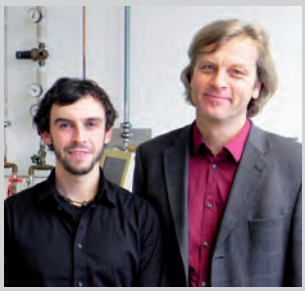
Abb. 3: Widerstandkennlinien von BNBT-basierten PTC-Thermistoren

Hexagonale Ferrite für Hochleistungs-Permanentmagnete (HexFerMag)

Projektleiter:
Prof. Dr. rer. nat. Jörg Töpfer
FB SciTec

Mitarbeiter:
Dr. rer. nat. Thomas Schmidt

Laufzeit und Fördermittelgeber:
September 2009 bis August 2012, gefördert mit Mitteln des Thüringer Ministeriums für Bildung, Wissenschaft und Kultur



v. l.: T. Schmidt, J. Töpfer

Kontakt:
✉ joerg.toepfer@fh-jena.de
☎ (03641) 205 479

Freistaat Thüringen

Hartferrite der Zusammensetzung $SrFe_{12}O_{19}$ (M-Typ) stellen weltweit den volumenmäßig größten Anteil an Permanentmagneten dar, deren Herstellung über eine keramische Route erfolgt. In den letzten Jahren ist die Entwicklung von qualitativ hochwertigen Hartferritwerkstoffen mit hohem Energieprodukt insbesondere durch die Substitution von La/Co in $SrFe_{12}O_{19}$ bestimmt worden. Eine neue Qualität von Hartferriten mit hohem Energieprodukt auf Basis hexagonaler Ferrite ist z.Z. bei japanischen Herstellern in der Entwicklung. Die Grundlagen dieser modernen substituierten hexagonalen Ferrite sollen für die Herstellung von Dauermagneten erschlossen und geeignete Werkstoffsorten entwickelt werden. Im Mittelpunkt des Vorhabens steht die Untersuchung des Einflusses von maßgeschneiderten Substitutionen auf die magnetischen Eigenschaften von hexagonalen Ferriten des M- und W-Strukturtyps ($SrFe_{12}O_{19}$ und $SrFe_{18}O_{27}$). In Abbildung 1 ist die Elementarzelle eines Strontium-Hexaferrit M-Typ ($SrFe_{12}O_{19}$) dargestellt.

Die makroskopischen magnetischen Eigenschaften sind im Wesentlichen durch die Vektoren der magnetischen Momente der ungepaarten Elektronen in den d-Orbitalen der Eisenatome bestimmt. Deren Ausrichtung ist von den jeweiligen Positionen der Eisenatome in der Elementarzelle abhängig. Die Gesamtheit der Vektoren dieser magnetischen Momente ergibt das Gesamtmoment eines Kristalls. Dieses wird auch als Sättigungsmagnetisierung Ms bezeichnet und ist eine für die Anwendung bedeutsame Größe. Zudem ist die magnetische Anisotropie ein wichtiger intrinsischer Faktor, der vor allem die technisch relevante Größe der Koerzitivfeldstärke beeinflusst. In diesem Projekt wurden über die MeMe' Ko Substitution der Strontium- und Eisen-Ionen durch ausgewählte Elemente der Haupt- und Nebengruppen, wie Ca, La, Zn, Sn, Cu, Ni und Ti, auf Basis verschiedener Substitutions-Theorien, gezielt die magnetischen Momente, sowie die magnetische Anisotropie der Hartferrite optimiert. Mit Hilfe von VSM- (Vibrating Sample Magnetometer) und Tieftemperatur-SQUID-Messungen kann, neben weiteren Messgrößen, vor allem Ms bestimmt werden. Die gegenseitigen Wechselwirkungen der magnetischen Einzelmomente im Gitter nehmen im Allgemeinen mit steigender Temperatur ab, wodurch sich Ms verringert. Durch den gezielten Einbau von Ionen, die zur Verkürzung der c-Gitterachse führen, kann dieser Effekt abgemildert werden, was in Abbildung 2 dargestellt ist. Abbildung 3 zeigt die im Projekt erzielten Steigerungen von Ms bei Tieftemperatur und Raumtemperatur im Vergleich zum unsubstituierten Material. Es besteht in Ferriten eine Korrelation zwischen der keramischen Gefügestruktur und den magnetischen Eigenschaften. Daher wurden die morphologischen Korneigenschaften über Vorsinter- und Aufmahlprozesse voreingestellt. Anschließend wurde die Gefügestruktur über eine gezielte Temperaturführung im Kornwachstums- und Sinterbereich in den Korngrößenbereich des Ein-Domänen-Verhaltens von d~1µm gelenkt. Hierdurch können technisch relevante Eigenschaften, wie Energieprodukt und Koerzitivfeldstärke optimiert werden.

