تحضير وتقييم عينات فيرايتية نوع $Ni_{x}nZ_{1-x}Fe_{2}O_{4}$ (نيكل – زنك) لاستخدامها في سطوح ماصه للنطاق السيني من الموجات المايكروية [+]

PREPARATION AND EVALUATION OF SPINEL $Ni_x Zn_{1-x}Fe_2O_4$ (NICKEL – ZINK) FERRITE SAMPLES AS A RADAR ABSORBING INATERIALS (RAM) IN X – BAND OF MICROWAVE REGION

عبد الكاظم جعفر الياسري [*]

المستخلص :

تم إجراء سلسلة من التجارب في مختبرات الجامعه التكنلوجيه وشركه الميلاد العامة على الفيرايت (نيكل– زنك) من النوع المغزلي والمتكون من الصيغة $Ni_x Zn_{1-x}Fe_2O_4$ لقياس امتصاصيتها في منطقة النطاق السيني من الموجات المايكروية والذي يمتد منGHz(12 –8) وجد أن أفضل هذه العينات في الامتصاصية هي تلك التي تكون عندما تكون قيمة x = ٠,١ وملبدة في درجة حرارة مقدارها ١٣٥٠ مؤوية ومحضرة بالطريقة السيراميكية لمواد عالية النقاوة (٩٩,٩٩ %) ومقدار سمكها ٣,٢ ملم .

Abstract:

Samples of $Ni_x Zn_{1-x}Fe_2O_4$ (Nickel – Zinc) ferrite were prepared in ceramic preparation method in the tech. university and Almelaad company laboratories , because of their suitability to use in RAM (radar absorbing materials) preparation , the final sample of 3.2 mm thickness , x= 0.1 ,very high purity raw materials (99.99%) and sintering at 1350 C^o was the best to absorb x-band microwave radiation which extend from 8to12 GHz .

المقدمة:

تعد الفرايتات موادا مغناطيسية ذات تراكيب كيميائية وبنى بلورية مختلفة، وهي جميعا" مواد فيريمغناطيسية شبه موصلة . تمتلك الفرايتات مقاومية كهر بائية (Resistivity) عالية بحدود ($١٠^{9}\Omega.cm$) يرافقها إنقاذية مغناطيسية (Permeability) عالية وثابت عزل (Dielectric Constant) يتراوح بين (١٠) و(١٥) إذ تتغير هذه الكميات بتغير المجالات الكهربائية والمغناطيسية[1] .

يمكن استخدام نوعين من التقنيات في الإخفاء، الأول هو الماص الحقيقي والذي يحول طاقة الموجات الساقطة إلى حرارة والثاني هو الماص البيني الذي يعتمد على التداخل الأتلافي للأطوار . وتكون الماصات الحقيقية المستندة إلى مبدأ التدرج الانحداري لثابت العزل البيني أو السماحية النسبية (permittivity Relative)والانفاذية النسبية (Relative permeability) (أي تغيير هذه الكميات من الهواء إلى الوسط

[+] تاريخ استلام البحث : ٢٠٠٥/٦/٢٢ ، تاريخ قبول النشر : ٢٠٠٧/٩/٢٤

[*] استاذ مساعد / المعهد التقني – الشطرة

الماص بشكل متدرج) أكثرها فعالية. وقد صممت أشكالا" عديدة للماصات ذات التدرج الانحداري المنتظم في تلك القيم ومنها الماص الشعري (Hair Type Absorber) والماص أللدائني الرغـوي الـصلب (plastic Foam Absorber)الذي يشبه خليـة النحل (Honey combs) والمـاص الهرمـي (Pyramid Type Absorber) [2,3] .

تعرف ممانعة (Impedance) الهواء أو الفراغ للموجات الكهرومغناطيسية على انها:

$$Z_o=\sqrt{\mu_o/\varepsilon_o} \qquad \text{----------} \qquad (1)$$

ولأجل امتصاص هذه الموجات داخل السطح الماص يجب أن تخترقه بدون انعكاس ممـا يوجـب أن تكون ممانعة السطح الماص مساوية تماما" لممانعة الهواء أي أن:

$$Z=ZoZr=\sqrt{\mu_o\mu_r/\varepsilon_o\varepsilon_r}=Zo \qquad \text{----------} \qquad (2)$$

$$\sqrt{\mu_o/\varepsilon_o}=1 \quad \text{or} \quad \mu_r/\varepsilon_r=1 \qquad \text{----------} \qquad (3)$$

أن ممانعة (Impedance) الهواء للموجات الكهرومغناطيسية Zo تساوي المقدار (٣٧٧Ω)،

ولأجل امتصاص الموجات الكهرومغناطيسية داخل الماص يجب أولا" أن تخترق السطح بدون انعكاس، إذ لا يمكن أنجاز هذه الحالة إلا إذا كانت ممانعة الماص مساوية تماما" لممانعة الهواء أي إن ممانعة المـاص النسبية تساوي واحد .

