

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7674602号  
(P7674602)

(45)発行日 令和7年5月9日(2025.5.9)

(24)登録日 令和7年4月28日(2025.4.28)

(51)国際特許分類		F I			
H 0 1 G	9/052(2006.01)	H 0 1 G	9/052	5 0 0	
H 0 1 G	9/035(2006.01)	H 0 1 G	9/052	5 0 7	
H 0 1 G	9/00 (2006.01)	H 0 1 G	9/035		
		H 0 1 G	9/00	2 9 0 D	

請求項の数 13 (全25頁)

(21)出願番号	特願2024-524844(P2024-524844)	(73)特許権者	000190091 ルビコン株式会社 長野県伊那市西箕輪1938番地1
(86)(22)出願日	令和5年5月29日(2023.5.29)	(73)特許権者	522309908 陽光東洋メタルズ株式会社 東京都中央区湊一丁目8番15号
(86)国際出願番号	PCT/JP2023/019881	(74)代理人	110001726 弁理士法人綿貫国際特許・商標事務所
(87)国際公開番号	WO2023/234244	(72)発明者	中島 洋平 長野県伊那市西箕輪1938番地1 ルビコン株式会社内
(87)国際公開日	令和5年12月7日(2023.12.7)	(72)発明者	金子 努 長野県伊那市西箕輪1938番地1 ルビコン株式会社内
審査請求日	令和6年5月29日(2024.5.29)	(72)発明者	櫻井 美成
(31)優先権主張番号	PCT/JP2022/022431		
(32)優先日	令和4年6月2日(2022.6.2)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 電解コンデンサおよび電解コンデンサの製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

誘電体層が形成された陽極箔と、陰極箔と、前記陽極箔と前記陰極箔との間に配設されたセパレータと、を有するコンデンサ素子と、

前記コンデンサ素子内に含浸された電解液と、を備える電解コンデンサであって、  
前記陽極箔または前記陰極箔は、金属粉末を含有する組成物の焼結体が箔状に形成されてなり、または、前記焼結体からなる焼結体皮膜が基材の表面に形成されてなり、

前記電解液の25における粘度 $\mu$  [cP]が、400cP以下であり、  
前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径D [μm]が、5.0μm以下であること(ただし、粒子径Dは、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積50%の中位径を意味する。)

を特徴とする電解コンデンサ。

【請求項2】

前記電解液の25における粘度 $\mu$  [cP]が、さらに以下の式(1)を満たすことを特徴とする請求項1記載の電解コンデンサ。

$$\mu = 9.438D + 227 \dots (1)$$

(ただし、Dは、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径D [μm]を意味し、該粒子径Dは、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累

積 50 % の中位径を意味する。)

【請求項 3】

誘電体層が形成された陽極箔と、陰極箔と、前記陽極箔と前記陰極箔との間に配設されたセパレータと、を有するコンデンサ素子と、  
前記コンデンサ素子内に含浸された電解液と、を備える電解コンデンサの製造方法であつて、

前記陽極箔および前記陰極箔の少なくとも一方を、金属粉末を含有する組成物の焼結体を箔状に形成して構成し、または、前記焼結体からなる焼結体皮膜を基材の表面に形成させて構成し、

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] を、400 c P 以下に調整し、

10

前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径  $D$  [  $\mu$  m ] を、5.0  $\mu$  m 以下に調整すること(ただし、粒子径  $D$  は、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積 50 % の中位径を意味する。)

を特徴とする電解コンデンサの製造方法。

【請求項 4】

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] を、さらに以下の式(1)を満たすように調整すること

を特徴とする請求項 3 記載の電解コンデンサの製造方法。

$$\mu = 9.438D + 227 \quad \dots (1)$$

20

(ただし、 $D$  は、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径  $D$  [  $\mu$  m ] を意味し、該粒子径  $D$  は、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積 50 % の中位径を意味する。)

【請求項 5】

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] が、さらに以下の式(1)を満たすことを特徴とする請求項 1 記載の電解コンデンサ。

$$\mu = 9.438D + 227 \quad \dots (1)$$

(ただし、 $D$  は、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径  $D$  [  $\mu$  m ] を意味し、該粒子径  $D$  は、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積 50 % の中位径を意味する。)

30

【請求項 6】

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] が、さらに以下の式(2)を満たすことを特徴とする請求項 1 記載の電解コンデンサ。

$$\mu = 6.726D + 162 \quad \dots (2)$$

(ただし、 $D$  は、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径  $D$  [  $\mu$  m ] を意味し、該粒子径  $D$  は、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積 50 % の中位径を意味する。)

40

【請求項 7】

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] が 50 c P 以下である場合、さらに以下の式(3)を満たすこと

を特徴とする請求項 1 記載の電解コンデンサ。

$$1.552 / (D \mu^2) \leq 0.5 \quad \dots (3)$$

(ただし、 $D$  は、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径  $D$  [  $\mu$  m ] を意味し、該粒子径  $D$  は、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積 50 % の中位径を意味する。)

【請求項 8】

50

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] が 50 c P 以下である場合、前記式 ( 1 ) と共にさらに以下の式 ( 3 ) を満たすことを特徴とする請求項 2 記載の電解コンデンサ。

$$1.552 / (D \mu^2) \leq 0.5 \quad \dots (3)$$

(ただし、D は、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径 D [  $\mu$  m ] を意味し、該粒子径 D は、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積 50 % の中位径を意味する。)

【請求項 9】

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] が 50 c P 以下である場合、前記式 ( 1 ) と共にさらに以下の式 ( 3 ) を満たすことを特徴とする請求項 5 記載の電解コンデンサ。

$$1.552 / (D \mu^2) \leq 0.5 \quad \dots (3)$$

(ただし、D は、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径 D [  $\mu$  m ] を意味し、該粒子径 D は、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積 50 % の中位径を意味する。)

【請求項 10】

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] が 50 c P 以下である場合、前記式 ( 2 ) と共にさらに以下の式 ( 3 ) を満たすことを特徴とする請求項 6 記載の電解コンデンサ。

$$1.552 / (D \mu^2) \leq 0.5 \quad \dots (3)$$

(ただし、D は、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径 D [  $\mu$  m ] を意味し、該粒子径 D は、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積 50 % の中位径を意味する。)

【請求項 11】

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] が、2 c P 以上であること  
を特徴とする請求項 1、請求項 2、請求項 5、請求項 6、請求項 7、請求項 8、請求項 9、  
または請求項 10 記載の電解コンデンサ。

【請求項 12】

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] が、10 c P 以上であること  
を特徴とする請求項 1、請求項 2、請求項 5、請求項 6、請求項 7、請求項 8、請求項 9、  
または請求項 10 記載の電解コンデンサ。

【請求項 13】

前記電解液の 25 における粘度  $\mu$  [ c P ] が、30 c P 以上であること  
を特徴とする請求項 1、請求項 2、請求項 5、請求項 6、請求項 7、請求項 8、請求項 9、  
または請求項 10 記載の電解コンデンサ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は電解コンデンサおよび電解コンデンサの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

誘電体層としての酸化皮膜等が形成された陽極箔と陰極箔との間にセパレータが配設されたコンデンサ素子内に、電解液が含浸された電解コンデンサが知られている。

【0003】

従来、電解コンデンサにおいては、高容量化を実現するために、電極箔には、拡面処理により比表面積を増大させた金属箔が用いられている。拡面処理は、一般的には、電気化学的なエッチング処理によって金属箔の表面に多数の細孔を形成させることが行われる (

10

20

30

40

50

以下、エッチング処理が施された金属箔を「エッチング箔」と表記する場合がある)。しかしながら、エッチング処理による比表面積の増大には限界があり、高まる高容量化要求を満たせなくなりつつある。また、エッチング処理には、環境負荷や経済負担が比較的大きな塩酸等の薬剤を使用することや、金属箔を電気化学的に溶解させることで箔強度の低下を招くことがあるといった欠点がある。

【0004】

こうしたことを踏まえて、特許文献1(特開2008-98279号公報)には、基材(当該文献では、アルミニウム箔)の表面に、金属粉末(当該文献では、アルミニウム粉末)を含有する組成物を塗布し、加熱して焼結させた焼結体皮膜を形成させることで、比表面積を増大させる拡面処理法が記載されている(以下、少なくともその表面に金属焼結体

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【文献】特開2008-98279号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

特許文献1に例示される焼結箔によれば、従来のエッチング箔と比較して環境負荷や経済負担を低減することができる。また、製造工程における箔強度の低下を防止でき、さら

20

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、上記事情に鑑みてなされ、電極箔として少なくともその表面に金属焼結体を有する焼結箔が適用された電解コンデンサにおいて、焼結箔特有の比較的大きな静電容量を安定して出現可能な電解コンデンサおよびその製造方法を提供することを目的とする。

【0008】

本発明は、一実施形態として以下に記載するような解決手段により、前記課題を解決する。

30

【0009】

本発明に係る電解コンデンサは、誘電体層が形成された陽極箔と、陰極箔と、前記陽極箔と前記陰極箔との間に配設されたセパレータと、を有するコンデンサ素子と、前記コンデンサ素子内に含浸された電解液と、を備える電解コンデンサであって、前記陽極箔または前記陰極箔は、金属粉末を含有する組成物の焼結体が箔状に形成されてなり、または、前記焼結体からなる焼結体皮膜が基材の表面に形成されてなり、前記電解液の25における粘度 $\mu$ [cP]が、400cP以下であり、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径D[ $\mu$ m]が、5.0 $\mu$ m以下であること(ただし、粒子径Dは、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積50%の中位径を意味する。)を特徴とする。

40

【0010】

また、本発明に係る電解コンデンサの製造方法は、誘電体層が形成された陽極箔と、陰極箔と、前記陽極箔と前記陰極箔との間に配設されたセパレータと、を有するコンデンサ素子と、前記コンデンサ素子内に含浸された電解液と、を備える電解コンデンサの製造方法であって、前記陽極箔および前記陰極箔の少なくとも一方を、金属粉末を含有する組成物の焼結体を箔状に形成して構成し、または、前記焼結体からなる焼結体皮膜を基材の表面に形成させて構成し、前記電解液の25における粘度 $\mu$ [cP]を、400cP以下に調整し、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径D[ $\mu$ m]を、5.

