

## بررسی توانایی حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس در نانوکامپوزیت‌های

### اپوکسی-گرافن

رحیم اقرء<sup>۱</sup>، کمال جانقربان<sup>۲\*</sup>، حبیب دانش منش<sup>۳</sup> و حبیب اله عبیری<sup>۴</sup>

#### چکیده

زمانی که وسایل و تجهیزات الکترونیکی در معرض تابش‌های الکترومغناطیس از یک منبع ناخواسته در محدوده فرکانس‌های مشابه با فرکانس‌های کاری آنها و با شدت زیاد قرار می‌گیرند، تداخل امواج الکترومغناطیس ایجاد شده و باعث وقفه یا کاهش عملکرد موثر در این تجهیزات می‌شود. حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس، فرآیند رسیدن به حد مطمئن تضعیف این امواج به وسیله انعکاس و جذب آنها به ترتیب در سطح و درون مواد محافظ می‌باشد. در این تحقیق توانایی حفاظت نانوکامپوزیت‌های اپوکسی-گرافن مورد بررسی قرار گرفت. ابتدا گرافن سنتز و مشخصه یابی شد و نانوکامپوزیت‌های اپوکسی-گرافن تا ۳ درصد وزنی بوسیله فرآیند ریخته‌گری ساخته شدند. سپس توانایی حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس آنها در محدوده فرکانس ۸ تا ۱۲ گیگاهرتز (باند X) تعیین و بررسی شد. نتایج نشان دادند که این نانوکامپوزیت‌ها توانایی حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس را دارند به گونه ای که حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس در نمونه ۳wt% گرافن، ۲۲/۳dB در فرکانس ۱۲GHz و ۱۷/۶dB در فرکانس ۸GHz اندازه‌گیری شد. مکانیزم غالب در حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس در محدوده فرکانس و درصدهای گرافن مورد بررسی، مکانیزم جذب است. به گونه ای که در نمونه ۳wt% گرافن، ۸۹/۷ درصد در فرکانس ۱۲GHz و ۸۱/۸ درصد در فرکانس ۸GHz مربوط به آن است. از این جهت، این نانوکامپوزیت‌ها می‌توانند گزینه‌ای مناسب به‌عنوان ماده جاذب امواج الکترومغناطیس نیز باشند.

واژه‌های کلیدی: اپوکسی گرافن، نانوکامپوزیت، اپوکسی، تداخل امواج الکترومغناطیس، توانایی حفاظت

۱- دانشجوی دکتری بخش مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز، مربی پژوهشی پژوهشکده مکانیک شیراز، پژوهشگاه فضایی ایران.

۲- استاد بخش مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز.

۳- دانشیار بخش مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز.

۴- استاد بخش مهندسی مخابرات، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز.

\*- نویسنده مسئول مقاله: Janghor@shirazu.ac.ir

## پیشگفتار

تداخل امواج الکترومغناطیس<sup>۱</sup> به معنای وقفه یا کاهش عملکرد موثر وسایل و تجهیزات الکترونیکی در اثر تابش‌های الکترومغناطیس از یک منبع ناخواسته در محدوده فرکانس‌های مشابه فرکانس‌های کاری آن‌ها با شدت زیاد می‌باشد [۱]. حفاظت، فرآیند رسیدن به حد مطمئن تضعیف این امواج است که به انعکاس و جذب تابش امواج الکترومغناطیس به وسیله مواد که در حقیقت مانعی در برابر عبور کامل موج است، اطلاق می‌شود. امواج الکترومغناطیس دارای طیفی گسترده بوده و امواج رادیویی با انرژی کم تا تابش‌های پر انرژی گاما را در بر می‌گیرد. محدوده معمول حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس<sup>۲</sup> از چند Hz تا ۱۰۰ GHz می‌باشد [۲].

از دیدگاه میکروسکوپی، عملکرد مواد در میدان‌های الکترومغناطیس، به وسیله جابه جایی الکترون‌های آزاد و پیوندی آن‌ها در میدان الکتریکی و جهات حرکت‌های اتمی آن‌ها در میدان مغناطیسی تعیین می‌شود. بر اساس معادله‌های ماکسول [۳] از دیدگاه ماکروسکوپی، واکنش مواد (جذب و انعکاس) در برابر امواج الکترومغناطیس به وسیله سه پارامتر مرتبط با هم، نفوذپذیری الکتریکی<sup>۴</sup>  $(\epsilon = \epsilon' - j\epsilon'')$ ، قابلیت نفوذ مغناطیسی<sup>۵</sup>  $(\mu = \mu' - j\mu'')$  و هدایت الکتریکی  $(\sigma)$  تعیین می‌شود.  $\epsilon'$  و  $\mu'$  بخش‌های حقیقی<sup>۶</sup> در ارتباط با ذخیره و  $\epsilon''$  و  $\mu''$  بخش‌های موهومی<sup>۷</sup> در ارتباط با اتلاف امواج الکترومغناطیس می‌باشند. همچنین نسبت بخش موهومی به بخش حقیقی برابر فاکتور اتلاف<sup>۸</sup> ماده است [۲].

روی هم رفته، فلزات هادی با توجه به دارا بودن الکترون‌های آزاد و توانایی در انعکاس امواج الکترومغناطیس از دیر باز به عنوان نخستین حفاظت کننده‌ها در برابر تداخل این امواج به صورت‌های حجمی یا روکش بکار گرفته می‌شدند. در این راستا به گونه سنتی

