TÜBİTAK

# Mikrodalga Soğurucu nano-Malzemelerin (MİSONAM) Geliştirilmesi

**Program Kodu:** 1001

**Proje No:** 113F158

## Proje Yürütücüsü:

Prof. Dr. Bekir AKTAŞ

Araştırmacı:
Prof. Dr. Abdulhadi BAYKAL
Doç. Dr. Hüseyin KAVAS

Bursiyerler:
İbrahim Saim ÜNVER
Serdar GÖKÇE
Büşra ERASLAN

MART 2016
KOCAELİ

## ÖNSÖZ

Yüksek frekanslı (GHz) elektromanyetik cihazların kullanım yoğunluğunun artması bu cihazların üretim, kontrol, kullanım ve denetlenmesi alanında büyük ihtiyaç ve gereksinimler doğurmaktadır. Elektromanyetik uyumluluk, sivil ve savunma amaçlı soğurucu ve kalkanlayıcı malzeme ihtiyacı bu alanlardaki araştırmaların önemini artırmaktadır.

Bu proje ile genelde elektromanyetik soğurucu malzemelerin nano yapılar ile geliştirilmesi özelde ise Elektromanyetik Uyumluluk testlerinin yapıldığı karanlık oda kaplaması pramidal ve diğer şekillere sahip soğurucu yapıların nano malzemeler ile geliştirilmesidir. Çok çeşitli manyetik nano malzemeler, mikron boyutlu farklı dolgu malzemeler ile plaka şeklii ve pramit yapılı soğurucu süngerler olarak tasarlanmış ve üretilmiştir. Ayrıca bu malzemelerin gerekli yapısal, manyetik ve mikrodalga soğuruculuk özellikleri proje kapsamında ölçülerek değerlendirilmiştir.

Bu araştırma projesi TÜBİTAK (113F158) tarafından “Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Projelerini Destekleme Programı” kapsamında 15 Eylül 2013 - 15 Mart 2016 tarihleri arasında desteklenmiştir.

Prof. Dr. Bekir AKTAŞ
Proje Yürütücüsü

# ÖZET

Gelişen endüstriyel ve teknolojik cihazlarda yüksek frekanslı (GHz) elektromanyetik dalga bileşenleri kullanımı yoğun olarak artmaktadır. Bu tür cihazların üretim, kontrol, kullanım ve denetlenmesi alanında büyük ihtiyaç ve gereksinimler bulunmaktadır. Elektromanyetik uyumluluk, sivil ve savunma amaçlı soğurucu ve kalkanlayıcı malzeme ihtiyacı bu alanlardaki araştırmaların önemini artırmaktadır. Bu bilgiler ışığında temel olarak nano yapılar ile elektromanyetik soğurucu özellikli malzemelerin geliştirilmesi ve Elektromanyetik Uyumluluk test odalarının iç kaplaması olarak kullanılan pramit yapılıların nano boya pigmentleri ile desteklenerek soğurma kapasiteleri araştırlmıştır. Proje kapsamında M tipi Ba, Sr ve Pb hegzaferrit ve Fe, Zn, Co, Mn ve Ni spinel ferrit veya ara bileşikleri nano manyetik toz şeklinde elde edilmiştir. Sol-jel otoyakma, Sitrat sol-jel, Birlikte Çöktürme, Hidrotermal ve Bilyalı değirmende öğütme gibi yöntemler bu nanotozların üretilmesinde kullanılmıştır. Nano mayetik tozların Pani, Ppy ve Pthi gibi kötü iletken polimerler ile kaplanarak mikrodalga frekasnlarda dielektrik ve manyetik geçirgenlik gibi özelliklerinin değişimleri incelenmiştir. Üretilen malzemelerin kristal yapıları, morfolojik yapıları, manyetik özellikleri incelenmiş daha sonra küçük miktarlarda örneklerin mikrodalga frekansta kompleks dielektrik permitivitesi ($\varepsilon' - j\varepsilon''$) ve manyetik permeabilitesi ($\mu' - j\mu''$) ölçülmüştür. Bu parametreler yardımıyla büyük ebatlarda elektromanyetik dalga soğurucu köpük yapılar üretiminde bilyalı değirmende öğütülen tozların kullanılmasına karar verilmiştir. Daha sonra bol miktarda üretilerek karbon dolgulu düz ve pramit yapılı süngerlere boya olarak uygulanmıştır. Farklı dolgu ve pramit yüksekliği parametreleri için analizler yapılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Nano-manyetik Kompozitler, Mikrodalga soğurucu malzemler, Hekzaferrit, Spinel ferrit

## ABSTRACT

In parallel to the improvement of industrial and technologic devices, the usage of electromagnetic wave components at GHz frequency band has been steadily increasing recently. There are great needs and requirements of fabrication, control and inspection of such devices for efective usage. The necesity of radar absorbing and/or schielding materials for electromagnetic compability, unmilitary and defence also makes researches on these areas even more important. In this project it is mainly aimed to improve the electromagnetic absorbers by nano metarials. The specific objective is to increase the performance of pyramidal absorbers used in inner wall surfaces of anechoic chambers by nano dye pigments. M type Ba, Sr and Pb hekzaferrites and Fe, Zn, Co, Mn and Ni spinel ferrites or their mixed molecular forms were obtained in nano sizes within the scope of this project. The proper synthesis methods such as sol-gel autocombustion, citrate sol-gel, coprecipitation, hydrothermal and ball milling were used. The nano magnetic powders were coated with electrically bad conductors of Pani, Ppy and Pthi. The crystalline structures and morphology of the nano composites have been determined by using x-ray diffarction, scanning and transmission electon microscopy techniques. The dc magnetic properties were studies by using vibrating sample magnetometry. The complex dielectric permitivity (ε′-jε″) and magnetic permeablity (μ′-jμ″) of the samples were analyzed at microwave frequency band. The proper conditions and metarial were determined and thus the plane and pyramidal absorbers were fabricated by looding (emprime technique) and dyeing nano-pigment. Also the electromagnetic wave reflection loss in the samples were measured for plane and pyramidal absorbers with different pyramide height and looding density of the active absorber.

**Keywords:** Nano-magnetic materials, Microwave absorbing material, Hexaferrites, Spinel Ferrites

TÜBİTAK

## İçindekiler


ÖNSÖZ ..... ii
ÖZET ..... iii
ABSTRACT ..... iv
İçindekiler ..... v
RESİM LİSTESİ ..... vii
TABLO LİSTESİ ..... x
1. GİRİŞ ..... 1
1.1. Manyetik Nano Radar Soğurucu Kompozitler ..... 1
1.2. Çok Katmanlı Ve/Veya Farklı Yüzey Şekillerine Sahip Radar Soğurucular ..... 2
1.2.1. Piramit Şekilli Soğurucular ..... 4
1.2.2. Kama (Wedge) Şekilli Soğurucular ..... 4
1.2.3. Yankısız Oda Kaplaması ..... 5
2. GEREÇ ve YÖNTEM ..... 6
2.1. Sentez Yöntemleri ..... 6
2.1.1. Sol-jel otoyakma yöntemi ..... 6
2.1.2. Sitrat sol-jel sentez yöntemi ..... 6
2.1.3. Birlikte Çöktürme Yöntemi ..... 7
2.1.4. Hidrotermal yöntem ..... 7
2.2. Analiz Yöntemleri ..... 7
3. BULGULAR ..... 9
3.1. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ ve $Zn_xMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ nanoferritler ..... 9
3.1.1. SEM ve EDX analizi ..... 9
3.1.2. DC manyetizma ..... 11
3.1.3. Kristal Yapı analizi ve katyon dağılımı ..... 14
3.1.4. Dielektirik geçirgenlik, manyetik geçirgenlik ve yansıma kayıp hesaplamaları ..... 20
3.2. $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ çekirdek kabuk yapılı nano malzemeler ..... 22
3.2.1. Kristal Özellikler ..... 22
3.2.2. Kızılötesi Spektrum Analizi ..... 23
3.2.3. Elementel Analiz ..... 23
3.2.4. Morfolojik Özellikler ..... 23
3.2.5. Manyetik Özellikler ..... 24
3.3. M tipi Hexaferrit-Polimer nano Kompozitler ..... 25
3.3.1. Kristal Özellikler ..... 25
3.3.2. Parçacık Morfolojisi ..... 31
3.3.3. Manyetik Özellikler ..... 32
3.3.4. Dielektirik geçirgenlik, manyetik geçirgenlik ve yansıma kayıp hesaplamaları ..... 36
3.3.5. Politiofen Kaplı Spinel Ferrit nanokompozitler - $MFe_2O_4$@Pthi (M= Fe, Mn ve Co) 39
3.3.6. Kristal Özellikler (XRD) ..... 40
3.3.7. Parçacık Morfolojisi ..... 41
3.3.8. Manyetik Özellikler ..... 42
3.3.9. Dielektirik geçirgenlik, manyetik geçirgenlik ve yansıma kayıp hesaplamaları ..... 43
3.4. Farklı Polimer (Pani, Ppy, Pthi) kaplı Magnetit Nanokompozitler ..... 44
3.4.1. Kristal Özellikler (XRD) ..... 44
3.4.2. Parçacık Morfolojisi ..... 45
3.4.3. Manyetik Özellikler ..... 47
3.4.4. Dielektirik geçirgenlik, manyetik geçirgenlik ve yansıma kayıp hesaplamaları ..... 48
3.5. Mikron boyuttan öğütme ile elde edilen nano Ba hegzaferritler ..... 51
3.6. Modellemeler ..... 55
3.6.1. Dalga Kalavuzu Modellemeleri ..... 55
3.6.2. Açık Alan Modellemeleri ..... 59
3.7. Büyük ebatlarda soğurucu malzemeler ..... 65

3.7.1. Palaka şekilli yapılar.....66
3.7.2. Pramit şekilli yapılar .....69
3.7.3. nano boya uygulanmış soğurucular.....75
4. SONUÇ.....78

.

TÜBİTAK

## RESİM LİSTESİ


Şekil 1. SEM resimleri: $Cu_{(1-x)}Zn_{(x)}Fe_2O_4$ (a) x=0.0, (b) x=0.2, (c) x=0.4, (d) x=0.6, (e) x=0.8, and (f) x=1.0. ..... 9
Şekil 2. $Cu_{(1-x)}Zn_{(x)}Fe_2O_4$ EDX analiz sonuçları ..... 10
Şekil 3. SEM resimleri: $Zn_xMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ NP burada x = (a) 0.0, (b) 0.2, (c) 0.4, (d) 0.6, (e) 0.8, ve (f) 1.0. ..... 10
Şekil 4. $Zn_xMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ EDX analiz sonuçları ..... 11
Şekil 5. (A) ZnxCu(1-x)Fe2O4 ve (B) ZnxMn(1-x)Fe2O4 (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0)' in oda sıcaklığında manyetik histerisis garfikleri ..... 12
Şekil 6. Oda sıcalığında Mr, Ms, Hc' nin Zn miktarına bağlı olarak değişimi (A) $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (B) $ZnxMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ ..... 13
Şekil 7. $Zn_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) nanoparçaıklarının XRD desenleri ..... 15
Şekil 8. $Zn_xMn_{1-x}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) nano-toz numunelerin XRD toz desenleri ..... 16
Şekil 9. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ için birim hücre parametresinin ve X-ışın difraksiyonundan hesaplanan yoğunluğunun katkılanma oranı ile değişimi. ..... 17
Şekil 10. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0.) için katyon dağılım diagramı ..... 18
Şekil. 11. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) için katkılanma oranı, x'e bağlı olarak Oksijen konumsal parametreleri ..... 19
Şekil 12. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) için katkılanma oranı, x'e bağlı olarak octahedral ve tetrahedral bölgedeki iyon yarıçapları ..... 19
Şekil 13. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) için katkılanma oranı, x'e bağlı olarak Tetrahedral ve Oktahedral bölgedeki katyon-anyon bağ uzunluğu ..... 19
Şekil 14. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) için Tetrahedral köşe uzunluğu, paylaşımlı ve paylaşımsız oktahedral köşe uzunluğunun Zn katkısına (x) göre değişimi. ..... 20
Şekil 15. Kompleks dielektrik ve manyetik geçirgenlik katsayıları $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) ..... 21
Şekil 16. Yansıma Kayıpları: $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ NPs ( x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, ve 1.0) ..... 21
Şekil 17. XRD grafikleri. (a) $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (hidrotermal), (b) $SrFe_{12}O_{19}$ / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (birlikte çöktürme), (c)$SrFe_{12}O_{19}$, (d) $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ ..... 22
Şekil 18. Kızılötesi spektrumları: (a) $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (hidrotermal), (b) $SrFe_{12}O_{19}$ / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (hidrotermal) FT-IR spektrumları ..... 23
Şekil 19. (A) Hidrotermal ve (B) Birlikte çöktürme yöntemi ile sentezlenen $SrFe_{12}O_{19}$ / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit in TEM ve EDS resimleri ..... 24
Şekil 20. $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (hidrotermal), (b) $SrFe_{12}O_{19}$ / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (hidrotermal) ve $SrFe_{12}O_{19}$ un oda sıcaklığı M-H garfikleri ..... 25
Şekil 21. Farklı PMMA / BaM oranlarında hazırlanan numunelerin XRD desenleri ..... 26
Şekil 22. Farklı PMMA / SrM oranlarında hazırlanan numunelerin XRD desenleri ..... 28
Şekil 23. Farklı PMMA / PbM oranlarında hazırlanan numunelerin XRD desenleri ..... 30
Şekil 24. Farklı PMMA / BaM oranlarında hazırlanan numunelerin SEM görüntüleri ..... 31
Şekil 26. Farklı PMMA / PbM oranlarında hazırlanan numunelerin SEM görüntüleri ..... 32
Şekil 27. Üretilen Ba hegzaferrit numunelerinin oda sıcaklığındaki mıknatıslanmanın dış alana göre değişimi ..... 33
Şekil 28. Üretilen Sr hegzaferrit numunelerin oda sıcaklığındaki manyetik histeri eğrileri ..... 35
Şekil 29. Üretilen Pb hegzaferrit numunelerin oda sıcaklığındaki manyetik histeri eğrileri ..... 36
Şekil 30: Farklı PMMA oranlarında üretilmiş BaM nanotozlarına ait ε' , ε'' , μ' ve μ'' parametreleri ..... 37
Şekil 31: Farklı PMMA oranlarında üretilmiş SrM nanotozlarına ait ε' , ε'' , **μ'** ve **μ''** parametreleri ..... 38

Şekil 32: Farklı PMMA oranlarında üretilmiş PbM nanotozlarına ait ε' , ε'' , μ' ve μ'' parametreleri ..... 38
Şekil 33: Farklı PMMA oranlarında üretilmiş BaM,SrM ve PbM nanotozlarına ait yansıma kayıp eğrileri ..... 39
Şekil 34. Üretilen polythiphene spinel ferrit numunelerin XRD desenleri ..... 40
Şekil 35. Üretilen Pthi kaplı spinel ferrit numunelerinin SEM ve TEM görüntüleri ve parçacık boyut dağılım histogramı ..... 41
Şekil 36. Üretilen Polythiphene Spinel Ferrit numunelerin VSM Eğrileri ..... 42
Şekil 37. Polythiphene spinel ferrit kompozitlerin yansıma kayıp eğrileri ..... 43
Şekil 38. Üretilen farklı polimer kaplı magnetit numunelerin XRD desenleri ..... 45
Şekil 39. Üretilen farklı polimer kaplı magnetit numunelerin SEM, TEM resimleri ve parçacık boyut dağılım histogramları ..... 46
Şekil 40. Üretilen farklı polimer ortamda ki spinel ferrit numunelerin VSM eğrileri ..... 47
Şekil 41. $Fe_3O_4$ ve farklı polimer kaplı kompozitlerinin yansıma kayıp eğrileri ..... 49
Şekil 45. K125b4s400d XRD deseni ve ICDD-33-1340 referans pikleri ..... 52
Şekil 46. Farklı bilye miktarlarında öğütmede elde edilen parçacık boyut dağılımı. ..... 53
Şekil 47. Farklı öğütme devrinin parçacık boyutuna etkisi ..... 54
Şekil 48. Farklı öğütme süreleri için tanecik boyutu analizi ..... 54
Şekil 49. Öğütme sonrası optimize edilen şartlar ile başlangıç tozunun boyut analizi ..... 55
Şekil 50. 12.4 – 18 GHz (Ku Bant) kapalı dalga kılavuzu iletim hattı ve modellemesi ..... 56
Şekil 51. Kapalı dalga kılavuz yöntemi ile simülasyonu gerçekleştirilen mikrodalga soğurucu malzemenin boyutları ve perspektif görüntüsü ..... 56
Şekil 52. Mikro Nikel yapıdaki numunelerin ölçüm ve modellemesine ait S11 ve S21 eğrileri ..... 57
Şekil 53. Mikro yapıda demir-nikel karıştırılan numunelerin ölçüm ve modellemesine ait S11 ve S21 eğrileri ..... 58
Şekil 54. Mikro karbon-demir-nikel karıştırılan numunelerin ölçüm ve modellemesine ait S11 ve S21 eğrileri ..... 58
Şekil 55. Mikro yapıdaki demir numunelerin ölçüm ve modellemesine ait S11 ve S21 eğrileri ..... 59
Şekil 56. Mikrodalga soğurucu malzeme üretim ve modelleme aşamaları ..... 60
Şekil 57. Düz plaka şeklindeki numunelerin CST modelleme görüntüleri (sol) 5.1 cm kalınlıklı soğurucu Poliüretan kauçuk soğurucu (sağ) 2 mm kalınğında nano boya sürülmüş soğurucu ..... 61
Şekil 58 Piramit numunelrin CST moelleme görüntüleri (üst) mikro nikel tozları emdirilmiş piramit soğurucu (alt) 2 mm kalınğında nano boya sürülmüş piramit kompozit soğurucu ..... 62
Şekil 59. Modellenen piramit soğurucu malzemenin perspektif görüntüsü ve boyutları ..... 63
Şekil 60. Katkısız, nano boya sürülmüş ve ticari piramit soğurucu numunelere ait S11 yansıma eğrisi ..... 63
Şekil 61. Tek piramit yapılı demir ve Sr hegzaferrit soğurucu malzemeler ile teflona ait güç soğurma yoğunlukları görüntüsü ..... 64
Şekil 63. 8.2-12.4 GHz frekans aralığında soğurucu malzemelerin yansımalarının ölçüldüğü X bant açıya bağlı ölçüm düzeneği tasarımı. ..... 65
Şekil 64. Kestamit ve ahşap malzemlerden yapılmış arch yansıma ölçüm düzeneği ve farklı ebatlardaki pramit soğurucuarın resimleri (sol) pramit örneklerden birinin ölçüm anı (sağ) ..... 65
Şekil 65. Karbon toz dolgu miktarı arttıkça yansıma kaybındaki değişim ..... 66
Şekil 66. İkinci defa dolgulamanın yansıma kaybına etkisi ..... 67
Şekil 67. İkinci defa dolgulamada karbon dolgu toz miktarının yansıma kaybına etkisi ..... 68
Şekil 68. İkinci defa dolgulamada karbon ve hexaferrit dolgu farkı ..... 68
Şekil 69. Beyaz 14 densite sünger kesim hatları ..... 69
Şekil 70. Pramit yapılı süngerlerin dolgu sonrası boyanma öncesi (üst) ve boyama aşamasındaki (alt) resimleri ..... 70
Şekil 71. Pramit süngerlerin boyanmış halleri ..... 71

Şekil 72. Farklı toz dolgularla hazırlanmış h165 pramit yapısında yansıma kayıp ölçümleri..72
Şekil 73. Karbon (C) ve diğer tozlarla karışımın yansıma kayıp etkisi.....73
Şekil 75. Nikel (Ni) ve diğer tozlarla karışımın yansıma kayıp etkisi.....74
Şekil 76. En verimli yansıma kayıp eğrisine sahip dolgu malzemelerin karşılaştırılması .....74
Şekil 77. Farklı yükseklige ait pramitlerin yansıma kayıp performansları .....75
Şekil 78. Plaka şekilli soğuruculardа nano boya etkisi.....76
Şekil 79. Pramit şekilli soğuruculardа nano boya etkisi .....76

.

## TABLO LİSTESİ

Tablo 1. $Cu_{(1-x)}Zn_{(x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0) için EDX analiz sonuçları .....10
Tablo 2. $Zn_xMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0) için EDX analiz sonuçları .....11
Tablo 3. $Mn_{(1-x)}Zn_{(x)}Fe_2O_4$ in manyetik parametreleri .....14
Tablo 4. $Zn_{(x)}Cu_{(1-x)}Fe_2O_4$ in manyetik parametreleri .....14
Tablo 5. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ yapısına ait kristal ve birim hücre boyutu .....15
Table 6. $Zn_xMn_{1-x}Fe_2O_4$ yapısına ait kristal ve birim hücre boyutu.....16
Tablo 7. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ için katyon dağılım hesaplamaları .....18
Tablo 8. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) için yapısal parametreler .....20
Tablo 9. Hidrotermal yöntemle sentezlenen $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit için ICP sonuçları .....23
Tablo 10. SrM/Ni-ferrit numunelerine ait manyetik parametreler.....25
Tablo 11 BaM hegzaferritlerinden alınan XRD deseninden hesaplanan hücre parametreleri ve hacim.....27
Tablo 12 BaM nanotozlarına ait XRD deseninden elde edilen 2θ değerleri, (hkl) düzlemleri arası mesafe d .....27
Tablo 13: SrM nanotozlarına ait XRD deseninden elde edilen 2θ değerleri, (hkl) yüzeyleri arası mesafe d .....29
Tablo 14 PbM nanotozlarına ait XRD deseninden elde edilen 2θ değerleri, (hkl) yüzeyleri arası mesafe d .....30
Tablo 15 Farklı PMMA oranlarına sahip BaM, SrM, ve PbM kompozit NP için hesaplanan Hc, Ms, Mr ve Mr/Ms değerleri.....34
Tablo 16. XRD deseninden hesaplanan hücre parametreleri ve onlara ait hacim değerleri. .41
Tablo 17. XRD deseninden hesaplanan hücre parametreleri ve onlara ait olan hacim değerleri. .....45
Table 18. Kompleks permittivity and permeability değerleri (10 Ghz) .....48
Tablo 19. Bilyalı değirmenle elde edilen ürün kodları ve öğütme şartları .....53
Table 20. Palaka şekilli soğurucu süngerlerin dolgu özellikleri ve kodları .....66
Tablo 21. 14 densite, beyaz, yanmazlık emdirilmemiş süngerlerin ebatları ve dolgu oranları .....69

.

# 1. GİRİŞ

Literatür özeti, radar soğurucu manyetik nano kompozitler ve çok katmanlı ve/veya farklı yüzey şekillerine sahip soğurucular olmak üzere, iki kısımda aşağıda özetlenmiştir.

## 1.1. Manyetik Nano Radar Soğurucu Kompozitler

Yapılan Literatür Çalışmalarında birçok soğurucu malzeme türü ve bunların üretim metodu bulunmaktadır. Ancak son zamanlarda geniş band ve yüksek soğuruculuga sahip olan malzemeler genellikle çoğunda dielektrik ve manyetik malzemeler içerir. Bu sebeple literatürde manyetik malzeme katkılı feritler üzerine oldukça fazla araştırma yer almaktadır. Yapılan çalışmalarda manyetik soğurucu malzemelerin uygulanabilir frekans band aralığını artırmak en önemli hedeflerden birisi olarak ele alınmıştır. Bunun için, manyetik malzeme katkılı ferrit yapılar, polimer içerisine katkılanmış ferrimagnetler, çok katmanlı kompozit yapılar gibi birçok teknik denenmiştir [1 - 3].

Etkili bir elektromanyetik alan soğurucu (EM) malzemenin tasarımında elektrik ve manyetik alan bileşenlerinin malzeme içerisinde kontrol edilebilmesi oldukça büyük önem arz etmektedir. Malzemenin EM (dielektrik ve manyetik) özelliklerinin iyileştirilmesi rezonans ve relaksasyon (relaxation) olaylarının daha etkin hale getirilmesiyle mümkün olabilmektedir. Özellikle hekzagonal ferritler, çalışma aralığındaki mikrodalga bölgesinde sahip olduğu özelliklerinden dolayı, EM soğurma için kullanılmakta ve üzerinde yoğun araştırmalar yapılmaktadır.

Literatürde manyetik malzemelerden Ni, Zn, Mn-$Fe_2O_4$ gibi spinel yumuşak ferritlerin yanı sıra, M-tipi hekzagonal sert ferritlerin de (Ba, Sr, Pb-$Fe_{12}O_{19}$) EM dalga soğurucu özelliğe sahip olduğunu gösteren çalışmalar mevcuttur [4-13]. Yumuşak spinel ferritlerde 1-3 GHz aralığında EM dalga soğurma olurken, sert hekzagonal ferritlerden olan M-tipi hekzagonal ferritlerde 3-18 GHz frekans aralıklarında EM dalga soğurma gerçekleşmektedir. Bundan dolayı, hekzagonal ferritler, çalışma aralığındaki mikrodalga bölgesinde sahip olduğu özelliklerinden dolayı, EM soğurma için kullanılmakta ve üzerinde yoğun araştırmalar yapılmaktadır. Yapılan çalışmalarda yüksek ferromanyetik rezonans frekansına sahip mikrodalga soğurucu M-tipi hekzaferritlerin, kristal yapısında var olan Fe ve/veya Ba atomlarının yerine Zn-Ti, Ti-Cu, Ni-Zr, Co-Mo gibi iyonlar katkılanarak doyum manyetizasyonu, koersif alan değeri, anizotropi sabiti ve ferromanyetik rezonans frekansının değiştirilebildiği görülmüştür[14-18]. Yine son yapılan çalışmalarda manyetik ve elektrik dipoller yalıtkan malzemeler yerine iletken polimerlerle kaplanarak EM dalga sönümlendiriciler oluşturulmaya çalışılmış ve oldukça iyi sonuçlar elde edilmiştir[19-24]. Polianilin, polipirol ve poliltiyofen türü iletken polimerlerinin EM dalga sönümlendirme

amacıyla kullanımına dair literatürde çalışmalar mevcuttur [25]. Bu polimerlerden en çok kullanılanlarından ikisi eşsiz katkılama mekanizması, iletkenliğinin kontrol edilebilmesi ve ısısal kararlılığı ile mükemmel fiziksel ve kimyasal özelliklerinden dolayı polianilin (PANI) ve polipirol (PPy) dür [26-33]. Polimer üzerine nanometal kaplanmış kompozit tekstil yapılarda ise tüm EM dalga tabakalardaki parçacıklar arası yansımalar yoluyla sönümlenmekte ve bu şekilde soğurucu ve perdeleyici olarak kullanımı mümkün olabildiği yapılan ön çalışmalardan belirlenmiştir. İletken polimerler sahip oldukları mekanik özelliklerin yanı sıra, nanometal ve polimer fiber ortamları arasında ki uyumsuzluk problemlerini önleyici özelliğiyle soğurucu ve perdeleyici kompozit yapılarda çokça kullanılmaktadır [34,35]. Kimyasal özellikleri ve ayarlanılabilir fiziksel özelliklerinden dolayı Poliakrilinitrile (PAN) lerin kullanımları ise diğer iletken polimerlerin kullanımından daha yaygındır [24, 25]. Literatürde var olan çalışmalardan da anlaşılabileceği gibi nano yapılar ve iletken polimerler soğurucu malzemelerde önemli rol oynamaktadır. Katkılandıkları malzemelerde yüksek frekanslarda ve önemli ölçüde soğuruculuğu arttırmışlardır. Örneğin; polyaniline/$Co_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ nano kompozit yaklaşık 70 nm civarı boyutlarda nano yapılardan meydana getirilmiş 2 mm kalınlığındaki numuneler 8.2 GHz – 26.5 GHz aralığında ki mikrodalga ölçümlerinde 22.4 GHz'de Reflection Loss değeri – 39.9 dB civarına kadar yükseltilebilmiştir. Bu tür malzemeler PAni ile katkılandırılınca birden fazla soğurma piki gözlenmiştir. Bu da daha geniş alanlarda soğurma gerçekleşmesini sağlamaktadır[28]. Bu nedenle tasarlanacak olan soğurucu malzemelerde bu özellikleri içermesi açısından bu tip polimer malzemelerin kullanılması ön plana çıkmıştır. Bu malzemelerin yüzeyinin istenilen metallerle kaplanmasında Kimyasal buhar biriktirme (CVD), Sıçratma (Sputtering) [26] ve Akımsız kaplama (electroless plating) [27] gibi pek çok metot kullanılmaktadır.

### 1.2. Çok Katmanlı Ve/Veya Farklı Yüzey Şekillerine Sahip Radar Soğurucular

Radar kesit alanı (RCS) bir nesneden saçılan elektromanyetik dalganın ölçüsüdür ve hedef nesnenin cinsine, şekline, mutlak büyüklüğüne, dalgaboyuna göre göreceli büyüklüğüne ve gelen dalganın hedef nesne ile yaptığı açıya bağlıdır. Malzemeden yansıyan elektromanyetik dalganın düşük seviyelerde olması için o malzemenin düşük RCS'na sahip olması gerekir. Bu nedenle soğurucu malzemeler farklı şekillerde tasarlanarak üzerine düşürülen electromanyetik sinyalin farklı açılarda kırınıma uğratılmasıyla yansıma kaybı minimuma indirilmeye çalışılır[36].

Soğurucu malzemeler başlıca: graded dielektrik soğurucu & empedans uyumlu soğurucu ve rezonans soğurucu olmak üzere iki sınıfa ayrılırlar. Soğurucu malzeme yüzeyine çarpan elektromanyetik dalganın yansıma katsayısı, gelen ve yansıyan ortam arasındaki empedans farkının büyüklüğü ile orantılıdır. İyi bir soğurucu malzemede, malzeme yüzeyinin empedansı(transmitting media) ile gelen ortamın (incident media) empedansının uyumlu

olması gerekir. İki ortam arasındaki empedans uyumsuzluğunu azaltmak için graded dielektrik soğurucular kullanılır. Graded dielektrik soğurucular başlıca pyramidal, tapered ve matching olmak üzere üç farklı yapıda geliştirilmiştir.

Graded soğurucuların temel çalışma prensibi yansıma kaybını düşürmek amacıyla boş uzayın empedansından souğurucu malzemenin empedansına azar azar geçiş sağlamaktır. Bu soğurucuların yüzeyinde malzemenin empedansı havanın empedansına (377ohms) yakındır ve yüzeyden içerlere gittikçe yavaş yavaş azalır. Genel olarak graded soğurucular iletken karbonların poliüretan köpük içerisine emdirilmesiyle oluşturulur. Bu tür soğurucuların soğurma seviyeleri -40dB (%99.99 soğurma) ve -50dB (%99.999 soğurma) aralığından olmaktadır[37,38].

Piramit ve wedge yapılı soğurucular graded dielektrik soğurucuların en iyi bilinen türleridir. Piramidal soğurucular base yapının yüzeyinde koni veya piramit yapıların belli aralıklara dizilmesiyle oluşur. Soğurucu yapının küçük veya dalgaboyunun büyük olduğu durumda soğurucu üzerine gönderilen EM sinyal ani empedans değişikliği ile karşılaşacağı için, piramit yapının yüksekliği ve periyodikliği çalışılan dalgaboyunun katları olacak şekilde tasarlanır. Bu nedenle piramit soğurucular minimum çalışma frekansına sahiptirler ve bu frekanstan yüksek frekanslarda soğurma oranı yüksektir. Bununla birlikte çalışılan dalgaboyunun birkaç katı uzunluğuna sahip piramidal soğuruculardа 50dB'den yüksek soğurma seviyesi elde edilebilir. Piramit yapılı soğurucuların dezavantajları kalın ve kırılgan olmasıdır.

Tapered soğurucular (tapered loading absorber) yüksek soğuruculu katmanın düşük soğuruculu katmanla karıştırılmasıyla oluşturulur. Tapered soğurucu çeşitlerinden biri hücresel boşluklu köpük veya 3-d plastik ağın soğurucu malzemeye daldırılmasıyla yapılır. Diğer türü ise soğurucu malzeme karışım oranının bir ucundan diğer ucuna elektromanyetik girişim (Electromagnetic interference-EMI) yönünde azar azar artmasıyla oluşur. Tapered soğurucu malzemeler piramit soğuruculara göre daha incedir fakat soğurma oranları daha düşüktür.

Matching soğurucuda hava ile soğurucu katman arasına geçiş katmanı yerleştirilir. Geçiş katmanı iki ortam arasındaki uyumluluğu sağlayacak empedans değerinde ve kalınlıktadır. Temel amaç yerleştirilen iki katmanın birleşiminden oluşan empedans değerinin gelen ortamın empedans değerine eşit olmasıdır. Geçiş katmanının kalınlığının katman içersinde yayılan elektromanyetik sinyal dalgaboyunun çeyreğine (quarter wavelength) eşit olduğunda uyumluluk (matching) sağlanır. Bu nedenle empedans uyumluluğu optik kalınlığa eşit olunan frekans değerlerinde gerçekleştiği için matching soğurucu dar band soğurucudur.[39,40]

Soğurucu malzeme geliştime aşaması şu şekildedir: İlk önce dielektrik ölçüm tekniği ile kullanılacak malzemenin dieletkrik özelliği belirlenir. Ardından 3D elektromanyetik yazılım yardımıyla ölçümü yapılan malzemenin dielektrik özelliği kullanılarak farklı şekillerde

soğurucu malzemeler tasarlanır. Son olarak malzemenin yansıma kaybı analiz edilir [41]. Yankısız oda kaplamalarında genellikle piramidal, kama (wedge) ve düz (flat) soğurucular kullanılır[42]. İyi bir piramit yapılı μSM için gerekli şart -10dB değerinin altında yansıma kaybına sahip olmasıdır. Fakat performans soğurma oranının -30dB değerinin altında olması arzu edilir. Mikrodalga soğurucu malzemenin soğurma özelliği malzemenin dielektrik özelliğine, boyutlarına, geometrik yapısına, ortamın ve soğurucunun sıcaklığına bağlıdır[43-45].

### 1.2.1. Piramit Şekilli Soğurucular

Piramit ve kama (wedge) şekilli soğurucular yüksek soğurma özelliğine sahip oldukları için çalışmamızda daha detaylı incelenecektir. Piramit yapılı soğurucular taban kısımları değiştirilerek üçgen-kare-hekzagonal tabanlı olarak farklı türden kompozitler oluşturulur [44,46]. Farklı tabanlı soğurucular farklı soğurma oranları verir. Dielektrik permitivite değerinin 2 olduğu ikizkenar üçgen tabanlı μSM 5-10 GHz frekans aralığında -47.09dB yansıma kaybı verirken, aynı permitivite ve aynı frekans aralığı için kare tabanlı μSM -44.17dB yansıma kaybı vermektedir[46]. Piramit soğuruculardа piramit tepesinin kesilip budanmasıyla Kesik (truncated) Piramit Soğurucular oluşturulur. Karbon emdirilmiş normal, kaplama(coated) ve boşluklu (hollow) piramit soğurucular farklı oranlarda soğurma özelliği göstermektedirler[43]. Yansıma kaybının artmasında piramit şekillerinin etkisi olduğu gibi piramit yapıların arasındaki uzaklıkta önemlidir. Piramitler arasındaki mesafenin küçük olduğu duble piramit soğurucu -40.47dB yansıma kaybı verirken, mesafenin daha büyük olduğu duble piramit soğurucu -39.95dB yansıma kaybı vermektedir[41]. Şekil etkisiyle piramit soğurucuların soğurma performansları arttırılabildiği gibi FSS denilen dirençli tabaka ile kaplanmış kompozit soğurucuların FSS boyutları, biçimi, kalınlığı ve cinsi değiştirilerek mikrodalga soğurma oranı ve frekansı değiştirilebilmektedir[47]. Bununla birlikte piramit soğuruculardа kullanılan nano tozların çeşidi soğurma frekansını belirlemektedir. Nİ-Zn ferrit ile katkılandırılan piramit soğurucu yüksek frekans bandında, Karbonil Fe tozdan oluşan piramit soğurucu düşük frekans bandında soğurma gerçekleştirmektedir[48].

### 1.2.2. Kama (Wedge) Şekilli Soğurucular

Kama soğurucuların üst kenar uzunluğunun taban uzunluğundan daha kısa olduğu soğuruculara Eğik Kama Soğurucular (Oblique Wedge Absorber) denir. Bu tür soğurucular yankısız oda kaplamalarında EM sinyal ile temas eden toplam yüzey alanını arttırmak amacıyla W-X-Y-Z dizilimlerinde kullanılırlar[49]. Piramit yapılı soğurucular da olduğu gibi kama yapılı soğurucular da uçlarından kesilerek Kesik Kama Soğurucular elde edilir. Kama soğurucunun tepe kısmının ekstra tabaka ile kaplanması ile elde edilen soğurucunun normal kama soğurucu ile benzer yansıma kayıplarına sahip olduğu gözlemlenmştir. Bununla birlikte

iç kımının oyulduğu Oyuk Kama Soğurucular (Hollow Wedge Absorber) geniş bantta diğer soğuruculara göre kötü soğurma performansı gösterirken, belli frekans değerlerinde yüksek yansıma kayıp piklerine sahiptir [43]. Ayrıca soğurucuların yüzey kısmının karesel kıvrımlarla kesildiği farklı kama soğurucular tasarlanmıştır [50]. Şekil etkisine sahip kompozit soğurucuları modelleme ve simulasyonları CST Microwave Studio yazılımı kullanılarak yapılır[41,43,44].

### 1.2.3. Yankısız Oda Kaplaması

Bir malzemenin elektromanyetik ölçümünü veya elektronik aletin Elektromanyetik Uyumluluk-EMU (Electromagnetic compatibility-EMC) testini yapmak için yankısız oda kullanılır[5]. Piramit, kama ve düz yapılı soğurucular bir odanın duvarlarına kaplanarak Yankısız hale getirilir. Bu durumda iç kısımdan gelen elektromanyetik dalga kompozit soğurucular tarafından soğrulur ve dış ortamdan gelen gürültü topraklama ile yok edilerek boş uzay ortamına yakın bir durum elde edilmeğe çalışılır[51]. Kompozit yapılar arasından piramit şekilli soğurucular geniş soğurma bandına sahip oldukları için sıklıkla tercih edilirler [52]. Küçük yapılardan uçak hangarı boyutlarına kadar değişik büyüklüklerde yankısız odalar vardır. Yankısız odanın büyüklüğü testi yapılacak nesnenin büyüklüğüne ve çalışılacak frekans aralığına bağlıdır [53]. Yankısız oda elektromanyetik uyumluluk (EMU) testinin uluslar arası standartları sağlaması için 30MHz-18GHz frekans aralığında 20dB'den yüksek elektromanyetik dalga soğurma karakteristiğine sahip olması gerekir [54]. Yankısız oda içinde, testi yapılacak örneğe gelen ve az oranda soğurucudan yansıyan elektromanyetik dalgaların yıkıcı girişim yaptığı bölgeye Gürültüsüz Bölge (Quiet Zone) denir[42]. Yapılan ölçümün doğru olabilmesi için antenden havaya yayılan elektromanyetik dalganın gürültüsüz bölgeye gelmeden önce düzlem dalga formunda olması gerekir. Antenden yayılan küresel formdaki dalga ilerledikçe düzlem dalga formuna yaklaşır. Test edilecek Gürültüsüz Bölgeye giren elektromanyetik dalga yaklaşık olarak düzlem dalga formunda kabul edilebilmesi için, test edilecek bölgede küresel dalga ile düzlem dalga arasındaki maksimum faz farkının π/8 olması gerekir. Bu koşul Uzak Alan (Far-Field) formunda gerçekleşir [55].

# 2. GEREÇ ve YÖNTEM

Bu proje kapsamında mikrodalga soğurucu nano malzemelerin sentezlenmesi, numunelerin kristal yapı ve tanecik morfolojisi, manyetik karakterizasyonu, mikradalga frekanslardaki fiziksel özelliklerinin tayini ve soğuruculuk testleri esnasında kullanılan gereçler ve yöntem bu bölümde anlatılacaktır.

## 2.1. Sentez Yöntemleri

Radar soğurucu manyetik nano tozların ve diğer malzemelerin hazırlanma sentezlenme yöntemleri ve gerekli kimyasal işleyiş aşağıdaki gibidir.

### 2.1.1. Sol-jel otoyakma yöntemi

Önce stokiyometrik oranlarda alınan metal tuzları suda çözündikten sonra seramik kroze içerisine 2 gr sitrik asit eklendi. Sitrik asit eklenmesi metal tuzlarının homojen olarak dağılımını sağlar ve yapısal ayrışmayı engeller. Daha sonra $NH_3$ ile solüsyounun pH sı 7 ye ayarlandı ve manyetik karıştırıcının sıcaklığı 130 $^oC$ ye getirlerek, jelleşmenin oluşması sağlanmaya çalışıldı. Oluşan jel in sıcaklığı 180 $^oC$ civarına ulaştığı anda kendi kendine yanma ve patlama gerçekleşti ve bunun sonucunda jel yerine tamamen koyu kahverengi veya kotu gri toz (katıkılanma oranına bağlı olarak) katı bir madde oluştu. $Zn_xCu_{1-x}Fe_2O4$ ve $Zn_xMn_{1-x}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0) sentezlerinde de gene aynı prosedür uygulanmış sadece her iki grup için gerekli farklı metal tuzları kullanılmıştır.

### 2.1.2. Sitrat sol-jel sentez yöntemi

Bazı $SrFe_{12}O_{19}$ nanoparçacık sentezinde kullanılan bu yöntemde uygun miktarda alınan $Sr(NO_3)_2$ and $Fe(NO_3).9H_2O$ tuzları bir miktar deiyonize su içerisinde çözündükten sonra (Fe/Sr molar oranı 8), 1 saat süreyle 80 $^oC$ de ısıtılmasından hemen sonra karışıma katı sitrik acid eklenmiştir (Sitrik asit in metal tuzlarına oranı 1:1 olacak şekilde alınmıştır). Konsantre $NH_3$ kullanılarak, solüsyonun pH sı 7 ye ayarlanmış ve ısıtıcılı karıştırıcı yardımıyla, solüsyon jel ahilen gelene kadar 140 $^oC$ de ısıtılmıştır. Gel halinde ürünün elde edilmesinden hemen sonra önce 450 $^oC$ 4 saat daha sonra 1100 $^oC$ 1 saat süre ile ısıtılarak, hekzaferrit oluşumu sağlanmıştır. Ayrıca $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanoparçacıkları sentezlenirken stokiyometrik oranlarda alınan metal tuzlarını suda çözdükten sonra 80 $^oC$ de 1 saat karıştırılıp amanyok eklenerek solüsyonun pH'ı 11 e ayarlandı ve gel halini alıncaya kadar 80 $^oC$ ye kadar ısıtılmaya devam edildi. Gel oluşumu gözlendikten sonra ısıtıcının

sıcaklığı 200 $^{o}$C çıkarılarak katı oluncaya kadar ısıtılmaya devam edildi. Bu işlem sonunda siyah renkli ürün elde edildi.