بعد دخول الموجة إلى أل RAM (Radar Absorbing Materials) فأن جزءا" من طاقتهـا سـتتبدد بالانعكاس المتعدد ما بين الطبقات، أما الجزء الأخر فيتم امتصاصها من قبل المادة، ويحصل هذا الامتصاص بآليتين، آلية فقد العازل (Dielectric Loss) الذي يعتمد على ثابت العزل المركب(dielectric constant) بجزيئة الحقيقي والخيالي حيث يعتمد الأخير على التوصيلة الكهربائية .

$$\varepsilon_r=\varepsilon'_r-j\varepsilon''_r \qquad \text{----------} \qquad (4)$$

$$\varepsilon''_r=\sigma/\omega\varepsilon o \qquad \text{----------} \qquad (5)$$

عند تردد زاوي ω في حيث تعتمـد آليـة الفـقد المغناطيـسي علـى الإنقاذيـة المغناطيـسية المركبة(Relative Magnetic Permeability) وتتم هذه الآلية بعمليـات رنـين حركـة جـدار الحقـل

المغناطيسي (Domain Wall Resonance) أما عند وجود مجال مغناطيسي ستاتيكي فأن الامتصاص يتم بالرنين الفيرومغناطيسي الطبيعي (Natural Ferromagnetic Resonance) .

وأخيرا" يمكن القول بأن استخدام الفراتيات كمواد أساسية في تركيب أل RAM يساعد في امتصاص الإشارات الرادارية بعرض نطاق ترددي أوسع [4,5]،

وفي الوقت الحاضر ينصب اهتمام الباحثين على زيادة المدى الترددي الماص وكمية التوهين .

تحضير الفيرايت:

تم استخدام الطريقة السيراميكية التقليدية في تحضير مجاميع العينات ، فقد تم اختيار المواد الأولية الداخلة في التفاعل وكانت هذه المواد عالية النقاوة (تصل نقاوتها إلى(99.99%) وهي اوكسيد الحديديك واوكسيد الزنك وكاربونات النيكل لتحضير عينات المجاميع المختلفة لفيرايت $Ni_x\ Zn_{1-x}FeO_4$ حيث يأخذ x قيما مختلفة تبدأ بالصفر وتنتهي بالواحد عبر خطوات قيمة الخطوة الواحدة 0.05 لذلك فأن عدد عينات المجموعة الواحدة يبلغ 21 عينة بالنسبة لهذه التركيبة ولهذا النوع من الفيرايت .

١ – حساب الكتل

إن الكتلة الابتدائية الكلية المستخدمة يجب أن تتضمن نسبة المكونات المفقودة أثناء التلبيد الأولي والثانوي كخسائر ناتجة عن تحلل المواد الأولية الداخلة في التفاعل لذلك فأن الكتل المحسوبة في هذه الفقرة تتضمن الكتلة الابتدائية ويتم تحديد نسب المكونات بدلالة الأوزان الجزيئية .

2- مزج المواد الأولية والتلبيد الأولي

بعد أن يتم وزن المواد الأولية الداخلة في تكوين كل عينة من عينات المجموعة المطلوبة بدقة عالية في ميزان حساس تصل حساسيته إلى 0.01 غرام يتم وضع هذه المواد في إناء زجاجي مقاوم للحرارة Pyrex ثم مزج هذه المواد بالماء المقطر الخالي من ألايونات بواسطة مازج Mixer كهربائي متغير السرعة لمدة لا تقل عن 12ساعة للتأكد من عدم تجمع بعض المكونات وإنما للحصول على خليط متجانس ثم يجفف المحلول بواسطة فرن مجفف بدرجة حرارة من 90-120 °م لمدة ست ساعات حتى يتم الحصول على مسحوق متجانس جاف الذي سحن (طحن) يدويا" باستخدام مطحنة يدوية مصنوعة من مادة الالومينا للحصول على مسحوق متجانس دقيق الجسيمات Fine Powder تبلغ أقطارها اقل من 63 مايكرون وللتأكد تستخدم الغرابيل اللازمة وقد تم غربلة جميع هذه المساحيق بغربال قياس 63 مايكرون .

أخذت ثمانية غرامات من كل مسحوق من هذه المساحيق لإنتاج عينة واحدة من كل نوع بإضافة مادة رابطة Binder بنسبة 2% من الكتلة الكلية او بدون إضافة هذه المادة إذا كانت العينات الناتجة قليلة الهشاشة . تم كبسها في مكبس زيتي (هيدروليكي) في قالب صنع لهذا الغرض ، يبلغ قطره جزأه الداخلي 3 سم . كانت قيمة الضغط الكلي المستخدم هو 15 طن (أي بواقع 2.2 طن لكل سم^2) لقد صنع هذا القالب من مادة فولاذ العدد Tool Steel ليتحمل الضغط العالي وهو اسطواني يبلغ قطره الخارجي 10 سم وقطره الداخلي 3 سم وارتفاعه 10 سم وتتكون اسطوانته الداخلية والتي قطرها اقل قليلا من 3 سم من جزأين طول العلوي 11 سم والسفلي 1 سم .

