

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

305 376

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

B22F 1/00 (2006.01)
C23C 8/24 (2006.01)
C23C 8/80 (2006.01)
C22C 27/02 (2006.01)
H01G 9/04 (2006.01)
H01G 9/052 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2002-2943**
(22) Přihlášeno: **28.02.2001**
(30) Právo přednosti: **01.03.2000 US 2000 185979**
(40) Zveřejněno: **13.08.2003**
(Věstník č. 8/2003)
(47) Uděleno: **15.07.2015**
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **26.08.2015**
(Věstník č. 34/2015)
(86) PCT číslo: **PCT/US2001/006449**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 2001/064374**

(56) Relevantní dokumenty:

WO 9957739 A1; US 3427132 A; US 4423004 A; EP 0634762 A1; CS 164421 B.

(73) Majitel patentu:
CABOT CORPORATION, Boston, 02210-2019,
MA, US

(72) Původce:
Bhamidipaty K. D. P. Rao, Wyomissing, 19610,
PA, US
Shi Yuan, King of Prussia, 19406, PA, US

(74) Zástupce:
Dr. Karel Čermák, advokát, Národní třída 32,
110 00 Praha 1

(54) Název vynálezu:

**Nitridovaný práškový kov s nízkým
elektrochemickým potenciálem, způsob jeho
výroby a anoda kondenzátoru s jeho
obsahem**

(57) Anotace:

Vynález se týká nitridovaného práškového kovu, zejména tantalu s nízkým elektrochemickým potenciálem majícím obsah dusíku 1500 až 4000 ppm, tekutost 70 až 300 mg/s a hustotu podle Scotta 1,53 až 2,44 g/cm³. Dále sintrovaného nitridovaného kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem, zejména tantalu nebo niobu, který má obsah dusíku 1500 až 4000 ppm, přičemž veškerý sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem má rovnoměrnou distribuci dusíku s odlišnostmi nejvýše 1500 ppm. Způsob výroby nitridovaného kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem zahrnuje nitridaci práškového kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem při dostatečné teplotě a tlaku buď před sintrovací fází tepelného zpracování, nebo po sintrovací fází tepelného zpracování, ale před krokem dezoxidace, přičemž nitridace začíná při průměrné teplotě kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem 200 až 350 °C. Vynález se dále týká anody kondenzátoru obsahující tento kov.

CZ 305376 B6

Nitridovaný práškový kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, způsob jeho výroby a anoda kondenzátoru s jeho obsahem

5 Oblast techniky

Předložený vynález se týká kovů s nízkým elektrochemickým potenciálem („valve metals“), způsobu jejich výroby v přijatelné kvalitě pro použití v takových aplikacích jako jsou kondenzátory a podobně. Dále se týká anod kondenzátoru s jejich obsahem.

10

Dosavadní stav techniky

V průmyslu existuje trvalý požadavek na zlepšení vlastností kovů s nízkým elektrochemickým potenciálem, například tantalu, zejména pokud jde o kapacitanci a DC svod, dosažené po zformování anod kondenzátoru z kovů s nízkým elektrochemickým potenciálem. Možnosti zlepšování různých vlastností kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem zahrnují modifikace různých kroků při způsobech jejich výroby, včetně čištění.

Obecné způsoby pro přípravu kovů s nízkým elektrochemickým potenciálem jsou odborníky známy. Například tantal se získává z rudy a následně drtí na prášek. Tantal se pak separuje z drčené rudy pomocí roztoku kyseliny a hustotní separací kyselého roztoku kyseliny obsahujícího tantal od kyselého roztoku obsahujícího niob a dalších nečistot. Z kyselého roztoku obsahujícího tantal se pak nechá krystalizovat sůl a tato sůl obsahující tantal pak reaguje s čistým sodíkem pro redukci soli obsahující tantal na tantal, za vzniku solí jiných prvků než tantal. Pomocí praní vodou se provádí odstranění solí a získávání tantalu, který se následně podrobuje jednomu nebo více krokům kyselého loužení pro odstranění chemických nečistot. Tantal se pak suší za vzniku takzvané základní partie prášku. Tato základní partie se typicky podrobuje tepelné úpravě nebo tepelné aglomeraci a pak se pasivuje pro získání koláče z prášku, který se následně mele na prášek. Pak se provádí krok dezoxidace za použití getru kyslíku, jako například hořčíku. Po kroku dezoxidace se tantalový prášek zpravidla podrobuje kyselému praní a suší se. Prášek se pak lisuje do pelet a sintruje se pro následné zpracování u výrobce kondenzátorů.

Předmětem zájmu v oboru je nitridace kovů s nízkým elektrochemickým potenciálem, jako například tantalu, neboť se předpokládá, že takováto nitridace může snížit DC svod anod kondenzátorů zformovaných z takovéhoho nitridovaného tantalu. Běžné techniky nitridace primárně zahrnují použití sloučenin obsahujících dusík nebo dusíkového plynu během dezoxidačního stupně. Tento způsob má několik nevýhod, včetně nedostatečně stejnosměrného rozdělení dusíku v kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem.

40

V souladu s tím vyvstává požadavek zlepšit způsoby nitridace kovů s nízkým elektrochemickým potenciálem, jakož i požadavek zlepšení výsledného produktu.

45 Podstata vynálezu

Cílem vynálezu je poskytnout způsoby nitridace kovů s nízkým elektrochemickým potenciálem, jako například tantalu.

50 Dalším cílem vynálezu je poskytnout způsob, který poskytuje stejnoměrnější rozdělení dusíku v kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem.

Dalším cílem vynálezu je poskytnout nitridované kovy s nízkým elektrochemickým potenciálem, jako například tantal.

55

Ještě dalším cílem vynálezu je poskytnout nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, jako například tantal, mající schopnost poskytnout vysokou kapacitanci, zároveň s vynikající tekutostí a/nebo hustotou podle Scotta.

- 5 Prvním aspektem předmětu vynálezu v základním provedení i) je nitridovaný práškový kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, kterým je tantal, přičemž tento kov má obsah dusíku 1500 až 4000 ppm, tekutost 70 až 300 mg/s a hustotu podle Scotta 1,53 až 2,44 g/cm³.

Přednostní provedení prvního aspektu předmětu vynálezu zahrnují zejména

- 10 ii) nitridovaný práškový tantal podle provedení i), který obsahuje póry o velikosti alespoň 2 μm;
- iii) nitridovaný práškový tantal podle provedení i), který má hustotu podle Scotta i) 1,59 až i) 1,95 g/cm³;
- 15 iv) nitridovaný práškový tantal podle provedení i), který má obsah dusíku 2000 až 3000 ppm;
- v) nitridovaný práškový tantal podle provedení i), který má povrchovou plochu BET 1 až 3 m²/g;
- 20 vi) nitridovaný práškový tantal podle provedení i), který má povrchovou plochu BET 0,5 až 3 m²/g;
- vii) nitridovaný práškový tantal podle provedení i), který dále obsahuje fosfor a/nebo kyslík;
- 25 viii) nitridovaný práškový tantal podle provedení i), který dále obsahuje 50 až 150 ppm, fosforu a/nebo 1500 až 3500 ppm kyslíku; a
- ix) nitridovaný práškový tantal podle provedení i), který má dále povrchovou plochu BET 0,5 až 10 m²/g.

- 30 Druhým aspektem předmětu vynálezu v základním provedení x) je sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, který má obsah dusíku 1500 až 4000 ppm, přičemž veškerý sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem má rovnoměrnou distribuci dusíku s odlišnostmi nejvýše 1500 ppm.

35 Přednostní provedení druhého aspektu předmětu vynálezu zahrnují zejména

- 40 xi) sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle provedení x), kde kovem s nízkým elektrochemickým potenciálem je tantal;
- xii) sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle provedení x), kde kovem s nízkým elektrochemickým potenciálem je niob;
- 45 xiii) sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle provedení x), který obsahuje póry o velikosti alespoň 2 μm;
- xiv) sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle provedení xi), který obsahuje póry o velikosti alespoň 2 μm;
- 50 xv) sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle provedení xii), který obsahuje póry o velikosti alespoň 2 μm; a
- xvi) sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle provedení x), který má povrchovou plochu BET 0,5 až 10 m²/g.

55

5 Třetím aspektem předmětu vynálezu v základním provedení xvii) je způsob výroby nitridovaného kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem, který zahrnuje nitridaci práškového kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem při dostatečné teplotě a tlaku buď před sintrovací fází tepelného zpracování, nebo po sintrovací fázi tepelného zpracování, ale před krokem dezoxidace, přičemž nitridace začíná při průměrné teplotě kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem 200 až 350 °C.

