РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11) **2 734 851**(13) **C2**

(51) МПК
C22B 34/24 (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
***C22B 34/24** (2019.08); **B22F 1/00** (2019.08); **B22F 1/0055** (2019.08)*

(21)(22) Заявка: **2019103885, 13.07.2016**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
13.07.2016

Дата регистрации:
23.10.2020

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: **13.07.2016**

(43) Дата публикации заявки: **13.08.2020** Бюл. № **23**

(45) Опубликовано: **23.10.2020** Бюл. № **30**

(85) Дата начала рассмотрения заявки PCT на национальной фазе: **13.02.2019**

(86) Заявка PCT:
CN 2016/089874 (13.07.2016)

(87) Публикация заявки PCT:
WO 2018/010108 (18.01.2018)

Адрес для переписки:
101000, Москва, ул. Мясницкая, д. 13, стр. 5, ООО "Союзпатент"

(72) Автор(ы):
ЧЭНЬ, Сюэцин (CN),
ЧЭН, Юэвэй (CN),
МА, Юйчжун (CN),
ЛИ, Чжунсян (CN),
ВАН, Чжидао (CN),
ЛИ, Ся (CN),
ШИ, Дэцзюнь (CN),
ЧЖАО, Чжунхуань (CN)

(73) Патентообладатель(и):
НИНСЯ ОРИЭНТ ТАНТАЛУМ ИНДАСТРИ КО.,ЛТД. (CN)

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **CN 1236177 A, 24.11.1999. RU 2230629 C2, 20.06.2004. DE 69516556 D1, 08.06.2000. US 6193779 B1, 27.02.2001. EP 665302 B1, 03.05.2000. RU 2246376 C2, 20.02.2005. RU 2102189 C1, 20.01.1998.**

(54) ХЛОПЬЕВИДНЫЙ ПОРОШКООБРАЗНЫЙ ТАНТАЛ И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Группа изобретений относится к получению хлопьевидного порошкообразного тантала для использования в высокочастотном конденсаторе. Проводят первую термическую обработку хлопьевидного порошкообразного тантала при температуре в диапазоне 1200-1600°C. Затем проводят первое раскисление порошкообразного тантала, подвергнутого первой термической обработке, при температуре в диапазоне 700-1000°C. После этого проводят низкотемпературное азотирование порошкообразного тантала, подвергнутого первому раскислению. Затем проводят вторую термическую обработку порошкообразного тантала, подвергнутого низкотемпературному азотированию, при температуре 1200-1600°C. Обеспечивается получение хлопьевидного порошкообразного тантала, который содержит азот в количестве в диапазоне от 300 до 1800 ч./млн. 2 н. и 11 з.п. ф-лы, 3 табл., 4 пр.

RU 2734851 C2

RU 2734851 C2

RUSSIAN FEDERATION

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 734 851** (13) **C2**

(51) Int. Cl.
C22B 34/24 (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC
C22B 34/24 (2019.08); B22F 1/00 (2019.08); B22F 1/0055 (2019.08)

(21)(22) Application: **2019103885, 13.07.2016**

(24) Effective date for property rights:
13.07.2016

Registration date:
23.10.2020

Priority:
(22) Date of filing: **13.07.2016**

(43) Application published: **13.08.2020** Bull. № **23**

(45) Date of publication: **23.10.2020** Bull. № **30**

(85) Commencement of national phase: **13.02.2019**

(86) PCT application:
CN 2016/089874 (13.07.2016)

(87) PCT publication:
WO 2018/010108 (18.01.2018)

Mail address:
101000, Moskva, ul. Myasnitskaya, d. 13, str. 5, OOO "Soyuzpatent"

(72) Inventor(s):
CHEN, Syuetsin (CN),
CHEN, Yuevej (CN),
MA, Yujchzhun (CN),
LI, Chzhunsyan (CN),
VAN, Chzhidao (CN),
LI, Sya (CN),
SHI, Detszyun (CN),
CHZHAO, Chzhunkhuan (CN)

(73) Proprietor(s):
NINSYA ORIENT TANTALUM INDASTRI KO.,LTD. (CN)

RU 2734851 C2

(54) FLAKY TANTALUM POWDER AND A METHOD FOR PRODUCTION THEREOF

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: group of inventions relates to production of flake-like powdered tantalum for use in a high-frequency capacitor. First heat treatment of flaky tantalum powder at temperature in range of 1200–1600 °C is carried out. Then one performs first deoxidation of powdered tantalum subjected to first heat treatment at temperature in range of 700–1000 °C. Then low-temperature nitration of powdered tantalum subjected to first deoxidation is performed. Then, second heat treatment of powdered tantalum subjected to low-temperature nitriding is carried out at temperature 1200–1600 °C.

EFFECT: production of flake-like tantalum powder containing nitrogen in amount of 300 to 1800 ppm.

13 cl, 3 tbl, 4 ex

RU 2734851 C2

Область техники, к которой относится изобретение

Изобретение относится к порошкообразному металлу и способу его получения, а более конкретно к порошкообразному танталу и способу его получения, в частности к порошкообразному танталу конденсаторной марки для средних и высоких напряжений, а также к способу его получения.

Уровень техники

Поскольку металлический тантал представляет собой вентильный металл, он может образовывать плотную оксидную пленку на поверхности и характеризуется односторонней проводимостью. Анодная пленка, полученная из металлического тантала, характеризуется стабильными химическими свойствами (в особенности стабильными в кислотном электролите), высоким удельным сопротивлением ($7{,}5 \times 10^{10}$ Ом·см), высокой диэлектрической постоянной (27,6) и маленьким током утечки. В дополнение к этому, анодной пленке также свойственны преимущества, заключающиеся в широком диапазоне рабочих температур (от –80°С до 200°С), высокой надежности, стойкости к ударным нагрузкам, продолжительном сроке службы и тому подобном. Таким образом, это идеальный материал для изготовления танталового конденсатора, характеризующегося маленьким размером и высокой надежностью. Так как танталовые конденсаторы имеют множеств преимуществ, они широко используются в авиации, космических полетах, связи, электронном оборудовании, таком как компьютеры, мобильные телефоны и тому подобное.

