

明 細 書

発明の名称：

表面処理アルミニウム材、その製造方法及び半導体製造装置用部材

技術分野

[0001] 本発明は、表面処理アルミニウム材、その製造方法及び半導体製造装置用部材に関する。

背景技術

[0002] アルミニウムまたはアルミニウム合金からなるアルミニウム材は、種々の用途に利用されている。これらのアルミニウム材の表面には、表面の保護などの目的で陽極酸化皮膜が設けられることがある。

[0003] 例えば特許文献1には、基板にプラズマ処理を施す基板処理装置用の部品において、前記部品を直流電源の陽極に接続し且つ有機酸を主成分とする溶液中に浸漬する陽極酸化処理によって前記部品の表面に形成された皮膜を備え、前記皮膜には沸騰水を用いた半封孔処理が施されることを特徴とする基板処理装置用の部品が記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2008-81815号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] しかし、特許文献1の部品は、陽極酸化皮膜の細孔が完全に閉塞されていないため、腐食性ガスやプラズマに対する耐久性が低いという問題がある。

[0006] 一方、特許文献1の部品において、腐食性ガスやプラズマに対する耐久性を高めるためには陽極酸化皮膜の細孔を完全に閉塞する方法が考えられる。しかし、この場合には、温度が上昇した際に陽極酸化皮膜にクラックが発生しやすくなり、陽極酸化皮膜の小片からなる異物が発生するおそれがある。このような異物の発生を抑制するため、表面に陽極酸化皮膜を有するアルミ

ニウム材の耐熱性をより高めることが望まれている。

[0007] 本発明は、かかる背景に鑑みてなされたものであり、腐食性ガスやプラズマに対する耐食性に優れるとともに、温度が上昇した場合においてもクラックの発生を抑制することができる表面処理アルミニウム材、その製造方法及び半導体製造装置用部材を提供しようとするものである。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明の第一の態様は、アルミニウムまたはCu（銅）の含有量が0質量%以上1.8質量%以下であるアルミニウム合金からなる母材と、前記母材上に形成された保護皮膜と、を有する表面処理アルミニウム材であって、

前記保護皮膜は、アルミニウムの酸化物からなり、前記母材を覆う酸化物層と、

アルミニウムの水和酸化物を含み、前記酸化物層を覆う水和酸化物層と、を有し、

濃度5質量%のNaCl溶液と濃度99.7質量%の酢酸とを前記NaCl溶液：前記酢酸＝1000：1の体積比で混合してなる測定溶液を用いて前記母材及び200℃の温度で4時間加熱した後の前記表面処理アルミニウム材のカソード分極測定を行い、前記母材の水素イオンの拡散限界電流を示す電位領域の中央の電位における電流密度を測定した場合に、前記母材の電流密度J₂に対する前記表面処理アルミニウム材の電流密度J₁の比J₁/J₂が 1.50×10^{-5} 以下である、表面処理アルミニウム材にある。

[0009] 本発明の第二の態様は、アルミニウムまたはCuの含有量が0質量%以上1.8質量%以下であるアルミニウム合金からなる母材と、前記母材上に形成された保護皮膜と、を有する表面処理アルミニウム材であって、

前記保護皮膜は、アルミニウムの酸化物からなり、前記母材を覆う酸化物層と、

アルミニウムの水和酸化物を含み、前記酸化物層を覆う水和酸化物層と、を有し、

前記表面処理アルミニウム材から前記母材の片面に前記保護皮膜を有する

試料を作製し、前記試料における前記保護皮膜を有する面の背面にひずみゲージを取り付けた状態で測定した、温度 200℃における前記試料のひずみ量 ε_1 と、温度 200℃における前記母材のひずみ量 ε_2 との差 $\varepsilon_1 - \varepsilon_2$ が 100×10^{-6} 以下である、表面処理アルミニウム材にある。

[0010] 本発明の第三の態様は、前記の態様の表面処理アルミニウム材からなる半導体製造装置用部材にある。

[0011] 本発明の第四の態様は、前記の態様の表面処理アルミニウム材の製造方法であって、

前記母材に陽極酸化処理を施すことにより前記母材上に細孔を備えた前記酸化物層を形成し、

その後、前記母材及び前記酸化物層を 50℃以上 350℃以下の温度で加熱し、

その後、前記酸化物層を封孔剤に接触させて前記酸化物層上に前記水和酸化物層を形成するとともに前記細孔を封孔する、表面処理アルミニウム材の製造方法にある。

発明の効果

[0012] 前記第一の態様の表面処理アルミニウム材（以下、「アルミニウム材」という。）は、母材の表面に、前記酸化物層と前記水和酸化物層とを備えた保護皮膜を有している。また、前記特定の方法で 200℃の温度で 4 時間加熱した後の前記表面処理アルミニウム材及び前記母材のカソード分極測定を行った場合における、前記母材の電流密度 J_2 に対する前記表面処理アルミニウム材の電流密度 J_1 の比 J_1 / J_2 が 150×10^{-5} 以下である。かかる特性を有するアルミニウム材は、腐食性ガスやプラズマに対する耐食性に優れているとともに、優れた耐熱性を有しており、温度が上昇した場合においてもクラックの発生を抑制することができる。

[0013] 前記第二の態様のアルミニウム材は、母材の表面に、前記酸化物層と前記水和酸化物層とを備えた保護皮膜を有している。また、前記特定の方法で測定した、温度 200℃における前記試料のひずみ量 ε_1 と、温度 200℃に

における前記母材のひずみ量 ε_2 との差 $\varepsilon_1 - \varepsilon_2$ が 100×10^{-6} 以下である。かかる特性を有するアルミニウム材は、腐食性ガスやプラズマに対する耐食性に優れているとともに、優れた耐熱性を有しており、温度が上昇した場合においてもクラックの発生を抑制することができる。

[0014] 前記第三の態様の半導体製造装置用部材は、前記アルミニウム材から構成されているため、腐食性ガスやプラズマに対する耐食性に優れているとともに、優れた耐熱性を有しており、温度が上昇した場合においてもクラックの発生を抑制することができる。

