（別紙様式６－１）

利用実績報告書

（令和８年度）

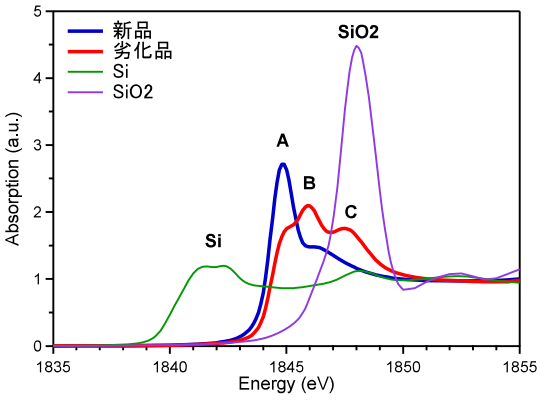
<table>
<tr><td>企業名等</td><td colspan="3">株式会社東レリサーチセンター</td><td>利用実績</td><td>8 時間</td></tr>
<tr><td>課題名</td><td colspan="5">樹脂中の軽元素の状態分析</td></tr>
<tr><td>利用ビームライン</td><td colspan="2">BL（08U）</td><td>測定手法</td><td colspan="2">軟 X 線 XAFS</td></tr>
<tr><td>測定体制</td><td colspan="5">株式会社東レリサーチセンター ← 助言・協力 PhoSIC
試料作製、ナノテラスにおける測定、データ解析および考察
測定に関するアドバイス
協力専門家 渡辺義夫先生</td></tr>
<tr><td>利用目的</td><td colspan="5">紫外線照射による劣化前後のシリコーン樹脂表面の化学状態を分析し、その変化を明らかにすることで、今後の材料設計や分析提案の指針を得ることを目的とする。</td></tr>
<tr><td>測定条件・内容</td><td colspan="5">（1）サンプル準備
市販のシリコーン樹脂を分析対象とした。本樹脂試料について、大気下にて紫外光 ／UV を 1 時間照射したものを劣化品とし、UV 未照射のリファレンスを新品とした。この 2 検体について、樹脂表面の Si の化学状態や結合状態を Si K端 XAFS を用いて評価した。
放射光測定用に試料を 5×10mm に成型した。
（2）放射光測定条件
測定は Si K端に対応する 1820～1930 eV のエネルギー領域にて、最小ステップ 0.1 eV で行った。検出法は検出深さが数十 nm 程度の全電子収量法を用いた。得られた XAFS スペクトルは、解析ソフト Athena を使って解析した。</td></tr>
<tr><td>結果概要</td><td colspan="5">図に電子収量法で得た新品、劣化品および標準試料（Si、SiO_2）の Si K端 XANES スペクトルを示す。新品は 1845 eV 付近（A）に 1 本のメインピーク、劣化品では A に加えて、より高エネルギー側の 1846 eV 付近（B）や 1848 eV 付近（C）の 2 本のメインピークが新たに確認された。劣化品におけるピーク A の強度は新品よりも小さかった。標準試料において、Si は 1842 eV 付近、SiO_2 は 1848 eV 付近にピークが確認されたが、このような Si K端でのピーク位置は、Si の価数や Si と結合した酸素原子の数などと相関するため、Si が高価数ほど、もしくは酸素との結合数が多いほど、高エネルギー側にシフトすると考えられる。ピーク A は Si と SiO_2 のピークの間に認められたことから、シリコーンの持つ-Si$(CH_3)_2$-O-構造に由来する成分と考えられた。一方で、劣化品で確認されたピーク B、C は A よりも高エネルギー側に位置することから、酸素との結合数が 3 または 4 の Si と考えられ、これらには Si-O-Si 結合を含む 4 配位の SiO_2 に類似の成分も含まれると考えられる。以上の結果から、シリコーン樹脂は大気下での UV 照射によって、-Si$(CH_3)_2$-O-構造の Si-CH_3 結合部分が酸化し、Si-O 結合が増加したと考えられた。


図 Si K端 XANES スペクトル（全電子収量法）</td></tr>
</table>