В контексте классификации материалов порошкообразный тантал, специально использующийся для изготовления конденсатора, называется порошкообразным танталом конденсаторной марки. В соответствии с различными использующимися напряжениями порошкообразный тантал может быть подразделен на порошкообразный тантал для высокого напряжения (рабочее напряжение составляет более 40 В), порошкообразный тантал для среднего напряжения (рабочее напряжение находится в диапазоне от 20 до 40 В, включая граничные точки) и порошкообразный тантал для низкого напряжения (рабочее напряжение составляет менее 20 В). В последние годы в условиях быстрого развития электронной технологии имеет место повышенная потребность в высокочастотной характеристике порошкообразного тантала для среднего напряжения и высокого напряжения.

В уровне техники для спеченной прессованной детали, полученной из порошкообразного тантала уровень содержания кислорода в тантале должен быть строго ограничен, и чрезмерно высокий уровень содержания кислорода может вызвать появление фазы осаждения оксида на поверхности танталовой спеченной прессованной детали. Данные фазы осаждения образуются на аморфной пленке пентоксида тантала, образующейся во время технологического процесса анодирования, так что аморфная пленка пентоксида тантала может локально закристаллизоваться и даже разрушиться, и, тем самым, надежность аморфной пленки пентоксида тантала уменьшается, ток утечки становится большим, а эксплуатационные характеристики конденсатора ухудшаются. Легирование азотом порошкообразного тантала может эффективно снизить уровень содержания кислорода в порошкообразном тантале, причем при этом уменьшается скорость усадки при спекании и увеличивается пористость и может облегчить погружение материала катода и увеличить емкость конденсатора. Поэтому легирование азотом порошкообразного тантала и легирование азотом спеченного анода представляли собой важные технологии улучшения эксплуатационных характеристик порошкообразного тантала и танталового конденсатора в области производства порошкообразного тантала.

В публикации US 5448447 (также опубликованной в виде публикации CN1143333C) раскрывается способ уменьшения тока утечки по меньшей мере на 28% в ходе формирования высокого напряжения, составляющего 100 В и более, в результате легирования азотом в количестве в диапазоне 500-7000 ч./млн. характеризующегося низким значением CV порошкообразного тантала при 30000 мкФ-В/г или менее. Способ легирования азотом порошкообразного тантала характеризуется тем, что легирование азотом осуществляют во время технологического процесса раскисления на конечной стадии процесса изготовления, а после этого никакой высокотемпературной термической обработки более не проводят.

В публикации JP Kokai № 2002-30301A раскрывается порошкообразный тантал, содержащий азот в количестве в диапазоне 500-30000 ч./млн., у которого отклонение уровня содержания азота между соответствующими частицами составляет 100% и менее. Этот порошкообразный тантал характеризуется лучшим напряжением пробоя по сравнению с тем, что имеет место для порошкообразного тантала в отсутствии легирующего азота. Способ легирования азотом порошкообразного тантала является способом, где легирование азотом проводят в реакционной емкости, такой как вращающаяся печь в состоянии вращения, во время технологического процесса раскисления на конечной стадии процесса изготовления при нагревании до 850°C, а после этого никакой термической обработки при 900°C или более также не проводят. Задача, решаемая в данном патенте/заявке, заключается в способе легирования азотом и в азотсодержащем порошкообразном тантале, подходящих для характеризующегося высокой емкостью порошкообразного тантала при 30000 мкФ-В/г и более.

В публикациях CN1363102A и CN100528418C, соответственно, раскрывается способ легирования азотом порошкообразных металлических тантала и ниобия, где уровень содержания легирующего азота находится в диапазоне от 100 до 6000 ч./млн. Способ легирования азотом, описанный в этих двух патентных документах, также осуществляют на последней стадии, где температура легирования азотом находится в диапазоне 100-600°C; а после этого никакой термической обработки также не проводят.

В публикациях CN1433485A и CN1872461A описывается способ выправления азотсодержащего порошкообразного тантала, где азот вводят в технологический процесс восстановления соединения металла при использовании восстановителя таким образом, чтобы азот содержался в этом металле. Вследствие технологического процесса реакции восстановления и легирования азотом при 800°C или более реакция между танталом и азотом в технологическом процессе легирования азотом чрезмерно быстра, так что концентрация азота в каждой части в реакционной емкости оказывается неоднородной, и поэтому обеспечить равномерное легирование частиц азотом оказывается затруднительно.

Вышеупомянутая существующая технология легирования азотом раскрывает способ легирования азотом того же типа, а именно легирование азотом проводят на последней стадии, а после этого никакой высокотемпературной термической обработки не проводят.

Как это установили авторы изобретения в результате проведенных исследований, в случае использования существующего способа для легирования азотом порошкообразного тантала, характеризующегося высокой емкостью, составляющей 30000 мкФ-В/г или более, ток утечки и емкость порошкообразного тантала могут быть улучшены. С другой стороны, для порошкообразного тантала с 30000 мкФ-В/г или менее, в частности хлопьевидного порошкообразного тантала для среднего и высокого напряжений, в случае проведения легирования азотом на последней стадии и отсутствия

какой-либо высокотемпературной термической обработки присутствие элементарного азота не оказывает сколько-нибудь значительного воздействия в виде улучшения тока утечки порошкообразного тантала для среднего и высокого напряжений с 30000 мкФ-В/г или менее, в частности хлопьевидного порошкообразного тантала, или, иными словами, не оказывает сколько-нибудь значительного воздействия в виде увеличения емкости порошкообразного тантала.

Таким образом, в целях улучшения присутствия элементарного азота и получения более однородного распределения элементарного азота таким образом, чтобы обеспечить лучшее выполнение легирующим элементарным азотом его функции, в настоящем изобретении были разработаны новый способ легирования азотом и хлопьевидный порошкообразный тантал, содержащий азот в количестве в диапазоне 300-1800 ч./млн., таким образом дополнительно улучшаются ток утечки и стойкость к воздействию напряжения, в особенности высокочастотные характеристики хлопьевидного порошкообразного тантала для среднего и высокого напряжений с 30000 мкФ-В/г или менее, так что хлопьевидный порошкообразный тантал для среднего и высокого напряжений может быть лучше использован в областях, предъявляющих повышенные требования к высокочастотной характеристике.

