

습식직접합성 Ferrite 분말의 전파흡수능

남경호 · 이경희 · 이병하

명지대학교 공과대학 무기재료공학과

(1990년 11월 7일 접수)

Microwave Absorption of Ferrite Powders by Wet-Direct Synthesis

Kyung-Ho Nam, Kyung-Hee Lee and Byung-Ha Lee

Dept. of Inorganic Materials Eng. Myung Ji Univ.

(Received November 7, 1990)

요 약

최근 들어서 Ferrite 분말을 표면처리하여 Ferrite와 혼합한 특수 Paint와 Rubber Ferrite 등의 형태로 만든 전파흡수체는 Ferrite의 높은 자성손실과 낮은 초투자율 특성을 이용하여 군사용 목적, 전파공해방지, TV의 허상대책, 대형다리의 위상대책 등에 널리 사용되고 있으며 광대역에서 감쇄량이 크며, 가볍고, 두께가 얇은 전파흡수체 재료의 개발이 시급한 실정이다. 그러나 이와 같은 연구는 Device적인 측면에서의 연구가 대부분이며 재료의 개발면에서의 접근은 거의 없는 실정이다. 전파흡수체용 Ferrite 분말은 입경분포가 좁아야 하며 입경이 미세해야 한다는 등의 제한이 있다. 따라서 본 연구는 낮은 초투자율을 갖는 6가지 조성의 $(\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x})\text{Fe}_2\text{O}_4$; $x=(0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1)$ 를 습식직접합성법으로 입경 및 입형이 균일한 ferrite 분말을 합성하였다. 이 ferrite 분말과 rubber와의 composite를 만들어 전파흡수체로의 이용성을 검토하기 위한 전파흡수능을 측정하였다. 또한 동일 조성의 습식직접합성 분말과 고상합성 분말의 초투자율 및 전파흡수능을 비교 검토하였다.

ABSTRACT

There is a growing demand for absorptive electromagnetic shielding materials for wide band frequency application. In this study, the absorber which consists of a rubber plus Ni-Zn ferrite which have been prepared by direct-wet method. A rubber ferrite composite for electromagnetic shielding, it is most important factor than homogeneous ultra fine size and high dispersivity ferrite powder. Direct-wet method and solid-solid reaction method for preparing of ultra fine ferrite powder was used. It has been experimentally verified that the powder which prepared by direct-wet method was very fine and almost same size spherical powder, the composite ferrite have excellent electromagnetic wave absorption in X-band.

1. 서 론

전파흡수체 재료의 연구는 radar 통신이 실용화된 이래 radar에 의한 Microwave hazard 대책 및 위상방해 대책으로서 연구되어 적어도 50년 전부터 일부 실용화되었다. 최근 EMC(Electro Magnetic Compatibility: 전자환경 대응성 또는 전자환경 양립성) 및 EMI(Electro Magnetic Interference: 전자파 방해) 문제가 본격적으로 받아들여져 전파흡수체도 radar를 중심으로한 군사 장비 중심으로서의 요구로부터 EMC 대책으로서의 요구, 예를들면 각종 전자기기의 평가 system으로서의 전파방

사실, Electromagnetic shield, 전조물의 전파장해(ghost) 대책을 목적으로한 전파흡수체로 다시 평가되고 있다.

전자파 손실을 일으키는 재료정수는 1) 도전손실 γ , 2) 자성손실 μ , 3) 유전손실 ϵ 이 있는데 이중 도전손실 재료로 전파흡수체에 널리 사용되고 있는 것은 Carbon이다. 또한 유전손실 재료로 전파흡수체에 사용되고 있는 것은 강유전체인 BaTiO_3 및 PbTiO_3 인데 복소유전율에 의한 전파흡수체는 복소투자율에 비하여 그 특성이 우수하지 못하기 때문에 그 실용적인 의미는 없다. 자성 손실 재료로는 Ferrite가 있는데 Ferrite가 전파흡수체로 사용될 경우 복소투자율이 커야 한다¹⁾.

전파흡수체의 원리는 전파흡수 또는 반사역제가 목적으로 자기적 손실을 이용하고 전자파를 흡수하여 열로 변환시켜 반사파를 생기지 않게 하는 것이다. 특히 Ferrite로 전자파의 자체성분과 Ferrite 원자 spin system 사이의 자기공명현상에 수반되는 손실을 이용하여 micro파의 효율적인 흡수체로 이용하고 있는 실정이다²⁾. 그러나 전파흡수체용 Ferrite 분말은 입경분포가 좁아야 하고, 입경이 미세하며 구형이어야 한다는 등의 제한이 있어 고상반응법 이외에 새로운 합성법이 개발되어가고 있는 실정이다^{3,4,5)}.

