



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103400694 B

(45) 授权公告日 2016. 05. 18

(21) 申请号 201310288780. X

(56) 对比文件

(22) 申请日 2013. 07. 10

CN 101533717 A, 2009. 09. 16,
CN 1627459 A, 2005. 06. 15,
CN 102800485 A, 2012. 11. 28,
EP 0753869 A2, 1997. 01. 15,

(73) 专利权人 中国振华(集团)新云电子元器件
有限责任公司

审查员 马珂

地址 550018 贵阳市乌当区新添大道
北段 232 号

(72) 发明人 田东斌 张选红 冯建华 刘健
陈德舜 沈伟

(74) 专利代理机构 北京路浩知识产权代理有限
公司 11002

代理人 谷庆红

(51) Int. Cl.

H01G 9/00(2006. 01)

H01G 9/07(2006. 01)

C25D 11/26(2006. 01)

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

一种高压电解电容器的制造方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高压电解电容器的制造方
法,它包含进行阀金属阳极块的成型和烧结、对成
型的阳极块进行清洗、配制电解液、初次镀膜、电
化学形成后进行介质氧化膜的清洗和热处理、二
次镀膜、去除介质氧化膜表面残留的杂质、进行阴
极电解质的被覆、在覆有电解质的钽芯表面依次
涂敷石墨层和银浆层,并点焊、粘接、组架和模压
封装,整形后形成最终产品并测试其电性能的步
骤。本发明的有益效果是:通过改变电解液的温
度和电流密度,以保证在相对恒定的电导率条件
下通过电化学氧化的方法在阳极块表面形成介质
氧化膜。从而保证了产品耐压性能,有效降低了电
容器被击穿的几率。

1. 一种高压电解电容器的制造方法,其特征在于:通过改变电解液的温度和电流密度,以保证在相对恒定的电导率条件下通过电化学氧化的方法在阳极块表面形成介质氧化膜,它包含以下步骤:

- (1)、进行钽金属阳极块的成型和烧结;
- (2)、对成型的阳极块进行清洗;
- (3)、配制电导率为 $0.3\sim65\text{mS/cm}$ 的电解液,然后加热电解液;

(4)、初次镀膜:将阳极块置于 $23\sim85^\circ\text{C}$ 的电解液中,接通电源满足额定电压,初始电流密度为 $0.1\sim50\text{mA/g}$,然后恒流升压,直至氧化膜形成电压同时达到设定值,即开始恒压降流并保持电解液的温度不变,直至阳极块表面形成均匀致密的介质氧化膜,恒压时间为 $1.5\sim20$ 小时,在初次镀膜恒流升压过程中,随着形成电压的上升,电解液的温度等压降低;

- (5)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和热处理;

(6)、二次镀膜:将钽阳极块置于原电解液中进行再形成,电解液的温度保持不变,恒压时间为 $1\sim10$ 小时;

- (7)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和干燥,去除介质氧化膜表面残留的杂质;

- (8)、进行阴极电解质的被覆;

(9)、在覆有电解质的钽芯表面依次涂敷石墨层和银浆层,并点焊、粘接、组架和模压封装,整形后形成最终产品并测试其电性能;

所述的电解液由水、有机醇和无机酸组成,它们的体积比为 $35\sim85:14\sim60:0.01\sim10$,其中,水为去离子水,有机醇为乙二醇、聚乙二醇的一种或者混合物,无机酸为磷酸、硫酸、硝酸的一种或者混合物,氧化膜形成电压设定值为额定电压的 $1.3\sim4.5$ 倍。

一种高压电解电容器的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种高压电解电容器的制造方法，属于电解电容器制造技术领域。

