

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ BİLİŞİM ENSTİTÜSÜ

**KATKILI NiFe₂O₄ POLİMER TABANLI MİKRODALGA YUTUCULARIN
FREKANS SEÇİCİ MALZEME TASARIMI**

DOKTORA TEZİ

Ethem İlhan ŞAHİN

İletişim Sistemleri Anabilim Dalı

Uydu Haberleşmesi ve Uzaktan Algılama Programı

ŞUBAT 2019

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ BİLİŞİM ENSTİTÜSÜ

**KATKILI NiFe₂O₄ POLİMER TABANLI MİKRODALGA YUTUCULARIN
FREKANS SEÇİCİ MALZEME TASARIMI**

DOKTORA TEZİ

**Ethem İlhan ŞAHİN
(705112007)**

İletişim Sistemleri Anabilim Dalı

Uydu Haberleşmesi ve Uzaktan Algılama Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mesut KARTAL

ŞUBAT 2019

İTÜ, Bilişim Enstitüsü'nün 705112007 numaralı Doktora Öğrencisi **Ethem İlhan ŞAHİN**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “**KATKILI NiFe₂O₄ POLİMER TABANLI MİKRODALGA YUTUCULARIN FREKANS SEÇİCİ MALZEME TASARIMI**” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Mesut KARTAL**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Selçuk PAKER**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Sedef Kent PINAR
İstanbul Teknik Üniversitesi

Doç. Dr. Hamit TORPİ
Yıldız Teknik Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Serdar KARGIN
Beykent Üniversitesi

Teslim Tarihi : **18 Ocak 2019**
Savunma Tarihi : **7 Şubat 2019**



*Rahmetli Babam Salim ŞAHİN ve Rahmetli Eşdanışmanım Prof. Dr. Ayhan
MERGEN'e , Anneme ve kardeşlerime*



ÖNSÖZ

Bu tez konusunu bana öneren, tezimin her aşamasında yardımlarını esirgemeyen, doktora öğrenimim boyunca engin bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, her türlü kolaylığı ve desteği sağlayan tez danışmanlarım değerli hocalarım Sayın Prof. Dr. Mesut KARTAL'a ve 20.08.2017 tarihinde vefat eden Rahmetle andığım Prof. Dr. Ayhan MERGEN'e en içten saygılarımı sunarım. Ayrıca benden yardım ve desteklerini esirgemeyen Prof. Dr. Mustafa KİBAROĞLU, Prof. Dr. İbrahim AKDUMAN, Prof. Dr. Bahaddin SİNSOYSAL, Prof. Dr. Sedef Kent PINAR, Prof. Dr. Selçuk PAKER, Prof. Dr. Mahir RESULOV, Prof. Dr. Recep ARTIR, Dr. Seval GENÇ, Dr. Hakan BAL ile Marmara Üniversitesi Metalurji Mühendisliği Bölümü hocalarına ve çalışanı Hayrettin ŞİMŞEK'e ayrıca tüm güvenlik görevlilerine saygı ve teşekkürlerimi sunarım. Maddi ve manevi olsun her zaman destekleriyle beni yalnız bırakmayan bugünlere gelmemi sağlayan annem Emsal ŞAHİN'e Rahmetli Babam Salim ŞAHİN 'e ve kızkardeşlerim Serap, Özlem, Gamze'ye sonsuz şükranlarımı sunarım.

Şubat 2019

Ethem İlhan ŞAHİN



İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
ÖZET.....	xvii
SUMMARY	xix
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı	2
1.2 Literatür Araştırması	3
2. GENEL BİLGİLER	9
2.1 Mikrodalga Yutucu Malzemeler	9
2.2 Polianilin	10
2.3 Ferritler.....	11
2.3.1 Bilim ve teknolojiye tarihsel gelişim	13
2.3.2 Mikrodalga ferritleri.....	14
2.3.4 Ferrit dalga emiciler	14
2.4 Dielektrik malzemeler.....	15
2.4.1 Polarizasyon mekanizmaları	15
3. EKLANLAMA ETKİNLİĞİ ÖLÇÜMLERİ	17
3.1 Ekranlama Etkinliği Testleri	17
3.1.1 Açık Alan Testi	18
3.1.2 Koaksiyel İletim Hattı Testi.....	18
3.1.3 Blendajlı Kutu Testi	18
3.1.4 Korumalı Oda Testi.....	18
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	19
4.1 NiFe ₂ O ₄ Bileşiğine Yapılan Katkılar	19
4.2 Katkılı NiFe ₂ O ₄ ve Polianilin Tabanlı Katkılı NiFe ₂ O ₄ Bileşiklerin Üretimi ..	19
4.3 Epoksi – Polianilin Tabanlı Katkılı NiFe ₂ O ₄ Kompozitlerin Hazırlanması.....	22
4.4 X- Işınları (XRD) Analizi	24
4.5 Katkılı NiFe ₂ O ₄ Bileşiklerin SEM İncelemesi.....	25
4.6 Katkılı NiFe ₂ O ₄ Bileşiklerin FTIR Spektroskopisi Analizi.....	26
4.7 Katkılı NiFe ₂ O ₄ ve Kompozitlerin Manyetik Özellikleri VSM Ölçümü.....	27
4.8 Polianilin Tabanlı Katkılı NiFe ₂ O ₄ Kompozitlerin Mikrodalga Yutucu Peformansları Ölçümü	28
5. BÖLÜM	31
5.1 XRD Sonuçları.....	31
5.1.1 V katkılı nikel ferritin XRD analizi	31
5.1.2 Cu katkılı nikel ferritin XRD analizi	32
5.1.3 Tb katkılı nikel ferritin XRD analizi	33
5.1.4 Hf katkılı nikel ferritin XRD analizi	34

5.1.5 Ta katkılı nikel ferritin XRD analizi	35
5.1.6 Mo katkılı nikel ferritin XRD analizi	36
5.2 SEM Sonuçları	37
5.2.1 V katkılı nikel ferritin SEM analizi	37
5.2.2 Tb katkılı nikel ferritin SEM analizi	39
5.2.3 Cu katkılı nikel ferritin SEM analizi	40
5.2.4 Hf katkılı nikel ferritin SEM analizi	40
5.2.5 Ta katkılı nikel ferritin SEM analizi	41
5.2.6 Mo katkılı nikel ferritin SEM analizi	42
5.2.7 Nikel ferritin SEM analizi	43
5.3 FTIR Sonuçları	44
5.3.1 V katkılı nikel ferritin fourier fönüşümlü IR (FTIR) spektroskopisi analizi	44
5.3.2 Cu katkılı nikel ferritin fourier dönüşümlü IR (FTIR) spektroskopisi analizi	47
5.4 Manyetik Ölçüm Sonuçları	49
5.4.1 NiFe ₂ O ₄ :V ve PANI/NiFe ₂ O ₄ :V bileşimlerinin manyetik özellikleri	49
5.4.2 NiFe ₂ O ₄ :Tb ve PANI/NiFe ₂ O ₄ :Tb bileşimlerinin manyetik özellikleri ..	50
5.4.3 NiFe ₂ O ₄ :Cu ve PANI/NiFe ₂ O ₄ :Cu bileşimlerinin manyetik özellikleri..	52
5.4.4 NiFe ₂ O ₄ :Hf ve PANI/NiFe ₂ O ₄ :Hf bileşimlerinin manyetik özellikleri.....	54
5.4.5 NiFe ₂ O ₄ :Ta ve PANI/NiFe ₂ O ₄ :Ta bileşimlerinin manyetik özellikleri....	55
5.4.6 NiFe ₂ O ₄ :Mo ve PANI/NiFe ₂ O ₄ :Mo bileşimlerinin manyetik özellikleri.	57
5.4.7 NiFe ₂ O ₄ ve PANI'nin manyetik özellikleri.....	60
5.5 Ekranlama Etkinliği Ölçümleri	60
5.5.1 Cu katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü.....	60
5.5.2 V Katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü	62
5.5.3 Tb katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü.....	64
5.5.4 Hf katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü	67
5.5.4 Ta katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü	69
5.5.5 Mo katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü.....	71
6. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	75
KAYNAKLAR.....	81
ÖZGEÇMİŞ.....	87

KISALTMALAR

Å	: Angstrom (10^{-10})
A	: Yüzey Alanı (m^2/gr)
C_o	: Kapasitans (coulomb/volt)
°C	: Santigrat Derece
dB	: Desibel
Dak.	: Dakika
E	: Elektrik Alan
FTIR	:Fourier Dönüşümlü Kızıl Ötesi Spektrumu
ε_o	: Boşluğun Elektriksel Geçirgenliği
ε_r	: Dielektrik Sabiti (Permitivite)
G	: Dielektrik Kondüktans
GHz	: Giga Hertz
kHz	: Kilo Hertz
kV	: Kilo Volt
MPa	: Mega Paskal (Basınç ve Stres Birimi) (N/m ²)
MHz	: Mega Hertz
mm	: Milimetre
mA	: Mikroamper
PANI	: Polianilin
P	: Polarizasyon (Kutuplanma)
RAM	: Radar Yutucu Malzeme
SE	: Ekranlama Etkinliği
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
µm	: Mikrometre (10^{-6} m)
q	: Coulomb Yüğü
VSM	: Titreşen Örnek Magnetometresi
VNA	: Vektör Network Analizör
V	: Gerilim (Volt)
V_o	: Gerilimin Genliği (Volt)
ω	: Açısal Frekans



ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 3.1: Ekranlama etkinliği ve % azaltma değerleri.....	17
Çizelge 4.1 : NiFe ₂ O ₄ bileşiğinde Ni ve Fe yerine katkılanırılan katyonlar, koordinasyon sayıları ve iyonik yarıçapları	20
Çizelge 5.1 : NiFe ₂ O ₄ 'ün katkı miktarlarına göre sinterleme sıcaklıkları.....	44
Çizelge 5.2 : Katkılı nikel ferritlerin ve panili kompozitlerinin 1.5 T 'ya çıkabilen sistemde manyetik doyum değerleri.....	59
Çizelge 6.1 : PANI tabanlı katkılı NiFe ₂ O ₄ bileşiğinin belirli frekanslardaki ekranlama etkinliği değerleri genel özellikleri.....	78



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 4.1 : Katkılı NiFe ₂ O ₄ üretimine ait akış şeması.....	21
Şekil 4.2 : Üretim çalışmalarında kullanılan bilyeli değirmen	22
Şekil 4.3 : Tek eksenli hidrolik pres	23
Şekil 4.4 : Sıcaklıklı hidrolik pres	23
Şekil 4.5 : X-ışınları toz difraktometresi (Bruker AXS).....	24
Şekil 4.6 : SEM kaplama cihazı (Polaron Range Sputter Coater-SC7620).....	25
Şekil 4.7 : SEM ölçüm cihazı (JEOL 5910-LV), EDS (Oxford-Inca-7274)	26
Şekil 4.8 : FT-IR ölçüm cihazı (NICOLET 6700).....	27
Şekil 4.9 : VSM ölçüm cihazı (Cryogenic Limited PPMS)	28
Şekil 4.10 : Vektör network analizör cihazı (VNA (R&S FSH8-R&S FSH-K42 Two Port))	29
Şekil 5.1 : NiFe _{2-x} V _x O ₄ kompozisyonunda x= 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 0.6, 0.7 ve 1 oranlarında V katkılı nikel ferritlerin 1100°C’de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri.....	32
Şekil 5.2 : NiFe _{2-x} Cu _x O ₄ kompozisyonunda x= 0.1, 0.3, 0.5, 0.6, 0.7, 1, 1.2 ve 1.5 oranlarında Cu katkılı nikel ferritlerin 1250°C’de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri	33
Şekil 5.3 : Ni _{1-x} Tb _x Fe ₂ O ₄ kompozisyonunda x=0.025, 0.050, 0.070, 0.075, 0.1, 0.3, 0.5 oranlarında Tb katkılı nikel ferritlerin 1250°C’de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri	34
Şekil 5.4 : Ni _{1-x} Hf _x Fe ₂ O ₄ kompozisyonunda x=0.010, 0.015, 0.020, 0.025, 0.050, 0.075, 0.1 oranlarında Hf katkılı nikel ferritlerin 1200°C’de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri.....	35
Şekil 5.5 : Ni _{1-x} Ta _x Fe ₂ O ₄ kompozisyonunda x=0.010, 0.012, 0.015, 0.020, 0.025, 0.050, 0.075, 0.1 oranlarında Ta katkılı nikel ferritlerin 1200°C’de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri.....	36
Şekil 5.6 : Ni _{1-x} Mo _x Fe ₂ O ₄ kompozisyonunda x=0.010, 0.015, 0.020, 0.3, 1 oranlarında Mo katkılı nikel ferritlerin 1100°C’de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri	37
Şekil 5.7 : 1100°C’de 4 saat boyunca sinterlenen V katkılı NiFe _{2-x} V _x O ₄ ’ün SEM görüntüleri	38
Şekil 5.8 : 1250°C’de 4 saat boyunca sinterlenen Tb katkılı Ni _{1-x} Tb _x Fe ₂ O ₄ ’ün SEM görüntüleri	39
Şekil 5.9 : 1250°C’de 4 saat boyunca sinterlenen Cu katkılı NiFe _{2-x} Cu _x O ₄ ’ün SEM görüntüleri	40
Şekil 5.10 : 1200°C’de 4 saat boyunca sinterlenen Hf katkılı Ni _{1-x} Hf _x Fe ₂ O ₄ ’ün SEM görüntüleri	41
Şekil 5.11 : 1200°C’de 4 saat boyunca sinterlenen Ta katkılı Ni _{1-x} Ta _x Fe ₂ O ₄ ’ün SEM görüntüleri	42

