PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

Zveřejněná podle §31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2013-807

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.:

C23C 8/12	(2006.01)
C23C 8/02	(2006.01)
F28B 1/00	(2006.01)
B22F 1/00	(2006.01)

(19) ČESKÁ REPUBLIKA

ÚŘAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **23.03.2011**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **23.03.2011**

(32) Číslo prioritní přihlášky: **2012126143**

(32) Země priority: **CN**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **05.02.2014**
(Věstník č. 6/2014)

(86) PCT číslo: **PCT/CN2011/000488**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO WO2012/126143**

(71) Přihlašovatel:
NINGXIA ORIENT TANTALUM INDUSTRY CO., LTD., Shizuishan City, Ningxia 753000, CN

(72) Původce:
Zheng Aiguo, Shizuishan City, Ningxia 753000, CN
Ma Yuezhong, Shizuishan City, Ningxia 753000, CN
Zheng S hiping, Shizuishan City, Ningxia 753000, CN
Dong X uecheng, Shizuishan City, Ningxia 753000, CN
Qin Hongbo, Shizuishan City, Ningxia 753000, CN
Yang Zhijun, Shizuishan City, Ningxia 753000, CN
Hua S hiwu, Shizuishan City, Ningxia 753000, CN
Li Hui, Shizuishan City, Ningxia 753000, CN
Xi Xudong, Shizuishan City, Ningxia 753000, CN
Zhang Qingsheng, Shizuishan City, Ningxia 753000;, CN
Yang Shengfang, Shizuishan City, Ningxia 753000;, CN
Jin Yong, Shizuishan City, Ningxia 753000;, CN

(74) Zástupce:
PATENTSERVIS Praha a.s., Na Podkovce 281/10, Praha 4, 14700

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob pasivace povrchu z tantalu a zařízení k provádění způsobu

(57) Anotace:
Způsob pasivace povrchu tantalového prášku. Obsahuje ochlazení tantalového kovu na teplotu 32 °C a/nebo pasivaci povrchu tantalového kovu plynem obsahujícím kyslík o teplotě 0 °C nebo nižší. Také je vytvořeno zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu pro provádění způsobu, obsahující pec pro tepelné zpracování, zařízení pro nucené chlazení argonu a/nebo zařízení pro chlazení plynu obsahujícího kyslík.

CZ 2013 - 807 A3

Popis

Způsob pasivace povrchu tantalového kovu a zařízení k provádění způsobu

Oblast techniky

Předložený vynález se týká oblasti výroby tantalového kovu, a zejména způsobu a zařízení na výrobu tantalového prášku nebo porézního tantalového kovu pro elektrolytický kondenzátor.

Dosavadní stav techniky

Tantalový kov se zejména používá pro výrobu tantalových elektrolytických kondenzátorů. Avšak, způsob výroby tantalových elektrolytických kondenzátorů obvykle obsahuje lisování tantalového prášku do výlisku, slinování výlisku ve vakuové peci do porézního tělesa, ve kterém jsou částice vzájemně spojeny, podrobení porézního aglomerátu anodické oxidaci ve vhodném elektrolytu, aby se vytvořil homogenní, vzájemně spojený dielektrický oxidační film na povrchu porézních částic, tj. vytvořila se anoda, pokrývající kationaktivní materiál na povrchu oxidového filmu a potom se obalila a vytvořila anoda a katoda kondenzátoru. Parametry použité pro zhodnocení tantalových elektrolytických kondenzátorů zejména obsahují kapacitní odpor, DC (svodový stejnosměrný proud) a ekvivalentní sérii odporu (ESR). Vývojová tendence kondenzátorů je to, aby měly vysokou kapacitu, nízký svodový proud a nízký ekvivalent sérií odporu (nízký tgδ anody). Množství nečistot v hladině tantalového prášku kondenzátoru, který je hlavním výchozím produktem tantalových elektrolytických kondenzátorů, zejména množství kyslíku, má největší vliv na svodový proud. Nízký svodový proud vyžaduje, aby tantalový prášek měl nízký obsah kyslíku.

Obvykle by měly být tantalové prášky pro elektrolytické kondenzátory vystaveny tepelnému zpracování, za účelem vyčištění

tantalových prášků na jedné straně, a kondenzaci tantalových mikročástic do porézních částic na druhé straně, tak aby se zlepšily fyzikální vlastnosti, jako je tekutost tantalových prášků a tak aby se zlepšily vlastnosti elektrolytických kondenzátorů vyrobených z nich, jako je kapacita, svodový proud a ekvivalentní série odporů (ESR) kondenzátorů. US patent US 3473915 popisuje tepelné zpracování tantalových prášků, obsahující tepelnou kondenzaci 2 až 30 μm tantalových prášků při 1200 °C až 1500 °C pod inertní atmosférou, aby se vytvořily mnohonásobně spojené porézní částice, aby se tak získaly kondenzované tantalové prášky. V nedávných několika desetiletích, výrobci tantalových prášků a výrobci kondenzátorů prováděly extenzivní studie tepelného zpracování tantalových prášků během vývoje tantalových prášků, majících vysokou měrnou povrchovou plochou a malých typů kondenzátorů. Stav techniky týkající se aglomerace (kondenzace) tepelného zpracování tantalových prášků lze najít v následujících patentových dokumentech: JP 2-34701, US 5954856, WO 99/61184, CN 1197707A, CN 1238251A, CN 1899730 A.

Dezoxidační tepelné zpracování tantalových prášků obvykle obsahuje smíchání příslušného množství redukčního prostředku obsahujícího alkalické kovy nebo kovy vzácných zemin nebo jejich hydridy s tantalovými prášky, podrobení tepelnému zpracování při 700 °C až 1100 °C ve vakuu nebo inertní atmosféře, aby tantalové prášky zkondenzovaly a odstranil se kyslík. Známý stav techniky, týkající se dezoxidačního tepelného zpracování tantalových prášků lze najít v následujících patentových dokumentech. US 4483819, US 4537641, CN 1052070 A, atd.

Protože tantalový kov je kov, mající silnou afinitu ke kyslíku, tantal a kyslík jsou chemicky vázány na Ta_2O_5, což je exotermická reakce. Jestliže povrch tantalových prášků má vrstvu hustého kyslíkového filmu, tantal může být chráněn proti dalšímu zoxidování. Když se takové tantalové částice pokryté hustým

kyslíkovým filmem ohřejí na teplotu nad 300 °C, oxid tantalu popraská a poškodí se, nějaký kyslík se rozpustí v tantalovém substrátu, a nějaký kyslík se rozptýlí nebo koncentruje. Proto se ohřáté tantalové prášky oxidují po ochlazení směrem od povrchu a ve styku s médiem obsahujícím kyslík. Prášky absorbují nový kyslík a obsah kyslíku se zvyšuje. Jestliže rychlost absorpce kyslíku nemůže být účinně řízena, tantalové prášky se samočinně vznítí. Proto se vyvinula technologie pasivace tantalových prášků s řízenou oxidací. Taková pasivace tantalu znamená, že když se oxidační film tantalových prášků poškodí a v kontaktu s médiem obsahujícím kyslík, rychlost přivádění kyslíku je uměle řízena, aby se řídila rychlost oxidace a teplota tantalových prášků při řízených podmínkách, aby se tak vytvořil pasivovaný oxidový film na povrchu tantalových prášků a zabránilo se prudké oxidaci. Proto tantalové prášky mající vysokou měrnou povrchovou plochu (měrná povrchová plocha nad 0,1 m^2/g) by měly být podrobeny pasivaci po tepelném zpracování.

Pasivace povrchu tantalového kovu popsaná v předloženém popisu obsahuje povrchovou pasivaci tantalových prášků a povrchovou pasivaci porézního tělesa, vytvořeného slisováním tantalových prášků.

Protože elektronické součásti se vyvíjejí směrem k miniaturizaci, jsou potřeba tantalové mikročástice mající vetší měrnou povrchovou plochu. Pokud se týká tantalových prášků, majících vysokou měrnou povrchovou plochu, když tantalový prášek na jednotku objemu vytvořil během pasivace více tepla, teplota tantalového prášku se během pasivace zvyšuje mnohem rychleji. Během pasivace tantalového prášku po tepelném zpracování, se často zjistilo, že se teplota zvýší náhle. To je v důsledku skutečnosti, že tantalové prášky začnou oxidovat prudce, a provzdušňovací pasivace se musí okamžitě zastavit. Potom co se teplota snížila, provzdušňování pasivace mohla pomalu pokračovat. Po pasivaci a vyprázdnění se zjistilo, že na

povrchu tantalových prášků byly bílé destičky z oxidu tantalu, a tantalový prášek, který neměl žádný bílý oxid tantalu, také měl vysoký obsah kyslíku. Když se pasivace přesně neřídí, tantalový prášek se může vznítit. Proto se stává obtížnou pasivace tantalového prášku a klíčová technologie pro vývoj tantalových prášků s vysokou měrnou povrchovou plochou.

Ačkoliv se povrchová plocha porézních výlisků vytvořených z tantalových prášků, majících vysokou měrnou povrchovou plochu, např. tantalové výlisky na výrobu anod elektrolytických kondenzátorů, sníží po slinování, plocha porézního aglomerátu se také oxiduje a vytváří vysokou teplotu, aby se vyrobil porézní aglomerát obsahující nadměrný kyslík a tantalové dráty křehké, nebo i způsobil prudkou oxidaci porézního tantalového aglomerátu. Tantalová anoda vyrobená s takovým tantalovým aglomerátem má vysoký svodový proud. Tak, porézní aglomerát vytvořený z tantalových prášků s vysokou měrnou povrchovou plochou by se měl podrobit pasivačnímu zpracování po slinování.

Známý stav obsahující US 6927967 B2, US 6435161 B1, US 6238456 B1, CN 1919508 A, CN 101404213 A, US 6992881 B2, US 7485256 B2 a CN 1899728 A popisují pasivaci tantalových prášků. Avšak, tento známý stav techniky vyžaduje zavedení plynu obsahujícího kyslík při pokojové teplotě do vakuové pece vystavené tepelnému zpracování a ochlazené na pokojovou teplotu nebo vyšší, aby došlo k pasivaci tantalových prášků. Takové zpracování a pasivace potřebuje dlouhou dobu a způsobuje prudkou oxidaci tantalových prášků. Čínská patentová přihláška CN 101348891 A popisuje způsob redukce kyslíku řízenou pasivací tantalového prášku a zpracování hořčíku, kde se zpracování pasivací provádí s použitím čistého kyslíku. Tento způsob není vhodný pro pasivaci tantalových prášků s vysokou měrnou povrchovou plochou, a zpracování pasivací spotřebuje dlouhou dobu a má nízký výnos.

V důsledku shora uvedených problémů stavu techniky, je proto žádoucí vytvořit způsob a zařízení pro výrobu tantalových prášků

s nízkým obsahem kyslíku a porézních tantalových aglomerátů a tento způsob a zařízení může zabránit prudké oxidaci během pasivace tantalového kovového povrchu.

Podstata vynálezu

Z hlediska problémů existujících u stavu techniky, cílem předloženého vynálezu je vytvořit způsob pasivace povrchu tantalového kovu, kterým se může zabránit prudká oxidace během pasivace. Dalším cílem vynálezu je vytvořit zařízení pro provádění způsobu pasivace povrchu tantalového kovu.

Předloženým vynálezem se dosáhne shora uvedených cílů vytvořením způsobu a zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu. U tohoto způsobu se tantalový kov podrobí tepelnému zpracování a potom se ochladí a pasivace se provádí s použitím plynů obsahujících kyslík při nízké teplotě.

Zejména, předložený vynález poskytuje následující technická řešení:

(1) Způsob pasivace povrchu tantalového kovu, charakterizovaný tím, že obsahuje následující kroky:
   (a) vytvoření tantalového kovu, který byl podroben tepelnému zpracování;
   (b) snížení teploty tantalového kovu na teplotu 32 °C nebo nižší s výhodou pod 30 °C, a ještě výhodněji na 10 °C až 30 °C, s použitím ochlazených inertních plynů;
   (c) přivedení plynu obsahujícího kyslík, aby se pasivoval povrch tantalového kovu;
   (d) případné opakování kroku (c) jednou nebo vícekrát.

(2) Způsob pasivace povrchu tantalového kovu, charakterizovaný tím, že obsahuje následující kroky:
   (a) vytvoření tantalového kovu, který byl podroben tepelnému zpracování;

(b) snížení teploty tantalového kovu na pokojovou teplotu;

(c) přivedení plynu obsahujícího kyslík při teplotě 0 °C nebo nižší, s výhodou 0 °C až - 40 °C, aby se pasivoval povrch tantalového kovu; a

(d) případné opakování kroku (c) jednou nebo vícekrát.

(3) Způsob pasivace povrchu tantalového kovu, charakterizovaný následujícími kroky:

(a) vytvoření tantalového kovu, který byl podroben tepelnému zpracování;

(b) snížení teploty tantalového kovu na teplotu 32 °C nebo nižší, s výhodou pod 30 °C, a ještě výhodněji 10 °C až 30 °C, s použitím ochlazených inertních plynů;

(c) zavedení plynu obsahujícího kyslík při teplotě 0 °C nebo nižší, a s výhodou 0 °C až -40°C, aby se pasivoval povrch tantalového kovu.; a

(d) případné opakování kroku ☺ jednou nebo vícekrát.