背景技术

[0002] 随着现代电子整机系统的快速发展，航空、航天、通讯以及微电子等领域对元器件的性能指标要求也越来越高。电解电容器是电子技术的重要元器件之一，特别是钽电解电容器由于具有体积效率和可靠性高、稳定性好等优点，在电容器行业占据重要的位置。如何生产出高质量的产品以满足现代电子整机装备发展的要求就是钽电容器制造业急需解决的问题之一。大量失效分析数据和DPA分析数据显示，钽电解电容器都是由于烧结的钽金属块表面的介质氧化膜抗压能力不够或自身缺陷造成产品漏电流大、击穿电压低。因此，为了提高固体电解电容器的小型化、可靠性和电性能，必须提高介质氧化膜的质量，改变介质氧化膜的形成方法。片式电解电容器制造商采取各种措施以提高电容器的内部空间利用率，如改进电容器引出用引出框架的结构(如底面电极)、使用高比容钽粉进行生产、适当降低温度或改变烧结曲线以提高钽粉应用比容等。这些措施的实施，尤其是高比容钽粉的应用使电容器静电容量的扩展效果显著提高，但高比容的钽粉的击穿电压较低，在制作高压产品时受到一定的限制，而且氧化膜的厚度一般较小。使得产品的可靠性收到一定的影响。

[0003] 用常规的电化学氧化的方法制作钽金属表面的介质氧化膜，主要决定因素是形成时的电流密度和溶液的电导率。而电流密度受所施加的形成电压和阴、阳极板之间电场强度的制约；而溶液的电导率主要受电解液的温度、浓度、离子的大小以及其它一些不定因素的影响，如电极的光洁度等。在形成过程中普遍认为电流密度不宜过大，否则引起介质氧化膜的场致晶化。而且，成型烧结后的钽芯是一个多孔型蜂窝状结构，在形成过程中要求在多孔体内的金属颗粒表面形成均匀、致密的电化学氧化膜。所以在整个形成过程中电解液需要在多孔体内的孔隙中不停地流动。但在流动过程中很容易使得多孔体内的温度升高，而且，电化学氧化的过程是一个持续的过程，导致多孔体内的高温电解液很难流出。因而，形成过程中多空体内的电解液的温度就会持续上升。特别是大壳号的产品，这种现象非常明显，再加上形成的介质薄膜是热的不良导体，因此，多空体内的高温电解液使得介质薄膜表面温度分布不均匀，从而在介质表面形成所谓的“热区”，而这些热区容易导致介质氧化膜的热致晶化，或者在热区附近形成龟裂，划痕类等的缺陷。

[0004] 为了提高介质氧化膜的性能，如专利U.S.Pat.No.5,716,511提出在80–90°C之间的水和乙二醇/聚乙二醇溶液中电化学形成介质氧化膜，其中乙二醇的体积比为50–60%，磷酸的体积比为0.5–2%；专利U.S.Pat.No.2,288,889将有机溶剂的体积比提高到80–20%，而无机酸和去离子水的体积比仅为20–80%，30°C时溶液的电阻率可以达到28ohm/cm，专利EP1591,564,A2提出用烷撑乙二醇作为一种有机溶剂，体积比为50–90%，去离子水与体积比为0.1–15%的磷酸混合，形成的电解液的电阻率在1000ohm/cm–3000ohm/cm，甚至在40°C时可以达到5000ohm/cm–20000ohm/cm，在低于60°C的电解液中，钽金属，如钽阳极块的形成电压可以达到300V，并且钽芯子阳极块表面不会发生“灰化”的现象，从而形成介质膜的击穿

电压高,膜层质量好,漏电流小而且能够长期保留性能的稳定。Yanming Liu等描述电解液的电导率越高,就越适合高压产品的电化学形成,配制高电导率的电解液,能够有效改善介质氧化膜的质量,提高产品的可靠性,但提高溶液的电导率会使其闪火电压降低。专利EP0 993,009,A2提出分段升压的方式,即先用较大的电流密度升到较低的电压(如75V),关闭电源3小时;减小电流密度继续升压(如115V),再关闭电源3小时,如此反复减小电流密度,提高电压,直到电压达到预设的值(如330V),开始恒压降流,从而能够有效避免介质氧化膜在高温环境形成瑕疵。

