

誘電率等材料定数の測定技術と標準供給に関する調査研究

加藤悠人

(平成 24 年 12 月 13 日受理)

**A survey on measurement techniques of dielectric properties
and dissemination of their national standards**

Yuto KATO

Abstract

Broadband measurements of complex permittivity and permeability are required for a wide range of applications. Although a variety of methods are established to characterise dielectric properties, results are slightly different between distinct methods. With the aim to solve a number of such problems in the industrial community, National Metrology Institute of Japan (NMIJ) has begun to develop metrology standards for permittivity in order to establish traceability chain in Japan. From next year, NMIJ will participate in a pilot study in which international comparison of permittivity of low loss dielectrics from 1 GHz to 30 GHz is conducted. This report reviews state-of-the-art technology for measuring dielectric properties and their metrology standards in National Metrology Institutes.

1. 序論

スマートフォンや家庭内無線 LAN の普及、地上デジタル放送の開始、自動車の高度道路交通システム (Intelligent Transportation System, ITS) 化などに代表されるように社会インフラとしての電磁波利用が急速に拡大している。通信トラフィックも年々増大しており、2025 年には現在比で約 70 倍になるという予測¹⁾もある。この情報量の爆発的な増大に対応し、高速大容量通信を可能にするために、総務省所管の事業として 275 GHz から 370 GHz の電磁波を利用して、2016 年を目途に現在比約 140 倍以上の通信速度を実現する次世代高速無線通信技術の開発が、情報通信研究機構 (National Institute of Information and Communications Technology, NICT) と民間企業により進められており²⁾、利用周波数の高周波化が進んでいる。

他方では、電磁波利用の拡大と利用周波数の広帯域化

に起因した機器間の電磁波干渉による誤動作といった電磁環境適合性 (Electro Magnetic Compatibility, EMC) の問題が複雑化・広帯域化していることに加え、情報機器からの電磁波信号漏えいによる情報セキュリティ問題も懸念されている。また、強い電磁波が人体に及ぼす影響も以前から問題視されているが、世界保健機関 (World Health Organization, WHO) が主に商用周波数 (50, 60 Hz) の電磁波の健康影響について 2007 年にまとめた報告書³⁾を受けて、2011 年から変電所や送電線、配電線といった電力設備付近の磁界に対する規制⁴⁾が定められている。

以上のように、広帯域にわたる電磁波利用技術の開発と電磁波防護対策が急務となっており、高周波電子部品においても、伝搬特性や電磁遮蔽特性を決める材料の誘電率および透磁率を広帯域で正確に測定する技術は、電磁波の利用周波数の拡大や電磁波防護の要請に伴い、本格的な IT 時代において不可欠となっている。例えば、電子部品の回路に用いられるプリント基板の動作周波数帯域の誘電率測定、EMC 対策等に用いられる電波吸収

* 計測標準研究部門 電磁波計測科電磁界標準研究室

体など磁性材料の動作周波数帯域の誘電率、透磁率測定は必須となっている。

ところで、何か物理量を測定する際には測定の信頼性が問題となるが、信頼性を評価するためにはトレーサビリティの確立と不確かさの推定が不可欠である⁵⁾。測定手順からランダム不確かさと系統不確かさを抽出し、測定結果を国家標準にトレーサブルにするためには、測定に用いるすべての機器が校正試験所や国家計量標準研究所 (National Metrology Institute, NMI) の校正を受け、不確かさが明記された校正証明書を得ることではじめて可能となり、それにより事業者における測定の信頼性が表明され、事業者間の整合性が検証できる。一方で試験所・校正機関は NMI に校正を受けており、NMI は各物理量の SI 単位にトレーサブルな国家標準を開発・整備するとともに、他国の NMI との国際比較を通じて測定の同等性を検証し確立している。こうした全世界のすべての測定がトレーサビリティ・チェーンでつながっていることは技術的障壁のない貿易には必須となっており、この基盤が整備されたうえで相互承認協定 (Mutual Recognition Arrangement, MRA) が可能となる。産業技術総合研究所 (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, AIST) 計量標準総合センター (National Metrology Institute of Japan, NMIJ) は日本における NMI として活動しており、計測のエンドユーザーが計測結果の信頼性の保障に利用できるように、産業、先端科学および社会生活に必要な多くの物理量と物質について計量標準を確立し、標準供給体制を整備している。この計測の基盤は日本の国際的な産業競争力を強化すると同時に、安全で快適な生活に寄与しているといえる。

誘電率、透磁率 (以下、誘電率等) に関しても、計量標準の必要性は以前から言われており、すでに一部の国においては国家標準が開発され、自国内におけるトレーサビリティ体系が確立している⁶⁾。しかしこれまでに、これら誘電率等の多国家間での標準比較は実施されておらず、国際的な測定の同等性が検証されていない。こうした流れの中で、誘電率については来年から pilot study が開始される予定である。ここで pilot study とは、国際度量衡局 (Bureau International des Poids et Mesures, BIPM) が結果を取りまとめる国際比較 (Key comparison, KC) の前段階として予備的に NMI 間の比較を行い、比較測定の方法の検証、KC の実施の検討をするものである。我々 NMIJ は、この pilot study に被試験試料の提供などの協力を行うとともに、実際の比較測定にも参加することとして、誘電率標準とその測定方法

の開発を実施しているところである。

本調査研究は、電気電子機器に用いられる誘電材料、磁性材料等の材料定数である誘電率、透磁率の計測技術に関して、産業界のニーズや技術動向、海外 NMI の状況を調査し、今後整備すべき計量標準と標準確立に必要な計測技術等について検討することを目的とした。本稿では、誘電率を中心に報告し、透磁率についても概要を述べる。まず 1 章では誘電率等材料定数の計測が要求される背景を説明するとともに、計測結果の信頼性の保障に必須であるトレーサビリティ体系の確立と NMIJ の役割について述べる。次に 2 章では、誘電率と透磁率の定義を述べ、3 章で産業界のニーズをまとめる。さらに 4 章では、誘電率の代表的な測定方法、海外 NMI での標準整備状況について述べるとともに、日本国内外での標準化動向について最新の整備状況を述べる。これらの調査内容を踏まえて 5 章では、現在我々が実施する誘電率標準の研究開発状況、誘電率の pilot study の実施方法等詳細を述べ、今後の研究開発方針について述べる。透磁率計測についても 5 章で言及する。最後に 6 章で、本調査研究をまとめる。

2. 誘電率と透磁率の定義と物理現象

前章でも触れたとおり、現在誘電率の標準整備に向けた国際的な取組みが始められようとしている。本章では誘電率や透磁率はどのような物理量か簡単に解説する。

2.1 誘電率の定義

誘電率は媒質材料中の電界の伝播を表す量である。電界 $E(t)$ と電束密度 $D(t)$ の関係は真空中では、 $D = \epsilon_0 E$ のように実数値の誘電率で表された比例関係になっている。ここで、 $\epsilon_0 \approx 8.854 \times 10^{-12} \text{ F/m}$ は真空の誘電率である。一方、物質中では電界の変化に対して電束密度は時間的に遅れ、誘電率は複素数になる。

$$D = \epsilon^* E = \epsilon_0 (\epsilon'_r - j\epsilon''_r) E. \quad (1)$$

電界の伝播の様子を模式的に図 1 に示した。真空中と比べて、物質中では入射電界の伝搬速度は遅れ、また減衰

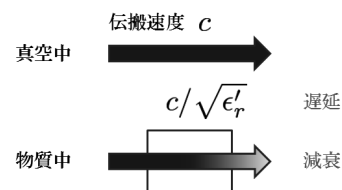


図 1 真空中と物質中における電界の伝播の模式図。

する。伝搬速度の遅れは複素誘電率 $\epsilon^* = \epsilon_0 (\epsilon'_r - j\epsilon''_r)$ の実部で表現され、減衰（損失）は実部と虚部の比で表される誘電正接 $\tan \delta = \epsilon''_r / \epsilon'_r$ で特徴づけられる。誘電率が複素数であることから未知数は2つあるが、主に実部と誘電正接が測定対象となっている。誘電率は周波数や温度などに依存し、等方性材料に対してはスカラー量だが異方性材料に対してはテンソル量である。以下の説明では等方性材料の誘電率を考察する。

2.2 誘電率の物理的特性

低周波数領域では、材料の誘電率を決める物理現象としては印加電圧に応じて発生する誘電分極が支配的であり、無極性分子の材料に対しては次の Clausius-Mossotti の式で誘電率実部 ϵ が決定される⁷⁾。

$$\frac{\epsilon - \epsilon_0}{\epsilon + 2\epsilon_0} = \frac{N\alpha}{3\epsilon_0} \quad (2)$$

ここで N は単位体積当たりの分子数、 α は分子1個当たりの分極率である。

一方、高周波数領域では、材料の誘電率特性は、以下の4つの現象が周波数に応じて支配的となる⁸⁾。

- (a) 電気伝導
- (b) 誘電緩和
- (c) 誘電共鳴
- (d) 非線形効果による損失

(a) 電気伝導

電気伝導の効果は誘電率虚部 ϵ''_r に影響し、電気伝導率 σ で定量化される。

$$\sigma = \omega \epsilon_0 \epsilon''_r \quad (3)$$

電界の伝導が一樣と仮定できる場合は誘電率実部 ϵ'_r への影響はないが、一樣伝導が誘電体の絶縁領域に阻害される場合、Maxwell-Wagner 効果⁹⁾によって ϵ'_r は周波数が高くなるにつれて減少することが知られている。

(b) 誘電緩和

誘電緩和は、双極子の交流電界への応答により起こる現象である。低周波では電界の変化に追従できていた双極子が、高周波になるにつれて応答が追い付かず、電界に対して位相が遅れることが考えられる。応答のスピードは緩和周波数 f_r で表現される。その結果、 $f < f_r$ の低周波では、双極子は電界と同位相で回転するため大きな分極をもたらす、誘電率実部 ϵ'_r が大きく、虚部 ϵ''_r が小さい。 $f \sim f_r$ では分極は小さくなるため ϵ'_r は減少し、他方で共鳴による損失で ϵ''_r は極大を示す。一方、 $f > f_r$ の高周波では双極子の応答が追い付かず、誘電緩和の誘電率に対する影響は小さくなる。緩和プロセスが単一で、単一の緩和周波数で表される物質（例えば純水）の場合の

誘電特性を図2に示す。

(c) 誘電共鳴

誘電共鳴に起因し、誘電率実部 ϵ'_r は極大となるが、通常の固体・液体材料ではサブテラヘルツ以下の周波数帯においてこのような共鳴現象は見られないと考えてよい。但し例外として、赤外領域で起こる共鳴分極の影響が下の周波数まで伸びてくること、ガスの分子間共鳴、複合材料の構造長と波長の共鳴が挙げられる。

