



فصلنامه علمی ((دفاع هوافضایی))

دوره ۱، شماره ۳، آذر ۱۴۰۱

عنوان مقالات

مقاله پژوهشی

سنترز و مشخصه‌یابی فریت‌های نیکل گرافن به‌عنوان تغییر فاز دهندهٔ امواج

الکترومغناطیسی در رادارها

نادر قبادی^۱، سیدعلی حسینی مرادی^۲، محمد فرخزادی^۳

۱. دانشیار، دانشکده علوم، دانشگاه ملایر، ایران

۲. دکتری فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه پدافند هوایی، ایران

۳. گروه ریاضی، دانشگاه فنی و حرفه‌ای، تهران، ایران

چکیده

در این مقاله اسپینل فریت‌های نیکل گرافن ساخته شده‌اند. هدف از ساخت این فریت‌ها استفاده و بررسی آن‌ها به‌عنوان ماده شیفته‌دهندهٔ فاز در باند فرکانسی ۱۸-۲ گیگاهرتز است. ابتدا این مواد از طریق روش سنتز هم‌رسوبی ساخته شدند. سپس آزمون‌های فیزیکی این مواد شامل آزمون‌های پراش اشعه ایکس (XRD)، طیفسنجی مادون قرمز (FT-IR)، میکروسکوپ الکترون روبشی (SEM) و هیستوگرام توزیع اندازهٔ ذرات گرفته شدند. پس از آن نیز آزمون‌های شبکه VNA برای این مواد گرفته شد. پارامترهای حقیقی و موهومی گذردهی دی‌الکتریک و پارامترهای حقیقی و موهومی نفوذپذیری مغناطیسی پس از کدنویسی در نرم‌افزار متلب بدست آمدند. تانژانت تلفاتی دی‌الکتریک و افت بازگشتی نیز برای این مواد بدست آمد. در نهایت عملکرد این مواد در حلقه هیستریزس با استفاده از تست VSM مورد بررسی قرار گرفت. مواد فریتی ساخته شده پاسخ خوبی را به آزمون‌های مغناطیسی در باند فرکانسی ۲ تا ۱۸ گیگاهرتز نشان دادند. نتایج بدست آمده برای پارامترهای اصلی در راستای پارامترهای مورد مطالعه در شیفته‌دهنده‌های رادار، نتایج خوبی را برآورده ساخت.

اطلاعات مقاله

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۰۸/۲۲

تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۰۳/۱۲

کلمات کلیدی:

فریت اسپینل، فریت نیکل گرافن، شیفته‌دهندهٔ فاز، آنتن آرایه فازی



نویسنده مسئول:

نادر قبادی

ایمیل:

n.ghobadi@malayeru.ac.ir

استناد به مقاله: نادر قبادی، سیدعلی حسینی مرادی، محمد فرخزادی، سنترز و مشخصه‌یابی فریت‌های نیکل

گرافن به‌عنوان تغییر فاز دهندهٔ امواج الکترومغناطیسی در رادارها، مجله علمی دفاع هوافضایی، دوره ۱، شماره ۳، آذر ۱۴۰۱.



Synthesis and Characterization of Nickel Graphene Ferrites as a Phasechanger of Electromagnetic Waves in Radars

Nader Ghobadi¹ , Seyed Ali Hoseini Moradi² , Mohammad Farrokhzadi³

1- Associate Professor of Ph.D. Physics, Department of Physics, Faculty of Science, Malayer University, Tehran, Iran

2- Ph.D. student of Physics, Department of Physics, Faculty of Science, Malayer University, Iran.

3- Department of Mathematics, Technical and Vocational University of Tehran, Iran.

Article Information

Accepted: 1401/08/22

Received: 1401/03/12

Keywords:

Spinel ferrite, Nickel graphene ferrite, Phase shifter, Phased array antenna.



Corresponding author:

Nader Ghobadi

Email:

n.ghobadi@malayeru.ac.ir

Abstract

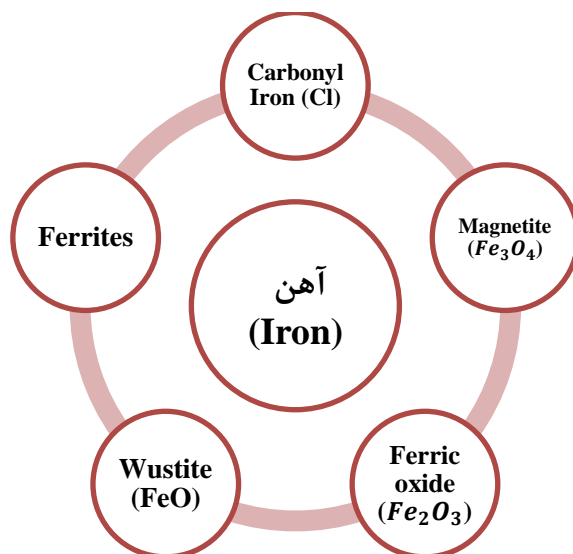
In this article, nickel graphene spinel ferrites are made. The purpose of making these ferrites is to use and examine them as a phase shifting material in the frequency band of 2-18 GHz. First, these materials were made through co-precipitation synthesis method. Then the physical tests of these materials including X-ray diffraction (XRD), infrared spectroscopy (FT-IR), scanning electron microscope (SEM) and histogram of particle size distribution were taken. After that, VNA network tests were taken for these materials. Real and imaginary parameters of dielectric permittivity and real and imaginary parameters of magnetic permeability were obtained after coding in MATLAB software. Dielectric loss tangent and return loss were also obtained for these materials. Finally, the performance of these materials in the hysteresis loop was evaluated using the VSM test. The manufactured ferrite materials showed a good response to magnetic tests in the frequency band of 2 to 18 GHz. The results obtained for the main parameters in line with the studied parameters in radar shifters produced good results.

HOW TO CITE: Nader Ghobadi , Seyed Ali Hoseini Moradi, Mohammad Farrokhzadi, Synthesis and Characterization of Nickel Graphene Ferrites as a Phasechanger of Electromagnetic Waves in Radars Vol. 1, No, 3, 1401.