جعبه تجهیزات و سازه‌های اصلی فضاپیماها، ماهواره‌ها و تجهیزات پرتاب از آلومینیوم، فولاد و دیگر فلزات هادی ساخته می‌شدند. پس از آن، مواد کامپوزیت پلیمری به دلیل وزن کم، استحکام نسبت به وزن مناسب و سهولت در ساخت، با استفاده از پرکننده‌های هادی معمول، فایبرها یا پوسته‌های گرافیتی، فایبرهای گرافیتی با پوشش فلزی و تورهای هادی و یا اعمال پوشش‌های هادی و رنگ‌های هادی جایگزین برخی قسمت‌های فلزی سازه‌های فضاپیما و جعبه‌های تجهیزات شدند [۴، ۲، ۱]. در دو، سه دهه گذشته، با رشد انفجاری الکترونیک، ارتباطات راه دور و تجهیزات و استفاده از فناوری‌های نوین الکترونیکی بر پایه کوچک کردن و سبک کردن اجزاء و ریز پردازنده‌های الکترونیکی جهت کاربرد در بردهای الکترونیکی و سیستم‌های کنترل و استفاده از این فناوری در همه عرصه‌ها و زمینه‌ها از قبیل هوا- فضا، سیستم‌های دفاعی، تجهیزات پزشکی صنعتی و حتی در وسایل و تجهیزات روزمره زندگی، افزایش چشمگیر کاربرد امواج الکترومغناطیس و افزایش محدوده فرکانسی بکار رفته را به همراه داشته است [۲] که نتیجه آن تلاش‌های همیشگی پژوهشگران در طول دو دهه گذشته برای رسیدن به مواد و ساختارهای نوین برای کاهش تداخل امواج الکترومغناطیس بوده است. با دستیابی به مواد با اندازه نانو، افق نویدبخشی برای این پژوهشگران باز شده است. در این میان کشف تک لایه‌های گرافیت (گرافن)<sup>۸</sup> در سال ۲۰۰۴ به وسیله گیم و همکارانش [۵] با خصوصیات برجسته و منحصر به فرد حرارتی، الکتریکی، مکانیکی و فیزیکی (از جمله هدایت حرارتی  $5000 \text{ W/m.K}$ ، هدایت الکتریکی  $6000 \text{ S/cm}$ ، استحکام کششی  $130 \text{ GPa}$  و سطح موثر  $2630 \text{ m}^2/\text{g}$ ) و همچنین، دسترسی آسان به ماده اولیه آن (گرافیت)، امکان تولید انبوه با خلوص بالا و هزینه کم، نظر پژوهشگران را بیش‌تر به خود معطوف کرده است. به گونه ای که در دهه اخیر کاربردهای نوینی در زمینه‌های گوناگون مانند حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس، فتوولتیک، الکترونیک، حس‌گرها و ... را به خود اختصاص داده است [۶، ۷]. گرافن می‌تواند به وسیله

<sup>1</sup>-Electromagnetic interference

<sup>2</sup>-Electromagnetic interference shielding

<sup>3</sup>-Permittivity

<sup>4</sup>- Permeability

<sup>5</sup>- Real

<sup>6</sup>-Imaginary

<sup>7</sup>-Dissipation factor

<sup>8</sup>-Graphene

آن‌ها در محدوده فرکانس ۸ تا ۱۲ گیگاهرتز (باند X) مورد بررسی قرار گرفت.

### مواد و دستگاهها

پودر گرافیت (شماره فنی ۱/۶۰۲۴۰)، استون و مواد دیگر، مانند اسید سولفوریک، اسیدنیتریک، کلراتیتاسیم، اسید هیدروکلریک و کلریدباریم، برای سنتز گرافن از نمایندگی شرکت مرک آلمان در ایران خریداری شد. رزین اپوکسی (M506) بر اساس بیسفنول-A و سخت کننده<sup>۶</sup> پلی امینی (HA 11) از شرکت مواد مکرر ایران تهیه شد.

برای تعیین خلوص گرافیت، اکسید گرافیت و گرافن، از پراش اشعه ایکس با دیفرکتومتر اشعه ایکس با تابش  $\text{Cu}, \text{K}\alpha$ ، طول موج  $1.54 \text{ \AA}$  و ولتاژ  $40 \text{ kV}$  مدل GNR, EXPLORER استفاده شد. ریخت شناسی گرافن سنتز شده و چگونگی پخش آن در زمینه اپوکسی به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل (S4160FESEM) ساخت شرکت Hitachi کشور ژاپن و میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل (LEICA CAMBRIDGE S360) بررسی گردید. طیف‌های رامان از دستگاه مدل SENTERRA(2009) ساخت شرکت Bruker کشور آلمان با طول موج لیزر  $785 \text{ nm}$  با محدوده طیف  $200 \text{ cm}^{-1}$  تا  $3500 \text{ cm}^{-1}$  برای مطالعه ساختار گرافن سنتز شده، استخراج گردید. برای اندازه گیری پارامترهای تفرق ( $S_{11}, S_{12}$ ) و محاسبه مقدار حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس از شبکه آنالیزکننده برداری (VNA, ZVM, Rohde & Schwarz, Germany) در بخش مخابرات دانشکده مهندسی شیراز استفاده شد. ابتدا نمونه‌های مکعبی استاندارد موج بر در باند ایکس با ابعاد  $22/8 \text{ mm}$  و  $10/1 \text{ mm}$  و ضخامت  $10 \text{ mm}$  ساخته شد و مورد تابش امواج در محدوده ۸ تا  $12 \text{ GHz}$  قرار گرفت.

### روش‌ها

#### سنتز گرافن

نانو صفحات گرافنی بر اساس روش انبساط و احیای حرارتی [۲۱] تولید شد. اسید سولفوریک غلیظ (۹۸wt%)،

چهار روش اصلی تولید شود. (۱) رسوب شیمیایی بخار<sup>۱</sup>، رشد همبافته<sup>۲</sup> فیلم‌های گرافن روی زمینه‌های عایق الکتریکی، (۳) ورقه ورقه کردن مکانیکی<sup>۳</sup> و (۴) احیای شیمیایی یا حرارتی مشتقات گرافن مانند اکسید گرافن. در میان این روش‌ها، روش چهارم توانایی تولید مقدار زیاد گرافن که مناسب برای اعمال در کامپوزیت باشد را دارد [۱۰-۸].