### 2.1.3. Birlikte Çöktürme Yöntemi

*$SrFe_{12}O_{19}$ (sert mangnet) / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit sentezi:*

Belli bir miktarda alınan $SrFe_{12}O_{19}$ sonikatör yardımıyle 30 ml etnaol içerisinde çözündü ve bu ilk işlemden sonra elde edilen $SrFe_{12}O_{19}$ içerisinde stokiyometrik oranlarda ($Fe(NO_3).9H_2O$, $Zn(NO_3)_2.6H_2O$, $Ni(NO_3)_2.6H_2O$, $Cu(NO_3)_2.3H_2O$) tuzları bulunan solüsyona eklendi ve sonikasyon işlemine 1 saat süreyle devam edildi. Metal tuzları ve $SrFe_{12}O_{19}$ bulunduran solüsyona sıcak NaOH (100 ml of 0.8 mol/l) eklendi ve 2 saat karıştırıldı. Katı ürün mıknatıs yardımıyla solüsyondan ayrıştırıldıktan sonra 3 kez damıtık su ile yıkandı ve 60 $^{o}$C deki etüvde kurutuldu.

### 2.1.4. Hidrotermal yöntem

$SrFe_{12}O_{19}$ (sert)/$Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ (yumuşak) nanokompozit sentezinde kullanılan hidrotermal yöntemde stokiyometrik oranlarda ($Fe(NO_3).9H_2O$, $Zn(NO_3)_2.6H_2O$, $Ni(NO_3)_2.6H_2O$, $Cu(NO_3)_2.3H_2O$) alınan metal tuzları 50 ml su içerisinde çözündükten sonra üzerine cirtic acid eklendi (sitrik asit metal mol oranı 1:1 olacak şekilde alındı) ve solüsyonun pH sı 11 oluncaya kadar $NH_3$ eklendi. Daha sonra bu solüsyon üzerine belli miktarda daha önce sentezlenmiş olan $SrFe_{12}O_{19}$ eklendi ve karıştırmaya deva edildi. Bu karıştırma işlemi, sonucunda elde edilen solüsyon teflon kaplı autokalava konularaki kapağı iyice kapatıldıktan sonra 200 $^{o}$C de 24 saat süreyle ısıtılmaya birakıldı (etüv içerisnde). Isıtılma işlemi sonucunda autokalav oda sıcaklığın kadar soğutularak, içerisnde malzeme santrifüj yardımıyla katı kısım sıvı kısımdan ayrıştırıldı ve katı kısım 80 $^{o}$C kurutuldu. $SrFe_{12}O_{19}$ (hard) / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ in hem çözktürme hem de hidrothermal yöntemle sentezi tamamlandı.

## 2.2. Analiz Yöntemleri

Manyetik nanoparçacıokların kristal yapı analizleri Bruker D8 Discover marka model X ışını difraktomer ile toz örnek ölçüm prensiplerine göre ölçüldü. Kristal yapı uyum analizleri yine cihaza entegre yazılım ile teyit edildi. Radar soğurucu adayı olarak üretilen numunelerin morfolojik özellikleri altın kaplama sonrası Philips XL 30 SFEG model taramalı elektron mikroskobu ile ölçüldü. Ayrıca bazı örnekler FEI Tecnai G2 Sphera model mikroskobu kullanılarak TEM (Geçirimli Elektron Mikroskobu) analizi ile incelendi. Partikül boyutu dağılımı ve analiziz ise en az 100 parçacık sayımı ile elde edildi. VSM ölçümleri Quantum Design SQUID PPMS 9T titreşen örnek manyetometresi ile yapıldı. Numunelerin ölçümleri

+/-10 ve 15 kOe aralığında ve oda sıcaklığında yapıldı. Mikrodalga frekanslarında fiziksel özelliklerin karakterizasyonu için HP agilient E8364B model ( 10 MHz - 50 GHz) vektör Netvork analizör kullanılmıştır. Numunelerin boyutları da dikkate alınarak ya 3-7 mm koaksiyel TRL sistemi veya X (ve/veya P) band dalga klavuzu kullanılarak yansıma-geçme yöntemi ile veya daha büyük boyutlu numuneler Arc yansıma yöntemi ile analiz edilmişlerdir.

# 3. BULGULAR

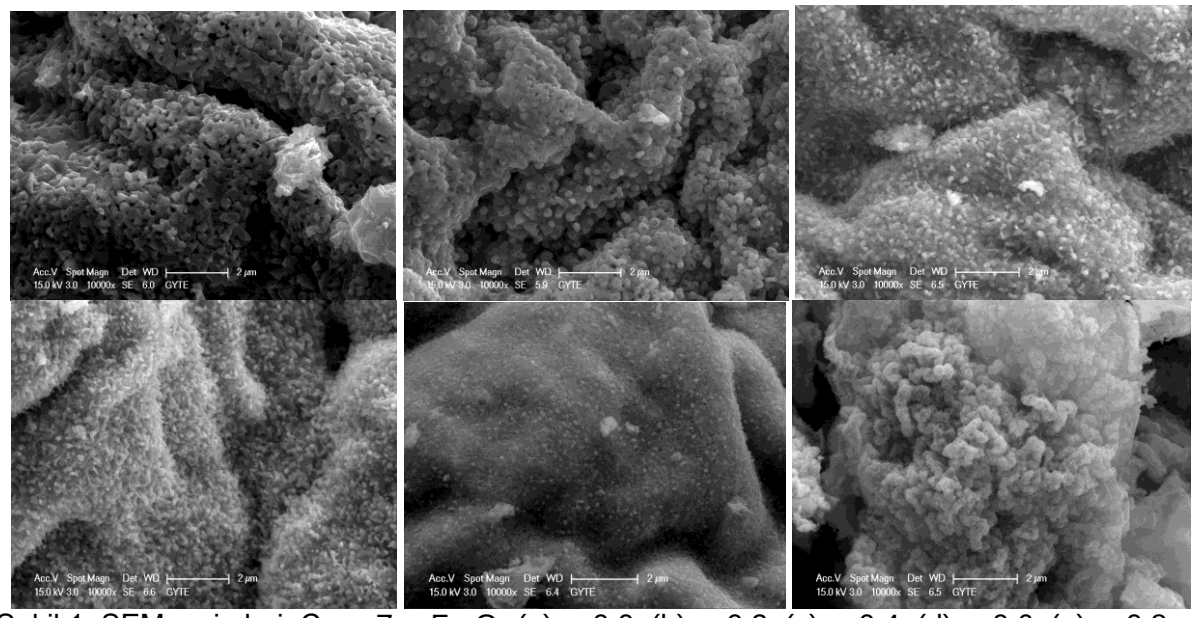
Bulgular proje kapsamında üretilen numunler alt başlıkları ve onlara ait analiz başlıkları altında ayrıntılı olarak anlatılmıştır.

## 3.1. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ ve $Zn_xMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ nanoferritler

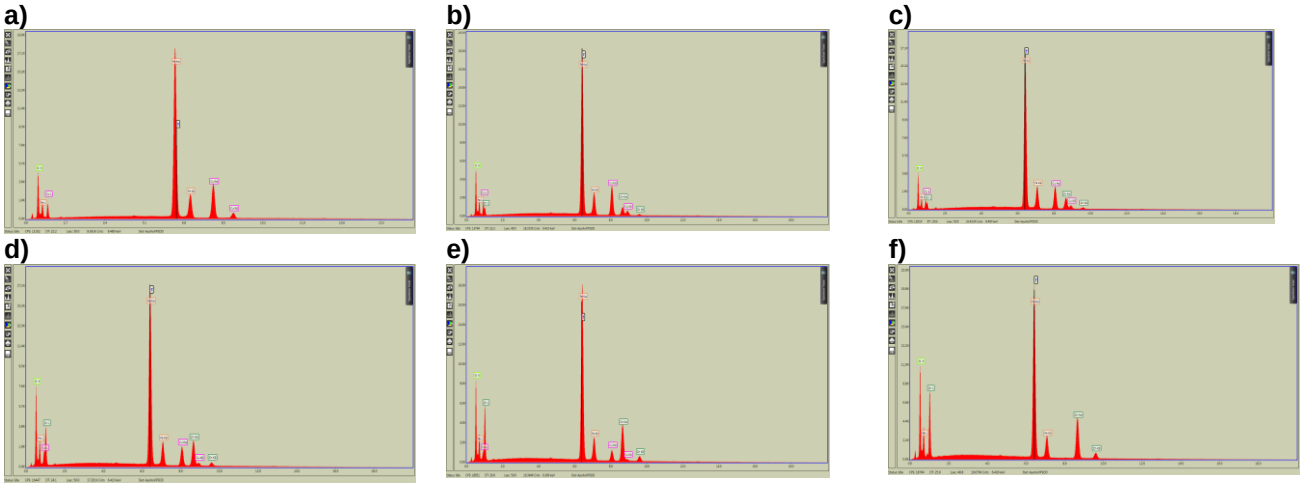
Sol-Jel autoyakma yöntemi ile sentezlenen Zn-Cu ferrit ve Zn-Mn ferrit nano parçacıkaların tanecik yapsı, kristal yapsı, manyetik ve mikradalga soğurma özellikleri bu bölümde anlatılacaktır.

### 3.1.1. SEM ve EDX analizi

$Zn_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ ve $Zn_xMn_{1-x}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0) nanoparçacıklarının SEM resimleri ve EDX sonuçları sırasıyla Şekil 1, 2, Tablo 1, Şekil 3, 4 ve Tablo 2'de verilmiştir. Ferrit parçacıklar 20-50 nm civarında ve küresel morfolojide gözlendi. SEM görüntüleri yanma sürecinde yüksek sıcaklıktan dolayı sıkı kümelenmiş biçimde gözüktü. EDX analiz sonuçları Tablo 1 ve 2'de özetlendiği gibi malzemelerin atomik komposizyonunu sentezden beklenildiği gibi stokiyometrik oranları desteklemektedir.



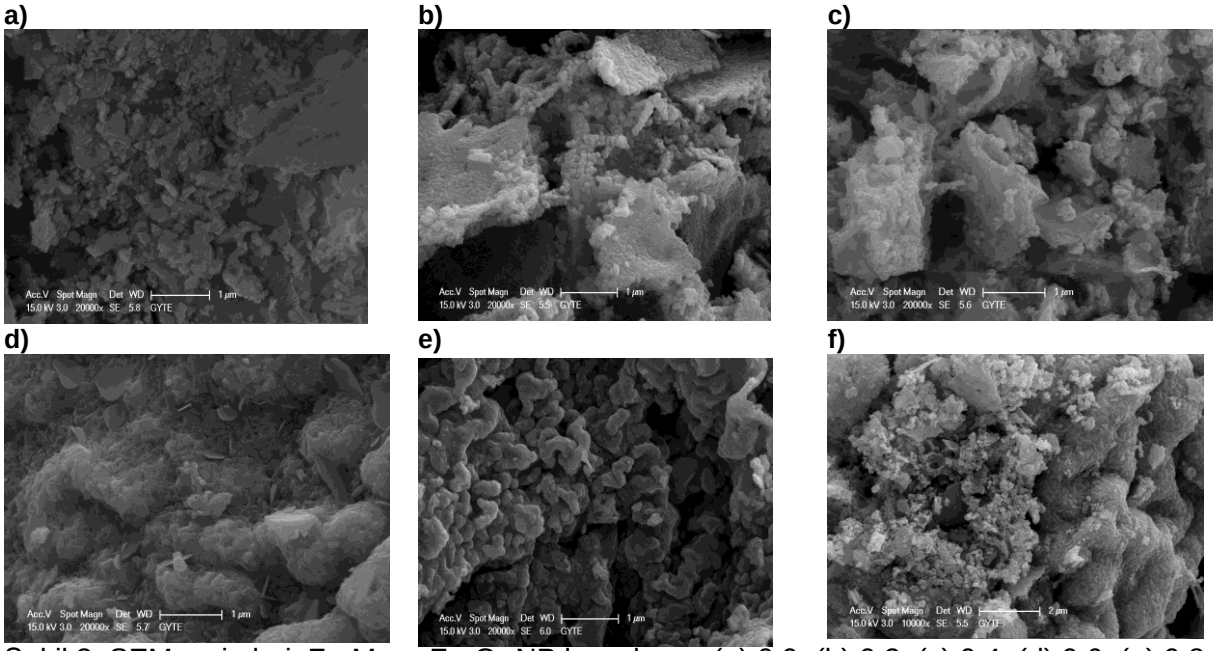
Şekil 1. SEM resimleri: $Cu_{(1-x)}Zn_{(x)}Fe_2O_4$ (a) x=0.0, (b) x=0.2, (c) x=0.4, (d) x=0.6, (e) x=0.8, and (f) x=1.0.




Şekil 2. $Cu_{(1-x)}Zn_{(x)}Fe_2O_4$ EDX analiz sonuçları

Tablo 1. $Cu_{(1-x)}Zn_{(x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0) için EDX analiz sonuçları

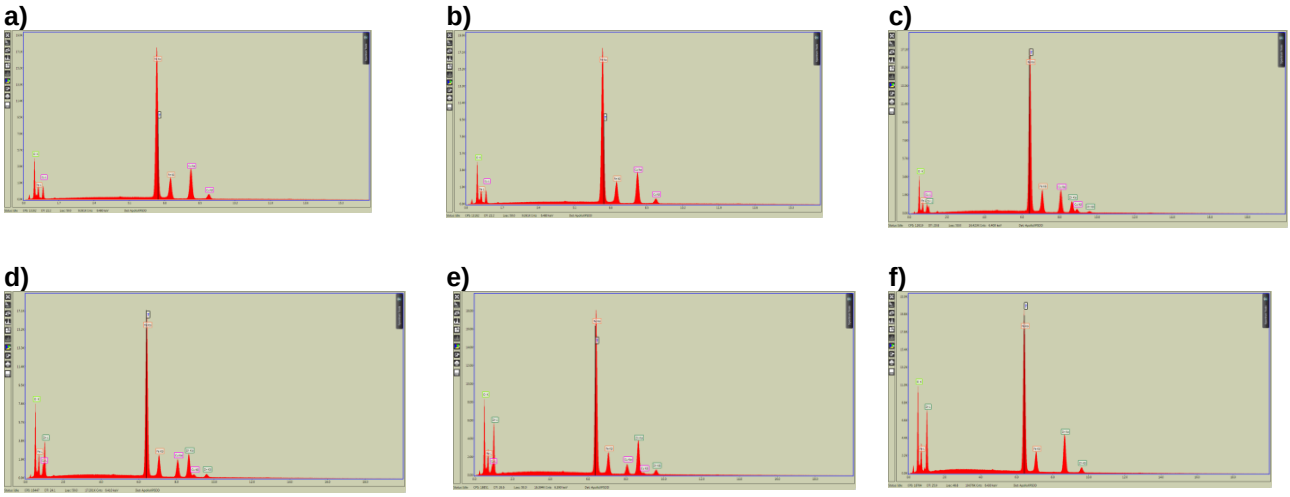
| | $CuFe_2O_4$ | | $Cu_{0.8}Zn_{0.2}Fe_2O_4$ | | $Cu_{0.6}Zn_{0.4}Fe_2O_4$ | | $Cu_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$ | | $Cu_{0.2}Zn_{0.8}Fe_2O_4$ | | $ZnFe_2O_4$ | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Element | Hes. | Den. | Hes. | Den. | Hes. | Den. | Hes. | Den. | Hes. | Den. | Hes. | Den. |
| **O-K** | 26.75 | 28.2 | 26.71 | 24.85 | 26.67 | 24.78 | 26.63 | 25.28 | 26.58 | 25.21 | 26.54 | 24.31 |
| **Fe-K** | 46.69 | 47.04 | 46.61 | 48.11 | 46.54 | 48.52 | 46.47 | 47.32 | 46.40 | 45.49 | 46.33 | 48.78 |
| **Cu-K** | 26.56 | 24.76 | 21.22 | 20.34 | 15.88 | 16.21 | 11.58 | 10.78 | 5.28 | 5.81 | - | - |
| **Zn-K** | - | - | 5.46 | 6.7 | 10.90 | 10.49 | 16.32 | 16.62 | 21.73 | 23.49 | 27.12 | 26.91 |




Şekil 3. SEM resimleri: $Zn_xMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ NP burada x = (a) 0.0, (b) 0.2, (c) 0.4, (d) 0.6, (e) 0.8, ve (f) 1.0.

Tablo 2. $Zn_xMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0) için EDX analiz sonuçları

| | $MnFe_2O_4$ | | $Mn_{0.8}Zn_{0.2}Fe_2O_4$ | | $Mn_{0.6}Zn_{0.4}Fe_2O_4$ | | $Mn_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$ | | $Mn_{0.2}Zn_{0.8}Fe_2O_4$ | | $ZnFe_2O_4$ | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Element** | **Hesaplanan** | **Deneysel** | **Hesaplanan** | **Deneysel** | **Hesaplanan** | **Deneysel** | **Hesaplanan** | **Deneysel** | **Hesaplanan** | **Deneysel** | **Hesaplanan** | **Deneysel** |
| **O-K** | 27.75 | 46.07 | 27.50 | 45.28 | 27.26 | 46.72 | 27.02 | 49.7 | 26.78 | 52.04 | 26.55 | 44.03 |
| **Fe-K** | 23.82 | 18.44 | 18.89 | 15.08 | 14.04 | 11.04 | 9.28 | 4.98 | 4.60 | 3.18 | 0.00 | 0.00 |
| **Cu-K** | 48.43 | 35.49 | 47.99 | 35.8 | 47.57 | 34.93 | 47.15 | 34.79 | 46.74 | 30.76 | 46.33 | 35.14 |
| **Zn-K** | 0.00 | 0.00 | 5.62 | 3.84 | 11.14 | 7.31 | 16.56 | 10.53 | 21.89 | 14.02 | 27.12 | 20.83 |

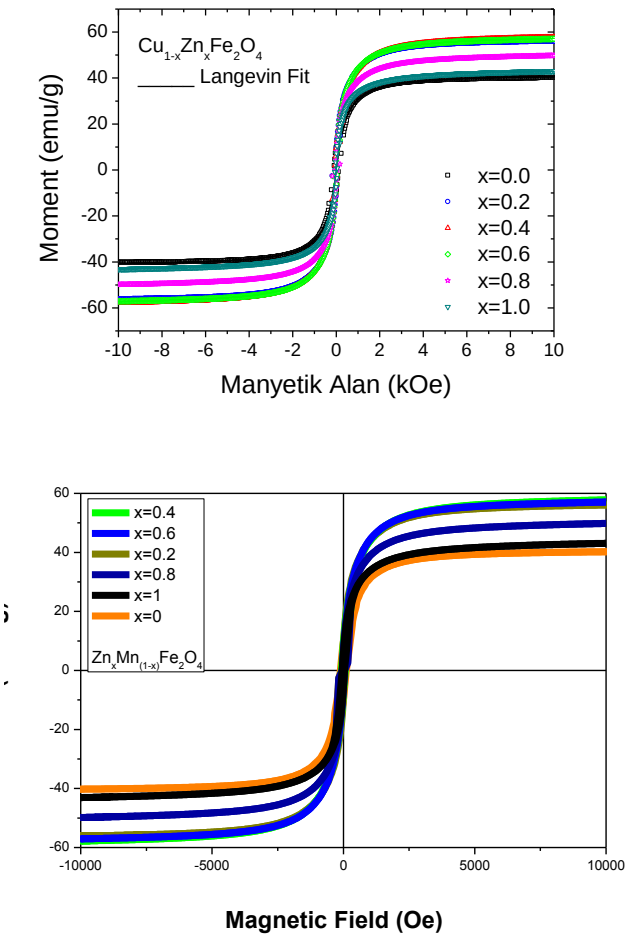



Şekil 4. $Zn_xMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ EDX analiz sonuçları

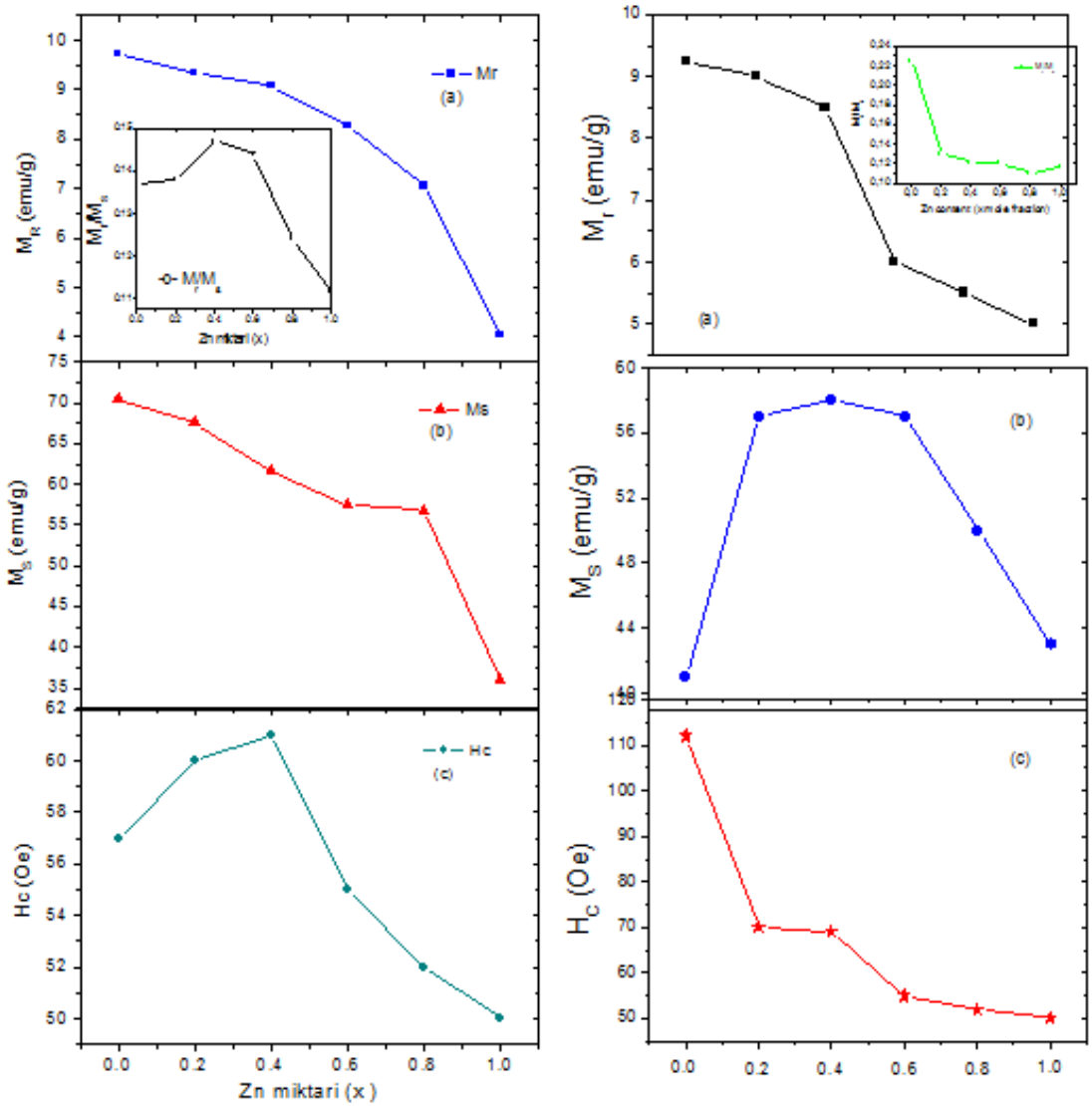
### 3.1.2. DC manyetizma

$Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ ve $Zn_xMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0) nanoparçacığının manyetik histeri eğrileri Şekil 5A ve B'de gösterilmiştir. DC mıknatıslanma grafikleri çok büyük bir manyetik alan ölçeğinde alındığında zorlama alanı (coersive field) fark edilemeyecek kadar küçük olsa da bu grafikler +-150 Oe aralığında çizdirildiğinde zorlama alanın tümüyle sıfır olmadığı görülmüş ve büyütülen grafikten elde edilen Hc değerleri Şekil 6 a ve b de çizdirilmiştir. Çok geniş alan bölgesindeki M-H eğrisi çok iyi bir yaklaşıklıkla süperparamanyetik Langevien fonksiyonuna uymaktadır. Çünkü, aşağıdaki Tablo 3, 4, 5 ve

6 da listelendiği gibi, örneği oluşturan nano tozların (boyut dağılımı nedeniyle) çok büyük bir kısmının süperparamagnetik davranış sergileyecek boyutta olmasına rağmen, örnek içinde çok az miktardaki daha büyük boyutlu parçacıklar da vardır. Büyük boyutlu parçacıkların kendi toplam mıknatıslanmaları (giant moment) daha büyük olup iç anizotropi alanındaki (yaklaşık coersive alan) manyetik enerjileri ısıl (termal) enerjiyi bastırarak sıfır dış alanda bile mıknatıslanma vektörlerinin yönünü koruyabilmektedir. Böylece az orandaki bu büyük boyutlu parçacıkların ölçülen örneğin mıknatıslanma eğrisine katkısı küçük bir kalıcı mıknatıslanma (Mr – Remanent Magnetization) ve zayıf bir zorlayıcı alan olarak kendini göstermiştir. Yani ölçülen zayıf zorlayıcı alan ve kalıcı mıknatıslanma toplam toz örneğin genel olarak süperparamanyetik davranış kabul edilerek analiz edilmiştir. Böylece doyum mıknatıslanması (Ms) değerleri M'ye karşı 1/H'a karşı ekstrapolasyon yaparak x=0'dan 1'e kadar sırasıyla 41.31, 57.51, 59.46, 58.87, 51.25 ve 44.12 olarak bulundu.




Şekil 5. (A) ZnxCu(1-x)Fe2O4 ve (B) ZnxMn(1-x)Fe2O4 (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0)' in oda sıcaklığında manyetik histerisis garfikleri




Şekil 6. Oda sıcalığında Mr, Ms, Hc' nin Zn miktarına bağlı olarak değişimi (A) $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (B) $ZnxMn_{(1-x)}Fe_2O_4$

Titreşimli magnetometre (VSM) ile yapılan deneylerde iki önemli sonuç gözlenmiştir. Numunelerin Bohr manyeton birimindeki manyetik momentleri $n_B = \frac{M_{wt} \times Ms}{5585}$ denkemine göre hesaplandı ve Tablo 7 de verilmiştir. İlk bulgu, teorik olarak beklenildiği gibi bazı tip katyon dağılımından dolayı çinko ferritin sıfırdan farklı manyetik momente sahip olduğudur. Diğer sonuç ise; x=0.4 ile tanımlanan kompozitin en yüksek manyetizma değerine sahip olduğu ve x=0.4'e kadar artan x değeriyle manyetizmanın arttığı daha sonra ise düştüğü görülmektedir. Benzer sonuçlara literatürde rastlanmaktadır. N. Najmoddin'in [56] yaptığı çalışmada Ms değeri maksimum değeri x=0.25 ile 0.5 arasında Q. J. Han'ın [57] yaptığı çalışmada ise eklenen çinko miktarına bağlı olarak benzer Ms değerleri x=0.4 ve x=0.6 arasında görülmektedir. Bu özellik Maria'nın yaptığı x=0.4'e kadar katyon dağılımı Neel alt

latis modeli, ve x=0.4'ten büyük numunelerde B kısmındaki katyonların manyetik momentin spin eğilme (canting) etkisinden dolayı açıklanabilir. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ ve $Zn_xMn_{(1-x)}Fe_2O_4$ 'ye ait M-H eğrilerine Langevin fit teorisi uygulanmış ve elde edilen veriler Tablo 3 ve 4 de özetlenmiştir.

Tablo 3. $Mn_{(1-x)}Zn_{(x)}Fe_2O_4$ in manyetik parametreleri

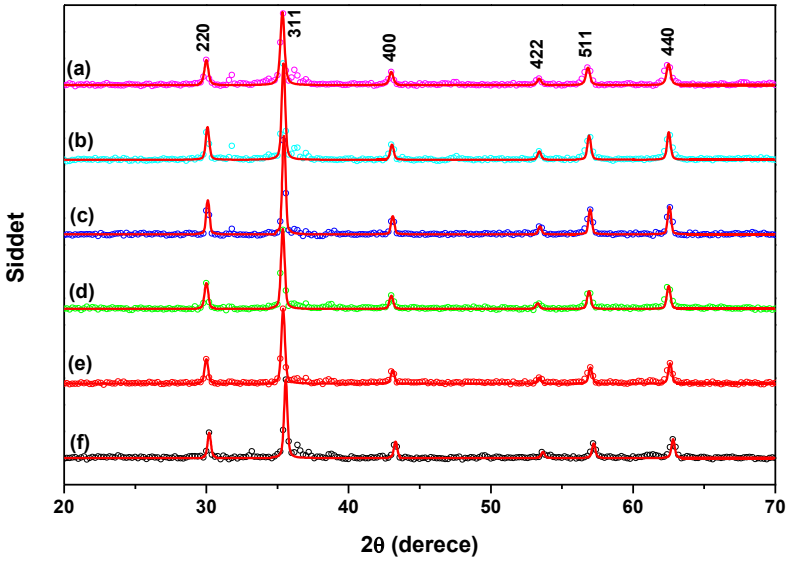
| Composition (x) | $M_s$ (emu/g) | *dm* (nm) | σ (nm) | $D_{mag}$ (nm) |
|---|---|---|---|---|
| 0.0 | 70.52 | 10 | 1.1 | 33.60 |
| 0.2 | 67.56 | 10 | 1.5 | 30.46 |
| 0.4 | 61.60 | 12 | 1.2 | 28.78 |
| 0.6 | 57.44 | 12 | 1.5 | 32.99 |
| 0.8 | 56.89 | 12 | 0.7 | 30.26 |
| 1.0 | 35.90 | 12 | 1.3 | 27.67 |

Tablo 4. $Zn_{(x)}Cu_{(1-x)}Fe_2O_4$ in manyetik parametreleri

| Composition (x) | *dm* (nm) | σ (nm) | $D_{mag}$ (nm) |
|---|---|---|---|
| 0.0 | 15 | 1.5 | 26.13 |
| 0.2 | 15 | 1.1 | 25.62 |
| 0.4 | 15 | 1.2 | 27.11 |
| 0.6 | 15 | 0.9 | 26.63 |
| 0.8 | 12 | 0.9 | 28.27 |
| 1.0 | 10 | 1.0 | 25.47 |

### 3.1.3. Kristal Yapı analizi ve katyon dağılımı

Malzemelerin ($Zn_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ ve $Zn_xMn_{1-x}Fe_2O_4$) X-ışını toz deseni analiz sonuçları Şekil 7, 8 ve Tablo 5, 6 da özetlenmiştir. Tüm gözlenen piklerin (220), (311), (400), (422), (511) ve (440)'da olduğu gözlemlenmiştir. Sentezlenen son ürünlerin saf olduğu ve herhangi bir ikinci fazın olmadığı anlaşılmıştır. Kristal boyutu hesaplamak için Şekil 9 ve 10'da gösterildiği gibi çizgi profil metodu uygulanmıştır [58,59].

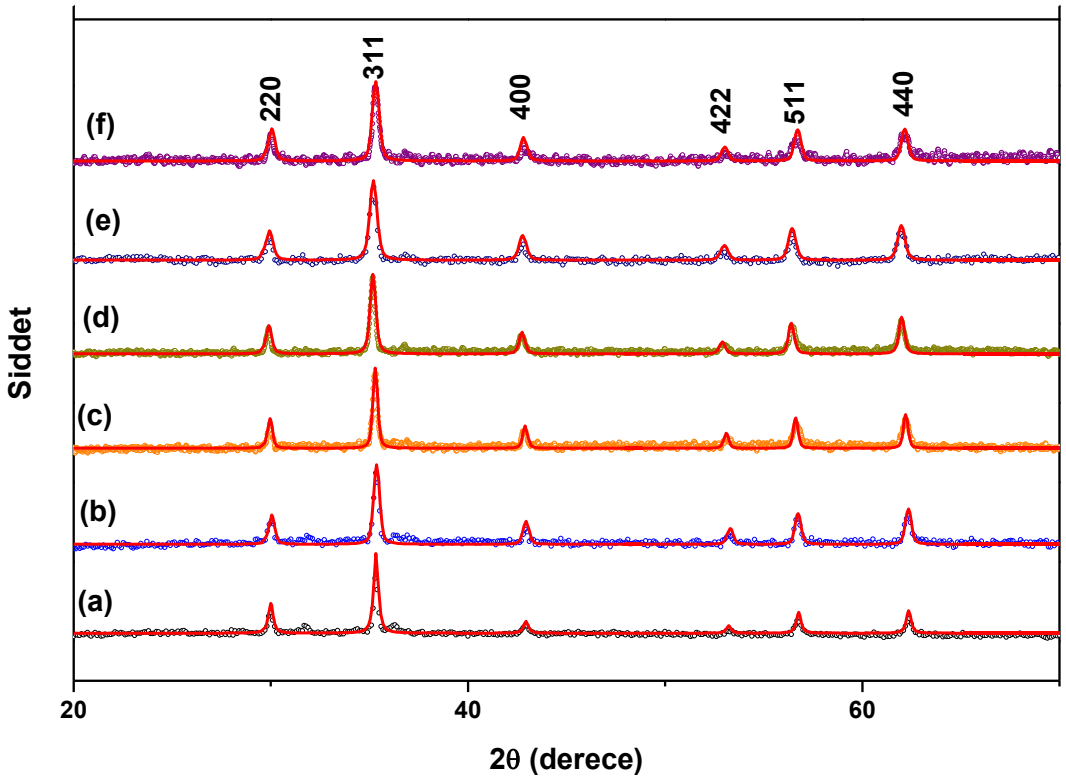



Şekil 7. $Zn_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) nanoparçaıklarının XRD desenleri

Tablo 5. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ yapısına ait kristal ve birim hücre boyutu

| x ( $Zn_xCu_{1-x}Fe_2O_4$) | $D_{XRD}$ (nm) | Birim Hücre Boyutu (Å) |
|---|---|---|
| 0.0 | 33 ± 9.9 | 8.335 |
| 0.2 | 31 ± 8.0 | 8.382 |
| 0.4 | 30.2 ± 6.0 | 8.391 |
| 0.6 | 34 ± 4.0 | 8.407 |
| 0.8 | 32 ± 8.0 | 8.425 |
| 1.0 | 26.8 ± 9.5 | 8.442 |

Cu katkılı çinko ferrit tozlarındaki parçacıkların 26-34 nm aralığında kristal boyutlara sahip oldukları hesaplanmıştır. Genel olarak manyetizma histeresis eğrilerinden elde edilen manyetik boyuta eşit veya daha büyük kristal boyut elde edilmesi nano parçacıkalrın yüzeylerinde kristal yapıyı bozmadan manyetik momentlerin toplam mıknatıslanmayı düşürecek şekilde paralellikten sapmasından (canting) kaynaklanmaktadır.




Şekil 8. $Zn_xMn_{1-x}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) nano-toz numunelerin XRD toz desenleri

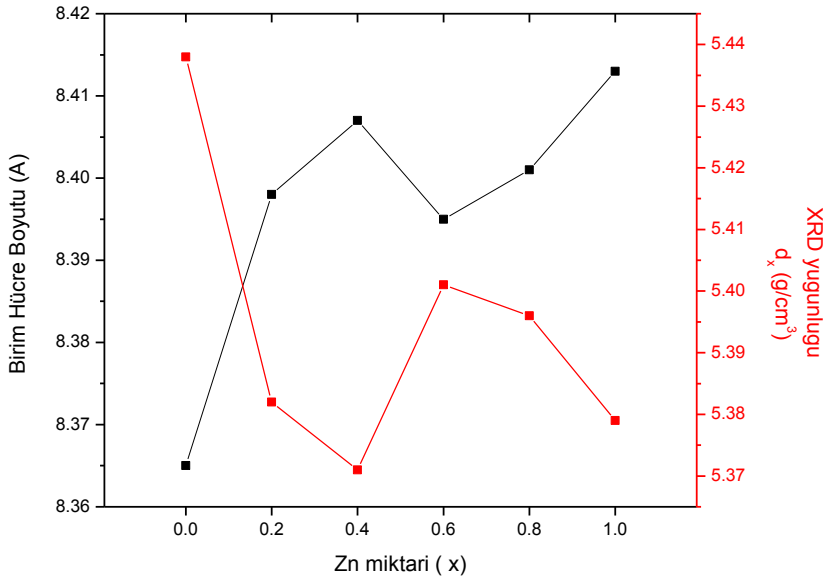
Table 6. $Zn_xMn_{1-x}Fe_2O_4$ yapısına ait kristal ve birim hücre boyutu

| $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ | $D_{XRD}$ (nm) | Birim Hücre Boyutu (Å) |
|---|---|---|
| 0.0 | 22.5 ± 5.5 | 8.515 |
| 0.2 | 20.4 ± 6.0 | 8.511 |
| 0.4 | 26.8 ± 9.8 | 8.508 |
| 0.6 | 31.5 ± 9.0 | 8.449 |
| 0.8 | 25.3 ± 6.5 | 8.447 |
| 1.0 | 28.8 ± 9.9 | 8.443 |

$Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ için düzlemler arası boşluklar (d) Bragg yasasından hesaplandı ve (220), (311), (400), (422), (511) ve (440) pikleri ile en küçük kareler tekniği uygulanarak kafes sabiti (a) bulundu. Kırınım pikleri ve sonuçları Şekil 11' de gösterilmiştir. Bu şekil aynı zamanda numunelerin aşağıdaki denklemden hesaplanmış (X-ray den elde edilmiş) yoğunluğunu da içermektedir.

$$a = d\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)} \quad (1)$$

$$d_x = \frac{8M}{Na^3}$$




Şekil 9. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ için birim hücre parametresinin ve X-ışın difraksiyonundan hesaplanan yoğunluğunun katkılanma oranı ile değişimi.

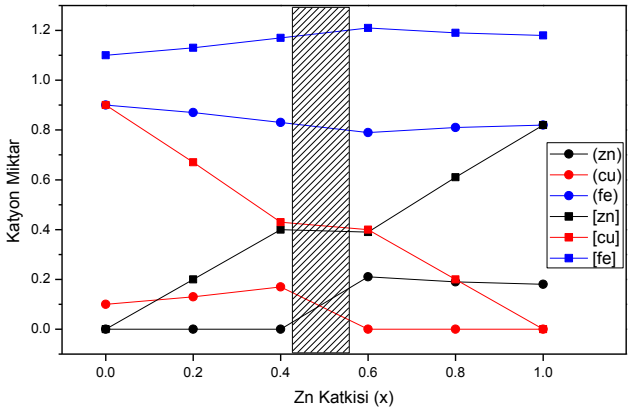
Numunelerin kafes sabiti, a, 8.415 Å ve 8.365 Å arasında iken, X-ray den bulunan yoğunluğu sırasıyla, 5.435 g/cm$^3$ ve 5.37 g/cm$^3$ arasında hesaplandı. Görüldüğü gibi hem a hem dx zıt olarak değişiyor ve dönüşüm noktası x=0.4 olarak bulundu.

Kübik kristal yapılardaki tetrahedral (A) ve oktahedral (B) kısımlardaki katyon dağılımları Buerger ilişkisi/fonksiyonu kullanılarak hesaplandı [60] (Şekil11). (220), (400), (400), (440), (422), (400). Düzlemlerin yoğunluk oranları katyon dağılımlarının hassasiyetinden dolayı hesaplamalarda dikkate alındı [24]. XRD modellerindeki Buerger metodu uygulanarak bulunan katyon dağılım sonuçları çinko ya da bakır iyonlarının genellikle x=0.4'e kadar B ile tanımlanan konumda, x=0.4'ün yukarısında ve x=0.2 civarında çinko iyonlarının ise A ile etiketlenen konumda oturmayı tercih ettikleri, geriye kalan çinko ve bakır iyonlarının ise B konumunda oturma eğiliminde oldukları bulunmuştur.

Hem Neel alt kafes modeli ile hesaplanan Bohr magneton değerleri hem de gözlenen Bohr magneton değerleri Tablo 7 ve Şekil 12'de gösterilmiştir. Bohr magneton sayıları biribirine çok yakın bulunmuştur. Katyon önceliği bu şekil kullanıldığında x=0.4 ve x=0.6 arasında bir dönüşüm noktası olduğu açıktır. Neel anti-ferromanyetik alt kafes modeli B bölgesindeki eğimli spinlerin A konumundaki spinlerine göre baskın olduğu bu bölgenin altında ve üstünde geçerlidir.

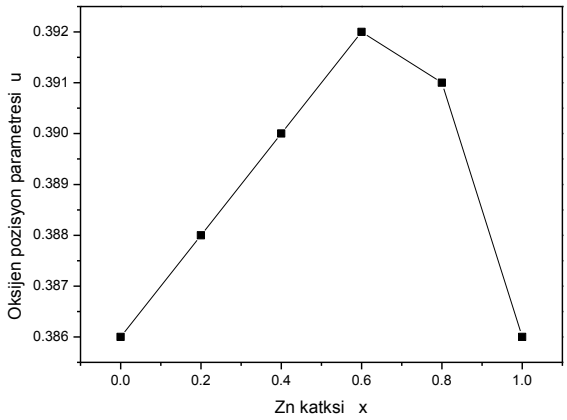
Tablo 7. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ için katyon dağılım hesaplamaları

| Zn katkılanma oranı (x) | Katyon dağılımı | $n_B$ (XRD) hesaplanan | $n_B$ (VSM) deneysel |
|---|---|---|---|
| **0.0** | $(Cu_{0.10}\ Fe_{0.90})\ [Cu_{0.90}\ Fe_{1.10}]$ | 1.80 | 1.77 |
| **0.2** | $(Zn_{0.00}Cu_{0.13}Fe_{0.87})[Zn_{0.20}Cu_{0.67}Fe_{1.13}]$ | 1.84 | 2.47 |
| **0.4** | $(Zn_{0.00}\ Cu_{0.17}Fe_{0.83})\ [Zn_{0.40}\ Cu_{0.43}Fe_{1.17}]$ | 1.96 | 2.55 |
| **0.6** | $(Zn_{0.21}\ Cu_{0.00}Fe_{0.79})\ [Zn_{0.39}\ Cu_{0.40}Fe_{1.21}]$ | 2.5 | 2.53 |
| **0.8** | $(Zn_{0.19}\ Cu_{0.00}Fe_{0.81})\ [Zn_{0.61}\ Cu_{0.20}Fe_{1.19}]$ | 2.1 | 2.21 |
| **1.0** | $(Zn_{0.18}\ Fe_{0.82})\ [Zn_{0.82}\ Fe_{1.18}]$ | 1.80 | 1.90 |

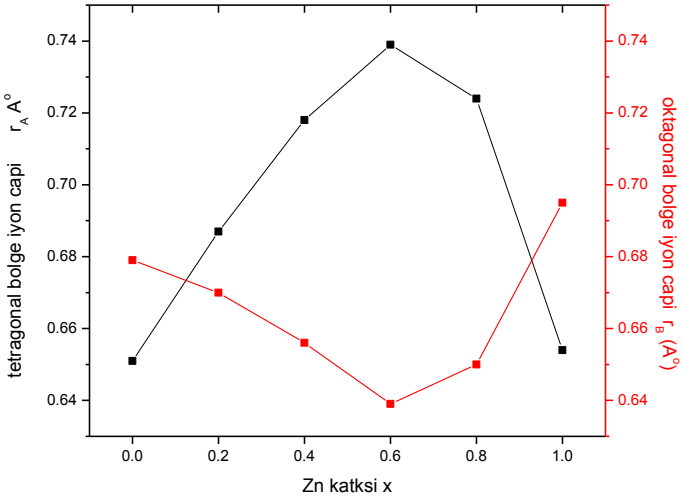



Şekil 10. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0.) için katyon dağılım diagramı

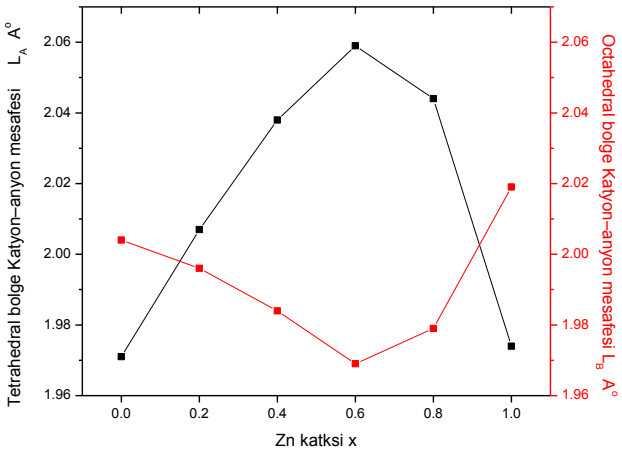
Oksijen pozisyonel parametresi (u), tetrahedral ve oktahedral kısmın yarı çapı, katyon-anyon arası mesafe (bağ uzunluğu), tetrahedral ve oktahedral kısımdaki tetrahedral köşe uzunlukları ($d_{AXE}$), paylaşılmış ve paylaşılmamış oktahedral-tetrahedral köşe uzunlukları ($d_{AXE}$) Ref 17'de açıklandığı gibi $r_{Cu} = 0.72$ Å, $r_{Zn} = 0.83$ Å , $r_{Fe} = 0.67$ Å, ve $r_O = 1.32$ Å kullanılarak hesaplandı. Tüm hesaplanan parametreler birbiriyle uyumlu olduğu ve x=0.4 ve x=0.6 kompozisyon oranlarının dönüşüm noktaları olduğu gözlendi (Şekil 13,14,15, 16 ve Tablo 8).