بعد كبس عينات المجموعة A (A-series) والتي تبدأ بالعينة A_{00} والتي تكون فيها النسبة الكتلوية لعنصر النيكل إلى مجموع كتلة العنصرين Ni و Zn صفرا مرورا" بالعينات التي تزداد فيها النسبة الكتلوية لعنصر Ni بنسبة ٥% في العينة اللاحقة . كانت هذه المجموعة مكونة من 21 عينة تأخذ الرمز Ay حيث y يمثل النسبة المئوية الكتلوية لعنصر النيكل من مجموع كتلتي العنصرين الزنك والنيكل لذلك فأن العلاقة بين الرمز Y والرمز X المكتوب في صيغة الفيرايت $Ni_x\ Zn_{1-x}Fe_2\ O_4$ هي :

X=Y/100 ---------- (6)

بعد كبس هذه العينات – كما مر في هذه الفقرة – يتم تلبيدها أوليا" First sintering في درجة حرارة نهائية قدرها 1050م^o لمدة 12ساعة تقريبا" بعد أن يتم التوقف لمدة ساعتين في درجة حرارة تتراوح بين 400-200 م^o للتأكد من التجفيف التام ولتقليل تحلل المواد الداخلة في التفاعل ولتقليل الانكماش [6] . بعد ذلك تركت هذه العينات لتبرد بشكل حر داخل الفرن لمدة 20ساعة وبذلك تم تحضير المجموعة Ay المشكلة من 21 تركيبا" مختلفا"

3- التلبيد النهائي

تم اخذ العينات الناتجة للمجموعة Ay وتقسيمها الى ثلاث مجاميع تركت المجموعة الأولى لإجراء الفحوصات عليها . واستخدمت المجموعة الثانية لتحضير عينات المجموعة B_y في حين إن المجموعة الثالثة استخدمت لتحضير عينات المجموعة C_y المناظرتين للمجموعة Ay .

تم طحن المجموعة الثانية وكانت عالية الكثافة وشديدة الصلابة وذلك بتكسيرها أولا" باستخدام المكبس لتهشيمها ثم طحنها يدويا" بنفس الأسلوب السابق وغربلتها ثم كبسها بنفس القالب إلى ضغط مقداره (2.2) طن لكل سم مربع باستخدام أحدى المواد الرابطة التي كانت بنسبة كتلوية قدرها 2% وكانت كتل هذه العينات أيضا" ثمانية غرامات للعينة الواحدة . كان الكبس حراريا" بدرجة 120 م ثم أدخلت هذه العينات إلى فرن تصل درجة حرارته القصوى الى 1400 م^o حيث يتم الحصول عليها بعد تشغيله بحوالي 45 دقيقة . تم رفع درجة الحرارة إلى400 م^o أولا" لمدة ساعتين للتخلص من المادة الرابطة وأية كمية يمكن ان تكون باقية من الماء ثم رفعت درجة حرارة التلبيد النهائي الى 1200 م^o لمدة ساعة ايضا" وتركت العينات لتبرد بشكل حر خلال 20 ساعة وكانت العينات الناتجة من هذه المرحلة هي عينات المجموعة By والتي تأخذ نفس ترتيب العينات Ay وكان عدد هذه العينات هو 21 عينة .

اما المجموعة الثالثة من العينات Ay فتمت معالجتها بنفس الطريقة التي استخدمت مع المجموعة الثانية مع الاختلاف في ان درجة حرارة التلبيد النهائية كانت 1350 م^o وقد تم تحضير عينات المجموعة Cy وعددها 21 عينة أيضا" .

النتائج والقياسات:

يتاثر تكون الفيرايت بطريقة التحضير وبالحجم الحبيبي والمسامية والمعاملات الحرارية ونقاوة المواد الاولية المستخدمة وتؤثر هذه العوامل على الخواص المغناطيسية والكهربائية للعينات المحضرة وقد تم اجراء الفحوصات التالية على هذه العينات .

١- فحص حيود الاشعه السينية XRD

للتأكد من تكون الفيرايت تم إجراء فحص حيود الاشعه السينية على العينات المحضرة وذلك باستخدام جهاز فحص حيود الاشعه السينية نوع Philips – Pw1140190 وبطول موجي مقداره ($105417\ A^o$= λ) لمصدر CuKα ولمدى زاوي قدره ($2\theta=15^o$-90^o) وقد تم التأكد من تكون الفيرايت عن طريق استخدام قانون براغ ومطابقة النتائج مع النتائج القياسية . وفي الشكل (١) نتائج هذا الفحص .

٢- الفحوصات الكهربائية

تم قياس المقاومية الكهربائية للعينه ذات الامتصاصية الأعلى من بين العينات الناجحة فكانت $0.21\times10^5\Omega.m$ وتم قياس الانفاذية المغناطيسية الحقيقية والخيالية وثابت العزل الكهربائي الحقيقي والخيالي وكانت كما في الشكل (٢) والشكل (٣) وقد وجد أن النتائج العملية مطابقة للفرضيات النظرية التي تنص على أن أفضل امتصاصية تتحقق عند تحقق شوط الموائمة التامة وهي :