자성손실재를 이용한 전파흡수체에서 기술적인 문제로 요구되는 성능은 20~30 dB, 흡수율 99% 정도의 전파 에너지를 흡수하는 것이 바람직하다. 더욱이 radar파의 방위가 정해져 있지 않으므로 광대역 및 어떤 사각으로 입사하여도 충분히 효과가 있는 특성을 지녀야 한다. 특히 최근 들어 Ferrite 분말을 표면처리하여 Ferrite와 혼합한 특수 paint와 rubber ferrite 등의 형태로 만든 전파흡수체는 Ferrite의 높은 자성손실과 낮은 초투자율 특성을 이용하여 군사용 목적, 전파공해방지, TV의 허상대책, 대형다리의 위상대책에 널리 이용되고 있으며 광대역에서 감쇄량이 크며 가볍고 두께가 얇은 전파흡수체 재료의 개발이 시급한 실정이다⁶⁻⁹⁾. 그러나 이와 같은 전파흡수체에 관한 연구는 device 측면에서의 연구가 대부분이며 재료의 개발면에서의 접근은 거의 없는 실정이다.

전파흡수체용 Ferrite 분말은 입경분포가 좁아야 하며 입경이 미세해야 한다는 등의 제한이 있어 본 연구는 전파흡수체용 Ferrite 합성법으로 입경분포가 좁고 초미립자를 합성할 수 있는 습식직접합성법을 택하여 6가지 조성의 Ni-Zn Ferrite를 저온에서 합성하였으며 동일조성 중 3가지 조성을 고상반응법으로 합성하였다. 이들 합성된 Ferrite 분말과 rubber와의 복합체를 만들어 Ferrite 입자크기와 전파흡수능과의 관계를 알아보았으며 이들 Ferrite 분말을 X-band에서 전파흡수체로의 이용가능성을 연구하였다.

2. 실험방법

2.1. 출발원료 및 조성

본 연구의 출발원료는 특급의 $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, $NiCl_2 \cdot 6H_2O$, 1급의 $ZnCl_2$ 및 KOH를 수용액으로 만들어 사용하였다. 또한 고상합성법의 출발원료는 Fe_2O_3 , NiO와 ZnO를 사용하였다.

본 연구의 조성은 $(Ni_xZn_{1-x})Fe_2O_4$ ($x=0, 0.2, 0.4, 0.6,$

Table 1. Composition of Sample

Sample	Method	Composition
A	Direct-Wet	$ZnFe_2O_4$
B	Direct-Wet	$(Ni_{0.2}Zn_{0.8})Fe_2O_4$
C	Direct-Wet	$(Ni_{0.4}Zn_{0.6})Fe_2O_4$
D	Direct-Wet	$(Ni_{0.6}Zn_{0.4})Fe_2O_4$
E	Direct-Wet	$(Ni_{1.0}Zn_{0.0})Fe_2O_4$
F	Direct-Wet	$NiFe_2O_4$
G	Solid	$(Ni_{0.4}Zn_{0.6})Fe_2O_4$
H	Solid	$NiFe_2O_4$
I	Solid	$(Ni_{0.2}Zn_{0.8})Fe_2O_4$

0.8, 1)의 화학양론적인 조성으로 A-F까지 6가지 조성을 택하였으며(Table 1) 입형과 입경에 따른 전파흡수능의 비교를 위하여 고상합성법으로 3가지 조성을 택하였다. 그들의 초투자율은 1950년 Harvey가 발표한 것에 의하면 5-500에 이른다.

2.2. 합성

본 연구의 흐름도를 그림으로 나타내면 Fig. 1, 2와 같다. 습식직접합성시 혼합용액의 혼합비는 수용액으로 하여 각 조성별로 정확한 mole비가 되도록 mass cylinder로 측정하여 3구 flask안에 넣고 3구 flask는 water bath속에 설치되며 water bath는 magnetic stirrer에 의하여 강하게 교반시키며 stirrer가 있는 hot plate 위에 설치되었다. Magnetic stirrer에 의하여 강하게 교반시키며 4N KOH를 적하시켜 혼합용액의 pH를 10.5가 되도록 하고 공침물을 침전시킨 후에 hot plate의 온도를 올려 water bath의 온도를 86°C로 하고 이 온도에서 6시간 동안 강하게 교반시키면서 합성을 실시하였다. 합성물을 beaker로 옮긴 후 K^+ ion과 Cl^- ion을 제거하기 위하여 decantation에 의하여 충분히 세척한 후 여과 세척하여 얻어진 합성물을 110°C에서 12시간 동안 건조하였다. 또한 고상합성법은 Fe_2O_3 , NiO 및 ZnO를 정확히 평량한 후 ethanol을 첨가하여 steel ball mill을 사용하여 습식 혼합하였다. 혼합한 분말을 자연건조하여 1100°C에서 1시간 동안 하소한 후 6시간 동안 ball milling 재분산하여 시료로 하였다.

