

# PATENTOVÝ SPIS

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYŠLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **1999-3788**  
(22) Přihlášeno: **23.04.1998**  
(30) Právo přednosti: **26.04.1997** US 08/845736  
(40) Zveřejněno: **11.10.2000**  
(Věstník č. 10/2000)  
(47) Uděleno: **15.06.2011**  
(24) Oznamení o udělení ve Věstníku: **27.07.2011**  
(Věstník č. 30/2011)  
(86) PCT číslo: **PCT/US1998/008170**  
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 1998/049356**

(11) Číslo dokumentu:

## 302 587

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.  
C22C 1/04 (2006.01)  
C22C 27/02 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

US 5100486, GB 2147611 A, DE 4130392, DE 3227726 A, US 4067735, GB 1030004 A, EP 468130 A

(73) Majitel patentu:

CABOT CORPORATION, Boston, MA, US

(72) Pivodec:

Fife James A., Reading, PA, US

(74) Zástupce:

Dr. Karel Čermák, Národní třída 32, Praha 1, 11000

(54) Název vynálezu:

**Tantalový drát, ventilový kov, výrobek a způsob přidávání druhého kovu do ventilového kovu**

(57) Anotace:

Kovové směsi obsahují kov pro elektronické komponenty, např. tantal, niob nebo jejich slitiny, a druhý kov, např. tantal, niob, nikl, titan, zirkon, wolfram nebo železo, který je distribuovaný ve větší koncentraci na povrchu kovu pro elektronické komponenty, přičemž druhý kov je přítomen v množství 5 až 2000 ppm, vztaženo k celkovému množství kovu pro elektronické komponenty. Při způsobu přípravy se povléká kov pro elektronické komponenty roztokem solí přísadového kovu a následně se tepelně zpracovává za přítomnosti pohlcovače kyslíku, např. hořčíku, z důvodu odstraňování kyslíku z kovu pro elektronické komponenty a pro zajištění vytvoření kovu pro elektronické komponenty obsahujícího druhý kov koncentrovaný na jeho povrchu. Takto může být vyroben pásový plech, drátový tantalový vodič apod.

CZ 302587 B6

## Tantalový drát, ventilový kov, výrobek a způsob přidávání druhého kovu do ventilového kovu

### 5 Oblast techniky

Vynález se týká tantalového drátu, který obsahuje nikl.

Vynález se rovněž týká ventilového kovu, který obsahuje druhý kov.

10 Vynález se dále týká výrobku, který je vytvořen jako drát, pás nebo prášek.

Vynález se dále týká způsobu přidávání druhého kovu do ventilového kovu.

### 15 Dosavadní stav techniky

Ventilové kovy, například tantal a niob, jsou charakteristické tím, že na svém povrchu vykazují stabilní oxidový povlak, propůjčující těmto kovům specifické a výhodné charakteristické vlast-  
20 nosti, například odolnost proti korozi a elektrický odpor, které takové kovy činí využitelnými pro různé aplikace, například jako materiály pro výrobu anod elektrolytických kondenzátorů nebo jako materiály pro konstrukce určené pro specifická korozní prostředí.

25 Oxidový povlak může být překážkou při provádění vazebního spojování ventilových kovů, například v případě vazebního spojování do pelet slisovaných prášků ventilových kovů s kovovým přívodním drátovým vodičem nebo průvodním páskovým kontaktem, které jsou vytvořené z téhož kovu.

30 V případě použití prášků kovů pro elektrotechnické komponenty jemnější zrnitosti za účelem dosažení vyšší kapacitní reaktance se z důvodu zabránění nadměrného úbytku rozsahu povrchové plochy v důsledku jejího ovlivňování působením slinovacích teplot použijí snížené slinovací teploty.

35 Kromě toho, jakmile dojde v objemu slisovaného kovového prášku k vytvoření vyhovujících vzájemných spojovacích vazeb mezi jednotlivými částicemi, může být přivádění těchto částic do odpovídající spojovací vazby s přívodním drátovým vodičem nebo přívodním páskovým kontaktem při nižších slinovacích teplotách, umožňujících spékání slisovaných kovových prášků do pelet, nedostatečné tak, že vytvořené vazby mohou být snadno porušitelné a v důsledku toho  
40 může během dalšího požadovaného zpracovávání nebo při funkčním použití kondenzátoru docházet k odtrhování pelet z povrchu přívodního drátového vodiče nebo přívodního páskového kontaktu.

45 Patentový spis US 4 574 333 se týká tuhých elektrolytických kondenzátorů a popisuje těleso anody z tantalového drátu s povlakem niklu.

50 Patentový spis GB 2 147 611 popisuje způsob zpracování povrchu ventilových kovů, zejména niobu a tantalu, ve formě aglomerovaných nebo neaglomerovaných prášků, tenkých fólií nebo lisovaných předmětů, připravených z prášku, pro využití jako elektrody elektrolytických kondenzátorů. Kovy se zahřívají ve vakuu nebo v inertním plynu za přítomnosti chalkogenů.

Patentový spis US 4 483 819 popisuje způsob výroby aglomerovaného tantalového prášku, který je v podstatě čistý a je určen pro anody elektrolytických kondenzátorů z ventilového kovu.

Patentový spis DE 32 27 726 A popisuje vytváření dutých kuliček z ventilového kovu. Vrstva ventilového kovu je nanášena na jádro z práškového kovu, tvořící dočasnou opěru, které je zcela nebo částečně roztaveno ve vakuu nebo v inertním plynu při zvýšené teplotě za vytváření dutých kuliček z ventilového kovu, jako zbývajícího materiálu.