Şekil 5.12 : 1100°C'de 4 saat boyunca sinterlenen Mo katkılı $Ni_{1-x}Mo_xFe_2O_4$ 'ün SEM görüntüleri	43
Şekil 5.13 : 1200°C'de 4 saat boyunca sinterlenen $NiFe_2O_4$ 'ün SEM görüntüleri	43
Şekil 5.14 : PANI- $NiFe_2O_4$:V kompozitlerin FTIR spektrumu	46
Şekil 5.15 : PANI- $NiFe_2O_4$:Cu kompozitlerin FTIR spektrumu	48
Şekil 5.16 : 1100°C'de 4 saat boyunca ısıtıl işlem görmüş V katkılı $NiFe_2O_4$ (x=0.1, 0.2, 0.3, 0.5) için manyetik histerisis eğrileri	50
Şekil 5.17 : 1250°C'de 4 saat ısıtıl işlem görmüş Tb katkılı $NiFe_2O_4$ (x=0.025, 0.050, 0.070, 0.075) için manyetik histerisis eğrileri	51
Şekil 5.18 : 1250°C'de 4 saat ısıtıl işlem görmüş Cu katkılı $NiFe_2O_4$ (x=0.1, 0.3, 0.5, 0.6) için manyetik histerisis eğrileri	53
Şekil 5.19 : 1200°C'de 4 saat ısıtıl işlem görmüş Hf katkılı $NiFe_2O_4$ (x=0.01, 0.015, 0.02, 0.025) için manyetik histerisis eğrileri	54
Şekil 5.20 : 1200°C'de 4 saat ısıtıl işlem görmüş Ta katkılı $NiFe_2O_4$ (x=0.01, 0.012, 0.015) için manyetik histerisis eğrileri	56
Şekil 5.21 : 1100°C'de 4 saat ısıtıl işlem görmüş Mo katkılı $NiFe_2O_4$ (x=0.01, 0.015, 0.020, 0.025) için manyetik histerisis eğrileri	58
Şekil 5.22 : 1200°C'de 4 saat ısıtıl işlem görmüş katkısız $NiFe_2O_4$ için manyetik histerisis eğrisi	60
Şekil 5.23 : Epoksi-Polianilin- $NiFe_2O_4$:Cu kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği (SE) özellikleri	61
Şekil 5.24 : Epoksi-Polianilin- $NiFe_2O_4$:V kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri	64
Şekil 5.25 : Epoksi-Polianilin- $NiFe_2O_4$:Tb kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri	65
Şekil 5.26 : Epoksi-Polianilin- $NiFe_2O_4$:Hf kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri	68
Şekil 5.27 : Epoksi-Polianilin- $NiFe_2O_4$:Ta kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri	70
Şekil 5.28 : Epoksi-Polianilin- $NiFe_2O_4$:Mo kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri	73

KATKILI NiFe_2O_4 POLİMER TABANLI MİKRODALGA YUTUCULARIN FREKANS SEÇİCİ MALZEME TASARIMI

ÖZET

Haberleşme endüstrisindeki olağanüstü büyüme mikrodalga yutucu malzemelere olan ilginin artmasına neden olmuştur. Son zamanlarda modern haberleşme sistemleri yüksek frekanslara doğru kaydığı için yüksek frekanslarda kullanılmaya uygun yutucu malzemelere olan ilgi ve gereksinimde doğal olarak artış göstermektedir. Kablosuz iletişimin hızlı ilerlemesi neticesinde mikrodalga yutucu malzemelere olan ilgi radar sistemleri ve askeri uygulamalar gibi özel alanlar dışındaki uygulamalarda da oldukça dikkat çekici hale gelmiştir. Kullanımı giderek yaygınlaşan elektronik aygıtlardan yayılan sinyallerin oluşturduğu elektromanyetik kirliliğin insan sağlığı ve çevre üzerine pek çok olumsuz sonuçlar ortaya çıkardığı da günümüzde bilinmektedir. Bu sorunları aşmak ve elektromanyetik etkileri en aza indirmek, radar, uzay teknolojisi, telekomünikasyon, yerel alan ağları, askeri ve iletişim teknolojilerinde güvenliği sağlamak amaçlı olan yutucu malzemeler ve ekranlama etkinliğine sahip malzemeler üzerinde yapılan çalışmalarda ayrıca devam etmektedir.

Yutucu malzemeye gelen sinyalin geldiği yöne yansımaması ve aynı zamanda iletim sağlamaması gereklidir. Bunun için sinyalin malzeme içinde veya üzerinde emilim yapması gerekmektedir. Normalde yansıma katsayısı minimum seviyeye ulaştığında w_n düşük yansıma kaybı elde edilir, yani gelen elektromanyetik dalgaların hiçbiri geri yansımamaktadır. Prensipte olarak, bir elektromanyetik yutucu kaplamanın rolü, düşük yansıma sağlaması ve gelen elektromanyetik dalgalar için yüksek bir yutulma sağlamasıdır. Elektromanyetik dalga yutucu malzemelerin değeri ne kadar ince bir tabaka ile ne kadar geniş bir frekans aralığında yutma işlemini yaptığı ile alakalıdır. Malzemeye gelen elektrik ve manyetik bileşenleri olan birbirlerine dik şekilde hareket eden elektromanyetik dalganın elektrik bileşeni malzemenin dielektrik özellikleri tarafından yutulurken diğer bileşen olan manyetik bileşen ise manyetik özellik tarafından yutulur böylece bu iki bileşen kaybolunca malzeme ideal yutucu malzeme olur. Mikrodalga malzeme içine girdikten sonra malzeme kalınlığı boyunca zayıflatılmalı ve ısıya dönüştürülmelidir, bu durumda malzemeye gelen dalgalar yutularak geri yansımayacaktır. Manyetik ve dielektrik özellikleri nedeniyle NiFe_2O_4 genel formülü ile verilen spinel ferritler sahip oldukları ilginç özellikleri nedeniyle son yıllarda yoğun bir şekilde bilgi depolama sistemleri içindeki uygulamalar, manyetik sıvılar, manyetik toplu çekirdek, yüksek frekans aralığında çalışan mikrodalga veya radar yutucu malzemeler (RAM), yüksek frekanslı cihazlar için araştırılmıştır, NiFe_2O_4 yapısındaki spinel ferritler manyetik kayıplarının ve dirençlerinin yüksek olmasından dolayı elektromanyetik dalga yutucu olarak kullanılabilir, ayrıca spinel ferritler manyetik kayıt ortamı, manyetik akışkanlar, katalizörler, manyetik rezonans görüntüleme (MRI), mikrodalga yutucular, sensörler ve pigmentler gibi uygulama alanlarında da öne çıkan malzemelerdir. Ferritlerin özellikleri, kimyasal bileşimine, mikroyapısına, sinterleme parametreleri ile katkılanan iyonun konumuna ve katkı oranına bağlı olarak değişik özellik göstermektedir.

Yapılan çalışmada NiFe_2O_4 ferrit bileşiminde Ni yerine Mo, Tb, Ta ve Hf, Fe yerine V, Cu farklı oranlarda yer alan katı eriyiği şeklinde ilave edilerek tek fazlı katkılı NiFe_2O_4 ferritleri oksitlerin karışımı yöntemiyle üretilmiştir. Başlangıç oksitlerinin miktarları $\text{Ni}_{1-x}\text{Mo}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$, $\text{Ni}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$, $\text{Ni}_{1-x}\text{Ta}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$, $\text{Ni}_{1-x}\text{Hf}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$, $\text{NiFe}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$, $\text{NiFe}_{2-x}\text{Cu}_x$ stokiyometrik kompozisyonlar baz alınarak hesaplanmıştır. Her bir katkının ana yapısı (NiFe_2O_4) içerisinde yapıyı bozmadan katkılanabileceği miktar olarak tarif edilen çözünürlük limiti X-ışınları toz difraktometresi kullanılarak saptanmıştır. SEM sonuçları XRD sonuçlarını teyit etmektedir. 1200-1500 °C aralığında sinterlenen katkılı tek fazlı NiFe_2O_4 ferrit malzemelerin manyetik özellikleri belirlenmiştir. Oluşturulan katı eriyiklerde katkı tür ve oranlarının ferrit seramiğinin manyetik ve ekranlama etkinliğine (shielding effect) olan etkileri ayrıca belirlenmiştir. Özellikler açısından belirlenen optimum parametrelere göre katkılı NiFe_2O_4 ferritleri polianilin tabanlı olarak kompozit olarak üretilip özellikleri karakterize edilmiştir. Polianilin- NiFe_2O_4 :V, Polianilin- NiFe_2O_4 :Tb, Polianilin- NiFe_2O_4 :Cu, Polianilin- NiFe_2O_4 :Hf, Polianilin- NiFe_2O_4 :Ta, Polianilin- NiFe_2O_4 :Mo farklı katkı oranlarında sıcak presleme ile üretilmiştir. Anilin / Ni ferrit ağırlık oranı 1/1, 3/1 olarak değiştirilerek mikrodalga ekranlama etkinliğine sahip kompozitler epoksi reçine kullanılarak üretilmiştir, üretilen kompozitler XRD, SEM ve VSM (titreşen örnek magnetometresi), FTIR, Vector Network Analyzer (VNA (Two-Port, R & S FSH-K42)) kullanılarak karakterize edilmiştir. Polianilin- NiFe_2O_4 : V, Polianilin- NiFe_2O_4 :Tb, Polianilin- NiFe_2O_4 :Cu, Polianilin- NiFe_2O_4 :Hf, Polianilin- NiFe_2O_4 :Ta, Polianilin- NiFe_2O_4 :Mo kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği performansları 0-8 GHz aralığında ölçülmüş ve mikrodalga ekranlama etkinliğine sahip malzemeler olarak kullanım potansiyelleri incelenmiştir.

FREQUENCY SELECTOR MATERIAL DESIGN BY USING MICROWAVE ABSORBERS WITH DOPED NiFe₂O₄ POLYMER BASED

SUMMARY

The extraordinary growth in the communication industry has led to an increase in interest in microwave absorbers. Recently, as modern communication systems are shifting towards high frequencies, there is an interest and requirement for absorber materials which are suitable for use at high frequencies.

The interest in microwave absorbers are increased rapidly with increasing wireless communication technologies and that affects the usage of this technology not only in military / radar technologies but also in daily consumer electronic technologies. Nowadays it is well known that, electronic devices generates signals and this electromagnetic pollution has negative effects for human health and environment. To minimize the electromagnetic effects on military applications, radar technologies, aerospace applications, telecommunication technologies and local wireless networks there are several new studies on the development of absorbant materials.

The decline in electromagnetic energy by using the microwave theory can be attributed to the large number of internal reflections caused by the material itself, it is necessary that the incoming signal to absorbing material should not reflect to the incoming direction and should not provide transmission at the same time. Thus, the signal has to provide absorption in or on the material.

A good absorbing material should have broad bandwidth, wide frequency range, strong absorbtion and should be lightweight and thin as well. Electromagnetic wave can be characterized based on its absorption properties and coefficient of reflection. Dielectric loss, magnetic loss and impedance match factors are considered on the design principle of EM absorbing materials.

For this, the signal must be absorbed by absorbant materials. Researches on NiFe₂O₄ based spinel ferrites are conducted due to the magnetic and dielectric properties of those materials since those materials have interesting properties they are used on magnetic fluids, flash memories, magnetic core technologies, absorbants which works on high frequency and microwaves. The spinel ferrites in the NiFe₂O₄ structure can be used as EM wave absorbers due to their high magnetic losses and resistivity. They are used as electromagnetic absorbants since they have high resistivity and magnetic resistivity. On the other hand, ferritic group materials has important usage areas on data storage, magnetic fluids, catalyis, magnetic rezonans imaging, microwave absorbers, sensors and pigments. The properties of the ferritic materials are strictly depending to chemical composition, microstructure, process parameters like sintering temperature and amount and type of additive ions.

Although NiFe_2O_4 has microwave absorption properties, it is quite heavy, however the ferrite polymer composites obtained by mixing pure ferrite powders with non-magnetic polymers for better absorption properties show better microwave properties depending on low cost, lightness and good design flexibility. Magnetic materials and composites containing conductive polymers in order to obtain high efficiency microwave absorbers with strong absorption and wide band spacing, having thin layer and light weight, have attracted a great deal of interest from researchers due to the hybrid nature of each compound.

Polyaniline (PANI), whose microwave absorbing properties are associated with its structure, is a promising conductive polymer with excellent chemical and physical properties, low cost, good environmental stability. PANI can be prepared easily by the chemical oxidative polymerization of aniline under controlled conditions and exhibits sufficient stability for practical applications.

