

超微粒子应用研究

低温烧结多层陶瓷电容器银电极浆料的研究

陈启仁 黄进所 林友荣

(华侨大学) (泉州无线电元件厂)

摘 要

本文研究作为低温烧结多层陶瓷电容器银电极浆料, 910℃烧结, 制备的多层陶瓷电容器, 测定电容器的电学参数, 具有较好的电学性能。

关键词: 电容器, 多层陶瓷电容器, 独石电容器

一、前 言

多层陶瓷电容器 (MLCC) 在电子工业中, 广泛应用于 LC、RC 振荡电路、电源、中压电路、高压电路以及在特高频 (UHF)、超高频 (SHF)、移动通信、卫星广播通讯和彩色电视机。以日本为例, 多层陶瓷电容器在电子设备中的应用约占片状电容器的 80% 左右^[1-2]。

高温多层陶瓷电容器 (MLCC), 一般用含有钛酸钡和少量其它氧化物作为介质材料, 这种陶瓷的介电常数在 2000—6000 之间, 它们是直径为几 μm 的细粉状颗粒, 这些陶瓷颗粒分散在有机粘合剂之中, 压成薄膜, 用钎银浆料作为内电极, 在 1000—1400℃ 缓慢升温烧结而成^[3]。

采用铌镁酸铅为基础的陶瓷作为低温烧结的多层陶瓷电容器的介质材料, 用自制的细银粉配成的银浆料作为电容器的内电极, 在 910℃ 烧结, 做成的多层陶瓷电容器损耗角正切值小, 成瓷性好, 独石结构好。我们研制的细银粉提供给福建省泉州无线电元件厂配制的端头浆料, 在引进生产线试验, 认为效果不错。

电容器的微型化是电子元件行业的一项紧迫任务, 正在不断变小的集成电路要求电容器随之变小。

电子陶瓷的基础是多晶技术, 将无机氧化物的微粒烧结在一起, 在微粒与微粒之间的交接处会形成“晶界”, 它的性质决定着陶瓷作为电子材料的功能和特性, 这些晶界的宽度以 \AA 为单位。太阳电容器公司在 1981 年春研究开发了半导体陶瓷电容器, 由钛酸钡取代了传统

*本课题得到福建省自然科学基金资助。

本文 1989 年 2 月 10 日收到。

的钛酸钡作为介质材料,其中还添加了“某种物质”,成功地把电容率提高到同类电容器的20倍,为研制小型化的电容器开辟了道路。

人们试图通过改变微粒的大小和形状以及晶界添加物的分布状况而人为地微妙地控制其电气特性。我们拟从原材料的超微化入手,探索陶瓷介质与内电极浆料的良好匹配。寻找作为彩色电视机等用途的独石容器原材料国产化的尝试。

二、实验部分

1. 银粉的制备

用硝酸银作原料,抗坏血酸为还原剂, R 为乳化剂,制备的方法简单,成本低,回收率达98%以上。细银粉呈现不规则形状片状物,银粉颗粒度80%小于 $10\mu\text{m}$,细银粉的平均比表面积为 $0.77\text{m}^2/\text{g}$ 。

2. 银粉的比表面积测定

如表1所示。

表1

样品	FDA-Ag-880429	FDA-Ag-429	FDA-Ag-880429	FDA-Ag-429	平均值
编号	×1	×2	×3	×4	
比表面积	$0.8\text{m}^2/\text{g}$	$0.78\text{m}^2/\text{g}$	$0.75\text{m}^2/\text{g}$	$0.79\text{m}^2/\text{g}$	$0.77\text{m}^2/\text{g}$

3. 细银粉的粒度大小及其分布的测定

用美国Micromeritics公司Sedigraph 5000ET型的颗粒度分析仪,用自制的细银粉同北京有色金属研究总院研制的银粉进行粒度分布比较测定,其结果如图1所示。

4. 细银粉的粒度大小及其形状的扫描电镜测定,银含量的X射线能谱测定

用美国AMRAY1000B型扫描电镜, TN5500型X射线能谱仪测定细银粉(Ag_3)的粒度,多数银粉的粒径为 $1\sim 3\mu\text{m}$,个别为 $5\mu\text{m}$,X射线能谱仪测定含银量为88%。