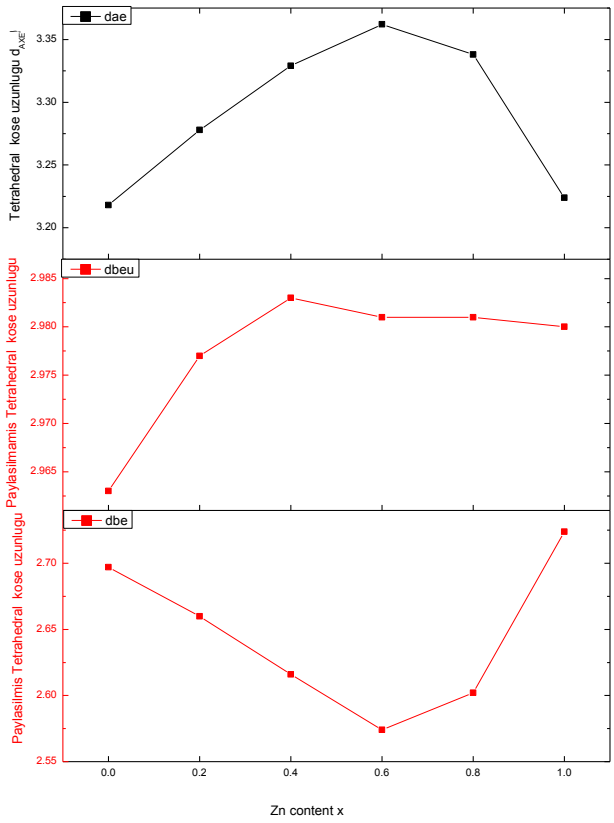

Şekil. 11. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) için katkılanma oranı, x'e bağlı olarak Oksijen konumsal parametreleri




Şekil 12. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) için katkılanma oranı, x'e bağlı olarak octahedral ve tetrahedral bölgedeki iyon yarıçapları




Şekil 13. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) için katkılanma oranı, x'e bağlı olarak Tetrahedral ve Oktahedral bölgedeki katyon-anyon bağ uzunluğu




Şekil 14. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) için Tetrahedral köşe uzunluğu, paylaşımlı ve paylaşımsız oktahedral köşe uzunluğunun Zn katkısına (x) göre değişimi.

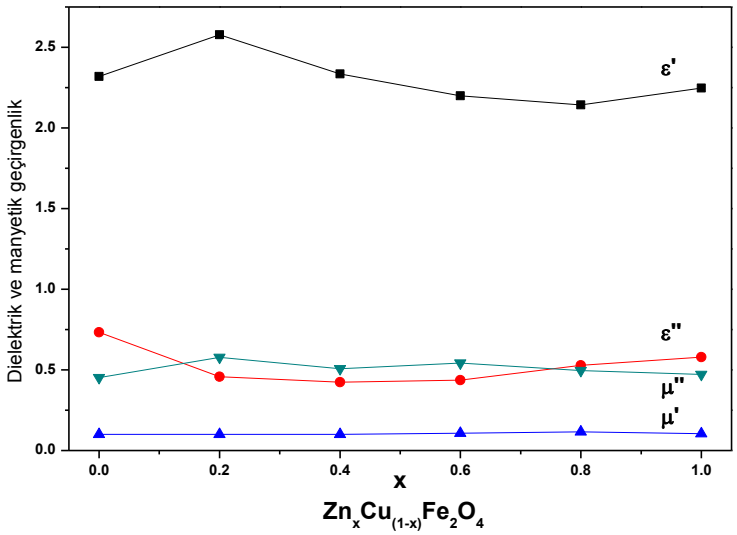
Tablo 8. $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0) için yapısal parametreler

| x | a | MW | Dx | u (katyon | ra | rb | dax | dbx | dae | dbe | dbeu |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **0.0** | 8.365 | 239.55 | 5.438 | 0.386 | 0.651 | 0.679 | 1.971 | 2.004 | 3.218 | 2.697 | 2.963 |
| **0.2** | 8.398 | 239.84 | 5.382 | 0.388 | 0.687 | 0.67 | 2.007 | 1.996 | 3.278 | 2.66 | 2.977 |
| **0.4** | 8.407 | 240.13 | 5.371 | 0.39 | 0.718 | 0.656 | 2.038 | 1.984 | 3.329 | 2.616 | 2.983 |
| **0.6** | 8.395 | 240.42 | 5.401 | 0.392 | 0.739 | 0.639 | 2.059 | 1.969 | 3.362 | 2.574 | 2.981 |
| **0.8** | 8.401 | 240.71 | 5.396 | 0.391 | 0.724 | 0.65 | 2.044 | 1.979 | 3.338 | 2.602 | 2.981 |
| **1.0** | 8.413 | 241 | 5.379 | 0.386 | 0.654 | 0.695 | 1.974 | 2.019 | 3.224 | 2.724 | 2.98 |

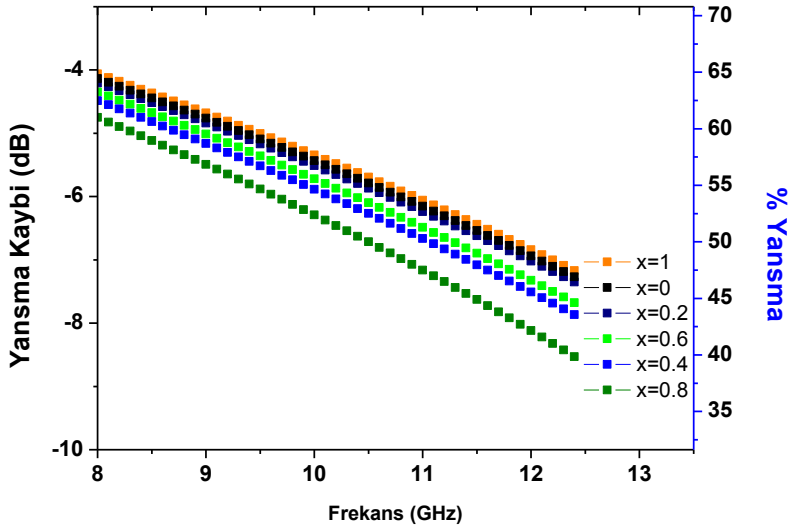
### 3.1.4. Dielektirik geçirgenlik, manyetik geçirgenlik ve yansıma kayıp hesaplamaları

$Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ ( x= 0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 and 1.0) nanotozlarının, kompleks dielektrik ve manyetik geçirgenlik değerleri X-Bantta (8.2-12.4 GHz) diktörtgen dalga klavuzu ile sürekli iletim ve yansıma hattı (TRL- Transmission Reflection Line) metodu ile ölçülmüş olup elde edilen sonuçlar Şekil 17 de verilmiştir. Elde edilen bu ε', ε'', μ' ve μ''değerlerden dielektrik absorpsiyonuna göre numuneler yaklaşık 5 kat daha büyük dielektrik yansıma gösterirken Manyetik kayıp tanjantı 1 den büyük ve etkin bulunmuştur. Bu sonuçlar Agilent

85071E Malzeme Ölçüm Yazılımı (Materials Measurement Software) kullanılarak elde edilmiştir.




Şekil 15. Kompleks dielektrik ve manyetik geçirgenlik katsayıları $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ (x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0)




Şekil 16. Yansıma Kayıpları: $Zn_xCu_{(1-x)}Fe_2O_4$ NPs ( x=0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, ve 1.0)

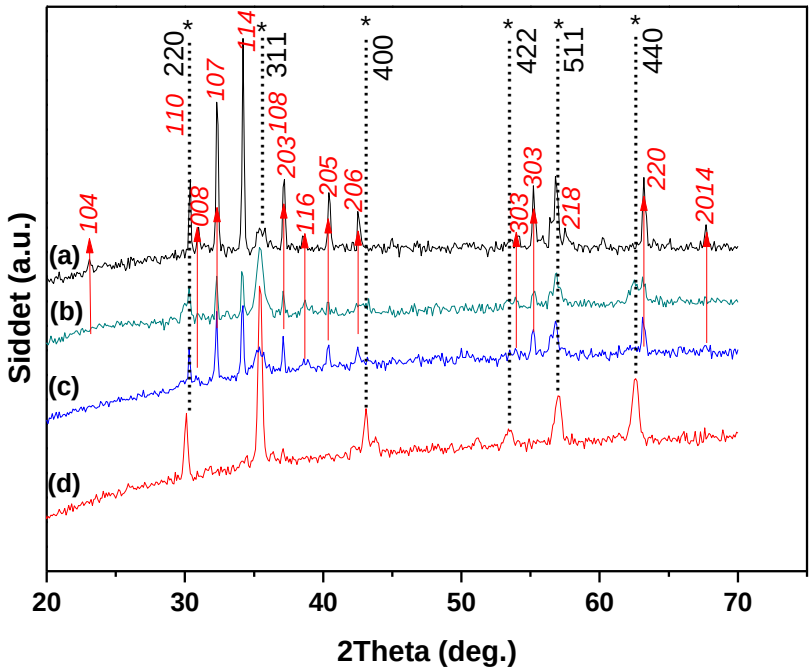
Daha sonra bu katsayılar kullanılarak malzemenin elektromanyetik dalga yansıma kayıp değerleri havaya göre empedans hesaplaması $Z_{in} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \tanh\left[j\frac{2\pi f d}{c}\sqrt{\mu_r \varepsilon_r}\right]$ ve $RL(dB) = 20\log\left|\frac{Z_{in}-1}{Z_{in}+1}\right|$ Yansıma Kayıp (RL - Reflection Loss) formula kullanılarak hesaplanmıştır. Elde edilen hesaplanmış yansıma kayıp değerleri Şekil 18 de gösterilmekte olup 3 mm kalınlıktaki örnekler 8.2-12.4 GHz frekans aralığında 4dB'den (65%) 9 dB'e (37%)

kadar yansıma kaybına (yansıma) sebep olur. Daha verimli soğuruculuğa sahip kompozitlerin üretimine devam edilmiştir.

### 3.2. $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ çekirdek kabuk yapılı nano malzemeler

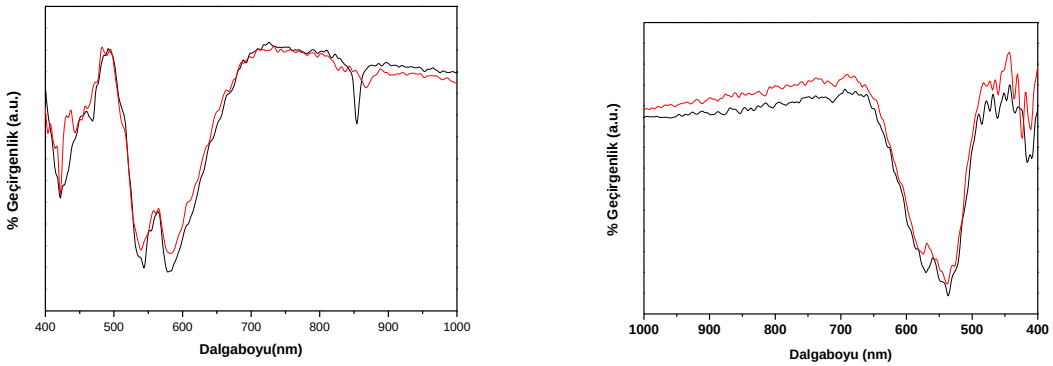
#### 3.2.1. Kristal Özellikler

Şekil 17, sırasıyla $SrFe_{12}O_{19}$, $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$, and $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozilerin XRD toz desenleri verilmiştir. $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ için verilen XRD deseni kübik yapı ile, $SrFe_{12}O_{19}$ için verilen XRD deseni ise hekzagonal yapı ile uyumludur. Gözlemlenen piklerin şiddetli (intense) değil de, geniş (broad) olması malzemenin nanoboyutta olduğunun diğer bir kanıtıdır. O nedenle Scherrer denklemi kullanılarak kristalit size hesaplaması yapılmış ve parçacık ortalama boyutları $SrFe_{12}O_{19}$ için 16 nm ve $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ için ise 25 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 20c de verilen XRD toz deseni ise $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit' e aittir. Şekilden de anlaşılacağı üzere bu nanokompozit formülünde verildiği gibi $SrFe_{12}O_{19}$ ve $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ den oluşmaktadır [61-64].




Şekil 17. XRD grafikleri. (a) $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (hidrotermal), (b) $SrFe_{12}O_{19}$ / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (birlikte çöktürme), (c)$SrFe_{12}O_{19}$, (d) $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$

### 3.2.2. Kızılötesi Spektrum Analizi




Şekil 18. Kızılötesi spektrumları: (a) $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (hidrotermal), (b) $SrFe_{12}O_{19}$ / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (hidrotermal) FT-IR spektrumları

Her iki FT-IR specktrumunda da dalgaboyunun 500-700 cm olduğu bölgede gözlenen pikler Metal Oksijen bağının varlığını göstermektedir.

### 3.2.3. Elementel Analiz

Bu analizler hidrothermal yöntemle sentezlenen numune için yapıldı ve Sr, Fe, Zn, Cu, and Ni elementlerinin ağırlıkça yüzdelerinin 5.9, 58.3, 5.2, 4.9, 4.4 olduğu ve bu sonuçların da $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ formülü ile uyumlu olduğu gözlemlendi. Yine bu sonuçlara göre nankompozitte ki $SrFe_{12}O_{19}$ / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ oranın da 1:1 olduğu teyit edildi. ICP sonuçları aşağıdaki tabloda özetlenmiştir (Tablo 9).

Tablo 9. Hidrotermal yöntemle sentezlenen $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit için ICP sonuçları

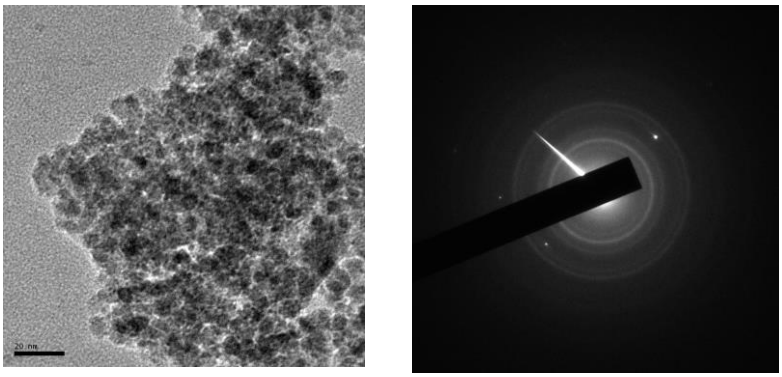
| Element | Hidrotermal yöntemle (%ağırlık) | Birlikte-Çöktürme Yöntemiyle (%ağırlık) |
|---|---|---|
| Sr | 5,9 | 6,1 |
| Fe | 58,3 | 59,2 |
| Zn | 5,2 | 4,9 |
| Cu | 4,9 | 5,2 |
| Ni | 4,4 | 4,8 |

### 3.2.4. Morfolojik Özellikler

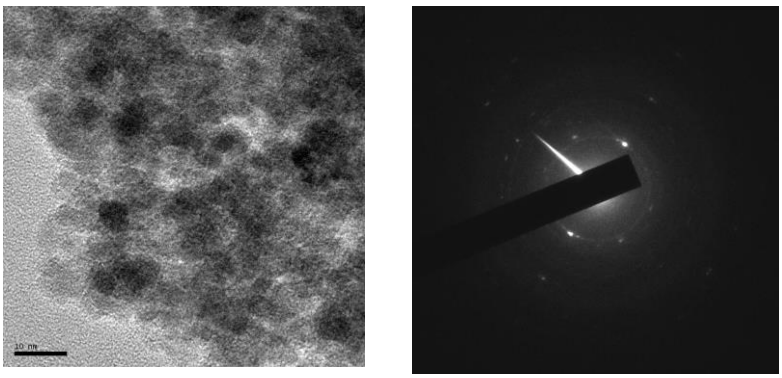
Her iki yöntemle de sentezlenen $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozitin morfolojik incelemesi TEM cihazı ile yapılmıştır. Bu analize ait TEM resimleri her iki numune için de Şekil 19 da verilmiştir. Her iki resimde de küresel morfoloji gözlemlenmiş ve yaklaşık olarak

75 civarında parçacığın sayımı yapılmış ve nakompozitlerdeki parçacık boyutlarının 17±8 nm civarında oluğu anlaşılmıştır.

(A)



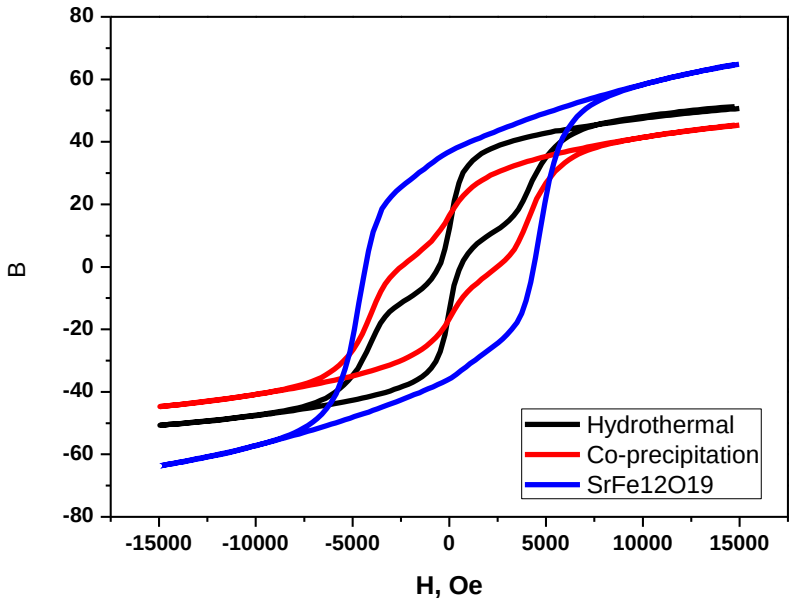
(B)



Şekil 19. (A) Hidrotermal ve (B) Birlikte çöktürme yöntemi ile sentezlenen $SrFe_{12}O_{19}$ / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit in TEM ve EDS resimleri

### 3.2.5. Manyetik Özellikler

Hidrotermal ve birlikte çöktürme yöntemi ile sentezlenen $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit ve $SrFe_{12}O_{19}$ nanoparçacığını M-H garfikleri Şekil 20 de sırasıyla verilmiştir. Her iki yöntemle sentezlenen $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozilerin M-H grafiklerinden de anlaşıldığı gibi bu eğriler tek madde için değil karışım için olan M-H garfiği vermişlerdir, yani heriki nanokompozit te sert ve yumuşak ferritlerden oluşmaktadır. Şekil 20 den elde edilen manyetik parametreler Tablo 10 da özetlenmiştir. Bu sonuçlar ayrıca makale olarak ta yayınlanmıştır[65].




Şekil 20. $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (hidrotermal), (b) $SrFe_{12}O_{19}$ / $Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ nanokompozit (hidrotermal) ve $SrFe_{12}O_{19}$ un oda sıcaklığı M-H garfikleri

Tablo 10. SrM/Ni-ferrit numunelerine ait manyetik parametreler

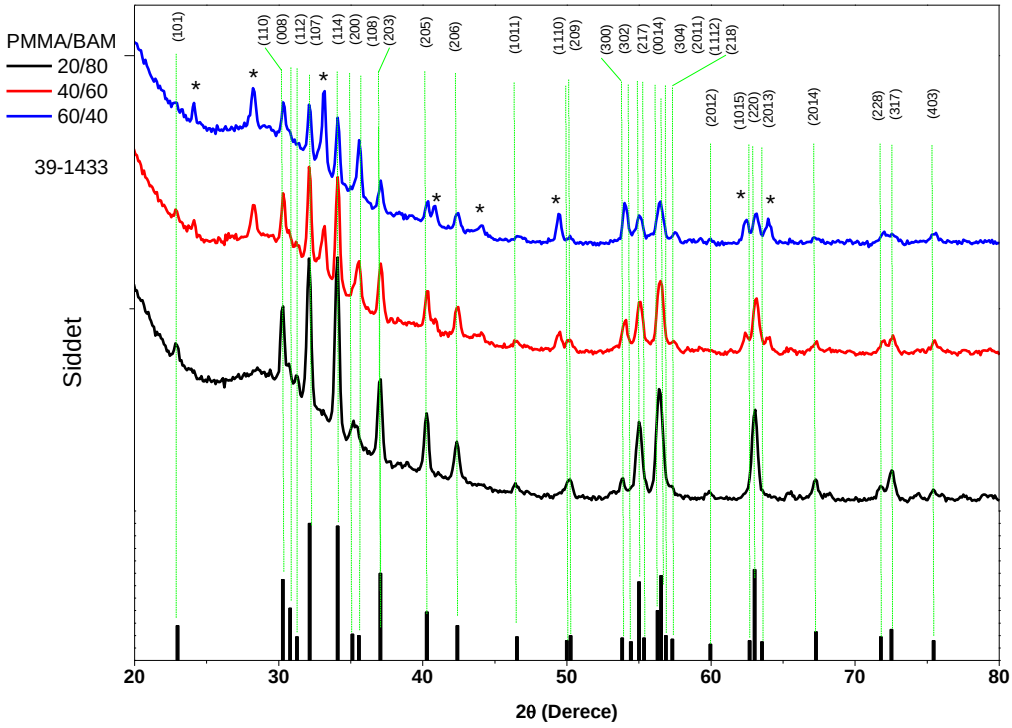
| | Ms, emu/g | Mr, emu/g | Hc, kOe | Mr/Ms |
|---|---|---|---|---|
| Birlikte Çöktürme | 46.00 | 16.51 | 2.50 | 0.36 |
| Hidrotermal | 52.00 | 12.40 | 0.50 | 0.24 |

### 3.3. M tipi Hexaferrit-Polimer nano Kompozitler

PMMA destekli katı-jel yanma reaksiyonu kullanılarak elde edilmiş $BaFe_{12}O_{19}$, $SrFe_{12}O_{19}$ ve $PbFe_{12}O_{19}$ nano tozlarının fiziksel özelliklerinin analizi bu bölümde verilmiştir.

#### 3.3.1. Kristal Özellikler

Sentezlenen $BaFe_{12}O_{19}$ numunelerine ait XRD profillerinden kristalografik yapılarının $BaFe_{12}O_{19}$ (ICDD- 39-1433) yapısında olduğu Şekil 21 de açıkça görülmektedir. İlgili grafiklerde indislenen pikler (hkl) : (101), (110), (008), (112), (107), (200), (108), (203), (205), (206), (011), (110), (209), (300), (217), (0014), (304), (2011), (1112), (218), (2212), (1015), (220), (2013), (2014), (228), (317) ve (403) şeklinde olup, “ * ” ile işaretlenen pikler Hexaferrit yapıdan farklı bir fazın varlığını göstermektedir.




Şekil 21. Farklı PMMA / BaM oranlarında hazırlanan numunelerin XRD desenleri

Bu pikler diğer ferrit ($BaFe_2O_4$ ve α-$Fe_2O_3$ [66]) yapılarından kaynaklanmaktadır ve PMMA oranı arttıkça bu farklı fazlar ortaya çıkmaktadır. Diğer bir deyişle PMMA miktarı en az olan (PMMA/BaM = 20/80) numunede farklı faz yoktur. Kullanılan örnek hazırlama yönteminde hegzaferrit tozları sol-jel yöntemiyle sentezlendikten sonra PMMA ile karıştırıldı. Bu işlemi takip eden PMMA'nın buharlaşması esnasında çıkan gazın hegzaferrit mikro karışımını parçalayarak nano boyutlara inmesini sağlamıştır [67]. Yani PMMA miktarının çok olması mikro ölçekli bölgelerde yoğun gaz çıkışı ve buna bağlı olarak yüksek enerji aktarımı ile kristal yapının spinel yapıya dönüşmesine sebep olmaktadır. Çünkü hegzaferrit kristal yapısı içerisinde diğer ferrit yapıları barındırmaktadır. Nano hegzaferrit tozlarına ait XRD piklerinden Bragg yasası kullanılarak (hkl) indisine sahip düzlemler arası mesafe, d, bulunmuş ve Tablo 11 'de listelenmiştir. Sonra $\frac{1}{d^2}=\frac{4}{3}\frac{h^2+k^2+hk}{a^2}+\frac{l^2}{c^2}$ ve $n\lambda=2d\sin\theta$ ifadelerini kullanarak en küçük kareler yöntemi (Least Square Method) ile a ve c hücre parametreleri ve dolayısıyla $V=\frac{\sqrt{3}}{2}a^2c$ hacmi hesaplanmıştır. Burada λ, X-ışını dalgaboyu (1.5405 Å) iken , θ en şiddetli XRD pikinin gözlendiği açının yarısıdır. Elde edilen sonuçlar Tablo 12 'de listelenmiştir. Literatürde verilen bilgilere göre $BaFe_{12}O_{19}$ (ICDD- 39-1433) numunesine ait kristal yapı hegzagonal olup, a,b ve c hücre parametreleri sırasıyla 5.8945, 5.8945 ve 23.2150 Å 'dür. Tablo 12 den de görüleceği gibi XRD deneylerimizden elde ettiğimiz ve literatürde verilen

BaM hegzaferritlerine ait hücre parametreleri arasındaki fark ihmal edilebiecek kadar küçüktür.

Tablo 11 BaM hegzaferritlerinden alınan XRD deseninden hesaplanan hücre parametreleri ve hacim

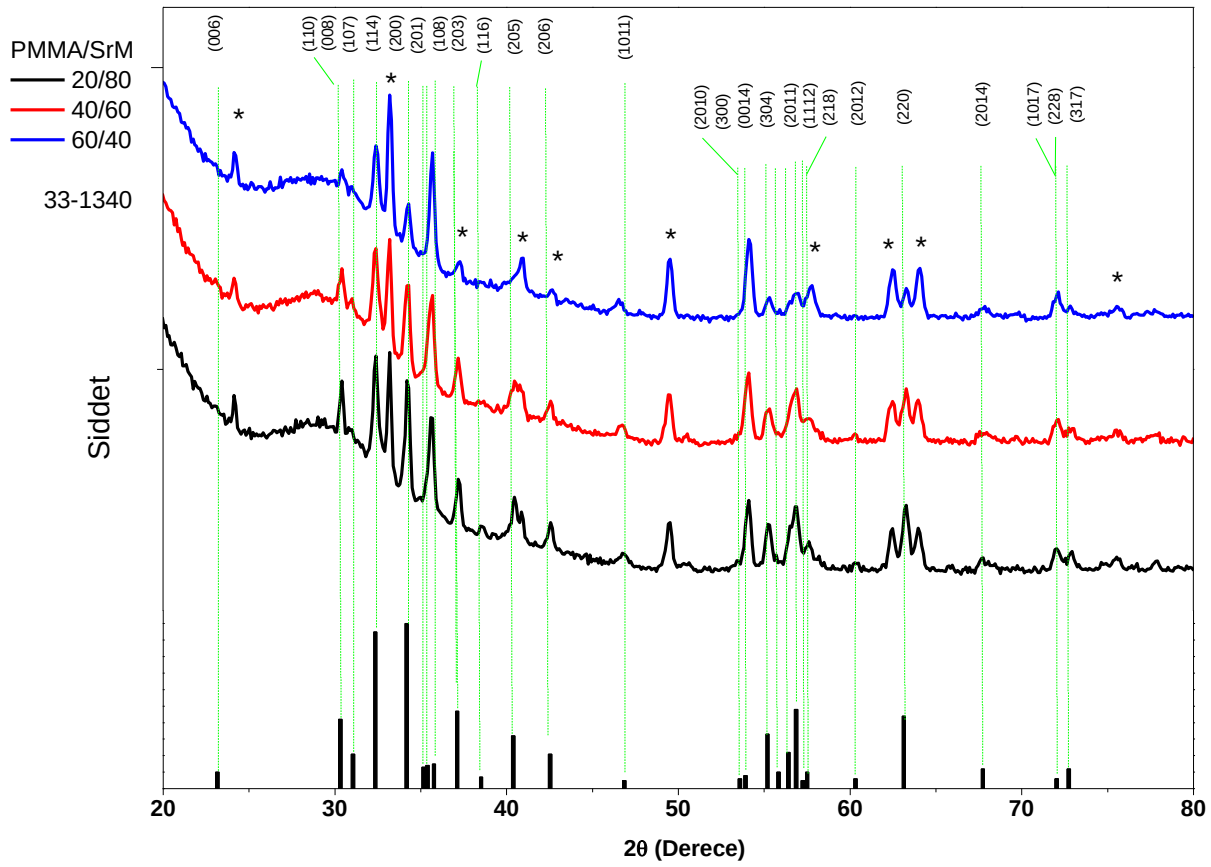
| | a (Å) | c (Å) | V ($10^{-28}$ $m^3$) |
|---|---|---|---|
| **Ba** | 5.8895 | 23.2564 | 6.9860 |
| **Sr** | 5.8851 | 22.9585 | 6.8862 |
| **Pb** | 5.8887 | 23.1172 | 6.9423 |

Tablo 12 BaM nanotozlarına ait XRD deseninden elde edilen 2θ değerleri, (hkl) düzlemleri arası mesafe d

| h | k | L | 2θ | d (Å) |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 1 | 0 | 30,31 | 2,95 |
| 1 | 0 | 7 | 32,14 | 2,78 |
| 1 | 1 | 4 | 34,25 | 2,62 |
| 2 | 0 | 0 | 35,27 | 2,54 |
| 2 | 0 | 3 | 37,01 | 2,43 |
| 2 | 0 | 5 | 40,22 | 2,24 |
| 2 | 0 | 6 | 42,43 | 2,13 |
| 2 | 0 | 9 | 50,22 | 1,82 |
| 2 | 1 | 7 | 55,09 | 1,67 |
| 2 | 0 | 11 | 56,47 | 1,63 |
| 2 | 2 | 0 | 63,08 | 1,47 |
| 3 | 1 | 7 | 72,53 | 1,30 |

Şekil 5'de sentezlenen SrFe12O19 numunelerine ait XRD profillerinden kristallografik yapılarının SrFe12O19 (ICDD-33-1340) yapısında olduğu görülmektedir. İndislenen pikler (hkl) : (006), (110), (008), (107), (114), (200), (201), (108), (203), (116), (205), (206), (1011), (2010), (300), (0014), (304), (2011), (1112), (218), (2012), (220), (2014), (1017), (228) ve (317) şeklinde olup, "*" ile işaretlenen pikler Hexaferrit yapıdan farklı bir fazın varlığını göstermektedir. Artan PMMA miktarı ile antiferromanyetik $SrFe_2O_4$ ve ferromanyetik olmayan α-$Fe_2O_3$ ferrit yapılarından kaynaklanan farklı fazlar ortaya çıkmaktadır. Bu durum Ba ferritler için anlatılan ve düşük doyum manyetizmasını izah etmede kullanılan verilerle örtüşmektedir. Sol-jel yöntemi kullanılarak sentezlenen hegzaferrit tozları PMMA ile

karıştırılmaktadır. Burada PMMA polimerlerinin ısıtılarak patlaması ve gaz çıkışı esnasında hegzaferrit mikro karışımını parçalayarak nano boyutlu tanecikler oluşmaktadır [68].




Şekil 22. Farklı PMMA / SrM oranlarında hazırlanan numunelerin XRD desenleri

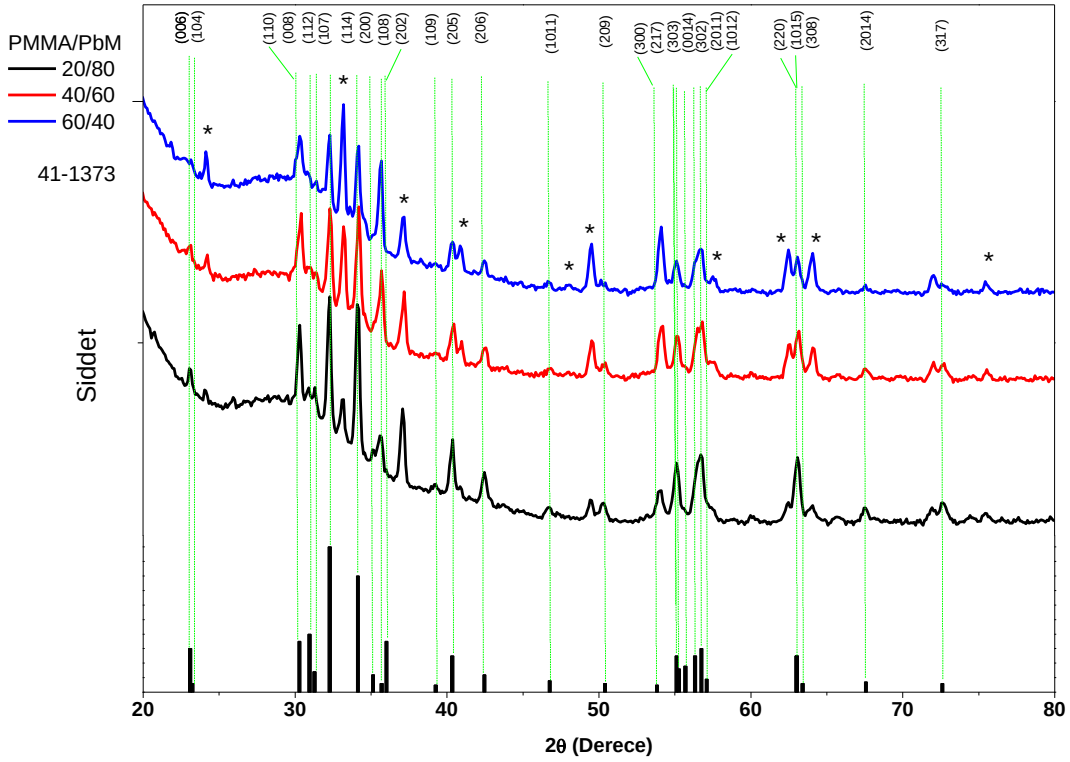
Nano SrM tozlarına ait XRD piklerinden (hkl) indis değerleri ve bunlara karşılık gelen kırınım açısı Tablo 13 de verilmiştir. Kırınım açı değerleri kullanılarak katmanlar arası mesafe d bulunmuştur. Daha sonra " en küçük kareler yöntemi ", hegzagonal kristal yapılara ait $\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3}\frac{h^2 + k^2 + hk}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$ formulüne uygulanarak a ve c hücre parametreleri, ve bu parametreler kullanılarak hacim $V = \frac{\sqrt{3}}{2}a^2 c$ hesaplanmıştır. Üretilen nano SrM tozlarının hesaplanan hücre parametreleri ve birim hücre hacmi Tablo 11 de gösterilmiştir. Literatürde $SrFe_{12}O_{19}$ (ICDD-33-1340) kristal yapısı hegzagonal düzende verilmiş olup, a,b ve c hücre parametreleri sırasıyla 5.8868, 5.8868 ve 23.0370 Å 'dür. Üretilen ve literatürde verilen SrM hegzaferritler için bu değerler kabuledilebilir büyüklüktedir ve PMMA miktarı arttıkça diğer ferrit fazları olan magnetit ve/veya maghemit piklerinin oluştuğu gözlemlenmiştir.

Tablo 13: SrM nanotozlarına ait XRD deseninden elde edilen 2θ değerleri, (hkl) yüzeyleri arası mesafe d

| h | k | l | 2θ | d (Å) |
|---|---|---|---|---|
| 0 | 0 | 7 | 32,32 | 2,77 |
| 1 | 1 | 4 | 34,23 | 2,62 |
| 2 | 0 | 3 | 37,16 | 2,42 |
| 2 | 0 | 5 | 40,45 | 2,23 |
| 1 | 0 | 11 | 46,84 | 1,94 |
| 2 | 1 | 7 | 55,2 | 1,66 |
| 2 | 0 | 11 | 56,88 | 1,62 |
| 2 | 2 | 0 | 63,29 | 1,47 |
| 2 | 0 | 14 | 67,73 | 1,38 |
| 1 | 0 | 17 | 72,08 | 1,31 |

Nano $PbFe_{12}O_{19}$ hegzaferrit serisine ait X-ışını kırınım desenleri Şekil 23 de gösterilmiştir. Bu numunelere ait XRD desenlerinin $PbFe_{12}O_{19}$ (ICDD – 41-1373) pikleriyle uyumlu olduğu tespit edilmiştir. İndislenen pikler (006), (104), (110), (008), (112), (107), (114), (200), (108), (202), (109), (205), (206), (1011), (209), (300), (217), (303), (0014), (302), (2011), (1012), (220), (1015), (308), (2014) ve (317) şeklindedir. " * " ile işaretlenen pikler Hexaferrit yapıdan farklı bir fazın varlığını göstermekte olup, $PbFe_2O_4$ ve ve α-$Fe_2O_3$ gibi doyum mıknatıslanmasını azaltan ferrit yağıların varlığı PMMA miktarı arttıkça ortaya çıkmaktadır. Bu farklı fazların PbM hegzaferrit serisindeki her bir numunedeki konumları birbiriyle uyumludur. Bununla birlikte PMMA oranı en fazla olan numunede farklı faz oluşumunun en fazla olduğu tespit edilmiştir. Sentez sonrası karıştırılan PMMA polimerleri buharlaşması esnasında yüksek enerji aktarımı ile kristal yapının spinel yapıya dönüşmesine sebep olmaktadır.

Nano PbM tozları için en şiddetli XRD yansıma pikinin bulunduğu kırınım açısı 2θ ve (hkl) indisleri kullanılarak katmanlar arası mesafe d hesaplanmış ve Tablo 14 de verilmiştir. Kristal yapılı birim hücrelerin a ve c hücre parametreleri , $\frac{1}{d^2}=\frac{4}{3}\frac{h^2+k^2+hk}{a^2}+\frac{l^2}{c^2}$ formülü kullanılarak bulunmuş ve kristalin birim hücre hacmi hesaplanmıştır. Literatürde $PbFe_{12}O_{19}$ (ICDD – 41-1373) kristal yapısı hegzagonal düzende verilmiş olup, a,b ve c hücre parametreleri sırasıyla 5.8945, 5.8945 ve 23.0900 Å 'dür. Üretilen ve literatürde verilen SrM hegzaferritlerine ait hücre parametreleri arasındaki fark ihmal edilebilecek kadar küçüktür




Şekil 23. Farklı PMMA / PbM oranlarında hazırlanan numunelerin XRD desenleri

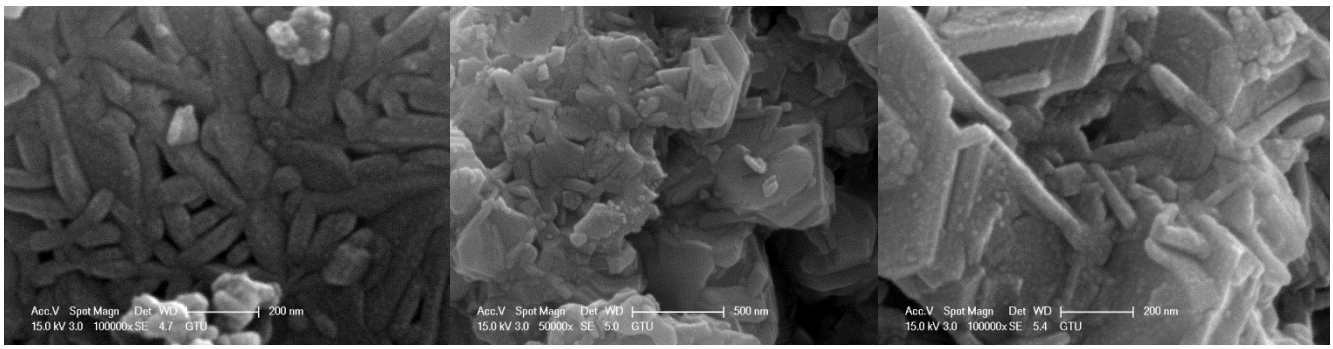
.