پژوهش‌های متعددی برای ساخت نانوکامپوزیت‌های پلیمر-گرافن و بررسی خواص دی الکتریک و جذب و حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس انجام گرفته است [۱۱-۱۷]. نتایج این پژوهش‌ها نشان می‌دهند که گرافن حتی در درصدهای وزنی پایین تاثیری بسزا در بهبود خصوصیات این پلیمرها دارد و با افزایش درصد آن تاثیرگذاریش بیشتر می‌شود. برای مثال، هانگ<sup>۴</sup> و همکارانش [۱۱] نشان دادند که فوم نانوکامپوزیت پایه پلی متیل متا اکریلیک در  $1/8 \text{ vol\%}$  گرافن، حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس به مقدار ۱۳ تا  $19 \text{ dB}$  را در محدوده فرکانس ۸ تا  $12 \text{ GHz}$  داشته است. همچنین، لیانگ<sup>۵</sup> و همکارانش [۱۳] بازدهی حفاظت  $21 \text{ dB}$  را برای  $8/8 \text{ vol\%}$  گرافن در نانوکامپوزیت اپوکسی-گرافن گزارش کرده‌اند، اما با توجه به گستردگی و تنوع پلیمرها بویژه اپوکسی با داشتن خصوصیات مناسبی همچون مقاومت عالی خوردگی و شیمیایی، خصوصیت چسبندگی خوب، دانسیته کم ( $1/1 \text{ g/cm}^3$ ) و بویژه قیمت ارزان به صورت جزء اصلی پوشش‌ها و چسب‌ها کاربرد دارد و به عنوان زمینه اصلی در موضوع‌های متنوع مهندسی از ساختارهای کامپوزیتی تا میکرو الکترونیک کاربرد دارد [۲۰-۱۸]. همچنین، در محدوده وسیع فرکانس مورد استفاده، داده های گزارش شده محدود بوده و نیاز به پژوهش‌های جدید دارد. در این پژوهش، ابتدا گرافن به روش انبساط و احیای حرارتی سنتز و سپس مشخصه‌یابی شد. سپس نمونه‌های نانو کامپوزیت‌های اپوکسی-گرافن تا  $3 \text{ wt\%}$  ساخته شد و توانایی حفاظت در برابر تداخل امواج الکترومغناطیس

<sup>1</sup>-Chemical vapor deposition (CVD)

<sup>2</sup>-Epitaxial growth

<sup>3</sup>-Mechanical exfoliation

<sup>4</sup> - Zhang

<sup>5</sup> - Liang

<sup>6</sup> -Hardner

پس از آن، مخلوط آماده شده برای خارج شدن استون به مدت ۱۸ ساعت در دمای  $60^{\circ}\text{C}$  در خشک کن قرار داده شد و در انتها سخت کننده به مقدار ۱۵ درصد وزنی به آن افزوده شد. پس از حباب زدایی در خلاء به مدت ۲۰ دقیقه، در قالب‌های مربوطه ریخته‌گری و پس از هفت روز، پخت کامل گردید. هم‌چنین، نمونه اپوکسی خالص نیز برای مقایسه تهیه شد.

### اندازه‌گیری حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس ( $SE_T$ )<sup>۱</sup>

روی هم رفته، سه پدیده زیر می‌توانند در حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس، نقش داشته باشند [۴]. انعکاس هادی<sup>۲</sup>: مولفه میدان مغناطیسی متغیر انرژی الکترومغناطیس برخوردی، یک جریان الکتریکی القایی در مواد محافظ ایجاد می‌کند که بر اساس قانون لنز فارادی<sup>۳</sup> باعث تولید میدان مغناطیسی مخالف با میدان مغناطیسی برخوردی می‌شود و میدان کلی آن طرف محافظ را کاهش می‌دهد.

انعکاس مغناطیسی<sup>۴</sup>: زمانی که ماده محافظ قابلیت نفوذ مغناطیسی بالایی داشته باشد، خطوط شار مغناطیسی محدود به مسیرهای هادی درون محافظ می‌شود و به محیطی که محافظت شده است، گسترش نمی‌یابند.

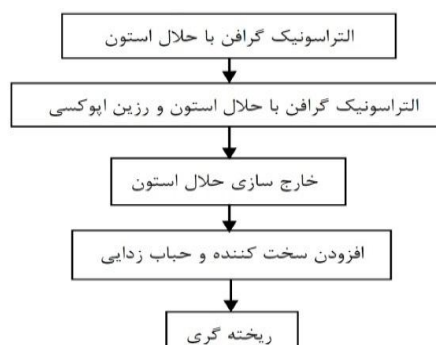
جذب انرژی در اثر هدایت<sup>۵</sup>: این پدیده به اتلاف انرژی در محیط محافظ هادی بر می‌گردد که خود را به صورت تضعیف میدان آشکار می‌کند.

مقدار حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس از جمع سه پارامتر، حفاظت ناشی از انعکاس ( $SE_R$ )، حفاظت ناشی از جذب ( $SE_A$ ) و حفاظت ناشی از انعکاس دوباره ( $SE_M$ ) بدست می‌آید و به صورت کلی زیر تعریف می‌شود [۲، ۱۱، ۲۲]

با اسید نیتریک غلیظ (۵۷wt% ، ۶۷mL) در حمام آب و یخ مخلوط شده و سپس ۶ گرم گرافیت به آن افزوده و هم زده شد. پس از ۱۵ دقیقه ۶۳ گرم کلرات پتاسیم به تدریج به این مخلوط اضافه و به مدت ۴ روز در همین حالت نگه داشته شد. پس از آن، مخلوط با محلول اسید هیدروکلریک (۰/۱M) شسته شده و این کار تا زمانی که یون سولفات به وسیله محلول کلرید باریم شناسایی نشده، ادامه داده شد. سپس اکسید گرافیت تشکیل شده با استفاده از سانتریفیوژ جدا و در خشک کن در دمای  $70^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۰ ساعت خشک گردید. سپس در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  به مدت ۳۰ ثانیه در اتمسفر نیتروژن شوک حرارتی داده شد. در اثر این شوک، انبساط زیاد (حدود ۲۰۰ درصد) رخ داده و ورقه‌های اکسید گرافن از هم باز و هم زمان درصد عمده‌ای از آن‌ها احیا شدند. در نهایت، ورقه‌های باز شده با دستگاه التراسونیک با توان ۲۰۰ وات به مدت ۴ ساعت لرزش داده شد تا از هم جدا شوند.

### ساخت نمونه‌های نانوکامپوزیت

بر اساس طرح کلی که در شکل ۱ نشان داده شده است، برای ساخت نمونه‌های نانوکامپوزیت از روش ریخته‌گری استفاده شد. برای این منظور، ابتدا ورقه‌های گرافن در محیط استون به وسیله دستگاه التراسونیک با توان ۱۰۰ وات به مدت ۴۰ دقیقه از هم جدا شدند. سپس رزین اپوکسی به آن اضافه شده و دوباره به مدت ۹۰ دقیقه التراسونیک انجام گرفت.



