

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6528076号  
(P6528076)

(45) 発行日 令和1年6月12日(2019.6.12)

(24) 登録日 令和1年5月24日(2019.5.24)

(51) Int.Cl.	F I				
HO 1 G 9/048 (2006.01)	HO 1 G 9/048	G			
HO 1 G 9/042 (2006.01)	HO 1 G 9/042				
HO 1 G 9/045 (2006.01)	HO 1 G 9/045				
HO 1 G 9/052 (2006.01)	HO 1 G 9/052	5 0 0			
HO 1 G 9/00 (2006.01)	HO 1 G 9/00	2 9 0 D			
請求項の数 12 (全 16 頁) 最終頁に続く					

(21) 出願番号	特願2014-207908 (P2014-207908)	(73) 特許権者	314012076
(22) 出願日	平成26年10月9日(2014.10.9)		パナソニックIPマネジメント株式会社
(65) 公開番号	特開2016-76674 (P2016-76674A)		大阪府大阪市中央区城見2丁目1番61号
(43) 公開日	平成28年5月12日(2016.5.12)	(74) 代理人	100106116
審査請求日	平成29年9月5日(2017.9.5)		弁理士 鎌田 健司
		(74) 代理人	100115554
			弁理士 野村 幸一
		(72) 発明者	石本 仁
			大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内
		(72) 発明者	庄司 昌史
			大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 電極箔とその製造方法および電解コンデンサ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

第1金属を含む金属基材と、第2金属を含み前記金属基材上に形成された多孔質層とを備え、

前記第2金属は、前記第1金属より融点が高い弁作用金属またはその合金であり、前記金属基材には、少なくとも前記第1金属と前記第2金属とを含む合金粒子を有することを特徴とする電極箔。

【請求項2】

前記合金粒子は、前記金属基材の厚さ方向において中心付近よりも、前記多孔質層との界面近傍に多く存在していることを特徴とする請求項1に記載の電極箔。

【請求項3】

前記第1金属がアルミニウム、またはアルミニウム合金であることを特徴とする請求項1または2に記載の電極箔。

【請求項4】

前記第2金属がタンタル、またはニオブ、またはタンタルとニオブとの合金、またはチタンと珪素との合金であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の電極箔。

【請求項5】

前記金属基材内に空孔を有することを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の電極箔。

【請求項6】

請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の電極箔を用いた電解コンデンサ。

【請求項 7】

第 1 金属を含む金属基材の表面に、併作用金属またはその合金を含む第 2 金属の粉末を含む塗料層を形成した後、前記塗料層を焼結することにより前記金属基材の表面に多孔質層を形成する電極箔の製造方法において、

前記粉末の平均粒径が 300 nm 以下であり、

前記塗料層を 500 ~ 800 で焼成することにより、前記金属基材内に第 1 金属と第 2 金属とを含む合金粒子が形成されることを特徴とする電極箔の製造方法。

【請求項 8】

前記塗料層を形成する金属基材の表面が粗面化されていることを特徴とする請求項 7 に記載の電極箔の製造方法。 10

【請求項 9】

前記第 1 金属がアルミニウムであることを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の電極箔の製造方法。

【請求項 10】

前記第 2 金属がタンタルまたはニオブまたはタンタルとニオブの合金であることを特徴とする請求項 7 乃至 9 のいずれかに記載の電極箔の製造方法。

【請求項 11】

アルミニウムからなる金属基材の表面に、タンタルまたはニオブの粉末を含む塗料層を形成した後、前記塗料層を焼結することにより前記金属基材の表面に多孔質層を形成する電極箔の製造方法において、 20

前記粉末の平均粒径が 300 nm 以下であり、

前記塗料層を焼成する温度が 500 ~ 800 であることを特徴とする電極箔の製造方法

。

【請求項 12】

アルミニウムおよびジルコニウムの合金からなる金属基材の表面に、チタンおよび珪素の合金からなる粉末を含む塗料層を形成した後、前記塗料層を焼結することにより前記金属基材の表面に多孔質層を形成する電極箔の製造方法において、

前記粉末の平均粒径が 300 nm 以下であり、

前記塗料層を焼成する温度が 500 ~ 800 であることを特徴とする電極箔の製造方法 30

。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、コンデンサに用いる電極箔とその製造方法および、前記電極箔を用いた電解コンデンサに関する。

【背景技術】

【0002】

近年、電子機器の小形化および高機能化に伴い、電子回路の小形化、高集積化、および動作周波数の高周波化が進められている。電子回路に用いられる電子部品に関しても同様に小形化および高性能化が求められており、小形大容量、低インピーダンスであることが求められている。 40