Tablo 14 PbM nanotozlarına ait XRD deseninden elde edilen 2θ değerleri, (hkl) yüzeyleri arası mesafe d

| h | k | l | 2θ | d (Å) |
|---|---|---|---|---|
| 0 | 0 | 6 | 23,06 | 3,85 |
| 1 | 1 | 0 | 30,35 | 2,94 |
| 1 | 0 | 7 | 32,31 | 2,77 |
| 1 | 1 | 4 | 34,09 | 2,63 |
| 1 | 0 | 8 | 35,65 | 2,52 |
| 2 | 0 | 5 | 40,40 | 2,23 |
| 2 | 0 | 6 | 42,45 | 2,13 |
| 2 | 1 | 7 | 55,11 | 1,67 |
| 2 | 0 | 11 | 56,70 | 1,62 |
| 2 | 2 | 0 | 63,08 | 1,47 |
| 2 | 0 | 14 | 67,53 | 1,39 |
| 3 | 1 | 7 | 72,68 | 1,30 |

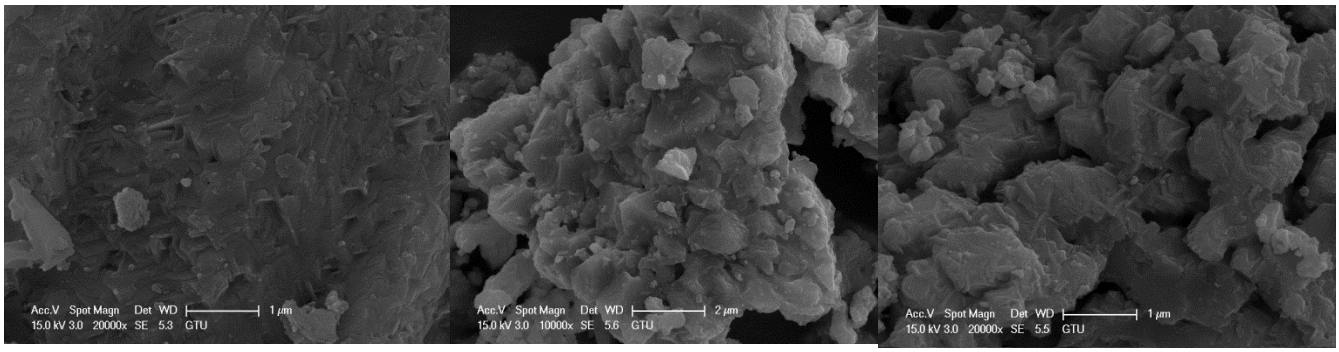
### 3.3.2. Parçacık Morfolojisi

Nano Ba hegzaferrit numunelerine ait kaydedilen SEM resimlerinden (Şekil 24) parçacıkların morfolojik yapıları ve boyutları tespit edilmiştir. Numunenin hazırlanması esnasında kullanılan PMMA polimerinin çok az da olsa yanmadan kaldığı yerler gözlemlenmiştir. Az miktarda PMMA kullanılarak hazırlanan numunedeki parçacıklar çubuk şeklinde yapıya sahip olup en fazla (yaklaşık) 200 nm civarında uzunluğa ve 40-50 nm civarında genişliğe sahiptirler. Hegzaferritlerin mikro boyuttan nano boyuta indirgenmesi esansında kullanılan PMMA miktarı arttıkça farklı ve karışık morfolojik yapılara sahip parçacıklar ortaya çıkmaktadır. Örneğin PMMA/BaM oranı 40/60 iken çubuk ve altıgen plaka yapılı karışık şekillerde tanecikler görülmektedir. PMMA polimerinin en yoğun kullanıldığı örneklerde ise altıgen plaka yapıların daha belirgin ve baskın olduğu tespit edilmiştir. Hegzaferrit numunelerde üretim şartlarının kristal büyüme yönüne etkisi bilinmektedir. Burada ise parçacık boyut küçültme esnasında kullanılan PMMA miktarı diğer bir deyişle bu organik yapının yanması esnasında ortaya çıkan gaz BaM yapılarının kırılma veya parçalanma hem yer ve hem de şeklini etkilemektedir. Az polimer miktarı ile çubuk şekilli, yani kristal c eksenine paralel parçalanma gerçekleşmiş, ve c eksini boyunca nihai tanecik oluşmuştur. Artan polimer miktarı ile kristal c eksenine dik yönde kırılmalar gerçekleşmiş olup hexzagonal plakalar şeklinde ürün oluşmasına sebep olmuştur.



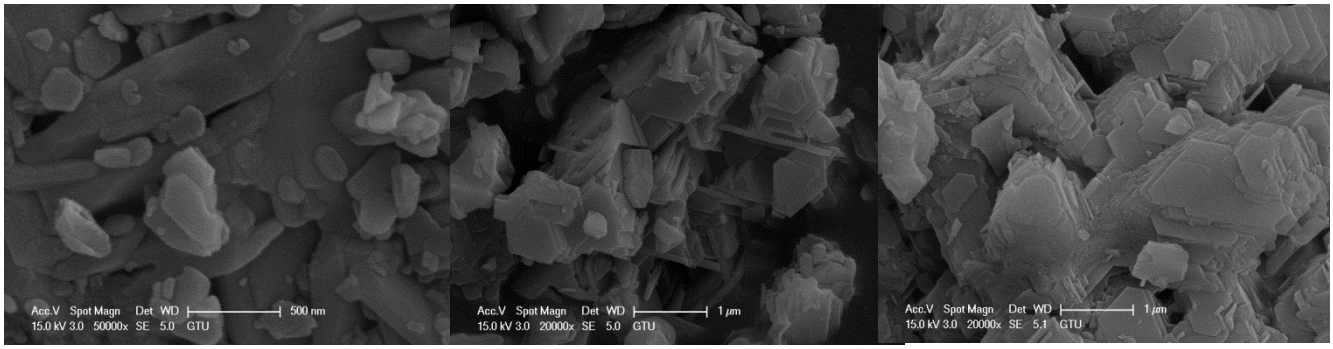

Şekil 24. Farklı PMMA / BaM oranlarında hazırlanan numunelerin SEM görüntüleri: PMMA/BaM: 20/80 b) 40/60 c) 60/40

SEM resimlerindeki bilgiler değerlendirilerek parçacıkların morfolojik şekilleri ve geometrik boyutları belirlenmiştir. Nano-yapılı Sr hegzaferrit numunelerine ait SEM görüntüleri Şekil 25 ile verilmiştir. PMMA/SrM değeri 20/80 olan numunede küresel, çubuk ve altıgen plaka yapısında farklı türden yapılardan oluşmaktadır. PMMA/SrM oranı 40/60 olan numuneye ait SEM görüntüsünde küresel ve altıgen plaka yapısına sahip parçacıklar ortaya çıkmaktadır. Bu parçacıklar PMMA oranının artmasıyla çeşitli büyüklüklere sahip olup yoğun bir yığılma ve kümeleşme morfolojisi göstermektedir. PMMA 'nın en yoğun kullanıldığı örneklerde altıgen yapılı taneciklerin baskın olduğu görülmüştür.




Şekil 25. Farklı PMMA / SrM oranlarında hazırlanan numunelerin SEM görüntüleri: PMMA/SrM: 20/80 b) 40/60 c) 60/40

PbM nanoparçacıkların morfolojisi ve boyutları tespit edilmiş olup, bu numunelere ait SEM resimleri Şekil 26 de verilmiştir. PMMA polimerlerinin çok az da olsa yanmadan kalıdığı yerler gözlemlenmiştir. En az yoğun PMMA ile hazırlanan numunede parçacıklar yaklaşık 100-400 nm civarında büyüklüğe sahip olup yuvarlak ve çubuk şeklinde karışık yapılar bulunmaktadır. PMMA oranının değişmesi ile birlikte farklı morfolojik yapılar ortaya çıkmaktadır. PMMA/PbM değeri 40/60 iken altıgen plaka ve çubuk şeklinde karışık yapılar ortaya çıkarken, bu oran 60/40 iken altıgen plaka yapıların daha baskın olduğu gözlemlenmiştir. Bu numunelerin geniş parçacık büyüklüğü, parçacık çeşitliliği ve kümelenmeden dolayı ortalama bir büyüklük ve kesin bir morfolojiden bahsetmek mümkün değildir.

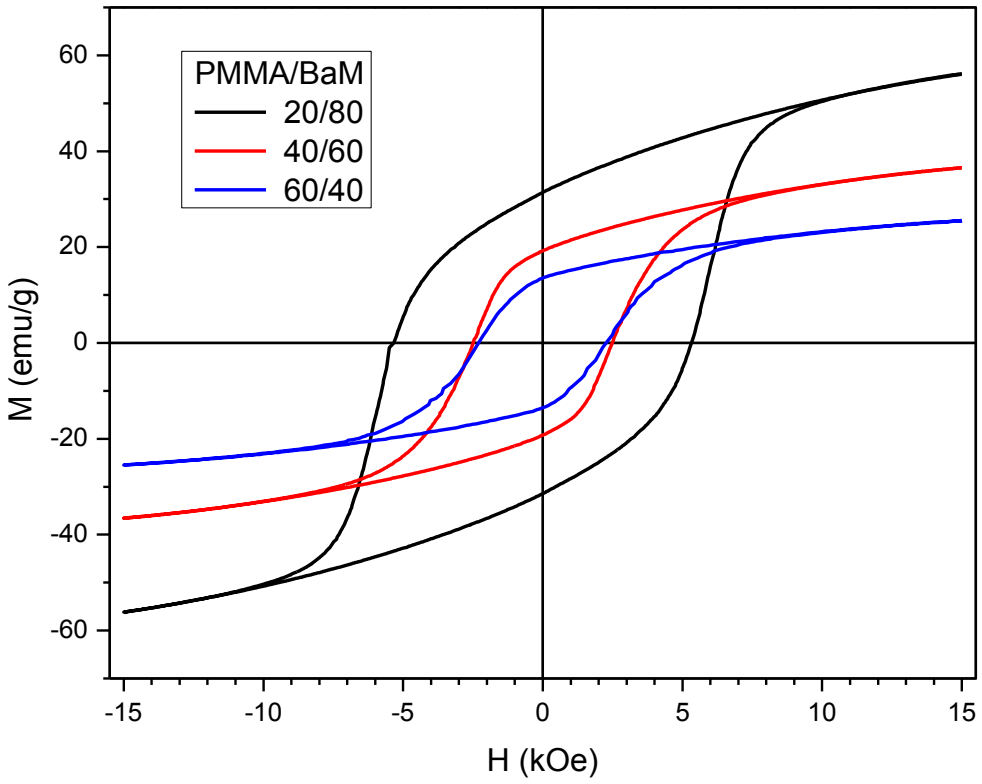



Şekil 26. Farklı PMMA / PbM oranlarında hazırlanan numunelerin SEM görüntüleri: PMMA/PbM: 20/80 b) 40/60 c) 60/40

### 3.3.3. Manyetik Özellikler

Üretilen hekzaferrit numunelerin oda sıcaklığında SQUID magnetometre ile alınmış manyetik histerisiz eğrileri Şekil. 27 de görülmektedir. Bu eğrilerin hiçbirisi 15 kOe gibi yüksek manyetik alana rağmen doyum mıknatıslanmasına ulaşamamışlardır ve bu numunelerinin 1/H sıfıra giderken ekstrapolasyonundan elde edilen Ms doyum

mıknatıslanma değerleri sırasıyla 67.79, 44.88 ve 30.77 emu/g'dır (Tablo 15). BaM hegzaferritine ait teorik $M_s$ değeri olan 72 emu/g [69] dan küçük değerler bulunmasının en önemli sebebi Ms'nin doğrudan komposizyona bağlı olmasıdır. PMMA miktarı arttıkça doyum mıknatıslanması daha düşük hegzaferrit elde edilmiştir. Bu ve XRD den elde edilen bilgiler ışığında, PMMA miktarı arttıkça ortaya çıkan farklı fazların BaM' a göre daha az manyetik yapılar olduğu (Antiferromanyetik $BaFe_2O_4$ ve feroomanyetik olmayan α-$Fe_2O_3$ [70]) anlaşılmaktadır. Bu örnek patlatma işlemi sonucunda oluşan diğer ferritler toplam doyum manyetizmasını düşürücü etki yaptığı anlaşılmaktadır. Bu farklı tanecik büyüklüğü ve karışık fazların mikrodalga soğurmaya olumlu katkısı olduğu ilerleyen kısımlarda tartışılacaktır. Ayrıca yüksek alana rağmen, farklı fazların olmadığı Ba hegzaferrit numunesinde doyum mıknatıslanmasına ulaşılamamasının sebebi Çekirdek-Kabuk ikili yapısı ile izah edilebilir. Çünkü bu nano boyutlu yapılarda temelde manyetik olan çekirdeğin diyamanyetik özellik gösteren ince bir kabuk ile kaplandığı ve böylece mıknatıslanmayı zorlaştıran etki oluşturduğu gözlenmiştir.

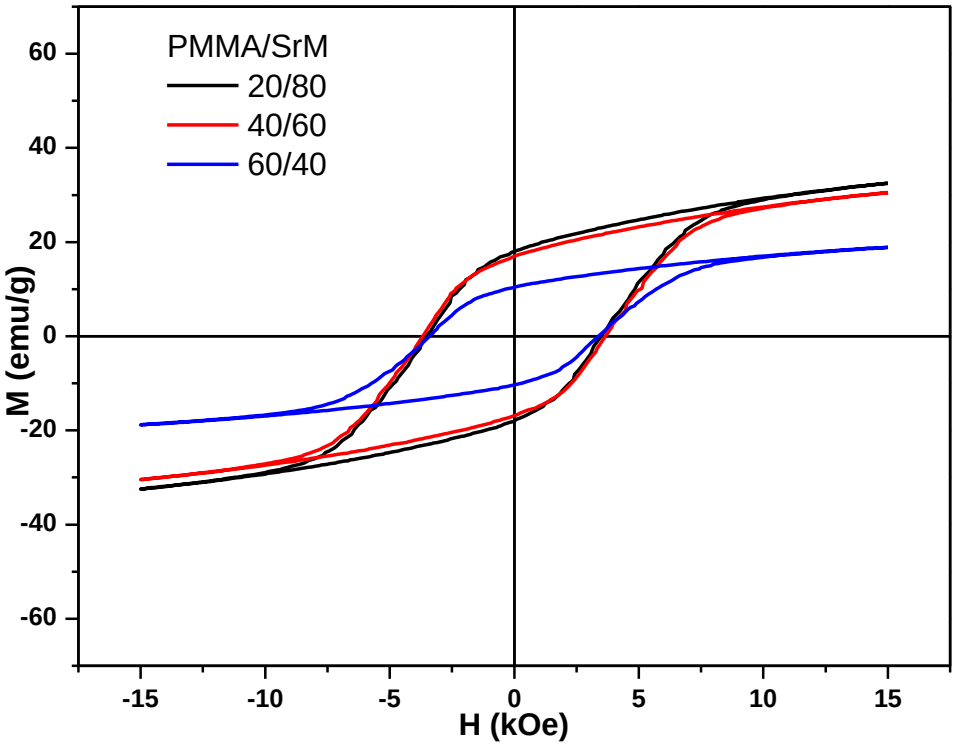



Şekil 27. Üretilen Ba hegzaferrit numunelerinin oda sıcaklığındaki mıknatıslanmanın dış alana göre değişimi

Tablo 15 Farklı PMMA oranlarına sahip BaM, SrM, ve PbM kompozit NP için hesaplanan Hc, Ms, Mr ve Mr/Ms değerleri

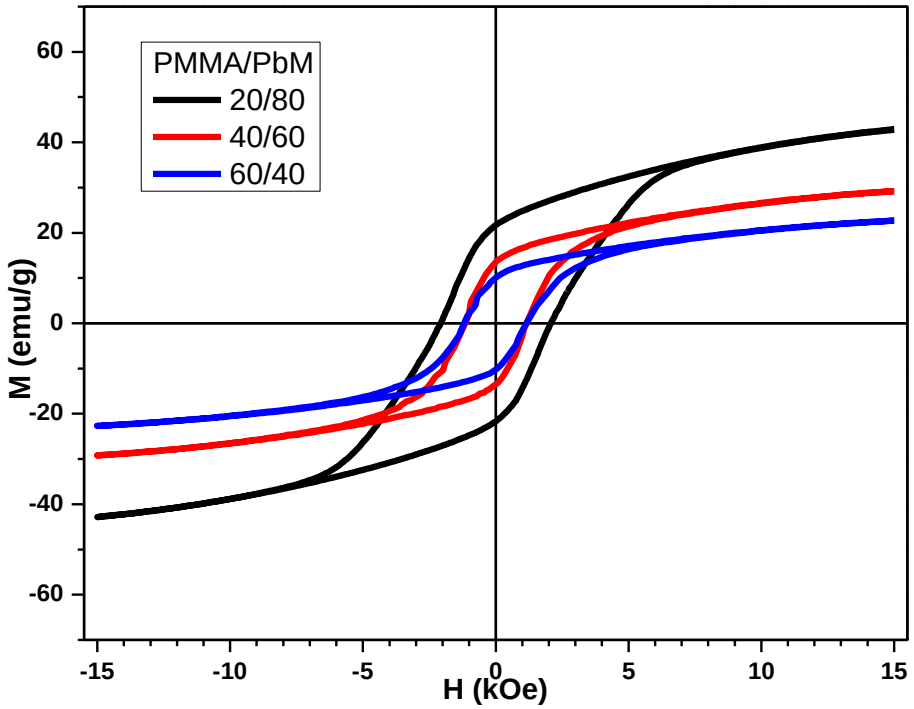
| | Hc (Oe) | Ms (emu/g) | Mr (emu/g) | Mr/Ms |
|---|---|---|---|---|
| Ba1 | 5321 | 67.79 | 36.55 | 0.46 |
| Ba2 | 2490 | 44.88 | 23.68 | 0.42 |
| Ba3 | 2271 | 30.77 | 16.52 | 0.43 |
| Sr1 | 3493 | 40.29 | 21.89 | 0.45 |
| Sr2 | 3662 | 37.68 | 20.67 | 0.45 |
| Sr3 | 3377 | 23.52 | 13.45 | 0.44 |
| Pb1 | 2077 | 51.43 | 26.75 | 0.42 |
| Pb2 | 1160 | 34.94 | 18.05 | 0.39 |
| Pb3 | 1154 | 27.77 | 14.46 | 0.36 |

Bulk SrM hegzaferrit nanoparçacıklarının dc manyetik karakterizasyonu oda sıcaklığında ±15 kOe manyetik alan uygulayarak, SQUID magnetometre ile M-H histeresiz ölçümleri alınarak çalışılmıştır. Şekil 28 de histeresiz eğrileri verilen SrM numunelerinin 1/H sıfıra giderken ekstrapolasyonundan elde edilen Ms doyum mıknatıslanma değerleri sırasıyla 40.29, 37.68 ve 23.52 emu/g'dır. Literatürde tek kristal SrM hegzaferritinin doyum mıknatıslanması 74.3 - 92.6 emu/g aralığında olacak şekilde farklılık göstermektedir [71]. SrM hegzaferritlerine ait histerisiz eğrilerinden elde edilmiş Ms değerlerinin doğrudan kompozisyona bağlı olmasından dolayı katkısız hegzaferrit Ms değeri olan 74.3 emu/g dan küçük değerler bulunmuştur. Bütün bu eğriler 15 kOe gibi yüksek manyetik alana rağmen doyum mıknatıslanmasına ulaşamamış olup, PMMA/SrM oranı arttıkça daha az doyum mıknatıslanmalı hegzaferritler elde edilmiştir. SrM hegzaferrit numunesinde yüksek manyetik alana rağmen doyuma ulaşamamasının nedeni ise, yüzeyin manyetik olmayan polimer kabuğuyla kaplanması sonucu çekirdek-kabuk ikili ara yapısında antiferromagnetik etkileşmelerden kaynaklanmış olabilir. Histeri eğrilerinden elde edilen diğer manyetik özellikler; Mr kalıcı (remenant) mıknatıslanma değerleri 21.89, 20.67 ve 13.45 emu/g iken, Hc koersif (zorlayıcı) alan değerleri 3493, 3662 ve 3377 Oe olarak bulunmuştur. Koersif alan değeri tanecik boyutuyla orantılı olup, yaklaşık 3.5 kOe gibi oldukça yüksek bir değere sahiptir. Bu değer, tanecik boyutunun 1μm 'lik tek domen (single domain) sınırından daha küçük boyutlarda olduğunu göstermektedir [72]. Ayrıca XRD den bulununa ve Ba ferrit numulerde ortaya çıkan sonuçlar doğrultusunda manyetkk özelligi bulunmayan ve/veya az olan hematit ve Sr spinel ferrit gibi yapıların varlığı doyum mıknatıslanmasını önemli ölçüde azaltmaktadır.




Şekil 28. Üretilen Sr hegzaferrit numunelerin oda sıcaklığındaki manyetik histeri eğrileri

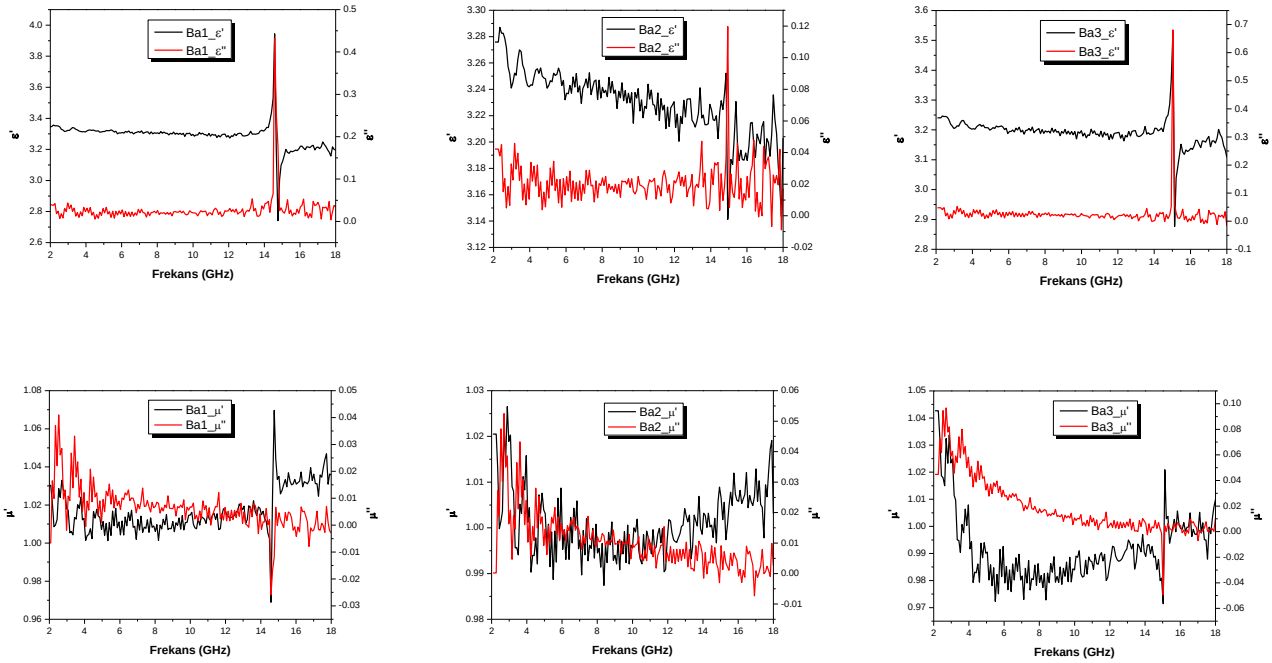
Hegzaferrit numumeleri SQUID magnetometre kullanılarak oda sıcaklığında elde edilen histeri eğrileri Şekil 29 da gösterilmiştir. 15 kOe gibi yüksek manyetik alana rağmen doyum mıknatıslanmasına ulaşamayan bu numunelerin 1/H ekstrapolayonundan elde edilen doyum mıknatıslanması değerleri sırasıyla 51.43, 34.94 ve 27.77 emu/g'dır. Ms doyum mıknatıslanma değerinin hegzaferrit kompozisyonuna bağlı olmasından dolayı katkısız PbM 'e ait Ms değeri olan 54 emu/g [73] değerinden küçük değerler elde edilmiş olup PMMA oranının artması ile birlikte doyum mıknatıslanması değeri düşmektedir. XRD ve VSM 'den elde edilen bilgiler doğrultusunda, PMMA ve PbM karışımı sonucu diğer antiferromanyetik $SrFe_2O_4$ ve ve ferromanyetik olmayan α-$Fe_2O_3$ gibi yapıların oluşması ile doyum mıknatıslanması değeri düşmektedir. Bu yapılardaki farklı fazların ve tanecik büyüklüklerinin mikrodalga soğurmaya etkisi daha sonraki bölümde tartışılacaktır. Ayrıca PMMA polimerleri ile birlikte yüzeyde oluşan mıknatıslanmayı azaltıcı antiferromagnetik kabuk PbM hegzaferrit numunelerinin doyum mıknatıslanmasına ulaşmasını engellemektedir.




Şekil 29. Üretilen Pb hegzaferrit numunelerin oda sıcaklığındaki manyetik histeri eğrileri

### 3.3.4. Dielektirik geçirgenlik, manyetik geçirgenlik ve yansıma kayıp hesaplamaları

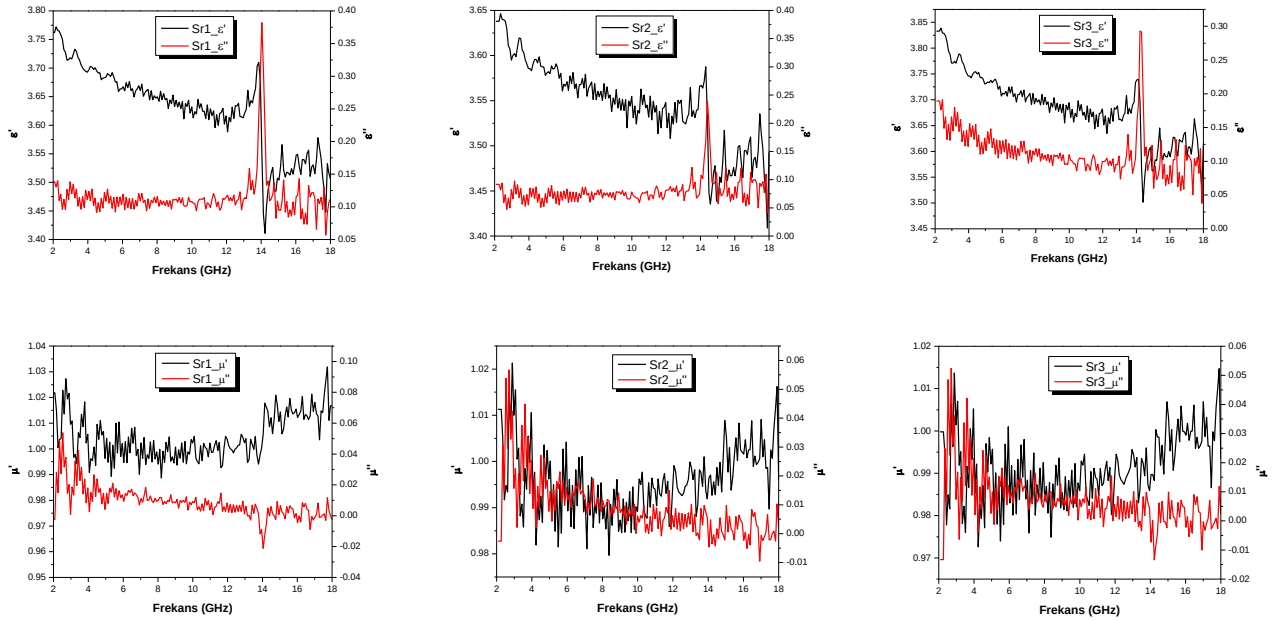
Şekil 30'da PMMA/BaM nanoparçacığına ait permitivite ve permabilite katsayılarının gerçek ve sanal bileşenleri 2 ile 18 GHz aralığında verilmektedir. Tüm bu grafiklerde gerçek bileşenler siyah çizgi ile, sanal bileşenler ise kırmızı çizgi ile gösterilmiştir. Tüm Ba numunelerinin ε' değerleri 15 GHz civarında rölaksesyon (durulma) davranışı göstermekle birlikte, bu üç numune için durulmanın gerçekleştiği frekans değeri PMMA oranı ile birlikte artmaktadır. Aynı şekilde ε'' değerleri 15 GHz civarında rezonans benzeri pik göstermekte olup, sönüm (durulma) eğrisi ile üst üste gelmektedir bunun sebebi iç bir özellik olmayıp sadece numune kalınlığının uyum kalınlığından olduğu anlaşılmaktadır. Bu aşağıdaki mikrodalga soğuruculuk grafiklerinden teyit edilmiştir. PMMA/BaM oranının 40/60 olduğu $Ba_2$ numunesi hariç diğer numunelerde μ' ve μ'' değerleri de 15 GHz civarında rezonans ve durulma gerçekleştirmektedir. $Ba_2$ için olan μ' ve μ'' eğrileri ise geniş bir frekans aralığı boyunca çok az değişim göstermektedir. μ' frekans ile küçük bir azalma gösterirken, μ'' ın frekansla değişimi çok büyük olmasa da 8 GHZ'e kadar azalan, 8GHz'den sonra ise artış gösteren, dalgalı bir davranış göstermektdir Bu bilgiler doğrultusunda; e' ile μ ' değerleri ile e'' ile de μ'' birbirlerine göre aldıkları değerler arası fark bulunmaktadır.



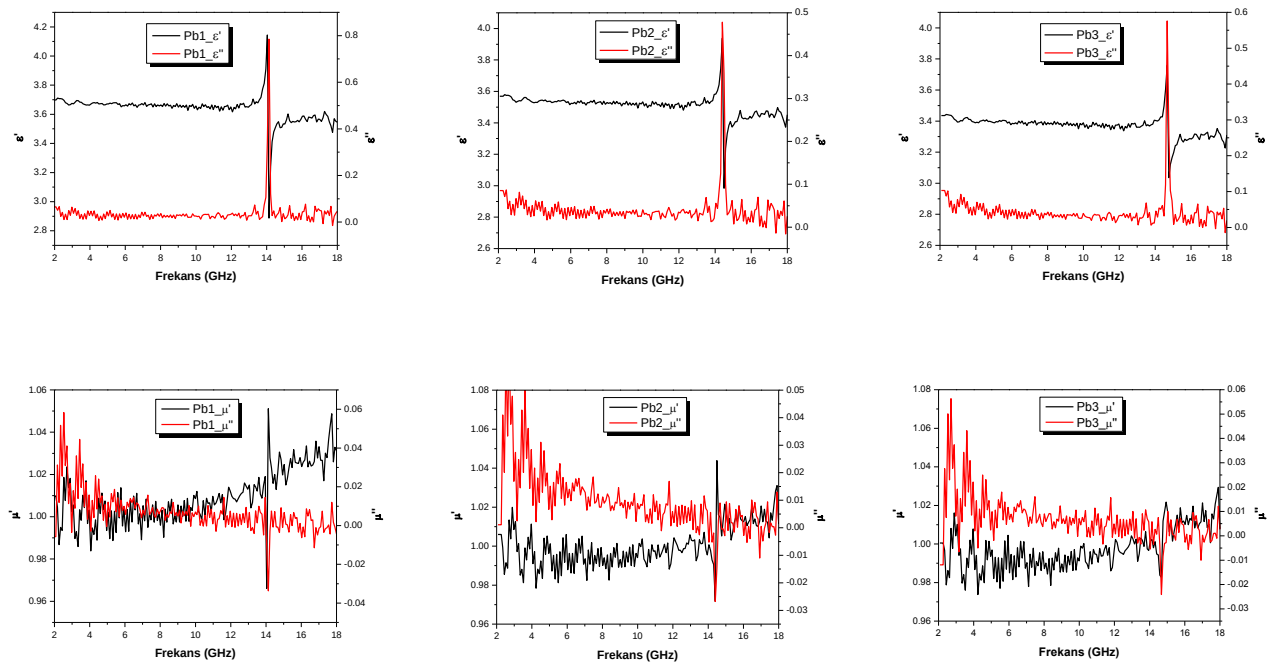

Şekil 30: Farklı PMMA oranlarında üretilmiş BaM nanotozlarına ait ε' , ε'' , μ' ve μ'' parametreleri
PMMA/BaM: 20/80 40/60 60/40

Nano boyutlarda SrM hegzaferrit tozu ile 2-18 GHZ frekans aralığında gerçekleştirilen kapalı klavuz mikrodalga ölçüm sonuçları Şekil 31 'da verilmiştir. ε' eğrileri tarama frekans aralığında çok az değişim göstererek azalan bir eğriye sahipken, 14 GHz civarında salınım (relaxation) gerçekleştirmektedir. ε'' eğrileri tüm frekans aralığı boyunca nispeten aynı kalırken, 14 GHz değerinde rezonans piki vermektedir. Manyetik geçirgenlik sabiti ve manyetik kayıp sabiti ( sırasıyla μ' ve μ'' ) farklı PMMA/PbM oranlarına sahip numunelerde birbirlerine göre aynı davranışı göstermektedir. Her 3 nano parçacıkda μ' 1 civarı değerler alıp, frekans arttıkça değişken (dalgalı) değerler almış, μ'' ise frekans arttıkça azalmıştır.

2-18 GHZ frekans aralığında nano boyutlardaki PbM hegzaferritlere ait kapalı klavuz mikrodalga ölçüm sonuçları Şekil 32'de verilmiştir. Nano boyutlarda PbM hegzaferrit nanoparçacıklarının ε' ve ε'' eğrileri taranan frekans aralığında 14 GHz civarında gerçekleşen salınım pek bir değişiklik göstermemiş olup salınım sonrası nispeten düşük değerler almıştır. Bununla beraber ε'' eğrileri tüm frekans aralığı boyunca neredeyse sabit bir değer izlerken, her iki (ε', ε'') parametr de frekansla birlikte azalmıştır. Farklı orandaki diğer PMMA/PbM 40/60 ve 60/40, PMMA/PbM 20/80 ile aynı karakteristik özelliği göstermekte olup; her ikisinde 14 GHz'de salınım göstermiş ve neredeyse sabit değerler almıştır.




Şekil 31: Farklı PMMA oranlarında üretilmiş SrM nanotozlarına ait ε' , ε'' , **μ'** ve **μ''** parametreleri
PMMA/Sr: 20/80 40/60 60/40

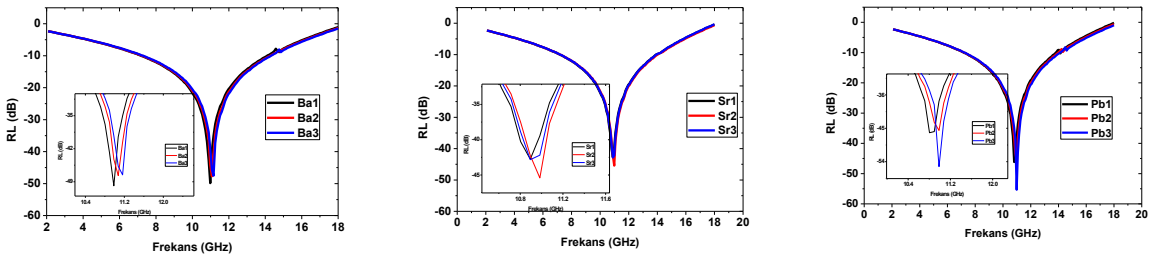



Şekil 32: Farklı PMMA oranlarında üretilmiş PbM nanotozlarına ait ε' , ε'' , μ' ve μ'' parametreleri
PMMA/PbM: 20/80 40/60 60/40

PMMA/PbM: 20/80, 40/60 ve 60/40 nano parçacıklarının ε' değerleri sırasıyla 3.7, 3.5 ve 3.4 civarında değerler almıştır. Manyetik geçirgenlik sabiti ve manyetik kayıp sabiti ( μ', μ'') farklı PMMA/PbM oranlarına sahip numunelerde birbirlerine göre karakteristik özellik göstermişlerdir. Buna göre her 3 nano parçacıkta μ' ≈ 1civarı değerler alıp, frekans arttıkça

bu değerler azalmıştır. μ'' ise frekans arttıkça artmış olup PMMA/PbM 20/80 için 0.06 iken diğer ikisi için yaklaşık 0.02 gibi değerler almışlardır. e' ile μ' değerleri arası 3 kat fark ve e'' ile μ'' birbirlerine neredeyse eşit değerlere sahip olmakta ve göreceli empedans 1'e nispeten yakın değerlere sahiptir. Bununla birlikte yansıma katsayısı yüksek frekanslarda giderek azalır.

Yansıma kayıp (RL) hesaplamalarından elde edilen sonuçlar Şekil 33 de verilmiştir. Genel olarak yansıma kayıpları 10.8 Ghz ile 11.2 Ghz arasında kendini daha fazla hissettirmiş yaklaşık 9.73 Ghz ile 12, 23 Ghz arasında 2,5 GHz bant genişliğine (-20dB referans) sahiptirler. Malzemenin soğuruculuğundan ziyade empedans uyumu ve uyumlu kalınlık sebebiyle gerçekleşen yanısma kayıpları 3mm numunlerde elde edilmiş olup -45dB ile -55dB kayıplar elde edilmiştir. Bu numunelerin yansıma kayıplarının numune soğuruculuğundan kaynaklanmaması nedeniyle soğurucu boya olarak kullanılmayacaktır.




Şekil 33: Farklı PMMA oranlarında üretilmiş BaM,SrM ve PbM nanotozlarına ait yansıma kayıp eğrileri

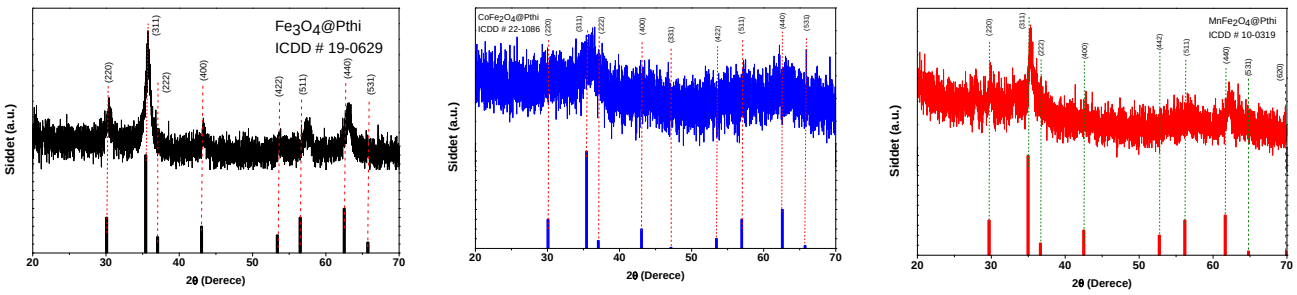
### 3.3.5. Politiofen Kaplı Spinel Ferrit nanokompozitler - $MFe_2O_4$@Pthi (M= Fe, Mn ve Co)

Polithiofen kaplı spinel ferritler sol-jel ve in-situ polimerizasyon yöntemleri sıralı kulanılarak elde edilmiştir. Bu üretim yöntemi ve parametreleri aşağıdaki gibidir. Metal nitrat ve Fe nitrat tuzlarından molar 1/2 oranında alınarak 60 $^{o}$C etilen glikol içerisinde sitrik asid yardımıyla çöülmüştür. pH değeri 7.0 değerine ayarlamak için etilen diamin kontrollü olarak kullanılmıştır. Sonuç olarak ilgili metal ferrit ön çözeltisi hazırlanmıştır. Bu ön çözelti 80 $^{o}$C'de buharlaştırlarak toz halde elde edildikten sonra 850 $^{o}$C tavlanarak spinel ferrit yapıları elde edilmiştir. Politiofen kaplı spinel ferrit malzemeler ise tiofen monomerinin in situ polimerizasyonu ile elde edilmiştir. Fe, Mn, Co ferrit nanoparçacıkları sabit miktarlarda 0.5 M HCl asit ve 1mL tiofen monomeri içeren çözeltisinin 35mL lik kısmına katılmıştır. Daha sonra oda sıcaklığında 120 dakika ultrasonik titreşime tabi tutulmuştur. Bu çözeltiye 3.5 g APS içeren 0.5 M lik 20 mL HCl çözeltisi yavaş yavaş damlatılmıştır. Bütün polimerleşme ultrasonik banyoda ve oda sıcaklığında tamamlanmıştır. Kompozit süzülme ve deiyonize su-

ethanol ile yıkandıktan sonra vakum altında 50 $^{o}$C de 24 saat kurutulmuştur. Nihai politihofen kaplı spinel ferritler elde edilmiştir

### 3.3.6. Kristal Özellikler (XRD)

Aynı polimer ortamda yer alan, yani Polythiophene katkılı $Fe_3O_4$, $MnFe_2O_4$ ve $CoFe_2O_4$ olarak sentezlenen spinel ferrit numunelere ait XRD desenleri Şekil 34'de verilmiştir. Buna göre kristallografik yapılarının spinel ferrit yapısında olduğu X-Işını Kırınımı desenlerinden de görülmektedir. $Fe_3O_4$ Polythiophene için indislenen pikler (hkl) : (220), (311), (222) (400), (422), (511), (440), ve (531) şeklinde olup "ICDD # 19-0629" yapısına ait standart XRD desenleriyle uyumlu olduğu görülmüştür. Yine diğer numunler için sırası ile CoFe2O4 Polythiophene için indislenen pikler (hkl) : (220), (311), (222), (400), (311), (422), (511), (440), ve (531) "ICDD # 22-1086" standart XRD pikleri ile uyumludur. $MnFe_3O_4$ Polythiophene için indislenen pikler ise (hkl) : (220), (311), (222), (400), (442), (511), (440), (531), (620)'dır ve "ICDD # 10-0319" standart XRD pikleri ile uyumludur. Buna göre desenlerden elde edilen bilgilere göre 3 numunede de spinel ferrit yapısından farklı bir fazın varlığının mevcut olmadığı tespit edilmiştir.




