بیست و یکمین کنفرانس اپتیک و فوتونیک ایران
و هفتمین کنفرانس مهندسی و فناوری فوتونیک ایران
۲۳ تا ۲۵ دی ماه ۱۳۹۳، دانشگاه شهید بهشتی

سنتز و مطالعه طیف سنجی پس پراکندگی رامان کامپوزیت $NiFe_2O_4$/نانولوله های چنددیواره کربنی به عنوان جاذب مایکروویو

مرضیه پریشانی[۱]، رسول ملک‌فر[۱]، اکبر چراغی[۱و۲]

۱دانشگاه تربیت مدرس، دانشکده علوم پایه، بخش فیزیک

۲دانشگاه شهید ستاری، دانشکده علوم پایه، گروه فیزیک

چکیده – در این تحقیق به مطالعه طیف‌سنجی ساختار *$NiFe_2O_4$ (NFO)* پرداخته شده است و به منظور بررسی قابلیت‌های جذب امواج مایکروویو این ساختار، با نانولوله‌های کربنی ترکیب گردیدند. به همین منظور *NFO* به روش سل-ژل در دو دمای متفاوت سنتز گردید و توسط امواج فراصوتی نانولوله‌های کربنی در میان ذرات فریت نیکل پخش گردید. به منظور مشخصه‌یابی ساختاری و مشخصه های مربوط به میزان جذب امواج توسط نمونه از تحلیل‌هایی همچون طیف‌سنجی پس پراکندگی رامان، انتقال فوریه مادون قرمز (*FTIR*)، پراش اشعه ایکس (*XRD*) و تحلیلگر شبکه (*NA*) استفاده گردید. در طیف رامان مدهای فعال مربوط به نمونه و در تحلیل *XRD* ساختار فریت نیکل به وضوح مشخص گردید. با توجه به تحلیل طیف *NA* میزان تأثیر حضور نانولوله ها بر خواص جذب امواج نمونه تعیین گردید.

کلید واژه- طیف سنجی رامان، فریت نیکل، نانولوله های کربنی.

The synthesis and investigation into the back scattering Raman spectroscopy of NiF_2O_4/multiwalled carbon nanotubes as microwave absorber

Marziye Parishani[1], Rasoul Malekfar[1], Akbar Cheraghi[1,2]

[1] Department of Basic Scinences,University of Tarbiat Modares, Tehran, P.O. Box 14115-175, I.R. Iran.

[2] Department of Basic Scinences,University of Shahid Sattari, Tehran, I.R. Iran.

Abstract- In this research, laser spectroscopy of $NiFe_2O_4$ (NFO) have been studied and to study of microwave absorption properties, they were combined with multiwalled carbon nanotubes. For this purpose, NFO were synthesized by the sol-gel method at different temperatures and carbon nanotubes were dispersed in the Nickel ferrite particles by ultrasonication. In order to characterize the structure and wave absorption by the sample, different analysis such as back scattering Raman spectroscopy, Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy, X-ray diffraction (XRD) and Network Analyzer (NA) was used. Active modes in Raman spectra of the sample and in XRD analysis clearly revealed nickel ferrite structure. According to the spectrum analysis of NA, the effect of carbon nanotubes on the absorption properties of waves of the sample was determined.

Keywords: Raman Spectroscopy, Nickel ferrite, Carbon nanotubes.

این مقاله در صورتی دارای اعتبار است که در سایت www.opsi.ir قابل دسترسی باشد.

[Downloaded from opsi.ir on 2025-07-21]

۱- مقدمه

فریت‌ها مواد مغناطیسی هستند که به سبب کاربری‌های متنوع، کارایی بالای الکترومغناطیسی در ناحیه وسیع فرکانسی بسیار سودمند می‌باشند [۱]. در سال‌های اخیر با توجه به استفاده بیش از حد از ابزارهای الکترونیکی همچون تلفن همراه، رایانه‌های شخصی و سامانه‌های راداری، مسئله تداخل امواج الکترومغناطیسی و آسیب-های ناشی از آن توجه بسیاری را به خود جلب کرده است. به همین منظور تحقیق درباره مواد جاذب امواج الکترومغناطیسی به طور فزاینده‌ای در حال پیشرفت و گسترش است [۲].

در میان مواد جاذب امواج، مواد فریتی نرم مغناطیسی به سبب دارا بودن ویژگی‌هایی همچون اشباع‌شدگی مغناطیسی بالا، حد اسنوک (Snoek's limit) قابل توجه، اجبارشدگی مغناطیسی (coercivity) بالا، پایداری شیمیایی بالا و مقاومت در برابر خوردگی می‌توانند گزینه مناسبی در زمینه تحقیق درباره مواد جاذب باشند [۲].

