

MLCC陶瓷浆料均一性的一体化解决方案

编辑:Jessie Date: 2023.2

均一性与稳定性控制

MLCC全称为Multi-layer Ceramic Capacitors，即片式多层陶瓷电容器，是全球用量最大的片式元件之一，因其具备体积小、容量大等特征，被广泛应用于消费类电子、家用电器、电源、照明、通信和汽车电子等领域。MLCC陶瓷浆料是MLCC生产的重要环节之一。MLCC的工艺制造首先是将陶瓷浆料通过流延方式制成要求厚度的陶瓷介质薄膜，然后在介质薄膜上印刷内电极，并将印有内电极的陶瓷介质膜片交替叠合热压，形成多个电容器并联，并在高温下一次烧结成不可分割的整体芯片，最后在芯片的端部涂敷外电极浆料，使之与内电极形成良好的电气连接，形成MLCC的两极。

MLCC陶瓷浆料作为MLCC生产的重要环节，浆料的稳定性和均一性影响着后续流延工艺和印刷工艺的效果，浆料如果易沉淀和易团聚，陶瓷介质的紧密型和稳定性将会受到影响；陶瓷浆料中陶瓷粉体的粒径会影响介质层的厚度，陶瓷粉体粒径过大不利于MLCC薄层化和小型化，此外还会影响MLCC产品的烧结性能、介电常数、介质损耗，温度特性及容量等多方面；陶瓷粉体的外貌形态也会影响MLCC的性能，因此在分散过程中，需尽可能减少陶瓷粉体的损伤。

MLCC陶瓷浆料流程概述

陶瓷浆料的常规制备方法为：陶瓷粉体、粘合剂、溶剂等按一定比例经过珠磨（球磨）得到初始浆料，珠磨机均质陶瓷浆料后经过过滤通过PSS的Nicomp粒度分析仪测试平均粒径、AccuSizer颗粒计数器测试过大颗粒浓度、Lum稳定性分析仪快速筛选陶瓷浆料配方稳定性。

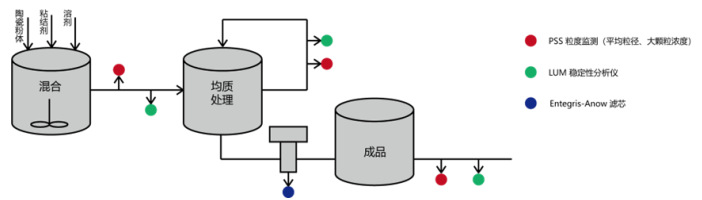


图1 MLCC陶瓷浆料解决方案图示



奥法美嘉平台提供整套的MLCC陶瓷浆料均一性与稳定性解决方案，可用于快速评估、优化陶瓷浆料的配方和工艺：HM&M珠磨机用于研磨分散MLCC陶瓷浆料、Nicomp粒度分析仪分析平均粒径、AccuSizer颗粒计数器分析大粒子浓度，Lum稳定性分析仪快速分析陶瓷浆料稳定性，Entegris-ANOW滤芯过滤杂质及大颗粒。

陶瓷浆料粒度控制

陶瓷粉体的粒径大小对MLCC产品的烧结性能、介电常数、介质损耗、温度特性及容量等方面都有影响。在对陶瓷浆料粒径进行考察时，主要评估其平均粒径大小，大颗粒浓度等指标。目前常见的陶瓷浆料分散方法主要采用珠磨机（也叫砂磨机）进行分散。

HM&M 珠磨机

常见分散方法的球磨法或砂磨机，在分散时物料、磨珠与机体之间的撞击会对陶瓷浆料中的陶瓷粉体造成磨损，磨损的材料进入浆液中会变成难以除去的杂质，这对浆料的纯度产生不利的影响，此外，在某些特定情况下，球磨过程还会改变粉体的物理化学性质。例如，增加晶格不完整性，形成表面无定形层等，影响后续烧结等工艺，日本HMM珠磨机的ADV机型能有效减少对陶瓷浆料的损伤。如下图的TEM照片所示，采用HMM的UAM机型处理时有很多碎片，初步分析是由于粒子破坏而产生的钛酸钡，但是采用ADV机型处理中几乎没有发现钛酸钡碎片。



图3 HM&M珠磨机的ADV机型

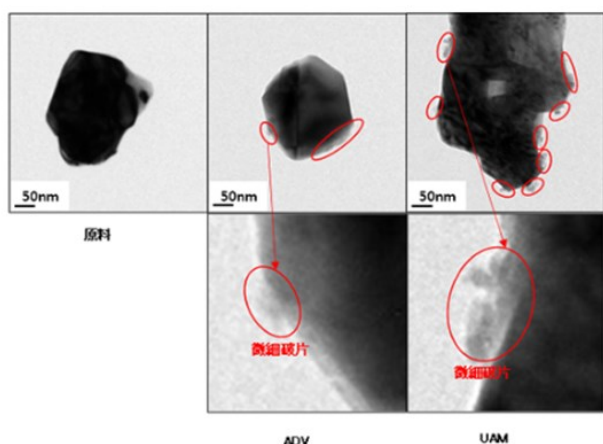


图2 原料、ADV低损伤机型分散、UAM机型分散后的钛酸钡TEM图片

- 实验室研究工作用的珠磨机，50cc、100cc和150cc三种容量可供选择。（Apex Labo实验型）
- 无筛网设计，没有物料堵塞风险，运行平稳，无累积压力，无压力损失。
- 可处理高粘度浆料。
- 可使用最小15 μ m，最大0.5mm研磨珠，一台设备满足大多数物料研磨和分散需求。