شکل ۱- طرح کلی ساخت نمونه‌های نانوکامپوزیت اپوکسی-گرافن.

<sup>1</sup>- Total Shielding Effective Leff

<sup>2</sup>- Conductive reflection

<sup>3</sup>- Faraday-Lenz's law

<sup>4</sup>- magnetic reflection

<sup>5</sup>- conductive energy absorption

$$SE_T(\text{dB}) = SE_R + SE_A + SE_M = 10 \log\left(\frac{P_T}{P_I}\right) = 20 \log\left(\frac{E_T}{E_I}\right) = 20 \log\left(\frac{H_T}{H_I}\right) \quad (۱)$$

از دیدگاه تئوری،  $SE_T$  بر حسب مشخصات دی الکتریک ماده به صورت زیر بدست می‌آید [۲۲،۲].

$$SE_T(\text{dB}) = -10 \log\left(\frac{\sigma_T}{16\omega\epsilon\mu}\right) - 8.68t\left(\frac{\sigma_T\omega\mu}{2}\right)^{1/2} \quad (۲)$$

که در آن  $t$  ضخامت ماده محافظ و  $\sigma_T$  هدایت الکتریکی کل است که از رابطه زیر تعیین می‌شود [۲۲].

$$\sigma_T = \sigma_{ac} + \sigma_{dc} = \omega\epsilon_0\epsilon'' \quad (۳)$$

ترم نخست و دوم در رابطه ۲ به ترتیب مربوط به  $SE_R$  و  $SE_A$  می‌باشد. روابط ۲ و ۳ نشان می‌دهند که در مواد با هدایت متوسط و غیر مغناطیس، نفوذپذیری الکتریکی و هدایت الکتریکی در بهبود حفاظت اهمیت دارند که نانوکامپوزیت‌های اپوکسی-گرافن مورد بررسی نیز جزو این مواد بشمار می‌آیند.

به صورت آزمایشگاهی، با استفاده از پارامترهای تفرق استخراج شده از دستگاه شبکه آنالیز کننده برداری<sup>۳</sup> و روابط زیر، ضرایب انعکاس<sup>۴</sup> ( $R$ )، عبور<sup>۵</sup> ( $T$ ) و جذب<sup>۶</sup> ( $A$ ) محاسبه شده و از آن‌جا پارامترهای حفاظت  $SE_R$  و  $SE_A$  و مقدار حفاظت کلی  $SE_T$  تعیین می‌شوند [۱۱،۲].

$$T = \left(\frac{E_T}{E_I}\right)^2 = |S_{12}|^2 = |S_{21}|^2 \quad (۴)$$

$$R = \left(\frac{E_R}{E_I}\right)^2 = |S_{11}|^2 = |S_{22}|^2 \quad (۵)$$

$$A = (1 - R - T) \quad (۶)$$

شدت موج درون حفاظ پس از انعکاس اولیه مقدار  $(1-R)$  می‌باشد که برای نرمالیزه کردن جذب ( $A$ ) و رسیدن به جذب موثر<sup>۷</sup> ( $A_{eff}$ ) استفاده می‌شود.

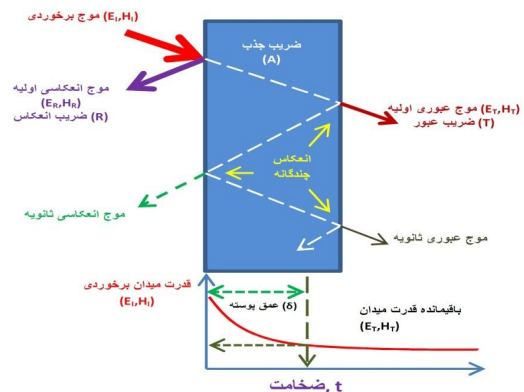
$$A_{eff} = \frac{1 - R - T}{1 - R} \quad (۷)$$

$$SE_R = 10 \log(1 - R) \quad (۸)$$

$$SE_A = 10 \log(1 - A_{eff}) = 10 \log\left[\frac{T}{1 - R}\right] \quad (۹)$$

که در آن  $H_I, E_I, P_I$  به ترتیب توان، شدت میدان الکتریکی و مغناطیسی موج برخوردی به سطح و  $H_T, E_T, P_T$  به ترتیب توان، شدت میدان الکتریکی و مغناطیسی موج عبوری می‌باشند.

انعکاس در اثر عدم انطباق نسبی امپدانس موج برخوردی با امپدانس سطح محافظ ایجاد می‌شود. جذب به عنوان اتلاف انرژی امواج الکترومغناطیس در محافظ در نظر گرفته می‌شود و انعکاس دوباره مربوط به اثر پراکندگی از سطوح داخلی محافظ می‌باشد. در محاسبات عملی، اگر شرایط میدان الکتریکی یا موج صفحه‌ای<sup>۱</sup> بر مسئله حاکم بوده و یا  $SE_A > 10\text{dB}$  باشد،  $SE_M$  قابل صرف نظر کردن است [۲]. شکل ۲ مکانیزم‌هایی که در حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس دخالت دارند را نشان می‌دهد. در این شکل عمق پوسته<sup>۲</sup> به ضخامت از محافظ اتلاق می‌شود که دامنه موج در هر فرکانس به  $\frac{1}{e} \frac{1}{E}$  دامنه موج در سطح برسد و مقدار آن برابر  $\delta = \sqrt{\frac{2}{2\pi f \mu \sigma}}$  می‌باشد که در آن  $\sigma$  هدایت الکتریکی،  $\mu$  قابلیت نفوذ مغناطیسی و  $f$  فرکانس می‌باشد.



شکل ۲- شماتیک مکانیزم‌های شرکت کننده در حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس.