2.3. 초투자율 측정

초투자율 값을 측정하기 위하여 각 조성의 ferrite 건조 분말을 마노유발로 재분산시킨 다음 170 mesh seive를 전통시켰다. 건조 ferrite 및 하소 ferrite 분말을 3.5g씩

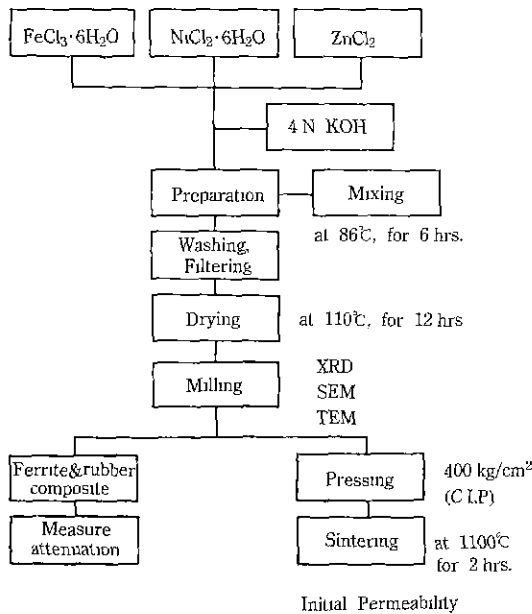


Fig. 1. Flow diagram of experimental process.

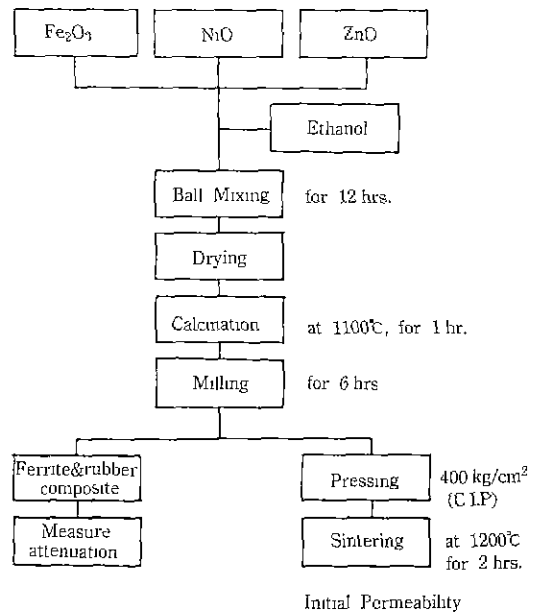


Fig. 2. Flow diagram of experimental process.

평량하여 외경 21.70 mm, 내경 11.70 mm의 troid형 금형에 시료를 충전한 후 80 kg/cm²의 압력으로 성형한 후 400 kg/cm²의 압력으로 등압성형하였다. 이와 같이 성형된 시편을 전기로에서 10°C/min의 승온속도로 1100°C (고상 1200°C)에서 2시간 동안 소결한 후 로냉시켰다. 각각의 소결시편에 대하여 절연 tape로 감고 ϕ 0.35 mm 에나멜선을 균일한 간격으로 20회 감은 후 LCR meter를 사용하여 core의 inductance를 측정하여 다음과 같이 초투자율을 계산하였다.

$$\mu_0 = \frac{L}{L_0}$$

L : 자심이 있는 경우 측정 coil의 inductance.

L₀ : 자심이 없는 경우 측정 coil의 inductance.

$$L_0 = \frac{0.4 S N^2}{D} \times 10^{-2} (\mu H)$$

N : coil의 감은수

D : coil의 평균직경(cm)

S : 시편의 단면적(cm)

2.4. 흡수능 측정

2.4.1. 시편의 제조

복합 ferrite 시편을 제조하기 위하여 silicon 고무와

완전 혼합하여 acryl mold에 넣고 vice에 물린 상태로 상온에서 24시간 건조한 후 탈형하여 10.2 mm×22.9 mm, 두께 2.5, 3.0, 3.5 mm의 복합 ferrite 시편을 제조하였다. 이때 고무에 대한 ferrite 분말의 혼합비(F/R)를 3.0, 3.4로 변화시켜 제조하였다.

2.4.2. 반사감쇄량의 측정

복합 ferrite 시편의 전파흡수능을 구하기 위하여서 Hewlett-packard사의 model 8510B network analyzer 및 8516A S-parameter test set와 사각도파관(waveguide)을 이용하여 S-parameter를 측정하였다.

반사감쇄량은 시편 뒷면에 금속판을 붙인 단절(short)된 상태에서 S₁₁(ω)를 측정하였다.

S-parameter의 표기법을 사용한 신호의 흐름도를 Fig. 3¹¹⁾에 나타내었다. 출력과 입력 port를 S_{out, in}의 형태로 표기한다. 또한 사각 도파관을 이용한 측정장치의 구성도를 Fig. 4¹¹⁾에 나타내었다.

