

- 2007. 1954

P. 26.921

PH. 18493

Rehecha I



301213

MEMORIA DESCRIPTIVA

301213

para solicitar

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

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:

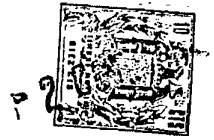
"METODO DE FABRICACION DE UN ANODO PARA UN CAPACITOR ELECTROLITICO"

La invención se refiere a un método de fabricación de un ánodo para un capacitor electrolítico sinterizando polvo comprimido de un metal capaz de formar una capa de bloqueo, a un ánodo obtenido por este método y a un capacitor en que es incorporado tal ánodo.

5

A fin de obtener un capacitor que tiene una capacitancia tan grande como sea posible por unidad de volumen, se ha tratado de fabricar un ánodo con un área tan grande como sea posible. Con algunos metales formadores de película, por ejemplo Ta, Nb, Ti y Zr, ésto ha sido logrado hasta ahora sus-

10



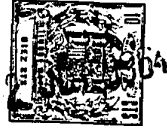
tancialmente comprimiendo el metal en polvo para formar un cuerpo anódico y luego sinterizándolo. Como regla, para los ánodos de aluminio se han usado láminas metálicas como material de partida que eran provistas con un área agrandada por mordentado. Sin embargo, también es conocida la compresión del aluminio y luego la sinterización.

También es conocido ya que, mediante la adición de un compuesto que se volatiliza a la temperatura de sinterización, el polvo metálico que debe ser comprimido puede obtenerse aún otro aumento del área superficial anódica debido a que es aumentada la porosidad.

Sin embargo, se ha encontrado que en general se obtenía un aumento óptimo del área de superficie mediante la adición de un compuesto tal como, por ejemplo, cola a base de acrilato. Además, mediante la adición de tal compuesto, el ánodo, después de sinterización, mostraba tener una capacitancia inferior o una corriente de fuga mayor, como regla. Posiblemente esto último es producido por la formación de carburos metálicos por el carbono del compuesto en descomposición.

De acuerdo con la invención, se obtiene un ánodo para un capacitor electrolítico con un valor menor de la corriente de fuga y/o una capacitancia más elevada.

Para este fin, el polvo metálico es comprimido con naftalina. Después de comprimir la mezcla para formar un cuerpo anódico, la naftalina puede ser eliminada del cuerpo anódico mediante un ligero aumento de la temperatura, o colocando el cuerpo en un espacio evacuado, obteniéndose un cuerpo anódico de una gran porosidad. Cuando durante la siguiente sinterización es alcanzada la temperatura de sinterización, no están presentes ningún rastros del compuesto



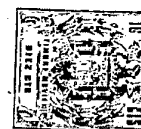
añadido.

El cuerpo anódico resultante puede ser completado de manera conocida para formar un capacitor electrolítico después que el cuerpo anódico ha sido provisto, por oxidación anódica (formación), con una capa de óxido que sirve como dieléctrico. Como electrolito del capacitor puede usarse una solución electrolítica líquida o en pasta. Para este fin también puede usarse un compuesto semiconductor, sólido, por ejemplo MnO_2 , que se obtiene por pirólisis de nitrato manganoso. Para este fin, el cuerpo anódico formado es humedecido varias veces con una solución de nitrato manganoso y luego calentado, formándose MnO_2 por pirólisis. Dado que durante la pirólisis la capa dieléctrica es dañada algo, el cuerpo anódico debe ser post-formado después de cada tratamiento. Luego la capa semiconductor es recubierta con una capa eléctricamente conductora, por ejemplo por medio de una suspensión de grafito, capa que es recubierta con una capa metálica, después de lo cual, el conjunto es finalmente incorporado en una envoltura.

De acuerdo con otra realización del método de acuerdo con la invención, el cuerpo anódico comprimido es sinterizado en vacío a una temperatura justamente por debajo del punto de fusión del metal, es decir, para aluminio, a una temperatura comprendida entre 650 y 659°C. Preferiblemente la pastilla que debe ser sinterizada es mantenida a la temperatura de punto de fusión durante un período muy corto de tiempo, de una manera tal que la pastilla mantenga sus características porosas. La ventaja es que como resultado del vacío, la volatilización del compuesto agregado al polvo metálico, puede efectuarse juntamente con la sinterización en una sola operación.

