



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108607987 A

(43)申请公布日 2018.10.02

(21)申请号 201810461400.0

(22)申请日 2018.05.15

(71)申请人 江苏振华新云电子有限公司

地址 225000 江苏省扬州市邗江区高蜀北路68号

(72)发明人 马远 廖朝俊 秦钟桦 廖均

(74)专利代理机构 北京超凡志成知识产权代理  
事务所(普通合伙) 11371

代理人 王宏

(51) Int. Cl.

B22F 3/02(2006.01)

B22F 3/24(2006.01)

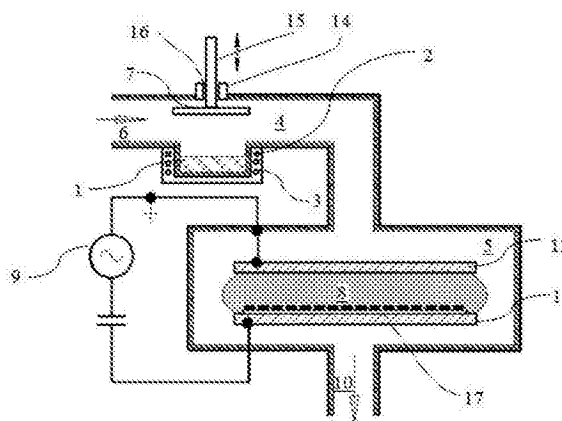
权利要求书1页 说明书10页 附图1页

(54)发明名称

降低阳极钽芯氧含量的方法及其设备

(57)摘要

本发明提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法及其设备,涉及电子元器件制造技术领域。降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:(a)将带有碱性金属蒸汽的惰性气体等离子化,形成含碱性金属的惰性气体等离子体;(b)将钽芯置于含碱性金属的惰性气体等离子体中;(c)隔离碱性金属蒸汽源,通入惰性气体,使钽芯置于惰性气体等离子体中。本发明的方法加速了氧原子与碱性金属离子的反应速度,减少了去氧工艺处理的时间;所需要的环境温度和压力较低,提高了生产过程的可控性和安全性;有效地降低钽芯内部的氧浓度,提高最终钽电容的耐压等性能。



1. 一种降低阳极钽芯氧含量的方法,其特征在于,包括如下步骤:

(a) 温度在碱性金属的熔点以上、沸点以下,压力为700-45000Pa的条件下,将带有碱性金属蒸汽的惰性气体等离子化,形成含碱性金属的惰性气体等离子体;

(b) 将钽芯置于含碱性金属的惰性气体等离子体中,使钽芯内的氧与碱性金属反应生成碱性金属氧化物;

(c) 隔离碱性金属蒸汽源,通入惰性气体,使钽芯置于惰性气体等离子体中,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出;

任选的,进行步骤(d):冷却系统,完成降温。

2. 根据权利要求1所述的降低阳极钽芯氧含量的方法,其特征在于,所述碱性金属选自镁、铝、钙中的至少一种,优选为镁。

3. 根据权利要求2所述的降低阳极钽芯氧含量的方法,其特征在于,所述温度为650-1000℃,优选为700-950℃,进一步优选为750-900℃;所述压力为2000-35000Pa,优选为10000-20000Pa。

4. 根据权利要求1所述的降低阳极钽芯氧含量的方法,其特征在于,所述带有碱性金属蒸汽的惰性气体是由惰性气体流经碱性金属蒸汽源得到的,优选为所述碱性金属蒸汽源通过加热碱性金属到熔点以上形成液体,并由液体挥发得到。

5. 根据权利要求1所述的降低阳极钽芯氧含量的方法,其特征在于,所述惰性气体的温度为650-1200℃,优选为750-1050℃,进一步优选为800-1000℃。

6. 根据权利要求1所述的降低阳极钽芯氧含量的方法,其特征在于,所述惰性气体为氩气。

7. 根据权利要求1所述的降低阳极钽芯氧含量的方法,其特征在于,所述步骤(b)中,将钽芯置于含碱性金属的惰性气体等离子体中的时间为5-1000min,优选为50-800min,进一步优选为200-600min。

8. 根据权利要求1所述的降低阳极钽芯氧含量的方法,其特征在于,所述步骤(c)中,使钽芯置于惰性气体等离子体中的时间为1-100min,优选为10-80min,进一步优选为40-60min。