재료정수 $\hat{\mu}$ [복소투자율($\mu_r' - j\mu_r''$)]과 $\hat{\epsilon}$ [복소유전율($\epsilon_r' - j\epsilon_r''$)]는 측정된 S₁₁(ω) 및 S₂₁(ω)값으로부터 계산하였다¹²⁾. S₁₁(ω) 및 S₂₁(ω)와 반사계수(reflection coefficient) τ 및 투과계수(transmission coefficient) T는 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$S_{11}(\omega) = \frac{(1-T^2) \tau}{1-T^2 \tau^2} \quad (1)$$

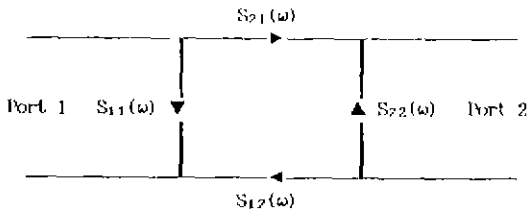


Fig. 3. S-parameter flowgraph notation.

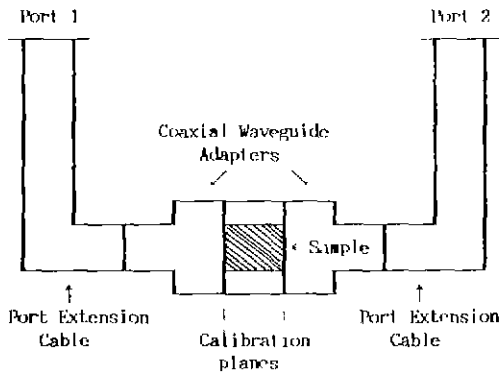


Fig. 4. Waveguide measurement set up.

$$S_{21}(\omega) = \frac{(1-T^2)\tau}{1-T^2\tau^2} \quad (2)$$

시편의 두께가 일정한 경우 입사된 전자파에 대한 반사계수 및 투과계수는 식 (3)과 (4)로 나타낼 수 있다.

$$\tau = \frac{Z_s - Z_0}{Z_s + Z_0} = \frac{\sqrt{\mu_r/\epsilon_r} - 1}{\sqrt{\mu_r/\epsilon_r} + 1} \quad (3)$$

Z_s : 시편의 특성 impedance

Z_0 : 자유공간 impedance

$$T = \exp[-j2\pi f\sqrt{\mu\epsilon}d] = \exp[-j2\pi f/c\sqrt{\mu\epsilon}d] \quad (4)$$

d : 시편의 두께, f : 주파수, c : 광속도

식 (1)과 (2)로부터 τ 와 T 를 구하고, 식 (3)과 (4)의 관계를 이용하여 μ_r 및 ϵ_r 를 구한다.

3. 결과 및 고찰

3.1. XRD 및 SEM 또는 TEM 분석

본 연구에서 합성된 시료들의 XRD 분석 및 SEM, TEM 분석 결과를 Table 2에 나타내었다. 한편 이들 시료의 XRD 결과는 Fig. 5, SEM 및 TEM 사진은 Fig. 6

Table 2. XRD, SEM or TEM Photograph Results of Synthetic Ferrite Powders

Sample ID	조 성	XRD	SEM or TEM	
			입경	입형
A	ZnFe ₂ O ₄	ZnFe ₂ O ₄ Spinel	0.1	구형
B	(Ni _{0.2} Zn _{0.8})Fe ₂ O ₄	NiZnFe ₂ O ₄ Spinel	0.1	구형
C	(Ni _{0.4} Zn _{0.6})Fe ₂ O ₄	NiZnFe ₂ O ₄ Spinel	0.4	구형
D	(Ni _{0.6} Zn _{0.4})Fe ₂ O ₄	NiZnFe ₂ O ₄ Spinel	0.1	구형
E	(Ni _{0.8} Zn _{0.2})Fe ₂ O ₄	NiZnFe ₂ O ₄ Spinel	0.1	구형
F	NiFe ₂ O ₄	NiFe ₂ O ₄ Spinel	0.35	구형
G	(Ni _{0.4} Zn _{0.6})Fe ₂ O ₄	NiZnFe ₂ O ₄ Spinel	0.6	구형
H	NiFe ₂ O ₄	NiFe ₂ O ₄ Spinel	1.2	구형

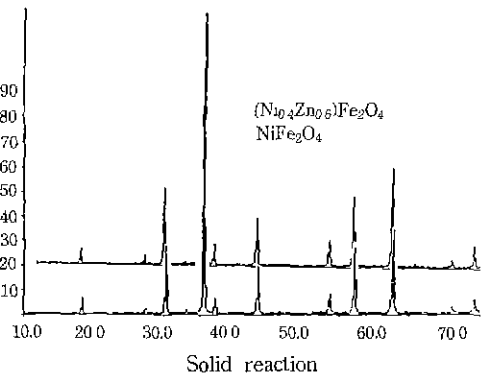
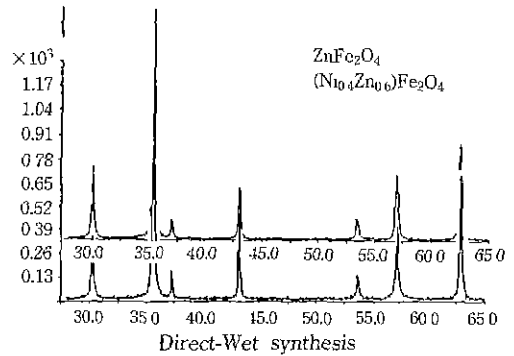


Fig. 5. X-ray diffraction patterns of powders.

