



بررسی تاثیر نانولوله‌های کربنی تک جداره در بستر رزین اپوکسی بر جذب امواج الکترومغناطیس در باند ایکس

سید علیرضا هاشمی¹، رسول ترکش اصفهانی^{2*}

1- کارشناس ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، نجف آباد
2- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، نجف آباد
* نجف آباد، صندوق پستی 8514143131، ra_tarkesh@pmc.iaun.ac.ir

اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل
دریافت: 27 دی 1394
پذیرش: 20 فروردین 1395
ارائه در سایت: 21 اردیبهشت 1395
کلید واژگان:

نانولوله‌های کربنی تک جداره
جذب امواج
کامپوزیت
باند ایکس

چکیده

نانولوله‌های کربنی دارای خواص بسیار عالی مکانیکی، الکتریکی، مغناطیسی و حرارتی می‌باشند، از جمله خواص فوق العاده این مواد می‌توان به خاصیت جذب امواج الکترومغناطیس اشاره نمود. این مواد با قرار گیری در راستای انتشار میدان الکترومغناطیس، حجم قابل توجهی از این امواج را جذب می‌نمایند و موجب کاهش سطح مقطع راداری از دید جستجوگر می‌شوند. در این تحقیق ما نمونه‌های کامپوزیتی حاوی نانولوله‌های کربنی تک جداره در بستر رزین اپوکسی را بر اساس ابعاد استاندارد برای باند ایکس با یک روش چند مرحله‌ای ساخته و سپس توسط دستگاه تجزیه و تحلیل بردار شبکه آن را مورد بررسی قرار داده‌ایم. نمونه‌های کامپوزیتی در سه درصد وزنی 1، 3 و 10 درصد نانولوله کربنی ساخته شده‌اند. نتایج حاصل از این آزمایش نشان از جذب بالای امواج برای نمونه‌های تقویت شده با نانولوله‌های کربنی دارد. این میزان جذب با افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی به شدت افزوده می‌گردد، به طوری که متوسط میزان جذب در کل باند ایکس برای درصدهای وزنی ذکر شده به ترتیب 3.33712، 4.5889 و 12.6542 دسی بل می‌باشد. همچنین نمونه‌های تقویت شده با 1، 3 و 10 درصد وزنی به ترتیب افزایش 22، 67 و 362 درصدی را نسبت به رزین خام از خود نشان می‌دهند. در نهایت نیز نمونه‌ها توسط طیف سنجی میکرو رامان و تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد ارزیابی قرار گرفته‌اند.

Investigating the Effect of SWCNTs in the context of epoxy resin on the electromagnetic waves absorption in the X-band

Seyyed Alireza Hashemi, Rasoul Tarkesh Esfahani*

Department of Mechanical Engineering, Islamic Azad University, Najafabad Branch, Najafabad, Iran.
* P.O.B. 8514143131, Najafabad, Iran, ra_tarkesh@pmc.iaun.ac.ir

ARTICLE INFORMATION

Original Research Paper
Received 17 January 2016
Accepted 08 April 2016
Available Online 10 May 2016

Keywords:

Single wall carbon nanotube
wave absorption
composite
X-band

ABSTRACT

Carbon nanotubes have excellent mechanical, electrical, thermal and magnetic properties, among the extraordinary properties of these materials that can be traced to the absorption of electromagnetic waves. By placing these materials in the direction of electromagnetic waves, significant volumes of these waves have been absorbed and the radar cross section from a finder view has also been reduced. In this study composite samples containing SWCNTs in the context of an epoxy resin based on standard dimensions for X-band with a multi-stage built method were produced and then the samples were analyzed by Vector Network Analyzer. Composite samples have been made in three weight percentages, 1, 3 and 10. The result of this experiment shows the high amount of wave absorption for samples reinforced by carbon nanotubes. This amount of absorption greatly increases due to increase of nanotubes weight percent, so that the average amount of absorption in the whole X-band for the mentioned percentages is 3.33712, 4.5889 and 12.6542 dB respectively. Also, the amplified samples with 1, 3 and 10 weight percentages show increase in wave absorption about 22, 67 and 362 percent in comparison with pure resin. Finally, samples were evaluated with Micro Raman Spectroscopy and SEM images.

1- مقدمه

طول و تعداد جداره‌های متفاوتی تولید می‌گردند. نانولوله‌های کربنی بر اساس تعداد جداره‌ها به سه دسته کلی تک جداره، دو جداره و چند جداره تقسیم می‌شوند. علاوه بر این تفاوت ابعادی نانولوله‌های کربنی تاثیر بسیار زیادی بر خواص آنها دارد. قطر و طول نانولوله‌های کربنی و همچنین نوع و شکل دیواره‌های آن و ساختار صفحه گرافیتی که نانولوله‌های کربنی از آن

نانولوله‌های کربنی اولین بار در سال 1991 توسط ایچیمیا کشف شد [1]، از آن زمان به بعد محققین زیادی به تحقیق درباره این مواد پایه گرافیتی پرداختند و به خواص الکتریکی، حرارتی، مغناطیسی و مکانیکی خارق العاده این مواد پی بردند [2]. نانولوله‌های کربنی بسته به روش تولیدشان، با قطر،

Please cite this article using:

S. A. Hashemi, R. Tarkesh Esfahani, Investigating the Effect of SWCNTs in the context of epoxy resin on the electromagnetic waves absorption in the X-band, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 16, No. 5, pp. 81-89, 2016 (in Persian)

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

الکترومغناطیس را جذب نمایند. در این تحقیق آنها یک روش جدید جهت ساخت کامپوزیت جاذب امواج با خواص مکانیکی مطلوب نیز ارائه دادند. در تحقیق انجام شده توسط علیرضا نیک فرجام و همکاران [9] آنها به بررسی تاثیر تقویت کامپوزیت با زمینه ونیل استر توسط نانولوله‌های کربنی چند جداره بر خواص الکتریکی و الکترومغناطیسی کامپوزیت حاصله پرداختند. آنها برای اندازه گیری خواص کامپوزیت از دستگاه تحلیلگر بردار شبکه بهره گرفته اند و از این طریق خواص الکتریکی و همچنین تاثیر افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی را بر تاوانت تلفات در باند کو (12.4-18GHz) بررسی کرده‌اند. در این تحقیق مشخص شده است که افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی موجب افزایش هدایت الکتریکی و همچنین تاوانت تلفات می‌شود.

در کار دیگری که توسط محمد ارجمند و همکاران صورت گرفت [10]، آنها از کاتالیست‌های مختلفی همچون کبالت، آهن و نیکل برای سنتز نانولوله‌های کربنی به روش رسوب بخارات شیمیایی بهره گرفتند و سپس این نانولوله‌های کربنی را بستر پلیمری پلی وینیلیدن فلوراید¹ در درصد های وزنی متفاوت مخلوط کردند، آنها با بررسی بر روی خواص الکتریکی و جذب امواج الکترومغناطیسی این نانولوله‌های کربنی دریافتند که بیشترین میزان هدایت الکتریکی و جذب به ترتیب مربوط به نانولوله های کربنی سنتز شده با کاتالیست کبالت، آهن و نیکل می‌باشد.

در کار دیگری که توسط ژوی هوی ژنگ و همکاران صورت گرفت [11]، آنها کامپوزیتی سبک و انعطاف پذیر متشکل از نانولوله‌های کربنی چند جداره و پلی یورتان توسعه دادند. سپس با اندازه گیری میزان جذب امواج الکترومغناطیس توسط این لایه‌های کامپوزیتی متوجه شدند حتی در ضخامت‌های بسیار کم این کامپوزیت، جذب بسیار بالایی اتفاق خواهد افتاد، آنها ضخامت این صفحات کامپوزیتی را 0.05، 0.32 و 0.8 میلیمتر در نظر گرفتند و مشاهده نمودند که میزان جذب آنها در باند ایکس به ترتیب به مقادیر بسیار زیاد 24، 49 و 80 دسی بل می‌رسد که در نوع خود بی نظیر است.