50

0 μm以下に調整すること(ただし、粒子径Dは、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積50%の中位径を意味する。)を特徴とする。

【0011】

これによれば、焼結箔との関係で電解液の性状(粘度μ)が適切な状態に構成されることで、焼結箔特有の比較的大きな静電容量を安定して出現させることができる。

【0012】

なお、焼結粒の粒子径分布においては、個数基準の粒子径分布から体積基準の粒子径分布を計算する。

【0013】

これによれば、微細な焼結粒によって比表面積を増大させることで、より大きな静電容量を実現できる。また、そのような大きな静電容量を安定して出現させることができる。

【0014】

また、本発明に係る電解コンデンサは、前記電解液の25[ ]における粘度μ[cP]が、さらに以下の式(1)を満たすとより好ましい。

$$\mu = 9.438D + 227 \dots (1)$$

【0015】

また、本発明に係る電解コンデンサの製造方法は、前記電解液の25[ ]における粘度μ[cP]を、さらに以下の式(1)を満たすように調整するとより好ましい。

$$\mu = 9.438D + 227 \dots (1)$$

【0016】

ただし、上記の式(1)におけるDは、前記金属粉末の粉末粒または該金属粉末の焼結粒の粒子径D[μm]を意味し、該粒子径Dは、レーザ回折・散乱法により測定される前記粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される前記焼結粒の体積基準の粒子径分布における累積50[%]の中位径を意味する。なお、焼結粒の粒子径分布においては、個数基準の粒子径分布から体積基準の粒子径分布を計算する。

【0017】

これによれば、例えば電解コンデンサの使用による経時劣化(粘度μ上昇)等に対しても、焼結箔に特有の大きな静電容量を殆ど低下させることなく、長期に亘って安定して出現させることができる。

【発明の効果】

【0018】

本発明によれば、焼結箔が適用された電解コンデンサにおいて、焼結箔特有の比較的大きな静電容量を安定して出現させることができる。

【図面の簡単な説明】

【0019】

【図1】図1は、本実施形態に係る電解コンデンサの例を示す概略図(正面断面図)である。

【図2】図2Aは、本実施形態に係る電解コンデンサにおけるコンデンサ素子の例を説明する説明図である。図2Bは、本発明の実施形態に係る電解コンデンサにおけるコンデンサ素子の他の例を説明する説明図である。

【図3】図3は、本実施形態に係る電解コンデンサの製造方法の例を説明する説明図である。図3Aは、図2Aに示すコンデンサ素子の全体図である。図3Bは、図3Aに示すコンデンサ素子の一部をより詳細に示す部分図である。

【図4】図4は、表1の容量出現率(A)をグラフ化したものである。

【図5】図5Aは、表2の粘度10[%]上昇時の容量出現率変化(C)をグラフ化したものである。図5Bは、図5Aの散布図に近似直線を表示したグラフである。

【図6】図6Aは、焼結箔の焼結粒(粉末粒)の粒子径Dと準粘度臨界値との関係を示す散布図に近似直線を表示したグラフである。図6Bは、焼結箔の焼結粒(粉末粒)の粒子径Dと粘度臨界値との関係を示す散布図に近似直線を表示したグラフである。

10

20

30

40

50

【図 7】図 7 A は、表 3 の電解液保持量をグラフ化したものである。図 7 B は、表 4 の安定保持量に対する電解液保持率をグラフ化したものである。

【図 8】図 8 A は、表 5 の静電容量をグラフ化したものである。図 8 B は、表 6 の安定容量に対する静電容量減少率をグラフ化したものである。

【図 9】図 9 A は、表 6 におけるそれぞれの粒子径  $D$  の値と粘度  $\mu$  の値との関係式： $(1 / (D \mu^2))$  の値を算出して横軸に取り、その  $D$  値および  $\mu$  値に対応する減少率  $R$  の値を縦軸に取り、両軸を対数目盛としてプロットしたグラフである。図 9 B は、図 9 A に算出された回帰直線を表示したグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0020】

以下、図面を参照して、本発明を実施するための形態について詳しく説明する。図 1 は、本実施形態に係る電解コンデンサ 1 の例を示す概略図（正面断面図）である。図 2 A は、本実施形態に係る電解コンデンサ 1 におけるコンデンサ素子 2 の例を説明する説明図である。図 2 B は、当該コンデンサ素子 2 の他の例を説明する説明図である。図 2 A および図 2 B は、いずれもコンデンサ素子 2 の基本構成の例を模式的に示している。以下、一実施形態として、巻回型の電解コンデンサ 1 を例にして説明するが、この形態に限定されず、例えば、積層型、コイン型等でもよい。また、一実施形態として、アルミニウムまたはアルミニウム合金を主材料とする電極材からなり、酸化皮膜 8 d を誘電体層とする陽極箔 8 を有するアルミニウム電解コンデンサ 1 を例にして説明するが、この形態に限定されず、例えば、アルミニウム以外の弁金属またはその合金を主材料としてもよい。

【0021】

本実施形態に係る電解コンデンサ 1 は、図 1 に示すように、コンデンサ素子 2 が外装材 6 内に収容されている。外装材 6 の開口部が封止材 5 で封止されると共に、外装材 6 の開口縁が封止材 5 に加締められて密封されて構成されている。封止材 5 に設けられた二箇所の貫通穴にリード端子 4（陽極端子 4 a および陰極端子 4 b）が通されてリード線 1 1 が電解コンデンサ 1 外へ引き出されている。なお、外装材 6 には安全弁として圧力弁である防爆弁 7 が設けられ、電解コンデンサ 1 の内圧が一定以上に達した際に作動し（開弁し）、電解コンデンサ 1 内のガスを放出して防爆されるようになっている。防爆弁 7 の数および位置は限定されず、封止材 5 に設けられてもよく、外装材 6 および封止材 5 の両方に設けられてもよい。

【0022】

続いて、本実施形態に係るコンデンサ素子 2 は、図 2 A に示すように、陽極箔 8 と、陰極箔 9 と、陽極箔 8 と陰極箔 9 との間に配設されたセパレータ 1 0 と、を備えている。なお、陽極箔 8 および陰極箔 9 のそれぞれに陽極端子 4 a および陰極端子 4 b が取り付けられている。

【0023】

電極箔（陽極箔 8 および陰極箔 9）は、アルミニウム、タンタル等の弁金属またはその合金を主材料とする電極材からなり、さらに電極材を支持する基材 8 a を任意に有している。基材 8 a の主材料は特に限定されないが、基材 8 a もまたアルミニウム、タンタル等の弁金属またはその合金を用いることができる。なお、ここで材料を「主材料」としているのは、後述のように微量の不純物の含有を許容するという意味である。

【0024】

本実施形態に係る電極材は、アルミニウムまたはアルミニウム合金が主材料とされている。アルミニウムまたはアルミニウム合金におけるアルミニウムは、不純物に起因する不具合を防止する観点から純度が 99.80 [質量%] 以上であることが好ましく、さらに高温負荷に対する漏れ電流の増大を抑制する観点から純度が 99.99 [質量%] 以上であることが好ましい。また、アルミニウム合金は、例えば、ケイ素、鉄、銅、マンガン、マグネシウム、クロム、亜鉛、チタン、バナジウム、ガリウム、ニッケル、ホウ素、ジルコニウム等の元素のうち一種類または二種類以上を含む合金を用いることができる。この場合、これらの元素の含有量は、それぞれ 100 [質量 ppm] 以下、特に 50 [質量 ppm]

10

20

30

40

50

pm]以下であることが好ましい。

#### 【0025】

本実施形態に係る電極箔8、9は、陽極箔8が、焼結箔として構成され、陰極箔9が、エッチング箔として構成され、どちらも表面に拡面構造を有している。陽極箔8の焼結箔は、少なくともその表面に金属焼結体を有する箔である。一方、陰極箔9は、一例として、電極材であるアルミニウム箔にエッチング処理が施されて構成されるが、陰極箔9もまた焼結箔として構成されてもよい。なお、エッチング処理は、直流電解法または交流電解法等によって行われればよい。一例として、直流電解法では、80[ ]の塩酸および硫酸の混合水溶液(塩酸:1[mol/L]、硫酸:3[mol/L])中で、直流電流500[mA/cm<sup>2</sup>]で1[分]処理し、次いで75[ ]の硝酸水溶液(硝酸:1[mol/L])中で、直流電流100[mA/cm<sup>2</sup>]で5[分]処理することで、エッチング処理を行うことができる。

10

#### 【0026】

これに対して、焼結箔は、一例として、基材8aであるアルミニウム箔の表面に少なくともアルミニウム粉末を含有する組成物を塗布し、加熱して焼結させる方法によって形成することができる。これにより、図2Aに示すように、アルミニウム箔の表面にアルミニウム粉末を含有する組成物の焼結体からなる焼結体皮膜8bが形成された焼結箔を形成することができる。ただし、電極材である焼結体皮膜8bは、基材8aであるアルミニウム箔の少なくとも陰極箔9と対向する片面に形成されていればよく、必ずしも、図2Aに示すように、アルミニウム箔の両面(すなわち、図3Bに示すように、アルミニウム箔の表面全体)に形成されていなくてもよい。したがって、特許請求の範囲の「基材の表面」は、基材8aの片面を意味する場合がある。また、基材8aおよび焼結体皮膜8bの材料(主材料)は必ずしも一致しなくてもよい。一例として、基材8aであるアルミニウム箔の表面にアルミニウム合金粉末を含有する組成物の焼結体からなる焼結体皮膜8bが形成されてもよい。

20

#### 【0027】

また、焼結箔は、他の例として、基材8aを有することなく、少なくともアルミニウム粉末を含有する組成物を加熱して焼結させ、その前後で箔状にする方法によって形成することもできる。これにより、図2Bに示すように、アルミニウム粉末を含有する組成物の焼結体が箔状に形成された箔状焼結体8cからなる焼結箔を形成することができる。

30

#### 【0028】

焼結体皮膜8bおよび箔状焼結体8cは、図2Aおよび図2Bに示すように、アルミニウムまたはアルミニウム合金粉末の粉末粒同士が互いに空隙を維持しながら焼結したものである。すなわち、各焼結粒8eが空隙を有しながら繋がって三次元網目構造に形成された多孔質焼結体である。当該焼結箔は、粉末粒もしくは焼結粒8eの粒子径Dや、焼結体皮膜8bの厚さもしくは空隙率等によっては、その表面にエッチング箔を上回る比表面積の拡面構造を有する。その結果、本実施形態に係る電解コンデンサ1は、エッチング箔が適用された電解コンデンサを上回る大きな静電容量を実現できる。ただし、図2Aおよび図2Bの焼結箔にエッチング処理が施されて、さらに拡面化されてもよい。

#### 【0029】

なお、一例として、一般に、アルミニウム粉末の粉末粒またはその焼結粒8eの粒子径Dが小さい程、比表面積が増大されて焼結箔の静電容量が大きくなる。このことから、アルミニウム粉末の粉末粒または当該アルミニウム粉末の焼結粒8eの粒子径Dが、例えば5.0[μm]以下であることが好ましく、3.0[μm]以下であることがより好ましい。

40

#### 【0030】

ここで、本願でいう粒子径Dは、以下のように定義される単位[μm]の値である(本定義記載の有無に関わらず、全ての「粒子径D」の記載で同じ)。粉末粒の粒子径D[μm]は、レーザ回折・散乱法により測定される粉末粒の体積基準の粒子径分布における頻度の累積が50[%]の中位径(メジアン径(D<sub>50</sub>))を意味する。また、焼結粒8e