에 나타내었다. 이들 결과에 의하면 습식직접합성과 고상합성 모두 spinel 단일상으로 나타났으며 SEM 및 TEM에 의한 입자의 모양은 일반적으로 구형을 하고 있으며 이는 spinel 결정의 외형적인 특징이라 볼 수 있다. 또한 비표면적을 측정한 결과 습식직접합성 분말의 경우 비표면적이 200 m²/g 이상으로 미세한 입자들로 이루어져 있음을 알 수 있고 고상합성 분말의 경우 비

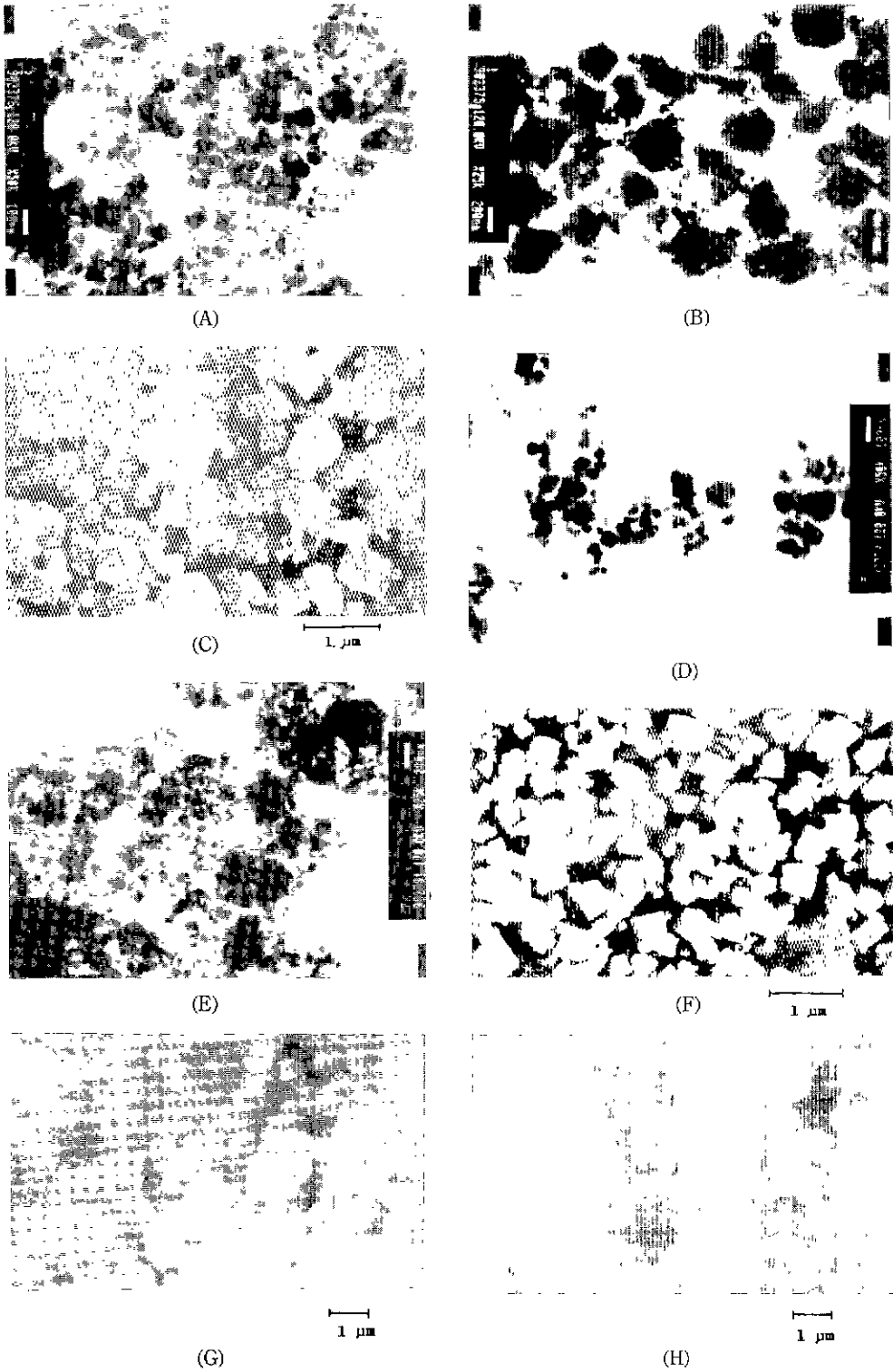


Fig. 6. SEM or TEM photographs of powders.