(4) Způsob pasivace povrchu tantalového kovu podle technického řešení (1) nebo (2) nebo (3), charakterizovaný tím, že plyn obsahující kyslík je vzduch, směsný plyn inertního plynu a kyslíku, nebo směsný plyn inertního plynu a vzduchu.

(5) Způsob pasivace povrchu tantalového kovu podle technického řešení (1) nebo (2) nebo (3), charakterizovaný tím, že plyn obsahující kyslík je směsný plyn z argonu a vzduchu.

(6) Způsob pasivace povrchu tantalového kovu podle technického řešení (1) nebo (2)nebo (3) charakterizovaný

tím, že koncentrace kyslíku v plynu obsahujícím plyn je 21 % obj. nebo nižší, s výhodou 5 až 20 % obj.

(7) Způsob pasivace povrchu tantalového kovu podle technického řešení (1) nebo (3), charakterizovaný tím, že inertní plyn je argon.

(8) Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu obsahující pec pro tepelné zpracování a zařízení pro nucené chlazení argonu, kde pec pro tepelné zpracování obsahuje: nístěj, plášť s vodou chlazeným opláštěním tvořící nístěj, přívod pasivačního vzduchu obsahujícího kyslík, přívod argonu, vstupujícího do nístěje, výstup argonu umístěný v horní části pece pro tepelné zpracování, topné těleso uspořádané v nístěji a tyglík pro tepelné zpracování pro umístění zpracovávaného tantalového kovu; zařízení pro nucené chlazení argonem obsahuje chladič, výměníkovou komoru tepla, přívod ochlazovaného argonu, výstup ochlazovaného argonu a cirkulační čerpadlo;
kde přívod ochlazovaného argonu je připojen k výstupu argonu v horní části nístěje pece pro tepelné zpracování; během pasivačního zpracování, argon o vysoké teplotě v peci pro tepelné zpracování vychází z výstupu argonu, prochází spojovacím potrubím ochlazovaný chladící vodou na obvodu, a vstupuje do výměníkové komory z jedné strany výměníkové komory; ve výměníkové komoře se vstupující argon ochlazuje, a potom vychází z výstupu argonu na druhé straně výměníkové komory a přivádí se do cirkulačního čerpadla, ochlazený argon se vytlačuje cirkulačním čerpadlem a prochází spojovacím potrubím do pece pro tepelné zpracování z přívodu argonu ve spodní části pece pro tepelné zpracování, aby se redukoval

pasivovaný tantalový kov na teplotu 32 °C nebo nižší, aby se pasivoval plynem obsahujícím kyslík.

(9) Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu obsahující pec pro tepelné zpracování a chladicí systém pro plyny obsahující kyslík, kde pec pro tepelné zpracování obsahuje: nístěj, plášť s vodou chlazeným opláštěním tvořící tuto nístěj, přívod plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci vnitřku nístěje, odsávací trubky, topné těleso uspořádané uvnitř nístěje, a tyglík pro tepelné zpracování pro umístění zpracovávaného tantalového kovu; chladicí systém plynů obsahujících kyslík obsahuje: chladič, výměníkovou komoru, přívod plynů obsahujících kyslík spojený s jednou stranou výměníkové komory, přívod argonu, a výstup plynů obsahujících kyslík spojený s druhou stranou výměníkové komory;
kde, během zpracování pasivací, plyny obsahující kyslík a argon se přivádějí ze svých příslušných přívodů do výměníkové komory a smíchají se, smísené plyny se ochladí na teplotu pod 0 °C výměnou tepla s trubkou média ve výměníkové komoře, ochlazené plyny obsahující kyslík vycházejí z jiného výstupu plynů obsahujících kyslík z výměníkové komory, procházejí tepelně izolačními potrubími a přivádějí se do pece pro tepelné zpracování z horní části pece pro tepelné zpracování pro pasivaci pasivovaného tantalového kovu.

(10) Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu obsahující pec pro tepelné zpracování, zařízení pro nucené chlazení argonu, a chladicí systém pro plyn obsahující kyslík, kde pec pro tepelné zpracování obsahuje: nístěj, plášť s vodou chlazeným opláštěním tvořícím tuto nístěj, přívod plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci, aby se přivedl do nístěje, přívod argonu přiváděného do nístěje, výstup

argonu, umístěný v horní části pece pro tepelné zpracování, topné těleso uspořádané uvnitř nístěje, a tyglík pro tepelné zpracování pro umístění zpracovávaného tantalového kovu;

zařízení pro nucené chlazení argonu obsahuje chladič, výměníkovou komoru, přívod ochlazovaného argonu, výstup ochlazeného argonu a cirkulační čerpadlo; kde přívod ochlazovaného argonu je spojen s výstupem argonu na horní části nístěje pece pro tepelné zpracování, během zpracování pasivací, argon s vysokou teplotou v peci pro tepelné zpracování vychází z výstupu argonu, prochází spojovacími potrubími ochlazovaný chladící vodou po obvodu, a vstupuje do výměníkové komory z jedné strany výměníkové komory; ve výměníkové komoře, je přiváděný argon ochlazován, a potom vychází z výstupu argonu na druhé straně výměníkové komory a vede se do cirkulačního čerpadla, ochlazený argon se vytlačuje ven cirkulačním čerpadlem a přivádí se procházením přes spojovací potrubí do pece pro tepelné zpracování z přívodu argonu v dolní části pece pro tepelné zpracování, aby se redukoval pasivovaný tantalový kov na teplotu 32 °C nebo nižší; a

chladicí systém plynů obsahujících kyslík obsahuje chladič, výměníkovou komoru tepla, přívod plynu obsahujícího kyslík spojený s jedním koncem výměníkové komory, přívod argonu, a výstup plynu obsahujícího kyslík spojený s druhým koncem výměníkové komory; během pasivačního zpracování, plyny obsahující kyslík a argon vstupují ze svých odpovídajících přívodů do výměníkové komory a směšují se, smíšené plyny se ochlazují na teplotu pod 0 °C výměnou tepla s potrubím média ve výměníkové komoře, ochlazené plyny obsahující kyslík vycházejí z výstupů na druhé straně výměníkové komory, procházejí tepelně izolačními potrubími a vstupují do

pece z horní části pece pro tepelné zpracování pro pasivaci pasivovaného tantalového kovu.

(11) Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu podle technického řešení (8) nebo (10), charakterizované tím, že tantalový kov se ochladí na 10 °C až 30 °C pomocí zařízení pro nucené chlazení argonu tak, aby se pasivoval plyny obsahujícími kyslík.

(12) Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu podle technického řešení (9) nebo (10) charakterizované tím, že smísené plyny se ochlazují, aby se vytvořil plyn obsahující kyslík pro pasivaci při - 40 °C až 0°C.

Výhody způsobu pro pasivaci povrchu tantalového kovu jsou bezpečnost, spolehlivost a vysoký výtěžek, a získané tantalové prášky mají nízký obsah kyslíku a vodíku, a anody a tantalové elektrolytické kondenzátory vyrobené z tantalových prášků vykazují dobré elektrické vlastnosti.

Je nutno chápat, že shora uvedené všeobecné popisy a následující podrobný popis ve spojení s výkresy a podrobný popis výhodných příkladů jsou demonstrativní popisy, které jsou použity pro další vysvětlení nárokovaného vynálezu, neomezující vynález.

Popis obrázků na výkrese

Obr. 1 je schéma zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu podle stavu techniky.

Obr. 2 znázorňuje zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu se zařízením pro nucené chlazení inertního plynu podle předloženého vynálezu.

Obr. 3 znázorňuje příklad zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu s chladicím systémem plynu obsahujícího kyslík podle předloženého vynálezu.

Obr. 4 znázorňuje příklad zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu se zařízením pro nucené chlazení inertního plynu a chladicím systémem plynu obsahujícího kyslík podle předloženého vynálezu.

Obr. 5 znázorňuje jiné schéma zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu podle stavu techniky.

Obr. 6 znázorňuje jiný příklad zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu se zařízením pro chlazení inertního plynu podle předloženého vynálezu.

Obr. 7 znázorňuje další příklad zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu s chladicím systémem plynu obsahujícího kyslík podle předloženého vynálezu.

Obr. 8 znázorňuje další příklad zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu se zařízením pro nucené chlazení inertního plynu a chladicím systémem plynu obsahujícího kyslík podle předloženého vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Předložený vynález je dále popsán s odkazem na výkresy a výhodné příklady:

V popisu, jednotka ppm označuje „částice na milion" založené na hmotnostním poměru, pokud to není jinak výslovně uvedeno.

Předloženým vynálezem je vytvořen způsob pasivace povrchu tantalového kovu. U způsobu podle předloženého vynálezu, tantalovým kovem, který se má tepelně zpracovat a pasivovat, mohou být chemicky redukované tantalové prášky, které nebyly tepelně zpracovány, např. tantalové prášky připravené redukcí fluoridu tantalu se sodíkem, prášek surového materiálu získaný hydrogenací a mletím tantalových ingotů, a tepelně zpracované tantalové prášky, a porézní tantalové aglomeráty vytvořené slisováním tantalových prášků, atd. Před tepelným zpracováním,

jsou tantalové prášky s výhodou peletizovány, zejména podrobeny sféroidizační granulaci. Během granulace tantalových prášků, každou chemickou látku prospěšnou pro řízení rychlosti smršťování tantalových prášků při vysoké teplotě slinování a snižující ztráty povrchové plochy při požadovaném poměru lze přidat jako ohnivzdorný prostředek, jako je například látka obsahující fosfor, dusík, bor, kyslík. U způsobu podle vynálezu, tantalové prášky mohou být podrobeny tepelnému zpracování známými technologiemi, například, způsoby uvedenými v CN 1410209 A, CN 1238251 A a CN 1899730 A, které jsou zde zahrnuty v odkazech.

U způsobu podle vynálezu, zařízení pro nucené chlazení inertního plynu lze použít pro ochlazení tepelně zpracovávaného tantalového kovu na teplotu pod 32 °C. Inertním plynem může být argon, helium, xenon nebo jejich směs. Avšak z hlediska nákladů, se pro provádění nuceného ochlazování používá přednostně argon.

Podle způsobu podle předloženého vynálezu, není tvar částic tantalových prášků, které se mají tepelně zpracovat, omezen; mohou být zrnité, ploché, ve tvaru mnohoúhelníku nebo jakákoliv jejich kombinace. Měrná povrchová plocha tantalových prášků není zvláště nutná a může být 0,1 m^2/g až 10 m^2/g, s výhodou 0,2 m^2/g až 5 m^2/g.

Dezoxidační tepelné zpracování tantalových prášků v redukční atmosféře lze provádět o sobě známými technologiemi. Obvykle lze přidat do tantalových prášků malé množství redukčního prostředku, mající afinitu ke kyslíku větší než tantal ke kyslíku, jako jsou alkalické kovy vzácných zemin, kovy vzácných zemin, a jejich hydridy; nejobvykleji se přidává do tantalových prášků prášek kovového hořčíku množství 0,5 % a ž 4 % vztaženo k hmotnosti tantalu.

Obr. 1 je schéma zařízení 100 pro pasivaci povrchu tepelně zpracovaného tantalového kovu podle stavu techniky. Zařízení pro

pasivaci povrchu tepelně zpracovaného tantalového kovu obsahuje: nístěj 110, plášť 111 s vodou chlazeným opláštěním, majícím přívod 111-1 vody a výstup 111-2 vody, plášť tvoří nístěj 110 a podtlakový tlakoměr 112 spojený s nístějí 110, přívod 120 pasivačního plynu obsahujícího kyslík vstupujícího do nístěje 110, přívod 140 argonu, odsávací potrubí 141, tepelně izolační stínítko 130, uspořádané v nístěji, topné těleso 150 uspořádané v tepelně izolačním stínítku 130, termočlánek 160 pro měření teploty, tyglík 180 pro tepelné zpracování a tantalový prášek 170, který se má v tyglíku 180 tepelně zpracovat.