5

#### Podstata vynálezu

Podle tohoto vynálezu byl tedy vyvinut tantalový drát, obsahující nikl, který je charakterizován tím, že nikl je rozptýlen v tantalu, přičemž koncentrace niklu v tantalovém drátu je větší na povrchu tantalového drátu nebo v jeho blízkosti.

Poměr množství niklu k celkovému množství tantalu je s výhodou od 5 do 200 ppm.

U výhodného provedení je poměr od 5 do 50 ppm.

Tantalový drát podle tohoto vynálezu má s výhodou maximální hodnotu meze pevnosti v tahu větší, než 830 MPa (120 000 psi).

V souladu s dalším aspektem tohoto vynálezu byl vyvinut ventilový kov, obsahující druhý kov, který je charakterizován tím, že druhý kov je rozptýlen ve ventilovém kovu, přičemž koncentrace druhého kovu je větší na povrchu ventilového kovu nebo v jeho blízkosti.

Poměr celkového množství druhého kovu k celkovému množství ventilového kovu je s výhodou od 5 do 2000 ppm.

V souladu s dalším aspektem tohoto vynálezu byl vyvinut výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, který je charakterizován tím, že obsahuje shora uvedený ventilový kov.

Výrobek je dále charakterizován tím, že ventilový kov obsahuje tantal, niob nebo jejich slitiny, přičemž druhý kov je vybrán ze skupiny, obsahující tantal, niob, nikl, titan, zirkonium, wolfram a železo.

Druhý kov je s výhodou přidán do slitiny s ventilovým kovem.

35

Ventilový kov je charakterizován tím, že druhý kov je rozptýlen ve ventilovém kovu do hloubky nejvýše 2  $\mu\text{m}$  od povrchu ventilového kovu.

Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvedený ventilový kov.

40

Ventilový kov je dále charakterizován tím, že druhý kov je přítomen v koncentraci zhruba 1 % hmotnostních nebo větší vzhledem k celkové hmotnosti ventilového kovu.

Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvedený ventilový kov.

45

Ventilový kov je charakterizován tím, že druhý kov je přítomen v celkové koncentraci od 2 do 2000 ppm.

50

Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvedený ventilový kov.

- Ventilový kov je dále charakterizován tím, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je zirkonium.
- 5 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvede-  
ný ventilový kov.
- Ventilový kov je charakterizován tím, že druhým kovem je kov ze skupiny IVB, VB, VIB, VIIB  
nebo VIII.
- 10 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvede-  
ný ventilový kov.
- Ventilový kov je charakterizován tím, že druhý kov je na povrchu ventilového kovu.
- 15 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvede-  
ný ventilový kov.
- Ventilový kov je dále charakterizován tím, že druhý kov je umístěn od 1 do 2  $\mu\text{m}$  od povrchu  
ventilového kovu.
- 20 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvede-  
ný ventilový kov.
- Ventilový kov je dále charakterizován tím, že druhý kov je přítomen v koncentraci od zhruba  
1 % hmotnostní nebo větší vzhledem k celkové hmotnosti ventilového kovu.
- 25 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uve-  
dený ventilový kov.
- 30 Ventilový kov je dále charakterizován tím, že druhý kov je přítomen v celkové koncentraci od  
2 do 2000 ppm.
- Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvede-  
ný ventilový kov.
- 35 Ventilový kov je dále charakterizován tím, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je  
zirkonium.
- 40 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvede-  
ný ventilový kov.
- Ventilový kov je charakterizován tím, že druhým kovem je kov ze skupiny IVB, VB, VIB, VIIB  
nebo VIII.
- 45 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uve-  
dený ventilový kov.
- Ventilový kov je dále charakterizován tím, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je  
titan.
- 50 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvede-  
ný ventilový kov.

- Ventilový kov je dále charakterizován tím, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je nikl.
- 5 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvedený ventilový kov.
- Ventilový kov je dále charakterizován tím, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je wolfram.
- 10 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvedený ventilový kov.
- Ventilový kov je dále charakterizován tím, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je železo.
- 15 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvedený ventilový kov.
- Ventilový kov je dále charakterizován tím, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je niob.
- 20 Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvedený ventilový kov.
- 25 Ventilový kov je dále charakterizován tím, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je chrom.
- Výrobek, vytvořený jako drát, pás nebo prášek, je charakterizován tím, že obsahuje shora uvedený ventilový kov.
- 30 V souladu s dalším aspektem tohoto vynálezu byl vyvinut způsob přidávání druhého kovu do ventilového kovu, obsahující
- (a) povlékání povrchu ventilového kovu roztokem druhého kovu, a
- 35 (b) ohřívání ventilového kovu a povlaku za přítomnosti pohlcovače kyslíku na teplotu, postačující pro odstraňování kyslíku z ventilového kovu a pro zajištění vytvoření kovu, a pro opatřování ventilového kovu druhým kovem v obvodové oblasti na povrchu nebo v blízkosti povrchu ventilového kovu.
- 40 Povlékání s výhodou obsahuje nanášení roztoku soli druhého kovu v rozpouštědle na povrch ventilového kovu a odpařování rozpouštědla.
- Ventilovým kovem je s výhodou tantal nebo niob nebo jejich slitiny, přičemž druhý kov je vybrán ze skupiny, obsahující tantal, niob, nikl, titan, zirkonium, wolfram a železo.
- 45 Způsob podle tohoto vynálezu dále s výhodou obsahuje zpracování kovu, obsahujícího druhý kov, prostřednictvím roztoku kyseliny pro odstraňování zbytkového množství pohlcovače kyslíku a reakčního produktu tohoto pohlcovače a kyslíku a aniontů uvedených solí.
- 50 Ventilový kov se s výhodou tvaruje do formy drátu, který se vytvrzuje jeho tažením na menší průměr.
- V důsledku tohoto způsobu se druhý kov s výhodou rozptyluje ve ventilovém kovu.

