

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 4 区分

【発行日】平成 29 年 3 月 2 日 (2017.3.2)

【公表番号】特表 2016-522318 (P2016-522318A)

【公表日】平成 28 年 7 月 28 日 (2016.7.28)

【年通号数】公開・登録公報 2016-045

【出願番号】特願 2016-506971 (P2016-506971)

【国際特許分類】

B 2 2 F 3/10 (2006.01)

C 2 2 C 27/02 (2006.01)

H 0 1 G 9/00 (2006.01)

H 0 1 G 9/052 (2006.01)

【F I】

B 2 2 F 3/10 F

C 2 2 C 27/02 1 0 3

C 2 2 C 27/02 1 0 2 Z

H 0 1 G 9/24 B

H 0 1 G 9/05 K

H 0 1 G 9/24 C

【手続補正書】

【提出日】平成 29 年 1 月 26 日 (2017.1.26)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

焼結体の製造法であって、次の工程：

a) バルブ金属を含むかまたはバルブ金属からなる粉末である粉末、とりわけ、請求項 2 または 23 記載のバルブ金属粉末をプレス加工する工程、

b) 工程 a) で得られたグリーン成形体を還元剤と一緒に、当該グリーン成形体が固体または液状の還元剤と直接に接触しないかまたは固体または液状の還元剤との直接の接触に到らないように、準備する工程、

c) 前記粉末を焼結して焼結体に変えと同時に当該焼結体内の前記バルブ金属の酸素含量が減少されるように加熱する工程；および

d) 酸化された還元剤を鉱酸により除去する工程

を含み、

工程 c) における焼結体が、酸素含量 $2400 \sim 3600 \text{ ppm} \cdot \text{g} / \text{m}^2$ を有する、前記方法。

【請求項 2】

工程 c) における加熱は、 $800 \sim 1400$ 、特に $900 \sim 1200$ 、殊に $900 \sim 1100$ の範囲内の温度で行なわれることを特徴とする、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

前記還元剤は、リチウムおよびアルカリ土類金属、特にマグネシウムまたはカルシウム、とりわけマグネシウムからなる群から選択されていることを特徴とする、請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 4】

前記バルブ金属粉末は、 $1.5 \text{ m}^2/\text{g} \sim 20 \text{ m}^2/\text{g}$ 、特に $2.0 \text{ m}^2/\text{g} \sim 15 \text{ m}^2/\text{g}$ 、殊に $3.0 \text{ m}^2/\text{g} \sim 10 \text{ m}^2/\text{g}$ 、とりわけ $4 \sim 8 \text{ m}^2/\text{g}$ の BET 表面積を有することを特徴とする、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

前記粉末は、ワイヤーの周囲で、とりわけバルブ金属からなるワイヤーの周囲でプレス加工されることを特徴とする、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

前記還元剤は、固体または液状の形でバルブ金属とは空間的に別々に存在することを特徴とする、請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記粉末は、圧粉密度が $4.5 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 9 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、特に $5 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 8 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、さらに有利に $5.5 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 7.5 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、殊に $5.5 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 6.5 \text{ g}/\text{cm}^3$ になるまでプレス加工されることを特徴とする、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

前記バルブ金属粉末は、 $3000 \text{ ppm} \cdot \text{g}/\text{m}^2$ を上回る、殊に $3500 \text{ ppm} \cdot \text{g}/\text{m}^2$ を上回る、さらに有利に $4100 \sim 8000 \text{ ppm} \cdot \text{g}/\text{m}^2$ の酸素含量を有することを特徴とする、請求項 1 から 7 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

焼結工程 c) には、 500 未満、特に $200 \sim 400$ の温度での窒化が引き継がれることを特徴とする、請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

前記バルブ金属粉末は、タンタルまたはニオブからなる群から選択されていることを特徴とする、請求項 1 から 9 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

前記バルブ金属粉末は、 $10 \sim 200 \mu\text{m}$ 、特に $15 \sim 175 \mu\text{m}$ の平均粒径 D_{50} を有することを特徴とする、請求項 1 から 10 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

前記焼結体内のバルブ金属の酸素含量は、大気圧未満の圧力で、とりわけ、 $50 \sim 800 \text{ hPa}$ 、有利に 600 hPa 未満、殊に $100 \sim 500 \text{ hPa}$ のガス圧で減少されることを特徴とする、請求項 1 から 11 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