Obr. 2 je schéma zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu se zařízením pro nucené chlazení argonu podle předloženého vynálezu. Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu obsahuje: nístěj 210, plášť 211 s vodou chlazeným opláštěním, mající přívod 211-1 vody a výstup 211-2 vody, plášť tvoří nístěj 210, a podtlakový tlakoměr 212 spojený s nístějí 210, přívod plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci, přívod 240 argonu, odsávací potrubí 241, tepelně izolační stínítko 230, uspořádané v nístěji 210, topné těleso 250 uspořádané v tepelně izolačním stínítku 230, termočlánek 260 pro měření teploty, tyglík 280 pro tepelné zpracování a zpracovávaný tantalový prášek 270 naplněný v tyglíku 280. Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu dále obsahuje zařízení 200A pro nucené chlazení argonu; součásti v zařízení 200A pro nucené chlazení argonu a jejich funkce jsou následující: výstup 207 v horní části pece pro tepelné zpracování, argon o vysoké teplotě vychází z výstupu 207 argonu, prochází spojovacími trubkami 208 ochlazovaný chladící vodou na obvodu, a přivádí se do výměníkové komory 201 z přívodu 202 argonu na jedné straně výměníkové komory. Ve výměníkové komoře 201 je potrubí 204 média chlazené chladičem 200, chladič 200 umožňuje, aby chladící médium procházelo výměníkovou komorou 201; ve výměníkové komoře 201 se argon ochladí a potom vychází z výstupu 205 a vede se do cirkulačního čerpadla 209, ochlazený argon se vytlačuje cirkulačním čerpadlem 209, a přivedený

prochází spojovacími trubkami do pece pro tepelné zpracování z výstupu 240 argonu ve spodní části pece pro tepelné zpracování, přičemž chladící voda na obvodu trubky 208 vstupuje z 208-1 na jedné straně výměníkové komory vedle chladící výměníkové komory a vychází z 208-2 vedle jedné strany pece pro tepelné zpracování, před tím než se tantalový prášek pasivuje, je nuceně chlazen pomocí zařízení pro nucené chlazení argonu, aby se snížila teplota tantalového prášku na teplotu 30 °C nebo nižší, s výhodou na 10 °C až 30 °C, aby se účinně řídila oxidace tantalového prášku a zabránilo se prudké oxidaci tantalového prášku. Během nuceného chlazení argonem, tlak systému se udržuje mezi 0,09 MPa až 0,11 MPa přiváděním argonu do cirkulačního systému nebo odsáváním.

Obr. 3 znázorňuje zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu s chladicím systémem plynem obsahujícím kyslík pro pasivaci povrchu tantalového kovu. Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu obsahuje: nístěj 310, plášť 311 s vodou chlazeným opláštěním, majícím přívod 311-1 vody a výstupem 311-2 vody, plášť tvoří nístěj 310 a podtlakový tlakoměr 312 spojený s nístějí 310, přívod 320 plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci v horní části nístěje, přívod 340 argonu, odsávací trubky 341, tepelně izolační stínítko uspořádané v nístěji, topné těleso 350 uspořádané v tepelně izolačním stínítku 330, termočlánek 360 pro měření teploty, tyglík 380 pro tepelné zpracování a zpracovávaný tantalový prášek 370 obsažený v tyglíku 380. Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu dále obsahuje chladicí systém 390A plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci, chladicí systém 390A plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci obsahuje: chladič 390, výměníkovou komoru 391, médium ochlazené chladičem prochází výměníkovou komorou 391; plyn obsahující kyslík a argon vstupuje z přívodu 392 a resp. přívodu 393 argonu do výměníkové komory 391 a smíchá se, potrubí 394 směsného plynu obsahujícího kyslík a chladícího média spojené s chladičem 390 se podrobí výměně tepla, ochlazený plyn obsahující kyslík vychází z výstupu 395 na

druhé straně výměníkové komory 391, prochází tepelně izolačními trubkami 396 spojujícími výstup 395 a přívod 320 v horní části pece pro tepelné zpracování a vede se do nístěje 310; ve které je tlakoměr 398 spojený s výměníkovou komorou 391, teploměr 397 je uspořádán poblíž výstupu 395 plynu obsahujícího kyslík; a výstup 399 vody uspořádaný na dnu výměníku tepla 391. Když se pasivace dávky tantalového kovu dokončí, každá součást ve výměníku tepla se vyčistí s použitím horkého vzduchu, rozpuštěná voda proudí ven výstupem 399 vody. Plyny obsahující kyslík se ochladí pod 0 °C, s výhodou pod -10 °C, ještě výhodněji na -10 °C až -40 °C.

Obr. 4 je schéma zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu se zařízením pro nucené chlazení argonu a chladicím systémem plynu obsahujícího kyslík podle předloženého vynálezu, obsahující: nístěj 410, plášť 411 s vodou chlazeným opláštěním, mající přívod 411-1 vody a výstup 411-2 vody, plášť tvoří nístěj 410 a podtlakový tlakoměr 412 spojený s nístějí 410, přívod 420 plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci, přívod 440 argonu, odsávací trubky 441, tepelně izolační stínítko 430 uspořádané v nístěji, topné těleso 450 uspořádané v tepelně izolačním stínítku 430, termočlánek 460 pro měření teploty, tyglík 480 pro tepelné zpracování a zpracovávaný tantalový prášek 470 obsažený v tyglíku 480, charakterizované tím, že zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu dále obsahuje: zařízení pro nucené chlazení argonu 400A a chladicí systém 490A plynu obsahujícího kyslík, přičemž součásti zařízení 400 A pro nucené chlazení argonu a jeho funkce jsou následující: výstup 407 argonu na horní části pece pro tepelné zpracování, argon při vysoké teplotě v peci vychází z výstupu 407 argonu, prochází spojovacími potrubími 408 ochlazuje se chladicí vodou přivádí se z 408-1 a vychází z 408-2 na obvodu a přivádí se do výměníkové komory 401 z jedné strany výměníkové komory 401, ve výměníkové komoře 401 je potrubí 404 média chlazené chladičem, ve výměníkové komoře 401 se argon ochladí, a vychází z výstupu 405

argonu na druhé straně výměníkové komory 401, prochází potrubím 406 a vstupuje do cirkulačního čerpadla 409, vychlazený argon se vytlačuje cirkulačním čerpadlem 409, a přivedený prochází spojovacími trubkami do pece 410 pro tepelné zpracování z přívodu 440 ve spodní části pece pro tepelné zpracování, součásti v chladícím systému 490A plynu obsahujícího kyslík a jejich funkce jsou následující: chladicí médium se ochlazuje chladičem 490; ochlazené médium proudí a prochází potrubím 494 média do výměníkové komory 491, ve které je tlakoměr 498 spojený s výměníkovou komorou 491; ve výměníkové komoře 491, plyn obsahující kyslík a argon se přivádějí ze svých příslušných přívodů 492 a resp. 493 do výměníkové komory 491 a směšují se; smísený plyn obsahující kyslík se ochlazuje výměnou tepla s potrubím 494 média ve výměníkové komoře 491, ochlazený plyn obsahující kyslík vychází z jiného výstupu 495 výměníkové komory 491, prochází tepelně izolačními potrubími 496 a přivádí se do pece 410 pro tepelné zpracování z výstupu 420 v horní části pece pro tepelné zpracování, teploměr 497 je uspořádán poblíž výstupu plynu obsahujícího kyslík, teploměr se používá pro měření teploty plynu obsahujícího kyslík; výstup vody 499 je uspořádán na dnu výměníkové komory 491. Když je pasivace dávky tantalového kovu dokončena, každá součást ve výměníku tepla se vysuší s použitím horkého vzduchu, rozpuštěná voda proudí ven z výstupu 499 vody.

Obr. 5 je schéma známého zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu poté, co byl tantalový prášek podroben dezoxidačnímu tepelnému zpracování vnějším ohříváním (neznázorněno), obsahujícího: reaktor 510 pro dezoxidační tepelné zpracování, horní kryt 511, vstupní trubku 540 argonu, uspořádanou na horním krytu 511, odsávací potrubí 541, vstupní trubku 542 dusíku, vstupní trubku 520 plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci, podtlakový tlakoměr 512 pro měření tlaku v reaktoru, tantalový tyglík 580 uspořádaný v reaktoru 510, tantalový prášek smísený s hořčíkovým práškem obsažený v tyglíku

580, termočlánek 561, 562 a 563 pro měření teploty horní části, střední části a resp. spodní části reaktoru, a sestavu 530 tepelně izolačního stínítka umístěnou v horní části tyglíku 580.

Obr. 6 je schéma zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu poté, co byl tantalový prášek podroben dezoxidačnímu tepelnému zpracování vnějším ohříváním (neznázorněno) se zařízením na nucené ochlazování inertního plynu podle předloženého vynálezu, obsahujícího: reaktor 610 pro dezoxidační tepelné zpracování, vstupní trubku 640 argonu, uspořádanou na horním krytu 611 a protaženou do spodní části reaktoru 610, odváděcí potrubí 641, vstupní trubku 642 dusíku, vstupní trubku 620 plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci, podtlakový tlakoměr 612 pro měření tlaku v reaktoru, tantalový tyglík 680 uspořádaný v reaktoru, tantalový prášek 670 smísený s hořčíkovým práškem obsažený v tyglíku 680, termočlánek 661, 662 a 663 pro měření teploty v horní části, střední části a resp. spodní části reaktoru, a sestavu 630 tepelně izolačního stínítka, umístěnou na horní části tyglíku 680, charakterizované tím, že dále obsahuje zařízení 600A pro nucené chlazení argonu, zařízení 600A pro nucené chlazení argonu obsahuje: výstup argonu 607 na horní části reaktoru 610, argon o vysoké teplotě vychází z výstupu 607 argonu, prochází spojovacím potrubím 608 ochlazovaný chladící vodou přiváděnou z 608-1 a vycházející z 608-2 na obvodu, a přivádí se do výměníkové komory 601 z jedné straně výměníkové komory 601, ve výměníkové komoře 601 je potrubí 604 média ochlazované chladičem, ve výměníkové komoře 601 se přivedený argon ochlazuje a vychází z výstupu 605 argonu na druhé straně výměníkové komory 601, prochází potrubím 606 a vede se do cirkulačního čerpadla 609, ochlazený argon se vytlačuje cirkulačním čerpadlem 609, a přivádí se procházením spojovacími potrubími do pece 610 pro tepelné zpracování z výstupu 640 na spodní části pece pro tepelné zpracování. Nuceným ochlazováním argonem se teplota tantalového prášku sníží na teplotu 30 °C

nebo nižší, s výhodou na 10 °C až 20 °C, před pasivací tantalového prášku.

Obr. 7 je schéma zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu poté, co byl tantalový prášek podroben dezoxidačnímu tepelnému zpracování vnějším ohříváním (na obrázku neznázorněno) s chladícím systémem plynu obsahujícího kyslík podle předloženého vynálezu, obsahujícího: reaktor 710 pro dezoxidační tepelné zpracování, horní kryt 711, vstupní trubku 740 argonu uspořádanou na horním krytu 711, odsávací potrubí 741, vstupní trubku 742 dusíku, vstupní trubku 720 plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci, podtlakový tlakoměr 712 pro měření tlaku v reaktoru, tantalový tyglík 780 uspořádaný v reaktoru 710, tantalový prášek 770 smísený s hořčíkovým práškem obsažený v tyglíku 780, termočlánky 761, 762 a 763 pro měření teploty horní části, střední části a resp. spodní části reaktoru, a sestavu 730 tepelně izolačního stínítka, umístěného na horní části tyglíku 780, charakterizované tím, že dále obsahuje chladící systém 790A plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci, chladící systém 790A plynu obsahujícího kyslík obsahuje: chladič 490 pro chlazení chladícího média; ochlazené médium proudí potrubím 794 média do výměníkové komory 791, ve které je tlakoměr 798 spojený s výměníkovou komorou 791; ve výměníkové komoře 791, plyn obsahující kyslík a argon se přivádějí ze svých příslušných vstupů 792 a 793 do výměníkové komory 791 a směšují se; smísený plyn obsahující kyslík je podroben reakci tepelného zpracování s potrubím 794 média ve výměníkové komoře 791, a tak se ochladí, plyn obsahující kyslík vychází s výstupu 795 na druhé straně výměníkové komory 791, prochází tepelně izolačními potrubími 796 a přivádí se do reaktoru 710 z výstupu 720 na horní části reaktoru, teploměr 797 je uspořádán poblíž výstupu plynu obsahujícího kyslík, teploměr se používá pro měření teploty plynu obsahujícího kyslík; výstup 799 vody je uspořádán na dnu výměníkové komory 791.

Když se pasivace dávky tantalového kovu dokončí, každá součást výměníku tepla se vysuší s použitím horkého vzduchu, rozpuštěná voda proudí ven výstupem 799 vody.

