



NEXAFSによるシラノール基の分析

高橋直子、磯村典武、小坂悟、森広行、木本康司、大森俊英
株式会社 豊田中央研究所



背景・経緯

低燃費 機械損失の低減 → 摩擦特性解析重要

DLC-Si 低摩擦・耐摩耗性: **シラノール基**関与

- IR** 😊 官能基同定可 😞 分析深さ1 μ m→感度不足
- TOF-SIMS** 😊 分析深さ約1nm→表面敏感 😞 官能基を含むフラグメントを検出(非直接検出)→同定困難
- XPS** 😊 分析深さ約2nm→表面敏感 😞 ケミカルシフトのない官能基同士は識別不可

NEXAFSによるシラノール基の直接検出

😊 分析深さnmオーダー→表面敏感。内殻準位から各空準位への遷移を反映した情報→XPSより波形複雑

DLC-Si : silicon-containing Diamond-Like Carbon

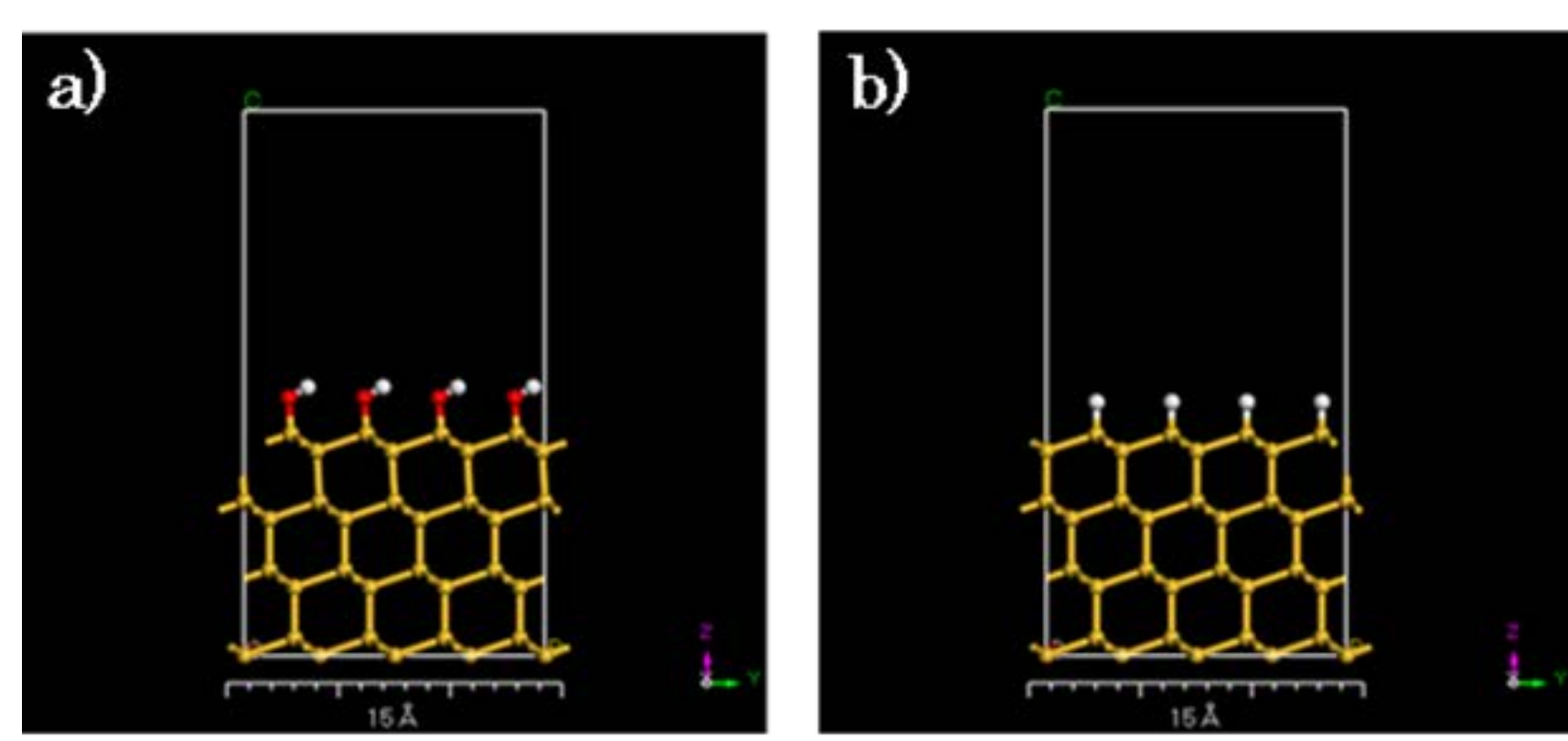
IR : Infrared Spectrometry
TOF-SIMS : Time of Flight Secondary Ion Mass Spectrometry
XPS : X-ray Photoelectron Spectroscopy
NEXAFS : Near edge X-ray Absorption Fine Structure

