

273435



22 MAY 1962 273435

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
PATENTE DE INVENCION
en
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN, entidad holandesa, establecida en Emmasingel 29, Eindhoven, Holanda, por:

"UN METODO DE FABRICACION DE UN CAPACITOR
ELECTROLITICO SOLIDO"

5 La presente invención se refiere a un método de producción de un capacitor electrolítico sólido que posee un ánodo de aluminio, que contiene como electrólito, una substancia semiconductora sólida y al capacitor así obtenido.

10 Es conocido un método para la fabricación de un capacitor electrolítico sólido, en que un cuerpo de metal de válvula es provisto, por oxidación anódica, de una capa de óxido dieléctrico (formación), siendo mojado el cuerpo anódico así obtenido con una solución o una sus-

273135



pensión de una sal de un ácido que contiene oxígeno, sien
do convertida esta sal por calentamiento por pirolisis
en un óxido semiconductor, siendo calentado luego el cuer
po anódico humedecido, mientras que la formación el moja
do y la pirólisis son repetidos por lo menos una vez, des
pués de lo cual el cuerpo anódico nuevamente es sometido
a la formación y finalmente el cuerpo es cubierto con
una capa de material conductor y una envoltura y es pro
visto de alambres de suministro. Es este método conoci
do es aconsejable secar lentamente el cuerpo anódico hu
medecido con la solución o la suspensión y de calentarlo
luego a una temperatura aproximada de 400°C.

El capacitor electrolítico sólido posee ventajas
considerables con respecto al capacitor anteriormente -
usado que posee un electrolito líquido. Con estos capa
citores sólidos no existe el riesgo del secado debido al
consumo del líquido por electrólisis o debido a una fa
lla en el sello, y la capacitancia y el ángulo de pér
didas dependen menos de la temperatura y de la frecuencia
mientras que estos capacitores pueden ser usados a tem
peraturas más bajas, por ejemplo a -80°C.

El ion metálico en consideración de la sal que
rinda, después de la pirolisis, el óxido semiconductor,
puede ser níquel, manganeso o plomo.

Sin embargo, no pueden obtenerse de esta manera
capacitores electrolíticos sólidos adecuados que posee
un ánodo de aluminio. Si el proceso ya descrito de la hu
mectación, secado y pirólisis es aplicado solamente una
vez a un cuerpo anódico de aluminio, el capacitor fabricado
con él tiene un valor elevado de la resistencia serie y

273435



un valor extremadamente elevado de la corriente de escape, de modo que el capacitor no sirve para el uso. Si, aparte del referido proceso, el cuerpo anódico es sometido a una formación subsiguiente, el valor de la resistencia serie es aún, más elevado, mientras que la corriente de escape no mejora. Si el proceso de humectación, secado y pirólisis es repetido, ocurre una destrucción tal de la película de óxido formada y una deteriorización del aluminio que el cuerpo obtenido resulta completamente inservible para la fabricación de un capacitor; una formación nueva no proveerá mejora alguna.

La presente invención provee un método de fabricación de capacitores electrolíticos sólidos que posee un ánodo de aluminio con un valor prácticamente permisible de la resistencia serie y de la corriente de escape.

De acuerdo con la presente invención se ha encontrado que es esencial que el secado del cuerpo anódico humedecido con la solución o suspensión de la sal, debería llevarse a cabo de modo tal que no puede ocurrir simultáneamente ninguna pirolisis de la sal. Con este fin, de acuerdo con la presente invención, el cuerpo anódico humedecido, primeramente es secado a una presión reducida, por ejemplo a una presión no mayor que aproximadamente 10 mm Hg.

La temperatura de secado no debería exceder demasiado el punto de ebullición de la solución o de la suspensión a la presión aplicada. El secado preferentemente se lleva a cabo de acuerdo con una curva de temperatura

273035



que siempre es inferior en algunos pocos grados que la
curva del punto de ebullición del líquido humectante co-
mo función del tiempo asociado con la presión prevales-
cente. Esta zona de temperatura se encuentra aproximada-
mente entre 50°C y 100°C con una presión inferior que
5 0,5 mm. Hg.

