

ساخت نانوکامپوزیت ذرات مگنتیت/الیاف کربنی به روش رسوبدهی الکتروفوریتیک به عنوان جاذب امواج مایکروویو با باند بسامدی جذب موثر پهن

مهدی غلامپور^{۱*}، فرید موثق آلانق^۲، حامد سلیمخانی^۳

^۱ دانشگاه امام علی (ع)، دانشکده علوم پایه، تهران، ایران.

^۲ دانشگاه تربیت مدرس، دانشکده مهندسی مواد، تهران، ایران.

^۳ دانشگاه تبریز، دانشکده مهندسی مواد، تبریز، ایران.

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۵/۱۲/۲۴، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۶/۵/۸، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۶/۷/۱

چکیده در این تحقیق به بررسی خواص ساختاری، مغناطیسی و جذب امواج مایکروویو نانوکامپوزیت‌های جاذب ساخته شده از طریق پوشش‌دهی الیاف کربنی (CFs) با نانوذرات مگنتیت (Fe_3O_4) توسط رسوبدهی الکتروفوریتیک (EPD) بهبود یافته، پرداخته شده است. ابتدا نانوذرات مگنتیت به روش هم‌رسوبی تهیه شده و سپس به وسیله‌ی فرآیند رسوبدهی الکتروفوریتیک بهبود یافته روی CFs پوشش داده شد. بررسی خواص مغناطیسی نشان داد که مقادیر مغناطش اشباع و ادارندگی نانوپودر مگنتیت پس از انجام فرآیند رسوبدهی الکتروفوریتیک به ترتیب از ۷۲٫۳ به ۳۳٫۱ emu/g از ۴٫۹ به ۱۶۸ Oe برای نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی می‌رسد. نتایج آزمون جذب امواج مایکروویو در محدوده‌ی بسامدی ۸٫۲ تا ۱۲٫۴ GHz نشان داد که میزان جذب موج نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی به شدت به ضخامت آن بستگی دارد. مقدار بیشینه‌ی جذب موجی در حدود ۱۰٫۲ dB- در ۱۰ GHz با پهنای باند جذب موثری در حدود ۲ GHz برای نمونه‌ی با ضخامت ۲ میلی‌متر به دست آمد.

کلمات کلیدی: الیاف کربنی، جذب امواج مایکروویو، نانوکامپوزیت، نانوذرات مگنتیت.

Synthesis of the Microwave Absorber Fe_3O_4 /CFs Nanocomposite Via Electrophoretic Deposition With a Wide Effective Absorption Bandwidth

Mahdi Gholampour^{1*}, Farid Movassagh-Alanagh², Hamed Salimkhani³

¹ Imam Ali university, Department of physic, Tehran, Iran.

² Tarbiat Modares University, Department of Materials Enginereeing, Tehran, Iran.

³ Tabriz University, Department of Mechanical Engineering, Tabriz, Iran.

Abstract In this study, the structural, magnetic and microwave absorption properties of a microwave absorber composite fabricated through electrophoretic deposition (EPD) of Fe_3O_4 nano-particles on carbon fibers (CFs) were studied. Firstly, co-precipitation method was employed to synthesize the Fe_3O_4 nano-particles. Then, these as-synthesized Fe_3O_4 nano-particles were successfully deposited on CFs using a modified EPD process. The measured magnetic properties of the as-synthesized Fe_3O_4 nano-powder and the Fe_3O_4 /CFs nano-composite showed that the saturation magnetization of the bare Fe_3O_4 was decreased from 72.3 to 33.1 emu/g for the Fe_3O_4 /CFs nano-composite and also its corecivity was increased from 4.9 to 168 Oe for the nano-composite. The results of reflection loss (RL) measurements in the 8.2- 12.4 GHz frequency range indicated that the RL of Fe_3O_4 /CFs nano-composites are significantly influenced by their thickness. The maximum RL value of -10.2 dB at 10 GHz with an effective absorption bandwidth about 2 GHz was obtained for the sample with the thickness of 2 mm.

Keywords: Carbon fibers, Microwave absorption, Nano-composite, Fe_3O_4 nano-particles.

۱- مقدمه

دی‌الکتریک زیاد در کاربردهایی که به مواد جاذب امواجی با بازدهی بالا نیاز است، عملی نباشد. به همین دلیل به‌تازگی استفاده از موادی بر پایه‌ی کربن مانند الیاف کربنی [۴ و ۸ و ۹]، نانو لوله‌های کربنی [۱۰ و ۱۱] و گرافن [۱۲-۱۴] که دارای تلفات دی‌الکتریک زیادی هستند در کنار مگنتیت بسیار مورد توجه قرار گرفته است.

برخی از روش‌های رایجی که برای ساخت کامپوزیت‌های جاذب استفاده شده عبارتند از: سل-ژل^۳ [۱۵]، رسوب‌دهی شیمیایی از فاز بخار^۴ [۱۶]، هیدروترمال^۵ [۱۷] و رسوب‌دهی الکتروفوریتیک^۶ [۱۸-۲۰]. در بین روش‌های ذکر شده، روش رسوب‌دهی الکتروفوریتیک، به دلیل دارا بودن قابلیت پوشش‌دهی طیف وسیعی از مواد فلزی و سرامیکی مورد استفاده قرار گرفته است. در این روش رسوب‌دهی، ضخامت و مورفولوژی رسوب تشکیل یافته با ایجاد تغییراتی در ولتاژ و زمان فرآیند به راحتی قابل تنظیم است.

به‌تازگی برخی محققین، نانوذرات مگنتیت را با استفاده از روش‌های سل-ژل و رسوب‌دهی الکتروشیمیایی روی الیاف کربنی پوشش داده‌اند [۴ و ۸]. با استفاده از روش رسوب‌دهی الکتروفوریتیک، نانوذرات آهن کروی شکل و فریت کبالت روی الیاف کربنی پوشش داده شده است [۱۹]. از مزیت‌های عمده‌ی کامپوزیت‌های ساخته شده به روش رسوب‌دهی الکتروفوریتیک در مقایسه با کامپوزیت‌های ساخته شده با سایر روش‌ها می‌توان به یکنواختی بیشتر رسوب ایجاد شده، نرخ رسوب بیشتر و در نتیجه تشکیل شدن پوششی با ضخامت بیشتر روی الیاف کربنی و همچنین عدم ایجاد آلودگی زیست محیطی به دلیل استفاده از مواد غیرسمی برای رسوب‌دهی در این روش اشاره کرد. براساس نتایج به‌دست آمده، نانوکامپوزیت آهن کروی شکل/الیاف کربنی مقدار بیشینه‌ی جذب موجی برابر با ۱۳٫۵ dB- در ۱۱٫۵ GHz داشته است. به همین ترتیب کامپوزیت فریت کبالت/الیاف کربنی نیز مقدار بیشینه‌ی جذبی در حدود ۱۰٫۲۵ dB- در ۱۱٫۴ GHz داشته است [۱۸].