結果

● モデルサンプルを用いた検討
第一原理計算との比較

【供試試料】
①OH-Si ②H-Si ③SiO₂

【第一原理計算】
CASTEPによる理論計算

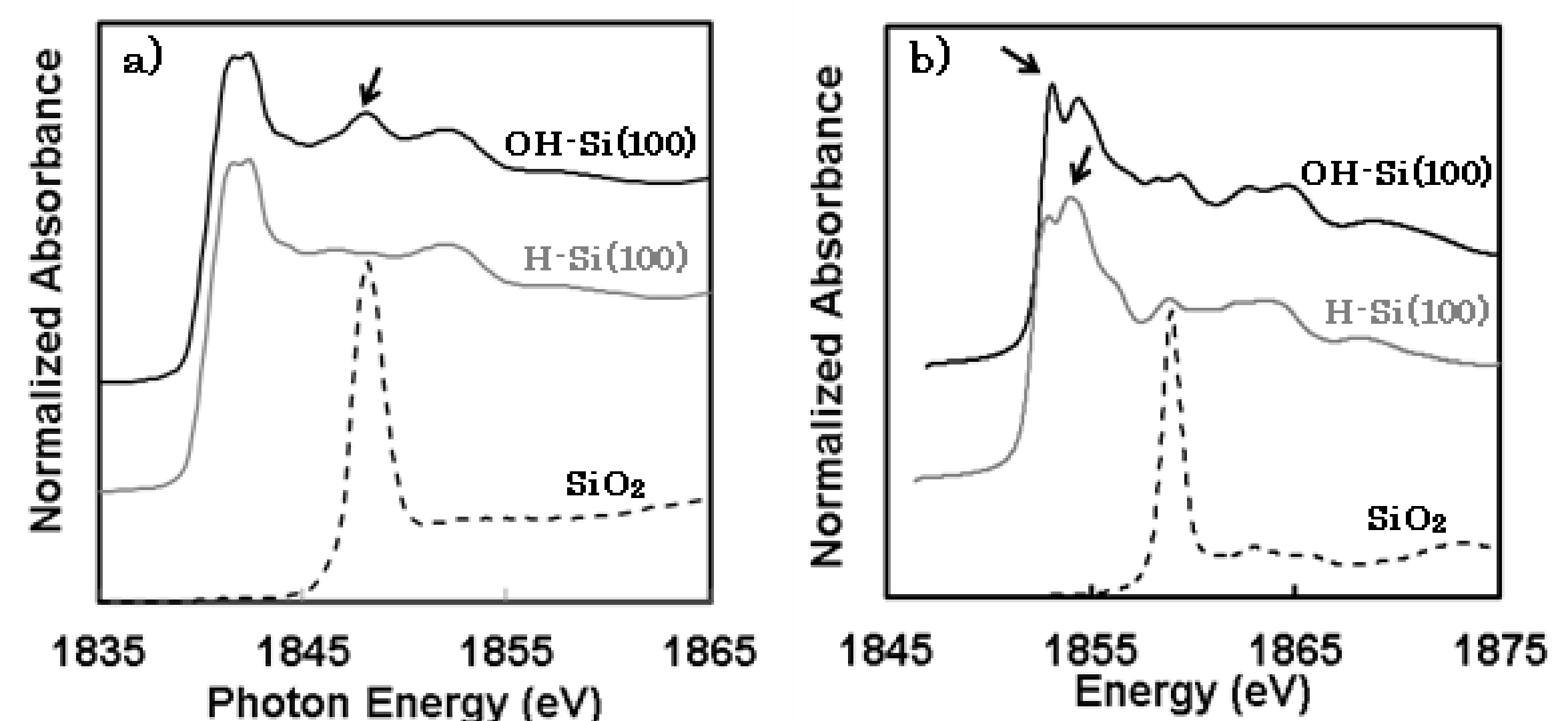


構造最適化後の計算モデル
a) OH-Si (100), b) H-Si (100)
(白)水素, (赤)酸素, (黄)シリコン

Si K-edge