[0005] 阀金属诸如钽、铝和铌等非常适合做高比表面积的固体电解电容器。电解电容器一般是在阀金属的表面通过电化学的方法形成一层介质氧化膜,该氧化膜对电容器的电性能和稳定性、可靠性方面具有决定性的作用。一般来讲,固体电解电容器结构包括由钽、铌、铝、钛等阀金属中的一种或几种的混合物或阀金属氧化物制成的多孔性阳极块,经过阳极化处理形成电介质膜层,在电介质膜层表面制备的半导体金属氧化物或导电性聚合物作为固体电解电容器的电解质,然后再被覆碳层、导电金属层,粘接正负极引线框架,最后通过封装或绝缘外套形成完整的电容器。

[0006] 压制成型的钽芯子阳极块是一个多孔性的结构,在氧化形成的开始阶段,阳极块在电解液中通过恒流升压的电化学过程进行持续的氧化,随着电压上升,阀金属表面的介质氧化膜的厚度逐渐增大。由于阳极块多孔性的结构特点,电解液可以在阳极块的内部流动,从而引起阳极块在氧化过程中发热。随着氧化过程是持续进行,电解液的温度持续升高,而且被加热的电解液就不容易从阳极块的内部流出。因此,被加热的电解液与热导率差的介质氧化膜的界面之间存在一个温度的梯度,随着温度梯度的增大,高温的电解液就会引起介质氧化膜表面温度的不均匀分布,在介质氧化膜的表面或内部形成局部的热区,从而造成介质氧化膜表面和阳极块内部的划痕,裂纹,晶化和其它的瑕疵。

[0007] 另外,电容器的击穿电压和介质氧化膜的质量有很大的关系,而介质氧化膜的质量与电化学形成时的溶液电导率息息相关。一般而言,电解液的电导率由溶液的属性和溶液中离子的浓度、以及离子的属性决定。如果溶液的电导率太低,在阳极块体内就会产生很多的电解热,从而导致阳极块的“灰化”,介质氧化膜的击穿电压就会降低。“灰化”是阳极化过程中不希望出现的现象,特别是对高压的阳极块,“灰化”很容易引起阳极氧化膜的晶化,产生相对较高的漏电流。如果溶液的电导率太高,则会影响到介质氧化膜的均匀性与致密性,导致介质氧化膜的耐压性能降低。相反,通过改变电解液的组成和形成过程的相关参数能够有效抑制“灰化”的发生,并提高介质氧化膜的耐压性能。

[0008] 可见,改进制作阀金属如钽电解电容器介质氧化膜的方法是非常重要的,特别是制作高额定电压的介质氧化膜,使击穿电压大大提高是非常必要的。

发明内容

[0009] 本发明的目的在于提供一种高压电解电容器的制造方法,能在钽芯子阳极块阳极块表面形成一层均匀致密的介质氧化膜,降低电容器失效的几率,延长电容器的使用寿命。

[0010] 本发明的目的是通过以下技术方案来实现的:一种高压电解电容器的制造方法,它包含以下步骤:

[0011] (1)、进行阀金属阳极块的成型和烧结;