[0015] また、前記第四の態様のアルミニウム材の製造方法においては、母材に陽極酸化処理を施した後に、陽極酸化処理によって形成された酸化物層を前記特定の範囲内の温度で加熱する。このように、酸化物層の細孔を封孔する前に酸化物層を加熱することにより、酸化物層の形成時に生じた内部応力を緩和することができる。そして、酸化物層の内部応力を緩和した後に酸化物層と封孔剤とを接触させ、酸化物層上に水和酸化物層を形成すると共に細孔を封孔することにより、腐食性ガスやプラズマに対する耐食性を高めるとともに、耐熱性を向上させ、温度が上昇した場合においてもクラックの発生を抑制することができる。

[0016] 以上のように、前記の態様によれば、腐食性ガスやプラズマに対する耐食性に優れているとともに、優れた耐熱性を有しており、温度が上昇した場合においてもクラックの発生を抑制することができる表面処理アルミニウム材、その製造方法及び半導体製造装置用部材を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0017] [図1]図1は、実施例1における表面処理アルミニウム材の断面図である。

[図2]図2は、実施例1の表面処理アルミニウム材の製造過程において、酸化物層が形成された母材の断面図である。

[図3]図3は、実施例1における母材のカソード分極曲線を示す説明図である。

[図4]図4は、母材のカソード分極曲線における段差部の拡大図である。

[図5]図5は、実施例3における、表面処理アルミニウム材のひずみ量の測定方法を示す説明図である。

[図6]図6は、実施例3における、表面処理アルミニウム材のひずみ量の測定結果を示す説明図である。

発明を実施するための形態

[0018] (アルミニウム材)

前記アルミニウム材の母材は、アルミニウムまたはCuの含有量が0質量%以上1.8質量%以下であるアルミニウム合金から構成されている。母材の形状は特に限定されることはなく、アルミニウム材の用途に応じて種々の形状をとり得る。

[0019] 前記アルミニウム材における母材の材質は、アルミニウム材の用途に応じて、アルミニウム及びCuの含有量が0質量%以上1.8質量%以下であるアルミニウム合金からなる群の中から適宜選択することができる。例えば、アルミニウム材からのアウトガスを低減しようとする場合には、母材が1000系アルミニウムまたは3000系アルミニウム合金から構成されていることが好ましい。

[0020] 前記アルミニウム材の母材を構成する1000系アルミニウムとしては、例えば、合金番号AA1100、AA1100A、AA1200、AA1230、AA1230A、AA1235、AA1145、AA1345、AA1350、AA1199、AA1050、AA1060、AA1085、AA1060EC、またはAA1070で表される化学成分を有するアルミニウム等を用いることができる。

[0021] また、前記アルミニウム材の母材を構成する3000系アルミニウム合金としては、例えば、Mn（マンガン）：1.0質量%以上1.5質量%以下を含むとともに、Si（シリコン）、Fe（鉄）、Cu（銅）、Mg、Cr（クロム）、Zn（亜鉛）及びTi（チタン）からなる群より選択される1種または2種以上の元素を任意成分として含み、残部がAl及び不可避免的純物からなる化学成分を有するアルミニウム合金を使用することができる。

[0022] より具体的には、3000系アルミニウム合金としては、例えば、合金番号AA3003、AA3203、AA3004、AA3104、AA3005、AA3105、またはAA3021で表される化学成分を有するアルミニウム合金等を用いることができる。

[0023] また、アルミニウム材の強度を高くしようとする場合には、母材が5000系アルミニウム合金または6000系アルミニウム合金から構成されることが好ましい。5000系アルミニウム合金としては、例えば、Mg（マグネシウム）：0.5質量%以上5.0質量%以下を含むとともに、Si、Fe、Cu、Mn、Cr、Zn及びTiからなる群より選択される1種または2種以上の元素を任意成分として含み、残部がAl及び不可避免的不純物からなる化学成分を有するアルミニウム合金を使用することができる。

[0024] より具体的には、5000系アルミニウム合金としては、例えば、合金番号AA5182、AA5005、AA5110A、AA5021、AA5041、AA5042、AA5050、AA5151、AA5251、AA5052、AA5252、AA5154、AA5154C、AA5254、AA5454、AA5554、AA5654、AA5754、AA5356、AA5456、AA5556、AA5657、AA5082、AA5083、AA5183、AA5086、AA5457、AA5006、AA5652またはAA5056で表される化学成分を有するアルミニウム合金等を用いることができる。

[0025] また、前記アルミニウム材の母材を構成する6000系アルミニウム合金としては、例えば、Mg：0.3質量%以上1.5質量%以下、Si：0.2質量%以上1.2質量%以下を含むとともに、Fe、Cu、Mn、Cr、Zn及びTiからなる群より選択される1種または2種以上の元素を任意成分として含み、残部がAl及び不可避免的不純物からなる化学成分を有するアルミニウム合金を使用することができる。

[0026] より具体的には、6000系アルミニウム合金としては、例えば、合金番号AA6101、AA6201、AA6003、AA6005、AA600

5 A、AA6005C、AA6105、AA6110、AA6111、AA6016、AA6151、AA6351、AA6951、AA6053、AA6060、AA6061、AA6162、AA6262、AA6063、AA6463、AA6066、AA6070、AA6181、AA6082、またはAA6253で表される化学成分を有するアルミニウム合金等を用いることができる。

[0027] また、前記アルミニウム材の母材を構成する8000系アルミニウム合金としては、例えば、合金番号AA8021、AA8079、AA8017、AA8030またはAA8176で表される化学成分を有するアルミニウム合金等を用いることができる。

[0028] 前記母材上には、アルミニウムの酸化物からなり、母材上に積層された酸化物層と、アルミニウムの水和酸化物を含み、酸化物層に積層された水和酸化物層とを含む保護皮膜が設けられている。より具体的には、水和酸化物層は、アルミニウムの水和酸化物から構成されていてもよい。また、水和酸化物層は、水和酸化物と、金属塩とを含んでいてもよい。保護皮膜は、例えば、母材に陽極酸化処理を施し、母材の表面に多数の細孔を備えた酸化物層を形成した後、封孔処理を行い、酸化物層の細孔を水和酸化物層で閉塞することにより得られる。このような保護皮膜は、腐食性ガスやプラズマ等に対する耐食性に優れている。それ故、母材上に前記保護皮膜を形成することにより、前記アルミニウム材の耐食性を高めることができる。

