



## エポキシモデル樹脂の XAFS 測定

吉田 要<sup>1</sup>, 黄 馨慧<sup>1</sup>, 佐藤 庸平<sup>2</sup>, 宮田 智衆<sup>2</sup>, 陣内 浩司<sup>2</sup>

1 ファインセラミックスセンター, 2 東北大学多元物質科学研究所

キーワード：エポキシ樹脂, C, N, O K 吸収端, XAFS, 照射損傷

### 1. 背景と研究目的

エポキシ樹脂はエンジニアリングプラスチックとして広い分野で活用されている<sup>1)</sup>。エポキシ樹脂の組成は種々のプレポリマーと硬化剤の組み合わせによって変化するが、その特性は重合条件などに応じて変化するためその制御が重要となる。我々はそうしたエポキシ樹脂の構造解析手法として電子顕微鏡法に着目して検証を進めている。しかし高分子材料は電子線照射への耐性が低いいため、電子顕微鏡により得られるデータには損傷した分子構造の情報も必ず含まれることとなり解析を困難にしている<sup>2)</sup>。そこで今回低損傷の参照データ取得を目的にモデルとなるエポキシ樹脂の XAFS 測定を行った。

### 2. 実験内容

モデル樹脂として Fig.1 に示すプレポリマーと硬化剤の組み合わせを選択し、テフロン板上に展開した加熱硬化により板状試料を作製した。作製したエポキシ板は XAFS 測定試料台に合わせて切削加工したが、XAFS 測定の照射面は硬化時の大気接触面をそのまま用いた。また一部のものについては真空蒸着により数~数十 nm の金をコーティングした。作製したエポキシ試料は導電性カーボンテープで試料台に固定し、全電子収量法および部分蛍光収量法により吸収端計測を行った。

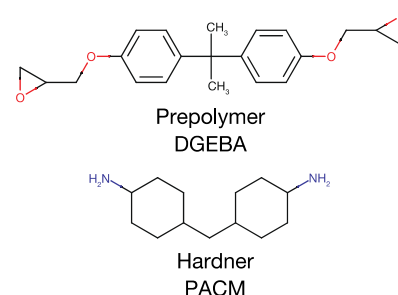


Fig.1 Molecular structures of precursors

### 3. 結果および考察

今回行った XAFS 測定 (C-K, O-K, N-K) においては照射量増加による吸収端微細構造の変化が確認され、放射光照射においても損傷低減は容易でないことが確認された。また詳細な原因については不明であるが、今回のサンプルについては金コーティングによる導電性表面処理はうまく機能せず、無コーティング試料が安定して XAFS データが取得されることを確認した。Fig.2 は、サンプル内の異なる場所から取得した部分蛍光収量法による C-K 吸収端である。場所ごとに吸収端微細構造が異なっている様に見られるが、今回の測定では S/N 比が十分でないことから考察を進めることはできなかった。より低損傷での XAFS データを得るためには多数試料からの XAFS データの積算が重要だと結論づけられた。

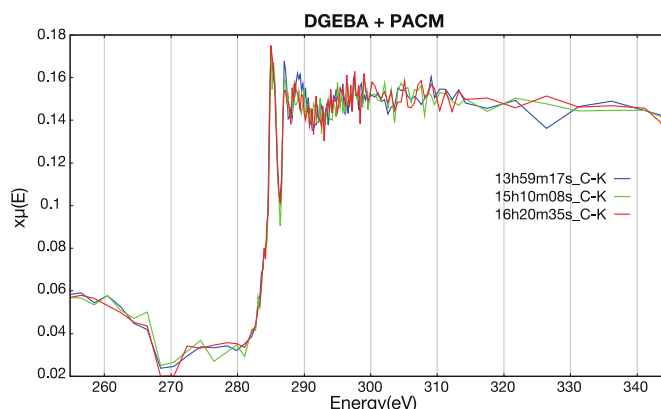


Fig.2 C-K edges (PFY-XAFS) acquired from different areas of epoxy resin

### 4. 参考文献

1. M. Tomoi, *Journal of Network Polymer, Japan* **20** (1999) 97-110.
2. W. Zhan *et al.*, *Micron* **120** (2019) 74-79.