

EDXRF 在电子陶瓷分析中的应用

EDX-062

摘要：近年来，随着陶瓷技术变革和新兴领域如智能汽车、物联网、无人机、数据中心等的迅速发展，电子陶瓷产品应用领域不断扩大，从而扩大了电子陶瓷方面对 X 射线荧光光谱仪的应用需求。本文使用岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪建立了应对电子陶瓷方面的定性定量分析方法。该方法无需化学前处理、分析过程无污染，操作方便快捷，快速无损分析，准确度和稳定性好，应用广泛，实用性强。

关键词：EDX-7000 能量色散 X 射线荧光分析 电子陶瓷 X 射线荧光分析

电子陶瓷是指应用于电子工业中制备各种电子元件、器件的陶瓷材料，是采用人工精制的无机粉末为原料，通过结构设计、精确的化学计量、合适的成型方法和烧成制品而达到特定的性能，经过加工处理使之符合使用要求尺寸精度的无机非金属材料。电子陶瓷产业的上游包括电子陶瓷基础粉、配方粉、金属材料、化工材料等；中游是电子陶瓷材料，主要包括：陶瓷外壳、陶瓷基座、陶瓷基片、片式多层陶瓷电容器陶瓷、微波介质陶瓷等。电子陶瓷的下游主要是电子元器件，

最终应用于终端产品，其应用领域非常广阔，包括光通信、无线通信、工业激光、消费电子、汽车电子等，主要用于各类电子整机中的振荡、耦合、滤波等电路中。

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪采用新型硅漂移检测器 (SDD)，实现了高灵敏度、高分辨率的分析要求，能够快速无损分析电子陶瓷的成分、有害元素、生产配方控制、镀层分析等，方便快捷、无需化学前处理。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光光谱



图 1 EDX-7000

1.2 分析条件

分析元素：Na -Sc

氛围：真空

电压 (kV)：15,50

电流 (μA)：自动

DT (%)：30

滤光片：无

分析时间 (s)：100

分析元素：Ti -U

氛围：大气

电压 (kV)：50

电流 (μA)：自动

DT (%)：30

滤光片：无 (定性分析)，

1~5# (定量分析)

分析时间 (s)：100

■ 样品前处理

样品直接进行分析，无需化学前处理。

■ 结果与讨论

3.1 定性 - 定量分析电子陶瓷的成分

样品:	AW4N					
分析物	结果	[3-sigma]	处理-计算	线	强度	
PbO	54.913 %	[0.124]	定量-FP	PbLb1	2469.1045	
ZrO2	17.995 %	[0.062]	定量-FP	ZrKa	976.5600	
TiO2	11.704 %	[0.128]	定量-FP	TiKa	106.3546	
SrO	9.632 %	[0.020]	定量-FP	SrKa	252.3643	
SrO	3.886 %	[0.027]	定量-FP	SrKa	252.3643	
Sb2O3	0.992 %	[0.037]	定量-FP	SbKa	6.3107	
HfO2	0.620 %	[0.024]	定量-FP	HfLa	16.8576	
NbO	0.259 %	[0.006]	定量-FP	NbKa	15.9733	