The mechanical and other properties of PANI may increase depending on the additives in which a mixture of inorganic nanomaterials and PANI is used. It has been found that the composites have good magnetic, conductivity and microwave absorbing properties in the studies conducted regarding composites containing conductive polymer and magnetic ferrite.

On this research work, Mo, Tb, Ta and Hf was used as an alternative to Nickel (Ni) and V and Cu was used as a Fe replacement. Materials was prepared as mixture of a single phase ion doped mix of NiFe_2O_4 . Calculation of the starting oxide materials was conducted according to stoichiometric ratio of following oxides: $\text{Ni}_{1-x}\text{Mo}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$, $\text{Ni}_{1-x}\text{Tb}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$, $\text{Ni}_{1-x}\text{Ta}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$, $\text{Ni}_{1-x}\text{Hf}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$, $\text{NiFe}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$, $\text{NiFe}_{2-x}\text{Cu}_x$.

The phases in the doped sintered samples were characterized by using X-ray diffractometry (D2 Phaser Bruker AXS) with Cu- $\text{K}\alpha$ radiation ($\lambda=1.5406^\circ \text{A}$) in the range of $2\theta:10-70^\circ$ and at a scan rate of $1^\circ/\text{min}$. The fracture surfaces of the specimens were examined in the SEM (JEOL 5910LV) at 20kV after being coated with Au/Pd alloy by sputter coater. The chemical analysis was conducted by means of dispersive spectrometry (EDS, Oxford-Inca-7274) and the SEM was used in order to identify the phases and study the microstructure.

The absorbing composite materials were prepared by molding and curing the mixture of PANI/ Ni ferrite compositions powders and epoxy. The mixing ratio of specimen powders to epoxy was 2:1 by weight. Molding was carried out in a hydraulic press at 5Mpa pressure and 100°C for 1 h. They were pressed into pellets with 20 mm in diameter and 2 mm in thickness for shielding effect measurements

To determine the maximum doping amount in the NiFe_2O_4 main matrix with usage of XRD measurements. Basic idea was to detect the maximum solubility of doped material in main matix. Also Scanning Electron Microscopy analysis was used as double check of the results. The magnetic properties of sintered single phase doped NiFe_2O_4 at $1200-1500^\circ\text{C}$ was determined. On the produced solid solutions, the effects of additive types and ratios on the magnetic and shielding effect properties of ferrite ceramics were also determined.

NiFe_2O_4 ferrites which are produced on optimised conditions also used to produce polyaniline based composites and characterization of those materials was done. Polianiline- NiFe_2O_4 :V, Polianiline- NiFe_2O_4 :Tb, Polianiline- NiFe_2O_4 :Cu, Polianiline- NiFe_2O_4 :Hf, Polianiline- NiFe_2O_4 :Ta, Polianiline- NiFe_2O_4 :Mo was produced with hot press in different additive ratios.

The weight ratios of doped nickel ferrite and aniline were 1:1 and 1:3, respectively. Epoxy resin was used to produce microwave absorbing composites. The fabricated composites were characterized by using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). Furthermore, the magnetic properties of the fabricated composites were investigated by using a vibrating sample magnetometer (VSM), XRD, SEM, VNA. The microwave shielding effects performances of the polyaniline- doped NiFe_2O_4 composites were investigated by reflectivity in 0–8 GHz, using a two–port vector network analyzer.

Also shielding effect (insertion loss) capacities were measured for Polianilin- NiFe_2O_4 : V, Polianilin- NiFe_2O_4 :Tb, Polianilin- NiFe_2O_4 :Cu, Polianilin- NiFe_2O_4 :Hf, Polianilin- NiFe_2O_4 :Ta, Polianilin- NiFe_2O_4 :Mo and usage as potential microwave were compared and ranked.





1. GİRİŞ

Elektronik seramikler fonksiyonel seramik malzemelerin en fazla kullanım potansiyeli bulunduğu alan olup, Amerika’da elektronik seramik pazarı 9-10 milyar dolar civarındadır. Elektronik seramikler içerisinde en büyük tüketim alanlarından birinde yutucu malzemeler oluşturmaktadır. Yutucu malzemelerin kullanıldığı önemli alanlardan biri de haberleşme endüstrisidir. Askeri radar ve savunmada, otomasyonda otomotiv radar sistemlerinde, hava-uzay askeri harp ve sinyal iletim ve alım işlemleri için gizli teknoloji alanlarında radar yutucu malzemelerde, elektromanyetik karanlık ortamlarda, gizli kaplamalarda, haberleşme ve yüksek hızlı kablosuz veri aktarımı için direk monteli antenlerin çoğalmasıyla anten paterni ve sistem performansında, mobil haberleşme gibi sistemlerde kullanılan elektromanyetik dalga yutucu malzemeler mikrodalga yutuculardır. Kimya tekstil ve sağlık alanındaki diğer sistemlerde de geniş frekans aralığında etkili mikrodalga yutucu malzemeler kullanılmaktadır. Dünyada üstün özellikli yutucu malzemelerde meydana gelen gelişmeler kablosuz haberleşme teknolojisinin dünyada yaygınlaşmasında önemli bir rol oynamaktadır. Bununla birlikte özellikle son yıllarda haberleşme endüstrisindeki olağanüstü büyüme mikrodalga yutucu malzemelere olan talebin inanılmaz bir şekilde artmasına neden olmuştur. Bu alanda kullanılacak mikrodalga yutucu malzemelerin ince kalınlığa, hafifliğe, geniş bant genişliğine ve geniş frekans aralığında güçlü emilime sahip olması gerekmektedir. Elektromanyetik dalga yutucu malzemenin tasarım prensibinde dielektrik kayıp, manyetik kayıp, empedans uyumu faktörleri göz önünde tutulmaktadır. Elektromanyetik dalga yutucu özellikleri yansımaya katsayısı kullanılarak karakterize edilir. -10 db yansımaya kaybı değeri % 90 mikrodalga emilimi ile karşılaştırılabilir. Bu nedenle, -10 dB’den düşük yansımaya kaybı değerine sahip malzemeler uygun elektromanyetik dalga yutucular olarak kabul edilir. Ekranlama etkinliği (shielding effect) değeri ise gelen elektromanyetik dalganın karşıya ne kadar geçtiği ile alakalı-

dir. -10 dB ekranlanma değeri için gelen elektromanyetik dalganın % 90 azaltıldığı karşı tarafa ise % 10 geçtiği anlaşılmaktadır. -40 dB ekranlanma değeri yada araya girme kaybı değeri için ise gelen elektromanyetik dalganın % 99.99 azaltıldığı karşı tarafa ise % 0.01 geçtiği anlaşılmaktadır. Haberleşme endüstrisinde mikrodalga yutucu malzeme olarak bir çok farklı malzeme kullanılmasına rağmen, bu alanda en önemli manyetik seramiklerden bazılarında spinel yapıya sahip NiFe_2O_4 ferritlerdir. Bu spinel ferritlerin tercih edilmesinin nedeni bu malzemelerin istenilen manyetik özelliklere, yüksek doygunluk manyetizasyonuna ayrıca asit direncine ve termal stabiliteye sahip olmalarıdır. Bu nedenle mikrodalga yutucu uygulamalar için yüksek bir potansiyele sahiptir. Tek bir malzemenin mikrodalga emicinin gereksinimlerini karşılaması yerine daha iyi emici malzemeler elde etmek için kompozitlere ihtiyaç duyulmuştur. İletken polimerler genelde mikrodalga yutucu kompozitlerin hazırlanmasında kullanılırlar. İletken polimerlerden polianilin mikrodalga emilim için benzersiz fiziksel ve kimyasal özelliklerinden, düşük maliyetli olmasından, iyi çevresel kararlılığından ve hazırlama kolaylığından dolayı diğer polimerlerden oldukça farklıdır ve mikrodalga emici kompozitlerin hazırlanmasında kullanılırlar. İletken polianilin- ferrit kompozitler, ferrit ve polimer arasındaki sinerjik ve tamamlayıcı davranışlarından dolayı çok fazla dikkat çeker hale gelmiş olup mikrodalga yutucu olarak oldukça faydalıdır. Katkılı NiFe_2O_4 ferritlerin üretiminde kimyasal yöntemlerin tercih edilmesi bu yöntemle üretilmiş tozların daha düşük sinterlenme sıcaklığına, daha yüksek homojeniteye, daha düşük toz boyutuna vd. sahip olması nedeniyledir.

1.1 Tezin Amacı

Kablosuz iletişim araçlarının ve elektronik cihazların giderek yaygın kullanımı sonucunda elektromanyetik girişim (electromagnetic interference), bilgilerin güvenliği için önemli bir tehdit haline gelmiştir. Elektromanyetik yayınımdan kaynaklanan zararların azaltılması insan sağlığı ve çevre açısından da ayrıca önemlidir. Bu sorunun üstesinden gelmenin bir yolu, geniş bir yutucu aralığına, ekranlama etkinliğine sahip hafif ve ince yüksek performanslı elektromanyetik dalga yutucu malzemelerinin kullanılmasıdır. Bu yutucu malzeme elektromanyetik dalgayı etkili bir biçimde yutabilir ve elektromanyetik enerjiyi termal enerjiye dönüştürebilir veya elektromanyetik dalgaları girişim yoluyla dağıtabilir.

Katkılı NiFe_2O_4 'ün manyetik ve elektriksel özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan sentez tekniği ,tane büyüklüğü, tane yapısı ,porozite, kristalografik kafes bölgelerarasında katyondağılımı ve kullanılan dopant türü çok önemli rol oynar . Metal iyonlarının NiFe_2O_4 'e dope edilmesindeki amaç NiFe_2O_4 'ün fizikokimyasal özelliklerini iyileştirmektir, yapılan önceki çalışmalar katkılandırmanın yapısı, elektriksel , optik, magnetik olarak etkilediğini doğrulamıştır.

Polianilin (polyaniline) bazlı V-Tb-Cu-Hf-Ta-Mo katkılı (doped) NiFe_2O_4 kompozit ile hafif ve ince yapıda , geniş bir bant genişliğinde ve güçlü bir ekranlama etkinliği özelliğine sahip yüksek performanslı Elektromanyetik dalga yutucu malzeme üretilmesi planlanmıştır, katkı elementleri ile sinterleme sıcaklığının düşürülmesi amaçlanmıştır ayrıca V-Tb-Cu-Hf-Ta-Mo katkıları NiFe_2O_4 'ün polianilin kompozit içindeki mikrodalga ekranlama etkinliği özelliğini geliştirmek için kullanılmıştır. Katkı ilavesiyle NiFe_2O_4 'ün sinterleme sıcaklığının düşürülmesi aynı zamanda düşük maliyete sahip polianilin ile kullanımı sağlanacaktır. Kolay bir yöntem olan oksitlerin karışımı tekniği iyi bir şekilde kullanılarak tek fazlı V-Tb-Cu-Hf-Ta-Mo katkılı yeni NiFe_2O_4 oluşturulmuş katkıların miktarlarının nasıl etki ettiği incelenmiş, bu elementlerin katkısının NiFe_2O_4 'e özel oranlarda eklenmesi ile ayrı ayrı V-Tb-Cu-Hf-Ta-Mo katkılı NiFe_2O_4 : polianilin bazlı kompozitler oluşturulmuş ve mikrodalga ekranlama etkinliği özelliklerine olan etkiler incelenmiş, yeni V-Tb-Cu-Hf-Ta-Mo katkılı NiFe_2O_4 ve yeni V-Tb-Cu-Hf-Ta-Mo katkılı NiFe_2O_4 : Polianilin kompozitleri üretilmiştir.

Bu sorunların üstesinden gelmek, elektromanyetik etkileri en aza indirmek radar, uzay teknolojisi, telekomünikasyon, yerel alan ağları, askeri ve iletişim teknolojileri alanlarında güvenliği sağlamak için sürekli olarak emici malzemeler üzerinde çalışmalar devam etmektedir [4], [5]. Mikrodalga radyasyonun azaltılması için mikrodalga radyasyon emici materyaller kullanılmaktadır, insan sağlığını da etkileyen elektromanyetik kirliliği önleyebilmek için elektromanyetik yutucu malzemelerin geliştirilmesi gerekli hale gelmiştir.

1.2 Literatür Araştırması

Haberleşme endüstrisindeki olağanüstü büyüme mikrodalga yutucu malzemelere olan ilginin artmasına neden olmuştur. Son zamanlarda modern haberleşme sistemle-

ri yüksek frekanslara doğru kaydığı için yüksek frekanslarda kullanılmaya uygun yutucu malzemelere olan talep ve gereksinimde doğal olarak artış göstermiştir [1]. Kablosuz iletişimin hızlı ilerlemesinin bir sonucu olarak mikrodalga yutucu malzemelere olan ilgi, radar sistemleri ve askeri uygulamalar gibi çeşitli özel alanların dışındaki uygulamalarda da oldukça dikkat çekici hale gelmiştir [2]. Günümüzde kullanımları giderek yaygınlaşan elektronik aygıtlardan yayılan sinyallerin oluşturduğu elektromanyetik kirliliğin insan sağlığı ve çevre üzerinde pek çok olumsuz sonuçlar ortaya çıkardığı da bilinmektedir [3]. Elektromanyetik girişim, elektronik cihazların, bilgisayar ağlarının, cep telefonlarının ve savunma veya askeriteçhizatda kullanılan gizli teknolojinin önemli bir kısmının yaygın kullanımı nedeniyle ciddi bir sorun haline gelmiştir.