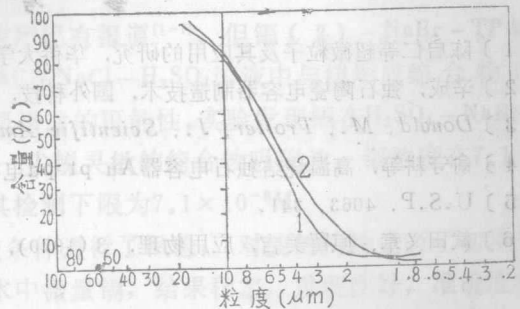


图1

(1) 江苏大学银粉粒度分布曲线;
(2) 北京有色金属研究总院银粉粒度分布曲线;

5. 银电极浆料的制备^[4-6]

用铈镁酸铅体系作为独石电容器的介质材料,用纤维素类作为有机粘合剂,用铈、硼、铅、硅等的氧化物作为玻璃料,用自制的银粉配制而成。银电极浆料的组成如表2所示。

6. 独石电容器电学性能参数的测定

用美国Auto LRC METER 296型测电容量及损耗、RKJ-5型快速绝缘电阻测量仪测电容器的绝缘电阻值。以研制 $1\mu\text{F}$ 规格的样品为例,其电容量平均值为 19886.4pF ,损耗角正切值平均为 $(\text{tg}\delta) \cdot \text{DF} = 121 \times 10^{-4}$,绝缘电阻平均为 $1.3 \times 10^3\text{M}\Omega$,成品率较高。

表 2

浆料	烧结温度 ($^{\circ}\text{C}$)	固体成分 (重量%)		固液比
		Ag	玻璃料	
Ag	910	92	8	1:0.3

三、结果讨论

1. 本文研制一种低温 (910°C) 烧结的多层独石电容器的银电极浆料。现在多层独石电容器一般采用 $1200-1400^{\circ}\text{C}$ 的 $\text{pd}30-\text{Ag}70$ 电极浆料作为独石电容器的内电极。若能降低烧结温度, 少用钯或不用钯, 无疑将会降低元件的成本。

2. 我们研制的细银粉粒度较细, 扫描电镜测定, 多数银粉的粒径为 $1-3\mu\text{m}$, 个别为 $5\mu\text{m}$, X射线能谱测定含 Ag 量为 83%。用美国 Sedi Graph 5000ET 型的颗粒度分析仪测定, 粒度较均匀, 粒度分布较窄, 80% 的银粉 $<10\mu\text{m}$ 。提供 300g 细银粉供给福建省泉州市无线电元件厂作为该厂引进独石电容器生产线端头电极试用, 认为更适合该厂的需要, 厂方要求银粉粒度 $<44\mu\text{m}$ 。

3. 采用国产介质材料作为独石电容器的介质材料, 在 910°C 烧结, 未发现“飞银”现象, 损耗角正切小于 121×10^{-4} , 绝缘电阻平均值为 $1.0 \times 10^3 \text{M}\Omega$, 电容量平均值为 19886.49PF , 成品率较高。

本实验承蒙许承晃、陈凯怡同志帮助测定银粉的扫描电镜, 苏清景同志帮助测定银粉粒度分布曲线, 傅全印同志帮助测定银粉的比表面积, 在此一并致谢。

参 考 文 献

- (1) 陈启仁等超微粒子及其应用的研究, 华侨大学学报(自然科学版), 8, 4(1987), 391.
- (2) 辛成, 独石陶瓷电容器制造技术, 国外科技, 1(1985), 17.
- (3) Donald, M., Trotter, J., Scientific American, 11(1988), 40.
- (4) 俞守耕等, 高温烧结独石电容器 Au pt pd 电极浆料, 贵金属, 7, 1(1986), 12.
- (5) U.S.P., 4063, 341.
- (6) 武田义章, 原留美吉, 应用物理, 3(1970), 221.

Applied Research of Ultrafine Grains (I) - A Study on the Silver Electrode Paste of Multilayer Ceramic Capacitor

Chen Qiren Lin Yourong Huang Jinsuo

Abstract

For preparing multilayer ceramic capacitor, the authors studied the silver electrode paste which can be sintered at 910°C . In relation to the multilayer ceramic capacitor so prepared, a good electrical characteristics was confirmed by electrical parameters measurement.

Key Words. capacitor, multilayer ceramics capacitor, monolithic capacitor