(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0028745
(43) 공개일자 2019년03월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C22B 34/24 (2006.01) *B22F 9/20* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C22B 34/24 (2013.01)
B22F 9/20 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-7004021
(22) 출원일자(국제) 2016년07월13일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2019년02월11일
(86) 국제출원번호 PCT/CN2016/089874
(87) 국제공개번호 WO 2018/010108
국제공개일자 2018년01월18일

(71) 출원인
닝시아 오리엔트 탄탈럼 인더스트리 코포레이션 엘티디
중국 닝시아 753000 시주이샨 씨티 다워코우 디스트릭트 예진 로드 넘버 119
(72) 발명자
첸, 수칭
중국 닝시아 753000 시주이샨 씨티 다워코우 디스트릭트 예진 로드 넘버 119
청, 유웨이
중국 닝시아 753000 시주이샨 씨티 다워코우 디스트릭트 예진 로드 넘버 119
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
한라특허법인(유한)

전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 **박편화된 탄탈륨 분말 및 이의 제조방법**

(57) 요 약

박편화된 탄탈륨 분말 및 그의 제조 방법을 제공하며; 상기 박편화된 탄탈륨 분말은 300 내지 1800 ppm의 질소, 10 내지 100 ppm의 인, 및 1 내지 40 ppm의 붕소를 함유한다. 상기 박편화된 탄탈륨 분말은 높은 용량 및 낮은 누설전류, 양호한 내-천공성, 및 특히 현저한 고주파 특성을 갖는다. 산소 환원 중 질소에 의한 도핑을 상기 열처리 수행 전에 수행하며; 이러한 열처리 및 후속 공정의 수행 해법은 원소 질소의 분포 균일성을 개선시키고 산화물막의 결함을 보상하여, 생성물의 내압성, 및 특히 그의 고주파 특성을 증가시킨다.

(72) 발명자

마, 유종

중국 닝시아 753000 시주이샨 씨티 다워코우 디스트릭트 예진 로드 넘버 119

리, 종시앙

중국 닝시아 753000 시주이샨 씨티 다워코우 디스트릭트 예진 로드 넘버 119

왕, 지다오

중국 닝시아 753000 시주이샨 씨티 다워코우 디스트릭트 예진 로드 넘버 119

리, 시아

중국 닝시아 753000 시주이샨 씨티 다워코우 디스트릭트 예진 로드 넘버 119

시, 데준

중국 닝시아 753000 시주이샨 씨티 다워코우 디스트릭트 예진 로드 넘버 119

자오, 종후안

중국 닝시아 753000 시주이샨 씨티 다워코우 디스트릭트 예진 로드 넘버 119

명 세 서

청구범위

청구항 1

박편화된 탄탈륨 분말의 제조 방법으로

1) 상기 박편화된 탄탈륨 분말에 제1 열처리를 가하고;

2) 상기 제1 열 처리된 탄탈륨 분말에 제1 탈산화를 가하고;

3) 상기 제1 탈산화된 탄탈륨 분말에 저온 질화를 가하고;

4) 상기 저온 질화된 탄탈륨 분말에 제2 열처리를 가하고; 임의로

5) 상기 제2 열처리된 탄탈륨 분말에 제2 탈산화를 가하고, 이어서 임의로 산세척, 수세척, 건조, 및 체질을 가하여 완성된 박편화된 탄탈륨 분말을 수득하는

단계들을 포함하는 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

단계 1)의 박편화된 탄탈륨 분말을, 나트륨에 의한 칼륨 플루오탄탈레이트의 환원에 의해 수득된 탄탈륨 분말에 볼 분쇄, 예를 들어 진동 볼 분쇄 또는 교반 볼 분쇄를 가하고, 산세척 및 불순물 제거를 수행함으로써 수득하는 방법.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

단계 2)의 제1 탈산화가, 온도를 3 내지 6시간(바람직하게는 3 내지 5시간 또는 4 내지 6시간) 동안 800 내지 1000 ℃(바람직하게는 750 내지 980 ℃, 750 내지 900 ℃ 또는 850 내지 950 ℃)에서 유지시킴을 포함하는 방법.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

단계 3)의 저온 질화를, 단계 2)의 제1 탈산화 처리의 온도 강하 공정에서, 특히 온도를 500 ℃ 이하(예를 들어 500 내지 240 ℃의 온도)로 낮출 때 출발시키거나, 또는 단계 3)의 저온 질화를, 상기 단계 2)의 탈산화 처리 온도를 실온으로 낮춘 후에 재가열에 의해 출발시키는 방법.

청구항 5

바람직하게는 고주파 캐패시터에 사용하기에 적합한 박편화된 탄탈륨 분말로, 300 내지 1800 ppm의 질소, 바람직하게는 400 내지 1600 ppm, 보다 바람직하게는 500 내지 1500 ppm, 가장 바람직하게는 700 내지 1300 ppm의 질소, 및 임의로 인 및/또는 붕소를 포함하는 상기 박편화된 탄탈륨 분말.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

분말로 제조된 전해질 캐패시터의 애노드가 100 내지 250 V의 에너지화 전압 및 5000 내지 30000 Hz의 시험 주파수의 조건하에서 약 3000 내지 30000 μFV/g의 용량을 갖는 것을 특징으로 하는 박편화된 탄탈륨 분말.

청구항 7

제 5 항 또는 제 6 항에 있어서,

1 내지 80 ppm, 바람직하게는 10 내지 65 ppm, 보다 바람직하게는 20 내지 50 ppm의 붕소를 함유하는 것을 특징

으로 하는 박편화된 탄탈륨 분말.

