

叠层片式电感器件中助烧剂的电子探针元素面分布表征

EPMA-073

摘要：电感领域中采用铁氧体材料和银电极低温共烧结开发的叠层片式电感器件应用非常广泛，生产中添加适量的助烧剂可以有效地降低烧结温度，但也需要控制烧结工艺。本文使用岛津电子探针显微分析仪对叠层片式电感试样中助烧剂进行了分布特征表征，同时对测试难点和测试方法进行了说明，测试结果可为烧结工艺的优化提供数据指导。

关键词：电感 面分析 背景噪音 电子探针 岛津

技术特点：

- ❖ 岛津电子探针 EPMA 测试微量元素分布具有较高的灵敏度，可以表征电感中添加元素的分布特征；
- ❖ 针对非均一背景干扰信号，岛津电子探针 EPMA 可以方便地进行扣除处理。

随着电子元器件对数字化、微型化、多功能化的要求，电感领域中重点开发的叠层片式电感产品的研究和应用也相应得到飞速发展，前景广阔。

铁氧体材料和银内电极的低温共烧配方和工艺是叠层片式电感产品中的一个重要课题。内电极材料是活跃的金属银，决定了烧结温度不能太高，否则银会溢出，烧结温度太低，铁氧体材料又不能致密成型，影响电感性能和力学强度。一种解决方案是添加适量的助烧剂用来降低烧结温度。研究发现，低熔点的化合物如 Bi_2O_3 ，可以实现低温共烧结的目的并促进烧结致密化。

在烧结过程中，助烧剂 Bi_2O_3 在熔融态可以与铁氧体表面部分形成共熔体，银离子半径较小且较为活

跃，容易在这种共熔体中扩散，特别是烧结时间过长时，银电极与铁氧体出现相互扩散，可能会导致银电极线的断裂，出现断路不良品。评价不同配方含量在不同工艺条件下各种元素的分布，特别是助烧剂的扩散情况，对叠层片式电感的研究和开发就尤为重要。

作为助烧剂，含量不会高，微量元素的面分布表征，尤其是非单一材料基质中的微量元素分布表征在进行电子探针面分析时需要特别注意。差异较大的非均质材料中，背散射系数不同，最重要的是韧致辐射效应不同，将会导致不同位置产生计数差异较大的背景信号。这种背景信号来源于连续 X 射线，在 EPMA 测试过程中混杂于特征 X 射线之中，对 EPMA 的分析造成一定的影响。

■ 仪器

岛津 EPMA-1720 型电子探针显微分析仪



■ 结果与讨论

试样为小尺寸叠层片式电感器件。

由于试样尺寸较小，需要经过环氧树脂冷镶嵌，再使用氩离子研磨抛光仪对试样进行处理，表面蒸镀碳膜后进行测试。放大 150 倍后的整体形貌见图 1，尺寸 0.6 mm×0.3 mm，图中背散射电子像显示灰色为陶瓷基体材料、两端白亮色外电极和内部白亮色内电极。选择图中 A、B 和 C 三个位置进行元素成分微区测试，典型的元素特征 X 射线谱图见图 2，元素组分见表 1。

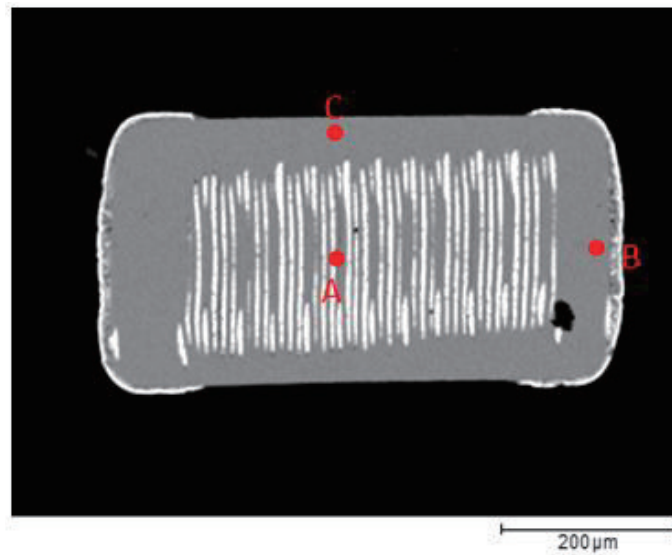


图 1 背散射电子像 (BEI、150×)