امروزه با توجه به گسترش روزافزون استفاده از تجهیزات ارتباطی و مخابراتی، تداخل امواج الکترومغناطیسی به عنوان نوع جدیدی از آلودگی شناخته می‌شود. در همین راستا، به منظور کاهش اثرات سوء این پدیده و همچنین در زمینه‌ی نظامی، جهت استتار کشتی‌ها و هواپیماها از دید رادارها، مواد جاذب امواج الکترومغناطیسی کاربردهای زیادی پیدا کرده‌اند. به همین دلیل در سال‌های اخیر ساخت انواع پوشش‌های جاذب با پهنای باند مناسب در ناحیه‌ی بسامدی ۸٫۲ تا ۱۲٫۴ GHz (باند X) بسیار مورد توجه قرار گرفته است [۱-۳].

انواع جاذب‌های امواج الکترومغناطیسی با توجه به سازوکار غالب جذب آنها به دو دسته‌ی اصلی مواد دارای تلفات مغناطیسی و مواد دارای تلفات دی‌الکتریک تقسیم‌بندی می‌شوند. مهم‌ترین ویژگی‌های مورد انتظار از یک ماده‌ی جاذب مناسب، سبکی و ضخامت کم است. یکی از ساده‌ترین و در عین حال موثرترین روش‌ها برای کاهش وزن و ضخامت جاذب‌ها، استفاده از مواد جاذب مغناطیسی و دی‌الکتریک در کنار هم و به صورت ساختارهای کامپوزیتی است [۴ و ۵].

در بین مواد جاذب امواج مغناطیسی، نانوذرات مگنتیت به دلیل قابلیت جذب موج مناسب، از جایگاه ویژه‌ای در ساخت کامپوزیت‌های جاذب امواج برخوردار است. به دلیل کاربردهای متنوع نانوذرات مگنتیت (برای مثال در تصویربرداری تشدید مغناطیسی، رسانش دارو، محافظت در برابر تداخل امواج الکترومغناطیسی و فوتوکاتالیست‌ها^۱) روش‌های ساخت و شناسایی آن به صورت گسترده‌ای مطالعه شده است [۶]. در بین روش‌های مختلفی که می‌توان برای تولید نانوذرات مگنتیت از آنها استفاده کرد، روش‌های شیمیایی تر و به‌ویژه روش هم‌رسوبی^۲ به دلیل ساده و کم هزینه بودن، بیش از سایر روش‌ها مورد استفاده قرار دارد [۷].

علی‌رغم برخورداری از تلفات مغناطیسی قابل توجه، نداشتن تلفات دی‌الکتریک مناسب سبب شده است تا استفاده از نانوذرات مگنتیت به تنهایی و در نبود یک ماده با تلفات

³ Sol-gel⁴ Chemical vapor deposition (CVD)⁵ Hydrothermal⁶ Electrophoretic deposition (EPD)¹ Photocatalysts² Co-precipitation

با در نظر گرفتن تحقیقات پیشین صورت گرفته در زمینه‌ی ساخت مواد جاذب امواج مایکروویو با استفاده از الیاف کربنی، مشاهده می‌شود که بیشتر تلاش محققین روی افزایش میزان جذب موج آن هم به صورت نقطه‌ای بوده است. با توجه به این نکته، هدف اصلی از انجام پژوهش حاضر، ساخت نانوکامپوزیتی با باند بسامدی جذب موثر پهن از طریق فرآیند رسوب‌دهی الکتروفوریتیک بهبود یافته‌ی نانوذرات مگنتیت روی الیاف کربنی و بررسی خواص فیزیکی، شیمیایی، مغناطیسی و الکترومغناطیسی آن بوده است.

۲- روش تحقیق

۱-۲ مواد و تجهیزات

در این تحقیق از استون با خلوص ۹۹٪ (مرک^۱، آلمان) وید با خلوص ۹۹٫۸٪ (مرک، آلمان)، $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ با خلوص ۹۹٫۹٪ (مرک، آلمان) اتانول با خلوص ۹۶٪ (مرک، آلمان) NH_4OH با خلوص ۳۳٪ (کارخانجات دکتر مجللی، ایران) نیتریک اسید با خلوص ۶۵٪ (مرک، آلمان)، $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ با خلوص ۹۹٫۹٪ (سیگما آلدریچ^۲، آمریکا)، الیاف کربنی با قطر متوسط ۱۰ میکرومتر (شرکت تجارت چونگکینگ جوپل^۳، چین) و رزین اپوکسی (کورتکس^۴، کره جنوبی) با گرانیوی ۱٫۷۵ MPa.S و چگالی $1,16 \text{ g/cm}^3$ استفاده شد.

۲-۲ سنتز نانوذرات مگنتیت

در این تحقیق از روش هم‌رسوبی برای سنتز نانوذرات مگنتیت بهره گرفته شد. به همین منظور، در ابتدا محلول‌های یک مولار $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ و $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ با حل کردن مقادیر کافی از این نمک‌ها در آب مقطر تهیه شد. سپس ۱۰ ml از محلول $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ با ۲۰ ml از محلول $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ در یک فلاسک چهار دهانه ریخته شده و تحت اتمسفر نیتروژن به مدت ۱۵ دقیقه در دمای $60^\circ C$ توسط هم‌زن مکانیکی هم‌زده شد. سپس دمای محلول تا $80^\circ C$ بالا برده شد و ۳۰ ml از محلول NH_4OH به آرامی و به صورت قطره‌قطره به محلول اضافه شد تا مقدار pH آن به ۱۲ رسید. پس از افزودن

۲-۳ انجام فرآیند رسوب‌دهی الکتروفوریتیک

به منظور انجام فرآیند رسوب‌دهی الکتروفوریتیک، ابتدا یک سوسپانسیون نیمه‌پایدار با اضافه کردن ۵۰ mg از نانوذرات مگنتیت سنتز شده، در ۸۰ ml استون درون یک بشر ۱۰۰ ml تهیه شد. به منظور افزایش میزان پایداری سوسپانسیون، مقدار ۵ mg پد به سوسپانسیون اضافه و سپس تحت هم‌زدن اولتراسونیک به مدت ۱۰ دقیقه قرار گرفت. پس از هم‌زدن، فرآیند رسوب‌دهی الکتروفوریتیک بهبود یافته با استفاده از یک ورق نازک از جنس فولاد زنگ‌نزن L ۳۱۶ به عنوان آند (به شکل یک استوانه‌ی توخالی با شعاع ۲ cm و ارتفاع حدود ۷ cm) انجام گرفت. به این منظور، ۰٫۰۳ gr از الیاف کربن با استفاده از یک نگه‌دارنده‌ی شیشه‌ای درون سوسپانسیون قرار داده شد. فاصله‌ی بین الیاف و سطح آند حدود ۱ cm بود. سپس بین کاتد (الیاف کربن) و آند یک جریان مستقیم ۲۲ V با شدت جریان حدود 10 mA/cm^2 به مدت ۱۰ min اعمال شد. در طول فرآیند رسوب‌دهی الکتروفوریتیک شاهد آن بودیم که مقدار شدت جریان اعمالی با گذشت زمان از 10 mA/cm^2 به حدود 3 mA/cm^2 رسید که نشان‌دهنده‌ی رسوب ذرات مگنتیت روی الیاف کربنی بود. به منظور پوشش‌دهی مناسب و بی‌عیب، فرآیند فوق برای دو بار روی هر یک از کاتدهای آماده شده از جنس الیاف کربنی صورت پذیرفت.

