

# 降低高比容钽粉热处理后着火率的研究

王彦杰 雒国清 刘建伟 李少军

(宁夏东方钽业股份有限公司 宁夏 石嘴山 753000)

**摘要:** 本文主要讨论了影响电容器用钽粉经过热处理后着火的因素, 主要有钽粉烧结温度、升温速率以及钝化时间。钽粉烧结温度越低、升温速率越快、钝化时间越短, 钽粉在热处理后就更容易着火。

**关键词:** 钽粉; 热处理; 着火

## 1、引言:

金属钽属于稀有高熔点金属, 又是性能优异的特殊功能材料, 具有导电导热性能好、化学稳定性高的特点, 其表面可以生成致密的氧化膜具有单向导电性的阀金属。该金属粉末制成的钽电容器具有化学性能稳定、电阻率高、介电常数大、漏电流小、工作温度范围宽、可靠性高、抗震性能好、自愈能力强和使用寿命长等优点<sup>[1]</sup>。

高温真空热处理是将金属钽粉在高温和高真空下进行处理, 除去湿法过程中所吸附的气体杂质及未洗净的金属杂质, 同时使部分细颗粒的钽粉得到粘结、凝聚、烧结, 以此进一步提高钽粉纯度, 改善其加工性能和电气性能, 以满足电容器用钽粉使用的要求<sup>[2]</sup>。

在钽粉热处理过程中, 钽粉表面的氧向内部扩散, 使钽粉表面氧变成不饱和状态。故热处理后, 钽粉会吸氧, 使表面达到稳定状态, 吸氧的过程是一个放热过程。随着钽粉比容增大, 钽粉的表面积增大, 钽粉吸氧量增大, 放热量亦随着增大, 如果不采取一定措施, 出炉后的钽粉易着火。为了降低钽粉在热处理后着火率, 本文对热处理后易造成钽粉着火的因素进行了研究。

## 2、试验

### 2.1、原料

本试验选用的高比容钽粉编号为 A。

### 2.2、实验方法

钽粉 A 经过湿法处理, 稍加破碎并过筛后, 用钽坩埚装盘后进入热处理炉烧结, 烧结结束后温度降至室温, 进行钝化后出炉。本次实验主要研究热处理烧结温度、升温速率以及钝化条件的影响。

### 2.3、检测方法

热处理结束后, 将烧结后的钽粉放置在大气中, 每隔半个小时来检测钽粉表面的温度, 判断钽粉是否会发生着火。

## 3 实验结果与讨论

### 3.1、钽粉烧结温度的影响

钽粉烧结温度是指钽粉在热处理炉中加热的最高温度。热处理烧结温度对钽粉末的粘结和凝聚有很大影响。

我们选择钽粉 A, 分成两份分别编号为 A-1、A-2, 选择不同的热处理烧结温度, 在相同的升温速率, 相同的钝化条件下, 出炉后的钽粉, 放置现场 1h 后, 使用红外测温仪对物料表面进行测温, 观察钽粉升温情况, 统计如下。

表 1.不同烧结温度下钽粉出炉后温度变化

钽粉编号	烧结温度/度℃	放置 1h	放置 1.5h	放置 2.0h	放置 2.5h
A-1	1300	35℃	30℃	26℃	25℃
A-2	1200	39℃	45℃	55℃	59℃

比较上述两批钽粉出炉后的温度, 发现钽粉 A-2 放置时间越长, 钽粉温度越高, 其中一盘钽粉出现着火, 立即用氯化钠覆盖灭火, 对钽粉 A-2 抽空处理, 防止钽粉着火。

由于相同比容的钽粉, 在不同的烧结温度下, 烧结温度越低粉末的烧结效果越差, 粘结和凝聚效果变差, 钽粉颗粒表面的自由能较高, 遇到空气中大量的氧气, 产生大量的热量, 随即发生着火。因此, 热处理温度应该根据钽粉比容而定, 相同比容的钽粉烧结温度越低, 钽粉越容易着火。