(d) 非線形効果による損失

強誘電体や磁性体は、電界や磁界に対する応答でヒステリシスを示すが、この特性は損失の原因となる。一般的には、印加電磁界の振幅が大きいほど、この効果は顕著に表れる。

材料の複素誘電率は (a)–(d) の各要因で決まるが、どの要因が支配的であるかは、材料の物性に依り、また周波数帯に応じて変わる。測定した誘電率の結果の妥当性を検証する際には、被測定材料の電磁応答に関する知識が必要になり、特に誘電率の周波数依存性や温度依存性を詳細に測定すると、材料の電磁応答を支配している物理現象が明白になる。

このように一般には複数の物理現象が複雑に絡み合っ

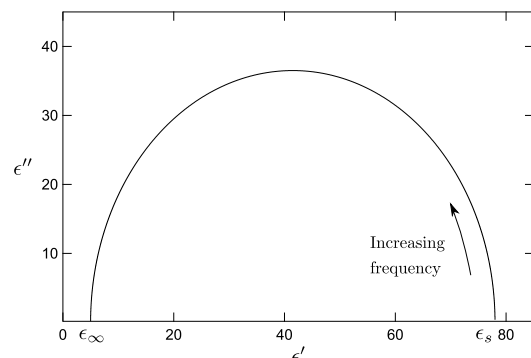
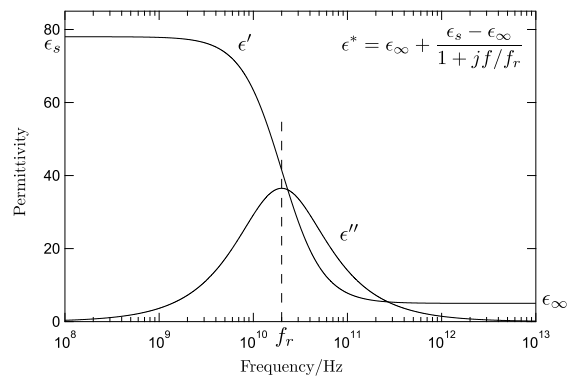


図2 緩和プロセスが単一の場合の誘電緩和による誘電特性。(a) Debye の緩和応答、(b) Cole-Cole プロット⁸⁾。

で決定される複素誘電率であるが、材料の応答に関していくつかの仮定を置くと、誘電率の実部と虚部の間には簡単な関係式が存在することが示される¹⁰⁾。一様電界中に置いた一様材料を考え、その誘電特性が誘電緩和だけで決まる場合には、以下の関係式が成り立つ¹¹⁾。

$$\Delta\epsilon'/\epsilon' \sim m \tan \delta \log_{10}(f_2/f_1). \quad (4)$$

ここで $\Delta\epsilon'/\epsilon'$ は2つの周波数 f_1 , f_2 の間の誘電率実部の変化率であり、 m は比例定数で $m \sim 1.5$ が実際の事例をよく説明することが知られている¹¹⁾。この式は2つの周波数における誘電率の値を結びつけることから、測定の簡易チェックに利用することができる。

2.3 透磁率の定義

透磁率も誘電率と同様に定義されるが、こちらは媒質材料と磁界の相互作用を表す量である。真空中と異なり、物質中では磁界 $H(t)$ の変化に対して磁束密度 $B(t)$ は位相が遅れ、次式で表される。

$$B = \mu^* H = \mu_0(\mu'_r - j\mu''_r)H. \quad (5)$$

ここで、 $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ H/m は真空の透磁率、 μ^* は材料に固有の複素透磁率である。非磁性材料に対しては $\mu^* = \mu_0$ と置くことができる。

3. 誘電率等材料定数測定のためのニーズ

電気電子機器には、コンデンサ等の電子部品、誘電体プリント基板、プリント基板上に作成されるマイクロストリップ線路、導波管等の伝送線路等多くの高周波部品が用いられている。これら高周波部品には、誘電体材料、磁性体材料が用いられるため、その特性を決定する材料定数の正確な測定は電子部品の設計に必須である。例えば同軸線路の特性インピーダンス Z_0 や伝送損失 α は次式で与えられ、式中に誘電率が含まれる¹²⁾。

$$Z_0 = \frac{138}{\sqrt{\epsilon_r}} \log_{10} \frac{D}{d} [\Omega], \quad (6)$$

$$\alpha = 8.68 \frac{2\pi}{\lambda} \sqrt{\frac{\epsilon_r}{2} (\sqrt{1 + (\tan\delta)^2} - 1)} [\text{dB/m}]. \quad (7)$$

ここで、 D と d はそれぞれ同軸線路の外導体と内導体の径であり、 λ は電磁波の波長である。この式からわかるように、インピーダンス整合した所望の伝送損失を有する電子部品を設計する際には、材料として使用する絶縁体や誘電体の誘電率を把握することが必要になる。従って、材料に添付した誘電率の公称値が不正確だと正しく設計することができず、そのために誘電率を正しく測定する技術は材料メーカー、基板メーカー、電子部品メーカーなど日本の強みである産業分野において強いニーズ

表1 誘電率計測の代表的なニーズ。

材料の種類	ニーズがある分野
固体材料	電子部品材料の評価 電波吸収体材料の評価
液体材料	成分検査 電気絶縁材料の評価 ファントム材料の評価
食品	成分検査 水分量測定 電磁調理の最適化

がある。

その他も含め、誘電率計測の代表的なニーズについて表1にまとめた。

固体材料に関しては、電子部品材料の評価のほかに、電波吸収体の設計において材料評価のニーズがある。特に固体材料に関しては、材料の異方性を考慮して誘電率の計測を行うことが必要だが、簡便な測定方法に欠けることもあり、材料メーカーではこの点が必ずしも守られていないことが指摘されている¹²⁾。

液体材料に関しては、誘電率を指標にした成分検査が応用として期待されており、海水の塩分濃度測定への応用や、水とガソリンなどの可燃性液体の誘電率の違いを利用したボトル内液体物検査装置が国内のほとんどの空港で導入されている事例¹³⁾が挙げられる。また、ファントム（組織等価物質）の設計において材料評価のニーズがある。携帯電話の電磁波の人体への影響を評価する際には、人体と同じ比誘電率と導電率を有するファントムを用いて測定することが2002年より総務省の電波防護指針にて規定¹⁴⁾されている。そのため、検査周波数において誘電率の値が人体と同等であることを確かめる測定技術が必要である。なお、液体材料については、イギリス国立物理学研究所（National Physical Laboratory, NPL）により、データベース¹⁵⁾が公開されている。

環太平洋戦略的経済連携協定（Trans-Pacific Strategic Economic Partnership Agreement, TPP）では貿易に関わる食品の統一的測定方法が注目を集めると思われるが、誘電率を指標とした食品測定も提案されている。成分検査や、マイクロ波が水に高感度であることから水分量測定に応用できないかといった点が精力的に研究されている。成分検査に関しては例えば、Shelly Begleyによる酒類の誘電率測定報告¹⁶⁾がある。水分量測定が必要な食品としては、重量で取引されている穀物や農水産

物が挙げられる。米の水分量測定への誘電率計測の応用としては例えば泉田ら¹⁷⁾が報告している。また、魚¹⁸⁾やフルーツ¹⁶⁾において、新鮮さや完熟度、糖度を評価する指標としての利用が検討されている。

磁性材料に対する透磁率計測のニーズがある領域としては、電波吸収体の設計におけるフェライト等磁界遮蔽材料の評価や、微細化に従ってますます大きな透磁率を持つ材料が要求されてきた HDD の磁気ヘッドの材料評価、ノイズ対策などに利用される高周波・無線通信領域での磁性体の効果把握などが挙げられる。国内では民間事業者¹⁹⁾が高周波透磁率の依頼試験を実施しているが、これまでに海外を含む 50 社から延べ 2000 試料の評価を行っており、ニーズの大きさがうかがえる。

4. 誘電率の各種測定方法と標準・標準化の動向

4.1 代表的な測定方法

誘電率の測定方法はだまかに 3 つに分類でき、それぞれの方法は周波数帯や測定する材料によって使い分けられている (図 3)。

1. 集中定数法
2. 反射伝送法 (S パラメータ法)
3. 共振法

4.1.1 集中定数法^{8), 20)}

集中定数法は測定試料を 2 枚の電極ではさんでコンデンサを形成し、キャパシタンスとコンダクタンスを測定して誘電率を得る方法である (図 4 (a))。キャパシタンスとコンダクタンスの測定は通常インピーダンス・アナライザを用いて行われるが、その測定周波数範囲から、集中定数法は 100 Hz ~ 1 GHz 程度の周波数帯において適用される。治具に試料をはさんだ状態のコンデン

サを図 4 (a) のように並列のキャパシタンス C とコンダクタンス G を用いた等価回路で表すと、試料の比誘電率の実部 ϵ'_r と虚部 ϵ''_r は測定された C と G から次式で求められる。

$$\epsilon'_r = \frac{tC}{A\epsilon_0}, \quad \epsilon''_r = \frac{tG}{\omega A\epsilon_0} \quad (8)$$

ここで、 t 、 A はそれぞれ試料の厚さと断面積であり、 ϵ_0 は真空の誘電率である。

治具の写真を図 5 (a) に示す。測定する際の留意点としては、電極と試料の間の空隙の影響 (図 5 (b))、エッジ場の影響 (図 5 (c))、高周波における治具の共振と電界の非一様性の影響、低周波での電極界面における分極の影響などがある。分極の効果に関しては、白金黒など分極効果の小さい電極材料の利用⁸⁾や、4 端子法の適用²¹⁾によって、影響を避けた測定が実施されている。また、エッジ場による測定誤差に対する解決策としては図 5 (d) に示すガード電極を使用することが挙げられる²⁰⁾。ガード電極は電極の外側に発生する電界を吸収するため、測定電極間で測定される容量値は実際に誘電体試料に流れた電流のみによるものとなり正確な測定が可能となる。

4.1.2 反射伝送法

集中定数法では試料を治具ではさんだ構造を図 4 (a) の等価回路で近似しており、回路全体にわたって電圧・電流分布が均一であることを仮定している。この仮定のもとでは、回路の特性は抵抗やキャパシタンスなどの構成要素のみで決まり、それらを接続する導線の特性を無視しても差し支えない (集中定数回路)。ところが、高周波になるにつれて、回路の長さよりも波長が短くなり、電圧や電流の場所による変化が無視できなくなり、

