

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(10) 国際公開番号

WO 2011/077950 A1

PCT

(43) 国際公開日

2011 年 6 月 30 日(30.06.2011)

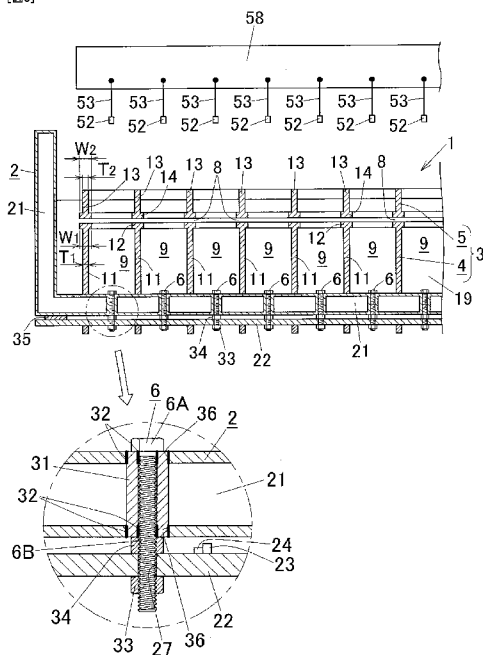
- (51) 国際特許分類:
H01G 13/00 (2006.01) H01G 9/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2010/071990
- (22) 国際出願日: 2010 年 12 月 8 日(08.12.2010)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2009-288710 2009 年 12 月 21 日(21.12.2009) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 昭和電工株式会社(SHOWA DENKO K.K.) [JP/JP]; 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目 1 3 番 9 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 内藤 一美 (NAITO Kazumi) [JP/JP]; 〒1058518 東京都港区芝大門 1 丁目 1 3 番 9 号 昭和電工株式会社内 Tokyo (JP). 鈴木 雅博(SUZUKI Masahiro) [JP/JP]; 〒1058518 東京都港区芝大門 1 丁目 1 3 番 9 号 昭和電工株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 清水 義仁, 外(SHIMIZU Yoshihito et al.); 〒5420081 大阪府大阪市中央区南船場 3 丁目 4 番 2 6 号 出光ナガホリビル Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[続葉有]

(54) Title: REACTION CONTAINER FOR MANUFACTURING CAPACITOR ELEMENT, AND METHOD FOR MANUFACTURING CAPACITOR ELEMENT

(54) 発明の名称: コンデンサ素子製造用反応容器及びコンデンサ素子の製造方法

[図3]



(57) Abstract: Provided is a reaction container for manufacturing a capacitor element, in which the liquid surface in each individual chamber (partition) of the container can be adjusted to the same height and in which adjustment to achieve uniformity of electrolyte in each individual chamber can also be performed, and with which a uniform dielectric layer or a uniform semiconductor layer can be formed with respect to a plurality of conductors in a stable manner while a constant range of formation thereof is maintained. The reaction container (1) for manufacturing a capacitor element comprises: a container (2) which accommodates electrolyte (19) therein; a partitioning frame (3) which can divide the interior of the container (2) into a plurality of individual chambers (9); negative electrode bodies (6) which are individually arranged in each of the individual chambers (9); and a constant-current source (7) which is electrically connected to the negative electrode bodies (6). A passage (8), which permits movement of the electrolyte (19) between each individual chamber (9) and at least one individual chamber (9) of the individual chambers adjacent to each individual chamber, is provided in a manner such that the passage (8) can be opened and closed.

(57) 要約: 容器の各個室(区画)における液面を同一高さに調整することができると共に、各個室における電解液の均一化の調整も行うことができ、複数の導電体に対し均一な誘電体層や均一な半導体層をその形成範囲を一定に維持しつつ安定して形成することができるコンデンサ素子製造用反応容器を提供する。本発明に係るコンデンサ素子製造用反応容器1は、中に電解液19を収容する容器2と、前記容器2内を複数の個室9に区切ることで区画枠3と、前記各個室9にそれぞれ個別に配置された陰極体6と、前記陰極体6に電氣的に接続された定電流源7とを備え、前記個室9と、該個室に隣り合う個室のうちの少なくとも1個の個室9との間で電解液19の移動を可能にする通路8が開閉自在に設けられている。

WO 2011/077950 A1



添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：

コンデンサ素子製造用反応容器及びコンデンサ素子の製造方法

技術分野

[0001] この発明は、複数個の導電体に対し均一な誘電体層や均一な半導体層をその形成範囲を一定に維持しつつ安定して形成することのできるコンデンサ素子製造用反応容器及びコンデンサ素子の製造方法に関する。

背景技術

[0002] パソコン等に使用されるCPU（中央演算処理装置）の回路等に使用されるコンデンサは、電圧変動を抑制し、高リップル（ripple）通過時の発熱を低く抑えるために、高容量かつ低ESR（等価直列抵抗）であることが求められている。

[0003] CPU回路に使用されるコンデンサとしては、アルミニウム固体電解コンデンサ、タンタル固体電解コンデンサが知られている。これら固体電解コンデンサとしては、表面層に微細な細孔を有するアルミニウム箔または内部に微細な細孔を有するタンタル粉を焼結した焼結体からなる一方の電極（導電体）と、該電極の表面に形成された誘電体層と、該誘電体層上に形成された他方の電極（通常、半導体層）とから構成されたものが知られている。

[0004] 半導体層を他方の電極とするコンデンサの半導体層の形成方法としては、例えば、特許第1868722号公報（特許文献1）、特許第1985056号公報（特許文献2）、特許第2054506号公報（特許文献3）に記載された通電手法により形成する方法が公知である。いずれも、表面に誘電体層を設けた導電体を半導体層形成溶液に浸漬し、導電体側を陽極にして半導体層形成溶液中に用意した陰極との間に電圧を印加する（電流を流す）ことにより半導体層を形成する方法である。

[0005] また、特開平3-22516号公報（特許文献4）には、交流に直流バイアス電流を重ねた電流を誘電体層を設けた導電体に流すことにより半導体層

を形成する方法が記載されている。また、特開平 3-163816 号公報（特許文献 5）には、誘電体層上に設けた化学重合層に導体を接触させ、その導体を陽極として電解重合により化学重合層上に半導体層を形成する方法が記載されている。

[0006] しかし、これら特許文献 4、5 に記載の方法では、同時に複数個の導電体に半導体層を形成する場合に次のような問題があった。即ち、特許文献 4 に記載の方法では、陰極側にも半導体層が形成され、通電時間が経過するにつれ半導体層の形成具合が変化するという問題があり、また複数個の導電体に電流を均一に流すのが困難であった。また、特許文献 5 に記載の方法では、外部に設けた導体を陽極として通電しているため、各導電体の内部に均一な半導体層を形成するのが困難であった。内部の細孔が小さく大きな形状の導電体では、均一な半導体層を形成するのが特に困難であった。

[0007] 前述した誘電体層を形成した導電体に、通電手法によって半導体層を形成する場合、数個の導電体に半導体層を形成する時には問題はなかったが、工業的なレベルで、例えば 1 度に百個以上の導電体に半導体層を形成する場合、各導電体は必ずしも均質ではなく、また半導体の形成速度も導電体により異なることがあるため、特に多数個の導電体に同時に半導体層を形成する時には、各導電体に流れる電流値が一定せず、作製したコンデンサの半導体層の形成具合が不揃いで安定した容量のコンデンサを作製することが困難な場合があった。

[0008] そこで、本発明者らは、個々の導電体に対応する小反応容器（個室）を集合した形態の反応容器を提案した（特許文献 6、7 参照）。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献 1：特許第 1868722 号公報

特許文献 2：特許第 1985056 号公報

特許文献 3：特許第 2054506 号公報

特許文献 4：特開平 3-22516 号公報

特許文献5：特開平3－163816号公報

特許文献6：WO2006/028286パンフレット

特許文献7：特許第4049804号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0010] しかしながら、上記特許文献6に記載の各個室に区画された反応容器を用いた場合には、各個室毎に独立して反応液が消費されて導電体への付着、乾燥等が進行するので、各個室における液面レベルの経時的変化は一様ではなく、これにより各導電体（陽極体）における誘電体層形成範囲や半導体層形成範囲を一定に保つことができないという問題があった。また、反応液の濃度等も各個室間で異なってくるので、各導電体（陽極体）に対し均一な誘電体層や均一な半導体層を形成することができないという問題もあった。
- [0011] また、上記特許文献7に記載の反応容器では、各個室（区画）の液面を同一高さに調整できるようにするために隣り合う個室間に微小な孔を設けているが、この反応容器を用いて例えば化成処理を行うと、特にその初期には各素子間（各導電体間）の電位差が大きいことがあり、誘電体層を均一化する観点において無視できない程度の電流が前記孔を介して他の個室（区画）に漏洩するという問題や、またその漏洩の程度が個室（区画）の位置によって異なるという問題があり、その結果、各導電体に流れる電流量がばらついてしまっても必ずしも均一なコンデンサ素子を製造できるものではなかった。
- [0012] 本発明は、かかる技術的背景に鑑みてなされたものであって、各個室（区画）毎に配置する各導電体を所定の電流値で陽極酸化や電解重合等の電解反応を行うことができ、容器の各個室（区画）における液面を同一高さ（同一水準）に調整することができると共に、各個室における電解液の均一化の調整も行うことができ、複数の導電体に対し均一な誘電体層や均一な半導体層をその形成範囲を一定に維持しつつ安定して形成することができるコンデンサ素子製造用反応容器及びコンデンサ素子の製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0013] 前記目的を達成するために、本発明は以下の手段を提供する。
- [0014] [1] 中に電解液を収容する容器と、
前記容器内を複数個の個室に区切ることができる区画枠体と、
前記各個室にそれぞれ個別に配置された陰極体と、
前記個室と、該個室に隣り合う個室のうちの少なくとも 1 個の個室との間で電解液の移動を可能にする通路が開閉自在に設けられていることを特徴とするコンデンサ素子製造用反応容器。
- [0015] [2] 前記区画枠体は、前記容器の底面から上方に向けて突設された下側区画枠体と、該下側区画枠体の上面に液密状態に当接することのできる上側区画枠体とを含み、
前記上側区画枠体は上下移動可能となされ、
前記下側区画枠体の上面に前記上側区画枠体を重ね合わせることによって前記容器内を複数個の個室に区切ることができると共に、前記上側区画枠体を前記下側区画枠体から離間させることにより両区画枠体間に前記通路を形成せしめることができる前項 1 に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。
- [0016] [3] 前記下側区画枠体の仕切壁の上端に第一当接板部が設けられ、該第一当接板部の上面は平滑面に形成され、前記第一当接板部の上面の幅は、前記下側区画枠体の仕切壁の厚さよりも大きく設定され、
前記上側区画枠体の仕切壁の下端に第二当接板部が設けられ、該第二当接板部の下面は平滑面に形成され、前記第二当接板部の下面の幅は、前記上側区画枠体の仕切壁の厚さよりも大きく設定され、
前記下側区画枠体の第一当接板部の上面に前記上側区画枠体の第二当接板部の下面を当接させるように前記下側区画枠体の上面に前記上側区画枠体を重ね合わせるによって前記容器内を複数個の個室に区切ることができる請求項 2 に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。
- [0017] [4] 前記容器の構成壁の内部に液体通過用空間が設けられている前項 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[0018] [5] 前記陰極体に電氣的に接続された電圧及び電流を制限可能な電源を有する回路基板をさらに備える前項 1 ～ 4 のいずれか 1 項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[0019] [6] 前記回路基板は、前記容器の底面側に配置されている前項 5 に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[0020] [7] 前記電源を構成する部品が、前記容器と熱結合している前項 5 または 6 に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[0021] [8] 複数個の導電体を前記容器の各個室中の化成処理液にそれぞれ個別に浸漬して陽極酸化により前記陽極体の表面に誘電体層を形成するのに用いられる前項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[0022] [9] 表面に誘電体層が形成された複数個の導電体を前記容器の各個室中の半導体層形成溶液にそれぞれ個別に浸漬して通電することにより前記陽極体表面の誘電体層の表面に半導体層を形成するのに用いられる前項 1 ～ 8 のいずれか 1 項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[0023] [1 0] 前項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器を用いてコンデンサ素子を製造する方法であって、

