

/ra

304048

304048



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

a favor de

WESTERN ELECTRIC COMPANY, INCORPORATED, domiciliada en New  
York (EE. UU.) 195 Broadway

por:

"Método de fabricación de electrodos para condensadores electro-  
líticos, y de condensadores electrolíticos con tales electrodos"

----- oOo -----

Este invento se refiere a una técnica para fabricar  
condensadores electrolíticos de tantalio que utilizan una masa  
de tantalio como uno de los electrodos, una capa de óxido de tan-  
talion producido por anodización, como dieléctrico, y un contrae-  
lectrodo electroconductor; y atañe asimismo a los condensadores



74048

producidos de este modo.

5 Los elementos electródicos de tantalio para uso en dispositivos del tipo descrito son generalmente masas porosas sintetizadas, de forma cilíndrica, y de longitud dos a cuatro veces mayor que el diámetro, y de volumen ajustado a voluntad para obtener las características requeridas de capacitancia y tensión.

10 Sucintamente, un procedimiento típico para fabricar tales estructuras comprende la compresión de polvo de tantalio con una pequeña cantidad, del orden de 1-2% en peso, de un óxido metálico finamente dividido, y una cantidad también pequeña, del orden de 1% en peso, de un aglutinante, que puede ser un compuesto de polietilenglicol; estos ingredientes se eligen con el fin de facilitar la compresión y de que reaccionen químicamente con las impurezas que existan. Los comprimidos resultantes se introducen primero en un horno, y se calientan a presiones subatmosféricas y a temperaturas del orden de 2000°C durante una hora. Después de enfriar, los comprimidos sinterizados se emplean como ánodos en condensadores fabricados de acuerdo con técnicas corrientes.

25 Por desgracia, tales técnicas no están totalmente exentas de defectos. La principal dificultad hallada es una purificación imperfecta durante el sinterizado, sobre todo con electrodos en los que el producto de la capacitancia por la tensión es muy elevado. Se ha determinado que, al sinterizar, una gran parte de los materiales más volátiles se eliminan por evaporación del tantalio, parte como sustancias elementales y parte como óxidos volátiles; el carbono reacciona con oxígeno, y se desprende como monóxido de carbono. El resultado neto es que el tantalio de calidad normal para



304048

5 condensadores, después de sinterizado, tiene menos de 10% de las impurezas primitivas, pero lo suficiente para afectar de modo adverso a la corriente de fuga, a la estabilidad de las características durante la prueba de duración y al valor de la tensión que puede soportar. Además, la eficacia del procedimiento de purificación está en relación directa con la longitud del trayecto de difusión dentro de la masa del material, lo cual explica el funcionamiento relativamente malo de ciertos condensadores.

10 Otro inconveniente que suele observarse en electrodos grandes del tipo comentado, reside en que los factores de disipación son excesivamente elevados, y bajas las características de frecuencia, a causa del alargamiento de los trayectos de conducción eléctrica al interior, y de la elevada resistencia serie.

15 De conformidad con el presente invento, estas y otras dificultades anejas se evitan fabricando los electrodos destinados a condensadores electrolíticos a partir de varios módulos parcialmente sinterizados, fundamentalmente planos, que proporcionan elementos con mejores características de seguridad y de alta frecuencia.

20 La técnica del invento comprende la compresión de polvo de tantalio con una lámina plana, denominada en adelante módulo, que se somete luego a un sinterizado parcial a elevadas temperaturas, con objeto de conseguir una ligadura mecánica satisfactoria. Varios módulos así obtenidos se almacenan, para reunirlos luego en grupos de n y formar uno de varios ánodos, y condensadores con una capacitancia n veces mayor que la de un solo módulo. El conjunto anódico se obtiene apilando los módulos, comprimiéndolos y sinte-

25

30



3-4048

zándolos en vacío a temperaturas altas.

El invento se comprenderá mejor por la siguiente descripción detallada, con referencia al plano adjunto, en el cual:

5

La figura 1, es una vista en planta de un módulo fabricado de acuerdo con el presente invento;

10

La figura 2, es una elevación lateral del módulo de la figura 1;

La figura 3, es una elevación lateral de un ánodo fabricado de conformidad con el presente invento;

15

La figura 4, es una elevación frontal, parte en sección, de un condensador electrolítico sólido de tantalio, con un ánodo según el presente invento; y

20

La figura 5, es una sección transversal de un condensador electrolítico húmedo de tantalio, con un ánodo según el presente invento.

