

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2008-282994

(P2008-282994A)

(43) 公開日 平成20年11月20日(2008.11.20)

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
H O 1 G	9/055	(2006.01)	H O 1 G	9/04 3 3 7
H O 1 G	9/04	(2006.01)	H O 1 G	9/04 3 0 1
H O 1 G	9/00	(2006.01)	H O 1 G	9/04 3 4 6
			H O 1 G	9/24 B

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願2007-125887 (P2007-125887)	(71) 出願人	000004606
(22) 出願日	平成19年5月10日 (2007.5.10)		ニチコン株式会社
			京都府京都市中京区烏丸通御池上る二条殿
			町551番地
		(72) 発明者	溝根 稔樹
			京都府京都市中京区烏丸通御池上る二条殿
			町551番地 ニチコン株式会社内

(54) 【発明の名称】 アルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法

(57) 【要約】

【課題】リン酸含有水溶液をエンチング孔の内部まで確実に浸透させることにより、欠陥部を効果的に除去し、アルミニウム電解コンデンサの信頼性を向上可能なアルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法を提供する。

【解決手段】

エッチングされたアルミニウム箔表面に陽極酸化皮膜を形成するアルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法において、所定の化成電圧まで陽極酸化を行ったアルミニウム箔を、リン酸含有水溶液中にアルミニウム箔を浸漬し超音波を印加する減極処理を行う。減極処理では、リン酸含有水溶液の温度を40～80℃とし、該リン酸含有水溶液中へのアルミニウム箔の浸漬時間を5～15分とする。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

エッチングされたアルミニウム箔表面に陽極酸化皮膜を形成するアルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法において、

所定の化成電圧まで陽極酸化を行ったアルミニウム箔を、リン酸含有水溶液中に浸漬して超音波を印加する減極処理を行うことを特徴とするアルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法。

【請求項 2】

前記減極処理は、リン酸含有水溶液の温度を 40～80℃とし、該リン酸含有水溶液中へのアルミニウム箔の浸漬時間を 5～15 分とすることを特徴とする請求項 1 に記載のアルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法。

【請求項 3】

前記アルミニウム箔は、少なくとも直流エッチングにより、トンネル状のエッチングピットが形成されていることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のアルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、アルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来、アルミニウム電解コンデンサ用電極箔では、エッチングにより表面積を拡大したアルミニウム箔を、陽極酸化して形成される酸化アルミニウム皮膜を誘電体として利用する。

【0003】

具体的には、エッチングされたアルミニウム箔を水和処理後、ホウ酸、リン酸、アジピン酸、またはその塩の水溶液中で、所定電圧を印加して陽極酸化皮膜を形成（化成）する。この陽極酸化皮膜の内部にはボイド等の欠陥が多数存在しており、これを除去するために熱水処理や熱処理等の減極処理、および再化成処理を数回行っている。

【0004】

しかしながら、この方法では製品の漏れ電流を低減させるのに限度があり、近年要求の強いアルミニウム電解コンデンサの高信頼性化や長寿命化に十分応えることができない。

そこで、熱水ボイル工程と熱処理工程とリン酸含有水溶液への浸漬工程とを組み合わせることにより、ボイド等の欠陥部を効果的に暴露させる方法が提案されている（例えば、特許文献 1 参照）。

【特許文献 1】特開昭 62-134920 公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

特許文献 1 の方法は、ボイド等の欠陥部を暴露させる方法として効果的であるが、陽極箔の高容量化や高耐圧化に伴って、エッチング処理により生成したエッチング孔の孔径が化成処理により小さくなった場合、リン酸等の粘性の高い溶液が細孔内部まで浸透せず、内部に存在するボイド等の欠陥部が暴露しないという問題がある。

