



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112820442 B

(45) 授权公告日 2021.07.06

(21) 申请号 202110415889.X

(22) 申请日 2021.04.19

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 112820442 A

(43) 申请公布日 2021.05.18

(73) 专利权人 西安宏星电子浆料科技股份有限  
公司

地址 710065 陕西省西安市高新区丈八街  
办电子西街3号904厂房

(72) 发明人 党丽萍 鹿宁 赵科良 王顺顺  
赵莹 王大林 王明奎 张亚鹏

(74) 专利代理机构 西安永生专利代理有限责任  
公司 61201

代理人 高雪霞

(51) Int.Cl.

H01B 1/22 (2006.01)

H01B 1/24 (2006.01)

H01B 13/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 110335724 A, 2019.10.15

CN 111863312 A, 2020.10.30

CN 112289482 A, 2021.01.29

CN 106116150 A, 2016.11.16

CN 105741906 A, 2016.07.06

CN 104616721 A, 2015.05.13

CN 106898412 A, 2017.06.27

CN 112562883 A, 2021.03.26

WO 2011124517 A1, 2011.10.13

审查员 钟媛

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体  
浆料

(57) 摘要

本发明公开了一种5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体浆料,所述银导体浆料的重量百分比组成为:球状银粉55%~70%,片状银粉6%~20%,玻璃粉0.5%~3%,热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物0.2%~2%,有机载体8%~15%,浆料改性剂1%~5%,有机稀释剂5%~11%。本发明中对白云石粉和冰晶石粉原料进行热处理后,形成活性白云石粉及冰晶石粉混合物加入到导电银浆中,最终得到高附着力银导体浆料,且拉拔处不起皮,同时经测试可焊性好,导电优良。本发明银导体浆料应用于系列5G陶瓷介质滤波器瓷片上后,流平性较好,金属化膜层平整,提升附着力的同时,兼顾了浆料的导电性能,可有效降低滤波器的插入损耗,使滤波器有较高的品质因数。

1. 一种5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体浆料,其特征在于组成该浆料的原料及重量百分比如下:球状银粉55%~70%,片状银粉6%~20%,玻璃粉0.5%~3%,热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物0.2%~2%,有机载体8%~15%,浆料改性剂1%~5%,有机稀释剂5%~11%;

所述热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物是将白云石粉与冰晶石粉按重量比为1:1混合均匀后在150~180℃下热处理60~90分钟获得。

2. 根据权利要求1所述的5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体浆料,其特征在于:所述浆料中热处理后的活性白云石粉及冰晶石粉混合物所占重量百分比为0.4%~1.0%,所述热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物的平均粒度范围为0.3~1.0 $\mu\text{m}$ 。

3. 根据权利要求1所述的5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体浆料,其特征在于:所述球状银粉的平均粒径为0.7~1.15 $\mu\text{m}$ 、振实密度为4.5~5.5 $\text{g}/\text{cm}^3$ ,所述片状银粉的平均粒径为0.8~5.0 $\mu\text{m}$ 、振实密度为4.0~7.0 $\text{g}/\text{cm}^3$ 。

4. 根据权利要求1所述的5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体浆料,其特征在于:所述玻璃粉为Ca-B-Si系玻璃,所述玻璃粉的粒径为1.0~1.8 $\mu\text{m}$ 。

5. 根据权利要求1所述的5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体浆料,其特征在于:所述有机载体由以下重量百分比的原料组成:树脂5%~25%,有机溶剂75%~95%,其中所述树脂为松香树脂、萜烯树脂、马来酸树脂、聚乙烯缩丁醛、乙基纤维素中任意一种或多种,所述有机溶剂为松油醇、二乙二醇二丁醚、丁基卡比醇醋酸酯中的任意一种或两者以上混合物。

6. 根据权利要求1所述的5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体浆料,其特征在于:所述浆料改性剂由触变剂、分散剂及消泡剂按质量比1:1:1组成,其中所述触变剂为氢化蓖麻油或聚乙烯蜡,所述分散剂为柠檬酸三胺或聚甲基丙烯酸胺,所述消泡剂为磷酸三丁酯或聚二甲基硅氧烷。

7. 根据权利要求1所述的5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体浆料,其特征在于:所述有机稀释剂为二乙二醇二甲醚、DBE、二甲基甲酰胺中的任意一种。