### 3.2、钽粉烧结升温速率的影响

升温速率主要是控制热处理升温的速度。在钽粉热处理过程中, 伴随着大量的气体杂质的释放, 合理的升温速率能够有效的排出气体杂质, 改善钽粉的化学性能。

我们选择钽粉 A, 分成两份分别编号为 A-3、A-4, 选择不同

的升温速率, 在相同的热处理温度, 相同的钝化条件下, 出炉后的钽粉, 放置现场 1h 后, 使用红外测温仪对物料表面进行测温, 观察钽粉升温情况, 统计如下。

表 2.不同升温速率热处理后钽粉出炉后温度变化

钽粉编号	升温速率/℃/min	放置 1h	放置 1.5h	放置 2.0h	放置 2.5h
A-3	20	32℃	27℃	25℃	25℃
A-4	40	35℃	45℃	55℃	58℃

比较上述两批钽粉出炉后的温度, 可以看出钽粉 A-4 放置时间越长, 钽粉温度越高。对钽粉 A-4 进行抽空处理, 防止钽粉着火。

经过长时间的研究, 升温速率不仅仅能够控制气体杂质的排出, 而且能够影响钽粉的粘结和凝聚效果。合适的升温速率, 能够提高钽粉的烧结效果, 达到热处理的目的。如果升温速率过快, 钽粉的粘结和凝聚变差, 同样会引起钽粉产生大量的热量, 引起着火。如果升温速率过慢, 不仅仅造成成本的增加, 还会引起钽粉过烧, 对后续处理造成很大困难。

### 3.3、钝化时间的影响

钽粉经过热处理后, 钽粉表面氧含量处于一个不饱和状态, 如果遇到空气中的氧气, 就会大量吸附并放出热量。所以, 钽粉在热处理结束后不能立即出炉, 需要钝化处理后才能出炉。

我们选择钽粉 A, 分成两份分别编号为 A-5、A-6, 选择相同的升温速率, 相同的热处理温度, 不同的钝化条件下, 出炉后的钽粉, 放置现场 1h 后, 使用红外测温仪对物料表面进行测温, 观察钽粉升温情况, 统计如下。

表 3.不同钝化条件下出炉后钽粉温度变化

钽粉编号	钝化时间 h	放置 1h	放置 1.5h	放置 2.0h	放置 2.5h
A-5	10	35℃	29℃	25℃	25℃
A-6	5	37℃	45℃	52℃	67℃

比较方案三两批物料出炉后的温度, 发现物料 A-6 放置时间越长, 物料温度越高, 放置 3h 后物料发生了自燃, 立即用氯化钠覆盖灭火, 防止火势增大。

在相同的升温速率、相同的烧结温度下, 粉末的烧结效果一样, 粘结和凝聚效果相同, 钝化时间不够, 物料没有吸收充足的氧含量, 造成物料拉至室外时, 吸收空气中大量的氧气, 放出大量热量造成钽粉温度急剧升高, 从而造成钽粉着火。因此, 设计合理的钝化工艺能够很好的降低热处理后钽粉着火。

## 4 结论

4.1 钽粉在不同的烧结温度下, 烧结温度越低粉末的烧结效果越差, 越容易发生着火, 因此, 热处理温度应该根据钽粉比容而定, 相同比容的钽粉烧结温度越低, 钽粉越容易着火。

4.2 升温速率过快, 钽粉的粘结和凝聚变差, 引起钽粉产生大量的热量, 最终引起钽粉着火。合适的升温速率, 能够有效的降低钽粉着火。

4.3 在相同的烧结温度下, 钽粉钝化时间越短, 越容易产生大量的热量, 钽粉越容易着火。设计合理的钝化工艺能够很好的降低热处理后钽粉着火。

### 参考文献:

- [1]杨国启,何季麟,郑爱国.电容器级高比容钽粉制备工艺研究进展[J].湖南有色金属, 2014, 30(1):48-51.
- [2]郭青蔚,王肇信.现代钽铌冶金[M].北京:冶金工业出版社, 2009:367-370.