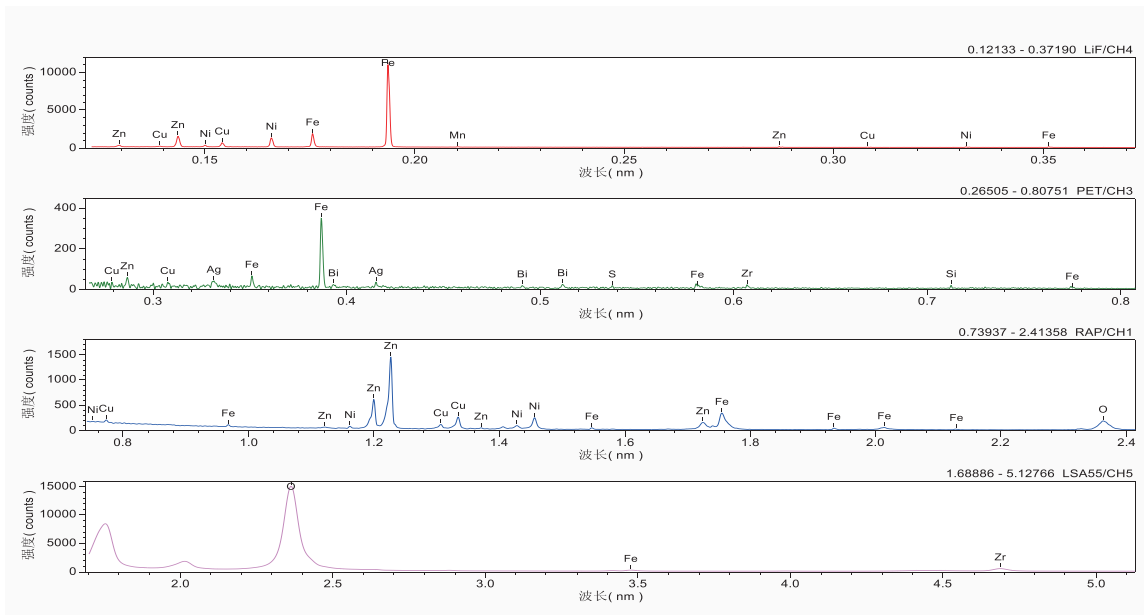


图 2 定性分析谱图

表 1 试样中标识 A、B、C 位置处对应的元素组分 (Wt%)

	C	O	S	Si	Ca	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Zr	Ag	Bi
A	0.31	52.81	0.29	0	0.01	0.08	21.82	3.03	1.42	6.01	0	14.17	0.08
B	0.54	55.09	0	0.05	0	0.09	29.68	4.07	2.23	7.91	0.13	0.11	0.12
C	0.54	54.49	0.03	0.04	0	0.13	30.21	4.05	2.32	7.86	0.14	0.07	0.14

从结果可以看到，其中基体介质为目前广泛使用的 NiCuZn 软磁铁氧体，内电极为银，这种配置能够实现磁介质材料和内电极共烧结，具有烧结温度低、电阻率高、高频特性好、有一定的机械强度等特征，同时内电极使用先进的垂直方式布线，可以消除极性和线圈与端电极间的电容，提高电感性能。

对于助烧剂的测试，可以使用元素 Bi 来表征助烧剂的分布特征。由于 Bi 的含量较低，首先分别对 A、B、C 三个位置以及银内电极上进行 Bi 的峰形特征分析，结果见图 3，叠加在同一坐标中见图 4。