۱. مقدمه

مواد فریتی که در بسیاری از تجهیزات مایکروویوی استفاده می‌شوند، معمولاً به‌عنوان یک عنصر غیر هم‌پاسخ رفتار می‌کنند. از مهمترین کاربرد فریت‌ها در تجهیزات مایکروویوی می‌توان به ایزولاتورهای تشدید و جابجایی میدان انواع سیرکولاتورها و شیفتهنده‌های فاز اشاره کرد [۱]. برای توسعه مواد شیفتهنده فاز با عملکرد مناسب، نانو ساختارهای مغناطیسی در چند سال گذشته مورد توجه بسیار زیادی قرار گرفته‌اند. دلیل اصلی تمرکز بر روی علم نانوتکنولوژی این است که امکان تغییر خواص مغناطیسی مواد را از طریق روش‌های سنتز فراهم می‌کند. در این بین، بیشترین توجهات را نانوذرات فریت به خود جلب کرده‌اند. تحقیقات علمی در ارتباط با فریت‌ها از اواسط قرن نوزدهم آغاز شد. پس از آن تحقیقات به طور جدی توسط دو دانشمند ژاپنی به نام‌های تاکشی و یوگور در جهت کاربردهای صنعتی دنبال شد. نتایج تحقیقات آن‌ها بر روی فریت‌های مس و کبالت در سال ۱۹۳۲ ارایه گردید. پس از جنگ جهانی دوم در سال ۱۹۴۶ شخصی به نام اسنوک وجود ماده‌ای مغناطیسی از نوع سرامیک (فریت) را با خاصیت تراوایی مغناطیسی بسیار بالا، مقاومت الکتریکی خوب و تلفات رسانشی کم، جهت استفاده در رادارها کشف و در سال ۱۹۴۷ نتیجه تحقیقات خود را منتشر کرد. در سال ۱۹۴۸ شخصی به نام نیل نظریه خود را بر مبنای فری مغناطیس ارایه داد. پس از آن، تحقیقات در حوزه مغناطیس بر اساس فریت‌ها گسترش یافت و دانشمندان دیگر توانستند ترکیبات مختلفی از مخلوط اکسیدهای آهن، نیکل، منگنز و روی را مورد آزمایش قرار دهند و به نتایج بسیار مطلوبی برای فریت‌ها رسیدند که نسبت به فلزات علاوه بر ویژگی‌های مغناطیسی، دارای مقاومت الکتریکی بالا بودند. با وجودی که آلیاژهای مغناطیسی و سامانه‌های فلزی، بالاترین تراوایی مغناطیسی را در حدود ۱۰۵ دارا می‌باشند، اما به دلیل مقاومت الکتریکی پایین، امکان استفاده از آن‌ها در فرکانس‌های بالاتر از ۱ kHz عملاً میسر نیست. با این وجود، امکان استفاده از فریت‌های مغناطیسی سرامیکی از این حیث در محدوده فرکانسی وسیعی وجود دارد. استفاده گسترده‌تر از دستگاه‌های مایکروویو در مصرف کننده‌ها و سامانه‌های راداری مورد استفاده در خودرو و صنعت، جوامع علمی را برای بهبود و تکامل بیشتر ویژگی‌های این مواد ترغیب خواهد کرد. فریت‌ها، ترکیبی از ویژگی‌های یک ماده مغناطیسی و یک عایق الکتریکی را دارا هستند. با توجه به مقاومت ویژه بسیار بالا، سهولت آماده‌سازی، قیمت مناسب، گستردگی وسیع ویژگی‌های مغناطیسی و عملکرد مطلوب، فریت‌ها به‌عنوان مواد انتخابی مناسبی برای کاربردهای مایکروویو شناخته می‌شوند. با این حال، محدوده فرکانسی کار، ظرفیت کارکرد توانی و حساسیت به دما در دستگاه‌های فریتی باید بهبود یابد. این نانوذرات که شامل ترکیبی از اکسید آهن و فلزهای دو ظرفیتی همانند کبالت، باریم، منگنز، سرب، مس، نیکل و غیره هستند، را می‌توان از طریق روش‌های مختلف سنتز در فاز مایع بدست آورد. سنتز آسان، هزینه کم آن‌ها به همراه

قابلیت تجزیه‌پذیری بالا و مزایای زیست‌محیطی زیاد آهن و سایر اجزای سازنده باعث شده که این مواد از نظر کاربردهای بالقوه نسبت به سایر فلزات انتقالی مناسب‌تر باشند. در پوستهٔ زمین، فلز گذار آهن، چهارمین ماده پرطرفدار است که سطح داخلی و خارجی آن را تشکیل می‌دهد. آهن یکی از امیدوارکننده‌ترین گزینه‌ها برای چندین کاربرد از جمله شیفت‌دهندهٔ فاز، جاذب امواج میکروویو، کاتالیزور تصفیه آلودگی آب و مواد مغناطیسی و موارد دیگر است. یون آهن می‌تواند از حالت اکسیداسیون $+2$ تا $+7$ به نمایش گذاشته شود، باین‌حال حالات $+2$ و $+3$ به دلیل سهولت در پرتاب حامل‌های بار رایج‌تر هستند. آهن به‌عنوان بالاترین ماده فرو مغناطیسی در دمای اتاق با بزرگنمایی اشباع بالای در دمای 293 کلوین و درجه حرارت کوری، $TC=431043$ K بالاتر از دمای اتاق شناخته‌شده است. علاوه بر این، آهن یک ماده مغناطیسی بسیار نرم در مقایسه با کبالت بوده و دارای ناهمسانگردی مغناطیسی بلوره‌ای کم است. چند دهه است که طراحی نانو ساختارهای مبتنی بر آهن بسیار افزایش یافته؛ زیرا مواد نانو ساختار دارای مزایای بسیاری از جمله نسبت ابعاد بالا، تخلخل خوب و مغناطیس لحظه‌ای بالا (رفتار فوق پارامغناطیسی) نانو مواد در مقایسه با مواد توده‌ای هستند. آهن خالص چه در ساختار مکعب مرکزیت بدنی (bcc) و چه در ساختار مکعب مرکزیت سطحی (fcc) یافت می‌شوند، اما حساسیت شدید ساختار آهن را نسبت به تغییرات در شرایط هوایی (اورتورومبیک، اسپینال) و بدین ترتیب خواصی (مانند الکتریکی، مغناطیسی و نوری) از ماده آهن به نمایش می‌گذارد. رایج‌ترین گونه‌های آهن، گونه کربونیلی آهن، اکسید فریت، مگنتیت، اکسیدهای آهن (FeO) و (Fe₂O₃)، هیدروکسید آهن (FeOOH) هستند که در شکل ۱ نشان داده شده است [۱۱-۲].