## 一种5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体浆料

### 技术领域

[0001] 本发明属于5G陶瓷介质滤波器用银导体浆料技术领域,具体涉及一种适用于5G陶瓷介质滤波器用强附着力银导体浆料。

### 背景技术

[0002] 随着移动通信网络的发展,无线频段变得非常密集。小型化、损耗低和性能稳定可靠等需求,即将是5G通讯追求的主流。5G陶瓷介质滤波器因其体积小、损耗小、高Q值等优点成为5G时代主流滤波器。凭借其优良的性能,在移动通信领域中拥有更为广阔的应用空间。为了提高陶瓷介质滤波器的性能,通过在陶瓷介质滤波器的表面涂覆银浆层。因此,金属化是陶瓷介质滤波器关键技术之一,对滤波器的性能和可靠性都有直接的影响。

[0003] 导体浆料主要由导电相银粉、粘结相玻璃粉、无机添加剂和有机载体及有机添加剂等原料配制而成,针对5G陶瓷介质滤波器用银导体浆料,要求很高的附着力外,还必需降低滤波器的高频损耗,这就对银电极的致密性、导电性以及银浆用的玻璃粉的成分和无机添加剂提出了特殊的要求。但现有的5G陶瓷介质滤波器用银导体浆料在使用过程中主要存在银浆料烧结后与瓷体结合较差,出现大面积脱落现象。

[0004] 在已知的5G陶瓷介质滤波器用银导体浆料的发明中,均采用了无铅银导体浆料常用的含铋玻璃粉和常规的氧化锌、氧化铋、氧化铝、氧化钇等氧化物或多组氧化物。常规的氧化物确实可以对银浆提供良好的附着力,是由于氧化物与滤波器陶瓷基体进行反应形成较好的结合强度。但氧化物与滤波器陶瓷进行反应后,对滤波器的Q值和插损造成影响,出现拉力较大,Q值和插损等电性能较差的问题。

### 发明内容

[0005] 本发明目的是提供一种用于5G陶瓷介质滤波器具有强附着力并可有效降低插损的银导体浆料。

[0006] 针对上述目的,本发明银导体浆料,其特征在于组成该浆料的原料及重量百分比如下:球状银粉55%~70%,片状银粉6%~20%,玻璃粉0.5%~3%,热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物0.2%~2%,有机载体8%~15%,浆料改性剂1%~5%,有机稀释剂5%~11%,其中所述热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物是将白云石粉与冰晶石粉按重量比为1:1混合均匀后在150~180℃下热处理60~90分钟获得。

[0007] 上述浆料中,优选热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物所占重量百分比为0.4%~1.0%,平均粒度范围为0.3~1.0 $\mu\text{m}$ 。

[0008] 上述球状银粉的平均粒径为0.7~1.15 $\mu\text{m}$ 、振实密度为4.5~5.5g/cm<sup>3</sup>,片状银粉的平均粒径为0.8~5.0 $\mu\text{m}$ 、振实密度为4.0~7.0g/cm<sup>3</sup>。

[0009] 上述玻璃粉为Ca-B-Si系玻璃,所述玻璃粉的粒径为1.0~1.8 $\mu\text{m}$ 。

[0010] 上述有机载体由以下重量百分比的原料组成:树脂5%~25%,有机溶剂75%~95%,其中所述的树脂为松香树脂、萜烯树脂、马来酸树脂、聚乙烯缩丁醛、乙基纤维素中任意一

种或多种,所述的有机溶剂为松油醇、二乙二醇二丁醚、丁基卡比醇醋酸酯中的任意一种或两者以上混合物。

[0011] 上述浆料改性剂由触变剂、分散剂及消泡剂按质量比1:1:1组成,其中所述触变剂为氢化蓖麻油或聚乙烯蜡,所述分散剂为柠檬酸三胺或聚甲基丙烯酸胺,所述消泡剂为磷酸三丁酯或聚二甲基硅氧烷。

[0012] 上述有机稀释剂为低沸点溶剂,如:二乙二醇二甲醚、DBE、二甲基甲酰胺等,其用于进行稀释调节粘度。

[0013] 本发明银导体浆料的制备方法包括以下步骤:

[0014] 1、将取白云石粉和冰晶石粉按重量比1:1混合均匀后,150~180℃热处理60~90分钟,随后冷却至常温,得到热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物。

[0015] 2、玻璃粉的制备:将玻璃粉的组成按比例称量氧化物,充分混匀后,置于100~230℃烘箱中烘干1~2小时,然后在1000~1200℃下熔炼2小时,将熔化均匀的玻璃水淬得到玻璃粗粒,加入聚氨酯罐内球磨10~15小时,得到平均粒径1.0~1.8 $\mu\text{m}$ 的粉料,再经125℃干燥即得到玻璃粉。