Şekil 34. Üretilen polythiphene spinel ferrit numunelerin XRD desenleri

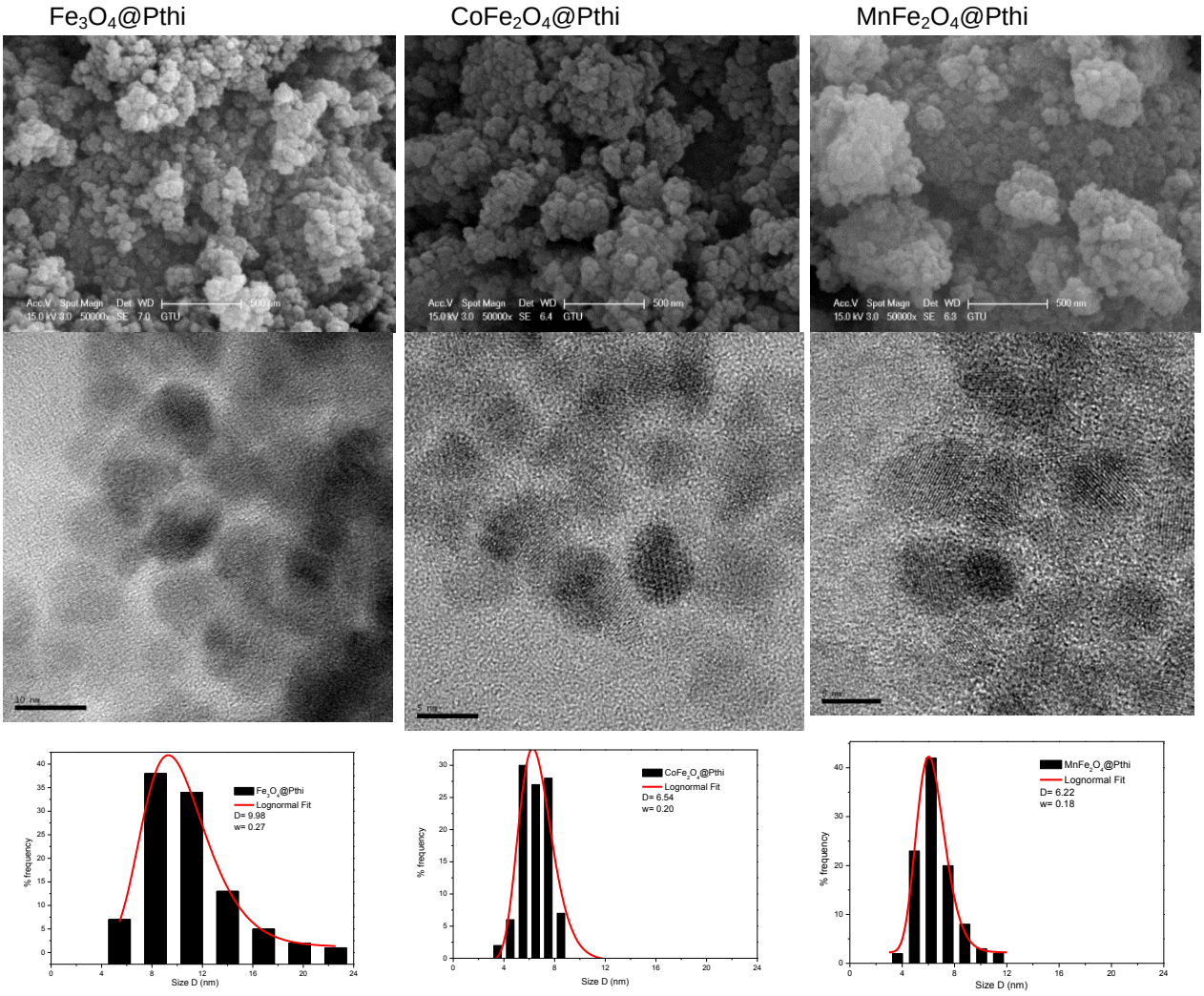
XRD piklerinin olduğu açılardan Bragg yasası kullanılarak şekildeki indislenen (hkl) değerleri ile ilgili düzlemler arası mesafe olan d bulunmuştur. Daha sonra hegzagonal kristal yapılı birim hücreler için $\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$ ifadesini kullanarak en küçük kareler yöntemi (Least Square Method ) ile a hücre parametresi ve bu parametreler yardımı ile de hacim $V = a^3$ hesaplanmıştır. Sonuçlar Tablo 16'da listelenmiştir.

Tablo 16. XRD deseninden hesaplanan hücre parametreleri ve onlara ait hacim değerleri.

| | a (Å) | V ($10^{-28}$ $m^3$) |
|---|---|---|
| $Fe_3O_4$@Pthi | 8,3267 | 5,7732 |
| $CoFe_2O_4$@Pthi | 8,3210 | 5,7614 |
| $MnFe_2O_4$@Pthi | 8,4410 | 6,0142 |

### 3.3.7. Parçacık Morfolojisi

$Fe_3O_4$, $MnFe_2O_4$ ve $CoFe_2O_4$ ferritleri ile aynı polimerle yani Polythiophene (Phti) ile kaplanarak üretilmiş olan nanoparçacıkların morfolojileri ve boyutları, Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscopy) ile alınan görüntülerden tespit edilmiştir. Aynı polimer ortamda olan ferrit numunelere ait SEM görüntüleri Şekil 35'de verilmiştir.

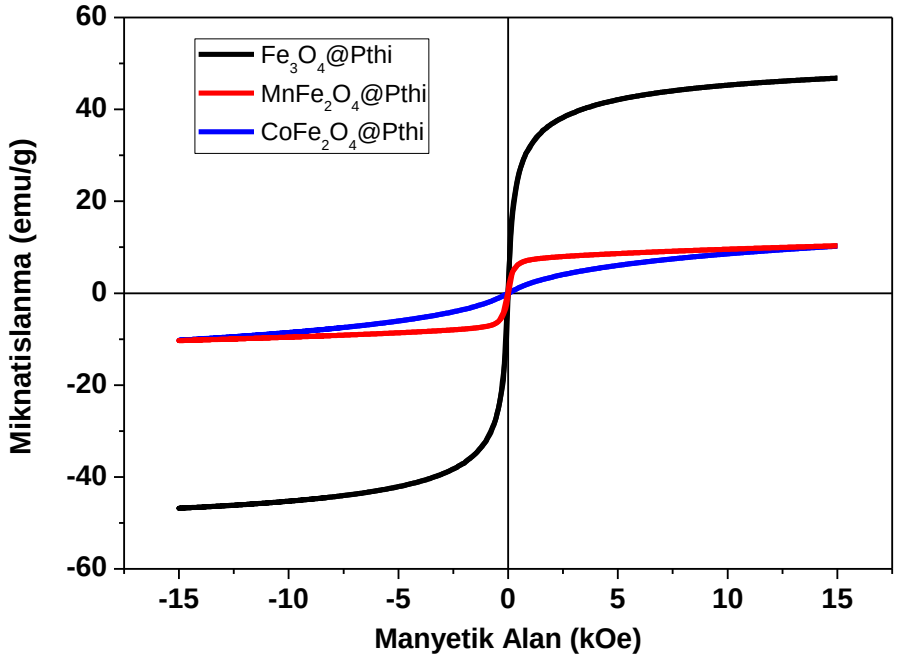



Şekil 35. Üretilen Pthi kaplı spinel ferrit numunelerinin SEM ve TEM görüntüleri ve parçacık boyut dağılım histogramı

Örneklerimizin SEM ve TEM görüntülerine göre; $Fe_3O_4$@Phti ortalama parçacık boyutu (Standart sapması) 9.98 nm (0.27) bulunmuş olup tanecikler 65 nm civarı boyutlarda kümelenmiş olarak bulunmaktadır. $CoFe_2O_4$@Pthi ise yaklaşık 100 nm veya biraz daha küçük boyutlarda kümelerde oluşmuş olup ortalama parçacık boyutu (Standart sapması) 6.54 nm (0.2) olan küresel geometride gözlemlenmiştir. $Fe_3O_4$@Phti gibi $CoFe_2O_4$@Pthi'de birbirleri ile kümelenmiş bir yapı göstermektedir. $MnFe_2O_4$@Phti numunelerinde ise ortalama parçacık boyutu (Standart sapması) 6.22nm (0.18) olarak bulunmuş ve 100 nm civarı küresel kümeleşmeler görülmüştür. Ana yapıdan ayrışmamış ancak polythiophene ile kaplandığı görülmektedir ve diğer iki ferritlerle boyut ve geometri olarak benzer özellikler göstermektedir. Sonuç olarak tüm ferritler polimerle kaplanmış olduğu SEM görüntülerinden anlaşılmış olup, Bu polimer kaplı farklı ferritler karakteristik çekirdek–kabuk yapısını göstermektedirler[74].

### 3.3.8. Manyetik Özellikler

Sentezlenen polythiophene kaplanmış ferrit ($Fe_3O_4$@Phti, $MnFe_2O_4$@Phti ve $CoFe_2O_4$@Phti) numunelerinin oda sıcaklığında VSM ile alınmış manyetik histeri eğrileri Şekil 36'de görülmektedir. Ferrit nanoparçacıklarının mıknatıslanması ± 15 kOe alanda doyum mıknatıslanmasına ulaşamamıştır. Nanoparçacık numunelerin 1/H sıfıra giderken ki ekstrapolasyonundan elde edilen maksimum alandaki doyum mıknatıslanma (Ms) değerleri sırasıyla 50.013, 12.138 ve 14.641 emu/g'dır. Spinel ferritlere ait literatürdeki Ms değeri sırasıyla 47.92, 60.76, 50.1 emu/g. [74,75].

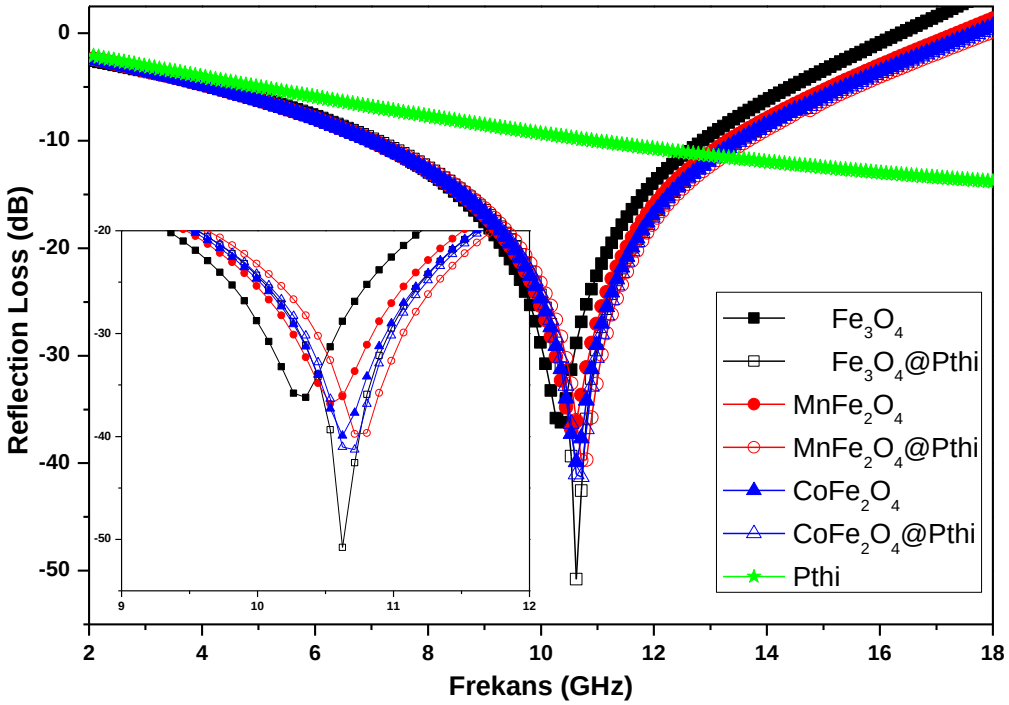



Şekil 36. Üretilen Polythiphene Spinel Ferrit numunelerin VSM Eğrileri

Doyum mıknatıslanmasına yüksek alana rağmen ulaşılamamasının sebebi ise Çekirdek-Kabuk ikili yapısı ile açıklanabilir. Bu ikili yapı daha çok nano boyutlarda karşılaşılan aynı zamanda yüzeyi manyetik olmayan ve çekirdek içerisindeki toplam mıknatıslanmayı azaltıcı bir etkiye sahip olan antiferromanyetik özellik gösteren bir polimer kabuğuyla kaplanmış olmasıdır[76].

### 3.3.9. Dielektirik geçirgenlik, manyetik geçirgenlik ve yansıma kayıp hesaplamaları

Pthi kaplı spinel ferrit numunelerin 2-18 GHZ frekans aralığında koaksiyel TRL ölçüm sonuçlarına göre, $Fe_3O_4$, $Fe_3O_4$@Phti, $MnFe_2O_4$, $MnFe_2O_4$@Phti, $CoFe_2O_4$ ve $CoFe_2O_4$@Phti numuneleri için sırasıyla ε' değerleri: 5.01, 3.63, 3.85, 3.29, 3.58, 3.40 ve 2.65, ε'' değerleri: 0.60, 0.19, 0.36, 0.03, 0.25, 0.04 ve 0.03, μ' değerleri: 0.95 ile 0.99 arasında, μ'' değerleri: 0.05 ile 0.01 arasında elde edilmiştir (Şekil 37).




Şekil 37. Polythiphene spinel ferrit kompozitlerin yansıma kayıp eğrileri

Genel olarak Pthi kaplanması ile dielektrik sabitler azalırken manyetik geçirkenlik katsayıları sabit kalmaktadır. Bu katsayıların ve 3 mm kalınlıktaki fiziksel özellikler kullanılarak elde edilen yansıma kayıp grafikleri Şekil 37 da verilmektedir. Buna göre Pthi numunesinin yüksek frekanslarda -10 dB yansıma kaybına hemen hemen lineer artan şekilde ulaşmaktadır. Manyetik numunelerin Pthi kaplanması ile ise RL piki 0.5 GHz kadar yüksek

frekanslara kaymaktadır. 10-20 nm Boyutlarında Spinel ferrit malzemelerde divalent katyonun değişmesinin ve Pthi kaplamanın yansıma kayıp eğrilerinde önemli olmayacak kadar az değişikliğe sebep olduğu anlaşılmaktadır. Pthi kaplamanın RL pikinin yüksek frekanslara kaydırdığı ve bu snuçla Pthi malzemenin faz ayarlama amaçlı kullanabileceği sonucuna ulaşılmıştır. Bu yansıma kayıp pikleri 10.4 ile 10.7 arasında değişmekte olup 2 Ghz civarında bir kısmı -20 dB referans çizgisinin altındadır.

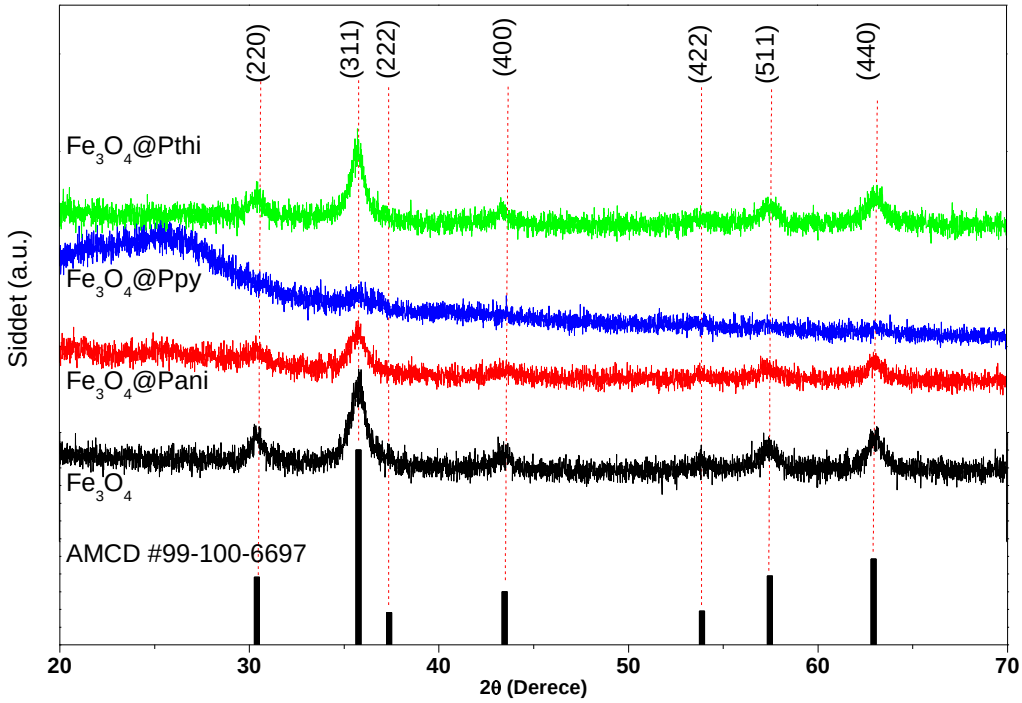
### 3.4. Farklı Polimer (Pani, Ppy, Pthi) kaplı Magnetit Nanokompozitler

Fe ferrit nano parçacıkları sol-jel yöntemi ile sentezlenmiştir. Fe nitral tuzunun 60 $^{o}$C etilen glikol içerisinde sitrik asid yardımıyla çözülmüş daha sonra etilen diamin kullanılarak bu çözeltinin pH değeri 7.0 olarak ayarlanmıştır. Çözeltinin 80 $^{o}$C de buharlaşması ile jel kıvamına getirilip 850 $^{o}$C tavlanarak magnetit nanoparçacıkaları elde edilmiştir. Bu ürün 4 ayrı örneğe bölünerek bir tanesi herhangi bir polimer ile kaplanmadan diğer 3 parça ise polipyrol, polianilin ve politiofen kaplanmak üzere ilgili monomer çözeltisine eklenmiştir.

Belirli miktarda Fe ferrit 0.5 M HCl asit ve 1mL Pyrol/Tiofen/Anilin monomeri içeren çözeltisinin 35mL lik kısmına katılmıştır. Oda sıcaklığında 120 dakika ultrasonik titreşimle karıştırıldıktan sonra bu çözeltilere ayrı ayrı 3.5 g APS içeren 0.5 M lik 20 mL HCl çözeltisi yavaşça damlatılmıştır. Polimerleşme tamamen ultrasonik banyoda ve oda sıcaklığında gerçekleştirlmiştir. Süzme ve deiyonize su ve ethanol ile yıkandıktan sonra vakum altında 50$^{o}$C de 24 saat kurutulmuştur. Nihai Polianilin, Polipyrole ve Politihofen kaplı magneti nano parçacıkalrı elde edilmiştir.

#### 3.4.1. Kristal Özellikler (XRD)

Magnetite nano parçacıkların farklı polimer ortamlarda (Ppy, Pani, Pthi) sentezlenen örneklerin X-ışını Kırınımı desenleri alınmıştır. Spinel ferrit numunelere ait XRD desenleri Şekil 38'de verilmiştir. Bu XRD desenlerine göre kristallografik yapılarının spinel ferrite yapısıyla tam bir uyum içinde olduğu X Işını Kırınımı desenlerinden görülmektedir. 3 farklı polimer katkılı $Fe_3O_4$ için İndislenen pikler (hkl) : (220), (311), (222), (400), (422), (511), ve (440) şeklinde olup, $Fe_3O_4$ dışında herhangi başka bir faz yer almamaktadır. $Fe_3O_4$'e ait karakteristik piklerin dışında farklı bir pik gözlenmemiştir. Bu sonuçlara göre istenilen $Fe_3O_4$ numunesinin başarılı bir şekilde farklı polimer ortamlarda sentezlenmiştir.




Şekil 38. Üretilen farklı polimer kaplı magnetit numunelerin XRD desenleri

Bragg yasası kullanılarak XRD piklerinin olduğu açılardan şekildeki indislenen (hkl) değerleri ile bu katmanlar arası mesafe olan d bulunur. Daha sonra hexagonal kristal yapılı birim hücreler için $\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$ ifadesini kullanarak en küçük kareler yöntemi (Least Square Method ) ile a hücre parametresi ve bu parametreler yardımı ile de hacim $V = a^3$ hesaplanmıştır. Sonuçlar Tablo 17'de listelenmiştir.

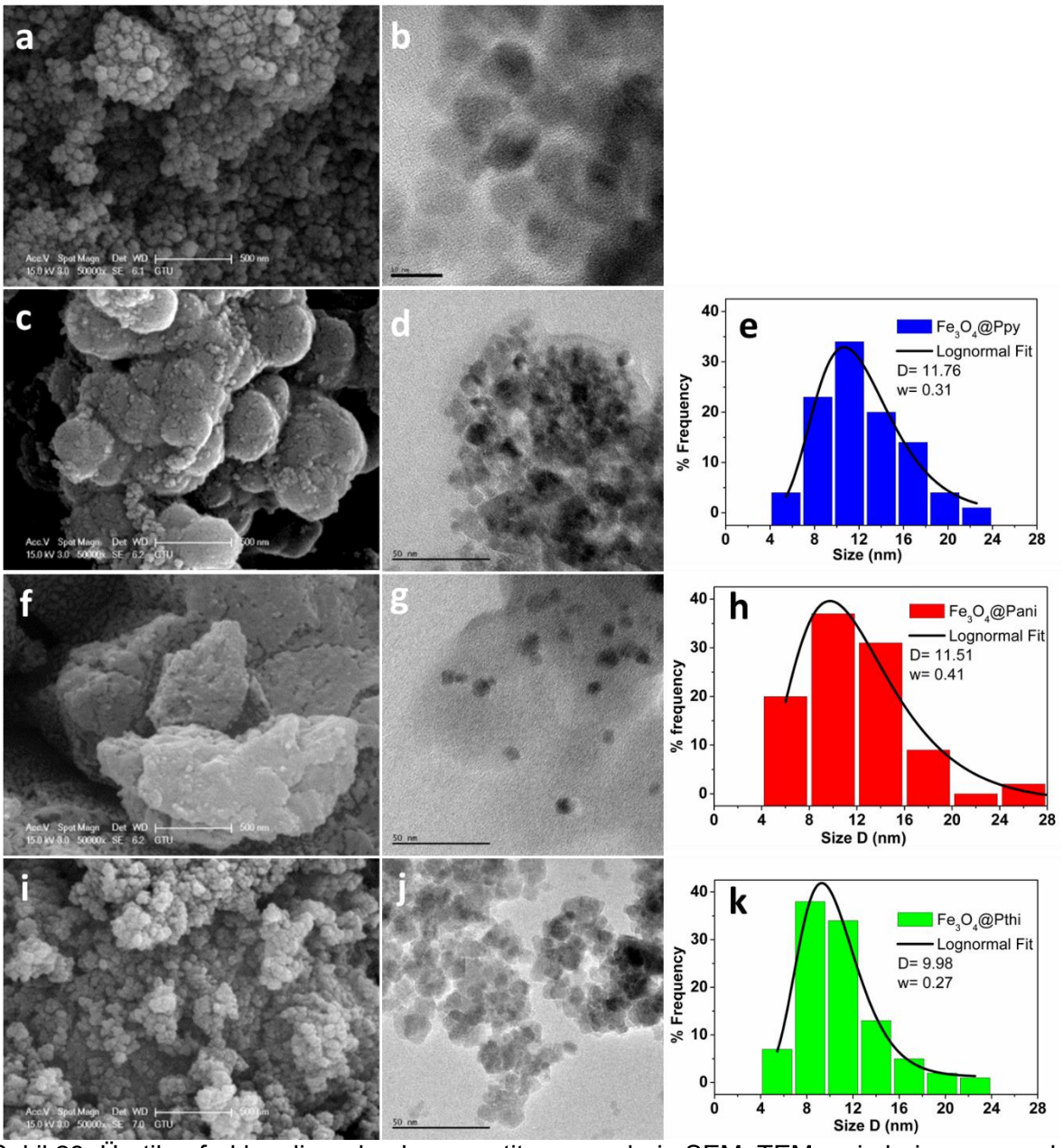
Tablo 17. XRD deseninden hesaplanan hücre parametreleri ve onlara ait olan hacim değerleri.

| | **a (Å)** | **V ($10^{-28}$ $m^3$)** |
|---|---|---|
| $Fe_3O_4$ | 8,3267 | 5,7732 |
| $Fe_3O_4$@Pani | 8,3375 | 5,7956 |
| $Fe_3O_4$@Ppy | 8,3256 | 5,7709 |
| $Fe_3O_4$@Pthi | 8,3723 | 5,7501 |

### 3.4.2. Parçacık Morfolojisi

Farklı polimerlerle kaplanarak üretilen $Fe_3O_4$'ler ve $Fe_3O_4$'ün kendisinin de yer aldığı bu bölümde, üretilen nanoparçacıkların morfolojisi ve boyutları SEM ve TEM görüntülerden belirlenmiştir. Kullanılan farklı polimerler ise Polianiline, Polypyrrole ve Polythiophene olmak üzere 3 çeşittir. $Fe_3O_4$'ün kendisi ve farklı polimerlerle kaplanmış çeşitlerinin yer aldığı

numunelere ait SEM görüntüleri Şekil 39'de verilmiştir. Örneklerimizin SEM görüntüleri bize $Fe_3O_4$ için yaklaşık 80 nm ciarında boyutlarda topaklanmış ve küresel bir geometriye sahip olduğunu göstermektedir. Şu ana kadar ki tüm numuneler polimer ile kaplanmıştı, ancak bu numune polimersiz olup yine birbirleri ile kümelenmiş bir yapıda bulunduğunu görüntülerden görmekteyiz.



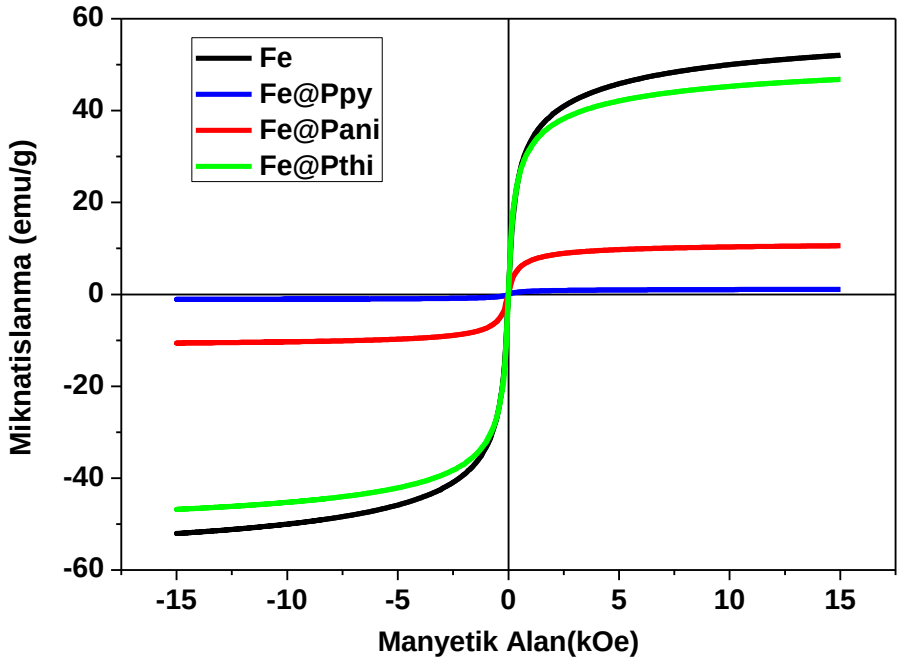

Şekil 39. Üretilen farklı polimer kaplı magnetit numunelerin SEM, TEM resimleri ve parçacık boyut dağılım histogramları

Farklı polimer ile kaplanmış olan diğer magnetiteler farklı geometrilerde oluşmuştur. $Fe_3O_4$@Ppy 300 nm civarı büyük kümeler halinde olup polypyrrole ile bütünleştiği ve ortalama parçacık büyüklüğünün (standart sapma) 11.76nm (0.31) olduğu görülmektedir. Bununla birlikte yumru yumru bir geometriye sahiptir. $Fe_3O_4$@Pani ana yapıdan ayrışmamış

500 nm ve daha büyük topaklanmaya sahiptir. Bu örneğimizin ortalama parçacık büyüklüğünün (standart sapma) 11.51nm (0.41) olduğu anlaşılmaktadır. Polyaniline ile kaplı olan $Fe_3O_4$ 'ün üzerinde çatlaklar mevcut olup bu polimerin $Fe_3O_4$ üzerine kaplandığı görülmektedir. $Fe_3O_4$@Phti ise ana kütleden ayrışmamış ortalama 65 nm civarı boyutlarda kümeli bir yapıdan oluşmaktadır ve ortalama parçacık büyüklüğü (standart sapma) 9.98nm (0.27) olarak bulunmuştur. Saf halde ki $Fe_3O_4$ hariç diğer tüm $Fe_3O_4$ 'ler polimerle kaplanmış olduğunu SEM görüntülerinden anlaşılmaktadır. Bir önceki TEM görüntüsünde de olduğu gibi yine polimer kaplı nanoparçacıklar karakteristik çekirdek – kabuk yapısını göstermektedir. [ 74, 77 ]

### 3.4.3. Manyetik Özellikler

Farklı polimerler ile kaplanmış magnetite ($Fe_3O_4$_Ppy, $Fe_3O_4$_Pani ve $Fe_3O_4$_Phti,) ve saf $Fe_3O_4$ 'ün de olduğu numunelere ait oda sıcaklığında VSM ile alınmış manyetik histeri eğrileri Şekil 40'de görülmektedir. Ferrit nanoparçacıklara 15 kOe alan uygunlanmış olup, doyum mıknatıslanmasına ulaşılamamıştır.




Şekil 40. Üretilen farklı polimer ortamda ki spinel ferrit numunelerin VSM eğrileri

Nanoparçacık numunelerin 1/H sıfıra giderken ki ekstrapolasyonundan elde edilen maksimum alandaki doyum mıknatıslanma (Ms) değerleri sırasıyla 55.613, 1.169, 11.102 ve 50.013 emu/g'dır. Spinel ferritlere ait literatürde; 47.92, emu/g gibi Ms değeri karşımıza çıkmaktadır. Bu sonuç, literatürle çok az bir fark olmasına karşın, uyumludur [73]. Doyum mıknatıslanmasına yüksek alana rağmen ulaşılamamasının sebebi ise Çekirdek-Kabuk ikili

yapısı ile açıklanabilir. Bu ikili yapı yüzeyi iletken olmasına rağmen manyetik özellik göstermeyen polimerlerle kaplı olduğundan diamanyetik özelliklerin baskınlığının artmasına neden olup mıknatıslanma değerinin düşmesine neden olmuştur [76].

### 3.4.4. Dielektirik geçirgenlik, manyetik geçirgenlik ve yansıma kayıp hesaplamaları

Nano magnetit ve farklı polimerle kaplanmış kompozitlerin kompleks dielektrik permitivitesi ($\varepsilon'$-j$\varepsilon''$) ve manyetik permabilitesi ($\mu'$-j$\mu''$) ölçülmüş olup 2-18 Ghz aralığında hemen hemen sabit kalmakta olup 10 GHz sahip oldukları değerler Tablo 18 de listelenmiştir. Bu fizksel parametrelere polimer kaplamanın önemli ölçüde etkisi olduğu gözlemlenmiştir. Polimer kaplanması ile reeel ve kompleks dielektrik katsayının azaldığı gözlemlenmiştir. Numunelerin ölçülen manyetik permabilite sabitleri ise $\mu'$ 1 civarında ve $\mu''$ değeri ise magnetit numunesinde diğerlerine oranla daha yüksek olduğu bulunmuştur. Boş havanın sahip olduğu manyetik permeabilitiye yakın değerlere sahip olmasının sebebi nano parçacık kaplanmanın yoğun miktarda olmasıdır ki bu sonuç VSM analizleri ile uyuşmaktadır. Bu sonuçlar elektromanyetik dalga soğurucu özelliğe manyetik mazleme katkısının az olacağını gösterse de hem dielektrik özelliklerin ayarlanabildiği hem de havadan gelen elektromanyetik dalganın empedans uyum sorunu yaşamadan numune içerisine nüfuz etmesini ve iç yapı özellikleri ile soğrulmaya fırsat verecektir.

Table 18. Kompleks permittivity and permeability değerleri (10 Ghz)

| | $Fe_3O_4$ | $Fe_3O_4$@Ppy | $Fe_3O_4$@Pani | $Fe_3O_4$@Pthi |
|---|---|---|---|---|
| ε′ | 5.0135 | 4.63 | 4.34 | 3.63 |
| ε″ | 0.6045 | 0.44 | 0.52 | 0.19 |
| μ′ | 0.9547 | 0.97 | 0.99 | 0.98 |
| μ″ | 0.0514 | 0.03 | 0.01 | 0.04 |

Numunelerin bir metal kaplaması şeklinde kullanıldığında uzak alan şartlarında ne kadar yansıma kaybına senbep olacaklarını Denklem 1 ve 2 de numune kalınlığı, frekans, kompleks permitivite ve permeabilte kullanılarak hesaplanır. Sonuçlar Şekil 41 da verilmiştir.

$$RL(dB) = 20\log\left|\frac{Z-1}{Z+1}\right| \quad (1)$$

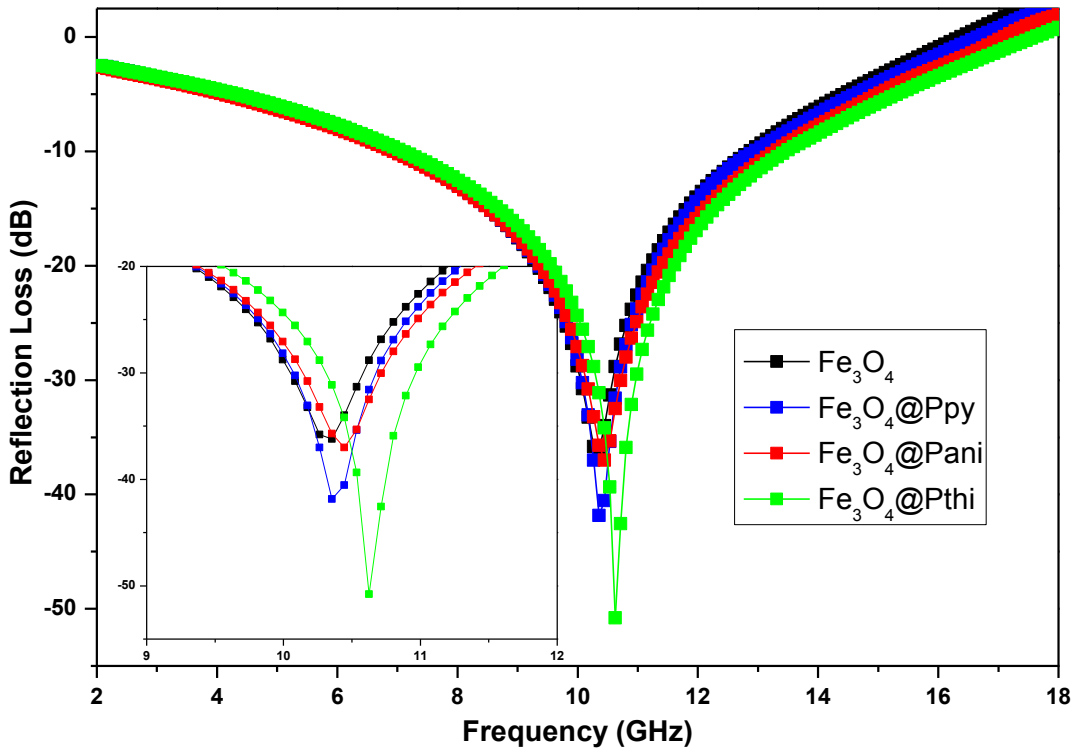
Burada Z boş uzaya göre normalize edilmiş empedanstır:

$$Z = \frac{Z_{in}}{Z_o} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}}\tanh\left(j\frac{2\pi df}{c}\sqrt{\mu_r\varepsilon_r}\right) \quad (2)$$

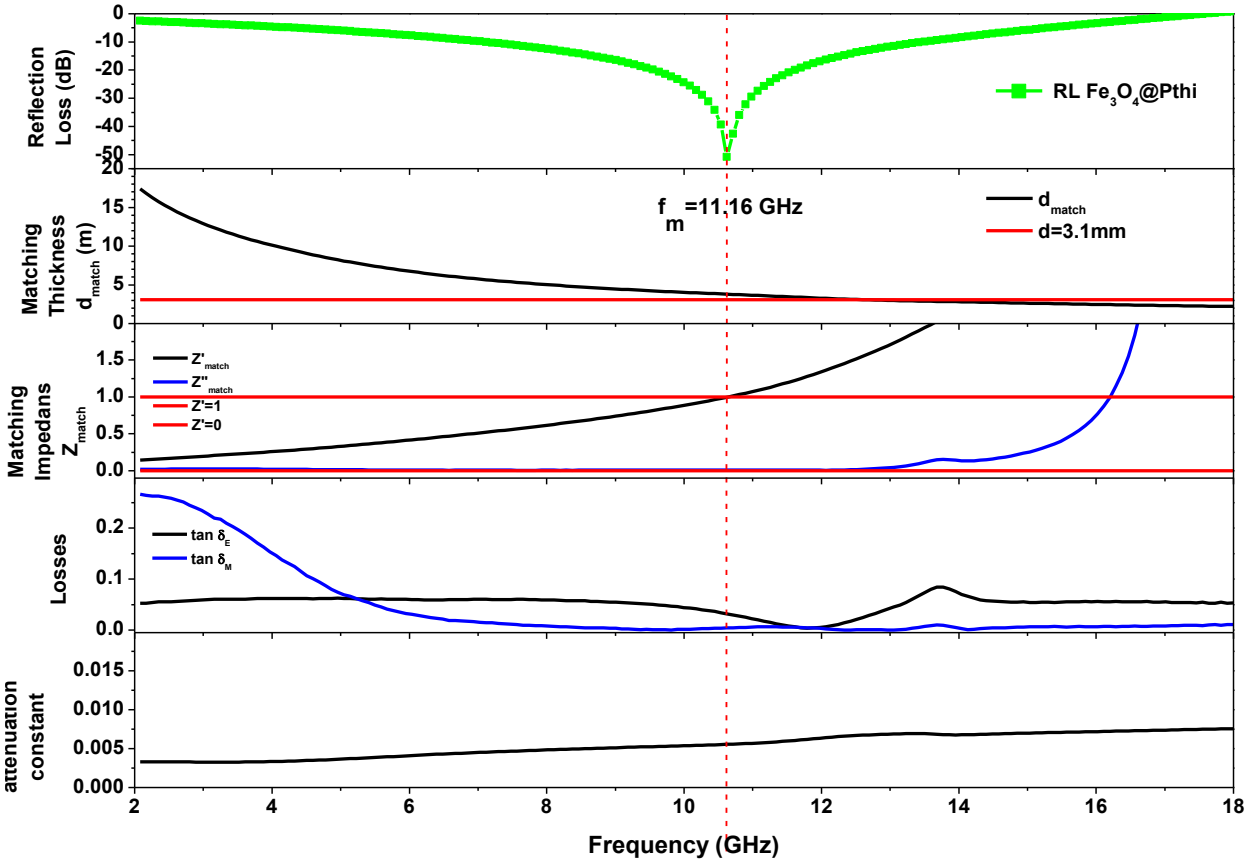
$Fe_3O_4$, $Fe_3O_4$@Ppy, $Fe_3O_4$@Pani ve $Fe_3O_4$@Pthi örneklerine ait hesaplanan yansıma kayıp pikleri sırasıyla 10.35, 10.36, 10,45 ve 10.63 GHz frekanslarda merkezlenmiş olup 5.83, 5.94, 6.36 ve 6.38 GHz bant genişliğine sahiptirler (-10dB referans). Polimer kaplanması pik merkez frekansını yüksek frekanslara az oranda kaydırmaktadır. Ayrıca polimer kaplanması ile 0.5 Ghz lik band genişliğinde artış da gözlemlenmiştir. Polimer kaplamanın frekans ayarlı soğurucu malzeme olarak kullanılabilme özelliği katmasının yanısıra numunelerin manyetik katkıyı yüksek oranlarda barındırmamaları benzer yansıma kayıp değerleri vermektedir. Fazla miktarda magnetit eklenmesi empedasn uyumsuzluğuna sebep olacağından nihai amacın gerçekleşmesine engel olmaktadır. Ayrıca yansıma kayıp eğrisindeki pikin sebebinin tam olarak açıklanabimesı için uyum kalınlığı ve zayıflatma (attenuation) sabiti şu denklemler ile hesaplanmıştır:

$$t_m = \frac{c}{4f\sqrt{|\mu_r \varepsilon_r|}} \tag{3}$$

$$\alpha = \frac{2\pi f}{c}\sqrt{\varepsilon''\mu'' - \varepsilon'\mu'}\sqrt{\left(\varepsilon''\mu'' - \varepsilon'\mu'\right)^2 + \left(\varepsilon'\mu'' - \varepsilon''\mu'\right)^2} \tag{4}$$

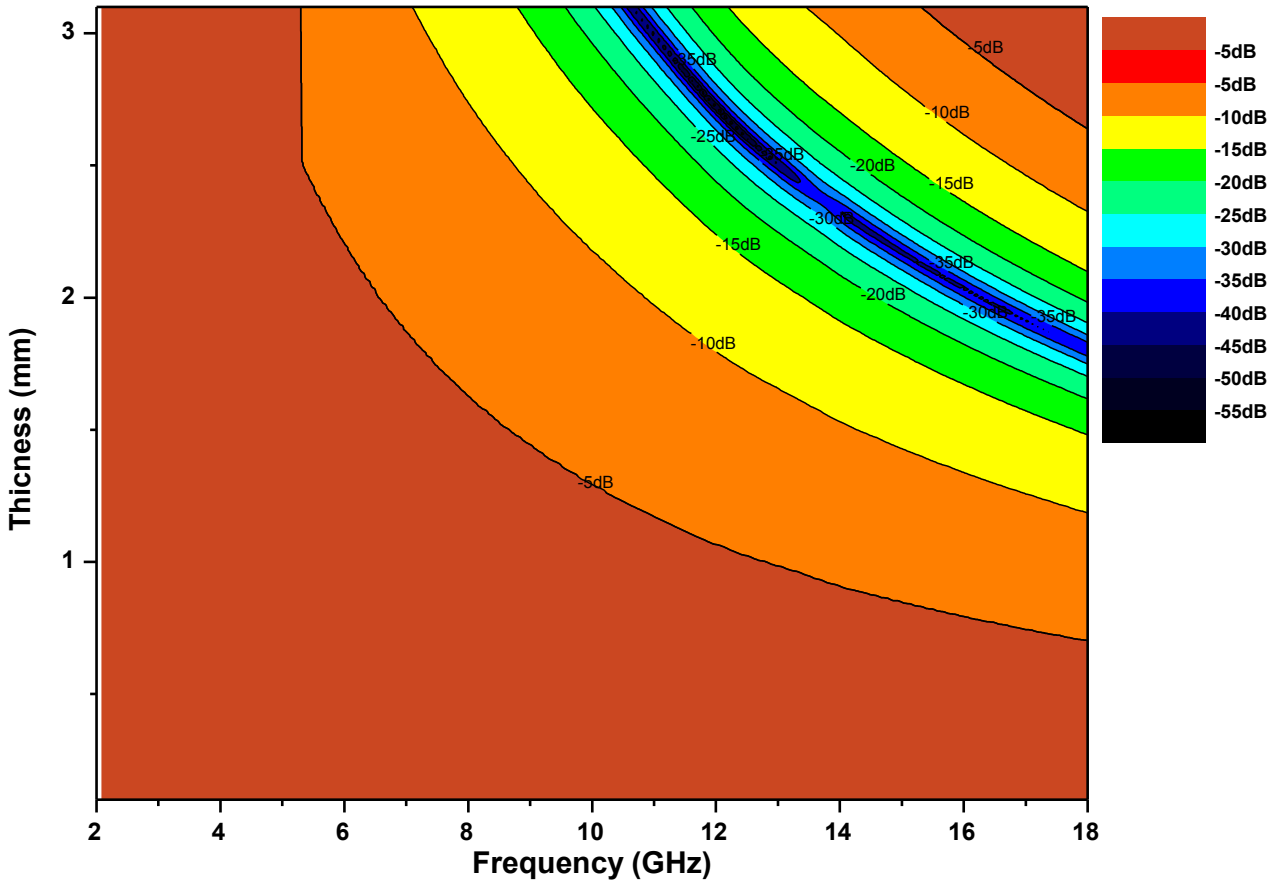



Şekil 41. $Fe_3O_4$ ve farklı polimer kaplı kompozitlerinin yansıma kayıp eğrileri




Şekil 42. Yukarıdan aşağıya sırasıyla: Fe3O4@Pthi numunesinin frekansa bağlı yansıma kayığ eğrileri, uyum kalınlığı, uyum empedansı, dielektrik ve manyetik kayıp tanjant değeri ve zayıflatma katsayısı

Şekil 42'de $Fe_3O_4$@Pthi örneğinin yansıma kayıp eğrisi eş frekans ekseni üzerinde uyum kalınlığı, uyum empedansı, manyetik ( $\tan(\delta_M) = \mu''/\mu'$ ) ve dielektrik ( $\tan(\delta_E) = \varepsilon''/\varepsilon'$ ) kayıp tanjantları ve zayıflatma katsayısı ile birlikte verilmiştir [79]. Dielektrik ve manyetik kayıplar ve zayıflatma katsayısı yansıma kaybındaki pike sebep olacak kadar büyük değerlere ve uyumlu değişimlere sahip değildir. Bu sebeple malzemenin manyetik ve dielektrik özellikleri doğrudan RL deki pike sebep olmamıştır. Malzemenin elektromanyetik uyum kalınlığı ve empedans değerlerine dolaylı olarak katkıda bulunmuşlardır. Sonuç olarak 11.16 GHz de -50 dB değerindeki yanıma kaybı 3.1 mm fiziki numune kalınlığının çeyreğine denk gelen yok edici girişim desenine sebep olan elektromanyetik uyum kalınlığına sahip olması ve dalganın numune içerisine ilk yüzey etkileşmesinde empedans uyumsuzluğundan en az geri yansıma ile numune içerisinde yol alabilmesine sebep olmuştur. Bu iki gerçeğin ortak etkisi ile yansıma kayıp piki oluşmuştur.