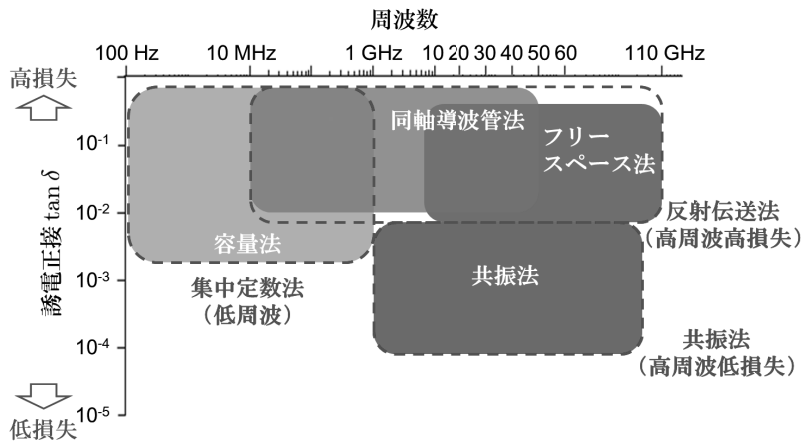


図 3 誘電率の代表的な測定方法の適用範囲。Agilent Technologies Measurement Forum 2012¹²⁾の資料をもとに作成。

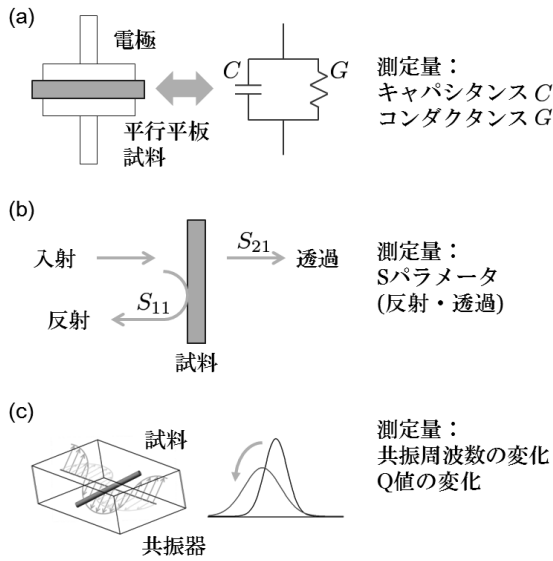


図4 誘電率の各測定方法のイメージ図。(a) 集中定数法。(b) 反射伝送法。(c) 共振法。

それらを波として扱う必要が出てくる(分布定数回路)。前者の集中定数回路では回路特性はインピーダンスやアドミッタンスで表現されるが(コンダクタンスとキャパシタンスはそれぞれアドミッタンスの実部と虚部に関連付けられる)、後者の分布定数回路では回路特性は電磁波の反射・伝送特性としてS(scattering, 散乱)パラメータを用いて表現される³¹⁾。図6に示す2ポート素子の場合には、Sパラメータは行列表現を用いて、

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \quad (9)$$

と表される。ここで、 a_i 、 b_i はそれぞれポート*i*における入射波振幅と反射波振幅であり、 S_{ii} はポート*i*における反射特性、 S_{ij} ($i \neq j$)は入力ポート*j*から出力ポート*i*への透過特性を表す。波振幅は絶対値が電力の平方根に、位相は電場の横方向成分に等しいと定義され、伝送線路の進行波の状態を表す量である。

反射伝送法(Sパラメータ法)は高周波領域で高損失材料を評価する際に用いられる誘電率測定法であり、試料に入射した電磁波の反射・伝送特性(Sパラメータ)から誘電率を導出する(図4(b))。試料面におけるSパラメータは次式で表され、この方程式系の逆問題を解くことで、試料の複素誘電率 $\epsilon_r^* = \epsilon_r' - j\epsilon_r''$ は求められる。

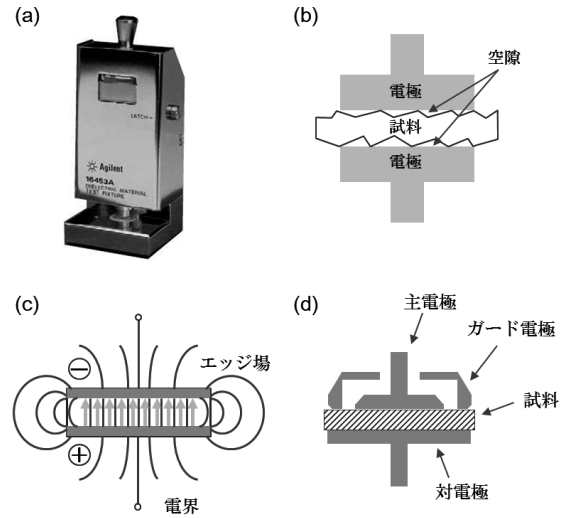


図5 (a) 集中定数法の治具(Agilent Technologies社16453A)。(b)、(c) 集中定数法の留意点。(b) 電極と試料間の空隙の影響。(c) エッジ場の影響。(d) エッジ場の影響を除去するガード電極。

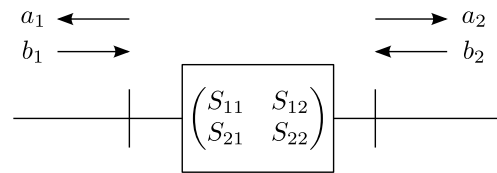


図6 2ポート素子のSパラメータと波振幅。1, 2は各ポートを表す。

$$S_{11} = S_{22} = \frac{\Gamma(1-z^2)}{1-\Gamma^2 z^2}, \quad S_{21} = S_{12} = \frac{z(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 z^2} \quad (10)$$

ここで、 $z = \exp(-\gamma L)$ 、 $\Gamma = (\gamma_0 - \gamma) / (\gamma_0 + \gamma)$ 、 L は電磁波が進行する方向の試料の長さ、そして γ_0 と γ はそれぞれ試料と空気の伝搬定数であり、次式で与えられる。

$$\gamma_0 = j \sqrt{\left(\frac{\omega}{c_{\text{air}}}\right)^2 - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c}\right)^2}, \quad \gamma = j \sqrt{\frac{\omega^2 \epsilon_r^*}{c_{\text{vac}}^2} - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c}\right)^2} \quad (11)$$

ここで、 c_{air} 、 c_{vac} はそれぞれ測定環境における空気と真空中の光速、 ω は角周波数、 λ_c はカットオフ波長(基本モードが伝搬する波長の上限を表し、伝送線路の最低動作周波数を決定する。同軸線路においては $\lambda_c = \infty$)である。ベクトルネットワークアナライザ(Vector Network Analyzer, VNA)で測定したSパラメータから誘電率を導出する過程は反射伝送法のすべての測定方法で共通しているが、試料への電磁波の入射のさせ方によって、同軸・導波管法、フリースペース法、同軸プローブ法の3つに大きく分類される。

(1) 同軸・導波管法^{22), 23)}

同軸・導波管法は試料を同軸線路や導波管等の伝送線路中に封入し、測定する方法である(図7)。広い周波数帯域にわたって高精度の同軸・導波管が用意されている利点がある。但し、不確かさ要素として試料と同軸・導波管の壁面の間の空隙があり、特にこの方法を適する高損失材料測定では、材料の誘電率が空気の誘電率と差が大きいために影響が強く現れる。空隙をなくすためには試料に対する高精度の加工が要求されるが、特に高周波では使用される同軸・導波管の寸法が小さくなることから、試料の加工が困難になるという問題が生じる。また、線路の不均一性とロスの問題にも留意しておく必要がある。

(2) フリースペース法⁸⁾

同軸・導波管法では周波数が高くなるにつれて同軸・導波管の寸法が小さくなり、封入する試料に対して高い加工精度が必要になる。例えば周波数帯域が220 GHz～330 GHzの方形導波管(WR-3, WM-864)は内径の寸法が0.864 mm×0.432 mmであり、試料をこの寸法に加工することは一般的には困難である。一方、自由空間を伝搬する電磁波を試料に入射させるフリースペース法(図8)では、波長の6倍程度以上の大きさの試料が必要であり⁸⁾、試料に対する加工精度が問題になりにくい。そのため、50 GHzを超える周波数帯ではこちらの方法が用いられることが多い。レンズを用いてビームを収束させる必要性から装置が大型になる点や、試料に入射させる電磁波の平面波からのずれを考慮するのが困難である点が欠点として挙げられる。他方で、試料を自由に動かせることから、試料を回転させながら電磁波の反射・透

過量を測定し、誘電率の異方性の測定を行えることは大きな利点である。現在、110GHzまでを測定範囲とする装置²⁴⁾が市販されており、さらなる高周波化も研究されている。また、テラヘルツ技術の領域でも類似の材料定数評価装置が市販されている²⁵⁾。

(3) 同軸プローブ法

同軸線路技術を利用した方法としては、同軸誘電体プローブ法も広く利用されている。この方法は図9に示したプローブを試料に直接接触させて、プローブから試料に入射させた電磁波の反射量を測定した結果から誘電率を導出する。試料としては、プローブとの密着性の確保のため、液体や柔らかい材質が適している。試料に対する煩雑な加工が必要でなく、簡便な方法ではあるものの、測定結果から誘電率を求める際に、無限平面試料にプローブを接触させた単純なモデルで計算されるため、結果に偏差が生じるといった欠点がある。液体材料には適用例が多い。

4.1.3 共振法

反射伝送法で低損失材料を評価すると、ポートのマッチング特性の影響が強く表れるために、VNAの測定不確かさが増大し、試料の誘電正接を高確度に測定できなくなる。そこで、低損失材料の高周波評価には共振法が利用される。この方法では励振線を通じて共振器に電磁波を入射し、共振器内に特定の電磁界モードを励振させ、2つの励振線の間透過量 S_{21} の測定から、共振周波数とQ値を求める(図4(c))。ここで、共振器内に励振される電磁界モードは共振器の構造で決まる。共振器に取り付ける励振線は、共振器内の電磁界モードに影