En la fabricación de los capacitores convenciona-
les que poseen un electrolito líquido, generalmente se
emplea una lámina de aluminio como material de partida,
10 que es mordicado para aumentar la superficie activa o
que no es mordicado, y que es provisto por formación de
una película de óxido dieléctrico y que es arrollado con
la interposición de un soporte para electrolito líquido
o pastiforme, juntamente con una segunda lámina, usual-
mente también de aluminio que constituye el cátodo del
15 capacitor. Con la fabricación de un capacitor electrolí-
tico sólido de acuerdo con la presente invención, puede
obtenerse también un capacitor arrollado partiendo de una
lámina de aluminio mordicada o no que es arrollada jun-
tamente con una segunda lámina metálica.
20

De acuerdo con otro desarrollo del presente in-
vento, las láminas de aluminio, mordicadas o no, y las
segundas láminas metálicas son arrolladas juntamente con
un material separador entre ellas, después de lo cual el
25 aluminio es sometido a la etapa de formación, si esta no
ha sido llevada ya a cabo con anterioridad al bobinado,
siendo luego impregnada la bobina con la solución o sus-
pensión de la sal que debe ser convertida en el óxido se-
miconductor y luego secada y calentada de la manera des-
cripta precedentemente, para convertir la sal, después
30

273435



de lo cual la formación de la lámina, la impregnación,
el secado y el calentamiento del rollo son repetidos por
lo menos una vez y el cuerpo es sometido a una formación
subsiguiente. El material separador sirve para en este
5 caso, con anterioridad a la pirólisis, como sostén para
la solución o suspensión de la sal que debe ser conver-
tida y luego como soporte del óxido semiconductor obte-
nido por la pirólisis. Con miras a la temperatura reque-
rida para la pirólisis es deseable un separador de mate-
10 rial refractario.

De acuerdo con otro desarrollo del presente in-
vento, se usa preferentemente un tejido de vidrio.

En otra variante del método de acuerdo con la pre-
sente invención, similarmente a la fabricación de capaci-
15 tores electrolíticos que poseen un ánodo de tantalio o
niobio, se usa un cuerpo anódico formado humedecido con
una solución o suspensión de la sal que debe ser conver-
tida en pirólisis, cuerpo que es obtenido por compresión
u sinterizado de polvo de aluminio alrededor de un núcleo
20 preferentemente también de aluminio. Un tal ánodo compri-
mido y sinterizado tiene una superficie porosa que es -
efectivamente cien veces más grande que la superficie de
un ánodo masivo de las mismas dimensiones, por ejemplo
de una lámina no mordicada. Un cuerpo anódico tal es par-
25 ticularmente adecuado para ser impregnado con una solu-
ción o suspensión de la sal mencionada previamente; en
este caso no se requiere un soporte separado. Finalmente,
otro aspecto del presente invento, consiste en que el cuer-
po anódico formado que debe ser humedecido con una solu-
30 ción o una suspensión de la sal que debe ser convertida

273435



por pirólisis, consiste de un soporte con una capa de aluminio aplicada al mismo cuerpo con el proceso de Schoop. Un soporte adecuado dentro del alcance del presente invento es formado por un perno o alambre de aluminio. Preferentemente se usa un cuerpo anódico obtenido al pulverizarse el aluminio sobre el soporte, mientras que el soporte y el pulverizador ejecutan varias revoluciones uno con respecto al otro alrededor del eje del soporte. La capa de aluminio de Schoop es bastante gruesa (por ejemplo 0,5 mm.) y porosa y tiene propiedades que pueden ser comparadas con aquellas del ánodo comprimido y sinterizado. Debido a la fabricación simple este cuerpo es preferible tecnológicamente.

La presente invención describirá a continuación más detalladamente con referencia a una realización de la misma.

Tiras formadas de láminas de aluminio de un tamaño de 46 x 10 mm. y con espesor de 80 micrones son soldadas a un alambre de suministro de corriente de aluminio y arrolladas cada una con una lámina no formada provista de un alambre de suministro de corriente y una tira intermedia de tejido de vidrio para obtener "rollos". Estos rollos son impregnados en vacío con una solución de nitrato de manganeso ($Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$) en su propia agua cristalina. Luego los rollos impregnados son secados a una presión de 0,2 mm. Hg. a una temperatura inicial de 50°C que lentamente es elevada a 100°C tomándose la precaución necesaria para que el líquido no sea calentado en exceso por encima de su punto de ebullición. Una vez que los rollos se hayan secado completamente el agua cristalina sien

273455



do así completamente expulsada, los rollos son calentados a una temperatura de 250°C a 300°C . Los capacitores así obtenidos tienen una capacitancia de 23 microfarad, una resistencia serie de 100 Ohm y una corriente de escape (a una tensión aproximada de 6 V) de 50 microampere. Una vez que este proceso haya sido repetido una vez, se mide un valor de capacitancia de 27 microfarad, una resistencia serie de 10 Ohm y una corriente de escape de 200 microampere. Luego el rollo es sometido a formación durante 24 horas a una tensión de 6,4 V. La capacitancia del rollo llega entonces al valor de 25 microfarad, la resistencia serie es 10 Ohm y la corriente de escape de 20 microampere.

