

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report 2011. 1. 18
課題番号 Project No. 2010A0022 実験課題名 Title of experiment ナフィオン/ プラチナ界面の構造解析 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 実施日 Date of Experiment 2010. 11. 16 – 2010. 11. 19

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、①プラチナをスパッタしたシリコン基板にスピコートしたナフィオン薄膜である。比較のため、②スパッタしない基板上の薄膜、③高濃度の溶液からスピコートした薄膜、④組成が異なる溶液からスピコートした薄膜も作製した。以上、右表にまとめて示す。

	基板	溶液の濃度	溶媒の組成
①	Pt スパッタ	0.5wt%	
②	Si		イソプロパノール
③	Pt スパッタ	2.5wt%	
④		0.5wt%	イソプロパノール/水

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.

各種試料について、湿度を変えて中性子反射率を測定した。湿度は、密閉セルに KCl 飽和水溶液またはシリカゲルを同封し、数時間静置することによって制御した。コントラストを変えるため、水溶液の水は重水または軽水とした。中性子反射率は  $0.3^\circ$  ,  $0.75^\circ$  ,  $2^\circ$  ,  $5.5^\circ$  ( $3.5^\circ$ ) で入射したパルス中性子の強度を TOF の二次元ディテクタで測定して評価した。

各角度で求めた中性子反射率はバックグラウンドを補正した後、全反射強度が 1 となるようにスケールし、滑らかにつながるようにシフトさせた。q は  $0.008 \text{ \AA}^{-1}$  から  $0.38 \text{ \AA}^{-1}$  ( $0.28 \text{ \AA}^{-1}$ )、反射率は  $10^{-7}$  程度までのスペクトルが得られた。

各試料の中性子反射率スペクトルは、スパッタした Pt と Si 基板の構造を各湿度で共通のパラメータとして、グローバルフィットした。湿度と水のコントラストの影響は、ナフィオン薄膜の散乱長密度、厚さ、ラフネスに反映される。ここでは、ナフィオン薄膜の平均的な構造について考察するため、フィッティング区間を  $q < 0.15 \text{ \AA}^{-1}$  に限定して解析した。

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

①Pt をスパッタした Si 基板上的ナフィオン薄膜, ②スパッタしない Si 基板上的の薄膜, ③高濃度の溶液からスピコートした薄膜, ④組成が異なる溶媒を用いた薄膜の結果を図 1 に示す. 高湿度の場合が赤線(重水)と青線(軽水), 低湿度の場合が黒線である. いずれも, ナフィオンの構造において, 湿度による変化および重水と軽水のコントラストの差が観察された. スパッタした Pt の厚さは 1200 Å 程度, ナフィオン薄膜の厚さは約 120 Å (高濃度の溶液の場合は約 600 Å)であった.

高湿度と低湿度の薄膜の散乱長密度プロファイルと比較すると, 湿度の増加に伴って膜厚が増加する傾向が見られた. 重水と軽水の場合の散乱長密度の差からナフィオン薄膜中の水の密度を求め, ナフィオン分子の密度をバルクの場合と比較することができる.

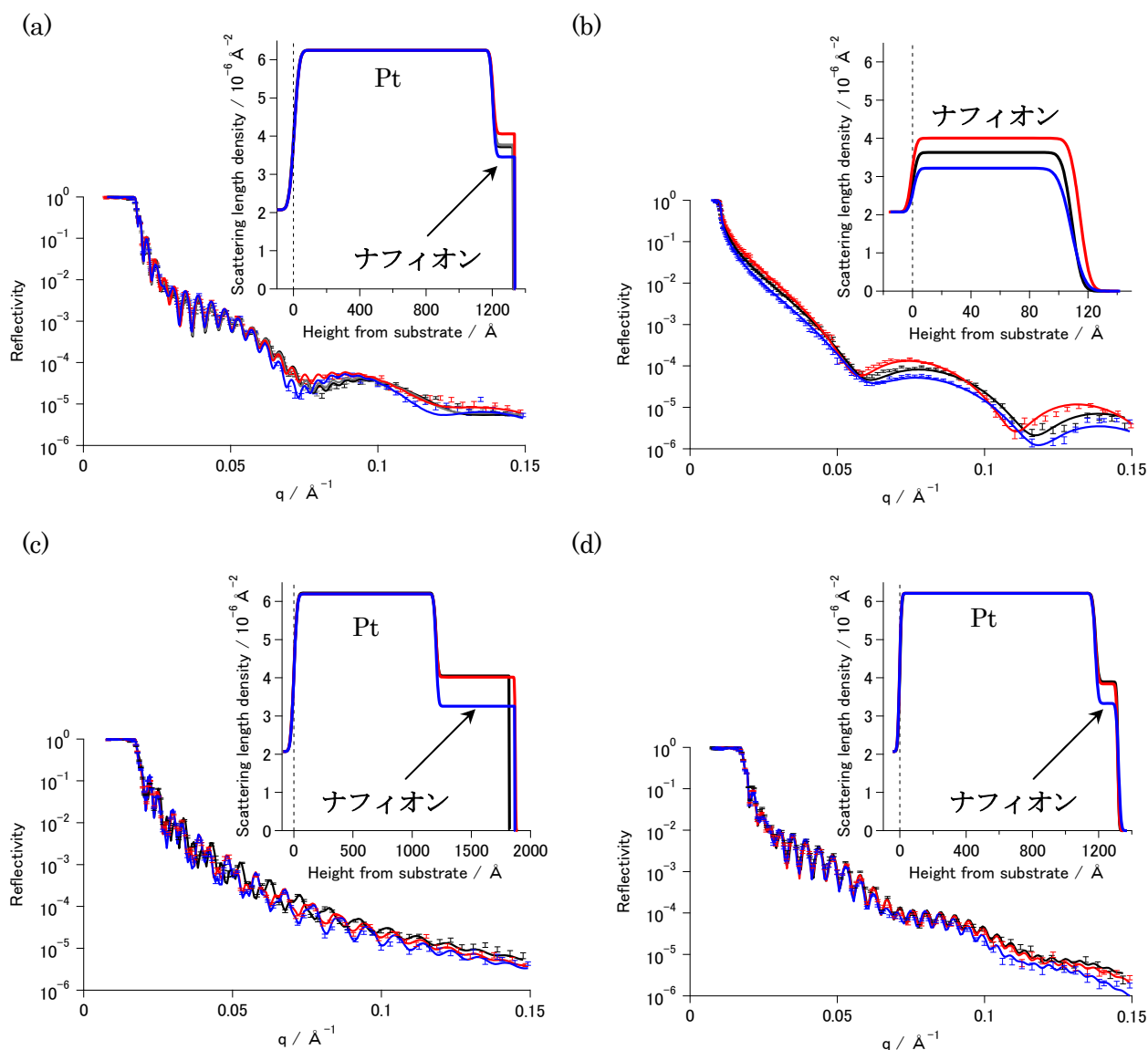


図 1 各種ナフィオン薄膜の中性子反射率スペクトルと散乱長密度プロファイル. 高湿の場合: 赤線(重水)と青線(軽水), 低湿の場合: 黒線. (a)は①Pt をスパッタした Si 基板上的のナフィオン薄膜. (b)は②Pt をスパッタしない基板上的の薄膜. (c)は③高濃度の溶液をスピコートした薄膜. (d)は④組成の異なる溶媒でスピコートした薄膜.