光源: あいちSR BL6N1
測定法: 全電子収量法

- ➡ OH-Siに特異なピーク
- ➡ OH-SiとH-Siとで吸収端ピーク強度比異なる

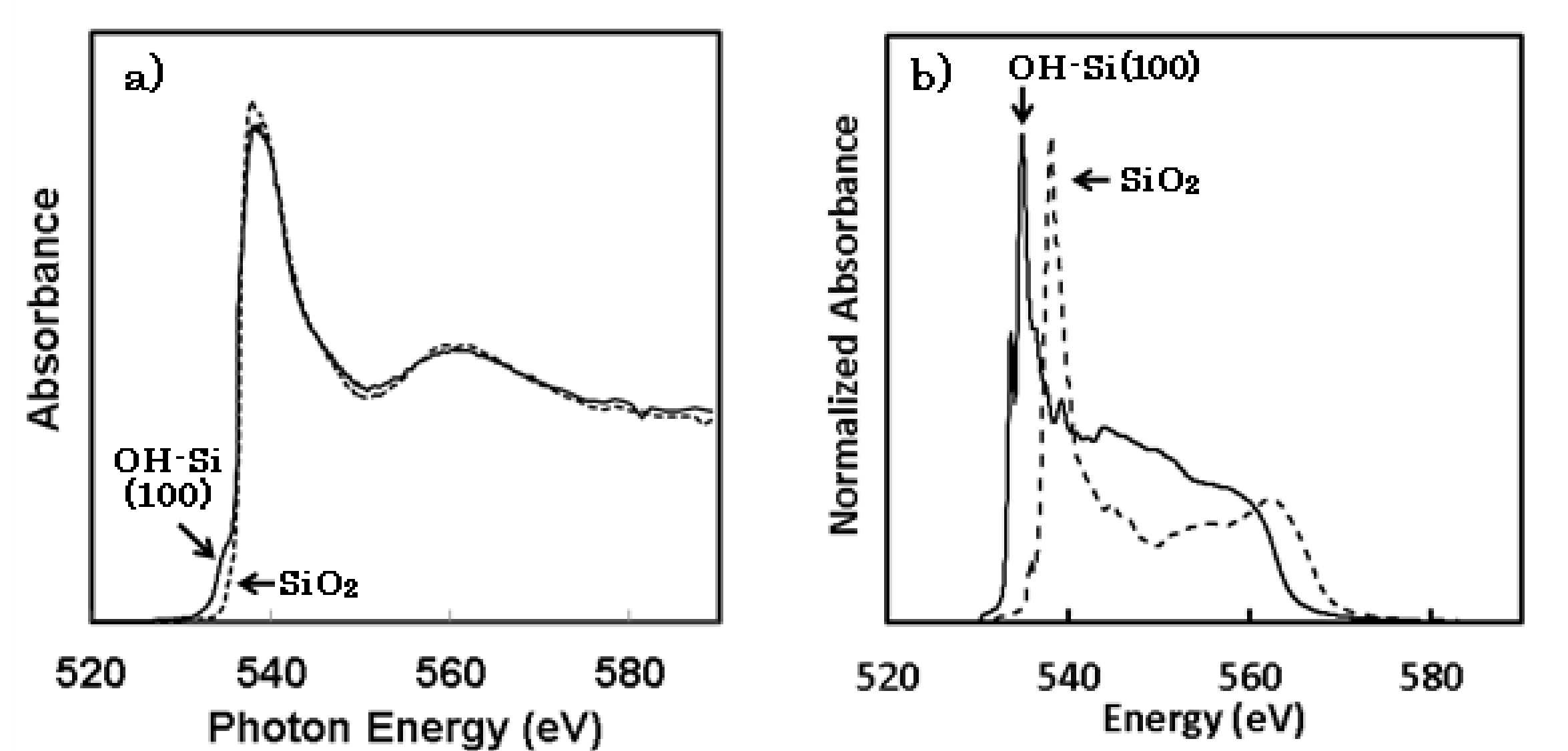


OH-Si (100)、H-Si (100)、SiO₂におけるシリコンK吸収端のNEXAFSスペクトル
a) NEXAFSによる実測スペクトル, b) 第一原理計算結果