前記コンデンサ素子製造用反応容器の各個室内の化成処理液中に導電体をそれぞれ個別に浸漬し、前記通路が閉じられた状態で、前記導電体を陽極にし、前記反応容器の陰極体を陰極にして通電することによって、前記導電体の表面に誘電体層を形成する誘電体層形成工程と、

前記反応容器の通路を開いて前記化成処理液の液面調整を行う液面調整工程と、を含むことを特徴とするコンデンサ素子の製造方法。

[0024] [1 1] 前項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器を用いてコンデンサ素子を製造する方法であって、

前記コンデンサ素子製造用反応容器の各個室内の半導体層形成用溶液中に、表面に誘電体層が設けられた導電体をそれぞれ個別に浸漬し、前記通路が閉じられた状態で、前記導電体を陽極にし、前記反応容器の陰極体を陰極にして通電することによって、前記導電体表面の誘電体層の表面に半導体層を

形成する半導体層形成工程と、

前記反応容器の通路を開いて前記半導体層形成用溶液の液面調整を行う液面調整工程と、を含むことを特徴とするコンデンサ素子の製造方法。

[0025] [12] 前項1～7のいずれか1項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器を用いてコンデンサ素子を製造する方法であって、

前記コンデンサ素子製造用反応容器の各個室内の化成処理液中に導電体をそれぞれ個別に浸漬し、前記通路が閉じられた状態で、前記導電体を陽極にし、前記反応容器の陰極体を陰極にして通電することによって、前記導電体の表面に誘電体層を形成する誘電体層形成工程と、

前記反応容器の通路を開いて前記化成処理液の液面調整を行う第一液面調整工程と、

前記誘電体層形成工程を経て得られた、表面に誘電体層が設けられた導電体を、前記コンデンサ素子製造用反応容器の各個室内の半導体層形成用溶液中に、それぞれ個別に浸漬し、前記通路が閉じられた状態で、前記導電体を陽極にし、前記反応容器の陰極体を陰極にして通電することによって、前記導電体表面の誘電体層の表面に半導体層を形成する半導体層形成工程と、

前記反応容器の通路を開いて前記半導体層形成用溶液の液面調整を行う第二液面調整工程と、を含むことを特徴とするコンデンサ素子の製造方法。

[0026] [13] 前記液面調整工程を非通電状態で実施する前項10～12のいずれか1項に記載のコンデンサ素子の製造方法。

[0027] [14] 前項10～13のいずれか1項に記載の製造方法で得たコンデンサ素子の導電体及び半導体層に、それぞれ電極端子を電氣的に接続し、前記電極端子の一部を残して封止するコンデンサの製造方法。

発明の効果

[0028] [1] の発明では、反応容器の各個室にそれぞれ個別に陰極体が配置（接続）されているから、各個室（区画）毎に配置する各導電体（陽極体）を所定の定電流値に精密に制御した状態で陽極酸化や電解重合等の電解反応を行うことができ、複数の導電体（陽極体）に対し均一な誘電体層や均一な

半導体層を形成することができる。また、個室と、該個室に隣り合う個室のうちの少なくとも1個の個室との間で電解液の移動を可能にする通路が開閉自在に設けられているから、該通路を開けることにより各個室（区画）における液面を同一高さ（同一水準）に調整することができて各導電体（陽極体）における誘電体層形成範囲や半導体層形成範囲を一定に保つことができると共に、通路を開けることにより各個室における電解液の均一化（例えば濃度等の均一化）の調整も行うことができるから、均一なコンデンサ素子を製造することができる。

[0029] [2]の発明では、区画枠体は、容器の底面から上方に向けて突設された下側区画枠体と、該下側区画枠体の上面に液密状態に当接することのできる上側区画枠体とを含み、上側区画枠体は上下移動可能となされているから、下側区画枠体の上面に上側区画枠体を重ね合わせることによって前記通路を閉じて前記容器内を複数個の個室に区切ることができるので、各個室（区画）毎に配置する各導電体（陽極体）を所定の定電流値に精密に制御した状態で陽極酸化や電解重合等の電解反応を行うことができる。

[0030] 一方、上側区画枠体を下側区画枠体から離間させることにより両区画枠体間に前記通路を形成せしめる（通路を開く）ことができ、このような通路の開放により各個室（区画）における液面を同一高さ（同一水準）に調整することができると共に、各個室における電解液の均一化（例えば濃度等の均一化）の調整も行うことができる。

[0031] また、容器の底面に下側区画枠体が接合されているから、容器の強度をより高めることができる（補強できる）。

[0032] [3]の発明では、下側区画枠体の仕切壁の上端の第一当接板部の上面（当接面）の面積及び上側区画枠体の仕切壁の下端の第二当接板部の下面（当接面）の面積が大きく確保され得るので、当接面同士の接触面積が大きくなり、下側区画枠体の上面に上側区画枠体を重ね合わせた時により十分な液密状態を確保することができる。

[0033] [4]の発明では、容器の構成壁の内部に液体通過用空間が設けられてい

るから、該液体通過用空間内に一定温度の水等の液体を通過させることにより容器内の電解液（化成処理液、半導体層形成用溶液等）の温度を精度高く制御することができる。

[0034] [5] の発明では、コンデンサ素子製造用反応容器が、陰極体に電氣的に接続された電圧及び電流を制限可能な電源を有する回路基板をさらに備えるから、電気回路を有しない単なる金属板（金属製長尺板等）に導電体（陽極体）を接続配置するだけで済む（コンデンサ素子製造用治具として電気回路を有しない単なる金属板を用いることができる）利点がある。

[0035] [6] の発明では、回路基板は、容器の底面側に配置されているから、反応容器装置としての省スペース化を図ることができると共に、容器の強度、特に容器底面の強度をより高めることができる（補強できる）。

[0036] [7] の発明では、電源を構成する部品（特に半導体部品）が、前記温度制御されている容器と熱結合されることにより、これら電源を構成する部品の温度もある程度制御することができて前記電源の作動状態の安定化を図ることができ、より均一な誘電体層やより均一な半導体層を形成することができる。

[0037] [8] の発明では、複数個の導電体（陽極体）に対し均一な誘電体層を形成することができる反応容器が提供される。

[0038] [9] の発明では、表面に誘電体層が形成された複数個の導電体（陽極体）に対し均一な半導体層を形成することができる反応容器が提供される。

[0039] [10] の発明では、反応容器の各個室（区画）毎に配置する各導電体（陽極体）を所定の定電流値に精密に制御した状態で陽極酸化反応等を行うことができ、複数個の導電体（陽極体）に対し均一な誘電体層を形成することができると共に、区画枠体の通路を開けることにより各個室（区画）における液面を同一高さに調整できて各導電体（陽極体）における誘電体層形成範囲を一定に保つことができるから、均一なコンデンサ素子を多数個製造することができる。

[0040] [11] の発明では、反応容器の各個室（区画）毎に配置する各導電体（

陽極体)を所定の定電流値に精密に制御した状態で電解重合反応等を行うことができ、複数の導電体(陽極体)に対し均一な半導体層を形成することができると共に、区画枠体の通路を開けることにより各個室(区画)における液面を同一高さに調整できて各導電体(陽極体)における半導体層形成範囲を一定に保つことができるから、均一なコンデンサ素子を多数個製造することができる。

[0041] [12]の発明では、反応容器の各個室(区画)毎に配置する各導電体(陽極体)を所定の定電流値に精密に制御した状態で陽極酸化や電解重合等の電解反応を行うことができ、複数の導電体(陽極体)に対し均一な誘電体層や均一な半導体層を形成することができると共に、区画枠体の通路を開けることにより各個室(区画)における液面を同一高さ(同一水準)に調整できて各導電体(陽極体)における誘電体層形成範囲や半導体層形成範囲を一定に保つことができるから、均一なコンデンサ素子を多数個製造することができる。

[0042] [13]前記液面調整工程を非通電状態で実施するから、より均一なコンデンサ素子を多数個製造することができる。

[0043] [14]の発明では、均一な性能を備えた高品質のコンデンサを多数個製造することができる。

図面の簡単な説明

[0044] [図1]本発明に係るコンデンサ素子製造用反応容器の一実施形態をコンデンサ素子製造用治具と共に示す斜視図である。

[図2]図1のコンデンサ素子製造用反応容器の上面図である。

[図3]図2におけるX-X線の断面図である(コンデンサ素子製造用治具と共に示したものである)。

[図4]回路基板を示す上面図である。

[図5]回路基板を示す下面図である。

[図6]通電時におけるコンデンサ素子製造用反応容器に対するコンデンサ素子製造用治具の配置状態を示す一部断面図である。

[図7]回路基板における電気接続回路を示す電気回路図である（回路は2回路のみ示した）。

[図8]本発明に係る製造方法で製造されるコンデンサ素子の一実施形態を示す一部断面図である。

発明を実施するための形態

[0045] 本発明に係るコンデンサ素子製造用反応容器1の一実施形態を図1～3に示す。このコンデンサ素子製造用反応容器1は、容器2と、区画枠体3と、陰極体6と、電圧及び電流を制限可能な電源7とを備える。

[0046] 前記容器2は、内部に電解液（化成処理液、半導体層形成用溶液等）を收容するための容器である。本実施形態では、前記容器2は、上面が開放された略直方体形状で、樹脂（アクリル樹脂等）等の絶縁材料で形成されている（図1参照）。

[0047] 前記容器2は、ジャケット構造になっている。即ち、前記容器2には、図3に示すように、4つの側面壁の内部及び底面壁の内部を連通する液体通過用空間21が設けられている。前記液体通過用空間21に温度制御された液体（例えば温水等）を流すことによって前記容器2内に收容された電解液（化成処理液、半導体層形成用溶液等）の温度を精度高く制御することができる。

[0048] 前記区画枠体3は、前記容器2の底面壁から上方に向けて突設された下側区画枠体4と、該下側区画枠体4の上面に液密状態に当接可能な上側区画枠体5と、からなる（図3参照）。前記下側区画枠体4及び前記上側区画枠体5は、いずれも樹脂（アクリル樹脂等）等の絶縁材料で形成されている。前記上側区画枠体5は、駆動手段（図示しない）により上下移動可能となされている。前記下側区画枠体4と前記容器2の底面壁との間は電解液19の漏れがないように互いに液密状態に接合されている。

[0049] 前記下側区画枠体4は、平面視において略碁盤目状の個室9を複数個形成するように縦の仕切壁11と横の仕切壁11が直交状態に連結されて構成されている（図1～3参照）。前記下側区画枠体4の仕切壁11の上端に第一