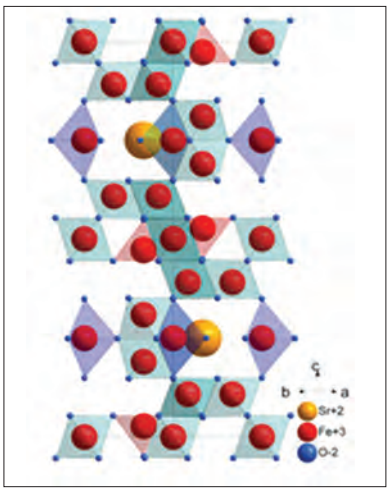


Abb. 1: Strukturmodell des Strontium-Hexaferrit M-Typ

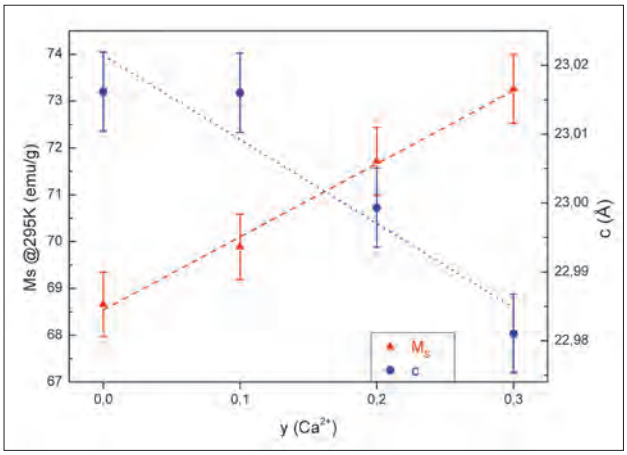


Abb. 2: Korrelation zwischen Ca-Gehalt, M_S und c-Gitterkonstante im System $Sr_{1-x-y}La_xCa_yFe_{12-z}Zn_zO_{19}$

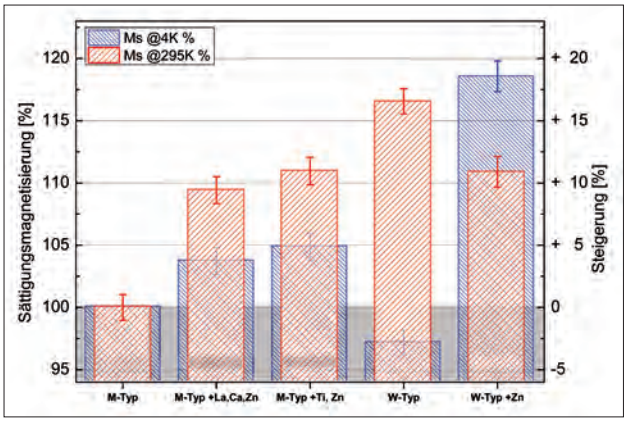


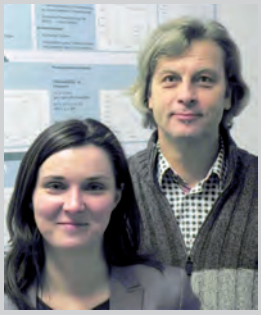
Abb. 3: erzielte Steigerungen der Sättigungsmagnetisierung relativ zum klassischen $SrFe_{12}O_{19}$ (M-Typ)

Ansteuerung von LEDs durch LTCC-Ferrit-Module (ALFerMo)

Teilprojekt: Ferrite für LTCC-Module

Projektleiter:
Prof. Dr. rer. nat. Jörg Töpfer
FB SciTec

Mitarbeiterin:
Dipl.-Ing. (FH) Julia Hesse



v. l.: J. Hesse, J. Töpfer

Forschungspartner:
Siemens AG München, IKTS Hermsdorf, VIA electronic GmbH Hermsdorf, Siegert TFT GmbH Hermsdorf, TU Dresden, IKTS Dresden, BAM Berlin, W. C. Heraeus GmbH & Co. KG Hanau