图2 定性分析样品

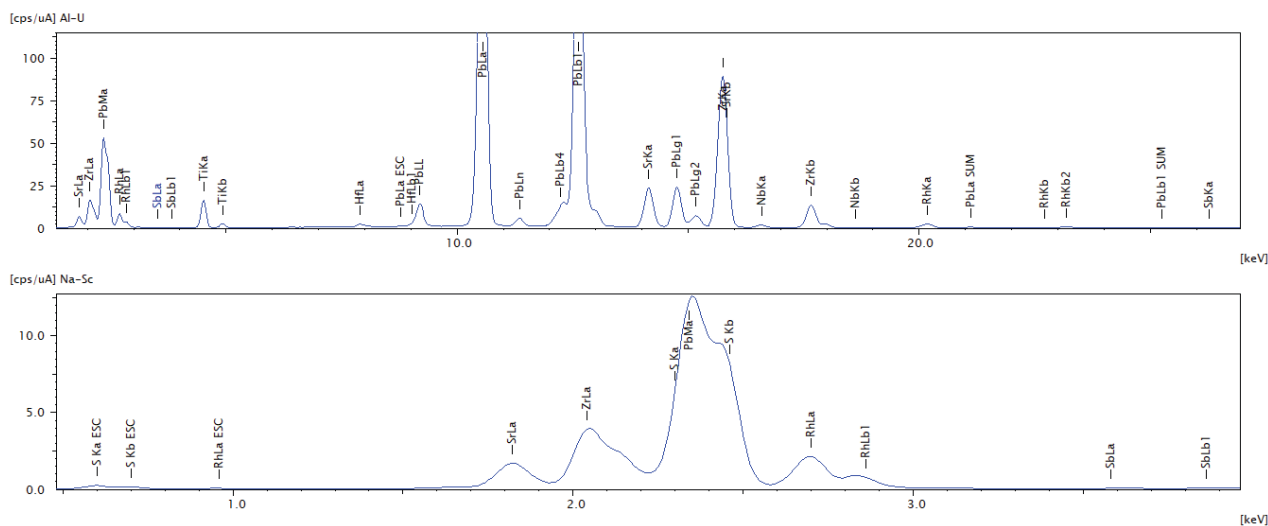
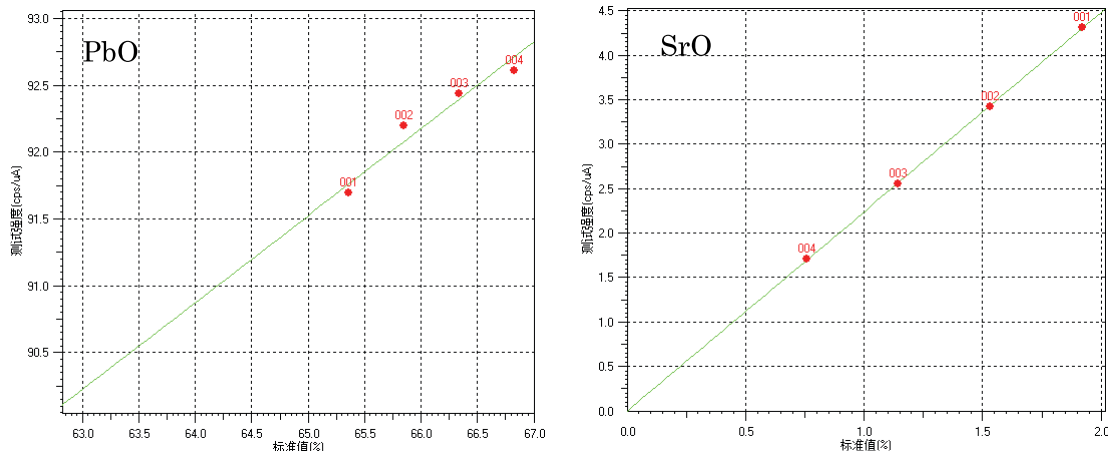


