

高纯度植酸用作铝电解电容器工作 电解液添加剂试验的研究

孙定光 胡佩 缪显成

(四川师范大学化学系 610066)

摘要 铝电解电容器工作电解液中的添加剂,对改善电解液的性能,提高电容器的质量和使用寿命是重要的。本文报导了用高纯度植酸代替磷酸作电解液添加剂的试验。结果表明:以0.02%~2.0%的植酸作添加剂,能减少电极反应产生的气体,降低漏电流,提高电解液的稳定性,延长电容器的使用寿命。

关键词 植酸 铝电解电容器 电解液 添加剂

1 前言

铝电解电容器是电子工业中最重要的元器件之一。在铝电解电容器中,工作电解液是这类电容器的第二个电极。电容器的许多性能,都取决于电解液的性质,它与产品的质量 and 新颖性密切相关。有关电解液的配制,历来属于电容器生产的高技术^[1]。

在铝电解电容器电解液的配方中,除溶质、溶剂外,尚需添加2~3种添加剂以改善电解液的某些性能,如提高氧化形成能力,提高闪火电压,降低电阻率,减少漏电流,减少气体产生量等。

过去,高压用铝电解电容器的添加剂之一为磷酸。磷酸及其盐作添加剂,能与铝形成磷酸铝致密层,防止铝氧化膜侵蚀,改善电解液性能。但也存在如下问题:①电解液中添加的水或溶剂(多为多元醇)和溶质(多为多元酸)酯化产生的水,易使磷酸稀释难以发挥作用;②以长链二元酸的铵盐作溶质时,会抑制静容量的减少;③磷酸的强酸性使铝箔阳极溶解,漏电流(LC)值增加;④在较高温度下使用时,电容器的产气量大为增加。

植酸又叫肌醇六磷酸酯($\text{C}_6\text{H}_{18}\text{O}_{24}\text{P}_6$),它是中等强度的有机磷酸。植酸因其特殊结构,在酸

收稿日期 1997-11-20

性条件下能与金属离子络合,近年来,已被用于工业生产的许多部门^[2]。而植酸用于铝电解电容器电解液的添加剂,国内资料未见报导。为此,我们用植酸作电解液的添加剂,在国内某大型铝电解电容生产厂进行了试验。

2 高纯度植酸的制备

在电子产品中,对化学试剂的纯度要求极高。植酸为天然产物(米糠、麦麸等)中提取的产品,按一般工艺生产的植酸,含有较多的杂质,不能用于电子产品的生产中。对此,我们采用高速离心分离,络合沉淀,沉淀转化,离子交换树脂处理等方法,制备出了符合电子纯试剂要求的植酸^[3],其质量指标见表1。

表1 高纯度植酸的质量指标

含 量	71.2%水溶液	硫酸盐(SO ₄) ²⁻	<0.0001%
外 观	浅黄色粘稠性透明液体	钙盐(Ca)	<0.0002%
无机磷	0.00014%	重金属(Pb)	未检出
氯化物(Cl)	<0.0004%	砷(As)	未检出

3 高纯植酸作铝电容电解液添加剂的性能试验

3.1 电解液配方

表2和表3分别列出了植酸作添加剂(试验液)和磷酸作添加剂(对照液)的电解液配方。

表2 植酸作添加剂的电解液配方

组 成 试 样	溶 剂		溶 质		添 加 剂	
	成 分	%	成 分	%	成 份	%
1	乙二醇	63.5	硼酸铵	34.5	山梨糖醇+植酸	2.0+0.1
2	乙二醇	63.5	硼酸铵	34.5	甘露糖醇+植酸	2.0+0.1
3	乙二醇	63.5	硼酸铵	34.5	肌醇+植酸	2.0+0.1
4	乙二醇	88.0	壬二酸铵	9.8	甘露糖醇+植酸	2.0+0.1
5	乙二醇	88.0	壬二酸铵	9.8	肌醇+植酸	2.0+0.1
6	乙二醇	87.0	癸二酸铵	10.2	山梨糖醇+植酸	2.0+0.1
7	乙二醇	87.0	癸二酸铵	10.2	肌醇+植酸	2.0+0.1
8	乙二醇+丙三醇	65.0+20.0	癸二酸铵+丁基辛二酸铵	6.0+4.0	甘露糖醇+植酸	4.0+0.5
9	乙二醇+丙三醇	65.0+20.0	癸二酸铵+丁基辛二酸铵	6.0+4.0	肌醇+植酸	4.0+0.5
10	乙二醇+丙三醇	65.0+20.0	癸二酸铵+丁基辛二酸铵	6.0+4.0	甘露糖醇+肌醇+植酸	2.0+2.0+0.5

