



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 210 463** ⁽¹³⁾ **C2**

(51) МПК⁷ **B 22 F 9/04**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 98121324/02, 25.04.1997
(24) Дата начала действия патента: 25.04.1997
(30) Приоритет: 25.04.1996 US 08/638,922
(43) Дата публикации заявки: 10.10.2000
(46) Дата публикации: 20.08.2003
(56) Ссылки: US 4940490, 10.07.1990. SU 1785821 A1, 07.01.1993. US 4740238, 26.04.1988. US 5234491, 10.08.1993. US 5261942, 16.11.1993. US 4968481, 06.11.1990. US 4231790, 04.11.1980. US 4067736, 10.01.1978. DE 3840361 A1, 08.06.1989.
(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу: 25.11.1998
(86) Заявка РСТ: US 97/07009 (25.04.1997)
(87) Публикация РСТ: WO 97/40199 (30.10.1997)
(98) Адрес для переписки: 129010, Москва, ул. Б. Спасская, 25, стр.3, ООО "Юридическая фирма Городисский и Партнеры", пат.пов. Ю.Д.Кузнецову, рег.№ 595

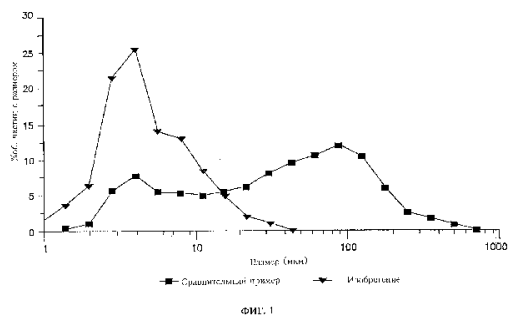
(71) Заявитель: КАБОТ КОРПОРЕЙШН (US)
(72) Изобретатель: ПАТХАР Вайрен М. (US), РАО Бхамидипати К. Д. П. (US), ФАЙФ Джеймс Аллен (US), ЧАНГ Хонгджу (US), СТИЛ Роджер В. (US), РАЧ Ли М. (US)
(73) Патентообладатель: КАБОТ КОРПОРЕЙШН (US)
(74) Патентный поверенный: Кузнецов Юрий Дмитриевич

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКА МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ТАНТАЛА С КОНТРОЛИРУЕМЫМ РАСПРЕДЕЛЕНИЕМ РАЗМЕРОВ И ПРОДУКТЫ, ПОЛУЧАЕМЫЕ ИЗ НЕГО

(57) Изобретение относится к способу получения порошков металлического тантала и к порошкам, полученным этим способом. Способ получения порошка тантала включает получение химически восстановленного порошка, имеющего агломераты, состоящие из отдельных частиц, измельчение агломератов между стадией восстановления и стадией термообработки, которое продолжают до тех пор, пока измельченный продукт будет иметь такое распределение измельченных агломератов по размерам, при котором производство объемного среднего диаметра MV в микрометрах на удельную площадь поверхности по БЭТ в м²/г будет менее приблизительно 25. Полученные порошки после сортировки имеют отношение объемного веса по Скотту к удельной по БЭТ площади поверхности от приблизительно 20 до приблизительно 35. Предложены также

сортированные, термически обработанные порошки тантала, имеющие размеры частиц агломератов, у которых производство объемного среднего диаметра MV на удельную площадь поверхности по БЭТ находится в диапазоне от приблизительно 90 до приблизительно 250. Предложены также сортированные, термически обработанные и затем восстановленные порошки, у которых производство объемного среднего диаметра MV на удельную площадь поверхности по БЭТ находится в диапазоне от приблизительно 90 до приблизительно 250. Полученные порошки используются в изготовлении спеченных пористых тел, применяющихся в качестве электродов конденсатора, обеспечивается порошок тантала с увеличенной площадью поверхности, обладающий высокой текучестью и имеющий унимодальное и узкое распределение агломератов по размерам. 3 с. и 47 з.п. ф-лы, 8 табл., 16 ил.

RU 2210463 C2



RU 2210463 C2



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 210 463** ⁽¹³⁾ **C2**
 (51) Int. Cl.⁷ **B 22 F 9/04**

RUSSIAN AGENCY
 FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 98121324/02, 25.04.1997
 (24) Effective date for property rights: 25.04.1997
 (30) Priority: 25.04.1996 US 08/638,922
 (43) Application published: 10.10.2000
 (46) Date of publication: 20.08.2003
 (85) Commencement of national phase: 25.11.1998
 (86) PCT application:
 US 97/07009 (25.04.1997)
 (87) PCT publication:
 WO 97/40199 (30.10.1997)
 (98) Mail address:
 129010, Moskva, ul. B. Spasskaja, 25, str.3,
 OOO "Juridicheskaja firma Gorodisskij i
 Partnery", pat.pov. Ju.D.Kuznetsovu, reg.№ 595

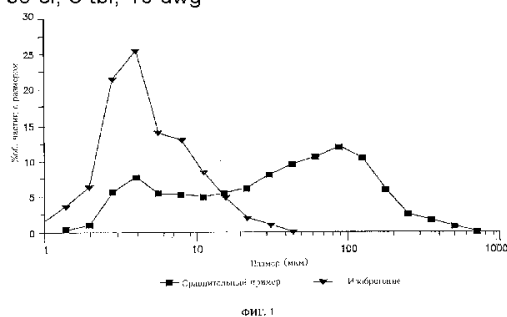
(71) Applicant:
KABOT KORPOREJShN (US)
 (72) Inventor: **PATKhAR Vajren M. (US),**
RAO Bkhamidipati K. D. P. (US), FAJF Dzhejms
Allen (US), ChANG Khongdzhu (US), STIL
Rodzher V. (US), RACH Li M. (US)
 (73) Proprietor:
KABOT KORPOREJShN (US)
 (74) Representative:
Kuznetsov Jurij Dmitrievich

(54) **METHOD OF PRODUCTION OF METAL TANTALUM POWDER WITH CONTROLLED DISTRIBUTION OF DIMENSIONS AND PRODUCTS MADE OF SAID POWDER**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy. SUBSTANCE: invention relates to method of production of metal tantalum powders and powders obtained using said method. Proposed method includes getting of chemically reduced powder containing agglomerates consisting of separate particles, grinding of agglomerates between stage of reduction and stage of thermal treatment which is continued until dimensions of ground product agglomerates is such that product of volumetric mean diameter MV in microns by specific area of surface to Brunauer, Emmett and Teller equation (BET) in sq. m/g is equal approximately to 25. Powders, thus obtained, after sorting out, have ratio of volume weight found by Scott method to specific area of surface to BET is approximately from 20 to 35. Sorted out thermally treated powders of tantalum with dimensions of agglomerates are provided in which product of volume mean diameter MV by specific area of surface to BET is within 90 and 250.

Sorted out thermally treated and reduced powders are provided also in which product of volume mean diameter MV by specific area of surface to BET is within 90 and 250. Said powders are used for production of sintered porous bodies used as electrodes of capacitors. EFFECT: production of tantalum powder with increased surface area featuring high fluidity, unimodal and close distribution of agglomerates in dimensions. 50 cl, 8 tbl, 16 dwg



RU 2 210 463 C2

RU 2 210 463 C2

Изобретение относится к способу сортировки по размерам порошков металлического тантала и к порошкам, полученным посредством этого способа. Более конкретно, изобретение относится к способу сортировки по размерам порошка тантала и порошку тантала, подходящему для использования в изготовлении спеченных пористых тел, применяющихся, например, в качестве электродов конденсатора.

Предшествующий уровень техники

Одним из многих применений порошка тантала является его использование для получения электродов конденсатора.

Танталовые электроды конденсатора, в частности, дают основной вклад в минимизацию электронных схем. Такие электроды конденсатора обычно изготавливают прессованием агломерированного порошка до менее чем половины от истинной плотности металла с проволочным выводом электрода для формирования гранулы, спеканием гранулы в печи до образования пористого тела (т.е. электрода), а затем пористое тело подвергают анодированию в электролите для получения непрерывного диэлектрического оксида на спеченном теле. Анодированное пористое тело затем пропитывают катодным веществом, соединяют с проволочным выводом катода и запечатывают.

Размер первичных частиц и размер агломератов (агломераты являются скоплениями частиц меньшего размера, чем первичные) и распределения размеров первичных частиц и размера агломератов являются важными факторами эффективности и действенности последующего процесса спекания, посредством которого из них получают пористые тела, и электрических характеристик функциональных продуктов, например, электролитические конденсаторы, в которые встраиваются такие пористые тела.

Попытки получить порошок металлического тантала, имеющего требуемые характеристики для изготовления электродов конденсатора и аналогичных продуктов, известные порошки ограничивались способами их получения. В настоящее время, например, порошки тантала обычно получают одним из двух способов: механическим способом или химическим способом. Механический способ включает в себя этапы плавления тантала электронным лучом до образования слитка, гидрирование слитка, размельчение гидрата, а затем дегидрирование, размельчение и тепловую обработку. Этот способ обычно дает порошок высокой чистоты, который используют в случаях применения конденсаторов, где требуется высокое напряжение или высокая надежность. Механический способ, однако, отличается высокой стоимостью. К тому же, порошки тантала, полученные механическим способом, обычно имеют малую площадь поверхности.

Другим обычно применяемым способом для получения порошка тантала является химический способ. Известны несколько химических способов получения порошков тантала, подходящих для использования в конденсаторах. В патенте США 4067736 и патенте США 4149876 подробно раскрывается способ химического получения,

включающий восстановление натрием фтортанталата калия K_2TaF_7 . Обзор типовых способов также приведен в разделе, посвященном уровню техники в описании к патенту США 4684399 и патенту США 5234491.

Порошки тантала, полученные химическими способами, подходят для использования в конденсаторах, так как они обычно имеют большие площади поверхности, чем порошки, полученные механическими способами. Химические способы обычно включают в себя химическое восстановление соединения тантала восстанавливающим агентом. Обычно восстанавливающие агенты включают в себя кислород и активные металлы, например натрий, калий, магний и кальций. Обычные соединения тантала включают в себя, но не ограничиваются ими, фтортанталат калия (K_2TaF_7), фтортанталат натрия (Na_2TaF_7), пентахлорид тантала ($TaCl_5$), пентафторид тантала (TaF_5) и их смеси. Наиболее преобладающим химическим способом является восстановление K_2TaF_7 жидким натрием.

Полученный химически восстановленный порошок далее называют "порошок основной партии", и он обычно содержит агломераты или скопления частиц тантала меньшего размера, чем первичные. Эти скопления далее называют "агломератами основной партии". Размеры первичных частиц таких агломератов основной партии обычно находятся в диапазоне от приблизительно 0.1 до приблизительно 5 мкм. Распределение размеров для агломератов основной партии обычного порошка тантала приведено на фиг.1 в качестве сравнительного примера. Распределение размеров для агломератов основной партии порошков основной партии является обычно полидисперсным и, по существу, бимодальным. Используемый термин "полидисперсный" означает широкое распределение в широком диапазоне значений, а "бимодальный" означает распределение с двумя типами (т. е. существуют два различных значения, которые встречаются заметно чаще, чем соседние значения).

Порошок основной партии обычно подвергают тепловой обработке, измельчают или дробят и восстанавливают, например, реакцией с магнием. Полученный продукт, иногда называемый "термически обработанный и восстановленный порошок" или "обработанный порошок", обычно включает в себя некоторое количество агломератов, которые могут быть названы "термически обработанными и восстановленными агломератами".

Продукты этого типа могут быть спрессованы и агломерированы для получения пористых тел, например анодов для конденсаторов. Электроды конденсатора, полученные из таких термически обработанных и восстановленных порошков тантала, однако, страдают от неоднородного спекания и переменных распределений пористости.

Способ, описанный выше, в целом иллюстрируется схематической диаграммой, изображенной на фиг.15.

Получившаяся площадь поверхности обработанного порошка тантала является

важным фактором в производстве конденсаторов. Зарядная способность (Кл•В) танталового (например) конденсатора (обычно измеряемая в микрофарадах-вольтах - мкФ•В) напрямую связана с общей площадью поверхности анода после агломерации и анодирования. Конденсаторы, имеющие большую площадь поверхности анодов, являются желательными, так как, чем больше площадь поверхности, тем больше зарядная способность конденсатора. Большая полезная площадь поверхности может быть достигнута, конечно, увеличением количества (в граммах) порошка в расчете на гранулу. Одним из способов достижения этого является прессование большего количества порошка тантала для образования пористой гранулы перед спеканием. Этот подход, однако, ограничен, так как существует предел количества порошка, который может быть упакован в заданный размер гранулы. Гранулы, спрессованные с большей, чем обычно, степенью сжатия, приводят к получению анода, имеющего плохое распределение пористости с закрытыми и неодинаковыми порами. Открытые одинаковые поры являются важными для этапов анодирования и пропитки гранулы для образования катода.

В качестве альтернативы увеличения количества порошка тантала, используемого для получения гранулы, усилия разработки направлены на поиск порошков тантала, имеющих большие удельные площади поверхности. Путем увеличения удельной площади поверхности этих порошков могут быть получены аноды с большей удельной площадью поверхности, имеющие большую электрическую емкость, в то же время с использованием меньшего количества порошка тантала. Эти значения большей емкости обычно измеряют в расчете на объем полученных гранул (т.е. Кл•В/см³). В результате, благодаря использованию порошков с большей площадью поверхности, размер конденсатора может быть уменьшен, и при этом достигнут тот же уровень емкости для заданного размера конденсатора. Альтернативно, большая емкость может быть достигнута для заданного размера конденсатора.

Различные способы обработки порошка тантала направлены на максимальное получение порошка с требуемым малым размером первичных частиц и, следовательно, увеличенной площадью поверхности. Например, патент США 4149876 касается способов контроля площади поверхности полученного порошка тантала в способе восстановления, в котором жидкий натрий добавляют в расплавленную ванну K₂TaF₇ и соли-разбавителя.

Эти различные способы обработки порошка тантала для получения порошка, имеющего увеличенную площадь поверхности, позволяют получить обработанный порошок тантала, имеющий распределение размеров, которое является широким и полидисперсным.

Задачей изобретения является создание способа получения порошка тантала путем измельчения порошка тантала, имеющего агломераты, содержащие более мелкие, чем первичные частицы, которые получают химическим восстановлением перед

термической обработкой, например термической агломерацией.

Эта задача решается за счет того, что способ получения порошка тантала включает в себя измельчение порошка тантала основной партии, имеющего агломераты основной партии, состоящие из отдельных частиц порошка, подвергание порошка основной партии деагломерации путем измельчения указанного порошка основной партии между стадией восстановления и стадией термообработки, при этом указанную деагломерацию продолжают до тех пор, пока деагломерированный продукт будет иметь такое распределение размеров частиц, что произведение объемного среднего диаметра MV в микрометрах на удельную площадь поверхности БЭТ в м²/г будет меньше чем приблизительно 25.

Согласно предпочтительным формам выполнения способа получают порошок тантала, при этом измельчение продолжают до тех пор, пока измельченный продукт будет иметь размеры измельченного агломерата от приблизительно 0,01 до приблизительно 20 мкм, а распределение размеров измельченного агломерированного продукта будет иметь значение D10 менее чем приблизительно 1,5 мкм.

Предпочтительным является, если измельчение продолжают до тех пор, пока распределение размеров измельченного и агломерированного продукта будет иметь значение D90 менее чем приблизительно 50 мкм или значение D10 менее чем приблизительно 2,5, а значение D90 менее чем приблизительно 50 мкм.

При этом целесообразно, чтобы распределение размеров измельченного агломерата было преимущественно унимодальным, а средний размер измельченного агломерата составлял до приблизительно 10 мкм.

Согласно предпочтительным формам выполнения способа измельчение выполняют смешиванием порошка тантала с жидкостью и перемалывают порошок тантала и жидкую смесь, используя устройство для смешивания посредством высокоскоростного резания, причем указанная жидкость может содержать воду.

Измельчение можно выполнять с использованием устройства для измельчения ударом, а перед измельчением дополнительно осуществлять реакцию порошка тантала с водородом.

Кроме того, операцию измельчения выполняют с использованием устройства шарового измельчения, а перед операцией измельчения дополнительно осуществляют реакцию порошка тантала с водородом.

Кроме того, операцию измельчения выполняют с использованием устройства для ультразвукового измельчения и при этом получают порошок тантала, причем перед операцией измельчения дополнительно осуществляют реакцию порошка тантала с водородом.

Согласно еще одному предпочтительному выполнению порошок тантала основной партии сначала получают восстановлением соли тантала восстанавливающим агентом, при этом способ дополнительно включает в себя после операции измельчения тепловую обработку, восстановление, выщелачивание и

сушку измельченного порошка, причем соль тантала содержит K_2TaF_7 ; восстанавливающий агент выбирают из группы, состоящей из натрия, калия, магния, кальция и водорода.

После измельчения дополнительно проводят тепловую обработку отсортированного порошка тантала для получения термически обработанного порошка тантала, имеющего термически обработанные агломераты, а после термической обработки дополнительно проводят восстановление термически обработанного порошка тантала для образования термически обработанного и восстановленного агломерированного порошка, имеющего термически обработанные и восстановленные агломераты; причем термическую обработку выполняют при температуре от приблизительно $800^\circ C$ до приблизительно $1600^\circ C$; осуществляют просеивание термически обработанного и восстановленного порошка тантала для получения порошка тантала, имеющего преимущественно унимодальное распределение размеров термически обработанных и восстановленных агломератов.

Согласно целесообразным формам выполнения унимодальное распределение размеров агломератов изменяют в пределах от приблизительно 30 до приблизительно 500 мкм;

термически обработанный и восстановленный агломерированный порошок имеет распределение размеров со средним размером агломерата приблизительно от 150 до приблизительно 250 мкм;

полученный порошок тантала используют в форме спеченного продукта для получения металлического анода с выводом электрода.