Ventilový kov s druhým kovem v obvodové oblasti ventilového kovu se s výhodou tvaruje do formy drátu.

5 Ventilovým kovem je s výhodou tantal a druhým kovem je nikl.

Druhý kov je s výhodou přítomen v množství od 2 do 2000 ppm.

Rozpouštědlem je s výhodou organické rozpouštědlo.

10 Roztokem je s výhodou organický roztok.

Roztokem je s výhodou vodný roztok.

15 Rozpouštědlem je s výhodou aceton, xylen, methanol, acetonitril, metylenchlorid, N-pyrrolidon, dimethylsulfoxid, dimethylacetamid, dimethylformamid, methylethylketon nebo glykol-ethylether.

20 Roztok s výhodou obsahuje druhý kov a adjuvans, zahušťovadlo, vyrovnávací činidlo, surfaktant nebo jejich kombinace.

Pohlcovačem kyslíku je s výhodou hořčík, vápník, sodík, hliník, uhlík, titan nebo zirkonium.

U výhodného provedení je pohlcovačem kyslíku hořčík.

25 Ventilový kov a povlak jsou s výhodou vystaveny působení pohlcovače kyslíku ve vakuové peci.

Ventilový kov je s výhodou ve formě prášku.

30 Ventilovým kovem je s výhodou niob.

Podle předloženého vynálezu byl tedy vyvinut ventilový kov, obsahující druhý kov, přičemž tento druhý kov je s výhodou ve větší koncentraci distribuovaný spíše v okrajové oblasti nebo v těsné blízkosti okrajové oblasti ventilového kovu, než v objemu tohoto kovu.

35 Ventilový kov může vykazovat různé konfigurace, například takové jako jsou drátový vodič, páskový plech zahrnující tenkou fólii, nebo částice zahrnující vločkovitý, nodulární (kuličkový) nebo angulární (ostrohranný) prášek.

40 V takových konfiguracích je ventilový kov koncentrován v okrajové oblasti příslušné formy ventilového kovu nebo výrobku z tohoto kovu vytvořeného.

45 Drátový vodič z ventilového kovu podle předloženého vynálezu se s výhodou používá při výrobě anod pro elektrolytické kondenzátory z důvodu zajištění požadované zvýšené pevnosti vazebního spojení mezi uvedeným drátovým vodičem a spékanými peletami ze slisovaného prášku ventilového kovu.

50 Páskový plech vytvořený z ventilového kovu podle předloženého vynálezu je podobně jako v předcházejícím případě použitelný pro vytváření přírodních páskových kontaktů spékaných, ze slisovaného prášku kovu pro elektrotechnické komponenty vytvořených anod.

Podle předloženého vynálezu se kromě toho dále navrhuje způsob přidávání druhého kovu k ventilovému kovu, obsahující:

(a) povlákání povrchu ventilového kovu roztokem, obsahujícím druhý kov, a

(b) ohřívání ventilového kovu a vytvořeného povlaku za přítomnosti pohlcovače kyslíku na teplotu postačující pro odstraňování kyslíku z ventilového kovu a pro zajištění vytvoření ventilového kovu obsahujícího druhý kov koncentrovaný v jeho okrajové oblasti.

Ve výhodném provedení je tento druhý kov, z důvodu zdokonalení povrchových vlastností ventilového kovu, koncentrovaný na povrchu nebo v těsné blízkosti povrchu tohoto kovu, například v jeho okrajové oblasti.

#### Příklady provedení vynálezu

Pro účely předloženého vynálezu se zde použitým výrazem „ventilový kov“ míní kov jako je tantal, niob, slitiny ventilových kovů zahrnující slitiny tantalu a niobu, a ventilové kovy obsahující inhibitory pro zpomalování růstu zrna, například tantal s obsahem až do asi 1000 ppm oxidu křemičitého nebo oxidu yttritího, směs niobu se zirkoniem a podobně.

Na rozdíl od druhého kovu, který je s výhodou koncentrovaný v okrajové oblasti ventilových kovů, jsou další přísady, například inhibitory pro zpomalování růstu zrna nebo slitinové prvky, v tomto kovu distribuované rovnoměrně v celém objemu.

Pro účely předloženého vynálezu se zde použitým výrazem „druhý kov“ míní kovová složka obsažená ve ventilových kovech, která v jeho objemu není rovnoměrně distribuovaná. Takovým druhým kovem, použitelný pro uvedené účely, může být některý z kovů nacházejících se ve skupinách IVB, VB, VIB, VIIB a VIIIB periodické tabulky a zahrnujících tantal, niob, nikl, titan, zirkonium, wolfram a železo. Přednostně používaným druhým kovem pro tantalové výrobky, určeným pro vazební spojení se spékáním tantalovým práškem, je nikl.

Při provádění způsobu podle předloženého vynálezu se druhý kov k ventilovému kovu přidává prostřednictvím povlákání povrchu ventilového kovu odpovídající směsí druhého kovu a ohřívání povlakem opatřeného ventilového kovu za přítomnosti pohlcovače kyslíku na teplotu postačující pro odstraňování kyslíku z tohoto kovu a pro zajištění vytvoření ventilového kovu, obsahujícího druhý kov koncentrovaný v jeho okrajové oblasti.

Pohlcovač kyslíku může být kromě toho účinný také v souvislosti s odstraňováním aniontů sdružených se druhým kovem a vyskytujících se ve vytvořeném povlaku. Tento způsob je obzvláště výhodný a použitelný pro přípravu drátového vodiče, páskového plechu, nebo prášku z ventilového kovu obsahujícího druhý kov.