청구항 8

제 5 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 있어서,

800 내지 3000 ppm의 산소 함량을 갖는 박편화된 탄탈륨 분말.

청구항 9

제 5 항 내지 제 8 항 중 어느 한 항에 있어서,

10 내지 100 ppm의 인 함량을 갖는 박편화된 탄탈륨 분말.

청구항 10

제 5 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 있어서,

스캇 부피 밀도가 1.4 내지 2.0 g/㎤, 바람직하게는 1.4 내지 2.0 g/㎤, 바람직하게는 1.55 내지 1.9 g/㎤인 박편화된 탄탈륨 분말.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 금속 분말 및 그의 제조 방법에 관한 것이고, 보다 구체적으로 탄탈륨 분말 및 그의 제조 방법에 관한 것이며, 특히 캐패시터급 중간-고-전압 탄탈륨 분말 및 그의 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 밸브 금속인 금속 탄탈륨은 표면상에 치밀한 산화막을 생성시킬 수 있으며 단방향 전도성을 갖는다. 금속 탄탈륨으로 제조된 애노드막은 안정한 화학적 성질(특히 산성 전해질에서 안정한), 높은 저항($7.5x10^{10}$ Ω·㎝), 높은 유전상수(27.6), 및 적은 누설전류를 갖는다. 또한, 상기 애노드막은 넓은 작동 온도 범위(-80 ℃ 내지 200 ℃), 높은 신뢰도, 내충격성, 긴 수명 등의 장점을 또한 갖는다. 따라서, 상기는 작은 크기 및 높은 신뢰도를 갖는 탄탈륨 캐패시터 제조에 이상적인 물질이다. 상기 탄탈륨 캐패시터는 많은 장점을 갖기 때문에, 항공기, 우주선, 커뮤니케이션, 전자 장비, 예를 들어 컴퓨터, 휴대폰 등에 널리 사용된다.

[0003] 물질 분류의 면에서, 특히 캐패시터 제조에 사용되는 탄탈륨 분말을 캐패시터급 탄탈륨 분말이라 칭한다. 상기 탄탈륨 분말은 상이한 사용 전압에 따라 고-전압 탄탈륨 분말(작동 전압이 40 V 초과이다), 중간-전압 탄탈륨 분말(작동 전압이, 종점을 포함하여 20 내지 40 V이다) 및 저-전압 탄탈륨 분말(작동 전압이 20 V 미만이다)로 분류될 수 있다. 최근 수년간, 전자기술의 급속한 발달에 따라, 중간-전압 및 고-전압 탄탈륨 분말의 고-주파 특징이 보다 더 요구되고 있다.

[0004] 종래 기술에 따르면, 탄탈륨 분말로 제조된 소결 압분체의 경우, 탄탈륨 중의 산소 함량을 엄격히 제한할 필요가 있으며, 너무 높은 산소 함량은 상기 탄탈륨 소결 압분체의 표면상에 산화물 침착상을 야기할 수 있고, 상기 침착상은 애노드화 공정 동안 형성된 비결정성 탄탈륨 오산화물막상에 침착되며, 따라서 상기 비결정성 탄탈륨 오산화물막이 국소적으로 결정화되고 심지어 파괴될 수 있으며, 이에 의해 상기 비결정성 탄탈륨 오산화물막의 신뢰도가 감소하고, 누설전류가 커지며, 캐패시터의 성능이 감소된다. 상기 탄탈륨 분말 중 질소 도핑은 상기 탄탈륨 분말의 산소 함량을 유효하게 감소시킬 수 있으면서 동시에 소결 수축률을 감소시키고 다공성을 증가시킬 수 있으며, 캐쏘드 물질의 액침을 촉진하고 상기 캐피시터의 용량을 증가시킬 수 있다. 따라서, 상기 탄탈륨 분말 중 질소 도핑 및 상기 소결된 애노드 중 질소 도핑은 상기 탄탈륨 분말 생산 분야에서 상기 탄탈륨 분말 및 상기 탄탈륨 캐패시터의 성능을 개선시키는데 중요한 기술이었다.

[0005] US 5448447(또한 CN1143333C로서 공개됨)은 30000 μFV/g 이하의 저-CV 탄탈륨 분말내로의 500 내지 7000 ppm의 질소 도핑에 의해 100 V 이상의 고-전압 형성 동안 누설 전류를 적어도 28%까지 감소시키는 방법을 개시한다. 상기 탄탈륨 분말의 질소 도핑 방법은, 질소 도핑을 상기 제조 과정의 최종 단계의 탈산화 공정에서 수행하고 이어서 고온 열처리를 다시 수행하지 않는 것을 특징으로 한다.

[0006] JP 공개 공보 제 2002-30301A 호는 500 내지 30000 ppm의 질소를 함유하는 탄탈륨 분말을 개시하며, 여기에서 각 입자 중의 질소 함량의 편차는 100% 이하이고, 탄탈륨 분말은 질소 도핑되지 않은 탄탈륨 분말에 비해 보다 양호한 항복전압을 갖는다. 상기 탄탈륨 분말의 질소 도핑 방법은 상기 질소 도핑을 제조 과정의 최종 단계의 탈산화 공정에서 회전하는 상태로 회전식 가마와 같은 반응 용기에서, 850 ℃로 가열하면서 수행하고 이어서 900 ℃ 이상의 열처리는 또한 수행하지 않는 방법이다. 상기 특허/출원이 연구한 것은 30000 μFV/g 이상의 고-용량 탄탈륨 분말에 적합한 질소 도핑 방법 및 질소-함유 탄탈륨 분말이다.