9. 根据权利要求1所述的降低阳极钽芯氧含量的方法,其特征在于,所述等离子体为磁化等离子体;优选为容性耦合等离子体、感应耦合等离子体或磁场增强CCP射频等离子体。

10. 一种实现权利要求1-9任一项所述的降低阳极钽芯氧含量的方法所使用的设备,其特征在于,包括保温管道,所述保温管道联通保温容器,所述保温管道的一端设有进口,所述保温容器的底部设有出口,所述保温管道内设有容器和可升降的盖板,所述盖板位于容器的上方,所述容器上设有感应加热器,所述保温容器内设有上电极和下电极,所述上电极和下电极连接高频电源。

## 降低阳极钽芯氧含量的方法及其设备

### 技术领域

[0001] 本发明涉及电子元器件制造技术领域,尤其是涉及一种降低阳极钽芯氧含量的方法及其设备。

### 背景技术

[0002] 钽电容的阳极通常是由电容器级钽粉通过压制成型,高温烧结后制备的。制造原料中钽粉中的杂质氧原子和生产过程钽粉中混入的氧原子会对钽电容的性能造较大的影响。当阳极钽芯内部的氧杂质浓度较高时,会影响最终钽电容的耐电压性能,或使钽电容的漏电流和损失角偏大。

[0003] 解决这一问题最直接的方案是采用高纯度、低氧含量的钽粉来压制电容级钽粉,并在高温烧结工艺中注意保持高真空度,尽量使可挥发的氧化物挥发。但是前者通过钽粉的方案会大幅提高原材料的采购成本和难度,后者通过烧结工艺的方案则受技术条件和烧结温度的限制。

[0004] 现有技术中采用碱性金属蒸汽与钽芯中的氧在高温下反应来降低钽芯中氧含量的方法。这一方法在实际使用过程中受到多种限制。首先,反应温度必须控制在钽芯的高温烧结温度以下,否则过高的反应温度会使钽电容改性,使其容值发生变化。其次,直接加热反应的方法效率比较低,反应速度不够快。为此,需要钽芯的处理时间,通常需要处理10小时以上。另一种加快处理的方法是通过提高反应腔室的温度和压力,但导致设备的制造难度偏高,同时在工艺上控制也很困难。因此,现有技术中存在以下的技术缺陷:(1)直接加热反应,效率低,反应速度慢;(2)高温、高压对设备的要求比较高,可控性和安全性低。

[0005] 鉴于此,特提出本发明。

### 发明内容

[0006] 本发明的第一目的在于提供一种降低阳极钽芯氧含量的方法,以缓解现有技术中存在的直接加热反应效率低,反应速度慢,腔室内反应温度高、压力大,可控性和安全性低等技术问题。

[0007] 本发明提供的降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0008] (a) 温度在碱性金属的熔点以上、沸点以下,压力为700-45000Pa的条件下,将带有碱性金属蒸汽的惰性气体等离子化,形成含碱性金属的惰性气体等离子体;

[0009] (b) 将钽芯置于含碱性金属的惰性气体等离子体中,使钽芯内的氧与碱性金属反应生成碱性金属氧化物;

[0010] (c) 隔离碱性金属蒸汽源,通入惰性气体,使钽芯置于惰性气体等离子体中,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出;

[0011] 任选的,进行步骤(d):冷却系统,完成降温。

[0012] 进一步的,所述碱性金属选自镁、铝、钙中的至少一种,优选为镁。

[0013] 进一步的,所述温度为650-1000℃,优选为700-950℃,进一步优选为750-900℃;

所述压力为2000-35000Pa,优选为10000-20000Pa。

[0014] 进一步的,所述带有碱性金属蒸汽的惰性气体是由惰性气体流经碱性金属蒸汽源得到的,优选为所述碱性金属蒸汽源通过加热碱性金属到熔点以上形成液体,并由液体挥发得到。

[0015] 进一步的,所述惰性气体的温度为650-1200℃,优选为750-1050℃,进一步优选为800-1000℃。

[0016] 进一步的,所述惰性气体为氩气。

[0017] 进一步的,所述步骤(b)中,将钽芯置于含碱性金属的惰性气体等离子体中的时间为5-1000min,优选为50-800min,进一步优选为200-600min。