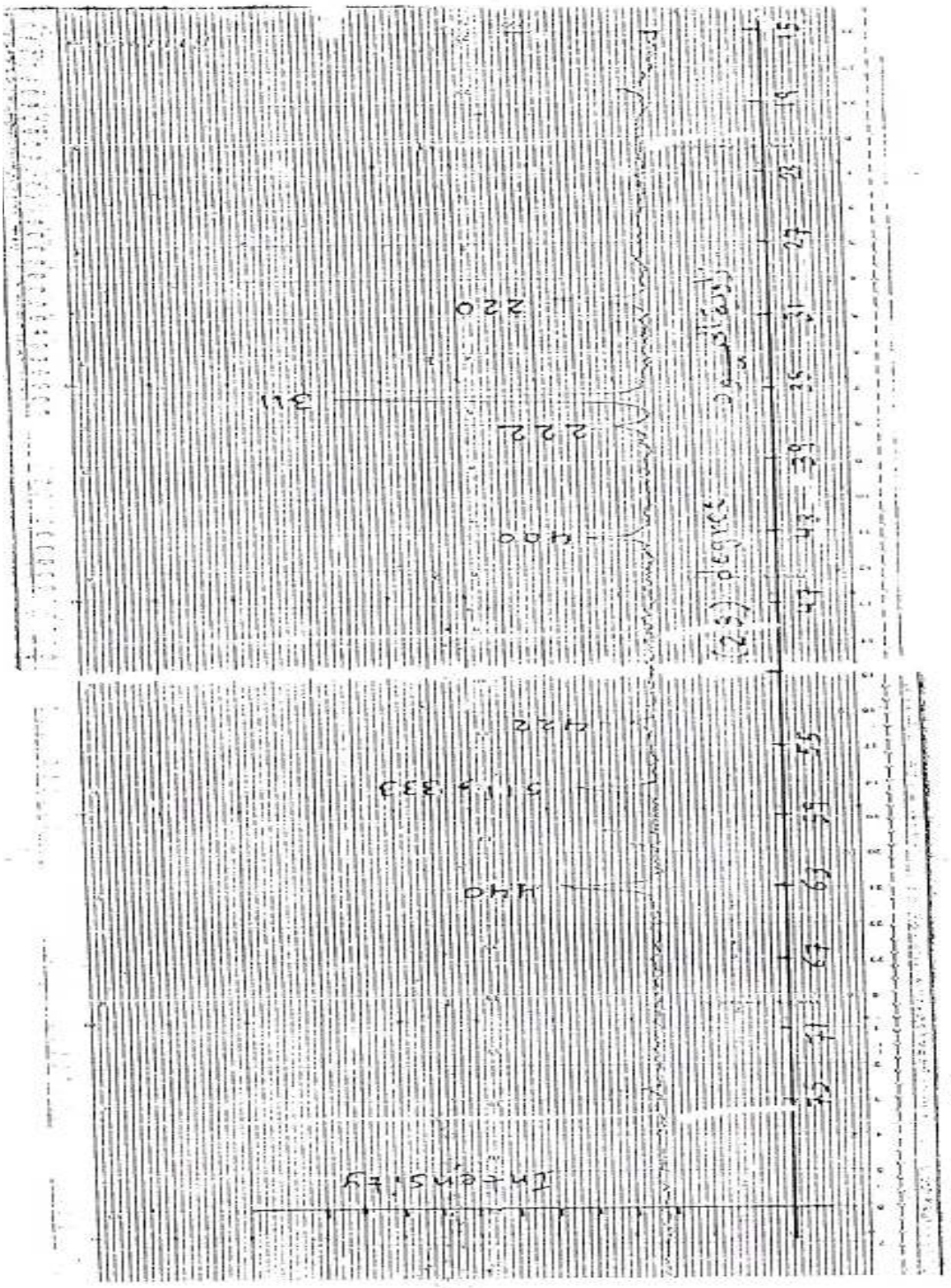
$\mu'/\varepsilon'=1$ ---------- (7)

$\tan\delta\varepsilon=\tan\delta\mu$ ---------- (8)