图3 电子陶瓷定性 - 定量分析结果及谱图

通过对某电子陶瓷样品的定性 - 定量分析，可以快速得到电子陶瓷的大致成分及其含量，为工艺控制提供数据支撑。

3.2 准确定量分析生产过程中的配方成分

3.2.1 使用一种电子陶瓷的参考样制作元素的校准曲线（参考样由客户提供）



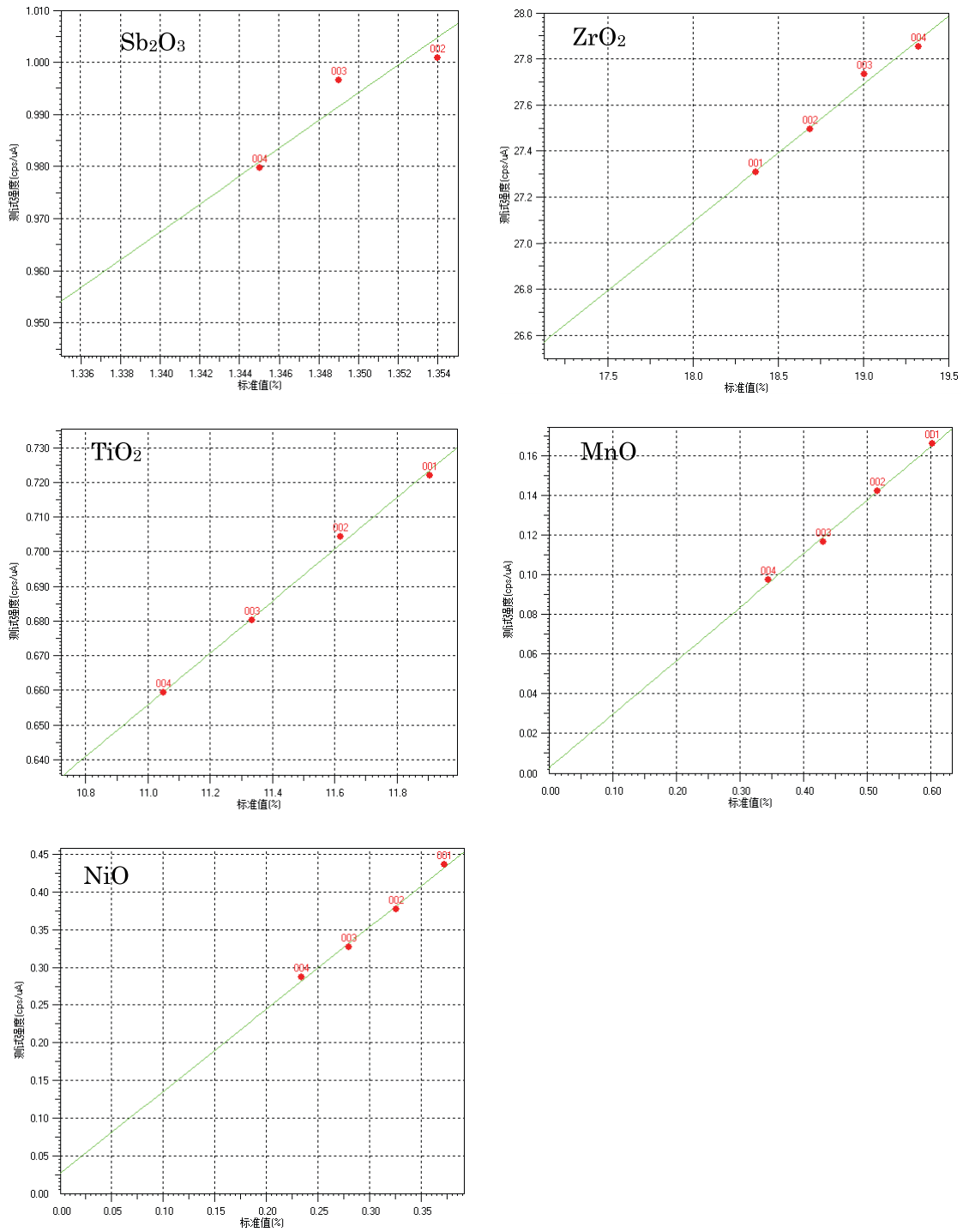


图4 元素标准曲线

说明：由于4个标样配方浓度梯度不明显，如PbO为65.3~66.8%，Sb₂O₃为1.34~1.35%，曲线展开后个别元素线性稍差，但完全能够满足品质管控的要求。

