



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103447544 A

(43) 申请公布日 2013. 12. 18

(21) 申请号 201310452632. 7

(22) 申请日 2013. 09. 24

(71) 申请人 泰克科技(苏州)有限公司
地址 215000 江苏省苏州市相城区澄阳路
20号

(72) 发明人 林耀民 陶维农 唐召盛

(74) 专利代理机构 北京华夏博通专利事务所
(普通合伙) 11264

代理人 刘俊

(51) Int. Cl.

B22F 9/16(2006. 01)

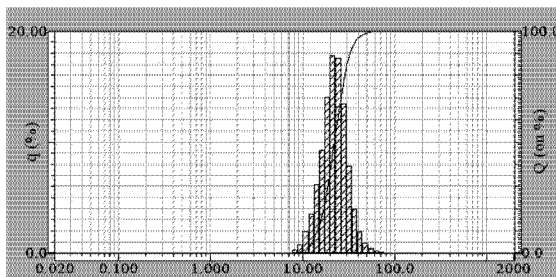
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,包括:将高纯钽锭氢化成钽碎屑,放入粉碎机中以敞开方式敲打粉碎,而后过筛,筛下的钽粉进行高频振荡分级,再对分级后的钽粉进行低温真空干燥,最后对钽粉进行脱氢;其中,至少在粉碎、分级过程中,与钽粉接触的器具均采用纯度在99.99%以上的钽制成。优选的,在分级过程中,采用选定液体作为介质。藉由本发明的工艺,钽粉在生产过程中,因全部采用高纯介质,很少带入新的杂质,不需后续的酸洗或其他提纯工艺,缩短了工艺流程,经济又环保,且钽粉低碳、低氧、低杂质,分级时液体介质直接与钽粉接触,防止了粗细钽粉的表面粘附,分级后的钽粉颗粒干净,粒径分布集中可控。



1. 一种粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其特征在于,包括:将高纯钽锭氢化成钽碎屑后,依次进行粉碎、分级,再将分级后的钽粉依次进行低温真空干燥和脱氢处理;

其中,至少在粉碎、分级过程中,与钽粉接触的器具均采用纯度在 99.99% 以上的钽制成。

2. 根据权利要求 1 所述的粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其特征在于,在粉碎过程中,采用敞开式的粉碎方式。

3. 根据权利要求 1 所述的粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其特征在于,在分级过程中,采用选定液体作为介质。

4. 根据权利要求 3 所述的粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其特征在于,所述选定液体包括乙醇。

5. 根据权利要求 3 或 4 所述的粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其特征在于,在分级过程中,采用用高频振荡分级工艺。

6. 根据权利要求 1 所述的粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其特征在于,包括:将高纯钽锭在氢化炉中加热到 700℃ 以上,用纯度在 99.999% 的氢气氢化成钽碎屑。

7. 一种粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其特征在于,包括:将高纯钽锭氢化成钽碎屑,放入粉碎机中以敞开方式敲打粉碎,而后过筛,筛下的钽粉进行高频振荡分级,再对分级后的钽粉进行低温真空干燥,最后对钽粉进行脱氢;

其中,至少在粉碎、分级过程中,与钽粉接触的器具均采用纯度在 99.99% 以上的钽制成。

8. 根据权利要求 7 所述的粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其特征在于,在分级过程中,采用选定液体作为介质,所述选定液体包括乙醇。

9. 根据权利要求 7 所述的粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其特征在于,在过筛过程中,采用的分析筛网格为 200-2000 目。

10. 根据权利要求 7 所述的粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其特征在于,低温真空干燥的温度在 150℃ 以下,而脱氢的工艺条件包括:将钽粉在氢化炉中加热到 800℃ 以上进行脱氢。

粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种钽粉的制备方法,具体涉及一种用高纯钽锭氢化破碎分级制取粒度分布集中可控的高纯钽粉的方法。

背景技术

[0002] 工业技术领域,随着半导体技术的发展,计算机芯片集成化程度越来越高,当芯片线宽进入 90 ~ 45nm 领域后,Cu 镀膜中的 Cu 会向 Si 片进行原子扩散,为改变此现象,芯片镀膜工艺采用 Ta 来作为防止 Cu 向 Si 扩散的阻挡层材料,是以溅射靶材由 Al/Ti 系向 Cu/Ta 系发展,钽溅射靶的需求也大量增加。钽溅射靶可由高纯钽锭机械加工成,也可用钽粉通过热压烧结制备。钽粉热压制取溅射靶不但可以降低机械加工难度,还能消除钽的固有织构带,在溅射中产生均匀度更高的薄膜。用于钽溅射靶的钽粉一般用高纯度钽锭氢化粉碎而制得。钽锭氢化粉也在钽的另一重要应用领域—钽电容制取中占有一席之地,特别是在中、高压钽电容制取中被大量使用。

