

团 体 标 准

T/CECA XXX—202X

多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料

Base metal conductive paste for multilayers ceramic chip capacitors

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国电子元件行业协会 发布

目 次

前 言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 技术要求.....	1
5 试验方法.....	2
5.1 试验的环境条件.....	2
5.2 检验方法.....	2
6 检验规则.....	3
6.1 检验分类.....	3
6.2 检验批.....	3
6.3 型式检验.....	3
6.4 逐批检验.....	4
6.5 不合格处理.....	5
7 包装、标志、运输、储存.....	5
7.1 包装.....	5
7.2 标志.....	6
7.3 运输.....	6
7.4 储存.....	6
附录 A（规范性）多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料表面粗糙度测定.....	7
附录 B（规范性）多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料耐酸性测定.....	9
附录 C（规范性）多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料干燥膜密度测定.....	11
附录 D（规范性）多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料烧结收缩率测定.....	13

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国电子元件行业协会电容器分会提出并归口。

本文件起草单位：广东风华高新科技股份有限公司、大连海外华昇电子科技有限公司、山东国瓷功能材料股份有限公司、潮州三环（集团）股份有限公司、深圳市宇阳科技发展有限公司、广东微容电子科技有限公司、清华大学、中国科学院深圳先进技术研究院、成都宏科电子科技有限公司。

本文件起草人：曹秀华、付振晓、刘伟峰、黄俊、宋永生、高珺、李岩、司留启、杨爱民、孙健、敬文平、向勇、王晓慧、孙蓉、冉洪汀。

多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料

1 范围

本文件规定了多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料的要求、试验方法、检验规则及包装、标志、运输、储存。

本文件适用于多层片式瓷介电容器用贱金属内电极浆料（以下简称“内电极浆料”）和多层片式瓷介电容器用贱金属端电极浆料（以下简称“端电极浆料”）。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 36800.2—2015 塑料 热机械分析法(TMA) 第2部分：线性热膨胀系数和玻璃化转变温度的测定

SJ/T 11512—2015 集成电路用电子浆料性能试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

内电极浆料 internal electrode paste

一种由导电相、有机载体及添加剂等组成的适用于印刷特性的膏状物。

3.2

端电极浆料 terminal electrode paste

一种由导电相、玻璃相、有机载体及添加剂等组成的适用于浸涂的膏状物。

4 技术要求

4.1 内电极浆料性能应符合表 1 的规定。

表 1 内电极浆料性能

性能	细度 μm	典型粘度 ^a Pa·s	固含量 %
参数指标	≤ 5	0.5~5 或 15~30 ^b	47~53

^a粘度具体指标由供需双方协商。

^b其中 0.5Pa·s~5Pa·s 指辊印内电极浆料的典型粘度，15Pa·s~30Pa·s 指丝印内电极浆料的典型粘度。

4.2 端电极浆料性能应符合表 2 的规定。

表 2 端电极浆料性能

性能	细度 μm	典型粘度 a Pa·s	固含量 %
参数指标	≤ 5	20~40	70~75
a 粘度具体指标由供需双方协商。			

4.3 内电极浆料干燥膜和烧成膜性能应符合表 3 的规定。

表 3 内电极浆料干燥膜和烧成膜性能

性能	表面粗糙度 Ra μm	干燥膜密度 g/cm^3	烧结收缩率 a %
参数指标	≤ 0.15	5~6	14~16
a 烧结收缩率具体指标由供需双方协商。			

4.4 端电极浆料干燥膜和烧成膜性能应符合表 4 的规定。

表 4 端电极浆料干燥膜和烧成膜性能

性能	表面粗糙度 Ra μm	干燥膜密度 g/cm^3	烧结收缩率 %	耐酸性 %
参数指标	≤ 7	≥ 5.0	10~20	≤ 0.1

5 试验方法

5.1 试验的环境条件

除另有规定外，所有试验均应在下列规定的测量和试验用标准大气条件下进行：

- 1) 温度: $15^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$;
- 2) 相对湿度: $35\% \sim 75\%$;
- 3) 大气压力: $86\text{kPa} \sim 106\text{kPa}$ 。