Přednostní provedení třetího aspektu předmětu vynálezu zahrnují zejména

10 xviii) způsob podle provedení xvii), kde nitridace se provádí plynným dusíkem;

xix) způsob podle provedení xvii), kde nitridace se provádí pomocí alespoň jedné sloučeniny uvolňující dusík;

15 xx) způsob podle provedení xvii), kde výsledkem nitridace je kov s nízkým elektrochemickým potenciálem mající obsah dusíku 1500 až 4000 ppm;

20 xxi) způsob podle provedení xvii), kde tepelné zpracování zahrnuje zahřívání kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem na teplotu 1250 až 1500 °C po dobu 10 minut až 2 hodin, přičemž kovem s nízkým elektrochemickým potenciálem je tantal;

xxii) způsob podle provedení xx) nebo xxi), kde výsledný produkt se drtí nebo mele;

25 xxiii) způsob podle provedení xvii), kde nitridace se provádí při teplotě 250 až 600 °C;

xxiv) způsob podle provedení xvii) kde z kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem se před nitridací odplyněním odstraní vodík;

30 xxv) způsob podle provedení xvii), kde nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem se po nitridaci podrobuje alespoň jednomu kroku pasivace, alespoň jednomu kroku dezoxidace a alespoň jednomu kroku sintrování;

xxvi) způsob podle provedení xvii), kde kovem s nízkým elektrochemickým potenciálem je tantal;

35 xxvii) způsob podle provedení xvii), kde kovem s nízkým elektrochemickým potenciálem je niob; a

40 xxviii) způsob podle provedení xvii), kde průměrná teplota kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem se zvyšuje rychlostí nižší než 10 °C za minutu až do dokončení nitridace.

Čtvrtým aspektem předmětu vynálezu (provedení vynálezu xxix)) je anoda kondenzátoru, která obsahuje tantal podle provedení xi).

45 Pátým aspektem předmětu vynálezu (provedení vynálezu xxx)) je anoda kondenzátoru, která obsahuje niob podle provedení xii).

50 Konečně šestým aspektem předmětu vynálezu (provedení vynálezu xxxi)) je anoda kondenzátoru, která obsahuje nitridovaný práškový tantal podle provedení i), jehož kapacitance po zformování do anody kondenzátoru při napětí 30 voltů je 40 000 až 80 000 CV/g.

55 Další charakteristické znaky a výhody vynálezu jsou uvedeny v následujícím popisu, nebo jsou zřejmé z následujícího popisu, nebo mohou být seznány na základě zkušenosti s prováděním vynálezu. Cíle a výhody vynálezu mohou být realizovány a dosaženy pomocí znaků a jejich kombinací uvedených v popisu a v patentových nárocích.

Objasnění výkresů

5 Připojené výkresy, které tvoří část této přihlášky, ilustrují několik provedení vynálezu, a spolu s popisem slouží k objasnění principů vynálezu.

Obr. 1 a 2 jsou grafy znázorňující teplotní a tlakové podmínky v průběhu tepelného zpracování, v němž byl tantalový prášek nitridován.

10 Obr. 3 a 4 jsou grafy znázorňující velikost průměru pórů nitridovaného tantalu proti logaritmu diferenciální intruze (ml/g) a velikost průměru pórů nitridovaného tantalu proti kumulativnímu objemu pórů (ml/g).

15 Kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, jak je chápán v kontextu tohoto vynálezu, zahrnuje tantal nebo niob, avšak není na tyto kovy omezen. Přednostně se jedná o tantal nebo niob, výhodněji tantal.

20 Kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, který se nitriduje, může být v jakékoliv formě, s výhodou ve formě prášku. Prášek může mít jakýkoliv tvar, například vločkový, jehličkový nebo kombinaci těchto tvarů nebo podobně. Dále, prášek může mít jakýkoliv měrný povrch a velikost částic a/nebo velikost aglomerátů. Například, prášek může mít měrný povrch BET asi 0,5 až asi 10 m²/g, s výhodou asi 1 až asi 3 m²/g.

25 Dále, když je prášek, jako například tantal, zformován do anody kondenzátoru, kondenzátor má s výhodou kapacitanci asi 20 000 až asi 80 000 CV/g, s výhodou asi 26 000 až asi 64 000 CV/g, je-li zformován při napětí 30 voltů a slisován na hustotu 5,5 g/cm³.

30 Práškový kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, zejména tantal, má s výhodou tekutost asi 70 až asi 300 mg/s, výhodněji asi 80 až asi 200 mg/s, stanovenou pomocí testu tekutosti popsaného například ve WO 99/61184, jejíž obsah se odkazem zahrnuje. Práškový kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, zejména tantal, má, dále nebo alternativně, s výhodou hustotu podle Scotta asi 1,50 až 2,40 g/cm³, výhodněji asi 1,58 až asi 1,92 g/cm³.

35 Množství dusíku přítomného v práškovém kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem může být jakékoliv v množství vhodné pro jeho aplikaci jako anod kondenzátorů. S výhodou je obsah dusíku asi 1500 ppm až asi 9000 ppm. Bylo zjištěno, že množství obecně větší než asi 4000 ppm nevede již k dalšímu zlepšení vlastností ve srovnání s nižším obsahem dusíku. Obdobně, množství nižší než asi 1500 ppm dusíku obecně nedosahuje zlepšení požadovaného od tohoto dopování dusíkem. V souladu s tím, výhodné je rozmezí od asi 1500 do asi 4000 ppm, ještě výhodnější je rozmezí 2000 až asi 3000 ppm dusíku.

45 Kov s nízkým elektrochemickým potenciálem může také obsahovat fosfor, například asi 50 až asi 100 ppm. Kov s nízkým elektrochemickým potenciálem může obsahovat také kyslík, například asi 1500 až asi 3500 ppm.

Kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, s výhodou tantal, má alespoň část pórů s velikostí pórů 2 mikrometry nebo větší, což vede k výhodným vlastnostem vytvořené a impregnované anody kondenzátoru, neboť takováto velikost pórů umožňuje stejnoměrnější a úplnější impregnaci protielektrodovou kapalinou.

50 Jak bylo výše uvedeno, proces nitridace kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem s výhodou vychází ze základní partie práškového kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem. V následující diskusi se používá jako například tantal, avšak je třeba si uvědomit, že je možno použít jakékoliv kovy s nízkým elektrochemickým potenciálem a že podmínky procesu, například teplo-

ta a doba tepelného zpracování, mohou být různé v závislosti na typu použitého kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem.

Při způsobu podle vynálezu, základní partie prášku může být získána jakýmkoliv způsobem odborníkovi známým. Tyto obecné postupy, jak bylo diskutováno výše v odstavci týkajícím se dosavadního stavu techniky, typicky zahrnují získávání rudy, drcení rudy, extrakci rozpouštědlem pro získání tantalu ve formě soli a redukci tantalové soli sodíkem na tantal za vzniku solí jiných prvků než tantal. Tyto jiné soli se zpravidla odstraňují praním vodou, a pak se může provádět kyselé loužení pro odstranění chemických nečistot. Tantal se pak suší za vzniku základní partie prášku. Tyto kroky mohou být různě modifikovány nebo mohou být použity alternativní kroky pro získání materiálu, odborníkovi známého jako základní partie prášku.

Jakmile je získána základní partie prášku, je výhodné (volitelně) pro účely vynálezu provádět, před tepelným zpracováním, další zpracování tantalového prášku nebo jiného kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem. Jedním výhodným krokem zpracování před tepelným zpracováním je mokrá aglomerace, jak je popsána v patentové přihlášce WO 99/61184, zveřejněné dne 2.12.1999, jejíž obsah se odkazem zahrnuje. Tantalový prášek ve formě prášku nebo koláče z prášku, po předcházející mokré aglomeraci nebo aglomeraci jiným postupem, pak může být podroben tepelnému zpracování, při kterém nastává nitridace tantalového prášku.

Pro účely vynálezu se rozumí, že tepelné zpracování a tepelná aglomerace představuje týž krok zpracování, který zahrnuje podrobení tantalového prášku nebo jiného kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem zvýšené teplotě, zpravidla v peci a obecně ve vakuu.

Jestliže je v tantalovém prášku přítomno významné množství vodíku, například více než asi 200 nebo 300 ppm vodíku, s výhodou se při kroku tepelného zpracování tantalového prášku provádí krok odplynění pro odstranění přítomného vodíku. V kroku odplynění se z tantalového prášku zpravidla odstraní tolik vodíku, že po kroku odplynění je množství vodíku přítomného v tantalovém prášku menší než 50 ppm, s výhodou menší než 40 ppm plynného vodíku.

Po odplynění tantalového prášku (bylo-li jej třeba), je možno provádět tepelné zpracování nebo tepelnou aglomeraci tantalového prášku. Pokud jde o tantal, sintrovací fáze tepelného zpracování zpravidla probíhá při teplotě asi 1100 °C až asi 1500 °C, což je přibližná průměrná teplota dosažená na povrchu prášku v peci. Obecně, tepelné zpracování v tomto rozmezí teplot se provádí po dobu asi 10 minut až asi 2 hodin, ačkoliv v závislosti na požadovaných vlastnostech mohou být použity i jiné doby. Pro účely předloženého vynálezu, tepelné zpracování zahrnuje dobu nezbytnou pro dosažení sintrovací fáze, která obecně způsobuje určitou ztrátu měrného povrchu prášku. Dále, tepelné zpracování se zpravidla provádí ve vakuu, s výhodou při asi 1,33 Pa nebo méně. Nitridace tantalového prášku se provádí v průběhu tepelného zpracování a před krokem dezoxidace.