[0016] 3、有机载体的制备:将有机溶剂加热到60~90℃,在搅拌下依次加入树脂,持续搅拌1~2小时,直至溶解,最后形成透明均质溶液即为有机载体。

[0017] 4、银导体浆料的制备方法:将有机载体分成两份,按照银导体浆料的配方比例,首先将称取好的玻璃粉、经过热处理后的白云石粉与冰晶石粉混合物加入一份有机载体中预先混合,得到膏状物I;再将球状银粉、片状银粉、浆料改性剂以及预先混合后的膏状物I加入另一份有机载体中,用搅拌分散机混合,混合均匀后在三辊机上充分研磨辊轧,辊轧后的半成品根据粘度需要添加有机稀释剂调整到合适的粘度值,以500目以上的滤网布进行过滤,然后包装,得到细度 $\leq 8\ \mu\text{m}$ 的银导体浆料。

[0018] 本发明的有益效果如下:

[0019] 1、本发明采用球状银粉及片状银粉搭配使用,用微米级球粉填充片状银粉在搭接时存在的间隙,增大粉体之间的导电通路,同时提高烧结后银层的致密性,进而提高附着力,从而保证其电性能。

[0020] 2、本发明将白云石粉和冰晶石粉混合物进行热处理后作为附着力添加剂,以降低粉末的水分,同时热处理可使活性白云石粉和活性冰晶石粉粉体混合物再结晶,从而降低混合粉体的电阻,提升无机材料与瓷体结合强度,在不影响电性能的前提下,保证了银浆具有良好的附着力。经850℃左右高温烧结与微波介质陶瓷形成较强的化学键合,同时对基体材质也不会造成成分污染影响,可保持5G陶瓷陶瓷介质滤波器具有良好的Q值和较低插损。

[0021] 3、本发明选用Ca-B-Si系玻璃,该玻璃粉的熔点为580~680℃,适合银电极的高温烧结工艺;能够有效的保证银导体浆料与瓷体在烧结后具有良好润湿性,保证金属银粉与瓷体接触形成良好的附着力,并且不降低瓷体的品质因数(Q)。

[0022] 4、本发明银导体浆料通过银粉混搭和热处理后活性白云石粉和冰晶石粉粉体混合物及玻璃粉互相作用,使烧结后银层更致密,导电性好,银层与瓷体的结合力强,同时,银层的可焊性好。由于高温润湿瓷体的玻璃粉与瓷体反应,使滤波器具有高可靠性的同时,保证了器件的高频低插损,高Q值。

[0023] 5、本发明银导体浆料通过丝网印刷、整体浸银或表面喷银等方法涂敷于陶瓷介质

表面,经 $850 \pm 50^\circ\text{C}$ 烧结后在滤波器陶瓷表面形成导电电极,电极的附着力强、导电性好,银层的附着力大于 $30\text{N}/\text{mm}^2$ ,且拉剥处不起皮、不漏瓷,并可直接焊接使用。

### 具体实施方式

[0024] 下面结合实施例对本发明进一步详细说明,但本发明的保护范围不仅限于这些实施例。

[0025] 实施例1~5

[0026] 按照表1中的配方制备实施例1~5的银导体浆料100g,具体制备方法如下:

[0027] 1、按重量比1:1称取白云石粉和冰晶石粉混合均匀,在 $160^\circ\text{C}$ 下热处理70分钟,随后冷却至常温,得到粒度范围为 $0.3 \sim 1.0\mu\text{m}$ 的热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物。

[0028] 2、Ca-B-Si系玻璃粉的制备:将氧化物按重量百分比为13%  $\text{B}_2\text{O}_3$ 、42%  $\text{SiO}_2$ 、40%  $\text{CaO}$ 、4%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 和1%  $\text{MgO}$ 比例称量,充分混匀后,置于 $150^\circ\text{C}$ 烘箱中烘干2小时,然后在 $1150^\circ\text{C}$ 下熔炼2小时,将熔化均匀的玻璃水淬得到玻璃粗粒,加入聚氨酯罐内球磨12小时,再经 $125^\circ\text{C}$ 干燥,得到粒径为 $1.0 \sim 1.8\mu\text{m}$ 的Ca-B-Si系玻璃粉。

[0029] 3、有机载体的制备:按有机载体的重量百分比,将60wt%松油醇,20wt%丁基卡必醇醋酸酯充分混匀后,加热到 $65^\circ\text{C}$ ,在搅拌下依次加入4wt%乙基纤维素、16wt%萜烯树脂,持续搅拌2小时,直至溶解,最后形成透明均质溶液即为有机载体。