50

の粒子径  $D$  [ $\mu\text{m}$ ] は、焼結体皮膜 8 b または箔状焼結体 8 c の表面または断面を走査型電子顕微鏡による観察により測定される焼結粒 8 e の体積基準の粒子径分布における頻度の累積が 50 [%] の中位径 (メジアン径 ( $D_{50}$ )) を意味する。観察される焼結粒 8 e は、その直径を粒子径として測定する。ただし、焼結粒 8 e は、焼結した粉末粒が溶融して形状が一部崩れた状態、あるいは焼結した粉末粒同士が一部繋がった状態となることがある。その場合は、略円形状を有する部位を近似的に一粒の焼結粒 8 e と見なし、その最大径を粒子径として測定する。一方、略円形状が判別困難な部位は除外する。所定数の焼結粒 8 e の粒子径を測定し、これらの個数基準の粒子径分布から体積基準の粒子径分布を計算する。そして、当該粒子径分布における頻度の累積が 50 [%] の中位径 (メジアン径 ( $D_{50}$ )) を、焼結粒 8 e の粒子径  $D$  [ $\mu\text{m}$ ] として得る。なお、焼結前後で金属粉末の粒子径  $D$  が変化することは殆どなく、上記の方法で求められる粉末粒の粒子径  $D$  [ $\mu\text{m}$ ] と、当該粉末粒の焼結粒 8 e の粒子径  $D$  [ $\mu\text{m}$ ] とは殆ど同じである。つまり、本願において粒子径  $D$  を「金属粉末の粉末粒または当該金属粉末の焼結粒 8 e の粒子径  $D$ 」と規定しているのは、粒子径  $D$  の測定を、焼結前の粉末粒および焼結後の焼結粒 8 e のいずれを試料にして行ってもよいことを意図している。

10

#### 【0031】

焼結箔の形成に際して、アルミニウムまたはアルミニウム合金粉末を含有する組成物には、必要に応じてバインダ、溶媒、焼結助剤、界面活性剤等の添加物を含有させてもよい。これらの添加物は適宜公知品や市販品を用いることができる。一例として、バインダには、カルボキシ変性ポリオレフィン樹脂、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、塩化ビニル・酢酸ビニル共重合樹脂、ビニルアルコール樹脂、ブチラール樹脂、フッ化ビニル樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、アクリロニトリル樹脂、ニトロセルロース樹脂、パラフィンワックス、ポリエチレンワックス等の合成樹脂や、ろう (蠟)、タール (乾留液)、にかわ (膠)、うるし (漆)、まつやに (松脂)、みつろう (蜜蝋) 等の天然樹脂等を用いることができる。また、一例として、溶媒には、水の外、エタノール、トルエン、ケトン類、エステル類等の有機溶媒を用いることができる。これらの添加物のうち、例えばバインダおよび/または溶媒を含有させることで、アルミニウムまたはアルミニウム合金粉末を含有する組成物が成形性および保形性を有して、焼結体皮膜 8 b および箔状焼結体 8 c を最適な厚さに形成することができる。これらの添加物の種類や含有量を調整することで、焼結体皮膜 8 b および箔状焼結体 8 c の空隙率や当該添加物の残存程度を調整できる。これにより、電解コンデンサ 1 の静電容量を調整することができる。

20

30

#### 【0032】

組成物の焼結条件は限定されないが、一例として、560 [ ] 以上 660 [ ] 以下で 5 [時間] から 24 [時間] 程度までの範囲で設定するとよい。焼結雰囲気は、真空、アルゴンガス等の不活性ガス雰囲気、大気雰囲気、酸化雰囲気、還元雰囲気等のいずれでもよい。圧力環境も、常圧下、減圧下および加圧下のいずれでもよい。

#### 【0033】

また、組成物中に有機バインダ等の有機添加物を含有する場合、一例として、焼結に先立って予め 100 [ ] 以上 600 [ ] 以下で 5 [時間] 以上の加熱を行うとよい。このような前処理 (「脱脂処理」と呼称されることがある) および焼結処理によって有機添加物を蒸発させて殆ど残存させないようにすることができる。

40

#### 【0034】

以上のような焼結箔として構成される陽極箔 8 の表面には、化成処理によって、誘電体層としての酸化皮膜 8 d が形成されている。化成処理は、一例として、対象金属を陽極として化成液槽に浸漬した状態で電圧を印加して酸化皮膜 8 d を形成する陽極酸化処理によって行われてもよく、または対象金属を単に化成液槽に浸漬する処理によって行われてもよい。一例として、陽極酸化処理では、30 [ ] 以上 100 [ ] 以下のほう酸水溶液 (ほう酸: 0.01 [mol/L] 以上 5 [mol/L] 以下) 中で、直流電流 10 [mA/cm<sup>2</sup>] 以上 400 [mA/cm<sup>2</sup>] で 5 [分] 以上処理することで、酸化皮膜 8 d

50

を形成させることができる。一方、本実施形態に係る有極性の電解コンデンサ 1 においては、基本的に陰極箔 9 に対しては化成処理が行われないが、陰極箔 9 の表面には、空気中の酸素によって自然酸化皮膜（不図示）が形成されている。

【 0 0 3 5 】

また、陽極箔 8 と陰極箔 9 との間に配設されてこれらを仕切るセパレータ 1 0 は、特に構成は限定されないが、一例として、マニラ麻パルプ等の天然のセルロース繊維からなる紙や、ナイロン等の合成繊維で形成された布、シート、フィルム等を適用することができる。また、天然繊維と合成繊維との混抄品、混紡品等が適用されてもよい。なお、図 2 には、コンデンサ素子 2 の基本構成の例を模式的に示し、セパレータ 1 0 を一枚示しているが、実際にはその数は限定されず、一例として、図 3 B に示すように、二枚（第 1 のセパレータ 1 0 a および第 2 のセパレータ 1 0 b ）設けられてもよい。

10

【 0 0 3 6 】

また、コンデンサ素子 2 内には電解液 3 が含浸されている。電解液 3 は、両電極箔 8、9 間における空隙に含まれており、また、セパレータ 1 0 の構成や材料によっては、電解液 3 の一部がセパレータ 1 0 内にも含浸されている。電解液 3 は、陽極箔 8 に形成された誘電体層（酸化皮膜 8 d ）に接触して、実質的に陽極箔 8 の対極をなす真の陰極として機能するように構成されている。ただし、電解液 3 は、当該機能が発揮できる範囲であれば、両電極箔 8、9 間に完全に充満していなくてもよく、両電極箔 8、9 間に電解液 3 が充満していない領域が存在していてもよい。

【 0 0 3 7 】

20

電解液 3 は、流動性を有する液状成分である。電解液 3 は、溶媒と、電解質である溶質とを含有し、さらに所定の添加剤を含有している。溶媒には、有機溶媒のみからなる溶媒、または、有機溶媒を主溶媒として、これに所定量の水を添加した水 - 有機溶媒系の溶媒等を適用することができる。なお、水 - 有機溶媒系の溶媒によれば、電解質の溶解能およびイオンの移動度を大きくして、電解液 3 の比抵抗を低くすることができる。また、溶媒の凝固点を低下させて、それより低温での電気特性を確保できる。一方、有機溶媒のみからなる溶媒によれば、電解液 3 中に水を含有しないことから、高温下での電極箔 8、9 と水との水和反応を防止してこれによるコンデンサ素子 2 の内圧上昇を防止できる。

【 0 0 3 8 】

有機溶媒としては、一例として、プロトン性溶媒として、メチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール、ブチルアルコール等の一価アルコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール等の二価アルコール、グリセリン等の三価アルコール等や、これらの誘導体等が挙げられる。また、非プロトン性溶媒として、 $\gamma$ -ブチロラクトン等のラクトン化合物、スルホラン、メチルスルホラン、ジメチルスルホラン、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ピロリジン、2 - ピロリジノン、N - メチル - 2 - ピロリジノン、1, 3 - ジメチル - 2 - イミダゾリジノン、テトラヒドロフラン、アセトニトリル、N - メチルホルムアミド、N, N - ジメチルホルムアミド、ニトロベンゼン等や、これらの誘導体等が挙げられる。これらのうち、一種類が単独で用いられてもよく、二種類以上が混合されて用いられてもよい。例えば、プロトン性溶媒および非プロトン性溶媒が共に用いられてもよい。

30

40

【 0 0 3 9 】

また、電解質である溶質には、有機酸、無機酸、有機酸と無機酸との複合化合物、もしくはこれらの誘導体、またはこれらの塩を適用することができる。これらのうち、一種類が単独で用いられてもよく、二種類以上が混合されて用いられてもよい。例えば、有機酸および無機酸が共に用いられてもよい。

【 0 0 4 0 】

有機酸およびその誘導体としては、一例として、モノカルボン酸として、蟻酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、安息香酸、カプリル酸等や、これらの誘導体が挙げられる。また、ジカルボン酸として、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、フマル

50

酸、マレイン酸、フタル酸、アゼライン酸、セバシン酸、1,6-デカンジカルボン酸、5,6-デカンジカルボン酸、1,10-デカンジカルボン酸等や、これらの誘導体が挙げられる。また、ヒドロキシカルボン酸として、クエン酸、サリチル酸等や、これらの誘導体が挙げられる。また、無機酸およびその誘導体としては、一例として、リン酸、ほう酸、スルファミン酸等や、これらの誘導体が挙げられる。また、有機酸と無機酸との複合化合物およびその誘導体としては、ジカルボン酸またはヒドロキシカルボン酸のホウ素錯体等に例示され、一例として、ポロジシュウ酸、ポロジマロン酸、ポロジコハク酸、ポロジアジピン酸、ポロジマレイン酸、ポロジフタル酸、ポロジグリコール酸、ポロジクエン酸、ポロジサリチル酸等や、これらの誘導体が挙げられる。

【0041】

また、有機酸、無機酸、有機酸と無機酸との複合化合物、およびこれらの誘導体の塩としては、一例として、アンモニウム塩、アルキルアンモニウム塩、アミン塩、アミジン塩、ナトリウム塩、カリウム塩等が挙げられる。

【0042】

電解質は、所望の電導度が確保できて且つ溶媒に溶かすことができる範囲で、種類に応じた最適な量が添加されればよい。一例として、有機酸もしくはその誘導体またはそれらの塩では、電解液3全質量の3[質量%]~30[質量%]程度の範囲で添加されればよい。また、無機酸もしくはその誘導体またはそれらの塩では、電解液3全質量の0.1[質量%]~15[質量%]程度の範囲で添加されればよい。また、上記の有機酸系の成分と無機酸系の成分とが混合されて用いられる場合も、電解液3全質量の0.1[質量%]~15[質量%]程度の範囲で添加されればよい。

【0043】

また、電解液3は、溶媒および溶質以外に、適宜所定の添加物を含有していてもよい。これらの添加物は、溶媒や溶質になり得る機能を有する物質を含むが、それ以外の機能による作用効果を主目的として、主溶媒や主溶質とは別に、通常、比較的少量添加されるものをいう。添加物の例として、キレート化合物、糖、グルコン酸、ニトロ化合物等が挙げられる。

【0044】

ここで、本実施形態に係る電解液3は、粘度 $\mu$ が400[cP]以下に設定され、より好ましくは300[cP]に設定される。ここで、本願でいう粘度 $\mu$ は、振動式粘度計により25[ ]の電解液3で測定される粘度 $\mu$ で、単位[cP]の値である(以下、本定義記載の有無に関わらず、全ての「粘度 $\mu$ 」の記載で同じ)。焼結箔との関係で電解液3の粘度 $\mu$ が適切な状態に構成されることで、焼結箔特有の比較的大きな静電容量を安定して出現させることができる。