Nitridace tantalového prášku nebo jiného kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem se s výhodou provádí při teplotě asi 600 °C nebo nižší, výhodněji asi 250 až 600 °C, ještě výhodněji asi 300 až asi 400 °C. Protože nitridace s výhodou probíhá při teplotách ne vyšších než 600 °C, je výhodné provádět nitridaci, když jsou tyto teploty dosažitelné, to znamená, bezprostředně před sintrovací fází tepelného zpracování, které probíhá při teplotě 1250 až 1500 °C, nebo po proběhnutí této fáze vysoké teploty. Podle předloženého vynálezu nitridace práškového kovu s výhodou nastává, jakmile teplota práškového kovu dosáhne určité stability a nekolísá příliš (tzn. nekolísá více než o 50 °C nebo podobně). Nitridace s výhodou začíná při teplotě asi 200 až 300 °C, aby bylo zamezeno adsorpci dusíku na některém místě prášku, načež se teplota zvedá o přibližně 1 až 10 °C za minutu. Rovnoměrný nárůst teploty zajišťuje, že adsorpce dusíku je rovnoměrná v celém množství prášku, a dále zajišťuje, že po dobu dostatečnou pro umožnění adsorpce je dosažena v podstatě stejná teplota, která může být velmi různá v závislosti na prášku a měrném povrchu.

Nitridace tantalového prášku se může provádět za použití nitridačního činidla, například plynného dusíku nebo plynu obsahujícího dusík nebo sloučeniny obsahující nebo vyvíjející dusík (např. TaN). S výhodou se při tomto způsobu používá plynný dusík. Obecně, jakmile je tantalový prášek ve výhodném rozmezí teplot asi 250 až asi 600 °C, začíná proces nitridace. Podle výhodného provedení se plynný dusík přivádí do pece pod vakuem a množství přiváděného plynného dusíku závisí na množství dusíku požadovaném ve výsledném nitridovaném prášku a na množství základní partie prášku nacházející se v peci. Z příkladů je zřejmé, že pro dosažení různých obsahů dusíku v prášku byla připravena různá množství dusíku. Z hlediska předloženého vynálezu, odborník v oboru může snadno stanovit množství dusíku, které je třeba přivádět do pece pro požadované množství dusíku ve finálním práškovém kovu.

Je výhodné, jestliže přivádění plynného dusíku nebo jakákoliv jiná technologie se neprovádí při teplotách vyšších než 600 °C, protože slučování dusíku s tantalem je exotermická reakce, která vyvíjí teplo a vede k autokatalytickému procesu, který může být nekontrolovatelný. Tato reakce vede k nestejnoměrné distribuci dusíku v základní partii prášku.

Obecně se v průběhu procesu nitridace dusík přivádí do pece a je bezprostředně adsorbován v základní partii prášku nacházejícího se v peci. Jakmile je plynný dusík adsorbován, nebo před tímto krokem, základní partie prášku se podrobuje fázi tepelného zpracování při vyšší teplotě nebo sintrovací fázi tepelného zpracování popsaného výše. Po provedení tepelného zpracování při vysoké teplotě a požadované nitridaci základní partie prášku se teplota s výhodou podstatně sníží pro pasivaci prášku. Obecně je prášek ve formě koláče z prášku, který se následně podrobuje mletí. Prášek pak může být podroben dezoxidačnímu procesu. Mohou být použity jakékoliv konvenční dezoxidační procesy, například s hořčíkem nebo jiným getrem kyslíku. Po ukončení kroku dezoxidace a následného kyselého loužení může být prášek dále zpracováván obvyklým způsobem, například lisováním do pelet a sintrováním při požadované teplotě, která závisí na požadované kapacitanci a typu sintrovaného kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem. Sintrované pelety potom mohou být použity jako anody kondenzátorů za použití obvyklých technik známých v průmyslu, například popsaných v patentech US 4 805 074, US 5 412 533, US 5 211 74i), US 5 245 514 a EP-AI 0 634 762, jejichž obsah se odkazem začleňuje.

Nitridace kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem v průběhu kroku tepelného zpracování je výhodná v porovnání s jinými nitridačními postupy, které typicky probíhají v průběhu kroku dezoxidace. Nitridace kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem v průběhu kroku tepelného zpracování poskytuje stejnoměrnější rozdělení dusíku v celém množství práškového kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem. Jednou příčinou toho může být skutečnost, že nitridace nastává v dřívějším stupni zpracování kovu, a potom probíhají další kroky, které zahrnují podrobení kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem vysokým teplotám. Tyto přídavné kroky napomáhají stejnoměrnému rozdělení dusíku. Čím dříve nastává nitridace, tím stejnoměrnějšího rozdělení dusíku v kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem může být dosaženo. Dosažené stejnoměrné rozdělení dusíku je zřejmé z příkladů.

Jistě je možné, a také je v rozsahu vynálezu, provádění více než jednoho kroku nitridace pro dosažení požadovaného obsahu dusíku ve finálním produktu.

Příklady uskutečnění vynálezu

Předložený vynález bude dále objasněn za pomoci následujících příkladů, jimiž se však rozsah vynálezu neomezuje.

Příklad 1

Bylo použito 42,7 kg základní partie práškového tantalu majícího vlastnosti uvedené v tabulce 1. Základní partie práškového tantalu byla uvedena do pece a vystavena vakuu. Odplynění vodíku bylo provedeno zvýšením teploty základní partie prášku na asi 745 °C po dobu 1 hodiny, přičemž v průběhu této doby byl uvolňovaný vodík, zvyšující tlak, odtahován pomocí vakua. Poté, stále za vakua, byla teplota základní partie prášku dále zvýšena na asi 1146 °C po dobu 60 minut, a pak byla teplota základní partie prášku zvýšena na asi 1458 °C po dobu 30 minut, a pak byla teplota snížena na asi 350 °C. Když byla pec ochlazena na asi 100 °C, byl na pomoc procesu chlazení přiváděn argon. Po dosažení nízké teploty byl argon odtáhnut pomocí vakua a byl přivezen dusík, přičemž argon byl nahrazen dusíkem při tlaku asi 10,6 kPa. V průběhu přidávání dusíku byla teplota základní partie prášku zvýšena na asi 500 °C rychlostí 1 °C za minutu a tlak plynného dusíku poklesl na asi 133,3 Pa nebo méně, protože dusík byl adsorbován tantalem. Jakmile byl dusík adsorbován, pec byla naplněna argonem a prášek byl ponechán zchladnout. Tento postup znázorňuje obr. 1.

Měřením bylo zjištěno, že základní partie prášku měla obsah dusíku asi 1500 ppm. Obr. 1 znázorňuje změny teploty a tlaku, jakož i okamžik zavedení dusíku v průběhu tepelného zpracování.

Příklad 2

Základní partie práškového tantalu (32,7 kg tantalu, z toho 16,3 kg tantalu bylo dopováno 50 ppm P) obdobného prášku použitému v příkladu 1 bylo podrobeno tepelnému zpracování jako v příkladu 1, přičemž základní partie prášku byla podrobena odplynění vodíku zvýšením teploty základní partie prášku na asi 750 °C po dobu 1 hodiny a 15 minut. V průběhu této doby uvolňovaný vodík byl odtahován pomocí vakua. Když úroveň vakua dosáhla 10 mikrometrů nebo méně, byla teplota základní partie prášku snížena na asi 350 °C, přičemž do pece byl zaveden plynný dusík o tlaku asi 10,64 kPa. Obdobně jako v příkladu 1, dusík byl v podstatě úplně adsorbován tantalovým práškem, přičemž během této doby se zvýšila teplota o asi 60 °C. Po ukončení nitridace byla komora pece evakuována na 10 mikrometrů nebo méně a poté byla teplota základní partie prášku zvýšena na asi 1186 °C na dobu asi jedné a půl hodiny, a potom dále zvýšena na více než asi 1350 °C na dobu 30 minut (sintrovací fáze tepelného zpracování), načež byla základní partie práškového tantalu ponechána zchladnout pro další zpracování. Tento postup znázorňuje obr. 2.