【0003】

体積当たりの静電容量が大きいコンデンサとしては、併作用金属を陽極体として、その酸化被膜を誘電体としたコンデンサが広く使用されており、例えば表面をエッチングにより粗面化したアルミ箔を陽極酸化して酸化アルミを形成したアルミ電解コンデンサ、タンタルの多孔質体を陽極酸化してタンタルの酸化物を形成したタンタル電解コンデンサ、ニオブの多孔質体を陽極酸化してニオブの酸化物を形成したニオブ電解コンデンサが挙げられる。中でもタンタルの酸化物およびニオブの酸化物は、アルミの酸化物に比較して、誘電率が大きいため、タンタルやニオブは小形大容量のコンデンサの材料として、アルミよ 50

り適している。

【0004】

タンタルを用いた電解コンデンサまたはニオブを用いた電解コンデンサは、図5に示すように、タンタルの粉末またはニオブの粉末をタンタルまたはニオブよりなるワイヤー108を差し込んだ状態で、圧縮成型および焼結して形成された多孔質体102を陽極体101として用いているが、製法から多孔質体の小形化、および薄形化には限界があるため、得られる電解コンデンサの小形化にも限界が生じていた。

【0005】

これに対して、タンタルやニオブ等の弁作用金属の粉末を樹脂や溶媒等とともに混練してペースト状にしたものを、タンタルやニオブ等の弁作用金属箔の表面に塗布し、その後焼結して、弁作用金属箔の表面に弁作用金属の多孔質層が形成された箔状の電極体とし、この箔状の電極体を電解コンデンサの陽極体として用いることで、小形化と高容量を得ることが提案されている。

10

【0006】

ところが、このような焼結によって弁作用金属箔の表面に弁作用金属の多孔質層を形成した電極箔は、焼結時に弁作用金属の多孔質層が収縮するために、形成された弁作用金属の多孔質層と弁作用金属箔との密着力に不足を来し、この密着力の不足は、コンデンサの製造工程におけるハンドリング等において、弁作用金属箔からの弁作用金属の多孔質層の剥離を招くもので、結果的に電解コンデンサの信頼性を損なうものであった。

【0007】

20

そして、上記のような弁作用金属箔と弁作用金属の多孔質層との密着力の不足を改善する技術として、弁作用金属の多孔質層と弁作用金属箔との間に、弁作用金属の緻密層（接合層）を設ける技術も提案されている。

【0008】

しかしながら、この弁作用金属の緻密層は、真空設備を必要とするスパッタ法を用いて形成するもので、製造コストの大幅な増大に繋がり、量産技術としては採用が難しいものであった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

30

【特許文献1】特開2003-272958号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

本発明は、かかる課題を解決することを目的とするもので、電解コンデンサの陽極体となる電極箔において、製造コストを上昇させずに、信頼性を損なうことなく電解コンデンサの高容量化を図る技術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】

【0011】

上記目的を達成するために、本発明の電極箔は、金属基材と、この金属基材上に形成された多孔質層とを備え、この多孔質層は、金属基材より融点が高い弁作用金属またはその合金から構成され、金属基材には、少なくとも金属基材の成分と多孔質層の成分とを含む合金粒子を有するようにする。

40

【0012】

また、本発明の電極箔の製造方法は、金属基材の表面に、平均粒径が300nm以下の弁作用金属の粉末を含む塗料を塗布して塗料層を形成した後、500～800の温度で塗料層を焼結することにより金属材の表面に弁作用金属の多孔質層を形成することとする。

【発明の効果】

【0013】

50

本発明に係る電極箔及びその製造方法によれば、製造コストを上昇させずに、信頼性を損なうことなく、電解コンデンサの高容量化を図ることができる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】本発明の実施の形態1における電極箔の断面図

【図2】本発明の実施の形態2における電極箔の断面図

【図3】(a)本発明の実施の形態1における電極箔を用いた電解コンデンサのコンデンサ素子の斜視図、(b)同コンデンサ素子における陽極体、陰極体及びセパレータの積層関係を説明するための図。

【図4】本発明の実施の形態1における電解コンデンサの構造を示す断面図

10

【図5】従来のタンタル電解コンデンサの陽極体を示す斜視図

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下、本発明の実施の形態について図面を参照しながら説明する。なお図面では理解しやすいように寸法の縦横比等を適宜変えて示している。

【0016】

(実施の形態1)

図1は実施の形態1における電極箔の断面構造を示す図である。図3(a)は本発明の実施の形態1における電極箔を用いたコンデンサ素子の斜視図である。図3(b)は、図3(a)に示す本発明の実施の形態1における電極箔を用いたコンデンサ素子の、陽極体、陰極体及びセパレータの積層関係を説明するための図である。図4は、本発明の実施の形態1における電解コンデンサの構造を示す断面図である。

