



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 19.10.77 (P. 201651)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 21.05.79

Opis patentowy opublikowano: 27.02.1982

Int. Cl.²

C25F 3/04

CELTELNIA

Urzedu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Paweł Rozdział, Andrzej Niderla, Irena Rathe,
Krystyna Opala, Krystyna Nowakowska, Ryszard
Gwiazda

Uprawniony z patentu: Fabryka Podzespołów Radiowych „ELWA”,
Warszawa (Polska)

Sposób trawienia folii aluminiowej do kondensatorów elektrolitycznych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób trawienia folii aluminiowej do kondensatorów elektrolitycznych.

Główne elementy kondensatora elektrolitycznego stanowią: pas folii anodowej, przekładka papierowa nasycona elektrolitem oraz pas folii katodowej. Folia anodowa zawiera 99,99% Al, posiada ona odpowiednio rozwiniętą powierzchnię (w wyniku trawienia) oraz naniesioną na nią warstwę tlenku aluminium — dielektryka (w wyniku anodowego utleniania — formowania). Folię anodową charakteryzują głównie dwa parametry: pojemność właściwa ($\mu\text{F}/\text{cm}^2$) i jakość zaformowania czyli jakość warstewki dielektrycznej.

Parametr pierwszy świadczy o jakości procesu trawienia, natomiast drugi określa jakość procesu formowania. Pojemność właściwa folii przy stałym napięciu formowania uzależniona jest od stopnia rozwinięcia powierzchni w wyniku procesu trawienia, parametr ten ma istotne znaczenie z punktu widzenia wielkości produktu finalnego, jak również z punktu widzenia zużycia materiałów. Im wyższa pojemność właściwa tym krótszy pas folii anodowej niezbędny dla uzyskania nominalnej pojemności kondensatora elektrolitycznego. Krótszy pas folii anodowej zaś pozwala zmontować mniejszy kondensator oraz zaoszczędzić cennych materiałów. W obecnej dobie znanych jest wiele odmiennych technologii trawienia.

Generalnie trawienie realizuje się metodą elek-

2

trolityczną w kąpielach zawierających jony chlorowe Cl^- w podwyższonej temperaturze. Należy również podkreślić, że w zależności od napięcia formowania stosuje się różne technologie trawienia. Przykładowo procesy trawienia realizować można w sposób następujący:

— trawienie folii niskonapięciowej do 125 V formowania prowadzi się metodą elektrolityczną, prądem stałym, w kąpeli stężonego chlorku sodowego — NaCl z dodatkiem jonów siarczanowych, o temperaturze bliskiej wrzenia,

— trawienie folii wysokonapięciowej, przeznaczonej do formowania na napięcie powyżej 125 V, prowadzi się metodą elektrolityczną, prąd stały z nałożonym nań prądem zmiennym, kąpiel stanowi roztwór chlorku sodowego — NaCl , temperatura poniżej wrzenia kąpeli. W wyniku tego rodzaju trawienia po formowaniu na 450 V folia charakteryzuje się pojemnością właściwą średnio, około $0,24 \mu\text{F}/\text{cm}^2$. Znacznie wyższe pojemności właściwe w przypadku folii wysokonapięciowej uzyskać można prowadząc proces trawienia w roztworach kwasu solnego.

Stosowanie kwasu solnego jest jednakże niedo-
godne z wielu względów, chociażby takich jak:
niekorzystny wpływ HCl na naturalne środowisko,
intensywne parowanie z nieprzyjemnym zapachem,
konieczność budowy stacji regeneracji i neutrali-
zacji kwasu solnego, konieczność budowy stacji
regeneracji i neutralizacji kwasu solnego, koniecz-

ność stosowania materiałów odpornych na kwas solny.

W myśl niniejszego wynalazku proponuje się odmienny sposób trawienia folii aluminiowej, szczególnie przeznaczonej na wysokie napięcia formowania. Istotą jego jest dwustopniowa realizacja procesu trawienia.

W pierwszym stopniu procesu prowadzi się trawienie elektrolityczne, prądem stałym, w kąpielach zawierających głównie chlorek sodowy o stężeniu 10–30%, w temperaturze 70–100°C. Kąpiel trawiąca może zawierać ponadto dodatki takich jonów jak siarczany, borany, chromiany itp. Gęstość prądowa jest utrzymywana w zakresie 10–100 A/dm², czas trawienia 20–200 sekund.

Drugi stopień stanowi trawienie chemiczne lub elektrochemiczne w roztworach zawierających jony azotowe. Są to przykładowo kąpiele zawierające kwas azotowy, azotan sodowy, potasowy, amonowy itp. Trawienie elektrolityczne prowadzi się prądem stałym, w roztworach wymienionych substancji o stężeniu 0,5–10%, w temperaturze 70–100°C, przy gęstości prądowej 10–100 A/cm² i w czasie 20–200 sekund. Trawienie chemiczne prowadzi się w roztworach substancji zawierających jony azotanowe o stężeniu 0,5–25% w temperaturze 70–100°C w czasie 3–15 minut.

Ponadto najlepsze rezultaty uzyskiwane są podczas stosowania w trawieniu dwustopniowym folii aluminiowej obrabianej termicznie w temperaturach od 400 do 600°C.

