

# 35伏—7000微法·伏/克(170伏 赋能) 电容器钽粉的研制

九江有色金属冶炼厂      余乐园    张晓虹

• 提要 • 本文介绍了35伏—7000微法·伏/克钽粉的性能,对注钠、酸化除杂、掺杂热处理等工艺进行了实验和论述。

• 关键词 • 钠还原    酸洗    掺杂    电容器钽粉

## 一、前 言

用钽粉制作的电容器性能优异,是所有电容器中体积小而又能达到大容量的产品。外形多种多样,很容易制成适于自动化组装的大小元件。在各个技术领域中得到了广泛的应用。近年来,国内外对钽粉制取工艺研究很多(1—3),新产品相继问世(4—6)。32~35伏—600~7000微法·伏/克钽粉先后在我厂、栗木锡矿、宁夏有色金属冶炼厂投入批量生产(7—8),但其赋能电压只140—150伏,使用范围受到限制,无法满足钽电容器生产厂家的特殊需要。

上述电容器钽粉具有成型性好,漏电流小,耐压性好,温度敏感小,体积比容大等优点,产品性能处于国内领先地位。

## 二、实验及结果

### (一) 工艺流程

### (二) 实验结果

1. 钠还原注钠温度对原粉率的影响。还原过程确定了钽粉杂质含量、粒度、粒形,也就基本上确定了钽粉的性能。控制不同的还原温度和还原条件,可得到不同性能的钽

粉。从表1结果来看,钽粉原粉率主要取决于注钠温度。

表1 注钠温度对原粉率的影响

注钠温度℃	580	600	620
平均原粉率%	76.8	71.0	64.4

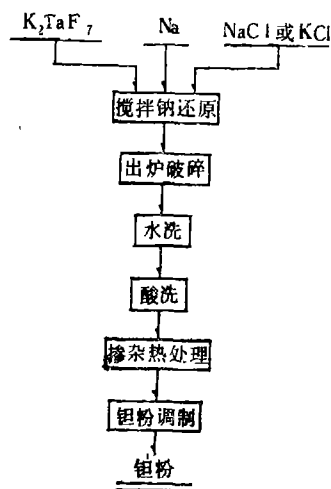


图1: 工艺流程图

2. 酸洗除杂试验 为得到较为纯净的钽粉,同时不破坏钽粉粒形,本实验采用蒸汽搅拌酸洗法除杂。结果见表2。

表2 酸洗除杂实验结果

批 号	酸洗前杂质含量 (ppm)				酸洗后杂质含量 (ppm)			
	O	Fe	Cr	Ni	O	Fe	Cr	Ni
Lb $\begin{smallmatrix} 44 \\ 47 \end{smallmatrix}$	2800	30	14	26	100	10	10	20
Lb $\begin{smallmatrix} 98 \\ 99 \end{smallmatrix}$	2350	65	17	54	900	10	10	22
Lb $\begin{smallmatrix} 155 \\ 177 \end{smallmatrix}$	1800	68	16	44	1000	15	10	16

注: 固液比1:1.5, 0.6~1.0%HF洗一至二次, 18~20%HCl洗一次。

3. 掺杂热处理实验。据资料报导, 高温真空中掺杂凝聚可以改善钽粉的物理性能和电性能, 获得温度特性稳定的钽粉<sup>[6]</sup>。为了降低钽粉的烧结收缩率, 提高流动性和比容, 得到综合性能好的钽粉, 进行了掺杂

热处理实验。

实验条件: 掺杂50—100ppm, 热处理温度1000—1500℃, 阳极烧结温度1700℃/30', 赋能电压170V, 真空度 $\leq 5 \times 10^{-5}$ 托, 实验结果见表3、4。

表3 掺杂物对钽粉性能的影响

编 号	掺 杂 物	CV值 ( $\mu F \cdot v/g$ )	d压 (Pa)	损耗tg $\delta$ %	收缩率 (%)	折丝 (次)
R <sub>82</sub>	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	6225	484	4.3	5.0	6.6、6.7、6
R <sub>83</sub>	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	6416	491	3.5	6.1	7.7、9.6、6