۲-۴ آزمون‌های مشخصه‌یابی

به منظور شناسایی فازهای موجود در نانوپودر مگنتیت سنتز شده و همچنین الیاف کربنی پوشش داده شده به روش رسوب‌دهی الکتروفوریتیک، از دستگاه پراش اشعه ایکس^۵ مدل PANalytical Empyrean استفاده شد. در این آزمون از کاتد مسی با طول موج $\lambda_{CuK\alpha} = 0,154 \text{ nm}$ استفاده شد. برای بررسی خواص شیمیایی نانوپودر مگنتیت و همچنین الیاف کربنی پوشش داده شده، از آزمون طیف‌سنجی تبدیل فوریه

¹ Merck Company

² Sigma Aldrich

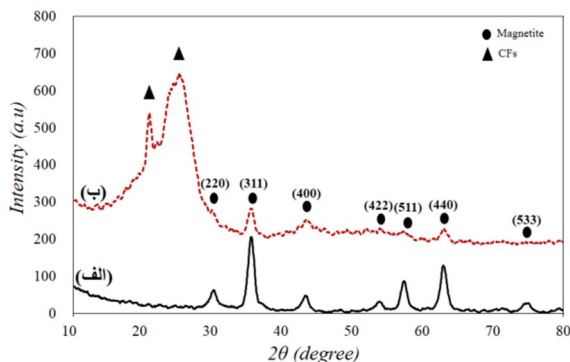
³ Chongqing Joywell Trade company

⁴ Cortex

⁵ X-ray Diffraction

در حدود ۲۵ nm برخوردار است. هم‌چنین موقعیت‌های پیک‌ها در الگوی پراش این پودر با کارت شماره JCPDS, No. 19-0629 در تطابق است که حکایت از خلوص بالا و هم‌چنین بلوری شدن مناسب این پودر دارد.

از طرف دیگر، نتایج آزمون پراش اشعه ایکس بیان می‌کنند که پیک تیز موجود در زاویه ی ۲۲ درجه (بازتابیده از صفحه‌ی (۰۰۲)) و پیک پهن موجود در زاویه‌ی ۲۶ درجه شاید مربوط به ساختار گرافیتی الیاف کربنی است. سایر هفت پیک موجود در زوایای ۳۰،۲۹، ۳۵،۵۴، ۴۳،۲۱، ۵۴،۱۱، ۵۷،۳۱، ۶۲،۸۶ و ۷۴،۷۳ درجه نیز به ترتیب مربوط به بازتابش از صفحات (۲۰۰)، (۲۲۰)، (۳۱۱)، (۴۰۰)، (۴۲۲)، (۵۱۱)، (۴۴۰) و (۵۳۳) ساختار بلوری اسپینل معکوس نانوذرات مگنتیت راسب شده روی الیاف کربنی است.



شکل ۱. نتایج آزمون پراش اشعه ایکس (الف) نانوپودر مگنتیت سنتز شده و (ب) نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی.

۲-۳ نتایج طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز

به دلیل خواص مشابه (برای مثال فرومغناطیس بودن) و هم‌چنین ساختارهای بلوری یکسان (اسپینل معکوس با پارامتر شبکه ۸،۳۹ Å برای مگنتیت و ۸،۳۵ Å برای γ-هماتیت) مگنتیت و γ-هماتیت، نمی‌توان تنها با تکیه بر نتایج آزمون پراش اشعه ایکس به درستی نوع اصلی فاز مغناطیسی تشکیل دهنده‌ی نانوپودر سنتز شده را تشخیص داد [۲۰] به همین دلیل از آزمون طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز بهره گرفته شد. شکل ۲ طیف تبدیل فوریه مادون قرمز گرفته شده از نانو پودر مگنتیت سنتز شده را نشان می‌دهد. پیک موجود در موقعیت 583 cm^{-1} به پیوند کشسان Fe-O در موقعیت‌های تتراهدرال و اکتاهدرال فاز مگنتیت مربوط می‌شود، و این در حالی است که پیک مربوط به این پیوند در فاز γ-هماتیت در موقعیت cm^{-1}

مادون قرمز^۱ توسط دستگاه مدل PerkinElmer Spectrum system بهره‌گرفته شد. بررسی دقیق اندازه‌ی نانوذرات مگنتیت سنتز شده، توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری^۲ مدل Philips CM30 انجام گرفت. بررسی مورفولوژی الیاف کربنی مورد استفاده و هم‌چنین الیاف کربنی پوشش داده شده با نانوذرات مگنتیت توسط میکروسکوپ الکترونی مجهز به تفنگ الکترونی نشر میدانی^۳ با مدل Mira 3 LMU TESCAN انجام شد. به منظور بررسی عناصر موجود در ترکیب شیمیایی نمونه‌ها، از آزمون طیف‌سنجی پراش انرژی

$$D = \frac{0.94 \lambda}{\beta \cos \theta} \quad \text{رابطه (۱)}$$

مکانیکی به مدت ۳ min هم‌زده شد تا یک مایعی با گرانیوی مناسب حاصل شود. در مرحله‌ی بعد، این مایع گرانو به داخل قالب‌هایی با ابعاد 5 mm^3 $1.16 \times 10^6 \times 22.6$ ریخته شد. به منظور ارزیابی شرایط بهینه‌ی جذب مایکروویو، تعداد چهار عدد نمونه به ضخامت‌های مختلف بین ۱، ۲، ۳ و ۴ mm تهیه شد. سپس میزان تلفات بازتابش مایکروویو (جذب امواج) توسط این نمونه‌ها با استفاده از دستگاه پردازش‌کننده‌ی شبکه‌ی برداری^۴ در بازه‌ی بسامدی ۸،۲ تا ۱۲،۴ GHz (باند X) اندازه‌گیری شد.

