

産業応用分野;燃料電池、研究対象;金属/高分子ヒドロゲル界面、中性子手法;反射率
 利用BL; BL17 試料垂直型偏極中性子反射率計(SHARAKU); Polarized Neutron Reflectometer with Vertical Sample Geometry
 Used Beam Time; 48時間 / Allocated Beam Time; 48時間 / Requested Beam Time; 68時間
 課題番号;2012B0095

課題名	中性子反射率法によるNafion膜の多層膜構造解析 Multilamellar Interface Structures in Nafion investigated by Neutron reflectometry measurements	
実験代表者;坂根 仁	所属;住重試験検査株式会社	

背景;固体高分子型燃料電池(PEFC)がクリーンエネルギー源として活発に研究が行われている。このPEFCにはNafion[®]などのイオン交換樹脂が利用されている。最近の研究(J. A. Dura et al., Macromolecules 2009, 42, 769-4774)で、このようなイオン交換樹脂のディスパージョンをキャストして得られる超薄膜の微細構造がキャスト膜厚やキャスト基板の種類によって変化することが、中性子反射率法による検討により明らかにされた。本研究では、更にイオン交換樹脂のディスパージョン溶媒の種類を変えて作成した超薄膜の微細構造を中性子反射率法で解析する。

中性子実験の必要性;薄膜試料の深さ方向の構造の評価には反射率法が有用である。X線を用いた反射率測定では今回対象としている含水有機系ポリマーの測定は困難であり、中性子反射率によりキャスト膜の微妙な密度変化が解析できることが期待される。

試料;シリコン基板(φ 2inch, t 1mm)上にスピコートしたNafion膜(プロトン系溶媒を用いた成膜した試料①、および非プロトン系溶媒を用いて成膜した試料②)。

実験;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検体について照射面積: 46[mm](F)×20[mm](H)【 $\Delta q/q=0.3$ ($\Delta Q/Q=0.3$)】の条件で中性子反射率を、 $0.005 < Q_z < 0.018$ [1/Å]、 $0.015 < Q_z < 0.055$ [1/Å]、 $0.045 < Q_z < 0.164$ [1/Å]、 $0.134 < Q_z < 0.493$ [1/Å]に4分割し $0.005 < Q_z < 0.493$ [1/Å]の範囲で測定した。

ダイレクトビームの測定結果を用いて各試料の反射率データを規格化した。 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した。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。

結果と考察;反射率の実測データおよびフィッティング曲線を図に示した。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。試料間で有意差が観測され、①は二層、②は単層モデルが最もよく実験結果を説明することが出来た。しかし、定量的な評価に必要な十分な精度の実験データは本課題では得られなかった。

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できることが判明した。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。