Сущность изобретения

С учетом вышеупомянутых технических проблем одна из целей изобретения заключалась в получении хлопьевидного порошкообразного тантала, в особенности хлопьевидного порошкообразного тантала для среднего и высокого напряжений. Хлопьевидный порошкообразный тантал предпочтительно содержит азот, фосфор и/или бор и предпочтительно подходит для использования в области высокочастотных конденсаторов. Еще одна цель изобретения заключалась в разработке способа получения хлопьевидного порошкообразного тантала для среднего и высокого напряжений.

Несмотря на то, что способ по настоящему изобретению особенно хорошо подходит для использования в отношении хлопьевидного порошкообразного тантала для среднего и высокого напряжений с 30000 мкФ-В/г или менее, он также подходит для использования и в отношении хлопьевидного порошкообразного тантала для среднего и высокого напряжений с более чем 30000 мкФ-В/г.

В соответствии с техническим решением, описанным ниже, настоящее изобретение обеспечивается достижений одной или нескольких их вышеупомянутых целей.

Раскрывается хлопьевидный порошкообразный тантал, предпочтительно подходящий для использования в высокочастотным конденсаторах, он характеризуется тем, что порошок содержит азот в количестве в диапазоне 300-1800 ч./млн., предпочтительно 400-1600 ч./млн., более предпочтительно 500-1500 ч./млн., а наиболее предпочтительно 700-1300 ч./млн.; и фосфор в количестве в диапазоне 10-100 ч./млн., предпочтительно 20-80 ч./млн., более предпочтительно 30-70 ч./млн.; и/или бор в количестве в диапазоне от 1 до 80 ч./млн., предпочтительно от 10 до 65 ч./млн., более предпочтительно от 20 до 50 ч./млн.

Раскрывается хлопьевидный порошкообразный тантал, предпочтительно подходящий для использования в высокочастотных конденсаторах, он характеризуется тем, что анод электролитического конденсатора, полученный из данного порошка, имеет емкость в диапазоне приблизительно 3000-30000 мкФ-В/г в условиях подающегося напряжения в диапазоне 100-250 В и частоте испытания в диапазоне 5000-30000 Гц.

Как это неожиданно установили авторы изобретения в результате проведения большого количества исследований, в случае, когда уровень содержания азота слишком низок, он не может ингибировать спекание и не может увеличивать емкость; в случае,

когда уровень содержания азота слишком высок, увеличивается твердость порошкообразного тантала, так что могут быть ухудшена эффективность прессовки, и даже может быть вызвано большое истирание шлифовального инструмента, что может сократить срок службы шлифовального инструмента, таким образом, более подходящим для использования является уровень содержания азота в диапазоне 300-1800 ч./млн..

Уровень содержания кислорода в хлопьевидном порошкообразном тантале предпочтительно находится в диапазоне 800-3000 ч./млн., а насыпная плотность по Скотту специально не ограничивается и предпочтительно находится в диапазоне 1,4-2,0 г/см^3, предпочтительно 1,55-1,9 г/см^3.

Раскрывается способ получения хлопьевидного порошкообразного тантала, включающий стадии:

1) проведения первой термической обработки хлопьевидного порошкообразного тантала;

2) проведения первого раскисления порошкообразного тантала, подвергнутого первой термической обработке;

3) проведения низкотемпературного азотирования порошкообразного тантала, подвергнутого первому раскислению;

4) проведения второй термической обработки порошкообразного тантала, подвергнутого низкотемпературному азотированию;

и, необязательно,

5) проведения второго раскисления порошкообразного тантала, подвергнутого второй термической обработке, а после этого, необязательно, травления, промывки водой, сушки и просеивания в целях получения хлопьевидного порошкообразного тантала по изобретению.

В одном предпочтительном варианте осуществления низкотемпературное азотирование на стадии 3) начинается во время технологического процесса охлаждения в ходе раскисляющей обработки на стадии 2) (в частности, при уменьшении температуры до 500°C и менее, например 500-240°C). Такому варианту осуществления свойственно преимущество, заключающееся в отсутствии необходимости в повторном нагревании порошкообразного тантала для низкотемпературной азотирующей обработки, и экономится больше энергии.

В еще одном варианте осуществления порошкообразный тантал повторно нагревают для начала низкотемпературного азотирования на стадии 3) после снижения температуры в ходе раскисляющей обработке на стадии 2) до комнатной температуры.

Порошкообразный тантал, использующийся на стадии 1), является хлопьевидным порошкообразным танталом, полученным с использованием любых известных методов, например хлопьевидным порошкообразным танталом, полученным в результате получения чешуек при размалывании порошкообразного тантала, восстановленного натрием, в вибрационной шаровой мельнице или перемешивающей шаровой мельнице и в результате травления и удаления примесей. Предпочтительно термическую обработку на стадии 1) проводят в условиях вакуума. Температура термической обработки предпочтительно находится в диапазоне 1200°C-1600°C, предпочтительно 1250-1500°C, более предпочтительно 1300-1450°C. В одном предпочтительном варианте осуществления хлопьевидный порошкообразный тантал в качестве материала исходного сырья получают следующим образом: порошкообразный тантал, восстановленный натрием, размалывают в шаровой мельнице, подвергают травлению и удалению примесей с получением хлопьевидного порошкообразного тантала, хлопьевидный

порошкообразный тантал необязательно легируют дигидрофосфатом аммония (которым также может быть гексафторфосфат аммония) в количестве в диапазоне 10-100 ч./млн. в расчете на количество элементарного фосфора и/или борной кислотой в количестве в диапазоне 1-80 ч./млн. в расчете на количество элементарного бора и нагревают до 1200-1600°C в условиях вакуума для термической обработки.