【0006】

上記問題点に鑑みて、本発明の課題は、リン酸含有水溶液をエッチング孔の内部まで確実に浸透させることにより、欠陥部を効果的に除去し、アルミニウム電解コンデンサの信頼性を向上できるアルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記課題を解決するために、本発明では、エッチングされたアルミニウム箔表面に陽極酸化皮膜を形成するアルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法において、所定の化成電圧まで陽極酸化を行ったアルミニウム箔を、超音波を印加したリン酸含有水溶液中に浸漬して減極処理を行うことを特徴とする。

【0008】

本発明では、エッチングされたアルミニウム箔に所定の化成電圧まで陽極酸化を行った後、熱水ボイル工程や熱処理などによる減極処理に代えて、または、これらの減極処理の一方若しくは双方に加えて、超音波を印加したリン酸含有水溶液にアルミニウム箔を浸漬させる減極処理を行う。

【0009】

本発明において、前記減極処理で、超音波を印加したリン酸含有水溶液の温度を40～80℃とし、該リン酸含有水溶液中へのアルミニウム箔の浸漬時間を5～15分とすることが好ましい。

【0010】

本発明に係るアルミニウム電解コンデンサ用電極箔の製造方法は、特に、中高圧用の陽極箔の製造に適しており、かかる用途に用いられる前記アルミニウム箔には、少なくとも直流エッチングにより、トンネル状のエッチングピットが形成されている。

【発明の効果】

【0011】

本発明では、エッチングされたアルミニウム箔に所定の化成電圧まで陽極酸化を行った後、リン酸含有水溶液にアルミニウム箔を浸漬して超音波を印加する減極処理を行うので、細孔内部までリン酸が効率よく浸透し、内部に存在するボイド等の欠陥部まで十分に暴露させることができる。

それ故、再化成処理により、暴露した欠陥部を修復することで、漏れ電流が小さいアルミニウム電解コンデンサ用電極箔を製造することができ、かかるアルミニウム電解コンデンサ用電極箔を用いると、アルミニウム電解コンデンサの信頼性を向上させることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

本発明では、アルミニウム電解コンデンサ用電極箔（陽極箔）を製造する際、エッチング工程の後、陽極酸化を行う。

また、本発明では、エッチング箔に所定の化成電圧まで陽極酸化を行った後、熱水ボイル工程や熱処理などによる減極処理に代えて、またはこれらの減極処理の一方若しくは双方に加えて、リン酸含有水溶液（例えば、1～100g/Lのリン酸水溶液）中にアルミニウム箔を浸漬して超音波を印加する減極処理を行い、しかる後に再化成処理を行う。

本発明において、リン酸含有水溶液中での減極処理では、リン酸含有水溶液の温度を40～80℃とし、当該リン酸含有水溶液中へのアルミニウム箔の浸漬時間を5～15分とするのが好ましい。

【実施例】

【0013】

以下、実施例に基づいて、本発明をより具体的に説明する。

【0014】

〔実施例1～7〕超音波処理時間比較、リン酸含有水溶液の液温60℃

本発明の実施例1～7では、直流エッチングが施された中高圧用のアルミニウム箔を高温の純水に10分間浸漬し水和皮膜を形成した後、ホウ酸アンモニウム水溶液中にて、液温85℃で500Vまで化成電圧を上昇させ、同電圧を50分間保持した。

【0015】

そして、数回の550℃5分間での熱処理、およびホウ酸アンモニウム水溶液中での修復化成を行った後、したリン酸含有水溶液中に浸漬し超音波を印加する減極処理を行う。

ここで行う減極処理の条件は、リン酸含有水溶液の液温が60℃であり、浸漬時間につ

10

20

30

40

50

いては、表 1 に「超音波処理時間」として示すとおりである。

【0016】

しかる後に、ホウ酸アンモニウム水溶液中での修復化成を行う。

【0017】

(従来例 1、比較例 1)

なお、従来例 1 は、リン酸含有水溶液中での減極処理を行わない以外は、実施例 1～7 と同様であり、比較例 1 は、リン酸含有水溶液中への浸漬処理を行う際、超音波を印加しない以外は実施例 1～7 と同様である。なお、比較例 1 では、リン酸含有水溶液の液温 60℃、浸漬時間 5 分間とした。