[0007] CN1363102A 및 CN100528418C는 각각 탄탈륨 및 니오븀 금속 분말의 질소 도핑 방법을 개시하며, 여기에서 도핑된 질소의 함량은 100 내지 6000 ppm이다. 상기 두 특허에 기재된 질소 도핑 방법도 또한 최종 단계에서 수행되며, 여기에서 질소 도핑 온도는 100 내지 600 ℃이고; 열처리 또한 수행되지 않는다.

[0008] CN1433485A 및 CN1872461A는 질소-함유 탄탈륨 분말의 제조 방법을 기재하며, 여기에서 질소를, 환원제에 의한 금속 화합물의 환원 공정에서 도입시키고, 따라서 질소가 상기 금속 중에 함유된다. 상기 환원 반응 공정 및 800 ℃ 이상에서의 질소 도핑으로 인해, 상기 질소 도핑 공정에서 탄탈륨과 질소간의 반응이 너무 빨라, 반응 용기 중 각 부분의 질소 농도가 일정하지 않으며 따라서 상기 입자의 질소 도핑을 균일하게 보장하는 것은 어렵다.

[0009] 상기 기존의 질소 도핑 기술은 동일한 종류의 질소 도핑 방법을 개시한다, 즉 질소 도핑을 최종 단계에서 수행하고, 이어서 고온 열처리를 수행하지 않는다.

[0010] 본 발명자는 연구에 의해, 상기 기존의 방법을 30000 μFV/g 이상의 고용량을 갖는 탄탈륨 분말의 질소 도핑에 사용하는 경우, 상기 탄탈륨 분말의 누설전류 및 용량을 개선시킬 수 있었음을 발견한다. 다른 한편으로, 30000 μFV/g 이하의 탄탈륨 분말, 특히 박편화된 중간-고-전압 탄탈륨 분말에 대해서, 질소 도핑을 최종 단계에서 수행하고 고온 열처리를 수행하지 않는 경우, 상기 질소 원소의 존재는 30000 μFV/g 이하의 중간-고-전압 탄탈륨 분말, 특히 박편화된 탄탈륨 분말의 누설 전류의 개선에 그다지 영향을 미치지 않거나, 또는 다른 말로, 상기 탄탈륨 분말의 용량 증분에 그다지 영향을 미치지 않는다.

[0011] 따라서, 상기 도핑된 질소 원소가 보다 양호한 역할을 하도록 질소 원소의 존재 형성을 개선시키고 질소 원소들의 분포를 보다 균일하게 하기 위해서, 본 발명에서 신규의 질소 도핑 방법 및 300 내지 1800 ppm의 질소를 함유하는 박편화된 탄탈륨 분말을 개발하고, 이에 의해 30000 μFV/g 이하의 중간-고-전압 박편화된 탄탈륨 분말의 누설전류 및 전압 저항, 특히 고주파 특징을 추가로 개선시켜, 상기 중간-고-전압 박편화된 탄탈륨 분말을 보다 높은 상기 고주파 특징을 요구하는 분야에서 보다 양호하게 사용할 수 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 상기 기술적 문제들에 비추어, 본 발명의 하나의 목적은 박편화된 탄탈륨 분말, 특히 중간-고-전압 박편화된 탄탈륨 분말을 제공하는 것이다. 상기 박편화된 탄탈륨 분말은 바람직하게는 질소, 인 및/또는 붕소를 함유하며, 바람직하게는 고주파 캐패시터에 적합하다. 본 발명의 또 다른 목적은 상기 중간-고-전압 박편화된 탄탈륨 분말의 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0013] 본 발명에 의해 개시된 방법은 30000 μFV/g 이하의 중간-고-전압 박편화된 탄탈륨 분말에 특히 적합하지만, 30000 μFV/g 초과의 중간-고-전압 박편화된 탄탈륨 분말에도 또한 적합하다.

[0014] 하기에 기재되는 기술적 해법에 따라, 본 발명은 상기 목적들 중 하나 이상을 실현시킨다.

[0015] 바람직하게는 고주파 캐패시터에 적합한 박편화된 탄탈륨 분말은, 상기 분말이 300 내지 1800 ppm, 바람직하게는 400 내지 1600 ppm, 보다 바람직하게는 500 내지 1500 ppm, 및 가장 바람직하게는 700 내지 1300 ppm의 질소; 및 10 내지 100 ppm, 바람직하게는 20 내지 80 ppm, 보다 바람직하게는 30 내지 70 ppm의 인; 및/또는 1 내지 80 ppm, 바람직하게는 10 내지 65 ppm, 보다 바람직하게는 20 내지 50 ppm의 붕소를 함유하는 것을 특징으로 한다.

[0016] 바람직하게는 고주파 캐패시터에 적합한 박편화된 탄탈륨 분말은, 상기 분말로부터 제조된 전해질 캐패시터 애노드가 100 내지 250 V의 에너지화 전압 및 5000 내지 30000 Hz의 시험 주파수 조건하에서 약 3000 내지 30000

μFV/g의 용량을 갖는 것을 특징으로 한다.

[0017] 많은 연구를 통해, 본 발명자들은 놀랍게도, 질소 함량이 너무 낮으면 소결을 억제할 수 없고 용량을 증가시킬 수 없으며; 상기 질소 함량이 너무 높으면 탄탈륨 분말의 경도가 증가하여, 압분체의 성능이 감소할 수 있고 심지어 연삭공구에 큰 마모가 야기되어 상기 연삭공구의 수명을 단축시킬 수 있으며, 따라서 300 내지 1800 ppm의 질소 함량이 보다 적합함을 발견하였다.