V případě použití drátového vodiče obsahujícího druhý kov jako přívodního drátového vodiče pro přípravu spékání anod z peletizovaného prášku ventilových kovů může být v důsledku této skutečnosti při spékání dosazena vyšší pevnost vazebního spojení mezi práškovým kovem a přívodním drátovým vodičem. Předpokládá se, že takový drátový vodič bude použitý ve spojení s práškovým ventilovým kovem, který se s výhodou spéká při nízkých slinovacích teplotách, například teplotách menších než 1500 °C v případě tantalových prášků, nebo ještě nižších teplotách, například teplotách pohybujících se v rozmezí od 1200 do 1400 °C.

Předpokládá se, že zdokonalené vazební spojování pelet k přívodnímu drátovému vodiči při vytváření anody v souladu s předloženým vynálezem bude snižovat (a v důsledku toho zlepšovat) citlivost anody na přetěžování okamžitými nárazovými proudy.

Ačkoliv není vyloženo nutné dokazovat dále uvedené skutečnosti striktně teoretickými poznatky, rozumí se, že přetěžování okamžitými nárazovými proudy, vyskytující se zejména na počátku buzení a uvádění vybíjecího okruhu pod napětí, může v případě, kdy jsou vzájemné vazby kovového prášku a drátového vodiče špatně vytvořené a navázané, v důsledku čehož mají malou celkovou průřezovou plochu, způsobovat průraz tantalových elektrolytických kondenzátorů.

Vysoký okamžitý zatěžovací proud, procházející napříč špatně vytvořených vzájemných vazeb, má za následek vysokou proudovou hustotu a ohmický ohřev v oblasti anodového rozhraní styku mezi drátovým vodičem a povlakem. Vysoká proudová hustota a generování tepla v důsledku ohmického ohřevu může ve svém důsledku vést k poškození elektrolytických kondenzátorů a v určitých případech dokonce i k možnému zapálení pelet, vytvořených z ventilových kovů.

Zdokonalené vzájemné vazební spojování drátového vodiče a práškových pelet, zajištěné na základě vytvoření podle předloženého vynálezu, představuje podle předpokladu redukcí výskytu nežádoucích průrazů zapříčiněných působením nárazového proudu.

Páskový plech z ventilového kovu, vytvořený podle předloženého vynálezu, se kromě shora uvedeného předpokládá rovněž pro použití při výrobě plochých přívodních kontaktů pro spékání anody z prášku ventilového kovu, vykazující vysokou kapacitní reaktanci.

Vzhledem k uvedenému jsou přednostními výrobky podle předloženého vynálezu drátové vodiče a páskové plechy z ventilových kovů, obsahující druhý kov, který v důsledku své přítomnosti zlepšuje jejich povrchové vlastnosti, například pevnost vazebního spojení prášku ventilových kovů se spékanými tělísky.

Přívodní drátové vodiče vykazují obvykle průměry v rozmezí od asi 100 do 1000  $\mu\text{m}$ ; zatímco páskové plechy mohou vykazovat i menší tloušťku, například takovou, jako je tloušťka 50  $\mu\text{m}$ ; a tenké fólie mohou být dokonce i slabší.

Práškové kovy, obsahující druhý kov podle předloženého vynálezu, mohou být použité jako vazební prostředky pro vazební spojování kovových součástí, vytvořených z ventilových kovů, nebo pro spékání prášků ventilových kovů při slinovacích teplotách, nebo jednoduše představují kovové přísady ventilových kovů, například dopanty, koncentrované v jejich okrajových oblastech.

Drátový vodič a páskový plech, vytvořené podle přednostního provedení předloženého vynálezu, vykazují koncentraci druhého kovu v okrajové oblasti příslušného výrobku z ventilových kovů, přičemž tloušťka této okrajové oblasti bude záviset na rychlosti difuze druhého kovu do ventilových kovů.

Mezi předpokládané faktory, ovlivňující difuzi nebo její rychlost, patří jednak koncentrace druhého kovu vztážená na jednotku povrchové plochy naneseného povlaku, a jednak doba a velikost teploty, při kterých je ventilový kov podrobovaný tepelnému zpracování, stejně tak jako vystavení tohoto kovu působení pohlcovače kyslíku.

V mnoha případech je výhodné, aby tato okrajová oblast, ve které je distribuovaný druhý kov, byla, z důvodu dosažení požadovaných zlepšených povrchových vlastností aniž by docházelo k nepříznivému ovlivňování objemových vlastností ventilových kovů, z hlediska tloušťky co možná minimální.

Dalším užitečným přínosem okrajové oblasti minimální tloušťky, ve které je koncentrován druhý kov, je možnost redukce koncentrace druhého kovu v této oblasti na minimální hladinu, aniž by byly jakýmkoliv způsobem dotčeny dosažené zlepšené povrchové vlastnosti, například pro-



střednictvím tepelného zpracování pro napomáhání průběhu difuze druhého kovu do objemu ventilových kovů, vykazujícího nízkou koncentraci, je-li vůbec jaká, druhého kovu, například do oblastí jádra drátového vodiče nebo středové oblasti páskového plechu.

- 5 Podle přednostních aspektů předloženého vynálezu se může tloušťka okrajové oblasti, vykazující koncentraci druhého kovu, nacházet ve vzdálenosti 1 až 2  $\mu\text{m}$  od povrchu.

10 Ve specifických aplikacích může být koncentrace druhého kovu v okrajové oblasti až asi 1 % hmotnostní nebo více. Vztaheno na celkovou hmotnost ventilových kovů ve výrobku se může objemová koncentrace druhého kovu pohybovat v rozmezí 2 až 2000 ppm.

V dalších specifických aplikacích se může objemová koncentrace druhého kovu pohybovat v rozmezí 5 až 50 ppm.

