تحضير ودراسة خواص الامتصاصية لمادة الفيرايت

أ.م. د.كاظم جواد كاظم
م. م. صباح جميل مزهر
م. م. محمد عودة داود
الجامعة المستنصرية / كلية العلوم – قسم الفيزياء

الخلاصة :

في هذا البحث استخدمت الطريقة السيراميكية لتحضير مادة الفيرايت ($Cu_{1-x}Zn_xFe_2O_4$) ذات تركيب السبينل Spinel حيث تمثل x نسبة الزنك في مادة الفيرايت وتمت دراسة الفيرايت المحضر كمادة ماصة للأشعة الرادارية RAM واستخدمت تقنية الدليل الموجي Waveguide ذو النهاية الواحدة لدراسة امتصاصية هذه المادة للموجات الدقيقة Microwaves عند النطاق السيني X-band ذو المدى الترددي (8-12) GH_z من خلال حساب قيمة معامل الانعكاس ومعامل التوهين والانعكاسية والامتصاصية كدالة للتردد ضمن النطاق السيني X-band بزيادة قدرها (0.25) GH_z وقياس نسبة فولتية الموجة الواقفة V_{SWR} داخل الدليل الموجي ورسمت العلاقة بين معامل التوهين والامتصاصية كدالة للتردد للعينات المحضرة وعددها (9) عينة وملبدة بثلاث درجات حرارية (1100 c°، 1200 c°، 1300 c°).

المقدمة :

تكتسب المواد الفيرايتية أهمية متزايدة بسبب استخدامها كمواد ماصة للأشعة الرادارية RAM ويشابه تركيب فيرايت السبينل تركيب معدن السبينل $MgAl_2O_4$ ويطلق عليه اسم السبينل فيريمغناطيسي وهي مركبات اوكسيدية معقدة تتالف من ارتباط نوعين من الأيونات الموجبة Cations مع أيون الأوكسجين Anion والصيغة العامة لمركبات السبينل هي $MOFe_2O_3$ أو تكتب بالشكل MFe_2O_4 حيث M يمثل أيون فلزي موجب ثنائي التكافؤ مثل Cd ، Mg ، Mn ، Fe [1] . يتشكل التركيب البلوري لفيرايت السبينل فقط عندما يكون نصف قطر الأيون الموجب (M^{+2}) أقل من (1 A°) وبخلاف ذلك تكون قوى كولوم غير كافية لضمان استقرارية التركيب البلوري [2] . تكون وحدة الخلية لفيرايت السبينل مكعبة بطول حوالي (4 A°) عند درجة حرارة الغرفة [3] و تحتوي كل وحدة خلية على ثمان صيغ تركيبية أي $8MFe_2O_4$ وهذا يعني أن وحدة

الخلية تحتوي على (32) أيون أوكسجين وتمثل هذه الايونات وحدة التفاعل الأساسية التي تربط الايونات الموجبة وتشكل شبيكة مكعبة متمركزة الأوجه وتحتوي هذه الشبيكة على نوعين من المواقع البينية المهيأة لاحتواء الايونات الموجبة ويبلغ مجموع هذه المواقع (96) موقع وتقع في مجسم رباعي السطوح Tetrahedral وتتشكل منه مجاميع a (a-sites) والآخر ثماني سطوح Octahedral وتتشكل منه المجاميع b (b-sites) والمجاميع المختلفة تشكل مجاميع ثانوية Sublatice متداخلة فيما بينها ومحصلة كل منها معاكسة للأخرى [4].

الجانب النظري :

تصّنف الماصات للأشعة الرادارية إلى ماصات تعمل بآليات الفقد الأومي وماصات الفقد المغناطيسي وماصات تعمل بالآليتين معا ، فالماصات ذات الفقد الأومي تكون متمثلة بالمواد العازلة التي تمتلك ثابت عزل مركب ونفاذية مغناطيسية نسبية مقدارها وحدة واحدة ($\mu_r=1$) مثل المواد اللدائنية المحملة بأسود الكاربون أما الماصات التي تعمل بآليتي الفقد الأومي والمغناطيسي فتكون متمثلة بالمواد الفيرايتية وتكون على شكل مواد شبه موصلة، تمتلك ثوابت عزل ونفاذية مغناطيسية نسبية عاليتين ومن خلال السيطرة على ثابت العزل والنفاذية المغناطيسية للماص يمكن الحصول على توهين عالي للموجات الدقيقة عند سطوح هذه المواد [5،6،7] . إن ممانعة الموجة ($Z_\circ$) في الفراغ هي [8] :

$$Z_\circ=(\mu_\circ/\varepsilon_\circ)^{1/2}=377\Omega \quad \ldots\ldots\ldots\ldots (1)$$

حيث $\mu_\circ$ النفاذية المغناطيسية في الفراغ و $\varepsilon_\circ$ هي السماحية في الفراغ وإن ممانعة الموجة في المادة (Z)هي :

$$Z=(\mu/\varepsilon)^{1/2} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots (2)$$

حيث μ النفاذية المغناطيسية في المادة ، εسماحية المادة .

وان الممانعة النسبية(Z_r) للموجة هي :

$$Z_r=(\mu_r/\varepsilon_r)^{1/2} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots (3)$$

μ_r هي النفاذية النسبية المغناطيسية ، ε_r هي السماحية النسبية وتكون سرعة الموجة في الفراغ (C) :

$$C=1/(\mu_\circ\varepsilon_\circ)^{1/2} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots (4)$$

وسرعة الموجة في داخل المادة (V) هي :

$$V=1/(\mu\varepsilon)^{1/2} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots (5)$$

حيث μ النفاذية المغناطيسية للمادة و εسماحية المادة .