[0018] 进一步的,所述步骤(c)中,使钽芯置于惰性气体等离子体中的时间为1-100min,优选为10-80min,进一步优选为40-60min。

[0019] 进一步的,所述等离子体为磁化等离子体;优选为容性耦合等离子体、感应耦合等离子体或磁场增强CCP射频等离子体。

[0020] 本发明的第二目的在于提供一种降低阳极钽芯氧含量的设备,该设备投资少,运行费用低,稳定可靠,操作管理方便,处理后的阳极钽芯氧含量明显降低,提高钽电容的耐电压性能。

[0021] 本发明提供的降低阳极钽芯氧含量的设备,包括保温管道,所述保温管道联通保温容器,所述保温管道的一端设有进口,所述保温容器的底部设有出口,所述保温管道内设有容器和可升降的盖板,所述盖板位于容器的上方,所述容器上设有感应加热器,所述保温容器内设有上电极和下电极,所述上电极和下电极连接高频电源。

[0022] 本发明具有以下有益效果:

[0023] 本发明采用常规使用的钽粉作为原料来压制电容级钽粉,在反应温度为碱性金属的熔点以上、沸点以下,压力为700-45000Pa的条件下,将碱性金属等离子体活化,活化后的碱性金属离子与钽芯内部的氧反应生成碱性金属氧化物,最终随惰性气体排出,完成本发明的对阳极钽芯的去氧工艺。本发明的方法采用常规使用的钽粉作为原料来压制电容级钽粉,不需要采用高纯度、低氧含量的钽粉来压制电容级钽粉,大大节约了原材料的购买成本,降低了采购难度;本发明的方法采用等离子体活化碱性金属得到活化后的碱性金属离子,加速了氧原子与碱性金属离子的反应速度,减少了去氧工艺处理的时间;本发明所需要的环境温度为碱性金属的熔点以上、沸点以下,压力为700-45000Pa,反应温度控制在碱性金属的熔点以上、沸点以下,能够保持碱性金属蒸气挥发出来,但是不会沸腾,同时等离子体释放热量,能够防止碱性金属蒸气凝结在设备的内壁上,提高了生产过程的可控性和安全性;本发明的方法能有效地降低钽芯内部的氧浓度,提高最终钽电容的耐压等性能。

## 附图说明

[0024] 为了更清楚地说明本发明具体实施方式或现有技术中的技术方案,下面将对具体实施方式或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图是本发明的一些实施方式,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0025] 图1为本发明提供的降低阳极钽芯氧含量的设备的结果示意图;

[0026] 图2为本发明提供的密封圈的结构示意图；

[0027] 图3为本发明提供的载物支架的结构示意图。

[0028] 图标:1-金属材料镁;2-容器;3-感应加热器;4-保温管道;5-保温容器;6-进口;7-盖板;8-等离子体;9-高频电源;10-出口;11-下电极;12-上电极;13-钽芯;14-通孔;15-驱动杆;16-密封圈;17-载物支架。

## 具体实施方式

[0029] 下面将结合附图对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0030] 在本发明的描述中,需要说明的是,术语“中心”、“上”、“下”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“内”、“外”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。此外,术语“第一”、“第二”、“第三”仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性。

[0031] 在本发明的描述中,需要说明的是,除非另有明确的规定和限定,术语“安装”、“相连”、“连接”应做广义理解,例如,可以是固定连接,也可以是可拆卸连接,或一体地连接;可以是机械连接,也可以是电连接;可以是直接相连,也可以通过中间媒介间接相连,可以是两个元件内部的连通。对于本领域的普通技术人员而言,可以根据具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0032] 根据本发明的一个方面,本发明提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0033] (a) 温度在碱性金属的熔点以上、沸点以下,压力为700-45000Pa的条件下,将带有碱性金属蒸汽的惰性气体等离子化,形成含碱性金属的惰性气体等离子体;

[0034] (b) 将钽芯置于含碱性金属的惰性气体等离子体中,使钽芯内的氧与碱性金属反应生成碱性金属氧化物;

[0035] (c) 隔离碱性金属蒸汽源,通入惰性气体,使钽芯置于惰性气体等离子体中,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出。