5.2 检验方法

5.2.1 细度

按 SJ/T 11512—2015 中方法 101 进行测试。

5.2.2 粘度

按 SJ/T 11512—2015 中方法 102 进行测试。

5.2.3 固含量

按 SJ/T 11512—2015 中方法 103 进行测试。

5.2.4 表面粗糙度

按附录 A 的规定进行测试。

5.2.5 耐酸性

按附录 B 的规定进行测试。

5.2.6 干燥膜密度

按附录 C 的规定进行测试。

5.2.7 烧结收缩率

按附录 D 的规定进行测试。

6 检验规则

6.1 检验分类

导电浆料检验分类如下：

- 1) 型式检验（见 6.3）；
- 2) 逐批检验（见 6.4）。

6.2 检验批

一个检验批应为同一个生产批，在基本相同条件下生产，并提交检验。

6.3 型式检验

6.3.1 取样

随机抽取 400g 为检验样品，将检验样品置于取样罐中加盖密封，以备检验。

6.3.2 检验项目

- 1) 内电极浆料型式检验的项目及顺序按表 5 规定进行。

表 5 内电极浆料型式检验项目

序号	检验项目	技术要求	检验方法	样品数量	允许不合格数
1	细度 (非破坏性项目)	4.1	5.2.1	20g	0
2	粘度 (非破坏性项目)	4.1	5.2.2	50g	0
3	固含量 (破坏性项目)	4.1	5.2.3	10g	0
4	表面粗糙度 (破坏性项目)	4.3	5.2.4	5 份	0
5	干燥膜密度 (破坏性项目)	4.3	5.2.6	3 份	0

表 5 内电极浆料型式检验项目（续）

序号	检验项目	技术要求	检验方法	样品数量	允许不合格数
6	烧结收缩率 (破坏性项目)	4.3	5.2.7	3份	0
注：每份的数量分别按附录 A、附录 C 和附录 D 的规定					

2) 端电极浆料型式检验的项目及顺序按表 6 规定进行。

表 6 端电极浆料型式检验项目

序号	检验项目	技术要求	检验方法	样品数量	允许不合格数
1	细度 (非破坏性项目)	4.2	5.2.1	20g	0
2	粘度 (非破坏性项目)	4.2	5.2.2	50g	0
3	固含量 (破坏性项目)	4.2	5.2.3	10g	0
4	表面粗糙度 (破坏性项目)	4.4	5.2.4	5份	0
5	耐酸性 (破坏性项目)	4.4	5.2.5	5份	0
6	干燥膜密度 (破坏性项目)	4.4	5.2.6	3份	0
7	烧结收缩率 (破坏性项目)	4.4	5.2.7	3份	0
注：每份的数量分别按附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 的规定					

6.3.3 检验周期

型式检验的产品，必须是经过逐批检验合格的产品。有下列情况之一者，应进行型式检验：

- 1) 原材料、工艺等发生较大改变，可能影响产品性能时；
- 2) 产品停产后，恢复生产时；
- 3) 逐批检验结果与上一批有较大差异时；
- 4) 关键工艺设备大修或更新之后。

6.3.4 结果判定

若受试样品通过表 5、表 6 中的所有试验，则型式检验合格；

若其中有任何一项超过表 5、表 6 规定的允许不合格品数时，则型式检验不合格。

6.4 逐批检验

6.4.1 取样

随机抽取 200g 为检验样品，将检验样品置于取样罐中加盖密封，以备检验。

6.4.2 检验项目

- 1) 内电极浆料逐批检验项目按表 7 规定进行。

表 7 内电极浆料逐批检验项目

序号	检验项目	要求的章条号	检验方法	受试样品数量	允许不合格数
1	细度 (非破坏性项目)	4.1	5.2.1	20g	0
2	粘度 (非破坏性项目)	4.1	5.2.2	50g	0
3	固含量 (破坏性项目)	4.1	5.2.3	10g	0
4	表面粗糙度 (破坏性项目)	4.3	5.2.4	5 份	0
5	干燥膜密度 (破坏性项目)	4.3	5.2.6	3 份	0

注：每份的数量分别按附录 A、附录 C 和附录 D 的规定

2) 端电极浆料逐批检验的项目及顺序按表 8 规定进行。

表 8 端电极浆料逐批检验项目

序号	检验项目	要求的章条号	检验方法	受试样品数量	允许不合格数
1	细度 (非破坏性项目)	4.2	5.2.1	20g	0
2	粘度 (非破坏性项目)	4.2	5.2.2	50g	0
3	固含量 (破坏性项目)	4.2	5.2.3	10g	0
4	表面粗糙度 (破坏性项目)	4.4	5.2.4	5 份	0
5	干燥膜密度 (破坏性项目)	4.4	5.2.6	3 份	0

