研 究

いぶしかわら製造法を用いたピラミッド型電磁波吸収体の作製とその特性

中村 龍哉^{☆1}, 畠山 賢一^{☆1}, 廣瀬 美佳^{☆2}, 葭内 暁^{☆3}^{☆1} 兵庫県立大学大学院工学研究科, 〒 671-2280 姫路市書写 2167.^{☆2} 松岡瓦産業(株), 〒 679-2101 姫路市船津町 2039-1.^{☆3} 東北化工(株), 〒 321-0532 那須烏山市藤田 1200.

Preparation and Characterization of Pyramidal-shaped EM-wave Absorbers Produced by Smoked Roof-tile Process

Tatsuya Nakamura^{☆1}, Kenichi Hatakeyama^{☆1}, Mika Hirose^{☆2}, and Satoshi Yoshiuchi^{☆3}^{☆1}Department of Eng., Graduate School of Eng., University of Hyogo, 2167 Shosha, Himeji 671-2280, Japan.^{☆2}Matsuoka Roofing Inc., 2039-1 Funatsu-cho, Himeji 679-2101, Japan.^{☆3}Touhoku Chemical Industries, 1200 Fujita, Nasukarasuyama, Tochigi 321-0532, Japan.

Received January 23, 2009

SYNOPSIS

EM-wave absorbers were prepared by a smoked roof-tile process. The shape of the absorbers was in pyramidal form, where the height was adjusted in the range of 100 to 200 mm. The roof-tile process produced a carbon-coated surface layer on the pyramidal-shaped substrate, which exhibited good electrical conductivity and led to good EM-wave absorption in the microwave frequency range. It is possible to adjust the center frequency of the absorption by changing the height of the pyramid. In addition, the absorbers exhibited strong resistance to high-power incident EM-waves, and the environmental stability in ambient atmosphere is expected.

KEY WORDS

EM-wave absorber, pyramidal-shaped absorber, smoked roof-tile process, carbon-coated surface layer

1 緒 言

EMC対策のひとつである電磁波吸収体は、古くから研究されており、なかでもウレタン等の発泡樹脂にカーボンを含浸させたピラミッド型のものが、軽量・高性能であることから電波暗室などの用途に広く用いられている^{1,2)}。電磁波吸収特性は、吸収体表面での入力インピーダンスと自由空間のインピーダンスを整合することによって達成されるものであり、複素透磁率・複素誘電率などの材料性能だけでなく、吸収体の形状・厚さなども重要なファクターである³⁾。

電磁波吸収体には、電磁波吸収特性以外にその使用環境に応じてさまざまな性能が要求される。前述のカーボンを含浸させたピラミッド型発泡樹脂吸収体は、電波暗室等の屋内で使用される限りにおいてはきわめて優秀なものであるが、屋外での使用には適していない。屋外で長期間使用されると樹脂が劣化し、結果的に電磁波吸収特性も劣化してしまう。また、一方屋内での使用においても大電力の電磁波が照射されると、発熱によって極めて短時間の間に吸収体の温度が上昇し、樹脂が変形・劣化を起こしてしまう。すなわち、カーボ

ン含浸ピラミッド型発泡樹脂吸収体は、十分な耐候性・耐電力特性を有しているとはいいがたい。

ここでは、ETCシステムのような屋外環境でも使用可能である耐候性に加えて、かつ、大電力の電磁波照射に対しても十分な耐熱性を備えた電磁波吸収体の作製方法として、日本古来のセラミックスである瓦の製造方法のひとつであるいぶし瓦製法を検討した。また、この方法で作製したピラミッド型セラミックスを元に設計した電磁波吸収体の性能(電磁波吸収特性および耐電力特性)について研究したのでその結果とあわせて報告する。

2 試料の作製と実験方法

プラスター枠の型枠をもちいて瓦粘土でピラミッド型成型体(壁厚み5から10mm)を作製し、これを室温にて十分に乾燥させた。この成型体を電気炉内に挿入し、空気中1000℃で3時間焼成してピラミッド型のセラミックスを得た。その後、密閉性のよい別の電気炉内に、このピラミッド型のセラミックスをその側面がガスとうまく接触するように互いに重なる