۳- نتایج و بحث

۱-۳ بررسی نتایج آزمون پراش اشعه ایکس

الگوهای پراش اشعه ایکس نانوپودر مگنتیت سنتز شده و هم‌چنین کامپوزیت الیاف کربنی. مگنتیت در شکل ۱ نشان داده شده است. به منظور اندازه‌گیری اندازه‌ی دانه‌ی تقریبی نانوذرات مگنتیت سنتز شده از معادله‌ی شرر استفاده شد. اندازه‌ی دانه‌ی پوشش (D) با استفاده از رابطه‌ی (۱) محاسبه شد [۱۸]:

که در این معادله β عرض پیک در نیمه ارتفاع (برحسب رادیان)، λ طول‌موج اشعه ایکس (برحسب آنگستروم) و θ زاویه تفرق اشعه ایکس (برحسب درجه) است. نتایج محاسبات نشان داد که پودر مگنتیت سنتز شده از اندازه دانه‌ی

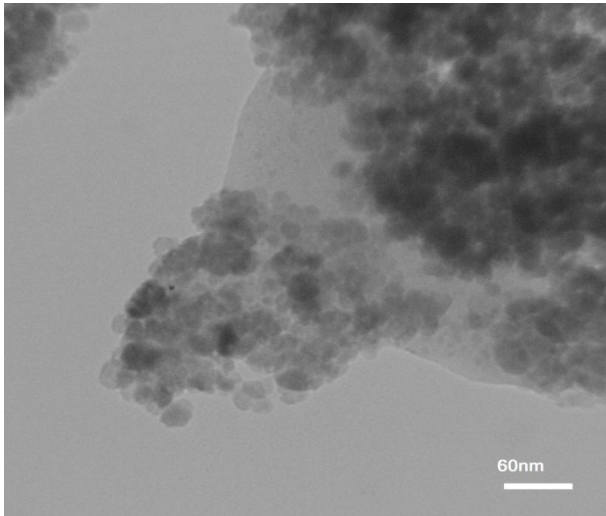
^۱ Fourier Transform Infrared Spectroscopy

^۲ Transmission Electron Microscopy

^۳ Field Emission Scanning Electron Microscopy

^۴ Vector Network Analyzer (VNA)

اندازه‌ی دانه با استفاده از رابطه‌ی شرر نیز حاکی از همین مطلب بود.

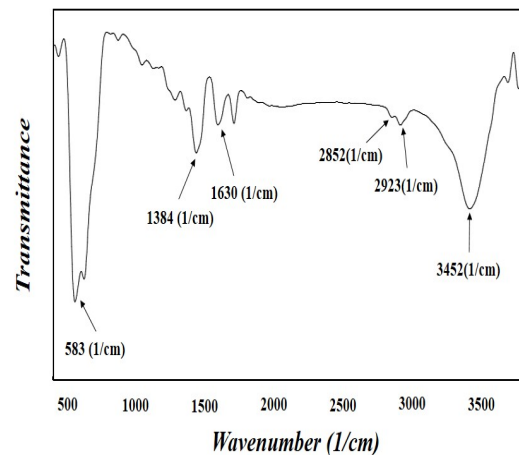


شکل ۳. تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری گرفته شده از ذرات نانوپودر مگنتیت سنتز شده.

۳-۴ تصاویر میکروسکوپ الکترونی مجهز به تفنگ الکترونی نشر میدانی و طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی

شکل ۴ تصاویر میکروسکوپ الکترونی مجهز به تفنگ الکترونی نشر میدانی گرفته شده از نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی را نشان می‌دهد. با بررسی شکل ۴ می‌توان دریافت که با استفاده از آند استوانه‌ای شکل، نانوذرات مگنتیت به صورت یکنواختی روی الیاف کربن راسب شده است. دلیل این امر به طبیعت فرآیند رسوب‌دهی الکتروفوریتیک برمی‌گردد. با توجه به این نکته که حرکات ذرات در سوسپانسیون، عامل اصلی تشکیل رسوب در این روش است؛ استفاده از آند استوانه‌ای شکل سبب حرکت گسترده‌تر و همه‌جانبه‌ی نانوذرات مگنتیت درون سوسپانسیون شده و از این‌رو باعث بهبود کیفیت رسوب تشکیل‌شده می‌شود. ترکیب شیمیایی نانو کامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی با استفاده از طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس مورد بررسی قرار گرفت و نتیجه به‌دست آمده در شکل ۵ نشان داده شده است. نتایج بیان می‌کند که ترکیب استوکیومتری کامپوزیت حاوی عناصر کربن، اکسیژن و آهن به عنوان عناصر اصلی تشکیل‌دهنده‌ی پوشش است.

۶۳۰ ظاهر می‌شود [۲۰]. با توجه به این مطلب می‌توان نتیجه گرفت که فاز اصلی تشکیل‌دهنده‌ی نانوپودر سنتز شده مگنتیت است. پیک‌های موجود در ۱۳۸۴، ۱۶۳۰، ۱۶۵۲ و 3452 cm^{-1} نیز به ترتیب مربوط به ارتعاشات کششی پیوندهای C=O، C-H، O-H و H-OH موجود در آب و استونی است که پس از سنتز پودر مگنتیت در آن باقی مانده‌اند [۲۰ و ۲۱]. سایر موقعیت پیک‌ها و هم‌چنین پیوندهای مربوطه در جدول ۱ ارائه شده است.



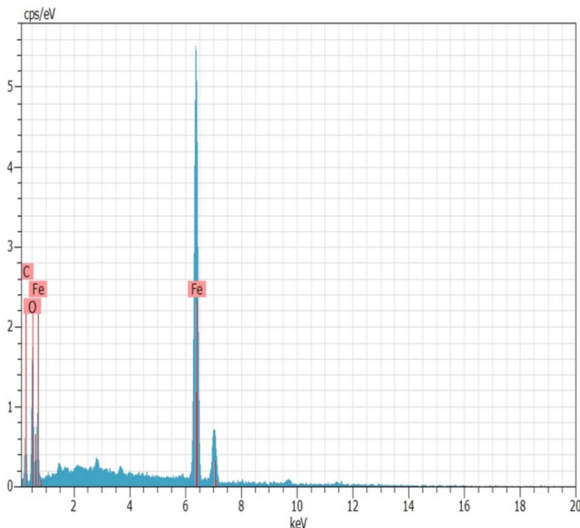
شکل ۳. طیف آزمون تبدیل فوریه مادون قرمز گرفته شده از نانوپودر مگنتیت سنتز شده.

جدول ۱. موقعیت‌های پیک‌های آزمون تبدیل فوریه مادون قرمز و هم‌چنین اعداد موج مربوطه برای نانوپودر مگنتیت سنتز شده.

