



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 89108614.5

[51] Int.Cl⁵

B22F 1/00

[43] 公开日 1991年6月12日

[22] 申请日 89.11.20

[71] 申请人 宁夏有色金属冶炼厂

地址 宁夏回族自治区石咀山市 105 信箱

[72] 发明人 潘伦桃 赵胜村 朱存喜

[74] 专利代理机构 中国有色金属工业总公司专利事务所

代理人 王云贵

B22F 9/20 C22B 34/24

C22B 9/14

说明书页数: 3

附图页数:

[54] 发明名称 电容器级钽粉的生产方法

[57] 摘要

本发明属于钽粉生产的方法领域,是一种有效地除去钽粉中的氧和氢的精炼方法。特别适合于高比容电容器用钽粉的生产。

用钠还原氟钽酸钾所制得的钽粉,经真空热团化后与还原金属镁粉相混和,在真空或惰性气体保护下进行加热处理,然后用盐酸洗涤除去残余的还原金属及其氧化物,再经水洗、烘干,将所得钽粉在低于1150℃的温度下进行真空脱气处理,以有效地除去钽粉中的氧和氢。

△
∞
▽

权 利 要 求 书

1、一种电容器级钽粉的生产方法，其特征在于用钠还原氟钽酸钾得到的钽粉，先在真空下进行热团化处理，然后与还原金属镁粉相混和，于真空或惰性气体保护下加热进行脱氧处理，再用盐酸洗涤除去残余的还原金属及其氧化物，然后水洗、烘干，所得钽粉最后在真空中进行低温脱气处理。

2、根据权利要求1所述的生产方法，其特征在于真空热团化是在钽粉脱氧处理以前进行。热团化的温度范围为 $1150^{\circ}\text{C}\sim 1500^{\circ}\text{C}$ 。

3、根据权利要求1所述的生产方法，其特征在于钽粉的脱气处理是在低温下进行的。脱气温度为 1150°C 以下。

电容器级钽粉的生产方法

本发明属于钽粉生产的方法领域，是一种有效地除去钽粉中氧和氢的精炼方法。特别适合于高比容电容器钽粉的生产。

钽粉的主要用途是制做钽电容器。现在，钽电容器正向着小型化和高容量化的方向发展，要求作为其原料的金属钽粉的比容提高。但是，随着钽粉比容的提高，钽粉的颗粒必须更加细化，而颗粒细小的钽粉比表面积大，其氧含量也随着增加。作为电容器使用的钽粉，要求氧含量低于 0.3%，氢含量低于 0.01%。

众所周知，金属钽粉主要是由氟钽酸钾用钠还原来制造的。所得到的钽粉还需要进一步进行化学处理和热处理才能满足使用要求。由于采用钠还原氟钽酸钾制得的含氧高的钽粉中含有偏钽酸盐，并且这种钽粉表面具有很高的活性，用镁还原以后，在酸洗、水洗和烘干的过程中，活性表面将与含氧介质接触发生再氧化，因此，往往不能有效地除去钽粉中的氧。另外，由于钽粉在脱氧处理后，用盐酸洗涤除去残余的还原金属及其氧化物时，将发生下列化学反应：



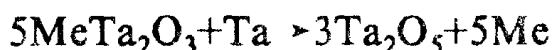
反应所产生的新生态氢极易与钽结合而使得钽粉中氢的含量增高。而氢含量高的钽粉，成型性能不好。所以通常钽粉在酸洗、水洗、烘干之后要在 1150℃ ~ 1500℃ 的高温下进行真空脱气处理，以降低钽粉中氢的含量。美国 4483819 专利介绍了用氧含量高的钽粉与还原金属 Mg、Ca、Li、Al、Be 等混和，在真空或惰性气氛中加热

使钽粉中的氧化物还原，然后用无机酸洗去残余的还原金属及氧化物以后再进行水洗、烘干，制取含氧量低的钽粉的生产方法，日本特许公开 62-247001 也介绍了钽粉与还原金属镁混和进行加热处理以后，采用总酸浓度大于 10mol/l 的盐酸与硝酸的混合酸进行酸洗，以有效地除去钽粉中的氧和氢及残余金属的方法。采用混合酸进行酸洗，条件难于控制，往往造成钽粉中氧和氢的含量增高。

本发明的目的在于采用一种新的生产方法，能最有效地降低钽粉中氧和氢的含量，以满足电容器用高比容钽粉的要求。

本发明的解决方案是在钽粉镁还原之前进行真空热团化处理和改高温脱气为低温脱气。

本发明的第一个特征在于用钠还原氟钽酸钾所制得的钽粉在与还原金属镁粉相混合进行热处理之前，先进行真空热团化处理。热团化的温度范围为 1150℃ ~ 1500℃，真空度保持在 1.33×10^{-3} Pa 以上。由于在高真空下偏钽酸盐要发生分解：



(反应式中 Me 为 K 或 Na)

反应所生成的简单氧化物 Ta_2O_5 易于被还原金属还原。钽粉经过真空热团化以后，表面活性降低，因而减轻了钽粉在后续处理过程中再氧化的程度。所以可以得到氧含量低的钽粉。

本发明的第二个特征在于钽粉与还原金属镁粉相混和进行热处理，再经酸洗，水洗和烘干之后，要在高真空和低于 1150℃ 的温度下进行脱气处理。在此脱气温度下，钽粉中的大部分氢都能被排除，而氧含量的增加是很少的。

实施本发明，钽粉中氧的含量可以降低到 0.3% 以下，氢的含量

可以降低到 0.01% 以下，并且钽粉的流动性与成型性能好，电气性能稳定。

采用本发明，已经批量生产出 16V-22000 μ VF / g 高比容钽粉。钽粉样品经钽电容器生产厂家检验和实际使用，比容达到 16V-22000 μ VF / g 以上，漏电流 $K < 4 \times 10^{-4} \mu\text{A} / \mu\text{F.A.}$

用这种钽粉制做的 CA₄₂ 型 16V 钽电容器，成品率达到 80% 以上，并通过了例行试验及 1000 小时耐久性试验。

采用本发明生产的高比容钽粉，用于制造钽电容器，可以节约钽粉资源，解决钽电容器引进生产线的钽粉国产化和钽电容器微型化的需求，具有显著的经济效益和社会效益。

实施例

用钠还原氟钽酸钾制得的钽粉（氧含量为 0.47%），在进行镁还原之前，采用本发明的工艺于 1350℃ 进行真空热团化，团化以后的钽粉加入一定量的镁粉，在氩气保护下加热到 900℃，出炉后用 18% 的盐酸进行酸洗，再水洗至中性、烘干。钽粉中氧和氢的含量分别为 0.22% 和 0.09%。烘干后的钽粉再置于高真空炉内于 1150℃ 以下进行脱气处理，脱气后的钽粉氧和氢的含量分别为 0.24% 和 0.006%。