در کار دیگری که توسط کیاوژینگ و همکاران صورت گرفت [12]، آنها ترکیبی از آهن و نیکل را روی نانولوله‌های کربنی لایه نشانی کردند و سپس با ساخت کامپوزیتی بر پایه رزین اپوکسی و نانولوله‌های کربنی اصلاح شده با آهن و نیکل، به کامپوزیتی جهت جذب امواج الکترومغناطیس دست یافتند. بیشترین میزان جذب که آنان مشاهده کردند به میزان 15.4- دسی بل و مربوط به فرکانس 16.5GHz می‌باشد. این تست بر روی نمونه‌های با ضخامت 1.6 میلیمتر انجام گرفت.

در کار دیگری که توسط شیل کواستر و همکاران صورت گرفت [13]، آنها کامپوزیتی بر پایه نانولوله‌های کربنی و زمینه پلیمری استیرین بی اتیلن ران بوتیلن بی استیرین² جهت سنجش میزان جذب امواج الکترومغناطیس در باند ایکس توسعه دادند. آنها نانولوله‌های کربنی را در درصد های وزنی مختلف در بستر زمینه اعمال کردند و مشاهده نمودند که با افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی میزان جذب امواج نیز در گستره باند ایکس افزایش پیدا می‌کند، این مقادیر برای نمونه‌های حاوی 1، 3، 5، 8، 10 و 15 درصد وزنی نانولوله کربنی به ترتیب حدود 3، 7، 11، 17، 19 و 30 دسی بل می‌باشد.

در این پژوهش از باند ایکس (8-12 GHz) و همچنین استاندارد

شکل گرفته اند، بر خواص کلی آنها، تاثیر بسیار زیادی دارد. [3] از جمله سایر خواص خارق العاده نانولوله‌های کربنی، می‌توان به جذب امواج الکترومغناطیس اشاره نمود، یک موج الکترومغناطیسی از اجزاء متقابل عمود میدان الکتریکی و مغناطیسی، که عمود بر جهت انتشار موج می‌باشد، تشکیل شده است [4]، نمایی از این تعریف در شکل 1 نشان داده شده است. میدان الکتریکی اعمال شده بر سطح یک جاذب یا هادی ایده آل، منجر به ایجاد یک جریان می‌شود، که این جریان باعث جابجایی بار در داخل هادی و خنثی شدن میدان الکتریکی اعمالی در داخل جاذب، در نقطه‌ای که جریان متوقف می‌گردد، می‌شود. به طور مشابه، میدان مغناطیسی نوسانی منجر به تولید جریان گردابی می‌شود، این جریان اقدام به خنثی نمودن میدان الکتریکی اعمال شده می‌نماید [4]. این اثر در نانولوله‌های کربنی موجب خنثی شدن موج الکترومغناطیس و کاهش سطح مقطع نمونه از دید جستجوگر راداری می‌شود.

در کاری که توسط کویلینگ هو و همکاران صورت گرفت [5] آنها دو صفحه کامپوزیتی حاوی نانولوله‌های کربنی چند جداره در بستر پلیمری ساختند، ضخامت هر کدام از این صفحات پلیمری 4 میلیمتر بود که با قرار دادن این دولا به بر روی یک صفحه فلزی، میزان امواج الکترومغناطیس جذب شده را تا 10 دسی بل افزایش دادند. در روش آنها از یک صفحه فلزی بازتاب دهنده بهره گرفته شده بود تا با این کار بتوانند با بازتاب مجدد امواج در طول دو لایه کامپوزیتی، میزان جذب امواج را بهبود بخشند.

در کار دیگری که توسط پو چول کیم و دای گیل لی صورت گرفت [6]، آنها از یک کامپوزیت چند لایه متشکل از الیاف کردن در صفحات رویی، فوم پی وی سی و نانولوله های کربنی چند جداره در هسته کامپوزیت بهره گرفتند، با آزمایشات میزان جذب، آنها به جذب فوق العاده بالای 15 دسی بل در باند ایکس دست یافتند، این امر نشان می‌دهد که با استفاده از تاکتیک‌های ساخت کامپوزیت‌های چند لایه می‌توان میزان جذب امواج را تا حد زیادی افزایش داد.

در کار دیگری که توسط ژوانگ ژون فن و همکاران صورت گرفت [7]، آنها نانولوله‌های کربنی را در بسترهای پلیمری متفاوت مخلوط کردند و میزان جذب امواج را در آنها اندازه گیری نمودند، بیشترین میزان جذبی که آنها بدان رسیدند 17.6 و 24.27 دسی بل است که مربوط به دو فرکانس 7.6 و 15.3 گیگا هرتز از کامپوزیت نانولوله‌های کربنی در بستر پت می‌باشد.

در تحقیق ایلبوم چوی و همکاران [8]، آنها با ساخت یک کامپوزیت چند لایه متشکل از نانولوله‌های کربنی و فوم پی ام آی علاوه بر بهبود قابل توجه خواص مکانیکی کامپوزیت، موفق شدند به میزان قابل توجهی نیز امواج

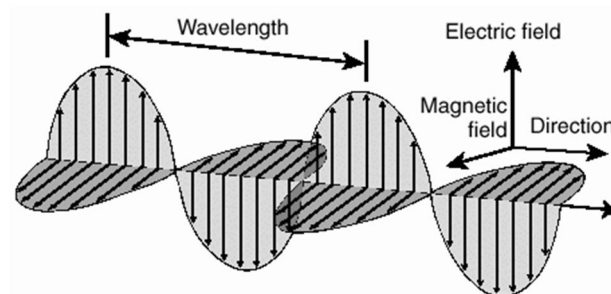


Fig. 1 A view of the electromagnetic wave released during a waveguide with a combination of electrical and magnetic fields.

شکل 1 نمایی از موج الکترومغناطیس منتشر شده در طول موجبر با ترکیبی از میدان‌های الکتریکی و مغناطیسی. [4]

¹ Polyvinylidene Fluoride (PVDF)

² styrene-b-ethylene-ran-butylene-b-styrene

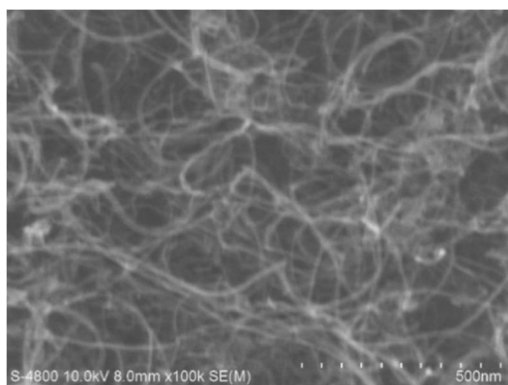


Fig. 2 A view of SEM image from these carbon nanotubes on a scale of 500 nm.

شکل 2 نمایی از تصویر میکروسکوپ اسکن الکترونی روبشی این نانولوله‌های کربنی در مقیاس 500 نانومتر.

می‌باشد. این مجموعه رنج فرکانسی از 10MHz الی 20GHz را ایجاد می‌کند و از طریق موج بر به نمونه‌ها اعمال می‌نماید.