【0045】

前述のように、焼結箔では、アルミニウム粉末の粉末粒またはその焼結粒8eの粒子径Dが小さい程、当該焼結箔の静電容量を大きくできて好ましいが、当該粒子径Dが小さい程、電解液3の性状との関係で静電容量が不安定になり易い性質を有する。これに対して、本実施形態では、電解液3の粘度 $\mu$ が調整されることで、焼結粒8eの大きさに関わらず(すなわち、比較的小さな焼結粒8eにより構成される焼結箔に対しても)、静電容量が安定して出現するようになる。その結果、後述の実施例(試験1)によれば、焼結粒8eが例えば5.0[ $\mu\text{m}$ ]または3.0[ $\mu\text{m}$ ]の焼結箔に対して、粘度 $\mu$ が400[cP]以下に設定されることで、箔容量(箔の静電容量)を80[%]を超える出現率で出現させることができる。また、粘度 $\mu$ が300[cP]以下に設定されることで、箔容量(箔の静電容量)を90[%]を超える出現率で出現させることができる。したがって、本実施形態に係る焼結箔は、アルミニウム粉末の粉末粒またはその焼結粒8eの粒子径Dを、例えば5.0[ $\mu\text{m}$ ]以下、より好ましくは3.0[ $\mu\text{m}$ ]以下に小さくして静電容量を十分に大きくすることができ、また、そのような大きな静電容量を安定して出現させることができる。

【0046】

10

20

30

40

50

なお、電解液 3 の粘度  $\mu$  は、前述の電解液成分（溶媒成分および溶質成分）の組み合わせ（例えば、物質の選択やそれらの混合比の調整）や、濃度等を調整することによって、所望の粘度  $\mu$  に調整することができる。

【 0 0 4 7 】

また、電解液 3 の粘度  $\mu$  が例えば 4 0 0 [ c P ] 以下に設定されることは、電解コンデンサ 1 の製造工程において、コンデンサ素子 2 内に含浸される電解液 3 が当該粘度  $\mu$  に設定されることを意味する。電解液 3 の粘度  $\mu$  は、含浸直後にコンデンサ素子 2 中の水分を吸収して僅かに低下したり、経時的に水分が蒸散して僅かに上昇したりする可能性がある。しかしながら、このような可能性を考慮しても、その後の製造工程を経て完成された電解コンデンサ 1 は、未使用状態であれば、電解液 3 の粘度  $\mu$  は含浸時のそれと殆ど変わらないと考えられる。したがって、例えば、「電解液 3 の粘度  $\mu$  が 4 0 0 [ c P ] 以下に設定されること」は、同義の構成として「電解コンデンサ 1 における電解液 3 の粘度  $\mu$  が 4 0 0 [ c P ] 以下であること」と規定することもできる。なお、電解液 3 の粘度  $\mu$  測定時にも、一部の成分が揮発して粘度  $\mu$  が僅かに変化する可能性も考えられるが、当該変化はごく僅かであって問題はない。

10

【 0 0 4 8 】

一方、電解コンデンサ 1 の使用が進むと、水分の蒸散が進むことで電解液 3 の粘度  $\mu$  が上昇する。その結果、電解液 3 の性状（粘度  $\mu$ ）と焼結粒 8 e の構造（粒子径 D）とのバランスが崩れること等によって静電容量が低下することがある。そこで、電解コンデンサ 1 の使用後の経時劣化に対する静電容量の安定性を図るために、電解液 3 の粘度  $\mu$  が、アルミニウム粉末の粉末粒またはその焼結粒 8 e の粒子径 D との関係で、以下のように、より厳密に設定されると好ましい。すなわち、電解液 3 の 2 5 [ ] における粘度  $\mu$  が、以下の不等式（ 1 ）を満たすと好ましく、さらに以下の不等式（ 2 ）を満たすとより好ましい。

20

$$\mu \leq 9.438D + 227 \quad \dots (1)$$

$$\mu \leq 6.726D + 162 \quad \dots (2)$$

【 0 0 4 9 】

ただし、上記の不等式（ 1 ）および不等式（ 2 ）における D は、金属粉末（ここでは、アルミニウム粉末）の粉末粒または当該金属粉末（ここでは、当該アルミニウム粉末）の焼結粒 8 e の粒子径 D [  $\mu\text{m}$  ] を意味し、当該粒子径 D は、レーザ回折・散乱法により測定される当該粉末粒、または走査型電子顕微鏡による観察により測定される当該焼結粒 8 e の体積基準の粒子径分布における累積 5 0 [ % ] の中位径を意味する。なお、焼結粒 8 e の粒子径分布においては、個数基準の粒子径分布から体積基準の粒子径分布を計算する。

30

【 0 0 5 0 】

後述の実施例（試験 1）の分析によれば、焼結箔が適用された電解コンデンサ 1 においては、焼結粒 8 e（粉末粒）の大きさに関わらず、電解液 3 の粘度  $\mu$  が所定の上昇をすると、静電容量が殆ど変化しないより低粘度の領域（安定領域）と、静電容量が比較的大きく低下するより高粘度の領域（不安定領域）とが存在することが分かった。そこで、当該安定領域と当該不安定領域との境界値の粘度  $\mu$  値を「粘度臨界値」と規定し、また、不安定領域に在るが、粘度臨界値の近くに在って静電容量の低下が比較的小さい領域の粘度  $\mu$  値を「準粘度臨界値」と規定した。具体的には、粘度臨界値を、容量出現率変化の近似直線に基づいて当該変化が 0 [ % ] のときの粘度  $\mu$  値と規定し、準粘度臨界値を、当該変化が許容される - 1 [ % ] のときの粘度  $\mu$  値と規定した。電解液 3 の粘度  $\mu$  を、粘度臨界値以下（不等式（ 2 ））または準粘度臨界値以下（不等式（ 1 ））に設定することで、電解コンデンサ 1 の使用による経時劣化（粘度  $\mu$  上昇）に対しても、静電容量を安定して出現できるようになる。

40

【 0 0 5 1 】

上記の不等式（ 1 ）は、電解液 3 の粘度  $\mu$  を準粘度臨界値以下に設定可能なパラメータ、また、上記の不等式（ 2 ）は電解液 3 の粘度  $\mu$  を粘度臨界値以下に設定可能なパラメータに該当する。粒子径 D の異なる焼結粒 8 e により構成される焼結箔について、それぞれ

50

粘度臨界値および準粘度臨界値を算出し、粒子径  $D$  [ $\mu\text{m}$ ] と、粘度臨界値 [ $\text{cP}$ ] または準粘度臨界値 [ $\text{cP}$ ] との関係を図上にプロットして算出した近似直線に基づく不等式が、上記の不等式 (1) および不等式 (2) である。これによれば、焼結箔を構成する焼結粒 8 e または粉末粒の粒子径  $D$  によって、目標とすべき電解液 3 の粘度  $\mu$  範囲が明らかになる。当該粘度  $\mu$  範囲を達成することで、準粘度臨界値 (不等式 (1)) を満たせば、電解コンデンサ 1 の使用による経時劣化 (粘度  $\mu$  上昇) に対しても、焼結箔に特有の大きな静電容量を殆ど低下させることなく、長期に亘って安定して出現させることができ、さらに粘度臨界値 (不等式 (2)) を満たせば、静電容量をより長期に亘って安定して出現させることができる。その結果、電解コンデンサ 1 の長寿命化を実現できる。

#### 【0052】

不等式 (1) によれば、粒子径  $D = 9.0$  [ $\mu\text{m}$ ] のとき  $\mu = 312$  [ $\text{cP}$ ]、粒子径  $D = 5.0$  [ $\mu\text{m}$ ] のとき  $\mu = 274$  [ $\text{cP}$ ]、粒子径  $D = 3.0$  [ $\mu\text{m}$ ] のとき  $\mu = 255$  [ $\text{cP}$ ] となる。また、不等式 (2) によれば、粒子径  $D = 9.0$  [ $\mu\text{m}$ ] のとき  $\mu = 223$  [ $\text{cP}$ ]、粒子径  $D = 5.0$  [ $\mu\text{m}$ ] のとき  $\mu = 196$  [ $\text{cP}$ ]、粒子径  $D = 3.0$  [ $\mu\text{m}$ ] のとき  $\mu = 182$  [ $\text{cP}$ ] となる。いずれも前述の電解液 3 の粘度  $\mu$  が  $400$  [ $\text{cP}$ ] 以下の条件を満たす。

#### 【0053】

なお、本実施形態では、電解液 3 の粘度  $\mu$  の下限は特に設けられない。ただし、コンデンサ素子 2 に対する電解液 3 の一定の保持性を確保する観点では、一例として、電解液 3 の粘度  $\mu$  が  $2$  [ $\text{cP}$ ] 以上であると好ましく、 $10$  [ $\text{cP}$ ] 以上であるとより好ましく、 $30$  [ $\text{cP}$ ] 以上であるとさらにより好ましい。

#### 【0054】

以上の構成を備える本実施形態に係る電解コンデンサ 1 は、電極箔 8、9 のうち少なくとも陽極箔 8 を所定の粒子径  $D$  の焼結粒 8 e により構成される焼結箔に構成したり、電解液 3 を所定の性状に構成したりするが、こうした構成以外のコンデンサ素子 2 の基本的な作製および電解コンデンサ 1 の組み立ては従来例に則して行うことができる。本実施形態に係る巻回型の電解コンデンサ 1 は、一例として、化成処理により酸化皮膜 8 d (図 3 B には、図示を省略) を形成させた焼結箔にリード端子 4 (陽極端子 4 a) を加締め等により接合した陽極箔 8 と、エッチング箔にリード端子 4 (陰極端子 4 b) を加締め等により接合した陰極箔 9 との間にセパレータ 10 (第 1 のセパレータ 10 a および第 2 のセパレータ 10 b) を挟んだ状態で、図 3 A および図 3 B に示すように、これらを巻回して略円柱形状を形成する。得られた巻回体に必要に応じて再度化成処理を行った後、これを本実施形態に係る組成の電解液 3 槽に浸漬することにより、両電極箔 8、9 間における空隙に電解液 3 を導入 (含浸) して、コンデンサ素子 2 を製造することができる。なお、リード端子 4 には、適時にリード線 11 を接続する (図 3 A には、リード端子 4 およびリード線 11 の図示を省略)。また、電解液 3 の導入は、必要に応じて減圧下で行ってもよい。

#### 【0055】

次いで、コンデンサ素子 2 を外装材 6 内に収容し、封止材 5 を外装材 6 の開口部に配置して封止する。このとき、封止材 5 に設けられた二箇所の貫通穴にリード端子 4 (陽極端子 4 a および陰極端子 4 b) を通して引き出す。次いで、外装材 6 の開口縁を封止材 5 に加締めて密封する。これにより電解コンデンサ 1 を製造することができる。その後、必要に応じて、高温条件下で所定時間、電圧を印加して箔の裁断時や巻回時に生じた酸化皮膜 8 d の欠損箇所を修復するエージング処理を行ってもよい。

#### 【実施例】

#### 【0056】

##### [試験 1]

粉末粒の粒子径  $D$  を  $3.0$  [ $\mu\text{m}$ ]、 $5.0$  [ $\mu\text{m}$ ]、または  $9.0$  [ $\mu\text{m}$ ] とするアルミニウム粉末を焼結させて焼結箔を製造した。以下、 $3.0$  [ $\mu\text{m}$ ] の焼結粒 (粉末粒) により構成される焼結箔を「 $3.0$  [ $\mu\text{m}$ ] 箔」、 $5.0$  [ $\mu\text{m}$ ] の焼結粒 (粉末粒) により構成される焼結箔を「 $5.0$  [ $\mu\text{m}$ ] 箔」、 $9.0$  [ $\mu\text{m}$ ] の焼結粒 (粉末粒) に