25

Una técnica característica conforme el invento comprende la compresión de una muestra pesada de polvo de tantalio, del comercio, en una prensa hidráulica corriente, en forma de I, con una zona delgada, de 0,381 a 1,925 mm. de espesor, y otra gruesa terminal, de 0,254 a 0,762 mm., a cada lado de la anterior; La cara mayor mide regularmente 2,54 a 12,7 mm. en cuadro. El grado de presión aplicado durante la fase de consolidación puede variar según la densidad aparente que interese, pero el promedio se aproxima a 22,77 kg./mm<sup>2</sup>.

30



304048

Los polvos de tantalio comunmente empleados para tales fines se obtienen generalmente del mineral por uno de los muchos procedimientos de reducción conocidos, que se distribuyen en dos grandes grupos, electrolítico y químico. En consecuencia, los polvos suelen contener numerosas impurezas, que tienden a perjudicar las propiedades del condensador. Contaminantes metálicos, como níquel, hierro, cobre, cromo, etc., se eliminan generalmente al sinterizar; pero elementos no metales, como carbono, generalmente no se eliminan en las condiciones ordinarias de tratamiento en ausencia de oxígeno. Por eso, conviene a veces añadir un óxido metálico volátil al polvo de tantalio en cantidad aproximada de 0,5% en peso, antes de la compresión.

También se ha comprobado que conviene agregar 1-2% en peso de un compuesto orgánico al polvo de tantalio antes de comprimirlo, para que sirva de aglutinante o lubricante. Esto suele hacerse disolviendo el compuesto en un disolvente volátil, mezclando y evaporando el disolvente mientras se agita el polvo.

El módulo comprimido, que se ve en planta en la figura 1, y en elevación lateral en la figura 2, se pone luego aparte, y el procedimiento descrito se repite luego n veces, para que el número de módulos sea suficiente para formar el ánodo requerido.

A fin de conseguir el necesario contacto mecánico y eléctrico en el ánodo deseado, se introduce axialmente un alambre conductor al comprimir uno de los módulos, de modo que cubra aproximadamente la mitad de su longitud.



Los módulos comprimidos se colocan luego sobre bandejas adecuadas, y se introducen en un horno corriente de resistencias, regularmente provisto de calentador y pantallas de tantalio, Después de evacuar el horno, la temperatura medida en el lugar representativo de un módulo se eleva a un valor comprendido entre 1800°C y 2000°C, y se mantiene así durante un lapso, regularmente 30 minutos, que asegure una ligadura mecánica satisfactoria. Esta sinterización, que se denomina previa a continuación, puede ser parcial, como se describe, o total, si se quiere. Luego se deja enfriar el horno en vacío hasta menos de 200°C, y se retiran los módulos.

Los módulos presinterizados pueden ya reunirse, y se apilan y comprimen en una prensa hidráulica corriente a presiones aproximadas de 22,77 kg/mm<sup>2</sup>. El conjunto resultante se expone en la figura 3.

El conjunto comprimido se introduce en el horno de resistencias, y se sinteriza una hora en vacío entre 1900°C y 2200°C.

En la figura 4 se representa, parte en sección, un condensador electrolítico sólido provisto de un ánodo 11 obtenido conforme el presente invento; en íntimo contacto con este ánodo hay una película de óxido 12 producida por anodización. Esta película se halla cubierta por una capa de dióxido de manganeso 13, producida por pirólisis de una solución acuosa de nitrato manganeso. Una capa de grafito 14 y una cubierta de soldante 15, completan el condensador. El electrodo 16, forma parte integrante del



304000

ánodo 11, y se ha fabricado como queda descrito. El electrodo 17, se fija regularmente a la cubierta 15 mediante soldadura.

5 Un condensador electrolítico del tipo húmedo, con un ánodo fabricado según el presente invento, se representa en la figura 5.