[0030] 4、银导体浆料的制备方法:将上述步骤3制得的有机载体平均分成两份,首先将Ca-B-Si系玻璃粉及热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物加入其中一份有机载体中预先混合,得到膏状物I;再将球状银粉(平均粒径为 $0.7 \sim 1.15\mu\text{m}$ 、振实密度为 $4.5 \sim 5.5\text{g}/\text{cm}^3$ )、片状银粉(平均粒径为 $0.8 \sim 5.0\mu\text{m}$ 、振实密度为 $4.0 \sim 7.0\text{g}/\text{cm}^3$ )、浆料改性剂(由氢化蓖麻油、聚甲基丙烯酸胺及磷酸三丁酯按质量比1:1:1组成)以及预先混合后的膏状物I加入另一份有机载体中,用搅拌分散机混合,混合均匀后在三辊机上充分研磨辊轧,辊轧后的半成品浆料根据粘度需要添加二乙二醇二甲醚调整到粘度值为 $4.0\text{Pa}\cdot\text{s} \sim 15.0\text{Pa}\cdot\text{s}$ ,以500目的滤网布进行过滤,然后包装,得到细度 $\leq 8\mu\text{m}$ 的银导体浆料。

[0031] 表1

[0032]

编号	各组分重量百分比 (%)										
	银微粉	片状银粉	热处理后的混合物	白云石粉和冰晶石混合物	白云石粉	冰晶石粉	Ca-B-Si系玻璃粉	有机载体	浆料改性剂	有机稀释剂	合计
实施例 1	70	7	0.4	/	/	/	0.8	14	1	6.8	100
实施例 2	64	13	0.6	/	/	/	1	13	1	7.4	100
实施例 3	57	20	0.8	/	/	/	1	13	1	7.2	100
实施例 4	57	20	1	/	/	/	0.8	14	1	6.2	100
实施例 5	64	13	0.6	/	/	/	0.8	14	1	6.6	100
对比例 1	64	13	/	/	0.6	/	0.8	14	1	6.6	100
对比例 2	64	13	/	/	/	0.6	0.8	14	1	6.6	100
对比例 3	64	13	/	0.6	/	/	0.8	14	1	6.6	100
对比例 4	77	/	0.5	/	/	/	0.8	14	1	6.7	100
对比例 5	/	77	0.4	/	/	/	0.8	13	1	7.8	100
对比例 6	77	/	0.6	/	/	/	0.8	13	1	7.6	100

[0033] 同时以表1中对比例1~6的重量百分比组成和上述方法制备成100g银导体浆料，做对照实验。

[0034] 将上述银导体浆料通过金属化工艺浸涂在17mm\*16mm\*6mm陶瓷瓷体上，自然流平10min后，180℃下干燥10min后，将样品置于850℃±50℃的带式烧结炉中进行烧结，烧结周期90min，峰值保温12min，制成测试样品后进行检测，结果如表2所示。

[0035] 表2 测试结果

[0036]

实施例	外观	附着力(N/mm <sup>2</sup> )	可焊性( $\mu$ m)	Q值	起皮
实施例 1	银层致密	31	7.2	2260	不起皮
实施例 2	银层致密	31	7.1	2208	不起皮
实施例 3	银层致密	32	7	2232	不起皮
实施例 4	银层致密	31	7.2	2200	不起皮
实施例 5	银层致密	37	7.4	2278	不起皮
对比例 1	表面有空隙	23	7	2089	起皮
对比例 2	表面有空隙	21	7	2073	起皮
对比例 3	银层致密	23	7.2	2170	不起皮
对比例 4	表面有空隙	20	6.4	2040	起皮
对比例 5	表面有亮片	24	6.3	2038	不起皮
对比例 6	表面有空隙	21	5.8	2032	起皮

[0037] 由表2可以看出,本发明实施例1~5制备的银导体浆料中添加了热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物,其银浆附着力明显优于不经过热处理的混合物或者优于单加其中一种的,且导电性能也较好,具备更高的Q值,产品的可靠性高。将实施例5与对比例1和2中仅直接添加未处理的白云石粉或冰晶石粉的银导体浆料相比可以得出,添加了热处理后的活性白云石粉及冰晶石粉混合物后,整个银层烧结更致密,更有利于银晶粒的生长,且银层拉脱出不起皮;将实施例5与对比例3进行对比,经过引入热处理后的活性白云石粉与冰晶石粉混合物比同时添加未处理的白云石粉和冰晶石粉混合物时制成的银导体浆料,浆料整体特性全面得到了提升,具有更好的电气性能,附着力同样明显得到了提升;将实施例5与对比例4~6相比,在银粉的添加量相同的情况下,采用球状银粉及片状银粉搭配使用比仅适用其中任意一种,通过片状银粉对球状银粉缝隙间的填充,提高了导电银浆烧结后的银层致密度,进而提高附着力,从而保证其电性能。