Вышеупомянутая задача решается также за счет получения измельченного порошка тантала основной партии в виде узелков, имеющих измельченные частицы агломерата, в котором произведение объемного среднего диаметра MV в микрометрах на удельную поверхность БЭТ в m^2/g ниже чем приблизительно 25;

измельченный порошок тантала используют в форме спеченного продукта для получения металлического анода с выводом электрода;

порошок тантала имеет распределение размеров измельченных агломератов со значением D10 менее чем приблизительно 2,5 мкм;

измельченный порошок тантала имеет распределение размеров измельченных агломератов со значением D910 менее чем приблизительно 20 мкм;

измельченный порошок тантала имеет распределение размеров измельченных агломератов со значением D10 менее чем приблизительно 2,5 мкм и значением D90 менее чем приблизительно 20 мкм.

Согласно еще одной предпочтительной форме выполнения термически обработанный порошок тантала основной партии получают в виде узелков, имеющий термически обработанные агломерированные частицы, у которых произведение объемного среднего диаметра термически обработанных агломератов MV в микрометрах на удельную

площадь поверхности БЭТ в m^2/g находится в диапазоне от приблизительно 90 до приблизительно 250, а БЭТ - больше чем приблизительно $0,7 m^2/g$.

5 При этом термически обработанный порошок тантала может иметь распределение размеров термически обработанных агломератов с значением D10, меньшим чем приблизительно 45, или иметь распределение размеров термически обработанных агломератов с значением D90, меньшим чем приблизительно 350 мкм;

10 иметь распределение размеров термически обработанных агломератов с значением D10, меньшим чем приблизительно 45 мкм, и значением D90, меньшим чем приблизительно 350 мкм;

15 или иметь термически обработанные и восстановленные агломерированные частицы, у которых произведение объемного среднего диаметра термически обработанных и восстановленных агломератов MV в микрометрах на удельную площадь поверхности БЭТ в m^2/g , находится в диапазоне от приблизительно 90 до приблизительно 250, а БЭТ - больше чем приблизительно $0,7 m^2/g$.

20 Такой порошок тантала может использоваться в форме спеченного продукта для изготовления металлического анода с выводом электрода.

Кроме того, термически обработанный и восстановленный порошок тантала может иметь распределение размеров термически обработанных и восстановленных агломератов со значением D10 меньше чем приблизительно 45;

30 или иметь распределение размеров термически обработанных и восстановленных агломератов с значением D90 меньше чем приблизительно 350 мкм;

35 или иметь распределение размеров термически обработанных и восстановленных агломератов с значением D10 меньше чем приблизительно 45 и значением D90 меньше чем приблизительно 350 мкм.

40 Является целесообразным, что измельченный порошок тантала основной партии имел измельченные агломерированные частицы, у которых

45 отношение объемного веса по Скотту в $g/dюйм^3$: площади поверхности БЭТ в m^2/g находится в диапазоне от приблизительно 20 до приблизительно 35, причем он может использоваться в форме спеченного продукта для изготовления металлического анода с выводом электрода.

50 Согласно следующей форме выполнения измельченный порошок тантала после термической обработки и восстановления имеет такой размер термически

55 обработанных и восстановленных частиц, что отношение объемного веса по Скотту в $g/dюйм^3$: площади поверхности БЭТ в m^2/g частиц агломерата находится в диапазоне от приблизительно 38 до приблизительно 50, (в g/cm^3 - диапазон 2,32 - 3,05), а БЭТ больше чем $0,86 m^2/g$.

60 Измельченный порошок тантала может использоваться в форме спеченного продукта для изготовления металлического анода с выводом электрода.

Согласно следующим предпочтительным формам выполнения измельченный порошок

тантала может быть термообработан и восстановлен с образованием частиц агломератов, где отношение скорости заполнения калибровочного штампа в мг/сек: площади поверхности БЭТ в м²/г частиц агломератов находится в диапазоне от приблизительно 66 до приблизительно 160 для порошков с БЭТ больше чем 0,86 м²/г;

он может использоваться в форме спеченного продукта для изготовления металлического анода с выводом электрода; порошок тантала может быть термообработан и восстановлен с образованием частиц агломератов, где отношение скорости заполнения калибровочного штампа в мг/сек: площади поверхности БЭТ в м²/г частиц агломератов после просеивания до + 500 меш (размера отверстия менее 0,0254 мм) находится в диапазоне от приблизительно 350 до приблизительно 700 для порошков с БЭТ больше чем 0,86 м²/г;

измельченный порошок тантала может использоваться в форме спеченного продукта для изготовления металлического анода с выводом электрода.

Является предпочтительным, чтобы термически обработанный порошок тантала основной партии, подготовленный для термической обработки и восстановления в конечный продукт порошка тантала, пригодный для изготовления конденсаторов, содержал измельченные частицы агломератов, имеющих преимущественно унимодальное распределение размеров агломератов до термической агломерации; причем измельченные агломераты имеют узкое распределение размеров агломератов, изменяющееся от приблизительно 0,01 до 20 мкм, измельченные агломераты имеют средний размер приблизительно 3-5 мкм.

Кроме того, термически обработанный порошок тантала основной партии для изготовления конденсаторов имеет:

a) преимущественно унимодальное распределение размеров агломератов,

b) узкое распределение размеров агломератов, изменяющееся в пределах от приблизительно 30 до приблизительно 500 мкм и

c) распределение размеров агломератов со средним размером агломератов приблизительно от 150 до приблизительно 250 мкм.

Способ включает операцию высокоскоростного измельчения порошка тантала основной партии, где указанное измельчение представляет собой стадию высокоскоростного измельчения между стадией восстановления и стадией термообработки для получения отсортированного порошка тантала, имеющего измельченные агломераты с таким распределением размеров, что производство объемного среднего размера MV в микрометрах на удельную площадь поверхности БЭТ в м²/г находится в диапазоне до приблизительно 25.

Способ согласно изобретению может иметь ограниченное распределение размеров частиц от формы частиц, включающей агломераты более мелких частиц, включающий стадию восстановления, стадию промывки водой, стадию кислотного выщелачивания и стадию сушки до указанной

стадии термообработки и дополнительно включает между указанными стадиями восстановления и термообработки термическую агломерацию указанного промежуточного продукта и дробление такого термически агломерированного промежуточного продукта;

a) восстановление может включать восстановление соли тантала восстанавливающим агентом для получения порошка тантала и после указанной стадии восстановления следует промывка водой, кислотное выщелачивание, сушка, указанная стадия термообработки, дробление, восстановление, выщелачивание, сушка и просеивание порошка тантала, где указанный порошок тантала подвергают деагломерации при помощи измельчения до указанной стадии термообработки.

Ниже изобретение поясняется более подробно в описании примеров выполнения совместно с сопроводительными чертежами.

На фиг.1 показано узкое, преимущественно унимодальное распределение размеров агломератов основной партии, достигнутое посредством измельчения порошков основной партии, согласно изобретению по сравнению с полидисперсным и преимущественным бимодальным распределением агломератов основной партии в порошках основной партии без измельчения;

фиг.2 изображает изменения распределения размеров основной партии согласно способу согласно изобретению как функции скорости вращения устройства Votrec измельчения по сравнению с полидисперсным распределением агломератов основной партии, не обработанных согласно изобретению;

фиг. 3 изображает изменения объемных весов по Скотту порошков основной партии, которые рассортированы в соответствии со способом согласно изобретению как функция скорости вращения устройства измельчения Vortec;

фиг. 4 изображает изменения в распределениях размеров термически обработанных и восстановленных агломератов обработанных порошков, достигнутые термической агломерацией и восстановлением отсортированных порошков основной партии, в соответствии со способом согласно изобретению по сравнению с распределениями размеров термически обработанных и восстановленных агломератов порошков, которые получены термической агломерацией и восстановлением порошков основной партии без сортировки;

фиг. 5 изображает изменения в распределении размеров агломератов обработанных порошков, которые были получены из порошков основной партии, отсортированных в соответствии со способом согласно изобретению, как функция температуры термической агломерации;

фиг. 6 изображает изменения в распределении размеров агломератов обработанных порошков, полученных термической агломерацией и восстановлением порошков основной партии, отсортированных способом согласно изобретению при 1250°C в течение 30 минут, изображенных на фиг.5 до и после спекания;

фиг. 7 сравнивает распределения размеров агломератов основной партии из порошков основной партии, которые были отсортированы согласно изобретению до и после термической агломерации и восстановления согласно изобретению;

фиг. 8 изображает профили прочности анодов, полученных с использованием порошков основной партии, которые отсортированы, термически агломерированы и восстановлены согласно изобретению;

фиг.9 изображает скорости засыпания калибровочного штампа порошков основной партии, которые отсортированы, термически агломерированы и восстановлены согласно изобретению;

фиг.10 изображает объемный вес по Скотту как функцию площади поверхности БЭТ для порошков основной партии, которые отсортированы, термически агломерированы и восстановлены согласно изобретению;

фиг. 11 изображает скорость засыпания калибровочного штампа как функцию удельной емкости для порошков основной партии, которые отсортированы, термически агломерированы и восстановлены согласно изобретению;

фиг. 12 изображает объемную эффективность как функцию плотности спеченного анода для порошков основной партии, которые отсортированы, термически агломерированы и восстановлены согласно изобретению, и порошков, полученных с использованием обычных способов;

фиг. 13 изображает микроснимок сканирующего электронного микроскопа порошка тантала основной партии без сортировки, что соответствует образцу ID# A2-B;

фиг. 14 изображает микроснимок сканирующего электронного микроскопа порошка тантала основной партии после сортировки в соответствии с изобретением, который соответствует образцу ID# A2-BD;

фиг.15 изображает схематическую диаграмму, иллюстрирующую обычный способ получения порошка тантала с большой площадью поверхности, подходящего для изготовления электродов конденсатора и других таких же изделий из химически восстановленного полученного порошка тантала основной партии, содержащего агломераты частиц тантала меньшего размера;

фиг. 16 изображает схематическую диаграмму, иллюстрирующую один вариант осуществления способа согласно изобретению.

Подробное описание изобретения

Диапазоны распределения размеров, описанные ниже, определяются как диапазоны между значениями D10 и D90 конкретных описанных порошков, в которых значения D10 и D90 определены как значения размеров, при которых 10 об.% и 90 об.% соответственно диаметров частиц/агломератов лежат ниже.

Последующие тестовые процедуры использованы в определении и оценке аналитических свойств и физических свойств порошков тантала, отсортированных в соответствии с изобретением. Определения площади поверхности порошка тантала были проведены с использованием азотного способа Браннауэра-Эммета-Теллера (БЭТ) с

применением Quantachrome Monosorb Surface Analyzer модели MS12. Чистоту порошка тантала определяли с использованием спектрографии с помощью известного способа, имеющего предел определения 5 частей на млн. (млн.⁻¹) для железа, никеля, хрома и молибдена.

Все описанные размеры частиц, за исключением Пробы ID# A2-BDR, были измерены посредством анализа Microtrac, с использованием анализатора Leeds & Northrup Microtrac II, модель 7998, без использования дисперсантов. Процедура содержит операции добавления деионизированной воды к тестовому резервуару, а затем проведение фонового считывания показаний. Подлежащий измерению порошок тантала добавляют к тестовому резервуару до тех пор, пока окно индикации загрузки анализатора не покажет концентрацию образца, равную 0.88 ± 0.02 (Т), в этот момент снимаются показания размеров частиц и немедленно сообщаются. Распределение размеров частиц для образца ID# A2-BDU измеряют с помощью Microtrac анализа, используя анализатор Leeds & Northrup Microtrac II, модель 7998, как описано выше, но с частицами, распределенными с применением ультразвуковых волн. Размеры частиц образца ID# A2-BDR были измерены с использованием Malvern Instruments MasterSizer X, вариант 1.2b.

Изобретение относится к сортировке порошков тантала, содержащих агломераты меньших частиц, для получения порошка тантала, имеющего распределение размеров агломератов с произведением объемного среднего диаметра на удельную площадь поверхности (MV•БЭТ), которое находится в диапазоне от приблизительно 90 до приблизительно 250. Отсортированные порошки тантала согласно изобретению особенно подходят для применения в конденсаторах. Предпочтительно отсортированные порошки, полученные в соответствии с изобретением, имеют распределение размеров агломератов, которое является узким, и более предпочтительно-унимодальным.

В одном варианте осуществления способ сортировки согласно изобретению содержит операцию выделения порошка основной партии, содержащего тантал, имеющего агломераты основной партии, и получение распределения размеров агломератов, которое является узким, в любой операции способа до (непосредственно или иначе) выполнения любой термообработки или операции спекания. Предпочтительно эту операцию выполняют посредством измельчения порошка тантала основной партии для получения подобного измельченному порошка, имеющего размер измельченного агломерата от приблизительно 0,01 до приблизительно 20 мкм со средним размером приблизительно 3-5 мкм. Эти размеры агломератов основной партии после измельчения можно видеть на фиг.14, которая является электронным микроснимком, взятым с увеличением 15000, порошка тантала основной партии согласно образцу ID# A2-BD. Для сравнения на фиг. 13 изображен микроснимок электронного сканирующего микроскопа при увеличении 15000 раз

порошка тантала основной партии, соответствующего образцу ID# A2-B, который не сортирован. На этих микроснимках можно видеть, что порошки, отсортированные способом согласно изобретению, имеют

намного меньше и более однородные размеры агломератов, которые содержат меньшее количество первичных частиц. На фиг. 1 изображено узкое и унимодальное распределение размера агломератов основной партии, достигаемое способом согласно изобретению с использованием высокоскоростного лабораторного смесителя Waring модели 31BL40 в качестве высокоскоростного режущего устройства для выполнения влажного измельчения. На фиг.2 изображено узкое распределение размеров агломератов основной партии, достигаемое способом согласно изобретению с использованием Vortec-устройства для дробления ударом с целью сухого измельчения. Эти распределения обеспечивают последующую термическую агломерацию (т.е. тепловую обработку) порошков и спекание скоплений, которое должно выполняться контролируемым образом. Согласно изобретению способы высокоскоростного измельчения являются наиболее предпочтительными, так как они дают порошки, имеющие распределение размеров, которые являются и узкими, и унимодальными, как показано на фиг.1. Эти высокоскоростные способы выполняют на устройствах, имеющих высокоскоростные лезвия, которые вращаются со скоростями, достаточными для создания механических и гидравлических усилий среза для разламывания металлургически связанных частиц. Обычно предельные используемые скорости составляют от приблизительно 91440 до приблизительно 121920 см/мин. При этом обнаружено, что способы измельчения ударом согласно изобретению также являются эффективными, хотя и менее предпочтительными, так как они дают порошки, имеющие распределение размеров, как показано на фиг.2, которое, хотя не полностью унимодально, еще является узким, с получением вышеуказанных преимуществ.

На фиг. 4 изображено распределение размеров агломератов обработанного порошка, полученное обычным способом (кривая "сравнительного примера"), и распределение размеров агломератов обработанного порошка, полученное из отсортированного порошка основной партии, согласно изобретению с использованием высокоскоростного режущего смесителя. Обычный способ приводит к полидисперсному распределению, в то время как способ согласно настоящему изобретению приводит к узкому распределению, имеющему тонкий "хвост", который составляет малый процент по объему от всего распределения. На фиг.7 изображены узкие распределения размеров агломератов основной партии, получающиеся из порошков основной партии, которые отсортированы согласно изобретению, и узкое, и унимодальное распределение размеров агломератов, получающихся из порошков основной партии, которые отсортированы, термически агломерированы и восстановлены согласно изобретению.

Как описано выше, чтобы достичь однородного спекания и сохранить максимальную площадь поверхности, металлические порошки, имеющие узкое распределение размеров агломератов, являются предпочтительными, причем узкие и унимодальные распределения являются наиболее предпочтительными. К тому же, так как изготовители конденсаторов прессуют и спекают эти порошки в гранулы меньшего размера, особенно важна контролируемость усадки и пористости. Обнаружено, что порошки, обработанные согласно изобретению, дают обработанные порошки, имеющие узкое, а более предпочтительно - узкое и унимодальное распределение размеров, что облегчает лучший контроль спекания, чем обычные порошки, имеющие полидисперсное распределение размеров. Унимодальное распределение размеров определяется как такие распределения размеров, которые имеют профили, аналогичные тем, например, что показаны для обработанных порошков согласно настоящему изобретению на фиг.4 и 5.

Так как усадка является функцией диаметра частицы, порошки с широким распределением размеров частиц обычно приводят к различным величинам усадки в аноде, что может привести к неоднородности большой степени и закрытым порам. Теоретически, так как порошки имеют узкие распределения размеров частиц, такая однородная усадка может привести к получению анодов, полученных из этих порошков. Таким образом, конденсаторы, полученные из порошков, изготовленных согласно изобретению, могут проявлять однородное распределение размеров пор по сравнению с конденсаторами, полученными с использованием обычных полидисперсных порошков тантала.

Способ измельчения согласно изобретению выполняют, подвергая порошок тантала, содержащий агломераты меньших частиц, высокоскоростной резке или напряжениям от удара во влажных или сухих условиях. Нижеследующие примеры иллюстрируют и влажные, и сухие способы измельчения согласно изобретению. Хотя предпочтительные металлические порошки, подлежащие сортировке, являются порошками тантала основной партии, полученными способом химического восстановления, предполагается, что другие порошки металлов, полученные другими способами, могут быть отсортированы способом, раскрытым ниже. Таким образом, изобретение не ограничивается конкретными примерами, приведенными ниже, а может быть использовано совместно с другими металлическими порошками, известными специалистам.

Порошки тантала основной партии, которые должны быть отсортированы в нижеследующих примерах, т. е. агломераты меньших частиц, полученные непосредственно химическим восстановлением, получают с использованием обычного способа восстановления натрием, как описано выше в общей части. Агломераты основной партии обычно попадают в два диапазона размеров первичных частиц, каждый имеющий полидисперсное, по существу, бимодальное

распределение размеров агломератов основной партии. Пять порошков основной партии, имеющие большие площади поверхности (обозначенные как партии A1, A2, A3, A4 и A5), готовят с распределением размеров агломератов основной партии в пределах от приблизительно 2 до приблизительно 132 мкм. Для определения влияния размеров первичных частиц в порошках основной партии также готовят шестой порошок основной партии (обозначенный B1), который имеет распределение размеров агломератов основной партии, изменяющееся в пределах от приблизительно 5 до приблизительно 95 мкм. Распределения размеров и данные плотности по Скотту для этих порошков основной партии приведены в таблице 2.