Şekil43. $Fe_3O_4$Fe3O4@Pthi numunesi için frekans ve kalınlığa bağlı yansıma kayıp eş-yüzey eğrileri

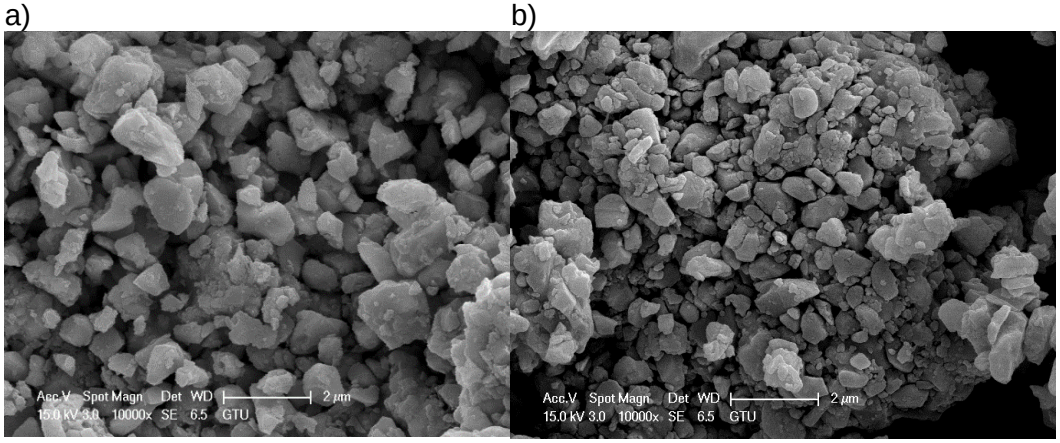
Yansıma kayıp pikinin numune kalınlığına bağlı değişimini analiz etmek için kalınlık ve frekansa bağlı yüzey eğrileri hesaplanarak Şekil 43' de verilmiştir. Yeşil alan -20 dB sınırının başladığı bant olup maviye ve siyaha doğru giden eğri numunenin kalınlığı 3,1mm 'ye arttıkça 10,5 GHz gibi düşük frekanslara giden 2mm kalınlıklı numune için ise 18 GHz frekanslarda etkin yansıma kaybı veren malzemeler elde etmek mümkündür.

### 3.5. Mikron boyuttan öğütme ile elde edilen nano Ba hegzaferritler

Standart katı-jel yanma reaksiyonu kullanılarak elde edilmiş Ba hegzaferrit numuneler edilmiştir. Bu yöntemde Ba(II) ve Fe(III) metal nitrat tuzları kimyasal formüle göre stokiyometrik oranda kullanılmıştır. Nitrat tuzları 0.03 M konsantrasyonda olacak şekilde damıtılmış suda çözülmüştür, daha sonra sitrik asit eklenmiştir. Ba2+:Fe3+:sitrik asit molar oranı 1:11.6:13. Çözeltinin pH değeri amonyak çözeltisi kullanılarak 7.0 sabitlenir. Elde edilen son çözelti 80 $^{o}$C sıcaklığa ulaşıncaya ve jel kıvamı elde edinceye kadar yavaş yavaş buharlaştırılır. Kurutulan jel 110 $^{o}$C sıcaklıkta kurutulduktan sonra doğrudan 850 $^{o}$C fırında herhangi bir küçültme ve ezme olmaksızın 1 saatlik yakılmaya bırakılır. Bu aşamada

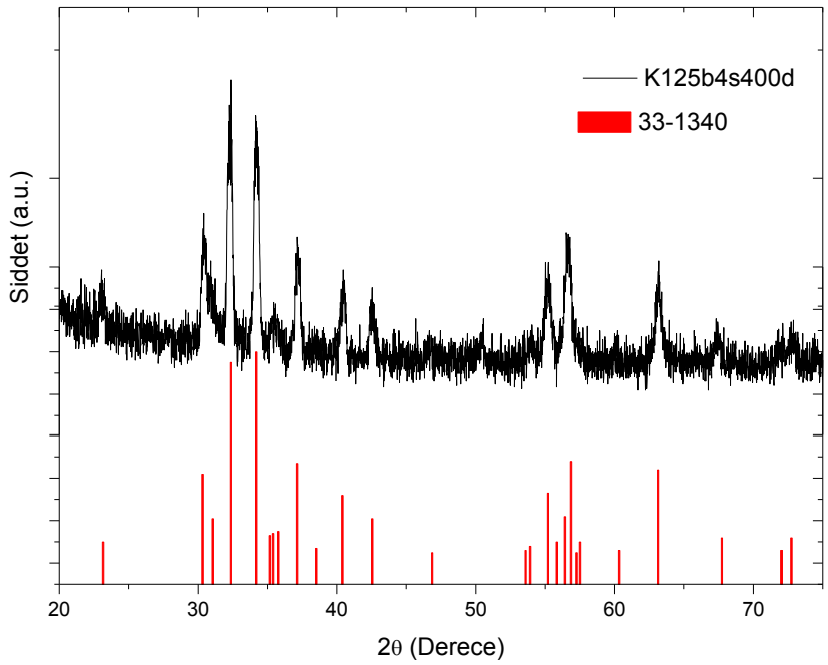
malzemelerin mikron boyutlu elde edilmiş olur (Şekil 44a) . Daha sonra bilyalı değirmende oda sıcaklığında Tablo 19'da verilen şartlarda öğütülerek nano boyutlarda elde edilmeye çalışılmıştır(Şekil 44b).

a) b)




Şekil 44. a) Katı-jel yöntemle elde edilmiş mikron boyutlarda Ba hegzaferrite ve b) bilyalı değirmenle öğütülmüş K125b4s400d numunelerine ait SEM görüntüleri

Öğütülerek üretilen numunelerden K125b4s400d numunesine ait x ışını kırınım deseni Şekil 45'de gösterilmektedir. Referans ICDD-33-1340 kart numarasına göre kıyaslandığında sırasıyla, $30.39^0$, $32.33^0$, $34.26^0$, $37.21^0$, $40.40^0$, $42.50^0$, $55.14^0$, $56.63^0$, 63.25 ve $72.71^0$ de görülen pikler sırasıyla şu şeklide indislenmiştir: (hkl): (110), (107), (114), (203), (205), (206), (217), (2011), (220) ve (317) dir.



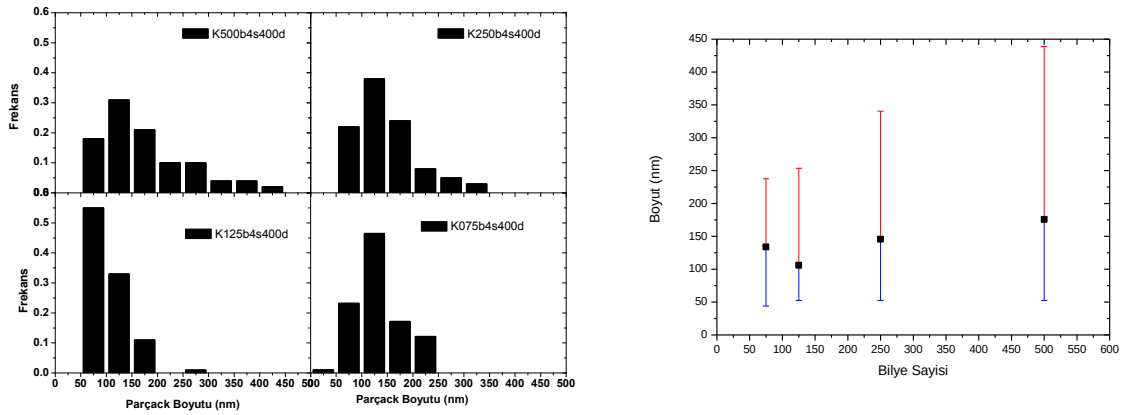

Şekil 45. K125b4s400d XRD deseni ve ICDD-33-1340 referans pikleri

Bilyalı değirmen üretimi aynı anda 4 adet 1 litrelik paslanmaz çelik kapta eş zamanlı 500g üretim kapasitesi ile yapılmıştır. Tüm üretim optimizasyon çalışmalarında başlangış Ba hegzaferrit toz miktarı 125g olrarak ve sadece 10mm çaplı zirkonya bilyeler kullanılarak yapılmıştır. Aşağıdaki tabloda görüldüğü gibi farklı bilye sayısı, öğütme süresi ve devir sayısı parametreleri değiştirilmiştir.

Tablo 19. Bilyalı değirmenle elde edilen ürün kodları ve öğütme şartları

| Numune | Bilye Sayısı (adet) | Süre (saat) | Devir (rev/min) |
|---|---|---|---|
| K500b4s400d | 500 | 4 | 400 |
| K250b4s400d | 250 | 4 | 400 |
| K125b4s400d | 125 | 4 | 400 |
| K075b4s400d | 75 | 4 | 400 |
| K500b4s500d | 500 | 4 | 500 |
| K500b4s300d | 500 | 4 | 300 |
| K500b4s200d | 500 | 4 | 200 |
| K500b1s400d | 500 | 1 | 400 |
| K500b2s400d | 500 | 2 | 400 |
| K500b8s400d | 500 | 8 | 400 |

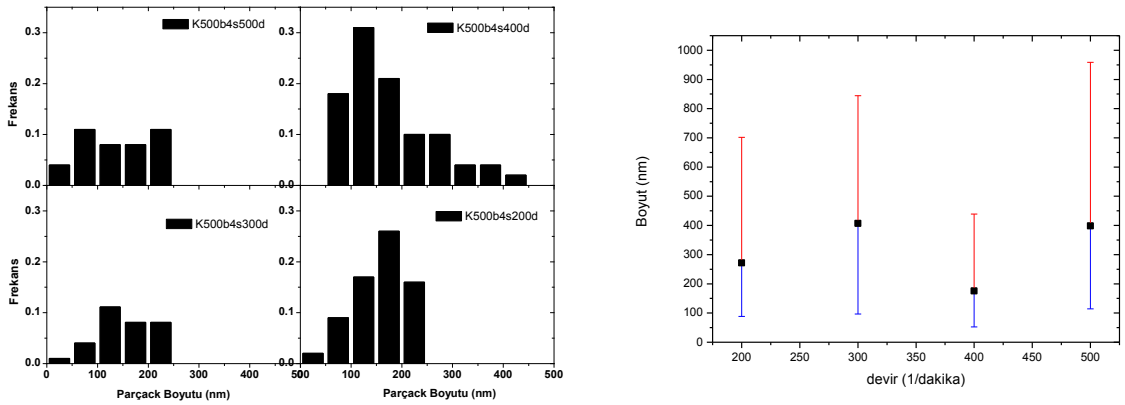
Numunelerin çok sayıda çekilmiş SEM resimlerinden en az 100 parçacık sayılarak elde edilen sonuçlar Şekil 46-48 arasında verilmiştir. Bilye sayısı 75 den 125 artarken boyut azalması daha sonra 250 ve 500 bilyeli öğütmelerde boyutun artmaya başladığı gözlemlenmiştir. Buradan sabit miktarda tozun fazla bilye kullanıldığında daha az öğütüldüğü ve bilyelerin hareket kabiliyetinin azaldığı birlikte hareket ederek etkin çarpışmaları azalttığı anlaşılmaktadır. Öğütme şartları 4 saat süre, 400 devir olarak sabitlenerek farklı bilya sayılarında yapılan analiz sonucunda 125 adet bilya şartının en küçük ortalama tanecik boyutu (175 nm) sunduğu bulunmuştur.




Şekil 46. Farklı bilye miktarlarında öğütmede elde edilen parçacık boyut dağılımı.

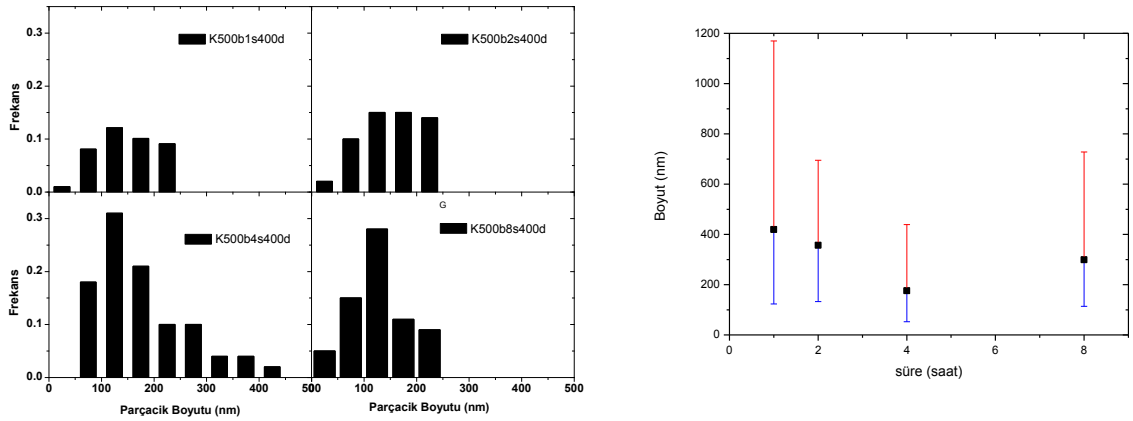
Öğütmede diğer önemli bir parametre olan devir sayısı dakikada 200 ile 500 arasında 100 er artacak şekilde değiştirilerek analiz edilmiştir. En küçük parçacık boyutu 400 devir öğütme

şartında elde edilmiştir. Ayrıca 500 bilye ile 400 devir öğütme şartlarında 1,2,4 ve 8 saat gibi farklı sürelerin analizi yapılmıştır. 4 saat öğütme süresinin en küçük numune boyutu verdiği bulunmuştur.

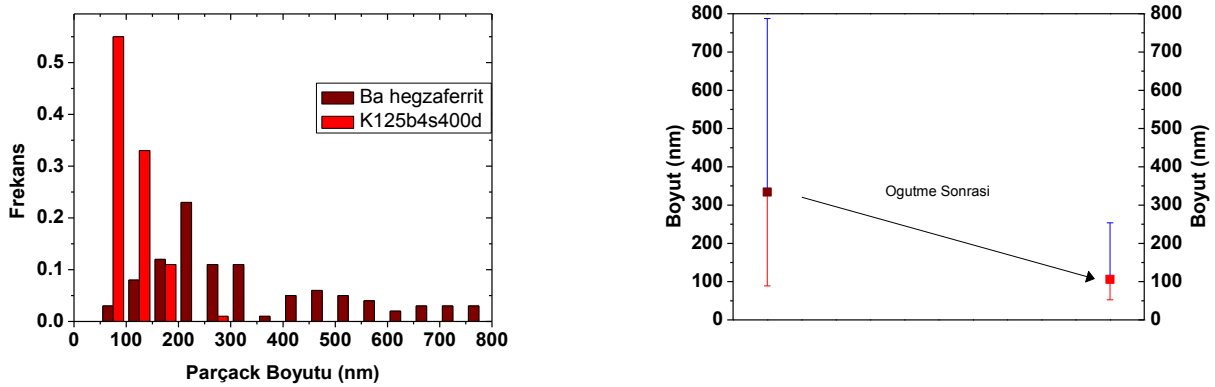



Şekil 47. Farklı öğütme devrinin parçacık boyutuna etkisi

Sonuç olarak en küçük 89nm, en büyük 787 nm ve ortalama 333 nm olarak sayılan mikron boyutlu Ba hegzaferrit tozu bilyalı değirmen yardımıyla farklı şartlar altında öğütülerek en küçük ortalama boyut 125 bilya, 4 saat ve dakikada 400 devir (K125b4s400d numunesi) olarak bulunmuştur (1 litrelik silindir kap ve 125 g öğütülen toz için). Şekil 49 başlangıç tozuna ve bu K125b4s400d numunesine ait parçacık dağılımı ve değişim grafiğini göstermektedir. Bu numune için boyutlar en küçük 52 nm, en büyük 253 nm ve ortalama 106 nm olarak elde edilmiştir.




Şekil 48. Farklı öğütme süreleri için tanecik boyutu analizi

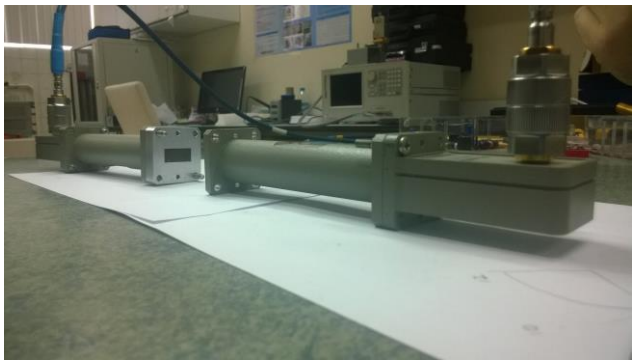


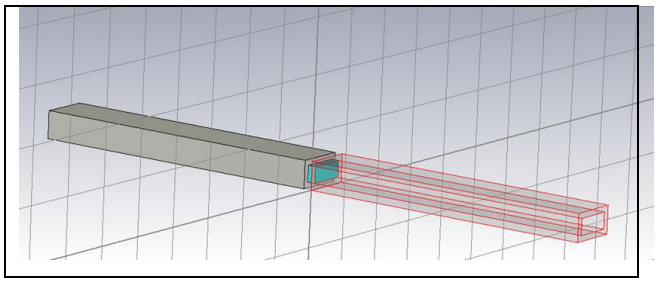

Şekil 49. Öğütme sonrası optimize edilen şartlar ile başlangıç tozunun boyut analizi

## 3.6. Modellemeler

### 3.6.1. Dalga Kalavuzu Modellemeleri

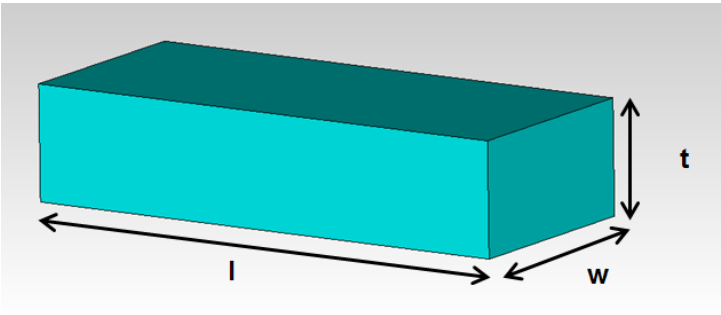
Bu kısımda mikrodalga soğurucu malzemelerin karakterizasyonu için kullanılan kapalı kılavuz iletim hattı ölçümü ve modelleme sonuçları karşılaştırılmıştır. Deney seti olarak 10MHz - 50GHz frekans aralığında çalışan Agilent model E8364B Netvörk analizör, Q-bant dikdörtgen kesitli dalga klavuzu (WR28), 1 metre uzunluğunda 2.4 mm 'lik koaksiyel kablo (Sucoflex 100) ve dalga kılavuzu ile koaksiyel kablo arasında adaptör kullanılmıştır. Malzeme karakterizasyonu dikdörtgensel dalga kılavuzunda, TE elektromanyetik dalga yayılım modu kullanılarak yapılmaktadır. Yansıma ve geçirgenlik tekniği olarak da bilinen bu teknik, daha çok geniş band ölçümlerinde kullanılır. Modelleme için gerekli veriler netvörk analizör cihazı kullanılarak mikrodalga ölçümler ile elde edilmiştir. Ölçüm öncesinde TRL (Thru-Reflect-Line) kalibrasyonu uygulanmıştır. Bu kalibrasyon tekniğinde iki dalga kılavuzunun birleştirilmesiyle "İletim veya Geçme", her bir dalga kılavuzunun metalle perdelenmisyle "Yansıma" ve kılavuzların arasında çeyrek dalgaya karşılık gelecek uzunlukta bir iletim hattı eklenmesiyle "Hat" şartları gerçekleştirilir. Deneysel ölçüm için, kalibrasyon uygulandıktan sonra kalıp halinde baskılanmış tozlar dalgakılavuzları arasındaki pencereye boşluk kalmayacak şekilde yerleştirilmiştir. Dalga kılavuzu ile numune arasında oluşan boşlukları engellemek amacıyla numuneler; ölçüm kalıplarıyla aynı büyüklüklere sahip kalıplarda basılmıştır. Ölçüm sonrasında yansıma (S11) ve geçme (S21) katsayıları elde edildikten sonra NRW algoritması ile işletilerek nano ve mikro tozlara ait dielektirik ve manyetik geçirgenlik sabitleri hesaplanmıştır (Şekil 50).





Şekil 50. 12.4 – 18 GHz (Ku Bant) kapalı dalga kılavuzu iletim hattı ve modellemesi

Daha sonra dalga kılavuz iletim hattı CST MICROWAVE STUDIO simülasyon programı kullanılarak modellenmiştir. Burada modellenen dalga kılavuzunun boyutları, Ku bant ölçüm dalga kılavuzu (WR28) ile bire bir aynıdır. Ölçüm tekniğinde olduğu gibi simülasyon çalışmasında da iki kapı (port) dalga kılavuz tekniği kullanılmış olup, numune iki dalga kılavuzunun arasına gelecek şekilde tasarlanmıştır. Nano ve mikro tozlarının ölçümüyle elde edilen dielektirik ve manyetik geçirgenlik sabitlerine ait veriler, simülasyon programına girildikten sonra uygun mertebelerde uymlandırılmıştır (fit edilmiştir). Simülasyonu yapılan kalıp numunelerin boyutları Şekil 51 de gösterildiği gibidir. Kapalı dalga kılavuz hattı yöntemi ile simülasyonu gerçekleştirilen mikrodalga soğurucu malzemenin uzunluk (l), genişlik (w) ve kalınlığı (t) sırasıyla; 15.799, 7.899 ve 3mm 'dir.

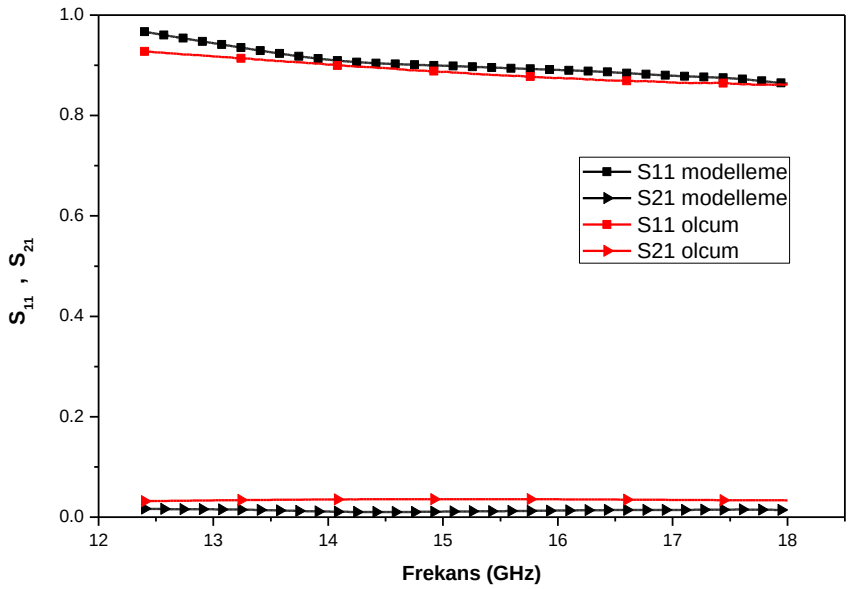



Şekil 51. Kapalı dalga kılavuz yöntemi ile simülasyonu gerçekleştirilen mikrodalga soğurucu malzemenin boyutları ve perspektif görüntüsü.

Aşağıdaki şekillerde mikro Ni, Fe-Ni, C-Fe-Ni ve Fe için 12.4- 18 GHz frekans aralığında Ku bant kapalı dalga kılavuz modellemesi S parametresi sonuçları verilmiştir. Simülasyonda dalgaboyu başına en az 10 nokta (kourant şartı) şartı sağlanmış olup, tüm modelleme 4-5 milyon civarında ağ (mesh) hücresinden oluşturulmuştur. Kapalı dalga kılavuz yönteminde elektromanyetik dalga iletkenlerle hapsedilerek iletildiği için simülasyon minimum ve maksimum sınır koşulları X,Y,Z de E=0 ve tetikleme sinyali Gaus dağılım formunda

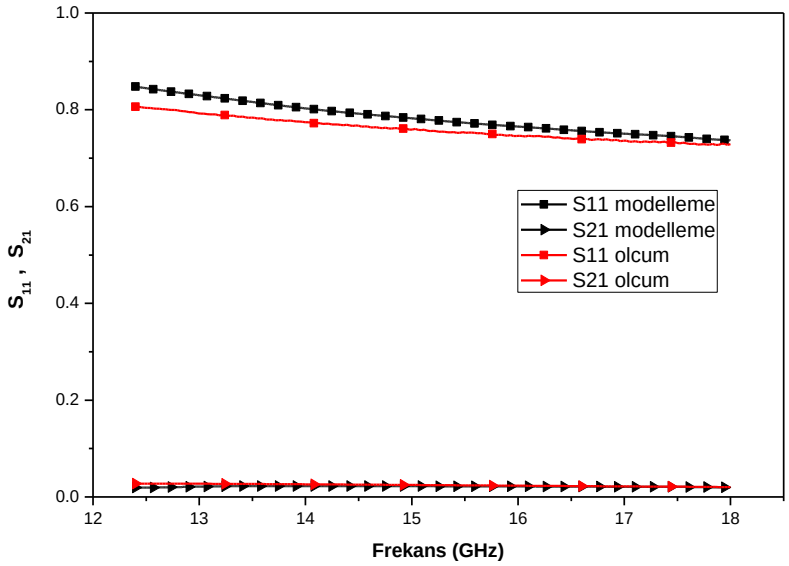
seçilmiştir. Simülasyon sonuçları netvörk analizörle ölçümlerden elde edilen S parametreleriyle karşılaştırılmıştır.

Mikro yapıdaki nikel (Ni) tozları 12.4–18 GHz frekans aralığında modellenmiştir. Simülasyon sonuçlarından elde edilen S parametrelerinin deneysel sonuçlarla uyumlu olduğu Şekil 52'den görülmektedir. Simülasyon sonuçları siyah eğri ile gösterilirken, deneysel sonuçlar kırmızı çizgi ile gösterilmektedir. Yansıma parametresi S11 ( ■,■ ) sembolü ile geçme parametresi S21 (▶,▶) sembolüyle gösterilmektedir. S11 parametresi 0.9 civarında frekans arttıkça çok yavaş azalma eğilimi göstermektedir ve bu davranış yüksek frekanslarda deneysel verilerle uyumludur. 14 ve 18 GHz frekans değerlerinde simülasyon ve deneysel sonuçlara ait S11 parametresi aynı değerlere sahiptir. Bununla birlikte nikel toz, diğer numunelerle karşılaştırıldığında kısmen daha yüksek yansıma katsayısına sahiptir. Simülasyon ile bulunan S21 parametresi deneysel sonuçlardakinde olduğu gibi frekans artarken değişmemektedir. Bu özelliği ile deneysel verilerle uyumludur.

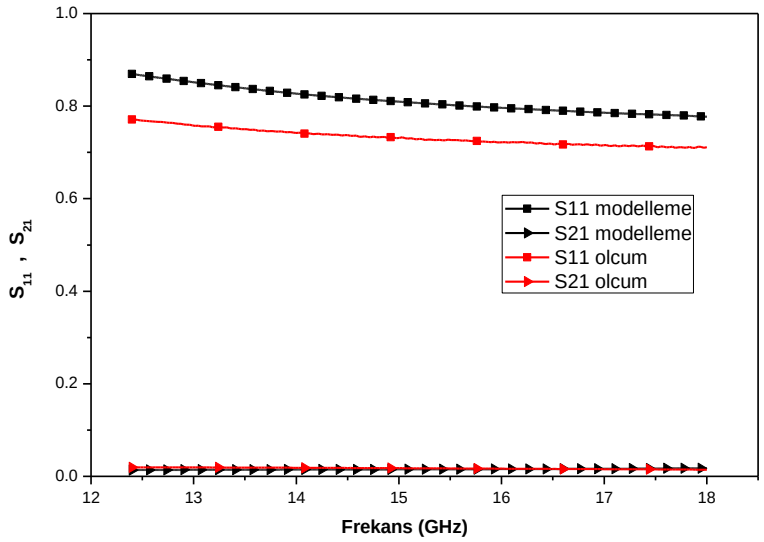



Şekil 52. Mikro Nikel yapıdaki numunelerin ölçüm ve modellemesine ait S11 ve S21 eğrileri

Bu kısımda konsantrasyonlarına göre % 50 ağırlıklarında hazırlanmış mikro boyutlardaki demir (Fe) nikel (Ni) karışımının deneysel ve simülasyon sonuçları verilmiştir (Şekil 53). Simülasyonlara ait S11 parametresi tarama frekans aralığında azalan bir eğriye sahip olurken S21 parametresi tüm frekans aralığı boyunca değişmemektedir. Deneysel verilerle simülasyon sonuçlarının S21 parametresi için son derece uyumlu olduğu, S11 parametresinin ise yüksek frekanslarda deneysel verilerle aynı olduğu görülmektedir.




Şekil 53. Mikro yapıda demir-nikel karıştırılan numunelerin ölçüm ve modellemesine ait S11 ve S21 eğrileri

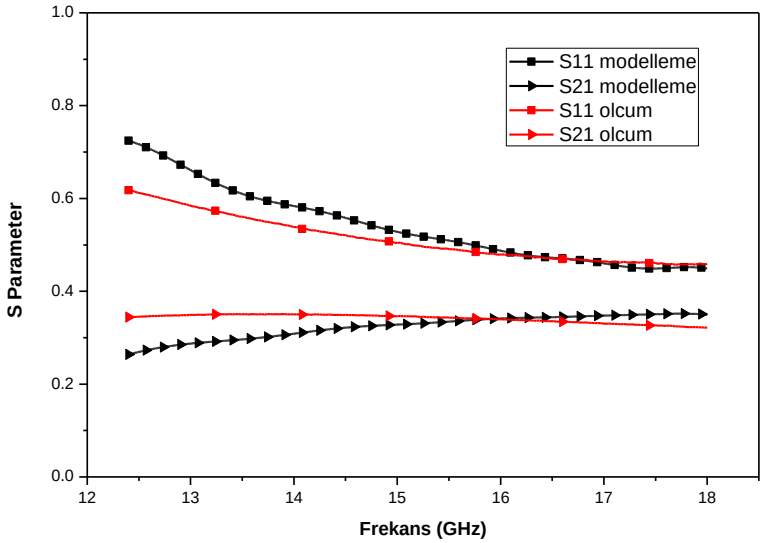



Şekil 54. Mikro karbon-demir-nikel karıştırılan numunelerin ölçüm ve modellemesine ait S11 ve S21 eğrileri

Mikro karbon (C), demir (Fe), nikel (Ni) tozları ağırlıklarına göre % 33,33 konsatrasyonlara sahip olacak şekilde karıştırılarak mikro C-Fe-Ni numunesi hazırlanmıştır. Şekil 54'de C-Fe-Ni 'e ait simülasyon ve deneysel sonuçlardan elde edilen S parametrelerinin karşılaştırılması gösterilmiştir. S21 parametresinin deneysel sonuçlarla aynı olduğu gözlemlenmiştir. Fakat S11 katsayı eğrisi için, deneysel sonuçlarla simülasyon verilerinin tarama frekansında yaklaşık olarak 0.08 kadar farklı olduğu ortaya çıkmaktadır. Her ne kadar gözlemlenen fark az olsa da bu farkın kompozit yapının içerisinde % 33,33 oranında karbon olmasına bağlıyoruz. Çünkü karbon toz manyetik olmayan özelliğe sahiptir ve şu ana kadar karbon

numunelerle yapılan simülasyon sonuçları tam olarak doğru sonuç vermemektedir. İlerleyen aşamalarda simülasyon çalışmalarında bu eksiklik giderilmeye çalışılacaktır.

Mikro yapıdaki demir (Fe) tozlarının simülasyon sonuçları ölçüm verileriyle karşılaştırılmıştır (Şekil 55). Deneysel S11 parametresi artan frekansla birlikte azalma eğilimi gösterirken, simülasyon S11 parametresi ise göreceli olarak daha az mertebede azalmaktadır. S21 parametresi ise simülasyon durumunda kısmen değişmezken, deneysel sonuçlarda yüksek frekanslara çıkıldıkça artma eğilimi göstermektedir. Bununla birlikte yansıma ve geçme parametrelerinin her ikisi de 16 GHz civarında deneysel sonuçlarla doğru sonuçlar verirken, düşük frekanslarda fark artmaktadır. Ayrıca demir tozu diğer numunelerle karşılaştırıldığında yansıma parametresini daha az, geçme parametresinin daha büyük olduğu gözlemlenmiştir.




Şekil 55. Mikro yapıdaki demir numunelerin ölçüm ve modellemesine ait S11 ve S21 eğrileri

### 3.6.2. Açık Alan Modellemeleri

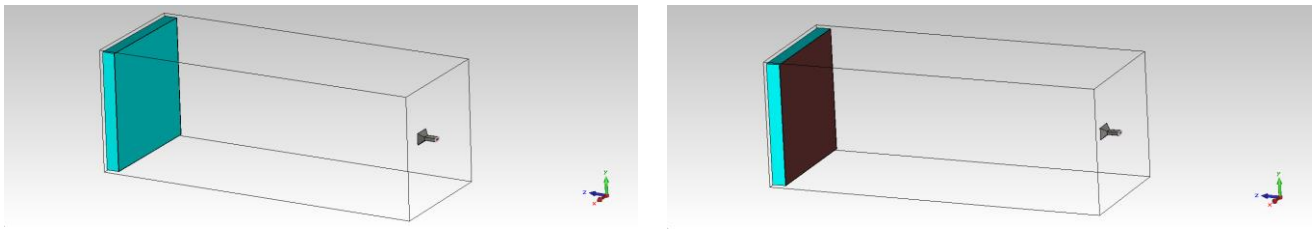
Nikel (Ni) ve Demir (Fe) köpük numunelerinin hazırlama aşaması yukarıda verilen kalıp haldeki numunelerden farklıdır. Bu aşamada piramidal yapıdaki büyük numunelerin simülasyou için gözenekli boşluklara sahip köpük numuneler hazırlanmıştır. Hazırlama aşamasında mikro boyuttaki tozlar farklı ağırlık oranlarında karıştırıldıktan sonra poliüretan köpüklere emdirilmiştir. Daha sonra hazırlanan bu köpüklerin elektromanyetik dalga ile doğrudan temas edecek yüzey kısımlarından, Ku bant kalıp ebatlarında (15.79mm x 7.89mm) kesilerek kapalı dalga kılavuzunda ölçülmesi mümkün olan numuneler elde edilmiştir. Daha sonra üretilen bu mikro köpük numuneler kapalı dalga kılavuz yöntemiyle ölçülerek NRW algoritmasıyla dielektirik ve manyetik geçirgenlik sabitleri hesaplatılmıştır. Ölçüm ve hesaplama sonucu elde edilen numuneye ait gerçek parametreler, CST

MICROWAVE STUDIO yüksek frekans modelleme programına girilerek malzemeye ait S parametreleri hesaplatılmıştır. Daha sonra simülasyon sonucu hesaplatılan yansıma ve/veya geçme parametreleri yay (Arch) ölçüm sistemi ile bulunan değerlerle karşılaştırılacaktır. Şekil 56'da elektromanyetik dalga soğurucu (EMS) malzeme üretim ve modelleme aşamaları gösterilmiştir:




Şekil 56. Mikrodalga soğurucu malzeme üretim ve modelleme aşamaları

**Tasarım 1 ( Düz plaka yapılı kompozit model):** Mikro boyuttaki nikel (Ni) tozları için tasarlanan düz plaka şekilli soğurucu malzemelerin CST MW modelleme görüntüleri Şekil 57 (sol) de verilmiştir. Model, kare prizma geometrisine sahip olup uzunluk, genişlik ve kalınlığı sırasıyla verilmiştir: 45.75, 45.75 ve 5.1 cm. Aslında bu düz plaka yapılı tasarım bir sonraki kısımda verilecek olan piramit yapılı modelin taban (base) parçasını oluşturmaktadır. Bu model de soğurucu malzeme korna (horn) antenden 1m uzaklığa yerleştirilip, malzemenin arkasında herhangi bir iletken bulunmamaktadır. "Boş uzay tekniği" (Free space technique) ile yapılan simülasyon sonucunda tek bir anten kullanıldığı için sadece S11 yansıma parametreleri hesaplatılacaktır. Simülasyon ortamında arkaplan (background), normal ($\varepsilon$=1 ve $\mu$=1) ayarlanarak, EM dalganın hava ortamında ilerlemesi sağlanmıştır. Modellemenin tamamı 50 milyon civarında ağ hücresinden meydana gelip, boş uzay tekniği uygulandığı için sınır koşulları X,Y,Z 'de "açık" (open) olarak ayarlanmıştır.



Şekil 57. Düz plaka şeklindeki numunelerin CST modelleme görüntüleri (sol) 5.1 cm kalınlıklı soğurucu Poliüretan kauçuk soğurucu (sağ) 2 mm kalınğında nano boya sürülmüş soğurucu

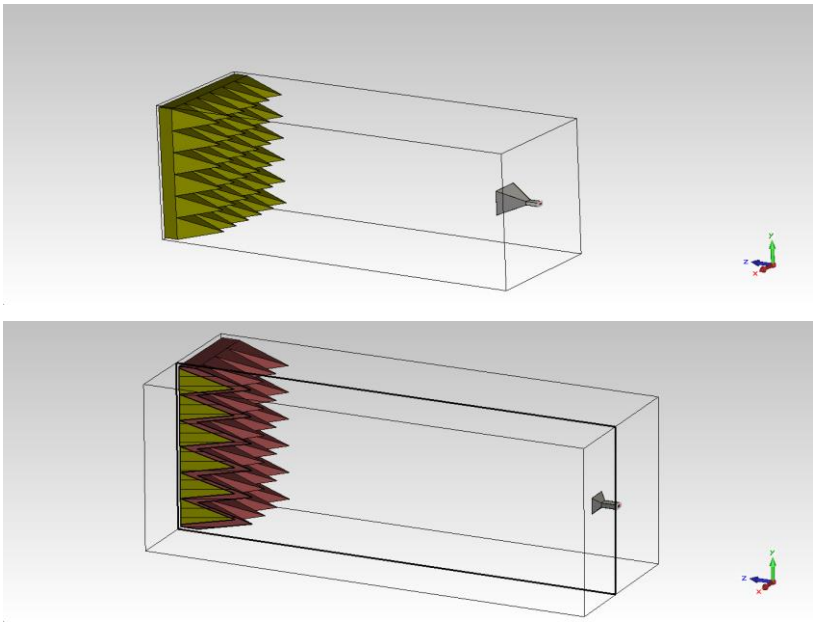
Nano boyanın sürüldüğü ikinci mikrodalga soğurucu malzeme tarasımı Şekil 52 (sağ) da gösterilmiştir. Bu düz plaka yapılı kompozit model de nano boya olarak daha önce üretilen ve kapalı dalga kılavuz yöntemi ile mikrodalga soğurma özellikleri bilinen nano hegzaferrit tozları kullanılmıştır. Nano boyanın kalınlığı 2 mm olup, nikel soğurucu malzeme ile anten arasında bulunarak, EM dalgaya doğrudan maruz kalmaktadır. Bu yönüyle mikrodalga soğurucu nano boyanın, Nikel (Ni) katmanla empedans uyumu sağlayacağı beklenmektedir. Bu kısımda modelleme iyileştirme çalışmaları devam etmektedir. İlerleyen aşamalarda S parametreleri hesaplatılıp iki model arasında karşılaştırma yapılarak nano boyanın, soğurma performansına katkısı incelenecektir.

**Tasarım 2 ( Piramit yapılı kompozit model):** Piramit yapılı mikrodalga soğurucu malzeme tasarımı CST MW modellemesi Şekil 58 (üst) de verilmiştir. Bu piramit şekilli model, mikro boyuttaki demir tozları için tasarlanmıştır. Simülasyonda daha önce kapalı dalga kılavuz yöntemi ile ölçülen demir köpüklerinin dielektirik ve manyetik geçirgenlik sabitleri kullanılmıştır. Tasarım 6x6 adet piramit içermekte olup boyutları Şekil 59' da verilmiştir. Piramit yapının geometrisi gereği uç noktalarda oluşan tekillikler nedeniyle bu tip soğurucuların simülasyonunda programın en üst düzeyde manuel olarak kontrol edilmesi gerekmektedir. Tetikleme sinyali Gaus dalga formunda olup çalışma frekansı 8.2 – 12.4 GHz (X bant) 'dir. Soğurucu malzemeye çarpan EM dalganın düzlem dalga formunda olabilmesi için soğurucu malzeme antenden 1m uzaklığa yerleştirilmiştir. Simülasyon doğruluğunu arttırmak amacıyla dalgaboyu başına en az 10 nokta (kourant) şartı arttırılarak 15 yapılmıştır. Sınır koşulları X,Y ve Z 'de açık (open) atanmış ve modelleme boyunca ağ hücre sayısı 80 milyon civarında ayarlanmıştır.