به همین منظور در این تحقیق با توجه به بررسی طیف رامان هر ماده به عنوان اثر انگشت آن، به بررسی ساختاری یکی از انواع این مواد به نام فریت نیکل پرداخته شده است و همچنین به دلیل خواص فیزیکی-شمیایی ویژه موجود در نانولوله‌های کربنی همچون سبک وزن بودن، مقاوم در برابر خوردگی، استحکام مکانیکی و انعطاف پذیری بالا و عملکرد الکتریکی بی‌نظیر آن [۳]، بر اساس تحلیل طیف تحلیلگر شبکه به بررسی تأثیر حضور این نانولوله‌ها در جذب امواج مایکروویو نمونه فریت نیکل پرداخته شده است.

۲- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش به منظور ساخت ذرات فریت نیکل از روش سل-ژل بهره بردیم. نمک‌های نیتراتی عناصر اهن ($Fe(No_3)_3.9H_2O$)و نیکل ($Ni(NO_3)_2.6H_2O$) را به عنوان مواد اولیه انتخاب گردید. همچنین از سیتریک اسید به عنوان سورفکتانت و عامل چسبندگی ساختارهای منفرد اولیه به یکدیگر و آب دیونیزه به عنوان حلال استفاده گردید.

در ابتدا نمک‌های نیتراتی نیکل و آهن و سیتریک اسید را به نسبت مولی به ترتیب ۱:۲:۳ با یکدیگر با استفاده از حلال ترکیب و در یک دمای معینی به مدت ٦ ساعت در حال همزدن باقی‌ماند. سپس در دمای مشخصی برای تشکیل ژل خشک به مدت ٢٤ ساعت نگاه داشته شد. ژل خشک قبل از فرآیند حرارت دهی در دستگاه آسیاب آسیاب سیاره ای قرار گرفت تا ساختار نهایی دارای ذرات ریزتر و یکنواخت‌تر گردد. سپس نمونه آسیاب شده در کوره قرار گرفت و برنامه حرارت دهی آن طوری تنظیم گردید که ابتدا به دمای $400\ ^oC$ برده می‌شد و سپس به مدت یک ساعت و نیم در همین دما قرار گرفت و سپس به دو دمای نهایی متفاوت 950^oC و $1050\ ^oC$ در دو نمونه مجزا برده شد و در این دو دما به مدت ٤ ساعت باقی ماند و سپس به دمای اتاق بازگشت. لازم به ذکر است تمام مراحل حرارت‌دهی با نرخ $2\ ^oC/min$ انجام گرفت.

در مرحله نهایی به منظور به دست آوردن ترکیب فریت با نانولوله‌ها، از درصد وزنی ۵ درصد برای نانولوله‌ها نسبت به کل نمونه نهایی استفاده گردید. سپس با استفاده از حلال اتانول و دستگاه اولتراسونیک نانولوله‌ها را در میان ذرات فریتی پخش و برای خشک شدن در هوای آزاد قرار داده شد.

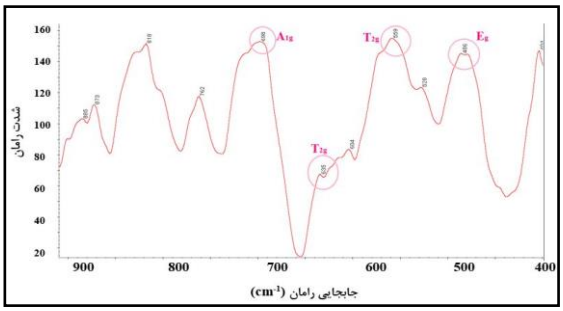
۳- بحث و بررسی نتایج

تحلیل طیف رامان:

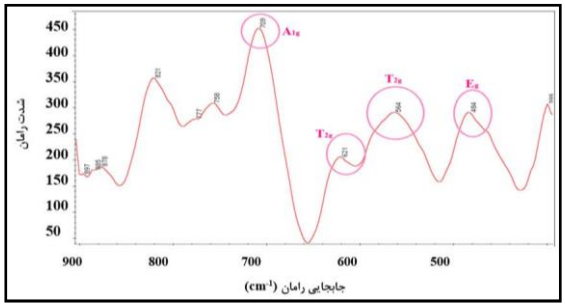
همانطور که می‌دانیم براساس طیف رامان، هر ساختار بلوری دارای برچسب‌های متفاوتی برای مدهای فعال رامان خود هستند و این ترکیب متفاوت از مدها، مشخصه هر ساختار می‌باشد و به عنوان اثر انگشت آن ساختار نام برده می‌شود. به همین منظور برای بررسی تشکیل

[Downloaded from opsi.ir on 2025-07-21]

ساختار نمونه فریت نیکل و شناسایی مدها طیف پراکندگی رامان مربوط به هر دو نمونه تهیه شده در دو دمای متفاوت در شکل‌های (۱) و (۲) نشان داده شده است.