10

20

30

40

50

より構成される焼結箔を「9.0 [μm]箔」と、それぞれ表記する場合がある。粉末粒の粒子径Dは、レーザ回折・散乱法により測定される体積基準の粒子径分布における累積50 [%]の中位径である。

#### 【0057】

まず、各粒子径Dを有するアルミニウム粉末60 [質量部]とアクリル系バインダ40 [質量部]とを混合し、トルエンに分散させた塗液を、アルミニウム箔の両面にアプリケーションを用いて塗布して皮膜を形成し、乾燥させた。次いで、このアルミニウム箔をアルゴンガス雰囲気にて655 [ ]で7 [時間]加熱して焼結させた。次いで、ここでは定格電圧400 [V]あるいは450 [V]以上の中高電圧用の電解コンデンサへの適用を想定して、当該焼結箔に所定の陽極酸化処理を行って650 [V]以上の皮膜耐電圧を有する酸化皮膜を形成させた。

10

#### 【0058】

その後、一般社団法人電子情報技術産業協会 (Japan Electronics and Information Technology Industries Association) ( (旧)日本電子機械工業会 (Electronic Industries Association of Japan) ) によるJEITA規格: EIAJ RC-2364A「アルミニウム電解コンデンサ用電極はくの試験方法」(1999年3月改正) ([https://www.jeita.or.jp/japanese/standard/book/RC-2364A/#target/page\\_no=1](https://www.jeita.or.jp/japanese/standard/book/RC-2364A/#target/page_no=1)) の記載に従って、所定の寸法の試験片に切断した。

#### 【0059】

こうして作製した評価用焼結箔は、上記の規格 (EIAJ RC-2364A) の記載に従って、中高圧用陽極化成はく (電圧区分: 定格皮膜耐電圧170 [V]以上) 用の静電容量の測定液「C」に該当する五ほう酸アンモニウム水溶液を測定液(1)として、電解コンデンサが通常よく使用される周波数の範囲である120 [Hz]における箔容量 (静電容量) [μF/cm<sup>2</sup>]を測定した。当該箔を洗浄して乾燥させた後、測定液(1)に代えて表1に示す各粘度μに調整した所定の成分からなる各電解液を測定液(2)として、同様に120 [Hz]における箔容量 (静電容量) [μF/cm<sup>2</sup>]を測定した。粘度μは、前述の通り、振動式粘度計により25 [ ]の電解液で測定された粘度μ [cP]である。具体的には、株式会社セコニック製の振動式粘度計 (商品名: ビスコメイト VM-1A) を使用した。また、箔容量 [μF/cm<sup>2</sup>]は、測定した箔容量値 [μF] から算出した単位面積 (1 cm<sup>2</sup>) 当たり箔容量値 [μF/cm<sup>2</sup>]である。

20

30

#### 【0060】

下記の式の通り、測定液(2)での箔容量値 [μF/cm<sup>2</sup>]を、測定液(1)での箔容量値 [μF/cm<sup>2</sup>]で除して、容量出現率(A)を算出した。

容量出現率(A) = 測定液(2)での箔容量値 [μF/cm<sup>2</sup>] / 測定液(1)での箔容量値 [μF/cm<sup>2</sup>]

#### 【0061】

容量出現率(A)は、焼結箔の電解液の性状(粘度μ)との関係における静電容量の安定性(または不安定性)を表し、値が1 ([%]単位換算では100 [%])に近い程、静電容量が安定して出現されていることを表す。容量出現率(A)を[%]単位に換算して表1および図4に示す(ただし、表1の(A)値[%]は小数第二位を四捨五入した値である)。

40

#### 【0062】

【表 1】

測定液(2) の粘度 $\mu$ [cP]	測定液(1)での箔容量 [ $\mu\text{F}/\text{cm}^2$ ]			測定液(2)での箔容量 [ $\mu\text{F}/\text{cm}^2$ ]			容量出現率(A) [%]		
	3.0[ $\mu\text{m}$ ]箔	5.0[ $\mu\text{m}$ ]箔	9.0[ $\mu\text{m}$ ]箔	3.0[ $\mu\text{m}$ ]箔	5.0[ $\mu\text{m}$ ]箔	9.0[ $\mu\text{m}$ ]箔	3.0[ $\mu\text{m}$ ]箔	5.0[ $\mu\text{m}$ ]箔	9.0[ $\mu\text{m}$ ]箔
52	0.8552	0.5828	0.4350	0.8466	0.5752	0.4326	99.0%	98.7%	99.4%
63	0.8512	0.5802	0.4392	0.8422	0.5706	0.4316	98.9%	98.3%	98.3%
94	0.8530	0.5788	0.4444	0.8370	0.5690	0.4352	98.1%	98.3%	97.9%
200	0.8506	0.5790	0.4376	0.8166	0.5632	0.4256	96.0%	97.3%	97.3%
280	0.8550	0.5852	0.4382	0.8000	0.5594	0.4212	93.6%	95.6%	96.1%
340	0.8520	0.5810	0.4374	0.7654	0.5374	0.4096	89.8%	92.5%	93.6%
540	0.8532	0.5780	0.4410	0.6832	0.4936	0.3824	80.1%	85.4%	86.7%
600	0.8584	0.5806	0.4408	0.6354	0.4618	0.3624	74.0%	79.5%	82.2%
670	0.8532	0.5842	0.4408	0.5772	0.4350	0.3440	67.7%	74.5%	78.0%

## 【0063】

表 1 に示すように、焼結粒（粉末粒）の粒子径  $D$  が小さい程、焼結箔の静電容量が大きくなるのが分かる。一方、表 1 および図 4 に示すように、電解液の粘度  $\mu$  が高いと容量出現率（A）が低くなり、例えば、粘度  $\mu$  が 670 [cP] のとき、3.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔で 67.7 [%]、5.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔で 74.5 [%]、9.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔で 78.0 [%] であった。このことから、焼結粒（粉末粒）の粒子径  $D$  が小さい程、電解液の粘度  $\mu$  との関係で、静電容量が比較的不安定になり易い性質を有することが分かる。これに対して、電解液の粘度  $\mu$  が一定以下の低い設定では、焼結粒（粉末粒）の粒子径  $D$  に関わらず、容量出現率（A）が 100 [%] に近くなり、静電容量が安定して出現した。具体的には、電解液の粘度  $\mu$  が 400 [cP] 以下のとき、静電容量の低下が -20 [%] 未満に確実に抑えられ（容量出現率（A）が 80 [%] を上回り）、さらに電解液の粘度  $\mu$  が 300 [cP] 以下のとき、静電容量の低下が -10 [%] 未満に抑えられた（容量出現率（A）が 90 [%] を上回った）。

## 【0064】

したがって、焼結箔が適用された電解コンデンサにおいては、電解液の粘度  $\mu$  が 400 [cP] 以下、より好適には 300 [cP] 以下に構成されると、箔容量を安定して出現させることができて好ましい。さらに、焼結粒（粉末粒）の粒子径  $D$  が 5.0 [ $\mu\text{m}$ ] 以下、より好適には 3.0 [ $\mu\text{m}$ ] 以下で構成されると、箔容量自体を向上させてより大きな静電容量を実現できると共に、当該容量を安定して出現させることができてより好ましい。

## 【0065】

次に、単位粘度（1 [cP]）当たりの容量出現率変化（B）として、各粘度  $\mu$  値での容量出現率（A）値の微分係数を算出した。微分係数の算出には、下記の不等間隔の二次精度差分の公式を適用した。

$$f'(x_i) = \frac{(s^2 f_{i+1} + (t^2 - s^2) f_i - t^2 f_{i-1})}{st(s+t)}$$

$$f_i - f(x_i)$$

$$t(x_{i+1} - x_i)$$

$$s(x_i - x_{i-1})$$

## 【0066】

次に、電解液の粘度  $\mu$  が所定の上昇をしたときの容量出現率変化（C）を評価するために、任意の変動量（上昇量）として、ここでは 10 [%] の上昇を想定し、下記の式の通り、単位粘度当たりの容量出現率変化（B）（容量出現率（A）の微分係数）に粘度変動率（ここでは各粘度  $\mu$  値の 10 [%]）を乗じて、粘度 10 [%] 上昇時の容量出現率変化（C）を算出した。

$$\text{粘度 } 10 [\%] \text{ 上昇時の容量出現率変化 (C) } = \text{「単位粘度当たりの容量出現率変化 (B) (容量出現率 (A) の微分係数)」} \times (\text{粘度 } \mu \text{ 値} \times 0.1)$$

## 【 0 0 6 7 】

粘度 10 [%] 上昇時の容量出現率変化 (C) を [%] 単位に換算して表 2 および図 5 A に示す (ただし、表 2 の (C) 値 [%] は小数第三位を四捨五入した値である)。

## 【 0 0 6 8 】

## 【表 2】

測定液(2) の粘度 $\mu$ [cP]	粘度10[%]上昇時の 容量出現率変化(C)		
	3.0[ $\mu\text{m}$ ]箔	5.0[ $\mu\text{m}$ ]箔	9.0[ $\mu\text{m}$ ]箔
52	—	—	—
63	-0.07%	-0.15%	-0.52%
94	-0.23%	-0.03%	-0.09%
200	-0.52%	-0.32%	-0.22%
280	-1.36%	-1.08%	-0.83%
340	-2.01%	-1.63%	-1.35%
540	-4.80%	-4.50%	-3.55%
600	-5.78%	-5.16%	-4.07%
670	—	—	—

10

20

## 【 0 0 6 9 】

表 2 および図 5 A に示すように、容量出現率変化 (C) には、焼結粒 (粉末粒) の粒子径 D に関わらず、すなわちいずれの粒子径 D の焼結粒により構成される焼結箔においても、静電容量が殆ど変化しない粘度  $\mu$  領域 (安定領域) と、静電容量が比較的大きく低下する粘度  $\mu$  領域 (不安定領域) とが存在することが分かる。さらに、図 5 A からは、当該安定領域と当該不安定領域との境界値 (これを「粘度臨界値」と表記する) が、概ね 200 [cP] 付近に存在することが確認できる。

30

## 【 0 0 7 0 】

そこで、不安定領域に在る 280 [cP]、340 [cP]、540 [cP] および 600 [cP] の 4 点について、最小二乗法により 3.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔、5.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔、9.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔それぞれの近似直線式を算出した。近似直線式の算出は、当該三つの焼結箔の残差の二乗和の総和を最小化する解として、各近似直線式  $f(x)$ 、 $g(x)$ 、 $h(x)$  それぞれの縦軸切片および横軸交点を算出した。なお、このとき、縦軸切片の値は全ての近似直線式で同値とみなし、制約条件を付した。図 5 B は、図 5 A の散布図に、算出された近似直線を表示したグラフである。