Mikrodalga teorisini kullanarak elektromanyetik enerjinin zayıflamasını, malzemenin kendisinden kaynaklanan çok sayıda dahili yansımalara ve emilime ayrıca malzeme yüzeyinin yansımaya bağlayabiliriz [6], yutucu malzemeye gelen sinyalin geldiği yöne yansımaması ve aynı zamanda iletim sağlamaması gereklidir. Bunun için sinyalin malzeme içinde veya üzerinde emilim yapması gerekmektedir. Emici malzeme geniş bant aralığında elektromanyetik dalgada yüksek bir yutma oranına sahiptir, fakat aynı zamanda ısı direncine, nem direncine, korozyon direncine de sahip olmalıdır.

AFe_2O_4 (A =+2 değerli metal iyonu, Mg, Ni, Co, Cu, vb.) genel formülü ile tanımlanan nano spinel ferritler [7], süper paramanyetik davranış gösterirler ve sahip oldukları ilginç özellikleri nedeniyle son yıllarda yoğun bir şekilde manyetik akışkanlar, gaz sensör, manyetik bilgi depolama sistemleri içindeki uygulamalar, katalizörler, manyetik rezonans görüntüleme ve yüksek frekans aralığında çalışan mikrodalga cihazlar için araştırılmıştır [8-15]. AFe_2O_4 yapısındaki spinel ferritler kübik yapıya sahiptir. Spineller, oksit anyonları sıkı paketlenmiş kübik örgüde dizilmiş ve örgüde oktahedral (sekiz yüzlü) ve tetrahedral (dört yüzlü) yerlerin hepsinin veya bir kısmının A ve B katyonlarından doldurulmasından oluşan, kübik kristal sisteme sahip $A^{+2}B^{+3}_2O_4$ olan yapıdır.

$NiFe_2O_4$ yapısındaki spinel ferritler, manyetik kayıplarının ve dirençlerinin yüksek olmasından dolayı EM dalga yutucular olarak kullanılabilir. Ayrıca yüksek magneto kristalin anizotropisi yani kristal yapı içerisinde mıknatıslanmayı belirli Kristal yönlerinde tutmaya çalışan kuvveti, yüksek doygunluk manyetizasyonu ve

benzersiz manyetik yapısı nedeniyle arařtırmacılar için özellikle cazip hale gelmiřtir [16].

NiFe_2O_4 , tetratedral bölgedeki Fe^{+3} iyonları ve oktahedral bölgedeki Ni^{+2} iyonları arasındaki anti-paralelspinlerin manyetik momentinden kaynaklanan ferrimanyetizmayı gösteren ters spinel yapıya sahiptir [17]. Bu spinel ferrit malzemelerin özellikleri, kimyasal bileřimine, mikro yapılarına, stokiyometriye, sinterleme parametreleri ile katkılı iyonun pozisyonuna ve katkı oranına baėlı olarak deėiřik özellik göstermektedir [18]. Ayrıca son yıllarda, Ni / ZnO [19], Co / ZnO [20], Fe / ZnO [21], $\text{FeNi}_3/(\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5})\text{Fe}_2\text{O}_4$ [22] ve Fe / SiO_2 [23] řeklindeki yutucu bazlı ferromanyetik malzemeler üzerine de alıřmalar yapılmıřtır .

Mikrodalga yutucu malzeme olarak kullanılan NiFe_2O_4 'ün küçük dielektrik kaybı ve geniş yüzey alan yoğunluėu gibi dezavantajları vardır bu NiFe_2O_4 'ün potansiyelini geniş emme bandı içindeki uygulamalarında kısıtlar [24-25]. NiFe_2O_4 mikrodalga yutucu özellikler göstermesine raėmen aėırdır, daha etkili yutucu özellikler göstermesi için saf ferrit tozlarının manyetik olmayan polimer ile karıřtırılması sonucu elde edilen ferrit polimer kompozitleri düşük maliyete, hafifliėe ve iyi tasarıma baėlı olarak daha iyi mikrodalga özellik göstermektedir [26-28]. İnce tabakalı ve hafif aėırlıkta geniş bant aralıėında güçlü emilime sahip yüksek verimli mikrodalga yutucu malzemeler elde etmek için manyetik malzemeler ve iletken polimer içeren kompozitler her bir bileřenin hibrit özellikleri nedeniyle arařtırmacılardan büyük ilgi görmüřtür [29].

Kendi yapısı içinde mikrodalga yutucu özellikler gösteren polianilin (PANI) mükemmel kimyasal ve fiziksel özelliklere, düşük maliyete ve iyi çevresel kararlıėa sahip ümit verici iletken polimerlerden birisidir [30]. PANI, kontrollü kořullar altında anilin kimyasal oksidatif polimerizasyonu ile kolayca hazırlanabildiėi ve pratik uygulamalar için yeterli stabilite gösterdiėi için iyi çevresel kararlılık gösterir ve katkı edilebilmesi, düşük sentetik maliyetli olması, kimyasal yollarla kolay sentezlenmesi özellikleri nedeniyle oldukça ilgi çekmektedir. PANI sulu asidik çözeltilerden kimyasal ve elektrokimyasal olarak kolayca hazırlanabilmektedir, bu yöntemlerden kimyasal yöntem daha yaygındır. Genelde hazırlama yöntemi bir oksidan olarak amonyumpersülfat ile oksidatif polimerizasyonudur.

PANI ile birleştirilen inorganik nanomalzemeler kullanılan katkı malzemelerine bağlı olarak oluşan kompozitin mekanik ve diğer özelliklerini arttırabilmektedir. İletken polimer ve manyetik ferrit içeren kompozitler için yapılan çalışmalarda kompozitlerin iyi manyetik özellikleri, iletkenlikleri ve mikrodalga yutucu özellikleri olduğu saptanmıştır. İçsel iletken polimer (ICP) ile yansımaya kayıplı koruyucu malzemeler çok umut vericidir. İçsel iletken polimerler ile karşılaştırıldığında PANI sadece belirli yansımaya kayıplarına değil, aynı zamanda elektromanyetik koruyucunun amacına ulaşmak için daha fazla emilim kaybına da sahiptir. Bu nedenle, yüksek emilim ve düşük yansımaya gereksinimini karşılayabilmektedir [31-32]. Daha önceki çalışmalarda 1.4 mm kaplama kalınlığı ile akrilik reçine içinde dağılmış PANI-MnFe₂O₄ nanokompozit tozlarının mikrodalga yutucu özellikleri vektör network analiz cihazı kullanılarak 8-12 GHz frekans aralığında ölçülmüş minimum yansımaya kaybı 10.4 GHz'de -15.3 dB olarak ölçülmüştür [33]. Bir başka çalışmada PANI-Co_{0.7}Cr_{0.1}Zn_{0.2}Fe₂O₄ kompozitinin yansımaya kayıpları, sırasıyla 14.1 GHz ve 17.9 GHz'de -13.17 dB ve -15.36 dB olarak ölçülmüştür [34]. Diğer taraftan hazırlanan PANI-BaFe₁₂O₁₉ kompozitlerinin yansımaya kayıpları sırasıyla 7.8 GHz ve 24.2 GHz frekanslarında -12.5 dB ve -11.5 dB olarak ölçülmüştür [35]. Bir diğer çalışma olan ZnO-PANI kompozitinin 3.5 mm örnek kalınlığı ile 14.1 GHz frekansında maksimum -41 dB yansımaya kaybı değeri olduğu saptanmıştır [36]. İyi bir emici malzeme ince kalınlığa, hafifliğe, geniş bant genişliğine ve geniş frekans aralığında güçlü yutuculuğa sahip olmalıdır [37].

Elektromanyetik dalga yutucu özellikleri yansımaya katsayısı ve ekranlama etkinliği özellikleri kullanılarak karakterize edilir. EM yutucu malzemenin tasarım prensibinde dielektrik kayıp, manyetik kayıp ve empedans uyumu faktörleri göz önünde bulundurulmaktadır [38]. -10 dB RL (yansımaya kaybı) değeri, %90 mikrodalga emilimi ile karşılaştırılabilir. Bu nedenle, -10 dB'den daha düşük RL değerine sahip malzemeler, uygun elektromanyetik dalga yutucular olarak kabul edilir [39].

Bu çalışmada ilk kez NiFe₂O₄ ferrit bileşiminde Fe yerine V, Cu ilave edilirken Ni yerine ise Tb, Hf, Ta, Mo farklı oranlarda yer alan katı eriyiği şeklinde ilave edilmiş ve tek fazlı katkılı NiFe₂O₄ ferritleri oksitlerin karışımı yöntemiyle üretilmiştir. Bu çalışma V, Tb, Cu, Hf, Ta, Mo katkılı Nikel ferrit: PANI kompozitinin mikrodalga ekranlama etkinliği özelliklerini ölçen ilk çalışmadır. Başlangıç oksitlerinin miktarla-

r_1 , $NiFe_{2-x}V_xO_4$, $NiFe_{2-x}Cu_xO_4$, $Ni_{1-x}Tb_xFe_2O_4$, $Ni_{1-x}Hf_xFe_2O_4$, $Ni_{1-x}Ta_xFe_2O_4$, $Ni_{1-x}Mo_xFe_2O_4$ 'ün stokiyometrik kompozisyonları baz alınarak hesaplanmıştır. Her bir katkının ana yapı olan $NiFe_2O_4$ içerisinde yapıyı bozmadan katkılanabileceği miktar olarak tarif edilen çözünürlük limiti X-ışınları toz difraktometresi kullanılarak saptanmıştır. SEM sonuçları incelenmiştir, farklı sıcaklık derecelerinde sinterlenen V, Tb, Cu, Hf, Ta ve Mo katkılı $NiFe_2O_4$ ferritlerin ve V, Tb, Cu, Hf, Ta ve Mo katkılı $NiFe_2O_4$: PANI kompozitlerin manyetik histeresis ölçümü (VSM) sonuçları belirlenmiştir. Özellikler açısından belirlenen optimum parametrelere göre V, Tb, Cu, Hf, Ta ile Mo katkılı $NiFe_2O_4$ ferritleri polianilin tabanlı olarak kompozit olarak üretilip özellikleri karakterize edilmiştir. Anilin / katkılı Ni ferrit ağırlık oranı 1/1, 3/1 olarak değiştirilerek mikrodalga ekranlama etkinliğine sahip kompozitler üretildikten sonra epoksi kullanılarak sıcak presleme ile pelet haline getirilip mikrodalga ekranlama etkinliği performansları 0-8 GHz aralığında iki girişli Vektörel Network Analizör (Two port VNA, R&S FSH-K42) cihazı ile ölçülmüştür. Üretilen kompozitler XRD, SEM ve FTIR, VSM cihazları kullanılarak karakterize edilmiştir.



2.GENEL BİLGİLER

2.1 Mikrodalga Yutucu Malzemeler

Mikrodalgalar iletken üzerinde ivmelendirilen yükler tarafından meydana getirilirler. Mikrodalgalar elektromanyetik dalga olarak yayılırlar, radarlarda cep telefonlarında kablosuz internet erişiminde, mağaza güvenlik sistemlerinde mikrodalga frekansları kullanılır. Mikrodalgalar uzun mesafeli bilgi aktarımında kullanılabilen elektromanyetik dalgalardır. Elektromanyetik dalgaların bileşenleri olan elektrik v manyetik alanlar birbirini doğurarak ışık hızıyla yayılır. Mikrodalgalar kar yağmur ve sis içinden geçebilirler. Mikrodalgalar cisme geldiğinde üç olay ortaya çıkar dalganın elektromanyetik dalganın yansıması, yutulması, geçirilmesi şeklindedir. Mikrodalga yutucu malzemeler, radyo dalgalarını, mikro dalgaları ve geniş frekans aralığındaki elektromanyetik dalgaları absorbe eder. Bu malzemeler, hava-uzay, denizcilik ve askeri harp ve sinyal iletim ve alım işlemleri için gizli teknolojide yaygın olarak kullanılmaktadır. Mikrodalga emici malzemeler savunma, telekomünikasyon, otomasyonda otomotiv radar sistemlerinde, radar kesit azaltmada, elektromanyetik karanlık ortamlarda, gizli kaplamalarda, mobil haberleşme sistemlerinde, kimya sağlık ve tekstil alanında uygulamalar bulmaktadır. Örneğin kompozit ve RAM malzemeleri olarak uçaklarda kullanılarak hava girişlerine etki ederek bir testere dişi şeklinde tasarlanmışlardır. Bu şekilde tasarlanan RAM malzemeleri ile radar dalgaları dağılarak absorbe edilmektedir [40-41]. Ayrıca Hibrit emici olarak ve ferrit döşeme olarakta kullanılmaktadır.