Для стадии 2) или стадии 5) на температуру и на время выдерживания температуры во время раскисления никаких особенных ограничений не накладывается, например, температура может выдерживаться в диапазоне 800-1000°C (предпочтительно 750-980°C, 750-900°C или 850-950°C) на протяжении 3-6 часов (предпочтительно 3-5 часов или 4-6 часов).

Предпочтительно раскисление на стадии 2) проводят путем пропорционального легирования порошкообразного тантала, полученного на стадии 1), порошкообразным магнием (например, порошкообразным магнием в количестве в диапазоне 0,5-5% мас. в расчете на массу порошкообразного тантала) и нагревания до температуры в диапазоне 700-1000°C в атмосфере аргона. Более предпочтительно температура находится в диапазоне 800-900°C. Например, раскисление может быть осуществлено следующим образом: продукт, полученный на стадии 1), пропорционально легируют порошкообразным магнием в количестве в диапазоне 0,5-5% мас. в расчете на массу порошкообразного тантала и нагревают до температуры в диапазоне 700-1000°C в атмосфере аргона, после этого температуру снижают до 240-500°C (например, 300-450°C или 400°C), а инертную атмосферу замещают атмосферой азота и температуру выдерживают на протяжении 80-150 минут (например, 120 минут), после охлаждения и пассивирования продукт выгружают из печи и просеивают, а затем подвергают травлению и удалению примесей и высушиванию.

Предпочтительно низкотемпературное азотирование на стадии 3) относится к азотированию при температуре 500°C или менее. Предпочтительно низкотемпературное азотирование проводят следующим далее образом: после уменьшения температуры на стадии 2) до 240-500°C (например, 300-450°C или приблизительно 400°C) инертную атмосферу замещают атмосферой азота (предпочтительно поддерживая атмосферу в печи при избыточном давлении, например в диапазоне 0-0,1 МПа, например 0-0,01 МПа), температуру выдерживают на протяжении 80-150 минут (например, 90-140 минут или приблизительно 120 минут), после охлаждения и пассивирования продукт выгружают из печи. Предпочтительно после пассивирования и выгрузки из печи порошкообразный тантал подвергают просеиванию, травлению, удалению примесей и высушиванию.

Предпочтительно вторая термическая обработка на стадии 4) включает нагрев до 1200-1600°C и выдерживание этой температуры на протяжении 30-180 минут, предпочтительно 30-120 минут, в условиях вакуума.

Раскисление на стадии 5) может представлять собой любой способ раскисления, известный в уровне техники. В одном варианте осуществления технологический процесс раскисления на стадии 5) является тем же, что и на стадии 2). В еще одном варианте осуществления технологический процесс раскисления на стадии 5) отличается от соответствующего технологического процесса на стадии 2).

Что касается стадии 3), то, как это неожиданно установили изобретатели, в случае проведения обработки для легирования азотом при высокой температуре, составляющей 500°C или более, скорость диффундирования азота увеличивается, диффузия через оксидную пленку проходит быстро, и порошкообразный тантал обнажается, так что экзотермическая реакция между азотом и танталом в верхнем слое, находящемся в контакте с азотом, будет протекать быстро и даже может локально выйти из-под

контроля, в то время как порошок в нижнем слое будет находиться в состоянии, когда азот не может подаваться достаточно быстро. В результате уровень содержания азота в порошке на поверхности оказывается очень большим, а уровень содержания азота в порошке в нижнем слое остается очень низким, и разница в уровнях содержания азота между частицами оказывается очень большой, и возможно образование кристаллов нитрида (таких, как Ta_2N и TaN) и т.п. Как это доказывает исследование, проведенное авторами изобретения, в случае проведения обработки для легирования азотом только при 500°C или ниже, с последующим отсутствием какой-либо высокотемпературной термической обработки при 1000°C или более, уровень содержания азота будет сохраняться только на поверхности порошкообразного тантала, диффузия не будет достигать достаточной глубины и не будет однородной, так что это не будет оказывать значительного воздействия в виде улучшения тока утечки порошкообразного тантала с 30000 мкФ-В/г или менее, в частности хлопьевидного порошкообразного тантала для среднего и высокого напряжений, или, иными словами, не будет оказывать значительного воздействия в виде увеличения емкости порошкообразного тантала. В результате объединения с характеристиками обычного технологического процесса производства порошкообразного тантала для среднего и высокого напряжений в способе по изобретению низкотемпературное легирование азотом проводят в ходе технологического процесса раскисления, а после этого дополнительно проводят высокотемпературную термическую обработку; тем самым, избегаются вышеупомянутые проблемы.

Следует понимать, что для легирования элементарным фосфором и/или элементарным бором может быть проведено легирование одним элементом, или может быть проведено легирование двумя элементами одновременно, и добавление соединения, содержащего фосфор и/или бор, может быть необязательно осуществлено до термической обработки на стадии 1) или же добавление соединения, содержащего фосфор и/или бор, может осуществляться совместно с добавлением порошкообразного магния во время раскисляющей обработки на стадии 2), кроме того, может быть выбрано добавление соединения, содержащего фосфор и/или бор, после стадии 5).

Конкретный режим осуществления

Средний размер частиц по Фишеру (FSSS/мкм) для описания частиц металлического тантала, раскрытых в данном описании, определяют с использованием прибора для дополнительного просеивания Фишера. Анализ на уровни содержания кислорода и азота проводят с использованием прибора для испытания на содержание кислорода и азота ON-600 от компании LECO Company of United States. Уровень содержания фосфора анализируют с использованием спектрофотометра 2800UV/VIS от компании Eunic (Shanghai) Instrument Company. Уровень содержания железа и бора и примесных элементов анализируют с использованием оптоэлектронного спектрометра с дугой постоянного тока DV-5 от компании Beld Company of United States, насыпную плотность по Скотту (SBD, г/см^3) получают в результате проведения испытания в соответствии с методом, указанным в Китайском национальном стандарте GB5060-85.

Для дополнительного понимания сути изобретения варианты осуществления настоящего изобретения описываются в связи с примерами и прилагаемыми таблицами, но необходимо понимать, что данное описание предназначено только для описания признаков и преимуществ настоящего изобретения, но не имеет цели ограничить объема формулы изобретения настоящего изобретения.