## 【 0 0 7 1 】

算出された縦軸切片の値は、2.48 [%] (小数第三位を四捨五入) であった。また、横軸交点の値は、3.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔で 182.6 [cP]、5.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔で 195.1 [cP]、9.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔で 222.7 [cP] (それぞれ小数第二位を四捨五入) であった。この横軸交点は、近似直線において容量出現率変化 (C) が 0 [%] となるときの粘度  $\mu$  値 [cP] を表しており、これを前述の「粘度臨界値」として規定した。さらに、近似直線において容量出現率変化 (C) が -1 [%] となるときの粘度  $\mu$  値 [cP] を算出して、これを「準粘度臨界値」として規定した。準粘度臨界値は、3.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔で 256.2 [cP]、5.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔で 273.8 [cP]、9.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔で 312.5 [cP] (それぞれ小数第二位を四捨五入) であった。

40

## 【 0 0 7 2 】

50

こうして得られた各焼結箔の準粘度臨界値を、各焼結粒（粉末粒）の粒子径  $D$  [  $\mu\text{m}$  ] との関係でグラフ上にプロットし、最小二乗法により以下の近似直線式（１）を得た。図 6 A にグラフを示す。

$$y = 9.4383x + 227.35 \quad \dots (1)$$

$$9.438x + 227$$

【 0 0 7 3 】

また、こうして得られた各焼結箔の粘度臨界値を、同様に各焼結粒（粉末粒）の粒子径  $D$  [  $\mu\text{m}$  ] との関係でグラフ上にプロットし、最小二乗法により以下の近似直線式（２）を得た。図 6 B にグラフを示す。

$$y = 6.7263x + 162.03 \quad \dots (2)$$

$$6.726x + 162$$

10

【 0 0 7 4 】

前述の通り、粘度臨界値は、粘度  $\mu$  が所定の上昇をしたときに、静電容量が殆ど変化しない粘度  $\mu$  領域（安定領域）と、静電容量が比較的大きく低下する粘度  $\mu$  領域（不安定領域）との境界の粘度  $\mu$  値を表し、近似直線において容量出現率変化（ $C$ ）が 0 [%] となるときの粘度  $\mu$  値として規定した。一方、準粘度臨界値は、近似直線において容量出現率変化（ $C$ ）が許容される - 1 [%] となるときの粘度  $\mu$  値として規定し、これは、不安定領域に在るが、粘度臨界値の近くに在って静電容量の低下が比較的小さい領域の粘度  $\mu$  値を表す。

【 0 0 7 5 】

20

したがって、焼結箔が適用された電解コンデンサにおいて、電解液の粘度  $\mu$  [  $\text{cP}$  ] を、近似直線式（１）に基づいて、焼結粒（粉末粒）の粒子径  $D$  を変数とする不等式（１）「 $\mu \geq 9.438D + 227$ 」を満たす状態（すなわち、準粘度臨界値以下）に設定することで、粘度  $\mu$  が粘度臨界値の近くまたは安定領域に設定される。その結果、例えば、電解コンデンサが使用されて経時的に水分の蒸散が進んで粘度  $\mu$  が上昇しても、焼結箔に特有の大きな静電容量を殆ど低下させることなく、長期に亘って安定して出現させることができ、電解コンデンサの長寿命化を実現できる。さらに、電解液の粘度  $\mu$  [  $\text{cP}$  ] を、近似直線式（２）に基づいて、焼結粒（粉末粒）の粒子径  $D$  を変数とする不等式（２）「 $\mu \geq 6.726D + 162$ 」を満たす状態（すなわち、粘度臨界値以下）に設定することで、粘度  $\mu$  が安定領域に確実に設定される。その結果、静電容量をより長期に亘って安定して出現させることができ、寿命特性をさらに向上させることができる。

30

【 0 0 7 6 】

さらに、不等式（１）および不等式（２）における粘度  $\mu$  の理論上の最小値として、 $D = 0$  とすると、不等式（１）から「 $\mu \geq 227$ 」、不等式（２）「 $\mu \geq 162$ 」がそれぞれ導き出される。このことから、電解液の粘度  $\mu$  が少なくとも 227 [  $\text{cP}$  ] 以下、より好ましくは少なくとも 162 [  $\text{cP}$  ] 以下であれば、焼結粒（粉末粒）の粒子径  $D$  に関わらず、電解液の所定の粘度  $\mu$  の上昇に対して、静電容量の安定性が確保できる。

【 0 0 7 7 】

なお、上記の不等式を満たすか否かの適用に当たっては、粒子径  $D$  [  $\mu\text{m}$  ] 値は、小数第一位までの値（第二位以下まで測定される場合、四捨五入して第一位までとする）で代入する。また、粘度  $\mu$  値 [  $\text{cP}$  ] は、解の小数第一位を四捨五入して整数値で算出する。

40

【 0 0 7 8 】

[ 試験 2 ]

前述のように、本発明においては、電解液の粘度  $\mu$  の下限は特に設けられないが、より好適な発明態様として、粘度  $\mu$  の下限について検証した。試験 1 と同様の方法により、3.0 [  $\mu\text{m}$  ] 箔、5.0 [  $\mu\text{m}$  ] 箔、および 9.0 [  $\mu\text{m}$  ] 箔を用意した。すなわち、各粒子径  $D$  を有するアルミニウム粉末 60 [ 質量部 ] とアクリル系バインダ 40 [ 質量部 ] とを混合し、トルエンに分散させた塗液を、厚さ 30 [  $\mu\text{m}$  ] のアルミニウム箔の両面にアプリケーションを用いて塗布して皮膜を形成し、乾燥させた。次いで、このアルミニウム箔を 200 [ ] ~ 450 [ ] で 5 [ 時間 ] 大気雰囲気にて脱脂処理した後、アルゴンガ

50

ス雰囲気にて655 [ ]で7 [時間]加熱して焼結させた。こうして、厚さ30 [  $\mu\text{m}$  ]の基材の両面に各々50 [  $\mu\text{m}$  ]の焼結体皮膜を形成した総厚さ130 [  $\mu\text{m}$  ]のアルミニウム焼結箔を製造した。次いで、当該焼結箔に、試験1と同様に、650 [ V ]以上の皮膜耐電圧を有する酸化皮膜を形成させた。その後、各焼結箔を、評価用焼結箔として、17 [ mm ]  $\times$  50 [ mm ]の寸法の試験片に切断し、それぞれの重量(重量A)を測定した。

【0079】

次いで、焼結箔を、表3に示す各粘度 $\mu$ に調整した所定の成分からなる各電解液に浸漬することにより、焼結箔に電解液を含浸した。次いで、電解液中から取り出した焼結箔を1000 [ rpm ]で5 [分]遠心分離する脱液処理を行い、脱液処理直後の重量(重量B)を測定した。そして、重量B [ mg ]から重量A [ mg ]を差し引いた重量増加量 [ mg ]を、焼結箔の電解液保持量 [ mg ]として算出した。なお、粘度 $\mu$ は、前述の通り、振動式粘度計により25 [ ]の電解液で測定された粘度 $\mu$  [ cP ]である。具体的には、株式会社セコニック製の振動式粘度計(商品名:ピスコメイト VM-1A)を使用した。焼結箔の電解液保持量を表3および図7Aに示す。

【0080】

【表3】

電解液保持量[mg]	焼結粒(粉末粒)の粒子径D		
	3.0 $\mu\text{m}$	5.0 $\mu\text{m}$	9.0 $\mu\text{m}$
電解液の粘度 $\mu$			
1.3 cP	5.2	11.8	5.5
2.1 cP	15.9	20.4	21.9
3.7 cP	20.4	30.0	28.0
6.4 cP	25.6	34.7	34.3
8.7 cP	27.0	35.6	37.1
11.0 cP	28.5	36.5	38.1

【0081】

表3および図7Aに示すように、焼結粒(粉末粒)の粒子径Dに関わらず、すなわちいずれの粒子径Dの焼結粒により構成される焼結箔においても、電解液の粘度 $\mu$ が例えば50 [ cP ]を下回るような低粘度領域の中で、粘度 $\mu$ が極めて低下してくると電解液保持量が徐々に低下することが分かる。つまり、電極箔に対する保持性、すなわち電極箔に焼結箔を適用したコンデンサ素子に対する電解液の一定の保持性を確保するという観点では、電解液が一定以上の粘度 $\mu$ を有していることが好ましい。一方、表3および図7Aに示すように、いずれの粒子径Dの焼結粒により構成される焼結箔においても、電解液の粘度 $\mu$ が例えば50 [ cP ]を下回るような低粘度領域の中で、極めて低い粘度 $\mu$ が上昇してくると電解液保持量が徐々に増加して所定の保持量に収束して、殆ど変化しない安定領域に入ることが分かる。そこで、電解液保持量の安定性の観点に基づく好適な粘度 $\mu$ の下限を検証する目的で、本試験に供した3.0 [  $\mu\text{m}$  ]箔の安定領域における電解液保持量の例としての31 [ mg ]、5.0 [  $\mu\text{m}$  ]箔の安定領域における電解液保持量の例としての40 [ mg ]、9.0 [  $\mu\text{m}$  ]箔の安定領域における電解液保持量の例としての42 [ mg ]をそれぞれ安定保持量として、表3の各測定値を、当該安定保持量(保持率:100 [%])に対する保持率 [%]に換算した。結果を表4および図7Bに示す。

【0082】

10

20

30

40

50

【表 4】

保持率[%]	焼結粒(粉末粒)の粒子径D		
	3.0 $\mu\text{m}$	5.0 $\mu\text{m}$	9.0 $\mu\text{m}$
電解液の粘度 $\mu$			
1.3 cP	16.77%	29.50%	13.10%
2.1 cP	51.29%	51.00%	52.14%
3.7 cP	65.81%	75.00%	66.67%
6.4 cP	82.58%	86.75%	81.67%
8.7 cP	87.10%	89.00%	88.33%
11.0 cP	91.94%	91.25%	90.71%

10

## 【0083】

具体的に、表 4 および図 7 B の保持率 [%] は、下記の式で算出した値（小数第三位を四捨五入）を表す。

保持率 [%] = ( 対象の粒子径 D ( 焼結箔 ) および対象の粘度  $\mu$  ( 電解液 ) での電解液保持量 [ mg ] / 対象の粒子径 D ( 焼結箔 ) における安定保持量 [ mg ] )  $\times$  100

例えば、3.0 [  $\mu\text{m}$  ] 箔の 1.3 [ cP ] における保持率 [%] は、

保持率 [%] = ( 5.2 / 31 )  $\times$  100 = 16.77

## 【0084】

表 4 および図 7 B に示すように、いずれの粒子径 D の焼結粒により構成される焼結箔においても、電解液の粘度  $\mu$  が 2 [ cP ] 以上では、保持率 50 [%] を超える比較的安定した電解液の保持性が確保されている。また、電解液の粘度  $\mu$  が 10 [ cP ] 以上では、保持率 85 [%] を超えるさらに安定した電解液の保持性が確保されている。したがって、電解液の粘度  $\mu$  を例えば 30 [ cP ] 以上とすれば、極めて安定した電解液の保持性を確保できると言える。このことは、焼結箔が適用された電解コンデンサにおいては、コンデンサ素子に対する電解液の一定の保持性を確保する観点では、電解液の粘度  $\mu$  が、2 [ cP ] 以上であると好ましく、10 [ cP ] 以上であるとより好ましく、30 [ cP ] 以上であるとさらに好ましいことを示している。

