

## مقاله پژوهشی

## بررسی عملکرد نانو کامپوزیت پلی یورتان ترموپلاستیک/پلی پیروول/فریت Co در جذب امواج الکترومغناطیس و بهینه‌سازی آن در محدوده فرکانس X

احمد مومنی<sup>۱</sup>، آرزو قادی<sup>۱\*</sup>، رضا فضایی<sup>۲</sup> و مریم خاورپور<sup>۱</sup>

۱- گروه مهندسی شیمی، دانشکده فنی و مهندسی، واحد آیت‌الله آملی، دانشگاه آزاد اسلامی، آمل، ایران

۲- گروه شیمی، دانشکده فنی و مهندسی، واحد تهران جنوب، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۴۰۰/۰۷/۱۶، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۴۰۰/۰۹/۲۵، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۴۰۰/۱۰/۱۱

### چکیده

این تحقیق مکانیسم‌های مختلف محافظت از تداخل امواج الکترومغناطیسی (EMI) با نانو کامپوزیت سه جزئی پلی یورتان ترموپلاستیک/پلی پیروول/فریت کبالت مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته است. کامپوزیت‌های منتخب در چند مرحله و با بکارگیری روش‌های هیدروترمال، پلیمریزاسیون شیمیایی و ترکیب محلول بدست آمدند. جهت مشخصه‌یابی نانو کامپوزیت‌های سنتز شده از تکنیک‌های FTIR، XRD، FESEM و VSM بهره گرفته شد. با استفاده از دستگاه Network Analyzer میزان جذب امواج مایکروویو بررسی شد. از روش سطح پاسخ (RSM) و طرح باکس بنکن (BBD) برای بررسی ارتباط بین پاسخ‌های بدست آمده و متغیرهای ورودی و بهینه‌سازی ترکیب کامپوزیت‌ها در نرم‌افزار Design-Expert استفاده شد. همچنین نتایج تجربی نشان داد که جذب، مکانیسم اصلی محافظت از امواج الکترومغناطیس و بازتاب، مکانیسم ثانویه است. نتایج نشان داد از میان متغیرهای ورودی به ترتیب مقدار وزنی پلی پیروول، ضخامت جاذب و مقدار وزنی فریت کبالت بیشترین تاثیر را در مقدار پاسخ خروجی SET داشته است. از سویی دیگر نسبت به پاسخ مکانیسم جذب، ضخامت تاثیر چشمگیر و سپس مقدار وزنی فریت کبالت و پلی پیروول مؤثر بوده‌اند.

**واژه‌های کلیدی:** نانومتخلخل، ملامین، ترفنالالدهید، کاتالیزور اسیدی، اسید کلروسولفونیک، مشتقات زانتن.

### ۱- مقدمه

است. مواد جاذب مایکروویو نقش مهمی در از بین بردن امواج غیر ضروری الکترومغناطیس و سهم قابل توجهی در توسعه فناوری اختفا دارند [۱-۳]. بطور کلی، مواد جاذب مایکروویو بسته به مکانیسم اتلاف امواج مایکروویو به دو دسته مغناطیسی و دی الکتریک طبقه‌بندی شوند [۴]. مواد جاذب مایکروویو بایست از مزایایی همچون ضخامت کم،

با توسعه فناوری‌های نوین، تسلیحات نظامی مختلف در میدان نبرد با چالش‌هایی جدی از جمله پنهان شدن از دید رادار روبرو شده‌اند؛ بنابراین، یافتن مواد مؤثری که بتوانند این امواج الکترومغناطیس ساطع شده را جذب کنند، ضروری

\* عهده‌دار مکاتبات: آرزو قادی

نشانی: مازندران، آمل، دانشگاه آزاد اسلامی واحد آیت‌الله آملی، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی شیمی

تلفن: ۰۱۱-۴۳۲۱۷۲۱۷، ۰۱۱-۴۳۲۱۷۰۴۳، پست الکترونیکی: arezoo.ghadi@gmail.com

شود و به عنوان روکش با چسبندگی خوب در سطوح مختلف استفاده شوند. لذا کاربرد پلی یورتان برای رفع این نقیصه مناسب است [۲۳]. پلی یورتان ترموپلاستیک (TPU) به دلیل ویژگی‌هایی مانند انعطاف پذیری، شفافیت، مقاومت در برابر مواد شیمیایی و سایش، مقاومت در برابر آب و هوا، مقاومت در برابر حلال‌ها و خواص مکانیکی خوبی که دارد، برای توسعه کامپوزیت‌های جاذب امواج به عنوان ماتریس بطور گسترده‌ای مورد استفاده قرار گرفته است [۲۴-۲۶].

گیل و همکاران [۲۷]، نانو کامپوزیت سه جزئی حاوی فریت کبالت/گرافن/پلی پیروول را سنتز کردند. در این کامپوزیت پلی پیروول در نقش ماتریس و فریت کبالت و گرافن به عنوان پرکننده مورد استفاده قرار گرفت. نتایج تحقیق آنها نشان داد که در محدوده باند X بیشترین مقدار  $SE_T$  در حدود ۳۸ dB و در ضخامت ۲ mm و با نسب ۴۵٪ از پرکننده در کامپوزیت بود. ساینی و همکاران [۲۸]، کامپوزیتی متشکل از نیکل در نانو ذرات فریت کبالت را در ماتریس پلی پیروول در ضخامت ۲ mm سنتز و در پهنای باند X برای کاربری به عنوان محافظ امواج الکترومغناطیس ارزیابی نمودند. نتایج تحقیق آن‌ها نشان داد بیشترین مقدار  $SE_T$  حداکثر ۴۸/۷ dB بود. مکانیسم جذب، حداکثر ۷۸٪ و مقدار وزنی پرکننده در کامپوزیت نیز ۲۰٪ بود. در تحقیقی دیگر گلزار و همکاران [۲۹] نانو کامپوزیت‌هایی متشکل از فریت کبالت، پلی یورتان ترموپلاستیک و خاکستر بادی (fly ash) را برای محافظت از امواج الکترومغناطیس ساختند. با افزایش میزان پرکننده (خاکستر بادی و فریت کبالت) هدایت الکتریکی کامپوزیت افزایش یافت. خصوصیات جذب امواج در پهنای باند فرکانس ۰/۱ تا ۲۰ GHz بررسی شد. بالاترین مقدار  $SE_T$  در حدود ۳۵ dB و در محدوده باند X بدست آمد. همچنین مکانیسم جذب حداکثر ۵۰٪ بود. در تحقیق راموا و همکاران [۳۰] کامپوزیت سه جزئی مونت موریلونیت/پلی آنیلین/ترموپلاستیک پلی یورتان برای کاربری به عنوان محافظ امواج الکترومغناطیس تهیه گردید. نانو کامپوزیت بدست آمده در بهترین حالت و در ضخامت ۵ mm و با ۳۰٪

وزن سبک، دامنه فرکانس جذب گسترده برخوردار باشند [۵،۶]. طی دو دهه گذشته، فریت‌ها در تولید مواد جاذب، یک ماده محبوب به شمار می‌روند. فریت‌های نوع اسپینل شناخته‌ترین نوع از فریت‌ها هستند. در میان فریت‌های مختلف اسپینلی، فریت کبالت ( $CoFe_2O_4$ ) که دارای ساختار اسپینل مکعبی است، به دلیل خواص قابل توجهی از جمله خواص مغناطیسی و مکانیکی و پایداری حرارتی و شیمیایی بالا توجهات زیادی را به خود جلب کرده است [۷-۹]. به دلیل اتلاف مغناطیسی بالا، این مواد توانایی جذب فوق‌العاده امواج الکترومغناطیس را دارا هستند. با این حال، چگالی بالا، انتقال ضعیف الکترون و توانایی پراکندگی بسیار کم در یک ماتریس پلیمری بکارگیری فریت‌ها را به شدت محدود می‌کند [۱۰،۱۱]. برای غلبه بر این محدودیت‌ها و بکارگیری مواد مناسب در فناوری‌های جذب امواج، محققان از کامپوزیت‌های متشکل از پلیمرهای رسانا و انواع فریت‌ها استفاده کرده‌اند. تحقیقات گذشته نشان می‌دهد ترکیبی از پلیمر رسانای سبک وزن با نانو ذرات مغناطیسی می‌تواند با القا تلفات دی الکتریک به ترکیب مواد مغناطیسی، خواص جذب امواج الکترومغناطیسی را ارتقا دهد [۱۲،۱۳]. در سال‌های اخیر گرایش به تولید کامپوزیت‌های پلیمری رسانای الکتریکی (ICP)، به دلیل سبک بودن، مقاومت در برابر خوردگی، انعطاف پذیری در طراحی، اتلاف دی الکتریک بالا، توانایی خوب در فرآیند پردازش، خصوصیات فیزیکی و شیمیایی مناسب و اثربخشی بالا در محافظت از امواج الکترومغناطیسی (EMI SE) زیاد است. پلی پیروول یکی از پلیمرهای رسانا است که به دلیل داشتن وزن سبک، پایداری نسبتاً مناسب، هدایت الکتریکی قابل تنظیم و سهولت در پردازش، به عنوان ماده جاذب مایکروویو، ماده کارآمدی است [۱۴-۱۹]. با این حال خواص مکانیکی ضعیف و قابلیت چسبندگی کم به سطوح دارد [۲۰،۲۱]. از طرف دیگر، به دلیل ساختار شیمیایی پلی پیروول، به راحتی می‌تواند در سایر رزین‌ها مانند رزین‌های اپوکسی یا پلی یورتان [۲۲] که خواص مکانیکی بهتری دارند، به عنوان پرکننده، پراکنده

تهیه این کامپوزیت‌ها، تغییر تنها در یک متغیر ورودی و ثابت نگه داشتن سایر متغیرهای ورودی برای دستیابی به بهترین مقدار پاسخ بود (در عمده تحقیقات قبلی). از طرفی با توجه به پیچیدگی و دشواری سنتز کامپوزیت‌های سه و چهار جزئی عمده تحقیقات در دو دهه گذشته بر تهیه کامپوزیت دوجزئی در کاربردهای صنعتی استوار بوده است و تهیه کامپوزیت‌های سه و چهار جزئی مؤثر در پنج سال اخیر به عنوان یک نوآوری در دست مطالعه و بررسی می‌باشد. مزیت کامپوزیت‌های سه و چهار جزئی نسبت به کامپوزیت‌های دوجزئی وجود چندین سطح مشترک است، چرا که قطبش سطحی نقش مهمی در محافظت از امواج الکترومغناطیس دارد؛ بنابراین، سطح مشترک‌های متعدد در کامپوزیت‌های سه و چهار جزئی ناهمگن نه تنها باعث افزایش تلفات دی‌الکتریک به دلیل قطبش سطحی، بلکه باعث بازتاب چندگانه درون کامپوزیت به دلیل مورفولوژی پیچیده آن‌ها نیز می‌شود که سبب افزایش  $SE_T$  کامپوزیت می‌گردد [۳۵]. نوآوری این تحقیق بر رفع اشکالات ذکر شده در بالا می‌باشد. هدف از این مطالعه، سنتز و بهینه‌سازی ترکیب یک نانو کامپوزیت سه جزئی با راندمان بالا و متشکل از پلی یورتان ترموپلاستیک/پلی پیرول/فریت کبالت برای جذب امواج در محدوده باند X است.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

در این تحقیق کلرید کبالت ۶ آبه ( $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ )، سولفات آهن ۷ آبه ( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ )، نیترات پتاسیم ( $KNO_3$ )، هیدروکسید سدیم ( $NaOH$ )، پیرول ( $C_4H_5N$ )، آمونیم پر سولفات،  $(NH_4)_2S_2O_8$ ، هیدروکلریک اسید ( $HCl$ )، تتراهیدروفوران ( $THF$ ) که همگی از شرکت مرک و ترموپلاستیک پلی یورتان بر پایه پلی استر (TPU) با شوری ۸۵ از شرکت Epaflex تهیه گردید.