[0018] 상기 박편화된 탄탈륨 분말의 산소 함량은 바람직하게는 800 내지 3000 ppm이고, 스캇(Scott) 부피 밀도는 특별히 제한되지 않으며, 바람직하게는 1.4 내지 2.0 g/㎤, 바람직하게는 1.55 내지 1.9 g/㎤이다.

[0019] 박편화된 탄탈륨 분말의 제조 방법은

[0020] 1) 상기 박편화된 탄탈륨 분말에 제1 열처리를 가하고;

[0021] 2) 상기 제1 열 처리된 탄탈륨 분말에 제1 탈산화를 가하고;

[0022] 3) 상기 제1 탈산화된 탄탈륨 분말에 저온 질화를 가하고;

[0023] 4) 상기 저온 질화된 탄탈륨 분말에 제2 열처리를 가하고; 임의로

[0024] 5) 상기 제2 열처리된 탄탈륨 분말에 제2 탈산화를 가하고, 이어서 임의로 산세척, 수세척, 건조, 및 체질을 가하여 본 발명에 따른 박편화된 탄탈륨 분말을 수득하는

[0025] 단계들을 포함한다.

[0026] 바람직한 실시태양에서, 단계 3)의 저온 질화는 단계 2)의 탈산화 처리의 냉각 공정에서(특히 온도가 500 ℃ 이하, 예를 들어 500 내지 240 ℃로 낮아질 때) 출발한다. 상기 실시태양은 상기 탄탈륨 분말을 저온 질화 처리를 위해 재-가열시킬 필요가 없고 보다 많은 에너지가 절감된다는 장점을 갖는다.

[0027] 또 다른 실시태양에서, 상기 탄탈륨 분말을, 상기 단계 2)의 탈산화 처리 중의 온도를 실온으로 낮춘 후에 재가열하여 단계 3)의 저온 질화를 출발시킨다.

[0028] 상기 단계 1)에 사용된 탄탈륨 분말은 임의의 공지된 방법에 의해 제조된 박편화된 탄탈륨 분말, 예를 들어 나트륨으로 환원된 탄탈륨 분말상에서 진동 볼 분쇄 또는 교반 볼 분쇄에 의해 박편화시키고 산세척 및 불순물 제거를 수행함으로써 수득된 박편화된 탄탈륨 분말이다. 바람직하게, 상기 단계 1)의 열처리를 진공 조건하에서 수행한다. 바람직하게, 상기 열처리 온도는 1200 ℃ 내지 1600 ℃, 바람직하게는 1250 내지 1500 ℃, 보다 바람직하게는 1300 내지 1450 ℃이다. 바람직한 실시태양에서, 원료 물질로서 상기 박편화된 탄탈륨 분말을 하기의 방식에 의해 수득한다: 상기 나트륨으로 환원된 탄탈륨 분말에 볼 분쇄, 산세척 및 불순물 제거를 가하여 박편화된 탄탈륨 분말을 수득하고, 임의로 상기 박편화된 탄탈륨 분말을 인 원소의 양을 기준으로 10 내지 100 ppm의 암모늄 이수소 포스페이트(또한 암모늄 헥사플루오로포스페이트일 수 있다) 및/또는 붕소 원소의 양을 기준으로 1 내지 80 ppm의 붕산으로 도핑시키고, 열처리를 위한 진공 조건하에서 1200 내지 1600 ℃로 가열한다.

[0029] 단계 2) 또는 단계 5)를 위해서, 상기 탈산화의 온도 및 온도-유지 시간은 특별히 제한되지 않으며, 예를 들어 상기 온도를 3 내지 6시간(바람직하게는 3 내지 5시간 또는 4 내지 6시간) 동안 800 내지 1000 ℃(바람직하게는 750 내지 980 ℃, 750 내지 900 ℃ 또는 850 내지 950 ℃)에서 유지시킬 수 있다.

[0030] 바람직하게, 상기 단계 2)의 탈산화를, 상기 단계 1)에서 수득된 탄탈륨 분말내에 마그네슘 분말을 비례해서(예를 들어 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 0.5 내지 5 중량%의 마그네슘 분말) 도핑시키고, 아르곤 분위기에서 700 내지 1000 ℃의 온도로 가열함으로써 수행한다. 보다 바람직하게, 상기 온도는 800 내지 900 ℃이다. 예를 들어, 탈산화를 하기의 방식으로 수행할 수 있다: 상기 단계 1)에서 수득된 생성물을 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 0.5 내지 5 중량%의 마그네슘 분말로 비례해서 도핑시키고, 아르곤 분위기하에서 700 내지 1000 ℃의 온도로 가열하고, 이어서 상기 온도를 240 내지 500 ℃(예를 들어 300 내지 450 ℃ 또는 400 ℃)로 낮추고 상기 불활성 분위기를 질소 분위고로 교체시키고, 상기 온도를 80 내지 150분(예를 들어 120분) 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션 후에, 생성물을 노에서 방출시키고 체질하고, 이어서 산세척 및 불분물 제거 및 건조를 가한다.

[0031] 바람직하게, 단계 3)에서 저온 질화는 500 ℃ 이하의 온도에서의 질화를 지칭한다. 바람직하게, 저온 질화를 하기의 방식으로 수행한다: 단계 2)에서 온도를 240 내지 500 ℃(예를 들어 300 내지 450 ℃ 또는 약 400 ℃)로 낮추고, 불활성 분위기를 질소 분위기로 교체시키고(바람직하게는 상기 노 중의 분위기를 양압으로서, 예를 들

어 0 내지 0.1 MPa, 예를 들어 0 내지 0.01 MPa로서 유지시킨다), 상기 온도를 80 내지 150분(예를 들어 90 내지 140분 또는 약 120분) 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션 후에, 생성물을 노에서 방출시킨다. 바람직하게, 패시베이션 및 상기 노에서 방출 후에, 상기 탄탈륨 분말에 체질, 산세척, 불순물 제거 및 건조를 가한다.