表 3 磷酸作添加剂的对照液配方

组 成 试 样	溶 剂		溶 质		添 加 剂	
	成 分	%	成 分	%	成 份	%
1	乙二醇	63.5	硼酸铵	34.5	山梨糖醇+磷酸	2.0±0.1
2	乙二醇	63.5	硼酸铵	34.5	甘露糖醇+磷酸	2.0±0.1
3	乙二醇	88.0	壬二酸铵	9.8	甘露糖醇+磷酸	2.0±0.1
4	乙二醇	88.0	壬二酸铵	9.8	山梨糖醇+磷酸	2.0±0.1
5	乙二醇	87.0	癸二酸铵	10.2	甘露糖醇+磷酸	2.0±0.5
6	乙二醇	87.0	癸二酸铵	10.2	山梨糖醇+磷酸	2.0±0.1
7	乙二醇+丙三醇	65.0+20.0	癸二酸铵+丁基 辛二酸铵	6.0+4.0	甘露糖醇+磷酸	4.0+0.5
8	乙二醇+丙三醇	65.0+20.0	癸二酸铵+丁基 辛二酸铵	6.0+4.0	山梨糖醇+磷酸	4.0+0.5

3.2 测试条件

将上述电解液配方浸于电容器器件中,电解电容的额定电压为 450V,电容量为 330 μ F。

高温负荷条件是 110 C,外加电压 400V,分别测定 1000hr,2000hr,3000hr 后的损耗正切 $\tan\delta$ 值,漏电流 LC 值。

气体产生量为温度 130 C,电解液浸入面积为 400cm² 的铝制刻蚀箔,测定经 250hr 和 500hr 后,由局部电解作用产生的气体量。

3.3 测试结果

表 4 和表 5 列出了试验样和对照样在相同条件下的测试结果。

表 4 试验样测试结果

测 试 值	初 值		1000hr 后		2000hr 后		3000hr 后		气体发生量(ml)	
	$\tan\delta$	L.C(μ A)	$\tan\delta$	L.C(μ A)	$\tan\delta$	L.C(μ A)	$\tan\delta$	L.C(μ A)	250hr	500hr
1	0.115	75	0.130	68	0.146	70	0.168	72	0	0.9
2	0.116	74	0.132	65	0.148	68	0.168	70	0	0.9
3	0.112	60	0.128	56	0.144	58	0.160	62	0	0.5
4	0.054	63	0.058	53	0.062	56	0.070	60	0	0.8
5	0.046	49	0.052	44	0.056	48	0.060	52	0	0.4
6	0.051	60	0.055	54	0.060	57	0.064	61	0	0.8
7	0.045	50	0.051	44	0.055	48	0.061	54	0	0.4
8	0.050	54	0.056	47	0.062	50	0.070	54	0	0.9
9	0.042	50	0.044	40	0.046	44	0.053	48	0	0.8
10	0.044	52	0.048	42	0.051	49	0.060	52	0	0.8

从表 4 和表 5 可以看出:

试验样的 $\tan\delta$ 初值为 0.042~0.116,放置 3000hr 后为 0.053~0.168。依对各个试验样的

表 5 对照样测试结果

测试对照样	初 值		1000hr 后		2000hr 后		3000hr 后		气体发生量(ml)	
	$\tan\delta$	L.C(μ A)	$\tan\delta$	L.C(μ A)	$\tan\delta$	L.C(μ A)	$\tan\delta$	L.C(μ A)	250hr	500hr
1	0.122	104	0.146	112	0.190	135	0.274	158	2.8	6.4
2	0.121	103	0.146	110	0.190	134	0.270	155	2.8	6.5
3	0.050	90	0.062	95	0.076	106	0.082	120	2.2	4.3
4	0.055	94	0.064	97	0.080	108	0.084	126	3.2	8.7
5	0.056	95	0.063	100	0.080	110	0.085	128	3.2	8.6
6	0.048	86	0.058	90	0.072	104	0.078	115	2.0	4.2
7	0.052	90	0.059	96	0.078	108	0.082	126	3.1	9.5
8	0.052	88	0.059	95	0.077	108	0.080	128	3.0	9.4

测定而言,增加率为 26.2%~44.8%。对照样的 $\tan\delta$ 初值为 0.048~0.122,放置 3000hr 后为 0.078~0.274,增加率为 51.8%~124.6%。