平均粒径检测

陶瓷浆料中粉体的平均粒径会影响MLCC产品的介电常数，进而影响MLCC高电容效率，同种介质材料的介电常数存在尺寸效应，控制粉体的粒径能有效提高介质材料的介电常数。Yong 等发现粉体尺寸在约 140 nm 处存在介电常数的最大值，大于该值介电常数随着粉体尺寸的减小而增加，小于此值介电常数随着粉体尺寸减小而减小。粉体的平均粒径还会影响介质层的厚度，从而影响MLCC的高电容效率和MLCC的薄层化、小型化。平均粒径为小粒径的产品具有较好的绝缘和耐电压特性，小粒径的BaTiO₃产品（常见用于制备MLCC陶瓷浆料的陶瓷粉体材料）使用寿命将显著延长。

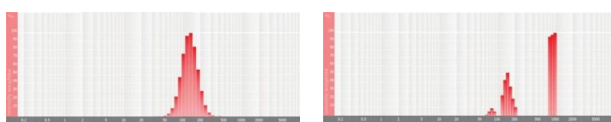
Nicomp纳米激光粒度仪系列

Nicomp系列纳米激光粒度仪采用动态光散射原理检测分析样品的粒度分布，基于多普勒电泳光散射原理检测ZETA电位。



图4 Nicomp N3000系列

- 粒径检测范围0.3nm-10 μ m，ZETA电位检测范围为+/- 500mV
- 搭载Nicomp多峰算法，可以实时切换成**多峰分布观察各部分的粒径**。
- 高分辨率的纳米检测，Nicomp纳米激光粒度仪**对于小于10nm的粒子仍然现实较好的分辨率和准确度**。



高斯粒径分布图

Nicomp多峰粒径分布图

尾端大粒子浓度检测

目前高端MLCC使用的钛酸钡粉体粒径极小，在80nm以下，粉体表面能较大，导致粉体的团聚形成大颗粒，陶瓷浆料中粉体分布不均匀，会造成壳层厚度不均匀，影响后续流延工艺和印刷工艺的效果。

AccuSizer颗粒计数器系列

AccuSizer系列在检测液体中颗粒数量的同时精确检测颗粒的粒度及粒度分布，通过搭配不同传感器、进样器，适配不同的样本的测试需求，能快速而准确地测量颗粒粒径以及颗粒数量/浓度。

- 检测范围为0.5 μm -400 μm （可将下限拓展0.15 μm ）。
- 0.01 μm 的超高分辨率，AccuSizer系列具有1024个数据通道，能反映复杂样品的细微差异，为研发及品控保驾护航。
- 灵敏度高达10PPT级别，即使只有微量的颗粒通过传感器，也可以精准检测出来。



图5 AccuSizer A7000系列

稳定性分析检测

陶瓷浆料的稳定性影响其存放时间，陶瓷浆料是生产MLCC的第一个环节，再进行后续工艺，如流延、印刷，如果浆料稳定性较差，在进行上述工艺过程中发生了大量沉淀、团聚，陶瓷介质的紧密性和稳定性将会受到影响。在陶瓷浆料制备中，控制尾端大粒子数量以及对浆料进行分散能使陶瓷浆料更为稳定。

LUM稳定性分析仪

LumiFuge稳定性分析仪可以直接测量整个样品的分散体的稳定性，检测和区分各种不稳定现象，如上浮、絮凝、聚集、聚结、沉降等，通过测量结果可用来开发新的配方和优化现有的配方及工艺。

- 快速、直接测试稳定性，无需稀释，温度范围宽广
- 可同时测8个样品，测量及辨别不同的不稳定现象及不稳定性指数。
- 加速离心，最高等效2300倍重力加速度。



图6 LUM稳定性分析仪

过滤

过滤是在CMP Slurry制备及使用过程中都非常重要的一道工序，用于除去CMP Slurry中的杂质和尾端大颗粒。在实际应用中，过滤涉及的工况复杂多样，有在Facility阶段高浓度高流速、低浓度高流速的状态，也有在Point of Use阶段的低浓度低流速阶段，Entegris具有多年服务于半导体CMP工艺经验，提供不同状态的过滤方案。

Entegris滤芯

Entegris-Anow是一家高分子微孔膜过滤企业，专业从事MCE、Nylon、PES、PVDF、PTFE等（膜孔径为 $0.03\mu\text{m}$ ~ $10\mu\text{m}$ ）微孔膜的研发及生产，具有二十多年服务与医药客户经验，并为全球生物制药、医疗器械、食品饮料、实验室分析、微电子及工业等领域的客户提供过滤、分离和净化解决方案。

Entegris与Anow的结合，引入Entegris质量管理体系，每一支滤芯都经过严格检查，此外，新建成的CTC验证中心，为全球客户提供专业的验证服务。



图7 Entegris 滤芯

参考资料：

- [1] 燕禾, 吴春蕾, 唐旭福, 段先健, 王跃林. 化学机械抛光技术研究现状及发展趋势[J]. 材料研究与应用, 2021, 15(04): 432-440.
- [2] 张竹青. SiC单晶片固结磨料化学机械抛光液设计[D]. 河南工业大学, 2014.
- [3] 王方. 蓝宝石化学机械抛光液用硅溶胶制备工艺研究[D]. 贵州大学, 2016. DOI: 10. 27047d. cnki. ggudu. 2016. 000030



上海奥法美嘉科技有限公司

上海市 闵行区 浦江镇 浦江高科技园F区
新骏环路 588 号 23 幢 402 室

Customer Service
Tel: 400-829-3090
Email: info@Alpharmaca.com



官方公众号



官方服务号