جهت حصول اطمینان از تشکیل فاز در مراحل مختلف آزمایش، دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) با مدل PW1730-PHILIPS با ولتاژ ۴۰ kV و جریان ۳۰ میلی آمپر

وزنی پرکننده (موریلونیت/پلی آنیلین) مقدار  $SE_T$  برابر dB ۳۶/۵ و با میزان جذب ۸۸٪ بود. شاکلا و همکاران [۳۱] کامپوزیت هسته-پوسته اکسید آهن/کربن/پلی پیرول را با استفاده از روش هیدروترمال و پلیمریزاسیون شیمیایی سنتز کردند. در بهترین حالت، کامپوزیت بدست آمده با نسبت وزنی ۲۰٪ از پرکننده  $Fe_3O_4/C$  در ماتریس PPY و با ضخامت ۰/۸ mm  $SE_T$  معادل dB ۲۸ را دارا بود. برتولینی و همکاران [۳۲] کامپوزیتی متشکل از ترموپلاستیک پلی یورتان، پلی پیرول و کربن سیاه را با روش اختلاط مذاب تهیه کردند. حداکثر مقدار  $SE_T$  در محدوده باند X، dB ۲۱/۲ و با مقدار پرکننده به میزان ۱۵٪ و در ضخامت mm ۲ بود. واید و همکاران [۳۳] کامپوزیت سه جزئی پلی اتیلن سبک/فریت کبالت/تیتانات باریم را با استفاده از تکنیک اختلاط مذاب تهیه کردند. کامپوزیت با مقادیر مختلف از ۴ تا ۲۰ درصد از پرکننده (فریت کبالت/تیتانات باریم) در ماتریس پلی اتیلین با استفاده از دستگاه VNA در محدوده باند X و در ضخامت ثابت mm ۲ آزمایش شد. حداکثر مقدار  $SE_T$  معادل dB ۱۷/۹ و با مقدار پرکننده به میزان ۸٪ وزنی بدست آمد. گوپا کومار و همکاران [۳۴] یک نانو کاغذ جاذب امواج الکترومغناطیس را با استفاده از تکنیک پلیمریزاسیون درجا و با استفاده از پلی پیرول و نانوالیاف سلولزی تهیه کردند. نانو کاغذ تهیه شده با ضخامت mm ۱ و با مقادیر وزنی مساوی از مواد تشکیل دهنده دارای  $SE_T$  حداکثر dB ۲۲ و با مکانسیم جذب حداکثر ۸۹٪ بود.

با توجه به مطالعات انجام شده قبلی بر روی کامپوزیت‌های جاذب امواج، به دلیل برخی اشکالات کاربرد آن‌ها در مقیاس صنعتی همراه با مشکلاتی است. اشکال اول، کنترل رفتار کامپوزیت در مقدار خروجی یعنی  $SE_T$  در تمام محدوده فرکانس مورد آزمایش است. اشکال دوم، افزایش افت دی‌الکتریک (هدایت الکتریکی) این کامپوزیت‌ها همیشه با کاهش اتلاف مغناطیسی اتفاق می‌افتد، زیرا افزایش محتوای پلیمر رسانا از خواص مغناطیسی کامپوزیت‌ها می‌کاهد و نهایتاً مقدار  $SE_T$  کاهش می‌یابد. اشکال سوم در

بر روی استیرر قرار می‌دهیم سپس  $g \ 1/5 - 0/0$  فریت کبالت (۱۰ تا ۵۰ درصد وزنی) را به آن اضافه کرده و به مدت ۱ h در حمام یخ بر روی استیرر قرار می‌دهیم (مخلوط شماره ۱). در مرحله بعد  $g \ 1/7$  آمونیم پر سولفات را به  $ml \ 37/5$  آب مقطر اضافه می‌کنیم (محلول شماره ۲). سپس محلول شماره ۲ را قطره قطره به مخلوط شماره ۱ اضافه می‌کنیم. پس از آن مخلوط تشکیل شده را چندین بار با آب مقطر شستشو داده و رسوب حاصل را به مدت ۴ ساعت در دمای  $^{\circ}C \ 60$  در آون قرار می‌دهیم.

با استفاده از روش ترکیب محلول مقادیر  $g \ 0/4$  تا  $0/76$  ترموپلاستیک پلی‌یورتان (۴۰ تا ۷۶ درصد وزنی) را به  $ml \ 30$  حلال تتراهیدروفوران (THF) اضافه کرده و به مدت ۲۴ h در دمای محیط قرار داده تا به خوبی در حلال حل شود. سپس مقادیر  $g \ 0/24$  تا  $0/6$  (۲۴ تا ۶۰ درصد وزنی) پلی‌پیرول/ فریت کبالت را به محلول قبلی اضافه کرده و به مدت ۲۴ h بر روی همزن مغناطیسی قرار می‌دهیم. سپس مخلوط را به مدت ۳۰ min تحت امواج اولتراسوند قرار داده و در آخر نمونه حاصل در ظرف پتری دیش ریخته شد. پس از گذشت زمان ۲۴ h و اطمینان از تبخیر حلال پوشش پلیمری حاصل را با ضخامت تعیین شده قبلی، از ظروف پتری دیش جدا گردید.

در حالت ایده‌آل، با افزایش ضخامت جاذب، مقدار  $SE_T$ ، افزایش می‌یابد و پس از یک مقدار مشخص با افزایش ضخامت، مقدار اثربخشی محافظ کاهش می‌یابد [۳۶]. با این حال، نمونه‌ای که خیلی ضخیم باشد، برای کاربردهای گسترده صنعتی مناسب نیست. با توجه به گزارش [۳۷] در کاربردهای خاص، بر اساس شرایط بهینه‌سازی و برای دستیابی به حداکثر جذب امواج میکروویو، ضخامت جاذب باید کمتر از  $4 \ mm$  باشد. نکته مهمی که در اینجا باید مدنظر داشت اینکه افزایش بیش از حد ضخامت و وزن ماده جاذب در عملکرد پهباد یا هواپیما تاثیر منفی دارد. با توجه به تحقیقات انجام شده طی دو دهه گذشته مبنی بر ساخت انواع کامپوزیت‌های جاذب امواج الکترومغناطیس مقدار وزنی

بکارگیری شد. همچنین به منظور تأیید سنتزهای انجام شده از طیف‌سنج مادون قرمز FT-IR مدل (AVATAR-Thermo) استفاده و نمودارها در طول موج  $400$  تا  $4000 \ cm^{-1}$  ترسیم گردید. به منظور دیسپرس نمودن نانوپودر فریت کبالت و پلی‌پیرول از اولتراسوند پروب‌دار (UP400S-Hielscher) استفاده شده است. جهت بررسی مورفولوژی مواد تهیه شده از دستگاه FESEM مدل MIRA3TESCAN-XMU و برای اندازه‌گیری خواص مغناطیسی پودرها و کامپوزیت از دستگاه VSM با مدل LBKFB استفاده گردید. آزمون جذب امواج میکروویو در محدوده بانده X، توسط Network Analyzer مدل HP 8410C انجام شد. بدین منظور نمونه‌ها در ابعاد  $10/1 \ mm \times 22/8$  بریده شدند تا در دستگاه موج‌بر قرار بگیرند. سپس تحت تابش امواج میکروویو قرار گرفتند و نتایج به صورت پارامترهای  $S_{11}$  و  $S_{12}$  بدست آمدند.

به علت مزایای روش هیدروترمال همچون بازدهی بالا، کنترل پذیری مطلوب، آسان بودن روش، تولید محصول با توزیع اندازه یکنواخت و مصرف انرژی کم تر سرعت بالاتر واکنش، دمای واکنش پایین‌تر، عدم نیاز به تجهیزات خیلی گران و پیشرفته در سنتز نانوذرات، از این روش استفاده گردید. در ابتدا  $g \ 0/7$  سولفات آهن و  $g \ 0/35$  کلرید کبالت را به  $ml \ 20$  آب مقطر اضافه کرده و به مدت  $20 \ min$  بر روی همزن مغناطیسی قرار داده شد. مخلوط را در اتوکلاو ریخته و به مدت ۴ h در دمای  $^{\circ}C \ 120$  در آون تحت خلا قرار داده شد. سپس آن را از آون تحت خلا بیرون آورده و در دمای محیط قرار داده شد.  $g \ 0/41$  پتاسیم نیترات و  $g \ 0/86$  سدیم هیدروکسید را به  $ml \ 16/5$  آب مقطر اضافه کرده و به مدت  $15 \ min$  بر روی همزن قرار داده و به مخلوط موردنظر در اتوکلاو اضافه کرده و ۸ h در دمای  $^{\circ}C \ 90$  در آون تحت خلا قرار داده شد. در مرحله نهایی مخلوط حاصل را چندین بار با آب مقطر شستشو داده و به مدت ۴ h در دمای  $^{\circ}C \ 90$  در آون تحت خلا قرار داده شد. با استفاده از روش پلیمریزاسیون شیمیایی مقادیر مختلف از پیرول را با  $ml \ 50$   $HCl$  ۱ مولار مخلوط کرده و به مدت ۱۵ دقیقه در حمام یخ

جدول ۲: ترکیب درصد وزنی نمونه‌های سنتز شده.

STD	RUN	Cobalt Ferrite (%wt)	Polypyrrole (%wt)	TPU (%wt)	Thickness (mm)
۲	۱	۲۰	۲۰	۶۰	۲
۱۰	۲	۱۲	۴۰	۴۸	۱
۷	۳	۴	۳۰	۶۶	۳
۱۵	۴	۱۲	۳۰	۵۸	۲
۵	۵	۴	۳۰	۶۶	۱
۱۱	۶	۱۲	۲۰	۶۸	۳
۳	۷	۴	۴۰	۵۶	۲
۴	۸	۲۰	۴۰	۴۰	۲
۱	۹	۴	۲۰	۷۶	۲
۹	۱۰	۱۲	۲۰	۶۸	۱
۶	۱۱	۲۰	۳۰	۵۰	۱
۸	۱۲	۲۰	۳۰	۵۰	۳
۱۳	۱۳	۱۲	۳۰	۵۸	۲
۱۴	۱۴	۱۲	۳۰	۵۸	۲
۱۲	۱۵	۱۲	۴۰	۴۸	۳

کارت استاندارد به شماره (JCPDS-022-1086) بطور کامل تشکیل شده است. مقدار  $2\theta$  در پیک‌های اصلی به ترتیب  $۳۰/۰۴$ ،  $۳۵/۴$ ،  $۳۷/۰۳$ ،  $۴۳/۰۱$ ،  $۵۳/۳۸$ ،  $۵۶/۸۹$  و  $۶۲/۷۹$  است. این پیک‌ها به ترتیب مربوط به صفحات بلوری (۲۲۰)، (۳۱۱)، (۲۲۲)، (۴۰۰)، (۴۲۲)، (۵۱۱)، (۴۴۰) هستند که تشکیل ساختار مکعبی اسپینل را تایید می‌نماید [۳۸]. نتایج XRD نانو کامپوزیت PPY/CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> در شکل ۱-B نشان داده شده است. بر اساس نتایج، علاوه بر تشکیل ساختار مکعبی نانوذرات CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> مطابق با کارت استاندارد، پلی پیرول در ناحیه  $2\theta$  یک قوس کوچک (با توجه به ماهیت بی شکل پلیمرها) بین  $20^\circ$  تا  $28^\circ$  و به مرکزیت  $25/5^\circ$  دارد که مشابه الگوی پراش اشعه ایکس پلی پیرول در گزارشات قبلی است [۲۸، ۳۹]. سرانجام، نتایج XRD نانو کامپوزیت TPU/PPY/CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> در شکل ۱-C نشان داده شده است.