شکل ۱: انواع مختلف اجزای آهن

مواد فریتی گارنت با فرمول عمومی A3B5O12 کاربرد زیادی را در صنایع مایکروویو از خود نشان داده‌اند. گارنت ایتريم (Y3Fe5O12) یک ماده فریتی با خاصیت عالی مغناطیسی و الکترومغناطیسی است که آن را به بهترین ماده مغناطیسی برای فرکانس‌های بالا تبدیل می‌کند. گارنت ایتريم بدلیل داشتن مقاومت الکتریکی بالا، پایداری تابشی زیاد، باریک ترین خط در تشدید فرومغناطیسی و در نهایت کمترین افت در میان مواد مغناطیسی، توجه زیادی را در ساخت شیفت‌دهنده فاز، سیرکولاتورها و ایزولاتورها را به خود جلب داده است [۱۲]. علاوه بر این‌ها، این فریت گارنتی دارای مغناطیس اشباع (MS) قابل کنترل نیز است. سه زیرشبکه در ساختار ماده فریتی گارنت وجود دارد که در زیر به صورت مختصر معرفی شده‌اند:

شبکه دوازده ضلعی (c): سایت اشغال شده بوسیله سه یون ایتريم

شبکه هشت ضلعی (a): سایت اشغال شده بوسیله دو یون آهن

شبکه چهار ضلعی (d): سایت اشغال شده بوسیله سه یون آهن

به طور کلی در گارنت‌ها عناصر نادر خاکی در سایت دوازده ضلعی قرار می‌گیرند که دارای ممان مغناطیسی هستند که در راستای مخالف ممان مغناطیسی کاتیون قرار گرفته شده در سایت چهار ضلعی می‌باشند. جایگزینی یا اضافه کردن یک عنصر کمیاب به عنصر کمیاب دیگر در سایت دوازده ضلعی می‌تواند باعث اصلاح خواص مهم شیفت‌دهنده فاز مانند بهبود مغناطیس اشباع (MS) و مغناطش باقی‌مانده (Mr)، میدان اجباری (Hc)، دامنه فرکانس و بالا بردن دمای کوری (Tc)

شود. همانطور که در ردیف اول جدول ۱ نشان داده شده است، با اضافه کردن ساماریوم (Sm^{3+}) به گارنت ایتریم و ساخت گارنت فریتی $Y_3-xSm_xFe_5O_{12}$ ، M_s کاهش یافت. این اضافه کردن باعث یک به هم‌ریختگی کوچک در ساختار سایت‌های هشت و چهار ضلعی می‌شود که این خود باعث تغییر شیمیایی در محیط اطراف آهن و تشدید مغناطیسی آن می‌شود. با ساخت گارنت گادولونیوم (Gd) یا به عبارت دیگر با ساخت $Gd_3Fe_5O_{12}$ ، محققان موفق به ساخت یک فریت شدند که در بین دمای T_{comp} و T_c ، مغناطش مستقل از دما را داشت که باعث کاربرد آن در دستگاه‌های میکروویو می‌شود. در مورد تحقیقاتی دیگر محققان موفق به تولید گارنت $Sm_3Fe_5O_{12}$ شدند که یک نفوذپذیری دی‌الکتریک زیاد را برای کاربرهای ذخیره انرژی از خود نشان داد. اضافه کردن یورپیم (Eu) و ساخت گارنت $Eu_3Fe_5O_{12}$ نشان داد که این ماده نفوذپذیری مغناطیسی بالا و افت دی‌الکتریک کمی را در محدوده گسترده‌ای از فرکانس‌ها و دماها ارائه می‌دهد. در تحقیق دیگری، محققان موفق شدند با ساخت گارنت فریتی اصلاح شده $Er_2.5Y_0.5Fe_5O_{12}$ (اضافه کردن عنصر اربیوم به گارنت ایتریم) باعث تغییر در میزان چرخش موج در طیف چرخش فارادی شد [۱۳]. زنگ و همکاران گزارش کرده‌اند که با اضافه شدن آلومینیوم به ایتریم گارنت و ساخت $Y_3Al_5-xFe_xO_{12}$ ، یک افزایش در مقدار M_s بوجود می‌آید، به گونه‌ای که یون Al^{3+} جایگزین یون‌های آهن می‌شود [۱۴]. نایک و همکاران گزارش کردند که یک کاهش اولیه در ممان مغناطیسی گارنت سریوم-ایتریم ($Ce_{0.1}Y_{2.9}Fe_5O_{12}$) با دوپ کردن ایندیوم (In)، بدلیل گزینش‌پذیری یون‌های ایندیم بعداً باعث افزایش آن می‌شود [۱۵].

قابل ذکر است که بجز مواد فریت گارنت، مواد فریت اسپینل هم به‌عنوان یک گزینهٔ بسیار مناسب به‌عنوان نانوذرات مغناطیسی با کاربرد میکروویو شناخته شده‌اند. تاکنون تکنیک‌های زیادی برای تولید اینگونه مواد فریتی به کار گرفته شده است. مطابق جدول ۱ چند نمونه از این مواد فریتی که در باند فرکانسی (بین ۲ تا ۱۸ گیگاهرتز) کاربردی هستند، آورده شده است.

جدول ۱: پیشینهٔ تحقیق ساخت فریت گارنت به‌عنوان شیفت‌دهندهٔ فاز

شماره مرجع	بهبود انجام شده	ماده فریت گارنت
[۱۲]	مقاومت الکتریکی بالا، پایداری تابشی زیاد، باریک‌ترین خط در تشدید فرومغناطیسی و در نهایت کمترین افت در میان مواد مغناطیسی	$Y_3Fe_5O_{12}$
[۱۳]	بهبود M_s	$Y_3-xSm_xFe_5O_{12}$
[۱۳]	مغناطش مستقل از دما	$Gd_3Fe_5O_{12}$

[۱۳]	نفوذپذیری دی الکتریک زیاد	Sm3Fe5O12
[۱۴]	نفوذپذیری مغناطیسی بالا و افت دی الکتریک کم در محدوده گسترده‌ای از فرکانس‌ها و دماها	Eu3Fe5O12
[۱۵]	افزایش ممان مغناطیسی	Er2.5Y0.5Fe5O12

