

P.- 26.920

2 OCT. 1964

PH. 18.494

301212

Rehecha I



301212

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

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:

"METODO DE FABRICACION DE UN CONDENSADOR ELECTROLITICO SOLIDO"

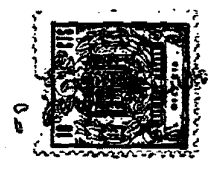
La invención se refiere a un método de fabricación de un capacitor electrolítico sólido que comprende un ánodo que consiste de un miembro poroso de polvo de aluminio sinterizado.

5 Tal capacitor electrolítico es conocido y se fabrica, después de la formación del miembro anódico que consiste de polvo de aluminio comprimido y sinterizado ob
10 teniéndose sobre la superficie de dicho miembro anódico una capa de óxido de aluminio que sirve como dieléctrico, proveyendo sobre dicha capa de óxido de aluminio un óxido



metálico semiconductor, proveyendo sobre la misma una capa de material con una conductividad eléctrica elevada e incorporando el conjunto en una envoltura. La capa del óxido metálico semiconductor es depositada sobre la capa de óxido dieléctrico impregnando el miembro anódico formado con una sal del metal en cuestión que es derivada de un ácido que contiene oxígeno, secando el miembro anódico así impregnado a una presión de como máximo 10 mm de Hg y secándolo luego a una temperatura a la cual se forma el óxido metálico semiconductor por pirólisis. En el caso en que el compuesto semiconductor es MnO_2 , la impregnación es realizada con una solución de nitrato de manganeso y el calentamiento es efectuado a una temperatura comprendida entre 250 y 300°C después de secar en vacío. De acuerdo con otro método conocido también es posible proveer la capa de óxido metálico semiconductor calentando el miembro anódico impregnado a una temperatura elevada, durante un corto período de tiempo sin sacar previamente el miembro anódico. Para la fabricación de una capa que consiste de MnO_2 el calentamiento es efectuado, entonces, a una temperatura de aproximadamente 450°C. El último método, sin embargo, es más crítico que el primero y fácilmente puede dar lugar a rechazos si no se asegura que los miembros anódicos impregnados alcancen la temperatura elevada requerida de manera extremadamente rápida.

La realización en que se usa un miembro anódico que consiste de polvo sinterizado es más atractiva, cuando se desean dimensiones más pequeñas posibles del capacitor con un determinado valor de capacitancia. En comparación con un capacitor de lámina arrollada, esta realiza-



ción tiene un valor más favorable de la capacitancia por unidad de volumen.

5 Sin embargo, se ha encontrado que durante la formación de tal miembro anódico que es sinterizado y comprimido a partir de polvo de aluminio con el electrolito de formación normalmente usado para Al, se presentan dificultades inesperadas como resultado de lo cual no puede obtenerse un capacitor con propiedades eléctricas utilizables. Estos electrolitos de formación que son muy adecuados para la fabricación del capacitor sólido de lámina de aluminio arrollada son, por ejemplo, electrolitos acuosos con ácido bórico y borax o electrolitos a base de glicol con ácido bórico y amoníaco. Se obtuvieron corrientes de fuga inadmisiblemente elevadas, pérdidas elevadas, capacidades bajas o combinaciones de las mismas.

15 La invención provee un electrolito de formación para un miembro anódico que consiste de polvo de aluminio comprimido y sinterizado con el que es posible fabricar un capacitor de electrolito sólido con excelentes propiedades dieléctricas.

20 El método de acuerdo con la invención se caracteriza porque tanto la formación inicial como la post-formación son realizadas en un electrolito que consiste de una solución acuosa de un biftalato alcalino que contiene entre 0,5 y 5% en peso de este compuesto.

25 A fin de que la invención pueda ser fácilmente llevada a la práctica, la misma será descripta a continuación más detalladamente, a título de ejemplo, con referencia a ejemplos específicos.

30 1.- Polvo de aluminio con un tamaño de partícula

301212

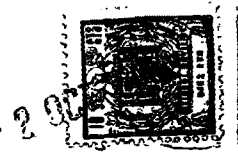


comprendido entre 5 y 50 micrones y una pureza de 99,9% de Al, fue mezclado con 6% en peso de naftalina. Pastillas de esta mezcla con un diámetro de 3,4 mm y un largo de 5,4 mm fueron comprimidas alrededor de un alambre de aluminio con un diámetro de 0,5 mm y un largo de 30 mm. Estas pastillas fueron sinterizadas durante una hora a una temperatura de 655°C a una presión comprendida entre 10 a 20 x 10⁻⁵ mm de Hg. Una parte de las pastillas fue formada de acuerdo con la invención, a 25 volt en un electrolito que consistía de una solución al 0,25% de biftalato de potasio en agua (1). Este electrolito tiene una resistividad de 850 ohm/cm y un pH de 4,2. Con fines de comparación cantidades iguales de pastillas fueron formadas, cada una, en uno de los siguientes electrolitos:

- (2) 0,1% de ácido cítrico en agua (resistencia específica 1500 Ohm/cm y pH = 2,2)
- (3) 3,84% de H₃BO₃ + 0,01% de NH₄OH en agua (resistencia específica 5000 Ohm/cm y pH = 5)
- (4) 2% de ácido bórico + borax hasta pH = 6 en agua (resistencia específica 1800 Ohm/cm)

Las pastillas formadas fueron impregnadas con una solución de Mn(MO₃)₂·4H₂O en su propia agua de cristalización y luego calentadas durante un minuto a 450°C y post-formadas a 21 volt en la misma solución electrolítica. La impregnación y post-formación fueron realizadas tres veces en total. Después de la formación y después de cada post-formación las pastillas fueron lavadas a fondo en agua desionizada y secadas a una temperatura de aproximadamente 70°C. Las pastillas fueron luego provistas con una capa de grafito por medio de una suspensión; sobre la

301212



capa fue provista una capa de plata por medio de una pasta de recubrimiento de plata, se agregaron alambres de conexión y el conjunto fue colocado en una envoltura.

En la Tabla se establece el porcentaje de rechazo de los capacitores que son formados con cada uno de los electrolitos precedentes y del número restante, el valor promedio de la corriente de fuga medida a 10 volt, la capacitancia, el factor de pérdida $\text{tang } \delta$ y la impedancia medida a una frecuencia de 100 kc/s ($Z_{100 \text{ kc}}$)

TABLA

Electrolito de formación	1	2	3	4
rechazo (%)	15	30	50	15
Corriente de fuga (μA)	26	14	887	840
Capacitancia (μF)	13,1	3,3	10,9	5,1
Tang δ (%)	5,0	17,7	16,5	4,0
$Z_{100 \text{ kc}}$ (Ohm)	3,7	3,6	2,3	4,1

2.- Polvo de aluminio de la calidad del Ejemplo precedente fue mezclado con 12% en peso de naftalina y luego, pastillas con un diámetro de 2,8 mm y un largo de 4,4 mm fueron comprimidas alrededor de un alambre de Al (Al 99,99%) con un diámetro de 0,5 mm y un largo de 30 mm. La cantidad de polvo por pastilla era 36 mgr. Las pastillas fueron sinterizadas durante una hora a una temperatura de 655°C y a una presión comprendida entre 10 y 20 x 10⁻⁵ mm de Hg.

La formación y post-formación se realizó a 21 volt en un electrolito que consistía de una solución acuosa al 2,5% en peso de biftalato de potasio a temperatura

301212



ambiente. La resistividad de la solución de formación era 100 ohm/cm, el pH aproximadamente 4. Después de la formación y post-formación, las pastillas fueron lavadas a fondo en agua desionizada.

5 La impregnación se realizó de la misma manera que en el Ejemplo precedente; el calentamiento, para efectuar la pirólisis del nitrato de manganeso, se realizó a 450°C durante 45 segundos. Luego se soldó un alambre de níquel al núcleo de alambre de aluminio, la pastilla fue provista con una capa de grafito sumergiéndola tres veces
10 en una suspensión de grafito con secado intermedio, la pastilla fue recubierta con plata y colocada en una envoltura.

Los capacitores electrolíticos resultantes tenían, en promedio, una capacitancia de 11,3 μ F, una corriente de fuga, medida a la tensión operativa de 6,4
15 volt, de 11,5 μ A, un factor de pérdida $\tan \delta$ de 8,2% y una impedancia a 100 Kc/s de 8,1 ohm.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, el 21 de junio de 1.963, bajo el número 294.448, se acoge a los beneficios del artículo 51 del
20 vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25 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:
30

301212

- 2 OCT



1.- Método de fabricación de un condensador electrolítico sólido con un ánodo que consiste de un miembro poroso de polvo de aluminio sinterizado que es provisto mediante formación con una capa de óxido dieléctrico sobre la cual es provisto un óxido metálico semiconductor sólido, por impregnación del miembro anódico formado con una solución de una sal del metal en cuestión que es derivada de un ácido que contiene oxígeno y luego calentándola a una temperatura a la cual es formado el óxido metálico semiconductor por pirólisis, y post-formación, en que la impregnación, calentamiento y post-formación son repetidas al menos una vez, el miembro anódico es recubierto con material conductor y es provisto con alambres de conexión, caracterizado porque tanto la formación inicial como la post-formación son realizadas en un electrolito que consiste de una solución acuosa de un biftalato alcalino que contiene 0,1 a 5% en peso de este compuesto.

2.- Método de fabricación de un condensador electrolítico sólido.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

- 2 OCT. 1964

P. A.

Alberto de Elorza
Pat. Esp.

301212