Mikrodalgadaki yutucular, elektromanyetik dalgadaki enerjiyi azaltan malzemelerdir. Emiciler, bir sistemin çalışması sırasında istenmeyen radyasyonu ortadan kaldırmak için çok çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Emiciler, yansımaları azaltmak veya belirli nesnelere iletmek için harici olarak kullanılabilir ve aynı zamanda kavite rezonansının neden olduğu salınımları azaltmak için dahili olarak da kullanılabilir. Ayrıca, karanlık bir odadaki yansımaları ortadan kaldırarak boş bir alan ortamı yaratmak için de kullanılabilirler. Mikrodalga emiciler, yansıtıcı mikrodalga emiciler, manyetik mikrodalga emiciler, dielektrik mikrodalga emiciler

ve kalıplanabilir mikrodalga emiciler olarak sınıflandırılır [42-43]. Ekleme kaybı mikrodalga emiciler, bir noktadan diğerine yolculuk sırasında mikrodalga sinyallerini azaltmayı amaçlamaktadır. Diğer taraftan, yansıtıcı mikrodalga emiciler mikrodalga sinyallerini basitçe yansıtır. Manyetik emiciler, ferromanyetik özelliklere sahip bir dolgudan faydalanır. Bu, absorbe ediciye yüksek geçirgenlik ve yüksek manyetik kayıp sağlar. Avantajları arasında, serbest alan dalga boyunun bir kesiti olan bir kalınlıktaki çeyrek dalga boyu rezonant emicilere yardımcı olan yüksek geçirgenlik sayesinde dalga boyunu büyük ölçüde sıkıştırma yeteneği bulunmaktadır. Ayrıca, manyetik alan, absorbe edicinin yerleştirildiği iletken yüzey üzerinde bir maksimum alan oluşturduğu için manyetik emiciler, kavite rezonansı sönümlemede oldukça iyidir.

Manyetik emiciler, silikon, üretan, nitril ve neopren içeren çok sayıda elastomer formda bulunur. Matris malzemesi genellikle fiziksel özellikleri için seçilir. Manyetik emiciler de sert bir epoksi formunda mevcuttur. Bu emiciler kolay işlenir ve çoğunlukla yük uygulamalarında kullanılırlar. Dielektrik emiciler ise manyetik özelliklere sahip değildir. Kayıp mekanizması tamamen dielektrik özellikten kaynaklanır yani gelen elektromanyetik dalganın elektrik özelliğini yutar. Dielektrik emiciler tipik olarak düşük maliyetli bir köpük formunda yapılır, ancak elastomerlerle de kullanılabilir düşük maliyete ve ağırlığa sahiptirler. Dezavantajları ise, elektronik cihazlarla temasta kullanımı önleyen yüksek iletkenlik ve manyetik yutma eksikliğinden dolayı çoğu kavite rezonans uygulamalarındaki performanslarının azalmasıdır [44-45]. Hem manyetik hem de dielektrik yutucular kalıplanabilir formlarda mevcuttur. Bu, oda sıcaklığında veya daha yüksek sıcaklıklarda sertleşen veya enjeksiyonla kalıplanabilir pelet formunda olabilen iki parçalı bir sıvı halinde de olabilir.

2.2 Polianilin

PANİ; anilin monomerinin ucuzluğu, polimerizasyon veriminin yüksek, iletkenliğinin yüksek, dış koşullardan etkilenmemesi, kimyasal kararlılığının mükemmel oluşu ve termal özelliklerinin iyi oluşu nedeniyle diğer iletken polimerlerden daha yaygın kullanılmaktadır. Kendiliğinden iletken olması bakımından polimerler içinden en çok tercih edilen polimer polianilindir, Ayrıca iletken formdaki PANİ-tuz (emeraldintuz) yapısının bazik (pH 4 den büyük)

çözeltilerde deprotone olarak yalıtkan PANİ-baz (emeraldin-baz) yapısına dönüşmesi ve tersine, yarı iletken PANİ-baz formunun düşük pH' daki çözeltilerde protone olarak tekrar iletken hale gelebilmesi, iletken ve yalıtkan formların değişik inorganik ve organik çözücülerde az da olsa çözünebilir olması gibi özelliklerinden dolayı son derece ilgi çeken bir polimerdir [46]. PANI ile birleştirilen inorganik malzemeler kullanılan katkı malzemelerine bağlı olarak oluşan kompozitin mekanik ve diğer özelliklerini arttırabilmektedir. Polianilin ile ilgili çalışmalar; kimyasal, elektrokimyasal ve gaz fazında hazırlama teknikleri, polimerizasyon mekanizması, fiziksel, kimyasal ve elektrokimyasal özellikleri, redoks mekanizmaları, teorik çalışmalar ve uygulamaları, son yıllarda çok yoğun olarak araştırılmakla birlikte, yeni bir polimer olmayıp, varlığı 150 yıldır bilinmektedir. İlk olarak 1834 yılında Runge tarafından sentezlenmiş, daha sonra Fritzsche tarafında yapılan analizler sonucunda bu maddeye "anilin karası" adı verilmiştir [47]. Bu çalışmaları, pamuk kumaşların anilinle boyanması deneyleri takip etmiştir. Daha sonraki yıllarda ise bir çok araştırmacı, anilinden kimyasal ve elektrokimyasal yollarla değişik ürünler elde etmeye çalışmışlardır. Fakat bunların sonuçları ve yorumları kesin olmadığı gibi birbirleriyle de çelişkili olmuştur. Jozefowicz ve arkadaşları yaptıkları çalışmalar ile kesin olarak polianilin yapısının anlaşılmasını sağlamışlardır. 1980 yıllara gelindiğinde ise, Volkov Bard ve arkadaşları [48]; elektronik iletkenliğe sahip polimerlerle ilgili bir çok sorunun cevabını araştırmışlardır. Bu çalışmaların sonuçlarının açıklanmasından sonra, polianilin ile ilgili araştırmaların sayısında müthiş bir artma olmuştur. Yeni bilgilerin ışığında polianilin, mevcut elektronik iletken polimerlerin kullanıldığı alanlara uygulanabilirliği ortaya çıkmıştır.

2.3 Ferritler

Esas olarak ferrit oksitten (α -Fe₂O₃) oluşturulan , ferromanyetik malzemeler "ferrit" olarak adlandırılır. Farklı manyetik momente sahip bu malzemeler, atomik mıknatısları birbirlerine paralel olmayıp, birbirlerini yok etmeyecek şekildedirler. Ferritlerin doygunluk manyetizasyonu, ferromanyetik alaşımların doygunluk manyetizasyonunun yarısından daha az olmasına rağmen, daha yüksek frekansta uygulanabilirlik, daha düşük fiyat, daha yüksek ısı direnci ve daha yüksek korozyon direnci gibi avantajlara sahiptir. Ferritlerin pratik uygulamalar içindeki kullanımları bu avantajlardan faydalanılarak genişletilmiştir. Doğal bir mineral olan manyetit

(Fe₃O₄) gerçek bir ferrittir ve Çin'de iki bin yıldan fazla bir süre önce mariner pusulası olarak kullanıldığı söylenilmektedir. Bununla birlikte, çeşitli ferrit türleri hazırlamak ve ferritleri sanayileştirmek için ilk girişim bu yüzyılın başına kadar yapılmamıştır [49-50].

Ferritlerin ticarileşmesi ferromanyetik Fe-Si alaşımının endüstrileşmesinden yaklaşık 30 yıl sonra başlamıştır. Ticari ferritlerin manyetik özellikleri, onların ferromanyetik alaşımlarındakinden oldukça düşük olduğundan ilk zamanlar fazla dikkat çekmemiştir. Ferritler radyo, televizyon, taşıyıcı telefon, bilgisayar devresi ve mikrodalga cihazları gibi yeni uygulamaların hızla yaygınlaşması ile 1950'lerden sonra kamuoyunun dikkatini çekmeye başladı, aynı zamanda, dünya çapındaki fizikçiler ve elektronik mühendisleri, eşsiz manyetizmaya ve ferritlerin genişletilmiş yüksek frekanslı uygulamalarına büyük ilgi duymaya başladı.

Kimya, seramik ve metalurji alanında araştırmalarda bulunan bilim adamları da ferritleri incelemeye başladılar ve yeni ferritlerin geliştirilmesinde, mevcut ferrit özelliklerinin geliştirilmesinde ve ferrit üretim süreçlerinin iyileştirilmesinde çalıştılar. Ferritin üretim süreci diğer genel seramiklerle neredeyse aynıdır. Ancak süreç karmaşıktır ve ferromanyetik alaşımların üretiminden daha fazla adım gerektirir. Ferrit ürünleri, elektronik parçalar olarak yaygın olarak kullanıldığından, boyutlarının doğruluğu ve bunların düzgünlüğü konusunda gereklilikler vardır. Bu nedenle, üretimi için son derece yüksek kalite kontrol gereklidir. Üretim sürecinin çeşitliliği ve karmaşıklığı, optimum koşulları elde etmek için geliştirilecek bir çok gerekliliğin ortaya konulması gerektiğini göstermektedir.

Ferritlerin, tüm bilim, teknoloji ve uygulama alanlarında tam olarak geliştirileceğine inanılmaktadır. Ferrit malzemenin elektronik cihazların daha da geliştirilmesi için de önemli olduğu ayrıca bilinmektedir ve ferrit üretiminin yıllara göre artacağı tahmin edilmektedir. Ferritlerin geçmişten bugüne tarihinin gözden geçirilmesi ve mevcut durumunun doğru bir şekilde analiz edilmesi ile gelecekte olan gelişmelere büyük oranda katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

2.3.1 Bilim ve Teknolojide Tarihsel Gelişim

Yaklaşık 1940'dan bu yana meydana gelen ferritlerin bilim ve teknolojisinin tarihsel gelişimi üzerine pek çok rapor verilmiştir, bu zamandan önce yapılan ferritlerin ilerlemesi ve arka planında nadiren ayrıntılı açıklamalar bulunmaktaydı, çeşitli ferritlerin manyetik özellikleri ve kimyasal kompozisyonu arasındaki ilişki hakkındaki ilk sistematik çalışma 1909 yılında Hilper tarafından yapılmıştır, aynı zamanda Hilpert bakır, kobalt, manganez, magnezyum ve çinko gibi spinel ferritleri başarılı bir şekilde hazırlamıştır, çalışmasının hayranlık uyandıran yönü , baryum, kalsiyum ve kurşun ferritleri hazırlama girişiminde bulunmuş olması ve ferrit çekirdeği hakkında ileri görüşlü düşüncesi üzerine patent için başvurmuş olmasıdır. Hilpert'in çalışmalarından yaklaşık 20 yıl sonra, Fransa'daki Forestier doygunluk manyetizasyonunun ölçümleri ve çeşitli ferritlerin hazırlanması üzerine ve Curie sıcaklığının ölçümleri üzerine kimyasal çalışmalarına başladı, ancak ferritlerin manyetik özelliklerini ticari seviyeye yükseltmede başarılı olamadı, 1932 yılında kimyada araştırmacı olan Japon Kato ve Takei, şans eseri, ferritlerle ilgili iki büyük keşif yaptılar, ilk keşifleri, el yapımı bir manyetik denge kullanarak zayıf bir manyetik alandaki ferritlerin Curie sıcaklıklarının ölçümünü gerçekleştirmiş olmaları oldu , Onlar magnetit ve kobalt ferritin katı çözeltilisinin yaklaşık 300 ° C'de kuvvetli bir şekilde manyetize olduğunu ve bu katı çözeltilinin pratik uygulamalara sahip olduğunu keşfettiler. $Fe_3O_4 \cdot 3CoFe_2O_4$ bileşimindeki Ferrit mıknaıtıs ‘‘OP mıknaıtısı’’ adı altında 1935 yılında sanayileştirilmiştir [51-52]. ABD' de mıknaıtıs ‘Vectolite’ olarak adlandırıldı. İkinci keşifte, güçlü mıknaıtıslanmaya sahip ters spinel tipi ferritler ile hemen hemen hiç manyetizasyona sahip olmayan normal spinel tipteki ferritlerin büyük oranlarının karıştırılmasıyla meydana gelmiştir, tabii olarak böyle bir girişimin karışık ferritlerin manyetizasyonunda kayda değer bir azalmaya neden olacağı anlaşılmıştır. Kato ve Takei karıştırılmış ferritlerin geçirgenliğinin normalden on kez fazla olduğunu buldu bu olay ticari ferrit çekirdeğinin doğuşu olarak nitelendirilmektedir. Aynı zamanda Kato ve Takei, Cu-Zn ferrit'i sıcaklığın daha da arttırılmasının imkansız olduğu bir fırında yaklaşık 1000° C pişirdikleri için en iyi çekirdek malzeme olarak değerlendirdiler [53]. Çinko ferritin eklenmesiyle manyetizasyonun arttırılması için olan mekanizma daha başarılı bir şekilde açıklanmıştır.

