【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７部門第１区分
【発行日】平成23年1月20日(2011.1.20)

【公開番号】特開2010-92884(P2010-92884A)
【公開日】平成22年4月22日(2010.4.22)
【年通号数】公開・登録公報2010-016
【出願番号】特願2010-2857(P2010-2857)
【国際特許分類】
Ｈ０１Ｊ　61/067　　(2006.01)
【ＦＩ】
Ｈ０１Ｊ　61/067　　Ｌ

【手続補正書】
【提出日】平成22年11月29日(2010.11.29)
【手続補正１】
【補正対象書類名】特許請求の範囲
【補正対象項目名】全文
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】
Ｔｉ，Ｈｆ，Ｚｒ，Ｖ，Ｎｂ，Ｍｏ，Ｓｒ，Ｂａ，Ｂ，Ｔｈ，Ｂｅ，Ｉｎからなる基準グループから選ばれた少なくとも１種の元素を合計で０．００１質量％以上５．０質量％以下含有し、残部がＮｉ及び不純物からなり、
冷陰極蛍光ランプの電極に用いられることを特徴とする電極材料。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００２２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００２２】
上記基準グループは、Ｔｉ，Ｈｆ，Ｚｒ，Ｖ，Ｆｅ，Ｎｂ，Ｍｏ，Ｍｎ，Ｗ，Ｓｒ，Ｂａ，Ｂ，Ｔｈ，Ｍｇ，Ｉｎからなる第一グループと、Ｂｅ，Ｓｉ，Ａｌ，Ｙ，希土類元素からなる第二グループとに分け、いずれか一方のグループに含まれる元素を添加元素としてもよい。特に、上記第一グループから選ばれた少なくとも１種の元素（以下、元素Ｉと呼ぶ）を添加元素とする場合、その含有量としては、０．００１質量％以上２．０質量％以下が挙げられる。即ち、本発明電極材料は、上記第一グループから選ばれた少なくとも１種の元素を合計で０．００１質量％以上２．０質量％以下含有し、残部がＮｉ及び不純物からなるものとすることができる。元素Ｉをこの範囲で含有するＮｉ合金により電極材料を構成することで、上述した１～４の特性を有する電極をより低コストで得られる。また、このＮｉ合金からなる鋳造材は、圧延加工や伸線加工といった塑性加工が行える程度の加工性を有しており、上記塑性加工を施して電極材料を作製することができる。更に、この電極材料は、プレス加工や鍛造加工といった塑性加工が行える程度の加工性を十分に有しているため、上記塑性加工を施して電極を作製することができる。元素Ｉは、１種の元素でもよいし、２種以上の複数の元素でもよい。元素Ｉを複数種の元素とする場合、合計含有量が０．００１～２．０質量％となるように調整してＮｉに添加する。元素Ｉの含有量が０．００１質量％未満では、元素Ｉの含有による特性の改善効果が得られない。一方、この特性改善効果は、元素Ｉの含有量が２．０質量％で飽和する傾向にある。また、２．０質量％を超えて元素Ｉを添加すると、製造コストを上昇させたり、塑性加工性を低

下させる恐れがある。そのため、製造コストや塑性加工性を考慮すると、元素Ｉの含有量は、２．０質量％以下が好ましい。元素Ｉとしてより好ましい元素は、Ｍｇ，Ｔｉ，Ｈｆ，ＴｉとＺｒ，ＨｆとＺｒから選択される元素である。特に、Ｍｇの添加は、上記鋳造材の塑性加工性を改善する効果を有する。元素Ｉのより好ましい含有量は、合計で０．０１質量％以上１．０質量％以下である。添加元素をより低減することで、電極材料のコストを低減できる。