أما شروط المواءمة التامة Perfect Matching لممانعة الموجة فهي :

$\mu_r/\varepsilon_r=1$ .....(6)

$\tan \delta_m / \tan \delta\epsilon = 1$ ..... (7)

حيث δ_m هي زاوية الفقد المغناطيسي و $\delta\epsilon$ هي زاوية الفقد الكهربائي وهذا يعني أن ممانعة الموجة في الفضاء الحر تكون مساوية لممانعتها في الوسط الماص وبذلك فان الموجة سوف لن تعاني أي انعكاس عند لسطح البيني Interface بين الفضاء الحر والوسط [9] . عند استخدام مواد الفيرايت كمواد ماصة للأشعة الرادارية RAM فان امتصاصية هذه المواد للموجات الدقيقة لا يعتمد على حلقة الهسترة لأن شدة المجال المغناطيسي تكون ذات قيم صغيرة لإحداث حلقة هسترة لكثير من مواد الفيرايت التي تتطلب شدة مجال مغناطيسي عالية [10] وهناك عدة طرق لتحضير المواد الفيرايتية منها الطريقة السيراميكية وطريقة الترسيب الكيمياوي وطريقة الترسيب من الطور السائل وطريقة برجمان .

الجانب العملي :

سنقتصر على شرح الطريقة السيراميكية لأنها الطريقة التي استخدمت في هذا البحث حيث يمكن تلخيص الطريقة السيراميكية [7و11و12] باختيار المواد الأولية مثل الأكاسيد و الكربونات و النترات أو الأوكسالات كمواد أولية ذات نقاوة عالية وإيجاد كتلها وخلط المواد الأولية مع بعضها وبالنسب المطلوبة للحصول على خليط متجانس بإضافة الماء المقطر الخالي من الأيونات أو أي من الكحولات التي لا تتفاعل كيميائيا مع المواد الأولية ثم تجفيف الخليط باستخدام فرن وبدرجة حرارة اقل من $100\ c^{\circ}$ ولعدة ساعات وطحن الخليط للحصول على مسحوق ذو جسيمات صغيرة جدا ، بعد ذلك يتم كبس المسحوق بواسطة مكبس زيتي (هايدروليكي) للحصول على عينات بأشكال تأخذ شكل القالب المستخدم بضغط (1–3) طن / سم^{2} (وبعض الأحيان يترك المسحوق بدون كبس) وتستخدم العينات (أو المسحوق) في مرحلة التلبيد الأولي Pre-Sintering حيث يتم رفع درجة الحرارة بحدود $950\ c^{\circ}$ وتطحن العينات بشكل جيد للحصول على جسيمات صغيرة جدا وفي بعض الأحيان تضاف المواد الرابطة وحسب المواد المستخدمة ثم تكبس من جديد للحصول على العينات المطلوبة وأخيرا تستخدم العينات في مرحلة التلبيد النهائي وبدرجات حرارة مختلفة .

اختيرت المواد (Fe_2O_3 , $ZnCo_3$, CuO) كمواد أولية وبنقاوة أكثر (98%) لتحضير عينات الفيرايت وتم حساب الكتل بدلالة الوزن الجزيئي وحضرت العينات بحيث تأخذ X قيم مختلفة هي (0.4 ، 0.6، 0.8) لذلك فأن عدد الصيغ المستخدمة هو ثلاث صيغ وحضرت

ثلاث عينات من كل صيغة لتلبيدها بثلاث درجات حرارية مختلفة أي حضرت (9) عينات وبسمك (4mm) ووزنت المواد الأولية الداخلة في تكوين العينات باستخدام ميزان حساس ثم وضعت في إناء زجاجي مقاوم للحرارة ثم مزجت بالماء المقطر الخالي من الأيونات حيث حصلنا على محلول بعد ذلك حركت يدويا لعدة ساعات للحصول على الخليط المتجانس ومن ثم وضع الخليط في فرن مجفف بدرجة حرارة c° 90 لمدة أربع ساعات للحصول على المسحوق المتجانس الجاف واستخدمت مطحنة يدوية مصنوعة من مادة الألومينا وذلك لطحن المسحوق المتجانس طحنا جيدا للحصول على جسيمات دقيقة بأقطار اقل من (100) مايكرون حيث استخدم غربال لهذا القياس ثم أخذت عشر غرامات من المسحوق لإنتاج عينة واحدة وتم كبسها بمكبس زيتي هيدروليكي باستخدام قالب قطره الداخلي (3) سم وكانت قيمة الضغط الكلي المستخدم هي (12) طن كما أبقيت عينات بدون كبس وذلك لتهيئتها لمرحلة التلبيد الأولي وأدخلت العينات المكبوسة والمساحيق غير المكبوسة داخل فرن لإجراء عملية التلبيد الأولي بدرجة حرارة c° 950 للحصول على تفاعل جزئي للمواد الأولية ولمدة عشرين ساعة حيث تعتبر هذه الفترة متوسطة أو قليلة بالنسبة لصناعة السيراميك وان مصدر الكهرباء تم تأمينه بوضع الفرن المستخدم على الخط الذهبي ثم تركت العينات لتبرد بشكل حر داخل الفرن ثم طحنت بشكل جيد للحصول على جسيمات دقيقة باستخدام غربال بقطر 100 مايكرون لتهيئة العينات لمرحلة الكبس ، وكبست العينات جميعا بالمكبس الزيتي باستخدام نفس القالب وحضرت ثلاث عينات لمرحلة التلبيد النهائي حيث استخدمت درجة الحرارة (c° 1100) لتلبيد العينة الأولى و(c° 1200) لتلبيد العينة الثانية و(c° 1300) لتلبيد العينة الثالثة ثم تركت العينات لمدة عشرين ساعة في الفرن ثم بردت بشكل حر وتم استخدام منظومة القياس الموضحة في الشكل رقم (1) لحساب معامل التوهين للموجات الدقيقة الساقطة على عينات الفيرايت لغرض قياس نسبة فولتية الموجة الواقفة V_{SWR} لحساب معامل التوهين (dB) من العلاقة [7] :

