

## ミリ波帯域電波吸収材の性能安定化に関する研究（第2報）

## — 配向性の改善 —

加藤秀教\* 倉橋真司

## Research for the stabilization of property on the millimeter wave absorber (Part2)

KATO 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。前報において、配向性の小さくなる混練条件を見いだしたため、今回は、その混練条件において配合剤を添加し、より配向性の小さくなる配合剤添加条件の検討を行った。混練性試験機またはロール機を用いて、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を行うにあたり、配合剤としてステアリン酸カルシウム、またはポリグリセリン脂肪酸エステルを添加し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、配向性を評価した結果、混練性試験機による混練では、どちらの配合剤を添加しても、添加しない場合に比べて配向性は小さくならなかった。ロール機による混練では、ステアリン酸カルシウムを0.5%、またはポリグリセリン脂肪酸エステルを0.05%添加することで、配向性が小さくなった。

キーワード：ミリ波、電波吸収材、配向性、配合剤

## 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。

前報<sup>1)</sup>において、樹脂とフィラーの配向性を小さくする混練条件を検討した結果、配向性の小さくなる条件を見いだしたが、本研究においては、配合剤を添加することにより配向性をより小さくする条件の検討を行ったので報告する。

## 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。配合剤としては、分散性を良くするために一般的に用いられているステアリン酸カルシウム及びポリグリセリン脂肪酸エステル<sup>2)</sup>を使用した。

## 2. サンプル作製

ベース材、フィラー及び配合剤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、前報により決定した条件(温度200℃、混練時間5分、回転数毎分60回転)にて混練した。

ベース材とフィラーの配合割合は、前報と同様、ベース材100gに対してフィラー300gとした。また、配合剤の添加量はベース材に対し0.05～3%とした。

混練性試験機にて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、前報において、混練性試験機よりも配向性のやや大きかったロール機において、配向性を小さくする配合剤の添加条件を検討するために、配合剤を添加して混練を行った。混練条件はロール温度約120℃とし、配合剤を0.05～1%添加した。ロール機により混練したのも同様に配向性評価用のシートを作製した。

## 3. 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( $\epsilon_r = \epsilon' - j\epsilon''$ )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

\* (現) 産業技術研究所紙産業技術センター

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。

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 及びサンプルを 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。

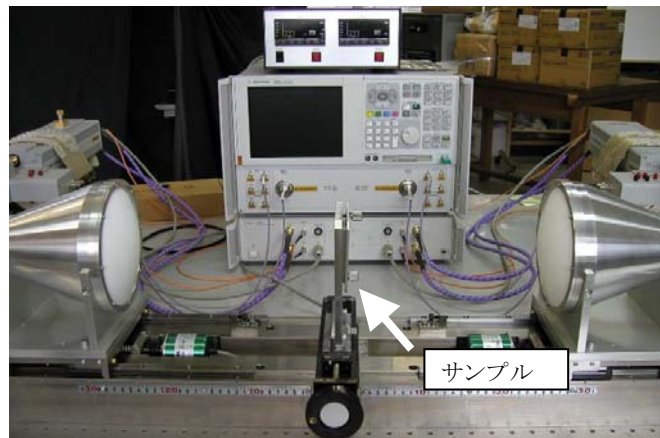


写真 1 ミリ波ネットワークアナライザ

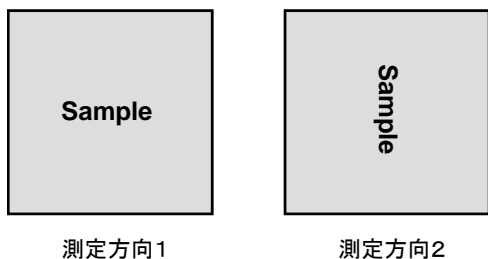


図 1 複素比誘電率測定におけるサンプルの置き方

配向性の評価方法としては、前報と同様に、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  $\epsilon''_{2}$  とするとき、下記による算出値を配向性指数とした。

