

# WDXRF 表征偏钛酸镁微波介质陶瓷

XRF-014

**摘要：**滤波器是 5G 核心关键部件，偏钛酸镁 ( $\text{MgTiO}_3$ ) 功能陶瓷是目前已实用化的微波介质陶瓷材料，广泛用于谐振器、滤波器。本文使用岛津 XRF1800 分析了偏钛酸镁微波介质陶瓷材料，给出了元素组成信息，并使用基本参数法进行了定量分析，给出了主量元素与杂质元素的含量，这些结果对于 5G 功能陶瓷的研发和生产品质控制有重要意义。

**关键词：**5G 微波介质陶瓷 偏钛酸镁  $\text{MgTiO}_3$  岛津 XRF-1800

5G 大规模天线技术使得天线的数量成倍增长，滤波器作为射频单元的核心器件之一，是 5G 网络核心关键部件。基站的高度集成化和小型化对于滤波器的尺寸和发热性能也有更高的要求。与金属腔体滤波器相比，陶瓷介质滤波器具有高稳定性、高品质因素  $Q \cdot f$ 、高介电常数等特点，可以有效降低滤波器的体积、重量以及传输损耗，逐渐成为业界的主流选择。

偏钛酸镁 ( $\text{MgTiO}_3$ ) 功能陶瓷是目前较为成熟、已实用化的微波介质陶瓷材料，广泛用于谐振器、滤波器。由于  $\text{MgTiO}_3$  具有负的谐振频率温度系数，因此需要掺入具有正温度系数的材料如  $\text{CaTiO}_3$ ，使谐振频率温度系数接近零，以满足实用要求。

在功能陶瓷的生产过程中，粉体原料化学组成、杂质的种类和含量都将影响陶瓷材料的性能。比如碱金属元素 Na、K 会使得陶瓷的绝缘性能降低，介电损耗增大，通常都需要利用水洗或者预烧等工艺去除。而适当的掺杂可以形成固溶体，改善陶瓷的性能，降

低介质损耗。因此，在原料选取、粉体制备以及最终的成品检查等工艺流程中，检测并监控样品的元素组成和物相组成，对于功能陶瓷的生产具有重要意义。

X 射线荧光光谱仪 (XRF) 使用 X 射线激发样品产生 X 荧光，分析荧光的特征 X 射线可以了解样品的元素组成，并可进一步通过强度与含量的关联计算样品中的元素含量。XRF 不需要复杂的化学前处理，含量测试范围宽泛，从 ppm 到 100%，在元素分析领域获得了广泛的应用。波长色散型 X 射线荧光光谱仪 (WDXRF) 使用分光晶体将荧光 X 射线按照波长分开，具有分辨率高、检出限低、轻元素分析效果好，特别适合于功能陶瓷生产过程中的元素分析要求。

本文使用岛津 XRF-1800 分析了偏钛酸镁微波介质陶瓷，给出了样品中元素组成，并使用基本参数法进行了定量分析，展示了 WDXRF 在功能陶瓷生产研发中的应用。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津波长色散型 X 射线荧光光谱仪 XRF-1800

### 1.2 分析条件

表 1 测试参数

仪器	: XRF-1800	光阑	: 30mm
激发源	: 端窗 Rh 靶 (4kW)	强度模式	: 峰高法
探测器	: SC、FPC	定量时间	: 单元素 40s
管压 / 管流	: 40 kV / 70 mA	测试环境	: 真空 vac

### 1.3 样品处理

- (1) 陶瓷粉末用玛瑙研钵研磨，过 300 目筛；
- (2) 采用硼酸镶边衬底，在压片机中压制成片；
- (3) 压力 30 吨，保压时间 20s；
- (4) 要求样片表面平整光洁；

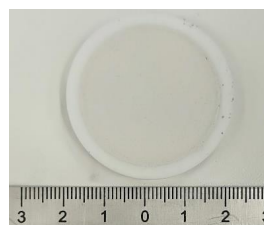


图 1 陶瓷粉末压片

## ■ 结果与讨论

选用标准分析条件 detail-oxide 对样品进行全元素分析，条件中已经针对不同元素设定了组合通道，并选定了分光晶体、PHA 值和相应的检测器，扫描速度 8°/min，得到全元素定性谱图如图 2 所示，使用基本参数法可以给出各元素的含量，见表 2。