[0003] 高纯度钽锭氢化制粉过程中,要进行球磨粉碎,这一过程中会带入 C、O 和其他金属杂质,需进行后续的酸侵和镁还原处理,以降低 C、O 和去除生产带入的金属杂质。制取的钽粉还需进行分级处理,一般采用多级分析筛技术或旋风分级技术。这两种分级技术均有其局限性,分级不彻底,获得的钽粉粒径分布不够集中。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,其在制取钽粉过程中不增加 C 和其他杂质含量,氧含量降低,且制取的钽粉颗粒干净、粒径分布集中可控,从而克服了现有技术中的不足。

[0005] 为实现上述发明目的,本发明采用了如下技术方案:

一种粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,包括:将高纯钽锭氢化成钽碎屑后,依次进行粉碎、分级,再将分级后的钽粉依次进行低温真空干燥和脱氢处理;

其中,至少在粉碎、分级过程中,与钽粉接触的器具均采用纯度在 99.99% 以上的钽制成。

[0006] 作为较为优选的实施方案之一,在粉碎过程中,采用敞开式的粉碎方式。

[0007] 作为较为优选的实施方案之一,在分级过程中,采用选定液体作为介质。

[0008] 进一步的,所述选定液体包括乙醇,且不限于此。

[0009] 作为较为优选的实施方案之一,在分级过程中,采用用高频振荡分级工艺。

[0010] 作为较为优选的实施方案之一,该制备方法可以包括:将高纯钽锭在氢化炉中加热到 700℃ 以上,用纯度在 99.999% 的氢气氢化成钽碎屑。

[0011] 一种粒度分布集中可控的高纯钽粉制备方法,包括:将高纯钽锭氢化成钽碎屑,放入粉碎机中以敞开方式敲打粉碎,而后过筛,筛下的钽粉进行高频振荡分级,再对分级后的钽粉进行低温真空干燥,最后对钽粉进行脱氢;

其中,至少在粉碎、分级过程中,与钽粉接触的器具均采用纯度在 99.99% 以上的钽制成。

[0012] 作为较为优选的实施方案之一,在分级过程中,采用选定液体作为介质,所述选定液体包括乙醇。

[0013] 作为较为优选的实施方案之一,在过筛过程中,采用的分析筛网格为 200-2000 目。

[0014] 作为较为优选的实施方案之一,低温真空干燥的温度在 150℃ 以下。

[0015] 作为较为优选的实施方案之一,脱氢的工艺条件包括:将钽粉在氢化炉中加热到 800℃ 以上进行脱氢。

[0016] 与现有技术相比,本发明至少具有如下有益效果:

1、钽粉在敲打粉碎和分级过程中与粉末接触的器具均采用纯度在 99.99% 以上的钽制成,可以尽量减少或避免带入新的杂质,不需后续的酸洗或其他提纯工艺,缩短了工艺流程,经济又环保,且钽粉低碳、低氧、低杂质;

2、区别于传统的球磨粉碎,采用敞开式的粉碎方式,避免氢气对钽介质的影响;

3、分级过程采用高频振荡技术,并以液体作为介质,介质直接与钽粉接触,防止了粗细钽粉的表面粘附,分级后的钽粉颗粒干净,粒径分布集中可控。

附图说明

[0017] 图 1 是本发明一较佳实施例所获粒度可控的高纯钽粉的粒径分布图;

图 2 是本发明一较佳实施例所获粒度可控的高纯钽粉的扫描电镜照片。

具体实施方式

[0018] 以下结合附图及一较佳实施例对本发明的技术方案作进一步的说明。

[0019] 实施例 1 将高纯钽锭在氢化炉中加热到 700℃,用纯度在 99.999% 的氢气氢化成钽碎屑。再把 1.6 公斤的钽碎屑装入粉碎机钽坩埚中进行敲打粉碎,粉碎时间 2 分钟。粉碎过的钽粉振动过筛,分析筛网格为 325 目,将 0.8 公斤筛下钽粉装入钽杯中,注入 600ml 无水酒精,进行高频振荡分级,分级重复多次,分级后钽粉进行低温真空干燥,干燥温度 150℃,最后钽粉在氢化炉中加热到 800℃ 进行脱氢,脱氢后钽粉的化学组分分析如表 1,粒径分布如图 1,扫描电镜如图 2。

[0020] 藉由本发明的工艺,钽粉在生产过程中,因全部采用高纯介质,很少带入新的杂质,不需后续的酸洗或其他提纯工艺,缩短了工艺流程,经济又环保,且钽粉低碳、低氧、低杂质,分级时,液体介质直接与钽粉接触,防止了粗细钽粉的表面粘附,分级后的钽粉颗粒干净,粒径分布集中可控。

[0021] 需要说明的是,以上所述者仅为用以解释本发明之较佳实施例,并非企图据以对本发明作任何形式上之限制,是以,凡有在相同之发明精神下所作有关本发明之任何修饰或变更,皆仍应包括在本发明意图保护之范畴。

[0022] 表 1 实施例 1 所获脱氢后钽粉的化学组分分析

项目	结果(μg/g)	项目	结果(μg/g)
C	26	Mo	0.8
O	620	Mn	0.4

N	20	Nb	1.6
H	10	Co	0.1
Li	<0.008	Ti	0.6
Pb	<0.03	Ni	0.8
Na	0.7	Zr	0.6
Cu	0.1	Fe	1.6
K	<0.3	Hf	0.02
Zn	0.3	Cr	0.8
Mg	0.1	V	<0.009
Cd	<0.03	Si	2.0
Ca	<0.1	Sn	<0.05
W	1.6	U	<0.005
Al	0.3	Th	<0.005