[0029] 保護皮膜の厚みは2 μm 以上であることが好ましい。これにより、アルミニウム材の耐食性をより向上させることができる。耐食性の観点からは保護皮膜の厚みの上限は特に限定されることはなく、保護皮膜の厚みを厚くするほどアルミニウム材の耐食性を向上させることができる。かかる観点からは、保護皮膜の厚みは、5 μm 以上であることがより好ましく、10 μm 以上であることがさらに好ましい。なお、保護皮膜の厚みの製造上の上限は、例えば200 μm である。保護皮膜におけるクラックの発生を抑制する観点からは、保護皮膜の厚みは100 μm 以下であることが好ましい。

- [0030] J I S H 8 6 8 3 - 2 : 2 0 1 3 に規定された方法により封孔度試験を行った場合における、前記アルミニウム材の単位面積当たりの質量減少量は $0.3 \text{ g} / \text{d m}^2$ 以下であることが好ましい。かかるアルミニウム材は、酸化物層の細孔が水和酸化物層によって十分に封孔されているため、アルミニウム材の耐食性をより確実に高めることができる。
- [0031] なお、封孔度試験の具体的な方法は以下の通りである。まず、リン酸 35 mL 及び無水クロム酸 20 g を水に溶解させ、 1 L の試験液を準備する。次に、アルミニウム材から保護皮膜を含む試験片を採取し、試験片における保護皮膜の面積を測定する。この試験片の表面の汚れを除去した後、試験片の質量を測定する。その後、試験片を $38^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ の温度に保持された試験液中に $15 \text{ 分} \pm 5 \text{ 秒}$ 間浸漬する。
- [0032] 試験液への試験片の浸漬が完了した後、試験片を流水で洗浄し、さらに脱イオン水または蒸留水で洗浄する。洗浄後の試験片を十分に乾燥させた後、試験片の質量を測定する。
- [0033] 以上により得られる、試験片の保護皮膜の面積 A (単位: d m^2)、試験液への浸漬前の試験片の質量 m_1 (単位: g) 及び試験液への浸漬後の試験片の質量 m_2 (単位: g) を用い、下記式 (1) に基づいて単位面積当たりの質量減少量 δ_A (単位: $\text{g} / \text{d m}^2$) を算出することができる。
- $$\delta_A = (m_1 - m_2) / A \quad \cdots (1)$$
- [0034] 前記第一の態様に係る表面処理アルミニウム材は、濃度 $5 \text{ 質量}\%$ の NaCl 溶液と濃度 $99.7 \text{ 質量}\%$ の酢酸とを前記 NaCl 溶液: 前記酢酸 = $1000 : 1$ の体積比で混合してなる測定溶液を用いて前記母材及び 200°C の温度で 4 時間 加熱した後の前記表面処理アルミニウム材のカソード分極測定を行い、前記母材の水素イオンの拡散限界電流を示す電位領域の中央の電位における電流密度を測定した場合に、前記母材の電流密度 J_2 に対する前記表面処理アルミニウム材の電流密度 J_1 の比 J_1 / J_2 が 150×10^{-5} 以下となる特性を有している。電流密度 J_1 の比 J_1 / J_2 が前記特定の範囲内であるアルミニウム材は、温度が上昇した際にクラックが発生しにくい性質

を有している。それ故、前記保護皮膜を備え、電流密度の比 J_1 / J_2 が前記特定の範囲内であるアルミニウム材は、耐食性及び耐熱性の両方に優れている。前記アルミニウム材の耐熱性を向上させる観点からは、電流密度の比 J_1 / J_2 に下限はないが、電流密度の比 J_1 / J_2 は、その定義上、必ず 0 より大きい値となる。

[0035] また、前記第二の態様に係る表面処理アルミニウム材は、前記表面処理アルミニウム材から前記母材の片面に前記保護皮膜を有する試料を作製し、前記試料における前記保護皮膜を有する面の背面にひずみゲージを取り付けた状態で測定した、温度 200℃における前記試料のひずみ量 ε_1 と、温度 200℃における前記母材のひずみ量 ε_2 との差 $\varepsilon_1 - \varepsilon_2$ が 100×10^{-6} 以下となる特性を有している。ひずみ量の差 $\varepsilon_1 - \varepsilon_2$ が前記特定の範囲内であるアルミニウム材は、温度が上昇した際にクラックが発生しにくい性質を有している。それ故、前記保護皮膜を備え、ひずみ量の差が前記特定の範囲内であるアルミニウム材は、耐食性及び耐熱性の両方に優れている。なお、前記アルミニウム材から作製した試料のひずみ量の差 $\varepsilon_1 - \varepsilon_2$ の下限は、通常、 -100×10^{-6} 以上となる。

[0036] 表面処理アルミニウム材から試料を作製する方法は特に限定されることなく、試料のひずみ量に影響を及ぼさない限り、種々の方法を採用することができる。例えば、表面処理アルミニウム材が母材の片面のみに保護皮膜を有する板である場合には、表面処理アルミニウム材を適切な大きさに切断した小片を試料として用いることができる。また、例えば、表面処理アルミニウム材が母材の両面に保護皮膜を有する板である場合には、表面処理アルミニウム材を適切な大きさに切断して小片を作製した後、小片における 2 か所の保護皮膜のうち一方の保護皮膜を除去することにより試料を得ることができる。保護皮膜の除去方法としては、例えば、酸やアルカリを用いて保護皮膜を溶解させる方法等を採用することができる。

[0037] 前記アルミニウム材は、前述したように、腐食性ガスやプラズマ等に対する耐食性に優れており、温度が上昇した場合においても保護皮膜へのクラッ

クの発生を抑制することができる。それ故、前記アルミニウム材は、加熱調理器具のファンの周囲に設けられるカバー用部材や半導体製造装置用部材等の用途に好適である。より具体的には、前記アルミニウム材は、例えば、成膜装置及びエッチング装置等の半導体製造装置におけるチャンバーや、チャンバー内に配置される部品等に好適に用いられる。成膜装置としては、例えばPVD（物理気相成長法）装置やCVD（化学気相成長法）装置が挙げられる。また、エッチング装置としては、例えば、ドライエッチング装置等が挙げられる。