试验样的 L.C 值,初值为 49~75 μ A,放置 3000hr 后为 48~72 μ A。依对各个试验样的测定而言,变化率为 -5.41%~8.0%;对照样的 L.C 值为 86~104 μ A,放置 3000hr 后为 115~118 μ A,变化率为 33.3%~51.9%。

试验样的气体发生量,经 250hr 后为 0ml,500hr 以后为 0.4~0.9ml,而对照样经 250hr 以后为 2.0~3.2ml,500hr 以后为 4.2~9.5ml。

以上结果表明,添加植酸的试验样能使电解液的损耗正切 ($\tan\delta$) 值得到改善,漏电流减小,明显抑制气体的产生。

3.4 植酸添加量时对电解液性能的影响

我们试验了不同用量的植酸作添加剂,对铝电解电容工作电解液的影响。用量从 0.005%~5.0%。试验结果用图 1 和图 2 的曲线表示(电解液配方:乙二醇+癸二酸铵+肌醇+植酸)。

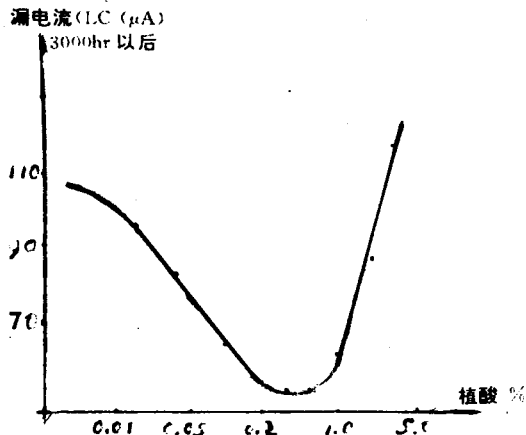


图 1 植酸用量对漏电流 LC 值的影响

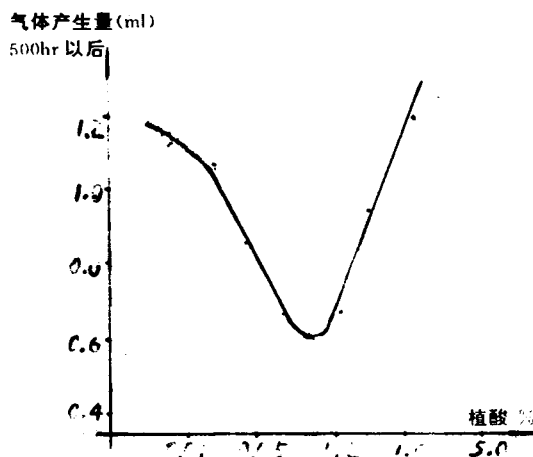


图 2 植酸用量对气体产生量的影响

从图 1 和图 2 可以看出:植酸添加量的范围为 0.02%~2.0%。用量不足 0.02%时,效果差;用量大于 2%时,会像磷酸一样溶解铝箔,使产气量和漏电量显著增加。

4 结果与讨论

4.1 铝电解电容器工作电解液的配制,关系到电容器的功能和性能。配方中采用合适的添加剂,能改善电解液的性能,提高电容器的品质。

4.2 植酸为有机磷酸。酸性较磷酸弱,在酸性条件下有较强的整合能力。可代替磷酸用作电解液添加剂,用量为 0.02%~2.0%。

4.3 植酸用作电解液添加剂,能在铝电极表面形成比磷酸效果更稳定的保护膜,并具有长期修复电极氧化膜的效果。经试验表明,添加植酸的电解液,对高压下大容量的铝电解电容器,能减小电极反应产生的气体,降低泄漏电流,改善损耗正切值,从而提高了电解液的稳定性,延长了电容器的使用寿命。

参 考 文 献

- 1 曲新喜,电子元件与材料,1993,1:40—45.
- 2 李成海,广西化工,1989,1:15—18.
- 3 孙定光、胡佩、廖显威,化学研究与应用,1997,5:21—23.

Research in experimenting high-purified phytic Acid used as electrolyte additive in an operating Al electrolyte Capacitor

Sun dingguang Hu Pei Liao Xiancheng

(Chemistry Department Sichuan Normal University, Chengdudu 610066)

ABSTRACT

Capacitor is generally considered very important in improving the characteristics of the electrolyte, raising the quality of capacitor and prolonging the service life of the capacitor. This paper, which how to use the high-purified phytic acid as the electrolyte additive in an experiment instead of phosphoric acid, has proven that 0.02%~2.0% phytic acid which is used as an additive can reduce the gas produced in electrode reaction, lower the leaking the service life of the capacitor.

Key words phytic acid Al electrolyte capacitor electrolyte additive