工程 d) には、化成工程 e) が引き継がれることを特徴とする、請求項 1 から 12 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

工程 d) における酸化された還元剤の除去は、焼結体の化成と同時に行なわれることを特徴とする、請求項 1 から 13 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 15】

工程 d) における化成は、液状電解質の存在下に行なわれることを特徴とする、請求項 1 から 14 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 16】

前記液状電解質は、少なくとも 1 つの鉱酸とともに、過酸化水素 (H_2O_2) を含むことを特徴とする、請求項 15 記載の方法。

【請求項 17】

請求項 1 から 16 までのいずれか 1 項に記載の方法によって得ることができる焼結体。

【請求項 18】

前記焼結体が $1.5 \sim 10 \text{ m}^2/\text{g}$ 、特に $2 \sim 8 \text{ m}^2/\text{g}$ 、殊に $3 \sim 6 \text{ m}^2/\text{g}$ の BET 表面積を有することを特徴とする、請求項 17 記載の焼結体。

【請求項 19】

前記焼結体が $2000 \sim 4000 \text{ ppm} \cdot \text{g} / \text{m}^2$ 、有利に $2500 \sim 3500 \text{ ppm} \cdot \text{g} / \text{m}^2$ 、殊に $2700 \sim 3500 \text{ ppm} \cdot \text{g} / \text{m}^2$ の酸素含量を有することを特徴とする、請求項 17 または 18 記載の焼結体。

【請求項 20】

前記焼結体が、とりわけ、

- i) 300 ppm 未満、特に $0.1 \text{ ppm} \sim 300 \text{ ppm}$ の量の窒素、
- ii) 10 ppm 未満、特に $0.01 \text{ ppm} \sim 10 \text{ ppm}$ の量のホウ素、
- iii) 20 ppm 未満、特に $0.1 \text{ ppm} \sim 10 \text{ ppm}$ の量の硫黄、
- iv) 20 ppm 未満、特に $0.01 \text{ ppm} \sim 20 \text{ ppm}$ の量のケイ素、
- v) 10 ppm 未満、特に $0.01 \text{ ppm} \sim 10 \text{ ppm}$ の量のヒ素および
- vi) 20 ppm 未満、特に $0.1 \text{ ppm} \sim 20 \text{ ppm}$ の量のリン

からなる群から選択された、焼結抑制剤を含有し、その際に、 ppm 値は、そのつど、質量割合に対するものであることを特徴とする、請求項 17 から 19 までのいずれか 1 項に記載の焼結体。

【請求項 21】

電子素子、殊にコンデンサのための、請求項 17 から 20 までのいずれか 1 項に記載の焼結体の使用。

【請求項 22】

バルブ金属粉末であって、

- i) $4100 \text{ ppm} \cdot \text{g} / \text{m}^2$ を上回る、特に $4100 \text{ ppm} \cdot \text{g} / \text{m}^2 \sim 8000 \text{ ppm} \cdot \text{g} / \text{m}^2$ の量の酸素、
- ii) 300 ppm 未満、特に $0.1 \text{ ppm} \sim 300 \text{ ppm}$ の量の窒素、
- iii) 10 ppm 未満、特に $0.01 \text{ ppm} \sim 10 \text{ ppm}$ の量のホウ素、
- iv) 20 ppm 未満、特に $0.1 \text{ ppm} \sim 10 \text{ ppm}$ の量の硫黄、
- v) 20 ppm 未満、特に $0.01 \text{ ppm} \sim 20 \text{ ppm}$ の量のケイ素、
- vi) 10 ppm 未満、特に $0.01 \text{ ppm} \sim 10 \text{ ppm}$ の量のヒ素および
- vii) 20 ppm 未満、特に $0.1 \text{ ppm} \sim 20 \text{ ppm}$ の量のリン

を含み、その際に、 ppm 値は、そのつど、質量割合に対するものである、前記バルブ金属粉末。

【請求項 23】

前記バルブ金属粉末が $1.5 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 20 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、特に $2.0 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 15 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、殊に $3.0 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 10 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、とりわけ $4.0 \sim 8.0 \text{ m}^2 / \text{g}$ の BET 表面積を有することを特徴とする、請求項 22 記載のバルブ金属粉末。