Хотя данные распределения размеров частиц и чертежи показаны с нижним пределом "1", настоящее изобретение не ограничивается этими пределами. Это происходит из-за неспособности анализатора Leeds & Northrup Microtrac II; модель 7998, измерять размеры, меньшие 1 мкм. Образец A2-BDR, измеренный с использованием Malvern Instruments MasterSizer X, вариант 1.2b (способный измерять ниже до 0.02 мкм) приводится в качестве примера, который иллюстрирует нижние пределы размеров, которые могут быть достигнуты изобретением. Порошки основной партии затем разделяются на партии образцов с измельчением, описанным ниже.

1. Способы влажного измельчения

A) Влажное измельчение с использованием лабораторного смесителя Waring

100 г образцов порошков основной партии A3 и A4 каждый смешивают с 500 мл холодной (т.е. комнатной температуры) деионизированной воды и измельчают в высокоскоростном лабораторном смесителе Waring, модель 31 BL40. Смеси порошка и воды измельчают при наибольшей скорости вращения (20000 об/мин) в течение 10 минут. Процесс повторяют до тех пор, пока не будет получено 22,68 кг сортированного порошка. Полученный измельченный порошок фильтруют, выщелачивают кислотой, промывают, сушат и разделяют на образцы, которые термически обрабатывают при различных температурах термической агломерации. Циклами термической обработки, используемой для образцов, взятых из партии A3 (образец ID# A3-BD) были: 1200°C в течение 60 минут (образец ID# A3-BDH1), 1250°C в течение 60 минут (образец ID# A3-BDH2) и 1350°C в течение 60 минут (образец ID# A3-BDH3). Образец из набора A4 (образец ID# A4-BD) обрабатывают при 1230°C в течение 60 минут (образец ID# A4-BDH1). Свойства порошков основной партии до и после термической обработки приведены в таблице 2 с производными параметрами, представленными в таблице 3.

B) Влажное измельчение с использованием лабораторного смесителя Ross Laboratory High-Shear Model 100 LC Mixer

2500 мл холодной деионизированной воды помещают в химический стакан емкостью 1 л из нержавеющей стали. Химический стакан из нержавеющей стали затем помещают в ледяную ванну и вращают ротор смесителя

Ross 100 LC со скоростью 500 об/мин. 1000 г каждого из порошков основной партии A1 и B1 медленно добавляют к деионизированной воде, в то же время перемешивая при 500 об/мин. Скорость смесителя увеличивают до наивысшего значения (10000 об/мин) и перемешивают в течение приблизительно 60 мин. Лед непрерывно добавляют для сохранения охлажденной ванны. Затем порошок фильтруют, выщелачивают смесью кислот (например, разбавленной царской водкой) для удаления каких-либо загрязнений и сушат.

Полученный измельченный порошок разделяют на образцы, которые термически обрабатывают при различных температурах термической агломерации. Циклами термической обработки, используемой для образцов, взятых из партии B1 (образец ID# B1-BD) были: 1400°C в течение 30 минут (образец ID# B1-BDH3) и 1500°C в течение 30 минут (образец ID# B1-BDH4). Образцы из набора A1 (образец ID# A1-BD) были термически обработаны при 1200°C в течение 30 минут (образец ID# A1-BDH1). Свойства порошков основной партии до и после термической обработки приведены в таблице 2 с производными параметрами, представленными в таблице 3.

C) Влажное измельчение с использованием Commercial Grade Ross Model 105 ME High-Shear Mixer

37,8 л (амер. или 45,4 л англ.) деионизированной воды помещают в контейнер с ротором миксера Ross 105 ME, вращающимся с 500 об/мин. 22,68 кг порошка основной партии A2 медленно добавляют к деионизированной воде, в то же время перемешивая с наивысшей скоростью (приблизительно 3000 об/мин, что соответствует скорости наконечника 1066,8 м/мин). Перемешивание продолжают в общей сложности приблизительно 90 мин, в это время воду сцеживают и порошок фильтруют. Порошок затем промывают смесью кислот для удаления каких-либо загрязнений.

Полученный измельченный порошок фильтруют, сушат и разделяют на образцы, которые затем обрабатывают при различных температурах термической агломерации. Циклами термической обработки, используемой для образцов, взятых из партии A2 (образец ID# A2-BD) были: 1250°C в течение 30 минут (образец ID# A2-BDH1) и 1350°C в течение 30 минут (образец ID# A2-BDH2). Свойства порошков основной партии до и после термической обработки приведены в таблице 2 с производными параметрами, представленными в таблице 3. Для порошка A2 основной партии распределение размеров частиц для образца ID# A2-BD было измерено с помощью стандартного Microtrac анализа, который измеряет рассеяние света лазера, проходящего через суспензию порошка в воде.

D) Измельчение в шаровой мельнице влажного порошка основной партии

Шаровую мельницу объемом 1 галлон (3,78 л амер. или 4,54 л англ.) наполовину заполняют шариками из нержавеющей стали диаметром 1,27 см. Затем добавляют 600 мл воды и 285 г порошка основной партии и получившийся порошок тантала промывают и фильтруют.

II. Способы сухого измельчения

Получают промытый водой, выщелаченный кислотой и высушенный порошок A5 основной партии, приготовленный обычным способом восстановления натрием. Выбирают порошок, имеющий высокую концентрацию водорода (предпочтительно более 1500 млн. ⁻¹, хотя могут быть использованы порошки, имеющие более низкие концентрации), так чтобы он был хрупким. Данные для этого исходного порошка основной партии приведены ниже в таблице 1. Порошок основной партии измельчают однопроходным Vortec измельчением в M1 мельнице с продуктом, собираемым циклонной системой извлечения. Партии по 2,268 кг порошка A5 основной партии обрабатывают каждую одной из следующих скоростей: 5000, 7500, 10000, 15000 и 20000 об/мин.

Данные плотности по Скотту, содержанию кислорода, D10, D50, D90 и объемному среднему диаметру (MV) Vortec измельченных образцов приведены в таблице 1.

Диапазоны распределения размеров для этих Vortec измельченных порошков приведены на фиг.2 с плотностями по Скотту, показанными на фиг.3.

Хотя способ согласно изобретению описан с использованием вышеприведенных различных способов измельчения, очевидно, что могут применяться и другие способы измельчения, например ультразвуковое дробление и дробление струей.

III. Восстановление измельченных и термически обработанных групп

Берут образцы каждого из измельченных и термически обработанных порошков основной партии из групп A1, A2, A3, A4 и B1 и подвергают обработке восстановлением магнием. В этой области небольшое количество порошка металлического магния (т.е. 1-2 вес.%) смешивают с термически обработанным порошком тантала. Смесь нагревают от приблизительно 800°C до приблизительно 1000°C для реакции с магнием и восстановления кислорода, содержащегося в обработанном порошке тантала. Затем порошок тантала выщелачивают и сушат. Данные, соответствующие этим порошкам на всех операциях получения (т.е. как для восстановленного порошка основной партии после сортировки, после термической обработки и после восстановления), приведены в таблице 2. Производные параметры приведены в таблице 3.

Идентификационные номера образцов в таблице содержат префикс, который относится к номеру порошка основной партии, и индекс, указывающий обработки, выполненные над порошком тантала. Идентификационные номера имеют следующую аббревиатуру:

V = порошок основной партии,

BD = отсортированный порошок основной партии,

BDH# = отсортированный порошок основной партии, термически обработанный (термическая обработка выполняется на всех последующих операциях обработки образцов);

BDH# M = порошок основной партии, который отсортирован, термически обработан и восстановлен;

BDH#MS = порошок основной партии, который отсортирован, термически обработан и восстановлен и просеян до размеров приблизительно 500 меш (размер отверстия 0,0254 мм);

5 BH#M = порошок основной партии, который отсортирован и восстановлен.

Таким образом, образец ID# A4-BDH1M является порошком основной партии из партии A4, который отсортирован, термически обработан при 1230°C в течение 60 мин и восстановлен.

10 Таблица 4 представляет свойства сравнительных образцов порошков тантала основной партии, которые не являются отсортированными. Эти образцы получают обычным способом восстановления натрием фтортанталата калия K_2TaF_7 , как описано выше. В таблице 5 указаны производные параметры этих сравнительных образцов, полученных обычным порошковым способом без измельчения.

20 Данные в таблицах 1,2,3,4 и 5 используют для подготовки графиков на фиг. 1-7, которые характеризуют порошки тантала, имеющие узкое распределение размеров агломератов на всех операциях получения.

25 Относительно порошков, подвергнутых измельчению посредством Vortec измельчения, анализ образцов показывает, что однопроходное Vortec измельчение уменьшает размер агломерата основной партии, в то же время увеличивая объемный вес по Скотту. Сравнение до и после Microtrac анализа приведено на фиг. 2, на которой показан сдвиг к меньшим размерам агломератов основной партии после измельчения при увеличении скорости вращения. В качестве особого примера сравнения Microtrac образца порошка основной партии без сортировки и образца порошка основной партии, отсортированного при 20000 об/мин, показывает пик распределения размеров приблизительно при 3 мкм с фактическим отсутствием частиц, больших 30 мкм после Vortec измельчения, в то время как основная группа без сортировки содержит значительное количество агломератов размером 100 мкм и более. Объемный вес по Скотту, достигнутый после Vortec измельчения, приведен на фиг.3.

35 Можно видеть, что Vortec измельчение позволяет измельчить большие агломераты основной партии порошков основной партии без ухудшения воздействия на химизм порошка. Дополнительные преимущества способа согласно изобретению и получающиеся порошки описаны ниже.

IV. Химическая чистота основной партии

40 Порошки тантала основной партии, полученные восстановлением K_2TaF_7 натрием в присутствии соли-растворителя, обычно имеют захваченные примеси, например Fe, Ni, Na^+ и K^+ . Эти примеси наносят вред электрической характеристике танталовых конденсаторов. Так как способ сортировки согласно изобретению разбивает большие агломераты основной партии, предполагается, что захваченные примеси освобождаются с получением высокочистых порошков тантала.

50 V. Повышение текучести обработанного порошка

Порошки, изготовленные с

использованием изобретения, характеризуются существенным повышением текучести из-за распределения размеров агломератов. На конечной операции порошки, полученные с использованием обычных способов, имеют полидисперсное распределение, как видно из фиг.4. Обработанные порошки, изготовленные с использованием изобретения, имеют преимущественно унимодальное, узкое распределение после сортировки, термической обработки и восстановления, как можно видеть на фиг.4. На фиг.5 изображено влияние изменения температур термической обработки на получение обработанных порошков согласно изобретению.

Текучесть обработанных (термически обработанных и восстановленных) порошков измеряют посредством теста заполнения калибровочного штампа. Этот тест очень близко имитирует условия, в которых изготовители конденсаторов используют танталовый порошок. Воронка, заполненная 40 г порошка тантала, проходит над 10 отверстиями диаметром 0,381 см, которые на 2,54 см удалены друг от друга в ряду, используя одинаковый проход в 2 секунды. Вес порошка, который заполняет 10 отверстий, измеряют после каждого прохода. Процесс продолжают до тех пор, пока воронка не опустеет. Вычисляют среднюю скорость в мг/сек с помощью регрессионного анализа. Для порошков высокой емкости скорость заполнения калибровочного штампа, равная 130-150 мг/сек, является предпочтительной, причем более предпочтительны более высокие скорости заполнения калибровочного штампа. В таблице 7 сравнивается скорость потока заполнения калибровочного штампа для порошков, изготовленных согласно изобретению и обычных порошков. Так как скорость заполнения калибровочного штампа зависит от удельного заряда порошка (она ниже для порошков с высоким удельным зарядом), порошки с аналогичными удельными зарядами сравниваются в таблице 6 и отражены на фиг.11. Скорости течения через калибровочный штамп также нанесены на график при переменных значениях БЭТ на фиг.9.

Для обычных порошков одним из способов повышения текучести является отсеивание мелких частиц. Такие усовершенствования являются лишь умеренными, как видно в таблице 6. При этом дается оценка влияния просеивания на порошки, полученные способом согласно изобретению. Обнаружено, что характеристика текучести измельченных порошков согласно изобретению может быть улучшена малой величиной сетки. В таблице 6 показано улучшение текучести, полученной просеиванием, при распределении размеров измельченных частиц. Тонкий "хвост" такого распределения может быть удален просеиванием при обеспечении унимодального и узкого распределения размеров частиц, как показано на фиг.6 при существенном повышении текучести.

Дополнительное преимущество заключается в выходе, который получают, когда просеивают обработанные порошки согласно изобретению. Как можно видеть из фиг. 4, на которой изображено распределение размеров непросеянных обработанных

порошков, так как обработанные порошки согласно изобретению имеют тонкий "хвост", содержащий малое объемное процентное содержание от всего распределения, в результате просеивания повышается выход пригодных порошков. Напротив, способ просеивания обычного обработанного порошка, имеющего полидисперсное распределение размеров, удаляет большое количество порошка при просеивании с таким же размером ячеек сетки. Кроме того, даже после просеивания обычного порошка с таким же размером ячеек сетки, распределение размеров оставшегося порошка еще не является таким узким, как распределение, полученное из просеянных порошков, согласно изобретению.

VI. Конденсаторы, содержащие порошки, изготовленные согласно изобретению

Удельный заряд порошка является важным аспектом порошка, который должен использоваться при изготовлении конденсаторов. Хотя удельный заряд обычно обозначают "Кл.В/см³" и выражают в единицах "мкФ-В/см³", специалисты отмечают, что может быть использовано обозначение "Кл.В/г", обычно применяемое изготовителями конденсаторов, причем это обозначение выражается в единицах "мкФ-В/г".

Для оценки характеристики порошков согласно изобретению аноды прямоугольного конденсатора (3.21.3.21.1.36 мм и 70 мг) получают прессованием порошка тантала, полученного согласно изобретению, в гранулы с проволочными электродами до плотности от 5 до 7 г/см³ неспеченного вещества и спеканием гранул при температуре от 1300 до 1500°C в течение 10 мин в вакууме для получения пористого спеченного тела, имеющего одинаковые открытые поры. Затем пористое тело анодируют посредством погружения тела в 0,1 об.% фосфорной кислоты с одновременным приложением напряжения 50-100 В. После анодирования, промывки и сушки аноды сначала тестируют на электрическую утечку. В качестве тестового раствора используют 10 об.% фосфорной кислоты. Аноды погружают в тестовый раствор до верха анода и прикладывают напряжение, равное 70% от напряжения конечного образования (т.е. 35 В, если его анодировали при 50 В), в течение 2 минут, после чего измеряют электрическую утечку. После завершения измерения электрической утечки измеряют удельный заряд на аноде, используя General Radio Capacitance Test Bridge типа 1611B. Конденсаторы, полученные из порошков согласно изобретению с использованием напряжения образования, равного 50 В, обычно изменяются от 20000 мкФ-В до 50000 мкФ-В.

Сравнительные образцы анодов конденсаторов получают тем же способом, используя сравнительные образцы из таблиц 4 и 5. Были оценены физические и электрические свойства конденсаторов, полученных с использованием обычных порошков и порошков согласно изобретению. На фиг.8 и 12 графически представлены эти данные, которые служат для дополнительного объяснения влияния сортировки порошков тантала. На фиг.8 изображено, что прочность

неспеченного вещества анодов должна быть 11,34 кг и выше при сжатии с плотностью в сжатом состоянии $6,0 \text{ г/см}^3$ или выше. Эта прочность неспеченного вещества подходит для изготовления конденсатора.

На фиг. 12 показано сравнение объемной эффективности анода, изготовленного из порошка согласно изобретению по сравнению с обычным порошком, имеющим аналогичный удельный заряд (Кл·В/г). Порошки согласно изобретению имеют более высокую объемную эффективность, чем обычные порошки. Представляется, что это является результатом уникальной комбинации высокого объемного веса и высокого удельного заряда порошков согласно изобретению. Распределение пористости порошков согласно изобретению при прессовании до плотности в сжатом состоянии $6,5 \text{ г/см}^3$ является таким же, как при прессовании обычных порошков, из которых приблизительно 45 об.% порошка просеивают с использованием сетки в 325 меш (размер отверстия 0,4 мм) при той же плотности в сжатом состоянии. Таким образом, достигаются более высокие значения объемной эффективности по сравнению с обычными порошками. Представляется, что обычные порошки без просеивания не могут быть сжаты до такой плотности. Обычные порошки прессуют только до плотностей $5-5,5 \text{ г/см}^3$.

VII. Более высокая объемная эффективность

Для порошков с высокой емкостью критическим параметром является заряд на единицу объема. Изготовители конденсаторов могут удовлетворить требования к зарядке, используя меньший размер, если изготовители конденсаторов предлагают порошки с высоким значением Кл·В/см³. Порошки, изготовленные согласно изобретению, имеют более высокий объемный вес ($1,25-3,44 \text{ г/см}^3$ или $20-55 \text{ г/дюйм}^3$), чем обычные порошки, имеющие аналогичные площади поверхности, изготовленные обычными способами ($1,25-1,6 \text{ г/см}^3$ или $20 - 25,6 \text{ г/дюйм}^3$) (См. фиг. 10 и 11). Следовательно, для аналогичных удельных площадей поверхности порошки, изготовленные согласно изобретению, могут быть спрессованы до более высоких плотностей при использовании той же степени сжатия. Если обычные порошки с малыми объемными весами и нерегулярными распределениями размеров сжимают до высокой плотности в неспеченном состоянии, то получают уменьшенные поры и, следовательно, площадь поверхности и емкость уменьшаются. Порошки согласно изобретению могут быть использованы с высокой плотностью в сжатом состоянии, например $6,5$ и $7,0 \text{ г/см}^3$, в то время как обычные порошки могут быть разумно использованы при $5-5,5 \text{ г/см}^3$.