20

【0017】

図1に示すように、本実施の形態の電極箔1は、金属基材2と、この金属基材2の表面に形成された多孔質層3とを備えている。多孔質層3は、弁作用金属または弁作用金属の合金よりなり、この多孔質層3を形成する弁作用金属または弁作用金属の合金の融点は金属基材2よりも高くなっている。

【0018】

そして金属基材2は合金粒子4を有し、この合金粒子4は金属基材2の成分と多孔質層3の成分とを含んでいる。この粒子の粒径は0.1~10μmが好ましい。

30

【0019】

このように、金属基材2の成分と多孔質層3の成分とを含んだ合金粒子4が、金属基材2内に存在することによって、金属基材2の見かけの熱膨張率が多孔質層3の熱膨張率に近くなり、焼結中から焼結後にかけての大きな温度変化によって生じる金属基材2の収縮量と、多孔質層3の収縮量との収縮量の差が小さくなり、その結果、金属基材2と、多孔質層3との界面に生じる応力が小さくなり、金属基材2と多孔質層3との密着力の低下を抑制することができるものである。

【0020】

金属基材2の材料としては、タンタル、ニオブ、アルミニウムまたはアルミニウムとジルコニウムとの合金の箔が使用できるが、アルミニウムまたはアルミニウムとジルコニウムとの合金の箔が、融点、電気特性、コストの面で好ましい。金属基材2の厚さは30~200μmであることが好ましい。基材の厚さが200μmを超えると従来のエッチング箔を使用する場合に比べて、製品化したときの静電容量密度の優位性が小さくなる。また30μm未満では金属基材2の強度が弱くなり、電極箔1の製造時や、電解コンデンサの製造時に破断しやすくなる。

40

【0021】

多孔質層3の材料としては、融点が金属基材2よりも高く、コンデンサの電極材に適した材料として、タンタル、ニオブ、タンタルとニオブとの合金、チタンと珪素の合金などが使用できる。多孔質層3の厚さは10~100μmであることが好ましい。10μm未満では静電容量密度の優位性が小さくなる。また、100μmを超えると電極箔1の剛性

50

が高くなり、電解コンデンサの製造時のハンドリングや素子形成に支障を来たすようになる。

【0022】

電極箔1は図3(a)、(b)に示すように、陽極体6としてリード端子11Aが接続され、リード端子11Bが接続された陰極体7およびセパレータ8とともに積層され、積層された状態において一端部から巻回されてコンデンサ素子12が構成されている。

【0023】

コンデンサ素子12は図4に示すように、電解液16とともに、有底筒状のケース13と封口体14とにより構成される外装体15に、リード端子11A、11Bを外部に導出して封入され電解コンデンサ10となっている。

10

【0024】

次に、実施の形態1における電極箔1の製造方法について説明する。

【0025】

アルミニウム箔またはアルミニウムとジルコニウムとの合金箔よりなる金属基材2の表面に、平均粒径が300nm以下のタンタル、ニオブ等の弁作用金属の粉末と、樹脂と、溶剤とを混合したペースト状の塗料を、均一な厚さとなるように塗布して塗料層を形成する。

【0026】

次に、表面に塗料層が形成された金属基材2を約100~120 に加熱して、金属基材2の表面に形成された塗料層中に含まれる溶剤を除去し、続いて約350~450 に加熱して樹脂を分解除去した後、500~800 の温度で塗料層を焼結することにより金属基材2上に弁作用金属の多孔質層3を形成する。

20

【0027】

このように、多孔質層3を形成する弁作用金属の粉末の平均粒径を、300nm以下とし、焼結温度を500~800 とすることによって、金属基材2の熔融を引き起こすことなく、金属基材2内に金属基材2の成分と多孔質層3の成分とを含んだ合金粒子4が形成される。

【0028】

なお、弁作用金属の粉末の粒径が小さいほど、金属基材2内に合金粒子4をより多く形成させることができるが、多孔質層3を形成する弁作用金属の粉末の平均粒径を、120nm以下とすることがより好ましい。弁作用金属の粉末の平均粒径を、120nm以下とすることによって、同じ重量或いは同じ体積で平均粒径が120nmを超える弁作用金属の粉末を用いた場合に比べて、金属基材2の中へ弁作用金属の粉末の成分が、より拡散し易くなり、その結果金属基材2の中に合金粒子4をより多く形成させることができ、金属基材2と多孔質層3との密着力の低下を抑制する効果が大きくなる。