[0038] （アルミニウム材の製造方法）

前記表面処理アルミニウム材を製造するに当たっては、まず、アルミニウムまたはCuの含有量が0質量%以上1.8質量%以下であるアルミニウム合金からなる母材を準備する。母材の製造方法は特に限定されることはなく、公知の方法を採用することができる。例えば、母材は、鋳造、圧延及び熱処理を適宜組み合わせた方法により製造されていてもよい。また、母材を製造した後、陽極酸化処理を施すまでの間に、必要に応じて脱脂、酸洗浄及び研磨などの陽極酸化処理の前処理を施してもよい。次に、前記母材に陽極酸化処理を施すことにより前記母材上に細孔を備えた前記酸化物層を形成する。陽極酸化処理においては、母材と対極とを電解液に浸漬した状態で、母材と対極との間に直流電流を流すことにより母材の表面に酸化物層を形成することができる。このようにして形成される酸化物層は、アルミナなどのアルミニウムの酸化物から構成されており、多数の細孔を有している。

[0039] 陽極酸化処理において用いる電解液は、例えば、硫酸やリン酸などの電解質を含む酸性電解液であってもよく、メタホウ酸ナトリウムなどの電解質を含むアルカリ性電解液であってもよい。陽極酸化処理において用いる電解液は、無機陽イオンと、硫酸イオン、リン酸イオン、アンモニウムイオン及びホウ酸イオンからなる群より選択される1種または2種以上の陰イオンとからなる無機電解質を含むことが好ましい。無機電解質を含む電解液を用いて陽極酸化処理を行うことにより、所望の構造を有する酸化物層をより容易に

形成することができる。

- [0040] 陽極酸化処理における直流電流の電流密度は、例えば、 1 mA/cm^2 以上 100 mA/cm^2 以下の範囲から適宜設定することができる。また、陽極酸化処理における電解液の温度は、例えば、 0°C 以上 40°C 以下の範囲から適宜設定することができる。
- [0041] 陽極酸化処理において形成される酸化物層の厚みは、 $2\text{ }\mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。酸化物層の厚みを $2\text{ }\mu\text{m}$ 以上とすることにより、封孔後に得られる保護皮膜の厚みを十分に厚くし、耐食性及び耐熱性に優れたアルミニウム材をより容易に得ることができる。
- [0042] 前記製造方法においては、陽極酸化処理を行った後、前記母材及び前記酸化物層を 50°C 以上 350°C 以下の温度で加熱する。陽極酸化処理を行った後、酸化物層の細孔を封孔する前に前記特定の範囲内の温度で酸化物層を加熱することにより、酸化物層の内部応力を緩和することができる。そして、酸化物層の内部応力を緩和した後に細孔を封孔することにより、封孔後の保護皮膜における内部応力を低減することができる。その結果、加熱された際の保護皮膜のクラックの発生を抑制でき、耐熱性に優れたアルミニウム材を得ることができる。
- [0043] 酸化物層の加熱温度が 50°C 未満の場合には、酸化物層の内部応力の緩和が不十分となり、前記アルミニウム材の温度が上昇した際に保護皮膜にクラックが発生しやすくなるおそれがある。一方、酸化物層の加熱温度が 350°C を超える場合には、母材の熱膨張に酸化物層が追従できず、酸化皮膜にクラックが発生するおそれがある。酸化物層の加熱においては、酸化物層の温度が所望の温度に到達した直後に加熱を終了してもよく、所望の温度に到達した後に、当該温度をある程度の時間保持してもよい。酸化物層の内部応力を十分に緩和し、アルミニウム材の耐熱性をより確実に高める観点からは、酸化物層の加熱を開始してから加熱を終了するまでの加熱時間は1分以上12時間未満であることが好ましい。
- [0044] 酸化物層を加熱した後に、酸化物層を封孔剤に接触させる。これにより、

前記酸化物層上に前記水和酸化物層を形成するとともに、水和酸化物層によって前記細孔を封孔する。封孔剤としては、例えば、温水等の、アルミニウムの酸化物と反応して水和酸化物を形成可能な物質を使用することができる。温水を用いて封孔処理を行う場合には、酸化物層上に、アルミニウムの水和酸化物からなる水和酸化物層を形成することができる。

[0045] また、封孔剤として、例えば、酢酸ニッケル水溶液、酢酸コバルト水溶液、クロム酸塩水溶液及びケイ酸塩水溶液などの、アルミニウムの酸化物と反応して水和酸化物と金属塩とを形成可能な物質を使用することもできる。このような封孔剤を用いて封孔を行う場合には、酸化物層上に、アルミニウムの水和酸化物と金属塩とを含む水和酸化物層を形成することができる。

[0046] 耐食性及び耐熱性に優れたアルミニウム材をより容易に得る観点からは、封孔剤が温水であることが好ましい。また、温水を用いて酸化物層の細孔を封孔することにより、酸化物層上に金属塩を含まない水和酸化物層を形成することができる。水和酸化物層中の金属塩は、例えば前記アルミニウム材を半導体製造装置用部材として用いる場合に、装置内部の汚染の原因となる可能性がある。従って、封孔剤として温水を用い、金属塩を含まない水和酸化物層を形成することにより、半導体製造装置用部材として好適なアルミニウム材を容易に得ることができる。封孔剤として温水を用いる場合には、酸化物層を、封孔剤としての95℃以上の温水に10分以上120分未満接触させることにより酸化物層の細孔を封孔することがより好ましい。

実施例

[0047] (実施例1)

前記表面処理アルミニウム材及びその製造方法の実施例を、図1～図2を参照しつつ説明する。本例の表面処理アルミニウム材1は、図1に示すように、アルミニウムまたはCuの含有量が0質量%以上1.8質量%以下であるアルミニウム合金からなる母材2と、母材上に形成された保護皮膜3と、を有している。保護皮膜3は、アルミニウムの酸化物からなり、母材2を覆う酸化物層31と、アルミニウムの水和酸化物を含み、酸化物層31を覆う

水和酸化物層 32 と、を有している。濃度 5 質量%の NaCl 溶液と濃度 9.7 質量%の酢酸とを前記 NaCl 溶液：前記酢酸＝1000：1 の体積比で混合してなる測定溶液を用いて母材 2 及び 200℃の温度で 4 時間加熱した後の表面処理アルミニウム材 1 のカソード分極測定を行い、母材 2 の水素イオンの拡散限界電流を示す電位領域の中央の電位における電流密度を測定した場合に、母材 2 の電流密度 J_2 に対する表面処理アルミニウム材 1 の電流密度 J_1 の比 J_1 / J_2 が 150×10^{-5} 以下である。