20

## 【0085】

## [ 試験 3 ]

前述のように、本発明においては、電解液の粘度  $\mu$  の下限は特に設けられないが、より好適な発明態様として、粘度  $\mu$  の下限について、さらに別の観点から検証した。試験 1 および試験 2 と同様の方法により、3.0 [  $\mu\text{m}$  ] 箔、5.0 [  $\mu\text{m}$  ] 箔、および 9.0 [  $\mu\text{m}$  ] 箔を用意した。すなわち、各粒子径 D を有するアルミニウム粉末を使用して、厚さ 30 [  $\mu\text{m}$  ] の基材の両面に各々 50 [  $\mu\text{m}$  ] の焼結体皮膜を形成した総厚さ 130 [  $\mu\text{m}$  ] のアルミニウム焼結箔を製造した後、次いで、当該焼結箔に 650 [ V ] 以上の皮膜耐電圧を有する酸化皮膜を形成させた。また、厚さが 20 [  $\mu\text{m}$  ] の陰極箔用アルミニウムエッチング箔も用意した。

30

## 【0086】

次いで、用意した電極箔のうち、焼結箔を陽極箔として、エッチング箔を陰極箔として使用し、コンデンサ素子として巻回した。次いで、コンデンサ素子にほう酸を 4 [%] 濃度で含む化成液を含浸し、陽極箔と陰極箔との間に 470 [ V ] まで電圧を印加する再化成処理を行った。次いで、コンデンサ素子に対して、所定の洗浄液の真空含浸処理と遠心分離による脱液処理とを繰り返し行うことで、コンデンサ素子を洗浄した。次いで、コンデンサ素子に対して、電解液の真空含浸処理と遠心分離による脱液処理とを繰り返し行うことで、コンデンサ素子を共洗いした。その後、電解液の真空含浸処理を行うことによって、コンデンサ素子に表 5 に示す各粘度  $\mu$  に調整した所定の成分からなる各電解液を含浸した。次いで、コンデンサ素子を 1000 [ rpm ] で 3 [ 秒 ] 遠心分離する脱液処理を行った後、外装材内に収容し、封止材を外装材の開口部に配置して封止した。こうして製造した巻回型の電解コンデンサについて、高周波への対応可能性や、高いレベルでの E M

40

50

I (Electro Magnetic Interference) 対策への対応可能性を評価するための高周波静電容量として、電解コンデンサとしては通常よく使用される周波数よりも高周波である 100 [kHz] における静電容量 [ $\mu\text{F}$ ] を測定した。なお、粘度  $\mu$  は、前述の通り、振動式粘度計により 25 [ ] の電解液で測定された粘度  $\mu$  [cP] である。具体的には、株式会社セコニック製の振動式粘度計 (商品名: ビスコメイト VM-1A) を使用した。評価用焼結箔が適用された電解コンデンサの高周波静電容量を表 5 および図 8 A に示す。

【0087】

【表 5】

静電容量(100kHz) [ $\mu\text{F}$ ]	焼結粒(粉末粒)の粒子径D			
	電解液の粘度 $\mu$	3.0 $\mu\text{m}$	5.0 $\mu\text{m}$	9.0 $\mu\text{m}$
1.3 cP		12.37	15.11	12.47
2.1 cP		16.78	17.06	13.40
3.7 cP		18.43	17.74	13.70
6.4 cP		18.91	18.02	13.86
8.7 cP		19.04	18.09	13.88
11.0 cP		19.09	18.11	13.89

10

【0088】

表 5 および図 8 A に示すように、焼結粒 (粉末粒) の粒子径 D に関わらず、すなわちいずれの粒子径 D の焼結粒により構成される焼結箔においても、電解液の粘度  $\mu$  が例えば 50 [cP] を下回るような低粘度領域の中で、粘度  $\mu$  が極めて低下してくると静電容量が徐々に低下することが分かる。一方、表 5 および図 8 A に示すように、いずれの粒子径 D の焼結粒により構成される焼結箔においても、電解液の粘度  $\mu$  が例えば 50 [cP] を下回るような低粘度領域の中で、極めて低い粘度  $\mu$  が上昇してくると静電容量が徐々に増加して所定の容量に収束して、殆ど変化しない安定領域に入ることが分かる。そこで、本試験に供した 3.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔の安定領域における静電容量の例としての 19.17 [ $\mu\text{F}$ ]、5.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔の安定領域における静電容量の例としての 18.16 [ $\mu\text{F}$ ]、9.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔の安定領域における静電容量の例としての 13.91 [ $\mu\text{F}$ ] をそれぞれ安定容量として、表 5 の各測定値を、当該安定容量 (比率: 1) に対する減少率 R に換算した。結果を表 6 および図 8 B に示す。

20

30

【0089】

【表 6】

減少率R	焼結粒(粉末粒)の粒子径D			
	電解液の粘度 $\mu$	3.0 $\mu\text{m}$	5.0 $\mu\text{m}$	9.0 $\mu\text{m}$
1.3 cP		0.3547	0.1680	0.1035
2.1 cP		0.1247	0.0606	0.0367
3.7 cP		0.0386	0.0231	0.0151
6.4 cP		0.0136	0.0077	0.0036
8.7 cP		0.0068	0.0039	0.0022
11.0 cP		0.0042	0.0028	0.0014

40

【0090】

具体的に、表 6 および図 8 B の減少率 R は、下記の式で算出した値 (小数第五位を四捨五入) を表す。

減少率 R = 1 - (対象の粒子径 D (焼結箔) および対象の粘度  $\mu$  (電解液) での静電容量 [ $\mu\text{F}$ ] / 対象の粒子径 D (焼結箔) における安定容量 [ $\mu\text{F}$ ] )

例えば、3.0 [ $\mu\text{m}$ ] 箔の 1.3 [cP] における減少率 R は、

減少率 R = 1 - (12.37 / 19.17) = 0.3547

50

なお、上記の式で算出した減少率Rに100を乗じて、減少率Rを[%]単位で把握することも可能である。以下、分かり易いように、減少率Rを[%]単位で表記する場合がある。

【0091】

表6および図8Bに示すように、最も粘度μの低い1.3[cP]においても、3.0[μm]箔での減少率Rは35.47[%]、5.0[μm]箔での減少率Rは16.80[%]、9.0[μm]箔での減少率Rは10.35[%]である。すなわち、いずれの粒子径Dの焼結粒により構成される焼結箔においても、減少率Rとしては35[%]程度以下に留まっており、全体的に低粘度領域においても静電容量は比較的安定している。したがって、本結果によって、本発明において、電解液の粘度μの下限の設定が必ずしも必要になる訳ではない。一方、高いレベルでのEMI対策への対応等が要求されるような使用環境における、粘度μが例えば50[cP]を下回るような低粘度領域の中で、より十分な且つ安定した静電容量を確保するという観点では、電解液が一定以上の粘度μを有していることが好ましい。

10

【0092】

そこで、当該観点に基づく好適な粘度μの下限を検証する目的で、表6を使用して、それぞれの粒子径Dの値と粘度μの値との関係式： $(1/(D\mu^2))$ の値を算出して横軸に取り、そのD値およびμ値に対応する減少率Rの値を縦軸に取り、両軸を対数目盛としてプロットした。結果を図9Aに示す。

例えば、図9Aの右端のプロットは、3.0[μm]箔の1.3[cP]における減少率Rのプロットで、横軸の値は、 $(1/(D\mu^2)) = 1/(3.0 \times (1.3)^2) = 0.1972$ であり、縦軸の値は、0.3547である。

20

【0093】

図9Aに示すように、焼結粒(粉末粒)の粒子径Dに関わらず、すなわちいずれの粒子径Dの焼結粒により構成される焼結箔においても、減少率Rの分布は、傾き1の直線にほぼ重なり、粒子径Dの値と粘度μの値との関係式： $(1/(粒子径D \times 粘度\mu^2))$ にほぼ比例している。そこで、回帰式を「 $R = A/(D\mu^2)$ 」として、その両辺について対数を取った「 $\log R = \log(A/(D\mu^2))$ 」について、最小二乗法による比例定数Aを推定する。そうすると、目的関数：「 $S = [\log R_i - \log(A/(D_i\mu_i^2))]^2$ 」(記号iを1からNまでの変数とし、記号Nをデータ数とする)を最小にするA値は、「 $A = ((R_i D_i \mu_i^2)^{1/N})$ 」となり、比例定数Aの推定値は、「(減少率R × 粒子径D × 粘度μ<sup>2</sup>)の幾何平均」として算出することができる。なお、「 $R = A/(D\mu^2)$ 」を変形すると、「 $A = R D \mu^2$ 」となり、これに基づいて、 $(R D \mu^2)$ の幾何平均を比例定数Aの推定値とした場合も、上記と同様に、比例定数Aの推定値は、「(減少率R × 粒子径D × 粘度μ<sup>2</sup>)の幾何平均」として算出することができる。実際に当該幾何平均を計算すると、比例定数Aの推定値は、1.552(少数第四位を四捨五入)と算出される。

30

【0094】

その結果、回帰式：「 $R = A/(D\mu^2)$ 」は、以下の式(3)で表される。

$$R = 1.552 / (D\mu^2) \dots (3)$$

40

図9Bに、図9Aに示す減少率Rの分布に算出された回帰直線：「 $R = 1.552/(D\mu^2)$ 」(式(3))を重ねたグラフを示す。

【0095】

式(3)によれば、例えば、不等式：「 $1.552/(D\mu^2) \geq 0.5$ 」を満たす粒子径Dおよび粘度μであれば、安定容量に対する減少率Rが、0.5程度(50[%]程度)以下に抑えられる。また、例えば、不等式：「 $1.552/(D\mu^2) \geq 0.35$ 」を満たす粒子径Dおよび粘度μであれば、安定容量に対する減少率Rが、0.35程度(35[%]程度)以下に抑えられる。また、例えば、不等式：「 $1.552/(D\mu^2) \geq 0.1$ 」を満たす粒子径Dおよび粘度μであれば、安定容量に対する減少率Rが、0.1程度(10[%]程度)以下に抑えられる。また、例えば、不等式：「 $1.552/(D\mu^2)$

50

0.05」を満たす粒子径Dおよび粘度 $\mu$ であれば、安定容量に対する減少率Rが、0.05程度（5 [%]程度）以下に抑えられる。また、例えば、不等式：「 $1.552 / (D \mu^2) \leq 0.01$ 」を満たす粒子径Dおよび粘度 $\mu$ であれば、安定容量に対する減少率Rが、0.01程度（1 [%]程度）以下に抑えられる。

【0096】

以上のことから、高いレベルでのEMI対策への対応等が要求されるような使用環境における、粘度 $\mu$ が例えば50 [cP]を下回るような低粘度領域の中で、より十分な且つ安定した静電容量を確保するという観点では、不等式：「 $1.552 / (D \mu^2) \leq 0.5$ 」を満たすことが好ましく、不等式：「 $1.552 / (D \mu^2) \leq 0.35$ 」を満たすことがより好ましく、不等式：「 $1.552 / (D \mu^2) \leq 0.1$ 」を満たすことがより好ましく、不等式：「 $1.552 / (D \mu^2) \leq 0.05$ 」を満たすことがより好ましく、不等式：「 $1.552 / (D \mu^2) \leq 0.01$ 」を満たすことがより好ましい。なお、当該パラメータは、焼結箔が適用された電解コンデンサにおいて、例えば10 [kHz] ~ 100 [kHz]のような比較的高周波での使用環境を想定した場合の、焼結粒（粉末粒）の粒子径D、および電解液の粘度 $\mu$ の設定に特に有効である。