Příklad 3

Prášky z příkladů 1 a 2 byly zpracovány následovně:

Tepelně zpracovaný materiál, který byl ve formě koláčů, byl rozdrcen a přetříděn na síť 70 mesh (otvory 0,21 mm, standardní sada US sítí). Prášek pod 70 mesh byl smísen s hořčíkem. Obsah hořčíku byl 0,75 % hmotn. Práškový tantal smíchaný s hořčíkem byl dezoxidován reakcí při 850 °C. Krok dezoxidace byl prováděn pro snížení obsahu kyslíku v práškovém tantalu na rozumnou úroveň. Dezoxidovaný práškový tantal pak byl zpracován kyselinou dusičnou, kyselinou fluorovodíkovou a deionizovanou vodou pro odstranění zbylého hořčíku a oxidu hořečnatého vytvořeného při procesu dezoxidace. Prášek zpracovaný kyselinou byl dále proplachován deionizovanou vodou do dosažení vodivosti deionizované vody menší než 10 mikrohm/cm. Propláchnutý tantalový prášek byl sušen za použití vakuové sušárny. Byl odebrán reprezentativní vzorek vysušeného prášku a byl analyzován na fyzikální, chemické a elektrické vlastnosti. Výsledky jsou uvedeny v tabulkách 1, 2 a 3. Elektrické vlastnosti byly vyhodnoceny za použití následujícího postupu:

(1) Výroba anod

- (a) N=16 anod ze vzorku
- (b) průměr 3,137 mm
- 5 délka 2,593 mm
- hmotn. prášku 100 mg
- hustota 5,0 g/cm³

(2) Sintrovací anod (NRC pec)

- 10 (a) 1 aglomerát
- 1430 °C * 30' (zvyšování 10 °C za minutu)

(3) Vyhodnocení 100 V ef

- 15 (a) anodizace
 - (1) formování
 - N= 8 anod (jedna konstrukce) na vzorek
 - (1) konstrukce/vzorek+standarty
 - 20 (2) elektrolyt (1% H₃PO₄ @ 90 °C 3,08 mS
 - (3) konstantní proudová hustota 75 mA/g
 - (4) konečné napětí 100,0 VDC ±0,03
 - (5) doba konečného napětí 180 min ±5 min
 - (6) 25 °C napouštění 30 min
 - 25 (7) 100 °C sušárna po dobu 30 min
- (b) DC svod
 - (1) náboj E=70,0±0,2
 - 30 (2) doba nabíjení 30 s a 120 s
 - (3) testovací elektrolyt 10% H₃PO₄ @ 21 °C
- (c) Kapacitance/DF
 - 35 (1) testovací elektrolyt 18 % H₃PO₄ @ 21 °C
 - (2) předpětí 2,5 VDC
 - (3) frekvence 120 Hz
 - (4) sériová kapacitance
 - (5) GenRad#165
 - 40

Příklad 4

- 45 Vzorek byl připraven za použití základní partie práškového tantalu popsaného v tabulce 9. Vzorek byl připraven napuštěním 27,2 kg tantalu 34 % deionizované vody obsahující dopovací sloučeninu pro zavedení 100 ppm fosforu. Fosfor byl napouštěn 16 hodin. Napuštěný prášek byl převeden na plechy z nerezové oceli povlečené teflonem a byla přidána další 3 % deionizované vody. Vlhký prášek byl vibrován po dobu osmi až deseti minut na vibrovacím stole. Po vibrování

byly plechy ponechány ležet alespoň šedesát minut pro oddělení veškeré vody. Oddělená voda byla dekantována. Poté byly sušicí plechy převedeny do vakuové sušárny. Byla použita vakuová sušárna od firmy STOKES VACUUM Inc., model 338J. Materiál na podložkách z nerezové oceli byl sušen přibližně 14 hodin při teplotě asi 90,6 °C a tlaku 6,65 kPa. Vysušený práškový tantal byl převeden na tantalové podložky pro tepelné zpracování. Tepelné zpracování bylo prováděno při teplotě přibližně 1309 °C po dobu asi 30 minut. Koláče byly převedeny do dávkovací nádoby pro mletí a byly mlety a tříděny za použití síta 70 mesh (otvory 0,21 mm, standardní sada US sít). Frakce materiálu pod 70 mesh byla dezoxidována za použití 2 % hořčíku při 850 °C a podrobena kyselému loužení pomocí kyseliny dusičné peroxidu vodíku a deionizované vody. Prášek byl dále proplachován deionizovanou vodou do snížení vodivosti na méně než 5 mikrohm/cm. Vzorky byly znovu dezoxidovány pro snížení obsahu kyslíku za použití 2 % hořčíku při 850 °C podrobena kyselému loužení, proplachovány a sušeny, jak je popsáno výše. Finální produkt byl analyzován a data jsou uvedena v tabulce 4 a 9.

Elektrické vlastnosti byly vyhodnoceny za použití následujícího postupu:

(1) Výroba anod

(a) Habererův lis

- (1) N=16 anod ze vzorku
- (2) nelubrikovaný prášek
- (3) velikost–průměr 3,924 mm, délka 3,111 mm
- (4) hustota 5,0 g/cm³
- (5) hmotnost prášku 188 mg

(2) Sintrování anod

(a) NRC pec

1335 °C * 10 (zvyšování „A“)

(3) Vyhodnocení 30 V ef

(a) anodizace

- (1) N= 8 anod (jedna konstrukce) na vzorek
- (2) elektrolyt; testovací elektrolyt E251 (0,06 H₃PO₃ @ 83 °C 3,08 mS)
- (3) konstantní proudová hustota: E251 testovací proud (337,5 mA/g)
- (4) konečné napětí 30,0 VDC ±0,03
- (5) doba konečného napětí 300 min ±5 min
- (6) napouštění 25 °C 30 min
- (7) 100 °C sušárna po dobu 30 min

(b) DC svod

- (1) náboj E=21,0±0,2
- (2) doba nabíjení 30 s a 120 s
- (3) testovací elektrolyt 10% H₃PO₄ @ 21 °C

(c) Kapacitance/DF

- (1) testovací elektrolyt 18 % H_3PO_4 @ 21 °C
 - 5 (2) předpětí 2,5 VDC
 - (3) frekvence 120 Hz
 - (4) sériová kapacitance
 - (5) GenRad#1658
- 10 Finální vlastnosti tantalových prášků jsou uvedeny v tabulkách 4, 5 a 9.

Příklad 5

- 15 V tomto příkladu bylo asi 20,43 kg základní partie práškového tantalu nitridováno jako v příkladu 4, s tou výjimkou, že finální teplota prášku byla asi 1300 °C po dobu asi 30 minut. Vlastnosti výsledného nitridovaného tantalu jsou uvedeny v tabulkách 4 a 5. Obr. 3 znázorňuje rozdělení velikostí pórů slisovaných a sintrovaných tantalových pelet a obr. 4 znázorňuje kumulativní objem pórů pro každou velikost pórů.

20

Příklad 6

- 25 32,7 kg základní partie práškového tantalu bylo dopováno dusíkem na cílový obsah dusíku 1500 ppm. Při tomto procesu byl prášek zahřát na 740 °C, načež následovalo odplynění vodíku a poté byl prášek ochlazen na asi 325 °C. V této chvíli byl přiveden plynný dusík stejným způsobem jako v příkladu 1. Po dopování dusíkem byly vzorky vyjmuty pro zjištění, zda bylo dopování dusíkem stejnoměrné na všech podložkách obsahujících práškový tantal v peci. Podrobnosti dopování dusíkem a další parametry jsou uvedeny v tabulce 6. Tabulka 7 (postup číslo 5) uvádí
- 30 také další pokusy zahrnující dopování dusíkem pro různé vzorky v peci s cílovou hodnotou 2500 ppm dusíku ve finálním produktu.

- Pro srovnávání byl práškový tantal nitridován průběhu dezoxidačního stupně. Množství dopovacího dusíku bylo vyšší, aby bylo zajištěno, že bude dusík adsorbován na všech podložkách. Podrobnosti jsou uvedeny v tabulce 8.

35

- 40 Jak je zřejmé z tabulek 6 a 7, obsah dusíku v průměru byl v každém případě velmi blízký cílové hodnotě a celkový rozdíl mezi jednotlivými podložkami byl v rámci přijatelných hodnot. Když byla nitridace prováděna v průběhu kroku dezoxidace, bylo pozorováno nestejnoměrné rozdělení dusíku od podložky k podložce, jak je zřejmé z tabulky 8. Konkrétněji byly zjištěny velké rozdíly adsorbovaného množství dusíku mezi jednotlivými podložkami. Zatímco nitridace během tepelného zpracování vedla k odchylkám asi 1000 až 1500 ppm, nitridace při dezoxidaci vedla k odchylkám přes 20 000 ppm.

- 45 Další provedení předloženého vynálezu jsou odborníkovi zřejmá na základě popisu a praktického provádění popsaného vynálezu. Popis a příklady je třeba chápat jen jako ilustrativní, přičemž skutečný rozsah a myšlenka vynálezu jsou dány patentovými nároky a jejich ekvivalenty.

Tabulka 1

- 5 Byla použita směs základní partie HP410, 16,3 kg HP410-B-121828 a 16,3 kg HP410-B-121829. 16,3 kg bylo zpracováno bez P a zbylých 16,3 kg bylo dopováno 50 ppm P za použití NH_4PF_6 . Prášek byl zahřát na 740 °C, potom odplyněn, ochlazen na 325 °C a byl přiveden dusík. Cílová hodnota byla 1500 ppm. Tepelné zpracování po dobu 90 min @ 1190 °C, poté 30 min @ 1350 °C (SPC 1447 C).