<sup>۳</sup> - Vector Network Analyzer (VNA)

<sup>۴</sup> - Reflectance

<sup>۵</sup> - Transmittance

<sup>۶</sup> - Absorbance

<sup>۷</sup> - Effective absorbance

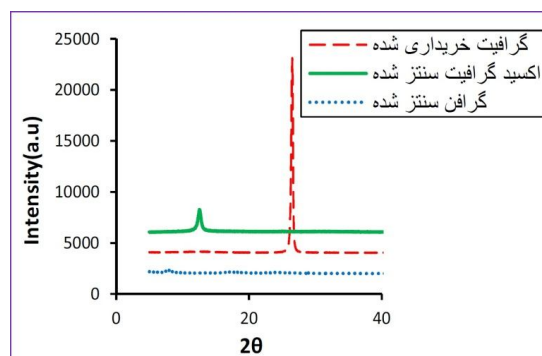
<sup>۱</sup> - plane wave

<sup>۲</sup> - skin depth

## نتایج و بحث

## گرافن سنتز شده

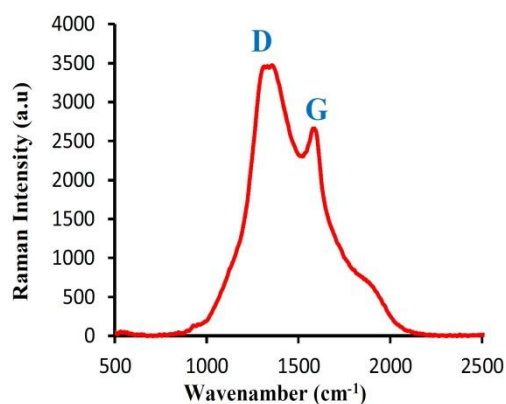
نتایج آزمایش پراش اشعه ایکس (XRD) گرافیت، اکسید گرافیت و گرافن سنتز شده در شکل ۳ آمده است. گرافیت اولیه در زاویه  $2\theta$  برابر با  $26.5^\circ$  درجه پیک داده است که بر اساس قانون براگ ( $n\lambda = 2d\sin\theta$ ) در ارتباط با تکرار صفحات گرافیت با فاصله  $3.7 \text{ \AA}$  می‌باشد.



شکل ۳- طیف‌های بدست آمده از آزمایش پراش اشعه ایکس در مراحل سنتز گرافن.

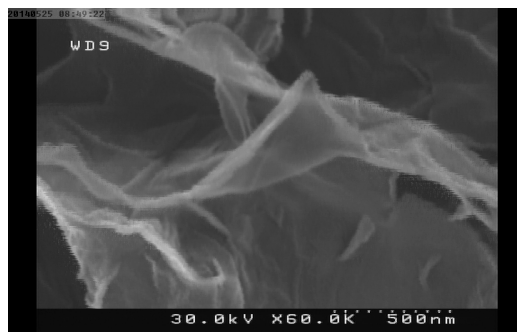
با تبدیل گرافیت به اکسید گرافیت و زیاد شدن فاصله تکرار صفحات تا  $7.8 \text{ \AA}$ ، پیک در زاویه  $2\theta$  برابر با  $12.6^\circ$  درجه ظاهر می‌شود. با تشکیل گرافن و نامنظم و باز شدن صفحات، دیگر پیکی دیده نمی‌شود که در حقیقت نشان‌دهنده سنتز موفقیت‌آمیز گرافن است.

در شکل ۴ نتایج آزمایش رامان آمده است. همان گونه که در شکل دیده می‌شود گرافن سنتز شده در طول موج‌های  $1340 \text{ cm}^{-1}$  و  $1585 \text{ cm}^{-1}$  پیک داده است که به ترتیب مربوط به باند D و باند G می‌باشد.



شکل ۴- نتایج آزمایش رامان گرافن سنتز شده.

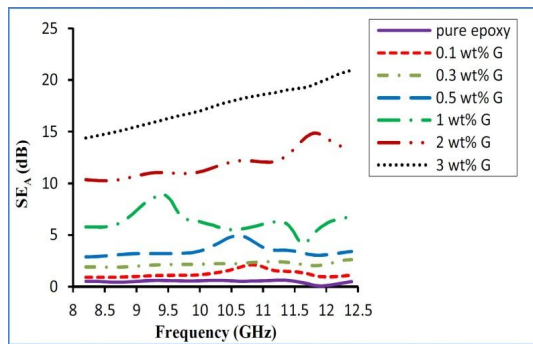
باند D مربوط به فوتون‌های نقطه K تقارن  $A_{1g}$  بوده و تنها در مواد کربنی نامنظم نمایان می‌شود. این باند در ارتباط با تشکیل کربن‌های هیبریدی  $sp^3$ ، حضور ناخالصی و عیوب در ساختار گرافن است. شدت این باند به حضور رینگ‌های اتروماتیکی وابسته است و در صورت کوچک بودن این نواحی و کاهش آن‌ها، شدت آن افزایش می‌یابد. باند G در ارتباط با کشیدگی و درگیر بودن جفت کربن  $sp^2$  در صفحه گرافیت می‌باشد. نسبت  $I_D/I_G$  که نشان‌دهنده تشکیل گرافن، ایجاد عیب یا عامل دار شدن صفحات گرافن می‌باشد، برابر با  $1/3$  است [۲۴، ۲۳، ۱۸]. عکس میکروسکوپ الکترونی روبشی گرافن سنتز شده در شکل ۵ آمده است. صفحات جدا شده و درهم رفته با اندازه چند نانومتر در این شکل دیده می‌شود.



شکل ۵- عکس میکروسکوپ الکترونی روبشی گرافن سنتز شده

## حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس

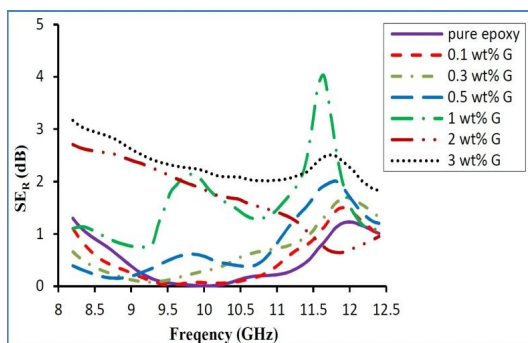
بهره‌گیری مفید از یک نانوکامپوزیت پلیمری برای بهبود و افزایش توانایی حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس، به پخش یکنواخت فیلر در زمینه، ریخت شناسی فیلر بویژه نسبت سطح به حجم و خصوصیات الکتریکی آن بستگی دارد [۱۸]. هر چند افزایش مقدار گرافن در زمینه باعث ایجاد مکان‌های انباشتگی و کاهش خصوصیات مکانیکی می‌شود [۲۰، ۱۸]، اما یکنواختی کلی در پخش گرافن برای افزایش خصوصیات دی‌الکتریک و هدایت الکتریکی و در نتیجه، حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس لازم است. البته، تعدادی از پژوهشگران در ارتباط با نانو تیوپ‌های کربن گزارش کرده‌اند که وجود تعدادی نواحی انباشتگی در افزایش هدایت الکتریکی نانوکامپوزیت خیلی موثر است [۲۷-۲۵]. مشاهده توزیع



شکل ۸- بخش جذب مقدار حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس نمونه‌های نانوکامپوزیت.