شکل ۱: طیف پراکندگی رامان نمونه فریت نیکل تهیه شده در دمای 950 ºC



شکل ۲: طیف پراکندگی رامان نمونه فریت نیکل تهیه شده در دمای 1050 ºC

با توجه به اینکه اکسیدهای اسپینلی فلزات رسانا به دو گروه عادی و معکوس تقسیم می‌گردد، فریت نیکل دارای ساختار اسپینل معکوس می‌باشد و دارای تقارن اولیه O_h^7 و گروه فضایی $Fd\bar{3}m$ می‌باشد. نظریه گروه ٤٢ مد ارتعاشی مربوط به ساختار اسپینلی را پیش‌بینی می‌کند که به صورت رابطه (۱) نمایش داده می‌شود [۱]:

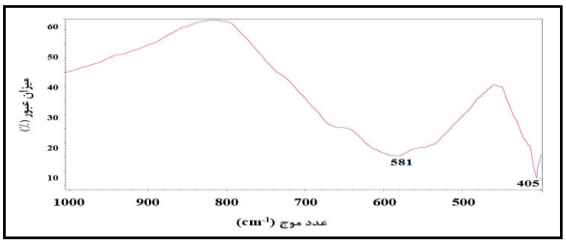
$$A_{1g}(R)+E_g(R)+T_{1g}(in)+3T_{2g}(R)+ 2A_{2u}(in)+2E_u(in)+4T_{1u}(IR)+2T_{2u}(in) \quad (۱)$$

که در این رابطه نمایه‌های R، IR و in به ترتیب نشان‌دهنده مدهای رامان، فروسرخ و غیرفعال می‌باشد. با توجه به ساختار فریت نیکل که یون‌های Fe^{3+} در مکان‌های چهاروجهی و یون‌های Fe^{3+} باقی مانده و Ni^{2+} به طور معادل در مکان‌های هشت وجهی قرار گرفته اند، بر این اساس پیک‌های رامان مشاهده شده در ناحیه 660-720 cm^{-1} مدهای مربوط به گروه چهاروجهی (T-site) و آنهایی که در ناحیه 460-660 cm^{-1} موجود هستند مربوط به مدهای گروه هشت وجهی (O-site) فریت‌ها می‌باشند [٤].

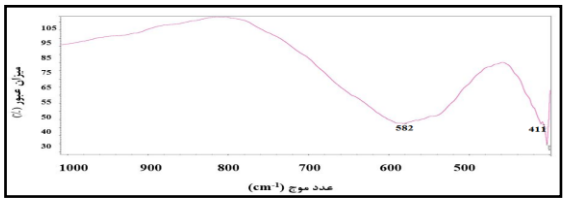
تفاوت میان این دوطیف در این است که مدهای مربوطه در دمای پایین‌تر با شدت کمتر ظاهر گردیده‌اند و از طرفی دیگر هم مدهای اضافی ظاهر گردیده‌اند که می‌توان به ناکاملی ساختار و وجود ترکیبات ناخالصی همچون Fe_2O_3 نسبت داد. در کنار هر یک از این مدها ممکن است قله کوچکی (شانه مانند) ظاهر گردد که به ساختار اسپینلی معکوس فریت نیکل نسبت داده می‌شود که در مدها به صورت مدهای E_g و A_{1g} ظاهر می‌گردد.

تحلیل طیف های FTIR:

برای بررسی گروه های عاملی موجود در ترکیب از آنالیز FTIR استفاده می‌شود. هر ترکیب یا پیوند در یک عدد موج مشخصه‌ی پیوندش در اثر نیروی تابش داده شده، به ارتعاش در می آید که این پدیده در طیف به صورت جذب نمایان می شود. به همین منظور در شکل (۳) و (٤) به صورت مقایسه‌ای طیف FTIR نمونه فریت نیکل در دو دمای 950 ºC و 1050 ºC نمایش داده شده است.



شکل ۳: طیف FTIR نمونه فریت نیکلسنتز شده در دمای 950 ºC



شکل ۴: طیف FTIR نمونه فریت نیکل سنتز شده در دمای 1050 ºC

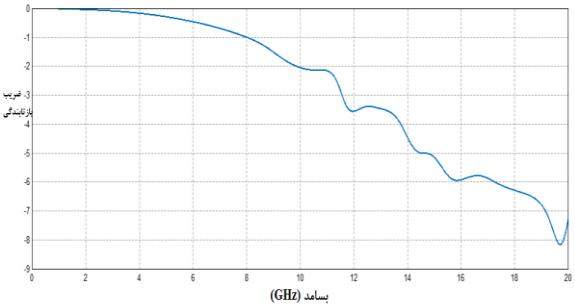
[Downloaded from opsi.ir on 2025-07-21]

با توجه به رابطه (۱) چهار پیوند فعال IR برای این ساختار وجود دارد که به ترتیب در نواحی ν_1 (630-560 cm^{-1})، ν_2 (525-390 cm^{-1})، ν_3 (380-335 cm^{-1}) و ν_4 (300-200 cm^{-1}) ظاهر می‌گردد که دو باند در ناحیه فروسرخ دور (Far-IR) می‌باشند و قابل مشاهده نمی‌باشند.