پرکننده‌ها بین ۱۰ تا ۸۰٪ و ضخامت جاذب بین ۵-۵/۵ mm بود. در این مطالعه از روش پاسخ با طرح باکس بنکن BoxBehnken Design (BBD) با ۳ متغیر مهم در طراحی کامپوزیت‌ها برای بررسی ارتباط بین پاسخ‌های بدست آمده و متغیرهای فرآیند و بهینه‌سازی ترکیب‌ها با نرم‌افزار Design-Expert استفاده شد. اثر متغیرهای مستقل فریت کبالت و پلی پیرول به عنوان پرکننده در ماتریس پلی یورتان و ضخامت کامپوزیت در ۳ سطح مورد ارزیابی قرار گرفتند. بر این اساس مقدار وزنی پرکننده این کامپوزیت متشکل از دو ماده، حداقل ۲۴٪ و حداکثر ۶۰٪ و ضخامت جاذب حداقل ۱ mm و حداکثر ۳ mm تعیین گردید.

جدول ۱: پارامترهای طراحی شده برای طراحی آزمایش.

Std. Dev.	میانگین	ماکزیمم	مینیمم	واحد اندازه‌گیری	نام ماده	متغیرها
۶/۰۵	۱۲	۲۰	۴	(% wt)	Cobalt Ferrite	A
۷/۵۶	۳۰	۴۰	۲۰	(% wt)	Polypyrrole	B
۰/۷۵۵۹	۲	۳	۱	mm	Thickness	C

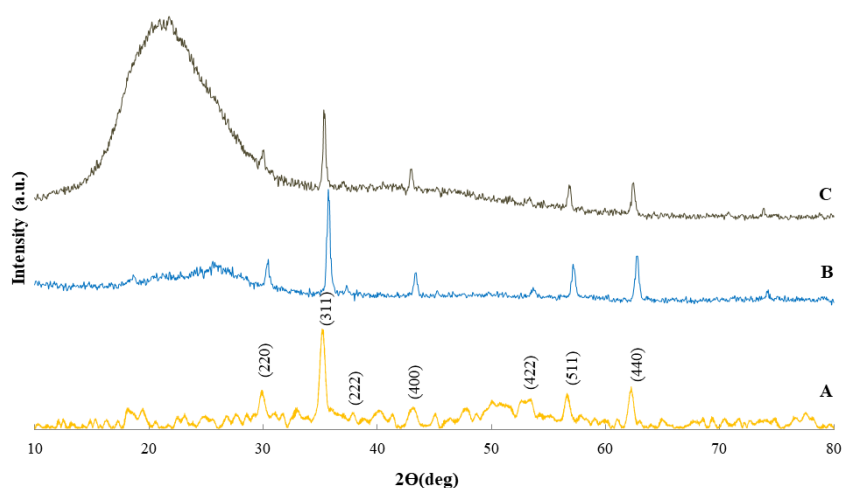
معادله کلی سطح پاسخ به صورت زیر تعریف می‌شود:

$$Y = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j X_j + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} X_j^2 + \sum_{i < j=2}^k \beta_{ij} X_i X_j + e_i$$

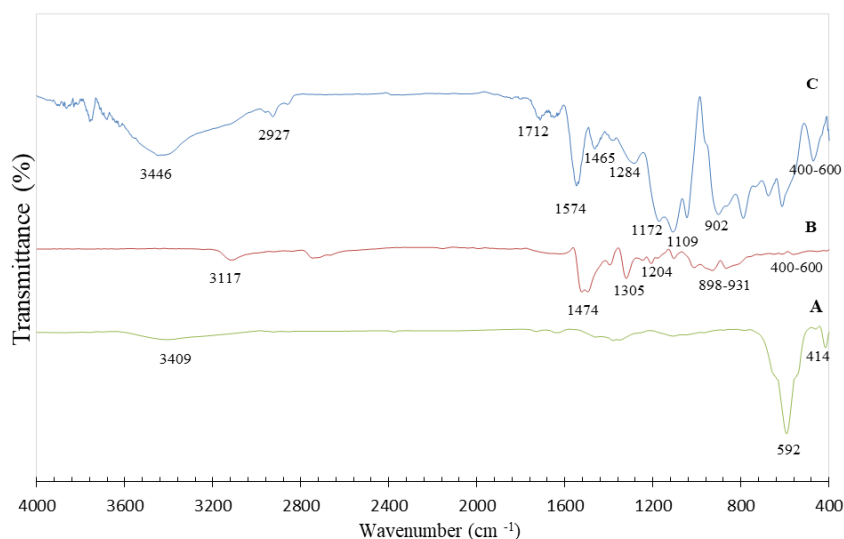
در جدول ۲ ترکیب وزنی نمونه‌های سنتز شده بر اساس پیشنهاد نرم‌افزار طراحی آزمایش نمایش داده شده است.

### ۳- نتایج و بحث

نتایج XRD نانوذرات CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> در شکل ۱-A نشان داده شده است. بر اساس نتایج، نانوذرات CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> مطابق با



شکل ۱: الگوی XRD (A  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ، B  $\text{PPY/CoFe}_2\text{O}_4$  و C  $\text{TPU/PPY/CoFe}_2\text{O}_4$ ).

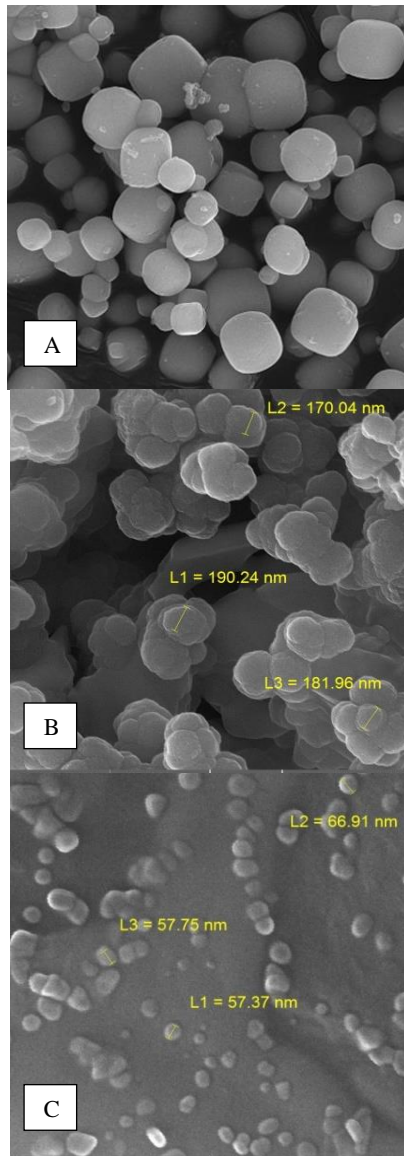


شکل ۱: طیف FTIR (A  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ، B  $\text{PPY/CoFe}_2\text{O}_4$  و C  $\text{TPU/PPY/CoFe}_2\text{O}_4$ ).

مربوط به پیوندهای Co-O در جایگاه هشت‌وجهی و Fe-O در جایگاه چهاروجهی است و نشان‌دهنده تشکیل ساختار اسپینل بلور  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  است. پیک  $1105 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به گروه عاملی C-O و پیک‌های مشاهده شده در  $1380 \text{ cm}^{-1}$ ،  $1639$  و  $3409$  به ترتیب مربوط به گروه‌های عاملی C=H، O-C=O و O-H است [۴۳-۴۰]. طیف FT-IR از  $\text{PPY/CoFe}_2\text{O}_4$  در شکل ۲-B نشان داده شده است. دو قله وارون در باند  $400-600 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده تشکیل ساختار

علاوه بر تایید حضور نانوذرات  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  مطابق با کارت استاندارد، یک قوس پهن و بزرگ در ناحیه  $20^\circ$  بین  $15^\circ$  تا  $30^\circ$  مربوط به اثر برهمکنش فوق‌العاده بین پلی یورتان و پلی پیروول وجود دارد که مشخصاً پیک‌های  $19/7^\circ$  و  $22/4^\circ$  مربوط به وجود ترموپلاستیک پلی یورتان و پیک  $25^\circ$  مربوط به اثر پلی پیروول است. طیف FT-IR  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  در شکل ۲-A نشان داده شده است. دو قله وارون در  $414$  و  $592 \text{ cm}^{-1}$  وجود دارد که به ترتیب

(رشته‌ای) و نانوالیاف است. مشهورترین فرم پلی پیروول فرم کروی است [۴۷].

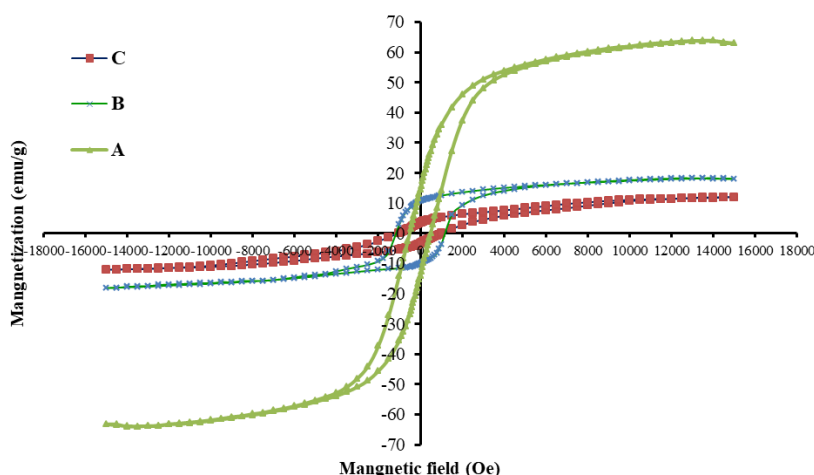


شکل ۳: مورفولوژی (A)  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ، (B)  $\text{PPY/CoFe}_2\text{O}_4$  و (C)  $\text{TPU/PPY/CoFe}_2\text{O}_4$

با توجه به حجم کم نانوذرات فریت کبالت نسبت به پلی پیروول شکل مورفولوژی فیلم کامپوزیتی مورد مطالعه به پلی پیروول خالص شباهت زیادی دارد. پلی پیروول سبب پراکندگی نانوذرات فریت کبالت می‌شود و در تصویر به صورت روشن‌تر مشخص است و مطالعات قبلی نیز مورفولوژی بدست آمده را تأیید می‌نماید [۴۸].

