

345467



26

PATENTE DE INVENCION

=====
P. 34.199

345467

Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para la fabricación de
ánodos calcinados".

.=.=.=.=.=.=.=..

Solicitante: LIGNES TELEGRAPHIQUES ET TELEPHONIQUES, entidad francesa, residente en 89, Rue de la Faisanderie, Paris 16e Francia.

.=.=.=.=.=.=.=..

El presente invento se refiere a perfeccionamientos en los procedimientos de fabricación de ánodos calcinados y, más particularmente, de los ánodos de condensadores. En ciertos tipos de condensadores, en particular los condensadores electrolíticos, el ánodo

- 2 -
345467 263



- do está constituido por una esponja metálica obtenida por calcinación de un polvo en condiciones tales que la porosidad de la pieza resulta relativamente importante. La superficie equivalente del electrodo
5. puede ser muy superior a la superficie lateral del volumen que ocupa. En efecto, no es lisa, sino que presenta numerosos poros que pueden ramificarse en el interior del volumen. La superficie de los poros está revestida de una capa de óxido obtenida generalmente
10. por oxidación anódica del metal del ánodo y que desempeña una misión dieléctrica. A veces se dispone un semiconductor en contacto con esta superficie aislante por debajo de un revestimiento conductor que constituye el cátodo.
15. Por la breve descripción que antecede puede deducirse la importancia del estado de superficie del ánodo con respecto a las características finales del condensador. Por ejemplo, desde el punto de vista de la estructura, el valor de la capacidad se fija por la
20. superficie real del ánodo, es decir, por su porosidad; las condiciones de la calcinación (temperatura, presión, atmósfera, etc.) influyen en las características eléctricas del condensador terminado (principalmente su tensión de utilización o tensión de servicio y su
25. resistencia en serie).
- La evolución actual de la fabricación de los condensadores conduce a buscar, además de una reducción en el precio de coste, un aumento en la capacidad por unidad de volumen del componente y un aumento de
30. la tensión de servicio, con factor de disipación cons-



tante, Los utilizadores exigen igualmente una mejora de las características secundarias tales como, por ejemplo, el coeficiente de temperatura de la capacidad.

- El presente invento tiene esencialmente
5. por objeto perfeccionamientos aportados a la fabricación de la esponja metálica que constituye el ánodo de ciertos tipos de condensadores que permitan a los componentes así realizados responder mejor a las exigencias de los utilizadores, tal como se ha indicado
 10. anteriormente. Es de uso corriente realizar este tipo de ánodo, no a partir del polvo metálico puro sino a partir de una mezcla de polvo metálico y de aglutinante, descomponiéndose este último en productos volátiles en el curso de la operación. El uso de un aglutinante es necesario para la conformación de las piezas
 15. en bruto antes de ser calcinadas y permite aumentar la porosidad de la pieza tras la calcinación. Las características finales del ánodo se definen por las características físicas y químicas del polvo; aparato el
 20. factor de pureza, la granulometría del polvo constituye el factor preponderante. Es fácil de concebir que cuanto menores sean los granos del polvo, más elevada será la superficie equivalente, para un volumen determinado, siendo todo igual por otra parte. Para
 25. cumplir las condiciones mencionadas anteriormente, sería pues conveniente utilizar polvos de granos del menor tamaño posible. Sin embargo, la experiencia demuestra que se tropieza rápidamente con un límite por este camino, límite impuesto por la conformación de la
 30. pieza en bruto, operación corrientemente designada por

345467



5. el nombre de pastillaje. Prácticamente, no pueden pastillarse polvos compuestos por granos de dimensión inferior a $6\ \mu$ en el caso de metales habitualmente utilizados en la fabricación de los ánodos sin dar lugar a un desgaste exagerado de los punzones que sirven para esta operación. Es por tanto obligado eliminar la fracción de polvo correspondiente por tamizado.

10. El presente invento tiene esencialmente por objeto rechazar este límite hasta el límite impuesto por la falta de cohesión mecánica de la pieza después de la calcinación. En el caso del tantalio, permite utilizar polvos cuyos granos tengan un diámetro medio de $10\ \mu$ conservando la fracción de granos finos.