[0048] 本例のアルミニウム材 1 を作製するに当たっては、まず、母材 2 に陽極酸化処理を施すことにより、図 2 に示すように母材 2 上に細孔 311 を備えた酸化物層 31 を形成する。その後、母材 2 及び酸化物層 31 を 50℃以上 350℃以下の温度で加熱して酸化物層 31 の内部応力を緩和する。その後、酸化物層 31 を封孔剤に接触させ、酸化物層 31 上に水和酸化物層 32 を形成するとともに細孔 311 を封孔することにより、アルミニウム材 1 を得ることができる。

[0049] 表 1 に、アルミニウム材 1 の具体例（試験材 A1～A16）を示す。試験材 A1～A16 の製造方法は、例えば以下の通りである。まず、母材 2 として、表 1 に示すいずれかの合金番号で表される化学成分を有し、厚みが 1.1 mm であるアルミニウム板を準備する。この母材 2 に陽極酸化処理の前処理を施す。具体的には、前処理として、まず母材 2 を濃度 5 質量%、温度 55℃の水酸化ナトリウム水溶液に浸漬するアルカリエッチング処理を行う。その後、母材 2 を濃度 30 質量%の硝酸に浸漬してデスマット処理を行う。その後、リン酸と硫酸とが体積比でリン酸：硫酸＝7：3 の比率で混合された、温度 85℃の混合溶液に母材 2 を浸漬して化学研磨処理を行う。化学研磨処理の後、前述した条件と同様の条件で再びデスマット処理を行う。

[0050] 以上のようにして母材 2 に前処理を行った後、母材 2 に陽極酸化処理を行い、母材 2 の表面に酸化物層 31 を形成する。陽極酸化処理において用いる電解液は濃度 15 質量%の硫酸水溶液とし、電解液の温度は 5℃とする。また、陽極酸化処理における電流密度は 10 mA/cm^2 とし、処理時間は 60

分とする。このようにして形成される酸化物層 3 1 は、いわゆるポーラス型のアルマイト皮膜であり、図 2 に示すように、多数の細孔 3 1 1 を有している。なお、前述した条件で陽極酸化処理を行うことにより形成される酸化物層 3 1 の厚みはおよそ $15\text{ }\mu\text{m}$ である。

[0051] 陽極酸化処理を行った後、母材 2 を加熱炉内で加熱し、酸化物層 3 1 の内部応力を緩和する。加熱炉の設定温度は表 1 の「加熱温度」欄に示した値とし、炉内における母材の滞在時間、つまり、加熱開始から加熱終了までの時間は表 1 の「加熱時間」欄に示した値とする。

[0052] その後、酸化物層 3 1 を備えた母材 2 を、封孔剤としての温度 100°C の温水に 60 分間浸漬することにより、酸化物層 3 1 上にアルミニウムの水和酸化物からなる水和酸化物層 3 2 を形成するとともに、水和酸化物層 3 2 によって酸化物層 3 1 の細孔 3 1 1 を封孔する。以上により、表 1 に示す試験材 A 1 ～ A 1 6 を得ることができる。なお、このような条件で酸化物層 3 1 の細孔 3 1 1 を封孔する場合、JIS H 8 6 8 3 - 2 : 2 0 1 3 に規定された方法により封孔度試験を行った場合における、アルミニウム材 1 の単位面積当たりの質量減少量は 0.3 g/dm^2 以下となる。

[0053] なお、表 1 に示す試験材 B 1 ～ B 7 は、試験材 A 1 ～ A 1 6 との比較のための試験材である。試験材 B 1 ～ B 6 の製造方法は、母材 2 上に酸化物層 3 1 を形成した後に、酸化物層 3 1 を加熱せずに封孔剤と接触させる点以外は試験材 A 1 ～ A 1 6 の製造方法と同様である。また、試験材 B 7 の製造方法は、加熱炉における加熱条件を表 1 に示すように変更した以外は、試験材 A 1 の製造方法と同様である。

[0054] 次に、試験材 A 1 ～ A 1 6 及び試験材 B 1 ～ B 7 のカソード分極測定の方法を説明する。

[0055] [カソード分極測定]

以下の方法により母材及び 200°C の温度で 4 時間加熱した試験材のカソード分極測定を行い、これらのカソード分極曲線に基づいて母材の電流密度 J_2 に対する表面処理アルミニウム材の電流密度 J_1 の比 J_1/J_2 を算出

する。まず、試験材を温度 200℃ に設定したオーブンで 4 時間加熱する。オーブンから取り出した試験材を室温まで冷却した後、保護皮膜上に評価領域を設定し、試験材の表面における評価領域以外の部分をシリコン樹脂で被覆する。

[0056] 次に、濃度 5 質量%の NaCl 水溶液と濃度 99.7%の酢酸とを準備し、NaCl 水溶液と酢酸との体積比が NaCl 水溶液：酢酸 = 1000 : 1 となるようにして NaCl 水溶液に酢酸を添加することにより測定溶液を製作する。この測定溶液中に、ポテンシostatと電氣的に接続した試験片、対極及び参照電極を浸漬し、30 分間静置して測定部の電位を安定させる。なお、測定溶液の脱気は行わない。また、参照電極としては、例えば、Ag/AgCl 電極を使用することができる。

[0057] 測定部の電位が安定した後、ポテンシostatを用いて試験片と対極との間に電圧を印加し、測定部の電位が参照電極に対して -2000 mV に達するまで、20 mV/分の掃引速度で測定部の電位を掃引する。この時に測定部に流れる電流密度を測定することにより、加熱後の試験材のカソード分極曲線を取得する。また、前述した方法で陽極酸化処理の前処理を行った後の母材を用いて同様の測定を行うことにより、母材のカソード分極曲線を取得する。なお、試験材及び母材のカソード分極測定は、いずれも大気雰囲気中において、測定溶液の温度を 25℃ に維持した状態で実施される。また、試験材及び母材のカソード分極測定は、測定溶液の攪拌を行わず、測定溶液が実質的に流動していない状態で実施される。

[0058] 図 3 に母材のカソード分極曲線の一例を示す。なお、図 3 の縦軸は測定部の電位（単位：V）であり、横軸は電流密度（単位： $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ）である。また、図 3 の横軸の目盛りは対数目盛である。図 3 に示すように、母材のカソード分極曲線は階段状の形状を有している。カソード分極測定において、電流が水素イオンの拡散によって律速される状態に近づくと、測定部の電位の変化に対して電流の変化が小さくなる。従って、図 3 に示すように電位を縦軸に表し、電流密度を横軸に表したカソード分極曲線においては、水素イ