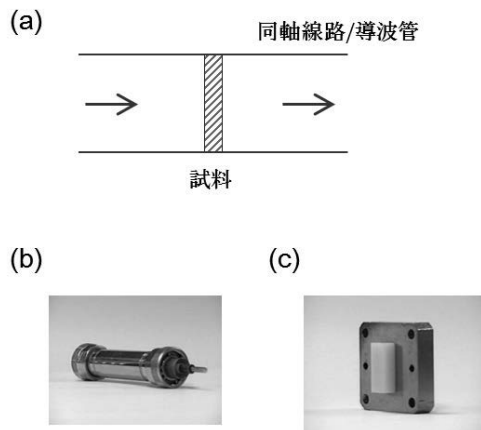


図7 (a) 同軸・導波管法のイメージ図。(b) 同軸線路および(c) 導波管に試料を封入した様子(J. Baker-Jarvisら²³⁾より引用)。

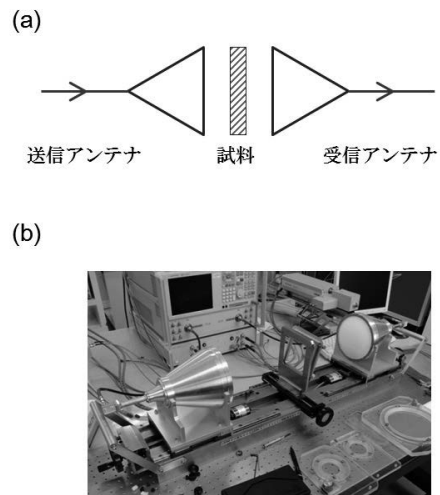


図8 (a) フリースペース法のイメージ図。(b) フリースペース法測定システム(愛媛県産業技術研究所所有)。



図9 同軸誘電体プローブ法のプローブの写真。写真下側の面を試料に接触させる（宮城県産業技術総合センター所有）。

響を与えないよう微小な大きさであることが望ましく、形状は様々なものが提案されているが、最も一般的なものは同軸線路の中心導体の先にループアンテナを取り付けた構造をしており、カップリングループと呼ばれる（図10（a）挿入図参照）。

試料が共振器内にある場合とない場合の共振周波数の変化量から試料の誘電率実部 ϵ'_r が、 Q 値の変化量から誘電正接 $\tan \delta$ が導出される。測定確度が高い一方で、基本的には一つの装置で単一周波数の測定しか行えない。また、測定確度を向上するには共振器の Q 値（試料を挿入しない場合の Q 値）を高くする必要があるが、 Q 値が高くなると測定システムのダイナミックレンジの確保が問題になる。以下では、5章で述べる pilot study においても利用が検討されている3つの方法について概説する。

(1) TE_{01n} Split Cylinder 空洞共振器法²⁶⁾

TE_{01n} Split Cylinder 空洞共振器法の装置の構造および写真を図10に示す。この方法は薄板試料の誘電率評価に用いられる。片側が開放され、もう片側がショートされた2つの円形導波管（Split Cavity）の間に試料を挟み、カップリングループで励振した TE_{01n} モードを利用して測定を行う。ここで n はモードの腹の数である。主モード TE_{011} のほかに高次モード TE_{01n} の共振も利用でき、複数の周波数における誘電率測定が可能である。 TE モードを利用するため、図10（b）に示すように電界の向きは試料面内であり、その方向の誘電率が測定される。10 GHz～28 GHzを測定範囲の目安とする共振器が実用化されている²⁷⁾。

(2) TE_{01} Split Post 誘電体共振器法²⁶⁾

TE_{01} Split Post 誘電体共振器法の装置の構造および写真を図11に示す。この方法は薄膜・薄板試料の誘電率評価に用いられ、測定装置の構造は Split Cylinder 空洞共振器法に類似している。異なる点として、円形導波管の内部に2つの誘電体共振器が配置されており、電界は

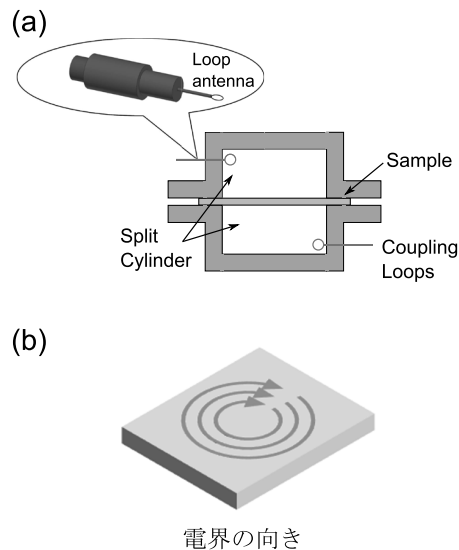


図10 TE_{01n} Split Cylinder 空洞共振器法の (a) 装置の構造、(b) 試料に対する電界の向き、(c) 装置（アメリカ国立標準技術研究所（National Institute of Standards and Technology, NIST）所有）。

誘電体共振器とそのギャップ中に挟まれた試料に集中することが挙げられる。誘電体共振器があるために Split Cylinder 空洞共振器法と比べて電磁界解析は困難になるものの、電界の集中の結果、導波管の導体損の影響は抑えられ、より低損失材料の測定が可能になる²⁸⁾。測定に利用される TE_{01} モードは試料が置かれた位置における電界の空間変化が小さいので、試料と誘電体共振器の間の空隙の影響が少なく、試料加工精度がそれほど要求されない。Split Cylinder 空洞共振器法と同様に、試料面に沿った方向の誘電率が測定される。共振周波数が1 GHz～20 GHzの範囲にある共振器が実用化されている²⁹⁾。

(3) $TM_{010/020}$ 空洞共振器摂動法⁸⁾

$TM_{010/020}$ 空洞共振器摂動法の装置の構造および写真を図12に示す。この方法では円筒形の空洞共振器の中心に棒状・リボン状試料を挿入し、カップリングループで

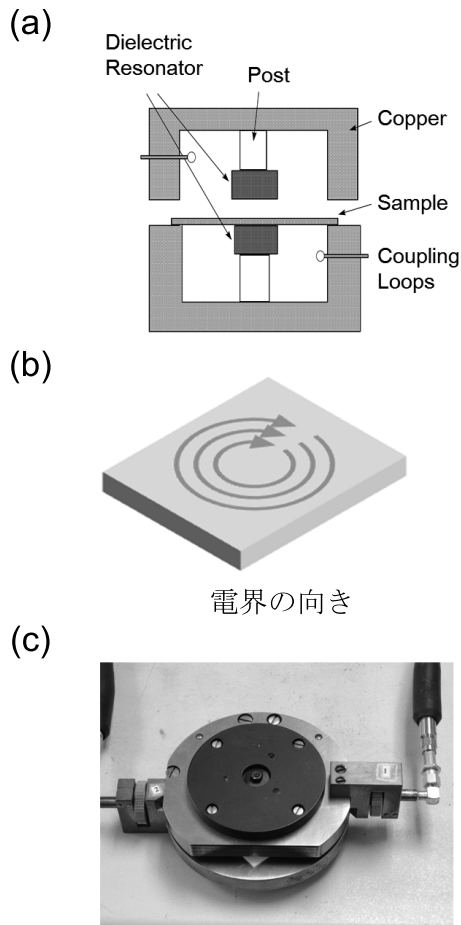


図 11 TE₀₁ Split Post 誘電体共振器法の (a) 装置の構造 (J. Baker-Jarvis ら²⁶⁾より引用), (b) 試料に対する電界の向き, (c) 装置 (NIST 所有).

励振した TM₀₁₀ モードおよび TM₀₂₀ モードの共振特性から測定試料の複素誘電率が導出される。100 μm 以下の薄膜試料をリボン状に加工して測定することも可能である。空洞共振器の中心部で電界は z 方向を向いており、棒状・リボン状試料の長手方向の誘電率が測定される。試料が共振器を貫通しており、試料設置が容易であることと、試料の加工のしやすさから、材料開発において広く用いられ、誘電率の温度特性の測定にも適用されている。共振周波数が 1 GHz ~ 20 GHz の範囲にある共振器が実用化されている³⁰⁾。

4.1.4 測定の SI トレーサビリティと不確かさ解析

NMIJ など国家計量標準研究所 (NMI) の役割として、測定対象量に対するトレーサビリティ体系の構築がある。誘電率測定にも SI 単位にトレーサビリティをとることが求められる。誘電率測定法のトレーサビリティチャートの一例として、同軸線路反射伝送法の場合を

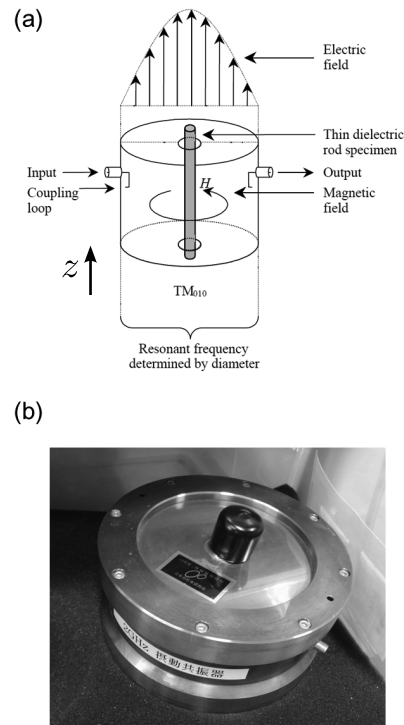


図 12 TM₀₁₀ 空洞共振器振動法の (a) 装置の構造 (R.N. Clarke ら⁸⁾より引用), (b) 装置 (宮城県産業技術総合センター所有).

図 13 に示す。測定対象量は角周波数 ω の入力に対する、試料を封入するエアライン治具の接断面における S パラメータ: S_{11} , S_{12} , S_{21} , S_{22} と、エアライン治具の長さ L_{air} および試料長 L_{mat} である。真空中の光速を c_{vac} とし、測定環境における空気中の光速 c_{air} を既知とすれば、非磁性材料 ($\mu_r^* = 1$) に対して、複素比誘電率 ϵ_r^* は次式を解くことで求められる²²⁾。

$$S_{21}S_{12} - S_{11}S_{22} = \exp [(-2\gamma_0)(L_{\text{air}} - L_{\text{mat}})] \frac{z^2 - \Gamma^2}{1 - z^2\Gamma^2} \quad (12)$$

ここで $z = \exp(-\gamma L_{\text{mat}})$ であり、

$$\gamma = j \frac{\omega}{c_{\text{vac}}} \sqrt{\epsilon_r^*}, \quad \gamma_0 = j \frac{\omega}{c_{\text{air}}} \quad (13)$$

$$\Gamma = \frac{c_{\text{vac}} - c_{\text{air}} \sqrt{\epsilon_r^*}}{c_{\text{vac}} + c_{\text{air}} \sqrt{\epsilon_r^*}} \quad (14)$$

である。図 13 に示したように、同軸線路反射伝送法では、S パラメータの測定を行う VNA と、試料ホルダであるエアラインや試料の寸法測定を行うエアマイクロメータ、レーザマイクロメータ、3次元測定器への校正を通じて SI 単位にトレーサブルとなっている³¹⁾。