[0036] 本发明采用常规使用的钽粉作为原料来压制电容级钽粉,在反应温度为碱性金属的熔点以上、沸点以下,压力为700-45000Pa的条件下,将碱性金属等离子体活化,活化后的碱性金属离子与钽芯内部的氧反应生成碱性金属氧化物,最终随惰性气体排出,完成本发明的对阳极钽芯的去氧工艺。本发明的方法采用常规使用的钽粉作为原料来压制电容级钽粉,不需要采用高纯度、低氧含量的钽粉来压制电容级钽粉,大大节约了原材料的购买成本,降低了采购难度;本发明的方法采用等离子体活化碱性金属得到活化后的碱性金属离子,加速了氧原子与碱性金属离子的反应速度,减少了去氧工艺处理的时间;本发明所需要的环境温度为碱性金属的熔点以上、沸点以下,压力为700-45000Pa,反应温度控制在碱性金属的熔点以上、沸点以下,能够保持碱性金属蒸气挥发出来,但是不会沸腾,同时等离子体释放热量,能够防止碱性金属蒸气凝结在设备的内壁上,提高了生产过程的可控性和安全性;本发明的方法能有效地降低钽芯内部的氧浓度,提高最终钽电容的耐压等性能。

[0037] 在一个优选的实施方式中,进行步骤(d):冷却系统,完成降温。对钽芯的去氧操作完成之后,需要将系统的温度降下来,便于维护系统和取出钽芯。

[0038] 在一个优选的实施方式中,所述碱性金属选自镁、铝、钙中的至少一种。

[0039] 在一个更优选的实施方式中,所述碱性金属为镁,温度为650-1000℃,优选为700-950℃,进一步优选为750-900℃;压力为2000-35000Pa,优选为10000-20000Pa的条件下,能够保证能够保持镁蒸气挥发出来,但是不会沸腾,提高了生产过程的可控性和安全性,压力太高或太低都不易形成等离子体。

[0040] 可选的,温度为650℃、700℃、750℃、850℃、900℃、950℃或1000℃。

[0041] 可选的,压力为700Pa、2000Pa、4500Pa、10000Pa、15000Pa、20000Pa、35000Pa或45000Pa。

[0042] 在一个优选的实施方式中,所述带有碱性金属蒸汽的惰性气体是由惰性气体流经碱性金属蒸汽源得到的,优选为所述碱性金属蒸汽源通过加热碱性金属到熔点以上形成液体,并由液体挥发得到。

[0043] 在一个优选的实施方式中,所述惰性气体的温度为650-1200℃,优选为750-1050℃,进一步优选为800-1000℃。惰性气体被预热到650-1200℃,能够给反应提供所需的温度条件,能够防止碱性金属蒸气凝结在设备的内壁上。

[0044] 可选的,温度为650℃、750℃、800℃、900℃、1000℃、1050℃、1100℃或1200℃。

[0045] 在一个优选的实施方式中,所述惰性气体为氩气。在惰性气体中,氮气严格来讲不是惰性气体,在活化作用下,容易与氧反应形成氮氧化物;氮气和氦气价格比较贵,为了降低成本,一般不使用;氩气,价格便宜,活化下作用下性质稳定。

[0046] 在一个优选的实施方式中,所述步骤(b)中,将钽芯置于含碱性金属的惰性气体等离子体中的时间为5-1000min,优选为50-800min,进一步优选为200-600min,使钽芯内的氧与碱性金属反应生成碱性金属氧化物。阳极钽芯用粉压制而成,如果压制的比较致密,形成的电容的容量比较小,作用比较难,需要作用的时间比较长;如果压制的比较松,形成的电容的容量比较大,作用比较容易,需要作用的时间比较短。

[0047] 可选的,所述时间为5min、50min、200min、400min、500min、600min、800min、900min或1000min。

[0048] 在一个优选的实施方式中,所述步骤(c)中,使钽芯置于惰性气体等离子体中的时间为1-100min,优选为10-80min,进一步优选为40-60min,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出。

[0049] 可选的,所述时间为1min、10min、40min、50min、60min、80min或100min。

[0050] 在一个优选的实施方式中,所述等离子体为磁化等离子体;优选为容性耦合等离子体、感应耦合等离子体或磁场增强CCP射频等离子体。磁化等离子体不同于高温等离子体,在较低温度、高频震荡电磁作用下形成等离子体,不会使阳极材料变性。