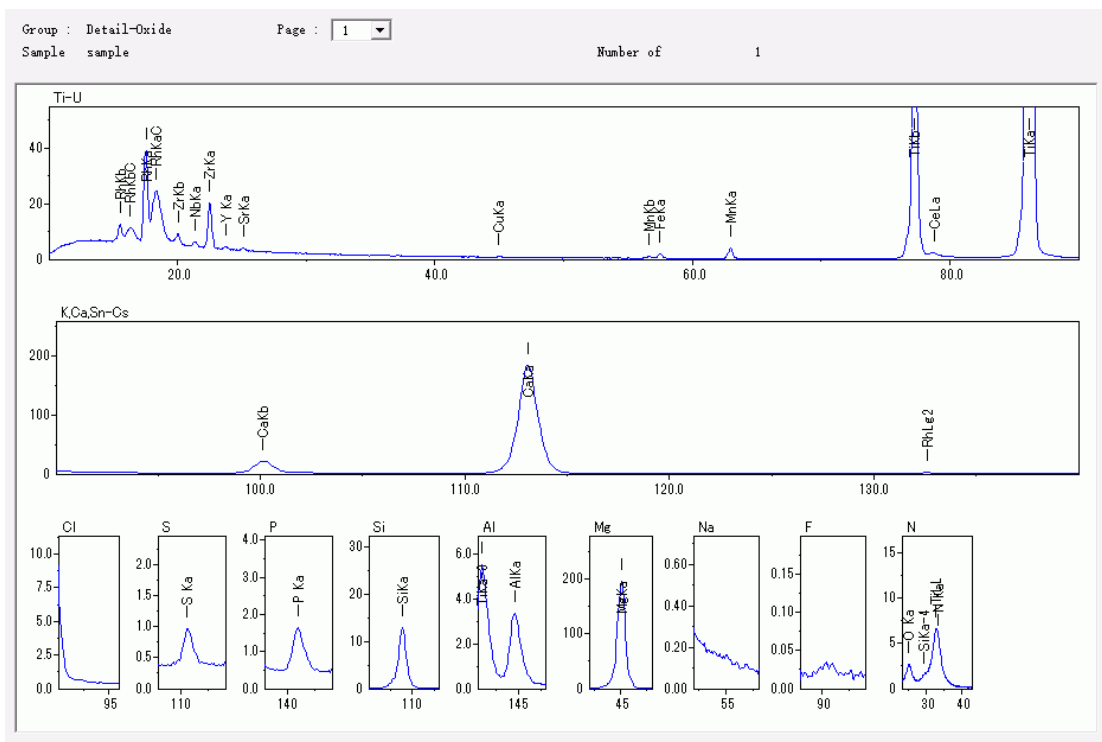


图 2 偏钛酸镁陶瓷粉末压片全元素定性谱图

表 2 陶瓷压片样品元素分析结果

元素	含量 (wt%)
TiO <sub>2</sub>	59.405
MgO	35.596
CaO	2.888
SiO <sub>2</sub>	1.319
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.278
MnO	0.177
ZrO <sub>2</sub>	0.095
CeO <sub>2</sub>	0.087
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.058
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.043
SO <sub>3</sub>	0.027
CuO	0.009
NbO	0.008
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.006
SrO	0.004

陶瓷样品测试结果以氧化物含量给出，主元素为 Ti、Mg、Ca、Si，其他元素的含量均在 0.3% 以下。由于  $MgTiO_3$  具有负的谐振频率温度系数，工业上经常掺入  $CaTiO_3$ ， $CaTiO_3$  具有正温度系数和较低的品质因数  $Q \cdot f$ ，合适的掺入比例可以使谐振频率温度系数接近零，使得生成的陶瓷材料有好的环境适应性，谐振频率几乎不会随外界环境而变化。但过高的掺入比例会降低陶瓷产物的品质因数  $Q \cdot f$ 。据报道，当 MgCa 摩尔比在 95 : 5 时（95MCT），体系可获得最佳的介电性能。

目前微波介质陶瓷的主流生产工艺还是固相高温烧结，95MCT 的烧结温度高达 1400°C，这意味着高能耗。业内常采用通过掺杂降低其烧结温度，比如加入一定量的  $Mg_2SiO_4$ ，可进一步降低介电常数和烧结温度，同时提高品质因数。这可能是测试结果中 Si 的来源。测试结果中未观察到明显的 K、Na 等碱金属元素的存在，这些元素会降低陶瓷的绝缘性能，使得介电损耗增大。

## ■ 结论

本文使用岛津 XRF-1800 分析了偏钛酸镁微波介质陶瓷材料的粉末压片样品，给出了元素组成信息，并使用基本参数法完成强度到含量的转换，给出了主量元素与杂质元素的含量，这些结果可用于指导微波介质陶瓷偏钛酸镁的研发和生产品质控制，亦可供研发和生产其他 5G 介质陶瓷时参考。

岛津应用云