これ以外の方法においても、電気特性を測る測定機器のトレーサビリティと、治具や試料などの寸法測定にお

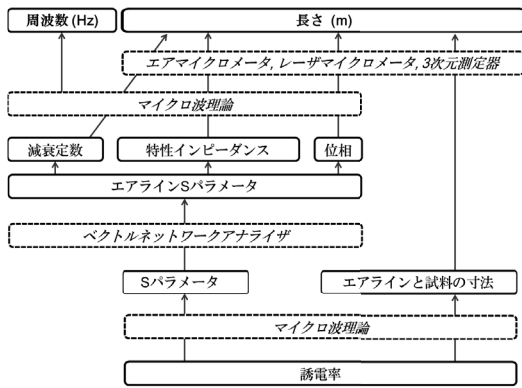


図 13 同軸線路反射伝送法のトレーサビリティチャート例

ける長さ (m) へのトレーサビリティを通じて、SI 単位へのトレーサビリティを確保している。

続いて、同軸線路反射伝送法の場合を例にして、不確かさ解析について概要を述べる。式 (12) は試料形状や同軸線路の特性が完全な場合のモデルから導出されており、試料とエアライン壁面との間の空隙などの不確かさ要素が考慮されていない。実際には、それぞれの不確かさ要素に対する補正式が提案されており²²⁾、それらを活用して誘電率の推定値および不確かさの導出を行う。

不確かさ要素としては VNA を用いた S パラメータ測定の不確かさも大きな影響を与える。VNA の誤差要因としては、方向性、マッチング、反射トラッキングがあるが³²⁾、誤差項を求めるために既知の校正標準 (キャリブレーションキット) を用いた校正を、VNA を用いた測定をする前に通常は行う。校正による補正をしても誤差要因は完全には除去されず、残留不確かさとして測定結果に影響を与えるが、VNA 校正における残留不確かさの誘電率計測に与える影響については堀部ら³³⁾が報告している。式 (12) において S パラメータは

$$X = S_{21}S_{12} - S_{11}S_{22} \quad (15)$$

の形で現れているため、誘電率測定における S パラメータの不確かさの影響は X の不確かさの大きさで評価できる。堀部ら³³⁾は VNA の校正に起因した X の不確かさを数値計算により導出した。エアライン治具や試料の寸法を固定して、誘電率実部 ϵ'_r や虚部 (誘電損失) ϵ''_r を決めれば、その場合の試料を封入したエアラインと同軸線路を接続した系に対する S パラメータは、

$$S_{11} = \exp(-\gamma_0 L_1) \frac{\Gamma(1-z^2)}{1-\Gamma^2 z^2}, \quad (16)$$

$$S_{22} = \exp(-\gamma_0 L_2) \frac{\Gamma(1-z^2)}{1-\Gamma^2 z^2}, \quad (17)$$

$$S_{21} = S_{12} = \exp\{-\gamma_0(L_1 + L_2)\} \frac{z(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 z^2} \quad (18)$$

から計算でき、それらを実測した際の、VNA 校正に起因した S パラメータの不確かさを見積もることが可能である³⁴⁾⁻³⁶⁾。ここで L_1, L_2 はそれぞれポート 1 側とポート 2 側のエアライン治具の端面と試料面との間の長さである ($L_{\text{air}} = L_1 + L_{\text{mat}} + L_2$)。 ϵ'_r や ϵ''_r を変化させれば、X およびその不確かさも変化する。VNA に対して Open/Short/Load (OSL) 校正³²⁾をした際の、校正に起因した X の不確かさの誘電特性依存性を計算したところ、比誘電率の増大とともに X の不確かさも増加傾向にあることがわかった。このことから誘電率測定の不確かさも比誘電率の増大とともに増加することがわかる。これは試料を封入したエアラインの特性インピーダンスの低下による、残留マッチング特性の影響増大によるものと考えられる。

4.2 諸外国の計量標準整備状況

4.1 で述べたように、誘電率等材料定数の測定では、周波数帯や測定する試料の形状や特性に応じて測定方法が異なり、留意すべき点も変わってくる。この節では NMIJ としてどのような優先順位で技術の整備を行うべきか考える際の参考として、海外の NMI の標準整備状況を述べる。

NMI が物理量の国家計量標準を開発し、それをもとに校正サービスを行う場合、国際整合性が確認された標準である証として、BIPM が取りまとめている CMC (Calibration and Measurement Capabilities) リスト⁶⁾に登録する。2012 年 9 月現在の CMC リストでは、イギリスとロシアが誘電率の校正サービスを行っていることが示されている (表 2)。固体材料の誘電率に関しては、イギリスで 72 GHz、ロシアで 78 GHz まで、液体材料の誘電率に関しては、イギリスで 6 GHz まで、ロシアで 10 MHz まで標準整備を行っている。測定方法としては、イギリスでは 4.1 で述べた集中定数法、反射伝送法、共振法のすべてを用いた校正サービスを提供しており、ロシアでは主に集中定数法と共振法が利用されている。このほかに中国も誘電率の校正サービスを一部開始しており、ドイツでは研究レベルで精力的に誘電率計測の技術開発をしている。

透磁率に関しては、低周波でイギリス、ロシア、中国、イタリアが校正サービスを実施している。

誘電率についてこれから開始される pilot study には現在のところ計 9 か国の NMI が参加を表明している。これらの国々では pilot study を契機として誘電率計測技術

を整備する予定であり、CMC リストへの登録も今後増加することが見込まれる。

詳細な研究開発の状況として、アメリカ国立標準技術研究所（National Institute of Standards and Technology, NIST）を例として、2012年7月に訪問した際の状況を記載する。NISTでは反射伝送法と共振法を中心とする幅広い測定機器を整備しており、定期的な校正サービスは行っていないものの、大学や研究機関から提供された新規材料の依頼測定を年に数件実施している。また高周波領域の誘電率標準物質として、10 GHzにおける誘電率の値付けを行ったものを約4000ドルで販売している³⁷⁾。材料はRexolite R（C-LEC PLASTICS INC.³⁸⁾製）と呼ばれる架橋ポリスチレンを用いており、円板状の構造に加工したものを供給している。4.1.3で説明したSplit Cylinder 空洞共振器法を用いて10 GHzにおける誘電率の値付けを行っており、信頼水準95%の不確かさは $u(\epsilon_r) = 0.004$ 、 $u(\tan \delta) = 0.00002$ である。10 GHz以外の周波数における測定結果も表3に示した通りに参考資料として提供している。この標準物質を用いることで、ユーザーは測定システムの妥当性の検証を行うことができる。

4.3 国内外の標準化の動向

誘電率等材料定数の測定は4.1で述べたように、周波数帯や測定する試料の特性に応じて様々な方法が用意さ

れている。これは他方では、関心のある周波数帯や材料に応じて適した方法を選択しなければならない難しさがあるともいえる。そのため、産業界において、測定方法の選択をする際に参考にされる測定方法の標準化につい

表2 CMC リスト⁶⁾から抜粋した諸外国が提供している誘電率の校正サービス（2012年9月現在）。周波数に関しては対応できる上限と下限を表記しており、その間のすべての帯域で実施しているわけではない。

	固体誘電率	液体誘電率
イギリス	ϵ_r : 1 kHz-72 GHz $\tan \delta$: 1 kHz-72 GHz	ϵ_r : 10 kHz-6 GHz $\tan \delta$: 30 MHz-6 GHz
ロシア	ϵ_r : 10 Hz-78 GHz $\tan \delta$: 1 kHz-78 GHz	ϵ_r : 10 kHz-10 MHz

表3 NIST が販売しているRexolite[®]の誘電率標準物質の測定結果。参考資料であり、NISTが値の信頼性を保証しているわけではない。標準物質³⁷⁾の分析証明書より引用。

Method	Frequency (GHz)	ϵ_r	$\tan \delta$
Split-Post Resonator	1.44	2.55	0.00036
	2.06	2.55	0.00037
	5.53	2.54	0.00044
	9.92	2.53	0.00048
Dielectric-Post Resonator	10.02	2.54	0.00047
Split-Cylinder Resonator	8.53	2.55	0.00046
	12.67	2.54	0.00052
	17.17	2.55	0.00059
	19.19	2.53	0.00060
	22.03	2.55	0.00062

表4 誘電率計測に関するJIS規格。

名称:作成年	適用周波数範囲	測定方法	適用される材料
C2565:1992	8.2-12.4 GHz	透過型円形共振器法 (共振法)	フェライト磁心
C6481:1996	1 MHz	ブリッジ法, Qメータ法 (集中定数法)	プリント配線板用 銅張積層板
R1627:1996	2-20 GHz	誘電体共振器法 (共振法)	ファイン セラミックス
R1660-1:2004	30-100 GHz	遮断円筒導波管法 (共振法)	ファイン セラミックス
R1660-2:2004	50-300 GHz	開放型共振器法 (共振法)	ファイン セラミックス
R1660-3:2004	30-100 GHz	NRDガイド励振 誘電体共振器法 (共振法)	ファイン セラミックス
R1641:2007	2-40 GHz	空洞共振器法 (共振法)	ファイン セラミックス
C2138:2007	15 Hz-300 MHz	零位法, 共振法 (集中定数法)	電気絶縁材料

て、その動向を調査した。

国外の動向

誘電率計測に関しては、国際電気標準会議 (International Electrotechnical Commission, IEC) や米国材料試験協会 (American Society for Testing and Materials, ASTM; 現在は ASTM International), 欧州電気標準化委員会 (Comite European de Normalisation Electrotechnique, CENELEC) などにおいて、特定の測定対象に特化した非常に多くの標準化文書をそれぞれの機関が独自に発行している⁸⁾。一例として、液体材料については、低周波で ASTM D924 や ASTM D150-98 が、高周波で EN 50361-2001 や IEEE Standard 1528 が参照されている。固体材料については、低周波で ASTM D1531-01 が、高周波で ASTM D150-98 や IEC 60250, 60377 がある。特定の測定対象に特化した例としては、セラミックス測定用の高温測定方法が ASTM D2149-97, D2520-01 に規定されている。このように標準化文書は多数用意されているが、最新の技術が必ずしも利用されていないか、不確かさ評価への言及に欠けていたりといった問題点がある。

国内の動向³⁹⁾⁻⁴⁵⁾

日本国内において JIS 規格で定められている誘電率計測方法を表 4 に示した。この内、JIS C6481 と JIS C2138 は IEC の規格をもとに作成された。表 4 に示す通り、集中定数法と共振法に対して、広い周波数帯で規格がある。10 GHz 以上の高周波帯の測定方法はほとんどがセラミックス材料の評価に関する規格である。JIS C2565 は透磁率計測についても規定している。

誘電率や透磁率の計測に関する規格ではないが、関連する JIS 規格として、30~300 GHz の周波数範囲において電波吸収体の電波吸収特性測定方法を規定した JIS R1679 (2007) がある。

最近の動向としては、IEC/TC46 のサブ委員会である SC46F (無線及びマイクロ波受動回路部品) の国内委員会が提案している規格⁴⁶⁾がある。共振法の一つである摂動法に焦点を当てたもので、IEC の規格としての標準化を目指して、現在 IEC SC46F にて進行中であり、2014 年 1 月現在、CDV (投票用委員会原案) 投票段階である。同規格では不確かさの算出に関する記述も盛り込まれており、材料特性評価結果の信頼性がより重要となってきた。

