

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 6 部門第 1 区分

【発行日】平成24年12月6日 (2012.12.6)

【公表番号】特表2012-507037(P2012-507037A)

【公表日】平成24年3月22日 (2012.3.22)

【年通号数】公開・登録公報2012-012

【出願番号】特願2011-547833(P2011-547833)

【国際特許分類】

G 0 1 N 27/12 (2006.01)

【F I】

G 0 1 N 27/12 M

G 0 1 N 27/12 B

G 0 1 N 27/12 C

【誤訳訂正書】

【提出日】平成24年10月17日 (2012.10.17)

【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

弾性基板の表面に遷移金属またはその合金薄膜を形成するステップと、
前記弾性基板に引張力を印加して、前記基板表面に形成された前記合金薄膜に複数のナノギャップを形成するステップと、
を含み、

前記薄膜への前記ナノギャップは、前記引張力の印加時には前記薄膜が該引張力の印加方向に伸長すると共に該印加方向に対して垂直方向に収縮し、該引張力を解除すると前記薄膜が該印加方向に収縮すると共に該印加方向に対して垂直方向に伸長することにより形成されることを特徴とする水素センサーの製造方法。

【請求項 2】

前記遷移金属は、Pd、Pt、Ni、Ag、Ti、Fe、Zn、Co、Mn、Au、W、In 及び Al から選択されることを特徴とする請求項 1 に記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 3】

前記合金は、Pd-Ni、Pt-Pd、Pd-Ag、Pd-Ti、Pd-Fe、Pd-Zn、Pd-Co、Pd-Mn、Pd-Au、Pd-W、Pt-Ni、Pt-Ag、Pt-Ti、Fe-Pt、Pt-Zn、Pt-Co、Pt-Mn、Pt-Au 及び Pt-W から選択されることを特徴とする請求項 1 に記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 4】

前記遷移金属は Pd であり、前記合金は Pd 合金であることを特徴とする請求項 1 に記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 5】

前記弾性基板の表面に $0.85 \leq x \leq 0.96$ を満たす $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 合金薄膜を形成することを特徴とする請求項 1 に記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 6】

前記弾性基板の表面に $0.90 \leq x \leq 0.94$ を満たす $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 合金薄膜を形成することを特徴とする請求項 5 に記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 7】

前記弾性基板は、0.2～0.8のポアソン比(Poisson's ratio)を有することを特徴とする請求項1ないし6のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 8】

前記引張力は、前記弾性基板が1.05ないし1.50倍に伸長するように印加されることを特徴とする請求項1ないし7のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 9】

前記弾性基板は、天然ゴム、合成ゴムまたはポリマーで製造することを特徴とする請求項1ないし8のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 10】

前記引張力は、前記弾性基板に対して1回以上繰り返し印加することを特徴とする請求項1ないし9のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 11】

前記引張力は、前記弾性基板に対して1方向以上から印加することを特徴とする請求項1ないし10のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 12】

前記引張力は、第1方向、該第1方向に対して垂直な第2方向、及び前記第1方向及び前記第2方向とは異なる方向をなす第3方向から繰り返し印加することを特徴とする請求項12に記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 13】

前記薄膜の膜厚は、約1nmないし約100μmであること特徴とする請求項1ないし12のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 14】

前記ナノギャップは、約1nmないし10μmの間隔を隔てて形成されることを特徴とする請求項1ないし13のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 15】

前記ナノギャップが形成された前記遷移金属またはその合金薄膜を熱処理するステップを更に含むことを特徴とする請求項1ないし14のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 16】

前記ナノギャップが形成された前記遷移金属またはその合金薄膜をイオンミリングするステップを更に含むことを特徴とする請求項1ないし14のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 17】

弾性基板を用意するステップと、
前記弾性基板にα相を有するPdまたはPd合金薄膜を形成するステップと、
前記薄膜を所定の濃度の水素含有ガスに露出して、前記α相の薄膜をβ相の薄膜に変化させ、体積の膨張によるナノギャップを前記薄膜に形成するステップと、
前記水素含有ガスに対する露出を中止させ、前記β相の薄膜を再びα相の薄膜に変化させるステップと、
を含むことを特徴とする水素センサーの製造方法。

【請求項 18】

前記α相に変化された前記薄膜を熱処理するステップを更に含むことを特徴とする請求項17に記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 19】

前記α相に変化された前記薄膜をイオンミリングするステップを更に含むことを特徴とする請求項17または18に記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 20】

前記水素含有ガスへの露出の際の水素濃度を2～15%にすることを特徴とする請求項17ないし19のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 21】

前記薄膜の膜厚は、約 1 nm ないし約 100 μ m の範囲内にあることを特徴とする請求項 17 ないし 20 のいずれかに記載の水素センサーの製造方法。

【請求項 22】

弾性材質の基板と、
前記基板の表面に形成された遷移金属またはその合金の薄膜と、
前記薄膜の両端に形成された電極と、
を含み、
前記薄膜には、前記基板への引張力の印加によって形成された複数のナノギャップが含まれていることを特徴とする水素センサー。

【請求項 23】

前記遷移金属は、Pd、Pt、Ni、Ag、Ti、Fe、Zn、Co、Mn、Au、W、In 及び Al から選択されることを特徴とする請求項 22 に記載の水素センサー。