- 15 Drátový vodič z ventilových kovů podle předloženého vynálezu může být ve vyžíhaném stavu (380 až 620 MPa, tj. 55 000 až 90 000 psi), v nevyžíhaném stavu - polotvrdý (725 až 1 105 MPa, tj. 105 000 až 160 000 psi), nebo v nevyžíhaném stavu - tvrdý (900 až 1 485 MPa, tj. 130 000 až 215 000 psi).

20 Jako druhý kov použitelný v kombinaci s tantalem je nikl, který je stálý a odolný proti korozi. Množství niklu, použité v tantalovém drátovém vodiči, bude s výhodou minimální množství, které bude schopné zajistit dosažení příslušných zdokonalených vlastností, tj. zlepšené vazební spojování druhého kovu se spékaným práškem ventilových kovů s minimálně nepříznivým účinkem na elektrické vlastnosti konečných, dohotovených anod.

25 Výhoda předloženého vynálezu spočívá v tom, že během tepelného působení při spékání bude zpočátku koncentrace druhého kovu, například niklu, vyšší v okrajové oblasti, což ve svém důsledku podporuje vazební spojování kovových prášků s drátovým vodičem, zatímco v dalším průběhu spékání bude mít druhý kov tendenci difundovat z povrchových oblastí směrem do středové oblasti drátového vodiče a takto zajišťovat svou nízkou koncentraci v okrajové oblasti, čehož důsledkem je, že tento druhý kov nepříznivě neovlivňuje elektrické vlastnosti finálního elektrolytického kondenzátoru.

35 Při provádění způsobu podle předloženého vynálezu se rovnoměrná distribuce povlaku druhého kovu s výhodou dosahuje prostřednictvím použití roztoku obsahujícího rozpustnou sůl druhého kovu. Takový roztok je možné nanášet na kyslíkem pasivovaný povrch ventilových kovů. Aplikace uvedeného roztoku kovu se může provádět prostřednictvím jeho organického nebo vodného roztoku.

40 Užitečné anionty pro shora zmiňované rozpustné soli druhého kovu zahrnují chlorid, sulfát, uhličitán a dusičnan. Mezi užitečná a pro uvedené účely použitelná organická rozpouštědla patří aceton, xylen, metanol, acetonitril, metylenchlorid, N-pyrrolidin, dimetylsulfoxid, dimetylacetamid, dimetylformamid, metyletylketon, glykoetyléter a podobně. Pro účely podporování vytváření a udržování rovnoměrně distribuovaného povlaku druhého kovu na povrchu základního kovu může roztok kromě shora uvedeného s výhodou dále zahrnovat adjuvansy (pomocné látky), například takové, jako jsou vazební pojiva, zahušťovadla, vyrovnávací prostředky, povrchově aktivní látky a podobné přísady, které se při provádění takových technologií nanášení obvykle používají.

50 Užitečná a pro uvedené účely použitelná vazební pojiva zahrnují polypropylén karbonát, hydroxypropyl metylcelulózu, polyvinylalkohol, polyvinylbutyral a polymerní latex, přičemž přednostně používaným vazebním pojivem je polypropylén karbonát.

Koncentrace druhého kovu a pomocné látky bude záviset na tloušťce požadovaného rovnoměrně distribuovaného povlaku druhého kovu a na požadované koncentraci tohoto druhého kovu.

5 Roztoky mohou být na ventilový kov aplikované prostřednictvím jakékoliv ze stavu techniky známé technologie, například prostřednictvím nanášení stříkáním, nanášení štětcem, nanášení máčením do roztoku a podobně.

10 Z hlediska uvedených účelů představuje výhodné aplikace pro nanášení povlaku na drátový vodič protahování drátového vodiče skrze porézní prostředí saturované povlakovým roztokem nebo skrze lázeň povlakového roztoku. Vytvořený povlak je na povrch základního kovu vazebně fixovaný prostřednictvím odpařování roztoku a/nebo ustalováním, například gelováním nebo zasíťováním vazebního pojiva.

15 Užitečným a pro uvedené účely použitelným způsobem pro vazební spojování povlaku s povrchem drátového vodiče je protahování povlakem opatřeného drátového vodiče skrze konvekčně ohříváné pásmo, které současně napomáhá při odstraňování rozpouštědla. Tímto konvekčně ohříváním pásmem může s výhodou být vertikálně nebo horizontálně konfigurovaná trubkovitá komora s průtokem proudu ohřátého vzduchu, vzhledem ke směru pohybu zpracovávaného drátového vodiče skrze komoru, v souproudu nebo protiproudu.

20 Při provádění způsobu podle předloženého vynálezu je výrobek, vytvořený z ventilových kovů, po provedení vazební fixace povlaku směsí druhého kovu, podrobeny ohřevu za přítomnosti pohlcovače kyslíku na teplotu postačující pro odstraňování oxidů z ventilových kovů a pro zajištění redukováného obsahu druhého kovu v základním kovu.

25 Pro tento účel použitelnými pohlcovači kyslíku jsou materiály, vykazující vyšší afinitu ke kyslíku, než ventilový kov. Takové pohlcovače kyslíku zahrnují hořčík, vápník, sodík, hliník, uhlík, titan a zirkonium.

30 Kromě toho musí pohlcovač kyslíku rovněž tak vykazovat vyšší afinitu ke kyslíku, než druhý kov, například tehdy, je-li tímto druhým kovem titan nebo zirkonium.

35 Pohlcovač kyslíku může být dále funkčně činný pro účely extrahování aniontu z roztoku soli druhého kovu. V případě použití chloridu ikelnatého jako soli druhého kovu je přednostním pohlcovačem kyslíku hořčík.