30

【0029】

また、電極箔1の製造方法において、金属基材2にアルミニウムまたはアルミニウムの合金を用いて、弁作用金属の多孔質層3を形成する焼結温度を500~800 とすることは、従来のようなタンタル、ニオブ等の弁作用金属のみで電極箔を形成する場合の焼結温度である1000~1200 に比べて温度が大幅に低くなるので、焼結中から焼結後にかけての温度変化による、多孔質層3へのクラックの発生を抑制することができる。

40

【0030】

さらに、焼結温度が高いと、弁作用金属の粉末どうしが結合し易くなり、弁作用金属の粉末と金属基材2とが結合し難くなる傾向があるが、焼結温度を低くすることで、金属基材2と、多孔質層3とが結合し易くなり、金属基材2と、多孔質層3との密着力をより高めることができる。

【0031】

なお、弁作用金属の粉末の平均粒径とは、d50で定義される平均粒径である。

【0032】

また、金属基材2内の合金粒子4の有無は、光学顕微鏡等による断面観察で確認できる

50

## 【0033】

またその成分は、電子線マイクロアナライザー（EPMA）等による分析で確認できる。

## 【0034】

（実施の形態2）

図2は実施の形態2における電極箔の断面構造を示す図である。

## 【0035】

図2に示すように、実施の形態2の電極箔21は、金属基材22と、この金属基材22の表面に形成された多孔質層23とを備えている。多孔質層23は、弁作用金属または弁作用金属の合金よりなり、融点が金属基材22よりも高くなっている。そして金属基材22は合金粒子24を有し、この合金粒子24は金属基材22の成分と多孔質層23の成分とを含んでいる。ここまでの構成は実施の形態1と同じであるので詳しい説明は省略する。

10

## 【0036】

実施の形態2が実施の形態1と異なっているのは、実施の形態2では、実施の形態1の構成に加えて、金属基材22に深さ方向の寸法が0.1～40μmの概筒状の空孔25を有していることである。

## 【0037】

このように金属基材22に空孔25を有することによって、金属基材22の柔軟性が更に増すことになるので、実施の形態1よりも更に金属基材22と多孔質層23との密着力を向上することができる。

20

## 【0038】

なお、空孔25の直径は10μm以下が好ましい。これより大きくなると金属基材22の強度が低下する。

## 【0039】

なお、空孔25の直径は顕微鏡等による断面観察により確認できる。

## 【0040】

次に、実施の形態2における電極箔21の製造方法について説明する。

## 【0041】

実施の形態2における電極箔21の製造方法は、使用する金属基材22が異なる以外は、実施の形態1と同じである。

30

## 【0042】

実施の形態2では、金属箔の表面を粗面化して、表面から深さ方向に形成されたピットを有する金属箔を金属基材22とする。金属箔の表面を粗面化する方法としては、一般的な電解コンデンサに用いられる電極箔の粗面化と同様に、金属箔をエッチング処理して、金属箔の表面にピットを形成する方法が適用できる。

## 【0043】

金属箔の表面を粗面化して作製された金属基材22の表面に、実施の形態1と同じ方法で弁作用金属の粉末を焼結して多孔質層23を形成する。

40

## 【0044】

焼結によって金属基材22内には、実施の形態1と同様に、金属基材22の成分と多孔質層23の成分とを含んだ合金粒子24が形成される。

## 【0045】

そして、表面が粗面化された金属基材22を用いているので、焼結後の金属基材22内に空孔25が形成される。

## 【0046】

なお、実施の形態2の電極箔21の製造方法で用いる金属基材22の表面の粗面化の形状としては、ピットの直径は0.1μm～10μmが好ましく、これより大きくなると金属基材22の強度が低下し、小さくなると空孔25が形成され難くなる。また、ピットの

50

深さは5～80 μmが好ましく、これより深くなると金属基材22の強度が低下し、浅くなると空孔25が形成され難くなる。

【0047】

なお、金属基材22の表面を粗面化することによって形成されるピットの深さを5～15 μmにすれば、金属基材22の成分と多孔質層23の成分とを含む合金粒子24を、金属基材22の厚さ方向において中心付近よりも、多孔質層23との界面付近に多く形成することができる。

【0048】

このように合金粒子24を多孔質層23との界面付近に多く存在させることで、合金粒子24と多孔質層23とが接触する確率が高くなるので、金属基材22と多孔質層23の密着力をさらに高めることができる。

10

【0049】

なお、上記の実施の形態2においては、金属基材22に概筒状の空孔25を有しているが、空孔の形状は筒状に限られものではない。空孔の形状は、金属基材22となる金属箔の表面の粗面化方法、条件によって制御することができる。

【実施例】

【0050】

以下本発明の具体的な実施例について説明する。

【0051】

(実施例1)