[0051] 根据本发明的第二个方面,本发明提供了一种降低阳极钽芯氧含量的设备,包括保温管道,所述保温管道联通保温容器,所述保温管道的一端设有进口,所述保温容器的底部设有出口,所述保温管道内设有容器和可升降的盖板,所述盖板位于容器的上方,所述容器上设有感应加热器,所述保温容器内设有上电极和下电极,所述上电极和下电极连接高频电源。

[0052] 本发明提供的降低阳极钽芯氧含量的设备,工作过程为:将金属材料镁放置在容器中,通过容器周围的感应加热器将镁材熔化为液体。在环境为低压的情况下,产生镁蒸气。预热到超过镁熔点温度的高纯氩气从进口通入,流经容器上方时,镁蒸汽被氩气带入到保温管道中,并最终进入到保温容器内。

[0053] 在保温容器的中央,通过高频电源的上电极和下电极之间放电,将带镁蒸汽的氩气电离成等离子体。需要处理的钽芯放置在等离子体区域。钽芯经过等离子体处理一段时间后,将容器的开口通过上盖板关闭。盖板关闭后,等离子体将不再携带镁蒸汽,钽芯中的镁及氧化物将扩散至氩气等离子体中并通过出口带走。纯氩气通气过程持续一段时间后,停止输入氩气,并关闭等离子体源的高频电源,系统逐步冷却,完成降温。

[0054] 本发明的设备,该设备投资少,运行费用低,稳定可靠,操作管理方便。

[0055] 需要说明的是,所述盖板上垂直设有驱动杆,所述保温管道上设有通孔,所述驱动杆穿过通孔,并且可在通孔内上下移动。盖板向下移动,将容器的开口关闭,等离子体将不再携带镁蒸气;盖板向上移动,将容器的开口打开,镁蒸气挥发出来,等离子体会携带镁蒸气。通孔的设置,方便安装和拆卸,也能够避免盖板上下移动时产生晃动。

[0056] 需要说明的是,所述驱动杆由驱动单元驱动,所述驱动单元为手动驱动、液压缸驱动、气压缸驱动或电机驱动。

[0057] 还需要说明的是,所述通孔与驱动杆之间通过密封结构进行密封。密封的目的是为了避免保温管道内的镁蒸气与外界的氧气反应。优选的,所述密封结构为一密封圈,所述密封圈位于通孔内,所述驱动杆与密封圈接触。密封圈的结构简单,安装和拆卸方便,密封效果好。

[0058] 还需要说明的是,还可以通过吹氩气进行密封,即在通孔与驱动杆的接触处吹氩气,通过氩气与外界的氧气隔绝。还需要说明的是,所述下电极上设有载物支架。载物支架用于放置钽芯,钽芯在载物支架上进行去氧处理,避免钽芯与下电极直接接触对下电极造成损坏。载物支架可以与下电极直接接触,或通过其他支撑结构设置于下电极上。

[0059] 还需要说明的是,所述载物支架的材质为耐高温材料。载物支架的材质可以为但不限制为钼、钨、钽等金属。为了有助于更清楚的理解本发明,下面将结合实施例和对比例对本发明的技术方案进行进一步地说明。

[0060] 实施例一

[0061] 本实施例提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0062] (a) 在温度为750℃,压力为10000Pa的条件下,将镁材加热得到镁蒸气,将预热到800℃的纯度大于5N的高纯氩气流径镁蒸汽源,其中镁蒸汽产生大约2000Pa的蒸汽压,将带有镁蒸汽的氩气等离子化,形成含镁蒸汽的氩气等离子体,等离子体为容性耦合等离子体;

[0063] (b) 将钽芯置于含镁蒸汽的氩气等离子体中保持400min,使钽芯内的氧与镁离子反应生成氧化镁;

[0064] (c) 隔离镁金属蒸汽源,通入氩气,使钽芯置于氩气等离子体中保持50min,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出;

[0065] (d) 停止输入氩气,并关闭等离子体源的高频电源,冷却系统,完成钽芯的去氧工艺操作。

[0066] 如图1-3所示,本实施例还提供了一种降低阳极钽芯氧含量的设备,包括保温管道

4,保温管4道联通保温容器5,保温管道4的一端设有进口6,保温容器5的底部设有出口10,保温管道4内设有容器2和可升降的盖板7,盖板7位于容器2的上方,盖板7上垂直设有一驱动杆15,驱动杆15穿过通孔14,并且可在通孔14内上下移动,通孔14与驱动杆15之间通过密封圈16进行密封,密封圈16位于通孔14内,驱动杆15与密封圈16接触,容器2上设有感应加热器3,保温容器5内设有上电极12和下电极11,下电极11上设有一载物支架17,载物支架17的材质为钽,上电极12和下电极11连接高频电源9。