40 V případě, kdy je uvedeným výrobkem drátový vodič, může být tento drátový vodič pro účely jeho vystavení působení plynné fáze, obsahující materiál na bázi pohlcovače kyslíku, volně navinutou cívkou, například na kovovou cívkou vytvořenou z ventilového kovu. Tento výrobek je působení vlivu zmiňovaného materiálu, respektive pohlcovače kyslíku, s výhodou podrobený ve vakuové peci, která umožňuje provádění odčerpávání atmosférického kyslíku a jeho nahrazování inertní plynnou fází, obsahující relativně vysokou koncentraci pohlcovače kyslíku, například plynnou fází, obsahující argon a hořčík v plynném stavu.

45 V případě, že se jako pohlcovač kyslíku použije hořčík, jsou pak pro odstraňování povrchového kyslíku z ventilového kovu obzvláště výhodné teploty nad 800 °C.

50 Příslušné technologické postupy pro odstraňování kyslíku jsou popsány v patentových spisech US 3 647 420, US 4 722 756, US 4 960 471, a US 5 241 481, které se tímto začleňují do odvolávek předloženého vynálezu.

Drátový vodič z ventilového kovu, připravený v souladu se způsobem podle předloženého vynálezu, se prostřednictvím jeho tepelného zpracování za použití pohlcovače kyslíku charakteristicky změkčuje, což ve svém důsledku způsobuje, že mez pevnosti v tahu takto změkčeného dráto-

vého vodiče je ve velmi častých případech nevyhovující pro účely použití tohoto vodiče jako přívodního drátového vodiče pro výrobu kovových spěkaných anod elektrolytických kondenzátorů.

5 Tepelné zpracování a rychlé ochlazení drátového vodiče za účelem jeho vytvrzení bude z hlediska jeho použití pro aplikace v elektrolytických kondenzátorech zpravidla škodlivé v důsledku nežádoucího pohlcování kyslíku, doprovázejícího takové zpracování.

10 Bylo zjištěno, že povrch a okrajové oblasti drátového vodiče z ventilového kovu, obsahujícího druhý kov podle předloženého vynálezu, jsou na rozdíl od mnoha ze stavu techniky známých povrchových povlaků dostatečně trvanlivé a jsou schopné odolávat protahování tohoto drátového vodiče skrze průvlak za účelem redukce jeho průměru, prostřednictvím kterého dochází k účinnému mechanickému zpracování drátového vodiče za studena, jehož následkem je dosažení dostatečné meze pevnosti, nezbytné pro aplikace, týkající se příslušných komponent elektrolytických kondenzátorů.

15 V případech, ve kterých není povlak soli druhého kovu na povrchu drátového vodiče distribuovaný rovnoměrně, například v případech, ve kterých je uspořádán v prouzcích neboli v tak zvaných šlících, čehož důsledkem je nízká koncentrace druhého kovu v určitých okrajových oblastech, může být z důvodu snížení otěru, způsobovaného průchodem vodiče skrze průvlak, na 20 minimální možnou míru, prospěšné před prováděním tažení opatřit povrch drátového vodiče oxidovým povlakem.

Shora popsany způsob je možné podle potřeby dále modifikovat, například za účelem zajištění 25 přítomnosti druhého kovu v prášcích kovů pro elektrolytické komponenty, například prášcích, vykazujících co do velikostí rozměry řádově v rozmezí od 1 do 10  $\mu\text{m}$ .

Takto může být prášek kovu pro elektrolytické komponenty opatřený například povlakem roztoku 30 soli druhého kovu a vysoušený například ve fluidním loži. Takový povlak soli druhého kovu opatřený prášek ventilového kovu se může zpracovávat za použití pohlcovače kyslíku pro začlenění druhého kovu do prášku uvedeného základního kovu jako jeho součástí.

35 Pro účely předloženého vynálezu mohou využitelné prášky ventilového kovu zahrnovat tantalový prášek obsahující niobl, tantalový prášek obsahující niobl, a niobový prášek obsahující tantal. Kromě toho může být tantalový prášek obsahující niobl použit jako vazební prostředek pro částice 40 tantalu. Niobový prášek obsahující tantal může zase zajišťovat dosažení zlepšených elektrických vlastností pro niobové prášky.

Následně uvedená příkladná provedení slouží pro ilustraci určitých aspektů předloženého vynálezu. 40

#### Příklad 1

45 Množství 0,8 % hmotnostních povlakového roztoku niklu bylo připraveno rozpuštěním 32,4 g hexahydrátu chloridu nikelnatého ve 200 ml metanolu a pozvolného přidávání vytvořeného roztoku chlorid nikelnatý/metanol do 800 ml 5 % roztoku polypropylén uhličitanu v acetonu, který byl připraven přidáním acetonu do 20 % roztoku polypropylén karbonátu QPAC-40-M, dodávaného na trh firmou PAC Polymers, Allentown, Pennsylvania.

50 Tantalový drátový vodič o průměru asi 710  $\mu\text{m}$  byl opatřený odpovídajícím povlakem prostřednictvím průchodu tohoto drátového vodiče skrze houbu saturovanou 8,0 % roztokem niklu a jeho následným průchodem skrze trubici z inconelu za spolupůsobení souběžného proudu ohřátého vzduchu, který spolupůsobí při a podporuje odpařování rozpouštědla. Drátový vodič s vysuše-

ným naneseným povlakem se pak volně navine na tantalovou cívku a uloží do plechové krabice z tantalu, nacházející se ve vakuové peci a obsahující množství hořčíkového prášku. Množství hořčíkového prášku představuje množství postačující pro odstranění povrchového kyslíku z tantalu (tj. drátového vodiče, cívky a plechové krabice) a iontů chloridu z naneseného povlaku.