	8187-11-B	8187-11-NM2
	základní partie	finální produkt
HT nastavení		30 min @ 1350 °C.
FSS (mikrometry)	0,89	2,54
hustota Scott (g/palec ³)	18,7	31,0
BET (m ² /g)	1,00	0,59
Na (ppm)	6	2
K (ppm)	11	4
P (ppm)	48	4
C (ppm)	12	24
O (ppm)	2822	1670
N (ppm)	29	2326
H (ppm)	557	36
Si (ppm)	240	19
Fe (ppm)	4	4
Ni (ppm)	5	10
Cr (ppm)	4	4
Nb (ppm)	24	24
Ti (ppm)	4	4
Mn (ppm)	4	4
Sn (ppm)	4	4
Ca (ppm)	4	4
Al (ppm)	4	4
Mo (ppm)	4	4
W (ppm)	24	24
Zr (ppm)	4	4
Mg (ppm)	4	4
B (ppm)	3	3
Co (ppm)	4	4
Cu (ppm)	4	4
třídění		
nad 60		2,4
60/100		14,7
100/200		26,4
200/325		15,2
325/400		9,0
pod 400		32,3
tekutost (mg/s)		163
drticí síla		16,3 kg
1480 C 50 V kapac.		25 970
DC svod (nA/CV)		0,07
flíers		0/8
smrštění		3,3
hustota aglomerátu		5,4

Hustota po slisování 5,0 g/cm³

Tabulka 2 (příklad 1)

- 5 Byla použita směs základní partie HP410, 16,3 kg HP410-B-121828 a 16,3 kg HP410-B-121829. 16,3 kg bylo zpracováno bez P a zbylých 16,3 kg bylo dopováno 50 ppm P za použití NH_4PF_6 . Prášek byl zahřát na 740 °C, potom odplyněn, ochlazen na 325 °C a byl přiveden dusík. Cílová hodnota byla 1500 ppm. Tepelné zpracování po dobu 90 min @ 1190 °C, poté 30 min @ 1350 °C (SPC 1447 C).

	8187-11-B	8187-11-NM2
	základní partie	finální produkt
HT (SCP)		1447 C
FSS (mikrometry)	0,89	2,54
hustota Scott (g/cm ³)	1,14	1,89
BET (m ² /g)	1,00	0,59
C (ppm)	12	24
O (ppm)	2822	1670
N (ppm)	29	2326
H (ppm)	557	36
třídění		
nad 60		2,4
60/100		14,7
100/200		26,4
200/325		15,2
325/400		9,0
pod 400		32,3
tekutost (mg/s)		163
1430 C 100 V C		
kapac. (CV/g)		23 829
DC svod (nA/CV)		0,33
smrštění		0,1
hustota aglomerátu		5,1

10

Tabulka 3 (příklad 2)

	8187-11-B	8187-19-NM
	základní partie	finální produkt
HT (SCP)		1458 C
FSS (mikrometry) (mod.)	0,89	2,35
hustota Scott (g/cm ³)	1,14	1,79
BET (m ² /g)		0,37
C (ppm)	12	23
O (ppm)	2822	1959
N (ppm)	29	1333
H (ppm)	557	50
třídění		
nad 60		0,0
60/100		7,3
100/200		28,2
200/325		18,7
325/400		10,2
pod 400		35,5
1430 C 100 V kapac.		
kapac. (CV/g)		24 885
DC svod (nA/CV)		0,24
smrštění		-0,6
hustota aglomerátu		4,8

Tabulka 4

Fyzikální a chemické vlastnosti nitridovaného prášku

	8280-66-nm2a	8280-67-nm2a	8280-68-nm2a	průměr
modifikovaná FSS (mikrometry)	2,91	2,39	2,32	2,54
hustota Scott (g/cm ³)	1,70	1,66	1,70	1,70
BET	1,11	1,03	1,15	1,10
C (ppm)	60	56	57	58
O (ppm)	3288	3058	2978	3180
N (ppm)	2509	2379	2483	2457
H (ppm)	71	81	87	79,7
Si (ppm)	5	5	4	4,7
Ni (ppm)	17	4	4	8,3
Fe (ppm)	4	4	4	4,0
Cr (ppm)	4	4	4	4,0
Nb (ppm)	24	24	24	24
Ti (ppm)	4	4	4	4,0
Mn (ppm)	4	4	4	4,0
Sn (ppm)	4	4	4	4,0
Ca (ppm)	4	4	4	4,0
Al (ppm)	4	4	4	4,0
Mo (ppm)	4	4	4	4,0
W (ppm)	24	24	24	24,0
Zr (ppm)	4	4	4	4,0
Mg (ppm)	5	5	10	6,7
B (ppm)	1	1	1	1,0
Co (ppm)	4	4	4	4,0
Cu (ppm)	4	4	4	4,0
Na (ppm)	6	4	5	5,0
K (ppm)	29	26	28	27,7
třídění				
nad 60	0	0	0	0,0
60/100	23,4	23,7	30,5	25,87
100/200	33,1	35,2	33,2	33,83
200/325	15,6	14,6	12,6	14,27
325/400	8,2	7,8	6,8	7,60
pod 400	19,7	18,7	16,9	18,43
tekutost (mg/s)	97,4	103,4	103,3	101,4

mtrack				
per 10	27,72	29,83	22,33	26,63
per 50	118,31	119,08	109,43	115,61
per 90	261,04	260,8	265,11	262,32
SA	0,102	0,094	0,127	0,11

Tabulka 5

Elektrické vlastnosti nitridovaného prášku

	8280-66-nm2a	8280-67-nm2a	8280-68-nm2a	průměr
Sintrovací teplota				
1335 °C 30 V	36,3	35,9	41,0	37,7
kapac. (CV/g)	67 726	68 686	68 898	68 437
DC svod (nA/CV)	0,31	0,27	0,36	0,32
fliers	0	1	0	0,33
hustota aglomerátu	5,20	5,17	5,18	5,18
smrštění	1,68	1,81	1,61	1,70
Sintrovací teplota				
1265°C 30 V				
kapac. (CV/g)	70 266	71 198	71 769	71 077
DC svod (nA/CV)	0,30	0,35	0,26	0,30
fliers	0	0	0	0,00
hustota aglomerátu	4,94	4,92	4,95	4,94
smrštění	0,05	0,11	0,16	0,11
Sintrovací teplota				
1335 °C 60 V				
kapac. (CV/g)	53 802	54 719	54 495	54 338
DC svod (nA/CV)	0,53	0,38	0,42	0,44
fliers	0	0	0	0,00
hustota aglomerátu	5,19	5,17	5,18	5,18
smrštění	1,68	1,81	1,61	1,70
Sintrovací teplota				
1265°C 60 V				
kapac. (CV/g)	55 541	56 460	56 370	56 124
DC svod (nA/CV)	0,63	0,44	0,43	0,50
fliers	0	1	0	0,33
hustota aglomerátu	4,94	4,92	4,95	4,94
smrštění	0,05	0,11	0,16	0,11

5

Hustota po slisování byla vždy 5,0 g/cm³

Tabulka 6

- 5 32,7 kg základní partie HP410 (C410-S-128793) bylo dopováno dusíkem na cílovou hodnotu 1500 ppm. Prášek byl zahřát na 740 °C, potom odplyněn, ochlazen na 325 °C a byl přiveden dusík.

	Podložka	Poloha	Kyslík	Dusík
8187-10-1T	podložka 1	navrch	3748	598
8187-10-1M	podložka 1	vprostřed	4467	2172
8187-10-1B	podložka 1	vespod	4498	1749
8187-10-2T	podložka 2	navrch	3924	1056
8187-10-2M	podložka 2	vprostřed	4055	1539
8187-10-2B	podložka 2	vespod	4567	1570
8187-10-3T	podložka 3	navrch	3598	938
8187-10-3M	podložka 3	vprostřed	4386	1586
8187-10-3B	podložka 3	vespod	4605	1328
8187-10-4T	podložka 4	navrch	3700	719
8187-10-4M	podložka 4	vprostřed	4041	696
8187-10-4B	podložka 4	vespod	4269	673
8187-10-5T	podložka 5	navrch	3794	813
8187-10-5M	podložka 5	vprostřed	4207	1689
8187-10-5B	podložka 5	vespod	4402	2297
8187-10-6T	podložka 6	navrch	3662	1300
8187-10-6M	podložka 6	vprostřed	4399	2382
8187-10-6B	podložka 6	vespod	4424	1612
8187-10-7T	podložka 7	navrch	3671	1279
8187-10-7M	podložka 7	vprostřed	4321	2084
8187-10-7B	podložka 7	vespod	4419	1702
8187-10-8T	podložka 8	navrch	3926	1074
8187-10-8M	podložka 8	vprostřed	4228	679
8187-10-8B	podložka 8	vespod	4692	554
8187-10-NBZ		směs	4165	1420
		průměr	4171	1329

- 10 Hmotnost práškového Ta: 32,7 kg
 Cílový obsah dusíku: 1500 ppm
 Průtok dusíku: 3 litry/min
 Doba přidávání dusíku: 16 minut
 Celkový tlak: 17,4 kPa
- 15 Teplota dopování dusíkem: 325 °C, vzestup 1 °C/min
 Celková doba absorpce dusíku: 240 minut
 Konečná teplota: 498 °C

Tabulka 6 (pokračování)

Analýza dusíku pro postup 8187-10-H

		vpředu		vzadu
podložka 1	navrch	598		813
	vprostřed	2172		1689
	vespod	1749		2297
podložka 2	navrch	1056		1300
	vprostřed	1539		2382
	vespod	1570		1512
podložka 3	navrch	938		1279
	vprostřed	1586		2084
	vespod	1328		1702
podložka 4	navrch	719		1074
	vprostřed	696		679
	vespod	573		554
	průměr	1210	1329	1447
	směs		1420	

5

Tabulka 7

- 5 32,7 kg základní partie HP410 (C410-S-128793) bylo dopováno dusíkem na cílovou hodnotu 2500 ppm. PLC drcen v průběhu fáze chlazení. Pokus byl přerušen a obnoven 5/11/99. Prášek byl zahřát na 740 °C, potom odplyněn, ochlazen na 325 °C a byl přiveden dusík.

