

金-クロム積層膜／希硫酸水溶液界面の電気二重層の中性子反射率測定

Neutron reflectivity measurement of Au-Cr thin film contact to sulfuric acid

○水沢まり^{1,2}、桜井健次²、山崎大³、武田全康³

(1. CROSS 東海、2. 物材機構、3. 原子力機構)

○Mari Mizusawa¹, Kenji Sakurai² (1.CROSS Tokai., 2.NIMS, 3.JAEA)

E-mail: t_mizusawa@cross.or.jp

電気二重層は電極と電解質の界面に常に存在して電極反応の進行に影響を及ぼすとされている。図1に示すように、電気二重層は電極の表面に強く吸着した inner Helmholtz 層とその外側に緩く吸着した outer Helmholtz 層から成っている。その構造は電極の表面モフォロジーと密接な関係があるため、電極と電解質との界面構造を知ることは電極／電解質界面の構造を最適化するために必要である。本研究では、金薄膜と希硫酸との界面の中性子射率測定を行い、回路開放状態を模した条件での構造評価を行った。

試料となる電極は、シリコン(100)ウエハー上(30mm×30mm、厚さ2mm)上に剥離防止のためのクロム薄膜を堆積させた後、金を DC スパッタにより積層させて作製した。金スパッタはアルゴン雰囲気(8×10⁻² mbar)、電流は5mAで120秒の通電を行った。設計膜厚は、Cr層30nmおよびAu層20nmである。試料はX線反射率測定により大気中での構造を評価した。図1に大気中での試料薄膜のX線反射率測定結果を示す。フーリエ解析から全膜厚は50.8nm、AuおよびCrは各々25nm程度と推測される。

試料電極はテフロン製セルに装着し、参照電極 Ag/AgCl、1mmφのPt線を対電極として、0.005mol/l 硫酸に浸漬させた状態で中性子反射率測定に供した。今回の実験では、反射率測定時には電場の印加は行っていない。測定は J-PARC/MLF の BL17 偏極中性子反射率計で非偏極モードで行った。波長領域は0.22~0.88nm、散乱角は0.4、0.6、1.8、5.4°の4条件とした。ビームは試料中央付近の12mm×12mmの領域に照射した。

中性子反射率測定の結果を図2に示す。強度振動周期は溶液の有無により変化はなかったもので、膜厚には影響はしていないことがわかる。10⁻⁷程度のバックグラウンド散乱が全q領域にみられ、反射プロファイルへの影響は q>1.3[nm⁻¹]で顕著である。溶液に浸漬したときには 0.5<q<1.5[nm⁻¹]の近傍の散乱がやや強くなっている。これは金単層膜を希硫酸に接触させた時の測定と同様であった。これらが溶液からの寄与と考えられる。

今後は金電極に外部電場を印加した状態で反射率測定を行い、界面構造の変化を測定する計画をしている。

本研究に用いたテフロンセルの開発は、CROSS 佐原恵氏、黒田哲也氏の協力により行った。また、クロム薄膜は CROSS 宮田登博士の協力により産総研 NPF で作製した。

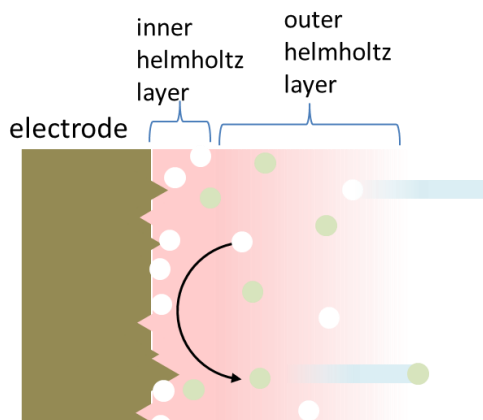


図1 電気二重層の模式図

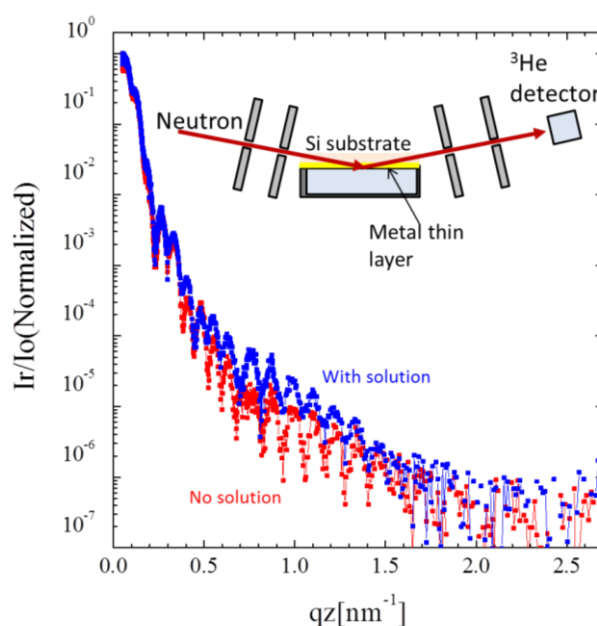


図2 大気中（赤）および硫酸浸漬状態（青）の金-クロム積層膜の中性子反射率プロファイル。バックグラウンドを差し引いている。測定配置を挿入図に示した。