

## ミリ波帯域電波吸収材の性能安定化に関する研究（第1報）

加藤秀教 倉橋真司

Research for the stabilization of property on the millimeter wave absorber (Part1)

KATOH Hidenori and KURAHASHI Shinji

ミリ波帯域で使用する電波吸収材の性能安定化には、ベース材とフィラーの配向性を小さくする必要がある。このため、混練性試験機等を用いて、ポリエチレン系熱可塑性エラストマーと誘電材料であるチタン酸バリウムの混練条件を変化させてシートを作製した。これらのシートについて、ミリ波ネットワークアナライザにより複素比誘電率を測定して、配向性を評価することにより、配向性の小さくなる混練条件を検討した。配向性の評価は、2方向について測定した複素比誘電率の中から、周波数 60GHz における比誘電率の実数部および虚数部を用いて、指数を算出して実施した。その結果、温度 200℃、混練時間 5 分、回転数毎分 60 回転で混練して作製したシートの配向性が、最も小さくなった。また、混練性試験機による混練は、密閉系で行うために温度を高くすることができ、開放系で行うミキシングロール機による混練よりも、配向性をより小さくできた。

キーワード：ミリ波、電波吸収材、配向性

## はじめに

近年、さまざまな分野で電波が利用される中、周波数の高い領域においても、その利用が注目されている。特に、波長が 1mm から 10mm である、いわゆるミリ波帯域(周波数 30GHz ~ 300GHz)では、衝突防止用レーダ(76.5GHz)や高速無線 LAN(60GHz)などの新しいシステムが導入され始め、これらの周波数帯域に対応した電波吸収材の開発が望まれている。

これまでに、ミリ波帯域で使用する電波吸収材に関する研究<sup>1)2)</sup>を行ってきたが、作製したサンプルにおいて配向性が見られ、電波吸収特性が安定しないという課題があった。そこで本研究では、樹脂とフィラーの配向性を小さくする混練条件を検討するため、混練性試験機等を用いて作製したシートについて、ミリ波ネットワークアナライザを用いて複素比誘電率を測定し、特定周波数における比誘電率の実数部および虚数部の値から配向性の評価を行った結果、より配向性の小さくなる混練条件を得たので、報告する。

## 実験方法

## 1. 原料

ベース材としてポリエチレン系熱可塑性エラストマー、混練するフィラーとして誘電材料の1つであるチタン酸バリウムを使用した。

## 2. ベース材の熱特性

混練条件を検討するために、ベース材の熱特性を把握

しておく必要があることから、ベース材を熱分析装置 Thermoplus2 TG8120(株式会社リガク製)において、昇温速度毎分 5℃にて TG-DTA 分析を行った。

## 3. サンプル作製

ベース材とフィラーを、混練性試験機レオコード RC300p + レオミックス 600p(HAAKE 製)により、温度・時間・回転数を変えて混練した。ベース材とフィラーの配合割合は、ベース材 100g に対してフィラー 300g とした。

混練したものをミキシングロール機 No.191-TM((株)安田精機製作所製)により、ロール温度約 120℃で予備成形した。この予備成形したものを金型に入れて、単動圧縮成形機 SFA-50 型((株)神藤金属工業所製)により、温度 190℃、ゲージ圧力約 200kgf/cm<sup>2</sup>で 3 分間プレス成型して、配向性評価用のシートを作製した。

また、この混練方法と比較するために、ミキシングロール機のみを使用してベース材とフィラーを混練し、さらにプレス成型を行うことで、同様のシートを作製した。

## 4. 誘電率測定による配向性評価

プレス成型によって作製したシートから、大きさ 70mm × 70mm のサンプルを切り出し、ビーム収束型-フリースペース法によるミリ波ネットワークアナライザ(写真 1)を用いて複素比誘電率( $\epsilon = \epsilon' - j\epsilon''$ )を測定した。この測定における周波数の範囲は、ミリ波帯域の周波数を含む V-Band 帯(50-75 GHz)とし、写真 1 の白矢印部分にサンプルを設置して、図 1 に示す測定方向 1、および、サンプルを 90°回転させた測定方向 2 について測定した。これらの結果から配向性を評価した。