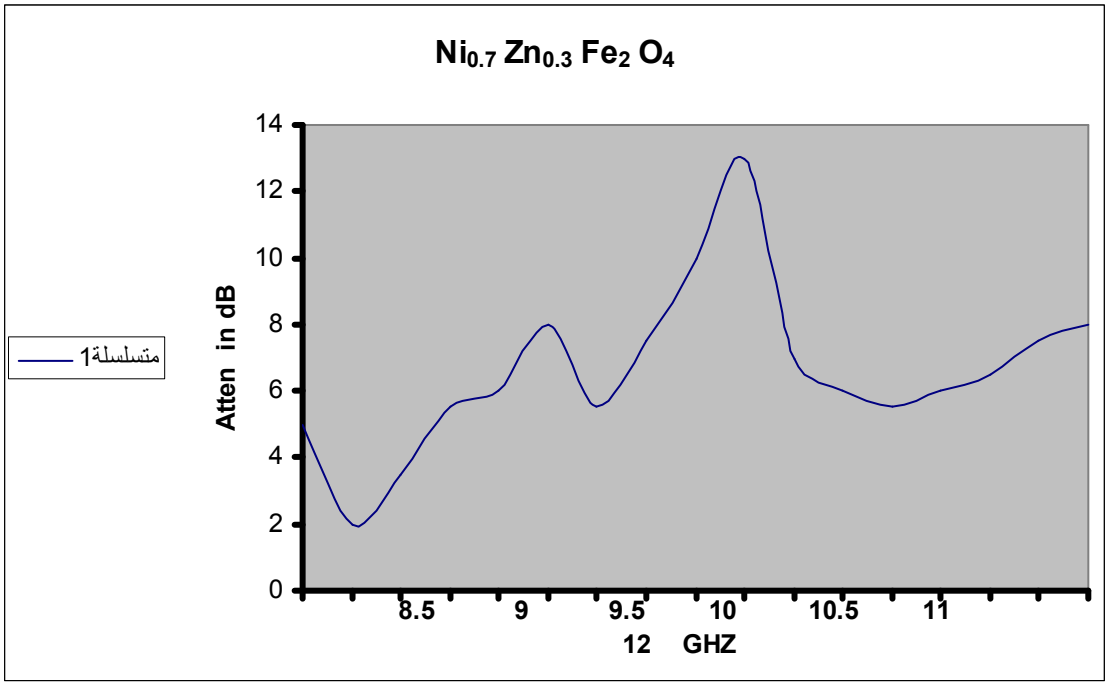
حيث ε' μ' تمثل الجزء الحقيقي لثابت العزل الكهربائي والانفاذية المغناطيسية على التوالي .
حيث ε'' μ''تمثل الجزء الخيالي لثابت العزل الكهربائي والانفاذية المغناطيسية على التوالي .
$\tan\delta\varepsilon=\varepsilon''/\varepsilon'$, $\tan\delta\mu=\mu''/\mu'$ ظل زاوية الفقدان المغناطيسي والكهربائي على التوالي .

٣- فحوصات الامتصاصية

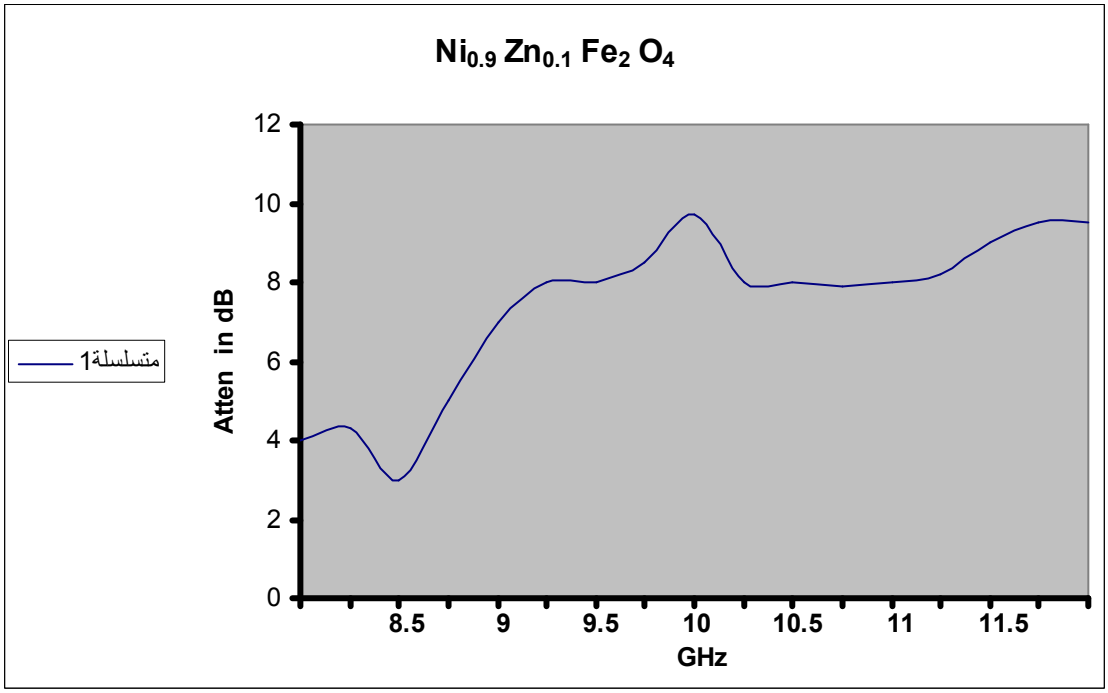
تم قياس التوهين و الامتصاصية وعرض نطاق الامتصاص وتردد ذروة الامتصاص لجميع العينات وقد وجد إن أعلى القيم كانت لعينات ألمجموعه Cy والتي تم تلبيدها بدرجة حرارة وصلت إلى ١٣٥٠ درجة مؤية وقد استخدم اسلوبين في تحقيق هذه القياسات الاسلوب الاول هو قياس (standard wave ratio) Vswrبواسطة استخدام موجه الموجة (wave guide) وفي الاسلوب الثاني تم استخدام تحليل الموجات الراجعه وقد استخدمت عينات مستطيله المقطع في الاسلوب الاول بابعاد ١١سم في ٢١ سم وعينات دائريه المقطع باقطار تساوي ٢٨ملم في الاسلوب الثاني والمنحنيات التاليه هي نتائج الفحوصات في الاسلوب الثاني والذي يظهر نتائج الفحص على شكل منحنى على الشاشه وفي أدناه منحيات التوهين لهذه العينات :