当接板部 1 2 が接続されている（図 3 参照）。前記第一当接板部 1 2 の上面は平滑面に形成されている。前記第一当接板部 1 2 の上面の幅 (W_1) は、前記下側区画枠体 4 の仕切壁 1 1 の厚さ (T_1) よりも大きい（図 3 参照）。

[0050] 前記上側区画枠体 5 は、平面視において略碁盤目状の個室 9 を複数個形成するように縦の仕切壁 1 3 と横の仕切壁 1 3 が直交状態に連結されて構成されている（図 1 ～ 3 参照）。前記上側区画枠体 5 における個室 9 の配置数、平面視での大きさ及び配列は、前記下側区画枠体 4 における個室 9 の配置数、平面視での大きさ及び配列と同じである（図 1 ～ 3 参照）。前記上側区画枠体 5 の仕切壁 1 3 の下端に第二当接板部 1 4 が接続されている（図 3 参照）。前記第二当接板部 1 4 の下面は平滑面に形成されている。前記第二当接板部 1 4 の下面の幅 (W_2) は、前記上側区画枠体 5 の仕切壁 1 3 の厚さ (T_2) よりも大きい（図 3 参照）。

[0051] なお、本実施形態では、前記複数個の個室 9 は、略碁盤目状に配列されているが、特にこのような構成に限定されるものではなく、例えばハニカム配列を採用してもよい。

[0052] 前記下側区画枠体 4 の第一当接板部 1 2 の上面に、前記上側区画枠体 5 の第二当接板部 1 4 の下面を当接させるように、前記下側区画枠体 4 の上面に前記上側区画枠体 5 を重ね合わせることによって、前記容器 2 内を複数個の個室 9 に相互に液密状態に（個室間で液漏れがない状態に）区切ることができる（図 6 参照）。一方、このような重ね合わせ状態から、前記上側区画枠体 5 を上方に移動させて該上側区画枠体 5 を前記下側区画枠体 4 から上方側に離間させることにより、前記下側区画枠体 4 と前記上側区画枠体 5 の間に（前記第一当接板部 1 2 と前記第二当接板部 1 4 との間に）通路 8 を形成することができる（図 3 参照）。このように、本実施形態では、前記区画枠体 3 が、前記容器 2 の底面から突設された下側区画枠体 4 と、該下側区画枠体 4 の上面に液密状態に当接可能な上側区画枠体 5 とからなり、上側区画枠体 5 が上下移動可能となされた構成であるから、開いたときに複数個の個室 9 間で電解液の移動を可能とし、閉じたときに前記容器 2 内を複数個の個室 9

に液密状態に区切ることを可能にする、開閉自在な通路 8 を備えたものとなっている。即ち、前記下側区画枠体 4 の上面に前記上側区画枠体 5 を重ね合わせることによって前記通路 8 は閉鎖され（図 6 参照）、前記上側区画枠体 5 を前記下側区画枠体 4 から上方側に離間させることによって前記通路 8 は開放される（図 3 参照）。前記通路 8 が開放されることによって、前記個室と、該個室に隣り合う個室のうちの全個室との間で電解液の移動を可能にすることができる。

[0053] 前記容器 2 の底面壁における液体通過用空間 2 1 を形成する上下一対の壁には相互に上下方向に対応する位置でそれぞれ平面視円形状の貫通孔 3 6 が形成されている（図 3 参照）。前記上側の壁の貫通孔 3 6 から前記下側の壁の貫通孔 3 6 にかけて円筒状のパイプ 3 1 が適合状態に挿通配置されている。また、前記液体通過用空間 2 1 を流れる温度調整用の液体が外に漏れ出ないように前記貫通孔 3 6 の内周面と前記パイプ 3 1 の端部の外周面との間の隙間がシリコーン樹脂等の封止樹脂 3 2 で封止されている（図 3 参照）。

[0054] 前記容器 2 の底面側に回路基板 2 2 が配置されている。即ち、前記容器 2 の底面壁の下面にスペーサ 3 5 を介して前記回路基板 2 2 が固定されている（図 3 参照）。

[0055] 前記回路基板 2 2 の上面には、図 4 に示すように、一对の電気接続端子 2 5、2 6 を有する電気回路が形成されている。前記一对の電気接続端子 2 5、2 6 は、一方の端子 2 5 が前記回路基板 2 2 の一端部に設けられ、他方の端子 2 6 が前記回路基板 2 2 の他端部に設けられている。一方の電気接続端子は、電流制限用端子 2 5 であり、他方の電気接続端子は、電圧制限用端子 2 6 である。

[0056] 前記回路基板 2 2 としては、絶縁性基板が用いられる。前記絶縁性基板の材質としては、特に限定されるものではないが、例えば、ガラスエポキシ樹脂、イミド樹脂、セラミックス等が挙げられる。前記電気回路は、銅箔等により形成されている。

[0057] 前記回路基板 2 2 の上面に抵抗器 2 3 及びトランジスタ 2 4 が取り付けら

れている（図 3、4 参照）。図 7 の電気回路図に示すように、前記抵抗器 23 の一端が前記電流制限用端子 25 に接続され、該抵抗器 23 の他端に前記トランジスタ 24 のエミッタが接続され、該トランジスタ 24 のコレクタに前記陰極体 6 が接続され、前記トランジスタ 24 のベースは前記電圧制限用端子 26 に接続されている。前記陰極体 6 は、図 4、7 に示すような電圧及び電流を制限可能な電源 7 に接続されている。なお、本発明において、前記回路基板 22 の電圧及び電流を制限可能な電源 7 は、図 7 に示すように定電流源となる構成のものが好ましいが、これに限定されるものではない。

[0058] 前記回路基板 22 には、上下方向に貫通する貫通孔 27 が複数個形成されている（図 3 参照）。これら貫通孔 27 は、前記容器 2 の底面壁の貫通孔 36 と同様の配列（縦方向の配置間隔が同一、横方向の配置間隔が同一）で設けられている。

[0059] 図 3 に示すように、ボルトからなる陰極体 6 の軸部 6B が、上方側から前記容器 2 の底面壁の貫通孔 36 に挿通され、さらに前記回路基板 22 の貫通孔 27 に挿通され、該回路基板 22 の貫通孔 27 から下方に突出したボルト軸部 6B の先端部に第一ナット 33 が螺合締付されることによって、前記容器 2 の底面側に前記回路基板 22 が固定されると共に、前記各個室 9 内の底面から前記ボルトの頭部 6A が突出して陰極体 6 を構成したものとなっている（図 3、5 参照）。このようにして前記各個室 9 内にそれぞれ個別に陰極体 6 が配置されている（図 2、3 参照）。なお、第二ナット 34 は、前記容器 2 の底面壁と前記回路基板 22 との間において該回路基板 22 の上面の電気回路に電氣的に接触する態様で前記陰極体 6 の軸部 6B に螺合されている。即ち、前記陰極体 6 は、前記第二ナット 34 を介して前記回路基板 22 の上面の電気接続回路と電氣的に接続されている（図 4 参照）。

[0060] 次に、上記コンデンサ素子製造用反応容器 1 を用いたコンデンサ素子の製造方法について説明する。図 6 に本発明のコンデンサ素子の製造方法の一例を示す。

[0061] 図 3 に示すように、導電体（陽極体）52 にリード線 53 の基端を接続す

ると共に、該リード線 53 の先端を長尺金属板（コンデンサ素子製造用治具）58 の幅方向の一端部（下端部）に接続したものを準備する。

[0062] 図 3 に示すように前記上側区画枠体 5 を前記下側区画枠体 4 から離間させた状態にある前記コンデンサ素子製造用反応容器 1 の容器 2 内に電解液 19 を投入する。前記電解液 19 としては、誘電体層 54 形成のための化成処理液、半導体層 55 形成のための半導体層形成用溶液等が挙げられる。

[0063] 次に、前記上側区画枠体 5 を下降移動させて、該容器 2 の底面から上方に向けて突設されている下側区画枠体 4 の第一当接板部 12 の上面に、前記上側区画枠体 5 の第二当接板部 14 の下面を当接させるように、下側区画枠体 4 の上に上側区画枠体 5 を重ね合わせることによって（即ち前記通路 8 を閉じた状態にすることによって）、前記容器 2 内を複数の個室 9 に区切る（図 6 参照）。この時、電解液 19 の液面が、前記下側区画枠体 4 の上面より上で且つ前記上側区画枠体 5 の上面より下の位置に存在するように（図 6 参照）、前記電解液 19 の投入量を調整しておくのがよい。このような区画形成により、隣り合う個室 9 間で電解液が移動することのない液密状態を確保することができる。

[0064] 次に、前記導電体（陽極体）52 がセットされた前記長尺金属板（コンデンサ素子製造用治具）58 を、前記コンデンサ素子製造用反応容器 1 の容器 2 の上方位置に配置せしめ、この状態から、導電体（陽極体）52 の少なくとも一部（通常は全部）が前記電解液 19 に浸漬される状態まで長尺金属板 58 を下降せしめてその高さ位置で長尺金属板 58 を固定する（図 6 参照）。

[0065] この時、前記陽極体 52 を備えた長尺金属板 58 を複数枚平行状に配列した状態でステンレス等の金属製の長尺板保持枠（図示しない）に吊り下げ固定し、該長尺板保持枠を下降させることによって前記長尺金属板 58 を下降せしめるのがよい。陽極体 52 は、リード線 53 及び長尺金属板 58 を介して長尺板保持枠に電氣的に接続される。

[0066] 次いで、前記導電体（陽極体）52 の浸漬状態において、前記導電体 52

を陽極にし、前記各個室 9 内の電解液 19 中に配置された各陰極体 6 を陰極にして通電する。第 1 番目の電解液 19 として化成処理液を用いると、前記通電により導電体 52 の表面に誘電体層 54（図 8 参照）を形成することができる（誘電体層形成工程）。

[0067] 前記陽極体（導電体）52 に印加する電圧の最大値は、長尺板保持枠と電圧制限用端子 26 との間に印加する電圧により設定することができるし、前記陽極体（導電体）52 に通電する電流の最大値は、電圧制限用端子 26 と電流制限用端子 25 との間に印加する電圧により設定することができる。

[0068] 前記誘電体層形成工程の途中において 1 回ないし複数回定期的に又は不定期に、前記コンデンサ素子製造用反応容器 1 の通路 8 を開く、即ち前記上側区画枠体 5 を上昇移動させて該上側区画枠体 5 を前記下側区画枠体 4 から離間させることによって両区画枠体 4、5 の間に通路 8 を形成させる（閉じていた通路 8 を開く）。これにより、隣り合う個室 9 間で化成処理液 19 の移動が可能となるので、各個室（区画）9 における化成処理液 19 の液面を同一高さ（同一水準）に調整することができて（図 3 参照）、各導電体 52 における誘電体層 54 の形成範囲を一定に保つことができる（第一液面調整工程）。前記誘電体層形成工程を 1 回ないし複数回実施した後毎に定期的に又は不定期に前記第一液面調整工程を実施してもよい。

[0069] 次に、前記容器 2 内から化成処理液 19 を取り出して除去し、必要に応じて前記誘電体層 54 を表面に備えた導電体（陽極体）52 を取り出して、水洗、乾燥させた後、前記容器 2 内に新たに半導体層形成用溶液 19 を投入する。