この研究は、「ミリ波帯域電波吸収材の性能安定化に関する研究」の予算で実施した。

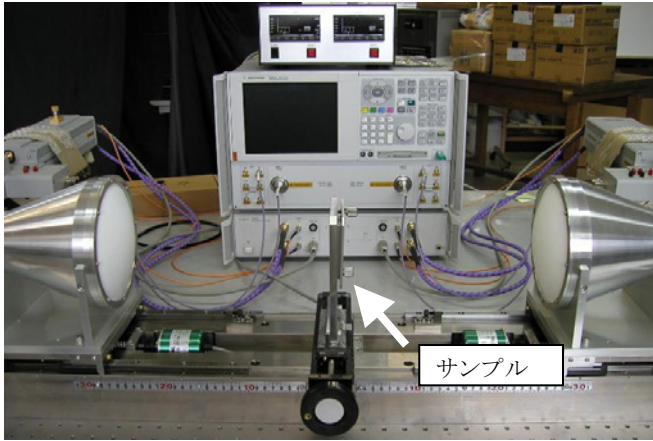


写真1 ミリ波ネットワークアナライザ

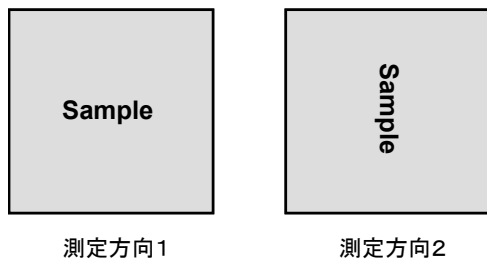


図1 複素比誘電率測定におけるサンプルの置き方

## 結果と考察

### 1. ベース材の熱特性

熱分析装置によるベース材のTG-DTA分析結果を図2に示す。図中の矢印部分あたり(約250℃)から、TGが減少しはじめており、また、DTAにも発熱ピークが見られる。これらのことから、この温度からベース材の熱分解が始まっていると考えられるため、混練条件を検討する際の上限温度を、分解温度よりもやや低い240℃とした。

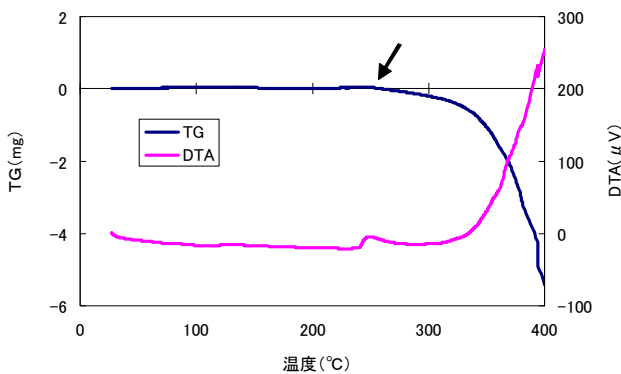


図2 熱分析装置によるベース材のTG-DTA分析結果

### 2. 温度の検討

混練性試験機によるベース材とフィラーの混練において、混練時間5分と回転数毎分30回転を一定とし、温度を120℃、160℃、または200℃と変えて混練し、各シ

ートを作製した。それらのシートの複素比誘電率測定結果を図3に示す。測定周波数範囲は、50GHzから75GHz(V-Band帯)で、測定ポイント数は801点であり、図中にすべての測定結果を表示している。また、図3の凡例における-1、-2は、サンプルの測定方向を示している。(図1参照)