Laufzeit und Fördermittelgeber:
Juni 2010 bis Mai 2013, gefördert mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung im Rahmen des Programmes Leistungselektronik zur Energieeffizienz-Steigerung „LES" (IKT2020)

GEFÖRDERT VOM
Bundesministerium für Bildung und Forschung

Kontakt:
✉ joerg.toepfer@fh-jena.de
☎ (03641) 205 479

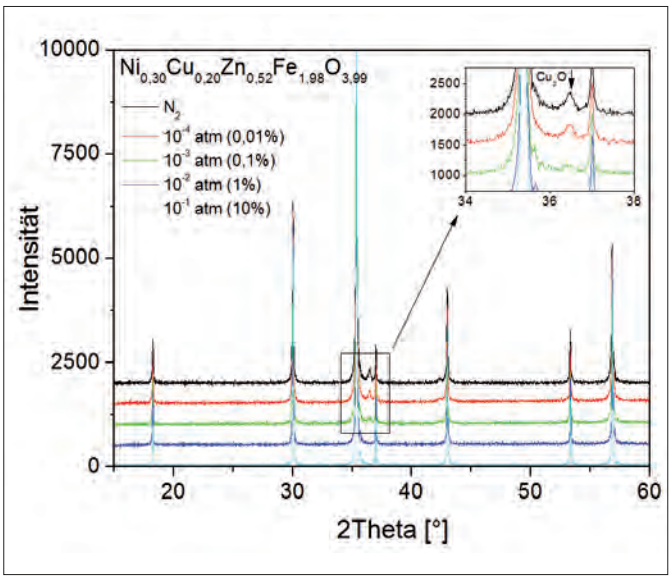


Abb. 1: Nachweis der Cu_2O-Ausscheidung durch Röntgenbeugung

Um die Miniaturisierung einer Baugruppe zur Ansteuerung von Hochleistungs-LEDs zu ermöglichen, sollen eingebettete Bauelemente als LTCC (Low Temperature Cofired Ceramics) in keramischen Mehrlagensubstraten gefertigt und in das LED-Array intergiert werden.

Ziel unseres Teilprojektes ist es, einen Ferrit auf NiO-CuO-ZnO-Fe_2O_3-Basis bereitzustellen, der aufgrund seiner Eigenschaften die Integration eines miniaturisierten Transformators in die LTCC-Baugruppe zulässt. Für den Ferrit sind die Sinterfähigkeit bei 900°C (für die Integrierbarkeit in die LTCC-Technologie), Anfangspermeabilität $\mu > 300$, Grenzfrequenz fG > 5 MHz und Curie-Temperaturen TC > 200°C erforderlich.

Im vorangegangenem Berichtszeitraum wurde der Cu-Gehalt y in der Zusammensetzung $Ni_{0,50-y}Cu_yZn_{0,52}Fe_{1,98}O_{3,99}$ variiert und für $y \geq 0,2$ und Sinterung bei 900°C für 2 h die erforderlichen Permeabilitäten und Grenzfrequenzen erreicht.

Nachfolgende Messungen bestätigten auch ausreichend hohe Curie-Temperaturen von TC > 200°C.

An ausgewählten Versätzen wurden Versuche zum Einfluss des Sinteradditives Bi_2O_3 auf Sinterverhalten und Permeabilität gemacht. Aufgrund des nur geringfügig beeinflussbaren Verhaltens des Additivs bei der Sinterung im LTCC-Aufbau mit Basisfolie wird allerdings eine Bi_2O_3-freie Lösung favorisiert. Ein weiterer wichtiger Prozessparameter bei der Herstellung von LTCC-Modulen ist der Sauerstoffpartialdruck p_{O2} während der Sinterung. Es wurde beobachtet, dass durch eine Reduzierung von p_{O2} die Silberdiffusion aus den Leiterbahnen in die LTCC-Keramik unterbunden werden kann. Jedoch haben Untersuchungen der Zusammensetzung $Ni_{0,30}Cu_{0,20}Zn_{0,52}Fe_{1,98}O_{3,99}$ bei Sinterung unter verschiedenen Sauerstoffgehalten im Rohrofen gezeigt, dass eine Absenkung von $p_{O2} < 10^{-2}$ atm zur Ausscheidung von Cu_2O führt (Abb. 1), welche eine deutliche Verringerung der Permeabilität auf $\mu < 100$ mit sich bringt.