5 Z pece byl odčerpán vzduch a nahrazen argonem o nízkém tlaku (asi 13 Pa). Teplota v peci byla zvýšena na 925° a udržována po dobu dvou hodin pro umožnění odpaření hořčíku, nacházejícího se ve styku s povrchovou plochou povlakem opatřeného drátového vodiče.

10 Po ochlazení pece se do pece opět zavedl vzduch, drátový vodič byl vyňat z pece a nechal se proprat v nitrační kyselé lázni, sestávající z asi 20 % kyseliny dusičné a 2 % kyseliny fluorovodíkové pro odstranění zbytkového množství hořčíku, oxidu horečnatého a chloridu hořečnatého. Drátový vodič byl prostřednictvím tohoto tepelného zpracování změkčený tak, že vykazoval mez  
15 pevnosti v tahu 530 MPa (77 000 psi). Provedená objemová analýza drátového vodiče prokázala celkový obsah niklu 45 ppm.

Ačkoli takto připravený drátový vodič nevykazoval odpovídající povlak niklu, představuje zjištěné množství niklu ekvivalentní povrchový povlak niklu o tloušťce 319 angströmů. Na základě  
20 povrchové analýzy drátového vodiče, provedené za použití rastrovací elektronové mikroskopie (SEM), byla zjištěna přítomnost niklu a tantalu do hloubky asi 1,5 až 2 μm.

Drátový vodič byl poté odvinutý z cívky a podrobený zpracování tažením na průměr 240 μm pro  
25 zajištění mechanicky zpevněného, vytvrzeného drátového vodiče, který vykazuje mez pevnosti v tahu 1190 MPa (173 000 psi). Povrchová analýza tažením zpracovávaného drátového vodiče, prováděná za použití rastrovací elektronové mikroskopie (SEM), vykazovala rovněž přítomnost tantalu a niklu.

Na základě grafického mapování povrchové plochy drátového vodiče, prováděného za použití  
30 rentgenové strukturní analýzy, byla zjištěna rovnoměrná distribuce tantalu a niklu.

Jeden segment tažením zpracovaného drátového vodiče, navinutý na cívku, byl podroben anodickému  
35 oxidaci za podmínek podobných podmínkám, které se používají pro anodické oxidování spékávaných pelet slisovaného tantalového prášku při výrobě elektrolytických kondenzátorů.

Pokud segmentem taženého drátového vodiče, ponořeného do 0,13 % roztoku kyseliny fosforečné  
40 prochází elektrický proud, dochází v roztoku kyseliny ke generování bublinek, což indikuje existenci spojení nakrátko na povrchu drátového vodiče skrze oxid tantalu, které ve svém důsledku zabránuje ukládání oxidových povlakových vrstev.

Další segment drátového vodiče, navinutý na cívku, byl podroben ohřevu na teplotu 1300 °C po  
45 dobu 30 minut za účelem simulace podmínek spékání pelet slisovaného tantalového prášku.

Ohřevem zpracovaný drátový vodič byl podroben anodickému oxidování po dobu 30 minut  
50 v 0,13 % roztoku kyseliny fosforečné při teplotě 93 °C za současného působení konstantního proudu se zvyšujícím se svorkovým napětím na hodnotu 200 voltů. Působení dosaženého svorkového napětí se udržuje po dobu 5,5 minuty.

Poté byly segmenty anodicky oxidovaného drátového vodiče ponořeny do 0,1 % roztoku kyseliny  
55 fosforečné o teplotě 25 °C a podrobeny působení napětí 180 voltů po dobu 2 minuty. Rozptyl stejnosměrného proudu pro segmenty anodicky oxidovaného drátového vodiče se pohyboval v rozmezí od 0,25 do 1 miliampéru na čtverečný centimetr (asi od 1,5 do 7 miliampéru na

čtverečný palec). Rozptyl stejnosměrného proudu pro referenční tantalový drátový vodič (bez obsahu druhého kovu) byl asi 0,04 miliampéru na čtverečný centimetr.

5 Příklad 2

Tantalový drátový vodič, obsahující nikl, byl připraven stejným způsobem, jako v případě příkladu 1, až na to, že roztok soli niklu byl aplikován prostřednictvím houby, saturované tímto roztokem, na vertikálně zavěšený drátový vodič.

10 Poté byl tantalový drátový vodič podrobený vytvrzování mechanickým zpevňováním a tažením na průměr 250  $\mu\text{m}$  a za tohoto stavu použitý jako přívodní drátové vodiče spékáných, z tantalového prášku vytvořených, anod pro elektrolytický kondenzátor.

15 Tantalový prášek byl poté nalisovaný kolem konce drátového vodiče a tento drátový vodič s nalisovaným tantalovým práškem byl podroben spékání při obvyklých podmínkách.

20 Jakost vazebního spojení kovového prášku s přívodním drátovým vodičem byla podrobena zkušebnímu testování prostřednictvím strhávání spečených pelet z drátového vodiče protahováním skrze průvlak.

25 Přívodní drátové vodiče, obsahující nikl podle předloženého vynálezu, byly podrobeny strhávání spečených pelet z drátového vodiče protahováním skrze průvlak za použití síly o 50 % větší než síla, která se požaduje pro účely použití standardního tantalového drátového vodiče.

30 PATENTOVÉ NÁROKY

1. Tantalový drát, obsahující nikl, **vyznačující se tím**, že nikl je rozptýlen v tantalu, přičemž koncentrace niklu v tantalovém drátu je větší na povrchu tantalového drátu nebo v jeho blízkosti.

35 2. Drát podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že poměr množství niklu k celkovému množství tantalu je od 5 do 200 ppm.

40 3. Drát podle nároku 2, **vyznačující se tím**, že poměr je od 5 do 50 ppm.

4. Drát podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že má maximální hodnotu meze pevnosti v tahu větší, než 830 MPa (120 000 psi).