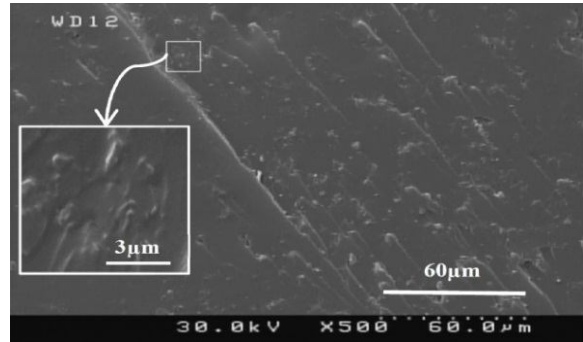
هم‌چنین، جهش در قابلیت جذب امواج به وسیله نمونه‌های حاوی بیش‌تر از ۱wt% گرافن مربوط به رسیدن به درصد آستانه هدایت این نانوکامپوزیت‌ها می‌باشد. نتایج بالا نشان دهنده تاثیرگذاری بسیار زیاد گرافن در افزایش خاصیت جذب امواج الکترومغناطیس اپوکسی حتی در درصدهای وزنی کم می‌باشد. افزایش  $SE_A$  با فرکانس مربوط به کاهش ضخامت عمق پوسته و بیش‌تر شدن مقدار هدایت الکتریکی در فرکانس‌های بالاتر می‌باشد [۱۶]. با توجه به اینکه با افزایش گرافن و رسیدن آن به آستانه هدایت، افزایش هدایت الکتریکی جهشی خواهد داشت در نتیجه حساسیت  $SE_A$  با افزایش فرکانس بیش‌تر خواهد شد. بنابراین، افزایش کم  $SE_A$  با فرکانس در درصدهای پایین گرافن و افزایش محسوس آن در درصدهای بالاتر قابل توجیه می‌باشد.

شکل ۹ مقدار بدست آمده برای بخش انعکاس حفاظت کلی نمونه‌های نانوکامپوزیت را نشان می‌دهد.

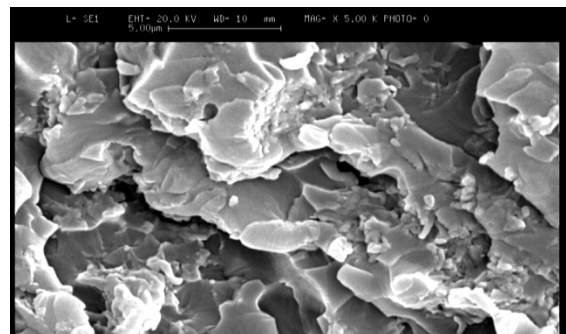


شکل ۹- بخش انعکاس مقدار حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس نمونه‌های نانوکامپوزیت.

مناسب گرافن در شکل ۶ و سطح شکست یکنواخت در شکل ۷، پخش قابل قبول گرافن را تایید می‌کند که نشان دهنده مناسب بودن روش بکار گرفته شده برای ساخت نمونه‌های نانوکامپوزیت اپوکسی-گرافن می‌باشد.



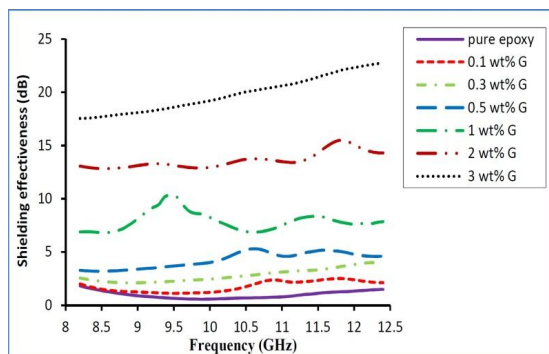
شکل ۶- عکس میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح نمونه نانوکامپوزیت اپوکسی با ۳ درصد وزنی گرافن.



شکل ۷- عکس میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح شکست کششی نمونه نانوکامپوزیت اپوکسی با ۱ درصد وزنی گرافن.

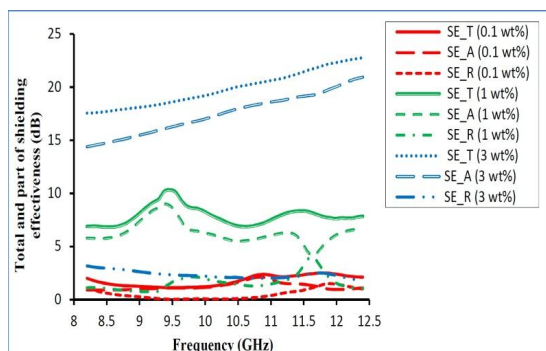
بخش جذب حفاظت کلی محاسبه شده نمونه‌های نانوکامپوزیت در شکل ۸ آمده است.

همان گونه که مشخص است با افزایش گرافن مقدار جذب امواج الکترومغناطیس نسبت به اپوکسی خالص افزایش چشمگیری داشته است که در نمونه ۳wt% گرافن به حدود ۲۰dB در فرکانس ۱۲GHz و ۱۴/۴dB در فرکانس ۸GHz می‌رسد که به ترتیب ۱۳۳ و ۲۷/۶ برابر اپوکسی خالص می‌باشد.



شکل ۱۰- مقدار حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس نمونه‌های نانوکامپوزیت.