اسپینل بلور  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  است. علاوه بر این، پیک‌های جذب مختلف در باند  $1600-800 \text{ cm}^{-1}$  حضور پلی پیروول را تأیید می‌نماید، بطوریکه قله وارون در  $898$  و  $931 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش خمشی C-H ناشی از فرآیند پروتوناسیون است. این باندها به عنوان باندهای دوقطبی نیز نامیده می‌شوند. قله وارون در  $1049 \text{ cm}^{-1}$  مشخص‌کننده ارتعاش دوران صفحه  $\text{C-H}$ ، قله وارون در  $1114 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش خارج از صفحه C-H، قله وارون در  $1204 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به مد کششی C-N و مد ارتعاش کششی  $\text{C-H}$  در  $1305 \text{ cm}^{-1}$ ، قله وارون در  $1474$  و  $1559 \text{ cm}^{-1}$  به ترتیب مربوط به مد کششی حلقه پیروول هستند و جزو باندهای اصلی اسکلت پیروول محسوب می‌شوند. همچنین قله وارون در  $3117 \text{ cm}^{-1}$  به کشش N-H نسبت داده می‌شود. همه این پیک‌ها تشکیل پلی پیروول را مطابق گزارشات قبلی تأیید می‌کند [۴۴، ۴۵]. طیف FT-IR از  $\text{TPU/PPY/CoFe}_2\text{O}_4$  در نمودار ۲-C نشان داده شده است. مشابه بالا ساختار اسپینل فریت کبالت وجود دارد با این تفاوت که علت شیفت شدن پیک‌های فریت، ترکیب و سنتز با دو پلیمر با وزن غالب است. پیک‌های  $1109$ ،  $1045$ ،  $902$ ،  $1172$ ،  $1465$ ،  $1574 \text{ cm}^{-1}$  ساختار پلی پیروول را تأیید می‌نماید. همچنین قله‌های وارون  $1284$ ،  $1712$ ،  $2927$  و  $3446 \text{ cm}^{-1}$  ساختار ترموپلاستیک پلی یورتان را در کامپوزیت سه جزئی تأیید می‌نماید. یکی از دلایل انتقال پیک‌های مواد و اجزا کامپوزیت نسبت به مواد خالص اثر متقابل اجزا بر یکدیگر در هنگام سنتز است [۴۶] و بخشی از انتقال پیک‌ها نیز به علت وجود اندکی از حلال باقیمانده در ترکیب کامپوزیت است.

با توجه به آزمایش‌های FESEM نتایج بدست آمده در شکل شماره ۳-A نانوذرات فریت کبالت در اندازه‌های بین  $50-150 \text{ nm}$  با ساختار اکتاهدرال و با تجمع ذرات به علت انرژی مغناطیسی بالا نشان داده شده است. در شکل ۳-B مورفولوژی کامپوزیت فریت کبالت و پلی پیروول نمایش داده شده است. مورفولوژی پلیمرها بسته به نوع سنتز و شرایط واکنش به سه فرم رایج، گویچه‌ای (کروی)، نانولوله



شکل ۴: نمودار مغناطوسنجی

A)  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , B)  $\text{PPY}/\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , C)  $\text{TPU}/\text{PPY}/\text{CoFe}_2\text{O}_4$ .

گزارش [۴۹] تطابق دارد. همچنین کورسیویته معادل Oe ۶۹۸ دارد و دارای مغناطش اشباع باقیمانده ۱۴/۵۲ emu/g است. بسیاری از خواص فیزیکی و شیمیایی فریت کبالت به اندازه و شکل نانوذرات بستگی دارد که این عوامل نیز به روش‌های سنتز مختلفی که برای تهیه فریت کبالت وجود دارد مرتبط می‌شود [۵۰] و ویژگی‌هایی از جمله ناهمسانگردی شبکه بلوری مغناطیسی مکعبی، پسماندزدایی مغناطیسی بالا، مغناطش اشباع بالا، را داراست [۵۱]. مغناطوسنجی فریت کبالت/پلی پیرول تولید شده در نمودار ۴-B آمده است. میزان مغناطش اشباع فریت کبالت/پلی پیرول ۱۸/۳۱ emu/g و اشباع باقیمانده ۱۰/۷۱ emu/g و کورسیویته معادل ۱۲۰۳ Oe است. برهمکنش بین نانوذرات فریت کبالت و پلی پیرول که یک ماده دیامغناطیس است منجر به کاهش قابل توجهی در خواص مغناطیسی نانوکامپوزیت گردیده است. مغناطوسنجی نانوکامپوزیت فریت کبالت/پلی پیرول/پلی یورتان تولید شده در نمودار ۴-C آمده است. میزان مغناطش اشباع فریت کبالت/پلی پیرول/پلی یورتان ۱۲/۰۱ emu/g است و اشباع باقیمانده ۳/۴۲ emu/g و کورسیویته معادل ۱۰۲۰ Oe است. مغناطش اشباع با کاربرد TPU باز هم کاهش یافته است.

در شکل ۳-C مورفولوژی نانوکامپوزیت فریت کبالت/پلی پیرول/ترموپلاست پلی یورتان نمایش داده شده است. همان گونه که در تصاویر مشخص است کامپوزیتی یکنواخت با ماتریس پلی یورتان که نانوفریت کبالت و پلی پیرول به عنوان پرکننده در سرتاسر سطح پراکندگی مناسبی دارند. پراکندگی ذرات با ابعاد ۶۷-۵۷ نانومتر مشخص شده است. بهره‌گیری از یک نانوکامپوزیت پلیمری برای بهبود و افزایش توانایی حفاظت از امواج، به پخش یکنواخت مواد پرکننده در ماتریس، مورفولوژی و اندازه پرکننده به ویژه نسبت سطح به حجم، بستگی دارد. هر چند افزایش زیاد پرکننده سبب کلوخگی و تجمع ذرات می‌گردد اما یکنواختگی پرکننده در ماتریس اصلی بسیار مهم است، که در شکل ۳-C به وضوح مشاهده می‌گردد.

نمودار مغناطوسنجی نانوپودر فریت کبالت تولید شده در شکل ۴-A آمده است. در منحنی مغناطوسنجی نانوذرات فریت کبالت مشاهده می‌شود که این نانوذرات مغناطیسی، حلقه هیستریزس، پسماند و میدان پسماندزدا دارند؛ بنابراین در دسته موادی قرار می‌گیرند که دارای خاصیت مغناطیسی می‌باشند. نانوذرات فریت کبالت با خاصیت فرومغناطیس، دارای مغناطش اشباع ۶۳/۸۲ emu/g است که تقریباً با



موج منعکس شده به ترتیب به صورت  $a_1$ ،  $b_2$  و  $b_1$  مشخص می شوند. همچنین از سمت پشت نمونه موج دریافتی به عنوان  $a_2$ ، موج منتقل شده به عنوان  $b_1$  و موج منعکس شده به عنوان  $b_2$  نشان داده می شود.  $S_{11}$  و  $S_{22}$  نمایانگر دو ضریب و به شرح زیر محاسبه شوند [۵۹]:

$$S_{11}=(b_1/a_1)_{a_2=0}, \quad S_{21}=(b_2/a_1)_{a_2=0}, \quad S_{12}=(b_1/a_2)_{a_1=0}, \quad S_{22}=(b_2/a_2)_{a_1=0} \quad (۳)$$

انتقال (T)، بازتاب (R) و جذب (A) از طریق ماده محافظ را می توان با استفاده از روابط زیر و از مقادیر پارامترهای S معادله (۳) به صورت زیر محاسبه کرد [۵۸،۶۰]:

$$T=S_{12}^2=S_{21}^2 \quad (۴)$$

$$R=S_{11}^2=S_{22}^2 \quad (۵)$$

$$A=1-R-T \quad (۶)$$

در اینجا از سمت جلو نمونه  $S_{11}$  ضریب بازتاب و  $S_{21}$  ضریب انتقال است و از سمت پشت نمونه  $S_{12}$  ضریب انتقال و  $S_{22}$  ضریب بازتاب معکوس است. اگر بازتاب های چندگانه ناچیز باشد، جذب مؤثر ( $A_{eff}$ ) با توجه به قدرت موج EM دریافتی مؤثر درون ماده محافظ را می توان با این معادله تعریف کرد:

$$A_{eff} = 1-R-T/1-R \quad (۷)$$

بنابراین، محافظت از امواج EM توسط مکانیسم بازتاب ( $S_{ER}$ ) و مکانیسم جذب ( $S_{EA}$ ) توسط معادلات زیر تعریف شده است [۶۰]:

$$S_{ER} = 10\text{Log}(1-R) \quad (۸)$$

$$S_{EA} = 10\text{Log}(1-A_{eff}) \quad (۹)$$

نهایتاً با استفاده از پارامترهای S بدست آمده از دستگاه VNA می توان مقادیر اتلاف جذب و بازتاب را به صورت زیر محاسبه کرد [۶۰-۶۲، ۳۰، ۱۵]:

نهایتاً مشخص گردید ترکیب و برهمکنش پلی پیروول و پلی یورتان (با توجه به اینکه مواد غیرمغناطیسی هستند) خواص مغناطیس کامپوزیت سه جزئی را کاهش می دهد اما با توجه به خاصیت بالای مغناطیسی نانوذرات فریت کبالت متاثر از اندازه فریت کبالت است لذا منحنی هیستریزس نهایی کامپوزیت سه جزئی از فرم منحنی هیستریزس نانوذرات فریت کبالت تبعیت می کند.

### ۳-۱- تئوری و چهارچوب محافظت از امواج الکترومغناطیس

هر ماده محافظ تابش الکترومغناطیسی را از طریق سه مکانیسم تقلیل می دهد.  $S_{ET}$  مجموع سهم هر یکی از سه مکانیسم بازتاب ( $S_{ER}$ )، جذب ( $S_{EA}$ ) و بازتاب های متعدد ( $S_{EM}$ ) است و با معادله زیر ارائه می شود:

$$S_{ET} = S_{ER}+S_{EA}+S_{EM} \quad (۱)$$

هنگامی که  $S_{ET}$  بیشتر از ۱۵ dB است  $S_{EM}$  را می توان نادیده گرفت و معادله بالا به صورت زیر درمی آید [۵۲]:

$$S_{ET} = S_{ER}+ S_{EA} \quad (۲)$$

از مطالعات [۵۳،۵۴] نتیجه گیری شد که مقدار  $S_{ET}$  معادل ۳۰ dB برای بسیاری از کاربردها در صنایع نظامی، خودرو و کامپیوتر مناسب و مورد توجه قرار گرفته است. البته در گزارش های [۵۵،۵۶] مقدار  $S_{ET}$  معادل ۲۰ dB برای کاربردهای عمومی مناسب تشخیص داده شده است. نهایتاً، در کاربردهای نظامی مقادیر  $S_{ET}$  معادل یا بیشتر از ۳۰ dB مناسب است [۵۷].