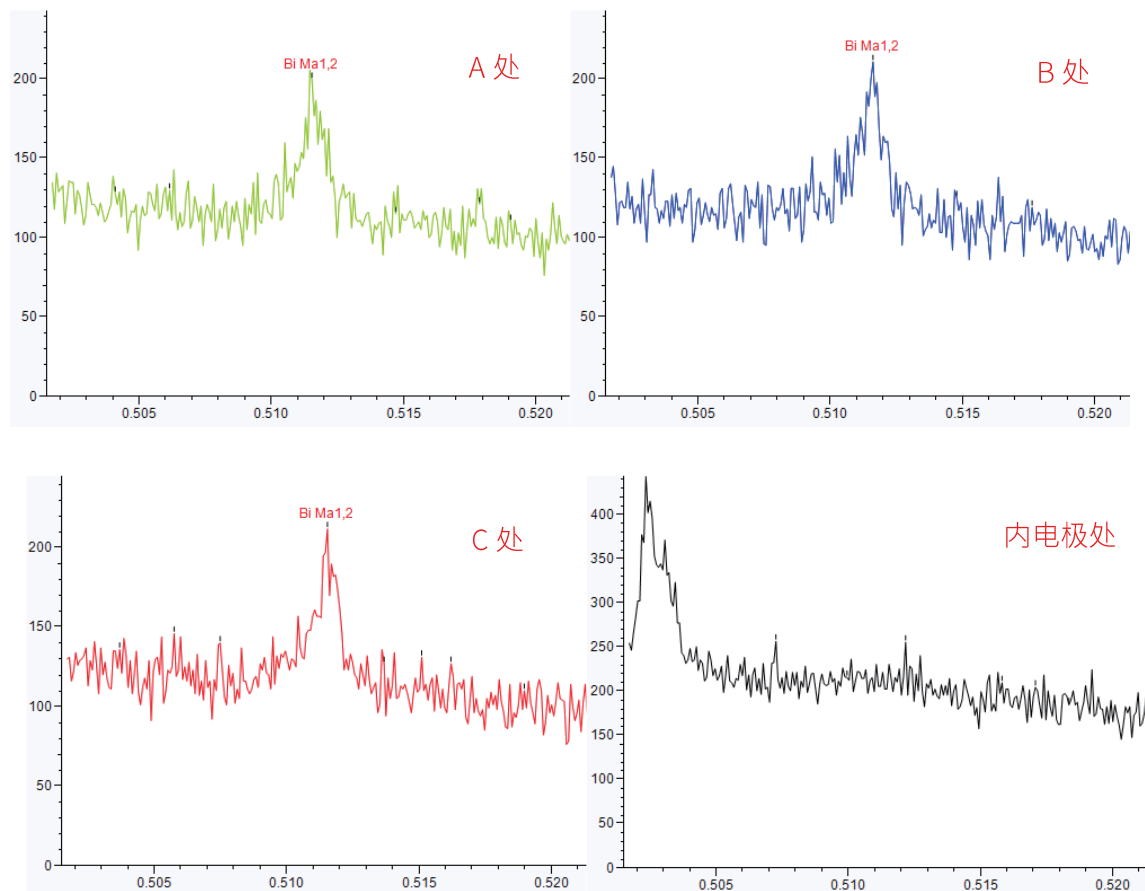


图 3 不同位置元素 Bi 峰形特征

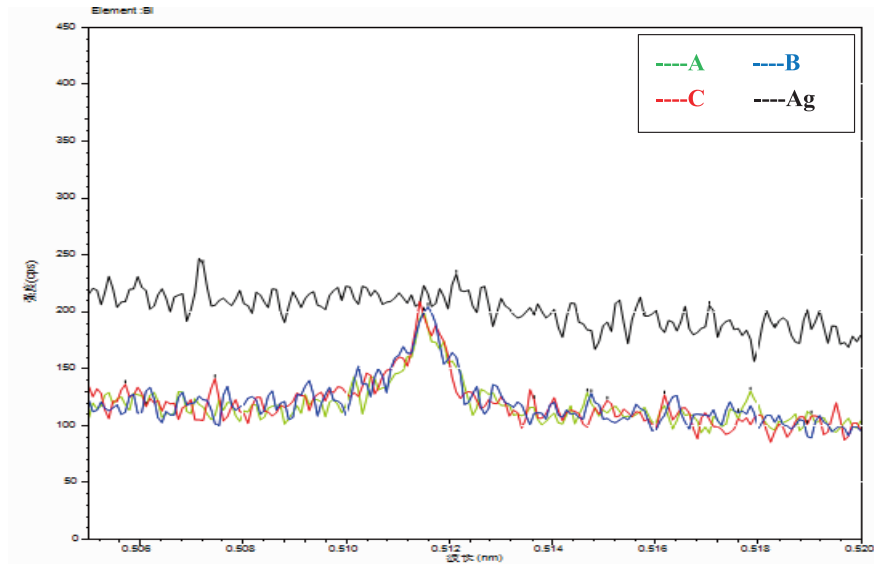


图 4 不同位置峰形特征叠加

峰形特征测试结果显示，在能检出有效 Bi 信号的 A、B、C 三个位置，其峰位置总强度反而和银内电极上没有检出 Bi 信号的总强度相当。这是因为在平均原子序数不同的位置，背散射系数不同，在背散射图像上衬度较大的白亮色银电极其背散射系数较大，意味着入射电子束测试到此位置时，能够进入试样并产生信号的束流较小，激发的 X 射线信号也会较低，但最关键的影响因素是韧致辐射效应不同，导致不同位置产生了计数差异较大的背景信号。