[0032] 바람직하게, 상기 단계 4)에서 제2 열처리는 1200 내지 1600 ℃로 가열하고 상기 온도를 30 내지 180분 동안, 바람직하게는 30 내지 120분 동안 진공 조건하에서 유지시킴을 포함한다.

[0033] 상기 단계 5)에서 탈산화는 종래 기술에서 공지된 임의의 탈산화 방법일 수 있다. 하나의 실시태양에서, 상기 단계 5)의 탈산화 공정은 단계 2)의 탈산화 공정과 동일하다. 또 다른 실시태양에서, 상기 단계 5)의 탈산화 공정은 단계 2)의 탈산화 공정과 상이하다.

[0034] 단계 3)에 관하여, 본 발명자들은 놀랍게도, 질소 도핑 처리를 500 ℃ 이상의 고온에서 수행하는 경우 상기 질소의 확산 속도가 증가하고, 산화막이 급속히 확산되며, 탄탈륨 분말이 노출되고, 따라서 상기 질소 및 상기 질소와 접촉된 최상부층의 탄탈륨간의 발열 반응이 급속히 진행하며 심지어 상기 반응은 국소적으로 통제 불능으로 되는 반면, 하부층의 상기 분말은 질소가 신속하게 공급될 수 없는 상태로 있음을 발견하였다. 그 결과, 상기 표면에서 상기 분말의 질소 함량은 매우 크며, 상기 하부층 중의 상기 분말의 질소 함량은 매우 적고, 상기 입자들간의 질소 함량 차이가 매우 커지며, 질화물 결정(예를 들어 Ta2 Ney TaN) 등이 생성될 수 있다. 본 발명자들의 연구는 질소 도핑 처리를 오직 500 ℃ 이하에서만 수행하고 이어서 1000 ℃ 이상의 고온 열처리를 수행하지 않는다면, 상기 질소 함량은 오직 상기 탄탈륨 분말의 표면상에서만 머무르고, 상기 확산이 충분한 깊이에 도달하지 않아 균일하지 않게 되고, 따라서 30000 μFV/g 이하의 탄탈륨 분말, 특히 중간-고-전압 박편화된 탄탈륨 분말의 누설전류의 개선에 그다지 영향을 미치지 않거나, 또는 다른 말로, 상기 탄탈륨 분말의 용량을 증가시키는데 그다지 영향을 미치지 않음을 입증한다. 본 발명의 방법에서 통상적인 중간-고-전압 탄탈륨 분말 생산 공정의 특징을 병용함으로써, 저온 질소 도핑을 탈산화 공정 중에 수행하고, 이어서 고온 열처리를 추가로 수행하며; 이에 의해 상기 문제들을 피한다.

[0035] 인 원소 및/또는 붕소 원소의 도핑을 위해서, 하나의 원소를 도핑시키거나, 또는 2개의 원소를 동시에 도핑시킬 수 있으며, 임의로 상기 단계 1)의 열처리 전에 인 및/또는 붕소를 함유하는 화합물을 가하거나 또는 상기 단계 2)의 탈산화 처리 동안 마그네슘 분말과 함께 인 및/또는 붕소를 함유하는 화합물을 가할 수 있고, 또한 단계 5) 후에 인 및/또는 붕소를 함유하는 화합물을 가하도록 선택할 수도 있음은 물론이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0036] 구체적인 실행 방식

[0037] 본 명세서에 개시된 탄탈륨 금속 입자를 기술하기 위한 피셔(Fisher) 평균 입자 크기(FSSS/㎛)를 피셔 하위-선별 장비로 측정한다. 산소 및 질소 함량 분석을 미국의 LECO 캄파니의 ON-600 산소 질소 시험기로 분석한다. 인 함량을 유닉(Eunic)(샹하이) 인스트루먼트 캄파니의 2800UV/VIS 분광광도계로 분석한다. 철 및 붕소 및 불순물 원소의 함량을 미국의 벨드 캄파니(Beld Company)의 DV-5 DC 아크 광전자 분광계로 분석하고, 스캇 부피 밀도(SBD, g/㎤)를 중국 국가 규격 GB5060-85에 명시된 방법에 따라 시험함으로써 획득한다.

[0038] 본 발명의 추가의 이해를 위해서, 본 발명의 실시태양들을 실시예 및 첨부된 표와 함께 기재하지만, 상기 기재는 단지 본 발명의 특징 및 장점의 명시를 위한 것일 뿐이며, 본 발명의 특허청구범위를 제한하고자 하는 것은 아님은 물론이다.

[0039] 본 명세서에서 채택된 원료 물질들은 상업적으로 입수가 가능하다, 예를 들어 닝샤 오리엔트 탄탈륨 인더스트리 캄파니 리미티드(Ningxia Orient Tantalum Industry Co. Ltd.)로부터 상업적으로 입수할 수 있다.