پوندها	عدد موج (cm^{-1})
(Fe-O)	۵۸۳
(C=O)	۱۶۳۰
(H-OH)	۱۶۴۹
(C-H)	۱۳۸۴, ۲۸۵۲, ۲۹۲۳
(O-H)	۳۴۵۲

۳-۳ نتایج میکروسکوپ الکترونی عبوری

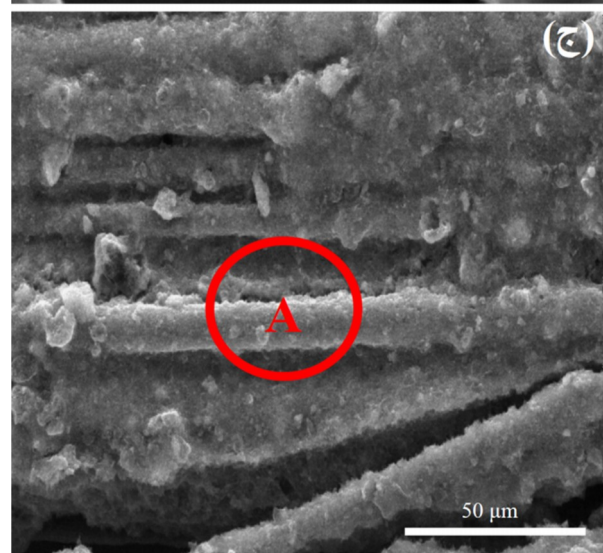
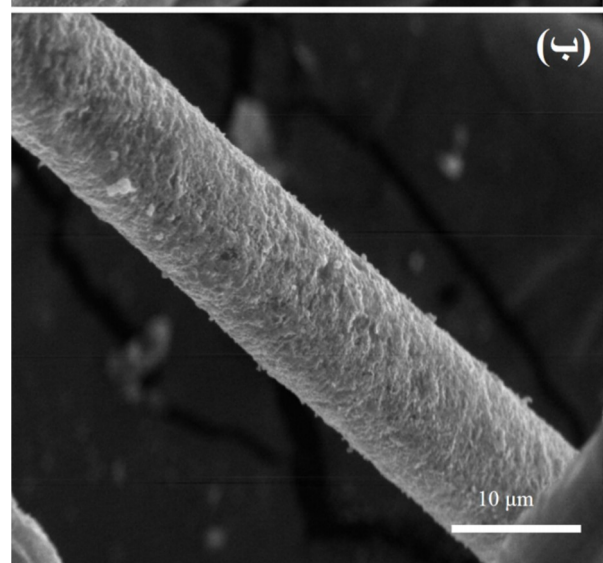
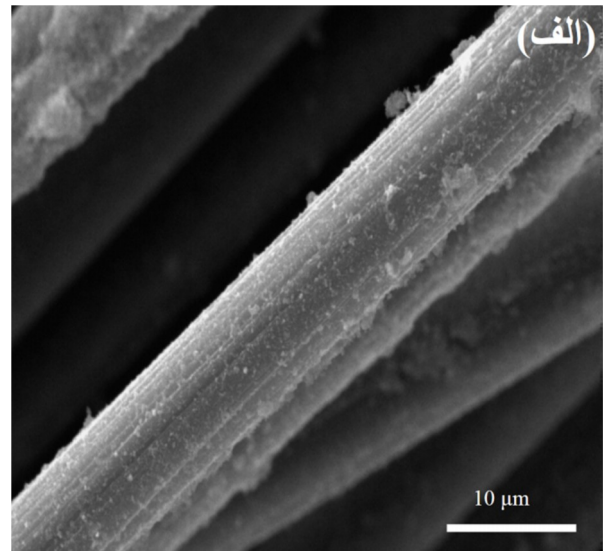
به منظور بررسی دقیق‌تر اندازه‌ی دانه‌ی نانوپودر مگنتیت سنتز شده، از آزمون میکروسکوپ الکترونی عبوری استفاده شد. شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری گرفته شده از ذرات مگنتیت را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود، ذرات این پودر بسیار ریز بوده و اندازه‌ای در حدود ۲۵ تا ۳۰ nm دارند، که نتایج به‌دست آمده از محاسبات



شکل ۵. طیف پراش انرژی پرتو ایکس مربوط به نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی مربوط به منطقه A.

۳-۵ بررسی خواص مغناطیسی نانوپودر مگنتیت سنتز شده و نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی

برای نانومواد فرومغناطیسی مانند مگنتیت، دو مقدار اندازه‌ی دانه‌ی بنیادین با عنوان قطر سوپرپارامغناطیس و قطر بحرانی تعریف می‌شود. براساس تعریف، ذرات فرومغناطیسی که اندازه‌ی دانه‌ای کمتر از مقدار قطر سوپرپارامغناطیس تعیین شده برای آن ماده داشته باشند، به اصطلاح سوپرپارامغناطیس نامیده می‌شوند [۲۲]. به دلیل مقدار کم اتلاف انرژی امواج الکترومغناطیسی در مواد سوپرپارامغناطیس، این مواد گزینه‌های خوبی برای کاربردهای جذب امواج مایکروویو نیستند. دومین مقدار بنیادین، قطر بحرانی است. ذرات فرومغناطیسی که قطری کمتر از این مقدار داشته باشند، رفتار تک ناحیه‌ای^۱ از خود نشان می‌دهند. در ذرات تک ناحیه، تلفات مغناطیسی به طور معمول به دلیل چرخش اسپین‌ها ایجاد می‌شود در حالی که برای ذراتی با اندازه بزرگتر (چند ناحیه‌ای) این تلفات بیشتر به دلیل حرکت دیواره‌های ناحیه‌ها ایجاد می‌گردد [۲۲]. به دلیل میرایی مناسب امواج مایکروویو در مواد فرومغناطیس تک ناحیه‌ای، برخلاف مواد سوپر پارامغناطیس، این مواد به طور گسترده‌ای در کاربردهای جذب امواج مایکروویو استفاده شده است. در منابع مختلف، مقادیر قطر سوپرپارامغناطیس و قطر بحرانی برای مگنتیت به ترتیب ۱۳ و ۳۴٫۵ نانومتر گزارش شده است [۲۲]. از همین رو، با توجه به این واقعیت که اندازه‌ی



شکل ۴. تصاویر میکروسکوپ الکترونی مجهز به تفنگ الکترونی نشر میدانی مربوط به (الف) الیاف کربنی بدون پوشش و (ب) و (ج) نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی.

¹ Single Domain

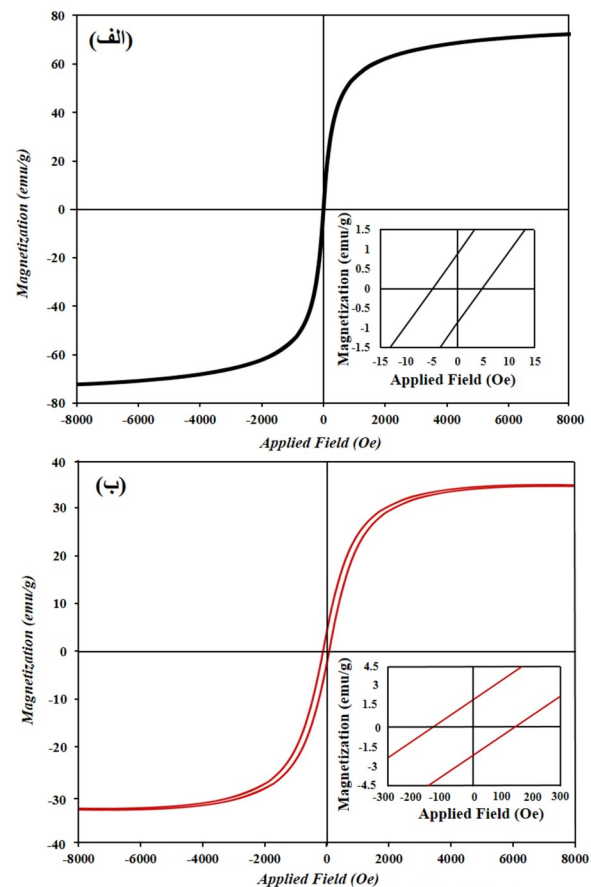
(M_s)، مغناطش (H_c) و مغناطیس باقی مانده (M_{rs}) نیز در جدول ۲ ارائه شده است.