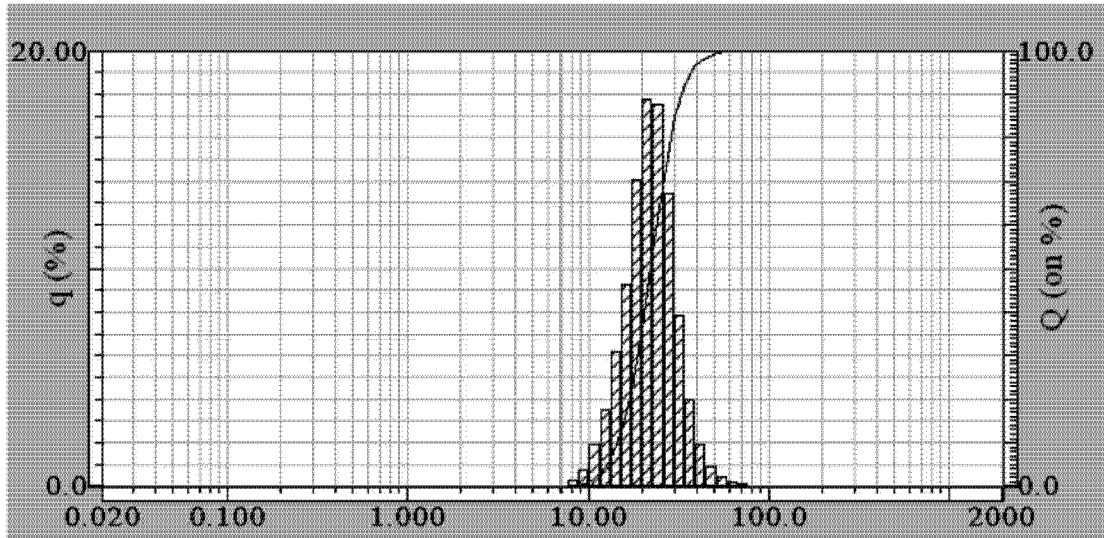


图 1

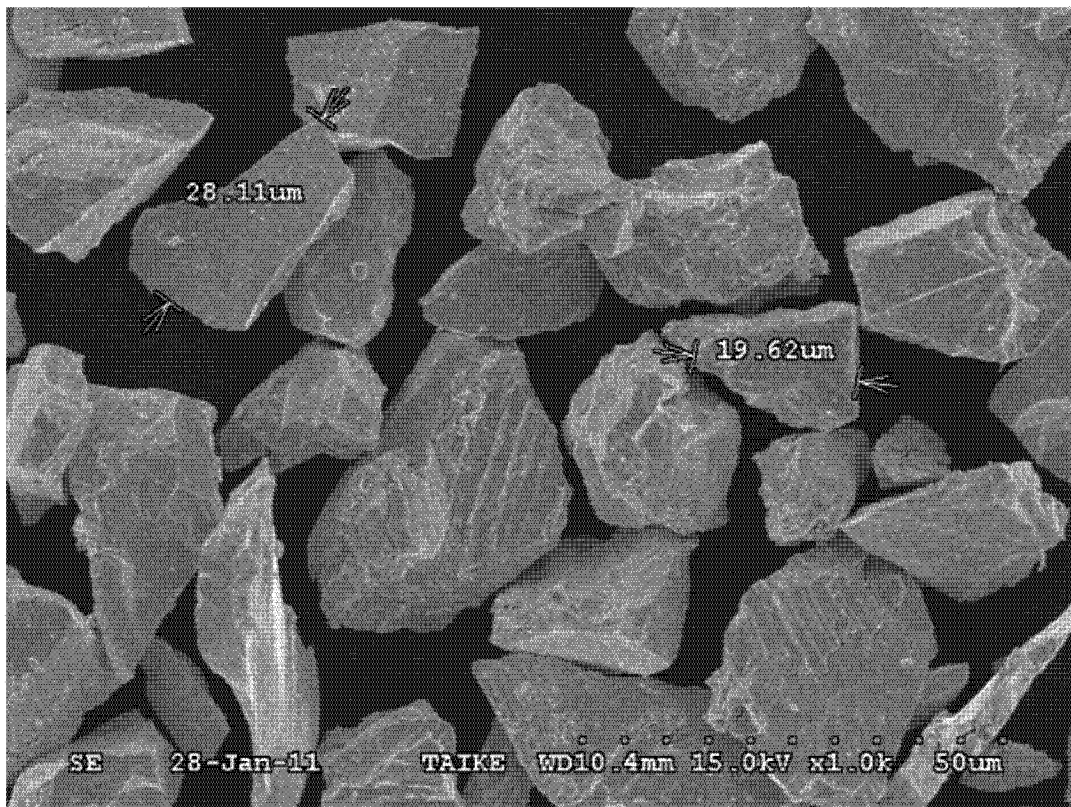


图 2