این مواد با روش‌های مختلفی سنتز شده‌اند که در ادامه به بررسی روش تولید آنها پرداخته می‌شود. آسیاب توپی که یکی از روش‌های سنتز از بالا به پایین در فاز جامد است، برای تولید گارنت به کار گرفته شده است، اما معایبی مانند غیر همگن کردن ماده فریتی سنتز شده بدلیل بالا رفتن دما و اتفاق افتادن پدیده سینترینگ و اضافه شدن ناخالصی را دارد. اخیراً محققان از روش هیدروترمال میکروویوی در مقایسه با روش‌های سنتز یاد شده، روش سنتز هم‌رسوبی یا ترسیب شیمیایی به‌عنوان ساده‌ترین روش به لحاظ فرآیندی و بهینه‌ترین روش به لحاظ اقتصادی برای سنتز پودر فریت است. این برتری به این دلیل است که برای تولید با ظرفیت زیاد پیش‌ماده‌ها می‌توانند بدون نیاز به تجهیزات خاص به راحتی در آب حل شوند، بجای اینکه در یک حلال شیمیایی آلی حل شوند. این بحث از این جهت بسیار حائز اهمیت است که امروزه استفاده از حلال‌های غیر شیمیایی بدلیل دوست‌دار محیط زیست بودن آنها به‌عنوان یک رویکرد جدید در نظر گرفته شده است و طراحی همه فرآیندها با در نظر گرفتن صدمه کمتر به محیط زیست انجام می‌شود. عامل رسوب-دهنده در فرآیند هم‌رسوبی می‌تواند سدیم هیدروکسید (NaOH) یا آمونیوم هیدروکسید (NH4OH) باشد. در سنتز نانوذرات فریت گارنت و غیر گارنت اضافه کردن عامل رسوب‌دهنده باید به صورت بسیار تدریجی باشد. در صورتی که اضافه شدن عامل رسوب‌دهنده به یکباره باشد، باعث تجمع ذرات فریتی و تشکیل فازهای دیگر که مطلوب نیستند می‌شود [۱۶].

۲. مواد و روش‌ها

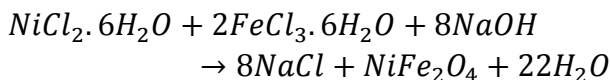
در این پژوهش از کلرید آهن و کلرید منگنز و کلرید نیکل به‌عنوان منابع تأمین‌کننده یون‌های آهن و کبالت و هیدروکسید سدیم به‌عنوان عامل رسوب‌دهنده (احیاکننده) استفاده شد. همچنین به‌منظور سنتز کامپوزیت قابل استفاده در جابجاکننده‌های فاز از فریت نیکل با GO و pva استفاده گردید. مشخصات فیزیکی و شیمیایی مواد اولیه مورد استفاده، در جدول ۲ ارائه شده است.

جدول ۲: مشخصات مواد اولیه به‌کاربرده شده در این پژوهش

ماده مصرفی	ترکیب شیمیایی	جرم مولکولی (g/mol)	خلوص (%)	شرکت سازنده
کلرید آهن	FeCl ₃ .6H ₂ O	۲۷۰/۳	۹۹	Merck
کلرید نیکل	۶H ₂ O NiCl ₂	۲۳۷/۹	۹۸	Merck
هیدروکسید سدیم	NaOH	۴۰	۹۸	Merck
اکسید گرافن	GO	-	۹۹	شرکت پیشگامان نانو مواد ایرانیان

۱-۱- سنتز پودر نیکل منگنز به روش هم رسوبی

برای سنتز فریت نیکل (NiFe₂O₄) از پیش ماده‌های کلرید نیکل ۶ آبه، کلرید آهن ۶ آبه و سدیم هیدروکسید طبق واکنش زیر استفاده می‌کنیم:



۱. برای تهیه محلول ۳ مولار سدیم هیدروکسید، ۳۰ گرم از سدیم هیدروکسید را توزین کرده و در داخل یک بالن حجمی ۲۵۰ سی‌سی ریخته می‌شود، سپس حجم آن را با استفاده از آب مقطر (دو بار تقطیر) به ۲۵۰ سی‌سی رسانده می‌شود.

۲. برای تهیه محلول ۰/۲ مولار کلرید نیکل، ۲/۳۷۷ گرم از کلرید نیکل ۶ آبه را توزین کرده و در داخل یک بالن حجمی ریخته می‌شود، سپس حجم آن را با استفاده از آب مقطر (دو بار تقطیر) به ۵۰ سی‌سی رسانده می‌شود.

۳. برای تهیه محلول ۰/۴ مولار کلرید آهن III، ۵/۴۰۷ گرم از کلرید آهن ۶ آبه را در ۵۰ سی‌سی آب مقطر حل شود.

محلول‌های آماده شده در مرحله ۲ و ۳ را مخلوط و به مدت ۳۰ دقیقه با استفاده از همزن مغناطیسی هم می‌زنیم تا به‌خوبی حل شوند. برای انجام واکنش، لازم است که محلول سود نیز اضافه شود، به‌منظور شروع و انجام واکنش محلول سدیم هیدروکسید ۳ مولار با استفاده از بورت ۲۵ سی‌سی شیردار، به‌صورت قطره‌قطره به محلول اضافه می‌شود تا واکنش به‌آرامی پیش رفته و

تکمیل شود. هم‌زمان با اضافه شدن سدیم هیدروکسید PH بالا می‌رود و نقطه پایانی واکنش با رسیدن عدد PH به بالای ۱۲ فرا می‌رسد. در این نقطه هیدروکسید نیکل رسوب می‌کند. به‌منظور جلوگیری از چسبیده شدن ذرات رسوب یافته هیدروکسید نیکل - آهن، ۳ تا ۵ قطره اسید اولئیک به‌عنوان یک سورفکتانت و عامل بازدارنده‌ی لخته شدن، اضافه می‌شود. دمای محلول را به ۸۰ درجه سانتی‌گراد رسانده و آن را به مدت ۶۰ دقیقه در این دما به‌وسیله همزن مغناطیسی هم می‌زنیم. هدف از این کار پراکنده شدن ذرات و دستیابی به ذرات یکنواخت‌تر هست. سپس به‌منظور جداسازی ناخالصی‌ها، در این مرحله محلول را دو بار با آب مقطر شست شو داده می‌شود. به‌منظور جداسازی و ته‌نشین کردن ذرات، محلول را توسط دستگاه سانتریفیوژ با دور ۲۰۰۰ rpm به مدت ۵ دقیقه سانتریفیوژ می‌شود. سپس دوغاب ته‌نشین را در یک شیشه ساعت و آن را به مدت ۱۲ ساعت در دمای ۹۰ درجه سانتی‌گراد در یک آون خشک کنیم. ذرات خشک ایجادشده را توسط بوته چینی به‌صورت پودر درمی‌آوریم. به‌منظور تشکیل بلورهایی با اندازه مناسب و رشد ذره و تبدیل ساختار آن‌ها از حالت آمورف به حالت بلوره‌ای فرآیند کلسیناسیون را در یک کوره با دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام می‌شود. سپس توسط روش آسیاب توپی به‌صورت پودر در خواهد آمد. برای کامپوزیت کردن این نانوذرات با اکسید گرافن از روش آسیاب گلوله‌ای و اولتراسونیک به صورت هم‌زمان استفاده شد. کامپوزیت شدن این مواد، بدین صورت بود که ابتدا نانوذرات مورد نظر و اکسید گرافن، تحت فرآیند خردایش به روش آسیاب گلوله‌ای قرار گرفتند. این روش باعث می‌شود توزیع اندازه ذرات اکسید گرافن و نانوذرات فریتی یکسان شود و همچنین تا حدی خوبی کامپوزیت شوند. در مرحله بعد این ترکیب در حمام اولتراسونیک تحت امواج مافوق صوت قرار گرفت تا کامپوزیت به خوبی تشکیل شود. بعد از این مرحله، ذرات به خوبی کامپوزیت شده و به خوبی در هم تنیده می‌شوند. جدول ۳ نام مواد کامپوزیت شده و سهم یا درصد هر یک از مواد اکسید گرافن و نانوذره فریتی را نشان می‌دهد.