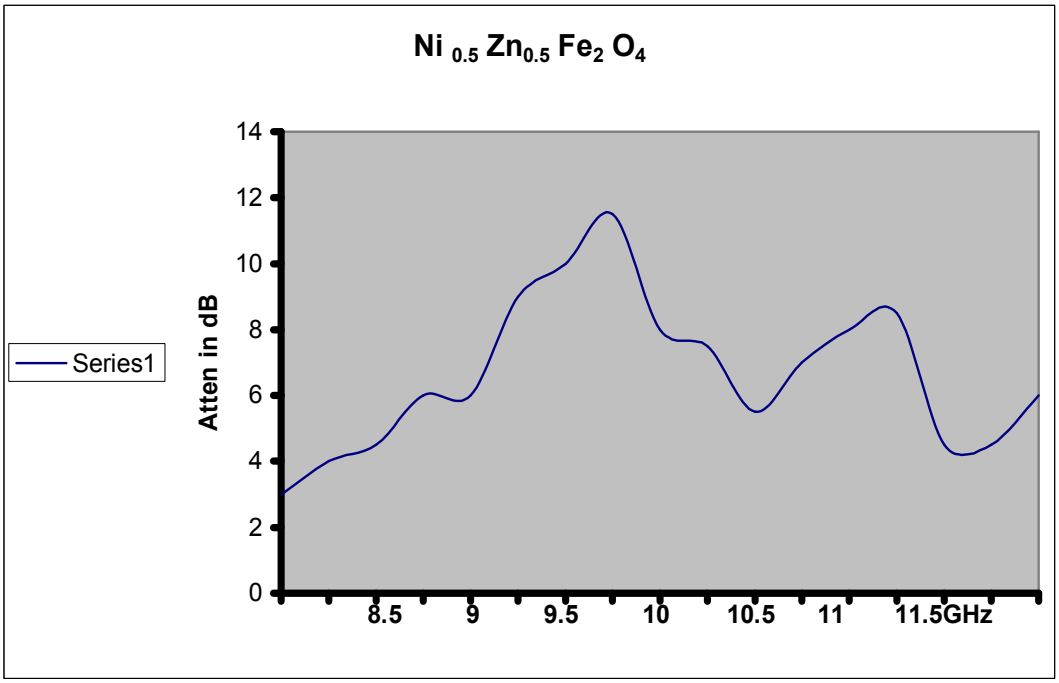
شكل (١): طيف حيود الأشعة السينسة لذايت النيكل – زنك