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

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

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

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

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。

## 結果と考察

### 1. 混練性試験機による混練における配合剤添加効果の検討

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、温度 200℃、混練時間 5 分、回転数毎分 60 回転とし、配合剤としてステアリン酸カルシウムを添加して混練し、作製したシートについて複素比誘電率を測定した結果を図 2 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 2 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 2 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、前報と同様に、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①から④を算出した結果を図 3 に示す。この図から、ステアリン酸カルシウムを添加しない BLK と比べて、①から④のどれにおいても、配向性がより小さくなる結果は得られなかった。しかし、配合剤を添加することにより、混練性試験機内部の金属部分と樹脂の剥離が容易になり、混練作業性の向上が確認できた。その時の添加量は 1% であり、それ以上添加しても剥離性は変わらなかった。

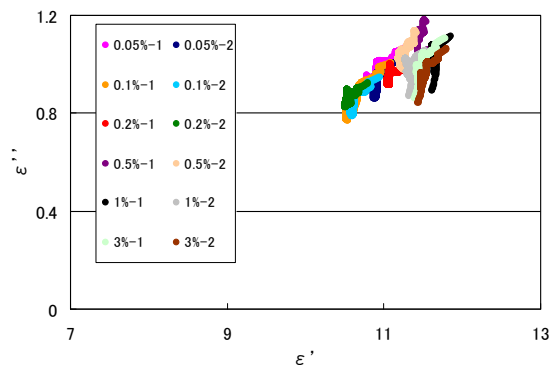


図 2 ステアリン酸カルシウムを添加した時の複素比誘電率測定結果

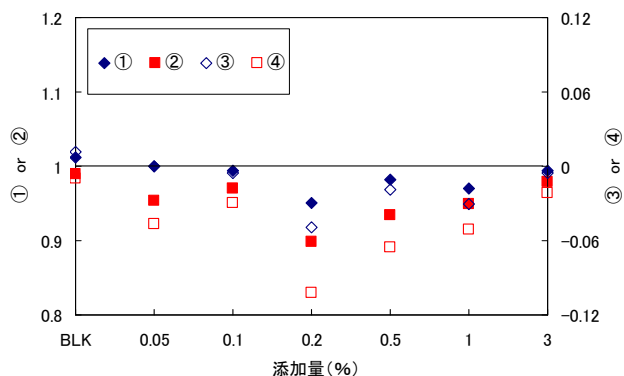


図 3 ステアリン酸カルシウム添加量と配向性指数

次に、混練性試験機による混練において、ポリグリセリン脂肪酸エステルを添加し、作製したシートについて複素比誘電率を測定した結果を図 4 に示す。また、前述と同様に、周波数 60GHz における  $\epsilon'_{1}$ 、 $\epsilon''_{1}$ 、 $\epsilon'_{2}$  および  $\epsilon''_{2}$  から、配向性指数を算出した結果を図 5 に示