2.3.2 Mikrodalga Ferritleri

1950'li yıllarda Amerika Birleşik Devletleri'nde mikrodalga ferrit cihazları geliştirildiğinden, çeşitli tipteki dolaşım cihazları, izolatörler, manyetostatik rezonatörler, filtreler, anahtarlar, sınırlayıcılar ve ayarlanabilir elektrooptik modülatörler gibi birçok mikrodalga cihaz için ferrit malzemeleri kullanılmıştır. Halen, dökme ve film itriyum demir granat (YIG), spinel tipi Ni – Zn,Mn-Mg – Zn ve lityum ferritleri, yanı sıra altıgen tip baryum ferrit, mikrodalga ferritleri olarak kullanılmaktadır [54-55]. Mobil ve uydu haberleşmesi ile mikrodalga iletişimde son zamanlardaki artış, ferrit materyalleri kullanan son derece düşük kayıplı ve ekonomik mikrodalga cihazlara olan dünya çapındaki ihtiyacı daha da arttırdı. Mikrodalga ferrit materyallerinin hazırlanmasında, hammaddelerin saflığına, stokiometriye özellikle dikkat edilmelidir. Bileşimin ve gözenekliliğin yanı sıra nihai ürünün tane boyutu özelliklerine de dikkat edilmelidir.

2.3.4 Ferrit Dalga Emiciler

Bu ferrit emicinin, örneğin, televizyonun gölgelenmesi, gemilerin radar sinyallerindeki ekolar ve çeşitli elektrikli ekipmanlarında kullanılır .Tipik elektromanyetik dalga emici, bir ferrit levhadır. Son zamanlarda Cu – Zn, Mn – Zn, Ni - Zn ve diğer yumuşak ferritler Ferrit dalga yutucu malzeme olarak kullanılmıştır. Ayrıca ana hammaddenin Fe₂O₃'ün (saflık, parçacık şekli, parçacık dağılımı ve kimyasal aktivite gibi) çeşitli özelliklerinin, ferrit ürünlerinin özelliklerini ciddi şekilde etkilediği iyi bilinmektedir. 1960'dan sonra, çelik fabrikalarının atık asidinden Fe₂O₃ 'ün seri üretimi başladı ve ferrit endüstrilerinin gelişimine ulaşmak için önemli faktörlerden biri oldu [56].

Ticari ferrit mıknatıs yapımında ucuz fakat daha az reaktif olan kavrulmuş piritten yapılan Fe₂O₃ kullanılmıştır. Son zamanlarda yüksek homojenliğe sahip ferritler üretmek için demir ve diğer metallerden oluşan bir nitrat çözeltisi karışımının pişirilmesi kullanılmaktadır. Sinterleme sürecinde sinterleme prosesi, ferritlerin özelliklerinin ve boyutlarının tekdüzeliğini ciddi biçimde etkiler.

2.4 Dielektrik Malzemeler

Dielektrik malzemeler veya elektriksel yalıtkan malzemeler, elektrostatik alanlara uzun süre karşı koyabilen malzemelerdir. Bir malzemeye dışarıdan bir elektrik alan uygulandığında enerji depolama yeteneğine sahipse bu etki malzemenin dielektrik özellikleri ile açıklanır. Dielektrik sabiti elektrik alanın etkisi altında dış elektrik bölgede ne kadar enerji saklandığını ve malzeme içerisinde ne kadar enerji kaybolduğunu gösterir. Materyalin dielektrik sabiti iki elektrik yük arasındaki elektrostatik kuvveti indiren bir miktardır. Dielektrik malzemeler elektriği iletmezler, ancak uygulanan elektrik alandan etkilenirler. Dielektrikler elektrik akımını taşıyacak serbest elektronlara sahip değildirler. Elektrik alan etkisinde, elektron ve atomlar yer değiştirir. Bunun sonucunda elektrik yük merkezleri kayar ve elektriksel kutuplanma oluşur. Oluşan elektriksel dipoller, dielektrik malzeme yüzeyinde elektriksel yük birikimi sağlar. Dielektrik malzemeler valans ve iletim bandları arasında geniş bir enerji aralığına sahiptir. Bu nedenle, bu malzemeler yüksek bir özdirencine sahiptirler. Tüm malzemelerde dielektrik özellik vardır, örneğin saf yalıtkanlarda düşük dielektrik kayıp faktöründen ötürü enerji absorplama özelliğine sahip değildir.

2.4.1 Polarizasyon Mekanizmaları

Uygulanan elektrik alandan etkilenen malzemelerde elektrik alan etkisi altında atomlar ve elektronlar yer değiştirir ve bunun sonucunda elektrik yük merkezleri kayar elektriksel kutuplaşma oluşur. Bir malzemenin bağıl geçirgenliği olan ϵ_r , malzemenin polarize edilebilirlik kolaylığının (kutuplanabilirliğinin) bir ölçüsüdür. Bir seramik malzemenin bağıl geçirgenliğine katkıda bulunabilecek birkaç polarizasyon mekanizması mevcuttur. Bunlar:

Elektronik polarizasyon: Bu durum, elektrik alanı, bir atom ya da çekirdeğinden dolayı olan iyonların yükünün statik merkezini ikiye ayırdığında meydana gelir. Bu mekanizma, son derece dinamiktir ve görünür ışık frekanslarına varıncaya kadar elektrik alanı osilasyonlarına cevap verir. Sıcaklıktaki değişimlerden etkilenmez .

İyonik polarizasyon: İyonik bağlı malzemeler elektrik alana tabi kaldıklarında, iyonlar arasındaki bağlar elastik deformasyona uğrar ve malzeme içerisindeki yükler bir anlık olarak yeniden dağılır. Moleküllerde elektron bulutunun yük merkezleri kayar ve kuvvetli bağlayıcı atoma yönelmek ister. Uygulanan alanın yönüne bağlı

olarak katyon ve anyonlar birbirine yakınlaşır veya birbirinden uzaklaşır. Malzeme içerisinde geçici olarak uyarılan dipoller polarizasyona neden olur. Çok dinamik bir mekanizma olup, kızıl-ötesi frekanslara varıncaya dek elektrik alan titreşimlerine yanıt verir. Sıcaklıktaki değişimlerden çok büyük çapta etkilenmez .

Moleküler polarizasyon: Bazı malzemeler yapılarında kalıcı dipoller içerirler ve malzemeye elektrik alan uygulandığında dipoller dönerek uygulanan alan doğrultusunda yönelirler. Uygulanan elektrik alan kaldırıldığında dipoller yönelmiş şekilde kalarak polarizasyona neden olurlar. Kalıcı dipoller su ve asimetric birimler içeren organik polimerler gibi asimetric moleküllerde bulunmaktadır. Simetri merkezi içermeyen bazı seramik kristal yapılarda dipol olarak davranır. Bu tür polarizasyon, yapılarında doğal dipoller içeren malzemelerin yanında, yapılarında kusurlar içeren kristalli seramik malzemelerde de meydana gelir. Boşluklarla ilgili iyonlar, bir dipol momentine sahip olabilir. Bu iyonlar dipolün yönünde değişmeye neden olacak şekilde boşluğa atlamak üzere ısı ile uyarılabilirler. Bir elektrik alanının yokluğunda, dielektrik bu kaynaktan ileri gelen herhangi net bir dipol momentine sahip olmaz ve pek çok dipol bir yönü işaret ederken birçoğu da ters yöndedir. Malzemeye elektrik alan uygulandığında, dipollerin uygulanan elektrik alan yönünde mümkün olabildiğince yönelmesi enerjik olarak desteklenen bir durumdur. Bu süreç, ancak kısmen yüksek frekanslara kadar tepki verir. Bu mekanizmada iyon sıçraması ısı ile aktif hale geçirildiğinden, ısıya karşı hassastır .

Uzay yükü polarizasyonu: Elektrik alan, yük taşıyıcıların relatif olarak uzak mesafelere taşınmasına neden olur. Uygulanan dış elektrik alanla etkileşmeli kutuplanmalar yüklerin birbirinden ayrılması ile meydana gelir ve dipollerin elektrik alana paralel şekilde dönmesiyle polarizasyon olur. Yük birikimi, özellikle faz sınırları ve elektrot bağlantı kısımları gibi süreksizlik noktalarında meydana gelir. Bu mekanizma, yükün bir yerden başka bir yere taşınabilmesi için belirli bir süre gerektirdiğinden elektrik alan salınımlarına yavaş bir tepki verir .

Polarizasyon mekanizmalarının herbiri, kendi relaksasyon ya da rezonans frekansına yakın frekanslarda, dielektrik kaybına ($\tan\delta$) katkı yapmaktadır. Ayrıca, düşük frekanslarda yükün dielektrik içerisinde iletimi de dielektrik kaybını artırmaktadır.

3. EKLANLAMA ETKİNLİĞİ ÖLÇÜMLERİ

3.1 Ekranlama Etkinliği Testleri

Elektromanyetik ekranlama, elektromanyetik alanların bir alana yayılmasını, iletken malzemeden yapılmış bir bariyerle bloke ederek sınırlandırılması işlemidir. Ekranlama etkinliği yada araya girme kaybı malzemeye gelen elektromanyetik dalganın karşıya ne kadar geçtiği ile alakalıdır. Tipik olarak, elektrik cihazlarını dış dünyadan ayıran muhafazalara ve kablolara uygulanır. Radyo frekansı elektromanyetik radyasyonu engellemek için kullanılan elektromanyetik ekranlama, RF ekranlama olarak da bilinir. Ekran, radyo dalgalarının, elektromanyetik alanların ve elektrostatik alanların birleşmesini azaltabilir. Azaltma miktarı, kullanılan malzemeye, kalınlığına, elektromanyetik alanına boyutuna, şekline ve yönüne bağlıdır. Örneğin, çoğu güç elektroniği ekipmanı hem iç hem de dış radyasyonlu sesleri koruyan topraklı dolaplara sahiptir. Yayılan elektromanyetik girişim (EMI) numunelerdeki elektromanyetik dalgalarının mevcut arayüzlerinde yansıma kaybı, iletim veya soğurma kaybı ve iç yansıma kaybının sonucudur.

Çizelge 3.1: Ekranlama etkinliği ve % azaltma değerleri.

Ekranlama Etkinliği SE (dB)	% Azaltma
-20	99
-30	99.9
-40	99.99
-50	99.999
-60	99.9999

SE gelen elektromanyetik dalganın karşıya ne kadar geçtiğini vermektedir, Bir EMI kalkını için zayıflama seviyesinin belirlenmesi karmaşık olabilir ve sonuçları almak için kullanılan yöntemler genellikle özel koruma uygulamasına göre değişir.

Ekranlama dayanımının test edilmesine yönelik daha yaygın tekniklerden bazıları şunlardır [57-58].

3.1.1 Açık alan testi

Açık alan testi, bir elektronik cihazın normal kullanım koşullarını mümkün olduğunca yakın simüle etmek için tasarlanmıştır. Antenler, cihazdan metalik malzemelerin olmadığı ve test ekipmanı dışında bir alana değişen mesafelere yerleştirilir. Bu genellikle yayılan alan kuvveti ve iletken emisyonların serbest alan ölçümlerine izin vermek için açık bir alanda meydana gelir. Sonuçlar, üretilen EMI seviyesini tespit eden bir gürültü seviyesi ölçer tarafından kaydedilir. Açık alan testi bitmiş elektronik ürünler için en uygun yöntemdir.

3.1.2 Koaksiyel iletim hattı testi

Bu test yönteminde, düzlemsel bir malzemenin ekranlama etkinliğini belirlemek için genellikle karşılaştırmalı testler için kullanılır. Bir referans test cihazı, özel bir tutma ünitesine yerleştirilir ve çoklu frekanslarda aldığı voltaj kaydedilir. Referans ile yük cihazları arasındaki karşılaştırma, ekranlama etkinliği ve ekranlama etkinliği olmayan malzemeler arasındaki güç oranını belirler.

3.1.3 Blendajlı kutu testi

Blendajlı kutu tekniği, kesik kısmı olan kapalı bir kutu kullanır. İletken kaplamalı bir koruma birimi kutunun açıklığının üzerine yerleştirilir ve iletilen ve alınan tüm emisyonlar ölçülür. Kutunun içinden ve dışından gelen elektromanyetik sinyaller, koruma etkinliğini temsil eden sinyaller arasındaki oran ile kaydedilir ve karşılaştırılır. Bu yöntem genellikle 500 MHz'i aşan frekanslar için etkisizdir.

3.1.4 Korumalı oda testi

Bazı durumlarda, bir alandaki ortam gürültüsü miktarını önemli ölçüde azaltmak mümkün olmayabilir ve korumalı bir oda tekniğine ihtiyaç duyulabilir. Yöntem genellikle, aralarında duvar bulunan ve içinde sensörlerin çalışabileceği en az iki ekranlı oda içerir. Test cihazı ve test ekipmanı bir odaya yerleştirilir, diğerinde ise sensör dizileri. Dış kabloların neden olduğu hataları ölçme potansiyelini azaltmak için ekran kabloları sıklıkla dahil edilir.