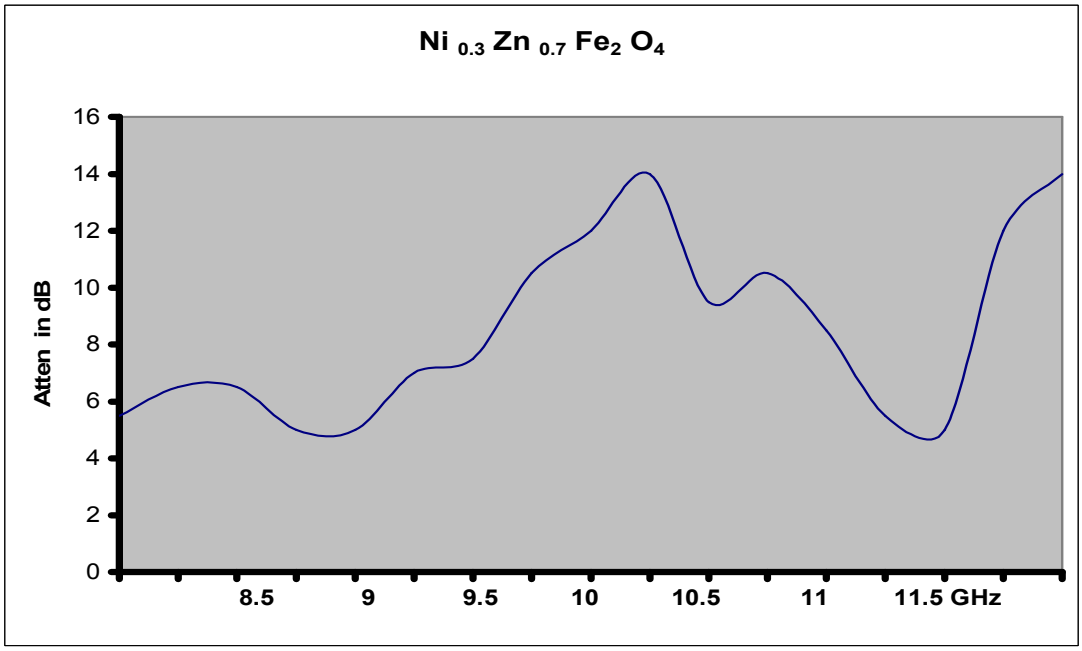
الشكل (٢): منحني التوهين للعينة C_{70}



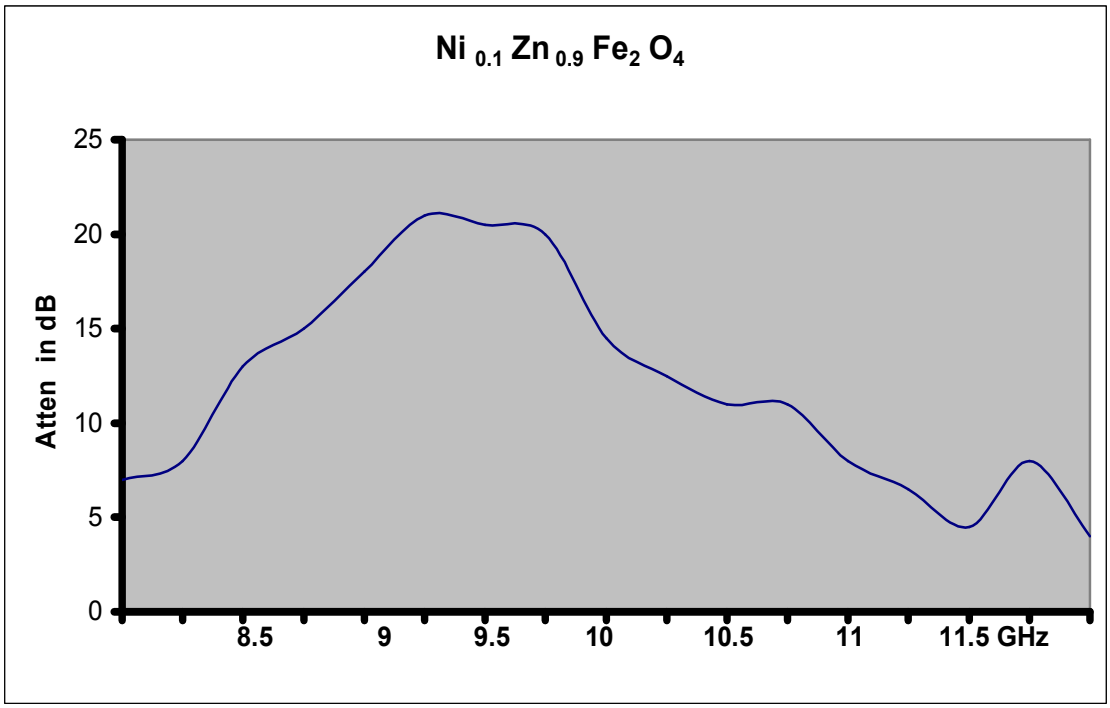
الشكل (٣): منحني التوهين للعينة C_{90}



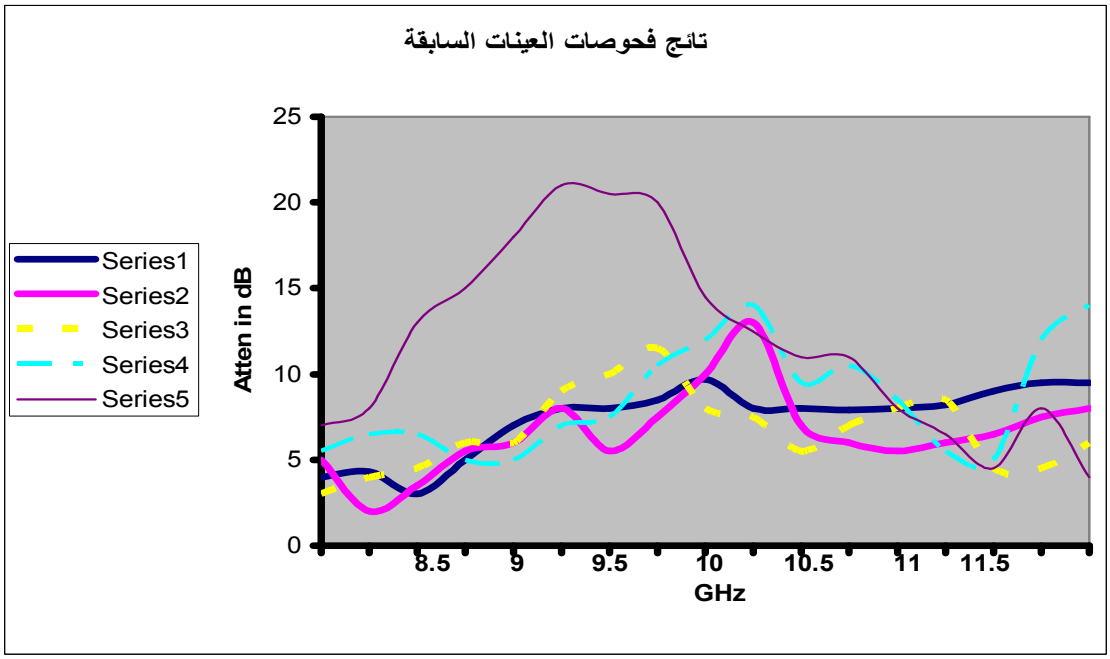
الشكل (٤): منحني التوهين للعينة $C_{٥٠}$