45 5. Ventilový kov, obsahující druhý kov, **vyznačující se tím**, že druhý kov je rozptýlen ve ventilovém kovu, přičemž koncentrace druhého kovu je větší na povrchu ventilového kovu nebo v jeho blízkosti.

50 6. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že poměr celkového množství druhého kovu k celkovému množství ventilového kovu je od 5 do 2000 ppm.

7. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 5.

8. Výrobek podle nároku 7, **vyznačující se tím**, že ventilový kov zahrnuje tantal, niob nebo jejich slitiny, přičemž druhý kov je vybrán ze skupiny, obsahující tantal, niob, nikl, titan, zirkonium, wolfram a železo.
- 5 9. Výrobek podle nároku 8, **vyznačující se tím**, že druhý kov je přidán do slitiny s ventilovým kovem.
- 10 10. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že druhý kov je rozptýlen ve ventilovém kovu do hloubky nejvýše 2  $\mu\text{m}$  od povrchu ventilového kovu.
11. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 10.
12. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že druhý kov je přítomen v koncentraci zhruba 1 % hmotnostních nebo větší vzhledem k celkové hmotnosti ventilového kovu.
13. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 12.
- 20 14. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že druhý kov je přítomen v celkové koncentraci od 2 do 2000 ppm.
- 25 15. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 14.
16. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je zirkonium.
- 30 17. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 16.
18. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že druhým kovem je kov ze skupiny IVB, VB, VIB, VIIB nebo VIII.
- 35 19. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 18.
- 40 20. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že druhý kov je na povrchu ventilového kovu.
21. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 20.
- 15 22. Ventilový kov podle nároku 20, **vyznačující se tím**, že druhý kov je umístěn od 1 do 2  $\mu\text{m}$  od povrchu ventilového kovu.
23. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 22.
- 50 24. Ventilový kov podle nároku 20, **vyznačující se tím**, že druhý kov je přítomen v koncentraci od zhruba 1 % hmotnostní nebo větší vzhledem k celkové hmotnosti ventilového kovu.

25. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 24.
- 5 26. Ventilový kov podle nároku 20, **vyznačující se tím**, že druhý kov je přítomen v celkové koncentraci od 2 do 2000 ppm.
27. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 26.
- 10 28. Ventilový kov podle nároku 20, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je zirkonium.
- 15 29. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 28.
30. Ventilový kov podle nároku 20, **vyznačující se tím**, že druhým kovem je kov ze skupiny IVB, VB, VIB, VIIB nebo VIII.
- 20 31. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 30.
- 25 32. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je titan.
- 30 33. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 32.
- 35 34. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je nikl.
- 40 35. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 34.
- 45 36. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je wolfram.
37. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 36.
- 40 38. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je železo.
- 45 39. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 38.
- 40 40. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je niob.
- 50 41. Výrobek vytvořený jako drát, pás nebo prášek, **vyznačující se tím**, že obsahuje ventilový kov podle nároku 40.

42. Ventilový kov podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je chrom.

43. Způsob přidávání druhého kovu do ventilového kovu, obsahující

5 (a) povlákání povrchu ventilového kovu roztokem druhého kovu, a

10 (b) ohřívání ventilového kovu a povlaku za přítomnosti pohlcovače kyslíku na teplotu, postačující pro odstraňování kyslíku z ventilového kovu a pro zajištění vytvoření kovu, a pro opatrování ventilového kovu druhým kovem v obvodové oblasti na povrchu nebo v blízkosti povrchu ventilového kovu.

15 44. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že povlákání obsahuje nanášení roztoku soli druhého kovu v rozpouštědle na povrch ventilového kovu a odpařování rozpouštědla.

20 45. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je tantal nebo niob nebo jejich slitiny, přičemž druhý kov je vybrán ze skupiny, obsahující tantal, niob, nikl, titan, zirkonium, wolfram a železo.

25 46. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že dále obsahuje zpracování kovu, obsahujícího druhý kov, prostřednictvím roztoku kyseliny pro odstraňování zbytkového množství pohlcovače kyslíku a reakčního produktu tohoto pohlcovače a kyslíku a aniontů uvedených solí.

30 47. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že ventilový kov se tvaruje do formy drátu, který se vytvrzuje jeho tažením na menší průměr.

35 48. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že v důsledku tohoto způsobu se druhý kov rozptyluje ve ventilovém kovu.

40 49. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že ventilový kov s druhým kovem v obvodové oblasti ventilového kovu se tvaruje do formy drátu.

45 50. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je tantal a druhým kovem je nikl.

50 51. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že druhý kov je přítomen v množství od 2 do 2000 ppm.

55 52. Způsob podle nároku 44, **vyznačující se tím**, že rozpouštědlem je organické rozpouštědlo.

60 53. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že roztokem je organický roztok.

65 54. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že roztokem je vodný roztok.

70 55. Způsob podle nároku 44, **vyznačující se tím**, že rozpouštědlem je aceton, xylen, methanol, acetonitril, metylenchlorid, N-pyrrolidon, dimetylsulfoxid, dimetylacetamid, dimethylformamid, metylethylketon nebo glykoletylether.

75 56. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že roztok obsahuje druhý kov a adjuvans, zahušťovadlo, vyrovnávací činidlo, surfaktant nebo jejich kombinace.



57. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že pohlcovačem kyslíku je hořčík, vápník, sodík, hliník, uhlík, titan nebo zirkon.
58. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že pohlcovačem kyslíku je hořčík.
59. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že ventilový kov a povlak jsou vystaveny působení pohlcovače kyslíku ve vakuové peci.
60. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že ventilový kov je ve formě prášku.
61. Způsob podle nároku 43, **vyznačující se tím**, že ventilovým kovem je niob.

Konec dokumentu