Obr. 8 je schéma zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu poté co byl tantalový prášek podroben dezoxidačnímu tepelnému zpracování se zařízením pro nucené ochlazování inertního plynu a chladícím systémem plynu obsahujícího kyslík podle předloženého vynálezu, obsahujícího: reaktor 810 pro dezoxidační tepelné zpracování, horní kryt 811, vstupní trubku 840 argonu, uspořádanou na horním krytu 811 a procházející do spodní části reaktoru 810, odsávací potrubí 841, vstup 842 dusíku, vstupní trubku 820 plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci, podtlakový tlakoměr 812 pro měření tlaku v reaktoru, tantalový tyglík 880 uspořádaný v reaktoru 810, tantalový prášek 870 smísený s hořčíkovým práškem obsažený v tyglíku 880, termočlánky 861, 862 a 863 pro měření teploty horní části, střední části a resp. spodní části reaktoru, a sestavu 830 tepelně izolačního stínítka, umístěného v horní části tyglíku 880, charakterizovaného tím, že dále obsahuje zařízení 800A pro nucené ochlazování argonu a chladicí systém 890A plynu obsahujícího kyslík, součásti zařízení 800A pro nucené chlazení argonu a jejich funkce jsou následující: výstup 807 argonu uspořádaný na horní části reaktoru 810, argon o vysoké teplotě v peci vychází z výstupu 807 argonu, prochází spojovacími potrubími 808 chlazenými chladicí vodou vstupující z 808-1 a vycházející z 808-2 na obvodu, a vstupuje do výměníkové komory 801 z jedné strany výměníkové komory 801, ve výměníkové komoře 801 je potrubí 804 média ochlazované chladičem, ve výměníkové komoře, přivedený argon se ochlazuje a vychází z výstupu 805 argonu na druhé straně výměníkové komory 801, prochází potrubím 806 a přivádí se do cirkulačního čerpadla 809, ochlazený argon se vytlačuje cirkulačním čerpadlem 809 a přivedený prochází spojovacími potrubími do pece 810 pro tepelné zpracování z výstupu 840 na spodní části reaktoru. Součásti v chladicím

systému 890A plynu obsahujícího kyslík a jejich funkce je následující: chladící médium se ochlazuje chladičem 890; ochlazené médium proudí potrubím 894 média do výměníkové komory 891, ve které je tlakoměr 898 spojený s výměníkovou komorou 891; ve výměníkové komoře 891, plyn obsahující kyslík a argon vstupují ze svých příslušných přívodů 892 a 893 do výměníkové komory 891 a směšují se; smísený plyn obsahující kyslík podstupuje výměnu tepla s potrubím 894 média ve výměníkové komoře 891 a tím se ochlazuje, ochlazený plyn obsahující kyslík vychází z výstupu 895 na druhé straně výměníkové komory 891, prochází tepelně izolačními potrubími 896 a vstupuje do reaktoru 810 z přívodu 820 na horní části reaktoru, teploměr 897 je uspořádán poblíž výstupu plynu obsahujícího kyslík, teploměr se používá pro měření teploty plynu obsahujícího kyslík; výstup 899 vody je uspořádán na dnu výměníkové komory 891.

Když se pasivace dávky tantalového kovu dokončí, každá součást ve výměníku tepla se vysuší s použitím horkého vzduchu, rozpuštěná vody proudí ven z výstupu 899 vody.

U předloženého vynálezu není dávkování tantalového prášku do pece pro tepelné zpracování zvláště omezeno. Avšak se zřetelem k stejnoměrnosti tepla, nitridaci a stejnoměrnosti pasivace a výkonnosti, tloušťka tantalového prášku je s výhodou 60 mm nebo menší, a s výhodou 40 až 50 mm. Za účelem bezpečnosti a vyššího výtěžku, tantalový prášek je s výhodou pozvolna dávkován do tyglíku a srovnán. Předložený vynález obvykle využívá kruhový nebo čtvercový tyglík s mělkou hloubkou, jako je tantalový tyglík, mající délku x šířku x hloubku asi 350 mm x 210 mm x 75 mm.

Teplota tepelného zpracování a doba zdržení tantalového prášku je stanovena na základě různých typů tantalových prášků a požadavcích, obvyklé zdržení je 30 až 90 minut při teplotě 900 °C až 1400 °C a podtlak je nižší než $1,33 \times 10^{-1}$ Pa.

Tepelně zpracovávaný tantalový prášek je optimálně nitridován přiváděním dusíku během chlazení.

Poté co byl tantalový prášek vystaven udržovací teplotě 900 °C až 1400 °C, ochladí se ve vakuové peci, a potom ho lze chladit pláštěm s vodou chlazeným opláštěním, tantalový prášek se ochladí argonem s pokojovou teplotou na teplotu asi 80 °C nebo nižší, a potom podrobí nucenému cirkulačnímu ochlazování argonem pod pokojovou teplotu tak, aby tantalový prášek byl ochlazen na teplotu 30 °C nebo nižší, s výhodou 20 °C nebo nižší, například na 10 °C až 20 °C, a potom podroben pasivačnímu zpracování přivedením plynu obsahujícího kyslík.

Plyn obsahující kyslík se smíchá s plynem obsahujícím argon a kyslík, s ohledem na ekonomiku, plyn obsahující kyslík je s výhodou směsný plyn obsahující vzduch a argon. Podle předloženého vynálezu, koncentrace kyslíku v plynu obsahujícím kyslík je 21 %obj. nebo nižší; čím je nižší koncentrace kyslíku, tím účinněji může být řízena oxidace tantalu. Protože čím je měrné teplo plynu nižší, s ohledem na účinek, je žádoucí, aby koncentrace kyslíku v plynu obsahujícím kyslík byla co možná nejnižší. Avšak, s ohledem na výtěžek a ekonomiku, na začátku pasivace, s výhodou je obsah kyslíku v plynu obsahujícím kyslík 5 až 15 %obj.

Pokud se týká tantalového prášku, majícího malou měrnou povrchovou plochu, je dostatečné, aby se pasivace prováděla jednou. Pokud se týká tantalového prášku, majícího značnou měrnou povrchovou plochu, je výhodné, aby se pasivace prováděla dvakrát nebo vícekrát. První pasivace se provádí s použitím plynu s nízkým obsahem kyslíku, a potom se koncentrace plynu obsahujícího kyslík postupně zvyšuje, koncentrace je až do koncentrace kyslíku ve vzduchu, okolo 21 %obj.

Podle předloženého vynálezu, se plyn obsahující kyslík a přídavný plyn, např. argon, přiváděly ze svých příslušných

přívodů do výměníkové komory v objemovém poměru vypočítaném z tlaku plynu, plyny se směšují a procházejí výměnou tepla ve výměníku tepla, teplota odváděného plynu obsahujícího kyslík se měřila na výstupu. Teplota plynu obsahujícího kyslík popsaná v předloženém vynálezu znamená teplotu vypouštěného plynu měřenou na výstupu.

Když se tantalový prášek pasivoval, pec pro tepelné zpracování se vyčerpala na asi 200 Pa, a potom plyn obsahující kyslík se plynule nebo přerušovaně přivedl do pece pro tepelné zpracování, aby konečný tlak v peci pro tepelné zpracování dosáhl asi 0,1 MPa.

Tepelné zpracování zde popsané znamená průběh ohřívání tantalového prášku při teplotě nad 300 °C ve vakuu nebo inertní atmosféře nebo redukční atmosféře, a obsahuje slinování porézního tantalového výlisku, např. slinování pro výrobu anody tantalového elektrolytického kondenzátoru, a lze použít zařízení podobné tepelnému zpracování tantalového prášku, např. zařízení, které je znázorněno na obr. 2 až obr. 4.

Obsah kyslíku v tantalovém prášku zde pospaný byl stanoven pomocí společného determinátoru TC-436 kyslík dusík; obsah vodíku tantalového prášku byl stanoven pomocí determinátoru obsahu vodíku RH-404. Údaje o elektronických vlastnostech tantalového prášku za mokra zde pospané se měřily následovně: tantalový prášek se slisoval do válcového výlisku s hustotou 4,5 g/cm^3, průměrem 3,0 mm a výškou 4,72 mm, do kterého byl vložen 0,3 mm tantalový drát, každý výlisek obsahoval asi 150 mg tantalového prášku; výlisek se slinoval při 1320 °C po dobu 10 minut, aby se vytvořil aglomerát; aglomerát se vložil do 0,1%hmot. kyseliny fosforečné při 80 °C, napětí bylo zvýšeno na 30 V při hustotě proudu 60 mA/g a napětí se udržovalo po dobu 120 minut, aby se vytvořila anoda, u které byl povrch tantalových částic pokryt dielektrickým filmem; svodový proud anody byl stanoven v 0,1%hmot. kyselině fosforečné při 25 °C, a

měrná elektrická kapacita (měrná jímavost) a ztráty byly stanoveny v 20% hmot. roztoku kyseliny sírové.

Aby se dále vysvětlil předložený vynález, výhodná provedení předloženého vynálezu jsou popsána následujícím způsobem kombinováním příkladů a výkresů. Avšak je nutno chápat, že tyto popisy jsou pouze další vysvětlení znaků a výhod předloženého vynálezu, ale neznamenají omezení rozsahu vynálezu.

Příklady

Příklad 1

Vytvořil se výchozí prášek, který se připravil redukcí fluoridu draselno tantalového se sodíkem; výchozí prášek měl měrnou povrchovou plochu 1,82 m^2/g, objemová hmotnost 0,51 g/cm^3, a obsah kyslíku 6200 ppm. Surový prášek se smíchal s 120 ppm fosforu, vztaženo k hmotnosti tantalového prášku, byl granulovaný žíháním na měkko, aby se získaly sférické částice s objemovou hmotností 1,02 g/cm^3. Na měkko žíhaný granulovaný tantalový prášek se dávkoval do tyglíku, a tyglík se umístil do zařízení pro pasivaci tepelným zpracováním tantalového prášku jak je znázorněno na obr. 4, ohříván ve vakuu pod 1,33 x 10^{-1} Pa na 1200 °C a podržen po dobu 30 minut, a potom se ohřívání zastavilo a teplota se snížila na 200 °C; přivedl se argon, aby se snížila teplota na 80 °C, byl uveden v činnost systém 400A pro nucené chlazení argonu, argon o vysoké teplotě v peci pro tepelné zpracování vycházel z výstupu 407, procházel potrubím 408 chlazeným chladící vodou, přivedl se do výměníkové komory 401 z přívodu plynu 402 a podstoupil výměnu tepla s trubkou 404 chladícího média spojenou s chladičem; argon se ochladil výměnou tepla, ochlazený argon vycházel z výstupu 405, čerpal s použitím cirkulačního čerpadla 409, aby procházel potrubím 406 a přivedl se do pece pro tepelné zpracování z přívodu 440 plynu pece pro tepelné zpracování, což představuje cirkulaci argonu. Cirkulující argon způsobil, že se tyglík a tantalový prášek

v peci pro tepelné zpracování ochladí, po ochlazení po dobu asi 2 hodiny se teplota v peci snížila na 25 °C, a tantalový prášek byl pasivován. Způsob pasivace obsahuje vyprázdnění plynu z pece zavzdušňovacím potrubím 441 na podtlak asi 200 Pa, chladicí systém 490A plynu obsahujícího kyslík se uvede v činnost, aby se vzduch a argon přivedl do výměníkové komory 491 z 492 a resp. 493 za následujících podmínek, smíchají se podrobí výměně tepla s 494, a potom vycházejí z výstupu 495, procházejí tepelně izolačním potrubím 496 a přivádějí se do nístěje 410 z přívodu 420; nejprve se plyn obsahující kyslík s koncentrací kyslíku asi 5 %obj. (1 díl obj. vzduchu a 3 díly obj. argonu se zavedly tlakoměrem z přívodu 492 a výstupem 493 do výměníkové komory 491) podrobil výměně tepla s trubkou 494 chladícího média, spojenou s chladičem a tím se ochladil, plyn obsahující kyslík o teplotě -10 °C do -20 °C vychází z výstupu 495 plynu obsahujícího kyslík, prochází tepelně izolační trubkou 496 a přivádí se do pece pro tepelné zpracování z přívodu 420 plynu na horní části pece pro tepelné zpracování, tlak se zvýšil v 8 stupních a za 3 hodiny z 200 Pa na 0,1 MPa: (200 Pa až 0,005 MPa)/30 minut, (0,005 MPa až 0,01 MPa)/30 minut, (0,1 MPa až 0,02 MPa)/20 minut, (0,02 MPa až 0,03 MPa)/20 minut, (,03 Mpa až 0,045 MPa)/20 minut, (0,045 MPa až 0,06 MPa)/20 minut, (,06 MPa až 0,08 MPa)/20 minut, (0,08 MPa až 0,1 MPa)/20 minut, celkově 3 hodiny; zadruhé, plyn obsahující kyslík při -10 °C až -20°C s koncentrací kyslíku 10 %obj. (1 díl obj. vzduchu a 1 díl obj. argonu se smíchaly) se zvýšil z 200 Pa na 0,1 MPa za 3 hodiny k prvnímu postupu aerace; za třetí, tlak se zvýšil z 200 Pa na 0,1 MPa za 3 hodiny s použitím vzduchu při -10 °C až -20 °C stejným způsobem jako u prvního postupu; za čtvrté, tlak se zvýšil z 200 Pa na 0,1 MPa ve čtyřech stupních celkem 2 hodiny s použitím vzduchu při -10 °C až -20 °C: (200 Pa až 0,01 MPa)/30 minut, (0,01 Mpa až 0,03 MPa)/30minut, (0,03 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa až 0,10 MPa)/30minut. Provedly se čtyři pasivace za celkem 11 hodin. Během celého postupu, teplota

v peci se nejdříve postupně zvýšila na 28 °C, potom byla teplota postupně stálá a měněna mezi 25 °C a 28°C, a nakonec se teplota snížila postupně na 25 °C. Po vyprázdnění, se tantalový prášek vyjmul, a nenastala žádná prudká oxidace. Tepelně zpracovaný tantalový prášek se prosévál sítem s 80 oky, aby se získal S-1h tantalový prášek. Obsahy kyslíku a vodíku tantalového prášku se analyzovaly, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 1. 2%hmot. hořčíkový prášek vztaženo k tantalovému prášku se smíchal, aby vytvořil smísený prášek, smísený prášek se dávkoval do reaktoru pro dezoxidaci tantalového prášku, jak je znázorněno na obr. 6, podrží při 850 °C po dobu 3 hodin, aby se provedlo dezoxidační zpracování, ohřívání se zastavilo, a teplota se snížila, a zpracovaný tantalový prášek se nitridoval při 280 °C, ochladil argonem, kdy byla teplota tantalového prášku snížena na 15 °C, podle postupu pasivace podobnému shora popsanému tepelnému zpracování, přiváděl se plyn obsahující kyslík při 31 °C a pasivace se prováděla 4 krát s použitím plynu obsahujícího kyslík s koncentrací kyslíku asi 5 %obj., 10 %obj., 21 %obj., a 21 %obj., první 3 pasivace se prováděly každá po dobu 3 hodin, a poslední pasivace se prováděla po dobu 2 hodin, celkově 11 hodin. Po vyprázdnění, pasivovaný tantalový prášek se mořil, promýval vodou a sušil, aby se získal S-1d tantalový prášek. Obsahy kyslíku a vodíku tantalového prášku se analyzovaly, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 1. Stanovil se elektrický výkon tantalového prášku, a výsledky jsou znázorněny v Tabulce 2.