如果使用常规默认的方法直接元素面分析特征测试，得到的结果可能会有问题。当前仪器状态下，元素特征 X 射线 Bi 的峰位选择为 0.51202 nm，面分布分析背散射电子像和特征峰位处 X 射线像（PK）结果见图 5。测试结果表明，助烧剂在铁氧体和银内电极上的分布较为均匀，显示了助烧剂在烧结过程中与铁氧体和银电极的相互均匀扩散。这是一种假象数据。

对于背景差异较大的元素进行面分析时，测试就需要在不同位置扣除对应不同的背景信息。由于此位置位于 PET 晶体测试的中波段，BG+ 和 BG- 相差不大，选择一个作为背景扣除即可，此处选择为 BG-，为 0.50021 nm。对采集到的特征峰分布（PK）和背景分布（BG-）做相应的谱图运算，得到正确的元素 Bi 的净强度（NET）分布特征图，结果见图 6。正确数据处理后的结果显示，助烧剂主要分布于 NiCuZn 软磁铁氧体中，促进其低温烧结成型并致密化。

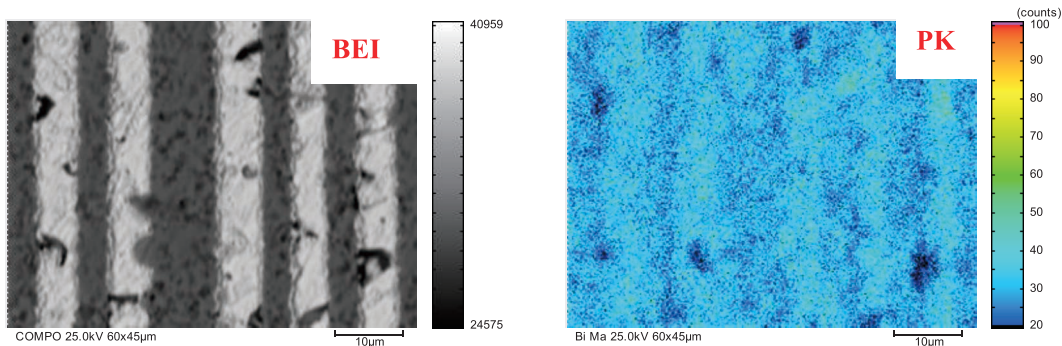


图 5 表征助烧剂的元素 Bi 在特征 X 射线波长峰位处的面分布特征

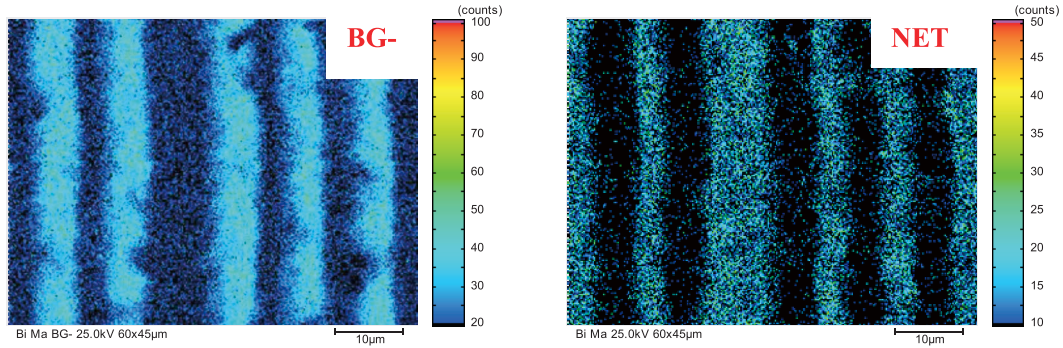


图 6 表征助烧剂元素 Bi 的 BG- 分布信息及净强度面分布特征

■ 结论

在对作为低温烧结助烧剂 Bi_2O_3 的元素面分布表征中，直接使用常规默认条件测试获得的是相对均匀的分布，显示了助烧剂在烧结过程中与铁氧化物和银电极的相互均匀扩散。这是一种假象数据。由于非均一的材质中韧致辐射效应导致的背景信号差异，需要同时采集连续 X 射线背景信号进行扣除。正确数据处理后的结果显示，助烧剂主要分布于 NiCuZn 软磁铁氧体中，促进其低温烧结成型并致密化。

测试结果也表明，岛津电子探针通过配置高位 52.5° 的 X 射线检出角以及兼具灵敏度和分辨率的全聚焦分光晶体，在微量元素测试中具有很高的灵敏度，对叠层片式电感试样中助烧剂的元素分布特征进行的测试数据，可以为烧结工艺的优化提供技术指导。

岛津应用云