オンの拡散限界電流を示す電位領域が、カソード分極曲線の段差部における曲線の傾きが急峻な部分に含まれる。

[0059] 図4に、図3におけるカソード分極曲線の段差部の拡大図を示す。母材のカソード分極曲線における水素イオンの拡散限界電流を示す電位領域の決定方法は以下の通りである。まず、図4に示すようにカソード分極曲線の段差部に傾きの絶対値が最も大きくなる接線Lを引く。そして、この接線Lとカソード分極曲線とが重なる領域Rを水素イオンの拡散限界電流を示す電位領域とする。このようにして決定された領域Rの中央の電位における電流密度J2を算出する。また、加熱後の試験材のカソード分極曲線において、母材のカソード分極曲線における前述した電位領域の中央の電位と同一の電位における電流密度J1を算出する。

[0060] 加熱後の試験材のカソード分極曲線に基づいて算出される電流密度J1は、加熱後の試験材における母材と測定溶液との接触面積の指標として用いることができ、電流密度の値が大きいほど母材と測定溶液との接触面積が広いことを示す。従って、母材を用いて算出した電流密度J2に対する、加熱後の試験片を用いて算出した電流密度J1の比率 $J1/J2$ を、加熱による母材の露出面積の増加率の指標として用いることができる。より具体的には、例えば、加熱後の試験材における保護皮膜にクラックなどの欠陥が形成される場合には、クラックによって母材が露出することがある。従って、この場合には前記電流密度比 $J1/J2$ が大きくなる。表1に、各試験材の電流密度比 $J1/J2$ を示す。

[0061]

[表1]

(表1)

	母材	酸化物層の加熱		電流密度比 J1/J2
		加熱温度(°C)	加熱時間(分)	
試験材A1	AA6016	50	60	59×10^{-5}
試験材A2	AA6016	100	60	100×10^{-5}
試験材A3	AA6016	200	60	84×10^{-5}
試験材A4	AA6016	250	60	9×10^{-5}
試験材A5	AA6016	300	60	2×10^{-5}
試験材A6	AA6016	250	1	38×10^{-5}
試験材A7	AA6016	250	5	12×10^{-5}
試験材A8	AA6016	250	10	7×10^{-5}
試験材A9	AA6016	250	20	5×10^{-5}
試験材A10	AA6016	250	30	5×10^{-5}
試験材A11	AA6016	250	45	7×10^{-5}
試験材A12	AA1050	250	30	1×10^{-5}
試験材A13	AA3003	250	30	29×10^{-5}
試験材A14	AA5052	250	30	36×10^{-5}
試験材A15	AA6061	250	30	1×10^{-5}
試験材A16	AA8021	250	30	18×10^{-5}
試験材B1	AA6016	なし		555×10^{-5}
試験材B2	AA1050	なし		1893×10^{-5}
試験材B3	AA3003	なし		1858×10^{-5}
試験材B4	AA5052	なし		1806×10^{-5}
試験材B5	AA6061	なし		908×10^{-5}
試験材B6	AA8021	なし		153×10^{-5}
試験材B7	AA6016	400	30	2079×10^{-5}

[0062] 表1に示すように、試験材A1～A16を作製する際には、母材上に酸化物層を形成した後、酸化物層の細孔を封孔する前に酸化物層を前記特定の範囲内の温度で加熱している。そのため、これらの試験材は、前記特定の範囲内の電流密度比J1/J2を有しており、温度が上昇した場合においても保護皮膜へのクラックの発生を抑制することができる。また、これらの試験材の保護皮膜の酸化物層は水和酸化物層によって封孔されているため、腐食性ガスやプラズマ等に対する耐食性に優れている。

[0063] 一方、試験材B1～B6を作製する際には、母材上に酸化物層を形成した後、酸化物層を加熱することなく細孔を封孔している。そのため、これらの試験材の電流密度比J1/J2は前記特定の範囲よりも高くなり、温度が上昇した場合にクラックが発生しやすい。

[0064] 試験材 B 7 を作製する際の酸化物層を加熱する際の加熱温度は高すぎる。
そのため、試験材 B 7 の電流密度比 J_1 / J_2 は前記特定の範囲よりも高くなり、温度が上昇した場合にクラックが発生しやすい。

[0065] (実施例 2)

本例においては、アルミニウム材の製造過程において、より高い温度で酸化物層を加熱する場合の例を説明する。本例のアルミニウム材は、図には示さないが、アルミニウムまたは Cu の含有量が 0 質量%以上 1.8 質量%以下であるアルミニウム合金からなる母材と、母材上に形成された保護皮膜と、を有している。保護皮膜は、アルミニウムの酸化物からなり、母材を覆う酸化物層と、アルミニウムの水和酸化物を含み、酸化物層を覆う水和酸化物層と、を有している。表 2 に、本例のアルミニウム材の具体例（試験材 A 1 7 及び試験材 A 1 8）を示す。試験材 A 1 7 及び試験材 A 1 8 の製造方法は、酸化物層を加熱する際の加熱炉の設定温度及び炉内における母材の滞在時間を表 2 に示すように変更する以外は、実施例 1 における試験材 A 1 ～ A 1 6 の製造方法と同様である。

[0066] 表 2 に、試験材 A 1 7 及び試験材 A 1 8 の、カソード分極測定に基づく電流密度の比 J_1 / J_2 を示す。なお、本例のカソード分極測定の測定方法は、測定に用いる試験材の加熱温度を 250℃に変更した点以外は、実施例 1 におけるカソード分極測定の測定方法と同様である。

[0067] [表2]

(表2)

	母材	酸化物層の加熱		電流密度比 J_1 / J_2
		加熱温度(℃)	加熱時間(分)	
試験材A17	AA6016	350	30	17×10^{-5}
試験材A18	AA6016	300	30	32×10^{-5}

[0068] 表 2 に示すように、試験材 A 1 7 及び試験材 A 1 8 の電流密度比 J_1 / J_2 は、250℃の温度で加熱する場合においても前記特定の範囲内となる。保護皮膜におけるクラックの発生は、通常、加熱温度が高くなるほど起こりやすくなるため、200℃の温度における電流密度比 J_1 / J_2 は、250