【0018】

以上の条件で作製した化成箔に、300V および 400V の電圧印加 3 分後の漏れ電流値を表 1 に示す。

【0019】

【表 1】

	リン酸水溶液中 超音波処理時間	漏れ電流値 ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 、3分後)	
		300V印加	400V印加
実施例 1	1分	3.34	3.64
実施例 2	3分	1.64	1.86
実施例 3	5分	0.27	0.43
実施例 4	7分	0.28	0.50
実施例 5	10分	0.44	0.56
実施例 6	15分	0.81	1.08
実施例 7	30分	3.30	3.65
従来例 1	処理無し	5.50	5.95
比較例 1	超音波無しで5分	4.17	4.28

【0020】

[実施例 3、8～14] 超音波処理温度比較、浸漬時間 5 分

本発明の実施例 3、8～14 では、直流エッチングが施された中高圧用のアルミニウム箔を高温の純水に 10 分間浸漬し水和皮膜を形成した後、ホウ酸アンモニウム水溶液中にて、液温 85℃で 500V まで化成電圧を上昇させ、同電圧を 50 分間保持した。

【0021】

そして、数回の 550℃ 5 分間での熱処理、およびホウ酸アンモニウム水溶液中での修復化成を行った後、リン酸含有水溶液中に浸漬し超音波を印加する減極処理を行う。

ここで、減極処理の条件は、浸漬時間が 5 分であり、リン酸含有水溶液の液温は、表 2 に「超音波処理温度」として示すとおりである。

【0022】

しかる後に、ホウ酸アンモニウム水溶液中での修復化成を行う。

【0023】

(従来例 1、比較例 1)

なお、従来例 1 は、リン酸含有水溶液中での減極処理を行わない以外は実施例 3、8～14 と同様であり、比較例 1 は、リン酸含有水溶液中への浸漬処理を行う際、超音波を印加しない以外は実施例 3、8～14 と同様である。なお、比較例 1 では、リン酸含有水溶液の液温が 60℃であり、浸漬時間は 5 分間である。

【0024】

以上の条件で作製した化成箔に 300V および 400V の電圧印加 3 分後の漏れ電流値を表 2 に示す。

【 0 0 2 5 】

【 表 2 】

	リン酸水溶液中 超音波処理温度	漏れ電流値 ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 、3分後)	
		300V印加	400V印加
実施例8	20℃	3. 45	3. 75
実施例9	30℃	2. 37	2. 93
実施例10	40℃	0. 80	0. 79
実施例11	50℃	0. 31	0. 50
実施例3	60℃	0. 27	0. 43
実施例12	70℃	0. 32	0. 40
実施例13	80℃	0. 53	0. 57
実施例14	90℃	3. 79	4. 14
従来例1	処理無し	5. 50	5. 95
比較例1	超音波無しで5分	4. 17	4. 28

10

【 0 0 2 6 】

〔 評価結果 〕

20

表 1 および表 2 から明らかなように、浸漬時間が 5 分未満か、または浸漬温度が 4 0 ℃ 未満の場合、減極処理が不十分なため欠陥部が暴露せず残り、化成箔の漏れ電流の低減効果は見られない。

【 0 0 2 7 】

また、浸漬時間が 1 5 分を超えるか、または浸漬温度が 8 0 ℃ を超えると、酸化皮膜の溶解が生じ、修復化成時に新たな欠陥部の多い酸化皮膜が形成されるので、漏れ電流が高くなる傾向にある。

【 0 0 2 8 】

それ故、リン酸含有水溶液中で超音波を印加する減極処理については、浸漬時間が 5 ～ 1 5 分、浸漬温度が 4 0 ～ 8 0 ℃ であることが好ましい。このような条件によれば、従来例および比較例と比較して、漏れ電流を大幅に低減したアルミニウム電解コンデンサ用電極箔を製造することができる。

30