注：每份的数量分别按附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 的规定

6.4.3 结果判定

若检验样品通过表 7、表 8 中各项试验，则逐批检验判定合格；

若其中有任何一项超过表 7、表 8 规定的允许不合格品数时，则逐批检验判定不合格。

6.5 不合格处理

若检验项目中有一项不合格，该批浆料返工处理，返工后重新抽样进行逐批检验。

7 包装、标志、运输、储存

7.1 包装

检验合格产品用带密封盖的专用包装罐进行分装，标准包装量有 1000g、2000g。包装罐应耐腐蚀，不易破损，瓶口加密封带，装入结实牢固的包装箱中。包装罐四周应填充防震材料。

7.2 标志

在检验合格的产品上应贴有标签，标签上注明：

- 1) 供方名称；
- 2) 产品名称；
- 3) 产品规格批号；
- 4) 产品净重、瓶重；
- 5) 保质期；
- 6) 合格章。

7.3 运输

产品可采用各种方式运输，但应避免污染和机械破损。

7.4 储存

包装好的浆料应放在温度为 5°C~25°C，相对湿度为 20%~80%，清洁、通风、避光、无腐蚀性气体的库房中。产品自生产之日起储存期不超过 6 个月。

中电元协团体标准报批公示稿

附录 A

(规范性)

多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料表面粗糙度测定

A.1 方法原理

多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料在玻璃片上刮涂形成薄膜层，经干燥箱低温烘干后，采用台阶仪对浆料薄膜进行表面粗糙度的测定。

A.2 仪器与设备

仪器与设备如下：

- a) 台阶仪：垂直方向精度 0.1nm；
- b) 干燥箱：最高使用温度 200°C，控温精度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ ；
- c) 超声波清洗器：功率 35W，超声波频率 40kHz；
- d) 胶带：胶带厚度 0.1~0.2mm；
- e) 金属刮刀；
- f) 玻璃片：边长 2cm，厚 2mm；
- g) 烧杯；
- h) 玻璃清洗架；
- i) 电吹风机；
- j) 镊子；
- k) 行星式重力搅拌机：最大公（自）转转速 $\geq 1200\text{rpm}$ ；
- l) 高速剪切分散机：最大剪切速度 $\geq 350\text{rpm}$ 。

A.3 试样制备

取 20g 导电浆料，采用行星式重力搅拌机在 800rpm~1200rpm 下分散 2min，或用高速剪切分散机在 300rpm \pm 50rpm 下剪切分散 30min，静置 10min 待用。

A.4 测试步骤

试验环境为：

- a) 环境温度 15°C~35°C；
- b) 相对湿度 35%~75%；
- c) 大气压强 86kPa~106kPa。

取 5 片相同的玻璃片放置于烧杯中的玻璃清洗架上，向烧杯中加入去离子水，水位没于玻璃片，用超声波清洗器清洗 20min。清洗完毕后倒掉烧杯中的去离子水，加入无水乙醇继续超声 20min。

用镊子夹出烧杯中的玻璃片，将清洗完的玻璃片用电吹风机吹干。在玻璃片表面粘贴相距 1cm 的 2 条平行胶带。

取 2g 导电浆料置于玻璃片 2 条胶带中间，刮刀与 2 条胶带垂直并沿其平行方向刮涂，在玻璃片上形成浆料薄膜层。

将玻璃片置于干燥箱中干燥 1h，干燥温度设定为 80°C。

采用台阶仪对已干燥的浆料薄膜表面粗糙度进行测定，测定时探针应落于薄膜中心区域。

A.5 测试结果的处理

1 片玻璃片测定的 R_a 作为 1 份试样的测试结果,对上述 5 份浆料薄膜试样表面粗糙度 R_a 读取平均值,作为测定结果。

5 份试样相互测试结果之差的绝对值均不大于平均值的 5%测定结果有效,否则另取试样重新测定。

A.6 检验报告

检验报告应包括以下内容:

- a) 浆料编号;
- b) 浆料名称、规格;
- c) 浆料批号;
- d) 测试结果及检验部门印章;
- e) 本文件编号;
- f) 测试人及测试日期。

中电元协团体标准报批公示稿

附录 B

(规范性)

多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料耐酸性测定

B.1 方法原理

多层片式瓷介电容器用端电极浆料烧结后在电镀液中以一定温度加热一段时间,根据加热前后试样的质量损失比测定其耐电镀液酸性。

B.2 仪器与设备

仪器与设备如下:

- a) 电子天平: 精度为0.0001g;
- b) 干燥箱: 最高使用温度200°C, 控温精度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$;
- c) 水浴锅: 控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$;
- d) 烧瓶: 100mL;
- e) 铁架台;
- f) 金属刮刀;
- g) 中空橡胶模具: 内径5mm, 高度1.5mm;
- h) 聚酯PET硅油膜;
- i) 行星式重力搅拌机: 最大公(自)转转速 $\geq 1200\text{rpm}$;
- j) 高速剪切分散机: 最大剪切速度 $\geq 350\text{rpm}$ 。

B.3 试样制备

取 20g 导电浆料, 采用行星式重力搅拌机在 800rpm~1200rpm 下分散 2min, 或用高速剪切分散机在 300rpm \pm 50rpm 下剪切分散 30min, 静置 10min 待用。

B.4 测试步骤

试验环境为:

- a) 环境温度 15°C~35°C;
- b) 相对湿度 35%~75%;
- c) 大气压强 86kPa~106kPa。

将中空橡胶模具置于聚酯 PET 硅油膜的光滑面, 取 1g 浆料试样均匀放入橡胶模具内。

将载有浆料的聚酯 PET 硅油膜置于真空干燥箱内, 在 90°C 下干燥 6h, 取出聚酯 PET 硅油膜置于干燥器内冷却至室温, 称量, 直至前后 2 次称量的质量差小于 0.005g, 脱模得干燥试样 (见图 B.1)。

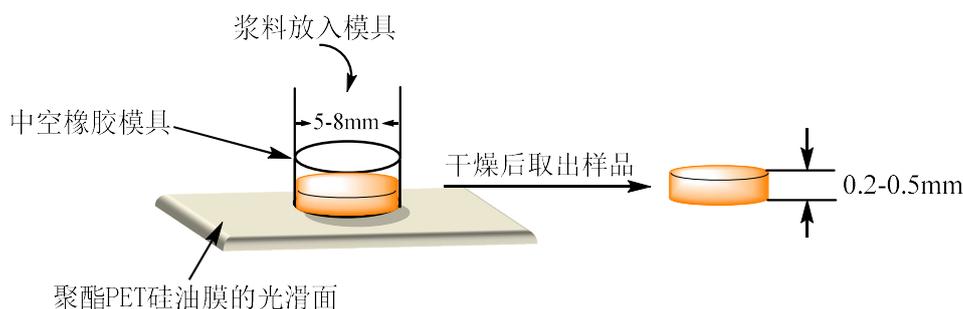


图 B.1 制样方法

将上述干燥样品置于管式气氛炉内，烧结温度 $850^{\circ}\text{C}\pm 100^{\circ}\text{C}$ ，保温 10min 后自然冷却，将试样在电子天平上称重记为 M 。

用 100mL 烧瓶盛装 30mL 的酸性电镀液（本测试中采用氨基磺酸盐镀液体系，pH 值为 4.2~4.8），将上述已称重的试样置于电镀液中，并对烧瓶进行水浴加热，温度控制在 $50^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$ ，加热 1h。

将上述试样从电镀液中取出，用无水乙醇对试样冲洗 3 遍，再将试样置于干燥箱中干燥 1h，干燥温度设定为 80°C 。

将干燥后的试样在电子天平上称重，记为 m 。

B.5 测试结果与计算

按式(B.1)计算，试样的质量损失比为 ω ，数值以%表示：

$$\omega = \frac{M-m}{M} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

ω ——试样的质量损失分数，用质量分数表示(%)；

M ——试样测试前质量，单位为克(g)；

m ——试样测试后质量，单位为克(g)。

测试结果表示至小数点后 4 位，有效数字的尾数按 GB/T 8170 数值修约规则进行。

1 个干燥试样测试的 ω 作为 1 份试样测试结果，取 5 份试样测试结果的算术平均值作为测定结果。

5 份试样相互测试绝对值之差均不大于平均值的 0.1% 测定结果有效，否则另取试样重新测定。

B.6 检验报告

检验报告应包括以下内容：

- a) 浆料编号；
- b) 浆料名称、规格；
- c) 浆料批号；
- d) 测试结果及检验部门印章；
- e) 本文件编号；
- f) 测试人及测试日期。

附录 C

(规范性)