Это улучшение электрической характеристики наилучшим образом показано на фиг. 12, из которой следует, что при сравнении удельного заряда порошки, полученные согласно изобретению, имеют более высокие значения Кл·В/см³, чем обычные порошки.

VIII. Данные об утечке

В таблице 7 показаны данные об

электрической утечке конденсаторов, изготовленных из порошков согласно изобретению. В таблице 8 изображены сравнительные данные по конденсаторам, полученным из обычных порошков, спеченных при 1400°C в течение 30 минут для образцов А6-ВНМ; 1425°C в течение 30 минут для образцов В8-ВНМ и 1450°C в течение 30 минут для образцов А8-ВНМ. При сравнении конденсаторов, имеющих аналогичные значения емкости, конденсаторы, полученные из порошков согласно изобретению, имеют аналогичные значения утечки, даже когда используются более низкие температуры спекания. Например, конденсатор, имеющий емкость $230,587 \text{ Кл}\cdot\text{В/см}^3$, полученный прессованием порошка образца ID# А3-ВДН2М согласно изобретению до плотности в спрессованном состоянии $5,0 \text{ г/см}^3$, спекающийся при 1250°C в течение 60 минут, а затем образующий диэлектрик, используя напряжения образования 50В, имеет утечку постоянного тока $8,81 \text{ мкА/г}$. Это сопоставимо с утечкой постоянного тока $8,34 \text{ мкА/г}$, полученной конденсатором, имеющим емкость $219,218 \text{ Кл}\cdot\text{В/см}^3$, полученным прессованием порошка образца ID# А6-ВНМ до плотности в спрессованном состоянии $5,0 \text{ г/см}^3$, спекающимся при 1400°C в течение 30 минут, а затем образующим диэлектрик, используя напряжения формирования 50 В.

В целом, как показано вышеприведенными примерами и показано на фиг.16, настоящее изобретение содержит способ изготовления из химически восстановленных порошков тантала основной партии мелко измельченной формы этого порошка с характеристиками, включающими размер частиц и распределение размеров частиц, посредством которого полученный порошок особенно хорошо подходит для изготовления спеченных пористых тел, например электродов конденсаторов с улучшенными характеристиками. Предполагается, что этот способ также должен быть полезен для достижения аналогичных усовершенствований по размеру конечных частиц и распределению размеров частиц любого металлического порошка, предварительно обработанная форма которого содержит агломераты меньших частиц. Это включает, например, обработанный порошок, идентифицируемый как "продукт", так же, как и агломерированный побочный продукт, идентифицируемый как "отходы" в обычном способе, иллюстрируемом на фиг.15.

По сравнению со способом, приведенным на фиг.16, другие альтернативные варианты осуществления охватывают аналогичные способы, в которых измельчение предшествует практически любой операции обработки прямо или косвенно.

Настоящее изобретение является особенно полезным для сортировки улучшенного порошка тантала, что особо описано выше. Хотя изобретение иллюстрировано и описано со ссылками на некоторые конкретные варианты выполнения, оно не ограничивается ими. Возможны различные модификации отдельных признаков в виде эквивалентов без изменения существа изобретения.

Формула изобретения:

1. Способ получения порошка тантала, включающий получение химически восстановленного порошка, имеющего агломераты, состоящие из отдельных частиц порошка, и термообработку, отличающийся тем, что между восстановлением и термообработкой проводят измельчение агломератов, которое продолжают до тех пор, пока измельченный продукт будет иметь такое распределение по размерам, при котором произведение объемного среднего диаметра MV в микрометрах на удельную площадь поверхности по БЭТ в m^2/g будет менее приблизительно 25.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что измельчение продолжают до тех пор, пока измельченный продукт будет иметь размеры измельченных агломератов от приблизительно 0,01 до приблизительно 20 мкм.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что измельчение продолжают до тех пор, пока 10% измельченных агломератов будут иметь диаметр менее приблизительно 1,5 мкм.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что измельчение продолжают до тех пор, пока 90% измельченных агломератов будут иметь диаметр менее приблизительно 50 мкм.

5. Способ по п. 1, отличающийся тем, что измельчение продолжают до тех пор, пока 10% измельченных агломератов будут иметь диаметр менее приблизительно 2,5 мкм и 90% измельченных агломератов будут иметь диаметр менее приблизительно 50 мкм.

6. Способ по п. 1, отличающийся тем, что измельченные агломераты имеют унимодальное распределение по размерам.

7. Способ по п. 1, отличающийся тем, что средний размер измельченных агломератов составляет приблизительно 10 мкм.

8. Способ по п. 1, отличающийся тем, что измельчение осуществляют смешиванием порошка тантала с жидкостью и полученную смесь измельчают с использованием устройства для высокоскоростного измельчения.

9. Способ по п. 8, отличающийся тем, что в качестве жидкости используют воду.

10. Способ по п. 1, отличающийся тем, что измельчение осуществляют с использованием устройства для измельчения ударом.

11. Способ по п. 10, отличающийся тем, что перед измельчением осуществляют реакцию порошка тантала с водородом.

12. Способ по п. 1, отличающийся тем, что измельчение осуществляют с использованием устройства шарового измельчения.

13. Способ по п. 12, отличающийся тем, что перед измельчением осуществляют реакцию порошка тантала с водородом.

14. Способ по п. 1, отличающийся тем, что измельчение осуществляют с использованием устройства для ультразвукового измельчения и перед операцией измельчения осуществляют реакцию порошка тантала с водородом.

15. Способ по п. 1, отличающийся тем, что химически восстановленный порошок получают восстановлением соли тантала восстанавливающим агентом, а после термообработки осуществляют восстановление, выщелачивание и сушку

порошка.

16. Способ по п. 15, отличающийся тем, что в качестве соли тантала используют K_2TaF_7 .

5 17. Способ по п. 16, отличающийся тем, что восстанавливающий агент выбирают из группы, состоящей из натрия, калия, магния, кальция и водорода.

10 18. Способ по п. 1, отличающийся тем, что термообработку проводят с получением термически обработанного порошка тантала, имеющего термически обработанные агломераты.

15 19. Способ по п. 18, отличающийся тем, что после термообработки осуществляют восстановление термически обработанного порошка тантала с получением термически обработанного и восстановленного агломерированного порошка, имеющего термически обработанные и восстановленные агломераты.

20 20. Способ по п. 18, отличающийся тем, что термообработку осуществляют при температуре от приблизительно 800 до приблизительно 1600°C.

25 21. Способ по п. 19, отличающийся тем, что термически обработанный и восстановленный порошок тантала подвергают просеиванию с получением термически обработанных и восстановленных агломератов, имеющих унимодальное распределение по размерам.

30 22. Способ по п. 21, отличающийся тем, что распределение агломератов по размерам находится в диапазоне от приблизительно 30 до приблизительно 500 мкм.

35 23. Способ по п. 21, отличающийся тем, что термически обработанный и восстановленный порошок имеет средний размер агломератов от приблизительно 150 до приблизительно 250 мкм.

40 24. Способ по п. 1, отличающийся тем, что полученный порошок тантала используют в форме спеченного продукта для получения металлического анода с выводом электрода.

45 25. Способ по п. 1, отличающийся тем, что между восстановлением и термообработкой, кроме деагломерации, дополнительно осуществляют промывку водой, кислотное выщелачивание, сушку порошка, а после термообработки дробление термически агломерированного продукта.

50 26. Способ по п. 25, отличающийся тем, что после дробления термически агломерированного продукта осуществляют восстановление, выщелачивание, сушку и просеивание порошка тантала.

55 27. Измельченный порошок тантала, отличающийся тем, что он имеет измельченные частицы агломератов в форме узелков, у которых произведение объемного среднего диаметра MV в микрометрах на удельную площадь поверхности по БЭТ в m^2/g составляет менее приблизительно 25.

60 28. Измельченный порошок тантала по п. 27, отличающийся тем, что его используют в форме спеченного продукта для получения металлического анода с выводом электрода.

29. Измельченный порошок тантала по п. 27, отличающийся тем, что 10% измельченных агломератов имеют размер менее приблизительно 25 мкм.

30. Измельченный порошок тантала по п. 27, отличающийся тем, что 90% измельченных агломератов имеют размер

менее приблизительно 20 мкм.

31. Измельченный порошок тантала по п. 27, отличающийся тем, что 10% измельченных агломератов имеют размер менее приблизительно 2,5 мкм и 90% частиц измельченных агломератов имеют размер менее приблизительно 20 мкм.

32. Измельченный порошок тантала по п. 27, отличающийся тем, что он имеет измельченные агломерированные частицы, отношение объемного веса которых по Скотту в г/дюйм³ к удельной площади поверхности по БЭТ в м²/г составляет от приблизительно 20 до приблизительно 25.

33. Измельченный порошок тантала по п. 32, отличающийся тем, что его используют в форме спеченного продукта для изготовления металлического анода с выводом электрода.

34. Измельченный порошок тантала по п. 32, отличающийся тем, что после термообработки и восстановления он имеет такой размер термически обработанных и восстановленных агломерированных частиц, при котором отношение объемного веса по Скотту указанных частиц в г/дюйм³ к площади поверхности БЭТ в м²/г составляет от приблизительно 38 до приблизительно 50, а удельная площадь поверхности составляет более 0,86 м²/г и полученный порошок используют в форме спеченного продукта для изготовления металлического анода с выводом электрода.

35. Измельченный порошок тантала по п. 32, отличающийся тем, что после его термообработки и восстановления осуществляют измерение текучести порошка тантала при отношении скорости заполнения калибровочного штампа агломерированными частицами в мг/с к удельной площади поверхности по БЭТ в м²/г, равном от приблизительно 66 до приблизительно 160 для порошков с удельной площадью поверхности по БЭТ более 0,86 м²/г.

36. Измельченный порошок тантала по п. 35, отличающийся тем, что его используют в форме спеченного продукта для изготовления металлического анода с выводом электрода.

37. Измельченный порошок тантала по п. 32, отличающийся тем, что после его термообработки и восстановления осуществляют измерение текучести порошка тантала при отношении скорости заполнения калибровочного штампа в мг/с агломерированными частицами после просеивания до +500 мешк их удельной площади поверхности по БЭТ в м²/г, равном от приблизительно 350 до приблизительно 700 для порошков с удельной площадью поверхности по БЭТ более 0,86 м²/г, и полученный порошок используют в форме спеченного продукта для изготовления металлического анода с выводом электрода.

38. Измельченный порошок тантала по п. 27, отличающийся тем, что перед термообработкой и восстановлением в порошок тантала, пригодный для изготовления конденсаторов, он содержит частицы агломератов, имеющих унимодальное распределение по размерам.

39. Измельченный порошок тантала по п. 38, отличающийся тем, что измельченные агломераты имеют узкое распределение по размерам, изменяющееся от приблизительно

0,01 до приблизительно 20 мкм.

40. Измельченный порошок тантала по п. 39, отличающийся тем, что измельченные агломераты имеют средний размер приблизительно 3-5 мкм.

41. Термически обработанный порошок тантала, отличающийся тем, что он имеет термически обработанные агломерированные частицы, при этом произведение объемного среднего диаметра термически обработанных агломератов MV в микрометрах на удельную площадь поверхности по БЭТ в м²/г составляет от приблизительно 90 до приблизительно 250, а удельная площадь поверхности по БЭТ составляет более приблизительно 0,7 м²/г.

42. Термически обработанный порошок тантала по п. 41, отличающийся тем, что 10% термически обработанных агломератов имеют размер менее приблизительно 45 мкм.

43. Термически обработанный порошок тантала по п. 41, отличающийся тем, что 90% термически обработанных агломератов имеют размер менее приблизительно 350 мкм.

44. Термически обработанный порошок тантала по п. 41, отличающийся тем, что 10% термически обработанных агломератов имеют размер менее приблизительно 45 мкм и 90% термически обработанных агломератов имеют размер менее приблизительно 350 мкм.

45. Термически обработанный порошок тантала по п. 41, отличающийся тем, что после восстановления он имеет термически обработанные и восстановленные агломерированные частицы, при этом произведение объемного среднего диаметра термически обработанных и восстановленных агломератов MV в микрометрах на удельную площадь поверхности по БЭТ в м²/г составляет от приблизительно 90 до приблизительно 250, а удельная площадь поверхности по БЭТ составляет более приблизительно 0,7 м²/г.

46. Термически обработанный порошок тантала по п. 45, отличающийся тем, что используют в форме спеченного продукта для изготовления металлического анода с выводом электрода.

47. Термически обработанный порошок тантала по п. 45, отличающийся тем, что 10% термически обработанных и восстановленных агломератов имеют размер менее приблизительно 45 мкм.

48. Термически обработанный порошок тантала по п. 45, отличающийся тем, что 90% термически обработанных и восстановленных агломератов имеют размер менее приблизительно 350 мкм.

49. Термически обработанный порошок тантала по п. 45, отличающийся тем, что 10% термически обработанных и восстановленных агломератов имеют размер менее приблизительно 45 мкм и 90% частиц термически обработанных и восстановленных агломератов имеют размер менее приблизительно 350 мкм.

50. Термически обработанный порошок тантала по п. 41, отличающийся тем, он имеет унимодальное узкое распределение агломератов по размерам, изменяющееся от приблизительно 30 до приблизительно 500 мкм, и средний размер агломератов от приблизительно 150 до приблизительно 250 мкм.

Таблица 1

ID	Об./мин.	По Скотту, г/см ³	D10, мкм	D50, мкм	D90, мкм	MV, мкм
A5-B	Начальная основная партия	0.93	3.03	20.95	81.29	32.31
A5-BD1	5000	1.15	2.13	6.56	37.21	13.21
A5-BD2	7500	1.39	2.02	4.96	21.48	9.34
A5-BD3	10000	1.29	1.81	3.68	15.68	7.11
A5-BD4	15000	1.46	1.71	3.54	15.91	6.64
A5-BD5	20000	1.68	1.44	2.87	9.92	4.26

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2

Таблица 2

1	ID образца	БЭТ	D10	D50	D90	MV	Засып. Штампа	По Скотту
	2	М ² /Г	МКМ	МКМ	МКМ	МКМ	МГ/сек	Г/СМ ³
Основная группа	A1-B	1.13	2.61	13.86	69.26	25.43		1.04
Основная группа	A2-B	1.17	3.31	26.28	93.64	37.68		0.98
Основная группа	B1-B	0.95	5.14	33.56	95.31	42.20		1.16
Основная группа	A3-B	1.14	3.27	21.55	79.09	32.15		0.79
Основная группа	A4-B	1.32	3.20	33.26	131.88	53.05		0.85
DA Ross 100LC	A1-BD	1.14	1.77	3.67	13.58	5.91		2.01
DA Ross 105ME	A2-BD	1.18	2.14	5.33	18.41	8.75		1.95
DA Ross 105ME	A2-BDU	1.18	1.39	2.94	10.28	4.52		1.95
DA Ross 100LC	B1-BD	0.99	2.04	5.81	15.53	7.39		1.95
DA Waring	A3-BD	1.10	1.81	3.44	10.53	5.41		1.89
DA Waring	A4-BD	1.33	1.83	3.54	9.89	4.86		1.53
DA Ross 105ME	A2-BDR	1.18	0.19	0.41	0.98	0.41		
HT 1200°C 30 мин	A1-BDH1	0.92	10.32	201.56	347.14	193.13		2.32
HT 1250°C 30 мин	A2-BDH1	0.70	7.58	111.69	299.71	129.58		1.65
HT 1350°C 30 мин	A2-BDH2	0.51	13.62	135.56	300.05	142.32		2.01
HT 1400°C 30 мин	B1-BDH3	0.47	10.47	132.39	301.55	138.29		2.56
HT 1500°C 30 мин	B1-BDH4	0.33	17.83	158.38	326.34	162.97		2.99
HT 1200°C 60 мин	A3-BDH1	0.89	3.61	107.77	286.50	122.56		1.71

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4	5	6	7	8	9
HT 1250°C 60 мин	A3-BDH2		43.54	204.71	345.33	200.67		2.07
HT 1350°C 60 мин	A3-BDH3	1.22						2.32
HT 1230°C 60 мин	A4-BDH1		4.68	101.39	289.86	121.50		1.59
Восстановленный	A1-BDH1M	1.07	11.72	203.74	346.79	198.24	142	2.93
Восстановленный	A2-BDH1M	0.71	8.26	156.63	329.59	156.89	25	2.14
Восстановленный	A2-BDH2M	0.60	12.04	159.41	314.09	157.19	80	2.50
Восстановленный	B1-BDH3M	0.55	10.77	137.89	327.98	149.97	142	2.75
Восстановленный	B1-BDH4M	0.42	21.74	190.31	356.62	190.17	302	3.17
Восстановленный	A3-BDH1M	0.96	46.46	207.90	339.10	202.48	63	2.32
Восстановленный	A3-BDH2M	0.92	44.9	192.64	331.1	190.73	160	2.44
Восстановленный	A3-BDH3M	0.68	73.43	202.92	335.94	203.65	632	2.87
Восстановленный	A4-BDH1M	1.07	5.89	142.92	316.67	146.99		1.89
Просеянный	A3-BDH1MS		85.16	212.55	342.1	214.29	345	
Просеянный	A3-BDH2MS		84.92	199.96	333.94	204.14	634	

Таблица 3

1	ID образца	БЭТхMV	Текущность/ БЭТ	По Скотту/БЭТ
1	2	3	4	5
Основная группа	A1-B	29		15
Основная группа	A2-B	44		14
Основная группа	B1-B	40		20

1	2	3	4	5
Основная группа	A3-B	37		11
Основная группа	A4-B	70		11
DA Ross 100LC	A1-BD	7		29
DA Ross 105ME	A2-BD	10		27
DA Ross 105ME	A2-BDU	5		27
DA Ross 100LC	B1-BD	7		32
DA Waring	A3-BD	6		28
DA Waring	A4-BD	6		19
DA Ross 105ME	A2-BDR	0.48		
HT 1200°C 30 мин	A1-BDH1	178		
HT 1250°C 30 мин	A2-BDH1	91		
HT 1350°C 30 мин	A2-BDH2	73		
HT 1400°C 30 мин	B1-BDH3	65		
HT 1500°C 30 мин	B1-BDH4	54		
HT 1200°C 60 мин	A3-BDH1	109		
HT 1250°C 60 мин	A3-BDH2			

