研究論文

アルミニウム陽極酸化における封孔処理への電解硫酸技術の適用

『永井達夫*.山本裕都喜*.坂本幸弘**

The Application of Electrolyzed Sulfuric Acid Technology for the Sealing Treatment on the Aluminum Anodizing

by

[†]Tatsuo NAGAI*, Yuzuki YAMAMOTO* and Yukihiro SAKAMOTO** (Received Dec. 21, 2015; Accepted Jan. 21, 2016)

Abstract

The aluminum anodizing consists of two steps. One is to generate the layer of aluminum oxide by anodizing, and the other is to stuff up the fine holes which are generated by anodizing. As electrolyzed sulfuric acid (ESA) has high oxidation reduction potential, it is imagined that ESA accelerates the oxidation rates of anodizing Al surface and stuffing up the holes. In stuffing up the holes, boiled water is used conventionally. This method is to hydrate aluminum oxide to Boehmite (alumina monohydrate), but the hydrate rate is very slow. On the other hand, ESA method is to dissolve the anodized layer partly and to oxidize the aluminum ion, not hydrate. In other words, the sealing theory of ESA stands up the balance of both reaction rates; the rate of Al dissolution and that of oxidation of Al ion, as the anodizing theory. Finally the sealing of the fine holes was done for two minutes by this new technology.

Keywords: Electrolyzed sulfuric acid, Aluminum anodizing, Sealing treatment, Oxidation reduction potential

緒言

筆者らの独自技術に電解硫酸 (Electrolyzed Sulfuric Acid, 以下ESA) がある. この技術は文字通り硫酸を電気分解し 得られる強酸化剤(ペルオキソ二硫酸、以下過硫酸)を利 用するものである¹⁾. 現在半導体製造プロセスにおいて,レ ジスト剥離工程及びシリサイド形成での金属選択エッチン グ工程等に利用されている²⁾. この酸化力を生かし, 他分野 and/or用途への展開ができないか検討している中,アルミニ ウム陽極酸化に着目し,微細孔形成における酸化剤の影響

について報告した 3). 次に、封孔処理にも適用を試みた 4).

現在封孔処理には沸騰水法が主に採用されているが、処 理時間が長い、封孔完成度が低い、処理コストが高いとい った課題を抱えている560. その課題を解決できる見込みを 得たので報告する.

2.1 Al陽極酸化 (開孔)

2. 実験装置および方法

まず硫酸濃度9 wt%, 過硫酸濃度10 g/L, 処理液温度293 K で開孔処理したAI箔を用意し3), そのAI箔を用いて封孔処理 した.

Fig.1にAI陽極酸化に使用した実験装置の概略を示す. 硫酸 溶液中に過硫酸を存在させるために, 陽極酸化処理用の硫酸 溶液を過硫酸生成用電解セルに導入して電解処理している. 使用したAl箔は、純度99.99 wt%、膜厚20.5 μ mである.

作製したフィルターの表面及び断面を走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, 以下SEM)で観察した.

平成 27 年 12 月 21 日受付

栗田工業株式会社開発本部:栃木県下都賀郡野木町川田

TEL 0280-54-1570 FAX 0280-57-2957

tatsuo.nagai@kurita.co.jp

KuritaWater Industries Ltd.: 1-1 Kawada, Nogi-machi,

Shimotsuga-gun, Tochigi 329-0105, Japan

千葉工業大学:千葉県習志野市津田沼 2-17-1 Chiba Institute of Technology: 2-17-1 Tsudanuma, Narashino-shi, Chiba 275-0016, Japan

†:連絡先/Corresponding author