[0067] 本实施例提供的降低阳极钽芯氧含量的设备,工作过程为:将金属材料镁1放置在容器2中,通过加热器3将镁材熔化为液体。手动驱动盖板7向上移动,将容器2的开口打开,在环境为低压的情况下,产生镁蒸气。预热到超过镁熔点温度的高纯氩气从进口6通入,流经容器2的上方时,镁蒸汽被氩气带入到保温管道4中,并最终进入到保温容器5内。

[0068] 在保温容器5的中央,通过高频电源9的上电极12和下电极11之间容性耦合放电,将带镁蒸汽的氩气电离成等离子体8。需要处理的钽芯13放置在载物支架17上,并位于等离子体区域。钽芯13经过等离子体处理一段时间后,手动驱动盖板7向下移动,将容器2的开口关闭,盖板7关闭后,等离子体将不再携带镁蒸汽,钽芯13中的镁及氧化物将扩散至氩气等离子体中并通过出口10带走。纯氩气通气过程持续一段时间后,停止输入氩气,并关闭等离子体源的高频电源9,系统逐步冷却,完成降温。

[0069] 实施例二

[0070] 本实施例提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0071] (a) 在温度为900℃,压力为20000Pa的条件下,将镁材加热得到镁蒸气,将预热到1000℃的纯度大于5N的高纯氩气流径镁蒸汽源,其中镁蒸汽产生大约14000Pa的蒸汽压,将带有镁蒸汽的氩气等离子化,形成含镁蒸汽的氩气等离子体,等离子体为感应耦合等离子体;

[0072] (b) 将钽芯置于含镁蒸汽的氩气等离子体中保持200min,使钽芯内的氧与镁离子反应生成氧化镁;

[0073] (c) 隔离镁金属蒸汽源,通入氩气,使钽芯置于氩气等离子体中保持60min,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出;

[0074] (d) 停止输入氩气,并关闭等离子体源的高频电源,冷却系统,完成钽芯的去氧工艺操作。

[0075] 实施例三

[0076] 本实施例提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0077] (a) 在温度为650℃,压力为2000Pa的条件下,将镁材加热得到镁蒸气,将预热到650℃的纯度大于5N的高纯氩气流径镁蒸汽源,其中镁蒸汽产生大约360Pa的蒸汽压,将带有镁蒸汽的氩气等离子化,形成含镁蒸汽的氩气等离子体,等离子体为磁场增强CCP射频等离子体;

[0078] (b) 将钽芯置于含镁蒸汽的氩气等离子体中保持600min,使钽芯内的氧与镁离子反应生成氧化镁;

[0079] (c) 隔离镁金属蒸汽源,通入氩气,使钽芯置于氩气等离子体中保持40min,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出;

[0080] (d) 停止输入氩气,并关闭等离子体源的高频电源,冷却系统,完成钽芯的去氧工



艺操作。

[0081] 实施例四

[0082] 本实施例提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0083] (a) 在温度为850℃,压力为15000Pa的条件下,将镁材加热得到镁蒸气,将预热到900℃的纯度大于5N的高纯氩气流径镁蒸汽源,其中镁蒸汽产生大约7800Pa的蒸汽压,将带有镁蒸汽的氩气等离子化,形成含镁蒸汽的氩气等离子体,等离子体为容性耦合等离子体;

[0084] (b) 将钽芯置于含镁蒸汽的氩气等离子体中保持500min,使钽芯内的氧与镁离子反应生成氧化镁;

[0085] (c) 隔离镁金属蒸汽源,通入氩气,使钽芯置于氩气等离子体中保持80min,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出;

[0086] (d) 停止输入氩气,并关闭等离子体源的高频电源,冷却系统,完成钽芯的去氧工艺操作。

[0087] 实施例五

[0088] 本实施例提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0089] (a) 在温度为950℃,压力为35000Pa的条件下,将镁材加热得到镁蒸气,将预热到1050℃的纯度大于5N的高纯氩气流径镁蒸汽源,其中镁蒸汽产生大约25000Pa的蒸汽压,将带有镁蒸汽的氩气等离子化,形成含镁蒸汽的氩气等离子体,等离子体为感应耦合等离子体;