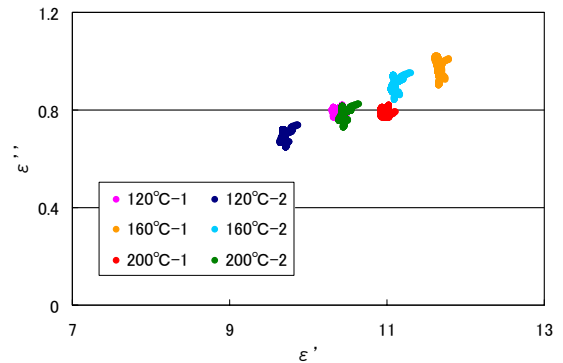


図3 各混練温度における複素比誘電率測定結果

図3から、配向性の良否について検討するのは困難であったことから、次の方法で検討した。

複素比誘電率の結果から、ある周波数における測定方向1の比誘電率の実数部および虚数部を、それぞれ $\epsilon'_{1}$ および $\epsilon''_{1}$ 、測定方向2の実数部および虚数部をそれぞれ $\epsilon'_{2}$ および $\epsilon''_{2}$ とすると、下記による算出値を配向性指数とした。

$$\frac{\epsilon'_{2} \dots}{\epsilon'_{1}} \dots \textcircled{1}$$

$$\frac{\epsilon''_{2} \dots}{\epsilon''_{1}} \dots \textcircled{2}$$

$$\frac{\epsilon'_{2} - \epsilon'_{1} \dots}{\epsilon'_{1}} \dots \textcircled{3}$$

$$\frac{\epsilon''_{2} - \epsilon''_{1} \dots}{\epsilon''_{1}} \dots \textcircled{4}$$

これらの指数において、①および②については1に近い条件、③および④については0に近い条件が、配向性がより小さいと判断することとした。

高速無線LANで使用される周波数60GHzにおける $\epsilon'_{1}$ 、 $\epsilon''_{1}$ 、 $\epsilon'_{2}$ および $\epsilon''_{2}$ を用いて、配向性指数を算出した結果を図4に示す。この図から、200℃の場合、①および②はより1に近く、③および④は0に近くなった。これは、温度が高い方がポリマーの流動性が良好となり、フィラーがより均質に分散された結果であるといえる。よって、最適温度を200℃とした。

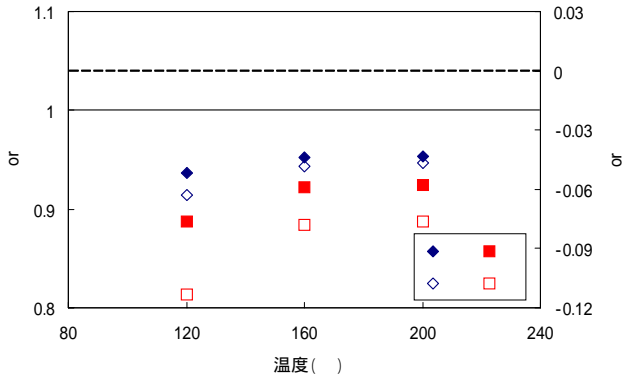


図4 60GHzにおける混練温度と配向性指数

### 3. 混練時間の検討

混練温度 200、回転数は毎分 30 回転とし、混練時間を 3 分から 30 分の間で変えて、シートを作製した。それらのシートの複素比誘電率測定結果を図 5 に示す。また、前述と同様に、周波数 60GHz における  $\epsilon_1$ 、 $\epsilon_2$  および  $\epsilon_3$  から、配向性指数を算出した結果を図 6 に示す。混練時間 10 分の時が、 $\epsilon_1$  および  $\epsilon_2$  はより 1 に近く、 $\epsilon_3$  はより 0 に近くなったことから、最適な混練時間は 10 分とした。