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2

1	2	3	4	5
HT 1350°C 60 мин	A3-BDH3			
HT 1230°C 60 мин	A4-BDH1			
Восстановленный	A1-BDH1M	212	133	45
Восстановленный	A2-BDH1M	111	35	49
Восстановленный	A2-BDH2M	94	133	68
Восстановленный	B1-BDH3M	82	258	82
Восстановленный	B1-BDH4M	80	719	124
Восстановленный	A3-BDH1M	194	66	40
Восстановленный	A3-BDH2M	183	167	42
Восстановленный	A3-BDH3M	138	929	69
Восстановленный	A4-BDH1M	135		
Просеянный	A3-BDH1MS			
Просеянный	A3-BDH2MS			

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2

Таблица 4

ID	D10	D50	D90	MV	БЭТ	По Скотту	Поток
	МКМ	МКМ	МКМ	МКМ	м ² /г	г/см ³	мг/сек
1	2	3	4	5	6	7	8
E1-BHM	16.32	66.25	203.42	88.10	0.48		
E2-BHM	16.19	60.83	186.35	82.86	0.48		
E3-BHM	17.03	65.26	187.64	86.11	0.48		
E4-BHM	15.97	60.67	173.11	79.82	0.48		
D1-BHM	15.62	63.05	183.27	83.69	0.65		
D2-BHM	17.78	74.88	218.59	96.22	0.65		
D3-BHM	14.43	59.09	166.74	76.69	0.65		
D4-BHM	15.44	70.75	258.86	105.93	0.65		
D5-DHM	15.60	60.62	234.64	94.80	0.65		
D6-DHM	18.14	73.83	206.59	92.87	0.65		
C1-BHM	13.29	57.88	207.18	84.06	0.45		
C2-BHM	11.59	46.63	140.04	61.77	0.45		
C3-BHM	13.19	54.82	17.08	78.26	0.45		
C4-BHM	13.02	53.82	178.02	77.19	0.45		
B2-BHM	10.75	46.40	153.56	65.50	0.66		
B3-BHM	10.77	48.21	164.18	69.77	0.66		
B4-BHM	10.81	47.87	162.79	69.14	0.66		
B5-BHM	9.98	42.36	161.64	65.81	0.66		
B6-BHM	10.62	47.54	174.59	71.40	0.66		
B7-BHM	10.71	49.00	190.63	75.12	0.66		
A5-BH1M	9.44	44.31	202.52	75.82	0.82	1.50	61
A5-BH1M	8.98	44.39	204.32	76.19	0.87	1.63	66

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2

Продолжение таблицы 4

1	2	3	4	5	6	7	8
A5-BH2M	10.04	44.02	174.78	71.31	0.65	1.66	80
A5-BH2M	10.21	62.41	259.05	101.93	0.82	1.70	96
A5-BH3M	11.81	64.22	240.37	97.74	0.68	2.13	137
A5-BH3M	16.08	95.97	283.58	123.93	0.61	2.47	251
A5-BH4M	15.24	107.35	290.80	130.06	0.52	2.52	186
A5-BH4M	13.96	76.85	243.71	104.75	0.56	2.67	244
A5-BH1M	9.44	50.64	204.68	79.76	0.74	1.89	107
A5-BH1M	10.87	62.58	247.03	99.24	0.85	1.77	95
A5-BH2M	11.13	49.67	199.15	77.61	0.67	1.97	137
A5-BH2M	10.92	57.39	233.37	92.66	0.71	2.00	132
A5-BH3M	16.67	108.95	281.18	128.57	0.61	2.42	209
A5-BH3M	12.27	54.99	216.16	84.70	0.54	2.73	263
A5-BH4M	20.67	108.85	301.13	134.72	0.46	3.01	338
A5-BH4M	27.04	145.72	322.44	159.47	0.52	2.74	386

Таблица 5

ID	MV*БЭТ	Скотт/БЭТ	Поток/БЭТ
1	2	3	4
E1-BHM	42		
E2-BHM	40		
E3-BHM	41		
E4-BHM	38		
D1-BHM	54		
D2-BHM	63		
D3-BHM	50		

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2

Продолжение таблицы 5

1	2	3	4
D4-BHM	69		
D5-DHM	62		
D6-DHM	60		
C1-BHM	38		
C2-BHM	28		
C3-BHM	35		
C4-BHM	35		
B2-BHM	43		
B3-BHM	46		
B4-BHM	46		
B5-BHM	43		
B6-BHM	47		
B7-BHM	50		
A5-BH1M	62	30	75
A5-BH1M	66	31	76
A5-BH2M	46	42	123
A5-BH2M	84	34	117
A5-BH3M	66	51	202
A5-BH3M	76	66	412
A5-BH4M	68	79	357
A5-BH4M	59	78	436
A5-BH1M	59	42	144
A5-BH1M	84	34	112
A5-BH2M	52	48	205
A5-BH2M	66	46	186

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2

Продолжение таблицы 5

1	2	3	4
A5-BH3M	78	65	343
A5-BH3M	46	83	486
A5-BH4M	62	107	736
A5-BH4M	83	86	743

Таблица 6

Порошок	Удельный заряд (Кл·В/г) 1Ф·В/г	Скорость за- полнения штампа, мг/сек	Скорость заполне- ния штампа после просеивания 20%*, мг/сек
Сравнительный пример	37900	50	86
A3-BDH1M	39671	160	-
A3-BDH1MS	39671	-	634
A3-BDH2M	40455	63	-
A3-BDH2MS	40455	-	345
Сравнительный пример	34000	55	125
A3-BDH3M	31985	632	Недостаточное из- мельчение для ото- бражения

(*): без частиц 500 меш (размер отверстия 0,0254 мм), удаленных посредством просеивания.

Электрические свойства новых порошков

ID образца	Плотность	Темпера- тура	Напряжение образова- ния	Уд. емкость	Уд. ем- кость	Утечка	Утечка
	при сжатии	агломера- ции		(Кл·В/г)	(Кл·В/ см ³)	по пост. току	по пост. току nA/ μФ·В)
	г/см ³	°С		μФ·В/г	μФ·В/см ³	(μA/г)	nA/μФ·В)
1	2	3	4	5	6	7	8
A3-BDH3M	5.0	1335	50 В	37.781	193.336	8.51	0.23
A3-BDH3M	5.3	1335	50 В	37.315	204.339	6.92	0.19
A3-BDH3M	5.6	1335	50 В	36.630	206.231	6.45	0.18
A3-BDH3M	5.9	1335	50 В	35.972	218.161	6.79	0.19
A3-BDH3M	6.2	1335	50 В	35.496	228.546	6.77	0.19
A3-BDH3M	6.5	1335	50 В	36.649	235.006	6.47	0.19
A3-BDH3M	6.8	1335	50 В	33.907	240.481	5.86	0.17
A3-BDH3M	5.0	1405	50 В	31.985	178.636	3.05	0.10
A3-BDH3M	5.3	1405	50 В	32.188	197.826	3.92	0.12
A3-BDH3M	5.6	1405	50 В	30.838	193.516	3.21	0.10
A3-BDH3M	5.9	1405	50 В	30.631	208.434	3.21	0.10
A3-BDH3M	6.2	1405	50 В	30.323	215.536	3.12	0.10
A3-BDH3M	6.5	1405	50 В	29.461	223.563	3.01	0.10
A3-BDH3M	6.8	1405	50 В	28.653	224.043	2.93	0.10
A3-BDH2M	5.0	1335	50 В	44.379	230.587	8.81	0.20
A3-BDH2M	5.3	1335	50 В	43.745	240.597	9.73	0.22
A3-BDH2M	5.6	1335	50 В	42.909	251.414	10.00	0.23
A3-BDH2M	5.9	1335	50 В	41.823	259.480	11.18	0.27
A3-BDH2M	6.2	1335	50 В	40.903	267.635	9.27	0.23

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2

1	2	3	4	5	6	7	8
A3-BDH2M	6.5	1335	50 B	39.957	273.538	9.37	0.23
A3-BDH2M	6.8	1335	50 B	38.834	277.314	7.78	0.20
A3-BDH2M	5.0	1405	50 B	39.671	225.480	5.43	0.14
A3-BDH2M	5.3	1405	50 B	38.457	238.294	5.26	0.14
A3-BDH2M	5.6	1405	50 B	38.341	245.951	4.46	0.12
A3-BDH2M	5.9	1405	50 B	36.599	253.667	5.99	0.16
A3-BDH2M	6.2	1405	50 B	35.384	255.670	4.58	0.13
A3-BDH2M	6.5	1405	50 B	34.213	259.599	4.70	0.14
A3-BDH2M	6.8	1405	50 B	33.440	264.503	4.43	0.13
A3-BDH1M	5.0	1335	50 B	48.522	254.164	9.11	0.19
A3-BDH1M	5.3	1335	50 B	44.993	249.621	15.29	0.34
A3-BDH1M	5.6	1335	50 B	44.031	259.173	7.63	0.17
A3-BDH1M	5,9	1335	50 B	42.840	269.655	8.55	0.20
A3-BDH1M	6.2	1335	50 B	42.138	275.377	9.53	0.23
A3-BDH1M	6.5	1335	50 B	40.528	283.633	7.35	0.18
A3-BDH1M	6.8	1335	50 B	39.560	288.373	11.85	0.30
A3-BDH1M	5.0	1405	50 B	40.455	236.047	4.58	0.11
A3-BDH1M	5.3	1405	50 B	39.628	243.384	5.09	0.13
A3-BDH1M	5.6	1405	50B	38.564	254.105	4.21	0.11
A3-BDH1M	5.9	1405	50 B	37.257	260.455	5.15	0.14
A3-BDH1M	6.2	1405	50 B	36.691	260.742	4.48	0.12
A3-BDH1M	6.5	1405	50 B	34.601	268.759	3.98	0.12
A3-BDH1M	6.8	1405	50 B	33.623	270.767	4.24	0.13
A1-BDH1M	6.0	1360	50 B	43.601	277.392	9.03	0.21
A1-BDH1M	6.0	1440	50 B	35.949	263.272	5.43	0.15

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2

1	2	3	4	5	6	7	8
А1-ВDН1М	6.0	1360	70 В	37.497	239.325	13.35	0.36
А1-ВDН1М	6.0	1440	70 В	30.868	223.802	8.29	0.27
В1-ВDН3М	6.0	1360	50 В	28.220	175.130	4.62	0.16
В1-ВDН3М	6.0	1360	70 В	25.668	158.614	8.48	0.33
В1-ВDН3М	6.0	1440	50 В	25.593	167.204	3.62	0.14
В1-ВDН3М	6.0	1440	70 В	23.700	152.069	4.97	0.21
В1-ВDН4М	6.0	1440	50 В	20.786	129.444	3.01	0.15
В1-ВDН4М	6.0	1440	70 В	19.495	121.123	3.18	0.17
В1-ВDН4М	6.0	1360	70 В	20.332	122.442	5.26	0.26
В1-ВDН4М	6.0	1360	50 В	21.880	131.275	4.14	0.19

Таблица 8

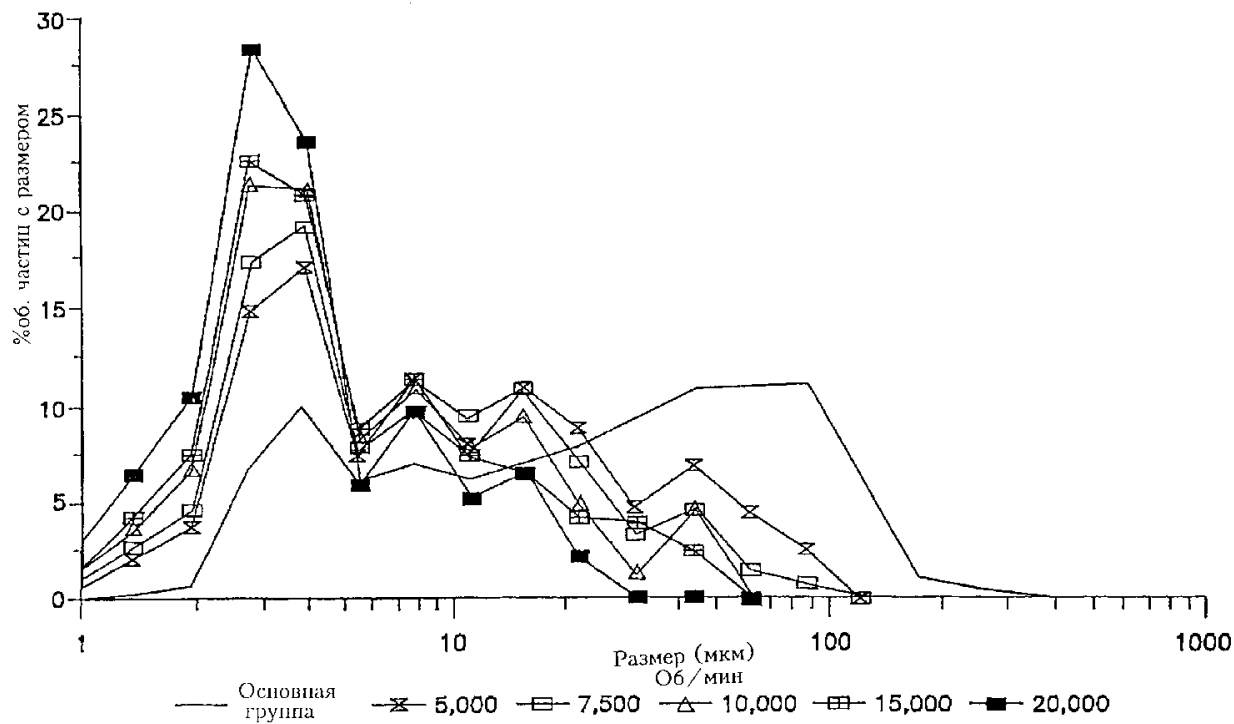
Электрические свойства известных порошков и порошков
сравнительного примера

ID об- разца	Плот- ность при сжа- тии	Темпера- тура агломе- рации	Напряже- ние образова- ния	Уд.	Уд.	Утечка по	Утечка
				емкость (Кл·В/г)	емкость (Кл·В/см ³)	пост. току (μ А/г)	по пост. току (нА/ μ Ф-В)
	г/см ³	°С		μ Ф-В/г	μ Ф-В/см ³	(μ А/г)	(нА/ μ Ф-В)
1	2	3	4	5	6	7	8
А6-ВНМ	5.0	1335	50 В	40.268	203.417	5.97	0.15

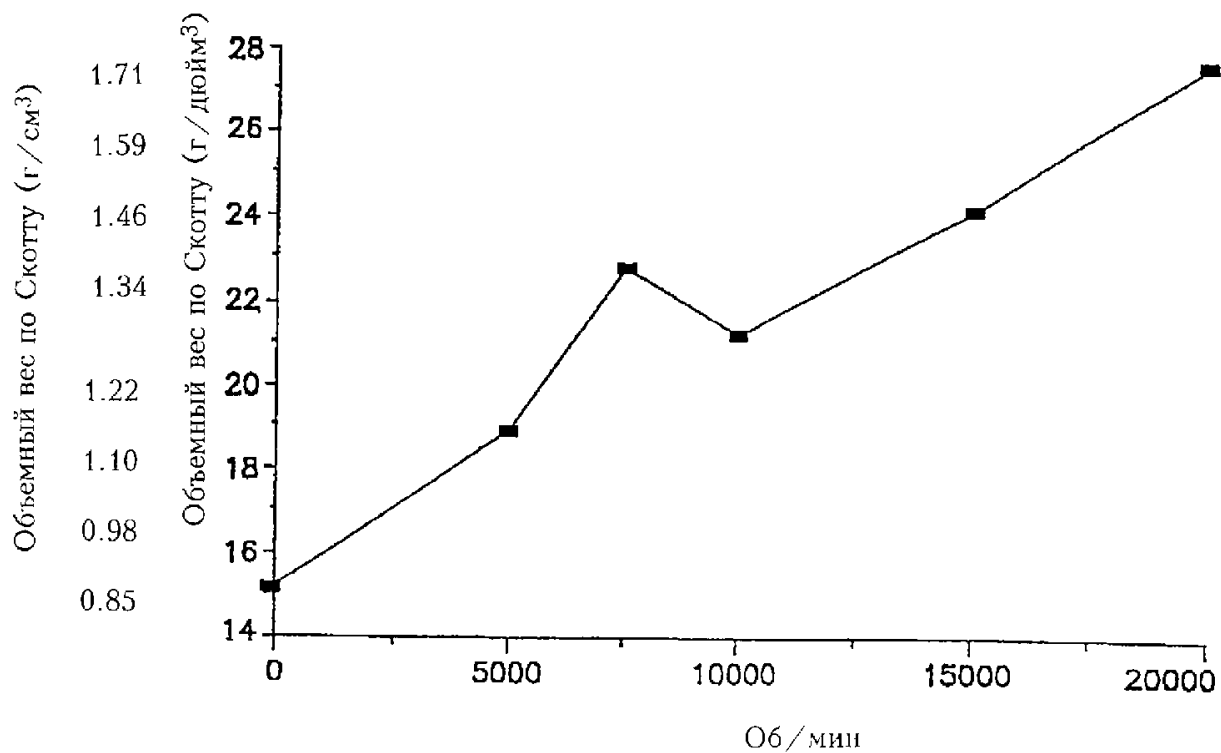
1	2	3	4	5	6	7	8
A6-ВНМ	5.3	1335	50 В	39.725	211.395	5.46	0.14
A6- ВНМ	5.6	1335	50 В	39.110	220.081	6.23	0.16
A6- ВНМ	5.9	1335	50 В	38.366	227.477	6.36	0.17
A6- ВНМ	6.2	1335	50 В	37.704	234.021	6.72	0.18
A6- ВНМ	6.5	1335	50 В	36.885	241.628	5.55	0.15
A6- ВНМ	6.8	1335	50 В	35.903	247.273	5.15	0.14
A6- ВНМ	5.0	1405	50 В	37.900	203.744	3.92	0.10
A6- ВНМ	5.3	1405	50В	37.419	209.682	3.6	0.10
A6- ВНМ	5.6	1405	50 В	36.780	217.772	3.7	0.10
A6- ВНМ	5.9	1405	50 В	35.976	225.013	4.0	0.11
A6- ВНМ	6.2	1405	50 В	35.266	231.142	4.0	0.11
A6- ВНМ	6.5	1405	50 В	34.207	235.846	4.1	0.12
A6- ВНМ	6.8	1405	50 В	33.375	241.100	4.9	0.15
A6- ВНМ	5.0	1360	50 В	43.797	219.218	8.34	0.19
A6- ВНМ	5.0	1440	50 В	39.964	221.680	4.96	0.12
A6- ВНМ	5.0	1360	70 В	39.305	198.020	12.75	0.32
A6- ВНМ	5.0	1440	70 В	36.389	200.869	7.64	0.21
B8- ВНМ	5.0	1440	50 В	34.053	184.366	5.93	0.18
B8- ВНМ	5.0	1440	70 В	31.438	169.355	12.81	0.41
B8- ВНМ	5.0	1360	50 В	36.563	184.671	10.74	0.29
B8- ВНМ	5.0	1360	70 В	33.585	169.258	24.58	0.74
A8- ВНМ	5.0	1360	70 В	32.281	161.223	9.12	0.28
A8- ВНМ	5.0	1360	50 В	35.009	175.274	6.27	0.18
A8- ВНМ	5.0	1440	70 В	30.720	160.195	7.80	0.26
A8- ВНМ	5.0	1440	50 В	33.170	173.240	4.62	0.14