℃の温度で加熱する場合の電流密度比 J_1 / J_2 以下になると考えられる。従って、試験材 A 1 7 及び試験材 A 1 8 は、200℃の温度で加熱する場合においても前記特定の範囲内の電流密度比 J_1 / J_2 を有すると考えられ、温度が上昇した場合においても保護皮膜へのクラックの発生を抑制することができる。

[0069] (実施例 3)

本例においては、母材上に保護皮膜を有するアルミニウム材のひずみ量計測の例を説明する。なお、本例において用いる符号のうち、既出の例において用いた符号と同一の符号は、特に説明のない限り既出の例における構成要素等と同様の構成要素等を表す。

[0070] 保護皮膜 3 を有するアルミニウム材 1 のひずみ量を計測するに当たっては、図 5 に示すように、アルミニウム材 1 における保護皮膜 3 を有する面の背面に母材 2 を露出させる。そして、露出した母材 2 にひずみゲージ 4 を取り付ける。このようにしてひずみゲージ 4 を取り付けたアルミニウム材 1 を加熱することにより、母材 2 及び保護皮膜 3 の熱膨張によるひずみを計測することができる。なお、図 5 においては、便宜上、保護皮膜 3 の構造を簡略化して記載した。

[0071] 図 6 に、実施例 1 における試験材 A 4、試験材 A 6 及び試験材 B 1 を 200℃の温度に設定した加熱炉を用いて 30 分間加熱した場合のひずみ量の変化を示す。図 6 における縦軸はひずみ量であり、横軸は加熱開始からの経過時間である。なお、図 6 には、比較のため、保護皮膜 3 を有しない母材 2 を 200℃の温度に設定した加熱炉を用いて 30 分間加熱した場合のひずみ量の変化を示す。図には示さないが、保護皮膜 3 を有しない母材 2 のひずみ量を計測するに当たっては、母材 2 の厚み方向における一方の面にひずみゲージを取り付けた後、母材 2 を加熱すればよい。

[0072] 加熱を開始した直後の試験材及び母材は温度上昇に伴って熱膨張するため、図 6 に示すように、試験を開始した時点から数分が経過するまでの間は急激にひずみ量が増大する。その後、試験材及び母材の温度が概ね一定の温度

に到達すると、試験材及び母材のひずみ量が概ね一定の値となる。

[0073] 表3に、試験材及び母材を加熱している間のひずみ量の最大値を示す。また、表3に、試験材のひずみ量の最大値 $\varepsilon 1$ から母材のひずみ量の最大値 $\varepsilon 2$ を差し引いた値 $\varepsilon 1 - \varepsilon 2$ を示す。試験材のひずみ量 $\varepsilon 1$ と母材のひずみ量 $\varepsilon 2$ との差 $\varepsilon 1 - \varepsilon 2$ は、試験中の加熱によって解放された保護皮膜の内部応力の大きさを示しており、ひずみ量の差 $\varepsilon 1 - \varepsilon 2$ が小さいほど保護皮膜の内部応力が小さいことを意味する。

[0074] [表3]

(表3)

	保護皮膜	酸化物層の加熱		ひずみ量の 最大値	ひずみ量の差 $\varepsilon 1 - \varepsilon 2$
		加熱温度(°C)	加熱時間(分)		
試験材A4	あり	250	60	2298×10^{-6}	-11×10^{-6}
試験材A6	あり	250	1	2380×10^{-6}	71×10^{-6}
試験材B1	あり	なし		2461×10^{-6}	152×10^{-6}
母材	なし	なし		2309×10^{-6}	-

[0075] 表3に示すように、試験材の製造過程において、酸化物層の加熱を行った後に水和酸化物層を形成する試験材A4及び試験材A6のひずみ量は、酸化物層の加熱を行わずに水和酸化物層を形成する試験材B1のひずみ量よりも小さくなる。従って、これらの結果から、アルミニウム材の製造過程において、酸化物層を加熱した後に水和酸化物層を形成することにより、保護皮膜の内部応力を緩和できることが理解できる。

[0076] また、試験材A4及び試験材A6と試験材B1との比較から、試験材における保護皮膜の背面にひずみゲージを取り付けた状態で測定した、温度200℃における試料のひずみ量 $\varepsilon 1$ と、温度200℃における母材のひずみ量 $\varepsilon 2$ との差 $\varepsilon 1 - \varepsilon 2$ が 100×10^{-6} 以下であるアルミニウム材は、保護皮膜の内部応力が低く、耐熱性に優れていることが理解できる。

[0077] 以上、実施例に基づいて本発明に係る表面処理アルミニウム材及びその製造方法の態様を説明したが、本発明に係る表面処理アルミニウム材及びその製造方法の具体的な態様は、実施例の態様に限定されるものではなく、本発明の趣旨を損なわない範囲で適宜構成を変更することができる。

[0078] 例えば、本発明に係る表面処理アルミニウム材は、以下の〔１〕～〔３〕に係る態様を取り得る。

[0079] 〔１〕アルミニウムまたはCuの含有量が０質量％以上１．８質量％以下であるアルミニウム合金からなる母材と、前記母材上に形成された保護皮膜と、を有する表面処理アルミニウム材であって、

前記保護皮膜は、アルミニウムの酸化物からなり、前記母材を覆う酸化物層と、

アルミニウムの水和酸化物を含み、前記酸化物層を覆う水和酸化物層と、を有し、

濃度５質量％のNaCl溶液と濃度９９．７質量％の酢酸とを前記NaCl溶液：前記酢酸＝１０００：１の体積比で混合してなる測定溶液を用いて前記母材及び２００℃の温度で４時間加熱した後の前記表面処理アルミニウム材のカソード分極測定を行い、前記母材の水素イオンの拡散限界電流を示す電位領域の中央の電位における電流密度を測定した場合に、前記母材の電流密度 J_2 に対する前記表面処理アルミニウム材の電流密度 J_1 の比 J_1/J_2 が 150×10^{-5} 以下である、表面処理アルミニウム材。

[0080] 〔２〕アルミニウムまたはCuの含有量が０質量％以上１．８質量％以下であるアルミニウム合金からなる母材と、前記母材上に形成された保護皮膜と、を有する表面処理アルミニウム材であって、

