

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2010年7月9日
課題番号 Project No. 2009B0007 実験課題名 Title of experiment ナフイオン薄膜の含水構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 原田雅史 所属 Affiliation 株式会社豊田中央研究所	装置責任者 Name of responsible person 山田悟史 装置名 Name of Instrument/(BL No.) ARISA-II/(BL 16) 実施日 Date of Experiment 2010.05.10~2010.05.13

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.

試料は、各種表面処理をしたグラッシーカーボン基板にスピンコートしたナフイオン薄膜である。ナフイオンの膜厚は溶液の濃度によって制御した。シリコンあるいは白金を基板とした試料も作製した。 以上、右表にまとめて示す。		膜厚(溶液濃度/wt%)	界面	基板
	A	0.35	無処理	グラッシーカーボン
	B	1.0	↑	↑
	C	5.0	↑	↑
	D	0.35	酸素プラズマ	↑
	E	↑	フッ素プラズマ	↑
	F	↑	白金コート	↑
	G	↑	無処理	シリコン
H	↑	↑	白金	

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)
 Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

0.4° と 1.0° で入射したパルス中性子の反射強度を TOF の二次元ディテクタで測定した。典型的な測定時間は、0.4° が十数分、1.0° が一時間弱であった。シリコン基板の場合は、0.3° , 0.8° , 2° , 4° とした。湿度は KCl あるいは MgCl₂ の飽和水溶液によって制御した。水は H₂O あるいは D₂O を用いてコントラストを変化させた。測定された TOF の二次元データから、フィッティングで鏡面反射角を正確に求めてバックグラウンドを評価したのち、ダイレクトビームのスペクトルとの比から中性子反射率を算出した。各角度で算出した中性子反射率は全反射強度が1となるようにスケールしたのち、同一の Q レンジでなめらかに連結するようにシフトさせた。

グラッシーカーボンを基板とした試料の中性子反射率はバックグラウンドが高かった。これは、グラッシーカーボンが小角領域で濃度揺らぎをもつことに由来すると考えられる。一方、シリコン基板の場合はバックグラウンドが低かった。また、白金基板の場合、サイズが 10mm × 10mm 程度であるが、スリットを調整して 3 倍程度の時間をかければ測定できることが分かった。

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

図1に、グラッシーカーボン基板上に形成したナフィオン薄膜を D_2O の高湿で保持したときの断面構造を解析した結果を示す。グラッシーカーボン表面のラフネスは 4nm で、ナフィオン薄膜の厚さは 11nm であることが分かった。ナフィオンの散乱長密度の値から含水率を算出することができる。図2には、シリコン基板上に形成したナフィオン薄膜を D_2O の高湿で保持したときの断面構造を解析した結果を示す。ナフィオン薄膜の厚さは 8nm で、基板に水平なラメラ構造が形成されていることが分かった。ラメラは含水率が高い領域と低い領域で構成されていると考えられる。

今回、グラッシーカーボン基板上のナフィオンの構造は均一とみなして解析したが、シリコン基板上のナフィオンのように、ラメラ構造が形成されている可能性もある。ラメラ構造として有意な解析するためにはより広い Q レンジのデータが必要であるが、グラッシーカーボン基板上ではバックグラウンドの影響が強いため困難である。グラッシーカーボン基板の表面状態とナフィオン構造との相関は十分明らかになっていない。他方、シリコン基板上のナフィオンでは、ラメラ構造という特徴的な構造が明らかになった。ただし、このラメラ構造に関しても、一意性を担保するためにはより広い Q レンジのスペクトルを得ることが望ましい。

今後は、装置のスペックを最大限に活用して、ナフィオン薄膜のラメラ構造を支配するパラメータを明らかにする予定である。

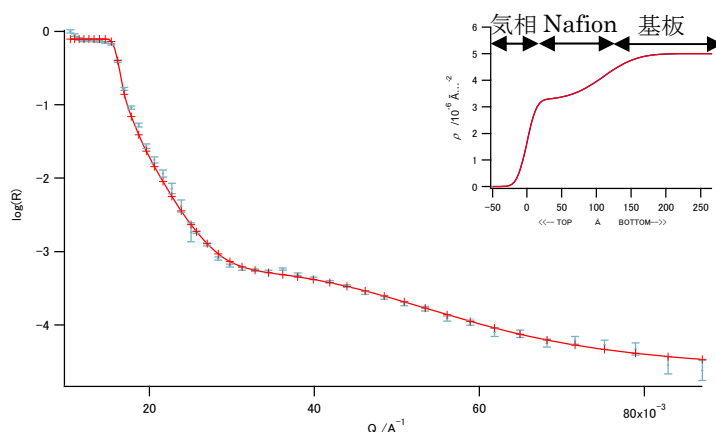


図 1 高湿中 (D_2O) のグラッシーカーボン上のナフィオン薄膜による反射率スペクトルと散乱長密度プロファイル。

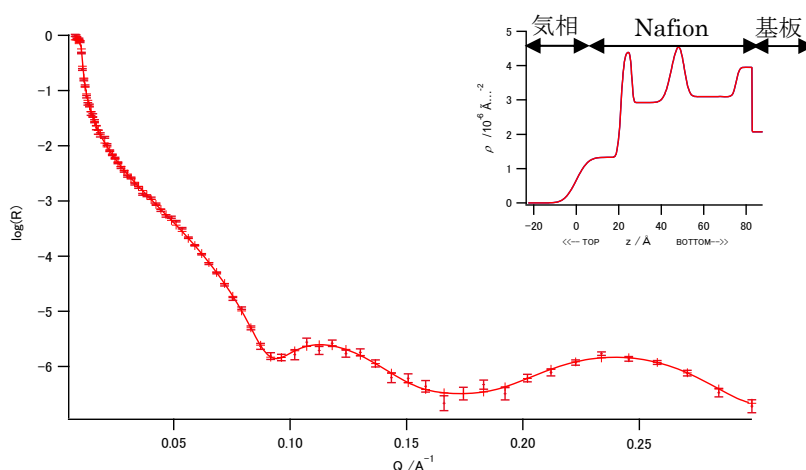


図 2 高湿中 (D_2O) のシリコン上のナフィオン薄膜による反射率スペクトルと散乱長密度プロファイル。