	Podložka	Poloha	Uhlík	Kyslík	Dusík	Vodík
8187-2-1T	podložka 1	navrch	45	6612	1076	44
8187-2-1M	podložka 1	vprostřed	28	5705	2278	29
8187-2-1B	podložka 1	vespod	38	6136	2335	30
8187-2-2T	podložka 2	navrch	48	6247	2314	33
8187-2-2M	podložka 2	vprostřed	28	5646	2346	27
8187-2-2B	podložka 2	vespod	42	5136	2213	23
8187-2-3T	podložka 3	navrch	51	5881	2002	38
8187-2-3M	podložka 3	vprostřed	29	5618	1742	26
8187-2-3B	podložka 3	vespod	35	5853	1838	30
8187-2-4T	podložka 4	navrch	56	5936	946	37
8187-2-4M	podložka 4	vprostřed	26	5481	664	27
8187-2-4B	podložka 4	vespod	34	5869	681	25
8187-2-5T	podložka 5	navrch	53	6463	1467	43
8187-2-5M	podložka 5	vprostřed	33	5706	4237	27
8187-2-5B	podložka 5	vespod	39	5987	3464	27
8187-2-6T	podložka 6	navrch	44	5784	2478	38
8187-2-6M	podložka 6	vprostřed	50	5743	3240	21
8187-2-6B	podložka 6	vespod	39	6035	3259	16
8187-2-7T	podložka 7	navrch	42	6131	2319	36
8187-2-7M	podložka 7	vprostřed	28	5708	2189	26
8187-2-7B	podložka 7	vespod	35	6027	2161	26
8187-2-8T	podložka 8	navrch	58	5848	1364	31
8187-2-8M	podložka 8	vprostřed	27	5624	842	30
8187-2-8B	podložka 8	vespod	33	5848	670	19
8187-2-NBZ		směs	36	5821	2407	21
		průměr	39	5922	2001	30

- 10 Hmotnost práškového Ta: 31,8 kg
 Cílový obsah dusíku: 2500 ppm
 Průtok dusíku: 3 litry/min
 Doba přidávání dusíku: 24 minut
 Celkový tlak: 27,3 kPa
- 15 Teplota dopování dusíkem: 325 °C, vzestup 1 °C/min
 Celková doba absorpce dusíku: 176 minut
 Konečná teplota: 489 °C

Tabulka 7 (pokračování)

Analýza dusíku pro postup 8187-2-H

5

		vpředu		vzadu
podložka 1	navrch	1076		1467
	vprostřed	2278		4237
	vespod	2335		3464
podložka 2	navrch	2314		2478
	vprostřed	2346		3240
	vespod	2213		3259
podložka 3	navrch	2002		2319
	vprostřed	1742		2189
	vespod	1838		2161
podložka 4	navrch	946		1364
	vprostřed	664		842
	vespod	581		670
	průměr	1695	2001	2308
	směs		2407	

Tabulka 8

10

Nitridace na cílovou hodnotu 2500 ppm

Všechny šarže byly dezoxidovány pomocí 0,75 % hořčíku @ 850 °C (100 min napouštění a 60 min vakuum). Nastavení parametrů nitridace 450 °C s 5000 ppm @ průtok 2,5 litrů/min.

15 V průběhu dopování dusíkem se nezvyšoval tlak.

Vzorek	Po dezoxidaci a kyselém loužení	
	dusík (ppm)	kyslík (ppm)
8030-95-M1	938	2093
8030-95-M2	14 670	1883
8030-95-M3	20 330	2429
8030-95-M4	10 050	2466
8030-95-M5	27 190	1991
8030-95-M6	17740	1767
8030-95-M7	10 920	2067
8030-95-M8	5621	1773
8030-95-M9	2909	2373
8030-95-M10	2352	2401
8030-95-M11	1546	2127
8030-95-M12	1176	2052
8030-95-M13	630	2870
8030-95-M14	539	2101

20

Když bylo dopování dusíkem prováděno v průběhu dezoxidace, bylo pozorováno nerovnoměrné rozdělení dusíku.

Tabulka 9

Postup

5

Základní partie byly napuštěny 34 % vody.

Aglomerovány s 37 % vody.

Materiály byly tepelně zpracovány při teplotě anody 1309 SPC.

Byly dopovány dusíkem před zahřátím.

10

Cílový obsah dusíku je 2500 ppm.

	základní partie	finální produkt
	8280-66-b	8260-67-nm2a
modif. FSS (mikrometry)	0,37	2,39
hustota Scott (g/cm ³)	0,750	1,696
BET	2,74	1,03
C (ppm)	46	56
O (ppm)	8682	3058
N (ppm)	43	2379
H (ppm)	1482	81
třídění		
nad 60		0
60/100		23,7
100/200		35,2
200/325		14,6
325/400		7,8
pod 400		18,7
tekutost		103,4
1335 C 30 V		
Kapac. (CV/g)		68 686
DC svod (nA/CV)		0,27
fliers		1
hustota aglomerátu		5,17
smrštění		1,81

15

PATENTOVÉ NÁROKY

- 20 1. Nitridovaný práškový kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, kterým je tantal, **vyznačující se tím**, že má obsah dusíku 1500 až 4000 ppm, tekutost 70 až 300 mg/s a hustotu podle Scotta 1,53 až 2,44 g/cm³.
- 25 2. Nitridovaný práškový tantal podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že obsahuje póry o velikosti alespoň 2 μm.
3. Nitridovaný práškový tantal podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že má hustotu podle Scotta 1,59 až 1,95 g/cm³.
- 30 4. Nitridovaný práškový tantal podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že má obsah dusíku 2000 až 3000 ppm.