در تحقیقات علمی مربوط به محافظ EMI، نمونه های مورد آزمایش بین دو فلنج موج بر دستگاه VNA قرار داده می شوند. روابط بین موج دریافتی، موج منتقل شده و موج بازتاب یافته را می توان از نظر پارامترهای پراکندگی بیان کرد [۵۸]. از سمت جلو نمونه موج دریافتی، موج منتقل شده و

$$SE_A = 8.7(t/\delta) \quad (16)$$

با توجه به تحقیق [۶۰] می‌توان مکانیسم جذب بهتر موج EM را برای محافظ‌های ضخیم‌تر و با ویژگی‌های هدایت الکتریکی و نفوذپذیری مغناطیسی بالاتر بدست آورد. هر دو مکانیسم اتلاف بازتاب ( $SE_R$ ) و اتلاف جذب ( $SE_A$ ) بطور نسبی به هدایت الکتریکی بستگی دارند. هر دو نوع اتلاف به نفوذپذیری مواد و فرکانس امواج مرتبط هستند. هدایت الکتریکی بالا، نفوذپذیری کم مکانیسم بازتاب بالایی را ایجاد می‌کند، در حالی که برای دستیابی به جذب بالا، هدایت الکتریکی بالا و نفوذپذیری زیاد مورد نیاز است. علاوه بر این،  $SE_A$  متناسب با ضخامت ماده افزایش می‌یابد و از این رو باید یک بهینه‌سازی بین وزن ماده و عملکرد ساختاری محافظ ایجاد شود. بارگذاری بیشتر پرکننده‌ها حاوی مواد رسانا می‌تواند هدایت الکتریکی را افزایش و از طرفی خواص مکانیکی کامپوزیت را کاهش دهد. همچنین، بارگذاری بیشتر نانوذرات مغناطیسی، خواص مغناطیسی را افزایش و از طرفی سبب کلوخه شدن و اتصال ضعیف پرکننده ماده رسانا در ماتریس سبب می‌شود. لذا حد بهینه برای دستیابی به مقدار لازم  $SE_T$  محافظ برای کامپوزیت‌ها علی‌الخصوص کامپوزیت‌های سه جزئی ضروری است. در بسیاری از تحقیقات قبلی عنوان شده که سهم اتلاف جذب در  $SE_T$  بالاتر از سهم اتلاف بازتاب است و نقش اساسی در آن دارد. بطور متوسط، سهم اتلاف جذب در تحقیقات به میزان ۷۰-۸۰٪ از  $SE_T$  بوده است [۶۹-۶۶، ۵۶، ۵۳، ۱۵]. به عنوان یک نتیجه از موارد فوق، بطور معمول در فناوری مخفی کاری، از کامپوزیت‌هایی که دارای هدایت الکتریکی قابل توجه و  $SE_A$  زیاد هستند استفاده می‌شود. بر اساس داده‌های خروجی  $S_{11}$  و  $S_{21}$  از دستگاه تحلیل گر شبکه VNA، با توجه به فرم لگاریتمی آن‌ها و با استفاده از نرم‌افزار مطلب و معادلات شماره (۱۰) و (۱۱) برای هر کدام از نمونه‌ها  $SE_T$  EMI محاسبه گردید و نتایج در جدول ۳ نمایش داده شده است.

$$\text{Total shielding } (SE_T) = SE_A + SE_R = -20\text{Log}_{10}|S_{21}| \quad (10)$$

$$\text{Absorption loss } (SE_A) = 10\text{Log}_{10} \left( \frac{1-|S_{11}|^2}{|S_{21}|^2} \right) \quad (11)$$

$$\text{Reflection loss } (SE_R) = 10\text{Log}_{10} \left( \frac{1}{1-|S_{11}|^2} \right) \quad (12)$$

هنگامی که  $SE_A$  بالاتر از ۱۰ dB است [۶۳]،  $SE_M$  را می‌توان نادیده گرفت. بنابراین،  $SE_R$  و  $SE_A$  مکانیسم غالب برای محافظت از EMI هستند. اثربخشی محافظت از EMI (dB) با معادله زیر به کارایی محافظت از EMI (٪) تبدیل می‌شود:

$$\text{shielding efficiency } (\%) = 100 - \left( \frac{1}{10^{SE/10}} \right) \times 100 \quad (13)$$

با توجه به معادله (۱۴) اتلاف بازتاب با افزایش فرکانس کاهش می‌یابد در حالی که با در نظر داشتن معادله (۱۵) افزایش فرکانس سبب افزایش اتلاف جذب می‌شود. واضح است که اتلاف جذب تابعی از خصوصیات فیزیکی محافظ بوده و مستقل از نوع منبع انرژی است. در حالی که مکانیسم اتلاف بازتاب کاملاً به اختلاف بین امپدانس ذاتی محافظ و فضای آزاد بستگی دارد و مستقل از ضخامت محافظ است [۶۴].

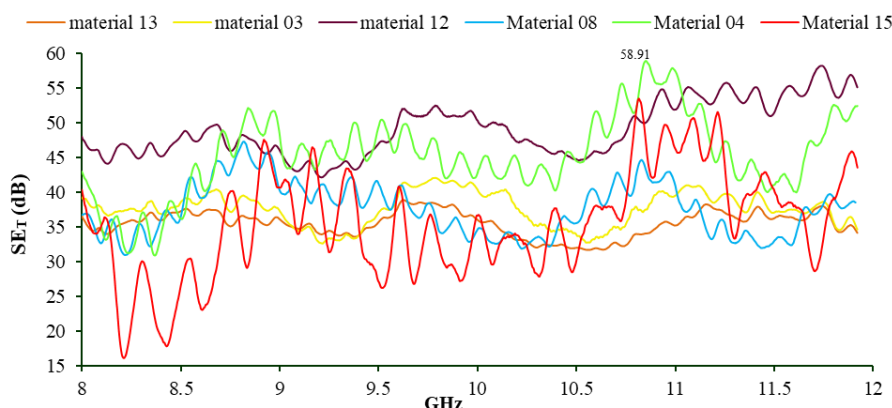
$$SE_R = 39.5 + 10\text{Log}(\sigma/2\pi f\mu) \quad (14)$$

$$SE_A = 8.7(t/2)(f\mu\sigma)^{1/2} \quad (15)$$

در معادله فوق  $SE_A$  میزان جذب در بعد dB و t ضخامت محافظ در بعد میلی‌متر، f فرکانس و  $\sigma$  هدایت الکتریکی است. معادله فوق نشان می‌دهد که با افزایش ضخامت محافظ، میزان جذب افزایش می‌یابد. مکانیسم اتلاف جذب را می‌توان به صورت خلاصه‌تر با معادله (۱۶) نمایش داد. در اینجا نیز مشخص است که بر اساس تئوری ارتباط اتلاف جذب با ضخامت رابطه مستقیم دارد [۶۵].

جدول ۳: نتایج خروجی از دستگاه VNA بر اساس پارامترهای طراحی آزمایش.

Material No.	Cobalt Ferrite (%wt)	Polypyrrole (%wt)	Thickness (mm)	SE <sub>T</sub> (dB)	Absorption loss (%)
۱	۴	۲۰	۲	۱۷/۹	۷۹/۵
۲	۲۰	۲۰	۲	۳۱/۸	۸۳/۳
۳	۴	۴۰	۲	۳۷/۷	۸۵/۵
۴	۲۰	۴۰	۲	۴۵/۴	۹۱/۹
۵	۴	۳۰	۱	۱۸/۱	۷۲/۱
۶	۲۰	۳۰	۱	۲۵/۴	۸۰/۲
۷	۴	۳۰	۳	۳۳/۱	۸۸/۴
۸	۲۰	۳۰	۳	۳۷/۶	۹۲/۸
۹	۱۲	۲۰	۱	۲۷/۷	۸۱/۶
۱۰	۱۲	۴۰	۱	۳۱/۲	۸۶/۷
۱۱	۱۲	۲۰	۳	۳۴/۱	۸۹/۸
۱۲	۱۲	۴۰	۳	۴۹/۱	۹۲/۵
۱۳	۱۲	۳۰	۲	۳۵/۵	۹۰/۶
۱۴	۱۲	۳۰	۲	۳۴/۱	۸۹/۴
۱۵	۱۲	۳۰	۲	۳۵/۶	۹۱/۹



شکل ۵: اثربخشی محافظ SET در محدوده فرکانس X.

بالاترین راندمان است. مقایسه اثربخشی متوسط کامپوزیت‌های شماره ۴ و ۱۲ نشان می‌دهد که الزاما برای دستیابی به بالاترین راندمان نمی‌توان بر روی یکی از متغیرهای ورودی متمرکز بود و اثر متقابل متغیرهای ورودی بر روی پاسخ خروجی مشهود است. با توجه به اینکه نمونه شماره ۱۲ حائز بهترین مکانیسم SE<sub>T</sub> و نمونه شماره ۸ دارای بیشترین مکانیسم جذب بود لذا در شکل ۶ دو مکانیسم اصلی SE<sub>A</sub> و SE<sub>T</sub> برای آن‌ها نمایش داده می‌شود.

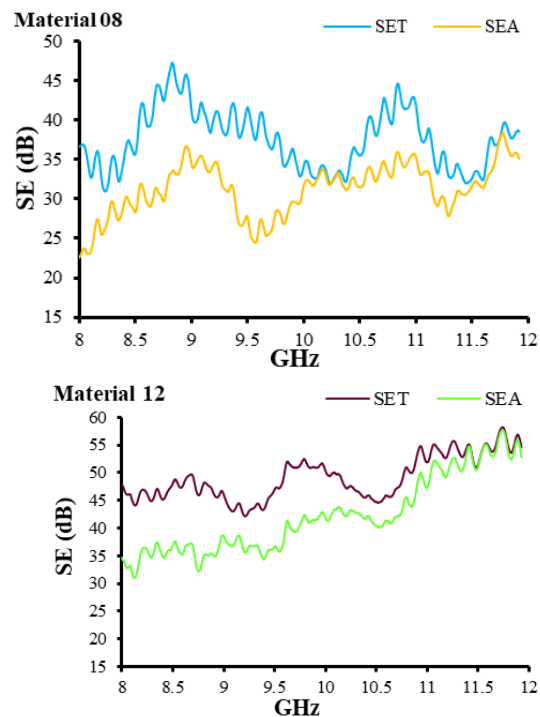
نمودار SE<sub>T</sub> EMI برای ۶ نمونه که حائز بهترین شرایط بودند (SE<sub>T</sub> > 35) در شکل ۵ نمایش داده شد. با توجه به شکل ۵ اثربخشی محافظ برای کامپوزیت‌های شماره ۴ و ۱۵ از نوسان بیشتری در محدوده فرکانسی باند X نسبت به کامپوزیت‌های شماره ۱۳، ۳، ۱۲، ۸ برخوردار است. همچنین کامپوزیت شماره ۴ در فرکانس ۱۰/۹۳ GHz به صورت نقطه‌ای حائز بالاترین اثربخشی با ۵۸/۹۱ dB بوده است. همچنین کامپوزیت شماره ۱۲ با متوسط اثربخشی ۴۹/۱ dB دارای

مقایسه‌ای از مطالعات انجام شده قبلی مشابه با تحقیق فعلی در محدوده باند فرکانس X آورده شده است.

### ۳-۲- تجزیه و تحلیل واریانس و برازش مدل

با توجه به شرایط آزمایشی که نرم‌افزار در اختیار قرارداد، بالاترین  $SE_{Total}$  به صورت تجربی ۴۹/۱ بدست آمد. شرایط مهم و اساسی برای تحلیل داده‌های چندمتغیره، برقراری پیش فرض‌های نرمال بودن، خطی بودن و یکسانی پراکندگی داده‌ها است. چنانچه یک یا چند تا از این مفروضه‌ها نادیده گرفته شود، در این صورت، در نتایج آماری سوگیری یا تحریف رخ می‌دهد. نرمال بودن، اساسی‌ترین پیش فرض تحلیل چندمتغیره است. اگر این فرض برقرار نباشد، برخی آزمون‌های آماری مشخص، غیرمعتبر بوده و قابل استفاده نیستند. شکل زیر فرض نرمال بودن داده را با دو سطح پاسخ  $SE_T$  و  $Absorption\ loss\ (\%)$  نشان می‌دهد که داده‌ها تقریباً نرمال می‌باشند.