Материалы исходного сырья, использующиеся в настоящем изобретении, доступны на коммерческих условиях, как, например, в случае доступности на коммерческих

условиях в компании Ningxia Orient Tantalum Industry Co. Ltd.

Пример 1

Хлопьевидный порошкообразный тантал, полученный с использованием методов предшествующего уровня техники, использовали в качестве материала исходного сырья 1. Параметры хлопьевидного порошкообразного тантала, полученные в результате испытания, показаны в таблице 1. Отбирали 5 кг материала исходного сырья 1 и добавляли борную кислоту в количестве 40 ч./млн. в расчете на количество элементарного бора. После равномерного перемешивания и проведения агломерирующей обработки смеси смесь переводили в печь для термической обработки, температуру выдерживали на уровне 1450°C на протяжении 60 минут с последующим охлаждением и пассивированием. После этого продукт выгружали из печи, просеивали с использованием сита на 60 меш и осуществляли магнитное разделение. Затем осуществляли процесс легирования порошкообразным магнием в количестве 1,5% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 900°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим уменьшением температуры и охлаждением до 450°C. После этого атмосферу заменяли вакуумом и проводили заполнение высокочистым азотом вплоть до достижения избыточного давления (+0,01 МПа). Затем температуру выдерживали на протяжении 60 минут и проводили охлаждение и пассивирование. После этого продукт выгружали из печи и после проведения травления и удаления примесей с использованием технологических методов из уровня техники еще раз помещали в печь для термической обработки, после чего температуру выдерживали на уровне 1430°C на протяжении 60 минут, а вслед за этим осуществляли охлаждение и пассивирование, затем выгрузку из печи, просеивание с использованием сита на 60 меш и магнитное разделение.

После этого проводили легирование порошкообразным магнием в количестве 1,5% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 900°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим охлаждением и пассивированием, выгрузкой из печи и проведением травления и удаления примесей с использованием технологических методов из уровня техники для получения конечного продукта. Химические примеси и физические свойства конечного продукта приведены в таблице 2.

Порошкообразный образец прессовали и формовали в виде прессованной детали (прессовки), которая характеризовалась плотностью 5,0 г/см^3 и массой порошковой сердцевины 0,20 г. Прессовку спекали при 1600°C на протяжении 15 минут для получения спеченной прессовки. На спеченную прессовку подавали напряжение 150 В в 0,01%-ном растворе фосфорной кислоты. Емкость и потери спеченной прессовки измеряли при частоте испытания в диапазоне 5000-30000 Гц. Измеренные электротехнические свойства образца приведены в таблице 3.

Сравнительный пример 1

Материал исходного сырья был тем же, что и материал, использованный в примере 1. Отбирали 5 кг материала исходного сырья и добавляли борную кислоту в количестве 40 ч./млн. в расчете на количество элементарного бора. После равномерного перемешивания и проведения агломерирующей обработки смеси смесь переводили в печь для термической обработки, температуру выдерживали на уровне 1450°C на протяжении 60 минут с последующим охлаждением и пассивированием. После этого продукт выгружали из печи, просеивали с использованием сита на 60 меш и осуществляли магнитное разделение. Затем осуществляли процесс легирования

порошкообразным магнием в количестве 1,5% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 900°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим уменьшением температуры и охлаждением и пассивированием. После этого продукт выгружали из печи и после проведения травления и удаления примесей с использованием технологических методов из уровня техники еще раз помещали в печь для термической обработки, после чего температуру выдерживали на уровне 1430°C на протяжении 60 минут и осуществляли охлаждение и пассивирование, затем выгрузку из печи, просеивание с использованием сита на 60 меш и магнитное разделение.

После этого проводили легирование порошкообразным магнием в количестве 1,3% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 900°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим уменьшением температуры и охлаждением до 450°C. Затем атмосферу заменяли вакуумом и проводили заполнение высокочистым азотом вплоть до достижения избыточного давления (+0,01 МПа), после чего температуру выдерживали на протяжении 60 минут и проводили охлаждение и пассивирование, выгрузку из печи и травление и удаление примесей с использованием технологических методов из уровня техники для получения конечного продукта. Химические примеси и физические свойства конечного продукта приведены в таблице 2.

Для вышеупомянутого порошка проводили детектирование электротехнических свойств с использованием тех же самых условий, что и в примере 1. Измеренные электротехнические свойства образца приведены в таблице 3.

Пример 2

Использовали тот же самый материал исходного сырья, что и в примере 1. Его параметры, полученные в результате испытания, приведены в таблице 1. После агломерирующей обработки материал исходного сырья переводили в печь для термической обработки, температуру выдерживали на уровне 1400°C на протяжении 60 минут с последующим охлаждением и пассивированием, затем выгрузкой из печи, просеиванием с использованием сита на 60 меш и магнитным разделением. Вслед за этим добавляли гексафторфосфат аммония в количестве 70 ч./млн. в расчете на количество элементарного фосфора и при равномерном перемешивании легировали порошкообразным магнием в количестве 2,0% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 880°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа со следующими далее уменьшением температуры и охлаждением до 350°C, после этого атмосферу заменяли вакуумом и проводили заполнение высокочистым азотом вплоть до достижения избыточного давления (+0,01 МПа). Затем температуру выдерживали на протяжении 60 минут и проводили охлаждение и пассивирование, выгрузку из печи и после проведения травления и удаления примесей с использованием технологических методов из уровня техники продукт еще раз переводили в печь для термической обработки, температуру выдерживали на уровне 1400°C на протяжении 60 минут и осуществляли охлаждение и пассивирование, выгрузку из печи, просеивание с использованием сита на 60 меш и магнитное разделение.

Вслед за этим осуществляли легирование порошкообразным магнием в количестве 1,8% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 880°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим охлаждением и пассивированием, выгрузкой из печи и проведением травления и удаления примесей с использованием технологических методов уровня

техники для получения конечного продукта. Химические примеси и физические свойства конечного продукта приведены в таблице 2.