Příklad 2

Výchozí tantalový prášek, který byl použit v Příkladu 1, byl dávkován do pece pro tepelné zpracování tantalového prášku se zařízením pro nucené chlazení argonu, jak je znázorněno na obr. 2, a podroben tepelnému zpracování za stejných podmínek jako v Příkladu 1, když se teplota tantalového prášku snížila na asi 200 °C, přivedl se argon, a uvedl se v činnost systém 200A pro nucené chlazení argonu, argon s vysokou teplotou v peci pro

tepelné zpracování vycházel s výstupu 207 v horní části pece, procházel vodou chlazeným potrubím 208, přiváděl se do výměníkové komory 201 s přívodu plynu 202 a podrobil se tepelné výměně s trubkou 204 chladícího média spojenou s chladičem 200; argon se ochladil výměnou tepla, ochlazený argon vycházel z výstupu 205, procházel potrubím 206, čerpal se s použitím cirkulačního čerpadla 209, aby se přivedl do pece 210 pro tepelné zpracování z přívodu plynu 240 pece pro tepelné zpracování, což představuje cirkulaci argonu; cirkulovaný argon způsobí, že se tyglík a tantalový prášek v peci pro tepelné zpracování ochladí, když se chlazení provádělo po dobu 4 hodiny, tyglík a tantalový prášek se nuceně chladil argonem na teplotu 10 °C a tantalový prášek se pasivoval. Pec pro tepelné zpracování se vyprázdnila na asi 200 Pa; zaprvé, plyn obsahující kyslík při 32 °C s koncentrací kyslíku asi 5 %obj. se zvýšil v 8 stupních a 4 hodinách z 200 Pa na 0,1 MPa: (200 Pa až 0,005 MPa)/30 minut, (0,005 MPa až 0,01 MPa)/30 minut, (0,01 MPa až 0,02 MPa)/30 minut, (0,02 MPa až 0,03 MPa)/30 minut, (0,03 MPa až 0,045 MPa)/30 minut, (0,045 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa až 0,08 MPa)/30 minut, (0,08 MPa až 0,1 MPa)/30 minut; za druhé, plyn obsahující kyslík při 32 °C s koncentrací kyslíku asi 10 %obj. se zvýšil z 200 Pa na 0,1 MPa ve 4 hodinách podle prvního postupu aerace; za třetí: tlak se zvýšil z 200 Pa až 0,1 MPa za 4 hodiny s použitím vzduchu při 32 °C podle stejného postupu jako u prvního postupu; za čtvrté, plyn obsahující kyslík se zvýšil z 200 Pa až 0,1 MPa ve 4 stupních za celkem 2 hodiny s použitím vzduchu při 32 °C: (200 Pa až 0,01 MPa)/30 minut, (0,01 MPa až 0,03 MPa)/ 30 minut, (0,03 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa za 0,10 MPa)/30 minut. Čtyři pasivace se prováděly celkem 14 hodin. Během celého postupu, teplota pece se nejprve zvýší postupně na 33 °C, potom se teplota postupně ustálila a měnila mezi 28 °C a 32 °C. Po vyprázdnění, tantalový prášek se vyjmul, žádný znak prudké oxidace nenastal. Tepelně zpracovaný tantalový prášek se nechal

projít 80 okovým sítem, aby se získal tantalový prášek S-2h. Obsahy kyslíku a vodíku tantalového prášku se analyzovaly, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 1. 2%hmot. hořčíkový prášek vztaženo k tantalovému prášku se smíchal v tantalovém prášku S-2h, aby se vytvořil smísený prášek, smísený prášek se dávkoval do reaktoru pro dezoxidaci tantalového prášku, jak je znázorněno na obr. 7, podržel při 850 °C tři hodiny, aby se provedlo zpracování dezoxidací, ohřívání se zastavilo a teplota se snížila, a zpracovaný tantalový prášek se nitridoval při 280 °C, a potom se snížila teplota tantalového prášku v reaktoru na 31 °C, plyn obsahující kyslík při -10 °C až -40 °C se při vedl čtyři krát, podle postupu pasivace podobné shora popsanému tepelnému zpracování, a tantalový prášek se pasivoval s použitím plynu obsahujícího kyslík s koncentrací kyslíku asi 5 %obj., 10 %obj., 21 %obj. a 21 %obj., první tři pasivace se prováděly každá 3 hodiny a poslední pasivace se prováděla 2 hodiny, celkem 11 hodin. Po vyprázdnění se pasivovaný tantalový prášek mořil, promýval vodou a sušil, aby se získal tantalový prášek S-2d. Obsahy kyslíku a vodíku tantalového prášku se analyzovaly, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 1. Stanovil se elektrický výkon tantalového prášku a výsledky jsou uvedeny v Tabulce 2.

Příklad 3

Použilo se zařízení pro tepelné zpracování znázorněné na obr. 3, a stejný tantalový prášek jako v příkladu 1 se podrobil tepelnému zpracování za stejných podmínek, které byly popsány v příkladu 1. Po tepelném zpracování se plášť ochladil vodou na nižší teplotu, a 12 hodin se přiváděl argon, aby se snížila teplota na 30 °C, a tantalový prášek se pasivoval. Postup pasivace obsahuje: odsání argonu v peci na asi 200 Pa, chladicí systém 390A plynu obsahující kyslík se uvedl do činnosti, aby se vzduch a argon přivedl do výměníkové komory 391 resp. z 392 a 393 při následujících podmínkách, smísil a podrobil výměně tepla s 394, a potom se odvedl výstupem 395, prošel tepelně izolačním

potrubím 396, a přivedl se do nístěje 310 z přívodu 320; za prvé, plyn obsahující kyslík s koncentrací asi 5 %obj. se ochladil na -20 °C až -40 °C a zvýšil v osmi stupních z 200 Pa až 0,1 MPa: (200 Pa až 0,005 MPa)/30 minut, (0,005 MPa až 0,01 MPa)/30 minut, (0,01 MPa až 0,02 MPa)/30 minut, (0,02 MPa až 0,03 MPa)/30 minut, (0,03 Mpa až 0,045 MPa)/30 minut, (0,045 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa až 0,08 MPa)/30 minut, (0,08 MPa až 0,1 MPa)/30 minut, celkem 4 hodiny; za druhé, plyn obsahující kyslík při -20 °C až -40 °C s koncentrací kyslíku asi 10 %obj. se zvýšil z 200 Pa na 0,1 MPa za 4 hodiny podle prvního postupu aerace; za třetí, tlak se zvýšil z 200 Pa na 0,1 Mpa za 4 hodiny s použitím vzduchu při -20 °C až -40 °C podle stejného postupu jako je první postup; za čtvrté, tlak se zvýšil z 200 Pa na 0,1 MPa ve 4 stupních s použitím vzduchu při -20 °C až -40 °C: (200 Pa až 0,01 MPa)/30 minut, (0,01 Mpa až 0,03 MPa)/30 minut, (0,03 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa až 0,10 MPa)/30 minut. Čtyři pasivace se prováděly celkem 14 hodin. Teplota v peci se nejprve zvýšila postupně na 35 °C, potom se postupně ustálila a měnila mezi 32 °C a 35 °C. Po vyprázdnění, se tantalový prášek vyjmul, žádný znak prudké oxidace nenastal. Tepelně zpracovaný tantalový prášek procházel 80 okovým sítem, aby se získal tantalový prášek S-3h. Obsahy kyslíku a vodíku tantalového prášku se analyzoval, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 1. 2%hmot. hořčíkový prášek vztažený na tantalový prášek se smíchal v tantalovém prášku S-3h, aby se vytvořil smísený prášek, smísený prášek se dávkoval do reaktoru pro dezoxidaci tantalového prášku, jak je znázorněno na obr. 8, držel při 850 °C 3 hodiny, aby se provedlo dezoxidační zpracování, ohřívání se zastavilo a teplota se snížila, a zpracovaný tantalový prášek se nitridoval při 280 °C, a potom nuceně chladil argonem, když se teplota tantalového prášku snížila na 15 °C, přivedl se plyn obsahující kyslík při -10 °C až -40°C čtyřikrát, podle postupu pasivace podobné tepelnému zpracování jak bylo popsáno shora, se tantalový prášek pasivoval

plynem obsahujícím kyslík s koncentrací kyslíku asi 5 %obj., 10 %obj., 21 %obj. a 21 %obj., první 3 pasivace se každá prováděla 3 hodiny, a poslední pasivace se prováděla 2 hodiny, celkem 11 hodin. Po vyprázdnění, pasivovaný tantalový prášek se mořil, promýval vodou a sušil, aby se získal tantalový prášek S-3d. Obsahy kyslíku a vodíku tantalového prášku se analyzovaly, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 1. Stanovil se elektrický výkon tantalového prášku a výsledky jsou uvedeny v Tabulce 2.

Srovnávací příklad 1

Použil se stejný tantalový prášek jako v Příkladu 1, a tepelné zpracování se provádělo při stejné teplotě, poté co se ohřívání zastavilo, teplota se snížila na 200 °C ve vakuu, argon se pro ochlazování přiváděl 12 hodin, když se teplota snížila na 32 °C, začala pasivace; pasivační postup obsahuje: odsání argonu v peci na asi 200 Pa, zaprvé, vzduch se přivedl do pece pro tepelné zpracování v 8 stupních, aby se zvýšil talk v peci z 200 Pa na 0,1 MPa: (200 Pa až 0,005 MPa)/120 minut, (0,005 MPa až 0,01 MPa)/60 minut, (0,01 MPa až 0,02 MPa)/60 minut, (0,02 MPa až 0,03 MPa)/60 minut, (0,03 MPa až 0,045 MPa)/30 minut, (0,045 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa až 0,08 MPa)/30 minut, (0,08 MPa až 0,1 MPa)/30 minut, celkem 7 hodin, kdy se teplota zvýšila náhle 6 krát během aerace, nejvyšší teplota byla až do 60 °C; když se zjistilo, že se teplota zvýšila náhle, aerace se ihned zastavila; a poté co se teplota snížila na asi 32 °C, aerace se v peci prováděla znovu. Za druhé, vzduch při 31 °C se přivedl do pece pro tepelné zpracování v 8 stupních, aby se zvýšil tlak v peci z 200 Pa na 0,1 MPa: (200 Pa až 0,005 MPa)/60 minut, (0,005 MPa až 0,01 MPa)/60 minut, (0,01 MPa až 0,02 MPa)/60 minut, (0,02 MPa až 0,03 MPa)/60 minut, (0,03 MPa až 0,045 MPa)/30 minut, (0,045 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa až 0,08 MPa)/30 minut, (0,08 MPa až 0,1 MPa)/30 minut, celkem 6 hodin; přičemž se teplota zvýšila náhle najednou na 50 °C. Třetí operace je stejná jako druhá operace, vzduch při 31 °C se

přivedl do pece pro tepelné zpracování a pasivace se prováděla 6 hodin. Začtvrté, tlak se zvýšil z 200 Pa na 0,1 MPa ve 4 stupních s použitím vzduchu při 31 °C: (200 Pa až 0,01 MPa)/30 minut, (0,01 MPa až 0,03 MPa)/30 minut, (0,03 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa až 0,10 MPa)/30 minut, celkem 2 hodiny. Čtyři pasivace se prováděly celkem 21 hodin. Po pasivaci, se tantalový prášek vyjmul, a skutečně vzniklo teplo. Tepelně zpracovaný tantalový prášek se proséval sítem s 80 oky, aby se získal tantalový prášek E-1h. Obsahy kyslíku a vodíku tantalového prášku se analyzovaly, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 1. 2%hmot. hořčíkový prášek vztaženo k tantalovému prášku se přimíchal, aby se vytvořil smísený prášek, smísený prášek se dávkoval so reaktoru pro dezoxidaci tantalového prášku jak je znázorněno na obr. 5, držel se na 850 °C 3 hodiny, aby se provedlo dezoxidační zpracování, ohřívání se zastavilo, a teplota se snížila, a zpracovaný tantalový prášek se nitridoval při 280 °C, pasivačním postupem podobným shora popsanému tepelnému zpracování, když se teplota snížila při 31 °C, vzduch při 31 °C se přivedl 4 krát, aby se provedla pasivace. První tři pasivace se prováděly v 8 stupních každý pod dobu 5 hodin, a čtvrtá pasivace se prováděla ve 4 stupních po dobu 2 hodin, celkem 17 hodin. Pasivovaný tantalový prášek se mořil, promýval vodou a sušil, aby se získal tantalový prášek E-1d. Obsahy kyslíku a vodíku tantalového prášku se analyzovaly, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 1. Stanovil se elektrický výkon tantalového prášku a výsledky jsou uvedeny v Tabulce 2.

