

(※本報告書は英語で記述してください。ただし、産業利用課題として採択されている方は日本語で記述していただいても結構です。)

	承認日 Date of Approval 2013/3/5 承認者 Approver 武田全康 提出日 Date of Report 2013/3/5
課題番号 Project No. 2012B0095 実験課題名 Title of experiment 中性子反射率法による Nafion 膜の多層膜構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 坂根 仁 所属 Affiliation 住重試験検査株式会社	装置責任者 Name of Instrument scientist 武田全康 装置名 Name of Instrument/(BL No.) SHARAKU/(BL17) 実施日 Date of Experiment 2012/12/23~2012/12/25

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.

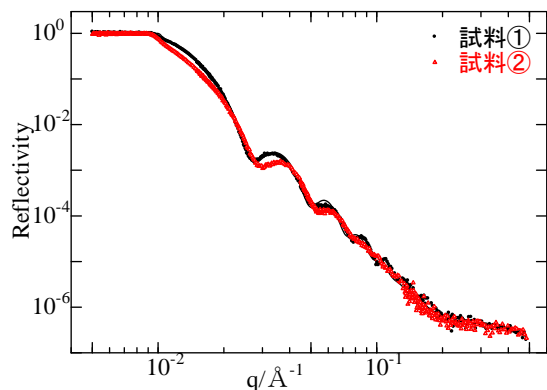
1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
シリコン基板上にスピコートした Nafion 膜である。各試料で Nafion 膜成膜時の条件を変更し、膜構造に変化を加えた。

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.
<p>BL-17 試料垂直型偏極中性子反射率計 (SHARAKU) を使用して Nafion 膜試料 2 検体について中性子反射率を測定した。0.005 Å⁻¹ から 0.5 Å⁻¹ の範囲について、パルス中性子の入射角度 0.2°、0.6°、1.8°、5.4° にして 4 回に分割して測定を行った。</p> <p>入射角度に対応する q 範囲は 0.2° では 0.005~0.018 Å⁻¹、0.6° では 0.015~0.055 Å⁻¹、1.8° では 0.045~0.164 Å⁻¹、5.4° では 0.134~0.493 Å⁻¹ となる。各 q 範囲での測定時間は 0.2° で 1 時間、0.6° で 2 時間、1.8° で 4 時間、5.4° では 4 時間以上である。</p> <p>ダイレクトビームを測定し、その結果を用いて各試料の反射率データの規格化を行った。0.2° のデータで全反射強度が 1 になるようにスケールリングを行い、それ以降の入射角のデータでは 0.2° のデータと滑らかなデータになるように係数をかけて調整を行った。</p>

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

解析には Parrat32 を用いてフィッティングを行った。Si 基板の散乱長密度、表面粗さを固定とし、Nafion 膜の膜厚、散乱長密度、表面粗さを変数パラメータとしてフィッティングを行い、試料間でのパラメータの差異を確認した。

図は 2 検体間での反射率の実測データおよびフィッティング曲線である。試料①はプロトン系溶媒を用いた成膜を行い、試料②では非プロトン系溶媒を用いて成膜を行ったものである。



Sample No.	d (Å)	rho (Å ⁻²)	sigma (Å)
1	264.62	3.626×10^{-6}	8.505
2	248.33	3.342×10^{-6}	7.314

この結果から、今回の中性子束、測定時間によって、成膜時の溶媒による膜構造の変化を十分に測定することが判明した。今後は、溶媒および成膜時の熱処理等を行った試料について中性子反射率測定を行い、最適構造を調査していきたい。