[0090] (b) 将钽芯置于含镁蒸汽的氩气等离子体中保持800min,使钽芯内的氧与镁离子反应生成氧化镁;

[0091] (c) 隔离镁金属蒸汽源,通入氩气,使钽芯置于氩气等离子体中保持10min,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出;

[0092] (d) 停止输入氩气,并关闭等离子体源的高频电源,冷却系统,完成钽芯的去氧工艺操作。

[0093] 实施例六

[0094] 本实施例提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0095] (a) 在温度为700℃,压力为4500Pa的条件下,将镁材加热得到镁蒸气,将预热到750℃的纯度大于5N的高纯氩气流径镁蒸汽源,其中镁蒸汽产生大约900Pa的蒸汽压,将带有镁蒸汽的氩气等离子化,形成含镁蒸汽的氩气等离子体,等离子体为磁场增强CCP射频等离子体;

[0096] (b) 将钽芯置于含镁蒸汽的氩气等离子体中保持1000min,使钽芯内的氧与镁离子反应生成氧化镁;

[0097] (c) 隔离镁金属蒸汽源,通入氩气,使钽芯置于氩气等离子体中保持1min,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出;

[0098] (d) 停止输入氩气,并关闭等离子体源的高频电源,冷却系统,完成钽芯的去氧工艺操作。

[0099] 实施例七

[0100] 本实施例提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0101] (a) 在温度为1000℃,压力为45000Pa的条件下,将镁材加热得到镁蒸气,将预热到

1200℃的纯度大于5N的高纯氩气流径镁蒸汽源,其中镁蒸汽产生大约40000Pa的蒸汽压,将带有镁蒸汽的氩气等离子化,形成含镁蒸汽的氩气等离子体,等离子体为容性耦合等离子体;

[0102] (b) 将钽芯置于含镁蒸汽的氩气等离子体中保持50min,使钽芯内的氧与镁离子反应生成氧化镁;

[0103] (c) 隔离镁金属蒸汽源,通入氩气,使钽芯置于氩气等离子体中保持100min,使生成的碱性金属氧化物随惰性气体排出;

[0104] (d) 停止输入氩气,并关闭等离子体源的高频电源,冷却系统,完成钽芯的去氧工艺操作。

[0105] 对比例一

[0106] 本对比例提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0107] (a) 在温度为750℃,压力为10000Pa的条件下,将镁材加热得到镁蒸气,将预热到800℃的纯度大于5N的高纯氩气流径镁蒸汽源,其中镁蒸汽产生大约2000Pa的蒸汽压;

[0108] (c) 将钽芯置于镁蒸汽中保持400min;

[0109] (d) 隔离镁金属蒸汽源,通入氩气,使钽芯置于氩气中保持50min;

[0110] (d) 停止输入氩气,冷却系统,完成钽芯的去氧工艺操作。

[0111] 对比例二

[0112] 本对比例提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0113] (a) 在温度为2000℃下,将压力为0.1Mpa的镁蒸汽流径钽芯;

[0114] (c) 将钽芯置于镁蒸汽中保持1000min;

[0115] (d) 隔离镁金属蒸汽源,通入氩气,使钽芯置于氩气中保持50min;

[0116] (d) 停止输入氩气,冷却系统,完成钽芯的去氧工艺操作。

[0117] 对比例三

[0118] 本对比例提供了一种降低阳极钽芯氧含量的方法,包括如下步骤:

[0119] (a) 在温度为2000℃下,将压力为0.2Mpa的镁蒸汽流径钽芯;;

[0120] (c) 将钽芯置于镁蒸汽中保持400min;

[0121] (d) 隔离镁金属蒸汽源,通入氩气,使钽芯置于氩气中保持50min;

[0122] (d) 停止输入氩气,冷却系统,完成钽芯的去氧工艺操作。

[0123] 对比例四

[0124] 未经任何工艺进行处理。

[0125] 将同批次生产的钽芯分别按照各实施例和对比例的方法进行处理,处理后以同样的设备和工艺先完成在1400度下的完成烧结,然后在0.02%磷酸溶液,30V电压下完成2h的化成工艺,最后进行钽芯电性能测试,测试结果如表1所示。