[0070] 次いで、前記上側区画枠体 5 を下降移動させて、該容器 2 の底面から上方に向けて突設されている下側区画枠体 4 の第一当接板部 12 の上面に、前記上側区画枠体 5 の第二当接板部 14 の下面を当接させるように、下側区画枠体 4 の上に上側区画枠体 5 を重ね合わせることによって（即ち前記通路 8 を閉じた状態にすることによって）、前記容器 2 内を複数の個室 9 に区切る（図 6 参照）。この時、半導体層形成用溶液 19 の液面が、前記下側区画枠

体 4 の上面より上で且つ前記上側区画枠体 5 の上面より下の位置に存在するように（図 6 参照）、前記半導体層形成用溶液 19 の投入量を調整しておくのがよい。このような区画形成により、隣り合う個室 9 間で半導体層形成用溶液 19 が移動することのない液密状態を確保することができる。

[0071] 次に、前記表面に誘電体層 54 が形成された導電体（陽極体）52 がセットされた長尺金属板 58 を、前記コンデンサ素子製造用反応容器 1 の容器 2 の上方位置に配置せしめ、導電体（陽極体）52 の少なくとも一部（通常は全部）が前記半導体層形成用溶液 19 に浸漬される状態まで長尺金属板 58 を下降せしめてその高さ位置で長尺金属板 58 を固定する（図 6 参照）。

[0072] 次に、前記導電体（陽極体）52 の浸漬状態において、前記導電体 52 を陽極にし、前記各個室 9 内の半導体層形成用溶液 19 中に配置された各陰極体 6 を陰極にして通電すると、即ち第 2 番目の処理液 59 として半導体層形成用溶液を用いて通電すると、導電体 52 表面の誘電体層 54 の表面に半導体層 55 を形成することができ（半導体層形成工程）、こうして導電体 52 の表面に誘電体層 54 が積層され、該誘電体層 54 の表面にさらに半導体層 55 が積層されてなるコンデンサ素子 56 を製造することができる（図 8 参照）。

[0073] 前記半導体層形成工程の途中において 1 回ないし複数回定期的に又は不定期に、前記コンデンサ素子製造用反応容器 1 の通路 8 を開く、即ち前記上側区画枠体 5 を上昇移動させて該上側区画枠体 5 を前記下側区画枠体 4 から離間させることによって両区画枠体 4、5 の間に通路 8 を形成させる（閉じていた通路 8 を開く）。これにより、隣り合う個室 9 間で半導体層形成用溶液 19 の移動が可能となるので、各個室（区画）9 における半導体層形成用溶液 19 の液面を同一高さ（同一水準）に調整することができて（図 3 参照）、半導体層 55 の形成範囲を一定に保つことができる（第二液面調整工程）。前記半導体層形成工程を 1 ないし複数回実施した後毎に定期的に又は不定期に前記第二液面調整工程を実施してもよい。

[0074] 上記のような本発明のコンデンサ素子の製造方法によれば、反応容器 1 の

各個室（区画） 9 毎に配置する各導電体（陽極体） 5 2 を所定の定電流値に精密に制御した状態で陽極酸化や電解重合等の電解反応を行うことができ、複数の導電体（陽極体） 5 2 に対し均一な誘電体層 5 4 や均一な半導体層 5 5 を形成することができると共に、区画枠体 3 の通路 8 を開けることにより各個室（区画） 9 における液面を同一高さ（同一水準）に調整できて各導電体（陽極体） 5 2 における誘電体層形成範囲や半導体層形成範囲を一定に保つことができるから、均一なコンデンサ素子 5 6 を多数個製造することができる。

[0075] なお、上記実施形態では、上側区画枠体 5 の上下駆動と、導電体 5 2 が接続された長尺金属板（コンデンサ素子製造用治具） 5 8 の上下駆動とは、別々に行うようになされていたが、特にこのような構成に限定されるものではなく、例えば前記上側区画枠体 5 と前記長尺金属板（コンデンサ素子製造用治具） 5 8 とを一体化した構成とし、1 個の昇降駆動手段を用いて前記上側区画枠体 5 と前記長尺金属板 5 8 とを同時に上下移動させるようにしてもよい。この場合、昇降駆動手段が 1 個で済む利点がある。或いは、前記長尺金属板 5 8 に接続された導電体 5 2 を電解液に浸漬する際に、一部が液面下にある上側区画枠体 5 を昇降駆動手段で下降させてもよい。

[0076] また、上記実施形態では、区画枠体 3 は、容器 2 の底面壁に接合された下側区画枠体 4 と、上側区画枠体 5 とからなる構成が採用されているが、特にこのような構成に限定されるものではなく、例えば下側区画枠体 4 を有しない構成であってもよい。この場合には、上下移動可能な上側区画枠体 5 の下面と、前記容器 2 の底面壁の上面とが当接した時に液漏れが生じない液密状態が確保されるように、前記上側区画枠体 5 の下面及び前記容器 2 の底面壁の上面を平滑面に形成する。このように区画枠体 3 が上下移動可能な上側区画枠体 5 のみで構成される場合には、容器 2 からの電解液等の液の排水がし易いという利点がある。

[0077] 前記導電体 5 2 としては、特に限定されるものではないが、例えば、弁作用金属及び弁作用金属の導電性酸化物からなる群より選ばれる導電体の少な

くとも1種を例示できる。これらの具体例としては、アルミニウム、タンタル、ニオブ、チタン、ジルコニウム、一酸化ニオブ、一酸化ジルコニウム等が挙げられる。

[0078] 前記導電体52の形状としては、特に限定されず、箔状、板状、棒状、立方体状等が挙げられる。

[0079] 前記化成処理液19としては、特に限定されるものではないが、例えば有機酸またはその塩（例えば、アジピン酸、酢酸、アジピン酸アンモニウム、安息香酸等）、無機酸またはその塩（例えば、磷酸、珪酸、磷酸アンモニウム、珪酸アンモニウム、硫酸、硫酸アンモニウム等）等の従来公知の電解質が溶解又は懸濁した液などが挙げられる。このような化成処理液を用いて前記通電を行うことによって導電体52の表面に、 Ta_2O_5 、 Al_2O_3 、 Zr_2O_3 、 Nb_2O_5 等の絶縁性金属酸化物を含む誘電体層54を形成することができる。

[0080] なお、このような化成処理液を用いた誘電体層形成工程を省略して、既に表面に誘電体層54が設けられた導電体52を前記半導体層形成工程に供してもよい。このような表面の誘電体層54としては、絶縁性酸化物から選ばれる少なくとも1つを主成分とする誘電体層、セラミックコンデンサやフィルムコンデンサの分野で従来公知の誘電体層が挙げられる。

[0081] 前記半導体層形成用溶液19としては、通電により半導体が形成され得る溶液であれば特に限定されず、例えば、アニリン、チオフェン、ピロール、メチルピロール、これらの置換誘導体（例えば、3,4-エチレンジオキシチオフェン等）等を含む溶液などが挙げられる。前記半導体層形成用溶液19にさらにドーパントを添加してもよい。前記ドーパントとしては、特に限定されるものではないが、例えば、アリールスルホン酸またはその塩、アルキルスルホン酸またはその塩、各種高分子スルホン酸またはその塩等の公知のドーパント等が挙げられる。このような半導体層形成用溶液19を用いて前記通電を行うことによって前記導電体52表面の誘電体層54の表面に、例えば導電性高分子（例えばポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロ

ール、ポリメチルピロール等)からなる半導体層55を形成することができる。

[0082] 本発明では、上記製造方法で得られたコンデンサ素子56の半導体層55の上に、コンデンサの外部引き出しリード(例えば、リードフレーム)との電氣的接触を良くするために、電極層を設けてもよい。

[0083] 前記電極層は、例えば導電ペーストの固化、メッキ、金属蒸着、耐熱性の導電樹脂フィルムの形成等により形成することができる。導電ペーストとしては、銀ペースト、銅ペースト、アルミニウムペースト、カーボンペースト、ニッケルペースト等が好ましい。これらは1種を用いても2種以上を用いてもよい。2種以上を用いる場合、混合してもよく、または別々の層として重ねてもよい。

[0084] このようにして得たコンデンサ素子56の導電体52及び半導体層55に、それぞれ電極端子を電氣的に接続し(例えば、リード線53を一方の電極端子に溶接し、電極層(半導体層)55を銀ペーストなどで他方の電極端子に接着する)、前記電極端子の一部を残して封止することによりコンデンサが得られる。

[0085] 封止方法は、特に限定されないが、例えば、樹脂モールド外装、樹脂ケース外装、金属製ケース外装、樹脂のディッピングによる外装、ラミネートフィルムによる外装などがある。これらの中でも、小型化と低コスト化が簡単に行えることから、樹脂モールド外装が好ましい。

実施例

[0086] 次に、本発明の具体的実施例について説明するが、本発明はこれら実施例のものに特に限定されるものではない。

[0087] <実施例1>

[陽極体(導電体)52の作製]

ニオブ(Nb)インゴットを水素脆性を利用して粉碎して得たニオブ一次粉(平均粒子径 $0.17\mu\text{m}$)を造粒することによって、平均粒子径 $125\mu\text{m}$ のニオブ粉末を得た。次に、得られたニオブ粉末を部分窒化して一部窒

化ニオブ粉末（酸素含有量 6500 質量 ppm、窒素含有量 7600 ppm、CV 値：280000 $\mu\text{F} \cdot \text{V} / \text{g}$ ）を得た。前記一部窒化ニオブ粉末を直径 0.29 mm のニオブ線（リード線）と共に成形した後、1240°C で真空焼結することにより、直方体形状で長さ 2.3 mm × 幅 1.7 mm × 厚さ 1.0 mm、質量 15.2 mg の焼結体（陽極体）52 を作製した。なお、ニオブのリード線 53 は、陽極体 52 の 1.7 mm × 1.0 mm の面のほぼ中央に鉛直に植設されており、該リード線 53 は、該面から外方に向けて 10 mm 突出するように一体に成形されている。なお、陽極体 52 のリード線 53 には、内径 0.26 mm ϕ 、外径 0.80 mm ϕ 、厚さ 0.20 mm のテトラフルオロエチレン製のワッシャーをリード線 53 植設面から 0.15 mm 離して装着した。

[0088] [陽極体 52 を備えた長尺金属板 58 の作製]

図 1、3 に示すような陽極体 52 を備えた長尺金属板（コンデンサ素子製造用治具）58 を作製した。まず、長さ（横）200 mm × 幅（縦）30 mm × 厚さ 2 mm のステンレス製長尺金属板 58 の下端部に、陽極体（導電体）52 のリード線 53 の先端部を溶接により接続した。隣り合うリード線 53 の間隔が 5 mm になるようにして 32 個の陽極体 52 を接続した（図面では陽極体の数を簡素化して記載している）。次に、前記陽極体 52 を備えた長尺金属板 58 を 20 枚互いに間隔 8 mm で平行状に配列した状態でステンレス製の長尺板保持枠に吊り下げ固定した。これにより、陽極体 52 は、リード線 53 及び長尺金属板 58 を介して長尺板保持枠に電氣的に接続されている。前記陽極体 52 は、前記長尺板保持枠の下に縦 32 × 横 20 の配列で合計 640 個配置されている。

[0089] [コンデンサ素子製造用反応容器]

前項で詳述説明した図 1～3 に示すコンデンサ素子製造用反応容器 1 を構成した。容器 2 として、外形が縦 240 mm × 横 300 mm × 高さ 130 mm の直方体形状のアクリル樹脂製容器を用いた。容器 2 の 4 つの側面壁及び底面壁の内部の液体通過用空間 21 に温水（電解液温度制御用の温水）を流