3- مراحل تجربی ساخت نمونه‌ها

به منظور ساخت کامپوزیت حاوی نانولوله‌های کربنی، ابتدا نانولوله‌های کربنی تک جداره را در درصد‌های وزنی متفاوت از 1، 3 تا 10 درصد وزنی، وزن کشی می‌نماییم و به ترتیب مراحل زیر را برای ساخت نمونه‌ها انجام می‌دهیم: قبل از اعمال نانولوله‌های کربنی به درون ارلن خلاء به منظور کاهش رطوبت و همچنین جدا شدن دسته‌های به هم پیوسته نانولوله‌های کربنی، آنها را به ترتیب به مدت 48 ساعت در دسی کاتور قرار می‌دهیم تا رطوبت آنها کاهش یابد، سپس نانولوله‌های کربنی را در استون مخلوط کرده و به کمک هم زن التراسونیک با توان 120 وات به مدت 1 ساعت با هم مخلوط می‌نماییم تا دسته‌های به هم پیوسته نانولوله‌های کربنی از هم جدا گردند. رطوبت موجب افزایش نیروهای چسبندگی بین نانوذرات و کلوخه‌ای شدن آنها می‌گردد، با کاهش رطوبت نانولوله‌های کربنی و قرار دادن آنها تحت امواج قدرتمند التراسونیک، این امر باعث غلبه نانولوله‌های کربنی بر نیروی چسبندگی بین آنها می‌شود و باعث می‌شود تا نانولوله‌های کربنی به صورت نانولوله‌های تکی در آیند و به خوبی در بستر زمینه مخلوط گردند، نمایی از مخلوط شدن نانولوله‌های کربنی توسط همزن اولتراسونیک در بستر استون در شکل 3 قابل مشاهده است. سپس نانولوله‌های کربنی و استون را در ارلن خلاء ریخته و با مگنت به مدت یک ساعت با هم مخلوط می‌نماییم، سپس رزین اپوکسی را به مخلوط فوق می‌افزاییم و به مدت 2 ساعت با هم مخلوط می‌نماییم، افزودن استون به رزین موجب کاهش شدید ویسکوزیته آن و پراکندگی بهتر نانولوله‌های کربنی در فاز زمینه می‌گردد، سپس با افزودن خلاء و حرارت 50 درجه سانتی‌گراد، علاوه بر حباب زدایی از مخلوط فوق، استون را نیز از آن حذف می‌نماییم، توجه داشته باشید اگر این مرحله انجام نگیرد، مقداری استون در مخلوط حاصله باقی می‌ماند و استون باقی مانده از ایجاد اتصالات عرضی بین رزین و عامل پخت جلوگیری می‌کند و نمونه نهایی پر از حباب شده و ساختار نامناسبی پیدا می‌کند.

این مرحله را به مدت 1 ساعت با حرارت و سپس به مدت 1 ساعت با حذف حرارت انجام می‌دهیم، سپس عامل پخت را با نسبت وزنی 100:60 به مخلوط رزین اپوکسی، نانولوله‌های کربنی تک جداره می‌افزاییم و آن را به مدت 30 دقیقه تحت خلاء با هم مخلوط می‌نماییم، سپس مخلوط فوق را در

WR90 مربوط به این باند برای ساخت نمونه‌های کامپوزیتی بهره گرفته شده است. باند ایکس از باندهای پرکاربرد در زمینه‌های ارتباطات رادیویی و مخابراتی، رادارها و همچنین ارتباطات هوایی می‌باشد و حجم زیادی از رادارهای جستجوگر بر اساس این باند به جستجوی اجسام پرنده می‌پردازند. افزایش جذب در باند ایکس که یکی از پرکاربردترین باندهای مخابراتی می‌باشد می‌تواند منجر به پنهان ماندن هواپیماها و سایر اجسام پرنده از دید رادارهای جستجوگر شود و همچنین با شناسایی این گونه مواد امکان اختلال در این دامنه‌های فرکانسی فراهم گردد. علاوه بر این ما نمونه‌های کامپوزیتی حاوی نانولوله‌های کربنی را بر اساس استاندارد مربوط به باند-ایکس و با یک روش چند مرحله‌ای در سه درصد وزنی 1، 3 و 10 ساخته‌ایم و با قرار دادن این نمونه‌ها در موجبر، میزان کاهش سطح مقطع یا جذب را بر اساس دسی بل به دست آورده‌ایم. در قسمت‌های بعد این مراحل به طور کامل شرح داده خواهد شد.

2- مواد و دستگاه‌های بکارگرفته شده

در این تحقیق ما از نانولوله‌های کربنی تک جداره، تولید شده توسط شرکت تحقیقاتی نانومواد آمریکا بهره گرفته‌ایم، خواص کلی این نانولوله‌های کربنی در قالب جدول 1 قابل مشاهده است، نمایی از تصاویر میکروسکوپ اسکن الکترونی روبشی مربوط به این نانولوله‌های کربنی نیز در شکل 2 قابل مشاهده است. در این تحقیق از نانولوله‌های کربنی عامل‌دار شده بهره گرفته‌ایم، تا طبیعت آنها را از آب گریز به آب دوست تغییر دهیم و میزان چسبندگی نانولوله‌های کربنی با فاز پلیمری زمینه را افزایش دهیم.

خلوص این نانولوله‌های کربنی بیش از 99 درصد می‌باشد، که میزان نانولوله‌های کربنی تک جداره در آن بالای 98 درصد است و میزان عامل کربوکسیل نیز در آنها 2.73 درصد است، این نانولوله‌های کربنی به روش رسوب بخارات شیمیایی سنتز شده‌اند و به روش اسیدی نیز عامل دار گشته‌اند.

رزین استفاده شده جهت در این تحقیق از نوع ناپل-128 می‌باشد، این رزین در حالت پخت شده خواص مکانیکی، مقاومت شیمیایی و مقاومت بسیار عالی حرارتی را از خود نشان می‌دهد. علاوه بر این به منظور کاهش ویسکوزیته رزین اپوکسی و پراکندگی بهتر نانولوله‌های کربنی در بستر رزین اپوکسی، از استون تولید شده توسط شرکت مرک آلمان بهره گرفته ایم.

به منظور اندازه‌گیری تاثیر نانولوله‌های کربنی بر جذب امواج از دستگاه تحلیل بردار شبکه¹ بهره گرفتیم که ساخت شرکت آلمانی رود و شواردز

جدول 1 مشخصات نانولوله‌های کربنی تک جداره به کارگرفته شده در این تحقیق
Table 1 Specification of SWCNTs that have been used in this study

ابزار اندازه‌گیری	خصوصیات ماده
طیفسنجی رامان	قطر خارجی 1-2 nm
طیفسنجی رامان	قطر داخلی 0.8-1.6 nm
طیفسنجی رامان	قطر متوسط 1.1 nm
-	طول 5-30 um
بی‌ای تی	چگالی ~2.1g/cm ³
-	هدایت الکتریکی > 100 S/cm
-	هدایت حرارتی 50-200 W/m K
-	رنگ سیاه
طیفسنجی رامان	I _G /I _D > 9

¹ Vector Network Analyzer

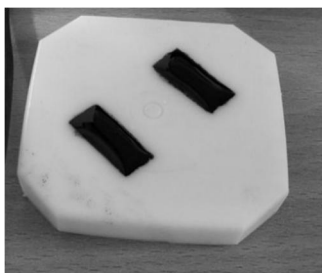


Fig. 5 A view of molded samples.

شکل 5 نمایی از نمونه‌های قالب گیری شده

بعد از پخت کامل نمونه‌ها، کمی با سمباده اطراف آن را صاف می‌کنیم تا ناهمواری‌های جزئی مانع ورود نمونه‌ها به موجبر نگردد.

4- نتایج میزان جذب امواج توسط نمونه‌ها

به منظور اندازه‌گیری تاثیر نانولوله‌های کربنی بر جذب امواج از دستگاه تحلیلگر شبکه بهره گرفتیم. این مجموعه رنج فرکانسی از 10MHz الی 20GHz را ایجاد می‌کند و از طریق موج بر به نمونه‌ها اعمال می‌نماید. نمایی از مجموعه این دستگاه در قالب شکل 7 قابل رویت است.

همانطور که در شکل 7 مشاهده می‌نمایید، این دستگاه با دو کابل کوکشیال¹ از طریق پورت 1- و پورت 2- به موج بر وصل می‌شود. سپس روی فرکانس مربوطه تنظیم شده و موج را ارسال می‌کند. دو سنسور در دو سر موج بر نصب شده و میزان امواج ارسال شده و دریافت شده را ثبت می‌کند.