多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料干燥膜密度测定

C.1 方法原理

依据测量干燥后浆料的体积和质量，计算出密度。

C.2 仪器与设备

仪器与设备如下：

- a) 真空干燥箱：最高使用温度200℃，控温精度±0.5℃；
- b) 测厚仪：精度为0.001mm；
- c) 游标卡尺：精度为0.01mm；
- d) 天平：精度为0.0001g；
- e) 干燥器：变色硅胶做干燥剂；
- f) 聚酯PET硅油膜；
- g) 高温胶带：厚度为0.1mm ~0.2mm；
- h) 金属刮刀；
- i) 行星式重力搅拌机：最大公（自）转转速≥1200rpm；
- j) 高速剪切分散机：最大剪切速度≥350rpm。

C.3 试样制备

取 20g 浆料，用行星式重力搅拌机在 800rpm~1200rpm 下分散 2min，或用高速剪切分散机在 300rpm±50rpm 下剪切分散 30min，静置 10min 待用。

C.4 测试步骤

试验环境：

- a) 温度 15℃~35℃；
- b) 相对湿度 35%~75%；
- c) 大气压力 86kPa~106kPa。

将高温胶带相距 1cm~2cm 平行贴在聚酯 PET 硅油膜上形成凹槽，取 5g 浆料置于凹槽内，用金属刮刀沿一个方向将浆料刮平。

将载有浆料的聚酯 PET 硅油膜置于真空干燥箱内，在 90℃下干燥 6h 后取出聚酯 PET 硅油膜并置于干燥器内冷至室温，称量，直至前后 2 次称量的质量差小于 0.005g，脱模得干燥试样，用金属刀片将干燥试样裁出边长为 a×b 的矩形膜片试样（见图 C.1）。

用测厚仪测量上述矩形膜片试样的厚度(h)，每个试样测量 5 个点并取平均值。

用天平称量上述矩形膜片试样的质量，记为 m。

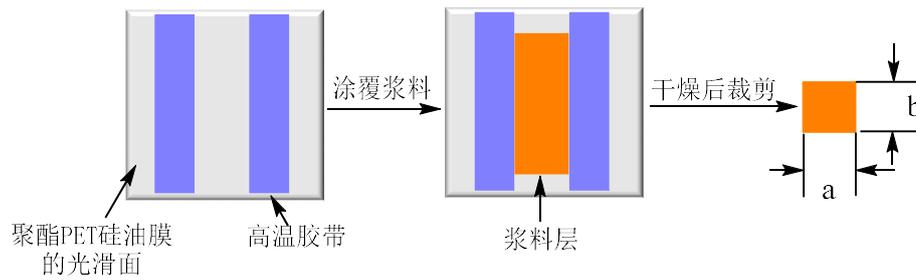


图 C.1 制样方法

C.5 测试结果与计算

按式(C.1)计算，浆料的干燥膜密度为 ρ ，数值以 g/cm^3 表示：

$$\rho = \frac{m}{abh} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

ρ ——浆料的干燥膜密度，单位为克每立方厘米(g/cm^3)；

m ——片状试样的质量，单位为克(g)；

a 、 b ——片状试样的 2 条边长，单位为厘米(cm)；

h ——片状试样的厚度，单位为厘米(cm)。

测试结果表示至小数点后 3 位，有效数字的尾数按 GB/T 8170 数值修约规则进行。

每个矩形膜片得到的干燥膜密度作为 1 份试样的测试结果，取 3 份试料测试结果的算术平均值作为测定结果。

3 份试样相互测试结果之差的绝对值均不大于平均值的 5%测定结果有效，否则另取试样重新测定。

C.6 检验报告

检验报告应包括以下内容

浆料编号；

- a) 浆料名称、规格；
- b) 浆料批号；
- c) 测试结果及检验部门印章；
- d) 本文件编号；
- e) 测试人及测试日期。

附录 D

(规范性)

多层片式瓷介电容器用贱金属导电浆料烧结收缩率测定

D.1 方法原理

测量浆料干燥体在烧结前和烧结后尺寸的变化，通过尺寸差计算出收缩率。

D.2 仪器与设备

仪器与设备如下：

- a) 真空干燥箱：最高使用温度200℃，控温精度±0.5℃；
- b) 测厚仪：精度为0.001mm；
- c) 游标卡尺：精度为0.01mm；
- d) 天平：精度为0.0001g；
- e) 热机械分析仪(TMA)：温控精度±1K，位移传感器精度优于±0.1%；
- f) 干燥器：变色硅胶做干燥剂；
- g) 聚酯PET硅油膜；
- h) 高温胶带：厚度为0.1mm ~0.2mm；
- i) 金属刮刀；
- j) 行星式重力搅拌机：最大公（自）转转速≥1200rpm；
- k) 高速剪切分散机：最大剪切速度≥350rpm。