すようになされている。区画枠体 3 により縦 32 × 横 20 の配列で合計 640 個の個室（区画）9 が設けられている。下側区画枠体 4 は、アクリル樹脂製の格子状枠体からなり、高さが 50 mm、仕切壁 11 の厚さ（ T_1 ）が 2 mm であり、第一当接板部 12 の幅（ W_1 ）が 3 mm である（図 3 参照）。また、上側区画枠体 5 は、アクリル樹脂製の格子状枠体からなり、高さが 20 mm、仕切壁 13 の厚さ（ T_2 ）が 2 mm であり、第二当接板部 14 の幅（ W_2 ）が 3 mm である（図 3 参照）。陰極体 6 は、軸部の外径が 1 mm で頭部の外径が 2 mm のステンレス製ボルトからなる。

[0090] 前記容器 2 の底面側に、該容器 2 の底面と略同一大きさの厚さ 1.6 mm の銅張りガラスエポキシ基板（回路基板）22 が、該容器 2 の下面から 0.8 mm の間隔をあけて、640 本のステンレス製ボルト（陰極体）6 により固定されている。

[0091] 前記回路基板 22 の上面には、図 4、7 に示すように、各陰極体（ボルト）6 に電流及び電圧の制御回路が 1 回路ずつ電氣的に接続され、合計 640 回路設けられている。前記回路基板 22 の上面に取り付けられた抵抗器（20 k Ω 誤差 $\pm 0.5\%$ ）23 及びトランジスタ（2SC6026GR）24 は、熱伝導性の樹脂シート（図示しない）を介して容器 2 の底面（即ち内部に温水が流されている底面壁）と接触している。

[0092] [誘電体層の形成（化成処理）]

前記コンデンサ素子製造用反応容器 1 の上側区画枠体 5 を上昇移動させて下側区画枠体 4 との間に 0.2 mm の隙間（通路）8 を確保し、この状態で容器 2 内に 2 質量% 燐酸水溶液からなる化成処理液 19 を水深 60 mm になるように投入した（図 3 参照）。容器 2 の液体通過用空間 21 に流す温水の温度を調節することにより化成処理液 19 の温度を 65 $^{\circ}\text{C}$ に維持するようにした。前記長尺板保持枠を昇降駆動手段により下降させることにより、陽極体 52 の上端縁（リード線植設面）が液面から 5 mm の深さ位置になるように配置した。次いで、上側区画枠体 5 を波立てないようにゆっくりと下降させて、下側区画枠体 4 の第一当接板部 12 の上面に、上側区画枠体 5 の第二

当接板部 1 4 の下面を当接させて通路 8 を閉じ、容器 2 内を 6 4 0 個の個室 9 に区切った（図 6 参照）。

[0093] 次に、陽極体 5 2 に印加される最大電圧が 1 0 V になるように設定（直流電源 2 8 により長尺板保持枠に対して電圧制御用端子を約 - 9 . 2 V の電位に保持）し、各陽極体 5 2 当たりの最大電流が 2 m A になるように設定（直流電源 2 9 により電圧制御用端子に対して電流制御用端子を約 - 4 0 . 6 V の電位に保持）し、化成処理を開始した。

[0094] 前記化成処理を開始した後、1 5 分毎に、液面を波立たせないように静かに上側区画枠体 5 を 0 . 5 mm 上昇させて、上側区画枠体 5 と下側区画枠体 4 との間に 0 . 5 mm の隙間（通路）8 を約 1 秒間形成せしめた（通路 8 を約 1 秒間開いた）（図 3 参照）。このような液面調整工程を 1 5 分毎に実施することにより、定期的に各個室（区画）9 間の液面レベルを同一高さに調整した。なお、前記隙間（通路）8 を設けている間だけ通電を停止した。このような化成処理を 2 4 0 分間行い、導電体 5 2 の表面に誘電体層 5 4 を形成した。

[0095] 前記化成処理終了後、そのまま化成処理液に浸漬した状態で各陽極体 5 2 について漏れ電流（化成終了時溶液 L C 値）を測定した。回路基板 2 2 の下側に突出している陰極体 6 の軸部 6 B の先端に、順次、長尺板保持枠に対して - 1 0 V の電位を与え、流れる電流量を測定した。なお、この漏れ電流測定は、電圧制限用端子 2 6 、電流制限用端子 2 5 とともに、長尺板保持枠に対して - 1 0 V の電位を与えた状態で行った。測定の結果、6 4 0 個の陽極体の化成終了時溶液 L C 値は 2 9 ~ 3 3 μ A の範囲に収まっていた。

[0096] [半導体層の形成（電解重合処理）]

次に、前記化成処理済み導電体（陽極体）5 2 を 2 0 質量%キシレンスルホン酸鉄水溶液に浸漬した後、乾燥して水分を除去した。この浸漬、乾燥の一連の操作をさらに 5 回繰り返した。次いで、導電体（陽極体）5 2 を 5 0 質量%エチレンジオキシチオフェンエタノール溶液に浸漬した後、風乾してエタノール分を除去した。

[0097] 次に、前記コンデンサ素子製造用反応容器 1 の上側区画枠体 5 を上昇移動させて下側区画枠体 4 との間に 0.2 mm の隙間（通路）8 を確保し、この状態で、内部が空の容器 2 内に、エチレングリコール 25 質量%、アントラキノンスルホン酸 0.5 質量%、エチレンジオキシチオフェン 0.5 質量% の組成からなる混合水溶液（半導体層形成用溶液）19 を水深 60 mm になるように投入した（図 3 参照）。容器 2 の液体通過用空間 21 に流す温水の温度を調節することにより半導体層形成用溶液 19 の温度を 26℃ に維持するようにした。前記長尺板保持枠を昇降駆動手段により下降させることにより、前記化成処理により誘電体層 54 が表面に形成された導電体（陽極体）52 を、そのリード線 53 に装着したワッシャーの下面が半導体層形成用溶液 19 の液面と同一になるように、半導体層形成用溶液 19 に浸漬した。次いで、上側区画枠体 5 を波立てないようにゆっくりと下降させて、下側区画枠体 4 の第一当接板部 12 の上面に、上側区画枠体 5 の第二当接板部 14 の下面を当接させて通路 8 を閉じ、容器 2 内を 640 個の個室 9 に区切った（図 6 参照）。

[0098] 次に、陽極体 52 に印加される最大電圧が 13 V になるように設定（直流電源 28 により長尺板保持枠に対して電圧制御用端子を約 -12.3 V の電位に保持）し、各陽極体 52 当たりの最大電流が 100 μ A になるように設定（直流電源 29 により電圧制御用端子に対して電流制御用端子を約 -2.6 V の電位に保持）し、電解重合を開始した。

[0099] 前記電解重合を開始した後、15 分毎に、液面を波立たせないように静かに上側区画枠体 5 を 0.5 mm 上昇させて、上側区画枠体 5 と下側区画枠体 4 との間に 0.5 mm の隙間（通路）8 を約 1 秒間形成せしめた（通路 8 を約 1 秒間開いた）（図 3 参照）。このような液面調整工程を 15 分毎に実施することにより、定期的に各個室（区画）9 間の液面レベルを同一高さに調整した。なお、前記隙間（通路）8 を設けている間だけ通電を停止した。このような電解重合を 60 分間行った。

[0100] 次いで、前記コンデンサ素子 56 を半導体層形成用溶液 19 から引き上げ

、エタノールに浸漬して付着している半導体層形成用溶液を洗浄除去した。
その後、風乾してエタノール分を除去した。

[0101] 上記半導体層形成用溶液 19 への浸漬、電解重合、エタノール洗浄、風乾の一連の操作をさらに 3 回繰り返した（全 4 回）。ただし、電解重合時の最大電流の設定値は、2 回目 $120\ \mu\text{A}$ 、3 回目 $180\ \mu\text{A}$ 、4 回目 $185\ \mu\text{A}$ とした。

[0102] [再化成処理]

前記コンデンサ素子製造用反応容器 1 を用いて前記化成処理と同様にして再化成処理を行った。但し、化成処理液として 3 質量%の燐酸水溶液を用い、陽極体に印加する最大電圧を 7 V に設定し、各陽極体当たりの最大電流値を 1 mA に設定し、化成処理時間を 15 分間に設定した。その後、陽極体を化成処理液から引き上げ、水洗し、乾燥した。

[0103] [電解コンデンサの作製]

上記のような再化成を経て得られた陽極体に、カーボンペースト、銀ペーストを順次塗布して硬化させて積層して、コンデンサ素子 56 を得た。このコンデンサ素子 56 に、リードフレーム付け、封止、エージング、フレーム切断折り曲げ加工、電気測定を順次行って、大きさ $3.5\text{ mm} \times 2.8\text{ mm} \times 1.8\text{ mm}$ 、定格 2.5 V、容量 $330\ \mu\text{F}$ のチップ状固体電解コンデンサを 640 個作製した。

[0104] 得られた 640 個の固体電解コンデンサは、ESR が $14\text{ m}\Omega \sim 20\text{ m}\Omega$ （平均 $17\text{ m}\Omega$ ）の範囲であり、2.5 V を印加して 30 秒後の漏れ電流値（LC 値）が全て $33\ \mu\text{A}$ 未満（ 0.04 CV 未満）であった。

[0105] <比較例 1>

化成処理および再化成処理を行なう際に、上側区画枠体 5 と下側区画枠体 4 との間に 0.2 mm の隙間（通路）8 を設けた状態で（通路 8 を閉じて行う液面調整をすることなく）行った以外は、実施例 1 と同様にしてチップ状固体電解コンデンサを 640 個作製した。化成終了時の溶液 LC 値は $34 \sim 52\ \mu\text{A}$ の範囲であった。得られた 640 個の固体電解コンデンサは、ES

Rが $15\text{ m}\Omega \sim 21\text{ m}\Omega$ （平均 $18\text{ m}\Omega$ ）の範囲であり、 2.5 V を印加して30秒後の漏れ電流値（LC値）は、 $83\text{ }\mu\text{ A}$ 以上 $165\text{ }\mu\text{ A}$ 未満（ 0.1 CV 以上 0.2 CV 未満）が24個、 $33\text{ }\mu\text{ A}$ 以上 $82.5\text{ }\mu\text{ A}$ 未満（ 0.04 CV 以上 0.1 CV 未満）が581個、 $33\text{ }\mu\text{ A}$ 未満（ 0.04 CV 未満）が35個であった。

[0106] <比較例2>

化成処理、電解重合処理および再化成処理を行なう際に、上側区画枠体5と下側区画枠体4との間に 0.2 mm の隙間（通路）8を設けた状態で（通路8を閉じて行う液面調整をすることなく）行った以外は、実施例1と同様にしてチップ状固体電解コンデンサを640個作製した。化成終了時の溶液LC値は $33 \sim 49\text{ }\mu\text{ A}$ の範囲であった。得られた640個の固体電解コンデンサは、ESRが $18\text{ m}\Omega \sim 30\text{ m}\Omega$ （平均 $24\text{ m}\Omega$ ）の範囲であり、 2.5 V を印加して30秒後の漏れ電流値（LC値）は、 $83\text{ }\mu\text{ A}$ 以上 $165\text{ }\mu\text{ A}$ 未満（ 0.1 CV 以上 0.2 CV 未満）が137個、 $33\text{ }\mu\text{ A}$ 以上 $82.5\text{ }\mu\text{ A}$ 未満（ 0.04 CV 以上 0.1 CV 未満）が499個、 $33\text{ }\mu\text{ A}$ 未満（ 0.04 CV 未満）が4個であった。