Вышеупомянутый порошкообразный образец прессовали и формовали в виде прессовки, которая характеризовалась плотностью 5,0 г/см^3 и массой порошковой сердцевины 0,20 г. Прессовку спекали в вакуумной печи при 10^{-3} Па и 1700°C на протяжении 15 минут для получения спеченной прессовки. На спеченную прессовку подавали напряжение 140 В в 0,01%-ном растворе фосфорной кислоты. Емкость и потери спеченной прессовки измеряли при частоте испытания в диапазоне 5000-30000 Гц. Измеренные электротехнические свойства образца приведены в таблице 3.

Сравнительный пример 2

Использовали тот же самый материал исходного сырья, что и в примере 2. После агломерирующей обработки материал исходного сырья переводили в печь для термической обработки, температуру выдерживали на уровне 1400°C на протяжении 60 минут с последующим охлаждением и пассивированием, выгрузкой из печи, просеиванием с использованием сита на 60 меш и магнитным разделением. Затем при равномерном перемешивании осуществляли легирование порошкообразным магнием в количестве 2,0% в расчете на массу порошкообразного тантала и температуру увеличивали до 880°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим уменьшением температуры, охлаждением и пассивированием. Затем продукт выгружали из печи и после проведения травления и удаления примесей с использованием технологических методов из уровня техники продукт еще раз переводили в печь для термической обработки, после чего температуру выдерживали на уровне 1400°C на протяжении 60 минут и осуществляли охлаждение и пассивирование. Затем продукт выгружали из печи, просеивали с использованием сита на 60 меш и осуществляли магнитное разделение.

После этого осуществляли легирование порошкообразным магнием в количестве 1,8% в расчете на массу порошкообразного тантала и добавляли гексафторфосфат аммония в количестве 70 ч./млн. в расчете на количество элементарного фосфора, температуру увеличивали до 880°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим уменьшением температуры и охлаждением до 350°C. после этого атмосферу заменяли вакуумом и проводили заполнение высокочистым азотом вплоть до достижения избыточного давления, такого как +0,01 МПа, после чего температуру выдерживали на протяжении 60 минут и проводили охлаждение и пассивирование, выгрузку из печи и травление и удаление примесей с использованием технологических методов из уровня техники для получения конечного продукта. Химические примеси и физические свойства конечного продукта приведены в таблице 2.

Для вышеупомянутого порошка проводили детектирование электротехнических свойств с использованием тех же самых условий, что и в примере 2. Измеренные электротехнические свойства образца приведены в таблице 3.

Пример 3

Хлопьевидный порошкообразный тантал, полученный с использованием технологических методов из уровня техники, использовали в качестве материала исходного сырья 2. Его свойства показаны в таблице 1. Отбирали 5 кг материала исходного сырья 2 и добавляли дигидрофосфат аммония в количестве 80 ч./млн. в расчете на количество элементарного фосфора. После равномерного перемешивания и проведения агломерирующей обработки смеси смесь переводили в печь для термической обработки, температуру выдерживали на уровне 1380°C на протяжении

60 минут с последующим охлаждением и пассивированием, выгрузкой из печи, просеиванием с использованием сита на 60 меш и магнитным разделением. Вслед за этим осуществляли легирование порошкообразным магнием в количестве 2,5% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 800°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим уменьшением температуры и охлаждением до 320°C. После этого атмосферу заменяли вакуумом и проводили заполнение высокочистым азотом вплоть до достижения избыточного давления (+ 0,01 МПа). Затем температуру выдерживали на протяжении 60 минут и проводили охлаждение и пассивирование. Вслед за эти продукт выгружали из печи и осуществляли травление и удаление примесей с использованием технологических процессов из уровня техники. Продукт еще раз переводили в печь для термической обработки, температуру выдерживали на уровне 1450°C на протяжении 60 минут и осуществляли охлаждение и пассивирование, а затем выгрузку из печи, просеивание с использованием сита на 60 меш и магнитное разделение.

После этого осуществляли легирование порошкообразным магнием в количестве 2,0% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 860°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим охлаждением и пассивированием. Затем продукт выгружали из печи и осуществляли травление и удаление примесей с использованием технологических методов из уровня техники для получения конечного продукта. Химические примеси и физические свойства конечного продукта приведены в таблице 2.

Вышеупомянутый порошкообразный образец прессовали и формовали в виде прессовки, которая характеризовалась плотностью 5,0 г/см^3 и массой порошковой сердцевины 0,15 г. Прессовку спекали при 1500°C на протяжении 20 минут для получения спеченной прессовки. На спеченную прессовку подавали напряжение 140 В в 0,01%-ном растворе фосфорной кислоты. Емкость и потери спеченной прессовки измеряли при частоте испытания в диапазоне 5000-30000 Гц. Измеренные электротехнические свойства образца приведены в таблице 3.

Сравнительный пример 3

Материал исходного сырья являлся тем же, что и в примере 3. Отбирали 5 кг материала исходного сырья и добавляли дигидрофосфат аммония в количестве 80 ч./млн. в расчете на количество элементарного фосфора. После равномерного перемешивания и проведения агломерирующей обработки смеси смесь переводили в печь для термической обработки, температуру выдерживали на уровне 1380°C на протяжении 60 минут с последующим охлаждением и пассивированием. После этого продукт выгружали из печи, просеивали с использованием сита на 60 меш и осуществляли магнитное разделение. Вслед за этим осуществляли легирование порошкообразным магнием в количестве 2,5% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 860°C и температуру выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим уменьшением температуры, охлаждением и пассивированием. Затем продукт выгружали из печи и после проведения травления и удаления примесей с использованием технологических методов из уровня техники еще раз помещали в печь для термической обработки. Температуру выдерживали на уровне 1450°C на протяжении 60 минут и осуществляли охлаждение и пассивирование с последующей выгрузкой из печи, просеиванием с использованием сита на 60 меш и магнитным разделением.

Вслед за этим осуществляли легирование порошкообразным магнием в количестве 2,0% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 860°C

и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим уменьшением температуры и охлаждением до 320°C. После этого атмосферу заменяли вакуумом и проводили заполнение высокочистым азотом вплоть до достижения избыточного давления, такого как +0,01 МПа, после чего температуру выдерживали на протяжении 60 минут и проводили охлаждение и пассивирование. Затем продукт выгружали из печи и осуществляли травление и удаление примесей с использованием технологических методов из уровня техники для получения конечного продукта. Химические примеси и физические свойства конечного продукта приведены в таблице 2.

