

課題番号 : F-19-AT-0078  
 利用形態 : 機器利用  
 利用課題名(日本語) : H<sub>2</sub>S または NO<sub>2</sub> 被毒された Pd 合金表面の熱処理による回復評価  
 Program Title (English) : Restoration by annealing for H<sub>2</sub>S or NO<sub>2</sub> poisoned Pd alloy surface.  
 利用者名(日本語) : 林裕美  
 Username (English) : Yumi Hayashi  
 所属名(日本語) : 株式会社 東芝  
 Affiliation (English) : Toshiba Corporation  
 キーワード/Keyword : 成膜・膜堆積、合金ターゲット、スパッタ膜

## 1. 概要(Summary)

H<sub>2</sub>S または NO<sub>2</sub> に被毒された PdCuSi 金属ガラス表面吸着物を脱離させるために必要な熱処理温度について調査した。その結果、窒素(N)に関する化合物は 80～180℃で、硫黄(S)に関する化合物は 100～200℃で脱離することが確認された。また、PdCuSi 金属ガラスは 250℃の熱処理により結晶化が開始することも確認された。これらの結果から、表面吸着物を脱離させる最適な加熱温度は 200℃であることが分かった。

## 2. 実験(Experimental)

### 【利用した主な装置】

スパッタ装置(芝浦)

### 【実験方法】

スパッタ装置(芝浦)に PdCuSi 合金ターゲットを設置し、8インチ Si 基板上に PdCuSi 金属ガラス薄膜をスパッタ成膜した。被毒処理のため、割断した Si 基板を 50 ppm の H<sub>2</sub>S、または 20 ppm の NO<sub>2</sub> にそれぞれ 60 分間さらした。PdCuSi から加熱によって脱離する物質は昇温脱離ガス分析法(TDS)で分析した。昇温速度は 20 K/min であった。各温度で 60 分間加熱した PdCuSi 金属ガラスの結晶状態は Cu-K $\alpha$ を用いた X 線回折法(XRD)で分析した。

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

Figure 1 に示すように、PdCuSi 金属ガラスに吸着した窒素(N)に関する化合物は 80～180℃で脱離し、硫黄(S)に関する化合物は 100～200℃で脱離した。PdCuSi 金属ガラスを 200℃で熱処理した場合には、熱処理前と同様にアモルファス特有のブロードなピークを示し、アモルファス状態が維持された(Figure 2)。一方で、250℃で熱処理することにより、結晶化を示すピークが出現した。以上の結果より、H<sub>2</sub>S と NO<sub>2</sub> 被毒による吸着物を脱離させる最適な加熱温度は 200℃であることが分かった。

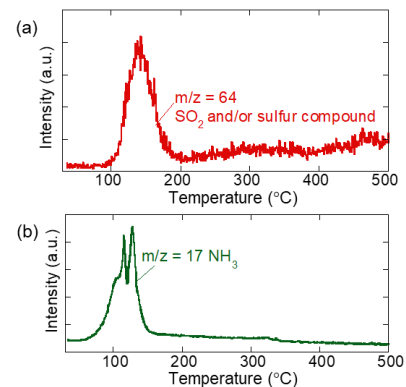


Figure 1: Thermal desorption curves from TDS analyses of (a) H<sub>2</sub>S-exposed sample (b) NO<sub>2</sub>-exposed sample.

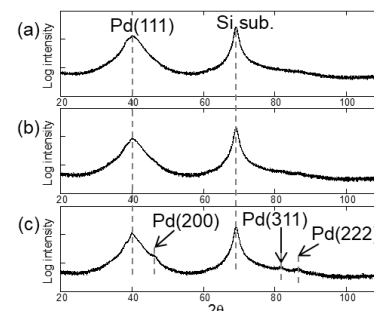


Figure 2: XRD charts of blanket Pd<sub>80</sub>Cu<sub>3</sub>Si<sub>17</sub> samples without a Pd cap. (a) before heating, (b) after heating at 200 °C, and (c) after heating at 250 °C.

## 4. その他・特記事項(Others)

関連文献: 林 裕美、他、日本金属学会 第 164 回春期講演大会、(2019)

## 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

- (1) Y. Hayashi, et. al., International Journal of Hydrogen Energy, vol. 45, (2020), p. 1187
- (2) 林 裕美、他、第 36 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム、(2019)

## 6. 関連特許(Patent)

なし。