O K-edge

光源: あいちSR BL7U
測定法: オージェ電子収量法

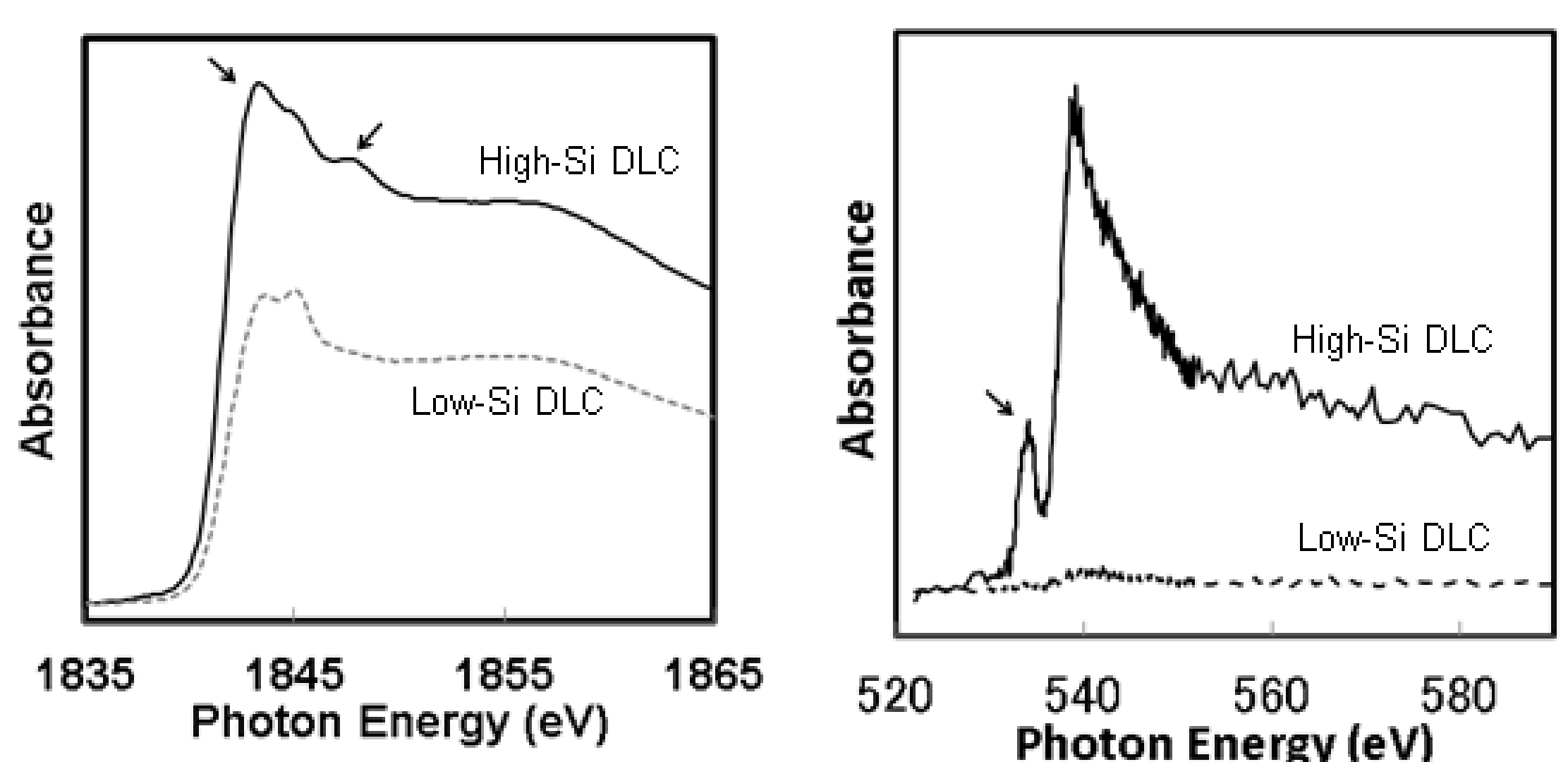
- ➡ OH-SiとSiO₂とでシフト有り



OH-Si(100)とSiO₂における酸素K吸収端スペクトル
a) NEXAFSスペクトル, b) 第一原理計算結果

● DLC-Si膜低摩擦メカニズム解析への応用

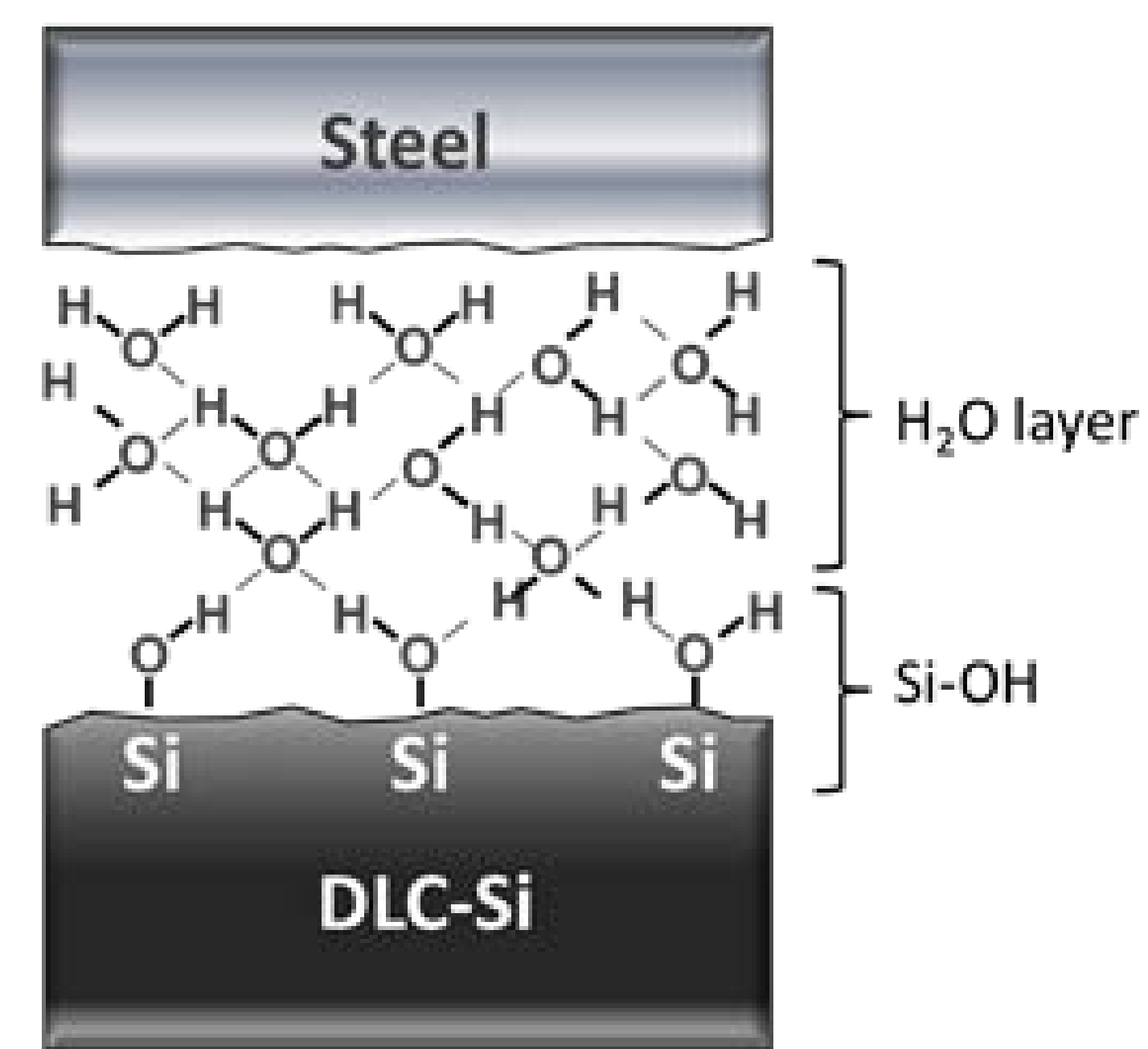
- 【供試試料】
- ①High-Si DLC
Si含有量"多"
低摩擦
- ②Low-Si DLC
Si含有量"少"
高摩擦



DLC-Si膜の摺動部におけるシリコンK吸収端(左)と酸素K吸収端(右)のNEXAFSスペクトル

➡ High-Si DLCからシラノール基が検出された

シラノール基を介した吸着水層が境界膜として作用



DLC-Si膜表面における低摩擦発現メカニズムの模式図

期待される効果・社会的インパクト

DLC-Siの産業応用

👤 DLC-Siの低摩擦メカニズムを明確化し、様々な自動車材料へ応用。自動車の低燃費へ貢献。

シラノール基の直接検出

👤 従来法で困難だった表面シラノール基の直接検出に成功。シリコン系半導体やガラス等への応用に期待。