D.3 试样制备

取 20g 导电浆料，用行星式重力搅拌机在 800rpm~1200rpm 下分散 2min，或用高速剪切分散机在 300rpm±50rpm 下剪切分散 30min，静置 10min 待用。

D.4 测试步骤

试验环境：

- a) 温度 15℃~35℃；
- b) 相对湿度 35%~75%；
- c) 大气压力 86kPa~106kPa。

将高温胶带相距 1cm~2cm 平行贴在聚酯 PET 硅油膜上形成凹槽，取 5g 浆料置于凹槽内，用金属刮刀沿一个方向将浆料刮平。

将载有浆料的聚酯 PET 硅油膜置于真空干燥箱内，在 90℃下干燥 6h 后取出聚酯 PET 硅油膜并置于干燥器内冷至室温，称量，直至前后 2 次称量的质量差小于 0.005g，脱模得干燥试样，用金属刀片将干燥试样裁成直径为 5mm~8mm，高度为 0.5mm~1mm(L0)的近圆柱形膜片（见图 D.1）。

使用 TMA 测定收缩率按照 GB/T 36800.2—2018 第 7 章进行测试，在 N₂ 氛围下升温至设定温度（如铜浆 850℃±100℃；镍浆 1200℃±100℃），记录样品高度随温度变化的曲线，通过温度-收缩率曲线得到浆料烧结后的收缩率。

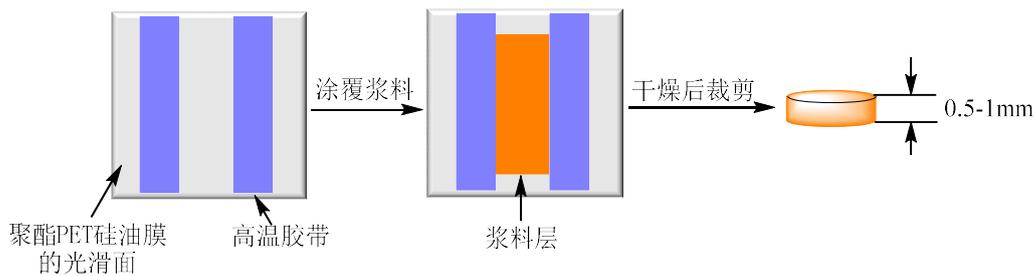


图 D.1 制样方法

D.5 测试结果与计算

通过记录试样的变形量随温度的变化关系，得到试样的温度-收缩率曲线（见图 D.2），其中 L_0 表示试样的初始高度， ΔL 表示试样在某一温度下高度的变化量， $\Delta L/L_0$ 表示试样在某一温度下的收缩率。

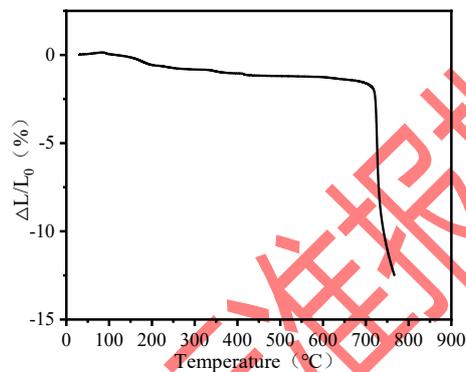


图 D.2 样品温度-收缩率曲线

按式(D.1)计算，浆料的烧结收缩率 ϵ 为：

$$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100\% \quad \text{..... (D.2)}$$

式中：

ϵ ——浆料的烧结收缩率，用质量分数表示(%)；

L_0 ——试样的初始高度，单位为毫米(mm)；

ΔL ——某一温度下试样的高度与试样初始高度的差值，单位为毫米(mm)。

1 个圆柱形膜片的收缩率作为 1 份试样的结果，取 3 份试料测试结果的算术平均值作为测定结果。

3 份试样相互测试结果之差的绝对值均不大于平均值的 5%测定结果有效，否则另取试样重新测定。

D.6 检验报告

检验报告应包括以下内容：

- a) 浆料编号；
- b) 浆料名称、规格；
- c) 浆料批号；
- d) 测试结果及检验部门印章；
- e) 本文件编号；
- f) 测试人和测试日期。