10 El recipiente 21 se prefiere de metal, y constituye el cátodo del condensador; está provisto de una expansión tubular 22 estrecha, y contiene un electrólito líquido 23, por ejemplo, una solución acuosa de un ácido débil, como bórico, fosfórico, cítrico, etc. Un cierre dispuesto en la expansión 22 puede consistir en un tapón 24 de caucho u otro material elástico, y por su orificio central 25 sobresale una prolongación 26 del ánodo 27. La expansión tubular 22 está replegada en torno del tapón de caucho, para formar con este un cierre estanco y hermético. El ánodo 27 comprende varios módulos fabricados según la técnica del presente invento. En su extremo libre, el recipiente 21 presenta un cerco 28, alrededor del cual se rebordea el borde 29 de la tapa 30, con interposición de una guarnición 31 de material suficientemente poroso para que se escapen los gases desprendidos en el curso de la operación.

25 Los ejemplos de condensadores representados, se ofrecen solo como ilustración; se comprenderá que los electrodos fabricados conforme a la técnica del presente invento, pueden emplearse en cualquier condensador adecuado, húmedo o seco.

30 Con fines ilustrativos, el invento se describe a continuación aplicando a la fabricación de un condensador electrolítico-



oo sólido compuesto de 5 módulos. Sin embargo, debe entenderse que el presente invento, es aplicable a la manufactura de ánodos de tantalio porosos, sea cualquiera la configuración del condensador.

5

===== E J E M P L O =====

10

Cinco muestras de 1 g. de polvo de tantalio reducido electrolíticamente, se mezclan con 0,01 g. de pentóxido de tantalio y 0,01 g. de polietilenglicol en tolueno. Cada una de las mezclas resultantes se agita, hasta que se haya evaporado todo el disolvente glicol.

15

Cada una de las cinco muestras se comprime por separado en forma de I, en una prensa hidráulica comercial de doble acción, aplicando una presión de 22,77 kg/mm<sup>2</sup>.; al comprimir, se introduce axialmente, un alambre conductor de tantalio de 0,635 mm. de diámetro en una muestra, cubriendo aproximadamente la mitad de la longitud del elemento comprimido.

20

Cada uno de los módulos comprimidos resultantes, se coloca sobre una bandeja de tantalio, y se introduce en un horno de resistencia, con calentador y pantallas de tantalio. Después de evacuar el horno, la temperatura se eleva a 2000°C, y se mantiene así 30 minutos. Luego se interrumpe la corriente, y se deja enfriar el horno en vacío a menos de 200°C, antes de retirar los módulos.

25

30

A continuación, los cinco módulos se apilan, dejando en medio el del alambre conductor, se introducen en la prensa, y se someten a una presión de 22,77 kg/mm<sup>2</sup>. El conjunto resultante se introduce luego en el horno de resistencias, y se calienta en vacío

3 4048



a 2100°C durante 60 minutos. Después de enfriar a 200°C en vacío, se retira el ánodo resultante.

5 La fase siguiente consiste en anodizar el ánodo en una célula electrolítica, en la que los módulos prensados, sirven de ánodo, y se usa con cátodo una lámina de tantalio. El electrolito empleado, es una solución acuosa de ácido nítrico al 0,4%. Seguidamente se aplica una tensión de anodización de 100 V. c.c., y se mantiene durante tres horas. La masa anodizada, se cubre de una  
10 capa de dióxido de manganeso, por inmersión en una solución acuosa que contiene en exceso 50% en peso de nitrato manganoso, y se calienta al aire un minuto a 350°C. Después de la pirólisis, al ánodo se reanodiza a 100 V., c.c. durante 30 minutos, con densidad de 0,035 mA, en un electrolito de ácido acético al 80%. El condensador se completa cubriendo el dióxido de manganeso con una suspensión acuosa de grafito, secando esta capa de grafito, y aplicando encima otra capa soldable.  
15

Aunque el invento se ha descrito con detalle en la descripción que antecede, con referencia al dibujo, la intención es  
20 meramente ilustrativa, sin idea de limitación. Los entendidos en la materia, comprenderán que los métodos aquí descritos, son aplicables a otros metales distintos del tantalio, por ejemplo, al niobio, y a la fabricación de condensadores de cualquier configuración.  
25 Las diversas modificaciones que pudieran sugerir los expertos, se considerarán todas dentro del amplio alcance de este invento, referido a las reivindicaciones.