Для вышеупомянутого порошка проводили детектирование электротехнических свойств с использованием тех же условий, что и в примере 3. Измеренные электротехнические свойства образца приведены в таблице 3.

Пример 4

Хлопьевидный порошкообразный тантал, полученный с использованием технологических методов из уровня техники, использовали в качестве материала исходного сырья 3. Его свойства приведены в таблице 1. Отбирали 5 кг материала исходного сырья 3 и добавляли борную кислоту в количестве 40 ч./млн. в расчете на количество элементарного бора, после равномерного перемешивания и проведения агломерирующей обработки смеси смесь переводили в печь для термической обработки, температуру выдерживали на уровне 1520°C на протяжении 60 минут с последующим охлаждением и пассивированием. Затем продукт выгружали из печи, просеивали с использованием сита на 60 меш и осуществляли магнитное разделение. Вслед за этим осуществляли легирование порошкообразным магнием в количестве 1,5% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 920°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа с последующим уменьшением температуры и охлаждением до 420°C, после этого атмосферу заменяли вакуумом и проводили заполнение высокочистым азотом вплоть до достижения избыточного давления (+0,01 МПа), после чего температуру выдерживали на протяжении 60 минут с последующим охлаждением и пассивированием. Затем продукт выгружали из печи и после проведения травления и удаления примесей с использованием технологических методов из уровня техники все еще раз помещали в печь для термической обработки. Температуру выдерживали на уровне 1520°C на протяжении 60 минут и затем осуществляли охлаждение и пассивирование, выгрузку продукта из печи, просеивание с использованием сита на 60 меш и магнитное разделение. Химические примеси и физические свойства конечного продукта приведены в таблице 2.

Вышеупомянутый порошкообразный образец прессовали и формовали в виде прессовки, которая характеризовалась плотностью 6,0 г/см^3 и массой порошковой сердцевины 3 г. На спеченную прессовку, которую получали в результате спекания при 1700°C на протяжении 30 минут, подавали напряжение 150 В в 0,01%-ном растворе фосфорной кислоты. Емкость и потери спеченной прессовки измеряли при частоте испытания в диапазоне 5000-30000 Гц. Измеренные электротехнические свойства образца приведены в таблице 3.

Сравнительный пример 4

Материал исходного сырья являлся тем же самым, что и соответствующий материал, использованный в примере 4. Отбирали 5 кг материала исходного сырья и добавляли борную кислоту в количестве 40 ч./млн. в расчете на количество элементарного бора, после равномерного перемешивания и проведения агломерирующей обработки смеси смесь переводили в печь для термической обработки, температуру выдерживали на

уровне 1520°C на протяжении 60 минут с последующим охлаждением и пассивированием. После этого продукт выгружали из печи, просеивали с использованием сита на 60 меш и осуществляли магнитное разделение. Вслед за этим осуществляли легирование порошкообразным магнием в количестве 1,5% в расчете на массу порошкообразного тантала, температуру увеличивали до 920°C и выдерживали на протяжении 4 часов под защитой атмосферы инертного газа, после этого температуру уменьшали.

Вслед за этим температуру увеличивали до 450°C под защитой атмосферы инертного газа, затем атмосферу заменяли вакуумом и проводили заполнение высокочистым азотом вплоть до достижения избыточного давления (+0,01 МПа), затем температуру выдерживали на протяжении 60 минут с последующим охлаждением и пассивированием, выгрузкой из печи для получения конечного продукта. Химические примеси и физические свойства конечного продукта приведены в таблице 2.

Для вышеупомянутого порошка проводили детектирование электротехнических свойств с использованием тех же самых условий, что и в примере 4. Измеренные электротехнические свойства образца приведены в таблице 3.

Таблица 1. Уровни содержания основных примесей и физические свойства материалов исходного сырья, использующихся в настоящем изобретении

	O, ч./млн.	N, ч./млн.	Fe, ч./млн.	Fsss (мкм)	SBD (г/см^3)
Материал исходного сырья 1	6020	120	20	0,65	1,00
Материал исходного сырья 2	8910	110	19	0,48	0,91
Материал исходного сырья 3	3520	80	18	0,90	1,08

Таблица 2. Уровни содержания основных примесей и физические свойства образцов из примеров и сравнительных примеров настоящего изобретения

	O, ч./млн.	N, ч./млн.	Fe, ч./млн.	B, ч./млн.	P, ч./млн.	Fsss (мкм)	SBD (г/см^3)
Пример 1	2020	1400	26	35	20	2,65	1,72
Сравнительный пример 1	1940	1580	25	32	22	2,70	1,69
Пример 2	1820	780	23	--	58	2,36	1,68
Сравнительный пример 2	1990	1040	25	--	62	2,47	1,76
Пример 3	2490	770	23	--	72	2,85	1,78
Сравнительный пример 3	2480	870	24	--	71	2,38	1,68
Пример 4	1530	570	29	28	10	4,59	1,87
Сравнительный пример 4	1770	520	27	24	10	4,53	1,90

Таблица 3. Основные электротехнические свойства образцов из примеров и сравнительных примеров настоящего изобретения в высокочастотном испытании

Условия испытания электротехнических свойств		Число К для тока утечки, мкА/мкФ-В	Емкость (CV), мкФ-В/г	Потери (tg δ),%	Напряжение пробоя (VB), В	Объемная усадка (SHV),%
5000 Гц	Пример 1	$2,2 \times 10^{-4}$	16407	98,8	175	7,1
	Сравнительный пример 1	$3,8 \times 10^{-4}$	13947	97,3	170	11,9
20000 Гц	Пример 1	$3,3 \times 10^{-4}$	11110	200,4	175	7,1
	Сравнительный пример 1	$5,9 \times 10^{-4}$	9060	191,2	170	11,9
8000 Гц	Пример 2	$1,5 \times 10^{-4}$	12236	90,5	210	14,8
	Сравнительный пример 2	2×10^{-4}	10127	88	210	17,6

