

【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 22 F 3/10 (2006.01)

C 22 C 27/02 (2006.01)

H 01 G 9/00 (2006.01)

H 01 G 9/052 (2006.01)

【F I】

B 22 F 3/10 F

C 22 C 27/02 103

C 22 C 27/02 102Z

H 01 G 9/24 B

H 01 G 9/05 K

H 01 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る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鉛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2400～3600 ppm・g/m²を有する、前記方法。

【請求項2】

工程c)における加熱は、800～1400、特に900～1200、殊に900～1100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、 $1.5\text{ m}^2/\text{g}$ ～ $2.0\text{ m}^2/\text{g}$ 、特に $2.0\text{ m}^2/\text{g}$ ～ $1.5\text{ m}^2/\text{g}$ 、殊に $3.0\text{ m}^2/\text{g}$ ～ $1.0\text{ m}^2/\text{g}$ 、とりわけ $4\sim8\text{ m}^2/\text{g}$ 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 g/cm^3 ～ 9 g/cm^3 、特に 5 g/cm^3 ～ 8 g/cm^3 、さらに有利に 5.5 g/cm^3 ～ 7.5 g/cm^3 、殊に 5.5 g/cm^3 ～ 6.5 g/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、 $3000\text{ ppm}\cdot\text{g/m}^2$ を上回る、殊に $3500\text{ ppm}\cdot\text{g/m}^2$ を上回る、さらに有利に $4100\sim8000\text{ ppm}\cdot\text{g/m}^2$ 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 $200\sim400$ 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、 $10\sim200\mu\text{m}$ 、特に $15\sim175\mu\text{m}$ の平均粒径D50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、 $50\sim800\text{ hPa}$ 、有利に 600 hPa 未満、殊に $100\sim500\text{ hPa}$ 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 $1.5\sim10\text{ m}^2/\text{g}$ 、特に $2\sim8\text{ m}^2/\text{g}$ 、殊に $3\sim6\text{ m}^2/\text{g}$ 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 $2\,000\sim4\,000\text{ ppm}\cdot\text{g/m}^2$ 、有利に $2\,500\sim3\,500\text{ ppm}\cdot\text{g/m}^2$ 、殊に $2\,700\sim3\,500\text{ ppm}\cdot\text{g/m}^2$ 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 ppm~300 ppmの量の窒素、
- ii) 10 ppm未満、特に0.01 ppm~10 ppmの量のホウ素、
- iii) 20 ppm未満、特に0.1 ppm~10 ppmの量の硫黄、
- iv) 20 ppm未満、特に0.01 ppm~20 ppmの量のケイ素、
- v) 10 ppm未満、特に0.01 ppm~10 ppmの量のヒ素および
- vi) 20 ppm未満、特に0.1 ppm~20 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) $4\,100\text{ ppm}\cdot\text{g/m}^2$ を上回る、特に $4\,100\text{ ppm}\cdot\text{g/m}^2\sim8\,000\text{ ppm}\cdot\text{g/m}^2$ の量の酸素、
- ii) 300 ppm未満、特に0.1 ppm~300 ppmの量の窒素、
- iii) 10 ppm未満、特に0.01 ppm~10 ppmの量のホウ素、
- iv) 20 ppm未満、特に0.1 ppm~10 ppmの量の硫黄、
- v) 20 ppm未満、特に0.01 ppm~20 ppmの量のケイ素、
- vi) 10 ppm未満、特に0.01 ppm~10 ppmの量のヒ素および
- vii) 20 ppm未満、特に0.1 ppm~20 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 $1.5\text{ m}^2/\text{g}\sim2.0\text{ m}^2/\text{g}$ 、特に $2.0\text{ m}^2/\text{g}\sim1.5\text{ m}^2/\text{g}$ 、殊に $3.0\text{ m}^2/\text{g}\sim1.0\text{ m}^2/\text{g}$ 、とりわけ $4.0\sim8.0\text{ m}^2/\text{g}$ 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。