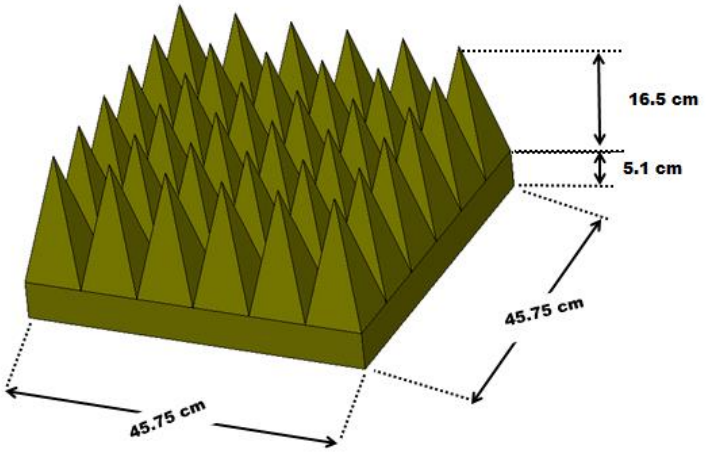
Korna antenden piramit soğurucu malzemeye doğru gönderilen elektro manyetik dalganın yayılarak ilerlediği iki ortam vardır. Birinci ortam, dielektirik geçirgenliği $\varepsilon_o$ ve manyetik geçirgenliği $\mu_o$ olan boş uzay. İkinci ortam karmaşık dielektirik $\varepsilon$ ve manyetik $\mu$ geçirgenliğine sahip ikinci dielektirik ortam. EM dalga bu iki ortam arasındaki arayüzey olan

piramit duvarlarına birçok defa çarparak iç yansıma yapmaktadır. Piramit soğurucu malzemelerin mikrodalgayı yüksek soğurma performansı göstermeleri bu iç yansımaların oluşturduğu empedans uyumu ile açıklanabilir.

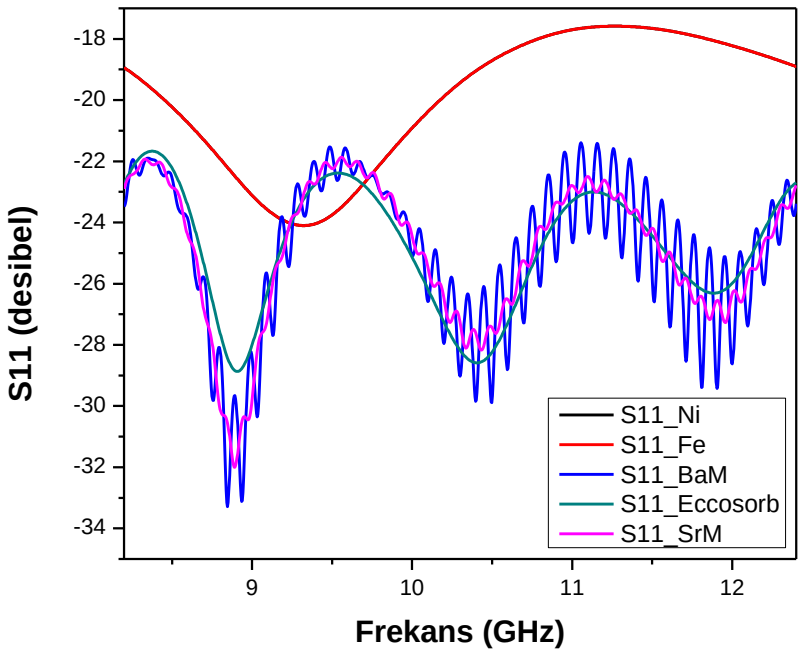
Sadece demir içerikli soğurucu malzemenin üzerine sürülmüş nano boyaların piramit yapılı tasarımları Şekil 59'de gösterilmektedir. Bu tasarımda nano boya katmanı 2 mm kalınlıktadır. Katmanlar arası geçiş farkından dolayı modelleme ağ haritası değişerek, ağ hücre sayısı 3-4 milyon mertebesinde artmaktadır. Ölçüm sonucu elde edilen dielektirik ve manyetik katsayılar nano hegzaferrit boya ve mikro nikel katmanına ayrı ayrı girilerek S11 parametresi hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar, ticari olarak satılan ECCOSORB SF malzemesine ait simülasyon sonuçları ile karşılaştırılmıştır. Bu kısımda modelleme sonuçları Şekil 60'da verilmiştir. Katkısız demir ve nikel tozlarından oluşan piramit soğurucu malzemesine ait S11 sonuçları üst üste çakışmıştır. Beklendiği gibi nano Ba ve Sr hegza ferrit boyası sürülmüş kompozit modele ait soğurma performansı, katkısız yapıdaki modellerden daha iyidir. Piramit soğurucu malzemenin şekil etkisi gereği S11 yansıma parametresinde geniş aralıklı dip ve tümsekler oluşmaktadır. Bu çalışmada aynı zamanda ticari ECCOSORB ve SrM hegzaferrit nano boya sürülmüş soğurucu malzemeler modellenerek, S11 sonuçları aynı grafikte verilmiştir. Hegzaferrit nano boya sürülmüş modellemelerin 9 ve 12 GHz civarında ticari numunye eş veya daha iyi sonuçlar verdiği görülmektedir.



Şekil 58 Piramit numunelrin CST moelleme görüntüleri (üst) mikro nikel tozları emdirilmiş piramit soğurucu (alt) 2 mm kalınğında nano boya sürülmüş piramit kompozit soğurucu



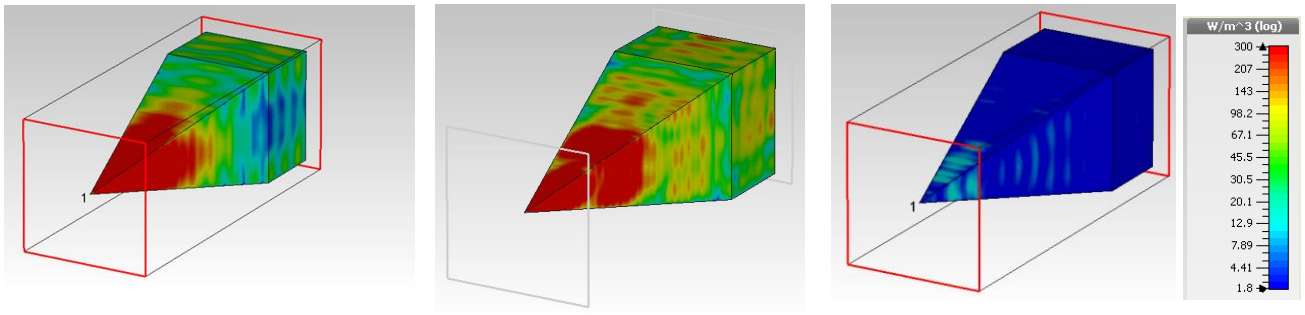

Şekil 59. Modellenen piramit soğurucu malzemenin perspektif görüntüsü ve boyutları




Şekil 60. Katkısız, nano boya sürülmüş ve ticari piramit soğurucu numunelere ait S11 yansıma eğrisi

**Tek frekans modellemeleri:** Daha önce yapılan kapalı dalga kılavuz ve anten ölçüm modellemelerinde soğurucu malzemelerin, geniş bant aralığında S11 parametreleri incelenmişti. Bu kısımda ise nano ve mikro soğurucu malzemelere ait güç kayıp yoğunlukları (Power loss density = PLD) incelenmiştir. Piramit yapılar, bir önceki bölümde simülasyonları yapılan büyük yapılı tasarımların tek bir parçasını oluşturacak şekilde modellenmiştir.

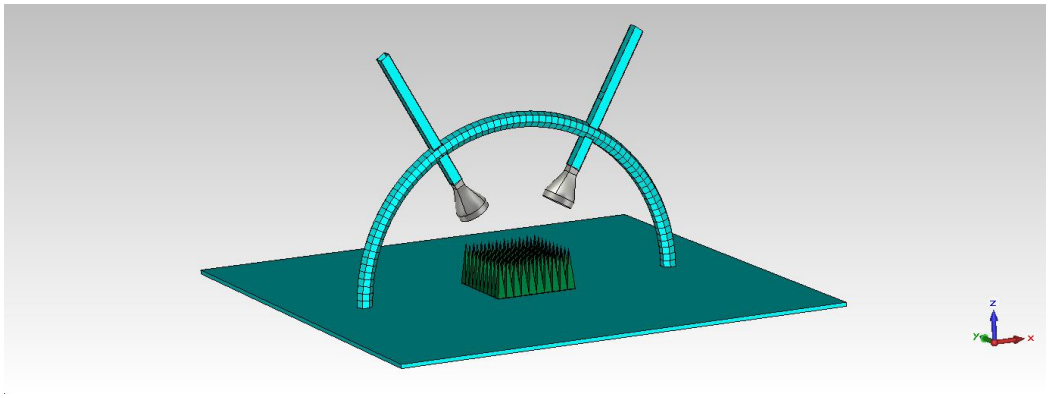
Simülasyonda 2 kapı tekniği kullanılmış olup frekans olarak X bandının en küçük değeri 8.2 GHz seçilmiştir. Piramit yapıların soğurduğu enerji, metreküp başına güç cinsinden ve soğrulan güç yoğunluğunun görüntüsü ölçek ile birlikte Şekil 61'de verilmiştir. PLD görüntüsü kullanılarak, projemizde üretilen mikro ve nano hegzaferrit yapıların soğurma performansları teflon ile karşılaştırılmıştır. Ayrıca mikro demir, SrM hegzaferrit ve teflon için maksimum güç kayıp yoğunlukları sırasıyla 4101, 130.500 ve 98 W/m$^3$ olarak elde edilmiştir.




Fe SrM Teflon

Şekil 61. Tek piramit yapılı demir ve Sr hegzaferrit soğurucu malzemeler ile teflona ait güç soğurma yoğunlukları görüntüsü

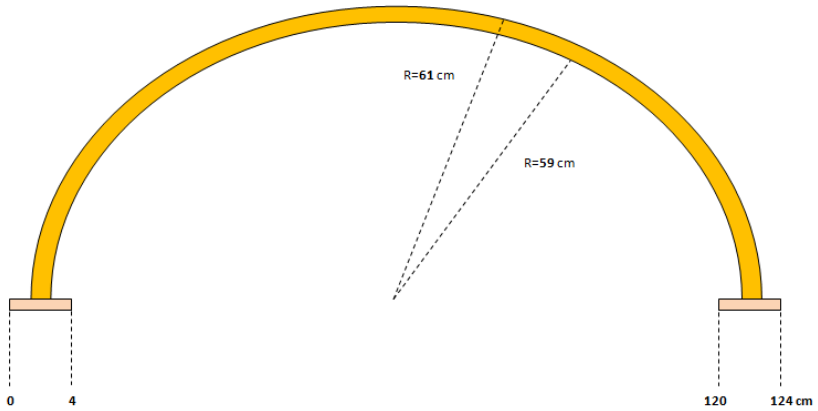
Tüm bunlarla birlikte yay (arch) sisteminin modellemesi yapılmıştır (Şekil 62). Önceki kısımlarda modellemeleri yapılan piramit yapılı soğurucu malzemelerin deneysel şartlarda ölçümleri büyük ebatlı soğurucu malzemeler başlığında verilmiştir.



Şekil 62. Açıya bağlı ölçüm sağlayan yay (arch) sisteminin CST MW modellemesi

Ayrıca 8.2–12.4 GHz frekans aralığında çalışan X-bant yay (Arch) ölçüm sistemi tasarlanmıştır. X-bant yay büyüklüğü, uzak alan mesafe (far field distance) kuralına göre hesaplanmış olup iç ve dış yarıçap uzunluğu Şekil 63'de verilmiştir. Ayrıca anten ölçüm esnasında gerçekleşen yansımaları azaltacağı düşünülerek, yay ve ayakları kestamitten yapılmıştır. Uzak alan hesaplamaları ve çizimi yapılan X-bant anten taşıyıcı yay sanayide

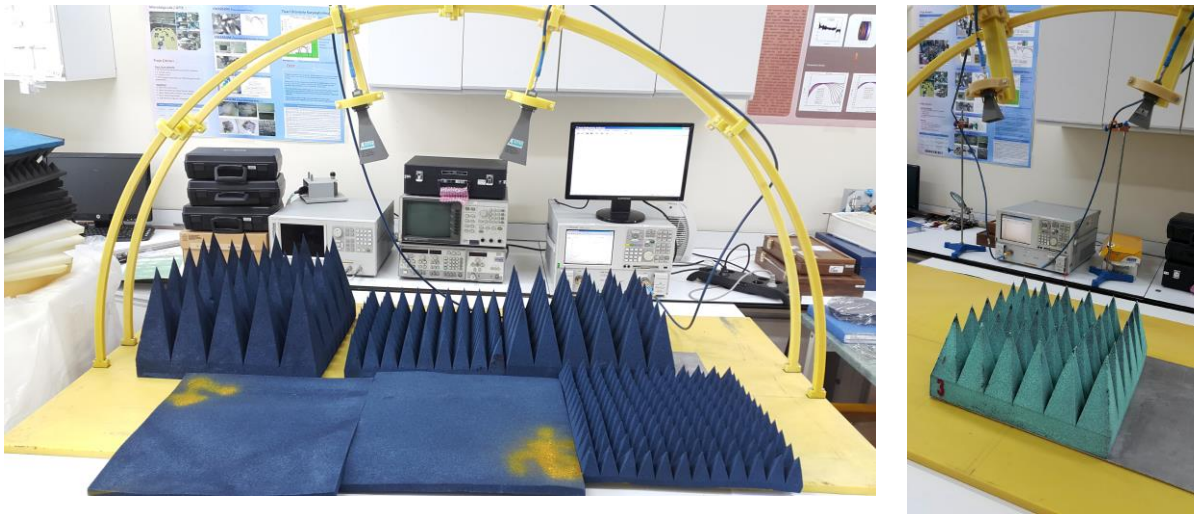
kestirilerek, böyle bir düzeneğin tasarımı ve yapımı yapılmaktadır. Daha sonra bu kestamit yaylara kendi tasarladığımız tutucularla korna antenler monte edilip yansıma kayıp özellikleri arch yöntemiyle ölçülmüş olup ilerleyen bölümde sonuçlar bununmaktadır.




Şekil 63. 8.2-12.4 GHz frekans aralığında soğurucu malzemelerin yansımalarının ölçüldüğü X bant açıya bağlı ölçüm düzeneği tasarımı.

### 3.7. Büyük ebatlarda soğurucu malzemeler

Büyük ebatlarda üretilen soğurucu köpüklerin ölçümü için tahta ve kestamit malzemelerden farklı arc yansıma ölçüm düzeneği araştırma grubumuz tarafından tasarlanmış ve yapılmıştır (Şekil 64). Ölçüm düzeneği en az 10 cm x 10 cm ve en fazla 1m x 1m ebatlarında numuneleri ölçümünde kullanılabilmektedir. Farklı yükseklik ölçümleri için arch yay sistemi destek noktalarından yükseltilerek farklı kalınlığa sahip örnekler için ölçüme uygun yapılmıştır.



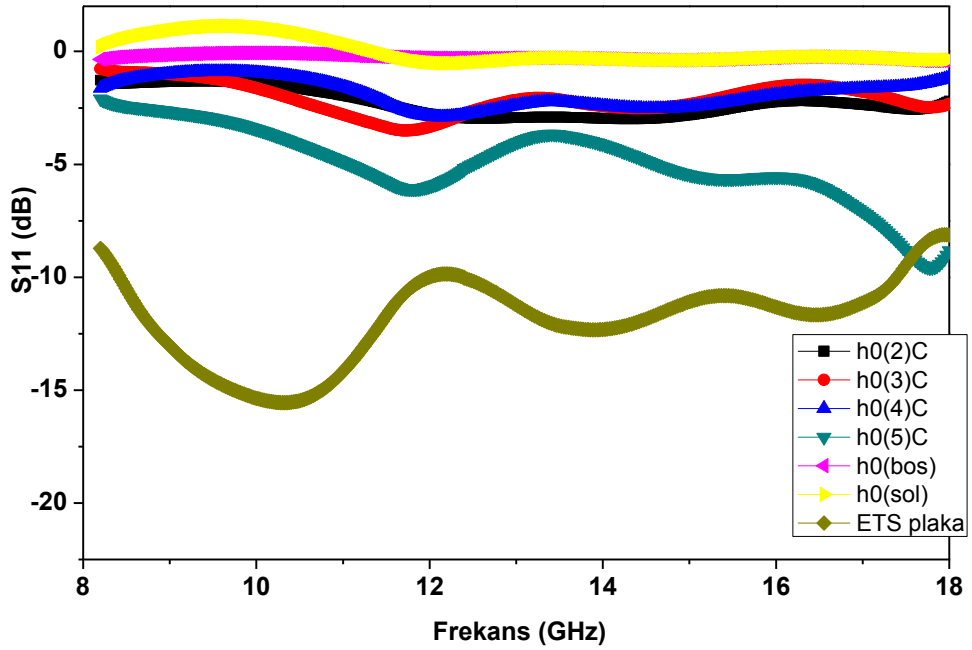
Şekil 64. Kestamit ve ahşap malzemlerden yapılmış arch yansıma ölçüm düzeneği ve farklı ebatlardaki pramit soğurucuarın resimleri (sol) pramit örneklerden birinin ölçüm anı (sağ)

### 3.7.1. Palaka şekilli yapılar

Plaka şekilli soğurucu süngerler aşağıdaki Tablo 20'a göre hazırlanmıştır. Poliüretan 14 densite sünger yapılar öncelikle 2 cm kalınlıkta 50 cm x 50 cm ebatlarda kesilerek hazırlanmıştır. Bu palak yapılar önce karbon toz malzemesi ile tabloda belirtilen oranlarda dolgulanması yapılmıştır. Tüm dolgular ticari İSONEM marka yanmazlık solüsyonu ile ilgili köpüklere emdirilerek yapılmıştır.

Table 20. Palaka şekilli soğurucu süngerlerin dolgu özellikleri ve kodları

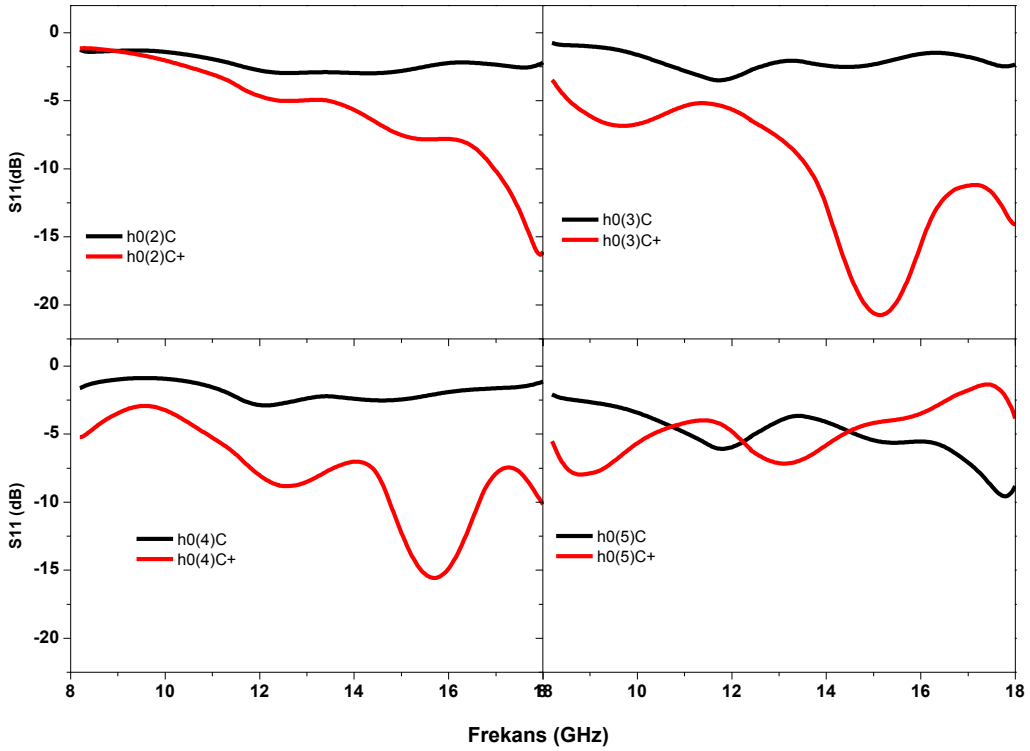
| KOD | Taban kalınlığı (mm) | Solüsyon miktarı (ml) | C miktarı (g) (1. Dolgu) | C miktarı (g) (2. Dolgu) |
|---|---|---|---|---|
| h0(bos) | 2 | 400 | 0 | 0 |
| h0(sol) | 2 | 400 | 0 | 0 |
| h0(2)C | 2 | 400 | 20 | 0 |
| h0(2)C+ | 2 | 400 | 20 | 20 |
| h0(3)C | 2 | 400 | 30 | 0 |
| h0(3)C+ | 2 | 400 | 30 | 30 |
| h0(4)C | 2 | 400 | 40 | 0 |
| h0(4)C+ | 2 | 400 | 40 | 40 |
| h0(5)C | 2 | 400 | 50 | 0 |
| h0(5)C+ | 2 | 400 | 50 | 50 |
| ETS | 2 | Ticari ürün: ETS Lindgren FL-0750CL | | |




Şekil 65. Karbon toz dolgu miktarı arttıkça yansıma kaybındaki değişim

Dolgu olarak kullanılan karbon toz miktarı 20g dan 50g arttıkça, plaka şekilli soğurucular arch metodla elde edilen yansıma kayıp eğrileri Şekil 65 de görülmektedir. Bu sonuçların kıyaslanması için aynı kalınlıkta ticari ürün olan ETS Lindgren FL-0750CL [80] marka modelli

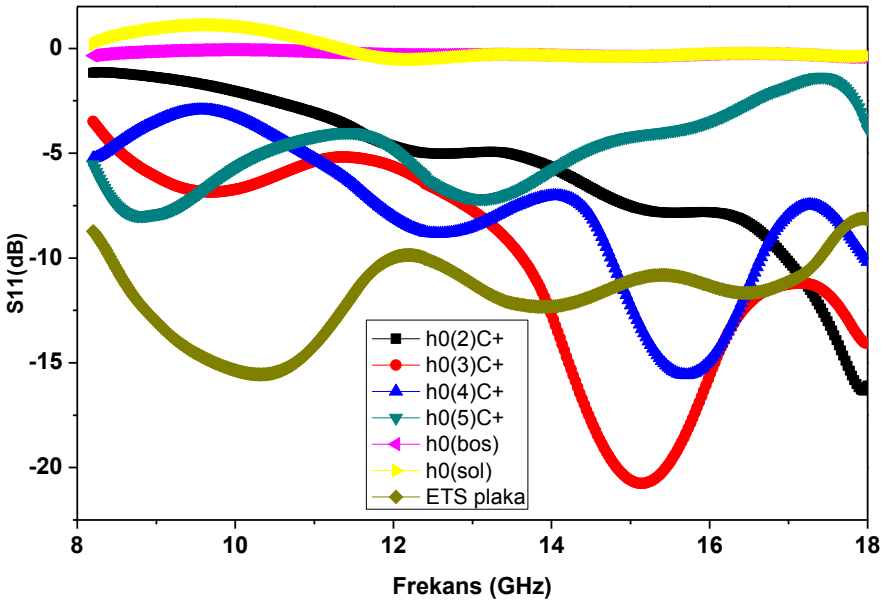
plaka soğurucu kullanılmıştır. Tüm ölçümler metal levha üzerine konularak alınmış olup sadece metal levhadan yansıma kaybının sıfır olduğu yani tam yansıma gerçekleştiği grafiklerde verilerek gösterilmiştir. Dolgu miktarı arttıkça özellikle yüksek frekanslarda yansıma kayıpları artmakta ve h0(5)C numunesi 18 GHz de ETS numunesinin yansıma kayıp değerlerine ulaşmıştır. Numunelerin tekrar karbon emdirilmesi ile ikince dolgunun etkisi araştırlmış olup bu ürünlere ait yansıma kayıp eğrileri Şekil 66 da görülebilir. Buradan h0(2)C+ numunesi için ikinci dolgulama olumlu etki oluşturuken yüksek frekanslarda -20 dB varan yansıma kayıpları 8 Ghz civarında okadar etkili olmamıştır. 30 ve 40 g dolgulamanın yapıldığı numunelerde yansıma kaybının göreceli olarak arttığı ve hem yüksek hem de düşük frekans bölgesinde olumlu sonuç verdiği tepit edilmiştir. 50 g dolgunun ikinci defa uygulanması ürünün mikrodalga soğuruculuğuna önemli ölçüde katkısı olmadığı gibi ölçüm frekasn sınırlarında dezavantaj sağladığı söylenebilir. Bu ölçümlerden en verimli sonuç elde edilen h0(3)C+ ve h0(4)C+ numunelerinin nano toz boya ile boyanmasına karar verilmiştir. Bu sonraki bölümde anlatılacaktır.



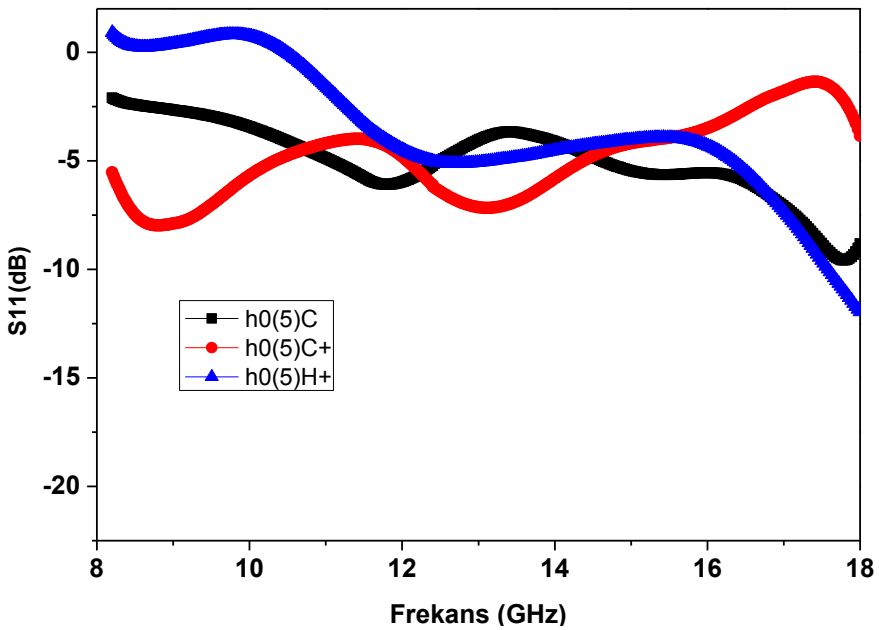

Şekil 66. İkinci defa dolgulamanın yansıma kaybına etkisi

İkinci defa dolgu yapılan örneklerin yansıma kayıpları birlikte Şekil 67'de ve karbon dolgu yerine ikinci dolgu olarak hegzaferrit nano tozun dolgulandığı h0(5)H+ numunesindeki yansıma kayıp oranı Şekil 68'de gösterilmektedir. 30 ve 40 g ikinci dolgunun yapıldığı numunelerde 14-16 Ghz arasında referans ETS numunesine göre daha vermli sonuçlar elde edildiği görülmüştür. Ancak 8-14 ve 16 dan yüksek frekanslar için yeterli değildir. Bu

numunelere nano hegzaferrit boya yapılarak bu etkinin artırılması hedeflenmiştir. Diğer yandan 50 g karbon dolgulu numuneye ikinci dolgu olarak 50 g karbon veya 50 g nano hegzaferrit dolgu yapıldığında hegzaferrit tozun yüksek frekans katkısı düşük frekansta negatif etkiyle incelendiğinde çok olumlu katkı sağlamadığı anlaşılmaktadır. 50 g karbon ve hegzaferrit dolgu yerine 30 veya 40 g dolgunun ikinci uygulandığı ve hegzaferrit boya ile desteklendiği örneklerin daha verimli sonuç vereceği öngörülmektedir. Bu ilerleyen bölümlerde tartışılmıştır.



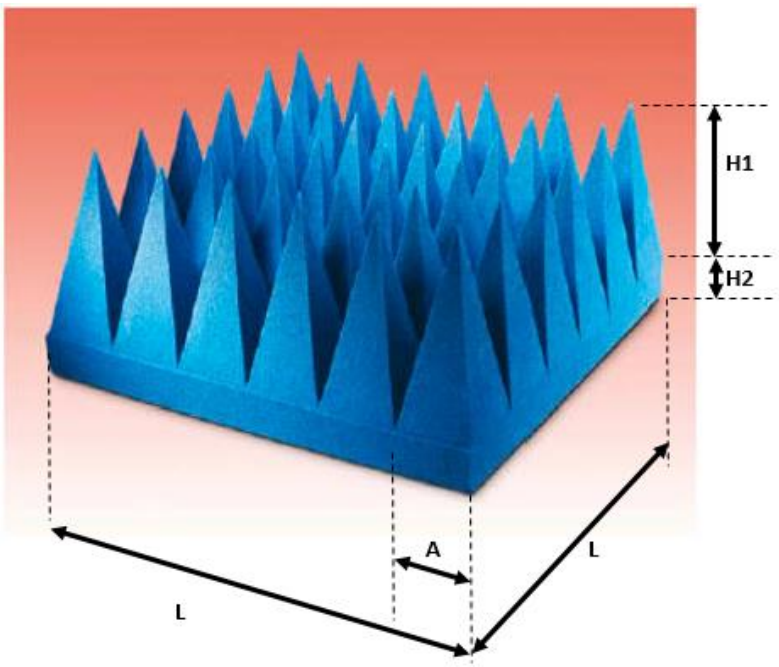

Şekil 67. İkinci defa dolgulamada karbon dolgu toz miktarının yansıma kaybına etkisi




Şekil 68. İkinci defa dolgulamada karbon ve hexaferrit dolgu farkı

### 3.7.2. Pramit şekilli yapılar

Pramit yapıdaki süngerler 45 veya 50 cm ebatlı kare taban üzerine Şekil 69 da gösterilen ve Tablo 21' de verilen abatlarda 14 densite poliüretan süngerden kesilerek dolgu olarak kullanılmaya hazır hale getirilmiştir. Referans olarak iyi yansıtıcı metal levhaya göre alınan kalbrasyon sonrası kullanılır ve iyi soğurucu olarak ise ticari ürün olan ETS Lindgren EHP 12 PCL marka model pramit soğurucu kullanılır. Şekil 70 dolgu sonrası ve boyama esnasından sünger piramitlerin resmini göstermektedir. Bu aşamadan sonra Şekil 71 deki gibi hegzaferrit nano tozlar ile boyanarak kurutulma sonrası nihai ürünler elde edilmiş olur.



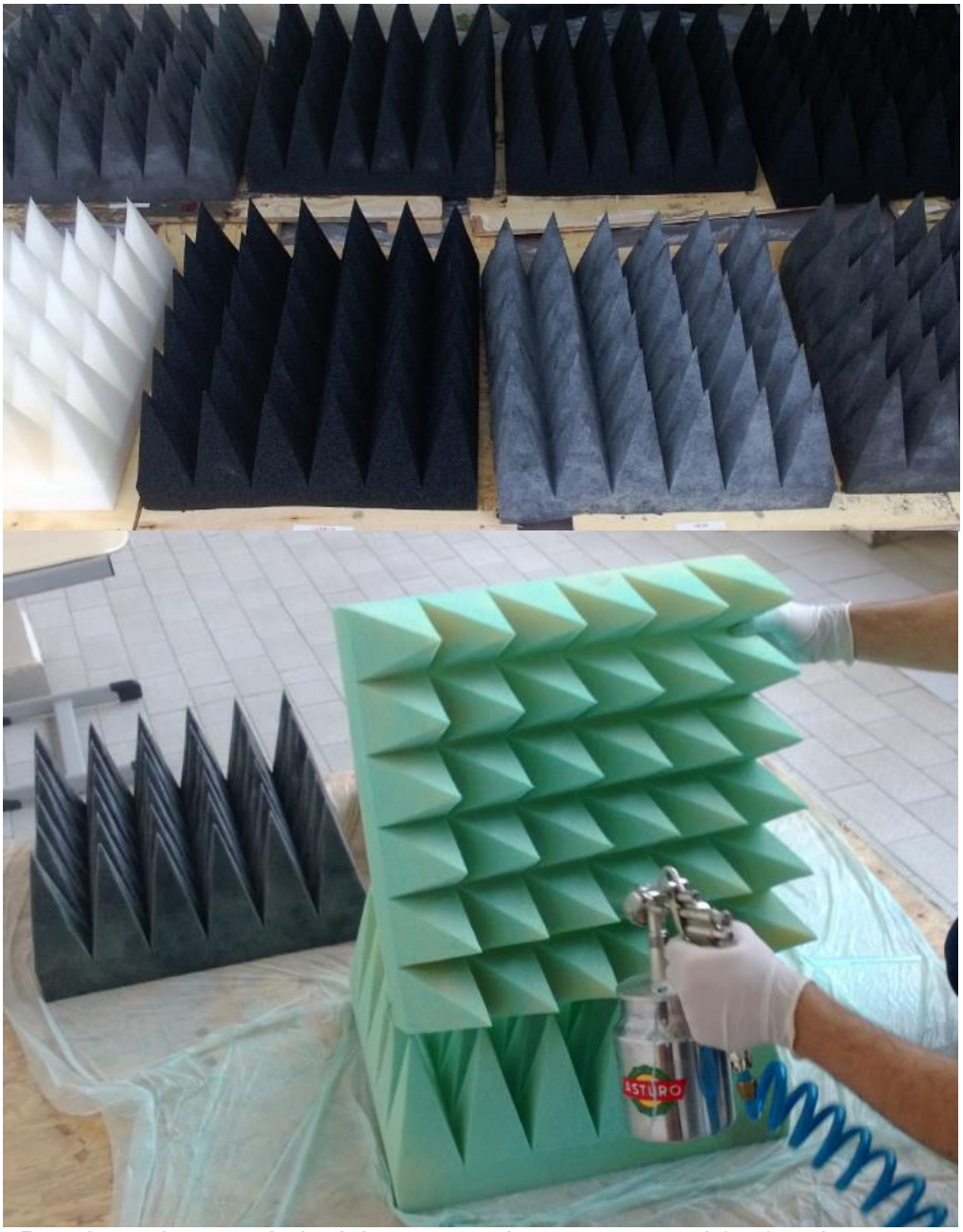

Şekil 69. Beyaz 14 densite sünger kesim hatları

Tablo 21. 14 densite, beyaz, yanmazlık emdirilmemiş süngerlerin ebatları ve dolgu oranları

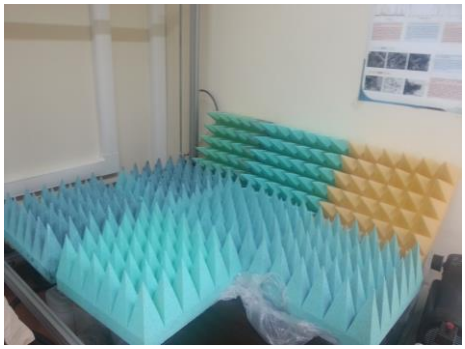
| Numune kodu | H1 (cm) | H2 (cm) | A (cm) | L (cm) | Piramit sayısı | Açıklama |
|---|---|---|---|---|---|---|
| h064 | 6,4 | 1,9 | 3,8 | 45,60 | 144(12x12) | |
| h103 | 10.2 | 2,5 | 5,1 | 45,90 | 81 (9 x 9 ) | |
| h165 | 16,5 | 5,1 | 7,6 | 45,75 | 36 (6 x 6 ) | |
| h254 | 25,4 | 5,7 | 10,0 | 50,00 | 25 (5 x 5 ) | |
| ETS | 25,4 | 5,7 | 10.0 | 61,00 | 36 (6 x 6) | ETS Lindgren EHP 12 PCL |

Ürünlerin hem doldulama hem de boyanma sonrası kuruma aşamasi yaklaşık 1 ayı bulmaktadır. Bu boyutlarda havalandırmalı fırın imkanının olmaması üretim sürecini

uzatmıştır. Elde edilen piramitlere sabit yüzey alanına göre hesaplana boya uygulması yapılmıştır. Her boyama astar ve asıl boyama aşamaları ile arka arkaya uygulanmıştır. Pramit malzemelerde önce farklı dolgu tozları denemiştir. Bunlar karbon, karbonil demir ve nikel ticari tozları olup sonuçları aşağıdadır. Bu sonuçlara göre karar verilen dolgu malzemesi ile farklı yüksekliğe sahip pramit kesimlere dolgu ve boyama uygulaması gerçekleştirlmiştir.



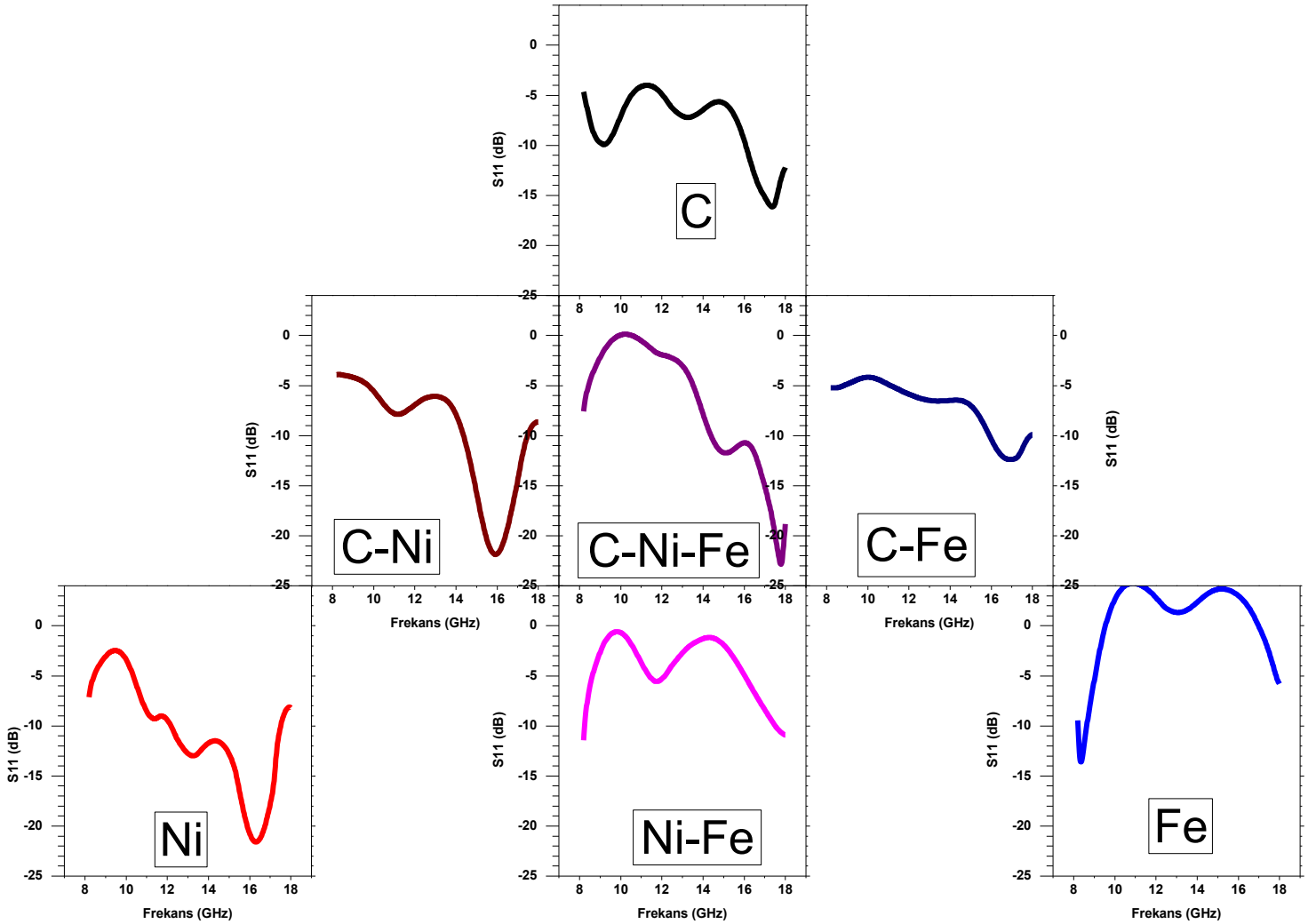

Şekil 70. Pramit yapılı süngerlerin dolgu sonrası boyanma öncesi (üst) ve boyama aşamasındaki (alt) resimleri




Şekil 71. Pramit süngerlerin boyanmış halleri

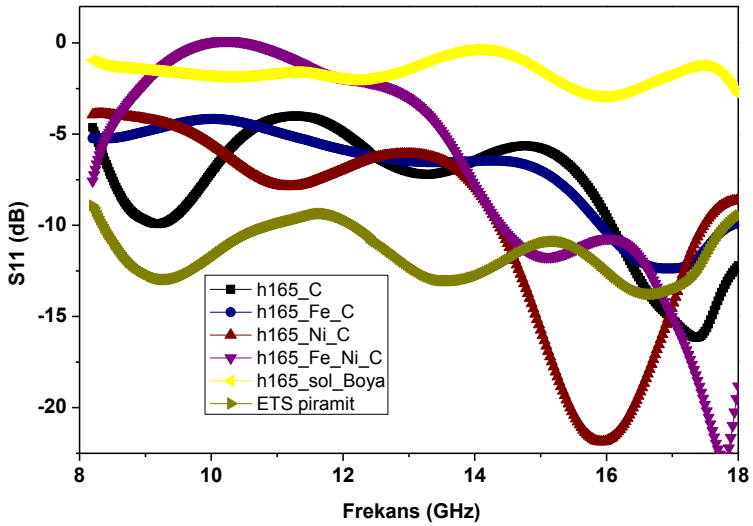
Mikron boyutlu karbon, karbonil demir ve nikel tozlarının ayrı ayrı, eşit ve üçü birlikte emdirilmiş pramit yapıların boyanmadan arch metodu ile yapılan ölçümleri Şekil 72'de görülmektedir. Burada C: karbon, Ni: nikel, Fe: karbonil demir dolgu tozlarını gösterirken bu ticari ürünlerin ikili karışımları C-Ni, C-Fe ve Ni-Fe şeklinde gösterilmiştir. Son olarak C-Ni-Fe ise üçünün birlikte kullanıldığı emdirme tozudur. Pramit malzemlerin kuruma sorunları nedeniyle sadece 16,5 cm yüksekliğe sahip pramitlerde uygulama gerçekleştirlmiştir.

Yansıma kayıp sonuçlarına göre C -5dB nin altında yansıma kaybı sunarken düşük frekanslarda bu değer -10dB ve yüksek frekanslarda ise -15 dB değerde bir pik göstermektedir. Nikel yüklü pramit yapının 16Ghz civarında-20 dB altındaki yansıma kayıp piki yine karbon nikel karışımlı süngerde baskın olarak tesbit edilmiştir. Demir dolgulu süngerde ise 8GHz civarında -15 dB lik iyi yansıma kaybı hızla yok olmakta ve 18 Ghz -10dB ile keskin bir yansıma kayıp piki göstermektedir. Demir- nikel dolgulu ürünlerde bant orta frekasnlarında yine verimsiz yansıma kaybı elde edilmiştir. Karbon-demir dolgularda ise sadece karbon dolguya göre yüksek frekasnda 5dB gibi daha yansıtıcı yüzey elde edilmiştir. Nikel dolgunun 16GHz frekasnlarda sağladığı soğurma hem karbonlu hem de üçlü dolguda gözlemlenmiş ve en olumlu katkı olarak bulunmuştur. Ancak demir, nikel ve bunları ihtiva eden örneklerde bu metallerin doğası gereği hızla oksitlenme olmuş ve Şekil 71'de(sağ) resimde görüleceği üzere kahverengirenkte bu metallerin oksit yapılara dönüşmüştür. Bu malzemenin kullanım ömrünün yetersizliği veya ek süreçler gerektirdiğinden vazgeçilerek sonraki ürünlerde sadece karbon dolguların kullanılmasına karar verilmiştir.