مقدار H_c کم تر نانوپودر مگنتیت سنتز شده نیز تک ناحیه ای بودن آن را تایید می کند. هم چنین مقدار M_s بیشتر نانوپودر مگنتیت در مقایسه با نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی می تواند به حضور الیاف کربنی و هم چنین حضور ناخالصی های باقی مانده از فرآیند رسوب دهی الکتروفوریتیک در بین ذرات آن مربوط باشد.

۳-۶ گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی

بر اساس تعریف، گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی مواد به صورت مقادیر مختلط $\epsilon = \epsilon' - i\epsilon''$ و $\mu = \mu' - i\mu''$ بیان می شود که در این روابط (ϵ')، (ϵ'')، (μ') و (μ'') به ترتیب نشان دهنده ی ظرفیت الکتریکی میدان الکتریکی، وجود تلفات دی الکتریک، ذخیره ی انرژی میدان مغناطیسی و وجود تلفات مغناطیسی است. تلفات دی الکتریک را به طور معمول به صورت $\tan\delta_e (= \epsilon''/\epsilon')$ و تلفات مغناطیسی را با $\tan\delta_m (= \mu''/\mu')$ نشان می دهند. شکل های ۷، ۸ و ۹ نمودارهای مربوط به مقادیر اندازه گیری شده ی پارامترهای مذکور را بر حسب بسامد برای نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی نشان می دهند. با توجه به نتایج به دست آمده، مقادیر (ϵ') و (ϵ'') نانوکامپوزیت به ترتیب از $10/5$ تا $15/4$ و $6/4$ تا $12/1$ و نیز مقادیر (μ') و (μ'') به ترتیب از $0/9$ تا $0/7$ و $0/2$ تا $0/16$ تغییر می کند. واضح است که مقدار $\tan\delta_e$ نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی بیش از مقدار $\tan\delta_m$ آن است؛ بنابراین می توان نتیجه گرفت که سهم تلفات دی الکتریک در این ماده ی جاذب از تلفات مغناطیسی بیشتر است. این پدیده شاید به رسانایی زیاد الیاف کربنی و هم چنین سهم بیشتر الیاف کربنی در مقایسه با نانوذرات مگنتیت موجود در ساختار نانوکامپوزیت مربوط است. منبع عمده ی تلفات دی الکتریک در مواد جاذب رسانا مانند الیاف کربنی جریان های گردابی (ادی کارنت^۱) هستند که در اثر اندرکنش بین میدان الکتریکی موج برخوردی به ماده ی جاذب با ساختار اتمی و مولکولی آن ایجاد شده و سبب بالا رفتن دما می شوند. به عبارت دیگر تبدیل

دانه ی نانوپودر مگنتیت سنتز شده (25 nm) بیش از مقدار قطر سوپرپارامگناطیس و کمتر از مقدار قطر بحرانی مگنتیت است، می توان نتیجه گرفت که ذرات این نانوپودر از قابلیت بالایی برای استفاده به عنوان ماده ی جاذب در کاربرد جذب امواج مایکروویو برخوردار هستند.



شکل ۶. منحنی های هیستریزس (الف) نانوپودر مگنتیت سنتز شده و (ب) نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی.

جدول ۶. مقادیر مغناطیس اشباع (M_s)، مغناطش (H_c) و مغناطیس باقی مانده (M_{rs}) نانوپودر مگنتیت سنتز شده و (b) نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی.

پارامترها	مگنتیت سنتز شده	نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی
M_s (emu/g)	۷۲,۳	۳۳,۱
H_c (Oe)	۴,۹	۱۶۸
M_{rs} (emu/g)	۰,۹	۱,۷

شکل ۶ منحنی های تلفات هیستریزس مغناطیسی مربوط به پودر نانو مگنتیت سنتز شده و هم چنین نانو کامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی را نشان می دهد. مقادیر مغناطیس اشباع

¹ Eddy Current

امپدانس را با موج برخوردی داشته باشد. در مرحله ی بعد، پس از وارد شدن بخشی از موج به داخل کامپوزیت، انتظار می رود که این بخش از موج فرودی پس از اندرکنش با رشته های جاذب (برای مثال در این پژوهش مگنتیت/الیاف کربنی) به طور موثری جذب شود. همانطور که قبل تر هم اشاره شد، این اندرکنش سبب جذب انرژی موج و تبدیل آن به گرما می شود [۱۳].

براساس نظریه ی عبور خطی^۱، جذب امواج توسط یک کامپوزیت تک لایه توسط معادله ی (۲) بیان می شود [۱۴]:

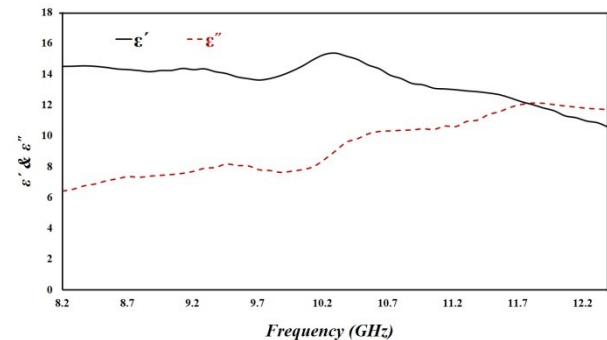
در جایی که، Z_{in} امپدانس مشخصه ی مربوط به لایه ی فرضی هوا/کامپوزیت است. همچنین این پارامتر از طریق معادله ی (۳) به گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی کامپوزیت جاذب ربط داده می شود [۱۴]:

$$Z_{in} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} \tanh \left[j \left(\frac{2\pi}{c} \sqrt{\mu_r \epsilon_r} \right) f \cdot t \right] \quad \text{معادله (۳)}$$

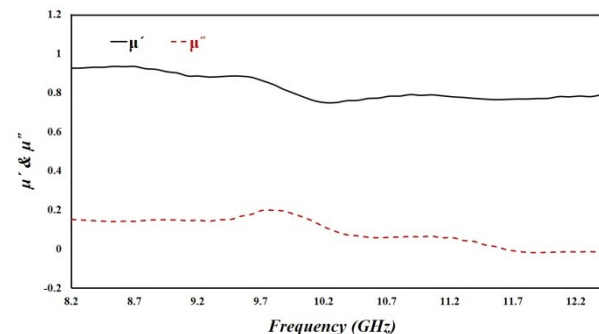
ویژگی مهمی که از یک ماده ی جاذب امواج میکروویو با بازدهی بالا انتظار می رود؛ داشتن باند بسامدی که در این معادله، (ϵ_r) و (μ_r) به ترتیب گذردهی الکتریکی و تراوایی مغناطیسی کامپوزیت، (t) ضخامت کامپوزیت، (c) سرعت نور و (f) بسامد موج برخوردی است. برای یک جاذب موج ایده آل $Z_{in}=1$ در نظر گرفته می شود.