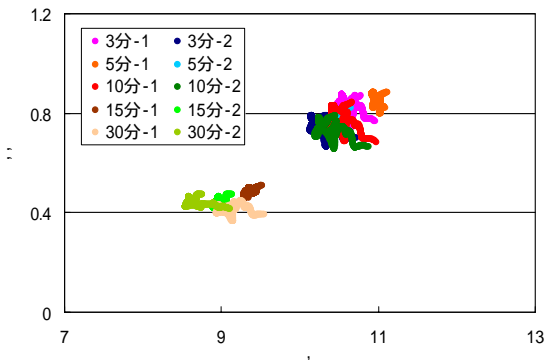


図5 各混練時間における複素比誘電率測定結果

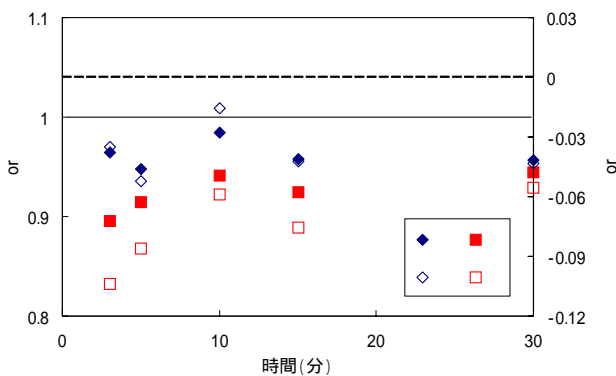


図6 60GHzにおける混練時間と配向性指数

なお、30 分の時の  $\epsilon_1$  から  $\epsilon_3$  の値は、10 分の時の値に次いで良く、配向性が小さく、良いように思われるが、図 5 で、15 分および 30 分のときの  $\epsilon_1$  および  $\epsilon_2$  が、3 分、5 分および 10 分の値と比べて、共に大きく低下している。混練性試験機において 30 分混練した時の、時間と温度およびトルクとの関係を図 7 に示す。この図から、30 分混練したときの混練槽内温度は 212 であり、ベース材の上限温度である 240 を超えていない。したがって、ベース材の分解等が原因ではないと考えられる。以上のことから、15 分および 30 分のときの  $\epsilon_1$  および  $\epsilon_2$  の低下は、フィラーであるチタン酸バリウムの熱履歴の違いによるものと考えられるため、チタン酸バリウムを用いた混練等の加工条件を検討する際には、注意が必要である。

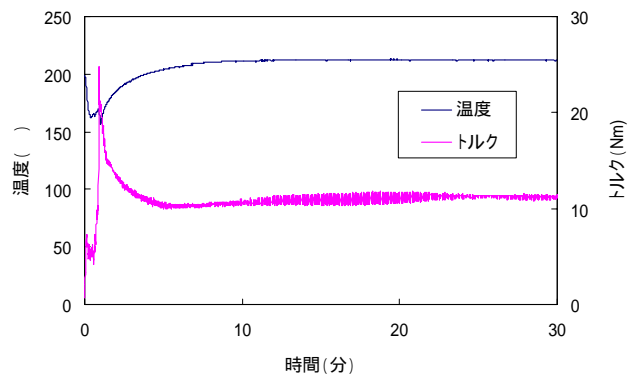


図7 混練時間と温度およびトルクの関係

### 4. 回転数の検討

混練温度 200、混練時間 5 分として、回転数を毎分 30 回転または 60 回転と変えて、シートを作製した。それらのシートの複素比誘電率測定結果を図 8 に示す。また、周波数 60GHz における  $\epsilon_1$ 、 $\epsilon_2$  および  $\epsilon_3$  から、配向性指数を算出した結果を図 9 に示す。毎分 60 回転による混練の方が  $\epsilon_1$  および  $\epsilon_2$  はより 1 に近く、 $\epsilon_3$  はより 0 に近くなったことから、最適な回転数は毎分 60 回転とした。