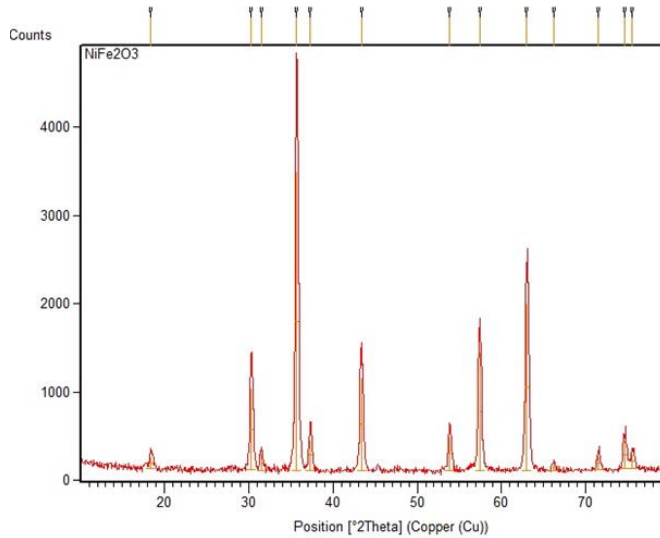
جدول ۳: نام و ترکیب درصد مواد تشکیل دهنده کامپوزیت فریت- اکسید گرافن

نام کامپوزت	درصد ترکیب فریتی	درصد اکسید گرافن
GO/NiFe ₂ O ₄	NiFe ₂ O ₄ = 21 %	79 %
pva/GO/NiFe ₂ O ₄	GO/NiFe ₂ O ₄ /pva = 19 %	81 %

۳. مطالعات ساختاری

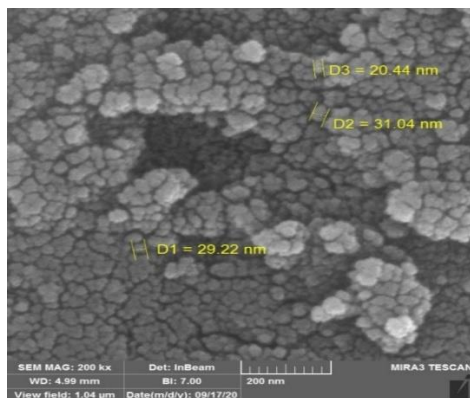
۱-۳ پراش اشعه ایکس

در شکل ۲ نتایج حاصل از XRD نمونه GO/NiFe₂O₄ آورده شده است، پیک‌های به‌دست‌آمده با پیک‌های مرجع در نقاط گفته‌شده در جدول ۳ مطابقت دارد و همچنین بلوره‌ای سایز به‌دست‌آمده از فرمول شرر عدد ۲۹ نانومتر است.

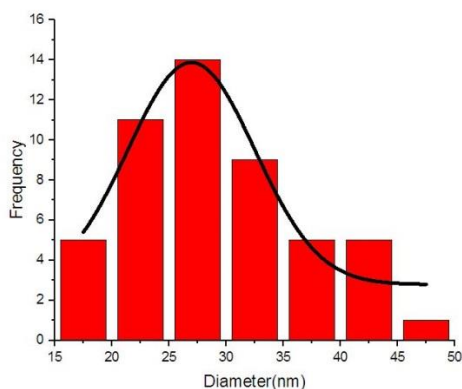


شکل ۲: نتیجه آزمون XRD فریت نیکل

همچنین با توجه به اینکه نمودار نویزی نیست نمونه کاملاً کریستالی است. طبق شکل ۳ آزمون SEM گرفته‌شده از نمونه با XRD مطابقت کامل دارد. شکل SEM ساختاری همگن را نشان می‌دهد که با نتایج کریستالی بودن XRD مطابقت دارد. همچنین با توجه به شکل ۴ که نمودار هیستوگرام نمونه رسم شده است، میزان میانگین سایز نمونه برابر ۲۷/۵ nm است.



شکل ۳: نتیجه آزمون SEM نمونه نیکل فریت

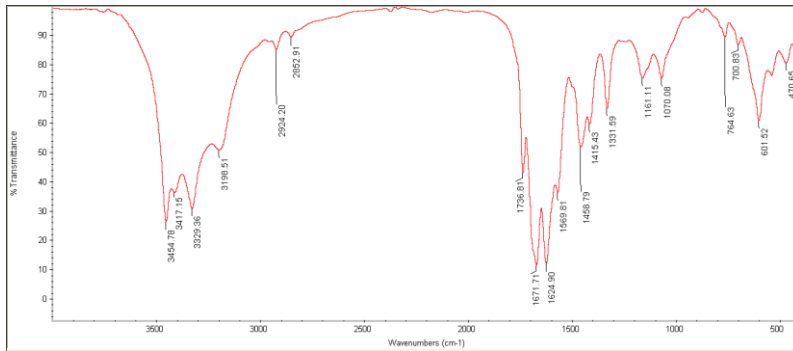


شکل ۴: هیستوگرام نمونه نیکل فریت

نتیجه آزمون FT-IR در شکل ۵ آورده شده است. در اینجا دو محدوده باند جذب در محدوده $1000 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ و $370 - 1000 \text{ cm}^{-1}$ پیشنهاد شده است. در بازه $1000 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ ارتعاشات CO_3^{2-} و Ne^{3-} و رطوبت مشاهده می‌گردند. باند پهن شدید در 3417 cm^{-1} و باند با شدت کمتری در 160 cm^{-1} به علت ارتعاش مربوط به انبساط متقابل در باندهای H است. باند 1070 cm^{-1} مربوط به یون‌های نیترات می‌باشند، بنابراین ارتعاشات CO_2^- ، CO_3^{2-} زمانی که دمای حرارتی عملیاتی بالا می‌رود، ناپدید می‌شوند.