Con los capacitores de aluminio convencionales que contienen un electrolito líquido, la corriente de escape promedia es también igual a aproximadamente 20 microampere.

El rollo así obtenido es insertado en un tubo de aluminio y sellado con cera fundida.

Si se fabrica un rollo de la misma manera pero cuando el rollo impregnado a una presión inferior que la atmosférica los valores de capacitancia, de la resistencia serie y de la corriente de escape son 15 microfarad, 260 Ohm y 700 microampere, respectivamente, si la impregnación, el proceso de secado y la pirólisis son llevados a cabo una sola vez. Si el cuerpo es sometido entonces a formación durante 24 horas, estos valores son 5 microfarad, 1000 Ohm y 700 microampere, respectivamente. Si el proceso en su totalidad es repetido una sola vez, se encuentra que el rollo ha sido fuertemente atacado. Se mide

273435



un valor de capacitancia muy elevado, lo que indica una destrucción de la película de óxido dieléctrico.

La figura que se acompaña ilustra en un gráfico el curso de la impedancia (Z) en Ohm, medida con 100 kc/s, en función de la temperatura (T) en grados centígrados desde -80°C hasta + 60°C. La curva 1 es válida para el capacitor de aluminio precedentemente mencionado, la curva 2 a un capacitor de electrolito líquido convencional con una lámina del mismo tamaño y que contiene un electrolito convencional.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda, el 9 de Enero de 1961, bajo el número 259.874, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Método de fabricación de un capacitor electrolítico sólido, en que un cuerpo anódico, hecho de un metal de válvula, es provisto por formación de una capa de óxido dieléctrico, el cuerpo anódico formado es humedecido con una solución o suspensión de una sal de un ácido que contiene oxígeno, que es convertida por pirólisis durante un calentamiento en un óxido semiconductor,



el cuerpo anódico humedecido es luego secado y calentado a una temperatura a la cual ocurre pirólisis, siendo repetidos la formación, la humectación y la pirólisis, y por lo menos una vez, siendo luego sometido el cuerpo anódico a una formación subsiguiente y siendo terminado el capacitor de la manera conocida, caracterizado por el hecho de que el cuerpo del ánodo consiste de aluminio y en que el proceso de secado es llevado a cabo en un espacio en que prevalece una presión no mayor que aproximadamente 10 mm Hg.

2.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el proceso de secado se lleva a cabo de acuerdo con una curva de temperatura que siempre es inferior en algunos pocos grados que la curva del punto de ebullición del líquido humectante asociado con la presión prevalescente en función del tiempo.

3.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que el cuerpo anódico formado que debe ser humedecido con una solución o suspensión de la sal que debe ser convertida por pirólisis, está constituido por una lámina de aluminio mordicada para aumentar la superficie activa o no mordicada, lámina que es bobinada juntamente con una segunda lámina metálica y con un material separador poroso.

4.- Método de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado por el hecho de que el material separador usado es un tejido de vidrio.

5.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que el cuerpo anódico formado que debe ser humedecido con una solución o

273405



una suspensión de la sal que debe ser convertida por pi
rólisis, consiste de un cuerpo obtenido por la compre-
sión y sinterización de polvo de aluminio.

5 6.- Método de acuerdo con las reivindicaciones
1 ó 2, caracterizado por el hecho de que el cuerpo anó-
dico formado que debe ser humedecido con una solución o
una suspensión de la sal que debe ser convertida por pi
rólisis, consiste de un soporte con aluminio aplicado
al mismo de acuerdo con el proceso de Schoop.

10 7.- Método de acuerdo con la reivindicación 6,
caracterizado por el hecho de que el soporte consiste de
un perno o alambre de aluminio.

15 8.- Método de acuerdo con la reivindicación 7,
caracterizado por el hecho de que el aluminio es pulve-
rizado sobre el soporte, mientras que el soporte y el
dispositivo pulverizador ejecutan varias revoluciones al-
rededor del eje del soporte uno con respecto al otro.