5. 誘電率・透磁率標準の研究開発に関する方針

これまで述べてきた調査内容を踏まえて、誘電率・透磁

率標準の研究開発に関する方針を述べる。内容としては、pilot study の準備、誘電率標準の開発、透磁率標準の開発、新規技術の研究開発の 4 つに分けられる。

5.1 Pilot Study の準備

今回の誘電率の pilot study は 2011 年 3 月の電気・磁気諮問委員会 (Consultative Committee for Electricity and Magnetism, CCEM) にて NIST から提案がなされた。NPL, フランス国立計量標準研究所 (Laboratoire National de Metrologie et d'Essais, LNE) などの賛同を受け、その年の 7 月に参加募集がかけられた。NMIJ もこの時点で参加を表明している。現在のところ参加を表明している NMI は INRIM (イタリア)⁴⁷⁾, KRIS (韓国)⁴⁸⁾, LNE (フランス)⁴⁹⁾, NIM (中国)⁵⁰⁾, NIST (アメリカ)⁵¹⁾, NMIJ (日本)⁵²⁾, NRC (カナダ)⁵³⁾, NPL (イギリス)⁵⁴⁾, TUBITAK (トルコ)⁵⁵⁾ の計 9 機関であり、PTB (ドイツ)⁵⁶⁾, A* STAR (シンガポール)⁵⁷⁾ も関心を示している。プロトコルの作成は進行中であるが、同一の試料をこれらの機関で持ち回り、順番に誘電率を測定していき、測定結果の比較を行う。

測定周波数は 1~30 GHz とされており、被試験試料としては誘電率実部 $\epsilon'_r=2.5, 4$, 誘電正接 $\tan \delta < 0.001$ の 2 種類の低損失誘電体材料が現在のところ想定されている。具体的な材料としては石英とサファイアなどが候補として挙がっている。測定方法や被試験試料の形状についても議論されている。最終的な測定方法は各 NMI の裁量にゆだねられるが、測定方法と試料形状は密接に関係しているため、被試験試料形状の検討には測定方法に関する議論も必須である。例えば、被試験試料を薄板平板の形状とした場合、測定方法としては 4.1.3 で説明した Split Cylinder 空洞共振器法や Split Post 誘電体共振器法が採用されることが予想される。

NMIJ としては測定技術の整備を進め、pilot study への対応準備を進めていくとともに、こういったプロトコルの議論にも積極的に参加し、pilot study の円滑な実施に貢献していく方針である。特に、日本はセラミックスなどの誘電体材料に関して高い技術力を有していることから、被試験試料の選定では、後述する標準物質として選定中の材料を提供するよう調整している。

5.2 誘電率標準の開発

誘電率に関しては、トレーサビリティの確立と不確かさの算出を行った校正システムをもって計量標準とする。NMIJ では現在のところ、以下の共振器や治具、アンテナを整備し、各種測定方法が行えるように準備を進

めており、校正システムの確立に向けた研究を開始している。

- Split Cylinder 共振器
 - 共振周波数 : 20, 28, 35, 40, 50 GHz
- 同軸・導波管法用の試料封入治具
 - PC-7 (7 mm, 1-18 GHz, 同軸)
 - WR-22 (Q-band, 33-50 GHz, 導波管)
 - WR-28 (R-band, 26.5-40 GHz, 導波管)
 - WR-42 (K-band, 18-26.5 GHz, 導波管)
- フリースペース法用のレンズアンテナ
 - WR-19 (U-band, 40-60 GHz)
 - WR-15 (V-band, 50-75 GHz)
 - WR-10 (W-band, 75-110 GHz)
 - WR-6 (D-band, 110-170 GHz)
 - WR-5 (G-band, 140-220 GHz)
 - WR-3 (J-band, 220-330 GHz)

この内フリースペース法の測定システムは企業との共同研究にて整備しており、これらの機材は NIST や NPL など海外の NMI が整備しているものと同等であるが、特筆すべきは 300 GHz を超える周波数帯までの測定を視野に入れている点である。研究レベルでもこのような高い周波数の測定の実績は国際的にも少なく、またフリースペース法の校正システムを確立させた例は報告されていない。装置の写真を図 14 に示すが、すでに KRISS や A* STAR といった海外の NMI や企業からの関心も得ている。

誘電率に関して測定技術を整備し、校正システムを確立した後、産業界への供給形態、社会への還元方法としては、以下の通り考えられる。

- (a) 誘電体材料の依頼測定
- (b) 標準物質の供給
- (c) 測定方法の標準化

依頼測定は、前述したように、海外の一部の NMI ではすでに行われている。日本においては現在各都道府県の公設試験所が行っており、ニーズはあるものの、公設試験所の測定は不確かさ評価を行っておらず、トレーサビリティが確保できていないので、NMIJ として SI 単位にトレーサブルな誘電率の依頼測定を実施する意義がある。不確かさ評価の重要性を示す一例として、S. Kim らによる、腐食評価を目的とした建築部材の測定がある⁵⁸⁾。彼らは屈折率

$$n = n' - jn'' \cong \sqrt{\epsilon_r \mu_r} \left(1 - \frac{j}{2} \left(\frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'} + \frac{\mu_r''}{\mu_r'} \right) \right) \quad (19)$$

の実部 n' をいくつかの粉末材料に対して導波管反射伝送法で広帯域測定した結果を報告しているが、75 GHz

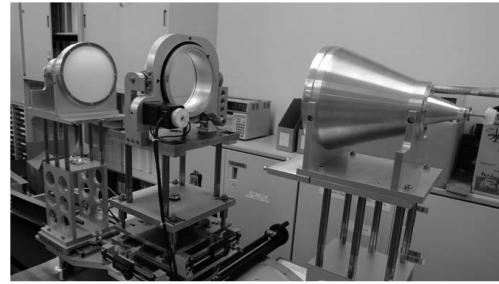


図 14 企業との共同研究で開発を行っているフリースペース法測定システム。

において導波管治具を取り換えたことに起因するデータの不連続が見られる。このように異なる測定システムでは測定結果に差が生じるため、SI トレーサブルな不確かさ評価を行わなければ、複数のシステムにおける測定結果の比較や測定システムの信頼性評価ができない。誘電率の測定は 4.1 で述べたとおり、周波数帯や測定する試料の特性に応じて、複数の測定方法を使い分けなければならないのであるから、相互の比較を行うために、トレーサビリティを確保した測定を実施することは重要である。

2つ目の形態として、標準物質の供給がある。これは NMIJ でトレーサブルな測定と不確かさ評価を行い、誘電率の値付けをした標準物質を供給するというものである。4.2 で触れたように、NIST ではすでに標準物質の供給を行っているため、開発初期段階では NIST の標準物質を利用して、測定システムの同等性を確認しつつ開発を進めていく方針である。但し、NIST の標準物質の材料である Rexolite[®] は、表 3 で示したように広い周波数帯で誘電特性がフラットであるという利点がある一方で、ほかの低損失誘電体材料と比べると吸水率が高いという懸念^{*1}もあり、NMIJ としては標準物質の材料の選定についても取り組みを行っている。

標準物質に求められる条件を挙げてみると以下のようになる⁵⁾。

*1 Rexolite[®] 以外の低損失誘電体材料としては PTFE (ポリテトラフルオロエチレン：テフロン) や TOPAS[®] (シクロオレフィン・コポリマー：COC)⁵⁹⁾ が挙げられる。各種誘電体材料の吸水率は製造方法により同一の物質に関してもばらつきがあるが、例えば PTFE では旭硝子が販売している Fluon PTFE は吸収率が 0.01% 以下⁶⁰⁾、TOPAS[®] も吸収率が 0.01% 以下⁶¹⁾ であるのに対し、Rexolite[®] は C-LEC PLASTICS INC. のカタログ³⁸⁾ には吸水率が 0.08% 以下とあり、ほかの低損失誘電体材料と比べると高い。

- 均一性を有し、測定の再現性に優れていること。
- 様々な測定システムで活用されるように加工が容易であること。
- 製造のばらつきが小さいこと。
- 入手が容易であること。
- 特性の経年変化がないこと。
- 異方性・配向性がないこと。あるいは、それらが制御できること。
- 耐久性があり、汚れにくいこと。
- 毒性、可燃性の程度が低く、安全であること。

試料に誘電率の値付けをして標準物質とする以上、材料固有の値が決まらなければならない。従って、材料には均一性が望まれる。液体材料は均一性という面では適しているが、耐久性や安全性に問題があるものが多い。誘電率計測では測定システムによって測定可能な材料の形状がばらばらである。従って、いろいろな形状に加工できるように、加工の容易性が求められる。さらにいうと、標準物質として要求がある形状をすべて用意し、値付けをしたうえで供給することは事実上不可能であるため、NMIJ がいくつかの材料に対して誘電率の値付けをして標準物質として供給し、エンドユーザーは同一の材料を望みの形状に加工して標準物質として活用する体制が必要である。従って、入手が容易であり、製造のばらつきが小さいことが要求される。実際にはこれらすべての条件を満たす材料はないため、それぞれの材料の欠点を理解したうえで標準物質を活用することにはなるが、材料の選定は非常に重要である。

標準物質に関して特に注意を促さなければならないのは、誘電率標準物質はトレーサビリティの仲介標準器にはなりえず、測定の大まかな妥当性の検証に利用されるべきツールであるというその位置づけである。一般的な測定において、異なる場所における測定結果は、SI 単位へのトレーサビリティが確保された標準器を通して、同等性や測定の妥当性検証が行われる。例えば重さの測定に用いられるはかりは、校正事業者等で標準分銅により校正されるが、その際用いた標準分銅はキログラム原器にトレーサビリティが取れている仲介標準器であり、どの国・どの地域においても、そのはかりの測定結果は保証されることとなる。

同様の考え方を、誘電率測定のトレーサビリティに適用し、誘電率標準物質を測定することで、その測定システムのトレーサビリティが確保できることが望ましいが、実際には、誘電率標準物質のみで誘電率測定のトレーサビリティを確保することは困難である。誘電率も、多くの方法で測定対象量となる S パラメータも複素

量であるため、はかりの校正で行われるような単純な線形性の議論が適用できず、ある標準物質を測定しても、その結果から、誘電率や形状が標準物質と異なる試料を測定した場合の不確かさを算出することはできない。図 13 に示した誘電率測定のトレーサビリティチャートの例からも明らかのように、被測定試料や試料治具・共振器の寸法・形状の不確かさ、S パラメータの測定不確かさ、さらには誘電率を計算する際に用いられる電磁界解析モデルの不完全性から生じる不確かさなどをすべて評価してはじめて、誘電率測定の不確かさを算出することが可能になる。この際、不確かさの要因となるパラメータの SI 単位へのトレーサビリティを確保することで、誘電率測定のトレーサビリティ体系を構築することができる。