す。この図から、ステアリン酸カルシウムを添加しない B L K と比べて、①から④のどれにおいても、配向性がより小さくなる結果は得られなかった。

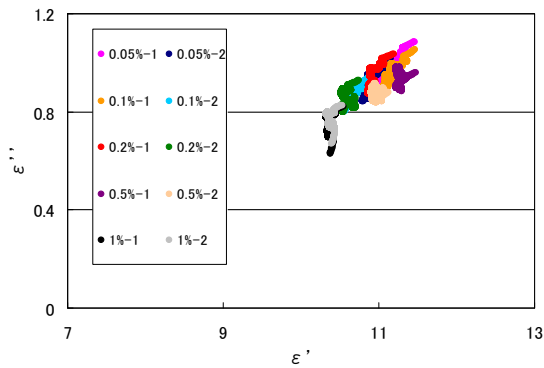


図4 ポリグリセリン脂肪酸エステルを添加したときの複素比誘電率測定結果

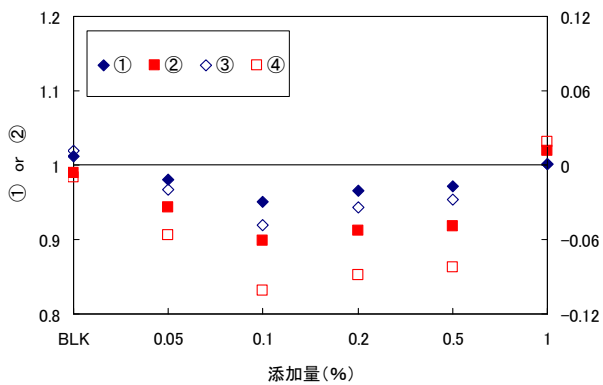


図5 ポリグリセリン脂肪酸エステル添加量と配向性指数

2. ロール機による混練における配合剤添加効果の検討

前報において、混練性試験機による混練よりも配向性の大きかったロール機による混練において、配合剤の添加による配向性の抑制効果について検討した。

ロール機による混練において、温度約 120℃にて混練する際にステアリン酸カルシウムを添加し、作製したシートについて複素比誘電率を測定した結果を図6に示す。また、周波数 60GHz における  $\epsilon'_{1}$ 、 $\epsilon''_{1}$ 、 $\epsilon'_{2}$  および  $\epsilon''_{2}$  から、配向性指数を算出した結果を図7に示す。この図から、ステアリン酸カルシウムを 0.5%添加することで、①および②は 1 に近づき、③および④は 0 に近づいており、B L K に比べて配向性がより小さくなる結果となった。

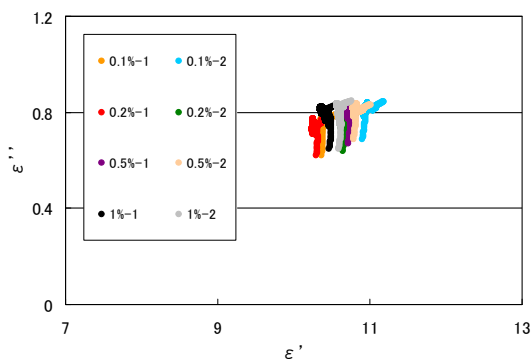


図6 ステアリン酸カルシウムを添加したときの

複素比誘電率測定結果

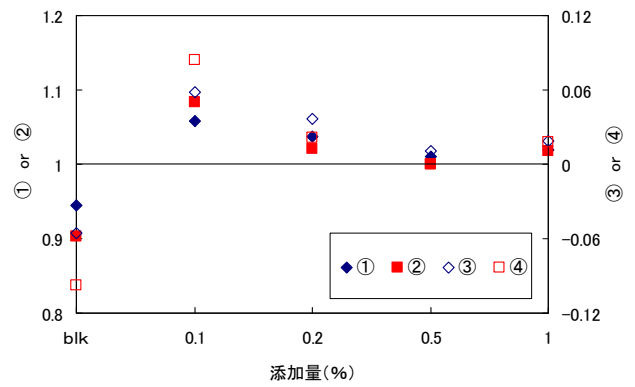


図7 ステアリン酸カルシウム添加量と配向性指数

次に、ロール機による混練において、ポリグリセリン脂肪酸エステルを添加し、作製したシートについて複素比誘電率を測定した結果を図8に示す。また、周波数 60GHz における  $\epsilon'_{1}$ 、 $\epsilon''_{1}$ 、 $\epsilon'_{2}$  および  $\epsilon''_{2}$  から、配向性指数を算出した結果を図9に示す。この図から、ポリグリセリン脂肪酸エステルを 0.05%添加することで、①および②は 1 に近づき、③および④は 0 に近づいており、B L K に比べて配向性がより小さくなる結果となった。