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, NiO –Fe₂O₃ sisteminde oluşan NiFe₂O₄ spinel ferrit bileşiğinde Ni ve Fe kationlarının yerine uygun iyonik yarıçapa sahip V, Tb, Cu, Hf, Ta, Mo kationları farklı oranlarda ilave edilerek oksitlerin karışımı yöntemiyle üretilmiş ve her bir katkının NiFe₂O₄ yapısındaki çözünürlük limiti saptandıktan sonra elde edilen tek fazlı katkılı NiFe₂O₄ malzemelerin polianilin tabanlı olarak manyetik özelliklerine bakılmış ayrıca mikrodalga soğurucu özellikleri belirlenerek her bir katkının yutucu (absorbans) özelliklere etkileri saptanmıştır.

4.1 NiFe₂O₄ Bileşiğine Yapılan Katkılar

Yapılan çalışma kapsamında, NiFe₂O₄ bileşiğinde Ni yerine Tb, Hf, Ta, Mo ; Fe yerine ise V, Cu yer alan katı eriyiği şeklinde ilave edilerek yeni ferrit malzemeler ve mikrodalga polianilin tabanlı ferrit malzemeler üretilmiştir. NiFe₂O₄ bileşiğine yapılan katkılar , her bir katkının koordinasyon sayısına bağlı olarak iyonik yarıçapı, katkılı NiFe₂O₄ bileşiklerinin üretiminde kullanılan kimyasallar ve bu kimyasalların saflıkları şekil 4.1’de verilmiştir.

4.2 Katkılı NiFe₂O₄ ve Polianilin Tabanlı Katkılı NiFe₂O₄ Bileşiklerin Üretimi

Katkılı nikel ferrit bileşikler, klasik seramik üretim tekniği olarak bilinen oksitlerin karışımı yöntemiyle üretilmiştir. Üretim prosesinin genel akış şeması şekil 4.1’de sunulmuştur. Öncelikle farklı oranlarda katkıların eklenmesi ile stokiometrik oranlarda hazırlanan oksit tozlar, polipropilen bir kap içerisinde 10 mm çapında 25 adet zirkonya bilya kullanılarak etanol ilavesi ile birlikte 20 saat öğütme-karıştırma işlemine tabi tutulmuştur

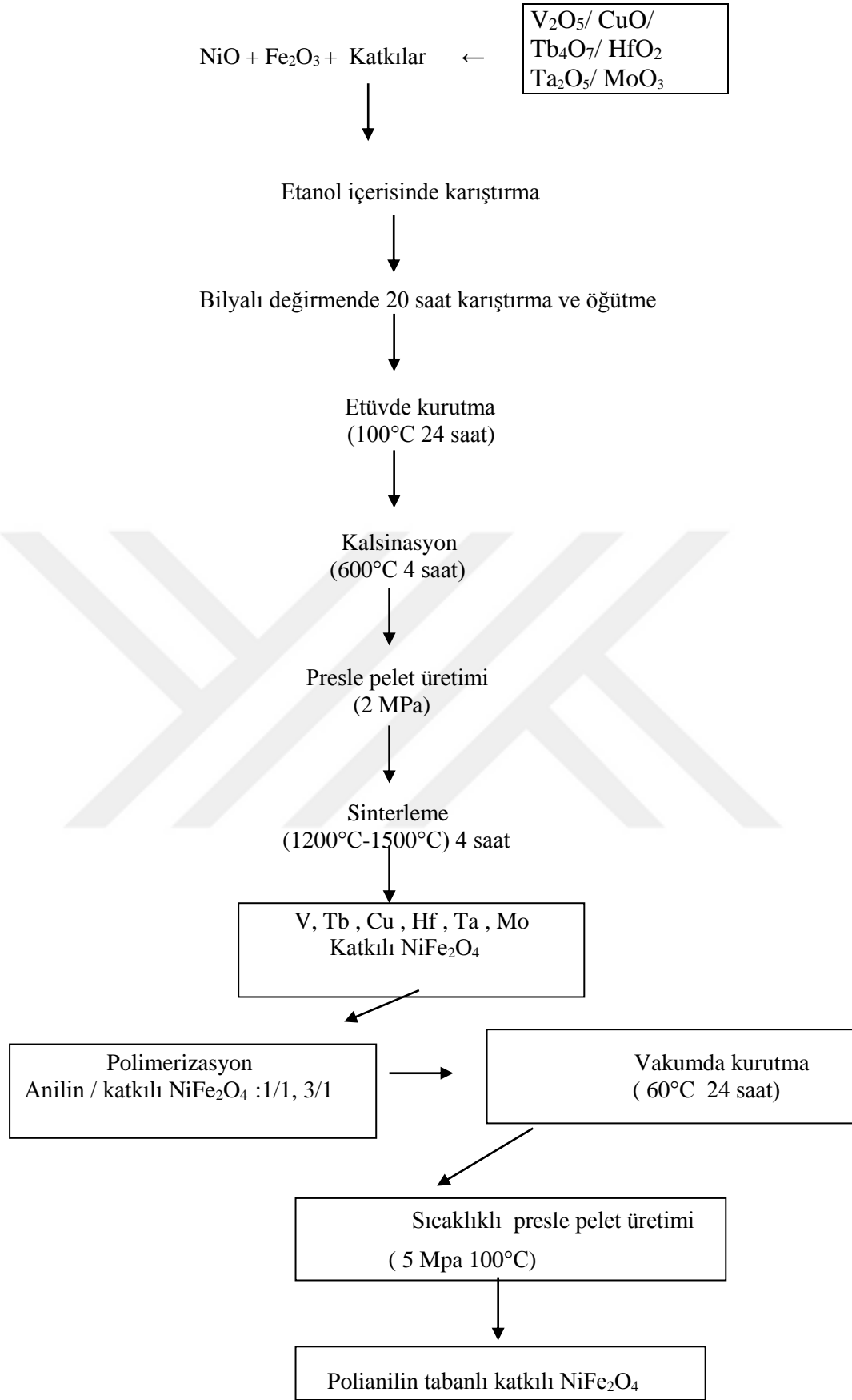
(şekil 4.2). Bunun sonucunda elde edilen bulamaç 100°C’de 24 saat süreyle etüvde kurutulmuş ve daha sonra 600°C’de 4 saat kalsine edilmiştir. Kalsinasyon işlemi buharlaşma kayıplarının önlenmesi nedeniyle üstü sıkıca kapatılmış bir alumina pota içerisinde gerçekleştirilmiştir. Kalsinasyon öncesi ve sonrası tozlar tartılarak buharlaşma kayıplarının belirlenmesi amaçlanmıştır.

Çizelge 4.1: NiFe₂O₄ bileşiğinde Ni ve Fe yerine katkılanırlan katyonlar, koordinasyon sayıları ve iyonik yarıçapları.

Element	Koordinasyon Sayısı	İyonik Yarıçap (Å)	Kimyasal	Safiyet	Kaynak
V ⁺⁵	4	0.35	V ₂ O ₅	% 98.5	Alfa Aesar
Cu ⁺²	4	0.57	CuO	% 99.98	Fluka
Tb ⁺⁴	4	0.76	Tb ₄ O ₇	% 99	Acrosorganic
Ta ⁺⁵	6	0.64	Ta ₂ O ₅	% 99	Alfa Aesar
Hf ⁺⁴	4	0.58	HfO ₂	% 98.5	Alfa Aesar
Mo ⁺⁵	6	0.61	MoO ₃	% 99.5	Alfa Aesar
Ni ⁺²	6	0.69	NiO	% 97	Acrosorganic
Fe ⁺³	6	0.55	Fe ₂ O ₃	% 99	Sigma

Bir agat havan içerisinde öğütülen kalsine tozlar hidrolik preste (şekil 4.2) metal kalıp aracılığıyla 2 MPa basınç uygulanarak 10 mm çapında 2-2.5 mm kalınlığında peletlere dönüştürülmüş ve bu peletler farklı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Nikel ferrit yapısında kayıpların önlenmesi için peletler kendi kalsine tozları içerisinde gömüldükten sonra üzeri sıkı şekilde kapatılmış alumina pota içerisinde sinterlenmiştir. Kütle kayıplarının tespit edilmesi amacıyla peletler sinterleme öncesi ve sonrası tartılmıştır.

Sinterlenmiş katkılı NiFe₂O₄ (anilin miktarının %100’ü ve %33’ü) tozları ve 1 ml anilin (%99.9 safiyet) monomer bir 35 ml hidroklorik (HCL) asit çözeltisine (0.1 mol L⁻¹) ilave edildi ve 30 dakika mekanik karıştırıcıda karıştırılarak dağıtıldı. 2.49 gr amonyum persülfat (APS), 15 ml hidroklorik asit çözeltisi (1 mol L⁻¹) içerisinde manyetik karıştırıcı üzerinde çözündürüldü, ardından APS çözeltisi, yavaşça karıştırılarak yukarıda belirtilen karışım solüsyonuna yani 1 ml anilin ve katkılı nikel ferrit solüsyonuna damla damla ilave edildi. Elde edilen karışım buzlu su içerisinde ayrı şekilde tutulmuş ve polimerizasyon, 0°C’de 12 saat boyunca bir buzlu su banyosunda gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.1 : Katkılı NiFe_2O_4 üretimine ait akış şeması.

Polimerizasyon sonucu elde edilen bulamaç filtre kağıtlarına dökülmüş destile su ve etanol ile filtre edilerek yıkandıktan sonra 24 saat boyunca 60 °C' de vakum altında kurutulmuş ve polianilin tabanlı katkıli nikel ferrit kompozitler elde edilmiştir. Farklı molar oranlara sahip PANI / Ni ferrit kompozitleri [örnek olarak Aniline / NiFe_{1.9}V_{0.1}O_{4.1}, Aniline / NiFe_{1.8}V_{0.2}O_{4.2} ve Aniline / NiFe_{1.7}V_{0.3}O_{4.3} = (3: 1, 1: 1)] üretilmiş ayrıca PANI içeriğinin elektromanyetik absorpsiyon özellikleri üzerindeki etkisini araştırmak için elde edilmiştir.

4.3 Epoksi – Polianilin Tabanlı Katkıli NiFe₂O₄ Kompozitlerin Hazırlanması .

Emici kompozit malzemeler, PANI / Ni ferrit bileşimi tozları ve epoksi karışımının kalıplanması ve sertleştirilmesiyle hazırlanmıştır. Farklı molar oranlardaki Polianilin tabanlı katkıli nikel ferrit örnek tozlarının epoksiye karışma oranı, ağırlıkça 2:1 olmuştur.



Şekil 4.2 : Üretim çalışmalarında kullanılan bilyeli değirmen.

Kalıplama, 5 MPa basınçta ve 1 saat boyunca 100 °C'de sıcaklıklı hidrolik preste üzerinde gerçekleştirilmiştir. Presleme sonucunda tüm peletler 25 kuruşluk para şeklinde yansıma ölçümleri için 20 mm çapında ve 2 mm kalınlığında üretilmiştir. Şekil 4.2 'de gösterilen değirmen makinesi ile istenen katkıli tozları üretmek için saf

toz bileşikler kapalı kap içerisinde etanol ve zirkonyum bilyeler ile karıştırılıp belirli süre sonunda kalsinasyon işlemine tabi tutulmaktadır.



Şekil 4.3 : Tek eksenli hidrolik pres.

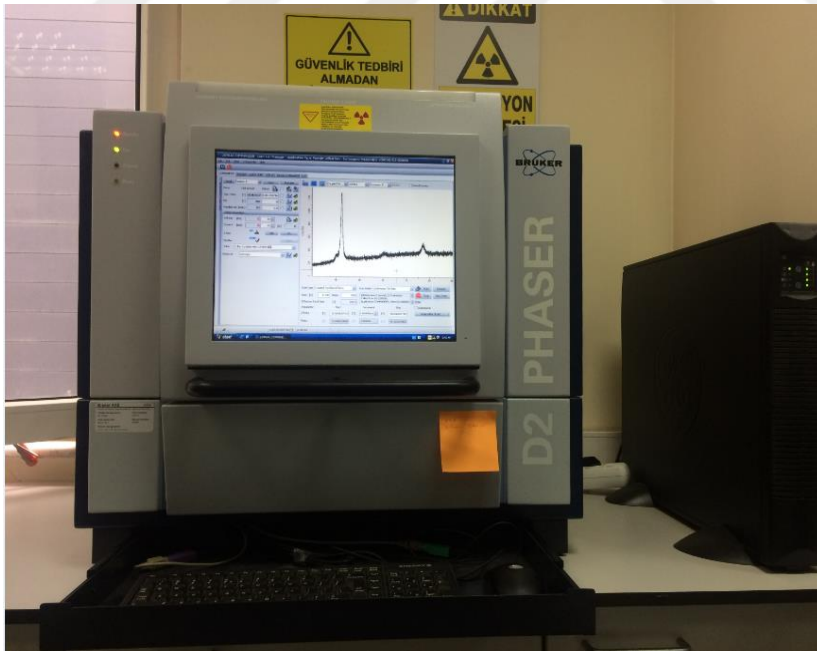
Pres mekanik olarak çalışmakta olup, üç eksenli basınç ve tek eksenli basınç testleri yapılabilmektedir (Şekil 4.3) . Peletler sinterlenmeden önce hidrolik presle belirli kalıplar altında üretilmektedir. Ayrıca sıcaklıklı pres ile istenilen sıcaklıkta ve belirli basınç altında yine kompozit malzemeler kalıplanarak istenen kalıpta üretilmektedir (Şekil 4.4).