[0107] 本願は、2009年12月21日付で出願された日本国特許出願の特願2009-288710号の優先権主張を伴うものであり、その開示内容は、そのまま本願の一部を構成するものである。

産業上の利用可能性

[0108] 本発明に係るコンデンサ素子製造用反応容器は、電解コンデンサ素子製造用反応容器として好適に用いられるが、特にこのような用途に限定されるものではない。また、本発明のコンデンサ素子の製造方法により得られたコンデンサ素子は、例えば、パソコン、サーバー、カメラ、ゲーム機、DVD、AV機器、携帯電話等のデジタル機器や、各種電源等の電子機器に利用可能である。

符号の説明

[0109] 1…コンデンサ素子製造用反応容器

- 2…容器
- 3…区画枠体
- 4…下側区画枠体
- 5…上側区画枠体
- 6…陰極体
- 7…電圧及び電流を制限可能な電源
- 8…通路
- 9…個室
- 1 1…仕切壁（下側区画枠体の）
- 1 2…第一当接板部（下側区画枠体）
- 1 3…仕切壁（上側区画枠体の）
- 1 4…第二当接板部（上側区画枠体）
- 1 9…電解液（化成処理液、半導体層形成用溶液等）
- 2 1…液体通過用空間
- 2 2…回路基板
- 2 3…抵抗器
- 2 4…トランジスタ
- 2 5…電流制限用端子
- 2 6…電圧制限用端子
- 5 2…陽極体（導電体）
- 5 4…誘電体層
- 5 5…半導体層
- 5 6…コンデンサ素子
- T_1 …下側区画枠体の仕切壁の厚さ
- T_2 …上側区画枠体の仕切壁の厚さ
- W_1 …第一当接板部の幅
- W_2 …第二当接板部の幅

請求の範囲

- [請求項1] 中に電解液を収容する容器と、
 前記容器内を複数個の個室に区切ることのできる区画枠体と、
 前記各個室にそれぞれ個別に配置された陰極体と、
 前記個室と、該個室に隣り合う個室のうちの少なくとも1個の個室
 との間で電解液の移動を可能にする通路が開閉自在に設けられている
 ことを特徴とするコンデンサ素子製造用反応容器。
- [請求項2] 前記区画枠体は、前記容器の底面から上方に向けて突設された下側
 区画枠体と、該下側区画枠体の上面に液密状態に当接することのでき
 る上側区画枠体とを含み、
 前記上側区画枠体は上下移動可能となされ、
 前記下側区画枠体の上面に前記上側区画枠体を重ね合わせることに
 よって前記容器内を複数個の個室に区切ることができると共に、前記
 上側区画枠体を前記下側区画枠体から離間させることにより両区画枠
 体間に前記通路を形成せしめることができる請求項1に記載のコンデ
 ンサ素子製造用反応容器。
- [請求項3] 前記下側区画枠体の仕切壁の上端に第一当接板部が設けられ、該第
 一当接板部の上面は平滑面に形成され、前記第一当接板部の上面の幅
 は、前記下側区画枠体の仕切壁の厚さよりも大きく設定され、
 前記上側区画枠体の仕切壁の下端に第二当接板部が設けられ、該第
 二当接板部の下面は平滑面に形成され、前記第二当接板部の下面の幅
 は、前記上側区画枠体の仕切壁の厚さよりも大きく設定され、
 前記下側区画枠体の第一当接板部の上面に前記上側区画枠体の第二
 当接板部の下面を当接させるように前記下側区画枠体の上面に前記上
 側区画枠体を重ね合わせることによって前記容器内を複数個の個室に
 区切ることができる請求項2に記載のコンデンサ素子製造用反応容器
 。
- [請求項4] 前記容器の構成壁の内部に液体通過用空間が設けられている請求項

1～3のいずれか1項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[請求項5] 前記陰極体に電氣的に接続された電圧及び電流を制限可能な電源を有する回路基板をさらに備える請求項1～4のいずれか1項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[請求項6] 前記回路基板は、前記容器の底面側に配置されている請求項5に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[請求項7] 前記電源を構成する部品が、前記容器と熱結合している請求項5または6に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[請求項8] 複数の導電体を前記容器の各個室中の化成処理液にそれぞれ個別に浸漬して陽極酸化により前記陽極体の表面に誘電体層を形成するのに用いられる請求項1～7のいずれか1項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[請求項9] 表面に誘電体層が形成された複数の導電体を前記容器の各個室中の半導体層形成溶液にそれぞれ個別に浸漬して通電することにより前記陽極体表面の誘電体層の表面に半導体層を形成するのに用いられる請求項1～8のいずれか1項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器。

[請求項10] 請求項1～7のいずれか1項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器を用いてコンデンサ素子を製造する方法であって、

前記コンデンサ素子製造用反応容器の各個室内の化成処理液中に導電体をそれぞれ個別に浸漬し、前記通路が閉じられた状態で、前記導電体を陽極にし、前記反応容器の陰極体を陰極にして通電することによって、前記導電体の表面に誘電体層を形成する誘電体層形成工程と、

前記反応容器の通路を開いて前記化成処理液の液面調整を行う液面調整工程と、を含むことを特徴とするコンデンサ素子の製造方法。

[請求項11] 請求項1～7のいずれか1項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器を用いてコンデンサ素子を製造する方法であって、

前記コンデンサ素子製造用反応容器の各個室内の半導体層形成用溶液中に、表面に誘電体層が設けられた導電体をそれぞれ個別に浸漬し、前記通路が閉じられた状態で、前記導電体を陽極にし、前記反応容器の陰極体を陰極にして通電することによって、前記導電体表面の誘電体層の表面に半導体層を形成する半導体層形成工程と、

前記反応容器の通路を開いて前記半導体層形成用溶液の液面調整を行う液面調整工程と、を含むことを特徴とするコンデンサ素子の製造方法。

[請求項12]

請求項1～7のいずれか1項に記載のコンデンサ素子製造用反応容器を用いてコンデンサ素子を製造する方法であって、

前記コンデンサ素子製造用反応容器の各個室内の化成処理液中に導電体をそれぞれ個別に浸漬し、前記通路が閉じられた状態で、前記導電体を陽極にし、前記反応容器の陰極体を陰極にして通電することによって、前記導電体の表面に誘電体層を形成する誘電体層形成工程と、

前記反応容器の通路を開いて前記化成処理液の液面調整を行う第一液面調整工程と、

前記誘電体層形成工程を経て得られた、表面に誘電体層が設けられた導電体を、前記コンデンサ素子製造用反応容器の各個室内の半導体層形成用溶液中に、それぞれ個別に浸漬し、前記通路が閉じられた状態で、前記導電体を陽極にし、前記反応容器の陰極体を陰極にして通電することによって、前記導電体表面の誘電体層の表面に半導体層を形成する半導体層形成工程と、

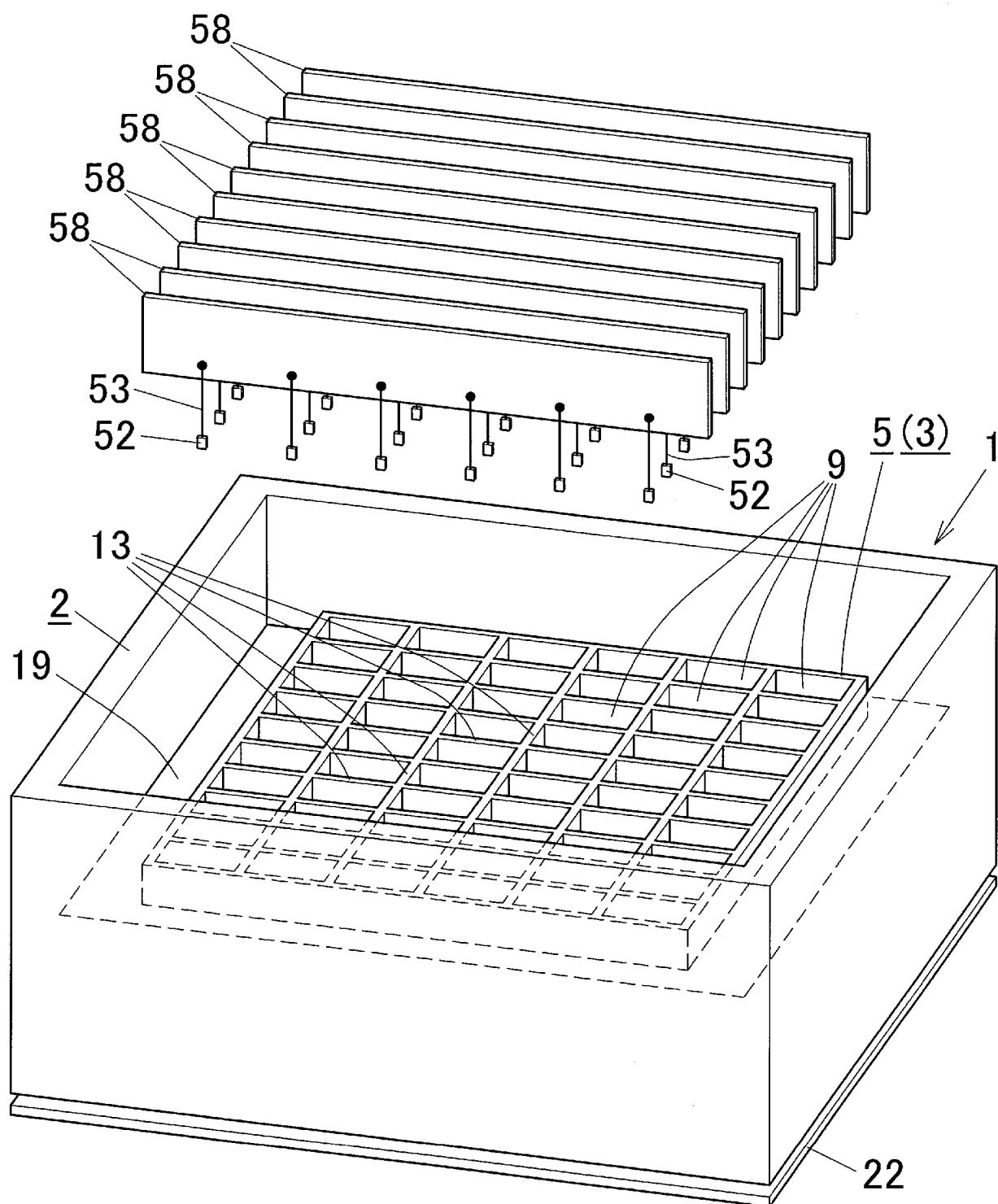
前記反応容器の通路を開いて前記半導体層形成用溶液の液面調整を行う第二液面調整工程と、を含むことを特徴とするコンデンサ素子の製造方法。

[請求項13]