20

金属基材として厚さが100 μmのアルミニウム(A1)箔を用い、このアルミニウム箔の表面に、弁作用金属の粉末として100 kCV/g、平均粒径が120 nmのタンタル(Ta)の粉末を100重量部、バインダーとなる樹脂としてポリビニルアルコール樹脂を10重量部、溶媒として有機溶媒を100重量部、を含むペースト状の塗料を、ダイコート法によって厚さが30 μmになるように塗布し塗料層を形成した。その後、塗料層が形成されたアルミニウム箔を、温度が100 の高温槽中に1時間静置して、塗料中の有機溶媒を除去した。

【0052】

次に、有機溶媒が除去され、タンタルの微粒子とポリビニルアルコール樹脂との混合物の層が表面に形成されたアルミニウム箔を、温度が700 で、圧力が $5.5 \times 10^{-3}$  Paの真空焼結炉中に30分間静置して、ポリビニルアルコール樹脂の除去と、タンタルの粉末の焼結とを行い、アルミニウム箔上にタンタルの多孔質層が形成された電極箔を作製した。

30

【0053】

焼結後この電極箔の基材となるアルミニウム箔中にはアルミニウムとタンタルとを含む合金粒子が形成されていた。

【0054】

次に、表面にタンタルの多孔質層が形成されたアルミニウム箔を、アジピン酸アンモニウム水溶液中で、電圧を印加してアルミニウム箔と、多孔質層との表面に誘電体層となる化成被膜を形成した。

40

【0055】

そして、この電極箔を用いて以下の手順で電解コンデンサを作製した。

【0056】

陽極体として、アルミニウム箔の表面にタンタルの多孔質層を形成した電極箔を用い、陰極体として、表面をエッチングにより粗面化したアルミニウム箔を用いる。

【0057】

陽極体には陽極リード端子を接続し、陰極体には陰極リード端子を接続し、陽極体と陰極体とを、厚さが60 μmの不織布よりなるセパレータを介して対向するように重ねて巻回し、巻回型のコンデンサ素子を形成した。

【0058】

50

そしてこのコンデンサ素子を、電解液とともにアルミニウム製の有底円筒状のケースに収納し、封口材で封止して、定格電圧 2.5 V、容量 470  $\mu$ F の電解コンデンサを作製した。

【0059】

(実施例 2)

実施例 2 では、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なることと、弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

【0060】

実施例 2 では、弁作用金属の粉末として、250 kCV/g、平均粒径が 80 nm のタングスタルの粉末を用い、弁作用金属の粉末の焼結時の温度を 600 とした。

10

【0061】

(実施例 3)

実施例 3 では、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なることと、弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

【0062】

実施例 3 では、弁作用金属の粉末として、300 kCV/g、平均粒径が 50 nm のタングスタルの粉末を用い、弁作用金属の粉末の焼結時の温度を 600 とした。

【0063】

20

(実施例 4)

実施例 4 では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

【0064】

実施例 4 では、金属基材として、エッチングによってスポンジ状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu$ m のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、50 kCV/g、平均粒径が 300 nm のタングスタルの粉末を用い、焼結時の温度を 800 とした。

【0065】

30

(実施例 5)

実施例 5 では、金属基材が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

【0066】

実施例 5 では、金属基材として、エッチングによってスポンジ状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu$ m のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、100 kCV/g、平均粒径が 120 nm のタングスタルの粉末を用い、焼結時の温度を 700 とした。

【0067】

(実施例 6)

40

実施例 6 では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

【0068】

実施例 6 では、金属基材として、エッチングによってスポンジ状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu$ m のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、250 kCV/g、平均粒径が 80 nm のタングスタルの粉末を用い、焼結時の温度を 700 とした。

【0069】

(実施例 7)

実施例 7 では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径

50

が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

【0070】

実施例 7 では、金属基材として、エッチングによってスポンジ状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、300 kCV/g、平均粒径が 50 nm のタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を 600 とした。

【0071】

(実施例 8)

実施例 8 では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

10

【0072】

実施例 8 では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、50 kCV/g、平均粒径が 300 nm のタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を 800 とした。

【0073】

(実施例 9)

実施例 9 では、金属基材が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔および電解コン

20

デンサを作製した。

【0074】

実施例 9 では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、100 kCV/g、平均粒径が 120 nm のタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を 700 とした。

【0075】

(実施例 10)

実施例 10 では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1

30

と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

【0076】

実施例 10 では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、250 kCV/g、平均粒径が 80 nm のタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を 600 とした。

【0077】

(実施例 11)

実施例 11 では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1

40

と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

【0078】

実施例 11 では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、300 kCV/g、平均粒径が 50 nm のタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を 600 とした。