15. El presente invento se caracteriza esencialmente porque la pieza en bruto se forma por pastillaje, no por una mezcla de polvo metálico y de aglutinante como es costumbre, sino de gránulos constituidos por un conjunto de granos de polvo mantenidos unidos por el aglutinante. La cohesión de los gránulos se obtiene, según una característica del invento, por congelación rápida del aglutinante de una mezcla de polvo y de aglutinante fundido en estado dividido.

20. La utilización del procedimiento objeto del presente invento presenta numerosas ventajas, tanto tecnológicas como económicas. En lo que respecta a los condensadores así obtenidos, la mejoras de las características puede resumirse de la forma siguiente:

20. la densidad de la pieza en bruto, tras el pastillaje,

345467



26 SEP 1967

- se reduce aproximadamente en un 10%. En un ejemplo de aplicación particular con polvo de tantalio, la densidad de las piezas en bruto es llevada de valores comprendidos en el intervalo de 8,8 a 9,6 g/cm³ a los valores comprendidos en el intervalo de 7,5 a 8,8 g/cm³. Se produce como resultado una disminución del peso de metal utilizado en la fabricación de un condensador. Pero sobre todo esta disminución de la densidad de la pieza en bruto se traduce por mejoras en las características eléctricas del condensador terminado. Si se trata posteriormente la pieza en bruto en condiciones idénticas a las que se habrían utilizado para un ánodo hecho según la técnica anterior, la tensión de utilización del condensador será la misma, obteniéndose con todo un aumento de un 10% aproximadamente sobre el valor de la capacidad para un volumen de ánodo determinado y una disminución del coeficiente de temperatura, resistencia en serie y factor de disipación. Si, por el contrario, se acepta conservar el mismo valor de capacidad que en el caso de un ánodo realizado según la técnica corriente, puede aumentarse la temperatura de calcinación, lo que conduce a una mejora de la corriente de fuga y por ende a la obtención del condensador con una tensión de utilización más elevada.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

El invento se comprenderá mejor con referencia a la descripción que sigue y a la figura anexa facilitadas a título ilustrativo pero no limitativo en cuanto al alcance del invento. El ejemplo escogido es el de la aplicación del invento a la fabricación de ánodo

30.

345467



dos de tantalio para condensadores, bien entendido que cualquier otro metal podría substituir al tantalio sin salir del marco del presente invento.

- Para realizar ánodos de tantalio mediante la aplicación del presente invento, se procede como sigue: El polvo de tantalio procedente de una reserva representada bajo la forma del embudo 1 y el polvo de aglutinante procedente de la fuente de suministro 2 se mezclan mecánicamente durante aproximadamente quince minutos en la primera fase operatoria representada en 3 en la figura. El grosor máximo de los granos de tantalio es inferior a 45 μ m y el grosor medio es de 10 μ m. El aglutinante es ácido esteárico en concentración relativa comprendida entre 4 y 6%. Esta primera fase de fabricación es bien conocida por el experto. La mezcla pulverulenta se lleva a continuación lenta y progresiva a 85^oC en una estufa. Se agita la mezcla durante el caldeo que dura aproximadamente 30 minutos. Se ha representado por 4 esta fase operatoria. La mezcla pulverulenta caldeada se vierte sobre una placa metálica fría a fin de constituir una capa relativamente delgada cuya descenso de temperatura se efectúa en algunos minutos, la placa de enfriamiento debe ser de un material que no ofrezca el riesgo de contaminar la mezcla. El acero inoxidable y el tantalio, por ejemplo, resultan apropiados. Cuando la fabricación se realiza con grandes cantidades de polvo, es necesario prever un sistema de enfriamiento susceptible de evacuar las calorías aportadas por el polvo, por ejemplo una circulación de agua fría sobre la
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

