



誘電体結晶中の不純物の XAFS 測定に関する検討

田淵雅夫¹、木村耕治²

¹名古屋大学、²名古屋工業大学

キーワード：XAFS 測定の基礎、データ解析

1. 背景

誘電体材料は、現代社会を支える高度な電子情報通信機器においても、また安定した電力供給においても不可欠な材料で、その品質改善や性能向上が常に求められている。一般的な話として、誘電体材料に限らず、多くの材料の性質は母体材料の性質だけでは決まらず、そこに加わる「不純物」の影響を強く受ける。不純物は、意図せず混入すると材料の性質のコントロールを難しくする要因となる一方、意図的に導入された不純物によって高い性能や新規の機能発現を実現することも多い。さらには、意図的に導入した不純物でも材料中に占めるサイトによっては期待した機能を発揮しないばかりか、性能を下げる要因になることもあり得る。このようなことから、材料開発においては、意図的であるかどうかにかかわらず不純物が材料中で占める位置を機能との関係から議論することが重要になる。このような研究開発を考えたとき、XAFS 法は着目原子が対象物質中で占める位置を決めることと、その原子が化学的にどのような状態をとっているかを明らかにすることが可能で極めて有用なツールとなり得る。しかしながら、不純物レベルの濃度の測定を行おうとすると、必然的に信号強度が低くなりノイズが増えること、低濃度では蛍光法などの二次的な検出手法をとらざるを得ないが同時に存在する他の元素の信号との競合があると測定ができなくなる可能性があることなど、常に良好な測定ができるかどうかはわからない。今回の測定は、今後の研究対象としてチタン酸バリウム(BaTiO_3)系の材料を扱う可能性を念頭に、吸収端が軟 X 線領域にあるような元素の測定を経験し、その計測可能性と、得られたスペクトルの変化から有意な情報が得られるかどうかの検討を行うことを目的とした。

2. 実験内容

関連研究室からご提供いただいた BaTiO_3 試料について、あいち SR BL6N1 において Ca-K、Si-K 吸収端で測定を行った。測定は BL6N1 で提供されている He 置換された大気圧測定チャンバ内に試料を置いて行い、Ca-K α 、Si-K α 蛍光 X 線を検出する蛍光検出モードにて行った。絶縁性の材料なので電子収量法を用いることは検討しなかった。試料中の Ca、Si の濃度は後日別の手法で決定する予定で現時点では不明であるが、各試料それぞれに異なる量だと期待している。

3. 結果

測定の結果得られた XANES スペクトルを図に示す。測定した 3 つの試料について、Si-K のホワイトライン強度、Ca-K の吸収端立ち上がり位置の微細構造にわずかな変化がみられる(各図中の矢印位置)。矢印位置以外の一致の良さから見て、観察された変化は意味があるものと予想されるが、対象材料の特性の変化等と照らして議論できるほどの変化かどうかは今後検討する必要がある。また、EXAFS 領域の測定も行ったが、十分な S/N が得られたのは k にして 10~12 程度までで、 $\chi(R)$ の形状に違いはあるが、そこから何か議論できるほどの有意な差とは現時点では考えていない。

今回、Ca、Si について、微小ではあるが有意と思える変化が観察されたことを受け、今後実際にどのような材料/試料についてどのような測定と研究を展開するか検討を行いたい。

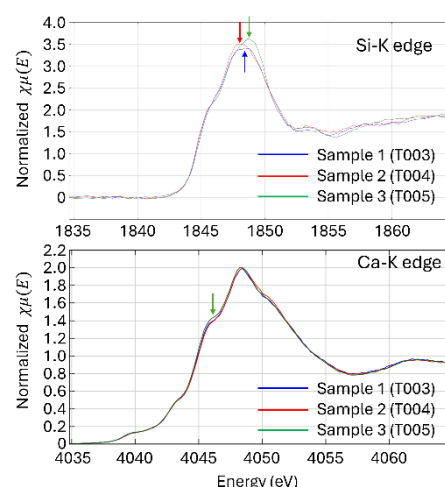


図 Si-K, Ca-K の XANES スペクトル