Tabulka 1: Obsahy kyslíku a vodíku tantalového prášku

Tantalový prášek č.	O	H
S-1h	10600	70
S-1d	3800	140
S-2h	11300	78
S-2d	4100	140
S-3h	11600	60
S-3d	400	130
E-1h	16500	180
E-1d	5800	200

Tabulka 2: měření výsledku elektrického výkonu tantalového prášku

Tantalový prášek č.	Svodový proud nA/g	Měrná kapacita µF.v/g	Ztráty (tg δ)%
S-1d	58	85860	30.5
S-2d	59	85800	31.1
S-3d	59	84900	32.8
E-1d	126	85000	45.2

Jak je zřejmé z výsledků uvedených v tabulce 1 a 2, způsob podle předloženého vynálezu má výhodu krátké výrobní doby, a připravený tantalový prášek má nízký obsahy kyslíku a vodíku a nízký svodový proud.

Příklad 4

Tantalový prášek S-1d v Příkladu 1 byl po dezoxidačním tepelném zpracování slisován so válcového výlisku o hustotě 4,5 g/cm^3, průměru 3,0 mm a výšce 4,72 mm, do kterého byl vložen tantalový drát 0,3 mm, každý výlisek obsahoval asi 150 mg tantalového prášku; v zařízení znázorněném na obr. 4, byl výlisek slinován při 1320 °C po dobu 10 minut, aby se vytvořil tantalový aglomerát, a potom se zahřívání zastavilo, teplota se snížila na 200 °C, přivedl se argon, a uvedlo se v činnost zařízení 400A pro nucené chlazení argonu, chlazení se provádělo 3 hodiny, aby se snížila teplota v peci na 20 °C, a tantalový aglomerát se pasivoval. Pasivační postup obsahuje: odsání argonu v peci na podtlak asi 200 Pa; zaprvé, plyn obsahující kyslík při -10 °C až -40 °C o koncentraci asi 10 %obj. se přivedl do pece pro tepelné zpracování v 5 stupních za 3 hodiny, aby se zvýšil tlak v peci z 200 Pa na 0,1 MPa: (200 Pa až 0,01 MPa)/40 minut, (0,01MPa až 0,03 MPa)/40 minut, (0,03 MPa až 0,05 MPa)/40 minut, (0,5 MPa až 0,07 MPa)/30 minut, (0,07 MPa až 0,1 MPa)/30 minut. Za druhé, vzduch při -10 °C až -40 °C se přivedl do pece pro tepelné zpracování ve 4 stupních a za 2 hodiny, aby se zvýšil tlak v peci z 200 Pa na 0,1 MPa: (200 Pa až 0,01MPa)/30 minut, (0,01 MPa až 0,03 MPa)/30 minut, (0,03 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa až 0,10 MPa)/30 minut. Obě pasivace se prováděly celkem 5 hodin. Během celého postupu, teplota v peci byla nejprve postupně zvýšena na 32 °C, potom se teplota postupně ustálila a měnila mezi 29 °C a 31 °C, a konečně se teplota snížila postupně na 29 °C. Po vyprázdnění, tantalový prášek se vyjmul a získal se tantalový aglomerát S-4. Obsahy kyslíku a vodíku tantalového aglomerátu se analyzovaly, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 3. Aglomerát se umístil do 0,1%hmot. kyseliny fosforečné při 80 °C, napětí se zvýšilo při hustotě proudu 60 mA/g na 30 V a udržoval na konstantním tlaku 120 minut, aby se

vytvořila tantalová anoda S-4a; svodový proud anody se stanovil v 0,1%hmot. kyseliny fosforečné při 25 °C, a měrná elektrická kapacita (měrná kapacita) a ztráty se stanovily v 20%hmot. roztoku kyseliny fosforečné, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 4.

Srovnávací příklad 2

Stejný tantalový prášek jako v Příkladu 4 se slisoval do stejného tantalového výlisku, a slinoval za stejných podmínek, teplota se snížila na 200 °C, přivedl se argon, aby se ochladil za asi 6 hodin, aby se snížila teplota v peci na 33 °C, a tantalový aglomerát se pasivoval. Postup pasivace obsahuje: odsávání argonu v peci na podtlak asi 200 Pa, zaprvé, vzduch při 32 °C se přivedl do pece pro tepelné zpracování v 6 stupních a za 4,5 hodiny, aby se zvýšil tlak v peci z 200 Pa až 0,1 MPa: (200 Pa až 0,005 MPa)/60 minut, (0,005 MPa až 0,02 MPa)/30 minut, (0,02 MPa až 0,03 MPa)/30 minut, (0,03 MPa až 0,05 MPa)/30 minut, (0,03 MPa až 0,05 MPa)/30 minut, (0,05 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa až 0,08 MPa)/30 minut, (0,08 MPa až 0,1 MPa)/30 minut. Za druhé, vzduch při 32 °C se přivedl do pece pro tepelné zpracování ve 4 stupních a 2 hodiny, aby se zvýšil tlak v peci z 200 Pa až 0,1 MPa: (200 Pa až 0,01 MPa)/30 minut, (0,01 MPa až 0,03 MPa)/30 minut, (0,03 MPa až 0,06 MPa)/30 minut, (0,06 MPa až 0,10 MPa)30 minut. Dvě pasivace se prováděly celkem 6,5 hodiny. Během celého postupu, teplota v peci se nejprve zvýšila postupně na 41 °C. Po vyprázdnění se tantalový aglomerát se vyjmul, aby se získal tantalový aglomerát E-2s. Analyzovaly se obsahy kyslíku a vodíku v tantalovém aglomerátu, výsledky jsou uvedeny v Tabulce 3. Aglomerát byl vytvarován do anody E-2a za stejných podmínek, které byly popsány v Přikladu 3. Stanovil se elektrický výkon aglomerátu a výsledky jsou uvedeny v Tabulce 4.

Tabulka 3: Obsahy kyslíku a vodíku v tantalovém prášku

Tantalový aglomerát č.	O	H
S-4	5200	30
E-2	6500	70

Tabulka 4: Výsledky měření elektrického výkonu tantalového aglomerátu

Tantalový prášek č.	Svodový proud nA/g	Měrná kapacita µF.v/g	Ztráta (tg δ) %
S-4	48	85800	30,1
E-2	93	84000	44,8

Ze shora uvedeného popisu je zřejmé, že tepelné zpracování tantalového prášku způsobem podle vynálezu je bezpečné a spolehlivé, má vysoký výtěžek a tantalový prášek nehoří, a připravený tantalový prášek má nízké obsahy kyslíku a vodíku, a anoda připravená z tantalového prášku má nízký svodový proud a dobrý elektrický výkon.

Ve shora uvedeném popisu, i když je popis hlavně směrován na tantalový prášek, odborníci v daném oboru mohou chápat, že předložený vynález je také vhodný pro další aktivní kovové prášky, jako je prášek niobu.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob pasivace povrchu tantalového kovu, **vyznačující se tím, že** obsahuje následující kroky:
   (a) vytvoření tantalového kovu, který byl podroben tepelnému zpracování;
   (b) snížení teploty tantalového kovu na 32 °C nebo méně, s výhodou pod 30 °C, a ještě výhodněji na 10 °C až 30 °C použitím ochlazených inertních plynů;
   (c) přivedení plynu obsahujícího kyslík, aby se pasivoval povrch tantalového prášku; a
   (d) případné opakování kroku (c) jednou nebo vícekrát.

2. Způsob pasivace povrchu tantalového kovu, **vyznačující se tím, že** obsahuje následující kroky:
   (a) vytvoření tantalového kovu, který byl podroben tepelnému zpracování;
   (b) snížení teploty tantalového kovu na pokojovou teplotu;
   (c) přivedení plynu obsahujícího kyslík při 0 °C nebo nižší teplotě, s výhodou 0 °C až -40 °C, aby se pasivoval povrch tantalového kovu; a
   (d) případné opakování kroku c) jednou nebo vícekrát.

3. Způsob pasivace povrchu tantalového kovu, **vyznačující se tím**, že obsahuje následující kroky:
   (a) vytvoření tantalového kovu, který byl podroben tepelnému zpracování;
   (b) snížení teploty tantalového kovu na 32 °C nebo nižší teplotu, s výhodou pod 30 °C, a ještě výhodněji 10 °C až 30 °C s použitím ochlazených inertních plynů;
   (c) přivedení plynu obsahujícího kyslík při 0 °C nebo nižší teplotě, a s výhodou na teplotu 0 °C až -40 °C, aby se pasivoval povrch tantalového kovu; a

(d) případné opakování kroku (c) jednou nebo vícekrát.

4. Způsob pasivace povrchu tantalového prášku podle některého z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím, že** plyn obsahující kyslík je vzduch, směsný plyn z inertního plynu a kyslíku, směsný plynu z inertního plynu a vzduchu.

5. Způsob pasivace povrchu tantalového kovu podle některého z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím, že** plyn obsahující kyslík je směsný plyn argonu a vzduchu.

6. Způsob pasivace povrchu tantalového kovu podle některého z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím, že** koncentrace kyslíku v plynu obsahujícím kyslík je 21 %obj. nebo nižší, s výhodou 5 až 20 %obj.

7. Způsob pasivace povrchu tantalového kovu podle některého z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím, že** inertní plyn je argon.

8. Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu obsahující pec pro tepelné zpracování, pec pro tepelné zpracování obsahuje: nístěj, plášť s vodou chlazeným opláštěním, tvořící nístěj, přívod pasivačního plynu obsahujícího kyslík přiváděný do nístěje, přívod argonu přiváděného do nístěje, výstup argonu umístěný v horní části pece pro tepelné zpracování, topné těleso uspořádané uvnitř nístěje, a tyglík pro tepelné zpracování pro umístění zpracovávaného tantalového kovu; **vyznačující se tím, že** zařízení dále obsahuje zařízení pro nucené chlazení, zařízení obsahuje:

- přívod ochlazovaného argonu, přívod ochlazovaného argonu spojený s výstupem argonu na horní části pece pro tepelné zpracování;

- výměníková komora tepla, do výměníkové komory se přivádí argon při vysoké teplotě z pece pro tepelné zpracování pomocí přívodu ochlazovaného argonu a ochlazuje ho způsobem výměny tepla;
- výstup ochlazeného argonu, argon ochlazený ve výměníkové komoře je odváděn z výstupu argonu;
- cirkulační čerpadlo, do cirkulačního čerpadla se přivádí ochlazený argon z výstupu ochlazeného argonu, a dodává ochlazený argon do pece pro tepelné zpracování z přívodu argonu ve spodní části pece pro tepelné zpracování spojovacím potrubím.

9. Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu obsahující pec pro tepelné zpracování, pec pro tepelné zpracování obsahuje: nístěj, plášť s vodou chlazeným opláštěním tvořícím nístěj, přívod pasivačního plynu obsahujícího kyslík do nístěje, aerační potrubí, topné těleso uspořádané uvnitř nístěje, a tyglík pro tepelné zpracování pro umístění zpracovávaného tantalového kovu; **vyznačující se tím, že** zařízení dále obsahuje chladicí systém plynu obsahujícího kyslík, chladicí systém plynu obsahujícího kyslík obsahuje:
   - přívod plynu obsahujícího kyslík, který se používá pro přivádění plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci tantalového kovu;
   - výměníkovou komoru tepla, plyn obsahující kyslík se ochlazuje ve výměníkové komoře pomocí výměny tepla; a
   - výstup plynu obsahujícího kyslík, plyn obsahující kyslík opouští výměníkovou komoru z výstupu a přivádí se do pece pro tepelné zpracování z horní části pece pro tepelné zpracování tepelně izolačními potrubími.

10. Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu obsahující pec pro tepelné zpracování, pec pro tepelné zpracování

obsahuje: nístěj, plášť s vodou chlazeným opláštěním, tvořící nístěj, přívod pasivačního plynu obsahujícího kyslík přiváděného do nístěje, přívod argonu přiváděného do nístěje, přívod argonu umístěný na horní části pece pro tepelné zpracování, topné těleso uspořádané uvnitř nístěje, a tyglík pro tepelné zpracování pro umístění zpracovávaného tantalového kovu; vyznačující se tím, že zařízení dále obsahuje zařízení pro nucené chlazení argonu a chladicí systém plynu obsahujícího kyslík, kde zařízení pro nucené chlazení argonu obsahuje:

- přívod ochlazovaného argonu, přívod ochlazovaného argonu je spojen s výstupem argonu na horní části pece pro tepelné zpracování argonu;
- výměníková komora tepla, do výměníkové komory se přivádí argon o vysoké teplotě z pece pro tepelné zpracování pomocí přívodu ochlazovaného argonu a ochlazuje se způsobem výměny tepla;
- výstup ochlazeného argonu, ochlazený argon se vypouští z výměníkové komory z výstupu argonu;
- cirkulační čerpadlo, do cirkulačního potrubí se přivádí ochlazený argon z výstupu ochlazeného argonu, a dodává ochlazený argon do pece pro tepelné zpracování z přívodu argonu ve spodní části pece pro tepelné zpracování spojovacími potrubími;

a kde chladicí systém plynu obsahujícího kyslík obsahuje:

- přívod plynu obsahujícího kyslík, který se používá pro přivádění plynu obsahujícího kyslík pro pasivaci tantalového kovu;
- výměníkovou komoru tepla, plyn obsahující kyslík se ochlazuje ve výměníkové komoře pomocí výměny tepla; a
- výstup plynu obsahujícího kyslík, ochlazený plyn obsahující kyslík opouští výměníkovou komoru výstupem a přivádí se do pece pro tepelné zpracování z horní části

pece pro tepelné zpracování tepelně izolačními spojujícími potrubími.

11. Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu podle nároku 8 nebo 10, vyznačující se tím, že se tantalový kov ochladí na 32 °C pomocí zařízení na nucené chlazení argonu.

12. Zařízení pro pasivaci povrchu tantalového kovu podle nároku 9 nebo 10, vyznačující se tím, že chladicí systém plynu obsahujícího kyslík ochlazuje plyn obsahující kyslík, aby se vytvořil plyn obsahující kyslík pro pasivaci při teplotě 0 °C nebo nižší, s výhodou - 40 °C až 0 °C.

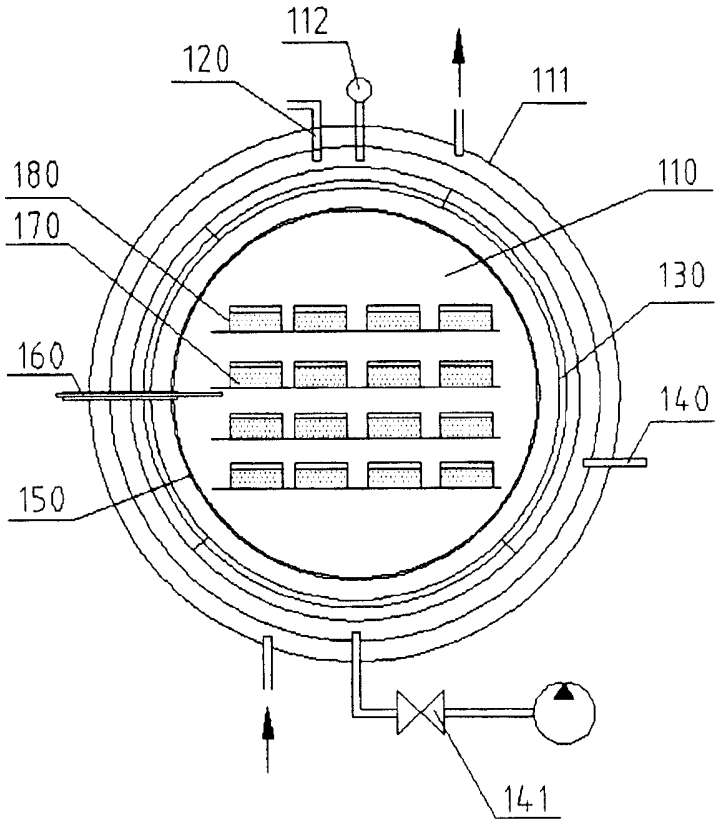


FIG. 1

2/8

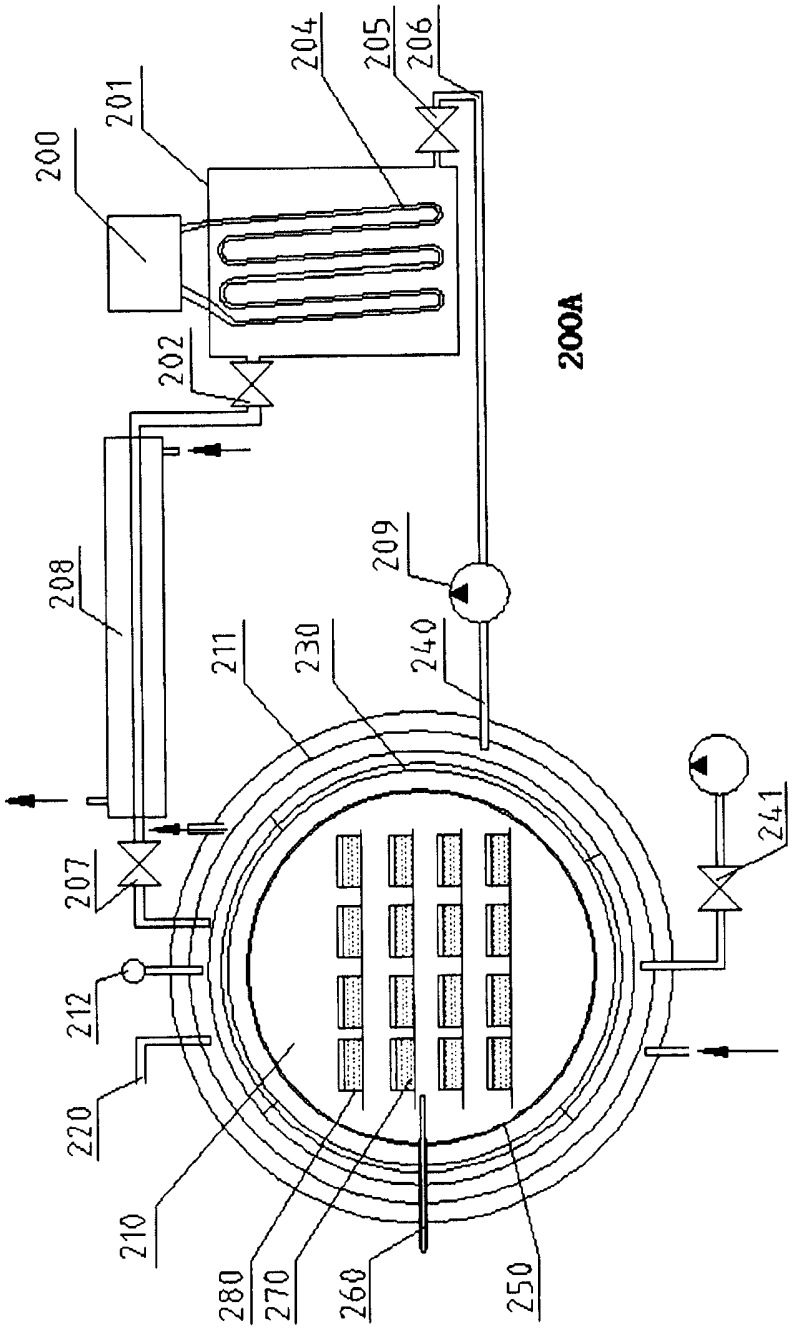

200
201
202
204
205
206
208
209
210
211
212
220
230
240
241
250
260
270
280
200A

FIG. 2

3/8

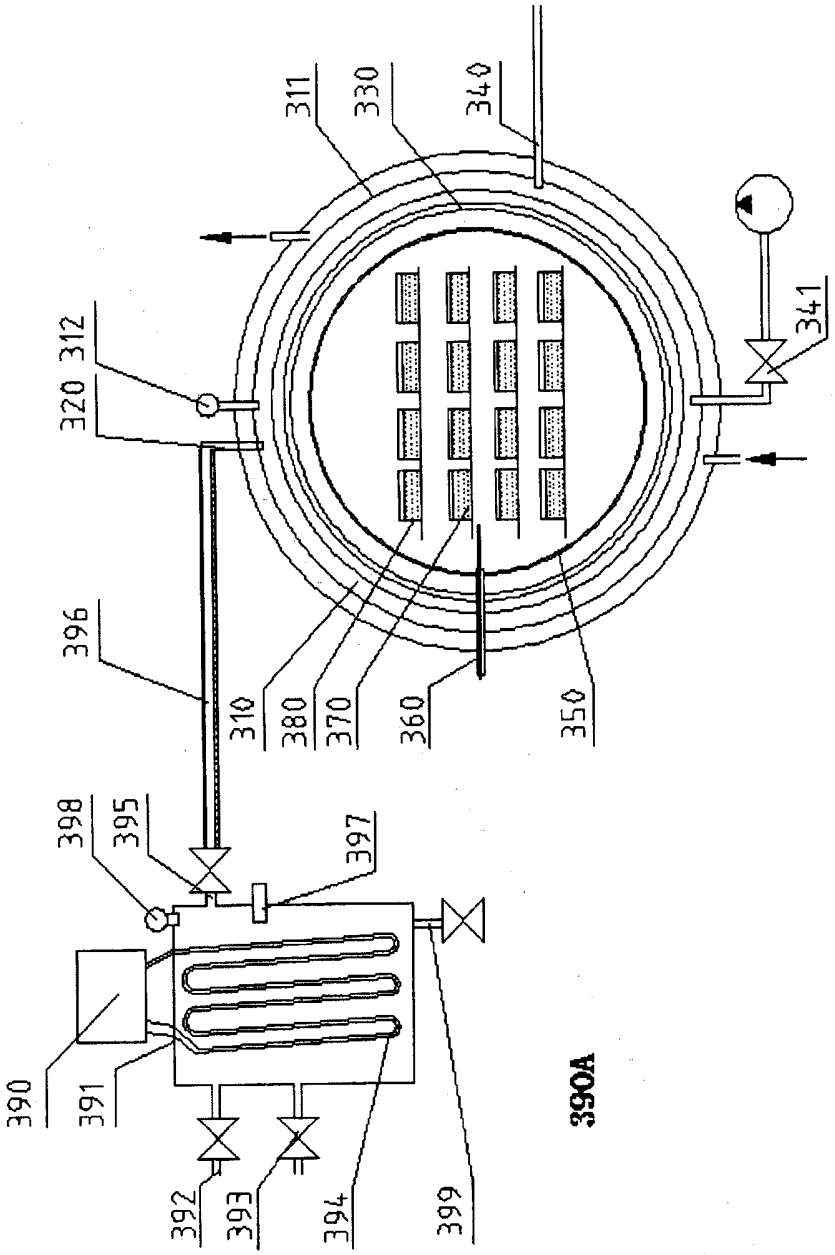

311
330
340
341
320
312
396
310
380
370
360
350
398
395
397
390
391
392
393
394
399
390A

FIG. 3

4/8

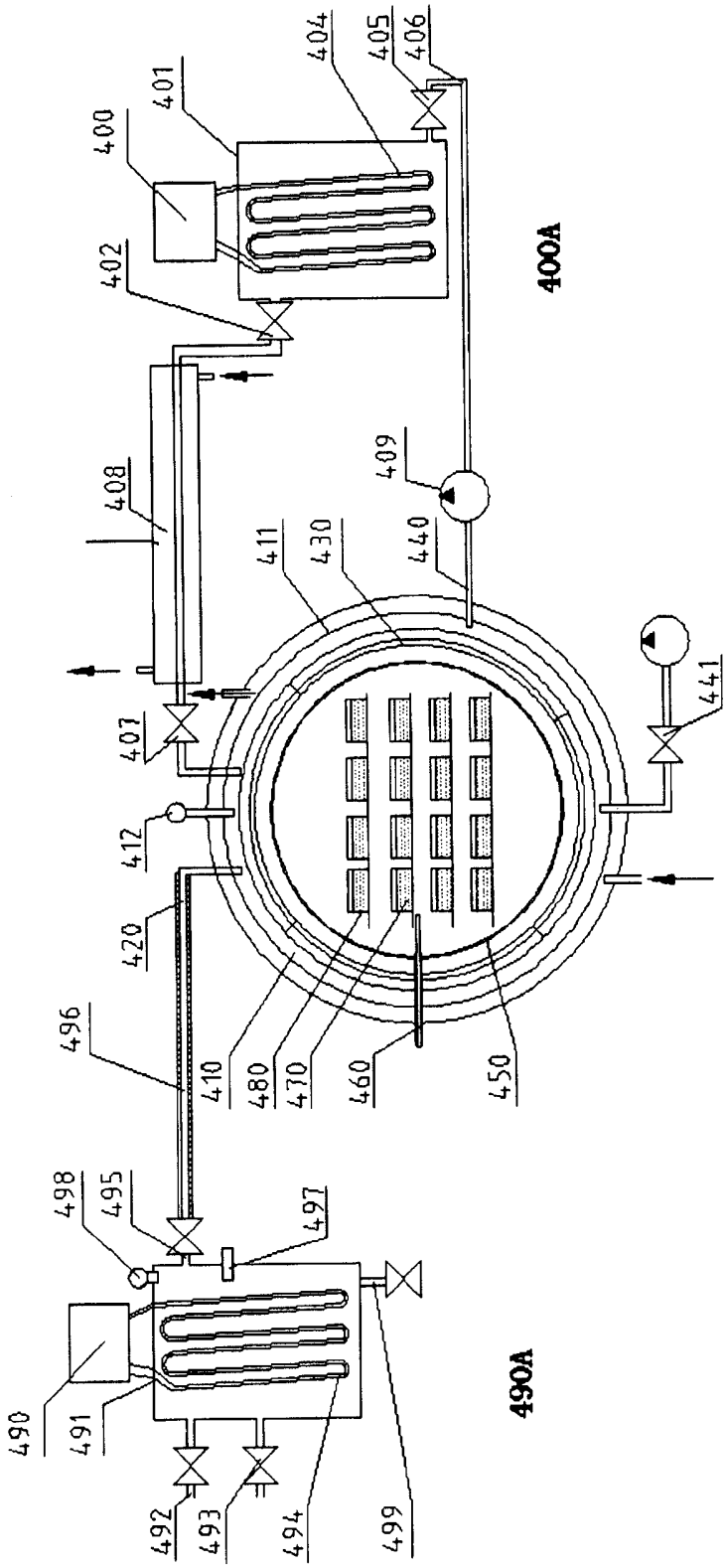

400A
490A
400
401
402
404
405
406
407
408
409
410
411
412
420
430
440
441
450
460
470
480
490
491
492
493
494
495
496
497
498
499