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2



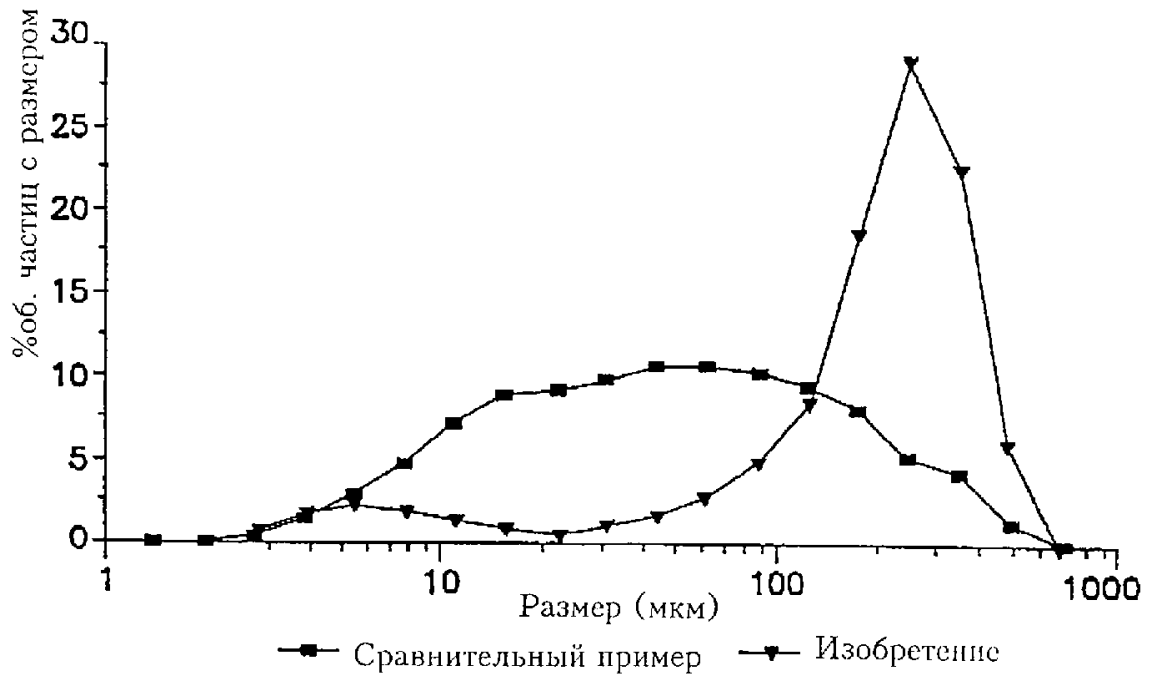
ФИГ. 2



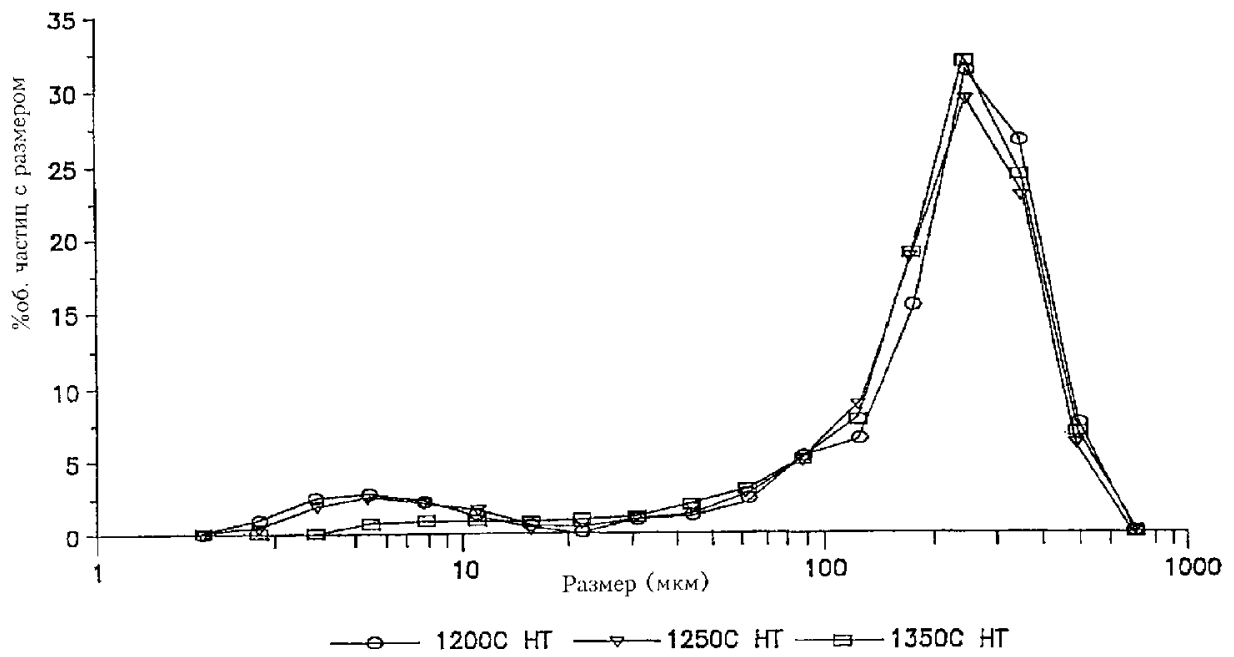
ФИГ. 3

RU 2210463 C2

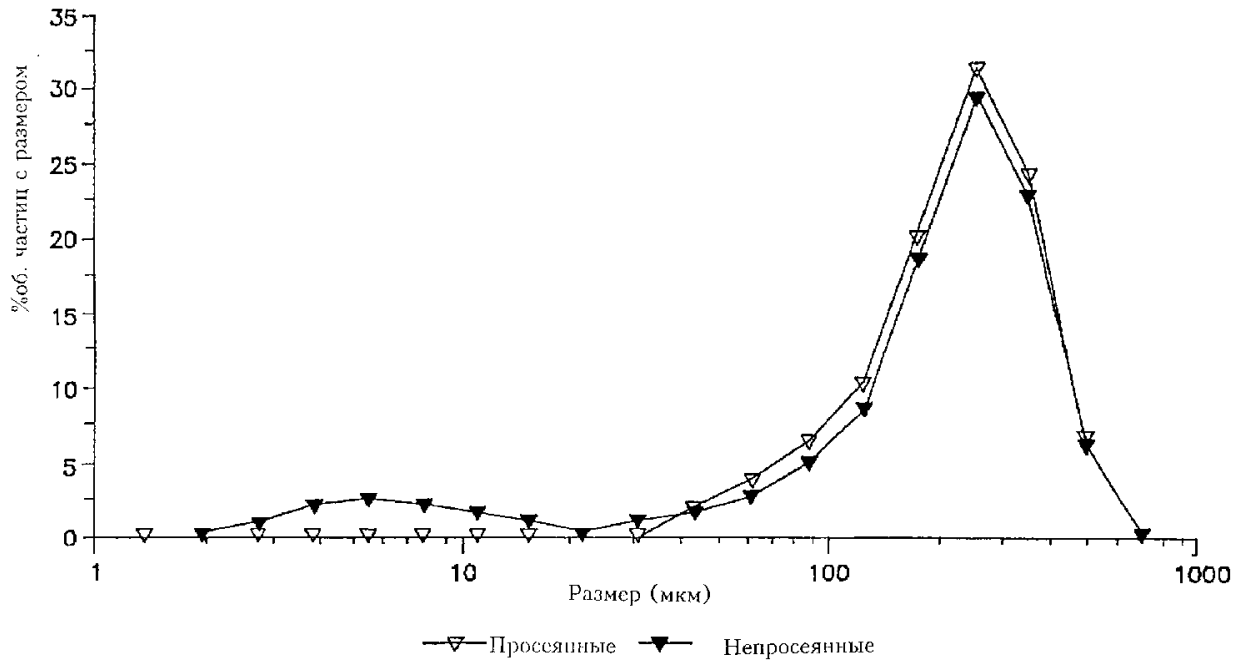
RU 2210463 C2



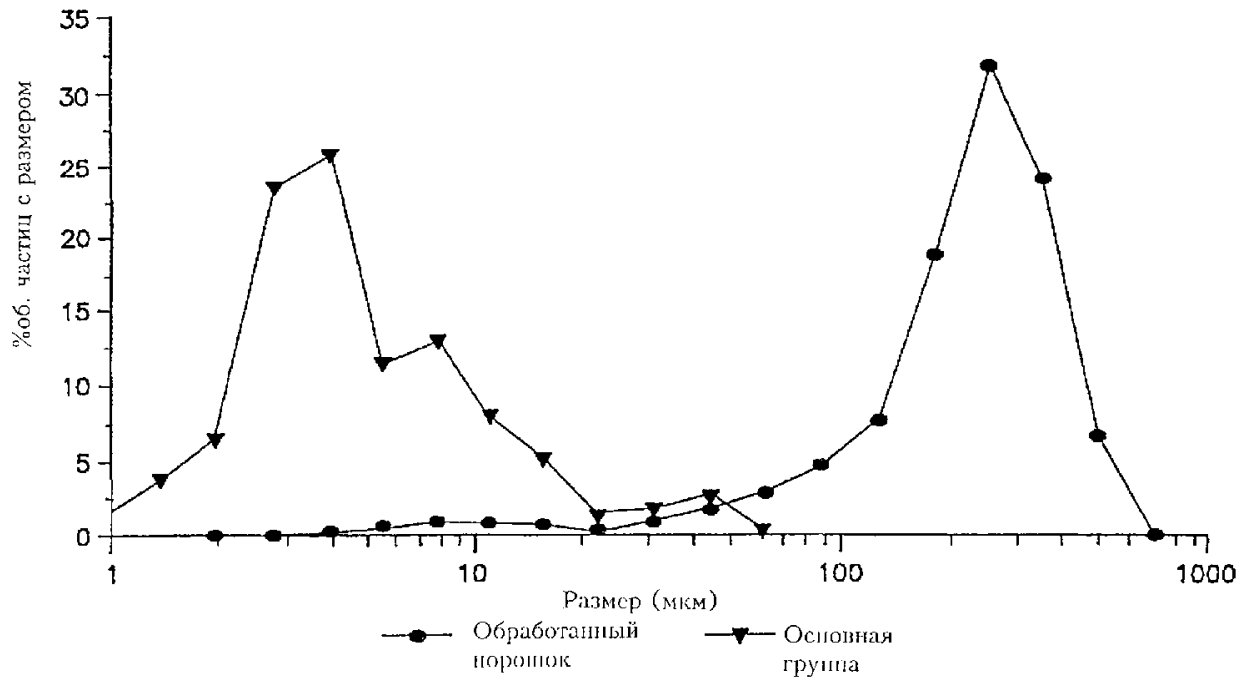
ФИГ. 4



ФИГ.5



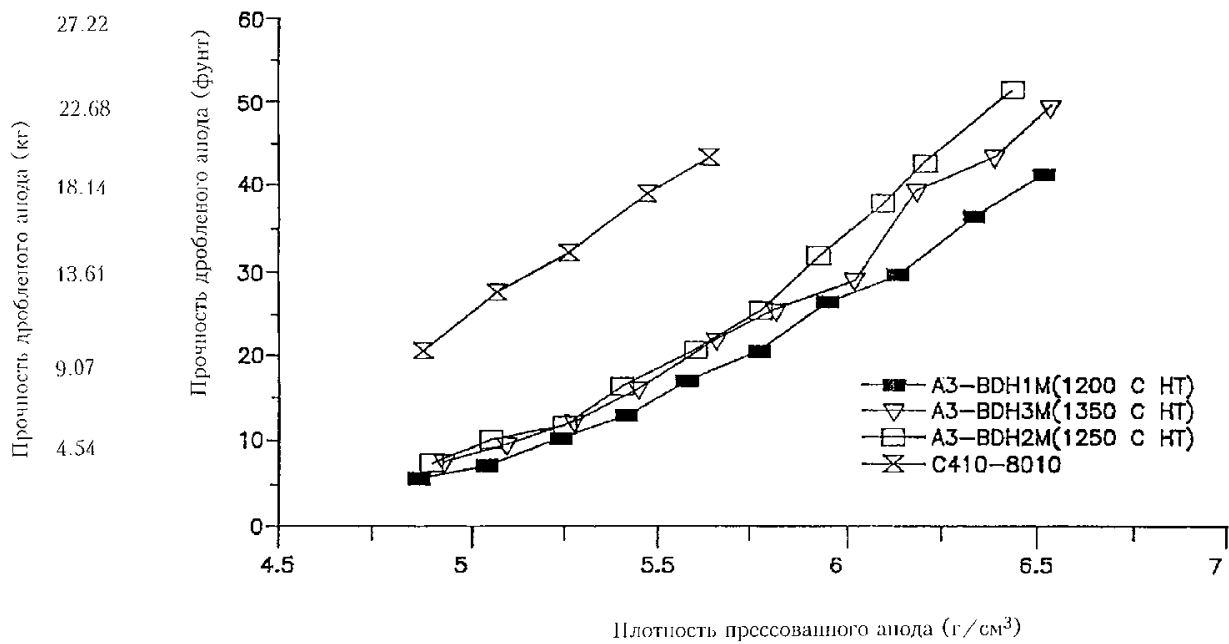
ФИГ. 6



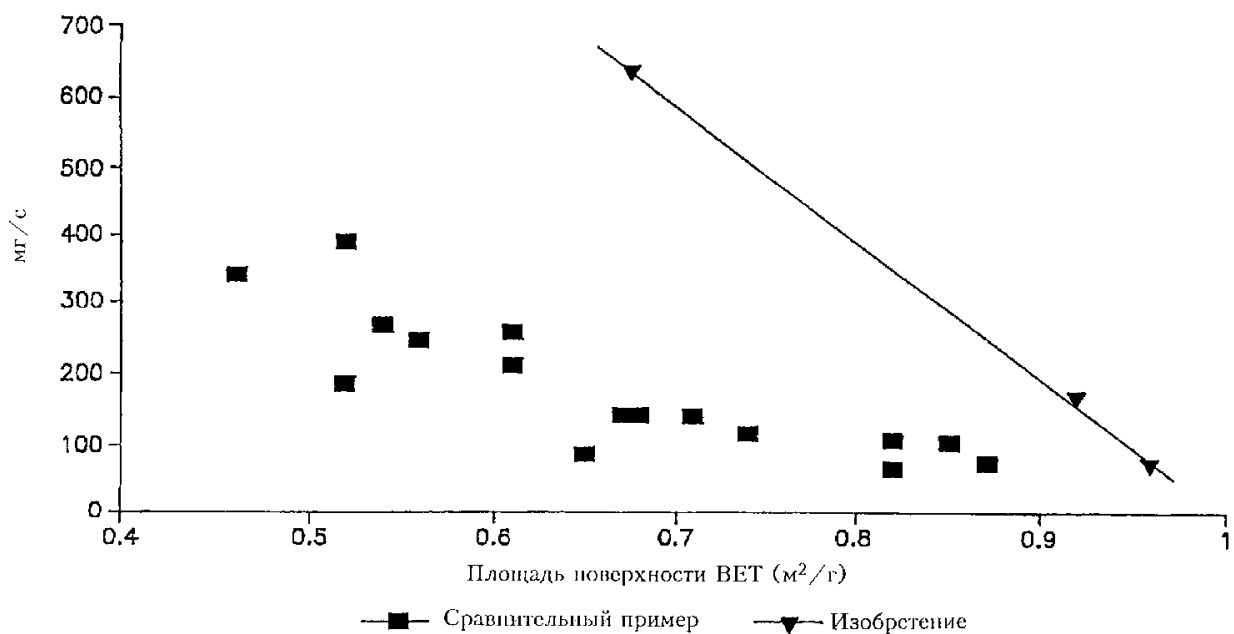
ФИГ.7