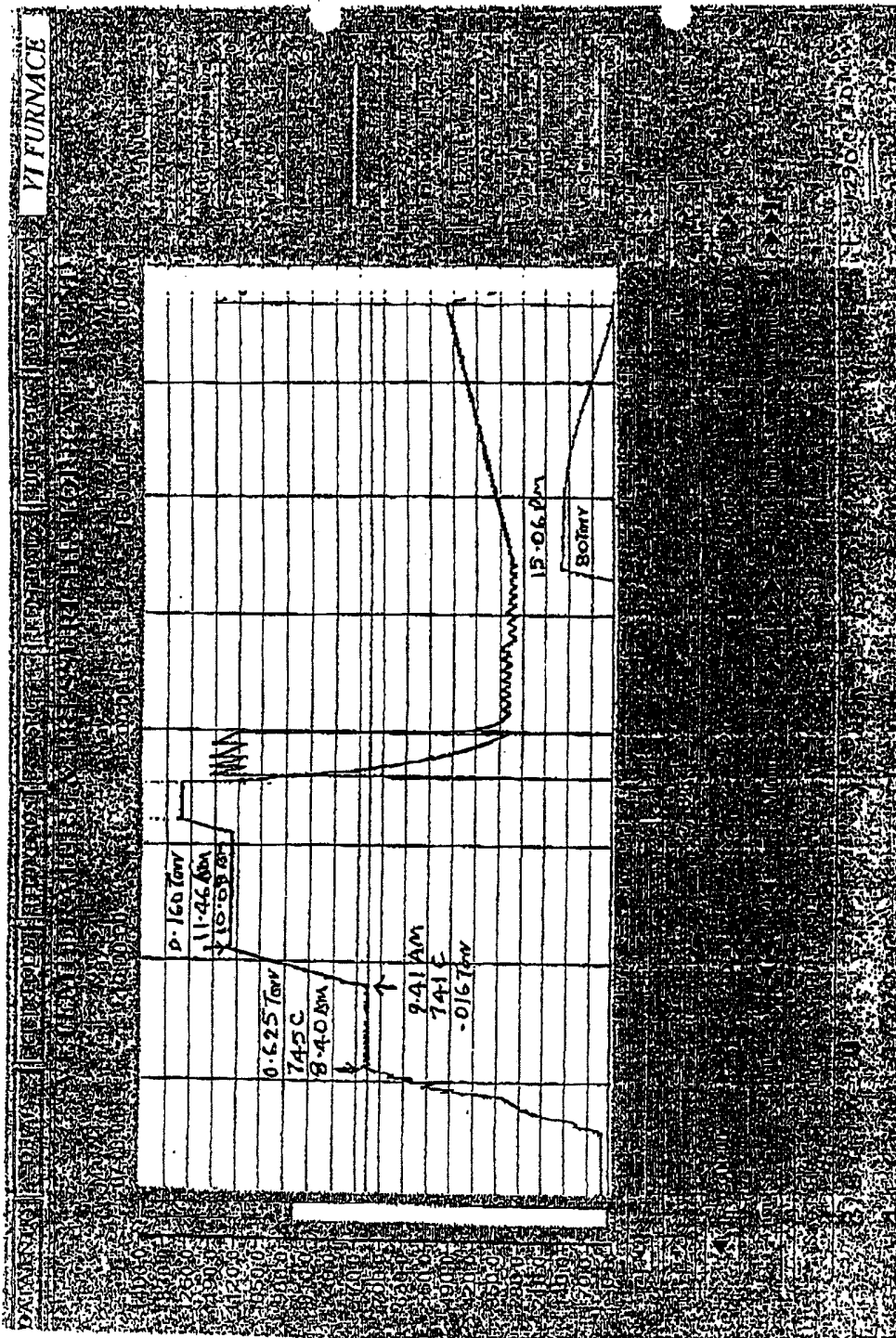
5. Nitridovaný práškový tantal podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že má povrchovou plochu BET 1 až 3 m²/g.
6. Nitridovaný práškový tantal podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že má povrchovou plochu BET 0,5 až 3 m²/g.
7. Nitridovaný práškový tantal podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že dále obsahuje fosfor a/nebo kyslík.
8. Nitridovaný práškový tantal podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že dále obsahuje 50 až 150 ppm fosforu a/nebo 1500 až 3500 ppm kyslíku.
9. Nitridovaný práškový tantal podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že má dále povrchovou plochu BET 0,5 až 10 m²/g.
10. Sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem, **vyznačující se tím**, že má obsah dusíku 1500 až 4000 ppm, přičemž veškerý sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem má rovnoměrnou distribuci dusíku s odlišnostmi nejvýše 1500 ppm.
11. Sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle nároku 10, **vyznačující se tím**, že kovem s nízkým elektrochemickým potenciálem je tantal.
12. Sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle nároku 10, **vyznačující se tím**, že kovem s nízkým elektrochemickým potenciálem je niob.
13. Sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle nároku 10, **vyznačující se tím**, že obsahuje póry o velikosti alespoň 2 μm.
14. Sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle nároku 11, **vyznačující se tím**, že obsahuje póry o velikosti alespoň 2 μm.
15. Sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle nároku 12, **vyznačující se tím**, že obsahuje póry o velikosti alespoň 2 μm.
16. Sintrovaný nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem podle nároku 10, **vyznačující se tím**, že má povrchovou plochu BET 0,5 až 10 m²/g.
17. Způsob výroby nitridovaného kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem, **vyznačující se tím**, že zahrnuje nitridaci práškového kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem při dostatečné teplotě a tlaku buď před sintrovací fází tepelného zpracování, nebo po sintrovací fází tepelného zpracování, ale před krokem dezoxidace, přičemž nitridace začíná při průměrné teplotě kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem 200 až 350 °C.
18. Způsob podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že nitridace se provádí plynným dusíkem.
19. Způsob podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že nitridace se provádí pomocí alespoň jedné sloučeniny uvolňující dusík.
20. Způsob podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že výsledkem nitridace je kov s nízkým elektrochemickým potenciálem mající obsah dusíku 1500 až 4000 ppm.

21. Způsob podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že tepelné zpracování zahrnuje zahřívání kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem na teplotu 1250 až 1500 °C po dobu 10 minut až 2 hodin, přičemž kovem s nízkým elektrochemickým potenciálem je tantal.
- 5 22. Způsob podle nároku 20 nebo 21, **vyznačující se tím**, že výsledný produkt se drtí nebo mele.
23. Způsob podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že nitridace se provádí při teplotě 250 až 600 °C.
- 10 24. Způsob podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že z kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem se před nitridací odplyněním odstraní vodík.
- 15 25. Způsob podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že nitridovaný kov s nízkým elektrochemickým potenciálem se po nitridaci podrobuje alespoň jednomu kroku pasivace, alespoň jednomu kroku dezoxidace a alespoň jednomu kroku sinterování.
- 20 26. Způsob podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že kovem s nízkým elektrochemickým potenciálem je tantal.
- 25 27. Způsob podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že kovem s nízkým elektrochemickým potenciálem je niob.
28. Způsob podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že průměrná teplota kovu s nízkým elektrochemickým potenciálem se zvyšuje rychlostí nižší než 10 °C za minutu až do dokončení nitridace.
29. Anoda kondenzátoru, **vyznačující se tím**, že obsahuje tantal podle nároku 11.
- 30 30. Anoda kondenzátoru, **vyznačující se tím**, že obsahuje niob podle nároku 12.
- 35 31. Anoda kondenzátoru, **vyznačující se tím**, že obsahuje nitridovaný práškový tantal podle nároku 1, jehož kapacitance po zformování do anody kondenzátoru při napětí 30 voltů je 40 000 až 80 000 CV/g.

4 výkresy

40

Obr. 1

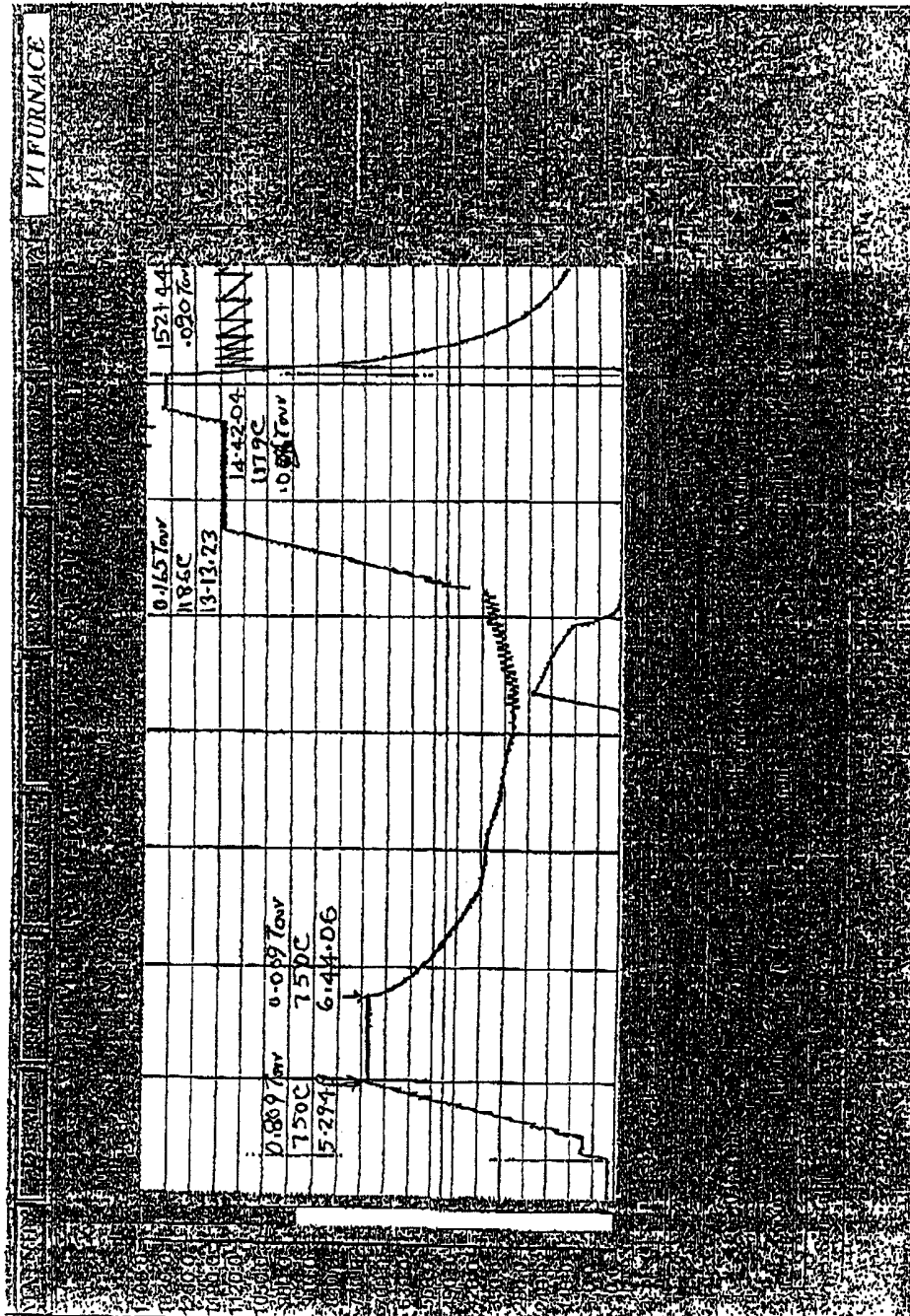


HT 90mty @ 1140C
30mty @ 1280C

FB 1439 RD: 1441
Boa: 1458C

FIGURE 1.