3.2.2 使用上述电子陶瓷的元素校准曲线对 5 个电子陶瓷样品进行定量分析。

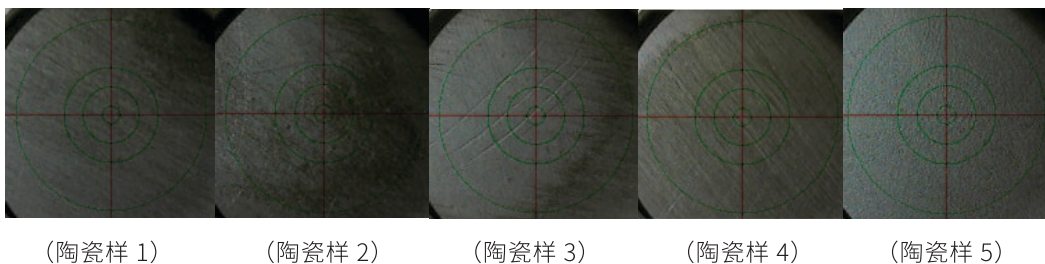


图 5 成分分析样品

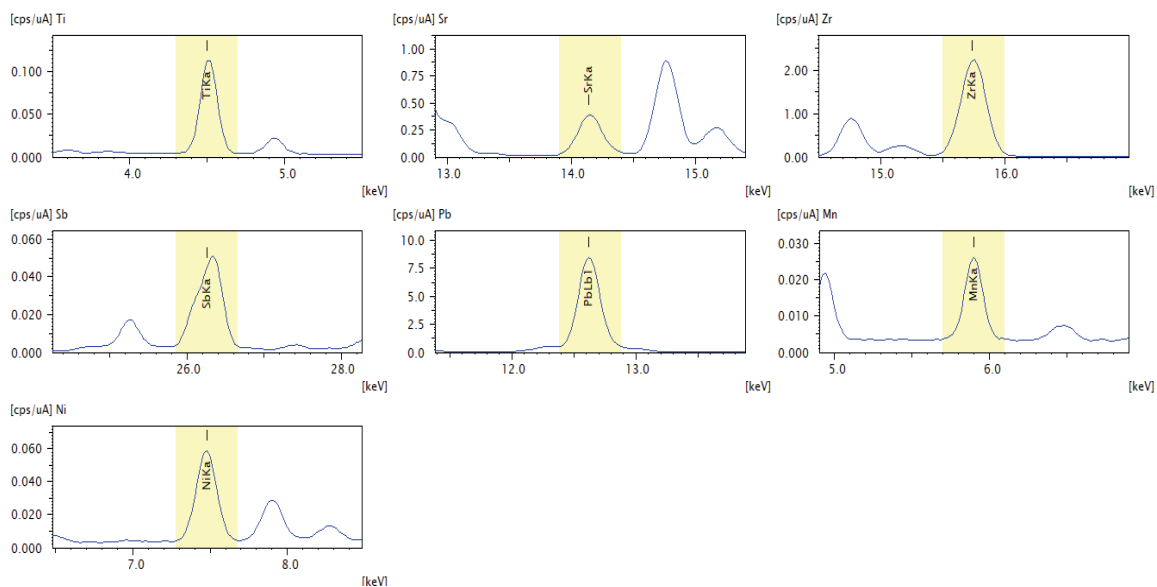


图 6 电子陶瓷成分分析结果谱图

表 1 电子陶瓷样品成分分析结果 (例)

单位：%

元素	PbO	SrO	Sb ₂ O ₃	ZrO ₂	TiO ₂	MnO	NiO
陶瓷样 1	65.45	1.92	1.35	18.34	11.91	0.62	0.37
参考值	65.48	1.90	1.32	18.31	11.90	0.60	0.39
陶瓷样 2	66.07	1.52	1.36	18.84	11.59	0.51	0.33
参考值	66.09	1.51	1.38	18.80	11.60	0.50	0.31
陶瓷样 3	66.87	1.14	1.35	19.22	11.29	0.44	0.28
参考值	66.90	1.18	1.39	19.27	11.32	0.47	0.31
陶瓷样 4	67.09	0.77	1.34	19.37	11.00	0.31	0.22
参考值	67.11	0.82	1.31	19.40	11.03	0.37	0.21
陶瓷样 5	66.41	1.11	1.35	18.48	11.46	0.43	0.07
参考值	66.48	1.13	1.39	18.51	11.44	0.41	0.09