همانطور که در شکل 7 مشاهده می‌نمایید، عدد 1 نشان دهنده موج برخورد کننده به نمونه، عدد 2 نشان دهنده موج بازتاب شده و عدد 3 نشان دهنده موج عبور کرده از نمونه است. از اختلاف موج برخوردی و عبور کرده میزان جذب توسط نمونه بدست می‌آید. عملکرد این مجموعه به این شرح است که این دستگاه را قبل از هرگونه تست باید کالیبره کنیم. در مرحله اول با سه روش بارگذاری ریاضی، بارگذاری باز و بارگذاری کوتاه دستگاه را کالیبره می‌کنیم. نمایی از این کیت‌های کالیبراسیون در قالب شکل 8 قابل رویت است. این کیت‌ها برای کالیبراسون بارگذاری ریاضی مورد استفاده قرار می‌گیرند.

در مرحله بعد باید به کمک روش بارگذاری کوتاه کالیبراسیون مربوطه را روی دستگاه انجام می‌دهیم. نمایی از این کالیبراسیون در قالب شکل 9 قابل رویت است. در این حالت بدون قرار دادن موجبر، دو سر متصل شونده به موج بر را به هم وصل می‌کنیم و با تولید موج توسط دستگاه، کالیبراسیون مربوطه را انجام می‌دهیم. در مرحله نهایی کالیبراسیون یا بارگذاری باز یک سر موجبر را باز نگه می‌داریم و کالیبراسون مربوطه را روی آن انجام می‌دهیم. نمایی از این مرحله در قالب شکل 10 قابل رویت است.

بعد از انجام مراحل اولیه کالیبراسون، یک بار بدون قرار دادن نمونه‌ای در موجبر، فرکانس باند ایکس (8.2-12.4 GHz) را به آن اعمال می‌کنیم و نمودار جذب آن را به عنوان اعداد و نمودار مرجع برای مقایسه با نمونه‌های اصلی ذخیره می‌نماییم. سپس نمونه‌های اصلی را یکی پس از دیگری در موجبر قرار می‌دهیم و میزان جذب آنها را به صورت تابعی از فرکانس بدست آورده و اطلاعات مربوط به آن را ذخیره می‌نماییم. شکل 11 نمایی از سیستم تحلیلگر شبکه را نشان می‌دهد.

بعد از بدست آوردن میزان جذب موج توسط نمونه‌ها در باند ایکس،

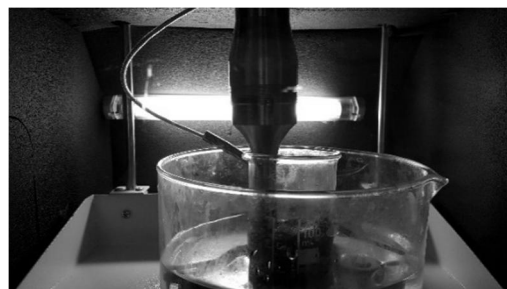


Fig. 3 Dispersion of SWCNTs in the Context of Acetone by Ultra-Sonic Mixer.

شکل 3 مخلوط کردن نانولوله‌های کربنی تک جداره در بستر استون با استفاده از همزن التراسونیک.

قالب‌های ساخته شده برای باند ایکس ریخته و به روش نشان داده شده در شکل 4 قالب گیری می‌نماییم، بعد از انجام مراحل 1 تا 6 ویسکوزیته ماده به شدت افزایش می‌یابد و این امر در هنگام قالب گیری منجر به گیر افتادن حباب در زیر نمونه و در کف قالب می‌شود، لذا برای خارج کردن این حباب‌ها از یک فرآیند دو مرحله‌ای بهره می‌گیریم، این فرآیند بدین شرح است که ابتدا با یک میله شیشه‌ای بسیار نازک به صورت زیگززاک مخلوط رزین اپوکسی/ نانولوله‌های کربنی تک جداره/ عامل پخت را هم زد تا حباب‌های گرفتار شده در کف قالب بیرون آیند. بعد از انجام فرآیند قالب ریزی، نمونه‌ها را به مدت 4 ساعت تحت دمای محیط قرار می‌دهیم، سپس به منظور پخت ثانویه، آن را به مدت 1 ساعت تحت حرارت 80 درجه سانتی گراد قرار می‌دهیم. نمایی از مراحل مختلف ساخت نمونه‌های کامپوزیتی در قالب شکل 6 قابل مشاهده است.

افزودن و حذف استون در مراحل قبل از کلوخه‌ای شدن مجدد نانولوله‌های کربنی در بستر زمینه جلوگیری می‌کند و موجب پراکندگی بهتر نانولوله‌های کربنی در بستر رزین در اثر کاهش شدید ویسکوزیته آن می‌شود. اگر در این مراحل استون به ماده زمینه افزوده نگردد، نانولوله‌های کربنی در بستر رزین اپوکسی کلوخه‌ای می‌شوند و این امر موجب کاهش خواص کامپوزیت را فراهم می‌کند.

بعد از انجام قالب گیری نمونه آماده پخت می‌باشد، همانطور که گفته شد پخت اولیه را در دمای محیط صورت می‌دهیم و حرارت اولیه بدان نمی‌دهیم، زیرا در صورت افزایش حرارت، مقادیری حباب در نمونه ایجاد می‌گردد، که این حباب‌ها اثرات مخربی بر ساختار نمونه‌های کامپوزیتی می‌گذارد. در شکل 5 نمایی از نمونه‌ها در قالب سیلیکونی طراحی شده جهت ساخت کامپوزیت حاوی نانولوله‌های کربنی قابل مشاهده می‌باشد.

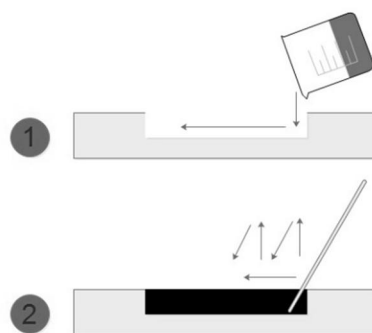


Fig. 4 A view of two-step process for molding

شکل 4 نمایی از فرآیند دو مرحله ای جهت قالب گیری.