前記保護皮膜は、アルミニウムの酸化物からなり、前記母材を覆う酸化物層と、

アルミニウムの水和酸化物を含み、前記酸化物層を覆う水和酸化物層と、を有し、

前記表面処理アルミニウム材から前記母材の片面に前記保護皮膜を有する試料を作製し、前記試料における前記保護皮膜の背面にひずみゲージを取り付けた状態で測定した、温度２００℃における前記試料のひずみ量 ε_1 と、温度２００℃における前記母材のひずみ量 ε_2 との差 $\varepsilon_1 - \varepsilon_2$ が 100×10^{-6} 以下である、表面処理アルミニウム材。

- [0081] [3] J I S H 8 6 8 3 - 2 : 2 0 1 3 に規定された方法により封孔度試験を行った場合における、単位面積当たりの質量減少量が $0.3 \text{ g} / \text{dm}^2$ 以下である、[1] または [2] に記載の表面処理アルミニウム材。
- [0082] また、本発明に係る半導体製造装置用部材は、以下の [4] に係る態様を取り得る。
- [4] [1] または [2] に記載の表面処理アルミニウム材からなる半導体製造装置用部材。
- [0083] また、本発明に係る表面処理アルミニウム材の製造方法は、以下の [5] ~ [9] に示す態様を採り得る。
- [0084] [5] [1] ~ [3] のいずれか 1 つに記載の表面処理アルミニウム材の製造方法であって、
- 前記母材に陽極酸化処理を施すことにより前記母材上に細孔を備えた前記酸化物層を形成し、
- その後、前記母材及び前記酸化物層を 50°C 以上 350°C 以下の温度で加熱し、
- その後、前記酸化物層を封孔剤に接触させて前記酸化物層上に前記水和酸化物層を形成するとともに前記細孔を封孔する、表面処理アルミニウム材の製造方法。
- [0085] [6] 前記加熱における、前記酸化物層の加熱を開始してから加熱を終了するまでの加熱時間が 1 分以上 12 時間未満である、[5] に記載の表面処理アルミニウム材の製造方法。
- [7] 前記封孔剤が温水である、[5] または [6] に記載の表面処理アルミニウム材の製造方法。
- [0086] [8] 前記封孔において、前記酸化物層を、前記封孔剤としての 95°C 以上の温水に 10 分以上 120 分未満接触させる、[5] ~ [7] のいずれか 1 つに記載の表面処理アルミニウム材の製造方法。
- [9] 前記陽極酸化処理において用いる電解液が、無機陽イオンと、硫酸イオン、リン酸イオン、アンモニウムイオン及びホウ酸イオンからなる群より

選択される１種または２種以上の陰イオンとからなる無機電解質を含む、〔５〕～〔８〕のいずれか１つに記載の表面処理アルミニウム材の製造方法。

請求の範囲

- [請求項1] アルミニウムまたはCuの含有量が0質量%以上1.8質量%以下であるアルミニウム合金からなる母材と、前記母材上に形成された保護皮膜と、を有する表面処理アルミニウム材であって、
- 前記保護皮膜は、アルミニウムの酸化物からなり、前記母材を覆う酸化物層と、
- アルミニウムの水和酸化物を含み、前記酸化物層を覆う水和酸化物層と、を有し、
- 濃度5質量%のNaCl溶液と濃度99.7質量%の酢酸とを前記NaCl溶液：前記酢酸＝1000：1の体積比で混合してなる測定溶液を用いて前記母材及び200℃の温度で4時間加熱した後の前記表面処理アルミニウム材のカソード分極測定を行い、前記母材の水素イオンの拡散限界電流を示す電位領域の中央の電位における電流密度を測定した場合に、前記母材の電流密度J2に対する前記表面処理アルミニウム材の電流密度J1の比 $J1/J2$ が 150×10^{-5} 以下である、表面処理アルミニウム材。
- [請求項2] アルミニウムまたはCuの含有量が0質量%以上1.8質量%以下であるアルミニウム合金からなる母材と、前記母材上に形成された保護皮膜と、を有する表面処理アルミニウム材であって、
- 前記保護皮膜は、アルミニウムの酸化物からなり、前記母材を覆う酸化物層と、
- アルミニウムの水和酸化物を含み、前記酸化物層を覆う水和酸化物層と、を有し、
- 前記表面処理アルミニウム材から前記母材の片面に前記保護皮膜を有する試料を作製し、前記試料における前記保護皮膜の背面にひずみゲージを取り付けた状態で測定した、温度200℃における前記試料のひずみ量 $\varepsilon 1$ と、温度200℃における前記母材のひずみ量 $\varepsilon 2$ との差 $\varepsilon 1 - \varepsilon 2$ が 100×10^{-6} 以下である、表面処理アルミニウム

材。

[請求項3] J I S H 8 6 8 3 - 2 : 2 0 1 3 に規定された方法により封孔度試験を行った場合における、単位面積当たりの質量減少量が $0.3 \text{ g} / \text{dm}^2$ 以下である、請求項 1 または 2 に記載の表面処理アルミニウム材。

[請求項4] 請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の表面処理アルミニウム材からなる半導体製造装置用部材。

[請求項5] 請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の表面処理アルミニウム材の製造方法であって、

前記母材に陽極酸化処理を施すことにより前記母材上に細孔を備えた前記酸化物層を形成し、

その後、前記母材及び前記酸化物層を 50°C 以上 350°C 以下の温度で加熱し、

その後、前記酸化物層を封孔剤に接触させて前記酸化物層上に前記水和酸化物層を形成するとともに前記細孔を封孔する、表面処理アルミニウム材の製造方法。

[請求項6] 前記加熱における、前記酸化物層の加熱を開始してから加熱を終了するまでの加熱時間が 1 分以上 12 時間未満である、請求項 5 に記載の表面処理アルミニウム材の製造方法。

[請求項7] 前記封孔剤が温水である、請求項 5 または 6 に記載の表面処理アルミニウム材の製造方法。

[請求項8] 前記封孔において、前記酸化物層を、前記封孔剤としての 95°C 以上の温水に 10 分以上 120 分未満接触させる、請求項 5 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の表面処理アルミニウム材の製造方法。

[請求項9] 前記陽極酸化処理において用いる電解液が、無機陽イオンと、硫酸イオン、リン酸イオン、アンモニウムイオン及びホウ酸イオンからなる群より選択される 1 種または 2 種以上の陰イオンとからなる無機電解質を含む、請求項 5 ～ 8 のいずれか 1 項に記載の表面処理アルミニ

ウム材の製造方法。