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2



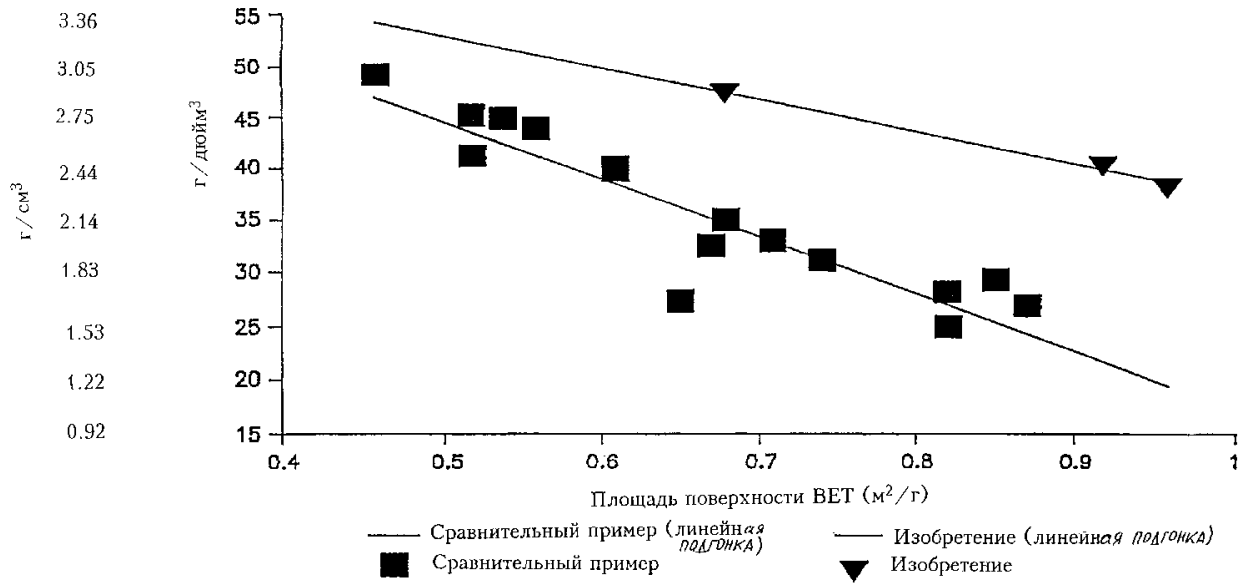
ФИГ. 8



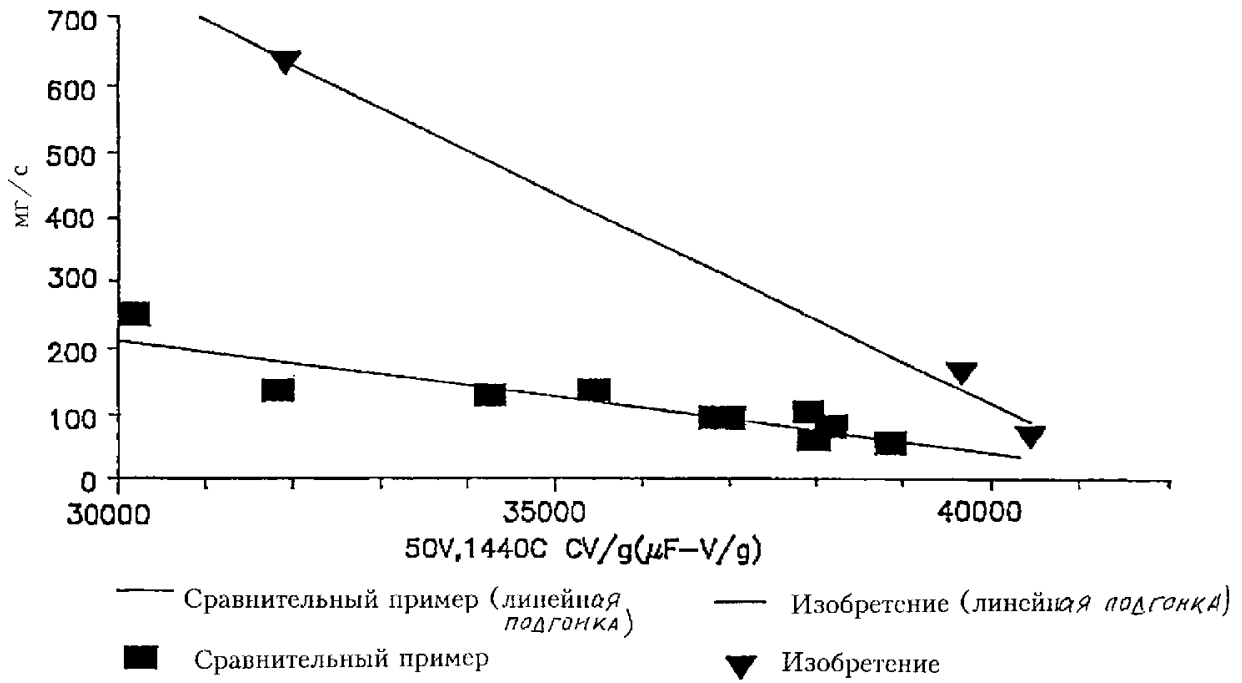
ФИГ.9

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2



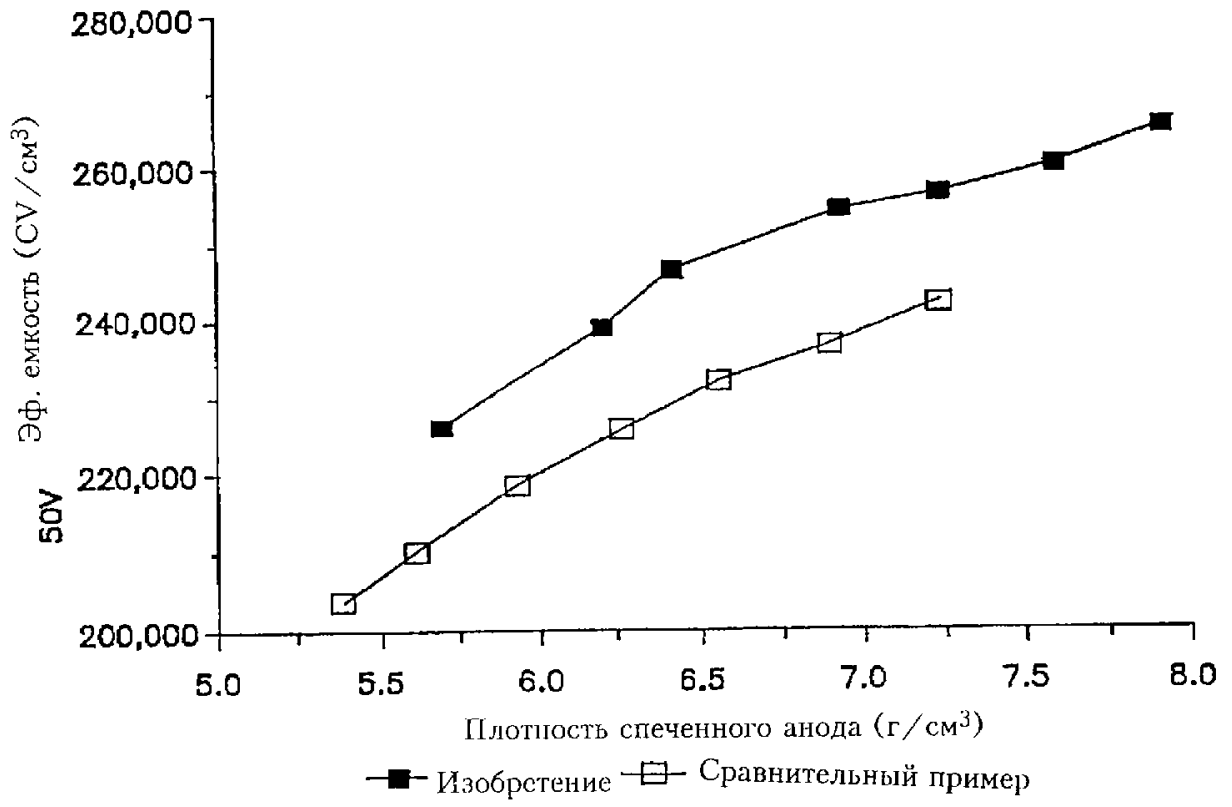
ФИГ. 10



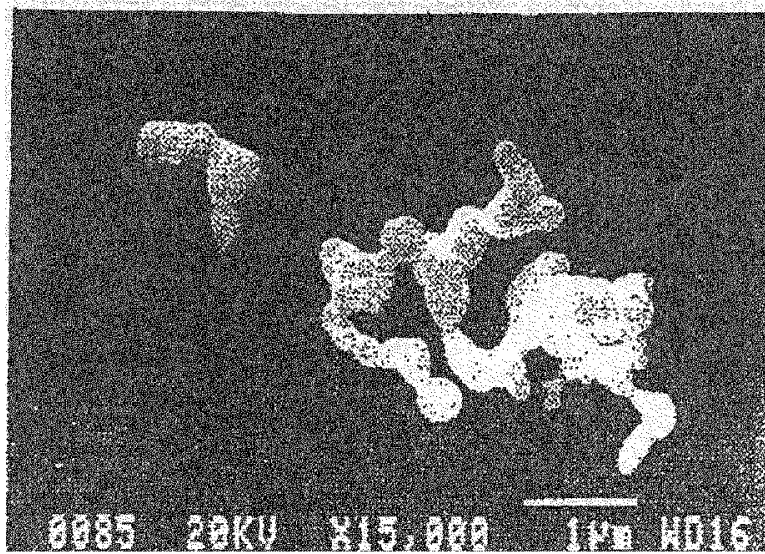
ФИГ. 11

RU 2210463 C2

RU 2210463 C2

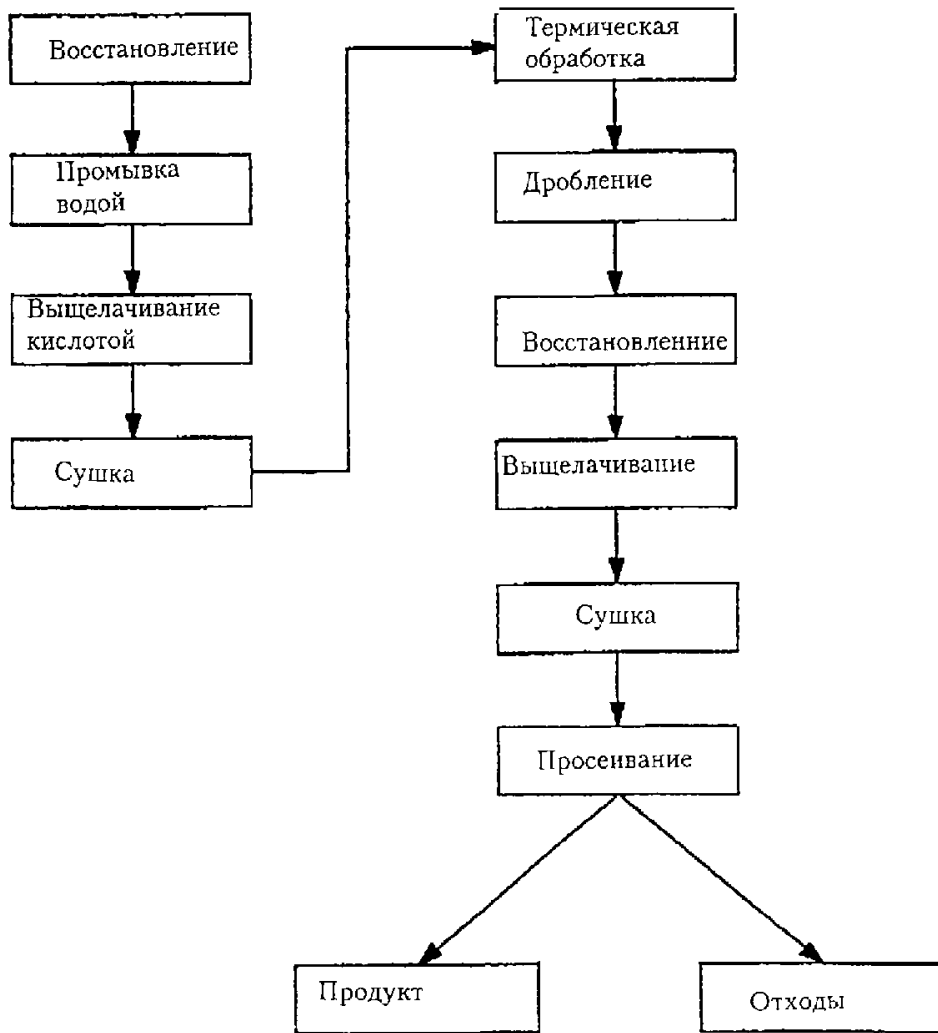
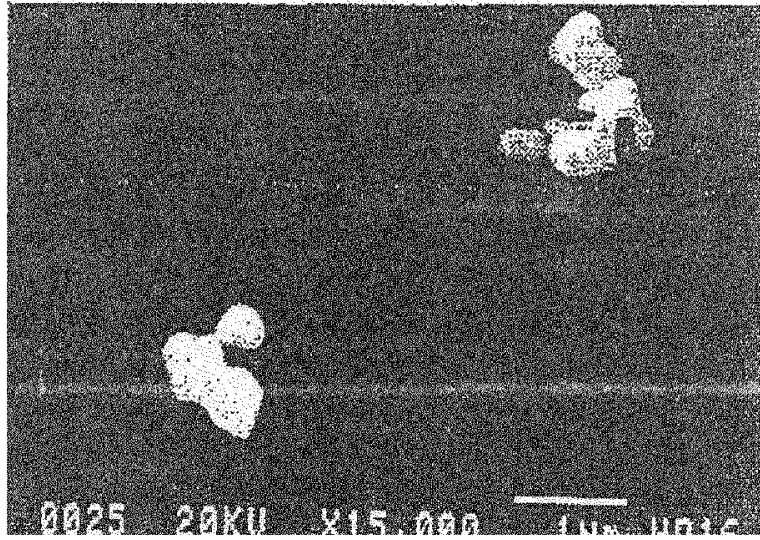