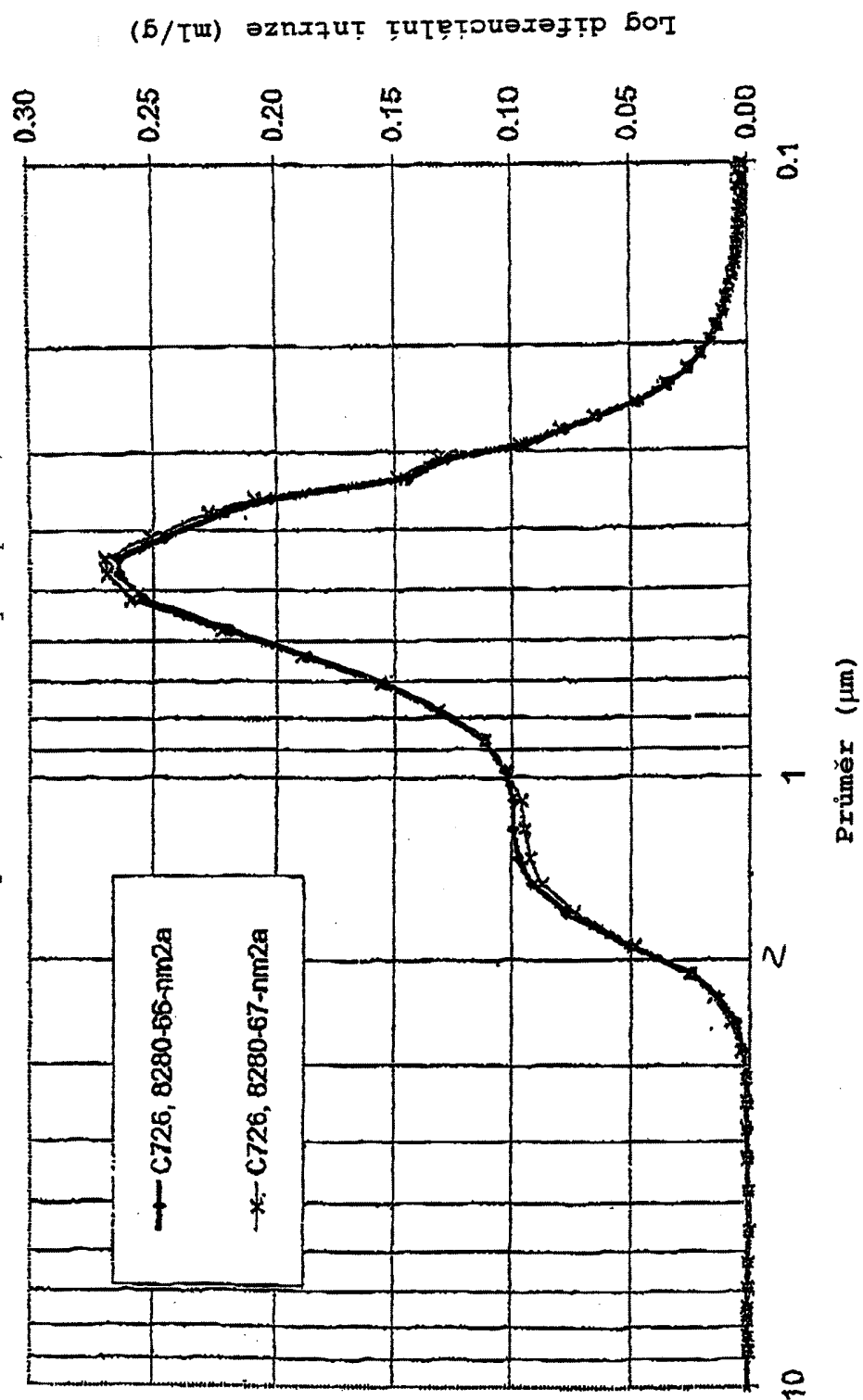
Obr. 2



8187-11-H1. 360b. w. front p
8187-11-H2. 360b. w. 50mm p.
 $\frac{3L_{H_2, N_2}}{3L_{H_2, N_2}} = 72.145N_2$
 FT: 1459 RT 1459
 FB: 1424 RB 1435
 AVG: 1447C

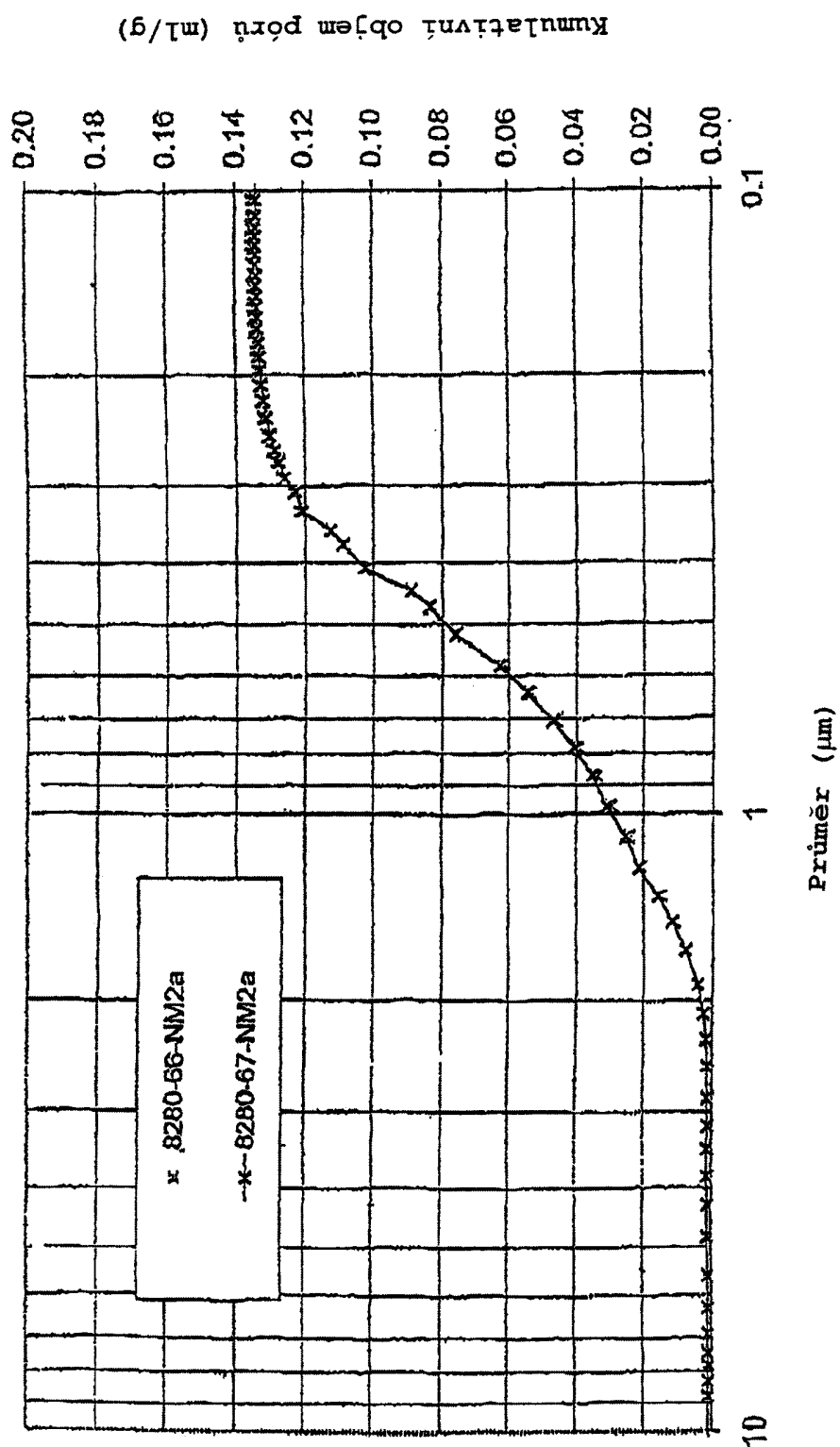
Obr. 3

C726 Rozdělení velikosti pórů-diferenciální intruze ($dV/d\log D$)
(slisovaných a sintrovaných pelet)



Obr. 4

C726 Rozdělení velikosti pórů-kumulativní objem pórů
(celkový objem pelet pod křivkou pro každou velikost pórů)



Konec dokumentu