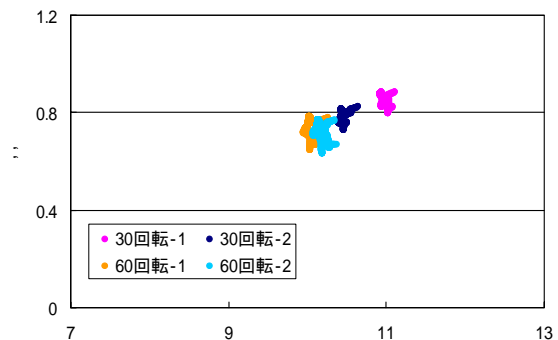


図8 各回転数における複素比誘電率測定結果

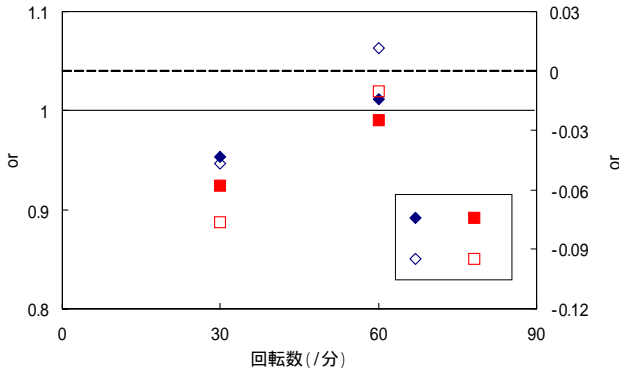


図9 60GHzにおける回転数と配向性指数

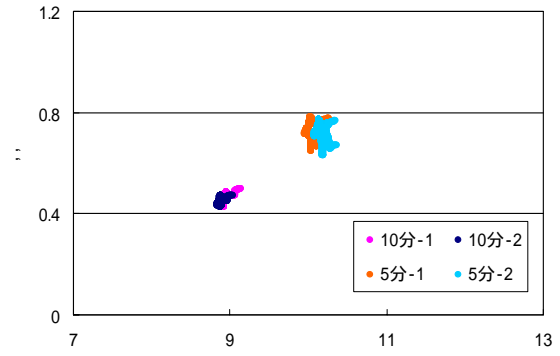


図11 最適条件における複素比誘電率測定結果(2)

5. 最適混練条件

2、3および4の結果から、最適な混練条件は、温度200、混練時間10分、回転数毎分60回転であったことから、この条件にて混練試験を行い、配向性評価のためのシートを作製した。このシートの複素比誘電率測定結果を図10に示す。ところが、図5の混練時間が15分および30分の時と同様に、 $\alpha$ および $\beta$ の低下が見られており、最適条件としては適当ではなかった。

このため、混練時間を5分とし、再度混練して作製したシートの複素比誘電率測定結果を、混練時間10分の結果とあわせて図11に示す。この条件において、周波数60GHzにおける $\alpha_1$ 、 $\alpha_2$ および $\beta_2$ から、配向性指数を算出した結果を表1に示す。図11から、混練時間5分とした条件では、 $\alpha$ および $\beta$ の低下は見られなかった。表1から、混練時間5分でも、 $\alpha$ および $\beta$ はより1に近く、 $\beta$ はより0に近く、はじめに最適条件とした混練時間10分の値と比べても、向上していることがわかる。また、混練時間を検討した際の条件である、温度200、回転数毎分30回転、混練時間10分の時の配向性指数よりも、すべてにおいて向上した値となっていることから、混練時間は5分が最適と考えられる。

表1 最適条件における配向性指数

| 混練条件  |            | 配向性指数 |       |        |        |
|-------|------------|-------|-------|--------|--------|
| 時間(分) | 回転数(回/min) |       |       |        |        |
| 5     | 60         | 1.011 | 0.990 | 0.011  | -0.010 |
| 10    | 60         | 0.992 | 0.976 | -0.008 | -0.024 |
| 10    | 30         | 0.985 | 0.941 | -0.015 | -0.059 |

\* 混練温度 200

6. 混練方法の違いによる配向性の差異

上記の最適条件にて混練したときの配向性と比較するために、ミキシングロール機にて混練・成型したシートの複素比誘電率測定結果を図12に示す。また、周波数60GHzにおける $\alpha_1$ 、 $\alpha_2$ および $\beta_2$ から、配向性指数を算出した結果を表2に示す。図12からも明らかではあるが、表2から、ミキシングロール機よりも混練性試験機の方が、より配向性が小さいことがわかる。これは、混練性試験機では混練方法が密閉系で行われるために、混練温度が高く設定でき、また回転数を大きくすることができる。これに対し、ミキシングロール機は、開放系による混練であるため、作業性等の関係から混練温度を高く設定できないことや、回転数をあまり大きくできないために<sup>3)</sup>、十分に混練できないことが原因と思われる。