نوارهای ν_1 و ν_2 به ترتیب به ارتعاشات چهار وجهی و هشت وجهی کاتیون‌های سه ظرفیتی (Fe^{3+}) نسبت داده می‌شوند. مقایسه میان دو طیف این را آشکار می‌کند که در نمونه در دمای 1050 ^oC مدهای مشخصه دارای شدت بیشتر و عدم وجود مدهای اضافی می‌باشد که می‌توان این را به تشکیل کامل ساختار بلوری NFO نسبت داد.

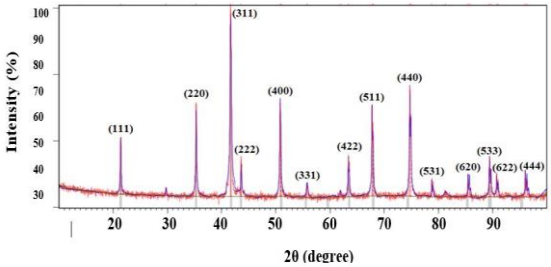
تحلیل طیف NA:

طیف تحلیلگر شبکه که در شکل (۵) نمایش داده شده است، میزان جذب امواج در ناحیه بسامدی ۲۰-۲ گیگاهرتز مربوط به نمونه $NiFe_2O_4$/MWCNT را مشخص می‌کند که با توجه به مقایسه‌ای که نسبت به نمونه منفرد فریت نیکل انجام شد، تغییر محسوسی در میزان جذب ترکیب نسبت به نمونه منفرد مشاهده گردید و می‌توان نتیجه گرفت که ترکیب مورد نظر دارای قابلیت‌های شاخص و مطلوبی برای کاربری به عنوان پوشش‌های جاذب راداری می‌باشد.



شکل ۵: تلفات بازتاب نمونه فریت نیکل/نانولوله‌های چنددیواره کربنی

در پایان به منظور شناسایی فاز بلوری و ساختار تشکیل شده، از الگوی پراش اشعه ایکس نمونه فریت نیکل در دمای 1050 ^oC استفاده شده است که در شکل (٦) نمایش داده شده است.



شکل ۶: الگوی پراش اشعه ایکس فریت نیکل (1050 ^oC)

این الگو منطبق بر الگوی XRD ساختار بلوری $NiFe_2O_4$ (استاندارد JCPDS با شماره کارت ١٤٨٥-٤٤) می‌باشد و ساختار شبکه بلوری به صورت مکعب مرکز وجهی (fcc) و اندازه میانگین بلورها کوچکتر از 100 nm حاصل شد.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش فریت نیکل به روش سل-ژل در دو دمای متفاوت سنتز گردید و نانولوله‌های کربنی توسط امواج فراصوتی در میان ذرات فریت نیکل پخش شدند. به منظور تعیین ساختار و مشخصه یابی مدهای ارتعاشی مربوط به نمونه طیف سنجی پس پراکندگی رامان و FTIR انجام شد و مدهای مربوط به نمونه به طور کامل در این طیف‌ها مشخص گردید. با توجه به اهمیت جاذب‌های امواج الکترومغناطیسی در صنایع مختلف، به بررسی طیف تلفات بازتاب نمونه و اهمیت تأثیر حضور نانولوله‌ها در کنار ذرات فریت نیکل پرداخته شد که به صورت محسوسی وجود نانولوله‌ها بر خاصیت جذب امواج فریت نیکل مؤثر بوده است و داده های ذخیره شده طیفی مؤید این ادعا می باشند.

مراجع

[1] Dixit G., et al., *Structural, magnetic and optical studies of nickel ferrite thin films*, **Advanced Materials Letters**. 3(1) (2012).
[2] Zhu W., et al., *Electromagnetic and microwave-absorbing properties of magnetic nickel ferrite nanocrystals*, **Nanoscale**. 3(7) (2011) 2862-2864.
[3] Wang Z. and G.-L. Zhao, *Microwave Absorption Properties of Carbon Nanotubes-Epoxy Composites in a Frequency Range of 2-20 GHz*, **Open Journal of Composite Materials**. 3 (2013) 17.
[4] Hosterman B.D., *Raman spectroscopic study of solid solution spinel oxides*, 2011.

[Downloaded from opsi.ir on 2025-07-21]