==== N O T A ====

304048



Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:

5 1ª.- Método de fabricación de electrodos para condensadores electrolíticos, el cual comprende las fases de comprimir un polvo metálico que forma película, dándole la configuración del electrodo deseado, y sinterizarlo; caracterizado porque el polvo se comprime en varios módulos, que se sinterizan cada uno en parte, se ponen unos en contacto con otros para constituir el electrodo deseado, se comprime este conjunto, y finalmente se sinteriza el conjunto comprimido.

15 2ª.- Método según la reivindicación 1ª, caracterizado por que la sinterización parcial se efectúa en vacío, entre 1800º y 2000ºC, durante no menos de unos 30 minutos.

20 3ª.- Método según las reivindicaciones 1ª ó 2ª, caracterizado porque la sinterización final se realiza en vacío, entre 1800º y 2000ºC, durante no menos de una hora.

4ª.- Método según las reivindicaciones 1ª, 2ª ó 3ª, caracterizado porque el metal que forma película es tantalio.

25 5ª.- Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque los módulos son sustancialmente planos.

30 6ª.- Método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque al menos las caras yuxtapuestas de los módulos en contacto, tiene forma de U.

304048



5 7<sup>a</sup>.- Método de fabricación de condensadores electrolíticos sólidos, el cual comprende las fases de anodizar una masa de metal que forma película, cubrir dicha masa con una capa semiconductor, y depositar un contraelectrodo sobre esta capa, en íntimo contacto con ella; caracterizado porque la masa de metal es película se prepara por el método expuesto en cualquiera de las reivindicaciones 1<sup>a</sup> a 6<sup>a</sup>.

10 8<sup>a</sup>.- Método de fabricación de condensadores electrolíticos húmedos, el cual comprende las fases de reunir un cátodo, un ánodo y un electrólito húmedo para constituir un condensador de forma deseada; caracterizado porque el ánodo se prepara por el método descrito en cualquiera de las reivindicaciones 1<sup>a</sup> a 6<sup>a</sup>.

15 9<sup>a</sup>.- Método de fabricación de electrodos para condensadores electrolíticos, y de condensadores electrolíticos con tales electrodos.

20 Esta memoria consta de once páginas escritas por una sola cara.

BARCELONA, 9 SEP. 1964

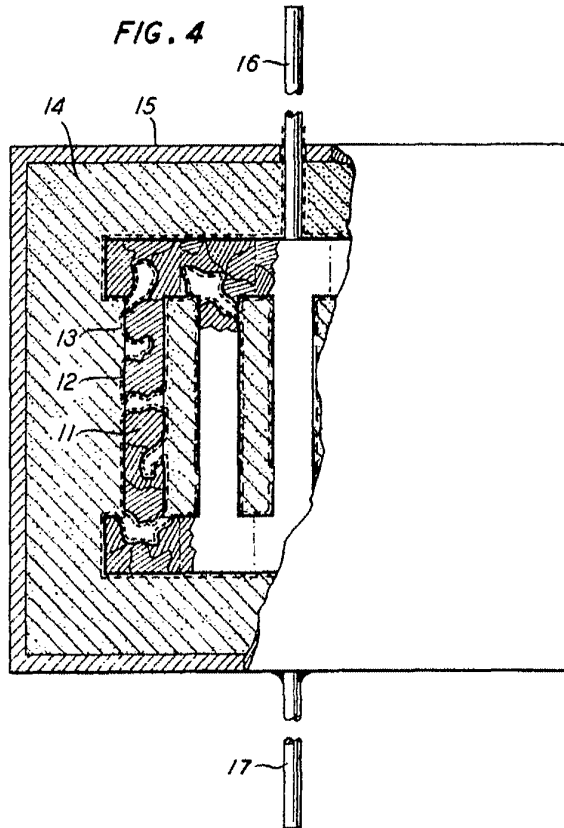
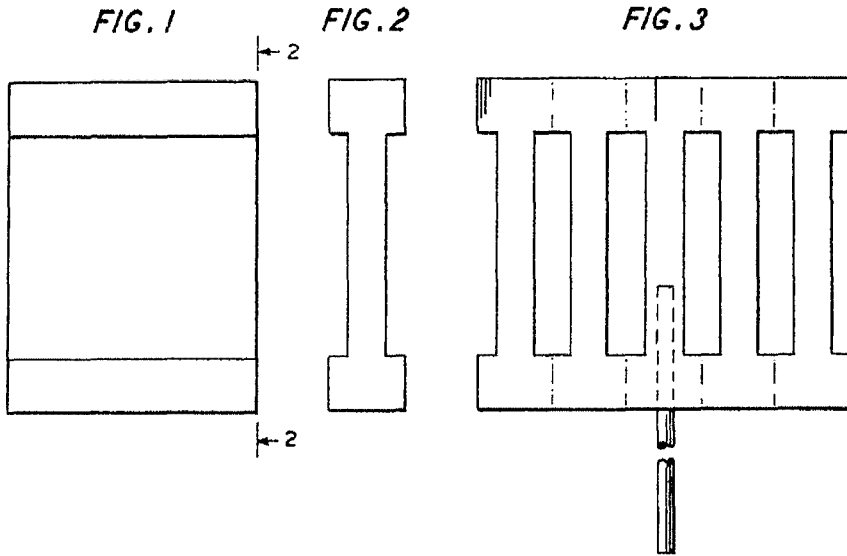
P. A.