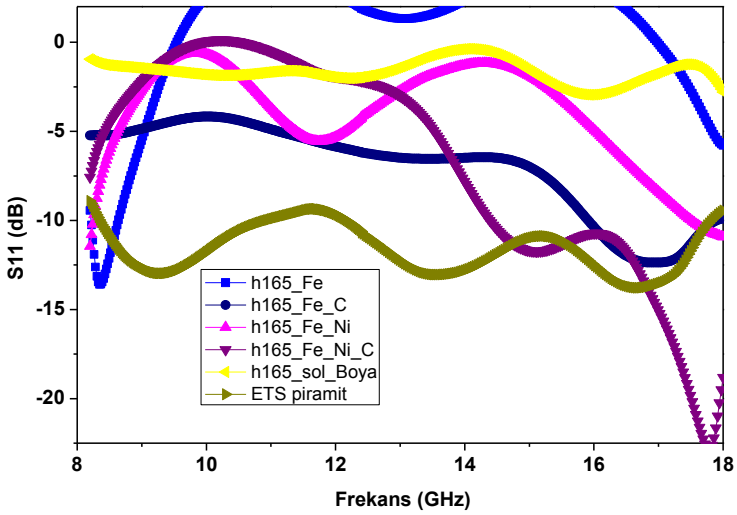

Şekil 72. Farklı toz dolgularla hazırlanmış h165 pramit yapısında yansıma kayıp ölçümleri

Şekil 73'de bu pramit yapılardan karbon ihtiva edenlerin birlikte kıyaslanabilmesi için yansıma kayıp eğrileri ETS numunesinin sonuçları ile birlikte verilmiştir. ETS numunesine en yakın sonuçların sadece karbon ve karbon-nikel dolgulu ürünlerden elde edildiği görülmektedir. Her iki ürün de tüm bant boyunca -5 dB şartını sağlamaya yakındır.




Şekil 73. Karbon (C) ve diğer tozlarla karışımın yansıma kayıp etkisi

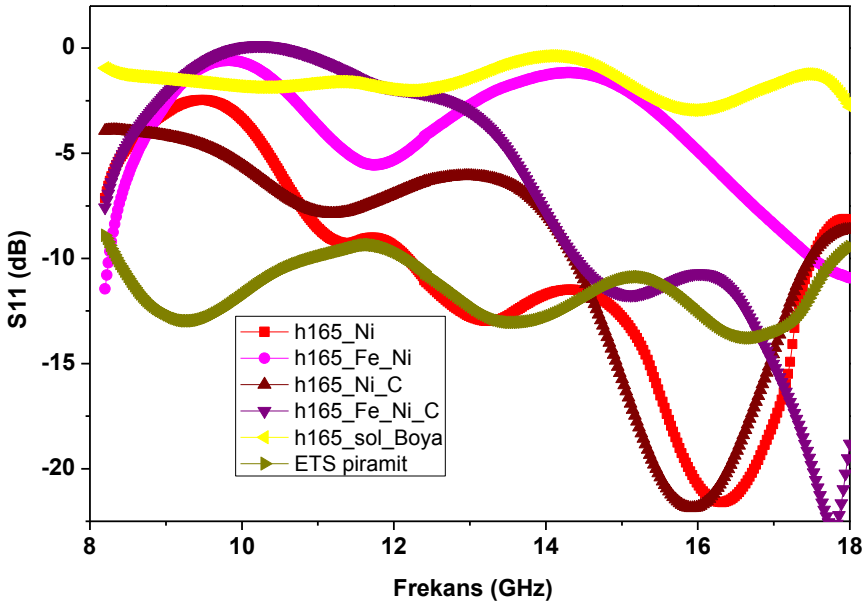
Demir dolgusu ihtiva eden ürünlerin kıyaslandığı Şekil 74'e göre ise demir- karbon dolgulu mazleme –5dB referansını sağlamaya adaydır.




Şekil 74. Demir (Fe) ve diğer tozlarla karışımın yansıma kayıp etkisi

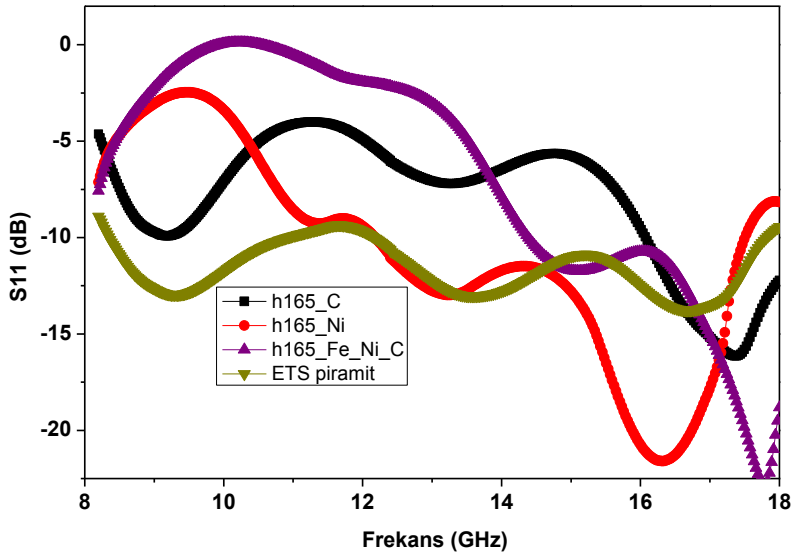
Diğer dolgu tozunun bulunduğu tüm pramitlerin ve ETS numunesinin kıyaslandığı Şekil 75'e göre ise nikel karbon karışımı -5dB yasnıma kaybını tüm frekasnlarda oluşturmaya tek aday

örnektir. Nikel dolgulu köpükte 10 GHz civarında sert düşüş ve neredeyse tam yansıma vermesi oksitlenmenin yanısıra nikelin diğer dezavantajı olmuştur.




Şekil 75. Nikel (Ni) ve diğer tozlarla karışımın yansıma kayıp etkisi

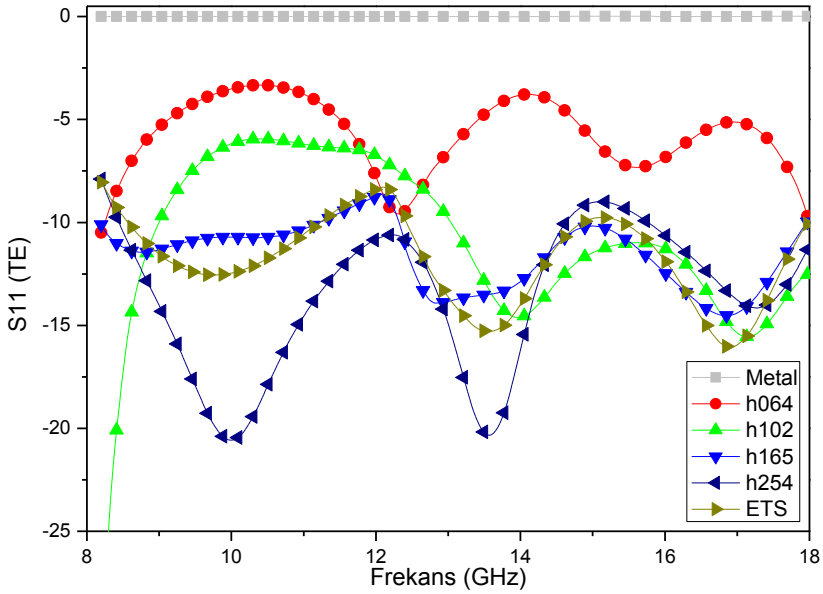
Boyasız 16,5 cm yüksekliğe sahip pramit yapılarda en iyi sonuçların elde edildiği karbon, nikel ve üçlü karışımın verdiği yansıma kayıp eğrileri karşılaştırmayı kolaylaştırmak için Şekil 76 da tekrar verilmiştir.




Şekil 76. En verimli yansıma kayıp eğrisine sahip dolgu malzemelerin karşılaştırılması

Sonuç olarak farklı dolgu malzemelerinin kıyaslanmasından düşük frekasnta en az yansımayı sağlayabilen tek ürün olarak karbon tercih nedeni olmuştur. Buradan hareketle karbon dolgunun farklı yüksekliğe sahip süngerlere birim hacime eşit miktarda toz ihtiva

edecek şekilde emdirilmiştir. Dört farklı yükseklikte sünger kesimi ve ETS numunesine ait yansıma kayıp eğrileri Şekil 77'de verilmiştir.

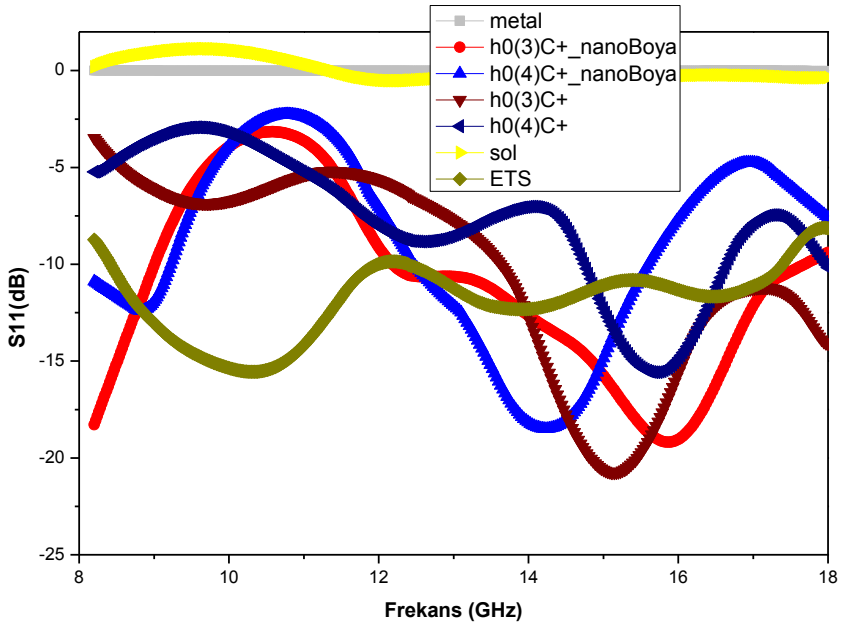



Şekil 77. Farklı yükseklige ait pramitlerin yansıma kayıp performansları

Bu sonuçları izah etmeden önce ticari ETS numunesinin h254 numunesi ile aynı geometriye sahip olduğunu ve tam bir kıyaslama yapılabileceğini vurgulamak gerekir. 64 ve 102 mm yükseklikte priamitlere sahip soğurucuların -5dB şartını sağlarken h165 ve h254 numunelerinin -10dB seviyesinin altında yansıma kaybı vermektedir. Her iki numune ve ETS örneği aynı frekans merkezlerinde pikler göstermektedir. Bunun sebebi tamammen pramit yapıların geometrik özelliklerinin aynılığıdır. Yüksekliği 165 mm olan pramit soğurucu hemen hemen ticari ürünle aynı sonucu verirken 254mm yüksekliğine sahip olan pik merkezlerinde -20dB yansıma kaybı ile daha iyi sonuç vermektedir.

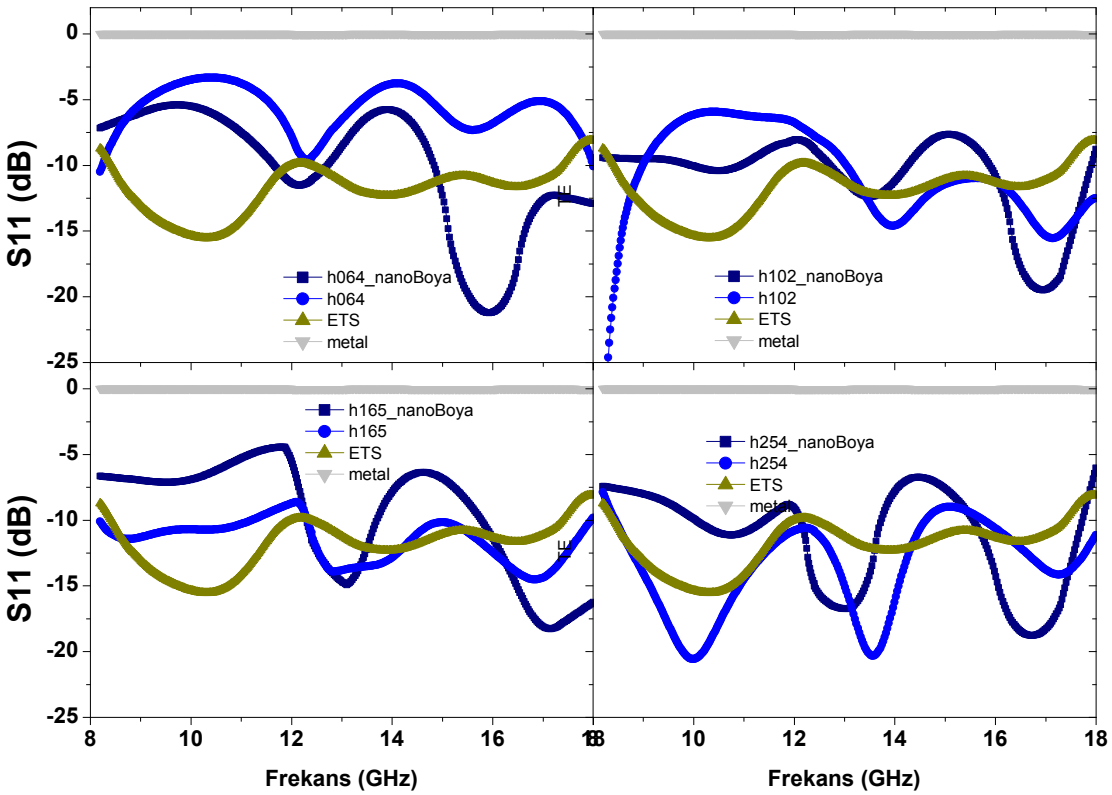
### 3.7.3. nano boya uygulanmış soğurucular

Örneklerin yüzey boyaları 500ml yanmaz özellik gösteren boyaya 500 ml suda çözülmüş 100 g nano hegzaferrit toz pigmenti eklenerek boyanmıştır. Elde edilen 1 litrelik boya solüsyon 2 $m^2$ alana ($m^2$ ye 0.5 litre sabit) uygulanmıştır. Bu oran plaka ve pramidal tüm soğuruculardа sabit tutularak uygulanmıştır. Şekil 78'de h0(3)C+ ve h0(4)C+ boyasız numuneleri ile bu numelerin boyanmış hallerinin yansıma kayıp sonuçları görülmektedir. Metal tam yansıtıcı referansla ve solüsyonun yansıma kaybına etksisnin ihmal edilebilir düzeyde olduğu yine bu grafikten anlaşılmaktadır. Her iki numunede 8-12 Ghz aralığında nano boyanın negatif etki oluşturduğu ancak 12 GHz üzeri frekasnlarda varolan -20dB şiddetli soğurma pikinin merkez frekansını kaydırmıştır. Ticari ETS ürünümde yüksek frekanslarda daha iyi sonuç veren 2 cm kalınlıklı numunelere ulaşılmıştır.




Şekil 78. Plaka şekilli soğuruculardaki nano boya etkisi

Pramit yapılı malzemelerde nano boyanın etkisi tüm farklı pramit yapılarda boyalı ve boyasız örneği ile birlikte ölçülerek Şekil 79'da verilmiştir.




Şekil 79. Pramit şekilli soğuruculardaki nano boya etkisi

Elde edilen sonuçlara göre 64 mm pramit yüksekliğine sahip örneklerde nano boyanın düşük frekanslarda 3 ile 5 dB arasında yansımayı azalttığı yüksek frekans bölgesinde ise 15 dB'e kadar yansımada azalma sağladığı tesbit edilmiştir. H254 numunesinin boyanması sonrası benzer durum elde edilmiş ancak 14-16 GHz arasında yansımada artış gözlemlenmiştir. Bu aralıkta yansımanın diğer h165 ve h254 nolu numunelerde nano boya uygulaması sonrası belirgin olduğu bulunmuştur. Pramit yüksekliği h165 olan örnekte düşük frekanslarda nano boya ters etki oluşturmuş ve yansımayı artırmıştır. ETS ticari numunesinin soğurma verimine h254 nolu numune ile ulaşılmış olup 10, 13.5 ve 17.5 GHz frekanslarda daha verimli soğurma pikleri ile yansıtıcılığı azaltan ürün elde edilmiştir.

# 4. SONUÇ

Bu çalışma kapsamında nano boyutlarda manyetik tozların üretimi, elektromanetik dalga ile seçilen malzemelerin etkileşimlerinin bilgisayar destekli modellenmesi ve ticari ve üretilen nano tozlar ile büyük ebatlarda düz ve pramidal soğurucu köpük yapıların üretimi yapılmıştır. Nano boyutlarda manyetik toz olarak çok çeşitli spinel ve hegzaferrit nano malzemler üretilmiş gerekli çeşitli metodlarla karakterize edilmiştir. Üretilen ürünler ve elde edilen sonuçlar şu şekildedir. Çinko-bakır ferrit tozları 27-34 nm arasında ve çinko-mangan ferrit nanotozları 25-29nm aralığında kendiliğinden katı jel yöntemle elde edilmiştir. Bu ürünlerde yüksek frekanslara -8dB varan yansıma kayıpları elde edilmiştir. Daha sonra $SrFe_{12}O_{19}/Zn_{0.65}Ni_{0.25}Cu_{0.1}Fe_2O_4$ 16 nm boyutlu çekirdek ile 25nm kalınlıklı kabuk ikili nanokompozit yapısı hidrotermal ve birlikte çökertme metotlarıyla üretilmiştir. PMMA destekli katı-jel yanma reaksiyonu kullanılarak elde edilmiş $BaFe_{12}O_{19}$, $SrFe_{12}O_{19}$ ve $PbFe_{12}O_{19}$ nano hegzaferritleri üç farklı PMMA/hegzaferrit oranında (20/80,40/60 ve 60/40) üretilmiştir. PMMA oranı en yüksek numunelerde farklı ferrit yapılara ait kristal fazlar elde edilmiş olup tek fazlı m tipi hegzaferrit yapısı içeren örnekler başarı ile sentezlenmiştir. Bu örneklerden Ba hegzaferritlerin en büyük 200 nm civarında uzunluğa ve 40-50 nm civarında genişliğe sahip nano çubuklar şeklinde olduğu, Sr hegzaferritlerin yuvarlak, çubuk ve altıgen plaka karışık morfolojide parçacıklardan oluştuğu, 100-400 nm arasında büyüklüğe sahip Pb hegzaferritlerde ise yuvarlak, çubuk ve artan PMMA oranı ile altıgen yapılar ortaya çıktığı saptanmıştır. Bütün hegzaferritlerde en az PMMA ile üretilenlerin en yüksek zorlayıcı manyetik alana sahip oldukları gözlemlenmiştir. Bu yöntemle elde edilen hegzaferritlerde genel olarak yansıma kayıp pikleri 10.8 GHz ile 11.2 GHz arasında merkezlenmiş yaklaşık 9.73 Ghz ile 12, 23 Ghz arasında 2,5 GHz bant genişliğine (-20dB referans) sahiptirler. Bu yansıma kayıp piklerinin empedans uyumu ve uyumlu kalınlık sebebiyle gerçekleştiği açıklanmıştır.

Diğer bir araştırma malzemesi olarak Polithiofen kaplı Fe, Mn ve Co spinel ferritleri sol-jel ve in-situ polimerizasyon sıralı yöntemleri kulanılarak elde edilmiştir. Ortalama parçacık boyutları $Fe_3O_4$@Phti, $CoFe_2O_4$@Pthi ve $MnFe_2O_4$@Phti numuneleri için sırasıyla 9.98 nm, 6.54nm ve 6.22nm olarak bulunmuştur. Örneklerden elde edilen yansıma kayıp pikleri 10.4 ile 10.7 arasında değişmekte olup 2 Ghz civarında bir kısmı -20 dB referans çizgisinin altındadır. Bu spinel ferritlerin Pthi kaplanması ile RL piki 0.5 GHz kadar yüksek frekanslara kaymaktadır ve buradan Pthi kaplanarak mikrodalga frekanslarda faz ayarlama özellikle kullanabileceği anlaşılmaktadır.

Diğer yandan magnetit nano parçacıklar farklı zayıf iletken polimer (Pani, Ppy, Pthi) ile kaplanarak elde edilen nanokompozitler ortalama parçacık büyüklüğü 11.76nm (Fe3O4@Ppy), 11.51nm (Fe3O4@Pani) ve 9.98nm (Fe3O4@Phti) olarak bulunmuştur. Yansıma kayıp sonuçları ise bu numunelerde aynı sırayla 10.35, 10.36, 10,45 ve 10.63 GHz frekanslarda merkezlenmiş 5.83, 5.94, 6.36 ve 6.38 GHz bant genişliğine sahip (-10dB referans) piklerdir. Polimer kaplanması pik merkez frekansını yüksek frekanslara küçük oranda kaydırmaktadır.

Nano toz olarak üretilen başka bir numune seti ise standart katı-jel yanma reaksiyonu kullanılarak elde edilmiş Ba hegzaferrit numunelerdir. Bu setteki tozlar farklı süre, dönme hızı ve bilye/toz oranında öğütülerek mikron yapıdan nano boyutlara indirgenmiştir. İlk üretilen toz ortalama 333 nm parçacık büyüklüğüne sahipken, bilyalı değirmen ile farklı şartlarda öğütülerek en küçük ortalama boyut 106 nm ye kadar düşürülebilmiştir. Bu örneklerin hazırlama şartları ise 125 bilye, dakikada 400 devirlik hızla toplam 4 saatlik bir öğütme süresi (K125b4s400d numunesi) şeklindedir.

Projede seçilen numunelerin dalga klavuzu ve açık alan büyük boy malzemeler için bilgisayar destekli modellenmesi yapılmıştır. Bu modellemelerle elektromanyetik dalga ile küçük miktarlarda üretilen ve karakterize edilen örneklerin etkileşimi incelenmiştir. Büyük ebatlarda düz plaka şekilli ve pramit yapılı soğurucular 14 densite poliüretan köpük olarak kesilmiş ve demir, nikel, karbon, nanohegzaferrit dolgular ile yüklenerek soğurucu özellikleri deneysel olarak test edilmiştir. Hazırlanan büyük ebatlı soğuruculardan elde edilen sonuçlar şu şekilde özetlenebilir:

Nikel dolgunun 16GHz frekanslarda sağladığı soğurma hem karbonlu hem de üçlü dolguda gözlemlenmiş ve en olumlu katkı olduğu anlaşılmıştır. Ancak karbonil demir, nikel ve bunları ihtiva eden örneklerde -metallerin doğası gereği hızla oksitlenmesi nedeniyle- kullanım ömrünün yetersizliği bu numunelerin kullanım potansiyelini zayıflatmıştır. Diğer yandan karbon dolgulu örnekler ortalama olarak -5dB nin altında yansıma kaybı sunarken düşük frekanslarda bu değer -10dB ve yüksek frekanslarda ise -15 dB değerinde geniş bir pik göstermektedir. Dolgu malzemesi olarak karbonun kullanılması uygun bulunmuştur. Dolgu olarak nano hegzaferrit kullanıldığında hegzaferrit tozun yüksek frekans katkısı düşük frekansta kendini gösterememektedir.

Numunelerin tekrar karbon emdirilmesi yani ikinci dolgu etkisi araştırılmış olup olumlu etki yaptığı saptanmıştır. Dolgu miktarı düz plaka şekilli soğurucular da test edilmiş ve 30 ile 40 g karbon dolgulamanın yapıldığı numunelerde yansıma kaybının göreceli olarak arttığı ve hem yüksek hem de düşük frekans bölgesinde olumlu sonuç verdiği tespit edilmiştir.

64 ve 102 mm yükseklikte priamitlere sahip soğurucular -5dB şartını sağlarken h165 ve h254 kodlu numuneler -10dB seviyesinin altında yansıma kaybı vermektedir. Yüksekliği 165 mm

olan piramit soğurucu hemen hemen ticari ürünle aynı sonucu verirken 254mm yüksekliğine sahip olan numune pik merkezlerinde -20dB yansıma kaybı ile daha iyi sonuç vermektedir.
Piramit yüksekliği 64 mm olan örneklerde nano boyanın düşük frekanslarda 3 ile 5 dB arasında yansımayı azalttığı yüksek frekans bölgesinde ise 15 dB'e kadar yansımada azalma sağladığı tebit edilmiştir. H254 numunesinin boyanması sonrası benzer durum elde edilmeş ancak 14-16 GHz arasında yansımada artış gözlemlenmiştir. Bu aralıkta yansımanın diğer h165 ve h254 kodlu numunelerde nano boya uygulaması sonrası belirgin olduğu bul unmuştur. Pramit yüksekliği 165 olan örnekte düşük frekanslarda nano boya ters etki oluşturmuş ve yansımayı artırmıştır. ETS ticari numunesinin soğurma verimine h254 nolu numune ile ulaşılmış olup 10, 13.5 ve 17.5 GHz frekanslarda daha verimli soğurma pikleri ile yansıtıcılığı azaltan ürün elde edilmiştir

# REFERANSLAR


1. VLADIMIR B. Breger, , IEEE Transactions on magnetics, Vol. 40, No. 3, (2004).
2. PENG C.H, Hwang C.C., Wan J., Tsai J.S., Chen S.Y., , Materials Science and Engineering B 117, 27–36 (2005).
3. KAGOTANI T., Kobayashi R., Sugimoto S., Inomata K., Okayama K., Akedo J., JMMM 290-291, 1442-1445 (2005).
4. MU G., Chen N., Pan X., Shen H., Gu M., Preparation and microwave absorption properties of barium ferrite nanorods, Materials Letters 62, 840–842, (2008).
5. ABBASA S.M., Dixitb A.K., Chatterjeea R., Goelc T.C., Complex permittivity, complex permeability and microwave absorptionproperties of ferrite–polymer composites, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 309, 20–24, (2007).
6. GHASEMIA A., Hossienpourb A., Morisakod A., Saatchia A., Salehia M., Electromagnetic properties and microwave absorbing characteristics of doped barium hexaferrite, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 302, 429–435, (2006).
7. QIUA J., Gua M., Shenb H., Microwave absorption properties of Al- and Cr-substituted M-type barium hexaferrite, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 295, 263–268, (2005).
8. TABATABAIE F., Fathi M.H., Saatchi A., Ghasemi A., Effect of Mn–Co and Co–Ti substituted ions on doped strontium ferrites microwave absorption, Journal of Alloys and Compounds, Volume 474, Issues 1-2, 206-209, (2009).
9. WANGA L., Songa J., Zhanga Q., Huanga X., Xua N., The microwave magnetic performance of Sm3+ doped BaCo2Fe16O27, Journal of Alloys and Compounds 481, 863–866, (2009).
10. SHAMS M.H., Salehi M.A., Ghasemi A., Electromagnetic wave absorption characteristics of Mg–Ti substituted Ba-hexaferrite, Materials Letters 62, 1731–1733, (2008).
11. CHEN N., Mu G., Pan X., Gan K., Gu M., Microwave absorption properties of SrFe12O19/ZnFe2O4 composite powders, Materials Science and Engineering B 139, 256–260, (2007).
12. Taiping Xie, Longjun Xu, Chenglun Liu Powder Technology 232 ( 2012 ) 87 – 92
13. C.C. Yang, Y.J. Gung, W.C. Hung, T.H. Ting, K.H. Wu - Composites Science and Technology 70 (2010) 466–471
14. SHIN J., Oh H., The Microwave Absorbing Phenomena of Ferrite Microwave Absorbers, IEEE Trans. Magn. 29, 3437, (1993).
15. OTA H., Kimura M., Sato R., Okayama K., Kondo S., Homma M, Broadband Microwave Absorber Using M-type Hexagonal Ferrite, IEEE Symp. Electromagn. Compatibility, 2, 590, (1999).
16. ZHANG H., Zhichao L., Chengliang M., Xi Y., Liangying Z., Mingzhong W., Complex permittivity, permeability, and microwave absorption of Zn- and Ti-substituted barium ferrite by citrate sol_/gel process, Mater Sci. Eng. B 96, 289, (2002).
17. RUAN S, Xu B., Suo H., Wu F., Xiang S., Zhao M., Microwave absorptive behavior of ZnCo-substituted W-type Ba hexaferrite nanocrystalline composite material, J. Magn. Magn. Mater. 212, 175, (2000).
18. Ali Sharbati, Javad Mola Verdi Khani, Gholam Reza Amiri – Solid State Communications 152 ( 2012 ) 199 - 203
19. JOHN H., Thomas R.M., Jacob J., Mathew K.T., Joseph R., Conducting polyaniline composites as microwave absorbers, Poly. Comp. 28(5), 588, (2007).
20. DHAWAN SK, Singh K., Bakshi Ak, Ohlan A., Conducting polymer embedded with nanoferrite and titanium dioxide nanoparticles for microwave absorption, Synt. Metals 159, 2259–2262, (2009).
21. OHLAN A., Singh K., Chandra A., Dhawan S.K., Microwave absorption properties of conducting polymer composite with barium ferrite nanoparticles in 12.4–18 GHz, App. Phys. Lett. 93, 53114, (2008).
22. SINGH K., Ohlan A., Bakshi Ak, Dhawan S.K., Synthesis of conducting ferromagnetic nanocomposite with improved microwave absorption properties, Mater. Chem. Phys. 119, 201–207, (2010).
23. OHLAN A., Singh K., Chandra A., Singh V.N., Dhawan S.K., Conjugated polymer nanocomposites: Synthesis, dielectric, and microwave absorption studies, J. Appl. Phys. 106, 44305, (2009).
24. JIANG J., Ai L., Li L., Multifunctional Polypyrrole/Strontium Hexaferrite Composite Microspheres: Preparation, Characterization, and Properties, J. Phys. Chem. B 113, 1376, (2009).
25. OLMEDO L., Hourquebie P., Jousse F., Microwave absorbing materials based on conducting polymers, Advan. Mater. 5 (5), 373, (1993).
26. OLMEDO L., Hourquebie P., Jousse F., Handbook of Organic Conductive Molecules and Polymers, ed: HS Nalwa, John Wiley and Sons Ltd., Chichester, (1997).
27. MULLANE A.P.O, Dale S.E., Macpherson J.V., Unwin P.R., Chem. Commun. 14, 1606, (2004).
28. LI L., Kang E.T., Neoh K.G., J. Nanosci. Nanotechnol. 6, 2571, (2006).
29. DUFFY, J. I.; Electroless and Other Nonelectrolytic Plating Techniques: Recent Developments; Noyes: Park Ridge, NJ, (1980).
30. BOGUSH V., Journal of Optoelectronics and Advanced Materials Vol. 7, No. 3, 1635 – 1642, (2005).
31. R.T. Ma, H.T. Zhao, G. Zhang - Materials Research Bulletin 45 (2010) 1064 - 1068
32. J.C. Aphesteguy, A.Damiani, D.DiGiovanni, S.E.Jacobo - Physica B 407 (2012 ) 3168 – 3171
33. Ali Ghasemi, Xiaoxi Liu, Akimitsu Morisako - Journal of Magnetism and Magnetic Materials 316 (2007) e105–e108
34. YAN W., Feng X., Chen X., Hou W., Zhu J.J., 'A super highly sensitive glucose biosensor based on Au nanoparticles–AgCl@polyaniline hybrid material',Biosensors and Bioelectronics 23, 925–931, (2008).

35. LİANG LI, Guoping Yan, Jiangyu Wu, Xianghua Yu, Qingzhong Guo, 'Preparation of polyaniline–metal composite nanospheres by in situ microemulsion polymerization', Journal of Colloid and Interface Science 326, 72–75, (2008).
36. Doren W. Hess,INTRODUCTION TO RCS MEASUREMENTS,1125 Satellite Boulevard, Suite 100 Suwanee, GA 30024, U.S.A.
37. X.Tong,Advanced Materials *and* Design *for* Electromagnetic Interference Shielding,2009,CRC Press Taylor & Francis Group,CHAPTER 9
38. E. Yıldırım,Development of Multı-Layered Cırcuıt Analog Radar Absorbıng Strcutures,2012,24-26
39. P. Saville,T. Huber,D. Makeiff,Fabrication of Organic Radar Absorbing Materials,DRDC Atlantic TR 2005 – 124
40. B. Erenoglu,Naval Postgraduate School Anechoıc Chamber Evaluatıon,2004,42-43
41. F.Malek,Z.Liyana F.H.Wee,H.Nornikman,Reflection Loss Performance of Double Pyramidal Microwave Absorber
42. L. Chi,C. Wei,S. Bor,The Optimum Design of Electromagnetic Wave Anechoic Chamber and Performance Analysis
43. H.Nornikman,P.J Soh,A.A.H Azremi,M.S Anuar,Performance Simulation of Pyramidal and Wedge Microwave Absorbers
44. H.Nornikman,F.Malek,P.J.Soh,A.A.H Azremi,Reflection Loss Performance of Hexagonal Base Pyramid Microwave Absorber using DifferentAgricultural Waste Material
45. S. Imai,K. Taguchi ,T. Kashiwa ,T. Tabata,K. Kubo,E. Satou,Effect of Incident Angle on Temperature Characteristics in Pyramidal Radiowave Absorber
46. H.Nornikman,F.Malek,P.J Soh,A.A.H Azremi,A. Ismahayati,Reflection Loss Performance of Triangular Microwave Absorber
47. W.Duan, H. Chen, M. Sun, Y. Ding, X. Sun,C. Cai,X.Sun,A Composite Electromagnetic Absorber for Anechoic Chambers
48. M.Park, J. Choi,S. Kim,Wide Bandwidth Pyramidal Absorbers of Granular Ferrite and Carbonyl Iron Powders,
49. H.Nornikmanl, P.Sohl, F Malek, A.A.H Azremi,F.H Wee,R.B Ahmad,Microwave Wedge Absorber Design using Rice Husk an Evaluation on Placement Variation,2010 Asia-Pacific International Symposium on Electromagnetic Compatibility, April 12 - 16,2010, Beijing, China
50. M. W. B. Silva,L.C. Kretly,A New Concept of RAM-Radiation Absorbent Material: Applying Corrugated Surfaces to Improve Reflectivity
51. C. L. Holloway,,R.R. DeLyser,R. F. German,P. McKenna,M. Kanda,Comparison of Electromagnetic Absorber Used in Anechoic and Semi-Anechoic Chambers for Emissions and Immunity Testing of Digital Devices IEEE TRANSACTIONS ON ELECTROMAGNETIC COMPATIBILITY, VOL. 39, NO. 1, FEBRUARY 1997 33
52. Ibrahim, N. Yaakob, M. Husain, S. Meng Se, A.Shaaban,The Effect of the Carbon to the S11 Measurement on the Pyramidal Microwave Absorbers
53. Design and İmplementation aspects of a small anechoic room and sound-actuation system,J.G. Rodriguez, 2010-2011,Erasmus Hogeschool Brussel
54. D. Kim,D. Kim,D. Choi,Design of a super wide-band EM wave absorber for a general purpose anechoic chamber,Current Applied Physics 7 (2007) 457–462
55. Y. Huang,K. Boyle,Antennas From Theory To Practice,John Wiley & Sons Ltd,1st Edition,2008
56. N. Najmoddin, A.Beitollahi, H. Kavas, S.M. Mohseni, H. Rezaie, J. Åkerman, M.S. Toprak, Ceram Int 40 (2014) 3619–3625.
57. Q.J. Han, D.H. Ji, G.D. Tang, Z.Z. Li, X. Hou, W.H. Qi, R.R. Bian, S.R. Liu, Physica Status Solidi (a) 209 (2012) 597–796.
58. T. Wejrzanowski, R. Pielaszek, A. Opalińska, H. Matysiak, W. Łojkowski, K.J. Kurzydłowski, Appl Surf Sci 253 (2006) 204-208.
59. T.G. Altincekic, İ. Boz, A. Baykal, S. Kazan, R. Topkaya, M.S. Toprak, J Alloy Compd 493 (2010) 493-498.
60. M.G. Buerger, Crystal Structure Analysis, Wiley Interscience, New York, 1960.
61. A. Baykal, M.S. Toprak, Z. Durmus, H. Sozeri, J. Supercond.Nov. Magn. 25, 2081 (2012)
62. Y. Köseoğ, A. Baykal, M.S. Toprak, F. Gözüak, A.C. Başaran, B. Aktaş¸ J. Alloys Compd. 462, 209 (2008)
63. T.G. Altincekic, İ. Boz, A. Baykal, S. Kazan, R. Topkaya, M.S.Toprak, J. Alloys Compd. 493, 493 (2010)
64. M. Demirelli, E. Karaoğlu, A. Baykal, H. Sözeri, E. Uysal, O.Duygulu, J. Inorg. Organomet. Polym Mater. 23, 937 (2013)
65. S. Esir, Y. Junejo, A. Baykal, M. Toprak, H. Sözeri, Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials, "SrFe12O19/Zn0.65Ni0.25Cu0.1Fe2O4 Core–Shell Nanocomposite: Synthesis, Chracterization and Catalytic Activity in Aqueous Solution", July 2014, Volume 24, Issue 4, pp 722-728
66. X. TANG, Y.G. YANG, Materials Science-Poland, Vol. 27, No. 2, 2009
67. Guohong M., Xifeng P., Na C., Keke G., Mingyuan G., Materials Research Bulletin 43 (2008) 1369–1375
68. Kojima H. In: Wohlfarth EP, editor. Ferromagnetic materials, vol. 3. Amsterdam: North-Holland Physics Publishing; 1982.p. 305–91
69. KAVAS, H., Nano-Manyetik Kompozit Temelli Elektromanyetik Radyasyon Soğurucu Malzeme Geliştirilmesi" başlıklı doktora tezi, GYTE, 2010
70. Y.Y. Meng, M.H. He, Q. Zeng, D.L. Jiao, S. Shukla, R.V. Ramanujan, Z.W. Liu, Journal of Alloys and Compounds 583 (2014) 220–225
71. KITTEL C., Rev. Mod.Phys. 21, 541, 1949

72. Diaz S, Suarez N, Faloh JC, Sanchez JC, Leccabue F, Watts BE, et al. J Phys IV 1997;7:C1–333
73. S.H. Hosseini et al./ Materials Science in Semiconductor Processing 24 (2014)272–277, 2014
74. El Ghandoor, H. M. Zidan, Mostafa M.H. Khalil and M. I. M. Ismail Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe3O4) Nanoparticles, Int. J. Electrochem. Sci., 7 (2012) 5734 - 5745, 2012
75. AKMAN, Ö. “Mikrodalga soğurucu nanoparçacıkların araştırılması ? başlıklı doktora tezi, GYTE, 2012
76. Y. Li et al. / Journal of Alloys and Compounds 509 (2011) 4104–4107, J Mater Sci (2014) 49:3694–3704, 2014.
77. Y.S. Lee, F. Malek, E.M. Cheng, W.W. Liu, F.H. Wee, M. N. Iqbal, Z. Liyana,"An Experimental Thickness of Microwave Absorber Effect Absorption in Ku-band Frequency
78. Tao Wang, Fei Xu, Liyun Tang, Liang Qiao, and Fashen Li, “Study on matching map for the absorber filled by metallic magnetic particles”, Journal of Applied Physics 116, 173912 (2014); doi: 10.1063/1.4901419
79. Zhang, B., et al., “Microwave-absorbing properties of de-aggregated flake-shaped carbonyl-iron particle composites at 2– 18 GHz,” IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 42, No. 7, 1178– 1781, July 2000.
80. http://www.ets-lindgren.com/all/FL-FlatLaminateAbsorber

# TÜBİTAK
# PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

| | |
|---|---|
| Proje Yürütücüsü: | Prof. Dr. BEKİR AKTAŞ |
| Proje No: | 113F158 |
| Proje Başlığı: | Mikrodalga Soğurucu Nano-Malzemelerin (Misonam) Geliştirilmesi |
| Proje Türü: | 1001 - Araştırma |
| Proje Süresi: | 30 |
| Araştırmacılar: | HÜSEYİN KAVAS,<br>ABDULHADİ BAYKAL |
| Danışmanlar: | |
| Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi: | GEBZE TEKNİK Ü. TEMEL BİLİMLER F. FİZİK B. |
| Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri: | 15/09/2013 - 15/03/2016 |
| Onaylanan Bütçe: | 397500.0 |
| Harcanan Bütçe: | 358010.58 |
| Öz: | Gelişen endüstriyel ve teknolojik cihazlarda yüksek frekanslı (GHz) elektromanyetik dalga bileşenleri kullanımı yoğun olarak artmaktadır. Bu tür cihazların üretim, kontrol, kullanım ve denetlenmesi alanında büyük ihtiyaç ve gereksinimler bulunmaktadır. Elektromanyetik uyumluluk, sivil ve savunma amaçlı soğurucu ve kalkanlayıcı malzeme ihtiyacı bu alanlardaki araştırmaların önemini artırmaktadır. Bu bilgiler ışığında temel olarak nano yapılar ile elektromanyetik soğurucu özellikli malzemelerin geliştirilmesi ve Elektromanyetik Uyumluluk test odalarının iç kaplaması olarak kullanılan pramit yapılıların nano boya pigmentleri ile desteklenerek soğurma kapasiteleri araştırılmıştır. Proje kapsamında M tipi Ba, Sr ve Pb hegzaferrit ve Fe, Zn, Co, Mn ve Ni spinel ferrit veya ara bileşikleri nano manyetik toz şeklinde elde edilmiştir. Sol-jel otoyakma, Sitrat sol-jel, Birlikte Çöktürme, Hidrotermal ve Bilyalı değirmende öğütme gibi yöntemler bu nanotozların üretilmesinde kullanılmıştır. Nano mayetik tozların Pani, Ppy ve Pthi gibi kötü iletken polimerler ile kaplanarak mikrodalga frekasnlarda dielektrik ve manyetik geçirgenlik gibi özelliklerinin değişimleri incelenmiştir. Üretilen malzemelerin kristal yapıları, morfolojik yapıları, manyetik özellikleri incelenmiş daha sonra küçük miktarlarda örneklerin mikrodalga frekansta kompleks dielektrik permitivitesi (??-j??) ve manyetik permeabilitesi (μ?-jμ?) ölçülmüştür. Bu parametreler yardımıyla büyük ebatlarda elektromanyetik dalga soğurucu köpük yapılar üretiminde bilyalı değirmende öğütülen tozların kullanılmasına karar verilmiştir. Daha sonra bol miktarda üretilerek karbon dolgulu düz ve pramit yapılı süngerlere boya olarak uygulanmıştır. Farklı dolgu ve pramit yüksekliği parametreleri için analizler yapılmıştır. |
| Anahtar Kelimeler: | Nano-manyetik Kompozitler, Mikrodalga soğurucu malzemler, Hekzaferrit, Spinel ferrit |
| Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?: | Hayır |

TÜBİTAK