10

20

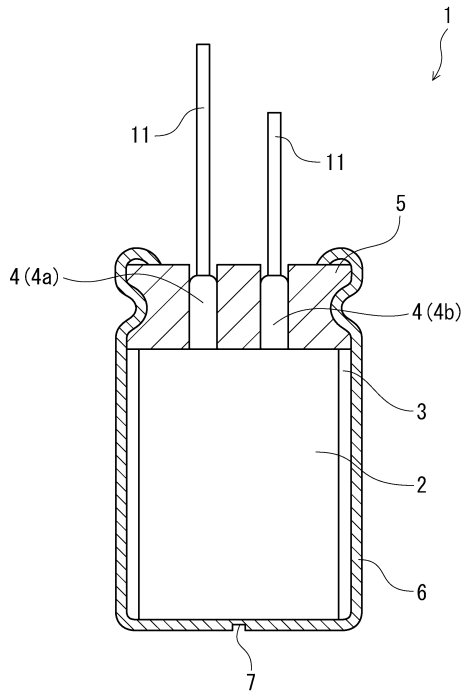
30

40

50

【図面】

【図 1】



【図 2】

図 2 A

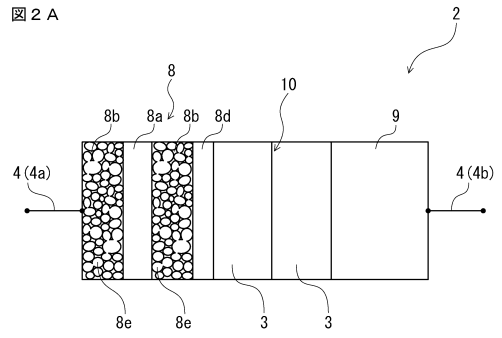
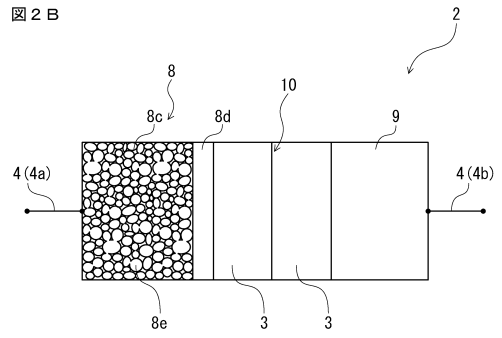


図 2 B



10

20

30

40

50

【図3】

図3 A

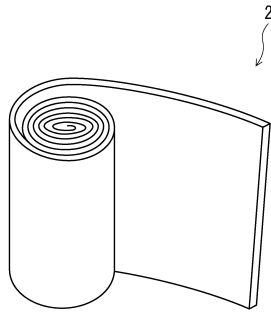
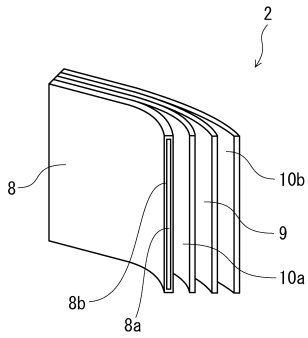
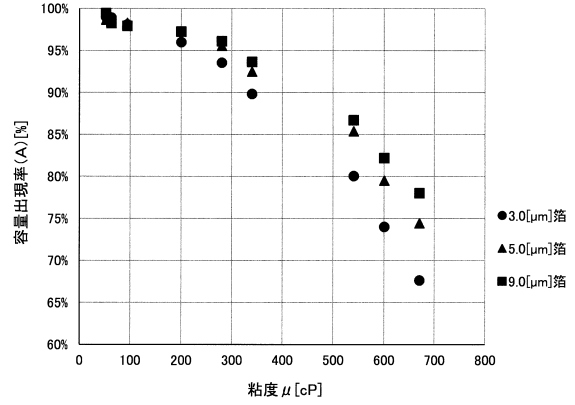


図3 B



【図4】



10

【図5】

図5 A

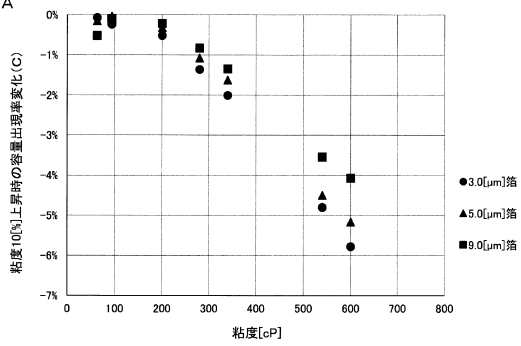
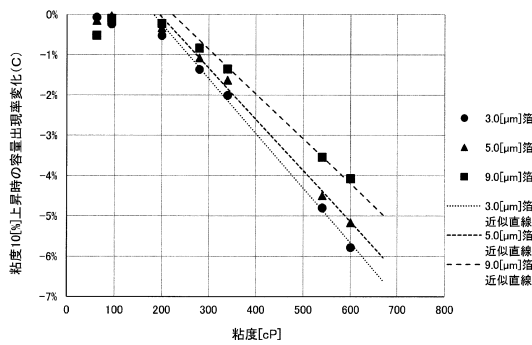
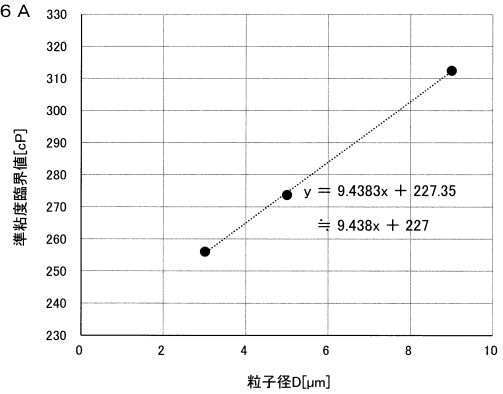


図5 B



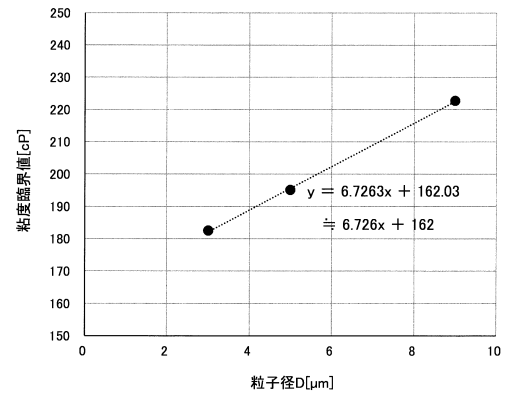
【図6】

図6 A



30

図6 B



40

50

【 図 7 】

図 7 A

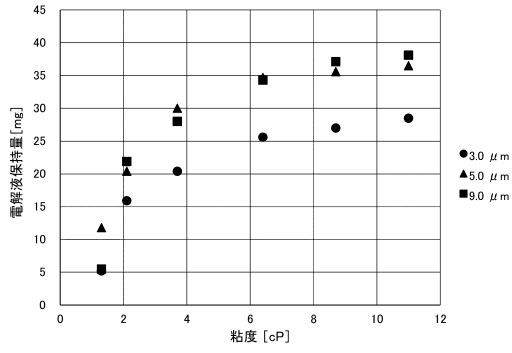
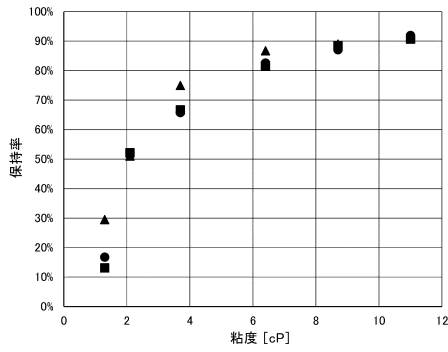


図 7 B



【 図 8 】

図 8 A

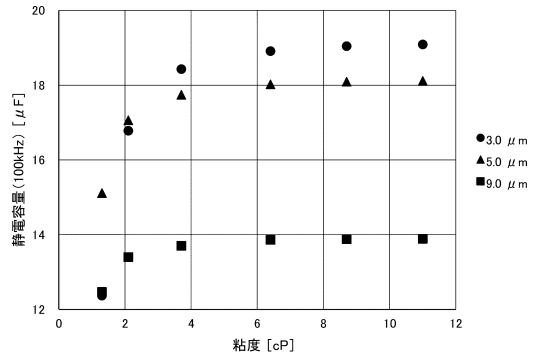
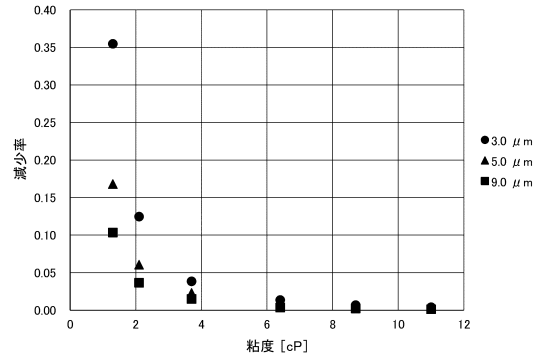


図 8 B



10

20

【 図 9 】

図 9 A

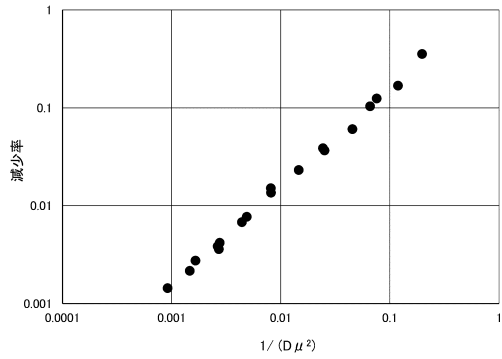
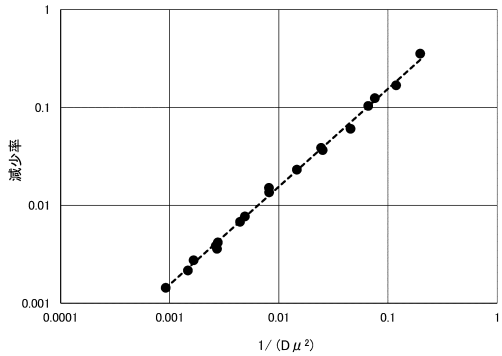


図 9 B



30

40

50

## フロントページの続き

長野県伊那市西箕輪 1 9 3 8 番地 1 ルビコン株式会社内  
(72)発明者 野澤 隆

長野県伊那市西箕輪 1 9 3 8 番地 1 ルビコン株式会社内

審査官 相澤 祐介

(56)参考文献 特開 2 0 1 8 - 1 1 0 2 3 3 ( J P , A )  
国際公開第 2 0 1 3 / 0 1 1 8 8 1 ( W O , A 1 )  
米国特許第 0 6 7 4 4 6 1 9 ( U S , B 1 )  
特開 2 0 0 5 - 3 0 3 0 6 2 ( J P , A )  
特開平 0 5 - 2 7 5 2 8 6 ( J P , A )

(58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)  
H 0 1 G 9 / 0 5 2  
H 0 1 G 9 / 0 3 5  
H 0 1 G 9 / 0 0