$$\text{Attenuation Coefficient (dB)} = 20 \log R \quad \text{----------(8)}$$

حيث R هو معامل الانعكاس ويساوي :

$$R = (V_{SWR} - 1) / (V_{SWR} + 1) \quad \text{----------(9)}$$

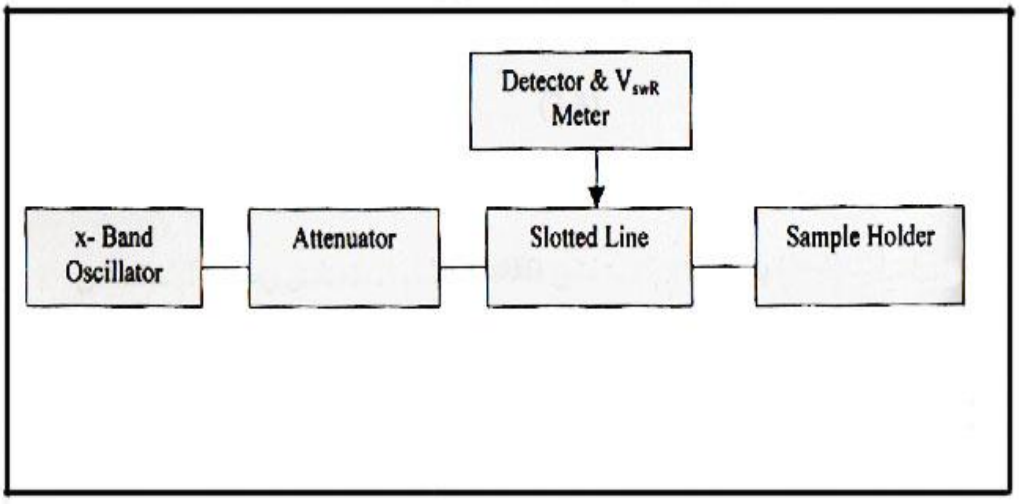
ومن معامل الانعكاسR يمكن الحصول على الانعكاسية والامتصاصية من المعادلة التالية[11]:

$$R^2 + A^2 = 1 \quad \text{----------(10)}$$

حيث A معامل الامتصاص ولتحديد مكونات عينة الفيرايت المستخدمة فقد تم فحصها باستخدام حيود الأشعة السينية باستخدام جهاز نوع Philips PW 1840 الذي يستخدم النحاس كهدف في الأنبوب للحصول على طول موجي مقداره $\lambda = 1.54\ A^{\circ}$ وتم المسح ضمن المدى الزاوي $2\Theta=(10\text{-}60)$ بسرعة مسح (1Deg./Cm) واستخدم بعد ذلك قانون براغ لتحديد المسافات البينية عند قيم الزوايا 2Θ العائدة لكافة القمم التي ظهرت حيث [13] :

$$n\lambda = 2d\sin\Theta \quad \text{----------} \quad (11)$$

حيث n = رتبة الحيود ، d = المسافة بين مستويات الشبيكة المتوازية ، λ = الطول ألموجي للأشعة السينية ($1.54\ A^{\circ}$) و Θ زاوية الحيود . تم إجراء فحوصات الامتصاصية لفيرايت النحاس – زنك ذات الصيغة ($Cu_{1-x}Zn_xFe_2O_4$) حيث تأخذ X القيم (0.4، 0.6 ، 0.8) والتي تمثل نسبة الزنك (X) عند النطاق السيني الذي تكون ترددات محصورة بين (8–12) GH_z بعد أن تم تلبيد العينات بثلاث درجات حرارية مقدارها (1100 c°، 1200 c°، 1300 c°) وكان سمك العينات (4 mm) وتم قياس V_{SWR} باستخدام منظومة القياس الموضحة في الشكل رقم (1) وحسبت قيم R و R^2 و A^2 .