【0079】

(実施例 12)

実施例 12 では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1

50

と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

【0080】

実施例12では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが100 $\mu$ mのアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、300kCV/g、平均粒径が50nmのタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を500とした。

【0081】

(実施例13)

実施例13では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の材質が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例1と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

10

【0082】

実施例13では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが100 $\mu$ mのアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、100kCV/g、平均粒径が120nmのニオブの粉末を用い、焼結時の温度を600とした。

【0083】

(実施例14)

実施例14では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の材質および平均粒径が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例1と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

20

【0084】

実施例14では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが100 $\mu$ mのアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、250kCV/g、平均粒径が80nmのニオブの粉末を用い、焼結時の温度を600とした。

【0085】

(実施例15)

実施例15では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の材質が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例1と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

30

【0086】

実施例15では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが100 $\mu$ mのアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、300kCV/g、平均粒径が50nmのニオブの粉末を用い、焼結時の温度を600とした。

【0087】

(実施例16)

実施例16では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の材質が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例1と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

40

【0088】

実施例16では、金属基材として、厚さが100 $\mu$ mのアルミニウムとジルコニウムの合金箔を用い、弁作用金属の粉末として、平均粒径が100nmのチタンと珪素の合金の粉末を用い、焼結時の温度を600とした。

【0089】

(実施例17)

実施例17では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の材質が異なること以外は、実施例1と同様に電極箔および電解コンデンサを作製した。

【0090】

50

実施例 17 では、金属基材として、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウムとジルコニウムの合金箔を用い、弁作用金属の粉末として、平均粒径が 100 nm のチタンと珪素の合金の粉末を用い、焼結時の温度を 700 とした。

【0091】

次に比較例について説明する。

【0092】

(比較例 1)

比較例 1 では、弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔の作製および電解コンデンサの作製を試みた。

【0093】

比較例 1 では、金属基材として、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、100 kCV/g、平均粒径が 120 nm のタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を 480 とした。

【0094】

(比較例 2)

比較例 2 では、弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔の作製を試みた。

【0095】

比較例 2 では、金属基材として、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、300 kCV/g、平均粒径が 50 nm のタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を 820 とした。

【0096】

(比較例 3)

比較例 3 では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔の作製および電解コンデンサの作製を試みた。

【0097】

比較例 3 では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、50 kCV/g、平均粒径が 300 nm のタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を 480 とした。

【0098】

(比較例 4)

比較例 4 では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔の作製を試みた。

【0099】

比較例 4 では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、50 kCV/g、平均粒径が 300 nm のタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を 820 とした。

【0100】

(比較例 5)

比較例 5 では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例 1 と同様に電極箔の作製および電解コンデンサの作製を試みた。

【0101】

比較例 5 では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが 100  $\mu\text{m}$  のアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、300 kCV/g、平均粒径が 50 nm のタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を 48

10

20

30

40

50

0 とした。

【0102】

(比較例6)

比較例6では、金属基材が異なることと、多孔質層となる弁作用金属の粉末の平均粒径が異なること、および弁作用金属の粉末の焼結時の温度が異なること以外は、実施例1と同様に電極箔の作製を試みた。

【0103】

比較例6では、金属基材として、エッチングによってストレート状のピットを表面に形成して粗面化した、厚さが100 $\mu$ mのアルミニウム箔を用い、弁作用金属の粉末として、300kCV/g、平均粒径が50nmのタンタルの粉末を用い、焼結時の温度を820

10

0 とした。

【0104】

実施例1～17で作成した電極箔と電解コンデンサ、および比較例1、3、5で作成した電極箔を評価した。

【0105】

電極箔については、焼結後の金属基材内の合金粒子の有無と粒子の成分の分析と、テープ剥離試験による金属基材からの多孔質層の剥離状態の評価および容量とCV値とを測定した。

【0106】

電解コンデンサについては、容量とCV値とを測定した。

20

【0107】

実施例1～17において、陽極体として金属基材の表面に、弁作用金属の多孔質層を設けた電極箔を用いた電解コンデンサは、多孔質層を設けない電極箔を用いた電解コンデンサに比較して高容量化が認められた(表中記載せず)。これは、実施例1～17で作製した電極箔の容量から計算により求められた値と略同じであった。