¹ Coaxial

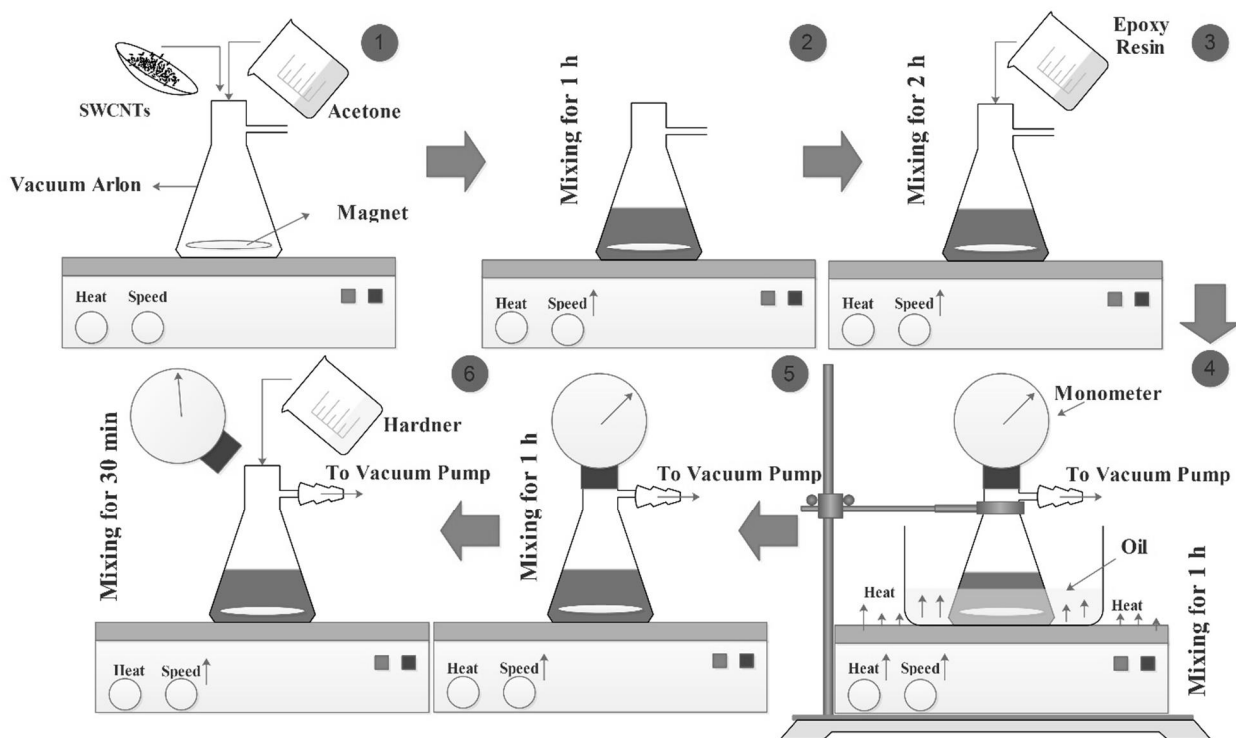


Fig. 6 A view of a multi-step method designed to make carbon nanotube composites

شکل 6 نمایی از روش چند مرحله‌ای طراحی شده برای ساخت کامپوزیت حاوی نانولوله‌های کربنی

میزان جذب را از میزان اندازه گیری شده بدون قرار دادن نمونه‌ها کم می‌کنیم. مقدار نهایی میزان جذب توسط نمونه‌های کامپوزیتی حاوی نانولوله‌های کربنی با راستای تصادفی را به ما می‌دهد. نتایج بدست آمده از طریق تست با دستگاه تحلیلگر شبکه نشان از جذب گسترده امواج توسط نانولوله‌های کربنی در باند ایکس را می‌دهد. این میزان جذب با افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی به شدت افزایش می‌یابد. نمایی از این میزان جذب در شکل 11 می‌توانید مشاهده نمایید.

همانطور که در شکل 12 مشاهده می‌نمایید، افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی موجب بهبود جذب در نمونه‌های کامپوزیتی حاوی نانولوله‌های کربنی می‌شود. میزان جذب به صورت تابعی از فرکانس در فرکانس‌های مختلف با هم متفاوت است. لذا به منظور مقایسه بهتر میزان جذب در بازه‌های مختلف، از کل بازه برای نمونه‌های مختلف میانگین گرفتیم.

متوسط میزان جذب برای رزین خام و نمونه‌های حاوی 1، 3 و 10



Fig. 9 A view of Short Load calibration step

شکل 9 نمایی از مرحله کالیبراسیون بارگذاری کوتاه

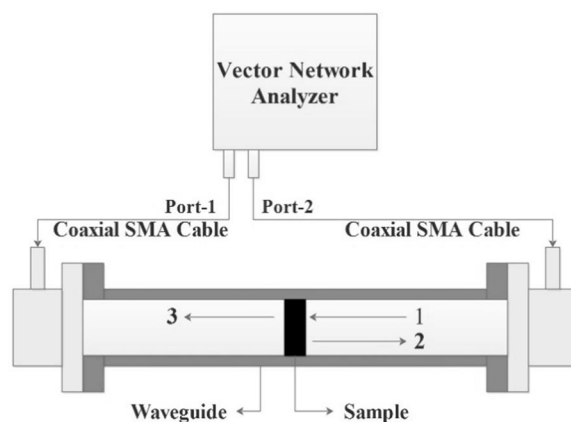


Fig. 7 A View of Vector Network Analyzer.

شکل 7 نمایی از دستگاه تجزیه و تحلیل بردار شبکه



Fig. 8 A view of calibration tools in Math Load step

شکل 8 نمایی از ابزارهای کالیبراسیون در مرحله بارگذاری ریاضی

با توجه به جدول 2 به وضوح مشاهده می‌نمایید که با افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی، به میزان قابل توجهی جذب امواج توسط نمونه‌ها افزایش پیدا می‌کند. این بدان معناست که با افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی جریان گردابی که در آنها به وجود می‌آید نیز تشدید شده و میزان جذب امواج را به شدت افزایش می‌دهد. در جدول 3 می‌توانید درصد افزایش جذب در نمونه های حاوی 1، 3 و 10 درصد وزنی را نسبت به یکدیگر مشاهده نمایید.

همانطور که در جدول 3 مشاهده می‌نمایید، درصد افزایش جذب در نمونه 10 درصد به میزان زیادی افزایش یافته است. این اعداد نیز بیانگر تشدید حرکت گردابی خنثی کننده موج در نمونه‌های کامپوزیتی حاوی نانولوله‌های کربنی در اثر افزایش درصد وزنی می‌باشند.

5- نتایج حاصل از طیف سنجی رامان

به منظور بررسی تاثیر افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی بر خواص کامپوزیت، از طیف سنجی میکرو رامان بهره گرفتیم. این طیف سنجی بر پایه نور لیزر عمل می‌کند و بازتاب ارتعاشات مولکولی را به ما نشان می‌دهد. نانولوله‌های کربنی بر پایه صفحات گرافن می‌باشند و صفحات گرافن نیز بر پایه سلول‌های هتروسیکل هستند [2] و تمامی خواص این نانومواد وابسته به دیواره خارجی آن می‌باشد. افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی در بستر زمینه منجر به افزایش جذب میزان پرتو لیزر مربوط به طیف سنجی رامان می‌گردد و این امر باعث می‌شود که پیک‌های مربوط به نمونه حاوی 3 درصد وزنی نانولوله کربنی، نسبت به نمونه حاوی 1 درصد وزنی نانولوله کربنی پایین‌تر آید. نمایی از این طیف‌ها را در شکل 13 می‌توانید مشاهده نمایید.

همانطور که در شکل 13 مشاهده می‌نمایید، افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی منجر به افزایش جذب پرتوهای لیزر مربوط به طیف سنجی رامان می‌گردد. برای مقایسه بهتر این امر از پیک مربوط به دو ناحیه باند D و G مربوط به حلقه‌های هتروسیکل بهره می‌گیریم. همانطور که در شکل 14 مشاهده می‌نمایید، پیک‌های مربوط به باند D و G برای نمونه حاوی 1 درصد وزنی نانولوله کربنی به خوبی مشخص است. اما این پیک‌ها برای نمونه حاوی 3 درصد وزنی نانولوله کربنی تک جداره، به علت جذب شدید نور، به شدت کاهش یافته است.

علاوه بر این در نمونه حاوی 1 درصد وزنی نانولوله کربنی تک جداره، به علت جذب کمتر پرتوهای لیزر، طیف‌ها به وضوح مشخص شده است. نمایی از این طیف‌ها در قالب شکل 14 مشخص شده است.