Table 3. Initial Permeability Value of Synthetic Ferrite Powders

Direct-wet Method		Solid reaction	
Sample	μ , (10 MHz)		
A	1.94		
B	4.89	I	13.3
C	70.0	G	300
D	250.09		
E	88.33		
F	6.56	H	10.9

표면적인 30 m²/g 정도로 1 μ m 정도의 비교적 굵은 입자로 이루어져 있음을 알 수 있었다.

3.2. 초투자율

Table 3에는 각각 조성에 따른 ferrite의 초투자율 값을 측정된 결과를 나타내었다. 그 결과에 의하면 1950년 Harvey가 발표한 것과 거의 일치함을 알 수 있으나 보다 낮은 값을 가짐을 알 수 있다. 특히 유의할 사항으로 동일조성의 습식직접합성 C와 고상합성 G를 비교하여 보면 10 MHz에서 습식직접합성의 경우 70, 고상합성의 경우 300으로 습식직접합성 ferrite의 특징이 뚜렷하게 나타난다. 또한 전체적으로 보아 습식직접합성법으로 낮은 초투자율 값을 가지는 ferrite의 합성이 가능함을 보여주고 있다.

3.3. 전파흡수능

Table 4에는 각각의 조성별 ferrite를 이용하여 rubber와 ferrite의 비율을 달리했을 경우 그리고 복합체의 두께를 달리했을 경우의 흡수율 변화를 나타내었다. 또한 흡수율의 실측정값을 Fig. 7에 나타내었다. 그 결과를 보면 습식직접합성법으로 합성한 NiFe₂O₄(조성 F)와 (Ni_{0.4}Zn_{0.6})Fe₂O₄(조성 C)의 경우는 전파흡수체의 반사전력이 8~10 GHz에서 모두 -10~-35 dB 이하로 되는 넓은 대역폭을 갖는 composite였다. Fig. 7-3, 7-6 이는 혼합된 ferrite 영향에 의한 재료의 투자율이 주파수에 의하여 정합주파수 부근의 비교적 넓은 주파수에 대하여 반사계수가 작게 되기 때문으로 생각된다. 또한 조성을 (Ni_{0.4}Zn_{0.6})Fe₂O₄로 합성한 후, 합성방법만을 달리하여 합성한 ferrite를 사용하여 ferrite : rubber의 비를 3 : 1, 두께를 3.5 mm로 하여 composite를 만든 후 반사계수를 측정된 결과를 Fig. 7-7에 나타내었다. 그 결과 습식직접합성법으로 합성한 ferrite 분말을 사용하여 만든 composite를 8~10 GHz에서의 반사전력은 -10~-24.6

Table 4. Relationship Between Attenuation and Specimen Thickness at Various Ferrite Contents

Sample	F/R=30:1	F/R=34:1	흡수 Band (GHz)		흡수율 (dB)	
A	t=2.5		-		-	
	t=3.0		9.7	11.3	3.0	2.0
	t=3.5		9.1		7.0	
B	t=2.5		10.9		33.5	
	t=3.0		9.4		12.5	
	t=3.5		10.5		9.2	
C	t=2.5		9.5		10.0	
	t=3.0		9.1		10.5	
	t=3.5		8.6	10.5	18.0	24.6
	t=2.5		9.4		10.0	
	t=3.5		8.8	10.5	20.0	35.0
D	t=2.5		9.4	10.2	11.5	7.0
	t=3.0		9.8		11.5	
	t=3.5		9.4		11.5	
E	t=2.5		9.3- 9.8		10.0	
	t=3.0		8.9-10.2		4.0	
	t=3.5		8.7- 9.4		9.0	
F	t=2.5		9.5		9.2	
	t=3.0		9.2		4.0	
	t=3.5		9.0		18.0	
	t=2.5		10.3		3.6	
	t=3.0		10.0		3.2	
G	t=2.5		8.5		3.4	
	t=3.0		9.5		10.0	
	t=3.5		8.6	9.6	4.0	4.0
	t=2.5		9.5		9.2	
	t=3.0		9.8		3.0	
H	t=3.5		9.1	10.2	8.0	5.2
	t=3.0		8.9		3.1	
	t=3.0		9.8		5.1	

dB인데 비하여 고상합성 ferrite 분말을 사용하여 만든 composite의 반사전력은 -4.0 dB로서 그 차이가 큼을 알 수 있다. 이는 습식직접합성법으로 합성한 ferrite의 입자의 경우 비표면적이 120 m²/g 이상으로서 고상합성 ferrite 분말보다 매우 fine하며 입형도 거의 균일한 구상으로 되어 있기 때문이다. 이것으로 ferrite-rubber의 composite를 만들 경우 사용하는 ferrite의 입경 및 입형이 composite의 반사계수에 큰 영향을 미침을 알 수 있다.