25

D. A. McLean 30



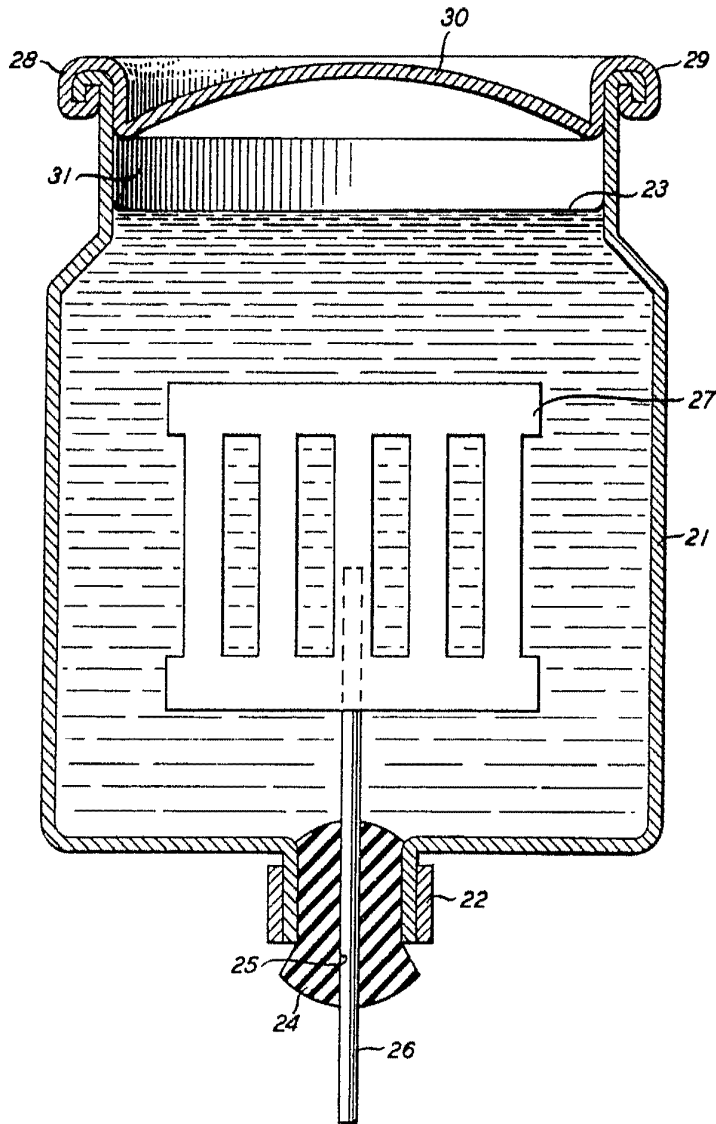
304048





304048

FIG. 5



*[Handwritten signature]*