شکل ۱۰ نمودار های تلفات بازتاب برحسب بسامد برای نمونه های نانوکامپوزیتی پایه اپوکسی دارای ضخامت های مختلف را نشان می دهد. همانطور که قبل تر گفته شد، به منظور یافتن بهترین عملکرد جذب موج، چهار نمونه با ضخامت های مختلف یک، دو، سه و چهار میلی متر مورد آزمایش قرار گرفت. واضح است که نمونه ای که دارای ضخامتی برابر با دو میلی متر بوده، از بیشترین تلفات بازتابی در حدود ۱۰،۲ dB - در ۱۰ GHz برخوردار بوده است. براساس معادله ی (۳)، ضخامت یک لایه ی جاذب امواج اثر تعیین کننده ای در میزان تلفات بازتاب آن دارد. بر همین اساس، می توان تلفات بازتاب کمتر سایر نمونه ها را به پدیده ی عدم تقارن رخ داده در اثر تغییرات ضخامت آنها نسبت داد.

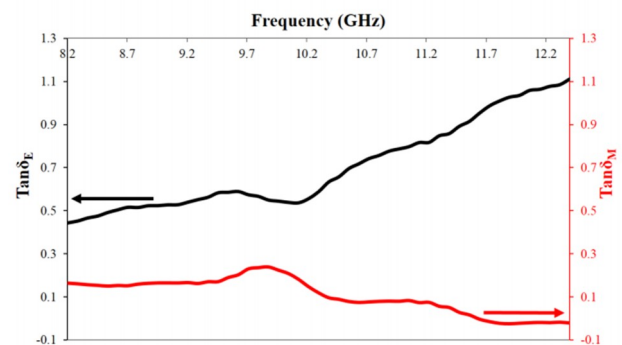
انرژی موج به گرما سبب جذب آن در این نوع از کامپوزیت ها می شود [۱۱ و ۱۳ و ۱۴].



شکل ۷. بخش های حقیقی و موهومی گذردهی الکتریکی نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی.



شکل ۸. بخش های حقیقی و موهومی تراوایی مغناطیسی نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی.



شکل ۹. بخش های حقیقی و موهومی تراوایی مغناطیسی نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی.

۷-۳ جذب امواج میکروویو توسط نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی

یک کامپوزیت جاذب امواج میکروویو زمانی بهترین عملکرد را از خود نشان می دهد که موج برخورد کرده به سطح آن بتواند به سادگی به درونش نفوذ کند و تنها مقدار بسیار کمی از سطح بازتابیده و یا از طرف دیگر آن خارج شود. از این رو انتظار می رود که سطح رویین کامپوزیت بیشترین تطابق

¹ Transmission Line Theory

- جذب موج بالای الیاف کربنی برای موج‌هایی که بسامد بیش از ۱۰ GHz دارند نسبت داد.

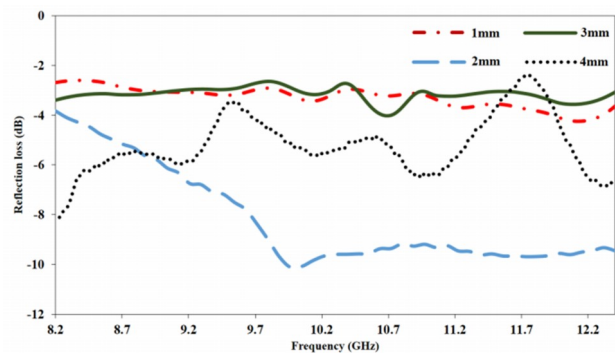
۴- نتیجه‌گیری

پوشش‌های جاذب امواج مایکروویو کامپوزیتی به دلیل بهره‌گیری از هر دو سازوکار مغناطیسی و دی‌الکتریک جاذب امواج از اهمیت و هم‌چنین بازدهی بهتری نسبت به مواد جاذب مغناطیسی یا دی‌الکتریک صرف برخوردار هستند. نتایج آزمون طیف‌سنجی فوریه مادون قرمز نشان داد که امکان تولید نانوذرات مگنتیتی با خلوص بالا از طریق فرآیند ساده و ارزان هم‌رسوبی شیمیایی است. براساس نتایج مطالعات ساختاری انجام شده، امکان رسوب‌دهی نانوذرات مگنتیت با کیفیت بالا از طریق فرآیند رسوب‌دهی الکتروفوریتیک روی الیاف کربنی وجود دارد. بررسی خواص مغناطیسی نشان داد که مقادیر مغناطش اشباع و وادارندگی نانوپودر مگنتیت پس از انجام فرآیند رسوب‌دهی الکتروفوریتیک به ترتیب از ۷۲,۳ به ۳۳,۱ emu/g و از ۴,۹ به ۱۶۸ Oe برای نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی می‌رسد. نتایج آزمون جذب امواج مایکروویو در محدوده‌ی بسامدی ۸,۲ تا ۱۲,۴ GHz نشان داد که مقدار بیشینه‌ی جذب موجی در حدود ۱۰,۲ dB در ۱۰ GHz با پهنای باند جذب موثری در حدود ۲ GHz برای نمونه‌ای با ضخامت ۲ میلی‌متر به دست آمد.

مراجع

1. Pourbaferani, A. and Kiyani, A., Investigation of microwave absorption in CoFe₂O₄/Zn nano-composites, *The 3rd Iran Electromagnetic Engineering Conference (CAM)*, (2014) 1-4.
2. Pourbaferani, A., Fabrication of CoFe₂O₄ microwave absorber nano-composites and study on their structural, magnetical and microwave absorption properties, MSc Thesis, Isfahan industrial University, Islamic republic of Iran, (2013).
3. Roh, J.S., Chi, Y.S. and Kang, T.J., Electromagnetic Shielding Effectiveness of Multifunctional Metal Composite Fabrics, *Textile Research Journal*, 78(9) (2008) 825- 835.
4. Chengwen, Q., Xu, J., Zhang, Z., Tian, L., Xiao, S., Liu, Y. and Xu, P., Magnetic properties and microwave absorption properties of carbon fibers coated by Fe₃O₄ nanoparticles, *Journal of Alloys and Compounds*, 506 (2010) 93-97.
5. Faxiang, Q. and Peng, H.X., Ferromagnetic microwires enabled multifunctional composite materials, *Progress in Materials Science*, 58 (2013) 183-259.