برای بررسی نقش بخش‌های جذب و انعکاس حفاظت کلی نمونه‌های نانوکامپوزیت در درصد‌های گوناگون گرافن، نتایج سه ترکیب در شکل ۱۱ آورده شده است. از ۲۲/۳dB حفاظت کلی نمونه ۳wt% گرافن در فرکانس ۱۲GHz، ۲۰dB آن متعلق به بخش جذب است که معادل ۸۹/۷ درصد آن می‌باشد. همچنین، ۸۳/۹ درصد از حفاظت کلی نمونه ۱wt% گرافن در فرکانس ۸GHz معادل با ۵/۸dB مربوط به بخش جذب است. این مقادیر نشان می‌دهند که در محدوده فرکانس مورد بررسی و در همه ترکیب‌ها، مکانیزم جذب غالب است و مکانیزم انعکاس سهم کمی در حفاظت کلی نمونه دارد.



شکل ۱۱- بخش جذب و انعکاس و حفاظت کل نمونه‌های نانوکامپوزیت.

### نتیجه‌گیری

با توجه به نتایج بدست آمده، گرافن سنتز شده از خصوصیات لازم برخوردار بوده و مناسب می‌باشد و همچنین، روش استفاده شده برای ساخت نمونه‌های نانوکامپوزیت قابل قبول بوده و گرافن از پخش مناسبی در زمینه اپوکسی برخوردار است. نانوکامپوزیت‌های اپوکسی-

با افزودن گرافن بخش انعکاس حفاظت کلی اپوکسی نیز افزایش شایان توجهی داشته است، اما افزایش آن کم‌تر از افزایش بدست آمده برای بخش جذب است که بیانگر نقش بیش‌تر گرافن در جذب امواج الکترومغناطیس می‌باشد. این به دلیل سطح موثر زیاد و در هم پیچیده گرافن است که می‌تواند موج را در ماده به وسیله انعکاس‌های متوالی حبس کرده و مقدار جذب را افزایش دهد [۱۱]. از سوی دیگر، گرافن باعث افزایش نفوذ پذیری الکتریکی پلیمر می‌شود. بویژه بخش موهمی آن ناشی از هدایت الکتریکی بسیار بالاست که در جذب امواج الکترومغناطیس به گونه موثر شرکت می‌کند [۲۲، ۱۵، ۶]. بخش انعکاس نمونه نانوکامپوزیت با ۳ درصد گرافن در فرکانس ۸GHz به ۳/۷۱dB و در ۱۲GHz به ۲/۳dB می‌رسد. این کاهش را می‌توان به افزایش انرژی موج، توانایی نفوذ و جذب بیش‌تر در اثر افزایش فرکانس نسبت داد. با توجه به این‌که انعکاس موج تنها به سطح وابسته است، پیک ایجاد شده در حدود فرکانس ۱۲GHz را می‌توان به تغییر زاویه برخورد موج با سطح نمونه در اثر تغییر فرکانس و در نتیجه آن تغییر مقدار انعکاس نسبت داد. همچنین، نا یکنواختی رفتار مشاهده شده در درصد‌های پایین گرافن مربوط به نا همگن بودن گرافن در سطح نمونه‌های نانوکامپوزیت به دلیل مقدار کم آن می‌باشد که با افزایش مقدار گرافن این عدم یکنواختی مشاهده نمی‌شود.

مقدار حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس نمونه‌های نانوکامپوزیت در شکل ۱۰ آورده شده است. نقش بسیار زیاد گرافن در ایجاد توانایی حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس در نمونه‌های نانوکامپوزیت مشاهده می‌شود. حفاظت از تداخل امواج الکترومغناطیس نمونه ۳wt% گرافن به حدود ۲۲/۳dB در فرکانس ۱۲GHz و ۱۷/۶dB در فرکانس ۸GHz می‌رسد. این نتیجه نشان می‌دهد که نانو کامپوزیت اپوکسی-گرافن به‌خوبی قابلیت استفاده در کاربردهای حفاظت در برابر تداخل امواج الکترومغناطیس را دارد بویژه به دلیل سبک بودن برای کاربردهای هوافضا بسیار مناسب است.



مکانیزم جذب می‌باشد. با توجه به سهم ۸۹/۷ درصدی بخش جذب از حفاظت کلی نمونه ۳wt% گرافن در فرکانس ۱۲GHz و ۸۱/۸ درصدی آندر فرکانس ۸GHz، این نانوکامپوزیت‌ها می‌توانند به عنوان مواد جاذب امواج الکترومغناطیس استفاده شوند.

گرافن با بیش از ۲ درصد وزنی گرافن قابلیت استفاده به عنوان مواد محافظ در برابر تداخل امواج الکترومغناطیس در محدوده فرکانس ۸ تا ۱۲GHz (باند X) را دارند. مکانیزم غالب در حفاظت کلی از تداخل امواج الکترومغناطیس در محدوده فرکانس و درصدهای گرافن مورد بررسی،

### References

- 1-R.W. Evans, "Design Guidelines for Shielding Effectiveness, Current Carrying Capability and Enhancement of Composite Materials", Appendix A, Fourth Quarter of First Annual Report, NASA-CR-200790, 1996.
- 2- M.Jaroszewski, and J. Ziaja, "EM Shielding-Theory and Development of New Materials", Ch.4, p. 1-6, Research Signpost, Kerala, India, 2012.
- 3-L.F.Chen, C.K. Ong, C.P.Neo, V.V. Varadan, and V.K. Varadan, Microwave Electronics - Measurement and Materials Characterization, p.7, John Wiley and Sons, England, 2004.
- 4- P.S. Neelakanta, Hand Book of Electromagnetic Materials – Monolithic and Composite Versions and Their Applications, p. 452-3, CRC Press, Florida, 1995.
- 5- K.S. Navoselov, A.K. Geim, S.V. Morozov, D. Jiang, Y. Zhang, S.V. Dubonos, I.V. Grigorieva and A.A. Firsov, "Electricfield Effect in Atomically Thin Carbon Films", Science, Vol. 306, pp. 666-9, 2004.
- 6-G. De Bellis, A.Tamburrano, A. Dinescu, M.L. Santarelli, and M.S. Sarto, "Electromagnetic Properties of Composites Containing Graphite Nanoplatelets at Radio Frequency", Carbon, Vol. 49, pp. 4291-4300, 2011.
- 7- J. Du, and H.M. Cheng, "The Fabrication, Properties, and Uses of Graphene/Polymer Composites", Macromol. Chem. Phys, Vol. 213, pp. 1060-1077, 2012.
- 8- H. Kim, A.A. Abdala, and C.W. Macosko, "Graphene / Polymer