A fin de que la invención pueda ser fácilmente

301213



llevada a la práctica, la misma será descripta a continuación más detalladamente, con referencia a unos pocos ejemplos específicos.

5 1.- Polvo de tantalio de pureza elevada ($> 99,85\%$ de Ta) con un tamaño promedio de partícula de 50 micrones, fué mezclado con:

- a) 2% en peso de naftalina,
- b) 3,7% en peso de laca de acrilato,
- c) 1% en peso de laca de acrilato,

10 y se comprimieron pastillas de esta mezcla con un diámetro de 2,9 mm y un largo de 4,85 mm alrededor de un alambre de tantalio con un diámetro de 0,5 mm. El peso del polvo por ánodo era de 260mg. Las pastillas fueron sinterizadas durante 30 minutos a una temperatura de 1900°C. y una presión $< 20 \times 10^{-5}$ mm de Hg.

15 Luego fueron formadas durante 20 horas en 0,01% de HNO_3 a una tensión de 140 volt. luego lavadas en agua destilada durante 5 minutos y secadas en aire.

20 Se midió la corriente de fuga a 140 volts., en 0,01% de HNO_3 después de un minuto. La medición de capacitancia se realizó en 6% de HNO_3 contra un cátodo de Pt ennegrecido.

Se midieron los valores siguientes:

TABLA

25	Capacitancia	resistencia serie	corriente de fuga	cv
	C_a (μF)	R_s (ohm)	i (μA)	($\mu\text{PV/g}$)
	a) 5,4	7	4,2	2990
	b) 4,4	8	3,4	2390
30	c) 4,4	8	3,4	2390

301213



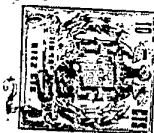
Así con respecto a la resina de acrilato, la naftalina muestra una capacitancia aumentada y consecuentemente un aumento de la superficie, de 25%. La resistencia seria y la corriente de fuga están al mismo nivel.

5 2. Polvo de aluminio con una pureza de 99,99% de Al y un tamaño promedio de partículas de 20 micrones fué mezclado con 12% en peso de naftalina y 40 gramos de esta mezcla fueron comprimidos alrededor de un alambre de aluminio con un largo de 30 mm y un diámetro de 0,5 mm por pastilla sobre un
10 largo de 4,4 mm y hasta un diámetro de 2,8 mm. Así estaban presente 0,88 x 40 mg = 36 mg de Al por pastilla.

Las pastillas fueron sinterizadas durante 1 hora a una temperatura de 650-665°C., a una presión $< 10 \times 10^{-5}$ mm Hg. Luego las pastillas fueron formadas en una solución de 2,5% en peso de biftalato de potasio en agua destilada a 21 volt.
15 y luego lavadas a fondo en agua destilada. Las pastillas fueron impregnadas en vacío con una solución de $Mn(NO_3)_2$ en su propia agua de cristalización, calentadas a 450°C. durante 45 segundos, post-formadas en solución de biftalato de potasio y lavadas en agua. Estos tratamientos fueron realizados en total
20 4 veces, después de lo cual las pastillas fueron sumergidas 3 veces en una suspensión de grafito con secado intermedio. Finalmente las pastillas fueron provistas con una capa metálica e incorporadas en una envoltura.

25 Los capacitores resultantes tenían una corriente de fuga de 7,9 μA a 6,4 volts., una capacitancia de 11,4 μF , un factor de pérdida $\tan \delta$ de 8,4% y una impedancia a 100 Kc/s de 6,7 ohms. El producto CV por gr. de Al era 6650 $\mu F \cdot V/g$.