Efektem trawienia dwustopniowego jest następujący sposób roztwarzania metalu.

W pierwszym stopniu w wyniku reakcji elektrochemicznej na powierzchni folii inicjowane są wżery, które w trakcie procesu rozwijają się w kierunku prostopadłym do powierzchni metalu, osiągając długość około 20–50 μm. Średnica wżerów wynosi około 0,2–0,5 μm, jest więc ona zbyt mała dla folii przeznaczonych do formowania wysokonapięciowego, w trakcie którego generalnie wytwarzane są warstewki tlenkowe o grubości około 0,65 μm. Tlenek aluminium wypełniający całkowicie wżery powoduje redukcję stopnia rozwinięcia powierzchni uzyskanego w wyniku trawienia, co przejawia się w bardzo niskich pojemnościach właściwych rzędu 0,15 μF/cm².

W drugim stopniu zachodzi roztwarzanie metalu w kierunku prostopadłym do tego jaki ma miejsce podczas trawienia w pierwszym stopniu. Wytrawienie folii aluminiowej w roztworach zawierających jony azotanowe powoduje zwiększenie średnicy wżerów (poszerzenie tunelików) do wartości około 2,0–2,5 μm co eliminuje możliwość wypełnienia ich tlenkiem w procesie formowania.

Folia aluminiowa wytrawiona w powyżej przedstawionym procesie dwustopniowym umożliwia uzyskanie pojemności właściwych o około 30–50% wyższych niż w konwencjonalnym procesie jedno-stopniowym. Wzrost pojemności właściwej folii aluminiowej prowadzi do obniżenia zużycia cennych materiałów składających się na kondensator elektrolityczny jak również do zmniejszenia jego gabarytów co jest niezmiernie istotne w dobie

tendencji do miniaturyzacji wszelkiego rodzaju aparatury elektronicznej.

Oryginalność wynalazku polega na tym, że wyraźnie wyodrębnia się dwa stopnie trawienia oraz drugi stopień, to jest trawienie w roztworach zawierających jony azotanowe, prowadzi się metodą chemiczną lub elektrolityczną.

Ponadto wynalazek pozwala w sposób zamierzony sterować średnicą wytrawionych tunelików i do stosować ją do napięć formowania. Do zalet powyższego wynalazku należy zaliczyć możliwość uzyskania znacznie wyższych pojemności właściwych niż w procesach dotychczas stosowanych, bez konieczności użycia roztworów kwasu solnego.

Wynalazek zostanie bliżej wyjaśniony w poniższych przykładach wykonania.

Przykład I. Folię aluminiową wyżarzoną w możliwie najwyższej temperaturze przez około 5 h, trawiono elektrolitycznie prądem stałym o 20% roztworze chlorku sodowego o temperaturze nieco poniżej wrzenia. Elektrolit trawiący zawierał ponadto 5% dodatek siarczany sodowego. Gęstość prądu utrzymywano w zakresie 50–60 A/dm², czas trawienia wynosił 55 sekund. Następnie folię zanurzano do 10% roztworu kwasu azotowego na czas około 10 min. Po formowaniu laboratoryjnym przy napięciu 450 V uzyskano pojemność właściwą 0,34 μF/cm².

Przykład II. Folię aluminiową wyżarzaną w sposób podany w przykładzie I wytrawiono elektrolitycznie, prądem stałym w 20% roztworze chlorku sodowego o temperaturze nieco poniżej wrzenia. Gęstość prądu utrzymywano w zakresie 50–60 A/dm², czas trawienia wynosił 55 sekund. Następnie folia była trawiona elektrolitycznie w 2% roztworze azotanu sodowego o temperaturze nieco poniżej wrzenia. Gęstość prądowa wynosiła 40 A/dm², czas trawienia 80 sekund. Po formowaniu laboratoryjnym przy napięciu 450 V uzyskano pojemność właściwą 0,35 μF/cm².

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób trawienia folii aluminiowej przeznaczonej na anody kondensatorów elektrolitycznych aluminiowych, głównie wysokonapięciowych, **znamienny tym**, że folię po uprzednim wyżarzeniu w temperaturze 400–600°C, poddaje się wytrawianiu w procesie dwustopniowym, przy czym pierwszy stopień jest procesem elektrochemicznym z udziałem jonów chlorkowych, a drugi stopień jest procesem chemicznym lub elektrochemicznym z udziałem jonów azotanowych.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że trawienie według stopnia pierwszego prowadzi się na drodze elektrochemicznej w roztworach chlorku sodowego o stężeniu 10–30%, w temperaturze 70–100°C, przy gęstości prądu 10–100 A/dm² i w czasie 20–200 sekund.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że trawienie według stopnia drugiego prowadzi się na drodze elektrochemicznej w roztworach kwasu azotowego lub jego soli takich jak azotan sodowy,

potasowy, amonowy o stężeniu 0,5—10%, w temperaturze 70—100°C, przy gęstości prądowej 10—100 A/dm² i w czasie 20—200 sekund.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że

trawienie według stopnia drugiego prowadzi się na drodze chemicznej w roztworach kwasu azotowego o stężeniu 0,5—25%, w temperaturze 70—100°C i w czasie 3—15 minut.