ことがないように配置して、窒素気流中で1000℃まで加熱した。所定の温度に到達後、窒素ガスを止め代わりに一定流量のブタンガスを流して燻化を開始した。この燻化と同時にヒーターによる加熱を止め、自然冷却することで試料を作製した。ここで、焼き上がりのピラミッドの高さが10から20 cmとなるように成型体の大きさを調整した。また、ピラミッドのアスペクト比(高さで底面の一辺の長さの比)は約1.5となるように設計した。ピラミッドの側面には放熱のために貫通するように孔を設けたものも作製した。

得られたピラミッド型試料を複数個配列して30から60 cm四方の電磁波吸収体を構成し、これを金属板の上に配置して電磁波吸収特性を測定した。測定にはアーチ型測定器を用い、送受信アンテナとしてリッジガイドホーンアンテナ (Agilent Technology, 11966E) を使用し、入射・反射角度が7°となるように設定し、周波数範囲3 GHzから11 GHzで反射係数を測定した。

3 実験結果および考察

空气中1000℃で焼成して得られたピラミッド型セラミックスは、Fig.1 (a) に示すように成型時に比べて収縮しているものの亀裂等は見られず、淡い茶褐色の均一な焼結体となっていることが認められた。この淡い茶褐色は粘土中に存在する微量の鉄酸化物に由来するものである。一方、このピラミッド型セラミックスをブタンガス中で加熱・燻化処理を施したものの外観はFig.1 (b) に示すように、表面が金属光沢を有した黒灰色を呈し、貫通するように孔を設けたものでは外側表面だけでなく内側表面も均一に黒灰色の表面層で覆われていることが確認された。内側表面まで黒灰色層で覆われたのは、放熱のために設けた側面の貫通孔を通してガスが拡散したためと思われる。破断面を観察した結果、この表面層の厚みは比較的均一であり、約2から3 μm であった。この表面層を同定するためにラマン・スペクトルを測定した。その結果はピラミッド型セラミックスの場所によらずFig.2に示すように、1350 cm^{-1} 付近と1600 cm^{-1} 付近に大きなピークを持つカーボ

ンに特有のスペクトルであった。これは、炭化水素ガス(ブタン)中で加熱されることによって、炭化水素ガスの分解生成物であるカーボンがセラミックス表面に沈着したものと考えられる。この沈着した表面層はセラミックス基体と強固に接合されており、このスペクトルからもわかるようにセラミックス基体に由来するシグナルがまったく見られないことから、セラミックス表面全領域を覆っていることわかる(その厚みは2から3 μm 程度であった)。また、Fig.2に示したラマン・スペクトルを4本のシグナルに数値的に分解・評価した。これらのうち、1360 cm^{-1} と1600 cm^{-1} にピークを持つ成分はグラファイト類似の sp^2 -like な局所構造に、1210 cm^{-1} と1530 cm^{-1} にピークを持つ成分は sp^3 -like な局所構造に由来するものである⁴⁻⁶⁾。グラフからわかるように、グラファイト由来の成分が60%程度存在し、セラミックス表面に十分な電気伝導性が付与されていることが期待された。そこで四端子法をもちいて、セラミックス表面の面抵抗を測定したところ、約70 Ω であり十分な導電性を有していることがわかった。これらの結果、ピラミッド型セラミックスをブタンガス中で加熱・燻化処理を施すことにより、その表面に電気伝導性を有

Fig.2 Raman spectrum for the surface of the ceramics produced by the smoked roof-tile process.

Fig.1 Pictures of pyramidal shaped ceramics (a) before and (b) after the smoked roof-tile treatment.