-7-
345467



- superficie opuesta de la placa. Esta etapa se halla representada en 5 en la figura. El polvo enfriado es tamizado a continuación a través de un primer tamiz Afnor nº 25. La totalidad del polvo es forzada a través de este tamiz por cualquier medio conocido en sí.
5. El polvo así tratado no contiene más que granos cuyo diámetro es a lo sumo igual a 250μ . La fracción de este polvo cuyos granos son inferiores a 80μ de diámetro es rechazada por tamizado a través de un tamiz conveniente. Esta fracción de polvo se introduce nuevamente en el ciclo operatorio en la fase 4 correspondiente al tratamiento al vapor, con el polvo fresco. La operación de tamizado es representada 6 en la figura. Se procede a continuación a la confirmación de las piezas en bruto (pastillaje) como es la práctica corriente, tal y como se figura en 7. Después se calcinan las piezas en bruto a 2000°C durante veinte minutos al vacío (operación 8). Se procede a continuación a la formación de la capa dieléctrica sobre el ánodo por oxidación anódica del tantalio en una solución de ácido fosfórico a 0,02% bajo una tensión de 225 voltios. Se han representado en la tabla 1 los resultados obtenidos:
10. 1º utilizando el polvo de tantalio adicionado con ácido esteárico directamente en la formación de la pieza en bruto, tal como es corriente.
15. 2º incorporando las fases intermedias de formación de gránulos (4,5 y 6)) y de doble tamizado según el invento, permaneciendo las otras condiciones idénticas en ambos casos.
20. 30.

345467



T A B L A n° 1

26 SEP 1967

Anodos cilíndricos, diametro 2,84 mm, largo 7,4mm, tipo 3,3 μ F/50 V

5.	Densidad pastillaje g/cm ³	densidad después calcina- ción g/ cm ³	Capacidad / μ F	Disipación /masa μ F V/g
Proced. ante.	9,6	10,1	2,92	1900
Proced del in- vento.	8,9	9,3	3,36	2025

10. En un segundo tipo de realización, se utiliza el mismo polvo de tantalio de 45 μ por termino medio, siendo idénticas las primeras fases de la fabricación a las descritas más arriba. La calcinación tiene lugar a 1850°C durante cuarenta y cinco minutos y la oxidación anódica bajo una tensión de 160 voltios en una solución de ácido fosfórico a 0,01%.

15. Los resultados obtenidos son representados en la tabla 2.

T A B L A n° 2

20.	Anodos cilíndri- cos	Diámetro 6,7 mm	largo 10,1 mm	Tipo 47 μ F / 40 V
	Densidad pastillaje g/cm ³	densidad des- pués calcina- ción g/cm ³	Capacidad / μ F	Disipación/ masa μ F V/g
Proced. ante.	8,8	9,7	43,2	2380
25. Proce del invento..	7,9	8,8	48,06	2650

30. En un tercer ejemplo de realización, se utiliza siempre el mismo polvo de tantalio al comienzo, la calcinación tiene lugar a 1850°C durante trein

345467

26 SEP 1970



ta minutos y la oxidación anódica bajo 100 Voltios en una solución de ácido fosfórico a 0,01%. Los resultados obtenidos se hallan reunidos en la tabla nº 3.

T A B L A nº 3

5.

	Anodos cilindricos	diámetro 2,84 mm	largo 7,4 mm	tipo 10 μ F/25 V
	Densidad pastilla je g/cm ³	Densidad des pues calcina dos g/cm ³	Capacidad μ F	Disipación /masa μ F V/g
10. Proce.ant.	9,2	10,1	9,36	3,700
Proced del invento	7,7	8,8	10,42	4000

R E S U M E N

15. Procedimiento perfeccionado de obtención de estructuras metálicas de elevada porosidad, especialmente caracterizado por los puntos siguiente, tomados en combinación, total o parcialmente:

20. a) el polvo metálico se mezcla como un aglutinante a una temperatura superior al punto de fusión de éste, y después se dispersa y enfría a una temperatura netamente inferior al mismo.

b) la mezcla de polvo y de aglutinante según a) se proyecta sobre una superficie mantenida a una temperatura inferior al punto de fusión del aglutinante.

25. c) solo se conserva la fracción de partículas cuyas dimensiones se hallan comprendidas entre 250 μ y 80 μ .

d) la mezcla congelada es conformada y calcinada.