[0040] 실시예 1

[0041] 종래 기술을 채택하여 수득된 박편화된 탄탈륨 분말을 원료 물질 1로서 사용하였다. 시험에 의해 수득된 박편화된 탄탈륨 분말의 매개변수들을 표 1에 나타낸다. 5 kg의 원료 물질 1을 취하고, 붕소 원소의 양을 기준으로 40 ppm의 붕산을 가하고, 균일하게 혼합하고 상기 혼합물상에 응집 처리를 수행한 후에, 상기 혼합물을 열처리 노에 넣고, 온도를 1450 ℃에서 60분 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고 자성 분리를 수행하였다. 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 1.5%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 온도를 900 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 온도를 낮추고 450 ℃로 냉각시키고, 그 후에 소개 치환을 수행하고, 압력이 양압(+0.01 MPa)에 도달할 때까지 고순도 질소를 충전시키고, 이어서 상기 온도를 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하

고, 그 후에, 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행한 후에, 상기를 열처리 노에 다시 넣고, 이어서 온도를 1430 ℃에서 60분 동안 유지시키고, 이어서 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고, 자성 분리를 수행하였다.

[0042] 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 1.5%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 상기 온도를 900 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에, 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행하여 완성된 생성물을 수득하였다. 상기 완성된 생성물의 화학적 불순물 및 물리적 성질을 표 2에 나타낸다.

[0043] 상기 분말 샘플을 압축시키고 5.0 g/㎤의 밀도 및 0.20 g의 코어 분말의 중량을 갖는 압분체로 성형시켰다. 상기 압분체를 1600 ℃에서 15분 동안 소결시켜 소결된 압분체를 수득하였다. 상기 소결된 압분체를 0.01% 인산 용액 중에서 150v에 의해 에너지화시켰다. 상기 소결된 압분체의 용량 및 손실을 5000 내지 30000 Hz의 시험 주파수에서 측정하였다. 상기 샘플의 측정된 전기적 성질들을 표 3에 나열한다.

[0044] 비교 실시예 1

[0045] 원료 물질은 실시예 1에 사용된 것과 동일하였다. 5 kg의 원료 물질 1을 취하고, 붕소 원소의 양을 기준으로 40 ppm의 붕산을 가하고, 균일하게 혼합하고 상기 혼합물상에 응집 처리를 수행한 후에, 상기 혼합물을 열처리 노에 넣고, 온도를 1450 ℃에서 60분 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고 자성 분리를 수행하였다. 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 1.5%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 온도를 900 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 온도를 낮추고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에, 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행한 후에, 상기를 열처리 노에 다시 넣고, 이어서 온도를 1430 ℃에서 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고, 자성 분리를 수행하였다.

[0046] 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 1.3%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 상기 온도를 900 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 온도를 낮추고 450 ℃로 냉각시키고, 그 후에, 소개 치환을 수행하고, 압력이 양압(+0.01 MPa)에 도달할 때까지 고순도 질소를 충전시키고, 이어서 상기 온도를 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에, 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행하여 완성된 생성물을 수득하였다. 상기 완성된 생성물의 화학적 불순물 및 물리적 성질을 표 2에 나타낸다.

[0047] 상기 분말에 대해 실시예 1과 동일한 조건을 사용함으로써 전기적 성질 검출을 수행하였다. 상기 샘플의 측정된 전기적 성질들을 표 3에 나열한다.

[0048] 실시예 2

[0049] 실시예 1과 동일한 원료 물질을 사용하였다. 시험에 의해 획득된 그의 매개변수들을 표 1에 나타낸다. 응집 처리 후에, 상기 원료 물질을 열처리 노에 넣고, 온도를 1400 ℃에서 60분 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고 자성 분리를 수행하고, 이어서 인 원소의 양을 기준으로 70 ppm의 암모늄 헥사플루오로포스페이트를 가하고, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 2.0%의 마그네슘 분말을 균일하게 혼합하면서 도핑시키고, 온도를 880 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 온도를 낮추고 350 ℃로 냉각시키고, 이어서 소개 치환을 수행하고, 압력이 양압(+0.01 MPa)에 도달할 때까지 고순도 질소를 충전시키고, 이어서 상기 온도를 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에, 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행한 후에, 상기를 열처리 노에 다시 넣고, 이어서 온도를 1400 ℃에서 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고, 자성 분리를 수행하였다.

[0050] 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 1.8%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 상기 온도를 880 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에, 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행하여 완성된 생성물을 수득하였다. 상기 완성된 생성물의 화학적 불순물 및 물리적 성질을 표 2에 나타낸다.

[0051] 상기 분말 샘플을 압축시키고 5.0 g/㎤의 밀도 및 0.20 g의 코어 분말의 중량을 갖는 압분체로 성형시켰다. 상

기 압분체를 1700 ℃에서 15분 동안 10^{-3} Pa의 진공 노에서 소결시켜 소결된 압분체를 수득하였다. 상기 소결된 압분체를 0.01% 인산 용액 중에서 140v에 의해 에너지화시켰다. 상기 소결된 압분체의 용량 및 손실을 5000 내지 30000 Hz의 시험 주파수에서 측정하였다. 상기 샘플의 측정된 전기적 성질들을 표 3에 나열한다.

[0052] 비교 실시예 2

[0053] 실시예 2와 동일한 원료 물질을 사용하였다. 응집 처리 후에, 상기 원료 물질을 열처리 노에 넣고, 온도를 1400 ℃에서 60분 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고 자성 분리를 수행하고, 이어서 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 2.0%의 마그네슘 분말을 균일하게 혼합시키면서 도핑하고, 온도를 880 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 온도를 낮추고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행한 후에, 상기를 열처리 노에 다시 넣고, 이어서 온도를 1400 ℃에서 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고, 자성 분리를 수행하였다.

[0054] 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 1.8%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 인 원소의 양을 기준으로 70 ppm의 암모늄 헥사플루오로포스페이트를 가하고, 상기 온도를 880 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 온도를 낮추고 350 ℃로 냉각시키고, 이어서 소개 치환을 수행하고, 압력이 양압, 예를 들어 +0.01 MPa에 도달할 때까지 고순도 질소를 충전시키고, 이어서 상기 온도를 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행하여 완성된 생성물을 수득하였다. 상기 완성된 생성물의 화학적 불순물 및 물리적 성질을 표 2에 나타낸다.