نتایج نشان می‌دهد که مانده‌ها از یک توزیع نرمال پیروی می‌کنند. این امر نشان‌دهنده همبستگی بسیار خوب بین نتایج بدست آمده با روش تجربی و مقادیر پیش‌بینی شده با روش آماری است. تحلیل واریانس به اختصار ANOVA مجموعه‌ای از مدل‌های آماری است که به بررسی میانگین در گروه‌ها و توابع وابسته به آن‌ها می‌پردازد. در این روش واریانس بدست آمده از یک متغیر تصادفی به اجزاء کوچک‌تری که منابع واریانس هستند تقسیم می‌شوند. واریانس یک شاخص برای اندازه‌گیری میزان پراکندگی است که نشان می‌دهد تا چه اندازه داده‌ها از میانگین پراکنده شده است. مقادیر بزرگ‌تر واریانس نشان‌دهنده پراکندگی بیشتر است. واریانس مربع انحراف استاندارد است. مقادیر بزرگ‌تر قدر مطلق F-Value منجر به مقادیر کوچک‌تر P-value می‌شود که این امر سبب کاهش احتمال پذیرش فرض صفر می‌شود. بطور معمول مطالعات آماری در سطح اطمینان ۹۵٪ (یعنی آلفای برابر با ۰/۰۵) انجام می‌شود.



شکل ۶: نمایش مکانیسم SEA و اثربخشی محافظ SET در محدوده فرکانس X در نمونه‌های شماره ۸ و ۱۲.

وابستگی  $SE_A$  و  $SE_R$  به هدایت و نفوذپذیری نشان می‌دهد که مواد دارای رسانایی و نفوذپذیری مغناطیسی بالاتر، می‌توانند خواص جذب بالاتری را بدست آورند. برای بررسی بیشتر مکانیسم جذب و بر اساس معادلات (۱۴) و (۱۵) نشان داده شد که مواد با رسانایی و نفوذپذیری مغناطیسی بالاتر، می‌توانند خواص جذب بالاتری را بدست آورند. طوری که نمونه شماره ۱۲ دارای بیشترین ماده رسانا و نمونه ۸ هم دارای بیشترین مقدار ماده مغناطیسی در ضخامت مشابه هستند. از طرفی کامپوزیت شماره ۷ نیز دارای ماده رسانا با درصد وزنی نسبتاً بالا است ولی از  $SE_T$  کمتری برخوردار است. بدین منظور ضرورت بهینه‌سازی محسوس است. در شکل ۶ تقریباً در تمامی محدوده فرکانس باند X نتایج درصد جذب قابل قبول است منتها این نتایج از فرکانس ۱۰ GHz به بالا بهتر بوده است. این نتایج تجربی با تئوری ارائه شده در معادله (۱۵) تطابق داشت. به طوری که با افزایش فرکانس مقدار  $SE_A$  افزایش یافته است. در جدول ۴

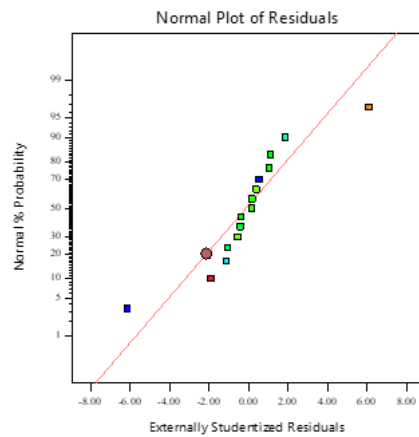
جدول ۴: مقایسه مقدار SET و SEA در ضخامت‌های مختلف با مقادیر و نوع پرکننده‌های مختلف.

Composite	Filler %wt	SE <sub>T</sub> (dB)	SE <sub>A</sub> (dB)	Thickness (mm)	References
PU/ SWNT	۲۰	۱۷	-	-	[70]
TPU/Mt-PPy	۳۰	۳۶/۵	۳۲	۵	[71]
TPU/PPY-MWCNT	۴۰	۴۶	~۴۱	۳	[72]
TPU/PPY	۴۰	۱۸	~۱۴	۳	[72]
PAPY/NCF Poly(Ani-co-Py)/Ni <sub>0.4</sub> Co <sub>0.6</sub> Fe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	۳۰	۲۹/۴	۲۵	۲	[73]
PVA/Ag-PPy	۱۰	۳۱/۸	-	۳	[74]
PPY/CobatI ferrite-graphene	۴۴	۳۸	۳۷	۲	[46]
PPy/Ni <sub>0.4</sub> Co <sub>0.6</sub> Fe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	۲۰	۴۸/۷	۳۸/۱	۲	[28]
PU/MMt-PPy.DBSA	۲۵	۲۱	-	۲	[75]
TPU/CoFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> -PPY	۵۲	۴۹/۱	۴۵/۴	۳	تحقیق فعلی
TPU/CoFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> -PPY	۵۰/۲	۳۰	۲۵/۶	۱	مدل بهینه تحقیق فعلی

Design-Expert® Software

SET

Color points by value of SET:  
17.9 49.1

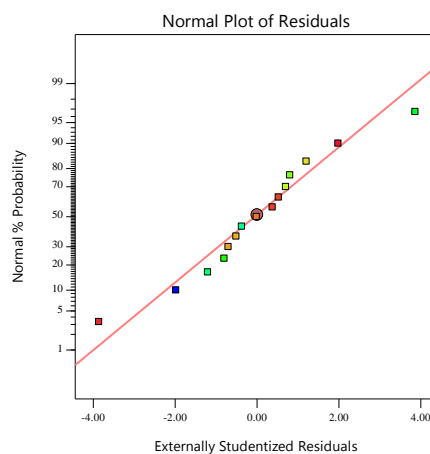


(A)

Design-Expert® Software

Absorption loss

Color points by value of Absorption loss:  
72.1 92.8



(B)

شکل ۷: فرض نرمال بودن باقیمانده‌ها برای (A) نسبت به پاسخ SET و (B) نسبت به پاسخ Absorption loss (%).

است. از سویی دیگر نسبت به پاسخ  $SE_A$  ضخامت تأثیر چشمگیر و سپس فریت کبالت و پلی پیرول مؤثر بوده‌اند.

جدول ۵: مشخصات آماری مدل برازش شده برای پاسخ SET و مکانیسم جذب SEA

	$SE_T$	$SE_A$
Std. Dev.	۲/۸۶	۲/۶۶
Mean	۳۳/۰۵	۸۶/۴۶
C.V. %	۸/۶۵	۳/۰۷
$R^2$	۰/۹۵۹۹	۰/۹۳۱۲
Adjusted $R^2$	۰/۸۸۷۷	۰/۸۰۷۴
Predicted $R^2$	۰/۳۵۳۸	-۰/۰۷۰۴
Adeq Precision	۱۴/۶۱۲۴	۹/۶۵۹۸

نرم‌افزار Design expert بر اساس تخمین پارامترها یک رابطه تجربی بین متغیر پاسخ و متغیرهای مورد آزمایش ارائه می‌دهد. با توجه به نتایج بدست آمده، معادله چند جمله‌ای درجه دوم به فرم کد شده که نشان‌دهنده ارتباط تجربی متغیرهای مورد آزمایش و  $SE$  (Total) است، بدست آمد.

$$SE_T = 35/53 + 4/17A + 6/49B + 6/44C - 1/55AB - 0/7AC + 2/87BC - 4/65A^2 + 2/32B^2 - 2/33C^2$$

میزان بارگذاری پرکننده‌ها در ماتریس اصلی کامپوزیت بسیار مهم است. پرکننده‌ها به هدایت، جذب و حتی قدرت و سایر خواص کامپوزیت کمک کنند. تغییرات در مقدار پرکننده، در ماتریس پلیمری سبب تغییر در عملکرد محافظ می‌شود. انتظار می‌رود با افزایش مقدار فریت در نمونه، امکان تقویت جذب شونده‌گی وجود داشته باشد.

در سطح اطمینان ۹۵٪ اگر P-value کوچک‌تر از ۰/۰۵ باشد فرض صفر را رد می‌کنند و در غیر این صورت فرض صفر را می‌پذیرند. اندازه‌گیری آماری نزدیک داده‌ها به خط رگرسیون برازش شده R-Squared است. تفاوت مهم میان R-Squared و AdjR-Squared این است که R-Squared فرض می‌کند که هر متغیر مستقل مشاهده شده در مدل، تغییرات موجود در متغیر وابسته را تبیین می‌کند؛ بنابراین درصد نشان داده شده توسط R-Squared با فرض تأثیر همه متغیرهای مستقل بر متغیر وابسته است. در صورتی که درصد نشان داده شده توسط AdjR-Squared فقط حاصل از تأثیر واقعی متغیرهای مستقل مدل وابسته است و نه همه متغیرهای مستقل.

با توجه به جدول ۵ و مقادیر آماری مدل، R-Squared و AdjR-Squared برای پاسخ  $SE_T$  به ترتیب برابر با ۰/۹۵۹۹ و ۰/۸۸۷۷ و مقادیر R-Squared و AdjR-Squared برای پاسخ  $SE_A$  به ترتیب برابر با ۰/۹۳۱۲ و ۰/۸۰۷۴ که تقریباً نزدیک به یک و نشان دهنده صحت مدل است.

نتایج آنالیز واریانس برای هر دو پاسخ در جدول ۶ ارائه شده است. مطابق جدول مدل انتخاب شده معنی‌دار است و همه پارامترها مؤثر هستند. همچنین مقادیر p-value نسبت به پاسخ  $SE_T$  برای مدل درجه دوم ۰/۰۰۵ و نسبت به پاسخ  $SE_A$  برای مدل درجه دوم ۰/۰۱ است که هر دو کمتر از ۰/۰۵ و نشان‌دهنده صحت مدل می‌باشد.

با در نظر داشتن مجموع مربعات بیشتر و p-value کمتر از میان فاکتورها به ترتیب مقدار پلی پیرول، ضخامت و مقدار فریت کبالت بیشترین اثرگذاری را در مقدار پاسخ  $SE_T$  داشته

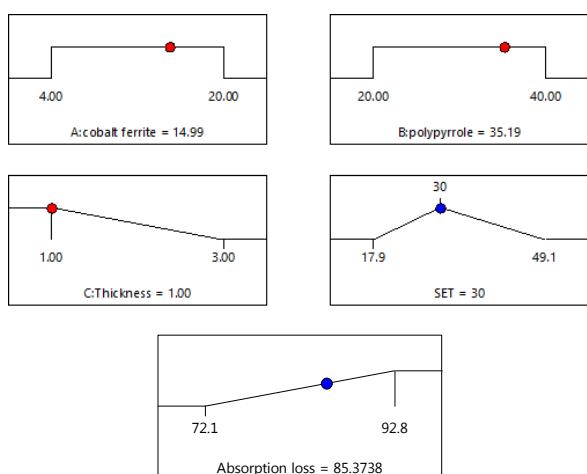
جدول ۶: داده‌های تحلیل واریانس برای پاسخ SET و مکانیسم جذب SEA.