ФИГ. 12

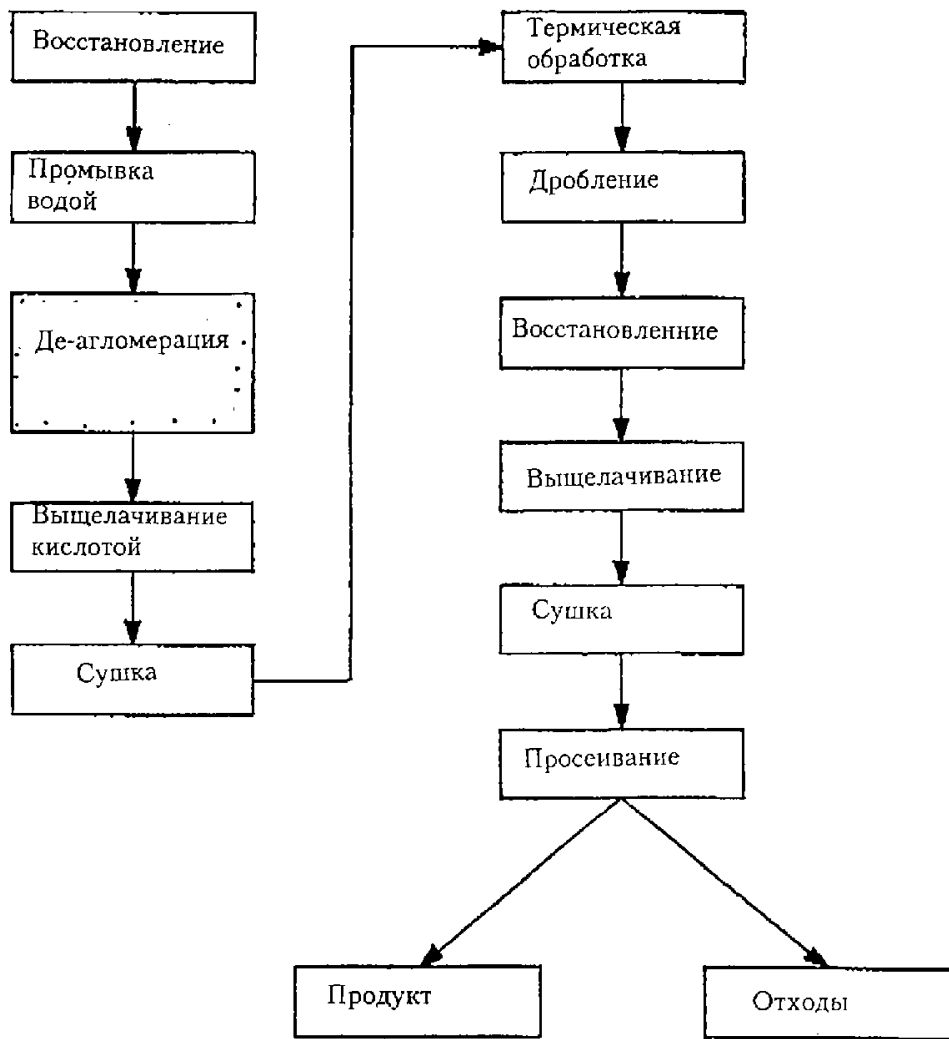


RU 2210463 C2

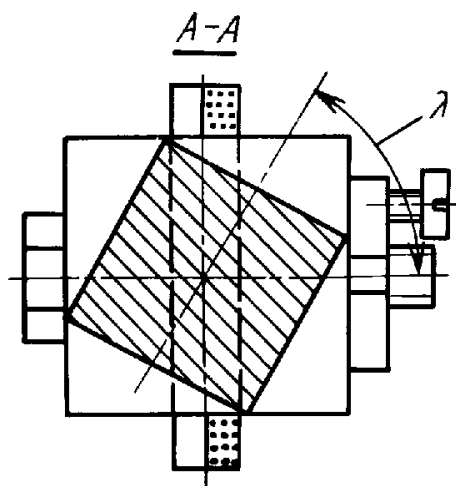
RU 2210463 C2



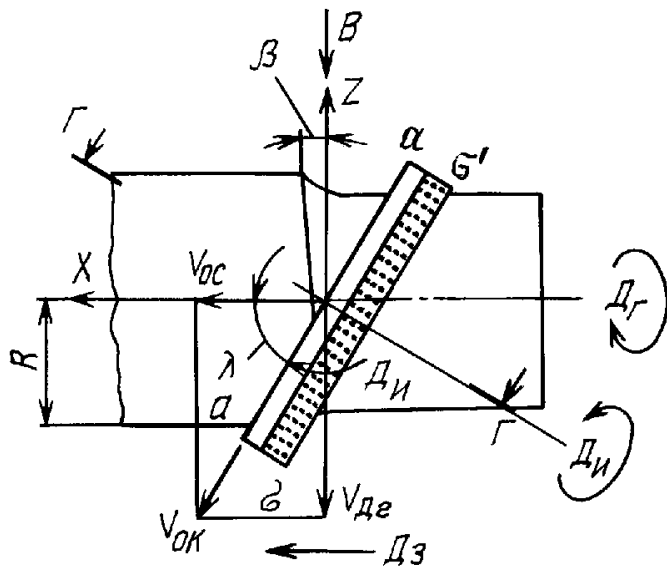
ФИГ. 15



ФИГ. 16

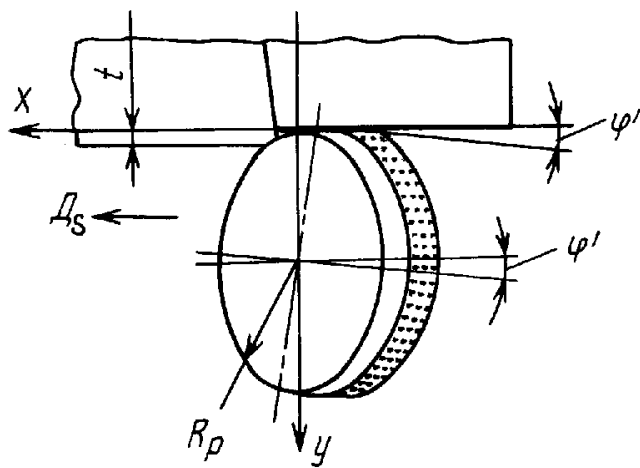


Фиг.2

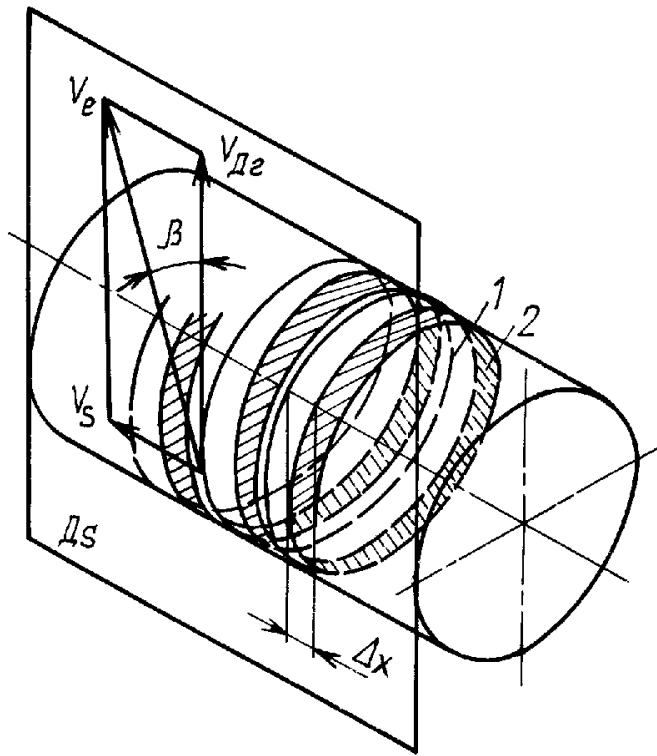


Фиг. 3

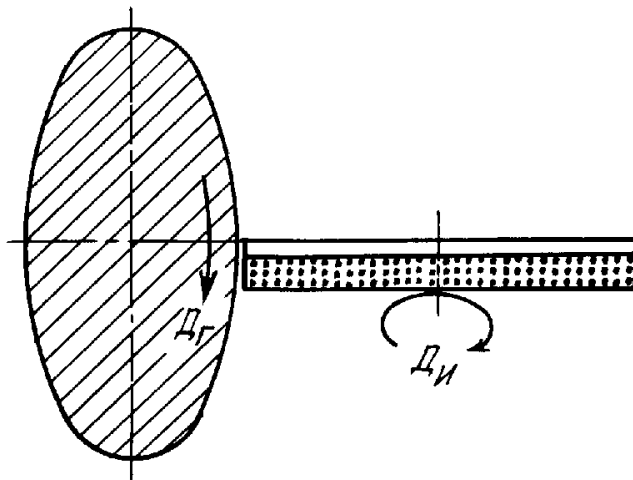
B



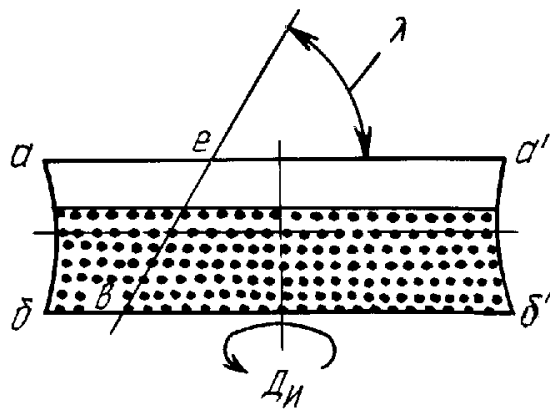
Фиг. 4



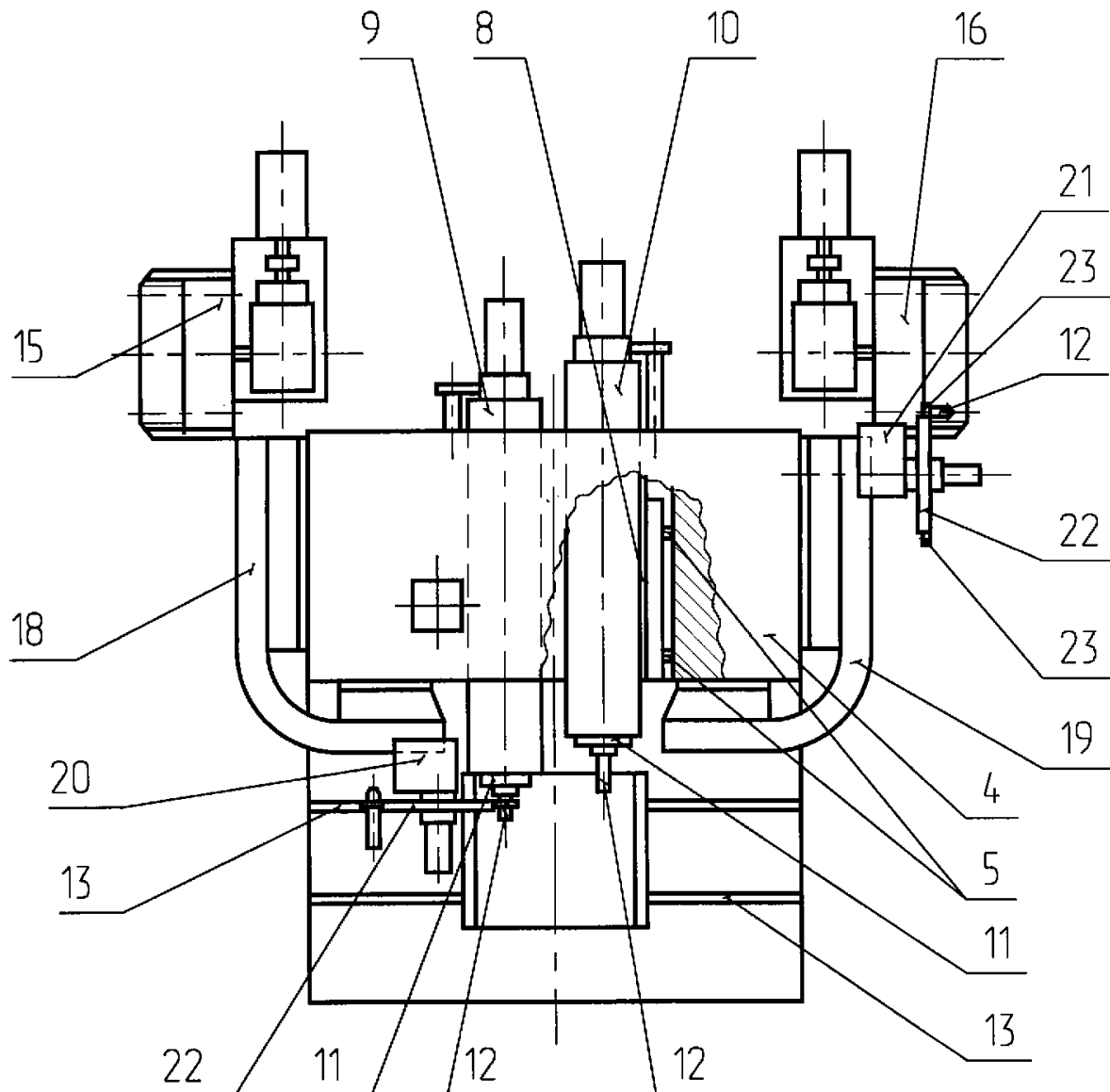
Фиг. 5
Г-Г



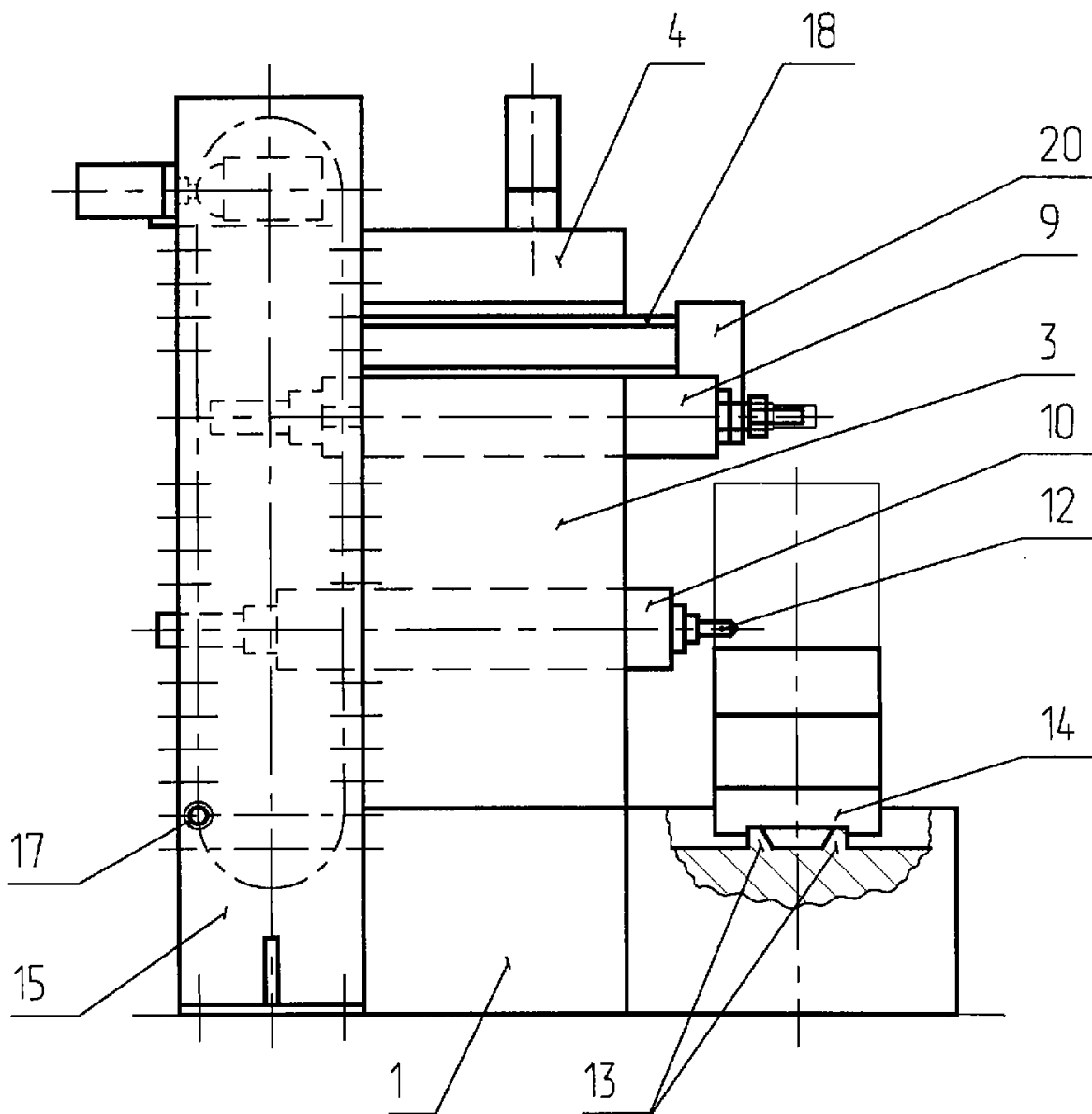
Фиг. 6



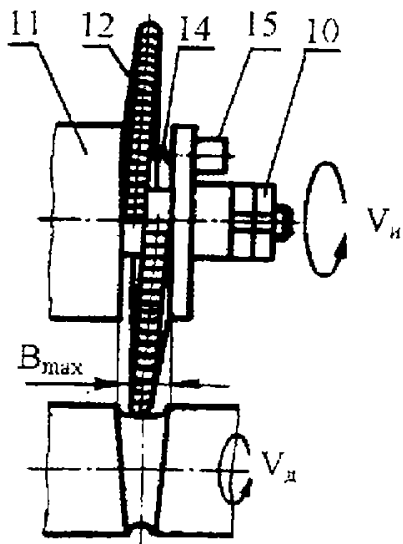
Фиг. 7



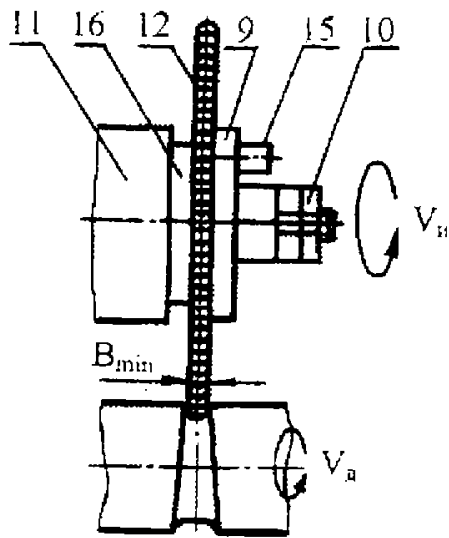
Фиг. 2



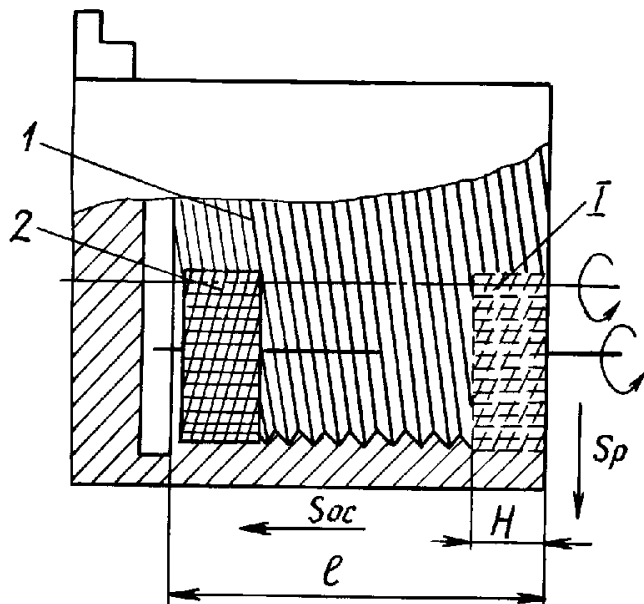
Фиг. 3



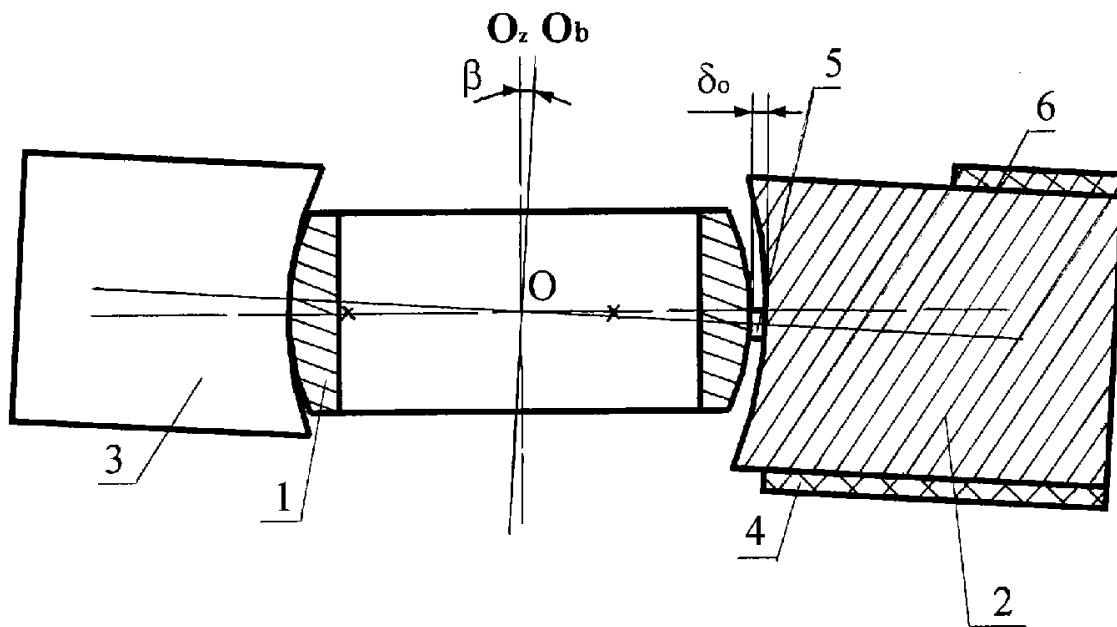
Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 2



Фиг. 2