【請求項 24】

前記合金は、Pd-Ni、Pt-Pd、Pd-Ag、Pd-Ti、Pd-Fe、Pd-Zn、Pd-Co、Pd-Mn、Pd-Au、Pd-W、Pt-Ni、Pt-Ag、Pt-Ti、Fe-Pt、Pt-Zn、Pt-Co、Pt-Mn、Pt-Au 及び Pt-W から選択されることを特徴とする請求項 22 に記載の水素センサー。

【請求項 25】

前記薄膜は、 $0.85 \leq x \leq 0.96$ を満たす $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 合金薄膜であることを特徴とする請求項 24 に記載の水素センサー。

【請求項 26】

前記薄膜は、 $0.90 \leq x \leq 0.94$ を満たす $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 合金薄膜であることを特徴とする請求項 25 に記載の水素センサー。

【請求項 27】

前記薄膜は、その膜厚が約 1 nm ないし約 100 μ m の範囲内にあることを特徴とする請求項 22 ないし 26 のいずれかに記載の水素センサー。

【請求項 28】

前記ナノギャップは、約 1 nm ないし約 10 μ m の間隔を隔てて形成されたことを特徴とする請求項 22 ないし 27 に記載の水素センサー。

【請求項 29】

弾性材質の基板と、
前記基板の表面に形成された Pd または Pd 合金の薄膜と、
前記薄膜の両端に形成された電極と、
を含み、
前記薄膜には、
前記薄膜を所定の濃度の水素含有ガスに露出して、前記薄膜の α 相を β 相の薄膜に変化させ、体積の膨張により形成された複数のナノギャップが含まれていることを特徴とする水素センサー。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0028

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0028】

一実施例において、上記弾性基板の表面に $0.85 \leq x \leq 0.96$ を満たす $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 合金薄膜を形成してよい。

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0029

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0029】

一実施例において、上記弾性基板の表面に $0.90 \leq x \leq 0.94$ を満たす $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 合金薄膜を形成してよい。

【誤訳訂正4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0109

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0109】

図8の(a)を参照すると、爆発上限濃度(4%)の1/4である1%(10,000ppm)の水素濃度において約1秒で急な抵抗変化を示すことが分かる(x軸は全反応時間を示す)。すなわち、既存の水素センサー素子に比べて、遥かに素早い速度で水素ガスを検出できるのみならず、数回繰り返した後もその信号の大きさに変化のない極めて優れた耐久性を有していることが分かる。

【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0111

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0111】

図8の(b)を参照すると、0.5%(5,000ppm)に水素濃度を減少させた際にも、約3ないし5秒足らずで急な抵抗変化を示し、素早い速度で水素を検出できることが分かり、回復時間は約3秒と測定され、本発明の水素センサーが水素ガスを検出するのに優れた性能を示すことが分かった。

【誤訳訂正6】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0118

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0118】

図12には、本実施例に係る水素センサー10の斜視図が示されており、該水素センサー10は、弾性素材からなる基板120と、該基板120の表面に形成され、該基板120に印加された引張力によって複数のナノギャップ111が形成された $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 合金薄膜110、及び上記薄膜の両端に形成された電極130と、を含む。実施例Aとは異なり、本実施例の基板120上には、 $0.85 \leq x \leq 0.96$ を満たす $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 合金薄膜を形成する。本実施例では、従来の水素センサーで通常採用されるPd薄膜の代りに所定の組成比を有する $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 合金薄膜を形成しており、その具体的な理由は次のとおりである。

【誤訳訂正7】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0120

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0120】

ところが、Pd薄膜でなく、本実施例において提示する如く $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 合金薄膜を用いる場合、露出した水素濃度の差に起因する相転移現象が生じず、上述したような水素ガス検知能の低下といった問題点を改善することができることが発見された。本実施例では、このような点を考慮して、弾性基板120上に $0.85 \leq x \leq 0.96$ を満たす Pd_x

Ni_{1-x} 合金薄膜 110 を形成する。上記モル比 x が 0.85 未満であると、 Ni 含量の過多により水素の露出による反応度合いが低くなるといった問題が生じ、0.96 を超過すると、上述したような相転移の問題を引き起こす。より好ましくは、上記モル比は、 $0.90 \leq x \leq 0.94$ である。

【誤訳訂正 8】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0124

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0124】

横 20 mm、縦 10 mm、及び膜厚 0.75 mm の PDMS 基板上に $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ (但し、 $0.85 \leq x \leq 0.96$) 合金をスパッタにて蒸着させた。このとき、 $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 薄膜は、その膜厚を 7.5 nm にし、横 15 mm、縦 10 mm の大きさに基板上に配置した。

【誤訳訂正 9】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0129

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0129】

上記システムを用いた測定は、常温及び常圧で実施し、ナノギャップを有する $\text{Pd}_x\text{Ni}_{1-x}$ 薄膜水素センサー 10 を外部電流印加装置と接続された反応チャンバ 210 内に装着した後、チャンバ内に H_2 と N_2 とが混合されたガスを流し込み、電圧を 0.1 V に保ちつつ電流の強さを測定した。