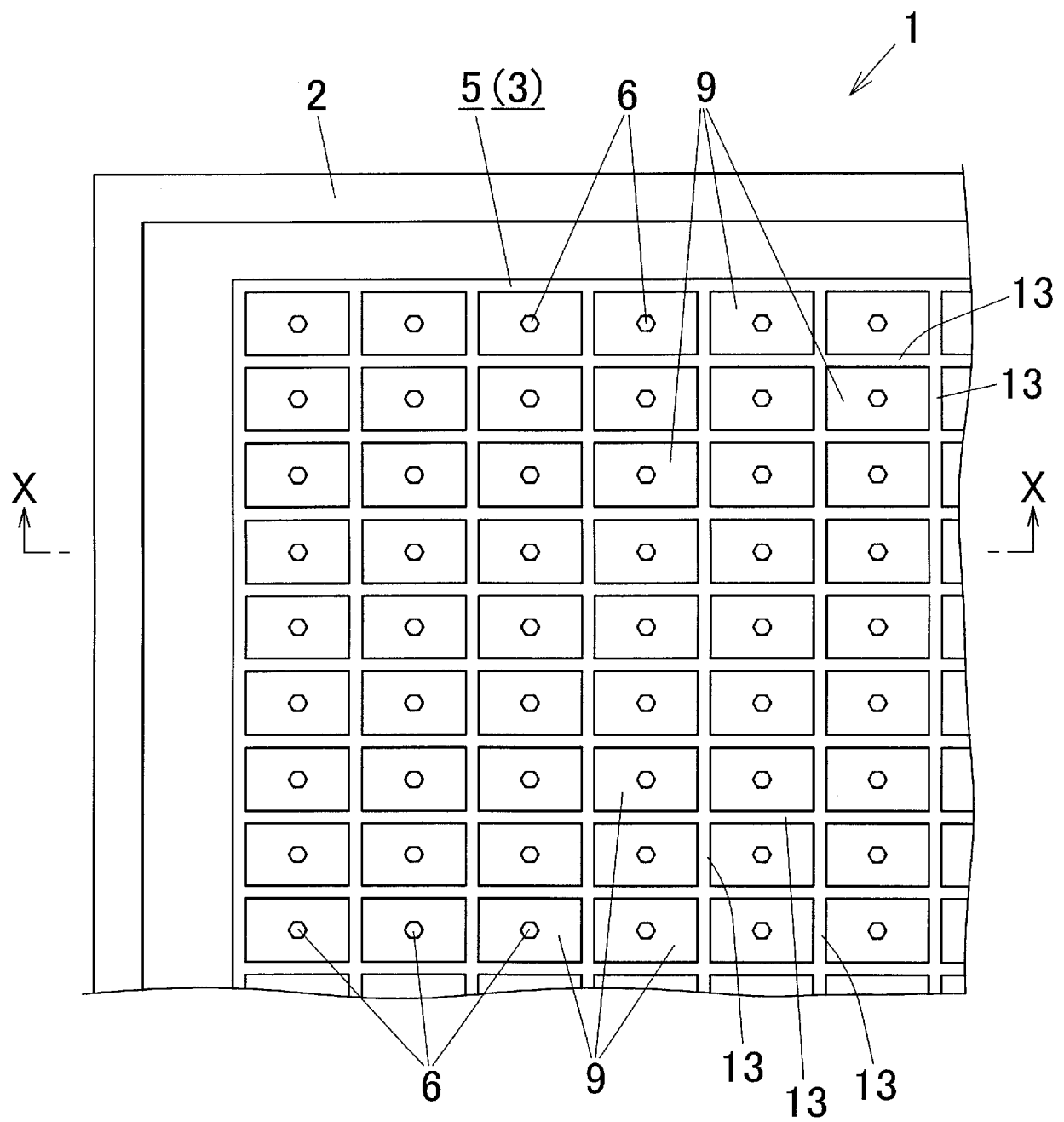
前記液面調整工程を非通電状態で実施する請求項10～12のいずれか1項に記載のコンデンサ素子の製造方法。

[請求項14] 請求項10～13のいずれか1項に記載の製造方法で得たコンデンサ素子の導電体及び半導体層に、それぞれ電極端子を電氣的に接続し、前記電極端子の一部を残して封止するコンデンサの製造方法。

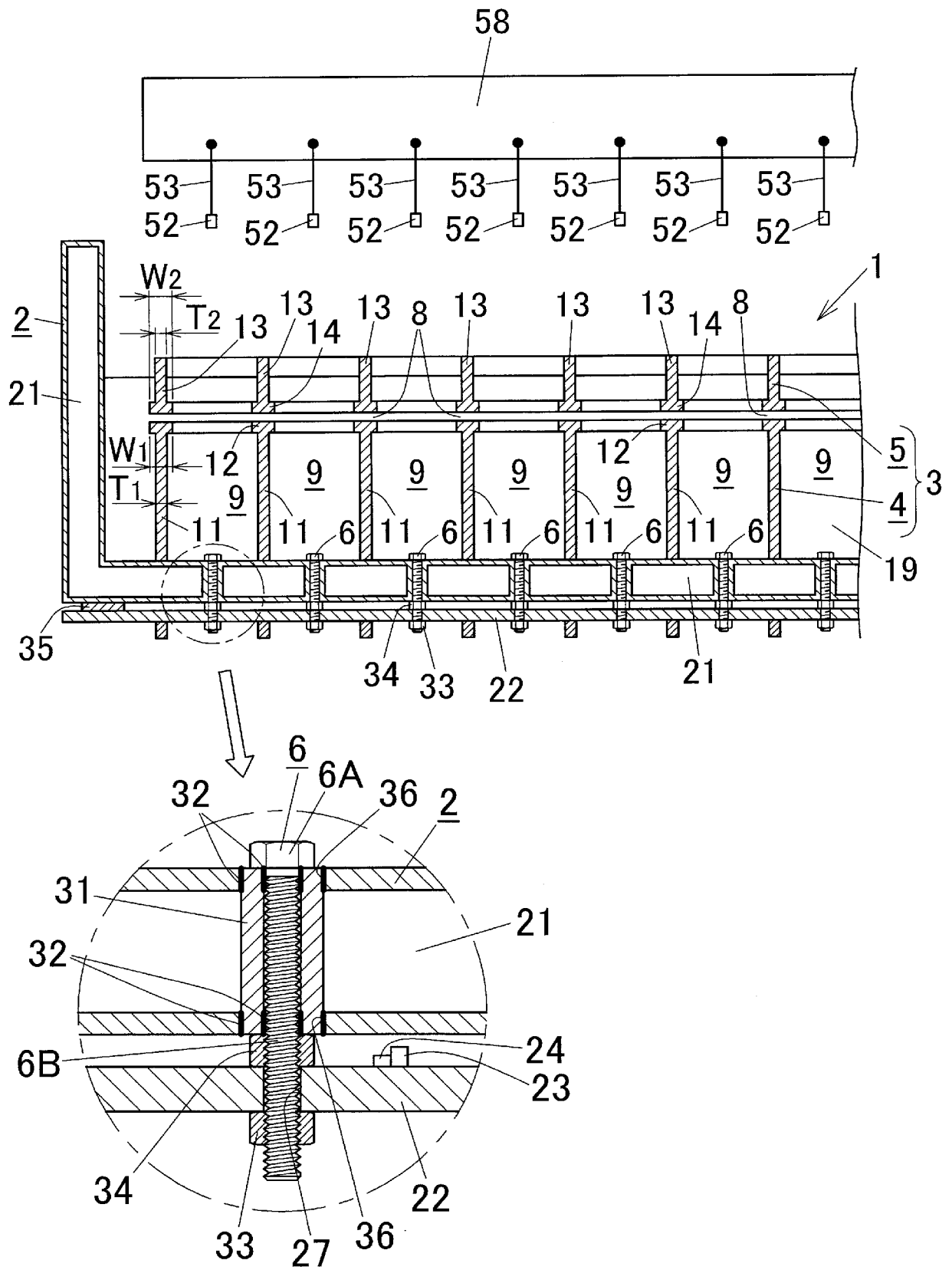
[図1]



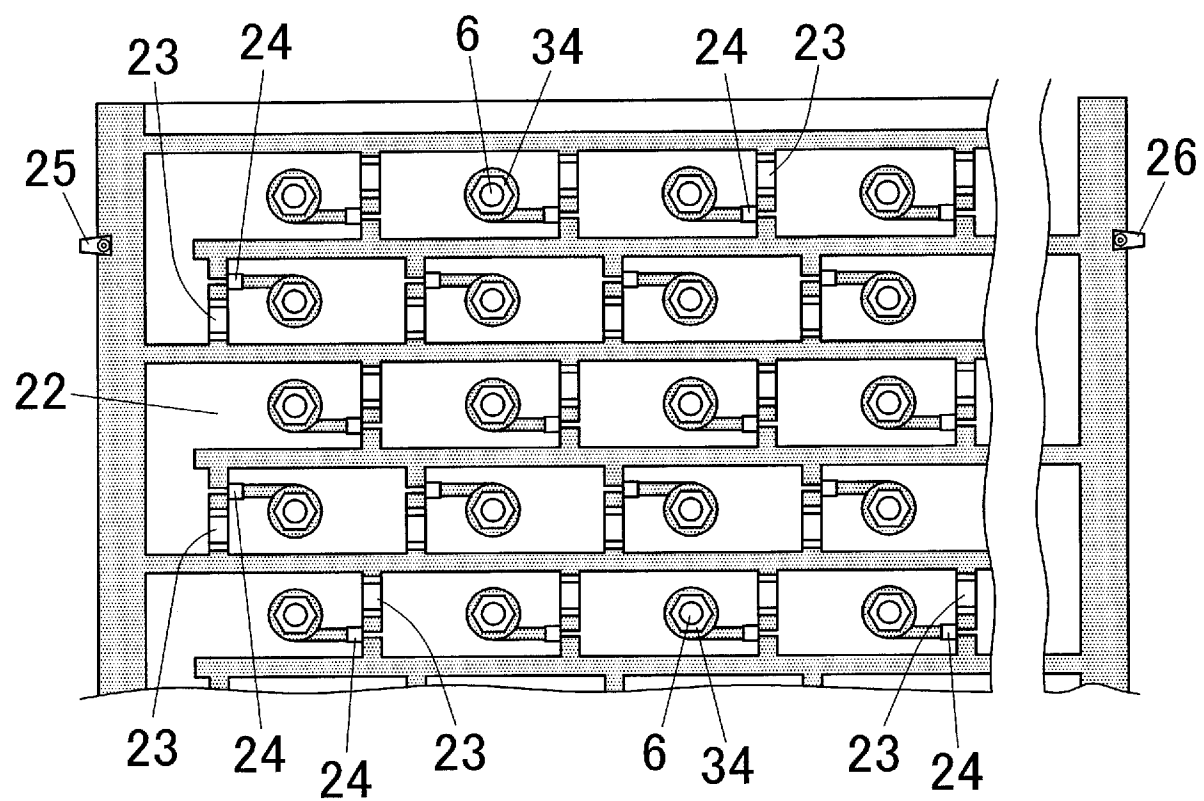
[図2]