- [0012] (2)、对成型的阳极块进行清洗；
- [0013] (3)、配制电导率为 $0.3\text{--}65\text{mS/cm}$ 的电解液，然后加热电解液；
- [0014] (4)、初次镀膜：将阳极块置于 $23\text{--}85^\circ\text{C}$ 的电解液中，接通电源满足额定电压，初始电流密度为 $0.1\text{--}50\text{mA/g}$ ，然后恒流升压，直至氧化膜形成电压同时达到设定值，即开始恒压降流并保持电解液的温度不变，直至阳极块表面形成均匀致密的介质氧化膜，恒压时间为 $1.5\text{--}20$ 小时；
- [0015] (5)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和热处理；
- [0016] (6)、二次镀膜：将钽阳极块置于原电解液中进行再形成，电解液的温度保持不变，恒压时间为 $1\text{--}10$ 小时；
- [0017] (7)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和干燥，去除介质氧化膜表面残留的杂质；
- [0018] (8)、进行阴极电解质的被覆；
- [0019] (9)、在覆有电解质的钽芯表面依次涂敷石墨层和银浆层，并点焊、粘接、组架和模压封装，整形后形成最终产品并测试其电性能。
- [0020] 所述的电解液由水、有机酸和无机酸组成，它们的体积比为 $10\text{--}85:14\text{--}60:0.01\text{--}10$ ，其中，水为去离子水，有机酸为乙二醇、聚乙二醇的一种或者混合物，无机酸为磷酸、硫酸、硝酸的一种或者混合物。
- [0021] 所述的氧化膜形成电压的设定值为额定电压的 $1.3\text{--}4.5$ 倍。
- [0022] 通过改变电解液的温度和电流密度，以保证在相对恒定的电导率条件下通过电化学氧化的方法在阳极块表面形成介质氧化膜。从而保证了产品耐压性能，有效降低了电容器被击穿的几率。相对上述专利，本发明不提倡提高溶液电导率来实现高压产品的电化学氧化，而是用传统的电解液通过改变溶液的温度和形成电流密度，以调整电化学形成时溶液的电导率，使之保持相对稳定的值。采用水、有机酸和无机酸的混合溶液，通常水、乙二醇/聚乙二醇和磷酸/硫酸的混合溶液是电化学形成过程中普遍使用的电解液，在磷酸/硫酸和去离子水的混合溶液中加入乙二醇，乙二醇的体积比为 $14\text{--}60\%$ ，比较适合的是 $20\text{--}50\%$ ，优选 $30\text{--}45\%$ ；磷酸/硫酸体积比为 $0.01\text{--}10\%$ ，优选 $0.03\text{--}5\%$ ，水的体积比为 $35\text{--}85\%$ ，优选 $50\text{--}70\%$ ；电解液的电导率为 $0.3\text{--}65\text{mS/cm}$ ，优选 $1\text{--}40\text{mS/cm}$ ；形成温度为 $23\text{--}85^\circ\text{C}$ ，优选 $25\text{--}75^\circ\text{C}$ ；形成电压为额定电压的 $1.3\text{--}4.5$ 倍，优选 $2.5\text{--}3.5$ 倍；电流密度为 $0.1\text{--}50\text{mA/g}$ ，较适宜的是 $1\text{--}40\text{mA/g}$ ，优选 $3\text{--}30\text{mA/g}$ 。电化学形成过程先是在设定电流密度的条件下进行升压，介质氧化膜随着电压的升高而增厚，生长速率为 $1.7\text{--}2.3\text{nm/V}$ 。随着形成电压的上升，电解液的温度等压降低，电流密度随形成电压的升高而等压升高。电压升到给定电压后保持不变，再进行恒压降流，并保持电解液的温度不变，电源的输出电流越来越小，意味着介质氧化膜，即电解电容器的电介质变得越来越致密，导电性越来越差，从而在钽芯子阳极块表面形成一层均匀、致密的介质氧化膜，从而大大降低了电容器失效的几率，延长了电容器的使用寿命。
- [0023] 本发明的有益效果在于：通过改变电解液的温度和电流密度，以保证在相对恒定的电导率条件下通过电化学氧化的方法在阳极块表面形成介质氧化膜。从而保证了产品耐压性能，有效降低了电容器被击穿的几率。

具体实施方式

[0024] 下面结合实施例进一步描述本发明的技术方案,但要求保护的范围并不局限于所述。

[0025] 实施例1

[0026] 一种高压电解电容器的制造方法,它包含以下步骤:

[0027] (1)、进行钽金属阳极块的成型和烧结,压模成型尺寸为 $3.1 \times 1.0 \times 4.3$ (mm)的钽块,高温真空烧结使粘合剂挥发,并使钽粉有效粘结,烧结比容为 $37,000\text{CV/g}$;

[0028] (2)、对成型的阳极块进行清洗;

[0029] (3)、配制电导率为 10mS/cm 的电解液,然后加热电解液;

[0030] (4)、初次镀膜:将阳极块置于 75°C 的电解液中,接通电源满足额定电压 245V ,初始电流密度为 0.5mA/g ,然后恒流升压,直至氧化膜形成电压同时达到设定值,电压每升高 5V ,电流密度增大一倍,并且电解液的温度降低 1°C 。通过阶段恒流升压的电化学反应过程,在钽阳极块表面和内部形成无定形的Ta205介质,即开始恒压降流并保持电解液的温度不变,直至阳极块表面形成均匀致密的介质氧化膜,恒压时间为8小时;

[0031] (5)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和热处理,将阳极块浸入 95°C 的去离子水中煮洗2小时,并在 320°C 的高温环境进行热处理,热处理时间为1.5小时;

[0032] (6)、二次镀膜:将钽阳极块置于原电解液中进行再形成,电解液的温度保持不变,恒压时间为4小时;

[0033] (7)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和干燥,去除介质氧化膜表面残留的杂质;

[0034] (8)、进行阴极电解质的被覆;

[0035] (9)、在覆有电解质的钽芯表面依次涂敷石墨层和银浆层,并点焊、粘接、组架和模压封装,整形后形成最终产品并测试其电性能,测试结果见表一。

[0036] 所述的电解液由水、有机酸和无机酸组成,它们的体积比为 $60:35:5$,其中,水为去离子水,有机酸为乙二醇,无机酸为磷酸。

[0037] 所述的氧化膜形成电压的设定值为额定电压的3倍。

[0038] 对比示例1

[0039] 将一组烧结后的阳极块按照实施例一相同的工艺条件进行成型和烧结,将烧结后的钽块置于浓度为 0.3% 的 75°C 的去离子水、乙二醇和磷酸溶液中,加 245V 的直流电压和 15mA/g 的升压电流密度,进行恒流升压和恒压降流的电化学氧化一次形成过程,在钽阳极块表面和内部形成厚度相同的介质氧化膜。将阳极块置于用 95°C 的去离子水中煮洗2小时,并在 320°C 的高温环境进行热处理1.5小时。

[0040] 在阳极块表面制作导电聚合物或二氧化锰固体电解质,再在电解质的表面涂覆石墨和银浆,然后进行粘接、点焊和模压封装。最后对电容器的电参数进行测量,具体数据见表一。

[0041] 表一实施例1与对比例1参数

[0042]

样品	形成方式	容量(μF)	ESR($\text{m}\Omega$)	漏电流(μA)
----	------	---------------------	-------------------------	----------------------

实施1	分段恒流形成	45-47	23-35	0.2-1.1
对比1	一次形成	42-47	32-45	1.4-2.3

[0043] 对比示例2

[0044] 将一组烧结后的阳极块按照实施例一相同的工艺条件进行成型和烧结,将烧结后的钽块置于浓度为0.3%的45℃的去离子水、乙二醇和磷酸溶液中,加245V的直流电压和15mA/g的升压电流密度,进行恒流升压和恒压降流的电化学氧化过程,采用低温电解液一次形成,在钽阳极块表面和内部形成厚度相同的介质氧化膜,将阳极块置于用95℃的去离子水中煮洗2小时,并在320℃的高温环境进行热处理1.5小时。

[0045] 在阳极块表面制作导电聚合物或二氧化锰固体电解质,再在电解质的表面涂覆石墨和银浆,然后进行粘接、点焊和模压封装。最后对电容器的电参数进行测量。具体数据见表二。