FIG. 4

5/8

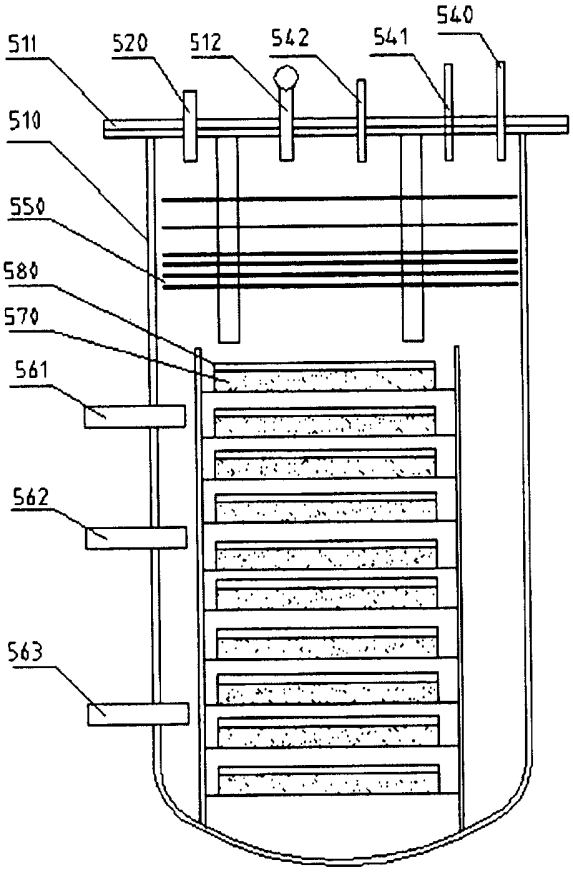


Fig. 5

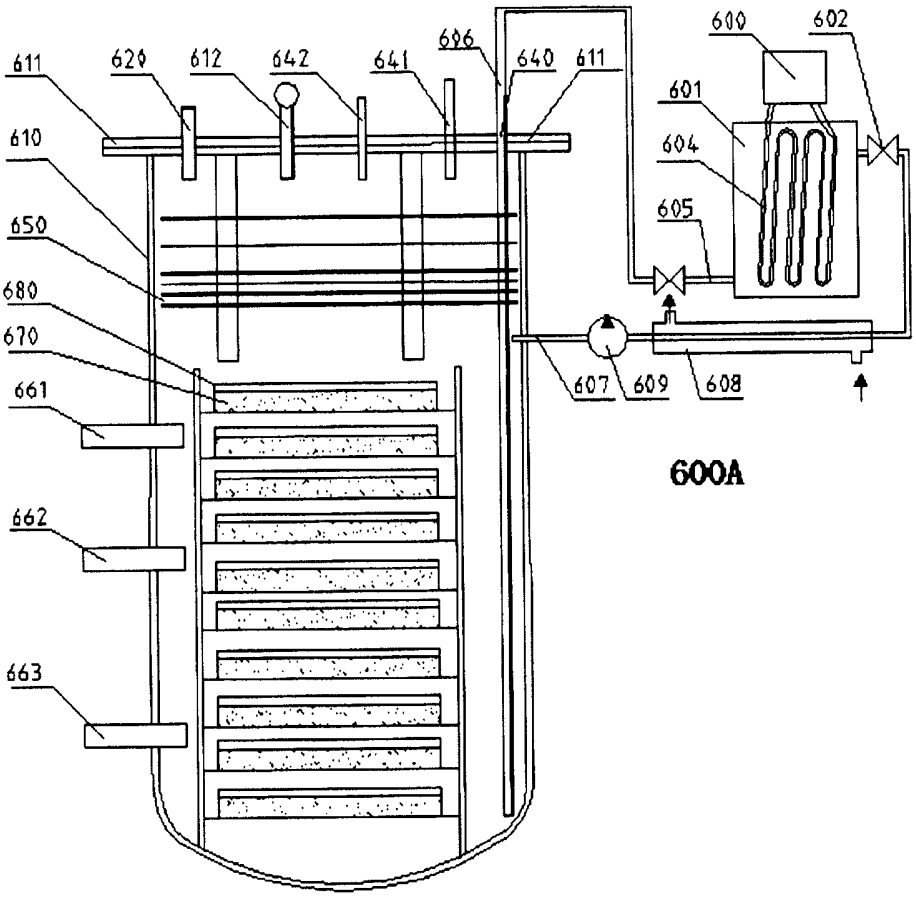

611
620
612
642
641
696
640
611
610
650
680
670
661
662
663
600
602
601
604
605
607
609
608
600A

Fig. 6

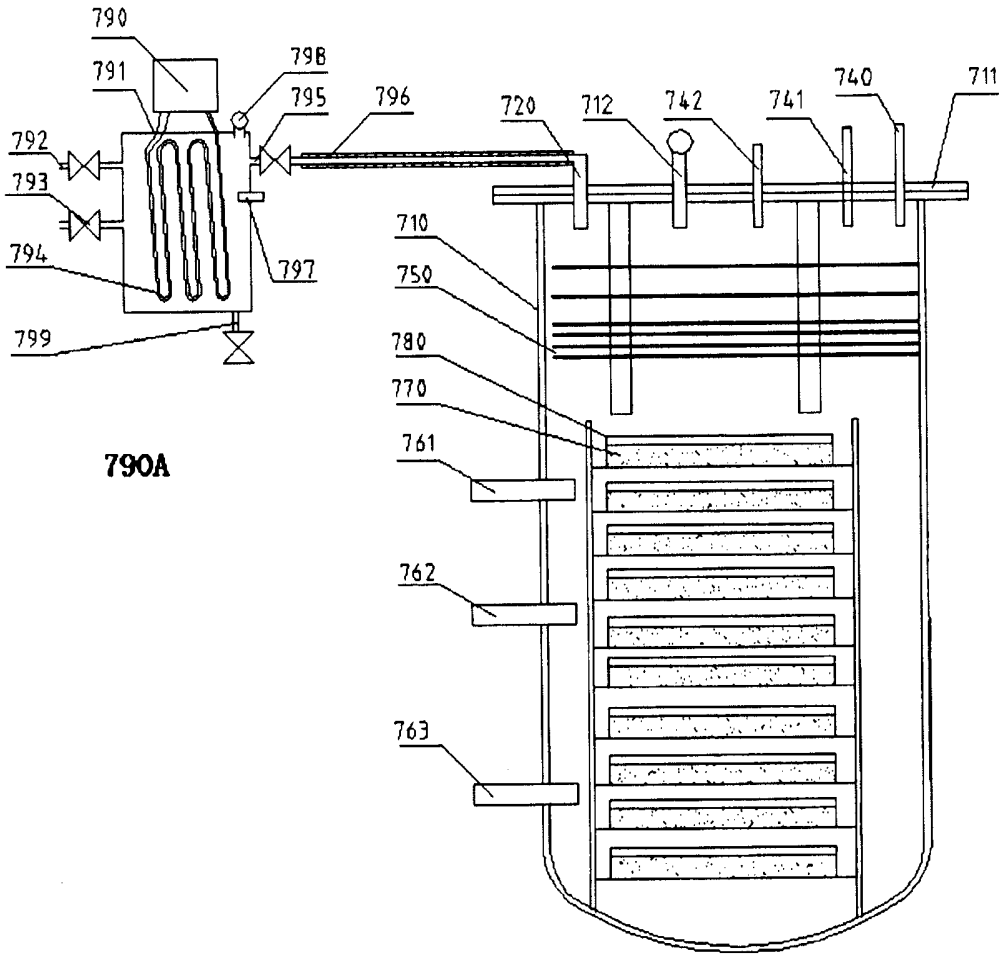

790
791
798
795
796
792
793
794
797
799
790A
720
712
742
741
740
711
710
750
780
770
761
762
763

Fig. 7

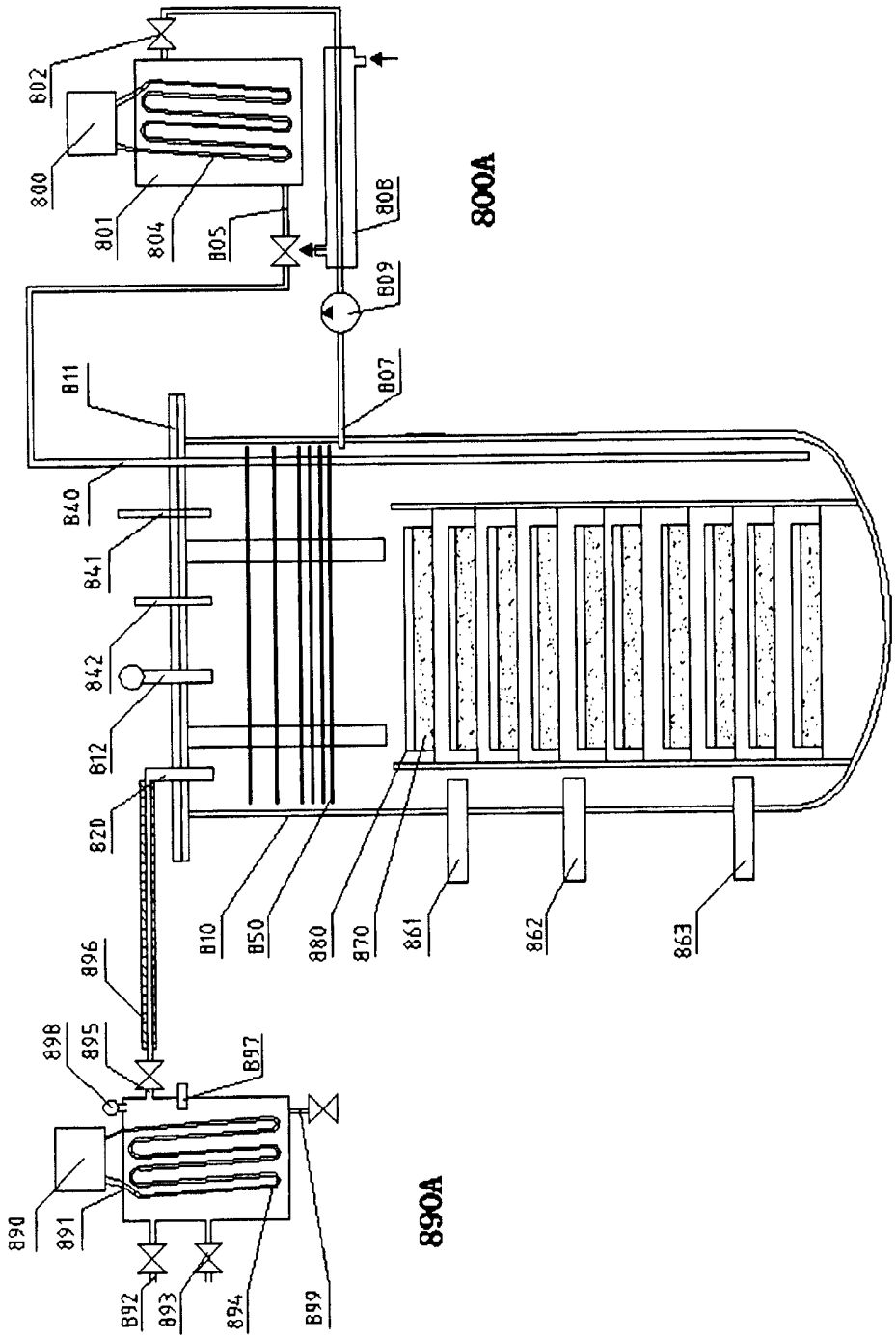

800A
890A
802
800
801
804
805
808
809
811
807
840
841
842
812
820
810
850
880
870
861
862
863
896
898
895
897
890
891
892
893
894
899

FIG. 8