【手続補正３】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００２３
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００２３】
上記第二グループから選ばれた少なくとも１種の元素（以下、元素ＩＩと呼ぶ）のみを添加元素としてもよいが、上記特定範囲の元素Ｉと元素ＩＩとを合わせて添加元素としてもよい。後者の場合、元素ＩＩの含有量は、０．００１質量％以上３．０質量％以下が挙げられる。即ち、電極材料は、上記第一グループから選択される１種以上の元素を合計で０．００１～２．０質量％含有し、かつ上記第二グループから選択される１種以上の元素を合計で０．００１～３．０質量％含有し、残部がＮｉ及び不純物からなるものでもよい。元素Ｉに加えて、元素ＩＩを０．００１～３．０質量％含有するＮｉ合金により電極材料を構成し、この電極材料により製造された電極は、放電性、耐酸化性、耐スパッタリング性をより高めることができる。また、元素ＩＩを０．００１～３．０質量％含有しても電極材料の塑性加工性にほとんど影響を与えることがない。この元素ＩＩは、１種の元素でもよいし、２種以上の複数の元素でもよい。元素ＩＩを複数種の元素とする場合、合計含有量が０．００１～３．０質量％となるように調整してＮｉに添加する。元素ＩＩの含有量が０．００１質量％未満では、元素ＩＩの含有による効果が得られない。一方、この効果は、元素ＩＩの含有量が３．０質量％で飽和する傾向にあり、３．０質量％を超えて添加すると、コスト上昇や電極材料の塑性加工性の低下を招く恐れがある。従って、製造コストや塑性加工性を考慮すると、元素ＩＩの含有量は、３．０質量％以下が好ましい。元素ＩＩとしてより好ましい元素は、Ｓｉ，Ａｌ，Ｙである。特に、Ｙを添加元素とする場合、析出物が結晶粒界に存在することで、加熱時の結晶粒の成長や酸化を防止することができる。元素ＩＩのより好ましい含有量は、合計で０．０１質量％以上２．０質量％以下である。添加元素をより低減することで、電極材料のコストを低減できる。

【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００４４
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００４４】
得られた線状の軟材及び板状の軟材について、水素含有量（質量割合ｐｐｍ）、軟材を構成する金属の平均結晶粒径（μｍ）、仕事関数（ｅＶ）、エッチングレート（ｎｍ／ｍｉｎ）を測定した。その結果を表３～６に示す（表３，４：線状の電極材料を用いた試料、表５，６：板状の電極材料を用いた試料）。水素含有量は、不活性ガス中融解－熱伝導度法により測定した（測定装置：堀場製作所製　ＥＭＧＡ－６２０）。金属の平均結晶粒径は、ＪＩＳ　Ｇ　０５５１に示す方法に準じて測定した。仕事関数は、紫外線光電子分光分析法により測定した。具体的には、前処理として、Ａｒイオンエッチングを数分間実施した後、複合電子分光分析装置（ＰＨＩ製　ＥＳＣＡ－５８００　付属　ＵＶ－１５０ＨＩ）を用い、紫外線源：Ｈｅ　Ｉ　（２１．２２ｅＶ）／８Ｗ，測定時の真空度：３×１０$^{-9}$～６×１０$^{-9}$ｔｏｒｒ（０．４×１０$^{-9}$～０．８×１０$^{-9}$ｋＰａ），測定前のベース真空度：４×１０$^{-10}$ｔｏｒｒ（５．３×１０$^{-11}$ｋＰａ），印加バイアス：約－１０Ｖ，エネルギー分解能：０．１３ｅＶ，分析エリア：φ８００μｍ　楕円形

，分析深さ：約１ｎｍとして測定した。エッチングレートは、鏡面研磨した軟材に真空装置内でアルゴンイオンを照射した後、表面粗さを測定し、照射時間と表面粗さとから求めた。前処理として、軟材に部分的にマスキングを行ってからイオン照射を行った。イオン照射は、Ｘ線光電子分光分析装置（ＰＨＩ製　Ｑｕａｎｔｕｍ－２０００）を用い、加速電圧：４ｋＶ，イオン種：$Ａｒ^{+}$，照射時間：１２０ｍｉｎ，真空度：２×１０^{-8}～４×１０^{-8}ｔｏｒｒ（$２．７\times１０^{-9}$～$５．３\times１０^{-9}$ｋＰａ），アルゴン圧：約１５ｍＰａ，入射角度：試料面に対して約４５度として行った。表面粗さの測定は、触針式表面形状測定器（Ｖｅｃｃｏ社製　Ｄｅｋｔａｋ－３０３０）を用い、触針：ダイヤモンド　半径＝５μｍ，針圧：２０ｍｇ，走査距離：２ｍｍ，走査速度：Ｍｅｄｉｕｍとして行った。軟材においてイオン照射により表面に窪みができた箇所（マスキングされていない箇所）について窪みの平均深さを表面粗さとし、表面粗さ／照射時間（１２０ｍｉｎ）をエッチングレートとした。