



シリカ系誘電体セラミックスの粉末 X 線回折測定

菅 章紀¹, 宮澤勇氣²

1 名城大学理工学部, 2 名城大学大学院理工学研究科

キーワード：マイクロ波誘電体, ディオブサイト, 低誘電率材料

1. 背景と研究目的: 近年、無線通信は著しく発展しており、通信デバイスの動作周波数はミリ波帯などへの高周波数化が進んでいる。それに伴い、高周波回路基板では、回路上での電気信号の低遅延と低減衰のため、低い比誘電率(ϵ_r)と高い品質係数($Q \cdot f$)を持つ材料が望まれる。これらに加え機械的強度も回路への実装上必要となる。シリカ系材料は低い ϵ_r を持つことが多く、その一つとしてディオブサイト($\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$, CMS)がある。本研究ではディオブサイトの組成をベースとし、Ca/Mg の組成比 x を変化した $\text{Ca}_{1+x}\text{Mg}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_6$ を合成し、誘電特性、機械的強度および結晶相の組成依存性について検討している。本報告では BL5S2 による粉末 X 線回折測定を行い、その粉末回折パターンを用いた解析結果について以下に示す。

2. 実験内容: $\text{Ca}_{1+x}\text{Mg}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_6$ ($x = 0 \sim 1$) は高純度の CaCO_3 , MgO , SiO_2 を原料として用い、固相反応法にて合成した。得られた粉末を 0.4mm 径のリンデマンガラス製のキャピラリーに充填し、BL5S2 ビームラインを用い、1.0Å の波長にて粉末 X 線回折の測定を行い、リートベルト解析(RIETAN-FP)^{1,2)}により各組成における結晶相の精密化を行った。

3. 結果および考察: $\text{Ca}_{1+x}\text{Mg}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_6$ の粉末 X 線回折パターンより、 $x = 0$ では単相のディオブサイトが生成し、 $0 < x \leq 0.8$ の組成域では CMS と β -ワラストナイトが共存領域であることが明らかとなった。また $x = 0.85$ ではディオ Mg を少量固溶した β -ワラストナイト単相($\beta\text{-Mg}_{0.075}\text{Ca}_{0.075}\text{SiO}_3$, $\beta\text{-MCS}$)となることが明らかとなった。 $x > 0.85$ の組成では $\beta\text{-MCS}$ の他に $\alpha\text{-CaSiO}_3$ が生成した。 β -ワラストナイトには monoclinic 相と triclinic 相が存在するが、 $\beta\text{-MCS}$ に対しては triclinic 相のモデルが良い一致を示した。

そこで本研究では $x = 0 \sim 0.85$ の組成域において CMS と $\beta\text{-MCS}$ の生成割合を明らかにするために、これらの結晶構造モデルを用いて各組成の結晶構造の精密化を行った。Fig.1 は $x = 0.25$ におけるフィッティングした粉末 X 線回折パターンの拡大図である。CMS と $\beta\text{-MCS}$ の回折ピークにより実験値とフィッティングがされているのが分かる。各組成で得られたパラメータを基に、 $x = 0 \sim 0.85$ における CMS と $\beta\text{-MCS}$ の生成割合を求めた結果を Fig.2 に示す。 $\beta\text{-MCS}$ の生成割合が組成に依存し増加することが明らかとなった。

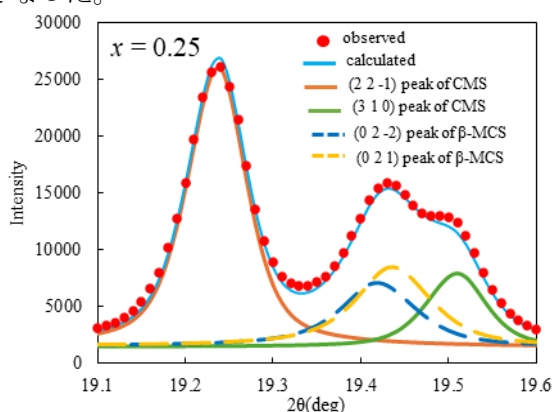


Fig. 1. Pattern fitting results of $\text{Ca}_{1+x}\text{Mg}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_6$ ceramic at $x = 0.25$.

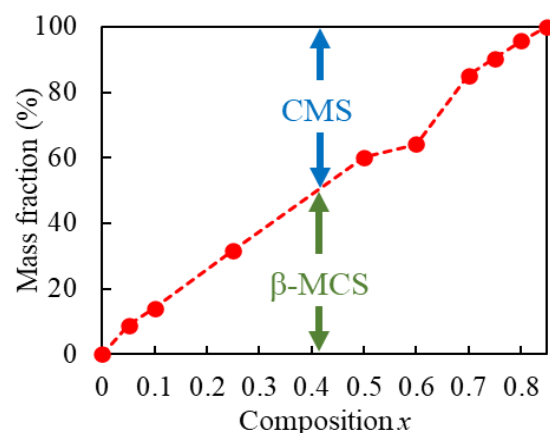


Fig. 2. Variation in mass fraction of CMS and $\beta\text{-MCS}$.

参考文献 1)H. M. Rietveld, J. Appl. Cryst. 2 (1969) pp.65-71.

2)F. Izumi, K. Momma, Solid State Phenomena 130 (2007) pp.15-20.