[0046] 对比示例3

[0047] 将一组烧结后的阳极块按照实施例一相同的工艺条件进行成型和烧结,将烧结后的钽块置于浓度为0.5%的75℃的去离子水、乙二醇和磷酸溶液中,加245V的直流电压5mA/g的升压电流密度,进行恒流升压和恒压降流的电化学氧化过程,采用高电导率溶液和小电流密度一次形成,在钽阳极块表面和内部形成厚度相同的介质氧化膜,将阳极块置于用95℃的去离子水中煮洗2小时,并在320℃的高温环境进行热处理1.5小时。

[0048] 在阳极块表面制作导电聚合物或二氧化锰固体电解质,再在电解质的表面涂覆石墨和银浆,然后进行粘接、点焊和模压封装。最后对电容器的电参数进行测量,具体数据见表二。

[0049] 表二实施例1与对比例2、3的参数对比

[0050]

样品	形成方式	容量 (μ F)	ESR (mΩ)	漏电流 (μ A)
实施 1	分段形成	45-47	23-35	0.2-1.1
对比 2	低温电解液一次形成	42-47	33-47	2.4-3.6
对比 3	高电导率溶液和小电流密度一次形成	44-47	26-40	2.8-4.8

[0051] 电解电容器的电介质是电解电容器中最为重要的一部分,它对电容器的各个电参数都有直接的影响,而且是引发电容器失效的最主要因素。从上面对比示例可以看出,通过降低形成时的电解液的温度和增大电流密度,以保证形成时溶液的电导率相对稳定,能过有效抑制形成时在氧化膜表面产生瑕疵,从而减小漏电流增大的因素,提高电解电容器、特别是高压电解电容器的耐压性能。有效降低了电容器被击穿失效的几率。

[0052] 实施例2

[0053] 一种高压电解电容器的制造方法,它包含以下步骤:

[0054] (1)、进行阀金属阳极块的成型和烧结;

[0055] (2)、对成型的阳极块进行清洗;

- [0056] (3)、配制电导率为 0.3mS/cm 的电解液,然后加热电解液;
- [0057] (4)、初次镀膜:将阳极块置于 45°C 的电解液中,接通电源满足额定电压,初始电流密度为 0.1mA/g ,然后恒流升压,直至氧化膜形成电压同时达到设定值,即开始恒压降流并保持电解液的温度不变,直至阳极块表面形成均匀致密的介质氧化膜,恒压时间为1.5小时;
- [0058] (5)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和热处理;
- [0059] (6)、二次镀膜:将钽阳极块置于原电解液中进行再形成,电解液的温度保持不变,恒压时间为1小时;
- [0060] (7)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和干燥,去除介质氧化膜表面残留的杂质;
- [0061] (8)、进行阴极电解质的被覆;
- [0062] (9)、在覆有电解质的钽芯表面依次涂敷石墨层和银浆层,并点焊、粘接、组架和模压封装,整形后形成最终产品并测试其电性能。
- [0063] 所述的电解液由水、有机酸和无机酸组成,它们的体积比为 $85:10:5$,其中,水为去离子水,有机酸为聚乙二醇,无机酸为硫酸。
- [0064] 所述的氧化膜形成电压的设定值为额定电压的4.5倍。
- [0065] 实施例3
- [0066] 一种高压电解电容器的制造方法,它包含以下步骤:
- [0067] (1)、进行阀金属阳极块的成型和烧结;
- [0068] (2)、对成型的阳极块进行清洗;
- [0069] (3)、配制电导率为 65mS/cm 的电解液,然后加热电解液;
- [0070] (4)、初次镀膜:将阳极块置于 85°C 的电解液中,接通电源满足额定电压,初始电流密度为 50mA/g ,然后恒流升压,直至氧化膜形成电压同时达到设定值,即开始恒压降流并保持电解液的温度不变,直至阳极块表面形成均匀致密的介质氧化膜,恒压时间为10小时;
- [0071] (5)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和热处理;
- [0072] (6)、二次镀膜:将钽阳极块置于原电解液中进行再形成,电解液的温度保持不变,恒压时间为8小时;
- [0073] (7)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和干燥,去除介质氧化膜表面残留的杂质;
- [0074] (8)、进行阴极电解质的被覆;
- [0075] (9)、在覆有电解质的钽芯表面依次涂敷石墨层和银浆层,并点焊、粘接、组架和模压封装,整形后形成最终产品并测试其电性能。
- [0076] 所述的电解液由水、有机酸和无机酸组成,它们的体积比为 $35:60:5$,其中,水为去离子水,有机酸为乙二醇和聚乙二醇按体积比 $1:1$ 配制的混合物,无机酸为硝酸。
- [0077] 所述的氧化膜形成电压的设定值为额定电压的4倍。
- [0078] 实施例4
- [0079] 一种高压电解电容器的制造方法,它包含以下步骤:
- [0080] (1)、进行阀金属阳极块的成型和烧结;
- [0081] (2)、对成型的阳极块进行清洗;