در این تحقیق هدف ما بررسی تاثیر نانولوله‌های کربنی بر میزان جذب امواج است و این مقادیر وابسته به سلول‌های هتروسیکل می‌باشد. همانطور

جدول 3 مقایسه درصد افزایش جذب در نمونه‌های حاوی 1، 3 و 10 درصد وزنی نانولوله کربنی

مشخصات نمونه	درصد افزایش جذب
نمونه حاوی 3 درصد وزنی نانولوله کربنی نسبت به نمونه حاوی 1 درصد وزنی نانولوله کربنی	37.51078775
نمونه حاوی 10 درصد وزنی نانولوله کربنی نسبت به نمونه حاوی 1 درصد وزنی نانولوله کربنی	279.1952342
نمونه حاوی 10 درصد وزنی نانولوله کربنی نسبت به نمونه حاوی 1 درصد وزنی نانولوله کربنی	275.7567173

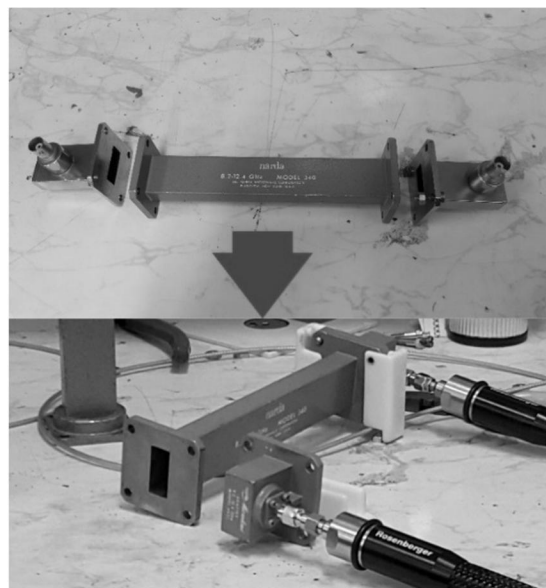


Fig. 10 A view of the X-band waveguide and waveguide test without putting sample in it and recording the values obtained for the Open Load calibration step

شکل 10 نمایی از موج بر مخصوص باند ایکس و تست موجبر بدون قرار دادن نمونه و ثبت اعداد بدست آمده برای مرحله کالیبراسیون بارگذاری باز

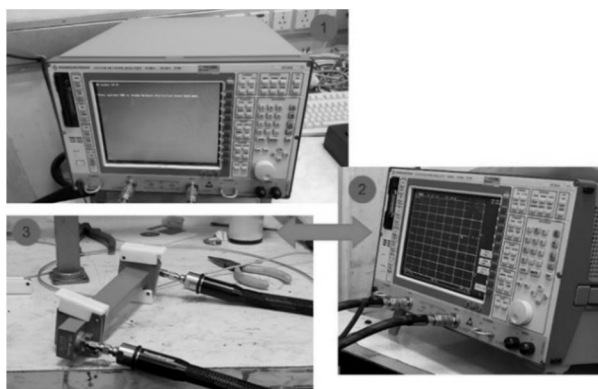


Fig. 11 1) Front view of Device 2) The device is ready for measurement 3) Putting samples in waveguide and measuring the amount of absorption

شکل 11 1) نمای روبروی دستگاه، 2) دستگاه آماده برای اندازه گیری، 3) قرار دادن نمونه‌ها در موجبر و اندازه گیری میزان جذب

درصد وزنی به ترتیب 2.7346، 3.33712، 4.5889 و 12.6542 دسی بل می‌باشد. این اعداد افزایش قابل توجه میزان جذب در اثر افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی را به وضوح نشان می‌دهد. با بررسی و مقایسه این میزان متوسط جذب، می‌توان درصد افزایش جذب در تمام نمونه‌ها نسبت به رزین خام را سنجید. جدول 2 میزان افزایش جذب نمونه های حاوی 1، 3 و 10 درصد وزنی نسبت به رزین خام را نشان می‌دهد.

جدول 2 درصد افزایش جذب در نمونه‌های مختلف نسبت به رزین خام

Table 2 Amount of wave absorption in comparison with pure resin in different samples

مشخصات نمونه	درصد افزایش جذب
نمونه حاوی 1 درصد وزنی نانولوله کربنی	22.03320412
نمونه حاوی 3 درصد وزنی نانولوله کربنی	67.80882030
نمونه حاوی 10 درصد وزنی نانولوله کربنی	362.7440942