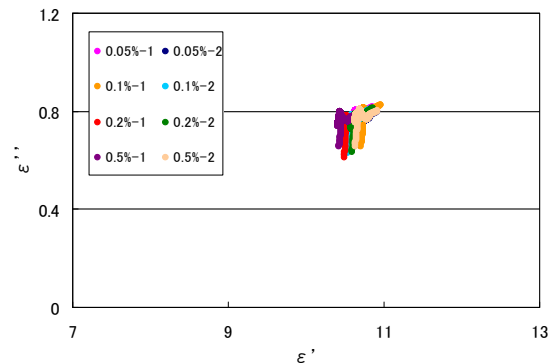


図8 ポリグリセリン脂肪酸エステルを添加した時の複素比誘電率測定結果

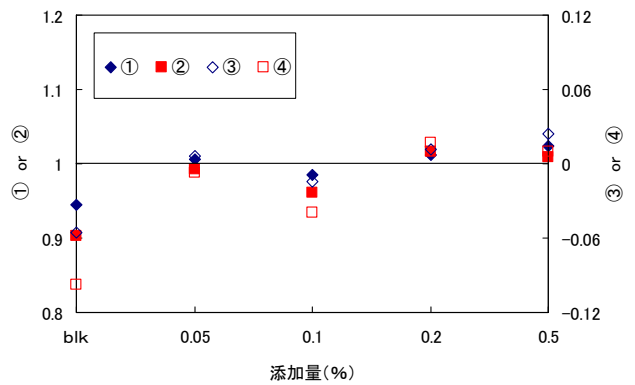


図9 ポリグリセリン脂肪酸エステル添加量と配向性指数

次に、ロール機による混練において、添加する配合剤によって配向性の小さくなる最適な添加量が異なる原因について検討した。

## 文 献

- 1) 加藤秀教, 倉橋真司: 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), 平成18年愛媛県工業系研究報告, p. 10-14(2007).
- 2) ラバーダイジェスト社編: 便覧ゴム・プラスチック配合薬品, p. 447(2003).

ステアリン酸カルシウムの熱分析装置による熱特性の測定結果を図10に示す。この図から、重量減少を伴わない吸熱反応のピークが約126℃にあり、常温において固体であるステアリン酸カルシウムは、この温度において熔融したと思われる。ロール機による混練において、配合剤にかかる温度は115℃から120℃であることから、添加したステアリン酸カルシウムのすべてが熔融していない可能性がある。常温において、ポリグリセリン脂肪酸エステルは液体であり、分散性は液体の方が優れると思われることから、ポリグリセリン脂肪酸エステルの方が少量添加で、配向性が小さくなったと考えられる。

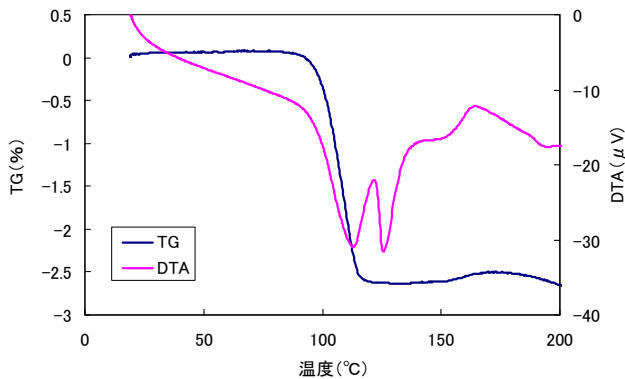


図10 ステアリン酸カルシウムの熱分析測定結果

## ま と め

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の混練において、ステアリン酸カルシウム、またはポリグリセリン脂肪酸エステルの配合剤を添加することにより、より配向性の小さくなる配合剤添加条件の検討を行い、以下の結果を得た。

1. 混練性試験機による混練において、ステアリン酸カルシウム、またはポリグリセリン脂肪酸エステルを添加したが、配向性は小さくならなかった。
2. 混練性試験機による混練において、ステアリン酸カルシウムを1%添加することにより、混練性試験機内部の金属部分と樹脂との剥離が容易になり、混練作業性が向上した。それ以上添加しても、剥離性は変わらなかった。
3. ロール機による混練において、ステアリン酸カルシウムを0.5%、または、ポリグリセリン脂肪酸エステルを0.05%添加することにより、配合剤を添加しない場合に比べて、配向性が小さくなった。
4. ロール機による混練において、ステアリン酸カルシウムとポリグリセリン脂肪酸エステルの最適な添加量が異なったことは、混練時における配合剤の状態の違い（固体か液体か）によると思われる。