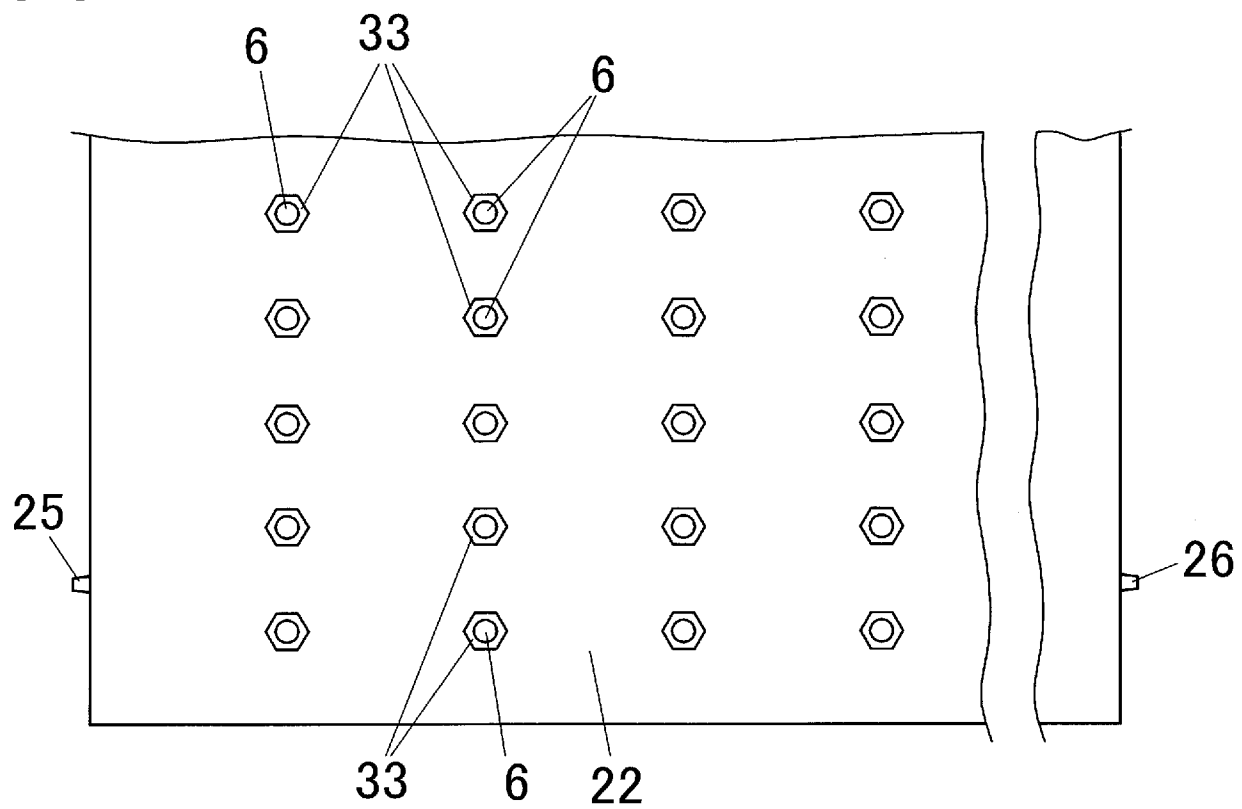
[図3]



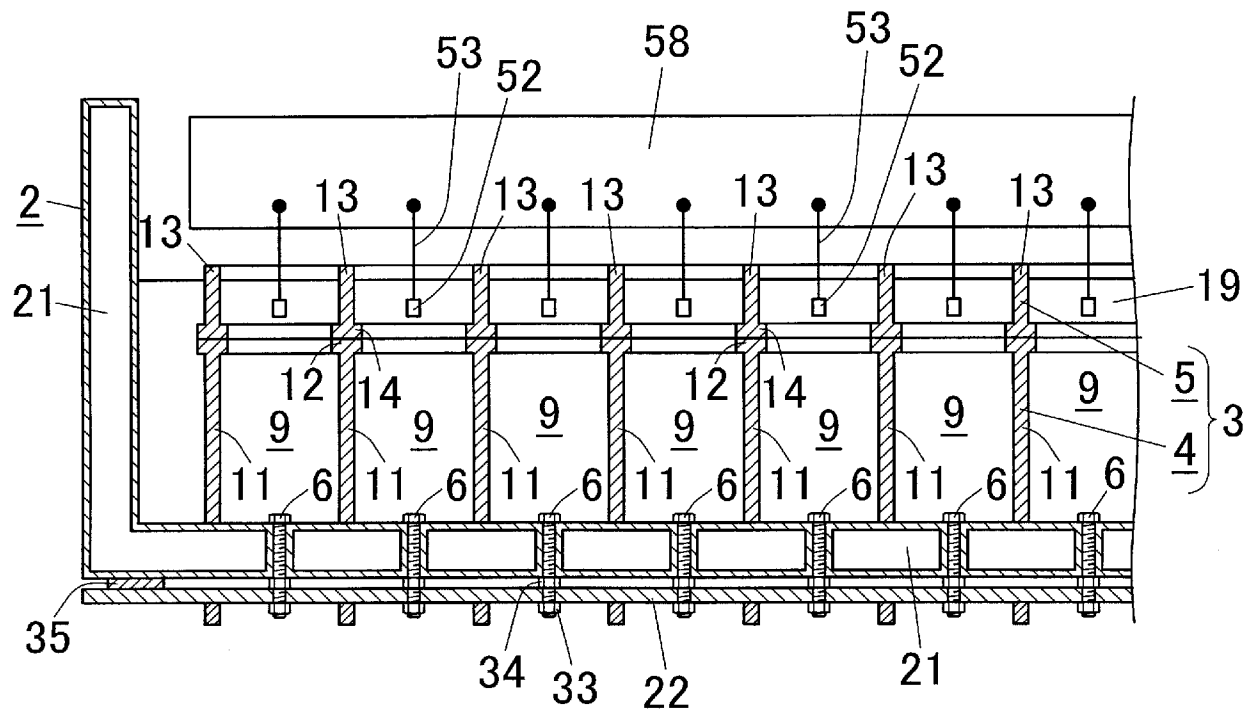
[図4]

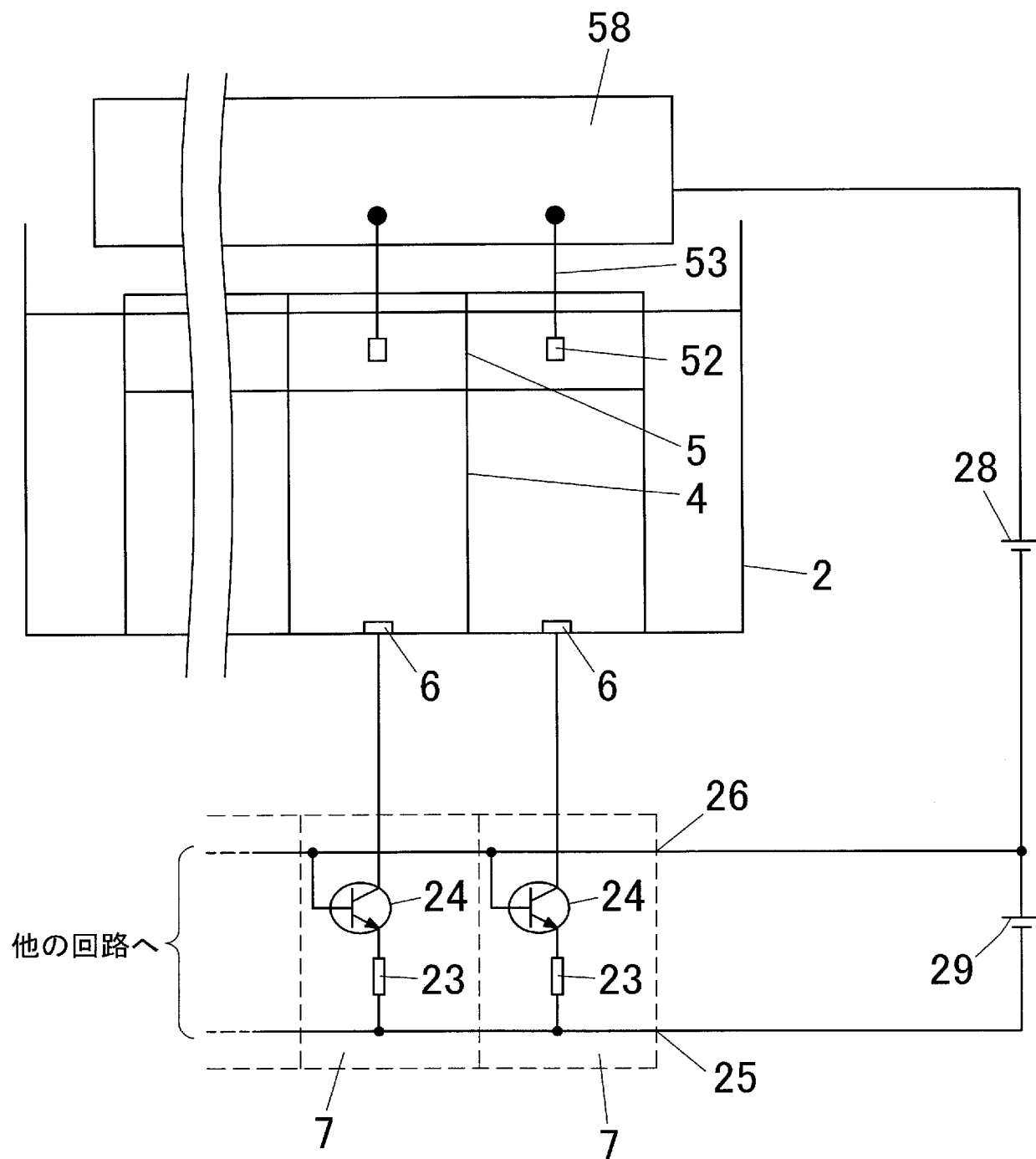


[図5]

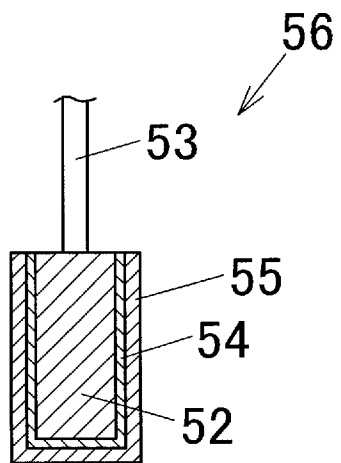


[図6]





[図8]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/071990

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01G13/00 (2006.01) i, H01G9/00 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01G13/00, H01G9/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2006/28286 A2 (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 16 March 2006 (16.03.2006), page 3, line 17 to page 7, line 32 & US 2006/0051928 A1 & KR 10-2007-0053769 A & CN 101015030 A	1-14
A	WO 2007/49688 A2 (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 03 May 2007 (03.05.2007), entire text; all drawings & JP 4049804 B	1-14

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
02 March, 2011 (02.03.11)

Date of mailing of the international search report
15 March, 2011 (15.03.11)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/071990

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2-298010 A (Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.), 10 December 1990 (10.12.1990), page 2, upper right column, line 18 to page 4, upper right column, line 1 (Family: none)	1-14

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. H01G13/00(2006.01)i, H01G9/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. H01G13/00, H01G9/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 1 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 1 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 1 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	WO 2006/28286 A2 (昭和電工株式会社) 2006.03.16, 第3頁第17行乃至第7頁第32行 & US 2006/0051928 A1 & KR 10-2007-0053769 A & CN 101015030 A	1-14
A	WO 2007/49688 A2 (昭和電工株式会社) 2007.05.03, 全文, 全図 & JP 4049804 B	1-14
A	JP 2-298010 A (松下電器産業株式会社) 1990.12.10, 第2頁右上欄第18行乃至第4頁右上欄第1行 (ファミリーなし)	1-14

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 2 . 0 3 . 2 0 1 1

国際調査報告の発送日

1 5 . 0 3 . 2 0 1 1

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

重田 尚郎

5 R

9 2 9 8

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 5 6 5