说明：参考值按配方理论值计算结果。

通过对电子陶瓷的成分分析，可以在生产过程中对产品成分进行工艺控制。

3.3 按 IEC62321 标准直接进行电子陶瓷的有害元素的筛选分析。

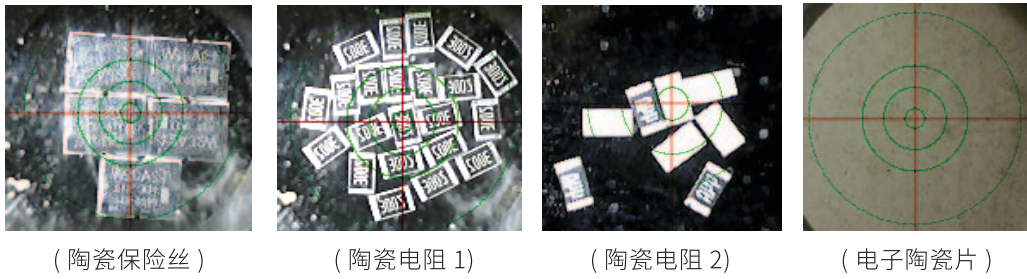


图 7 有害元素的筛选分析样品

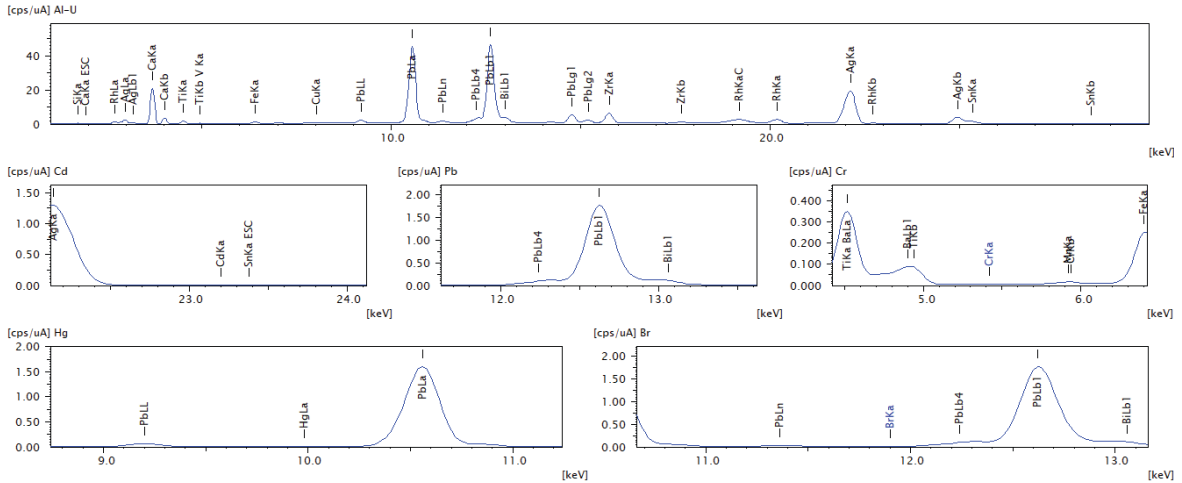


图 8 有害元素分析结果谱图 (以陶瓷保险丝为例)

表 2 依次对图 7 样品进行有害元素的筛选分析 单位: mg/kg

元素	Cd	Pb	Cr	Hg	Br
陶瓷保险丝	46	(31513)	N.D.	N.D.	N.D.
参考值	42	32885	2	<2	—
陶瓷电阻 1	3	(4535)	790	N.D.	N.D.
参考值	3	4626	810	<2	—
陶瓷电阻 2	N.D.	N.D.	919	N.D.	N.D.
参考值	<2	5	934	<2	—
电子陶瓷片	N.D.	N.D.	24	N.D.	N.D.
参考值	<2	4	28	<2	—