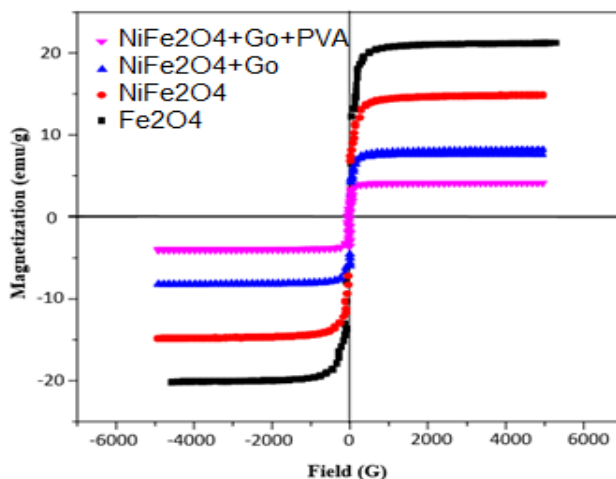
در محدوده $100 - 1000 \text{ cm}^{-1}$ دو باند مهم اکسیژن و فلز در 601 cm^{-1} و 470 cm^{-1} در طیف FT-IR همه نمونه‌های NiFe_2O_4 مشاهده شد که این دو باند معمولاً به ارتعاش

یون‌های شبکه‌ای بلوره می‌باشند. باند 470cm^{-1} مربوط به ارتعاشات انبساطی ذاتی فلز در سایت تتراهدال (Fe \rightarrow O) است.



شکل ۵: نتیجهٔ آزمون FT-IR نمونهٔ نیکل فریت گرافن اکساید

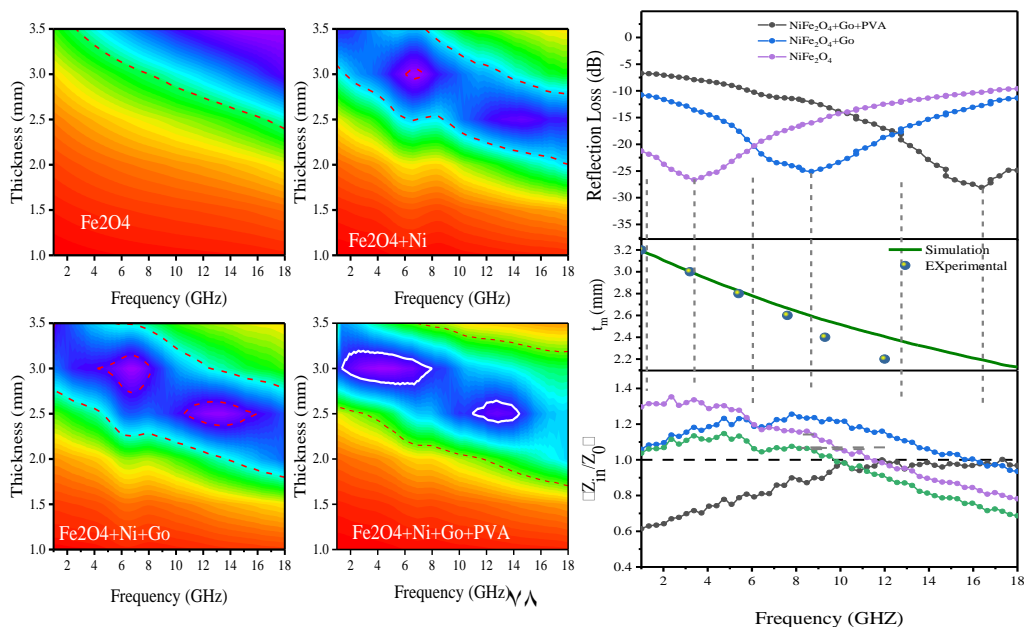
نتایج آنالیز VSM برای مواد فریت، فریت نیکل- فریت نیکل گرافن اکساید، فریت نیکل گرافن اکساید pv در شکل ۶ آورده شده است. با افزودن گرافن اکساید به نیکل مقدار مغناطش اشباع کاهش پیدا می‌کند که در راستای اهداف تولید ماده شیفتهندهٔ فاز است. در بین مواد فریت موجود در این شکل، ماده فریت باریم-گرافن اکساید pva/GO/NiFe2O4 دارای کمترین مقدار مغناطش اشباع Ms است که آن را به بهترین گزینه برای انتخاب به‌عنوان یک مادهٔ شیفتهندهٔ فاز می‌کند. دلیل این بهبود این است که با اضافه شدن سرب به ساختار، یک نقص در ساختار فریت اسپینل ایجاد می‌شود و این نقص می‌تواند مقدار نفوذپذیری مغناطیسی را تغییر داده و باعث شیفتهٔ یا تغییر فاز شود.