شكل رقم (1) منظومة القياس المستخدمة

النتائج والمناقشة :

تتضمن الرسوم البيانية رقم (7,6,5,4,3,2) منحنيات معامل التوهين والامتصاصية كدالة للتردد بثلاث درجات حرارية للتلبيد ويلاحظ من القياسات أن قيم V_{SWR} تتغير بتغير التردد مما يؤدي إلى تغير معاملات الانعكاس والتوهين والانعكاسية والامتصاصية والسبب يعود إلى أن امتصاص المواد الفيرايتية للموجات الدقيقة يعتمد على مقدار التردد ويلاحظ أن النقصان في قيمة V_{SWR} يقلل من معامل الانعكاس ويزيد في مقدار معامل التوهين (بقيمة سالبة) ويقلل من قيم الانعكاسية ويزيد في قيم الامتصاصية حيث أن أفضل النتائج هي عندما تكون قيم V_{SWR} أقل ما يمكن وتتغير جميع القيم السابقة عند تغير درجة حرارة التلبيد للعينات الفيرايتية المحضرة وتعد نتائج درجة حرارة التلبيد $1300\ c^\circ$ هي أفضل النتائج ثم تليها $1200\ c^\circ$ ومن ثم $1100\ c^\circ$ والسبب يعود إلى اكتمال تكون مادة الفيرايت عند درجة حرارة التلبيد $1300\ c^\circ$ ، ومن هذه النتائج تعتبر الصيغة $Cu_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$ هي أفضل الصيغ لفيرايت النحاس – زنك واختيرت كعينات ناجحة . وهذا يدلل على أن المواد الفيرايتية من النوع السبينل تحتاج إلى درجة حرارة تلبيد أكثر من $1200\ c^\circ$ لاكتمال تكون هذا النوع من الفيرايت والحصول على امتصاصية أفضل لأن درجة حرارة التلبيد العالية تلغي الأطوار الثانوية جميعا التي تتكون مع مادة الفيرايت . ولغرض دراسة المواءمة التامة لفيرايت $Co_{0.8}Zn_{0.2}Fe_2O_4$ فقد تم رسم قيم الممانعة النسبية Z_r والمعامل ($\tan\delta_m / \tan\delta_\epsilon$) كدالة للتردد وكما موضح بالشكل رقم (8) حيث المطلوب هو أن تكون القيم مساوية إلى (1) لكي تكون المواءمة تامة ونلاحظ من الشكل اقتراب قيم Z_r من القيمة (1) للترددات جميعا مع عدم وصولها لهذه القيمة وابتعاد قيم المعامل ($\tan\delta_m / \tan\delta_\epsilon$) عن القيمة (1) وهذا يدل على عدم حصول مواءمة تامة لهذا الفيرايت . ولتحديد مكونات عينات الفيرايت فقد تم فحص عينة الفيرايت $Co_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$ الملبدة عند درجة حرارة $1200\ c^\circ$ باستخدام حيود الأشعة السينية وكما موضح بالشكل رقم (9) وكانت النتائج مطابقة للنتائج القياسية عدا بعض الأطوار الثانوية ذات النسب القليلة جدا وهذا يعني أن هذه المواد تحتاج إلى درجة حرارة أعلى لإلغاء هذه الأطوار وتكوين مواد فيرايتية نقية(14) .

الاستنتاجات :

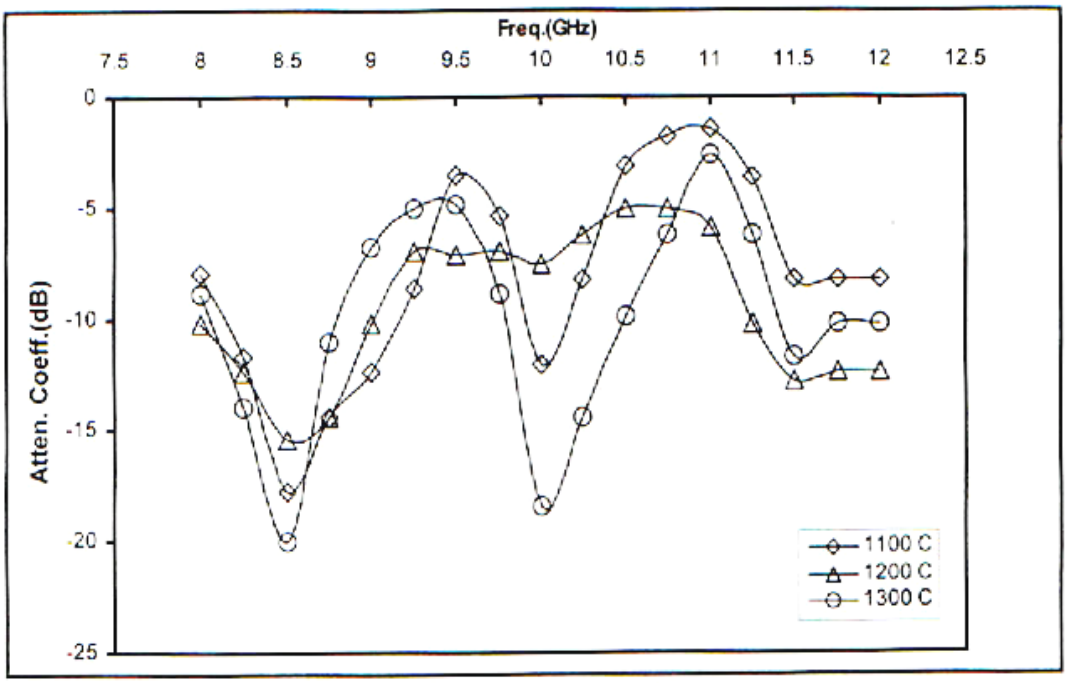
١. اثبت البحث فاعلية الطريقة السيراميكية في تحضير المواد الفيرايتية كطريقة بسيطة حيث انها لا تحتاج الى أفران ذات مواصفات خاصة وان الفيرايت الناتج من هذه الطريقة ذو نقاوة جيدة وامتصاصية عالية .

٢. بين البحث أن درجة حرارة التلبيد ذات تأثير مهم في تكوين المواد الفيرايتية ومقدار الامتصاصية ويمكن الاستنتاج بان أفضل درجة حرارة تلبيد للمواد الفيرايتية المحضرة هي 1300 c° حيث يكتمل تكوين مادة الفيرايت وتزداد الامتصاصية في هذه الدرجة .