このような誘電率測定のトレーサビリティを確保するための一連の過程は非常に手間がかかり、また計測に対する深い知識と経験が必要になる。そのため、誘電率を測定するすべてのエンドユーザーにこの作業を求めるのは現実的でない。校正事業者や NMIJ が代わりに校正を行うことも、被測定試料、試料治具や共振器、ケーブル、VNA、誘電率計算プログラムなどを一括した測定システムが校正の対象となるため難しい。そこで、トレーサビリティを確保した不確かさ評価は行えないが、測定システムの大まかな評価法として考えられるのが、標準物質を用いた妥当性の検証である。標準物質の校正値と測定値との差からその測定システムの不確かさを算出することはできないが、両者が大きくずれている場合、測定システムに何らかの問題があると示唆される。このような形の妥当性の検証は新たに測定システムを立ち上げる際には特に重要である。

標準物質を用いて測定システムの妥当性の検証を行う場合は、標準物質の材料特性は測りたい試料と近いことが望ましい。従って、標準物質としては、誘電率実部や誘電正接の異なる複数の材料を用意する必要がある。具体的な材料の候補としては、低誘電率のものについては、PTFE (ポリテトラフルオロエチレン：テフロン)、Rexolite[®], TOPAS[®] (シクロオレフィン・コポリマー：COC)⁵⁹⁾などいくつかの材料を検討している。一方、高誘電率材料についてはセラミックスになると考えられるが、現時点で製造の再現性に優れたものがあまりないことが課題である。

標準物質の供給先としては、現在依頼測定を行っている公設試験所や、測定機器メーカー、日本で現在誘電率の標準物質を販売している一般財団法人ファインセラミックスセンター⁶²⁾などが見込まれ、それぞれの測定シ

システムの妥当性の確保に貢献できればと考えている。誘電率の値付けを行う周波数の要望としては、依頼測定で求められることの多いという GHz 帯のほかに、誘電体材料の誘電率公称値として仕様書に記載されることの多い 1 MHz にも大きなニーズがある。

標準物質の利用用途としては、関係機関での巡回測定比較（ラウンドロビン試験）の被試験試料として用いることも考えられる。ラウンドロビン試験に参加すると、測定の妥当性確認だけでなく、他機関との測定の同等性の確認が可能となり、産業界からの要望も強い。

開発した技術を広めるためには、測定方法の標準化を目指すことも重要で、実際に測定機器メーカーでは精力的に取り組んでいる。NMIJ 電磁波計測科としても、産業界等と連携しながら誘電率測定法の標準化を進めていく予定である。

5.3 透磁率標準の開発

透磁率の測定方法としては、4.1.2 で説明した反射伝送法が適用可能である。4.1.2 では誘電率の測定方法として紹介したが、試料を封入した治具に対する測定対象量として S_{11} と S_{21} という 2 つの複素数があるため、原理的には複素誘電率と複素透磁率の両方を算出することが可能である。しかしながら、この測定方法では、非磁性材料に対して誘電率のみを測定する場合と比べて、S パラメータの測定不確かさ（特に位相の不確かさ）の影響が顕著に表れるために高精度測定は難しく、また透磁率測定のニーズが高い薄膜試料に対して適用することができない。加えて、誘電体材料と比べると、高周波帯における磁性材料の市場規模は現状はまだ小さいということもあり、透磁率計測の高周波化の動向を見据えた戦略的な技術開発を検討する必要がある。透磁率標準および計測技術のニーズを知るうえで、以下に示す磁性薄膜透磁率測定技術の動向に注目したい。

磁性薄膜透磁率測定装置の構造および写真を図 15 に示す。この方法では磁性薄膜試料の透磁率を求められ、現在 9 GHz までの測定に対応した装置が販売されている^{63), 64)}。測定原理としては、試料を遮蔽ループコイルの内側に配置し、入力した高周波によるコイルの励磁を S パラメータ測定から求めることで試料の透磁率を導出する。測定周波数の高周波化にはコイルの小型化による回路の共振周波数のシフトが必要で、現在も検討が重ねられている。また、バイアス直流磁界を用いたバックグラウンドの補正機構を実装しており、測定値の絶対値への信頼性を確保している。図 15 (a) に示す通り、側面開放 TEM セルは 50 Ω 終端されており、電磁界は進行波

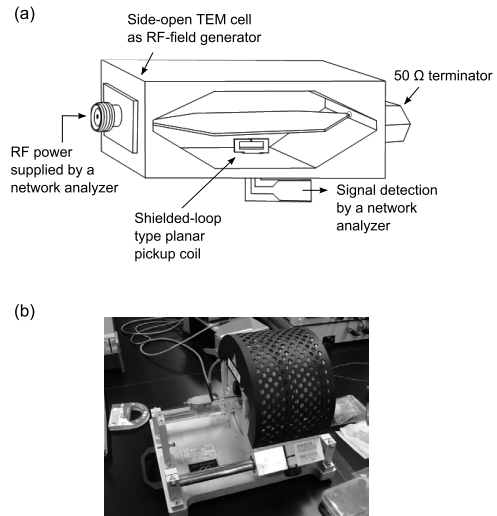


図 15 磁性薄膜透磁率測定装置の (a) 治具構造（提供：株式会社凌和電子）、(b) 装置（宮城県産業技術総合センター所有）

形である。3 GHz までの測定に対応した装置では TEM セルを短絡終端しており、定在波の磁界最大位置に試料を配置していたが、高周波化とともに短絡部における電流分布の影響が表れてきたため、図 15 (a) の構造に変更された。前述したように、この技術を開発した企業¹⁹⁾では装置の販売のほかに依頼測定も多数実施している。

5.4 新規技術の研究開発

これまでに述べてきたように、誘電率に関してはすでに様々な測定方法が確立し、標準化文書も多数発行され、一部の NMIJ では校正サービスも実施されている。しかし、既存の測定方法ではカバーできない要求も多数存在しており、NMIJ としては誘電率の新規測定法の研究開発でその要求に応じていく責務がある。

例えば、低損失材料に対して広帯域で測定する方法がないという問題がある。この特定の技術は例えば伝送線路の開発においてニーズがある。光ファイバに匹敵する通信速度を有する伝送線路を実現するためには、低誘電率・低損失の材料が必要で、デジタル信号の伝送を想定した開発の場合、広帯域にわたる材料評価が欠かせない。従って、低損失材料を広帯域で測定する技術が必要になるわけである。

既存の方法では、反射伝送法が広帯域測定に向いているが、この方法では低損失材料に対しては VNA の不確かさが大きくなり、高精度に測定できない。一方、低損失材料に対しては共振法が適しているが、この方法は基

本的に単一の共振器で単一周波数の測定しか行えず、狭帯域である。

この課題を解決することが期待される方法として、企業⁶⁵⁾が開発した TM_{0m0} モード平衡形円板共振器法⁶⁶⁾がある。この方法では基本モード以外に高次モードまで活用できるので、複数周波数において測定できる。ほかにも複数周波数対応の共振器はあるが、この方法の特筆すべき点は測定に利用する TM_{0m0} モード以外の励振が抑えられ、7次から9次まできれいに分離された共振が確認でき、その結果15 GHzから100 GHzもの超広帯域の測定が可能である点である。装置の図と共振の様子を図16に示す。

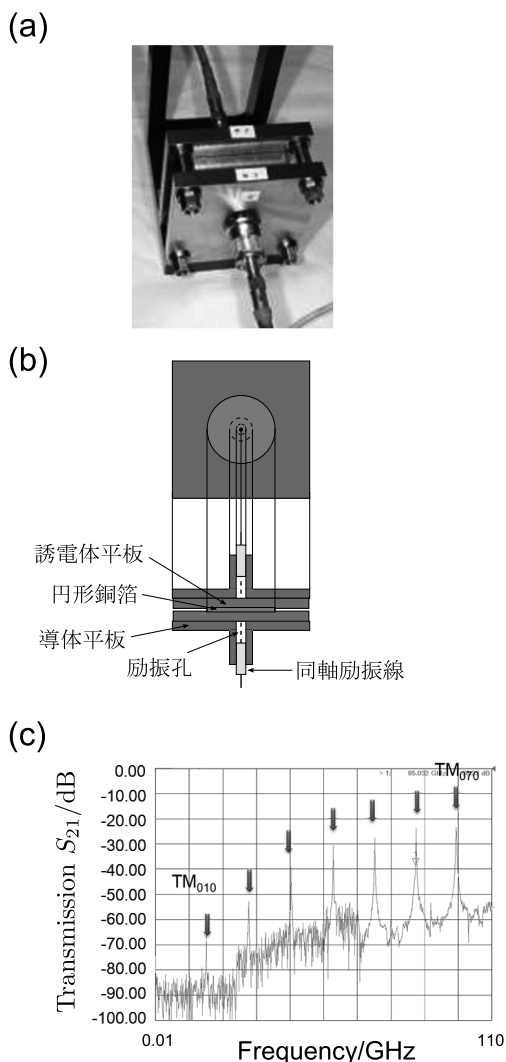


図16 TM_{0m0} モード平衡形円板共振器法の (a) 装置の写真, (b) 構造, (c) 共振の様子 (すべて Agilent Technologies 社カタログ⁶⁷⁾をもとに作成)。

この方法で非常に広帯域な測定ができることは確かだが、測定周波数は離散的であり、連続的な周波数依存性を得ることはできない。NMIJ 電磁波計測科電磁界標準研究室では、低損失材料に対する誘電特性の広帯域かつ連続的な周波数依存性測定を目指して、新規測定法の研究開発を行っている。

6. まとめ

本調査研究では主に誘電率の計測に関して、産業界のニーズや技術動向、各国 NMI の状況を調査した。ニーズとしては電子部品材料の評価や成分検査など幅広い領域に存在している。技術動向を見ていくと、周波数帯や測定する試料に応じて多様な方法が確立しているものの、異なる測定方法間の整合性に問題があったり、まだ技術的にクリアされていない領域があるなどの課題がわかってきた。各国 NMI の誘電率計測の開発状況としては、アメリカやイギリス、ロシア、ドイツなどが測定技術を整備しており、この内イギリスとロシアは校正サービスの実施を、アメリカは標準物質の販売を行っていることがわかった。また、来年からの開始が予定されている誘電率の pilot study に関しては、現在9か国の参加が見込まれており、これを契機に誘電率計測技術を整備する NMI がこれから増えていく状況にあるといえる。