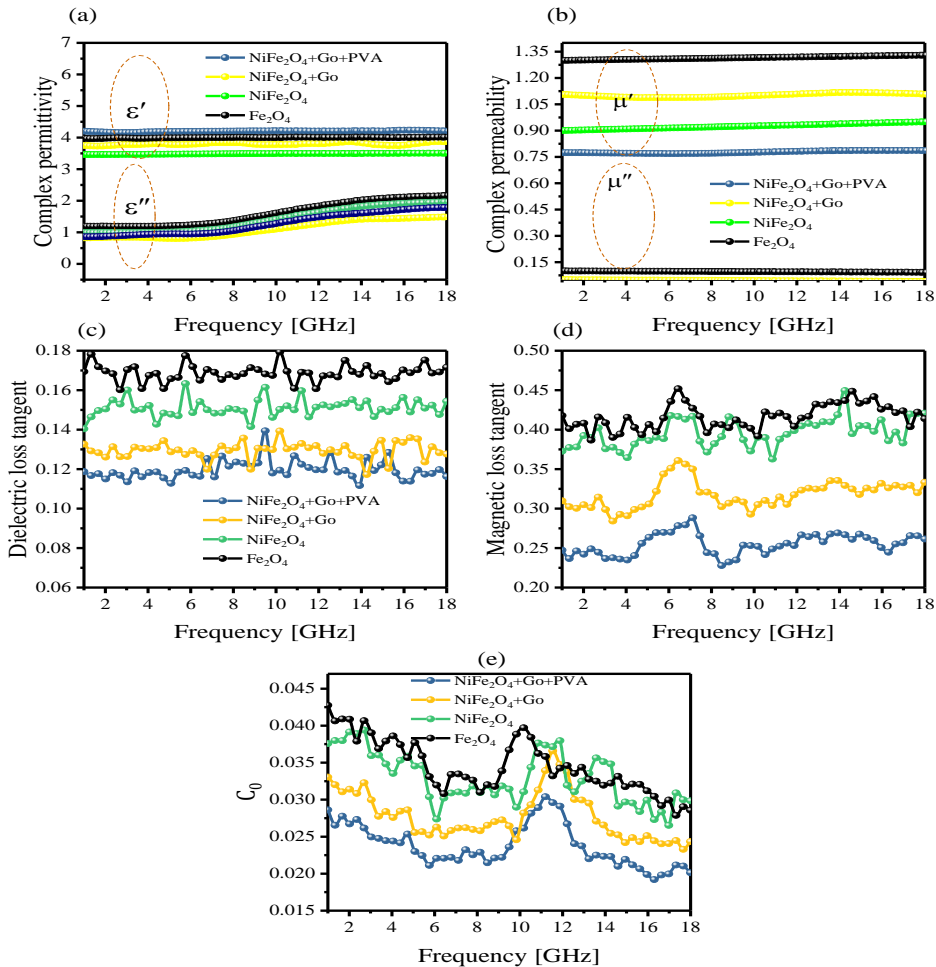
شکل ۶: نتیجه آنالیز VSM (حلقه هیستریسی)

۴. آزمون‌های الکترومغناطیسی

مقادیر حقیقی و موهومی گذردهی دی‌الکتریک (ϵ' و ϵ'') و نفوذپذیری مغناطیسی (μ' و μ'') از طریق انجام تست VNA و همچنین نوشتن کد الگوریتم NRW در نرم‌افزار متلب بدست آمدند. هدف اصلی از بدست آوردن این مقادیر، محاسبه میزان افت مغناطیسی و دی‌الکتریکی است که از طریق محاسبه تانژانت اتلاف یا تانژانت تلفاتی بدست می‌آید. پس از محاسبه مقادیر μ' ، μ'' ، ϵ' و ϵ'' و استفاده از نرم‌افزار متلب، تانژانت تلفاتی نیز بدست آمد. همانطور که در شکل ۷ نشان داده شده است، ضریب گذردهی دی‌الکتریک از مدل Deby electric relaxation پیروی می‌کند. مقدار گذردهی برای توسعه یک شیفت‌دهنده فاز از اهمیت زیادی برخوردار است.



شکل ۷: نتیجهٔ آنالیز الف) ضخامت بر حسب فرکانس در بازهٔ ۲ تا ۱۸ گیگاهرتز ب) امیدانس خروجی بر حسب ورودی و ضریب انعکاس



شکل ۸: گذردهی الکتریکی حقیقی و موهومی دی‌الکتریک فریت نیکل، گذردهی مغناطیسی حقیقی و موهومی دی‌الکتریک، شکل اتلاف موج بازگشتی فریت‌های نیکل گرافن اکساید

آنچنان‌که نمونه‌های تجاری‌سازی شده و مقالات نشان می‌دهند، در صورتی‌که مقدار ϵ' حدود ۱۵ باشد، می‌تواند باعث تغییر نفوذپذیری و جابجایی فاز موج شود. با افزودن گرافن اکساید به فریت نیکل و ساخت فریت NiFe₂O₄/GO مشاهده می‌شود که عدد نفوذپذیری در فرکانس ۱۰/۵۴ گیگاهرتز مقدار حقیقی نفوذپذیری خود را به ۹/۳ می‌رساند. دلیل این افزایش اضافه شدن گرافن

اکساید و ایجاد یک تفاوت در نحوه چینش عناصر در سلول واحد اسپینل است. نمونه $Go/PVA/NiFe2O4/GO$ که دارای مقدار ۱۰ درصد وزنی گرافن و ۱۰ درصد وزنی پلی وینیل الکل در کنار ۸۰ درصد وزنی فریت نیکل-گرافن است، بیشترین مقدار ϵ' را در باند فرکانسی ۲-۱۸ را دارد. دلیل این مورد بیشتر شدن اثر هم‌افزایی بین ذره کربنی و ذره فریتی است. بطور کلی دلیل افت در فرکانس‌های بالا، حالت تشدید مغناطیسی مربوط به قطبیده شدن اتمی و الکترونیکی است. شکل ۸ نیز گذردهی دی‌الکتریک فریت‌های $NiFe2O4/GO$ را نشان می‌دهد. قابل مشاهده است که حالت تشدید مغناطیسی مربوط به قطبیده شدن اتمی و الکترونیکی باعث افت دوباره ϵ' در فرکانس‌های بالاتر می‌شود.

تشکر و قدردانی

از تحصیلات تکمیلی دانشگاه پدافند هوایی خاتم الانبیاء(ص) که در این پژوهش همکاری نمودند تشکر و قدردانی می‌نماییم.

تعارض منافع

هیچ گونه تعارض منافع از سوی نویسندگان گزارش نشده است.