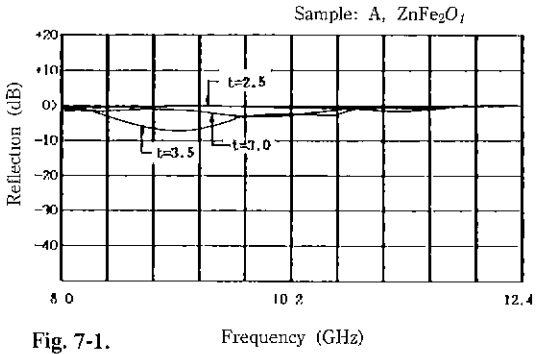


Fig. 7-1.

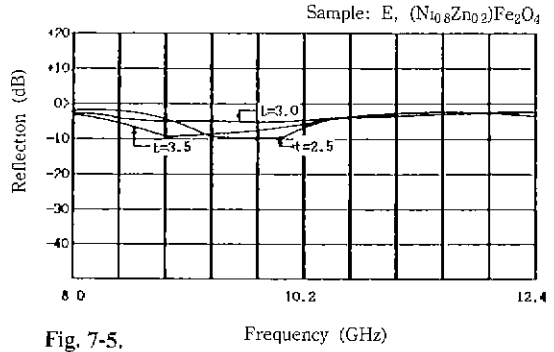


Fig. 7-5.

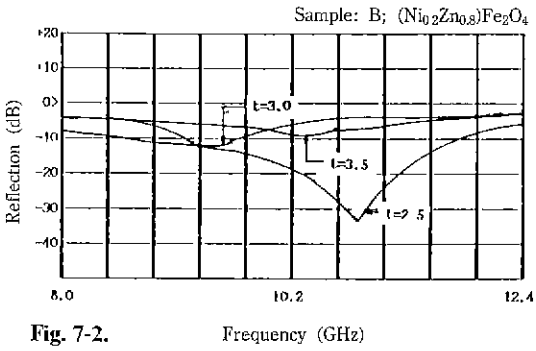


Fig. 7-2.

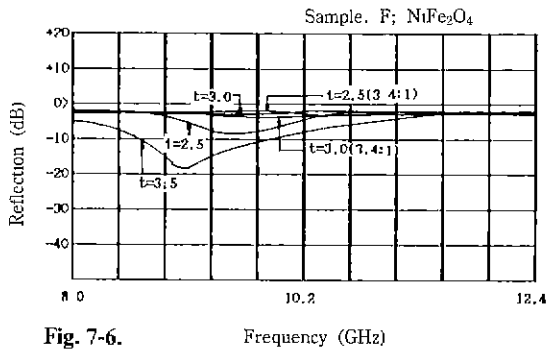


Fig. 7-6.

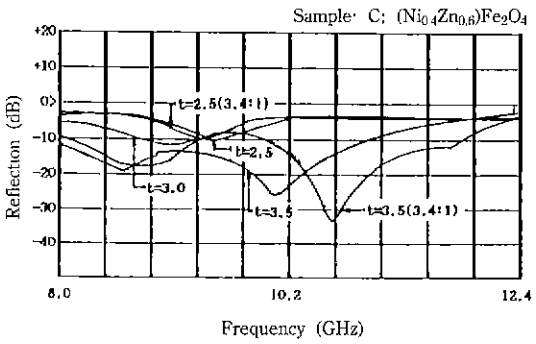


Fig. 7-4.

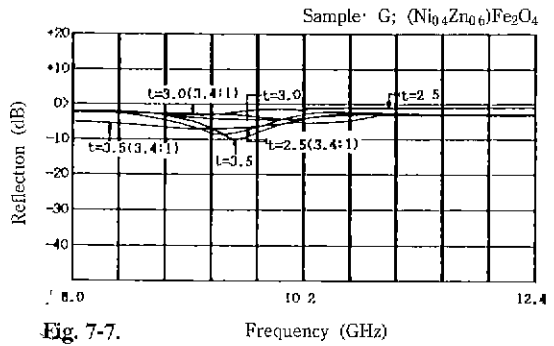


Fig. 7-7.

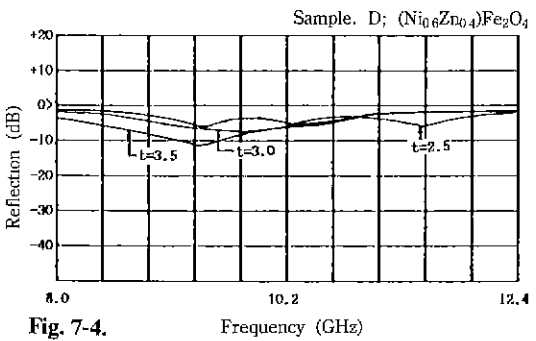


Fig. 7-4.