Die Grenze des Stabilitätsbereichs des Ferrits bei 900°C und $p_{O2} = 10^{-2}$ atm konnte mit thermogravimetrischen Messungen bestätigt werden. Die Sinterung der favorisierten Ferritzusammensetzung $Ni_{0,30}Cu_{0,20}Zn_{0,52}Fe_{1,98}O_{3,99}$ ist somit nur bei p_{O2} oberhalb der Phasengrenze möglich.

Zum besseren Verständnis der Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen wurde mittels Rasterelektronenmikroskopie die Gefügeentwicklung in Abhängigkeit von der Haltezeit beim Sintern bei 900°C untersucht (Abbildung 2). Zur weiteren Vertiefung werden Versuche zum Kornwachstum und dessen Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften mittels Spark Plasma Sinterung (SPS) durchgeführt.

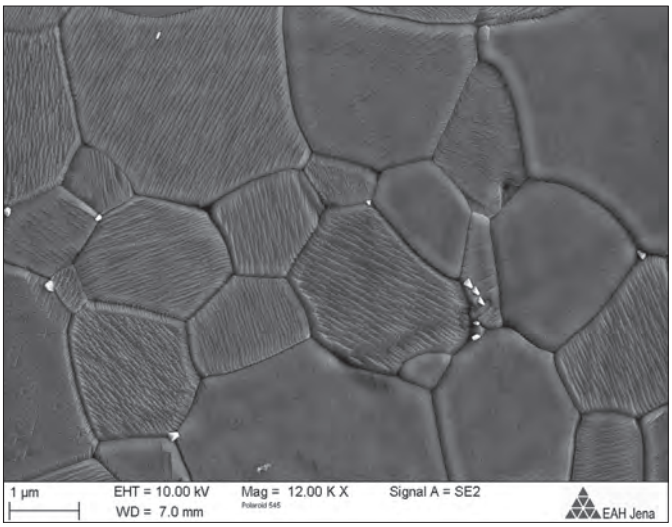


Abb. 2: Gefüge $Ni_{0,30}Cu_{0,20}Zn_{0,52}Fe_{1,98}O_{3,99}$ nach 8 h 900 °C (REM)

WISS. VORTRÄGE/POSTER:
N. Große, S. Teichert, S. Grimm, H. Baierl und J. Dellith: Herstellung und Charakterisierung spezieller Quarzglaspulver aus Nanopartikelsuspensionen für faseroptische Anwendungen, Thüringer Werkstofftag, Weimar, 14.03.2012

▶ **Prof. Dr. rer. nat. Jörg Töpfer**

PUBLIKATIONEN:
T. Reimann, S. Barth, H. Bartsch, J. Müller, J. Töpfer: Low-temperature sintered NTC thermistor ceramics for thick film temperature sensors, International Journal of Applied Ceramic Technology (2012), in print

S. Kracunovska, J. Töpfer: Synthesis, sintering behavior and magnetic properties of Cu-substituted Co_2Z hexagonal ferrites, J Mater Sci: Mater Electron 22 (2011) 467-473

S. Bierlich J. Töpfer: Low-Temperature Firing of Substituted M-Type Hexagonal Ferrites for Multilayer Inductors, IEEE: Transactions on magnetics 48 (2012) 1556-1559

S. Bierlich, J. Töpfer: Zn- and Cu-substituted Co_2Y hexagonal ferrites: Sintering behavior and permeability, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 324 (2012) 1804-1808

T. Reimann, J. Töpfer, S.Barth, B. Pawlowski, J. Müller, H. Bartsch de Torres: Low-temperature sintered NTC ceramics for thick film temperature sensors and multilayer thermistors, IMAPS/ACerS 8th International CICMT Conference Proceedings, April 2012, Erfurt, Germany

S. Bierlich, J. Töpfer, S. Barth, B. Pawlowski, J. Müller, H. Bartsch de Torres: Co-firing behavior of multilayer inductors based on substituted Y- and M-type hexagonal ferrites, IMAPS/ACerS 8th International CICMT Conference Proceedings, April 2012, Erfurt, Germany