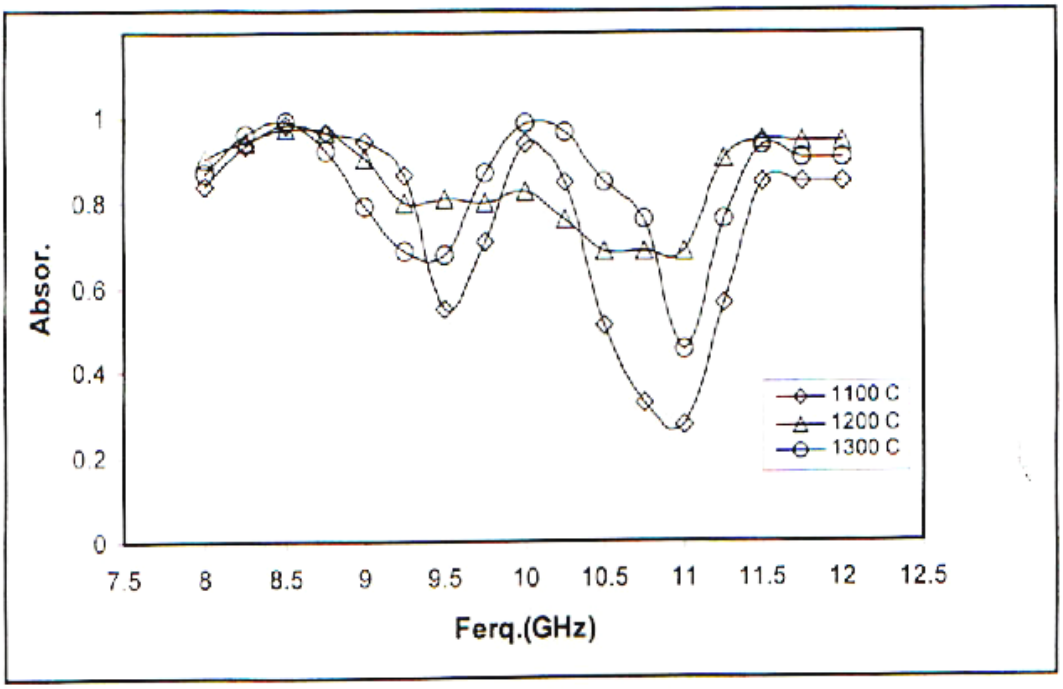
٣. أوضح البحث ان نسبة الزنك في الفيرايت المحضر (أي قيمة X) ذات تأثير كبير ومهم على مقدار امتصاصية الفيرايت للموجات الدقيقة وان أفضل قيمة لنسبة الزنك هي (40% و 60 %) حيث تعد ذات أفضل امتصاصية لفيرايت السبينل المحضر .

Rference :

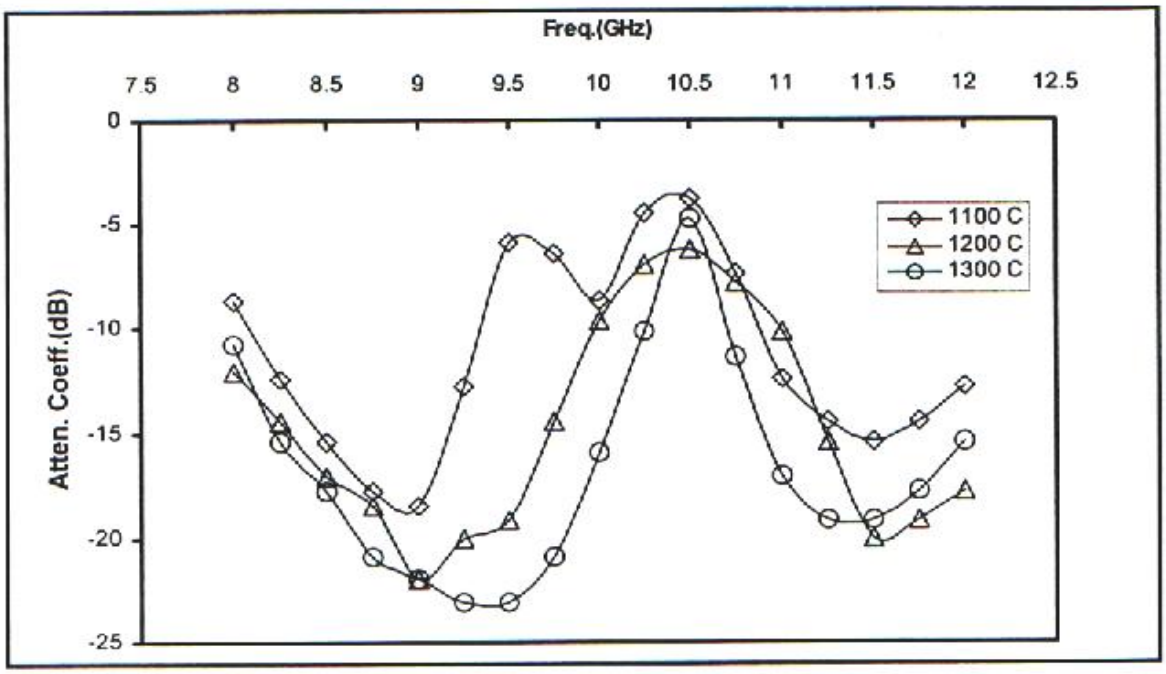
1.W.D.Kingers,"Introduction to Ceramic", John Wiley & Sons,2nd Ed., New York,1976.
2.K.J.Standly,"Oxide Magnetic Materials", Clarendon Press,2nd Ed.,Oxford,1972.
3.M.S.Sodah & N.C.Siristava,"Microwave Propgation in Ferrimagnetics", Plenum Press, New York, 1981.
4.D.J.Crick,"Magnetic Oxides",Part 1,John Wiley & Sons,London,1987.
5.I.I.Live3rd,"InternationalCofference on Ferrites",Japan,P.155,Sept-Oct.1980.
6.Y.Natio,"Electronics & Communications in Japan",Part 2,Vol.71,No.7,1988.
7.S.M.Ali,Ph.D.Thesis,Univ. of Tech., Dept. of Appl. Science, Phys. 2000. 8.E.F.Knott,"The Thickness of Single-Layer Radar Absorbtens", IEEE. Trans.On Antennas & Propagation,AP-27,no.5,p. 698-701,Sept.1979.
9.K.J.Vinoy & R.M.Jha, "Radar Absorbing Materials", National Aerospace Laboratories ,India, 1996.
10.A.K. Al-Ganabi,M.Sc. Thesis, Al-Mustansiriya Univ. , Eng. Coll. 1999. 11. A.J. Al-Yasiri,Ph.D.Thesis,Univ.of Tech.,Dept.of Apll.Science,Phys. 2000.
12.H.AL-Ammar,Ph.D.Thesis, Al-Mustansiriya Univ., College of Science,Dept. of Phys.2002.
13.Kittel,"Introduction to Solid State Physics",Wily Eas. 5th Ed., New Delhi,1985.
14.Hui Zhong And Huaiwu Zhang,"Journal Of Magnetism And Magnetic Materials", ISSUES 2-3 , Vol. 283 ,Pages 247-250 , December 2004.