【0108】

評価結果を表1に示す。

【0109】

【表 1】

	金属基材・ 表面形状	弁作用金属粉末			焼結 温度 (℃)	電極箔 容量 ( $\mu\text{F}/\text{cm}^2$ )	電極箔 CV 値 ( $\mu\text{F}\cdot\text{V}/\text{cm}^2$ )	金属基材内 粒子 有無・成分	多孔質層 剥離有無等
		材質	粉末 CV 値 (kCV/g)	粒径 (nm)					
実施例 1	アルミ プレーン箔	Ta	100	120	700	149.5	721	Al-Ta	無
実施例 2	アルミ プレーン箔	Ta	250	80	600	412.8	1870	Al-Ta	無
実施例 3	アルミ プレーン箔	Ta	300	50	600	500.2	2241	Al-Ta	無
実施例 4	アルミスポンジ状 エッチング箔	Ta	50	300	800	172.0	778	Al-Ta	無
実施例 5	アルミスポンジ状 エッチング箔	Ta	100	120	700	261.8	1184	Al-Ta	無
実施例 6	アルミスポンジ状 エッチング箔	Ta	250	80	700	689.2	2964	Al-Ta	無
実施例 7	アルミスポンジ状 エッチング箔	Ta	300	50	600	904.2	3705	Al-Ta	無
実施例 8	アルミストレート 状エッチング箔	Ta	50	300	800	130.6	588	Al-Ta	無
実施例 9	アルミストレート 状エッチング箔	Ta	100	120	700	257.9	1171	Al-Ta	無
実施例 10	アルミストレート 状エッチング箔	Ta	250	80	600	715.5	3011	Al-Ta	無
実施例 11	アルミストレート 状エッチング箔	Ta	300	50	600	917.1	3617	Al-Ta	無
実施例 12	アルミストレート 状エッチング箔	Ta	300	50	500	917.8	3680	Al-Ta	無
実施例 13	アルミストレート 状エッチング箔	Nb	100	120	600	223.4	1005	Al-Nb	無
実施例 14	アルミストレート 状エッチング箔	Nb	250	80	600	558.2	2512	Al-Nb	無
実施例 15	アルミストレート 状エッチング箔	Nb	300	50	600	669.1	3011	Al-Nb	無
実施例 16	アルミ-ジルコニウ ム箔	Ti-Si	—	100	600	170.5	767	Al-Zr-Ti-Si	無
実施例 17	アルミ-ジルコニウ ム箔	Ti-Si	—	100	700	163.8	740	Al-Zr-Ti-Si	無
比較例 1	アルミ プレーン箔	Ta	100	120	480	—	—	無	部分剥離 発生
比較例 2	アルミ プレーン箔	Ta	300	50	820	—	—	—	箔溶解
比較例 3	アルミストレート 状エッチング箔	Ta	50	300	480	—	—	無	部分剥離 発生
比較例 4	アルミストレート 状エッチング箔	Ta	50	300	820	—	—	—	箔溶解
比較例 5	アルミストレート 状エッチング箔	Ta	300	50	480	—	—	無	部分剥離 発生
比較例 6	アルミストレート 状エッチング箔	Ta	300	50	820	—	—	—	箔溶解

10

20

30

40

## 【0110】

表 1 に示すように実施例 1～17 で作製した電極箔において、金属基材内に金属基材の成分と多孔質層の成分とを含む合金粒子が存在し、テープ剥離試験において、金属基材からの多孔質層の剥離は認められなかった。

## 【0111】

一方、比較例 1、3、5 については、金属基材からの多孔質層の剥離が認められ、電解コンデンサを作製することができなかった。また、金属基材内に金属基材の成分と多孔質層の成分とを含む合金粒子は存在しなかった。

## 【0112】

50

また、比較例 2、4、6 については、金属基材が溶融してしまったため、コンデンサを作製することができなかった。

【0113】

また、金属基材内に金属基材の成分と多孔質層の成分とを含む合金粒子を形成するためには、金属基材の表面で、平均粒径が 300 nm 以下の弁作用金属の粉末を 500 ~ 800 の温度範囲で焼結して、金属基材の表面に多孔質層を形成すればよいことがわかる。