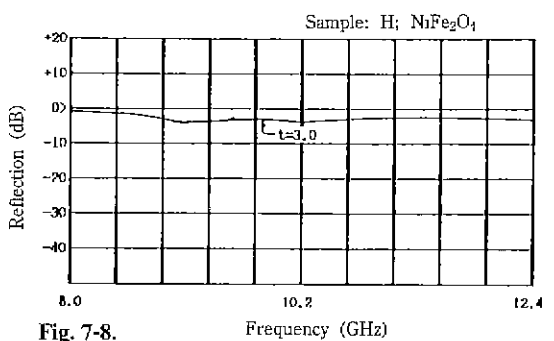


Fig. 7-8.

Fig. 7. Relation between attenuation and frequency.

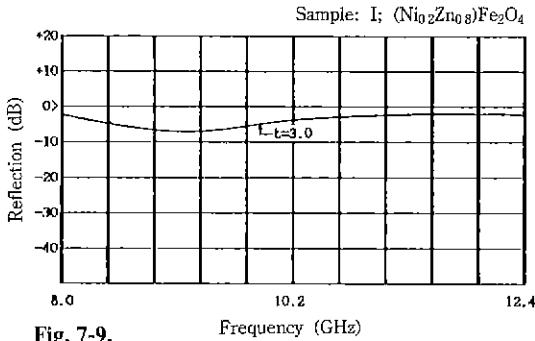


Fig. 7-9.

Fig. 7. Continued.

4. 결 론

FeCl_3 , NiCl_2 및 ZnCl_2 수용액을 출발원료로 사용하여 6가지 조성을 택하여 습식직접합성법으로 86°C에서 6시간 동안 합성한 ferrite 분말과 rubber-ferrite 복합체의 특성을 측정된 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 습식직접합성법에 의하여 얻어진 분말의 모양은 구형에 가까우며 그 입자는 비표면적 $200 \text{ m}^2/\text{g}$ 이상으로 매우 fine하다. 반면에 고상합성법으로 합성한 입자의 경우는 비표면적 $30 \text{ m}^2/\text{g}$ 정도로 비교적 굵은 입자로 이루어져 있음을 알 수 있다.

2) 습식직접합성법에 의하여 얻어진 ferrite의 초투자율은 고상합성법에 의하여 얻어진 ferrite의 비교하여 보면 전반적으로 초투자율이 낮게 나타나고 있다.

3) 동일조성 ferrite를 습식직접합성법과 고상합성법을 사용하여 합성한 후 이들 분말을 rubber와의 composite를 만들어 전파흡수능을 측정된 결과 입자가 fine한 습식직접합성 ferrite가 고상합성법으로 합성한 ferrite 분말보다 흡수능이 월등히 뛰어나 습식직접합성 ferrite의 특징을 알 수 있다.

4) 본 연구 결과를 종합하면 습식직접합성법에 의하여 합성된 ferrite 분말은 X-band에서의 전파흡수체에 충분히 활용 가능한 것으로 사려되며 $(\text{Ni}_{0.4}\text{Zn}_{0.6})\text{Fe}_2\text{O}_4$ 의 경우는(10.5 GHz에서 35.0 dB) 상당히 좋은 흡수능을 가지고 있음을 알 수 있다.

REFERENCES

1. 内藤喜之, 電波吸收體, オーム社 (1987).
2. 한국과학기술원, "Ferrite 전파흡수체 및 저온 소결성 세라믹 다층 기판의 개발," (1988).
3. 内藤喜之, "フェラタイト 損失の-特性," 電子通信學會 論文誌, **53-C**(9), p. 631-636 (1970).
4. 内藤喜誌, 末武國弘, 藤原正明, フェラタイト吸收壁の電波吸收特性," 電子通信學會 論文誌, **52-B**(1), p. 26-30 (1969).
5. 内藤喜誌, ゴムフェラタイト吸收壁の電波吸收特性," 電子通信學會 論文誌, **52-B**(4), p. 242-247 (1969).
6. J.G.M. de Lau and A.L. Stuijts, "Chemical Composition and High Frequency Properties of Ni-Zn-Co Ferrite," Philips. Res. Rep., **21**, 104 (1966).
7. K. Ishino, "Present Situation for Radio Wave Absorber," *Shikizai Kyokaishi*, **58**, 149 (1985).
8. H. Yokoi *et al.*, "Low Side Lobe Parabolic Antennas with Electromagnetic wave Absorbers," *ibid.*, **54-B**(10), 619 (1971).
9. Suetake Naito, Tateta, and Fujiwara, "Radio Wave Absorption Characvteristics of Rubber Ferrite," Joint Conv, Rec Electrical and Electronis Engineers of Japan, (1968).
10. 磁性材料, 分體粉末冶金學會編, 日刊工業新聞社 (1970).
11. Hewlett Packerd Product Note 8510-3.
12. A.M. Nicolson, G.F. Ross, "Measurment of the Intrinsic Properties of Materials by Time-Domain Techniques," IEEE Trans. Instrumen Meas., **IM-19**(4), 377-382 (1970).