20 9.- Método de fabricación de un capacitor elec-
trolítico sólido.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
cede, representado en el dibujo que se acompaña y para
los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas a má-
quina por una sola cara.

Madrid,

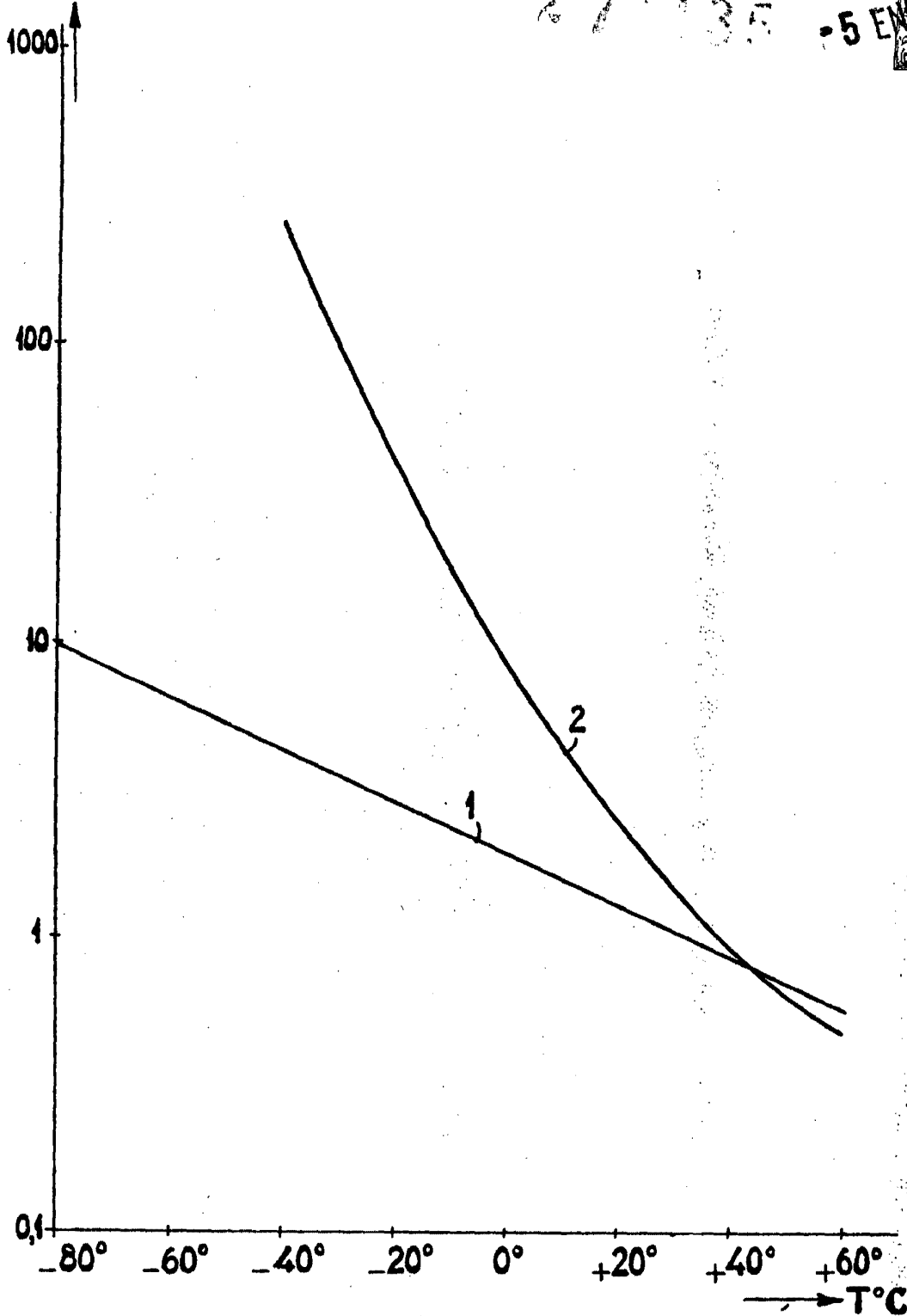
2 MAY. 1962

R.A.

Alberto de Elizaburu
Por Fedan

Z(Ohms)

27.35 -5 EN



Alberto de Ekaburu
Por Poder