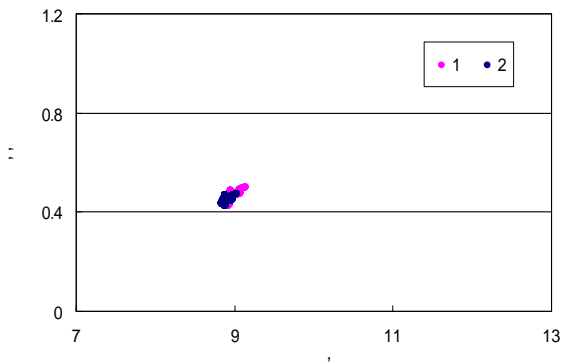


図10 最適条件における複素比誘電率測定結果

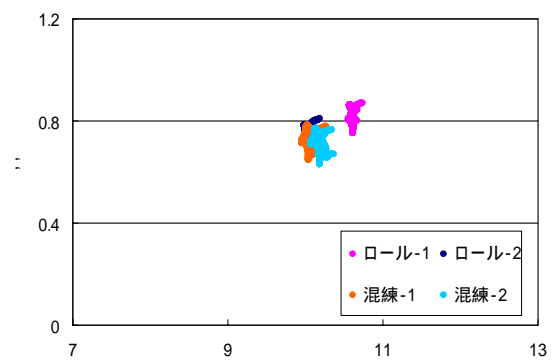


図12 各混練方法における複素比誘電率測定結果

表2 各混練方法における配向性指数

| 混練方法                    | 配向性指数                                  |       |        |        |
|-------------------------|--|-------|--------|--------|
|                         |  |       |        |        |
| ミキシングロール機 <sup>1)</sup> | 0.944                                  | 0.902 | -0.056 | -0.098 |
| 混練性試験機 <sup>2)</sup>    | 0.992                                  | 0.976 | -0.008 | -0.024 |
| 混練条件                    | 1) 温度 120<br>2) 温度 200 、時間5分、回転数60回転/分 |       |        |        |

## ま と め

ミリ波帯域において使用する電波吸収材の性能安定化には、ベース材とフィラーの配向性を小さくする必要がある。今回、ポリエチレン系熱可塑性エラストマーであるベース材と、誘電材料であるチタン酸バリウムフィラーについて、配向性を小さくする混練条件を検討するため、混練性試験機等を用いてシートを作製し、配向性の評価を行い、以下の結果を得た。

1. 配向性を評価する方法として、ミリ波ネットワークアナライザを用いて測定した複素比誘電率の結果から、周波数 60GHz における比誘電率の実数部 および虚数部 を用いて、配向性を評価するための指数を算出した。
2. 混練性試験機にて混練し、プレス成型したシートについて配向性評価を行った結果、温度 200 、混練時間 5 分、回転数毎分 60 回転の 때가、配向性が最も小さくなり、最適条件となった。
3. 混練性試験機による混練は、密閉系で行うために温度を高くすることができ、開放系で行うミキシングロール機による混練よりも、フィラーがより均質に分散され、その結果として、配向性がより小さくできた。
4. 誘電材料であるチタン酸バリウムは、ミリ波帯域の電波吸収材用フィラーとして有効であるが、熱履歴によって および が変化すると考えられるため、混練等の加工条件を設定する上で、注意が必要である。

## 文 献

- 1) 倉橋真司, 加藤秀教: ミリ波帯域で吸収特性を有する電子材料に関する可能性試験, 平成 16 年愛媛工業系研究報告, p. 17-23(2004).
- 2) 倉橋真司, 加藤秀教, 神野勝志: 電波吸収機能樹脂材料に関する可能性試験, 平成 17 年愛媛工業系研究報告, p. 19-24(2005).
- 3) 山田則文, 井上公雄: 混練・分散の基礎と先端的应用技術(装置編)最新混練装置の特長と応用技術, 井上公雄, 小林伸久編(テクノシステム)p. 175(2003)