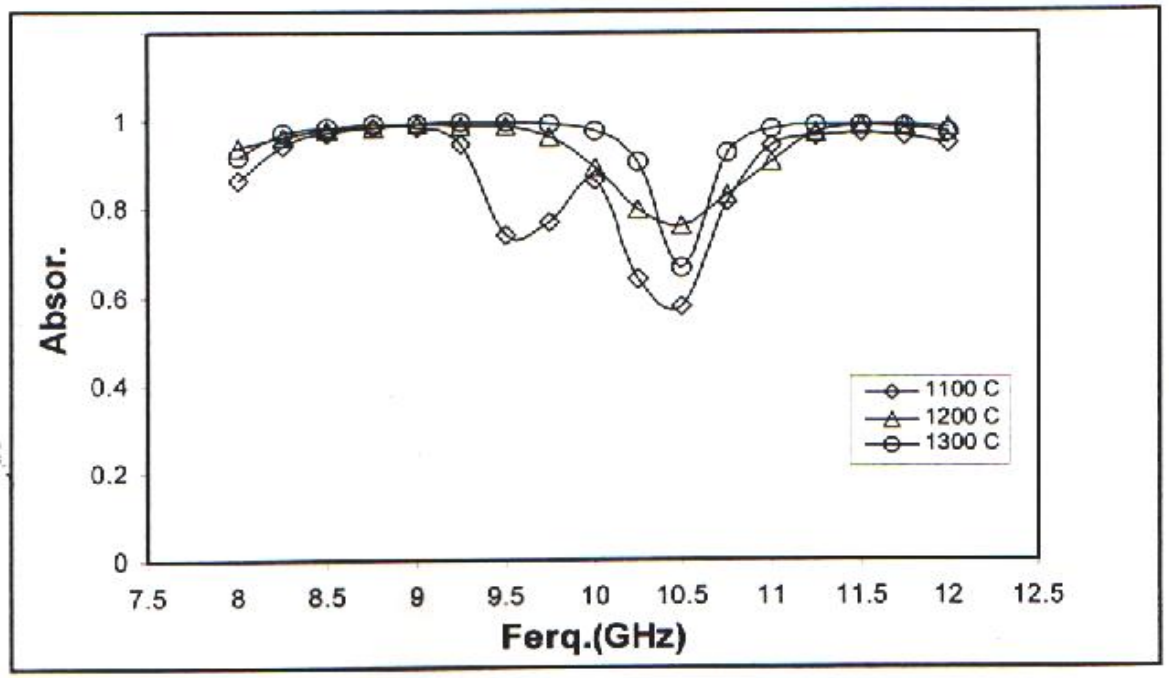
شكل رقم (2) منحنيات معامل التوهين كدالة للتردد لعينات فيرايت $Cu_{0.6}Zn_{0.4}Fe_2O_4$