30 De manera sustancialmente idéntica se hicieron



pastillas usando polvo de Al de la misma pureza como material de partida. Este polvo fué mezclado con 6% en peso de laca de acrilato y de esta mezcla se comprimieron, cada vez, 28 mg. alrededor de un alambre de aluminio hasta un diámetro de 2,8 mm sobre un largo de 3,2 mm. Así por pastilla estaban disponibles 28 x 0,94 = 26,5 mg. de Al. Los capacitores que fueron fabricados en lo demás de la misma manera, mostraban una corriente de fuga no menor que 92,5 μ A. una capacitancia de 8,7 μ F, un ángulo de pérdida (tang δ) de 3,5%, y una impedancia a 100 kc/s de 1,2 ohm. El producto CV por gr de Al era 6900 μ F V/g.

3. Aluminio con una pureza de 99,99% de Al y un tamaño promedio de partícula de 20 micrones fué mezclado con 12% en peso de naftalina y de esta mezcla fueron comprimidos 40 gr por pastilla, alrededor de un alambre de aluminio con un largo de 30 mm y un diámetro de 0,5 mm sobre un largo de 4,4 mm y hasta un diámetro de 2,8 mm. El grado de compresión es decir el porcentaje de la densidad aparente del cuerpo comprimido en comparación con la densidad de aluminio compacto, era 49%. Las pastillas fueron sinterizadas durante 1 hora a una presión $< 10 \times 10^{-5}$ mm de Hg a una de las siguientes temperaturas% 655°C., 650°C. 625°C., 600°C y 500°C. 20 pastillas fueron sinterizadas a cada temperatura. Luego las pastillas fueron formadas en una solución de 2,5% en peso de biftalato de potasio en agua destilada a 21 volts, durante un período de tiempo tal que se alcanzó la corriente de formación más baja posible y luego lavadas a fondo en agua desionizada. Las pastillas fueron impregnadas en vacío con una solución de Mn (NO₃)₂ en su propia agua de cristalización y luego se midió la capacitancia y el factor de pérdida (tang δ) en la misma



solución. Para las pastillas sinterizadas a 655°C se encontró una capacitancia de $16,3 \pm 0,6 \mu\text{F}$ y un factor de pérdida de $26,7 \pm 1,3\%$; para las pastillas sinterizadas a 650°C estos valores eran $16,2 \pm 0,7 \mu\text{F}$ y $25,4 \pm 1,3\%$, respectivamente; para las pastillas que fueron sinterizadas a 625°C. los valores era $17,8 \pm 1,2 \mu\text{F}$ y $27,6 \pm 1,2\%$.

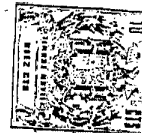
De las veinte pastillas sinterizadas a 600°C, 11 tenían una capacitancia que era menor que $0,2 \mu\text{F}$ y un factor de pérdida $\tan \delta$ que era inmensurablemente elevado. Las restantes nueve pastillas tenían una capacitancia de $17,5 \pm 1,3 \mu\text{F}$ y un factor de pérdida $\tan \delta$ de $25,9 \pm 1,4\%$. Las veinte pastillas sinterizadas a 500°C se desprendían del alambre como un polvo libre, después de retirarlas del horno de sinterización, y consecuentemente no fueron formadas, impregnadas ni medidas.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, el día 21 de junio de 1963, bajo el nº 294.447, 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 ánodo para un capacitor electrolítico mediante sinterización de polvo comprimido de un metal formador de película, al que es agregada una substancia auxiliar que desaparece durante el



tratamiento y como resultado de ésto aumenta la porosidad, y oxidación anódica del cuerpo sinterizado, caracterizado porque como substancia auxiliar se usa naftalina.

5 2. Método de acuerdo con la reivindicación
1, para fabricar un cuerpo anódico partiendo de aluminio en
polvo, caracterizado porque el cuerpo anódico es sinterizado
en vacío a una temperatura justamente por debajo del punto de
fusión del aluminio, en que preferiblemente la pastilla es
calentada al punto de fusión durante un tiempo muy corto de
10 modo que es matenido el carácter poroso de la pastilla.

3. Método de fabricación de un anodo para
un capacitor electrolítico.

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

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

Madrid,

P.A.

2 OCT 1934
[Handwritten signature]

301213

fb.

M. C. M.