30. A titulo de productos industriales nuevos, los condensadores que incorporen un ánodo realizado se-

34546786



gún el presente invento.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con el número PV. 84 766 de 24 de noviembre de 1966, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ANODOS CALCINADOS", caracterizándose por lo siguiente:
- 1.- Procedimiento para la fabricación de anodos calcinados del tipo empleado en la fabricación de condensadores electrolíticos, caracterizados porque una mezcla de polvo metálico y de aglutinante se caldea hasta la fusión del aglutinante, y después se vierte sobre una placa fría y se la somete a un enfriamiento rápido seguido de un doble filtrado antes de ser conformada por presión y después calcinada.
 - 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el polvo metálico es polvo de tantalio cuyo grano medio tiene una dimensión de 10 μ y el aglutinante es ácido esteárico.
 - 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la primera operación de fil



345467

trado elimina las partículas de dimensiones superiores a 250 μ y la segunda las partículas de dimensiones inferiores a 80 μ .

5. 4.- Procedimiento para la fabricación de anodos calcinados, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, adjunto dibujo.

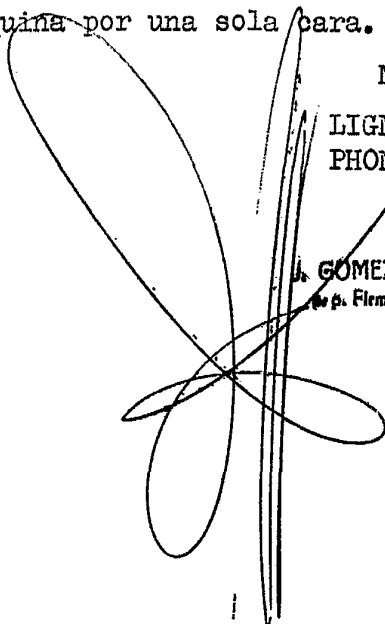
Esta Memoria consta de once hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

26 SEP 1961

LIGNES TELEGRAPHIQUES ET TELEPHONIQUES.

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI
p. Firmado: F. Hernández Ruiz



345467



26 SEP 1961

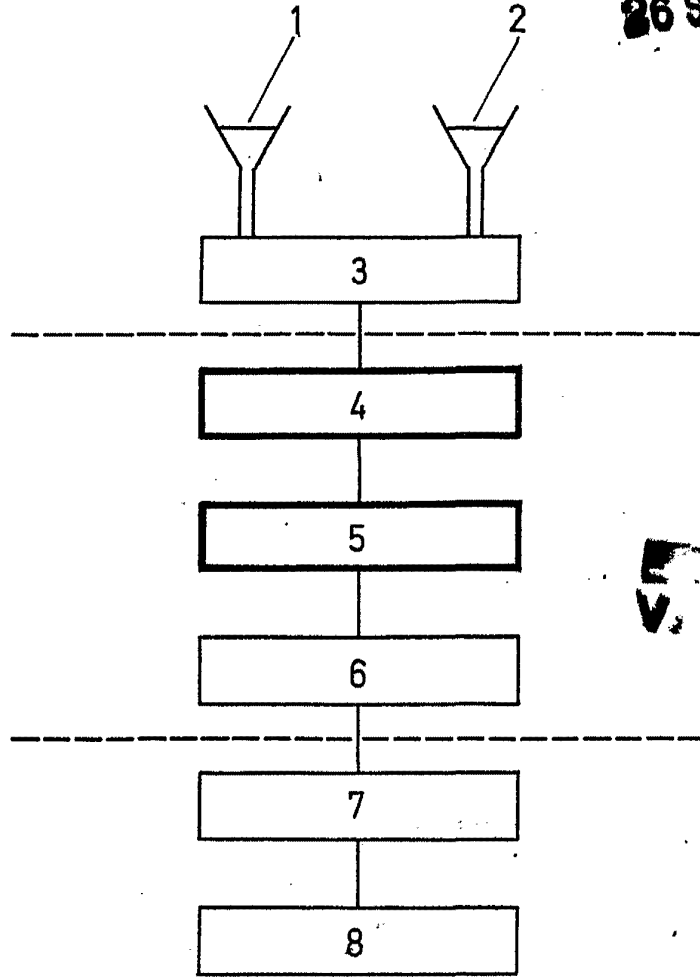


Fig. 1

26 SEP 1961

Madrid

A GOMEZ ACEBO Y MODEI
O. p. Firmado: F. Hernández Ruiz