【産業上の利用可能性】

【0114】

本発明は、信頼性が高く、小形で大容量が求められる電解コンデンサに適用できる。

【符号の説明】

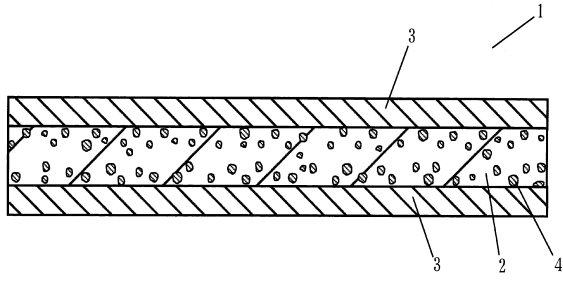
10

【0115】

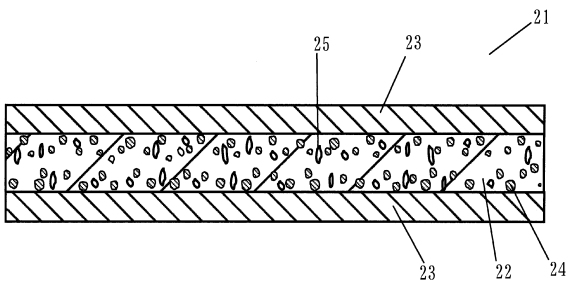
- 1、21 電極箔
- 2、22 金属基材
- 3、23 多孔質層
- 4、24 合金粒子
- 6 陽極体
- 7 陰極体
- 8 セパレータ
- 10 電解コンデンサ
- 11A、11B リード端子
- 12 コンデンサ素子
- 13 ケース
- 14 封口体
- 15 外装体
- 16 電解液
- 25 空孔

20

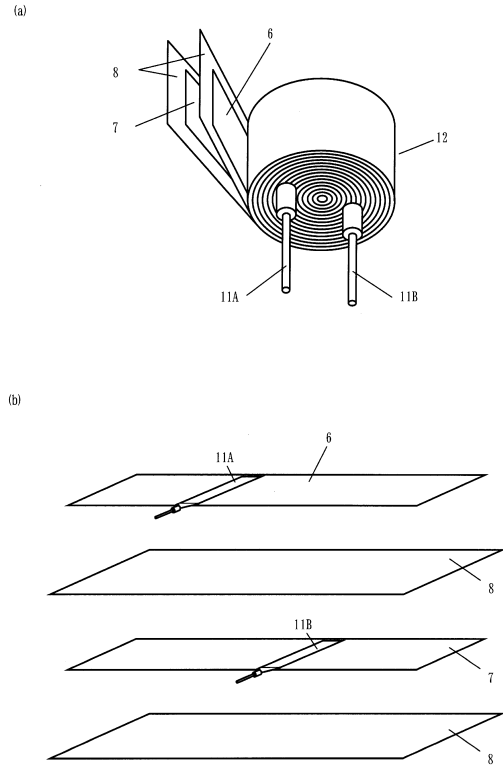
【図1】



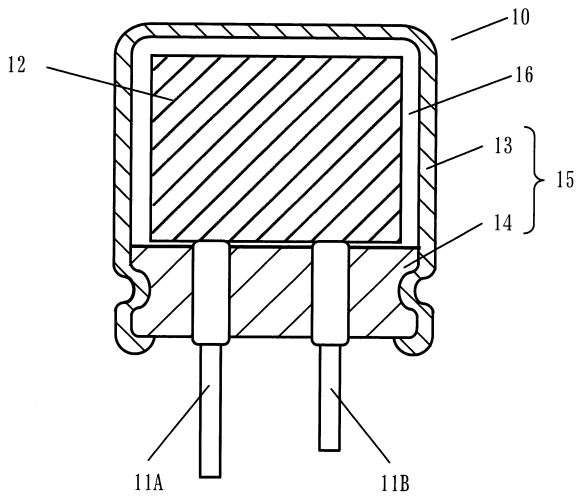
【図2】



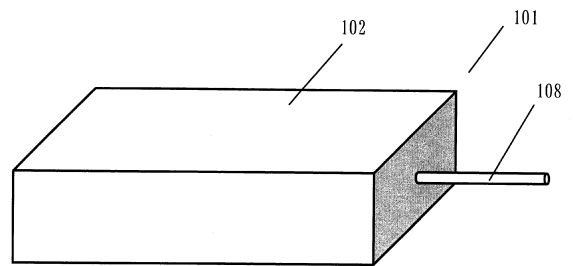
【図3】



【図4】



【図5】



## フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
H 0 1 G	9/15	(2006.01)	H 0 1 G	9/15	
B 2 2 F	7/04	(2006.01)	B 2 2 F	7/04	E
			B 2 2 F	7/04	D

- (72)発明者 島崎 幸博  
大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内
- (72)発明者 石川 香織  
大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内
- (72)発明者 野稲 啓二  
大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内
- (72)発明者 栗田 淳一  
大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内

審査官 鈴木 駿平

- (56)参考文献 特開2008-021761(JP,A)  
特開2005-340374(JP,A)  
特開2014-170862(JP,A)  
特開2001-217161(JP,A)  
特開2006-302917(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- |         |                     |
|---------|---------------------|
| H 0 1 G | 9 / 0 0 - 9 / 0 1 2 |
| H 0 1 G | 9 / 0 4 - 9 / 1 8   |
| H 0 1 G | 9 / 2 1 - 9 / 2 8   |
| B 2 2 F | 7 / 0 4             |