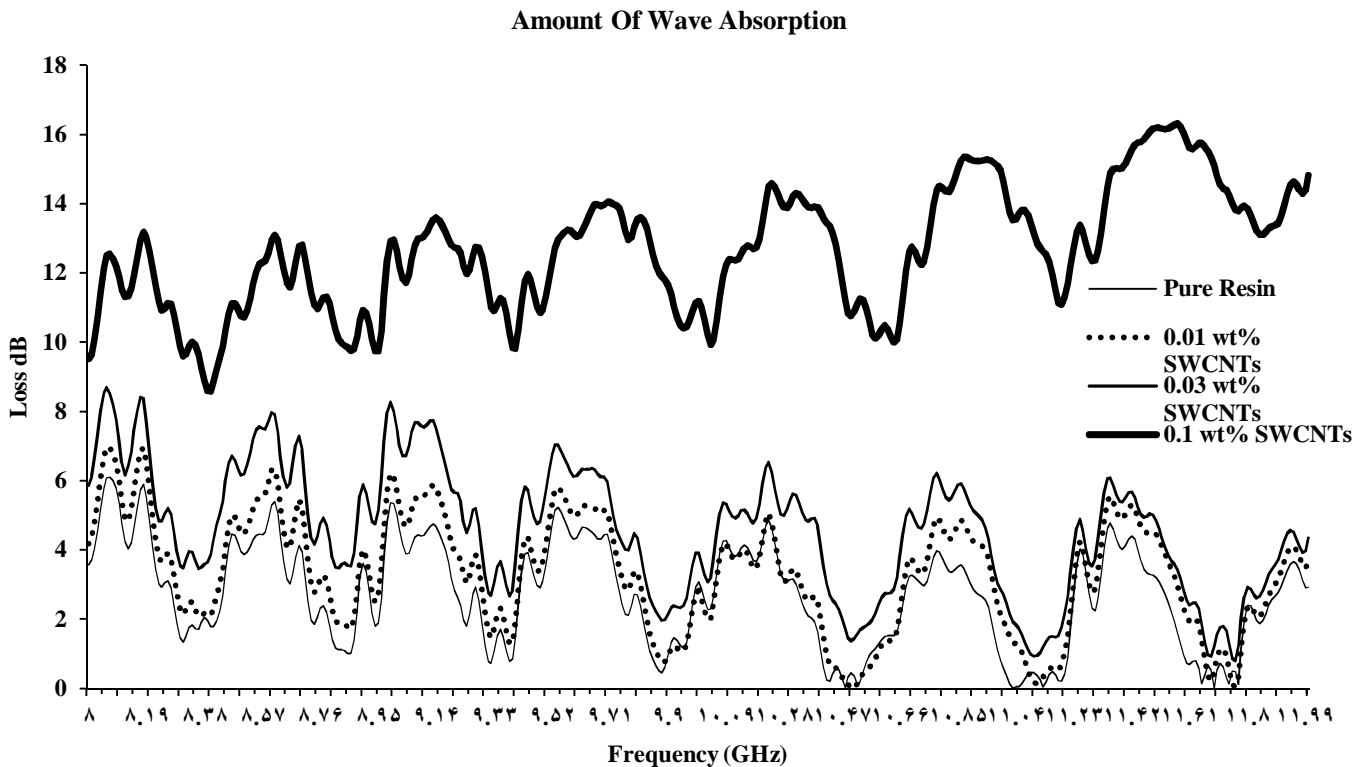


Fig. 12 Amount of wave absorption in different samples

شکل 12 میزان جذب امواج در نمونه های متفاوت

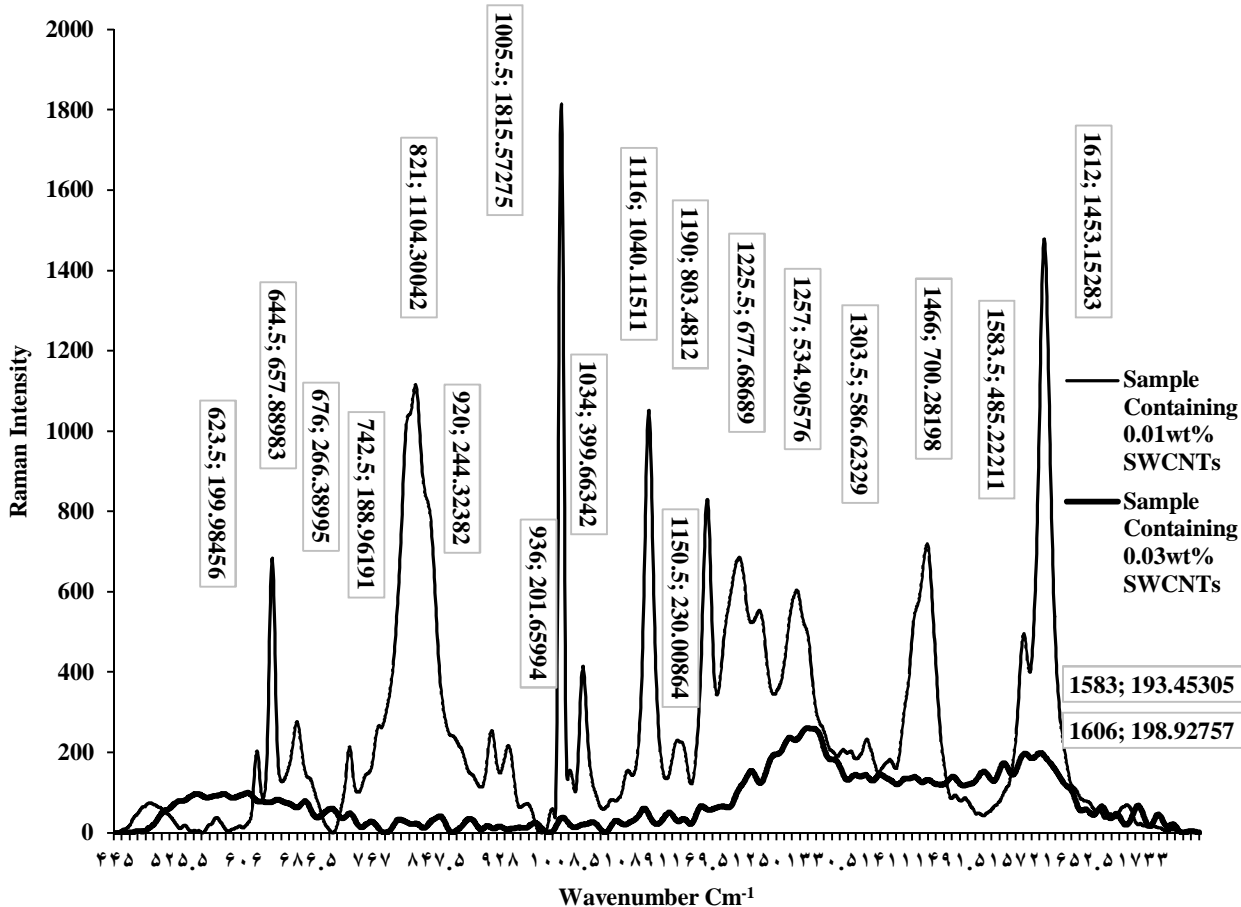


Fig. 13 Micro Raman Spectroscopy for samples containing 0.01 and 0.03wt% SWCNTs

شکل 13 طیف سنجی میکرو رامان از نمونه‌های حاوی 1 و 3 درصد وزنی نانولوله‌های کربنی تک جداره

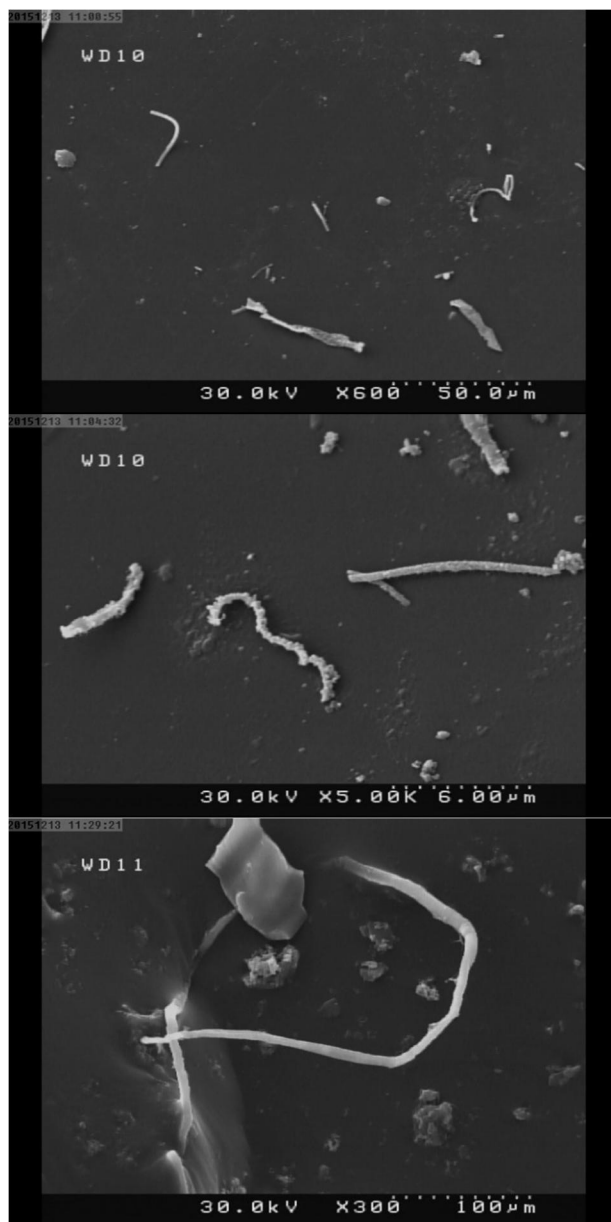


Fig. 15 SEM images of surface of samples

شکل 15 تصاویر میکروسکوپ اسکن الکترونی روبشی از سطح نمونه‌ها

موجب افزایش سطح مقطع تماس آنها با امواج برخورد کننده به سطح آنها و در نتیجه افزایش میزان جذب امواج می‌گردد. علاوه بر این کلوخه‌ای شدن عکس این قضیه عمل می‌کند و موجب کاهش خواص کامپوزیت در همه زمینه‌ها می‌گردد.

7- جمع بندی و نتیجه گیری

در این تحقیق ما کامپوزیت حاوی نانولوله‌های کربنی تک جداره در زمینه اپوکسی را با یک روش جدید و ترکیبی ساختیم. در این روش بدون تماس غلطک با مواد فرآیند حباب زدایی به صورت مستقیم بر روی نمونه‌ها انجام می‌گیرد. سپس با قالب گیری نمونه‌ها بر اساس استاندارد WR-90 مربوط به باند ایکس، نمونه‌هایی با دقت بسیار زیاد ساختیم. نمونه‌های حاصله دارای سطح مقطعی بسیار خوب و عاری از هرگونه حباب می‌باشند و تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی به خوبی این امر را نشان می‌دهد. علاوه بر این با توجه به این تصاویر می‌توان مشاهده نمود که نانولوله‌های کربنی به

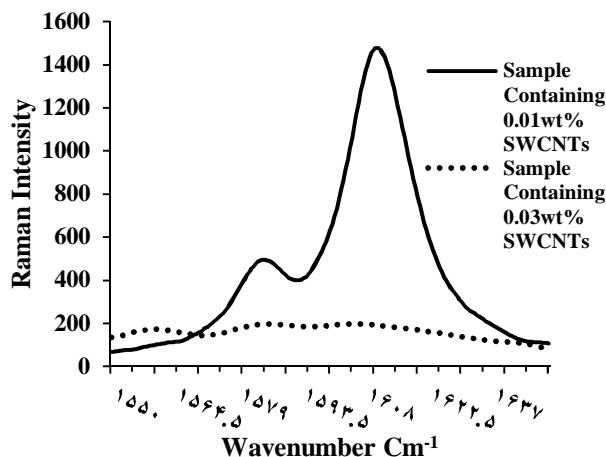


Fig. 14 A view Raman Spectroscopy for D and G-bands

شکل 14 نمایی از طیف سنجی رامان مربوط به دو باند دی و جی

که در شکل 13 مشاهده می‌نمایید پیک‌های مربوط به باندهای D و G برای نمونه حاوی 1 و 3 درصد وزنی نانولوله کربنی تک جداره در قالب جدول 4 مشخص شده است.