الشكل (٥): منحني التوهين للعينة $C_{٣٠}$



الشكل(٦): منحني التوهين للعينة C_{10}

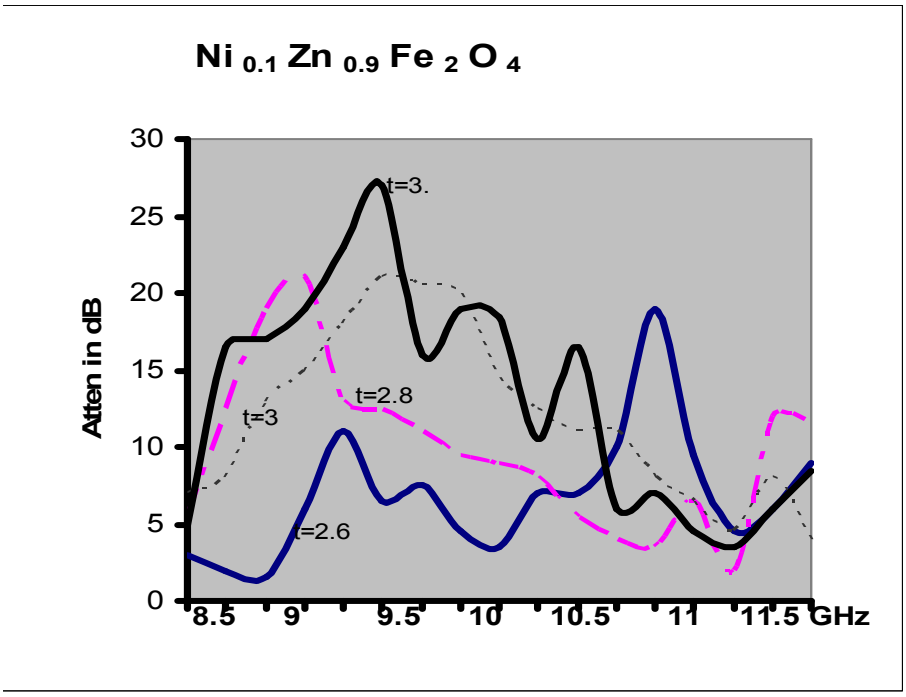


الشكل(٧): مقارنة بين منحنيات التوهين للعينات السابقة

من المنحنيات السابقة يظهر جليا بان أعلى توهين قد حصل للعينة الأخيرة والتي حضرت بالتلبيد الى درجة ١٣٥٠ مؤية وكانت النسبة المؤية لكتلة عنصر النيكل إلى مجموع كتلتي النيكل والزنك هـــي ١٠% لذا فقد تم اختيار هذه العينة للفحص أللاحق علما بان سمك جميع العينات المفحوصة كان ٣ ملم .

٤- تاثير السمك على التوهين في العينة الناجحة :

تم اجراء اربع فحوصات على العينه C_{10} بسمك مختلف وفي الشكل(١٠) يتبين منحيات التـــوهين لهذه الاسماك وهي 2.6, 2.8 ,3, 3.2 ملم على التوالي :



الشكل(٨): منحنيات التوهين للعينةC_{10} بسمك مختلف

ومن ملاحظة الشكل أعلاه يتضح أن التوهين قد بلغ أعلى مستوى له واكبر عرض نطـــاق عنـــدما كان سمك العينة المختارة 3.2 ملم .

<u>الاستنتاجات:</u>

أولا : تم ملاحظة أن امتصاصية عينات المجموعتين A,B لم تكن بالمستوى المطلوب وذلـــك لا ن درجـــة حرارة التلبيد لهما لم تكن كافية لتحول كل المواد الأولية إلى الفيرايت المطلوب في حـــين أن درجـــة حرارة التلبيد للمجموعة C كانت أفضل مما جعل قسما من عيناتها تبدي توهينا عاليا .

ثانيا : ظهرت نتائج أفضل امتصاصية للعينات المختارة هي عندما كانت النس٤بة المئوية لكتله عنصر النيكل إلى مجموع كتلتي النيكل والزنك هي ١٠% وقد تم إجراء المقارنة على جميع العينات عنـــدما كـــان سمك العينة ٣ ملم.

ثالثا : ظهرت نتائج أفضل امتصاصية لهذه العينة عندما كان سمكها ٣,٢ ملم ويمكن ان يكون مرد ذلك الـــى تحقق شروط الموائمه التامه في هذا السمك مما يجعل مقدار التوهين البيني كبيرا وهذا بدوره يزيد من مقدار التوهين الكلي .

رابعا : كانت ذروات الامتصاصية تظهر ما بين الترددات ٩ و١٠ GHz للعينة الأفضل.

المصادر :

1- P.J.B CLARRICAATS, " *Microwave Ferrites*" ,Chapman and Hall ltd .London, 1961
2- K.J.Vinoy & R.M.Jha "*radar absorbing materials*" National Aerospace Laboratories, India, 1996, P 162-166
3- H.M. Altsculer, "*Dielectric constant*" chap. 9, hand book and microwave measurement, Fox, 1979
4- K.J. Stanley," *oxide magnetic materials*"2nd ed, Cloven don press, Oxford,1972
5- W.D. kingery, "D.R. Uhmann, & H.K. Bowen, "*introduction to ceramic* ", 2nd ed. John Wiley and sons, New work, 1976
6- A.J. Baden Fuller "*ferrites at microwave frequencies*", Peter Peregriuns. Ltd. London, 1987.