T. Schmidt, D. Seifert, J. M. Le Breton, J. Töpfer: Kosubstituierte M-Typ hexagonale Ferrite $Sr_{1-x}La_xFe_{12-y}Me_yO_{19}$: Zusammensetzung, Struktur und magnetische Eigenschaften, Poster im Rahmen der Jahrestagung der DKG in Verbindung mit dem DKG/DGM-Symposium Hochleistungskeramik 2011, Karlsruhe, 25. - 26.10.201, Keramische Zeitschrift 63 (2011) [6] 394-400

T. Schmidt, D. Seifert, J.M. Le Breton, J. Töpfer: Kosubstituierte M-Typ hexagonale Ferrite $Sr_{1-x}La_xFe_{12-y}Me_yO_{19}$: Zusammensetzung, Struktur und magnetische Eigenschaften, wissenschaftlicher Vortrag, DKG-Jahrestagung 2012, Keramische Zeitschrift 64 (2012) [2] 96-101

WISS. VORTRÄGE/POSTER:
T. Reimann, J. Töpfer: Vortrag: Niedrigsinternde NTC-Thermistoren des Systems Ni-Mn-O für die Integration in LTCC-Module, Jahrestagung der deutschen keramischen Gesellschaft, März 2011, Saarbrücken

T. Reimann, S. Barth, J. Töpfer: Poster: Niedrigsinternde NTC-Thermistoren des Systems Ni-Mn-O für Siebdruckanwendungen, Jahrestagung der deutschen keramischen Gesellschaft, März 2012, Nürnberg

T. Reimann, J. Töpfer, S. Barth, B. Pawlowski, J. Müller, H. Bartsch de Torres: Vortrag: Low-temperature sintered NTC ceramics for thick film temperature sensors and multilayer thermistors, IMAPS/ACerS 8th International CICMT Conference and Exhibition, April 2012, Erfurt, Germany

T. Reimann, C. Teichmann, S. Barth, H. Bartsch, J. Müller, J. Töpfer: Poster: Low-Temperature Sintering of NTC thick film and multilayer thermistors, Electroceramics XIII 2012, Twente, Niederlande

S. Bierlich, J. Töpfer, S. Barth, B. Pawlowski: Vortrag: Y-Type Hexagonal Ferrites for High-Frequency Multilayer Inductors, EUROMAT, September 2011, Montpellier, France

S. Bierlich, J. Töpfer, S. Barth, B. Pawlowski, J. Müller, H. Bartsch de Torres: Vortrag: Co-firing behavior of multilayer inductors based on substituted Y- and M-type hexagonal ferrites, IMAPS/ACerS 8th International CICMT Conference and Exhibition, April 2012, Erfurt, Germany

J. Töpfer, S. Bierlich, S. Barth, B. Pawlowski, F. Bechtold, J. Müller: Vortrag: Hexagonal Ferrites for High-Frequency Multilayer Inductors, IMAPS/ACerS 7th International CICMT Conference and Exhibition, April 2011, San Diego, USA

J. Töpfer, S. Römhild: Vortrag: Low temperature firing behavior of dielectric Ca-Cu titanate, 12th Conference of the European Ceramic Society, Juni 2011, Stockholm, Schweden

S. Bierlich, J. Töpfer: Poster: Low-temperature firing of substituted M-type hexagonal ferrites for multilayer inductors, Soft Magnetic Materials, SMM20, September, 2011, Kos, Greece

J. Töpfer: Vortrag: Substituierte hexagonale Ferrite vom Co_2Z-, Co_2Y- und Co/Ti-M-Typ für induktive HF Multilayer-Bauelemente, DGM/DKG Jahrestagung Hochleistungskeramik, Oktober 2011, Karlsruhe

J. Töpfer, J. Hesse, J. Mürbe, S. Barth, B. Pawlowski, T. Rabe: Vortrag: Spinel Ferrites for Integrated Inductive LTCC Modules, 7th China Intl. Conf. On High-Performance Ceramics; CICC, November 2011, Xiamen, China

J. Töpfer, J. Hesse, S. Barth, B. Pawlowski, T. Rabe: Vortrag: Integration of Spinel Ferrites in LTCC Modules, International Conference on Electroceramics; ICE 2011, Dezember 2011, Sydney, Australien

J. Töpfer, T. Reimann, S. Bielich, S. Barth, B. Capraro, H. Bartsch, J. Müller: Vortrag: Integration of Functional Materials into LTCC Multilayers, 4th Intl. Congress on Ceramics, July 2012, Chicago, USA