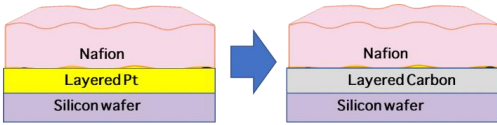
 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report) 平成 30 年 3 月 28 日
課題番号(Project No.) 2017AM0018 実験課題名(Title of experiment) 燃料電池触媒モデル材料の中性子反射率法による解析 実験責任者名(Name of principal investigator) 上田 悟 所属(Affiliation) 技術研究組合 FC-Cubic	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMateria BL20 実施日(Date of Experiment)

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>これまでの実験結果から、白金層上のナフィオン薄膜について多くの知見を得られたが、実触媒はカーボン層上にもナフィオン薄膜が多く被覆している。したがって、次の計画では、Fig.1 に示すようにカーボン層上にナフィオン薄膜を成膜した試料を作成し、無加湿・加湿条件における変化を観察する。</p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>Fig. 1 – schematic showing the samples studied in 2016 (left) and as proposed for the next experiments (right), as we move closer to the real catalyst.</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
<p>2.1 試料 (sample(s))</p> <p>2.2 実験方法(Experimental procedure)</p> <p>試料は単結晶シリコンウェーハの上にカーボンを積層して作成する。次にスピコート法を用いてナフィオン薄膜を積層する。エタノール/水(5/1 vol/vol)の混合溶媒にナフィオンを溶解して 0.1wt%のナフィオン溶液を用いる。その後、120° C で 30 分間アニーリングする。iMateria に大気環境容器を設置し、反射率を測定する。無加湿条件、軽水加湿・重水加湿条件でそれぞれ実施し、得られたプロファイルを解析し、構造変化を考察する。</p>

3. 実験結果及び考察（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 results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

Experimental report

We investigated the film thickness structure of the sample using a reflectometer iMateria. We used temperature and humidity regulator together, and got data of dry state and 100% RH.

The results of the latest experiments are shown in Figs.1. We successfully obtained a minimum reflectivity of 10^{-6} , which is sufficient enough to determine the preferential attachment of sulfonic acid groups (and water molecules) on the Pt surface.

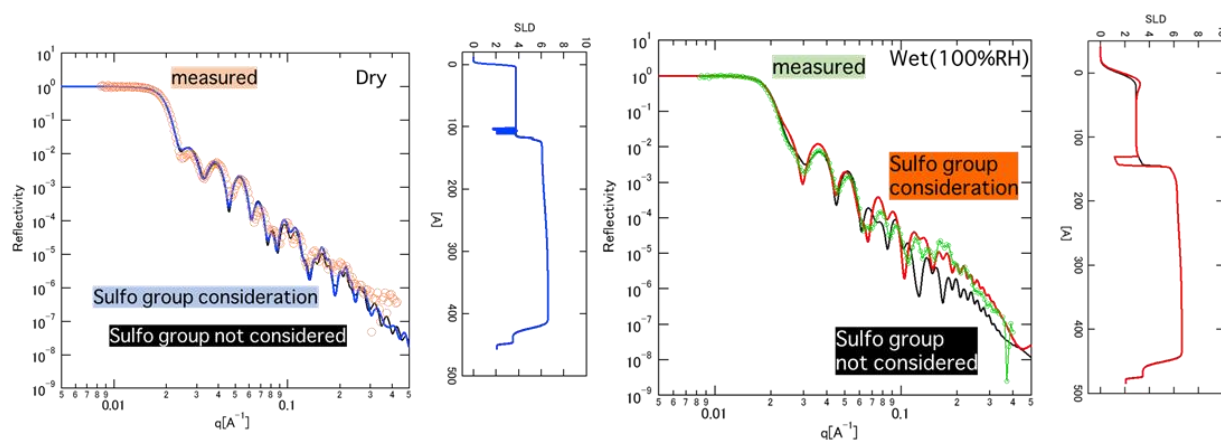


Fig. 2– Reflectivity profile analysis of dry state and humidified state.
Comparison for the presence of sulfonate groups between Carbon and Nafion

4. 結論(Conclusions)

In case of dry state, it is difficult to discriminate two cases (preferential attachment or not). On the other hand, in case of wet state (see right hand panels of Fig. 2, including real-space model), there is clear evidence for extra contrast at the carbon-Nafion interface, presumably from some water associated with the carbon, which are preferentially attached to the catalyst. The analysis is continuing, and we also successfully collected some kinetic data as the humidity was changed over several hours.