سازوکار اصلی جذب امواج مایکروویو در موادی با رسانایی الکتریکی بالا مانند الیاف کربنی به تلفات ناشی از رسانش^۱ مربوط می‌شود. بر این اساس برخورد امواج مایکروویو به این مواد سبب القای جریان الکتریکی در آنها می‌شود. این جریان الکتریکی القا شده می‌تواند به واسطه وجود مقداری مقاومت الکتریکی در این مواد باعث بالا رفتن دما شده و از این طریق موج برخوردی به طور موثری جذب شود.



شکل ۱۰. تلفات بازتاب نانوکامپوزیت‌های مگنتیت/الیاف کربنی با ضخامت‌های مختلف.

دیگر ویژگی مهمی که از یک ماده‌ی جاذب امواج مایکروویو با بازدهی بالا انتظار می‌رود؛ داشتن باند بسامدی جذب موثری با پهنای زیاد است. براساس تعریف، باند بسامدی جذب موثر، بازه‌ای از بسامد است که در آن مقدار تلفات بازتاب کمینه ۱۰ dB- (بیش از ۹۰% موج تابیده جذب شود) باشد [12]. همانطور که در شکل ۱۰ مشخص است، نمونه‌ی کامپوزیتی با ضخامت دو میلی‌متر باند بسامدی جذب موثری در حدود ۲,۵ GHz از خود نشان داده است. براساس مطالعات انجام شده، نانوکامپوزیت مگنتیت/الیاف کربنی تولید شده به روش الکتروفوریتیک در تحقیق حاضر از باند بسامدی جذب موثر به مراتب بهتری نسبت به سایر تحقیقات مشابه انجام گرفته با استفاده از مواد مشابه برخوردار بوده است که این ویژگی را می‌توان به:

- اندازه‌ی دانه‌ی مناسب نانوپودر مگنتیت سنتز شده
- رسوب‌دهی عاری از عیب نانوذرات مگنتیت روی الیاف کربنی با استفاده از روش الکتروفوریتیک

¹ Conduction loss

22. Cullity, B.D. and Chad, D.G., Introduction to magnetic materials, Second ed., John Wiley & Sons, (2011) 325-341.
6. Grabis, J., Heidemane, G. and Rašmane, D., Preparation of Fe₃O₄ and γ-Fe₂O₃ nanoparticles by liquid and gas phase processes, *Materials Science*, 14 (2008) 292-295.
7. Qiuling, Z., Han, C. and Li, H., Selective and efficient magnetic separation of Pb²⁺ via gold nanoparticle-based visual binding enrichment, *Chemical Communications*, 46 (2010) 7337-7339.
8. Zengyong, C., Cheng, H., Xie, W. and Sun, L., Effects of diameter and hollow structure on the microwave absorption properties of short carbon fibers, *Ceramics International*, 38 (2012) 4867-4873.
9. Ying, L., Zhang, Z., Xiao, S., Qiang, C., Tian, L. and Xu, J., Preparation and properties of cobalt oxides coated carbon fibers as microwave-absorbing materials, *Applied Surface Science*, 257 (2011) 7678-7683.
10. Kornev, K.G., Halverson, D., Korneva, G., Gogotsi, Y. and Friedman, G., Magnetostatic interactions between carbon nanotubes filled with magnetic nanoparticles, *Applied Physics Letters*, 92 (2008) 233117-233125.
11. Korneva, G., Ye, H., Gogotsi, Y., Halverson, D., Friedman, G., Bradley, J.C. and Kornev, K.G., Carbon nanotubes loaded with magnetic particles, *Nano letters*, 5 (2005) 879-884.
12. Kong, L., Yin, X., Yuan, X., Zhang, Y., Liu, X., Cheng, L. and Zhang, L., Electromagnetic wave absorption properties of graphene modified with carbon nanotube/poly (dimethyl siloxane) composites, *Carbon*, 73 (2014) 185-193.
13. Guan, P.F., Zhang, X.F. and Guo, J.J., Assembled Fe₃O₄ nanoparticles on graphene for enhanced electromagnetic wave losses, *Applied Physics Letters*, 101 (2012) 153108-153109.
14. Han, M., Yin, X., Kong, L., Li, M., Duan, W., Zhang, L. and Cheng, L., Graphene-wrapped ZnO hollow spheres with enhanced electromagnetic wave absorption properties, *Journal of Materials Chemistry A*, 39 (2014) 16403-16409.
15. Xuecai, T., Li, M., Cai, P., Luo, L. and Zou, X., An amperometric cholesterol biosensor based on multiwalled carbon nanotubes and organically modified sol-gel/chitosan hybrid composite film, *Analytical Biochemistry*, 337 (2005) 111-120.
16. Ruiying, L., Yang, Z. and Li, L., Effect of additives on mechanical properties of oxidation-resistant carbon/carbon composite fabricated by rapid CVD method, *Carbon*, 38 (2000) 2109-2115.
17. Yuxi, X., Sheng, K., Li, C. and Shi, G., Self-assembled graphene hydrogel via a one-step hydrothermal process, *ACS Nano*, 4 (2010) 4324-4330.
18. Salimkhani, H., Motei-Dizaji, A., Hashemi, E., Palmeh, P., Sabeghi, G. and Salimkhani, S., Magnetic and microwave absorptive properties of electrophoretically deposited nano-CoFe₂O₄ as a 3D structure on carbon fibers, *Ceramics International*, 42 (2016) 12709-12714.
19. Salimkhani, H., Palmeh, P., Khiabani, A.B., Hashemi, E., Matinpour, S., Salimkhani, H. and Asl, M.S., Electrophoretic deposition of spherical carbonyl iron particles on carbon fibers as a microwave absorbent composite, *Surfaces and Interfaces*, 1 (2016) 18-22.
20. Casula, M., Jun, F.Y.W., Zaziski, D.J., Chan, E.M., Corrias, A. and Alivisatos, A.P., The concept of delayed nucleation in nanocrystal growth demonstrated for the case of iron oxide nanodisks, *Journal of the American Chemical Society*, 128 (2006) 1675-1682.
21. Seyyed Afghahi, S.S., Peymanfar, R., Javanshir, S. and Javidan, A., Preparation and Investigation of Structural, Magnetic and Microwave Absorption Properties of Ba_{0.2}Sr_{0.2}La_{0.6}MnO₃/MWCNT Nanocomposite in Comparison with Ba_{0.2}Sr_{0.2}La_{0.6}MnO₃ in X-band Region, *Nanoscale*, 2(2) (2015) 58-67.