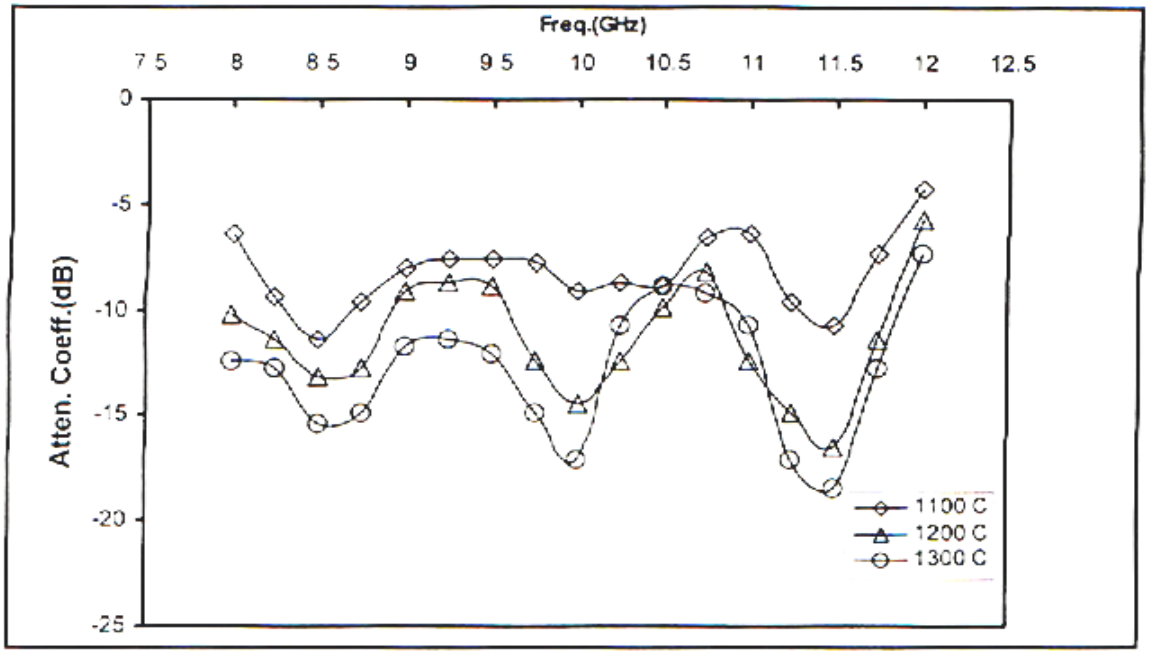
شكل رقم (3) منحنيات الامتصاصية كدالة للتردد لعينات فيرايت $Cu_{0.6}Zn_{0.4}Fe_2O_4$



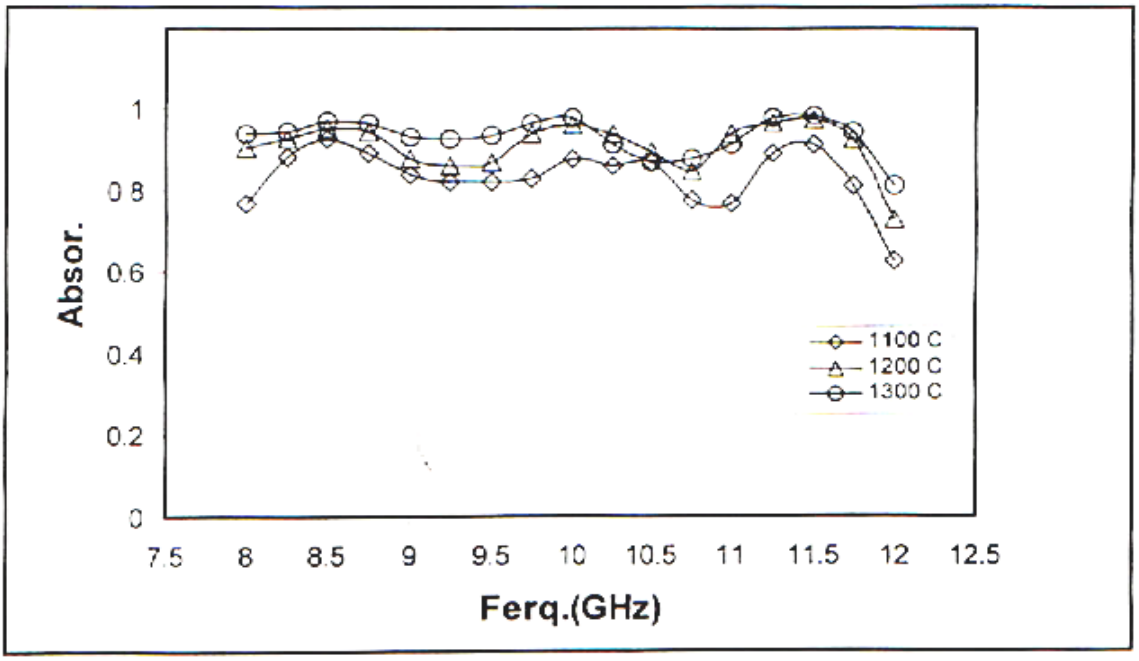
شكل رقم (4) منحنيات معامل التوهين كدالة للتردد لعينات فرايت $Cu_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$