表4 凝聚次数对钽粉电性能的影响

编 号	凝 聚 次 数	CV值 ( $\mu F \cdot v/g$ )	d压 (Pa)	损耗 (tg $\delta$ %)	收缩率 (%)	折丝 (次)
R <sub>25</sub>	一 次	6964	519	3.7	7	5.7、5.6、7
R <sub>27</sub>	二 次	7021	500	3.8	4.7	8.9、8.9、9

### (三) 电容器钽粉性能

表5 钽粉的物理性能

批 号	比表面积 cm <sup>2</sup> /g	平均粒径 $\mu$	孔 隙 度 %	流 动 性 秒	松装比重
TPAH—7639	653	5.5	77	1.7	2.94
TPAH—7859	642	5.8	75	6	3.25
TPAH—7982	741	4.85	75	11	3.17

表6 钽粉的化学性能

批	O	C	N	Fe	Cr	Ni	Si	Mn	Nb	Ti	Al	Mo	W
TPAH—7639	2300	50	30	23	23	21	30	10	30	10	10	10	<30
TPAH—7859	2000	50	80	22	10	40	30	10	30	10	10	20	<30
TPAH—7982	2000	50	/	25	26	36	30	10	30	10	10	10	<30

表7 钽粉的电气性能

批	I $\mu\text{A/g}$	K $\mu\text{A}/\mu\text{F}\cdot\text{V}$	CV $\mu\text{f}\cdot\text{v/g}$	tg $\delta$ %	d压 Pa	收缩率 %	V <sub>B</sub> V
TPAH—7639	3.26	$4.5\times 10^{-4}$	7230	4.7	464	10	202
TPAH—7859	2.94	$4.3\times 10^{-4}$	6827	3.6	519	8.9	196
TPAH—7982	1.4	$2\times 10^{-4}$	7000	4.2	500	10	200

注：烧结条件：1700℃/30分钟，170V赋能，115V测试。

## 参考文献

1. 祝学昌等. 多控搅拌钠还原制取电容器钽粉研究, 1987: 9
2. 钟海云等. 碳还原—高温烧结法制取高质量电容器级钽粉工艺试验, 1987: 8
3. 宁夏有色金属冶炼厂研究所. 气—液搅拌钠还原制取钽粉的研究. 1983: 8
4. 宗显申等. 稀有金属, 1988; 3: 165—168
5. 许志胜. 稀有金属, 1988; 4: 258—261
6. 黄烈如等. 高压63伏(FTC型)钽粉研制报告, 1987: 9
7. 广西粟木锡矿 35V—7000 $\mu\text{Fv/g}$ 中区高比容钽粉, 1985: 5
8. 宁夏有色金属冶炼厂研究所. 制取FTJ—I—180FTJ—I—120—150FTJ—II 70—100钽粉的研究报告, 1985: 8

## 三、结 论

1. 对多控搅拌钠还原、酸洗除杂、掺杂热处理等工艺, 进行了实验。研制成功了35V—1700 $\mu\text{f}\cdot\text{v/g}$ (170V赋能)的电容器钽粉。

2. 研制的35V—1700微法·伏(170V赋能)钽粉具有成型性好、耐压性好, 漏电流小、温度敏感性小, 体积比容大等优点。产品性能处于国内领先地位。

3. 经电容器生产厂家使用表明, 该钽粉制作电容器产品, 成品率高, 性能优良, 满足制作特殊规格产品的要求, 具有较高的社会效益。

## 台湾省稀土生产

台湾太平洋稀土公司从台湾黑独居石分离回收的能力约1000吨, 该黑独居石钆含量3.29%, 钇0.54%, 1989年单一稀土生产能力500吨, 氧化镧100吨, 氧化铈240吨, 氧

化铈80吨, 氧化镨和铈各20吨, 氧化钆12吨, 氧化铈2.4吨, 钆、铈、镨及其他重稀土共20吨。

(周祝一摘译)