- [0082] (3)、配制电导率为 50mS/cm 的电解液,然后加热电解液;
- [0083] (4)、初次镀膜:将阳极块置于 23°C 的电解液中,接通电源满足额定电压,初始电流密度为 5mA/g ,然后恒流升压,直至氧化膜形成电压同时达到设定值,即开始恒压降流并保持电解液的温度不变,直至阳极块表面形成均匀致密的介质氧化膜,恒压时间为20小时;
- [0084] (5)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和热处理;
- [0085] (6)、二次镀膜:将钽阳极块置于原电解液中进行再形成,电解液的温度保持不变,恒压时间为10小时;
- [0086] (7)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和干燥,去除介质氧化膜表面 残留的杂质;
- [0087] (8)、进行阴极电解质的被覆;
- [0088] (9)、在覆有电解质的钽芯表面依次涂敷石墨层和银浆层,并点焊、粘接、组架和模压封装,整形后形成最终产品并测试其电性能。
- [0089] 所述的电解液由水、有机酸和无机酸组成,它们的体积比为 $76:14:10$,其中,水为去离子水,有机酸为乙二醇,无机酸为磷酸和硫酸按体积比 $1:2$ 配制的混合物。
- [0090] 所述的氧化膜形成电压的设定值为额定电压的1.3倍。
- [0091] 实施例5
- [0092] 一种高压电解电容器的制造方法,它包含以下步骤:
- [0093] (1)、进行阀金属阳极块的成型和烧结;
- [0094] (2)、对成型的阳极块进行清洗;
- [0095] (3)、配制电导率为 20mS/cm 的电解液,然后加热电解液;
- [0096] (4)、初次镀膜:将阳极块置于 65°C 的电解液中,接通电源满足额定电压,初始电流密度为 30mA/g ,然后恒流升压,直至氧化膜形成电压同时达到设定值,即开始恒压降流并保持电解液的温度不变,直至阳极块表面形成均匀致密的介质氧化膜,恒压时间为12小时;
- [0097] (5)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和热处理;
- [0098] (6)、二次镀膜:将钽阳极块置于原电解液中进行再形成,电解液的温度保持不变,恒压时间为7小时;
- [0099] (7)、电化学形成后进行介质氧化膜的清洗和干燥,去除介质氧化膜表面残留的杂质;
- [0100] (8)、进行阴极电解质的被覆;
- [0101] (9)、在覆有电解质的钽芯表面依次涂敷石墨层和银浆层,并点焊、粘接、组架和模压封装,整形后形成最终产品并测试其电性能。
- [0102] 所述的电解液由水、有机酸和无机酸组成,它们的体积比为 $79.91:20.08:0.01$,其中,水为去离子水,有机酸为聚乙二醇,无机酸为磷酸、硝酸按体积比 $2:1$ 配制的混合物。
- [0103] 所述的氧化膜形成电压的设定值为额定电压的2倍。