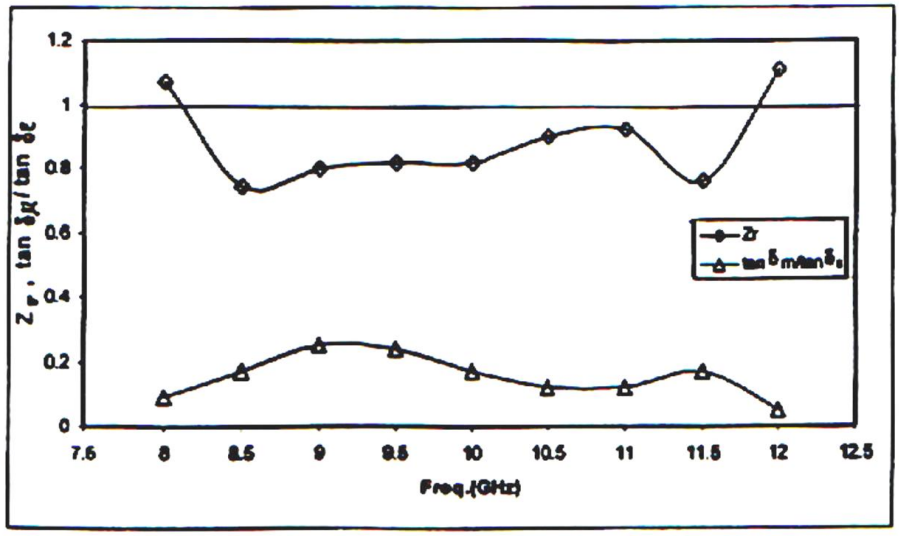
شكل رقم (5) منحنيات الامتصاصية كدالة للتردد لعينات فرايت $Cu_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$



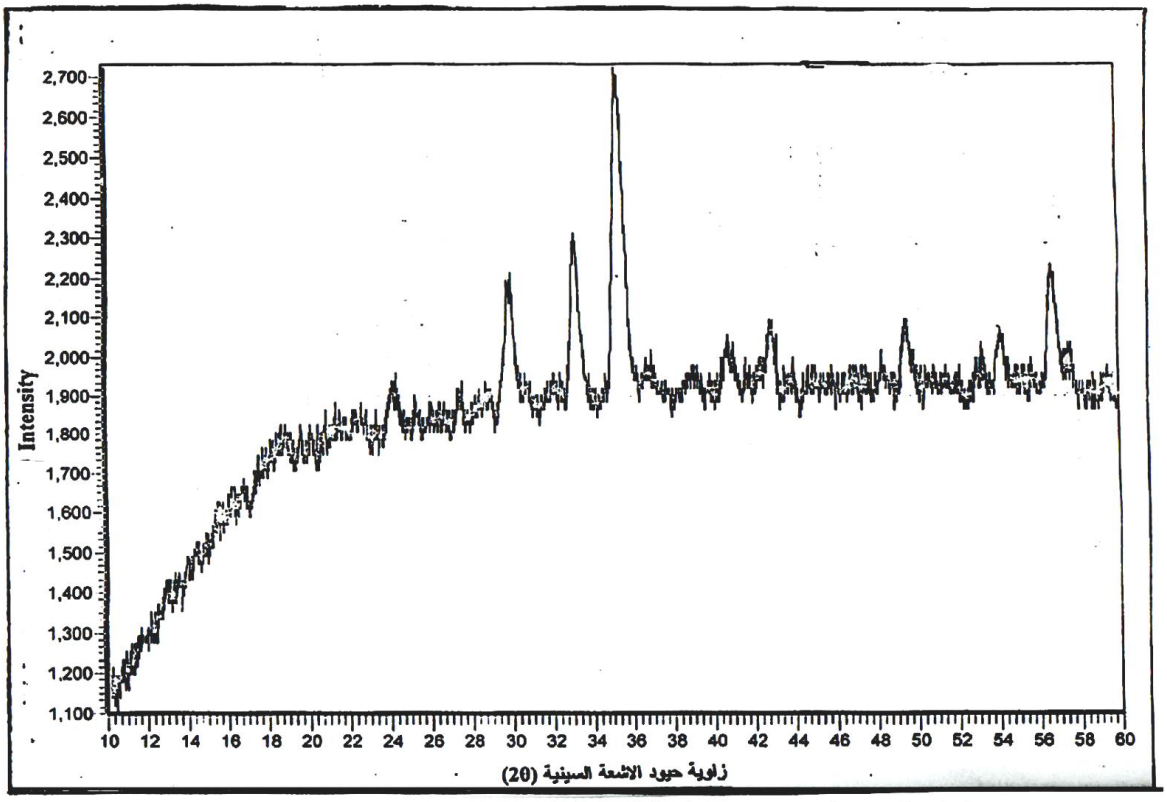
شكل رقم (6) منحنيات معامل التوهين كدالة للتردد لعينات فيرايت $Cu_{0.2}Zn_{0.8}Fe_2O_4$



شكل رقم (7) منحنيات الامتصاصية كدالة للتردد لعينات فيرايت $Cu_{0.2}Zn_{0.8}Fe_2O_4$



شكل (8) تغير قيم الممانعة النسبية Z_r والمعامل($tan\delta_m / tan\delta_e$)لفيرايت $Cu\ Zn\ Fe_2O_4$ كدالة للتردد.



شكل رقم (9) فحص حيود الاشعة السينية لفيرايت $Cu_{0.4}\ Zn_{0.6}\ Fe_2O_4$

Abstract :

In the present work , the ceramic method used to prepared the ferrite material ($Cu_{1-x}Zn_xFe_2O_4$) of spinal structure where x is the proportion of zinc in the ferrite . The prepared ferrite materials were study as **R**adar **A**bsorbing **M**aterials (RAM) by use the waveguide of one port arrangement to investigated the absorption of microwaves at X-band with the range of frequency (8-12)GH_Z than calculate values of refraction coefficient, attenuation coefficient, reflectivity coefficient and absorptivity were calculated as a function of frequency with an (0.25) GH_Z increase and measuring voltage standing wave ratio (V_{SWR}) inside the waveguide, the relationship between attenuation coefficient and absorptivity was plotted as a function of frequency for all (9) prepared samples in three sintering temperature (1100 C° ,1200 C° and 1300 C°).