これらの点を踏まえて、NMIJ が果たすべき役割としては、既存の技術に対するトレーサビリティの確保や国際比較を進めながら、早期に国家標準としての誘電率校正システムを確立し、依頼測定の実施や標準物質の開発・供給、pilot study での支援を行い、測定方法の標準化にも貢献していくこと、ならびに新規技術による誘電率測定法の研究開発にも注力していくことである。

謝辞

本調査研究では、アメリカ国立標準技術研究所 (NIST) の Dr. Michael D. Janezic、愛媛県産業技術研究所の倉橋真司様、宮城県産業技術総合センターの中居倫夫様、凌和電子株式会社の板垣篤様、一般財団法人ファイインセラミックスセンターの東田豊様、ポリプラスチック株式会社の芹澤肇様、関東電子応用開発の田原健様、三浦太郎様をはじめとする関係者の方々には施設見学ならびに討論を通じて貴重な情報をご提供いただきました。深く感謝申し上げます。また、アジレント・テクノロジー株式会社の戸高嘉彦様との議論は本調査研究をまとめるうえで大変参考になりました。心より御礼申し

上げます。また、計測標準研究部門電磁波計測科 島田洋蔵科長、電磁界標準研究室 黒川悟室長、高周波標準研究室 堀部雅弘主任研究員には貴重なアドバイスをいただきました。深く感謝いたします。また、電磁界標準研究室の皆様にも日ごろからの懇切なご指導、ご助言を賜りました。ここに深く謝意を表します。

参考文献

- 1) 「ITを駆使した環境配慮型社会」分野 経済産業省説明資料 (2008)
- 2) 「超高周波搬送波による数十ギガビット無線伝送技術の研究開発」, 総務省平成 23 年度電波資源拡大のための研究開発
- 3) *Extremely Low Frequency Fields*, Environmental Health Criteria Monograph No.238, WHO (2007)
- 4) 「電気設備に関する技術基準を定める省令 第 27 条の 2」, 経済産業省令
- 5) *Guide to the expression of uncertainty in Measurement (GUM)*, 1st ed., JCGM 100 (2008)
- 6) BIPM web site: <http://kcdb.bipm.org/appendixc/default.asp>
- 7) 砂川重信: 『理論電磁気学』(紀伊國屋書店, 1999)
- 8) R. N. Clarke, A. P. Gregory, D. Cannell, M. Patrick, S. Wylie, I. Youngs, G. Hill: *A guide to the characterisation of dielectric materials at RF and microwave frequencies*, Institute of Measurement and Control / National Physical Laboratory (2003)
- 9) B. I. Bleaney and B. Bleaney: *Electricity and Magnetism* 3rd ed. (Oxford University Press, 1989)
- 10) A. K. Jonscher: *Dielectric Relaxation in Solids* (Chelsea Dielectrics Press, 1983)
- 11) A. C. Lynch: *Relationship between permittivity and loss tangent*, Proc. IEE I18 (1971) 244
- 12) Agilent Technologies Measurement Forum 2012
- 13) ボトル内液体物検査装置 SLC 315D (東京ガス・エンジニアリング株式会社)
- 14) 「人体頭部における比吸収率の許容値」, 総務省電波防護指針無線設備規則
- 15) A. P. Gregory and R. N. Clarke: *Tables of the complex permittivity of dielectric reference liquids at frequencies up to 5 GHz*, NPL Report MAT 23(2012)
- 16) Shelly Begley: *Liquid measurements using an open-ended coaxial probe*, IMS2012 WMA-6 (2012)
- 17) 泉田福典, 大坊真洋, 川又憲: 「マイクロ波を用いた米の水分量測定」, 岩手県工業技術センター研究報告第 8 号 (2001)
- 18) M. Kent and T. E. Price: *Compact microstrip sensor for high moisture content material*, J. Microwave Power 14 (1979) 363, M. Kent and J. Kohler: *Broadband measurement of stripline moisture sensors*, J. Microwave Power 19 (1984) 173
- 19) 凌和電子株式会社 web site: <http://www.ryowa-electronics.co.jp/>
- 20) 「インピーダンス測定技術を用いた誘電体、磁性体材料測定」, Agilent AN 1369-1 (2003)
- 21) 和氣加奈子, 福永香, 渡辺聡一: 「中間周波帯における生体試料の誘電特性測定法の検討」, 電子情報通信学会通信ソサイエティ大会 B-4-1 (2012)
- 22) J. Baker-Jarvis: *Transmission / Reflection and Short-Circuit Line Permittivity Measurements*, Natl. Inst. Stand. Technol. Techn. Note 1341 (1990)
- 23) J. Baker-Jarvis, M. D. Janezic, B. F. Riddle, R. T. Johnk, P. Kabos, C. L. Holloway, R. G. Geyer and C. A. Grosvenor: *Measuring the Permittivity and Permeability of Lossy Materials: Solids, Liquids, Metals, Building Materials, and Negative-Index Materials*, Natl. Inst. Stand. Technol. Techn. Note 1536 (2005)
- 24) KEAD 製フリースペース法誘電率透磁率測定装置 (株式会社関東電子応用開発)
- 25) テラヘルツ分光・イメージングシステム TAS7500 シリーズ (ADVANTEST)
- 26) J. Baker-Jarvis, M. D. Janezic, B. Riddle, C. L. Holloway, N. G. Paulter and J. E. Blendell: *Dielectric and Conductor-Loss Characterization and Measurements on Electronic Packaging Materials*, Natl. Inst. Stand. Technol. Techn. Note 1520 (2001)
- 27) Agilent Technologies 社 Technical Overview: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5989-6182EN.pdf>
- 28) M. D. Janezic: *Nondestructive Relative Permittivity and Loss Tangent Measurements Using a Split-Cylinder Resonator*, Doctor's thesis, the University of Colorado (2003)
- 29) QEWD 社 web site: <http://www.qwed.com.pl/resonators.html>
- 30) 株式会社関東電子応用開発 web site: <http://www.kead.co.jp/products/index.html>
- 31) 岸川諒子: 「高周波インピーダンスの標準と計測方法に関する調査研究」, 産総研計量標準報告 Vol.8, No.3 (2011)

- 32) 「ネットワーク・アナライザ測定に対する誤差補正の適用」, Agilent AN 1287-3 (2006)
- 33) 堀部雅弘, 飴谷充隆, 岸川諒子, 加藤悠人: 「同軸 S パラメータ法誘電率測定における VNA 測定不確かさの影響の考察」, 電子情報通信学会エレクトロニクスソサイエティ大会 C-2-85 (2012)
- 34) D. Rytting, "Advances in microwave error correction techniques", Hewlett-Packard RF & Microwave Symposium (1987)
- 35) "Guidelines on the evaluation of vector network analysers (VNA)", Tech. Rep. EURAMET/cg-12/v.01, EURAMET (2007)
- 36) J. P. M. de Vreede, "Proposed Revision to the EA Guidelines on Evaluation of Vector Network Analysers (VNA) to include Uncertainty in Phase", ANAMET Report 038 (2003)
- 37) NIST Standard Reference Material 2870
- 38) C-LEC PLASTICS INC. web site: <http://www.rexolite.com/>
- 39) JIS C2565, 「マイクロ波用フェライト磁心試験方法」(1992)
- 40) JIS C6481, 「プリント配線板用銅張積層板試験方法」(1996)
- 41) JIS R1627, 「マイクロ波用ファインセラミックスの誘電特性の試験方法」(1996)
- 42) JIS R1660, 「ファインセラミックスのミリ波帯における誘電特性測定方法」(2004)
- 43) JIS R1641, 「ファインセラミックス基板のマイクロ波誘電特性の測定方法」(2007)
- 44) JIS C2138, 「電気絶縁材料—比誘電率及び誘電正接の測定方法」(2007)
- 45) JIS R1679, 「電波吸収体のミリ波帯における電波吸収特性測定方法」(2007)
- 46) IEC 62810 Ed. 1.0, *Cylindrical cavity method to measure the complex permittivity of low-loss dielectric rods* (being proposed)
- 47) Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM) web site: <http://www.inrim.it/>
- 48) Korea Research Institute of Standards and Science (KRISS) web site: <http://www.kriss.re.kr/>
- 49) Laboratoire National de Metrologie et d'Essais (LNE) web site: <http://www.lne.eu/>
- 50) National Institute of Metrology (NIM) web site: <http://www.nim.ac.cn/>
- 51) National Institute of Standards and Technology (NIST) web site: <http://www.nist.gov/>
- 52) National Metrology Institute of Japan (NMIJ) web site: <http://www.nmij.jp/>
- 53) National Research Council (NRC) web site: <http://www.nrc-cnrc.gc.ca/>
- 54) National Physical Laboratory (NPL) web site: <http://www.npl.co.uk/>
- 55) Turkiye Bilimsel ve Teknolojik Arastirma Kurumu (TUBITAK) web site: <http://www.tubitak.gov.tr/>
- 56) Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) web site: <http://www.ptb.de/>
- 57) Agency for Science, Technology and Research (A*STAR) web site: <http://www.a-star.edu.sg/>
- 58) S. Kim, J. Surek, J. Baker-Jarvis and V. Provenzano: *Electromagnetic Properties of Iron Oxide Corrosion Product Powders at Radio Frequencies*, CPEM2012 Th3-P3-RF5-P44 (2012)
- 59) TOPAS ADVANCED POLYMERS GmbH が製造するシクロオレフィン・コポリマー (COC) の商品名。環状オレフィン構造を有する非晶質の透明樹脂。
- 60) 旭硝子株式会社 web site: <http://www.uon.jp/uon/products/ptfe/ptfe01/0105.shtml>
- 61) ポリプラスチック株式会社 web site: <https://www.polyplastics.com/jp/product/lines/topas/cha.html>
- 62) 一般財団法人ファインセラミックスセンター web site: <http://www.jfcc.or.jp/>
- 63) 超高周波透磁率測定装置 PMM-9G1 (凌和電子株式会社)
- 64) M. Yamaguchi, Y. Miyazawa, K. Kaminishi and K. Arai: *A New 1 MHz-9 GHz Thin-Film Permeameter Using a Side-Open TEM Cell and a Planar Shielded-Loop Coil*, Trans. Magn. Soc. Japan 3 (2003) 137
- 65) サムテック有限会社 web site: <http://www.sumtec.biz/>
- 66) マイクロ波・ミリ波帯誘電体基板の複素誘電率測定装置 PS-X10-100 (Agilent Technologies 社)
- 67) Agilent Technologies web site: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5991-0119JAJ.pdf>
- 68) 横島一郎: 『S パラメータ入門 高周波測定技術の基礎』(リアライズ AT 株式会社, 1992)
- 69) 橋本修: 『高周波領域における材料定数測定法』(森北出版株式会社, 2003)
- 70) 「誘電体測定の基礎」, Agilent Technologies Application Note (2012)