[0126] 各实施例和对比例中的钽芯性能测试结果见表1。

[0127] 表1钽芯性能测试结果

[0128]

钽芯性能 组别	单位重量容值 mC/g	相对漏电流 nA/ $\mu$ C	击穿电压 V
实施例一	12.7	0.19	189
实施例二	12.6	0.21	176
实施例三	12.6	0.20	175
实施例四	12.7	0.18	191
实施例五	12.6	0.22	175
实施例六	12.5	0.21	177
实施例七	12.7	0.24	160
对比例一	12.6	0.26	154
对比例二	3.5	0.17	228
对比例三	3.6	0.18	225
对比例四	12.7	0.32	133

[0129] 从表中可以看出,经过本发明工艺处理后的钽芯的容值相对于对比例四未经任何工艺进行处理的钽芯的容值没有发生明显的变化,但相对漏电流下降了,并且击穿电压提高了,性能有了明显提升。其中,经过本发明实施例一处理后的钽芯的容值相对于对比例四未经任何工艺进行处理的钽芯的容值没有发生明显的变化,但相对漏电流下降了40.6%,击穿电压提高了42.1%。对比例一中的方法没有对镁蒸气进行等离子化处理,使钽芯与镁蒸气直接进行反应,结果显示钽芯的容值没有发生明显的变化,相对漏电流仅下降18.7%,击穿电压仅提高了15.7%。对比例二中的方法没有对镁蒸气进行等离子化处理,使钽芯与镁蒸气直接进行高温、长时间反应,虽然相对漏电流下降了,击穿电压提高了,但是高温反应使得钽芯的容值明显减小。对比例三中的方法没有对镁蒸气进行等离子化处理,使钽芯与镁蒸气直接进行高温、高压反应,虽然相对漏电流下降了,击穿电压提高了,但是高温反应使得钽芯的容值明显减小,并且高温、高导致设备的制造难度偏高,同时在工艺上控制也很困难。

[0130] 综上,本发明的方法通过等离子体活化碱性金属离子,加速了氧原子与碱性金属离子的反应速度,减少了去氧工艺处理的时间;本发明的方法与以往的传统方法相比,本发明所需要的环境温度和压力较低,提高了生产过程的可控性和安全性;本发明的方法能有效地降低钽芯内部的氧浓度,提高最终钽电容的耐压等性能。

[0131] 最后应说明的是:以上各实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述各实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分或者全部技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术

方案的范围。

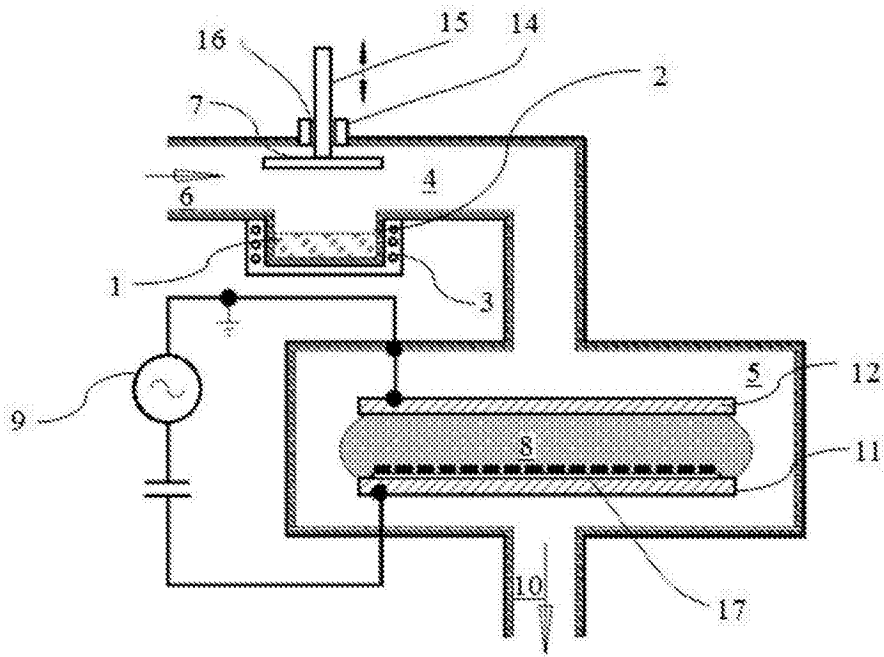


图1



图2



图3