25000 Гц	Пример 2	$2,3 \times 10^{-4}$	7784	174,4	210	14,8
	Сравнительный пример 2	$3,2 \times 10^{-4}$	6337	157,2	214	17,6
5000 Гц	Пример 3	$4,0 \times 10^{-4}$	21483	85,2	205	16,9
	Сравнительный пример 3	$4,5 \times 10^{-4}$	17757	90,3	205	20,7
15000 Гц	Пример 3	$5,8 \times 10^{-4}$	14054	196,0	205	16,9
	Сравнительный пример 3	$6,0 \times 10^{-4}$	12972	200,9	205	20,7
5000 Гц	Пример 4	$1,5 \times 10^{-4}$	8158	71,0	269	14,1
	Сравнительный пример 4	$1,8 \times 10^{-4}$	6154	72,4	266	17,7
30000 Гц	Пример 4	$1,9 \times 10^{-4}$	4967	418	269	14,1
	Сравнительный пример 4	$2,0 \times 10^{-4}$	4419	430	266	17,7

Как это видно из значений в таблице, ток утечки образцов в примерах значительно уменьшается по сравнению с соответствующими характеристиками в сравнительных примерах. Например, ток утечки уменьшается по меньшей мере на 10%, а емкость значительно увеличивается, например на 5% или более. Это означает большое преимущество для порошкообразного тантала с высокочастотными характеристиками, и является неожиданным.

Как можно заметить из данных в таблицах 2 и 3, порошкообразные танталы, полученные в примерах, характеризуются маленьким соотношением плотностей до и после спекания. Избыточная усадка, обусловленная спеканием, ингибируется таким образом, что емкость в условиях высокочастотного испытания является высокой, а ток утечки является относительно маленьким. В то же время для порошкообразного тантала, полученного в сравнительных примерах, вследствие непроведения для него высокотемпературной обработки после легирования азотом, усадка, обусловленная спеканием, оказывается большой, так что емкость в условиях высокочастотного испытания относительно невелика, а ток утечки является относительно большим.

(57) Формула изобретения

1. Способ получения хлопьевидного порошкообразного тантала для использования в высокочастотном конденсаторе, включающий следующие стадии:

1) проводят первую термическую обработку хлопьевидного порошкообразного тантала при температуре в диапазоне 1200-1600°C;

2) проводят первое раскисление порошкообразного тантала, подвергнутого первой термической обработке, при температуре в диапазоне 700-1000°C;

3) проводят низкотемпературное азотирование порошкообразного тантала, подвергнутого первому раскислению; и

4) проводят вторую термическую обработку порошкообразного тантала, подвергнутого низкотемпературному азотированию, при температуре 1200-1600°C.

2. Способ по п. 1, в котором после стадии 4) дополнительно проводят второе раскисление порошкообразного тантала, подвергнутого второй термической обработке, после чего необязательно осуществляют травление, промывку водой, сушку и просеивание в целях получения готового хлопьевидного порошкообразного тантала.

3. Способ по п. 1 или 2, в котором хлопьевидный порошкообразный тантал на стадии 1) получают путем проведения для порошкообразного тантала, полученного в результате восстановления фтортанталата калия с использованием натрия, размалывания в шаровой мельнице, например, размалывания в вибрационной мельнице или размалывания в перемешивающей шаровой мельнице, и травления и удаления

примесей.

4. Способ по любому из пп. 1-3, в котором первое раскисление на стадии 2) включает выдерживание температуры в диапазоне от 800 до 1000°C, предпочтительно от 750 до 980°C, от 750 до 900°C или от 850 до 950°C, на протяжении 3-6 часов, предпочтительно 3-5 часов или 4-6 часов.

5. Способ по любому из пп. 1-4, в котором низкотемпературное азотирование на стадии 3) начинают во время технологического процесса уменьшения температуры после первой раскисляющей обработки на стадии 2), в частности при уменьшении температуры до 500°C или менее, например, при температуре в диапазоне от 500 до 240°C, или низкотемпературное азотирование на стадии 3) начинают путем повторного нагрева после уменьшения температуры после раскисляющей обработки на стадии 2) до комнатной температуры.

6. Хлопьевидный порошкообразный тантал для использования в высокочастотном конденсаторе, полученный способом по любому из пп. 1-5, содержащий азот в количестве в диапазоне от 300 до 1800 ч./млн.

7. Хлопьевидный порошкообразный тантал по п. 6, который дополнительно содержит фосфор и/или бор.

8. Хлопьевидный порошкообразный тантал по п. 6 или 7, содержащий азот в количестве в диапазоне от 400 до 1600 ч./млн., предпочтительно от 500 до 1500 ч./млн., наиболее предпочтительно от 700 до 1300 ч./млн.

9. Хлопьевидный порошкообразный тантал по любому из пп. 6-8, отличающийся тем, что анод электролитического конденсатора, полученный из данного порошка, имеет емкость в диапазоне приблизительно от 3000 до 30000 мкФ-В/г в условиях подаваемого напряжения в диапазоне 100-250 В и при частоте испытания в диапазоне 5000-30000 Гц.

10. Хлопьевидный порошкообразный тантал по любому из пп. 7-9, отличающийся тем, что порошкообразный тантал содержит бор в количестве в диапазоне 1-80 ч./млн., предпочтительно 10-65 ч./млн., более предпочтительно 20-50 ч./млн.

11. Хлопьевидный порошкообразный тантал по любому из пп. 6-10, в котором порошкообразный тантал характеризуется уровнем содержания кислорода в диапазоне от 800 до 3000 ч./млн.

12. Хлопьевидный порошкообразный тантал по любому из пп. 7-11, в котором порошкообразный тантал характеризуется уровнем содержания фосфора в диапазоне от 10 до 100 ч./млн.

13. Хлопьевидный порошкообразный тантал по любому из пп. 6-12, в котором насыпная плотность порошка по Скотту находится в диапазоне от 1,4 до 2,0 г/см^3, предпочтительно от 1,55 до 1,9 г/см^3.