[0055] 상기 분말에 대해 실시예 2와 동일한 조건을 사용함으로써 전기적 성질 검출을 수행하였다. 상기 샘플의 측정된 전기적 성질들을 표 3에 나열한다.

[0056] 실시예 3

[0057] 종래 기술 공정으로 수득된 박편화된 탄탈륨 분말을 원료 물질 2로서 사용하였다. 그의 성질들을 표 1에 나타낸다. 5 kg의 원료 물질 2를 취하고, 인 원소의 양을 기준으로 80 ppm의 암모늄 이수소 포스페이트를 가하고, 균일하게 혼합하고 상기 혼합물상에 응집 처리를 수행한 후에, 상기 혼합물을 열처리 노에 넣고, 온도를 1380 ℃에서 60분 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고 자성 분리를 수행하였다. 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 2.5%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 온도를 800 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 온도를 낮추고 320 ℃로 냉각시키고, 그 후에 소개 치환을 수행하고, 압력이 양압(+0.01 MPa)에 도달할 때까지 고순도 질소를 충전시키고, 이어서 상기 온도를 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행한 후에, 상기를 열처리 노에 다시 넣고, 이어서 온도를 1450 ℃에서 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고, 자성 분리를 수행하였다.

[0058] 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 2.0%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 상기 온도를 860 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행하여 완성된 생성물을 수득하였다. 상기 완성된 생성물의 화학적 불순물 및 물리적 성질을 표 2에 나타낸다.

[0059] 상기 분말 샘플을 압축시키고 5.0 g/㎤의 밀도 및 0.15 g의 코어 분말의 중량을 갖는 압분체로 성형시켰다. 상기 압분체를 1500 ℃에서 20분 동안 소결시켜 소결된 압분체를 수득하였다. 상기 소결된 압분체를 0.01% 인산 용액 중에서 140v에 의해 에너지화시켰다. 상기 소결된 압분체의 용량 및 손실을 5000 내지 30000 Hz의 시험 주파수에서 측정하였다. 상기 샘플의 측정된 전기적 성질들을 표 3에 나열한다.

[0060] 비교 실시예 3

[0061] 원료 물질은 실시예 3에 사용된 것과 동일하였다. 5 kg의 원료 물질을 취하고, 인 원소의 양을 기준으로 80 ppm의 암모늄 이수소 포스페이트를 가하고, 균일하게 혼합하고 상기 혼합물상에 응집 처리를 수행한 후에, 상기 혼합물을 열처리 노에 넣고, 온도를 1380 ℃에서 60분 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고 자성 분리를 수행하였다. 이어서, 상기 탄탈륨 분말

의 중량을 기준으로 2.5%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 온도를 860 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 온도를 낮추고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행한 후에, 상기를 열처리 노에 다시 넣고, 이어서 온도를 1450 ℃에서 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고, 자성 분리를 수행하였다.

[0062] 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 2.0%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 상기 온도를 860 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 온도를 낮추고 320 ℃로 냉각시키고, 이어서 소개 치환을 수행하고, 압력이 양압, 예를 들어 +0.01 MPa에 도달할 때까지 고순도 질소를 충전시키고, 이어서 상기 온도를 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행하여 완성된 생성물을 수득하였다. 상기 완성된 생성물의 화학적 불순물 및 물리적 성질을 표 2에 나타낸다.

[0063] 상기 분말에 대해 실시예 3과 동일한 조건을 사용함으로써 전기적 성질 검출을 수행하였다. 상기 샘플의 측정된 전기적 성질들을 표 3에 나열한다.

[0064] 실시예 4

[0065] 종래 기술 공정으로 수득된 박편화된 탄탈륨 분말을 원료 물질 3으로서 사용하였다. 그의 성질들을 표 1에 나타낸다. 5 kg의 원료 물질 3을 취하고, 붕소 원소의 양을 기준으로 40 ppm의 붕산을 가하고, 균일하게 혼합하고 상기 혼합물상에 응집 처리를 수행한 후에, 상기 혼합물을 열처리 노에 넣고, 온도를 1520 ℃에서 60분 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고 자성 분리를 수행하였다. 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 1.5%의 마그네슘 분말을 도핑하고, 온도를 920 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시킨 다음 온도를 낮추고 420 ℃로 냉각시키고, 이어서 소개 치환을 수행하고, 압력이 양압(+0.01 MPa)에 도달할 때까지 고순도 질소를 충전시키고, 이어서 상기 온도를 60분 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 종래 기술 공정에 의해 산세척 및 불순물 제거를 수행한 후에, 상기를 열처리 노에 다시 넣고, 이어서 온도를 1520 ℃에서 60분 동안 유지시키고, 냉각 및 패시베이션을 수행하고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고, 자성 분리를 수행하여 완성된 생성물을 수득하였다. 상기 완성된 생성물의 화학적 불순물 및 물리적 성질을 표 2에 나타낸다.

[0066] 상기 분말 샘플을 압축시키고 6.0 g/㎤의 밀도 및 3 g의 코어 분말의 중량을 갖는 압분체로 성형시켰다. 1700 ℃에서 30분 동안 소결시켜 수득된 압분체를 0.01% 인산 용액 중에서 150V에 의해 에너지화시켰다. 상기 소결된 압분체의 용량 및 손실을 5000 내지 30000 Hz의 시험 주파수에서 측정하였다. 상기 샘플의 측정된 전기적 성질들을 표 3에 나열한다.