همانطور که در جدول 4 مشاهده می‌کنید شدت پیک‌ها در اثر افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی به شدت کاهش یافته است. این امر نشان می‌دهد که افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی منجر به افزایش میزان جذب می‌گردد. این امر در پیک‌های مربوط به باند D و G که مربوط به هتروسیکل، واحدهای سازنده نانولوله‌های کربنی می‌باشند، به خوبی مشهود است.

6- نتایج حاصل از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی

تصاویر حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان از سطح صاف و پراکندگی مناسب نانولوله‌های کربنی در بستر زمینه دارد. مقادیری از نانولوله‌های کربنی که نزدیک به سطح می‌باشند و توسط تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی قابل مشاهده هستند در قالب شکل 15 مشخص می‌باشند. همانطور که در مجموعه شکل‌های شکل 15 مشاهده می‌نمایید، نانولوله‌های کربنی در نتیجه روش ساخت به کار گرفته شده به خوبی از هم باز شده اند و در سطح ماده به خوبی پراکنده شده‌اند. همچنین این تصاویر نشان از سطح صاف نمونه‌های کامپوزیتی را می‌دهد. علاوه بر این همانطور که در این تصاویر مشاهده می‌نمایید، برخی از نانولوله‌های کربنی از یک طرف و برخی نیز از دو طرف در بستر پلیمری لنگر انداخته‌اند که این امر نشان از صلب نبودن و انعطاف پذیر بودن نانولوله‌های کربنی می‌دهد. علاوه بر این باز شدن دسته‌های به هم پیوسته نانولوله‌های کربنی

جدول 4 پیک‌های هتروسیکل مربوط به باند دی و جی برای نمونه‌های حاوی 1 و 3 درصد وزنی نانولوله کربنی تک جداره

Table 4 Heterocyclic peaks related to D and G-band for samples containing 0.01 and 0.03wt% SWCNTs

شدت رامان	طول موج بر حسب Cm^{-1}	مشخصه پیک
485.22211	1583.5	0.01wt% D-band
1453.15283	1612	0.01wt% G-band
193.45305	1583	0.03wt% D-band
198.92757	1606	0.03wt% G-band

- No.6348, pp. 56-58, 1991.
- [2] M. Monthieux, *Introduction to carbon nanotubes, in carbon nanotubes: synthesis, properties and applications*, pp. 1-49, UK: John Wiley & Sons, 2011.
- [3] N. M. Mubarak, E. C. Abdullah, N. S. Jayakumar, J. N. Sahu, An overview on methods for the production of carbon nanotubes, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Vol. 20, No. 4, pp. 1186-1197, 2013.
- [4] M. J. Schulz, V. N. Shanov, Z. Yin, *Nanotube Superfiber Materials*, pp. 373-377, UK: ELSEVIER, 2014.
- [5] C. Hou, T. Li, T. Zhao, W. Zhang, Y. Cheng, Electromagnetic wave absorbing properties of carbon nanotubes doped rare metal/pure carbon nanotubes double-layer polymer composites, *Materials and Design*, Vol.33, No.1, pp. 413-418, 2012.
- [6] P. C. Kim, D. G. Lee, Composite sandwich constructions for absorbing the electromagnetic waves, *Composite Structures*, Vol. 87, No. 2, pp. 161-167, 2009.
- [7] Z. Fan, G. Luo, Z. Zhang, L. Zhou, F. Wei, Electromagnetic and microwave absorbing properties of multi-walled carbon nanotubes/polymer composites, *Materials Science and Engineering B*, Vol. 132, No.1, pp. 85-89, 2006.
- [8] I. Choi, J. G. Kim, I. S. Seo, D. G. Lee, Radar absorbing sandwich construction composed of CNT, PMI foam and carbon/epoxy composite, *Composite Structures*, Vol. 94, No. 9, pp. 3002-3008, 2012.
- [9] A. Nikfarjam, R. Rafiee, M. H. Sabour, M. Taheri, Characterization of the electrical and electromagnetic properties of CNT-based composites, *Modares Mechanical Engineering journal*, Vol. 13, No. 12, pp. 88-100, 2014. (in Persian)
- [10] M. Arjmand, K. Chizari, B. Krause, P. Potschke, U. Sundararaj, Effect of synthesis catalyst on structure of nitrogen-doped carbon nanotubes and electrical conductivity and electromagnetic interference shielding of their polymeric nanocomposites, *Carbon*, Vol. 98, No. 1, pp. 358-372, 2016.
- [11] Z. Zeng, M. Chen, H. Jin, W. Li, X. Xue, L. Zhou, Y. Pei, H. Zhang, Z. Zhang, Thin and flexible multi-walled carbon nanotube/waterborne polyurethane composites with high-performance electromagnetic interference shielding, *Carbon*, Vol. 96, No. 1, pp. 768-777, 2016.
- [12] Q. Yang, L. Liu, D. Hui, M. Chipara, Microstructure, electrical conductivity and microwave absorption properties of γ -FeNi decorated carbon nanotube composites, *Composites Part B*, Vol. 87, No. 1, pp. 256-262, 2016.
- [13] S. Kuester, G. M. O. Barra, J. C. Jr. Ferreira, B. G. Soares, N. R. Demarquette, Electromagnetic interference shielding and electrical properties of nanocomposites based on poly (styrene-b-ethylene ran-butylene-b-styrene) and carbon nanotubes, *European Polymer Journal*, Vol. 77, No. 1, pp. 43-53, 2016.

صورت نانولوله‌های تکی در آمده‌اند و به خوبی توسط ماده زمینه آغشته شده‌اند که این امر موجب بهبود خواص کامپوزیت و در نتیجه افزایش سطح مقطع در تماس نانولوله‌های کربنی با امواج الکترومغناطیس و در نتیجه افزایش میزان جذب می‌گردد. سپس این نمونه‌ها را در موجبر مربوط به باند ایکس قرار داده و تست نمودیم. نتایج حاصله نشان از افزایش جذب نمونه‌های کامپوزیتی نسبت به رزین خام می‌دهد. علاوه بر این میزان متوسط جذب برای هر کدام از نمونه‌های حاوی 1، 3 و 10 درصد وزنی در کل بازه باند ایکس به ترتیب 3.33712، 4.5889 و 12.6542 درصد می‌باشد که افزایش به ترتیب 22، 67 و 362 درصدی را از خود نشان می‌دهد.

این امر نشان می‌دهد که با افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی، به شدت به میزان افزایش جذب نیز افزوده می‌شود که این امر را می‌توان به نوعی تشدید حرکت گردابه‌ای ایجاد شده درون نانولوله‌های کربنی در اثر افزایش درصد وزنی و همپوشانی آنها با یکدیگر تعبیر کرد.

علاوه بر این با توجه به نتایج حاصل از طیف سنجی میکرو رامان مشاهده نمودیم که با افزایش درصد وزنی نانولوله‌های کربنی، شدت رامان برای نمونه حاوی 3 درصد وزنی نانولوله کربنی نسبت به نمونه حاوی 1 درصد وزنی نانولوله کربنی به شدت کاهش می‌یابد. این امر نشان می‌دهد که افزایش میزان سلول‌های هتروسیکل در بستر زمینه منجر به تشدید جذب می‌گردد که این جذب علاوه بر امواج الکترومغناطیس، پرتوهای لیزر مربوط به طیف سنجی رامان را نیز به میزان قابل توجهی جذب می‌نماید.

8- مراجع

- [1] S. Iijima, Helical microtubules of graphitic carbon, *Nature*, Vol. 354