したカーボン皮膜を沈着させることができ、このピラミッドの形状・大きさを制御することで電磁波吸収体の材料となることがわかった。

Fig.3 および Fig.4 に、得られたピラミッド型試料から構成した電磁波吸収体の吸収特性を示す。これらの図中には、カーボンを含浸させたピラミッド型発泡樹脂吸収体の特性も合わせて示した^{2,7)}。反射係数が -20 dB 以下になると反射波は入射波の1%以下になることから、 -20 dB 以下の周波数領域を吸収帯域と考えるものとする。従来から検討されているカーボンを含浸させたピラミッド型発泡樹脂吸収体の吸収スペクトルを見ると、ピラミッドの高さが高いものほど吸収が低い周波数から始まり高い周波数になるほど良好な吸収を示すことがわかる。これは電磁波の波長とピラミッドの高さの比で吸収特性が統一的に議論できることを意味しているものである。このカーボンを含浸させたピラミッド型発泡樹脂吸収体の場合、ピラミッドの高さが20 cm のものでは500 MHz 以上の周波数で、ピラミッドの高さが10 cm のものでは1 GHz 以上の周波数で、 -20 dB 以下の吸収を示し良好な電磁波吸収体として動作することがわかる。

これら従来のピラミッド型電磁波吸収体と今回設計した新しいタイプのピラミッド型電磁波吸収体を比較する。開発したいぶし瓦製造法をもちいたピラミッド型電磁波吸収体の吸収スペクトルは、ピラミッドの高さが20 cm のものは中心周波数4 GHz, 3 GHz から8 GHz の周波数域で -20 dB 以下の吸収を示し、ピラミッドの高さが10 cm の場合では中心周波数9 GHz, 3 GHz から12 GHz の周波数域で -20 dB 以下の吸収を有していることがわかった。ピラミッドの高さが高くなるほど、吸収の周波数帯域が低周波数側へずれることに関しては、従来のカーボンを含浸させたピラミッド型発泡樹脂吸収体の場合と同様の傾向である。ところが、吸収スペクトルの様子は従来のカーボンを含浸させたピラミッド型発泡樹脂吸収体

のものと比べると大きく異なり、むしろ酸化物磁性体であるフェライトを用いた電磁波吸収体のスペクトル⁸⁾とよく似ている。すなわち、ある周波数で最大の吸収を示し、その周波数以上では吸収特性が低下することがわかった。これは、ピラミッド表面の面抵抗の最適化をすることで改善できるものと思われ、表面のカーボン層の構造・厚みなどをさらに検討することが今後の課題である。

このように、いぶし瓦製法を応用して作製したピラミッド型電磁波吸収体は、高周波帯域での吸収特性は従来のカーボンを含浸させたピラミッド型発泡樹脂吸収体のものと比べ劣るものの、その材質・製造方法を考えると、瓦同様に優れた耐候性を備えており、従来のカーボンを含浸させたピラミッド型発泡樹脂吸収体で問題となる屋外環境でも使用可能であることが十分に期待できる。従来のピラミッド型発泡樹脂吸収体のもうひとつの問題が大電力の電磁波照射時における耐熱性である。そこで、いぶし瓦製法を応用して作製したピラミッド型電磁波吸収体の耐熱性・耐電力性について以下のような手法で試験を行った。高さが10 cm のピラミッド型電磁波吸収体(周波数2.45 GHzにおける吸収は -16 dBである)に、周波数2.45 GHz, 単位面積あたりの照射エネルギーが 18 kW/m^2 となるように出力を調整した電磁波を照射した。実際には、入射電力、反射電力を方向性結合器に接合させてメーターにて計測し、反射電力がなくなり入射電力がすべて試料に吸収されるように調整した。ピラミッドの先端付近の温度が最も高くなると思われるが、ここではピラミッド先端から約3 cm だけ下がった位置でのピラミッド表面の温度を光ファイバー温度計を用いて計測した。このときの電磁波の照射時間とピラミッド表面の温度の関係をFig.5に示した。同様の実験を従来のピラミッド型発泡樹脂吸収体に対しておこなったところ、わずか数分で表面温度が 200°C 以上まで上昇するとともに、ピラミッドの外形が大きく変形してしまい、耐熱性・耐電力

Fig.3 EM-wave absorption versus frequency on a logarithmic scale: the circles and triangles denote the absorption data of the pyramid with the height of 20 and 10 cm, respectively. The solid lines denote the absorption spectra of the urethane pyramidal absorbers with various heights.