Source	SE <sub>T</sub>			SE <sub>A</sub>		
	Sum of Squares	F-value	p-value	Sum of Squares	F-value	p-value
Model	۹۷۶/۴	۱۳/۲۹	۰/۰۰۵۴	۴۷۸/۱۵	۷/۵۲	۰/۰۱۹۴
A-cobalt ferrite	۱۳۹/۴۴	۱۷/۰۸	۰/۰۰۹۱	۶۴/۴۱	۹/۱۲	۰/۰۲۹۴
B-polypyrrole	۳۳۶/۷	۴۱/۲۵	۰/۰۰۱۴	۶۲/۷۲	۸/۸۸	۰/۰۳۰۸
C-Thickness	۳۳۱/۵۳	۴۰/۶۱	۰/۰۰۱۴	۲۳۰/۰۵	۳۲/۵۷	۰/۰۰۲۳
AB	۹/۶۱	۱/۱۸	۰/۳۲۷۴	۱/۶۹	۰/۲۳۹۲	۰/۶۴۵۵
AC	۱/۹۶	۰/۲۴۰۱	۰/۶۴۴۹	۳/۴۲	۰/۴۸۴۵	۰/۵۱۷۴
BC	۳۳/۰۶	۴/۰۵	۰/۱۰۰۳	۱/۴۴	۰/۲۰۳۹	۰/۶۴۰۵
A <sup>2</sup>	۷۹/۹۸	۹/۸	۰/۰۲۶	۹۷/۱۴	۱۳/۷۵	۰/۰۱۳۹
B <sup>2</sup>	۱۹/۸۹	۲/۴۴	۰/۱۷۹۳	۲/۶۹	۰/۳۸۱۴	۰/۵۶۳۹
C <sup>2</sup>	۲۰/۰۳	۲/۴۵	۰/۱۷۸	۲۳/۶۲	۳/۳۴	۰/۱۲۷
Residual	۴۰/۸۱			۳۵/۳۲		
Lack of Fit	۴۰/۸۱	۴۰/۷۵	۰/۰۰۰۲	۳۴/۱۹	۲۰/۲۳	۰/۰۴۷۵
Pure Error	۰/۰۰۶۷			۱/۱۳		

تأثیر قابل توجهی بر محافظت الکترومغناطیسی کامپوزیت پلیمر داشته باشند. در واقع برای محافظت الکترومغناطیسی از طریق مکانیسم جذب، هدایت کلی کامپوزیت یک عامل مهم علاوه بر هدایت و میزان بارگذاری ذرات پرکننده در ماتریس است. با این حال، هدایت الکتریکی بالا ممکن است توانایی جذب EM را کاهش دهد [۷۶، ۷۷]. لذا بهینه‌سازی مقدار بارگذاری ذرات پرکننده در ماتریس اصلی باید محاسبه گردد. در شکل ۸ اثر پارامترهای مختلف بر روی پاسخ SE<sub>T</sub> نشان داده شده است. با توجه به شکل A-۸ هر چه از رنگ آبی به نارنجی تغییر می‌کند SE<sub>T</sub> بیشتر می‌شود. برابر نتایج حاصل شده در شکل فوق، در مقایسه اثر فریت کبالت و پلی پیرول و با حرکت بر منحنی SE<sub>T</sub> معادل ۳۰ dB مشخص می‌شود که در مقادیر ۴ تا ۱۰ درصد وزنی فریت کبالت برای رسیدن به اثربخشی مطلوب بایست مقادیر وزنی پلی پیرول از ۳۴ تا ۲۰ درصد وزنی کاهش یابد.

اگرچه، مقادیر زیاد فریت ممکن است سبب کاهش خواص مکانیکی نمونه گردد. از این رو، بر روی نرخ بین حجم پرکننده و ماتریس پلیمر حساسیت سنجی انجام می‌گیرد. در ادامه نتایج حساسیت سنجی بر روی مقدار فریت در ضخامت مشخص نشان داده شده است. افزودن پرکننده‌های رسانا (پلی پیرول) سبب ایجاد شبکه نفوذ در ماتریس پلیمر میزبان (پلی یورتان ترموپلاستیک) می‌شود و راه‌حلی برای ایجاد هدایت الکتریکی در نانو کامپوزیت‌ها است. با این حال، ترکیب نانو مواد در ماتریس پلیمری به دلیل مساحت سطح فوق‌العاده بالا و گرایش به کلوخه شدن، کار ساده‌ای نبود. این موضوع اغلب منجر به ناکامی در انتقال خواص نانوذرات (پرکننده) به خواص مایکروسکوپی نانو کامپوزیت‌های حاصل شده و عدم توانایی کامل در استفاده از پتانسیل آن‌ها می‌شود. نتیجتاً اینکه عواملی مانند هدایت ذاتی پرکننده، پراکندگی، توزیع، اندازه و جهت‌گیری ذرات ممکن است

همچنین در مقایسه اثر فریت کبالت و ضخامت در شکل B-۸ و با حرکت بر منحنی  $SE_T$  معادل ۳۵ dB مشخص است که با افزایش مقادیر وزنی فریت کبالت از ۶ تا ۱۶٪ وزنی ضخامت از ۳ تا ۱/۸ mm کاهش و پس از آن یعنی با افزایش بیشتر وزن فریت کبالت از ۱۶٪ ضخامت نیز افزایش دارد. یا در مقایسه اثر پلی پیرول و ضخامت در شکل C-۸ مشخص است که پلی پیرول به صورت معکوس با ضخامت ارتباط دارد و افزایش هر کدام همراه با کاهش دیگری سبب افزایش میزان پاسخ  $SE_T$  می‌گردد.

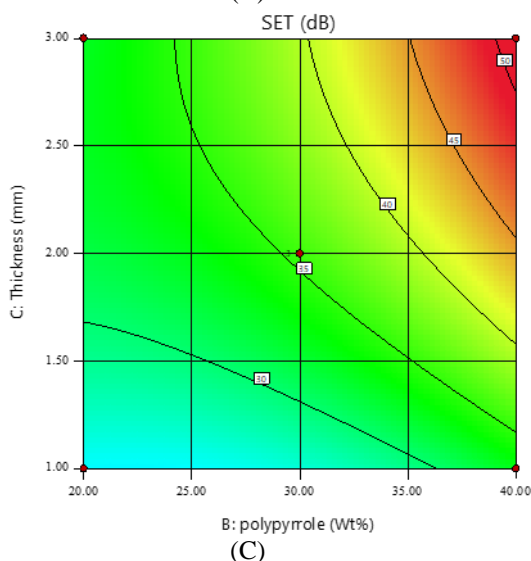
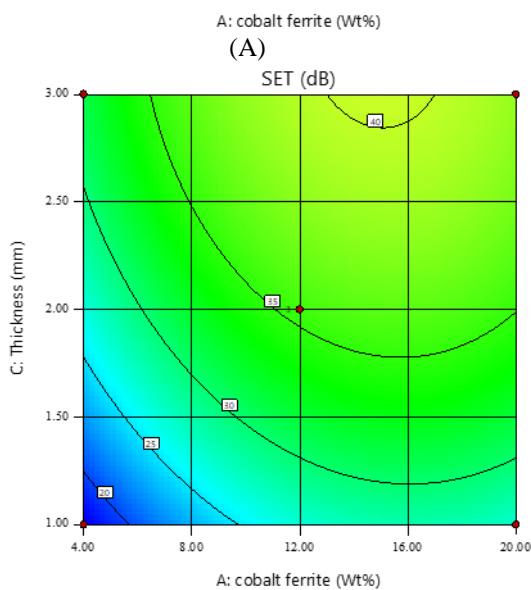
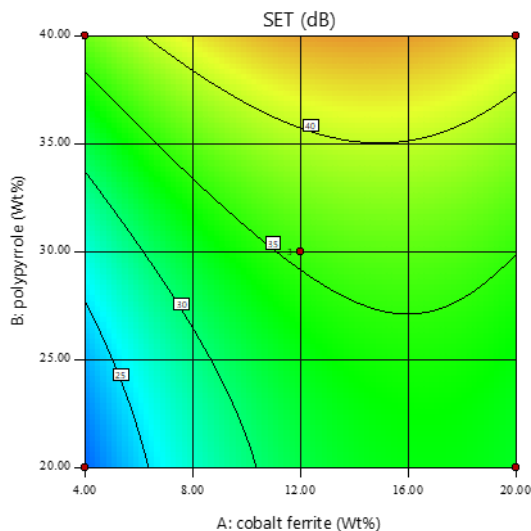


شکل ۹: بهینه‌سازی پارامترهای عملیاتی در کامپوزیت سه جزئی.

نهایتاً برای بهینه‌سازی و رسیدن به درصد‌های مطلوب برای پاسخ  $SE_T$  معادل ۳۰ dB با حداقل ضخامت و حداکثر درصد مکانیسم جذب برای کاربردهای دفاعی و صنعتی اعداد زیر پیشنهاد شد. با احتساب خروجی طراحی آزمایش مقدار فریت کبالت ۱۴/۹۹٪ وزنی، مقدار پلی پیرول ۳۵/۱۹٪ وزنی و مقدار ماتریس کامپوزیت ۴۹/۸۲٪ وزنی با ضخامت ۱ mm می‌باشد. نتایج در شکل ۹ نمایش داده شده است.

#### ۴- نتیجه‌گیری

در این مطالعه یک کامپوزیت به عنوان پوشش جاذب موج الکترومغناطیسی در سه مرحله و با روش هیدروترمال، پلیمریزاسیون شیمیایی و ترکیب محلول سنتز شد. در این



شکل ۸: نمایش اثر متغیرهای ورودی بر یکدیگر و بر پاسخ  $SE_T$ .