[0067] 비교 실시예 4

[0068] 원료 물질은 실시예 4에 사용된 것과 동일하였다. 5 kg의 원료 물질을 취하고, 붕소 원소의 양을 기준으로 40 ppm의 붕산을 가하고, 균일하게 혼합하고 상기 혼합물상에 응집 처리를 수행한 후에, 상기 혼합물을 열처리 노에 넣고, 온도를 1520 ℃에서 60분 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시키고, 60-메쉬 스크린에 의해 체질하고 자성 분리를 수행하였다. 이어서, 상기 탄탈륨 분말의 중량을 기준으로 1.5%의 마그네슘 분말을 도핑하고; 온도를 920 ℃로 상승시키고 불활성 기체의 보호하에서 4시간 동안 유지시키고, 이어서 온도를 낮춘다.

[0069] 이어서, 상기 온도를 불활성 기체의 보호하에서 450 ℃로 상승시키고, 그 후에 소개 치환을 수행하고, 압력이 양압(+0.01 MPa)에 도달할 때까지 고순도 질소를 충전시키고, 이어서 상기 온도를 60분 동안 유지시킨 다음 냉각 및 패시베이션시키고, 그 후에 상기 노에서 방출시켜 완성된 생성물을 수득하였다. 상기 완성된 생성물의 화학적 불순물 및 물리적 성질을 표 2에 나타낸다.

[0070] 상기 분말에 대해 실시예 4와 동일한 조건을 사용함으로써 전기적 성질 검출을 수행하였다. 상기 샘플의 측정된 전기적 성질들을 표 3에 나열한다.

표 1

[0071]

본 발명에 사용된 원료 물질의 주요 불순물 함량 및 물리적 성질들					
	O ppm	N ppm	Fe ppm	Fsss (㎛)	SBD (g/cc)
원료 물질 1	6020	120	20	0.65	1.00
원료 물질 2	8910	110	19	0.48	0.91
원료 물질 3	3520	80	18	0.90	1.08

표 2

[0072]

본 발명의 실시예 및 비교 실시예의 샘플들의 주요 불순물 함량 및 물리적 성질들							
	O ppm	N ppm	Fe ppm	B ppm	P ppm	Fsss (㎛)	SBD (g/cc)
실시예 1	2020	1400	26	35	20	2.65	1.72
비교 실시예 1	1940	1580	25	32	22	2.70	1.69
실시예 2	1820	780	23	--	58	2.36	1.68
비교 실시예 2	1990	1040	25	--	62	2.47	1.76
실시예 3	2490	770	23	--	72	2.85	1.78
비교 실시예 3	2480	870	24	--	71	2.38	1.68
실시예 4	1530	570	29	28	10	4.59	1.87
비교 실시예 4	1770	520	27	24	10	4.53	1.90

표 3

[0073]

고주파 시험하에서 본 발명의 실시예 및 비교 실시예의 샘플들의 주요 전기적 성질들						
전기적 성질 시험 조건		누설 전류 K 값 μA/μFV	용량 (CV) μFV/g	손실 (tg δ) %	항복 전압 (VB) V	부피 수축 (SHV) %
5000Hz	실시예 1	2.2×10^{-4}	16407	98.8	175	7.1
	비교 실시예 1	3.8×10^{-4}	13947	97.3	170	11.9
20000Hz	실시예 1	3.3×10^{-4}	11110	200.4	175	7.1
	비교 실시예 1	5.9×10^{-4}	9060	191.2	170	11.9
8000Hz	실시예 2	1.5×10^{-4}	12236	90.5	210	14.8
	비교 실시예 2	2×10^{-4}	10127	88	210	17.6
25000Hz	실시예 2	2.3×10^{-4}	7784	174.4	210	14.8
	비교 실시예 2	3.2×10^{-4}	6337	157.2	214	17.6
5000Hz	실시예 3	4.0×10^{-4}	21483	85.2	205	16.9
	비교 실시예 3	4.5×10^{-4}	17757	90.3	205	20.7
15000Hz	실시예 3	5.8×10^{-4}	14054	196.0	205	16.9
	비교 실시예 3	6.0×10^{-4}	12972	200.9	205	20.7
5000Hz	실시예 4	1.5×10^{-4}	8158	71.0	269	14.1
	비교 실시예 4	1.8×10^{-4}	6154	72.4	266	17.7
30000Hz	실시예 4	1.9×10^{-4}	4967	418	269	14.1
	비교 실시예 4	2.0×10^{-4}	4419	430	266	17.7

[0074] 상기 표의 값들로부터, 실시예들 중 샘플들의 누설전류는 비교 실시예들의 경우에 비해 현저하게 감소됨을 안다. 예를 들어, 상기 누설전류는 적어도 10%까지 감소되고, 용량은 현저하게, 예를 들어 5% 이상 증가된다. 이는 고주파 특징을 갖는 탄탈륨 분말의 큰 장점이며, 또한 뜻밖이다.

[0075] 표 2 및 3의 데이터로부터, 상기 실시예들에 의해 수득된 탄탈륨 분말은 소결 전 및 후에 작은 밀도 비를 가지며, 소결에 의해 야기된 과잉의 수축이 억제되고, 따라서 상기 용량이 고주파 시험 조건하에서 높으며, 누설전류가 비교적 작은 반면; 비교 실시예들에 의해 수득된 탄탈륨 분말의 경우, 상기 분말은 질소 도핑후 고온 처리가 가해지지 않기 때문에, 소결에 의해 야기된 수축이 크고, 따라서 고주파 시험 조건하에서 용량이 비교적 낮으며, 누설전류는 비교적 크다.