- Nanocomposites", Macromolecules, Vol. 43, pp. 6515–6530, 2010.
- 9- D. Galpaya, M. Wang, M. Liu, N. Motta, E.Waclawik, and C. Yan, "Recent advances in Fabrication and Characterization of Graphene-Polymer Nano Composites", Graphene, Vol. 1, pp. 30-49, 2012.
- 10-M.A. Rafiee, J.Rafiee, Z. Wang, H. Song, Z.Z. Yu, and N.Koratkar, "Enhanced Mechanical Properties of Nano Composites at Low Graphene Content", ACSNano, Vol. 3, No. 12, pp.3884-3890, 2009.
- 11- H.B. Zhang, Q. Yan, W.G. Zhang, Z. He, and Z.Z. Yu, "Tough graphene polymer Microcellular Foams for Electro Magnetic Interference Shielding", ACS Applied Materials & Interfaces, Vol 3, pp. 918-924, 2011.
- 12- E. Varrla, S.Venkataraman, and R.Sundara, "Functionalized Graphene-PVDF Foam Composites for EMI Shielding", Macro Molecular Materials and Engineering, Vol. 296, pp. 894-898, 2011.
- 13-J. Liang, Y. Wang, Y. Huang, Y. Ma, Z. Liu, J. Cai, C. Zhang, H. Gao, and Y. Chen, "Electro Magnetic Inter FERENCE Shielding of Graphene/Epoxy Composites", Carbon, Vol. 47, pp. 922-925, 2009.
- 14- D.H. Tien, J. Park, S.A. Han, M. Ahmad, and Y.Seo, "Electrical and Thermal Conductivities of Stycast 1266 Epoxy/Graphene Composites", Korean Physical Society, Vol. 59, pp. 2760-2746, 2011.
- 15-P.Bhattacharya, C.K. Das, and S.S. Kalra, "Graphene and MWCNT:Potential

- Candidate for Microwave Absorbing Materials”, *Materials Science Research*, Vol. 1, No. 2, pp. 126-132, 2012.
- 16-A.P. Singh, P. Garg, F. Alam, K. Singh, R.B. Mathur, R.P. Tandon, A. Chandra, and S.K. Dhawan, “Phenolic Resin-Based Composite Sheets Filled with Mixtures of Reduced Graphene Oxide,  $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$  and Carbon Fibers for Excellent Electromagnetic Interference Shielding in the X-Bond”, *Carbon*, Vol. 50, pp. 3868-3875, 2012.
- 17-O.A. Al-Hartomy, A. Al-Ghamdi, N. Dishovsky, R. Shtarkova, V. Ilive, I. Mutlay, and F. El-Tantawy, “Dielectric and Microwave Properties of Natural Rubber Based Nano Composites Containing Grapheme”, *Materials Science and Application*, Vol. 3, pp. 453-459, 2012.
- 18-X.J. Shen, Y. Liu, H.M. Xiao, Q.P. Feng, Z.Z. Yu, and S.Y. Fu, “The Reinforcing Effect of GNSs on the Cryogenic Mechanical Properties of Epoxy Resins”, *Composites Science and Technology*, Vol. 72, pp. 1581-1587, 2012.
- 19- I. Zaman, T.M. Lip, Q.H. Le, L. Luong, and J. Ma, “A Facile Approach to Epoxy/Graphene Platelets Nano Composites”, *18<sup>TH</sup> International Conference on Composite Materials*, Korea, Vol. , pp. , 2011.
- 20-S. Chatterjee, J.W. Wang, W.S. Kuo, N.H. Tai, C. Salzmann, W.L. Li, R. Hollertz, F.A. Nüesch, and B.T.T. Chu, “Mechanical Reinforcement and Thermal Conductivity in Expanded Graphene Nanoplatelets Reinforced Epoxy Composites”, *Chemical Physics Letters*, Vol. 531, pp. 6–10, 2012.
- 21- P.Guo, H. Song, X. Chen, L. Ma, G. Wang, and F. Wang, “Effect of Graphene Nano Sheet Addition on the Electro Chemical Performance of Anode Materials for Lithium-Ion Batteries”, *Analytica Chimica Acta*, Vol. 688, pp 146–155, 2011.
- 22- S.U. Din Khan, M. Arora, M.A. Wahab, and P. Saini, “Permittivity and Electromagnetic Interference Shielding Investigations of Activated Charcoal Loaded Acrylic Coating Compositions”, *Polymers*, Vol. 2014, pp.1-7, 2014.
- 23-C.C. Teng, C.C.M. Ma, C.H. Lu, S.Y. Yang, S.H. Lee, M.C. Hsiao, M.Y. Yen, K.C. Chiou, and T.M. Lee, “Thermal Conductivity and Structure of Non-Covalent Functionalized Graphene/Epoxy Composites”, *Carbon*, Vol. 49, pp. 5107–5116, 2011.
- 24-S. Villar-Rodil, J.I. Paredes, A. Martinez-Alonso, and J.M.D. Tascón, “Preparation of Graphene Dispersions and Graphene-Polymer Composites in Organic Media”, *Mater.Chem*, Vol. 19, pp. 3591-3593, 2009.
- 25- J.O. Aguilar, J.R. Bautista-Quijano, and F. Aviles, “Influence of Carbon Nanotube Clustering on the Electrical Conductivity of Polymer Composite Films”, *Express.Polym.Lett.*, Vol. 4, pp. 292–299, 2010.
- 26- J. Li, P.C. Ma, W.S. Chow, C.K. To, B.Z. Tang, and J.K Kim, “Correlations between Percolation Threshold, Dispersion State, and Aspect Ratio of Carbon Nanotubes”, *Adv.Funct.Mater.*, Vol. 17, pp. 3207-15, 2007.
- 27- J.J. Hernandez, M.C. Garcia-Gutierrez, A. Nogales, D.R. Rueda, M. Kwiatkowska, and A. Szymczyk, “Influence of Preparation Procedure on the Conductivity and Transparency of SWCNT-Polymer Nano Composites”, *Compos.Sci.Technol.*, Vol. 69, pp. 1867–1872, 2009.