۵. نتیجه‌گیری

مواد سنتز شده فریت نیکل $NiFe2O4/GO$ پاسخ خوبی را به آزمون‌های مغناطیسی و دی-الکتریک نشان دادند. بعد از افزودن GO به فریت‌های نیکل و ساخت فریت‌های $NiFe2O4/GO$ ، یک آرایش متفاوت از چینش مواد در سلول واحد فاز اسپینل ماده بوجود آمد که باعث تغییر ضریب نفوذپذیری مغناطیسی ماده فریتی شد. با تغییر ضریب نفوذپذیری مغناطیسی ماده، موج ورودی در باند فرکانسی ۲-۱۸ گیگاهرتز دچار یک تغییر فاز یا همان شیفت فاز می‌شود که در واقع اصول کارکرد یک شیفت‌دهنده فاز فریتی است. مهم‌ترین آنالیزی که برای یک شیفت‌دهنده فاز گرفته می‌شود آنالیز VSM یا همان حلقه هیستریز است که نحوه مغناطیسی شدن ماده را نشان می‌دهد. ماده فریت $NiFe2O4/GO$ که پاسخ بهتری را نسبت به فریت $NiFe2O4$ در تست VSM از خود نشان داد، به‌عنوان یک گزینه مناسب برای استفاده به عنوان یک ماده شیفت‌دهنده فاز معرفی می‌شود. این پاسخ خوب نشأت گرفته از رفتار مغناطیسی شدن متفاوت این ماده، مغناطش اشباع کمتر آن می‌باشد. پارامتر دیگری که بر رفتار شیفت‌دهنده فاز مؤثر است اندازه ذرات و توزیع اندازه ذرات سنتز شده است. فریت $NiFe2O4/GO$ با داشتن یک توزیع ذرات همگن (با توجه به آنالیز SEM) و توزیع اندازه ذرات حدود $38/8$ نانومتر (با توجه به آنالیز هیستوگرام و XRD) پذیرفتاری مغناطیسی بسیار مناسبی را از خود نشان می‌دهد. با افزودن گرافن

(به‌عنوان یک ماده ابر رسانا) و پلیمر پلی وینیل الکل، میزان افت بازگشتی فریت G/PVA/ NiFe2O4/GO به کمتر از ۳۲/۸- دسی‌بل و برای فریت Go/PVA/ NiFe2O4/GO به کمتر از ۱۶/۸- کاهش یافت. بنابراین این مواد از لحاظ میزان افت نیز به موادی مناسب جهت استفاده به‌عنوان شیفت‌دهندهٔ فاز و دیگر کاربردهای میکروویو تبدیل شدند. با توجه به نتایج آنالیز VSM و VNA که این مواد پذیرفتاری مغناطیسی خوب، مغناطیس اشباع کم و مغناطش نرم که از خود نشان دادند و همچنین تغییر ضریب نفوذپذیری مغناطیسی در باند فرکانسی ۲ تا ۱۸ گیگاهرتز، این مواد را به گزینهٔ مناسب جهت بررسی و کاربرد در دیگر کاربردهای میکروویو مانند سیرکولاتور و غیره می‌کند.

۶. منابع

- [1] W. D. Callister, "Materials science and engineering: An introduction (2nd edition)," Mater. Des., vol. 12, no. 1, p. 59, 1991, doi: 10.1016/0261-3069(91)90101-9.
- [۲] فریت‌های مغناطیسی. انتشارات دانشگاه صنعتی مالک اشتر، ۱۳۹۷ ع. قاسمی،
- [3] M. Aggarwal and B. S. Matheru, "Virtual Prototyping and Development of Rotary Field Ferrite Phase Shifter," Def. Sci. J., vol. 66, no. 2, pp. 156–161, 2016, doi: 10.14429/dsj.66.9309.
- [4] A. J. Seeds, "Microwave photonics," IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 50, no. 3, pp. 877–887, 2002, doi: 10.1109/22.989971.
- [5] T. N. Ross, "Gallium Nitride Phase Shifters," 2015, [Online]. Available: <https://onchip.ca/phdthesis.pdf>.
- [6] R. R. Romanofsky, "1. Imp Phase Shifter," no. October, 2007.
- [7] S. P. Arrays, "Collimation of Row-and-Column," vol. 56, no. 11, pp. 8–11, 1968.
- [8] A. Mizobuchi and H. Kurebayashi, "Nonreciprocal Remanence Ferrite Phase Shifters Using the Grooved Waveguide," IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 26, no. 12, pp. 1012–1016, 1978, doi: 10.1109/TMTT.1978.1129537.
- [9] H. How, W. Hu, C. Vittoria, L. C. Kempel, K. D. Trott, and H. How, "Single-crystal yttrium iron garnet phase shifter at X band

Microwave and MM Wave Devices Thomas Crawford , Chairman
Single-crystal yttrium iron garnet phase shifter at X band,” vol. 4853, no.
1999, pp. 6–9, 2010, doi: 10.1063/1.370043.

[10] C. L. Hogan, “The Ferromagnetic Faraday Effect at Microwave Frequencies and its Applications: The Microwave Gyrator,” Bell Syst. Tech. J., vol. 31, no. 1, pp. 1–31, 1952, doi: 10.1002/j.1538-7305.1952.tb01374.x.

[11] NASA ’ s Technological Edge and Paving the Way for a New Era
PREPUBLICATION COPY Subject to Further Editorial Correction
NASA SPACE TECHNOLOGY ROADMAPS AND PRIORITIES
Restoring NASA ’ s Technological Edge and Paving the Way for a New
Era in Space. 2012.

[12] M. Abdullahi, S. Azis, N. Huda, and J. Hassan, “Results in Physics Structural and magnetic properties of yttrium iron garnet (YIG) and yttrium aluminum iron garnet (YAIG) nanoferrite via sol-gel synthesis,” Results Phys., vol. 7, pp. 1135–1142, 2017, doi: 10.1016/j.rinp.2017.02.038.

[13] A. M. M. Rivera, J. E. R. López, J. Munevar, E. B. Saitovitch, L. C. M. Aldana, and C. A. P. Vargas, “Synthesis and characterization of the structural and magnetic properties of the Sm³⁺- xGdxFe₅O₁₂(x = 0.0–1.0) garnets using solid-state reaction and citrate methods,” J. Alloys Compd., vol. 12, p. 157883, 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.157883.

[14] M. Zeng, “CO-precipitation synthesis of iron-containing garnets Y₃Al₅-xFe_xO₁₂ and their magnetic properties,” J. Magn. Magn. Mater., vol. 393, pp. 370–375, 2015, doi: 10.1016/j.jmmm.2015.05.082.

[15] S. R. Naik and A. V. Salker, “Variation in the magnetic moment of Indium doped Ce_{0.1}Y_{2.9}Fe₅O₁₂ garnet relative to the site inversion,” J. Alloys Compd., vol. 600, pp. 137–145, 2014, doi: 10.1016/j.jallcom.2014.02.101.

[16] B. Huang, R. Ren, Z. Zhang, and S. Zheng, “The improvement of dispersibility of YIG precursor prepared via chemical coprecipitation,” J. Alloys Compd., vol. 558, pp. 56–61, 2013, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.01.037.