## مراجع

- کامپوزیت دو ماده فریت کبالت (ماده مغناطیسی) و پلی پیرول (ماده دی الکتریک) به عنوان پرکننده و پلی یورتان ترموپلاستیک به عنوان ماتریس حضور داشت. نتایج نشان داد که پلی پیرول و فریت کبالت سبب افزایش مقدار اثربخشی محافظ  $SE_T$  شدند. همچنین عامل اصلی در افزایش  $SE_T$  به ویژه در فرکانس های ۱۰ تا ۱۲ GHz مکانیسم جذب بود.
- عواملی مانند خواص مغناطیسی پرکننده، پراکندگی، اندازه و جهت گیری ذرات در یک کامپوزیت تأثیر قابل توجهی بر افزایش  $SE_T$  یک کامپوزیت پلیمری دارد. به عبارتی توزیع مواد مغناطیسی در اندازه نانو و با پراکندگی مناسب در یک پلیمر هادی سبب افزایش اثربخشی یک کامپوزیت محافظت از امواج است. پلی پیرول و فریت کبالت هر دو نقش مهمی در مکانیسم محافظت از امواج دارند، منتها افزایش همزمان دو ماده الزاما سبب بهبود نتایج نمی شود و نقطه بهینه برای تعیین این مواد وجود دارد، البته نتایج بهینه سازی نشان داد پلی پیرول نقشی به مراتب مؤثرتر نسبت به فریت کبالت دارد.
- متغیر ضخامت به عنوان یک عامل مؤثر، سبب بهبود مکانیسم جذب می گردد، ولی برای این متغیر نیز نقطه بهینه وجود داشت چرا که افزایش زیاد آن سبب افزایش مواد و چگالش کامپوزیت می شود فلذا مقدار بهینه ضخامت کامپوزیت در ساخت و کاربرد صنعتی، عامل کلیدی است. نهایتا، مقدار پلی پیرول، ضخامت و مقدار فریت کبالت به ترتیب بیشترین اثرگذاری را در مقدار پاسخ  $SE_T$  داشت. از سویی دیگر نسبت به پاسخ  $SE_A$  ضخامت تأثیر چشمگیر و سپس فریت کبالت و پلی پیرول مؤثر بودند.
- سرانجام با بهینه سازی انجام شده و بررسی اثر متغیرهای ورودی بر یکدیگر و همچنین اثر آن ها بر پاسخ خروجی، با استفاده از نتایج آزمایش ها مشخص گردید کاربرد صنعتی (بخصوص در صنایع هوافضا) یک کامپوزیت با مقدار پرکننده (فریت کبالت و پلی پیرول) معادل ۵۰/۲٪ و ماتریس کامپوزیت (پلی یورتان ترموپلاستیک) ۴۹/۸٪ وزنی با ضخامت ۱ mm و با میزان جذب بیش از ۸۵٪ معرفی شد.
- [1] Y. Zhang, Y. Huang, T. Zhang, H. Chang, P. Xiao, H. Chen, Z. Huang, Y. Chen, *Advanced Materials*, **27**, 2015, 2049.
  - [2] Q. Zeng, X. Xiong, P. Chen, Q. Yu, Q. Wang, R.C. Wang, H. Chu, *Journal of Materials Chemistry C*, **4**, 2016, 10518.
  - [3] A. Hazarika, B. K. Deka, D. Kim, K. Kong, Y.B. Park, H.W. Park, *Scientific Reports*, **7**, 2017, 40386.
  - [4] E. Acikalın, K. Çoban, A. Sayıntı, *Progress in Organic Coatings*, **98**, 2016, 2.
  - [5] B. Zhao, G. Shao, B. Fan, W. Zhao, and R. Zhang, *Physical Chemistry Chemical Physics*, **17**, 2015, 6044.
  - [6] X. Li, J. Feng, H. Zhu, C. Qu, J. Bai, X. Zheng, *RSC Advances*, **4**, 2014, 33619.
  - [7] Y. Fang, X. Tang, X. Sun, Y. Zhang, J. Zhao, L. Yu, Y. Liu, X. Zhao, *Journal of Applied Physics*, **121**, 2017, 224301.
  - [8] Y. Fang, X. Tang, X. Sun, Y. Zhang, J. Zhao, L. Yu, Y. Liu, P. Zhao, *Journal of Applied Physics*, **121**, 2017, 224301.
  - [9] C. Stein, M. Bezerra, G. Holanda, J. Andre-Filho, P. Morais, *AIP Advances*, **8**, 2018, 056303.
  - [10] X. Wang, H. Yan, R. Xue, S. Qi, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, **28**, 2017, 519.
  - [11] K. Zhang, W. Zuo, Z. Wang, J. Liu, T. Li, B. Wang, A. Yang, *RSC Advances*, **5**, 2015, 10632.
  - [12] C. Yang, J. Jiang, X. Liu, C. Yin, C. Deng, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **404**, 2016, 45.
  - [13] H. Yang, X. Yu, H. Meng, P. Dou, D. Ma, X. Xu, *Journal of Materials Science*, **50**, 2015, 5504.
  - [14] J. Jin, J. Song, S. Deng, G. Li, *Polymer Composites*, **37**, 2016, 532.
  - [15] F. Movassagh-Alanagh, A. Bordbar-Khiabani, A. Ahangari, *Composites Science and Technology*, **150**, 2017, 65.
  - [16] F. Xu, L. Ma, Q. Huo, M. Gan, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **374**, 2015, 311.
  - [17] M. Hacıismailoglu, *Applied Surface Science*, **356**, 2015, 817.
  - [18] S. Nalage, S. Navale, R. Mane, M. Naushad, F. Stadlar, V. Patil, *Synthetic Metals*, **209**, 2015, 426.
  - [19] R.B. Yang, P.M. Reddy, C.J. Chang, P.A. Chen, J.K. Chen, C. Chang, *Chemical Engineering Journal*, **285**, 2016, 497.
  - [20] S. Varshney, A. Ohlan, V.K. Jain, V.P. Dutta, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, **53**, 2014, 14282.
  - [21] C. Tian, *ACS Applied Materials & Interfaces*, **7**, 2015, 20090.
  - [22] P. Saini, "Thermoset Nanocomposites", Wiley, 2013.
  - [23] P. Vargas, C. Merlini, R. Arenhart, B.G. Soares, *Materials Research*, **21**, 2018.
  - [24] C. Merlini, G.M. Barra, M.D. da Cunha, S.D. Ramoa, B.G. Soares, A. Pegoretti, *Polymer Composites*, **38**, 2017, 2146.
  - [25] M. Verma, S.S. Chauhan, S. Dhawan, V. Choudhary, *Composites Part B: Engineering*, **120**, 2017, 118.
  - [26] M. Verma, P. Verma, S. Dhawan, V. Choudhary, *RSC Advances*, **5**, 2015, 97349.
  - [27] N. Gill, A.L. Sharma, V. Gupta, M. Tomar, O. Pandey, D. Singh, *Journal of Alloys and Compounds*, **797**, 2019, 1190.
  - [28] M. Saini, R. Shukla, S. Singh, *AIP Conference Proceedings*, 2019, 30092.
  - [29] N. Gulzar, K. Zubair, M.F. Shakir, M. Zahid, Y. Nawab, Z. Rehan, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, **33**, 2020, 3519.
  - [30] S.D. Ramoa, G.M. Barra, C. Merlini, S. Livi, B. Soares, A. Pegoretti, *Polymers for Advanced Technologies*, **29**, 2018, 1377.
  - [31] V. Shukla, *Journal of Materials Science*, **55**, 2020, 2826.
  - [32] M. Bertolini, S. Ramoa, C. Merlini, G.M. Barra, B. Soares, A. Pegoretti, *Frontiers in Materials*, **7**, 2020, 174.
  - [33] K. Vaid, A. Chaurasia, D. Rathore, R. Singhal, *Polymer Composites*, **42**, 2021, 819.

- [56] A. Gupta, V. Choudhary, *Composites Science and Technology*, **71**, 2011, 1563.
- [57] H. Wang, G. Wang, W. Li, Q. Wang, W. Wei, Z. Jiang, S. Zhang, *Journal of Materials Chemistry*, **22**, 2012, 21232.
- [58] P. Saini, M. Arora, *New Polymers for Special Applications*, **3**, 2012, 73.
- [59] U. Lundgren, Ph.D thesis, Lulea Tekniska Universitet, Sweden, 2004.
- [60] M. Bayat, H. Yang, F. Ko, D. Michelson, A. Mei, *Polymer*, **55**, 2014, 936.
- [61] C. Merlini, A. Pegoretti, P.C. Vargas, T.F. da Cunha, S.D. Ramoa, B.G. Soares, G. Barra, *Polymer Composites*, **40**, 2019, 78.
- [62] M. Gholampoor, F. Movassagh, H. Salimkhani, *Solid State Sciences*, **64**, 2017, 51.
- [63] M.H. Al-Saleh, U. Sundararaj, *Carbon*, **47**, 2009, 2.
- [64] C. Phan, M. Mariatti, Y. Koh, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **401**, 2016, 472.
- [65] E. Mesh, EMI Shielding Theory. & Gasket Design Guide, **10**, 2020, 191.
- [66] M.H. Al-Saleh, U. Sundararaj, *Journal of Physics D: Applied Physics*, **46**, 2012, 35304.
- [67] B. Yuan, L. Yu, L. Sheng, K. An, X. Zhao, *Journal of Physics D: Applied Physics*, **45**, 2012, 235108.
- [68] M. Arjmand, T. Apperley, M. Okoniewski, U. Sundararaj, *Carbon*, **50**, 2012, 5126.
- [69] Y.Y. Kim, J. Yun, H.I. Kim, Y. Lee, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, **18**, 2012, 392.
- [70] Z. Liu, G. Bai, Y. Huang, Y. Ma, F. Du, F. Li, T. Guo, Y. Chen, *Carbon*, **45**, 2007, 821.
- [71] S.D. Ramoa, G.M. Barra, C. Merlini, S. Livi, B. Soares, *Polymers for Advanced Technologies*, **29**, 2018, 1377.
- [72] P. Gahlout, V. Choudhary, *Synthetic Metals*, **266**, 2020, 116414.
- [73] M. Saini, R. Shukla, S. Singh, *Polymers, and Materials*, **29**, 2019, 2044.
- [74] J. Srivastava, P.K. Khanna, P.V. More, N. Singh, *Advanced Materials Letters*, **8**, 2017, 42.
- [75] P.C. Vargas, C. Merlini, S. Ramoa, R. Arenhart, G. Barra, B. Soares, *Materials Research*, **21**, 2018.
- [76] C. Wang, X. Han, P. Xu, X. Zhang, Y. Du, S. Hu, J. Wang, X. Wang, *Applied Physics Letters*, **98**, 2011, 72906.
- [77] H. Yu, *Journal of Materials Chemistry*, **22**, 2012, 21679.
- [34] D.A. Gopakumar, A.R. Pai, Y.B. Pottathara, D. Pasquini, L. Morais, A. Khalil, A. Nzihou, S. Thomas, *Journal of Applied Polymer Science*, **138**, 2021, 50262.
- [35] V. Shukla, *Nanoscale Advances*, **1**, 2019, 1640.
- [36] H. Zou, S. Li, L. Zhang, S. Yan, H. Wu, S. Zhang, M. Tian, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **323**, 2011, 1643.
- [37] Y. Feng, T. Qiu, C. Shen, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **318**, 2008, 8.
- [38] S. Zhao, D. Ma, *Journal of Nanomaterials*, **2010**, 48, 2010.
- [39] C. Hemant, K.S. Ganesh, N.B. Narendra, *Journal of Sensor Technology*, **2**, 2011, 47.
- [40] G. Allaadini, S.M. Tasirin, P. Aminayi, *International Nano Letters*, **5**, 2015, 183.
- [41] A. Yakubu, Z. Abbas, N.A. Ibrahim, M. Hashim, *Physical Science International Journal*, **8**, 2015, 1.
- [42] S. Akhtar, W. An, X. Niu, K. Li, S. Anwar, K. Maaz, M. Maqbool, L. Gao, *Nanoscale Research Letters*, **13**, 2018, 1.
- [43] J. Parhizkar, W. Habibi, *Nanotechnology*, **4**, 2019, 17.
- [44] S. Navale, A. Mane, A. Ghanwat, A. Mulik, V. Patil, *Measurement*, **50**, 2014, 363.
- [45] J. Luo, D. Gao, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **368**, 2014, 82.
- [46] N. Gill, A.L. Sharma, V. Gupta, M. Tomar, O. Pandey, D. Singh, *Journal of Alloys and Compounds*, **797**, 2019, 1190.
- [47] J. Stejskal, M. Trchova, P. Bober, Z. Moravkova, D. Kopecky, M. Vrnata, J. Prokes, M. Varga, *RSC Advances*, **6**, 2016, 88382.
- [48] I. Munoz Resta, J. Selles, P. Antonel, *Polymer Composite*, **39**, 2018, 4617.
- [49] M. Kooti, M. Afshari, *Scientia Iranica*, **19**, 2012, 1991.
- [50] R. Mohamed, M. Rashad, F. Haraz, W. Sigmund, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **322**, 2010, 2058.
- [51] L. Ajroudi, S. Villain, V. Madigou, N. Mliki, C. Leroux, *Journal of Crystal Growth*, **312**, 2010, 2465.
- [52] D.X. Yan, H. Pang, B. Li, R. Vajtai, L. Xu, P.G. Ren, Z. Li, *Advanced Functional Materials*, **25**, 2015, 559.
- [53] M. H. Al-Saleh, U. Sundararaj, *Carbon*, **47**, 2009, 1738.
- [54] S. Yang, K. Lozano, A. Lomeli, H.D. Foltz, R. Jones, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **36**, 2005, 691.
- [55] M.H. Al-Saleh, W.H. Saadeh, U. Sundararaj, *Carbon*, **60**, 2013, 146.