Fig.4 EM-wave absorption spectra, where the frequency is on a linear scale. The circles and triangles denote the absorption for the pyramids with heights of 20 and 10 cm, respectively. The dashed and solid lines denote the absorption spectra of the urethane pyramidal absorbers with heights of 10 and 20 cm, respectively.

Fig.5 Temperature profile of the absorber surface during microwave irradiation: frequency of 2.45 GHz and incident energy of 18 kW/m².

性が大きな問題であることを再確認した。一方、開発した新しいタイプの電磁波吸収体では、照射開始から約45分でピラミッドの表面温度は320°Cに到達し、飽和する傾向を呈していた。その後、照射を停止すると緩やかに温度は下降した。十分に冷却した後、このピラミッド型電磁波吸収体を検査したところ、照射前と外観からも目立った変化は認められなかった。すなわち、このピラミッド型電磁波吸収体は、300°C程度までの温度上昇であれば十分に耐熱性を有しており、変質・変形などの発生はなく、かつ表面カーボン膜の導電性にもまったく影響がない、電磁波吸収特性にも変化がないことが明らかとなった。

4 ま と め

日本古来のセラミックスである瓦の製造方法のひとつであるいぶし瓦製法を用いてピラミッド型セラミックスを作製し、これを元に電磁波吸収体を設計した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) ブタンガスを高温で熱分解することで、セラミックス表面に導電性のカーボン膜を形成でき、しかもこの膜は下地と強固に接合している。
- (2) ピラミッド形状とすることで、前述の導電性表面カーボン膜を利用した電磁波吸収体が設計できる。その動作周波数は数 GHz を中心としたものである。

- (3) その材質・製造方法に由来して、この電磁波吸収体は屋外環境での使用にも耐えうる十分な耐候性を有し、かつ大電力照射時においても 300°C 程度までの温度に対する耐熱性・耐電力性を備えている。
- (4) ある周波数で最大の吸収を示し、その周波数以上では吸収特性が低下することが課題として残された。これを改善するためには、ピラミッド表面の面抵抗の最適化を検討することが必要である。

謝 辞

本研究は、総務省平成 19-20 年度戦略的情報通信研究開発推進制度 (SCOPE)、地域 ICT 振興型開発研究の受託研究として実施したものである。関係各位に深く感謝する。

文 献

- 1) W.H. Emerson, A.G. Sands, and M.V. McDowell: "Development of Broadband Absorbing Materials for Frequencies as low as 500MC", Naval Research Laboratory Memorandum Report, (1954).
- 2) W.H. Emerson: "Electromagnetic wave absorbers and anechoic chambers through the years", IEEE Trans. Antennas Propag., AP-21(1973)484-489.
- 3) Y. Shimidzu, et al.: "Electromagnetic wave absorbing and shielding", Nikkei-gijyutsu, (1999)85.
- 4) M.M. Doeff, Y. Hu, F. McLarnon, and R. Kostecki: "Effect of Surface Carbon Structure on the Electrochemical Performance of LiFePO₄", Electrochem. Solid-State Lett., 6(2003)A207-A209.
- 5) Y. Hu, M.M. Doeff, R. Kostecki, and R. Finones: "Electrochemical Performance of Sol-Gel Synthesized LiFePO₄ in Lithium Batteries", J. Electrochem. Soc., 151(2004)A1279-A1285.
- 6) T. Nakamura, Y. Miwa, M. Tabuchi, and Y. Yamada: "Structural and surface modifications of LiFePO₄ olivine particles and their electrochemical properties", J. Electrochem. Soc., 153(2006)A1108-A1114.
- 7) Emerson and Cuming Inc.: Technical Bulletin 8-12-8, (1979).
- 8) Y. Naito and K. Suetake: "Application of Ferrite to Electromagnetic Wave Absorber and Its Characteristics", IEEE Trans. Microwave Tech. Tech., MTT-1(1971)65-72.