说明: N.D.: 表示未检出; (): 表示已超出分析工作曲线的分析上限, 为参考值; —: 表示没有检测; <: 表示少于检出下限。

通过对电子陶瓷样品进行 RoHS 有害元素的筛选分析, 就可知道是否符合 RoHS 指令要求。

3.4. 测试电子陶瓷镀层厚度

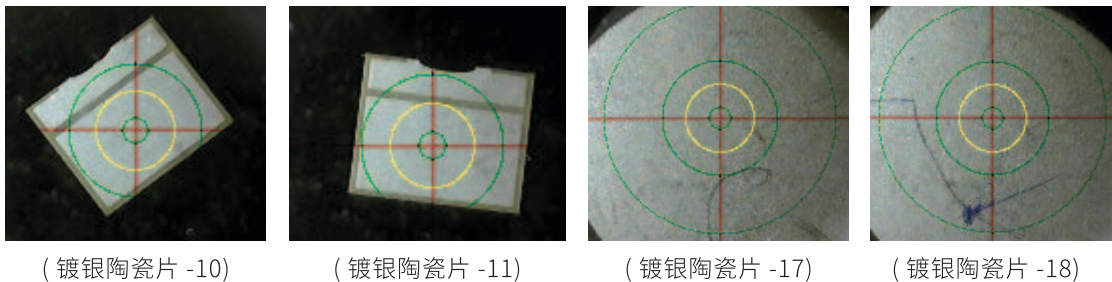


图 9 镀层分析样品

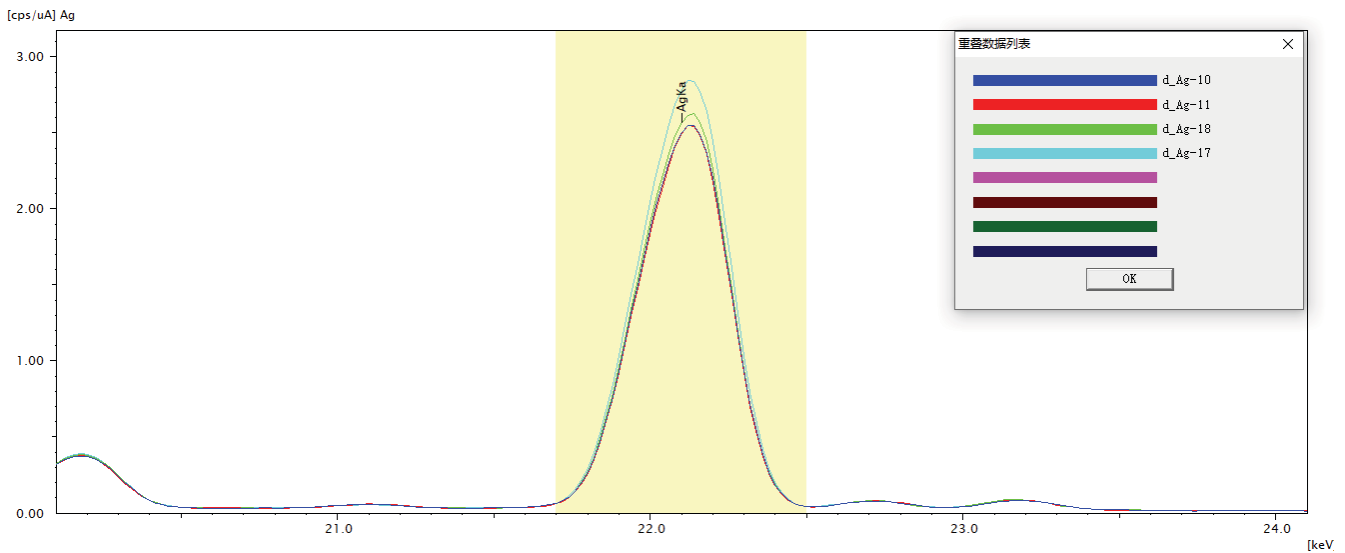


图 10 镀银层厚度分析结果谱图

表 3 依次对图 9 镀银陶瓷片镀银层厚度分析

单位: μm

样品	镀银厚度	参考值
镀银陶瓷片 -10	2.72	2.75
镀银陶瓷片 -11	2.71	2.75
镀银陶瓷片 -17	3.07	3.03
镀银陶瓷片 -18	2.82	2.85

■ 结论

EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪对电子陶瓷可以进行成分定性 - 定量分析、成分元素定量分析、RoHS 有害元素的筛选分析及镀层厚度分析，简单快捷，操作方便，无需化学前处理，是一种行之有效的快速分析方法。

岛津应用云