Şekil 4.4 : Sıcaklıklı hidrolik pres.

4.4 X- Işınları (XRD) Analizi

Katkılı sinterlenmiş peletlerde her bir katkının çözünürlük sınırının tespiti , oluşan ikincil fazların saptanması için sinterlenmiş peletler bir agat havan içinde öğütülerek toz haline getirilmiş ve numune tutucu üzerine yerleştirilmiş ve X- ışınları (XRD) analizine tabi tutulmuştur. Katkılı sinterlenmiş numunelerdeki fazlar, 1°/dak. tarama hızında 2θ : 10–70° aralığında Cu-K α radyasyonlu ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$) D2 Phaser Bruker AXS cihazında X-ışını difraktometrisi ile karakterize edilmiştir. Ana yapının (NiFe₂O₄) yapısını bozmadan katkılanabilen miktar olarak tanımlanan çözünürlük sınırı, X-ışını toz difraktometresi kullanılarak belirlenmiştir (Şekil 4.5). Cihazın kullanımında X ışını kristalin üzerine gönderildiği zaman kristal içindeki atomlarından saçılır x ışını çok olduğunda şiddet çoğalır yani pik şiddeti arttığında kırınım çok olmaktadır, gelen x ışınlarının açısının şiddete karşılık gelen grafiği elde edilmektedir. Grafikten görülen bu şiddet piki bize atomlar ve bileşikler hakkında bilgi verir. X ışınlarının gönderilmesiyle numune üzerine saçılan ışınlar belirli bir şiddet gösterir, gelen ışının açısı değiştirilerek bu şiddet pikleri gözlemlenir. Bileşikteki Kristal atomları hakkında bilgi verir.



Şekil 4.5 : X-ışınları toz difraktometresi (Bruker AXS).

4.5 Katkılı NiFe₂O₄ Bileşiklerin SEM İncelemesi

SEM örnek yüzeydeki topografik özellikleri, morfoloji ve faz dağılımını göstermek için yaygın olarak kullanılan çok yönlü cihazlardan biri olup, sinterlenmiş katkılı nikel ferrit numunelerin mikroyapıları taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiş ve iç yapıda oluşan fazların analizleri enerji dağılım spektrometresi (EDS) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. SEM üzerindeki EDS sayesinde malzemenin kimyasal kompozisyonu hakkında bilgi alınmaktadır ayrıca malzeme içindeki (%) elementler tespit edilerek malzemenin kimyasal formülü hakkında bilgi edinilebilmektedir. SEM cihazında numune üzerine enerjisi çok olan elektron demeti gönderilir ve gelen elektron demeti yüzeyden saçılır böylece numunenin hangi atomlardan oluştuğu mikroskopik olarak görülür ayrıca numunenin yüzeyi hakkında topografik bilgi elde ederiz.



Şekil 4.6 : SEM kaplama cihazı (Polaron Range Sputter Coater-SC7620).

Sinterlenmiş katkılı nikel ferrit numuneler öncelikle, alüminyum numune tutucu üzerine karbon bant ile tutturulduktan sonra SEM analizinde yüzey iletkenliği için , altın / paladyum alaşımı ile kaplanmıştır. Kaplama işlemi Polaron Range Sputter SC7620 model kaplama cihazı ile 4 mA'lık akım verilerek ortalama 3 dakikada yapılmıştır (Şekil 4.6). Katkılı nikel ferrit numunelerin mikroyapı analizleri, düşük vakuma sahip JEOL 5910-LV marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve üzerindeki oxford-Inca-7274 marka enerji dağılım spektrometresi (EDS) ile yapılmıştır (Şekil 4.7). Kullanılan taramalı elektron mikroskobunda geri saçılımlı elektron görüntüsü (BEI), ikincil elektronlar görüntüsü (SEI) teknikleri ile katkılı

nikel ferrit numunelerin yüzeyleri ve kırılma yüzeyleri incelenmiştir. Örneklerin kırılma yüzeyleri, püskürtmeli kaplayıcısı ile Au / Pd alaşımı ile kaplandıktan sonra 20 kV'de taramalı elektron mikroskobu SEM'de incelenmiştir. Çalışmada fazları tanımlamak ve mikroyapıyı incelemek için SEM kullanılırken kimyasal analiz, enerji dağılım (dispersif) spektrometri (EDS) kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 4.7 : SEM ölçüm cihazı (JEOL 5910-LV), EDS (Oxford-Inca-7274).

4.6 Katkılı NiFe₂O₄ Bileşiklerin FTIR Spektroskopisi Analizi

Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektrumu (FT-IR) NICOLET 6700 marka kızılötesi spektrometre kullanılarak 4000-500 cm⁻¹ dalga boyu aralığında % geçirgenliğe karşı oda sıcaklığında katkılı toz halindeki numunlerin numune tutucu üzerine yerleştirilmesi kızıl ötesi ışığın numune tarafından soğurulması ile gerçekleştirilmiştir. FTIR (Fourier transform infrared) spektrometresi ile analiz yapılarak farklı dalga boyu aralıklarında piklerin oluştuğu anlaşılmaktadır, kızıl ötesi radyasyonun numune üzerine gönderilmesi ve numunedeki kimyasal bağların farklı şekillerde titreşim hareketleri ve kızıl ötesi radyasyonun absorbe edilmesi spektral pikleri oluşturmaktadır, kızıl ötesi ışın gönderildiğinde moleküller sadece kendi titreşim frekanslarında ışını soğururlar. Katkılı nikel ferrit bileşiklerin farklı

karakteristik pikleri FTIR (Şekil 4.8) ile araştırılmış ve yapıdaki kimyasal bağlanma hakkında bazı bilgiler elde edilmiştir.



Şekil 4.8 : FT-IR ölçüm cihazı (NICOLET 6700).

4.7 Katkılı NiFe₂O₄ ve Kompozitlerin Manyetik Özellikleri VSM Ölçümü

Katkılı ve polimer tabanlı NiFe₂O₄ kompozit malzemelerin manyetik özelliklerinin araştırılması için VSM (Titreşen Örnek Magnetometresi) ölçüm analizine ihtiyaç duyulmuştur.

Manyetik özellikli NiFe₂O₄ yapılar hem fabrikasyon hem de uygulama alanlarında geniş bir araştırma alanına sahiptir, bu yapılar süper paramanyetizasyon, manyetik dipolar etkileşimler ve emülsiyon damlacıklarındaki ara yüzeylerde moleküler etkileşimlerin açıklanması gibi temel çalışmalarda ideal sistemlerdir. Bu yapılar manyetik geçirgenlikleri ve diğer değerleri nedeniyle mikrodalga uygulamalarında ,manyetik data kaydedici olarak elektronik malzemelerde , manyetik sensörlerde yoğun ilgi görmektedir.

Kullanılan cihaz ile VSM ölçümlerinde 2 Kelvin'e kadar düşük sıcaklıklara ulaşmak için kapalı devre He sistemi kullanılır, manyetik alan aralığı 5 Tesla'ya çıkma özelliği olan süper iletken mıknatısa sahip sistem ile elektrik ve magnetik karakterizasyon yapılabilmektedir, titreşen örnek magnetometresi (VSM) ve elektriksel ölçüm problemleri manyetik histerisis, direnç ve hall etkisi ölçümlerine olanak vermektedir.

ODTÜ bünyesinde yer alan manyetik laboratuvarında Cryogenic Limited PPMS marka cihaz (şekil 4.9) ile manyetik histerisis ölçümü (VSM) yapılmış, VSM ölçümü

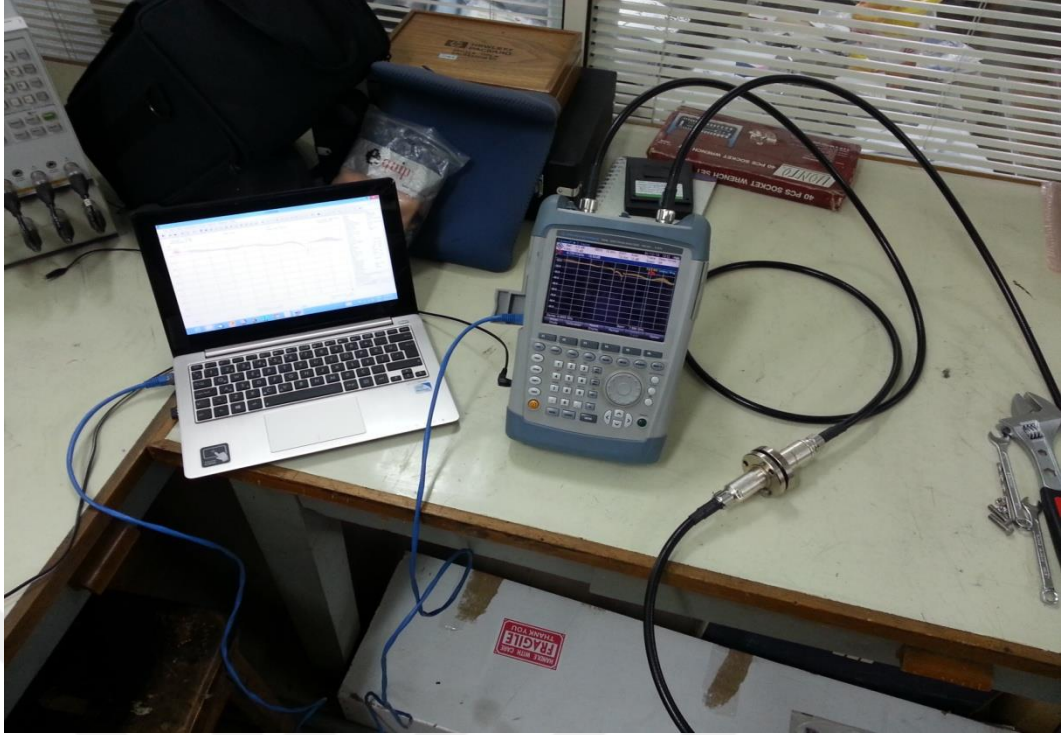
ile belirli manyetik alan aralığında katkılı ve polianilin tabanlı nikel ferrit toz numunelerin oda sıcaklığında manyetik özelliklerinin karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Manyetik malzeme karakterizasyonu için VSM (Vibrating Sample Magnetometer) ve SQUID (Superconducting Quantum Interference) manyetometreleri kullanılmaktadır. Malzemelerin manyetik alan duyarlılığı (μ), doyum mıknatıslanma (M_s), koersif alan (H_c), artık mıknatıslanma (M_r) gibi temel manyetik parametreleri bu cihazlarla tespit edilmektedir. VSM ve SQUID manyetometreleri nikel ve paladyum gibi mıknatıslanma değerleri bilinen sertifikalı referans malzemeler kullanılarak kalibre edilmektedir.



Şekil 4.9 :VSM ölçüm cihazı (Cryogenic Limited PPMS).

4.8 Polianilin Tabanlı Katkılı $NiFe_2O_4$ Kompozitlerin Mikrodalga Yutucu Performansları Ölçümü

Polianilin tabanlı katkılı $NiFe_2O_4$ kompozitlerin mikrodalga absorbe edici performansları, 0-8 GHz aralığında iki portlu vektör network analizörü (R&S FSH8-R&S FSH-K42 Two-Port) cihazı ile ölçülmüştür. Sıcaklıklı presleme ile üretilen epoksi polianilin tabanlı katkılı nikel ferrit karışımından elde edilen peletler 25 kuruşluk demir para şeklinde 20 mm çapında ve 2 mm kalınlığında ölçüme hazır hale getirilmiştir.



Şekil 4.10 : Vektör network analizör cihazı (VNA (R&S FSH8- R&S FSH-K42 Two-Port)).

Kullanılan VNA cihazı, N-tipi girişlerle iki portlu kablo tipi ölçümleri ölçebilmektedir, testler, giriş ve çıkış ağzlarında 50 Ohm empedansını koruyan uygun çaplara sahip bir koaksiyel tutucu tarafından gerçekleştirilmiştir. Her şeyden önce, örnek olmayan bir değer referans olarak ölçülür. Daha sonra, numuneler, cihaza teker teker yerleştirilir ve numunenin her yerinde düzenli basınç sağlamak için her zaman üç farklı noktadan muntazam bir şekilde sıkıştırılır. Cihaz, çıkış değerlerini bilgisayara transfer eder böylece örnek numunelerin yansıma kaybı RL (reflection loss), elektromanyetik girişim ekranlama etkinliği EMI-SE (electromagnetic interference-shielding effectiveness) değeri ölçülür. Ekranlama etkinliği -20 dB olduğunda gelen elektromanyetik dalganın yüzde 99 azaltıldığını karşıya yüzde 1 olarak geçtiğini anlamaktayız, aynı şekilde -10 dB için ise yüzde 90 azalma olduğunu karşıya yüzde 10 geçtiğini anlamaktayız , benzer şekilde 30 dB için ise yüzde 99.9 oranında azalma olduğu karşıya yüzde 0.01 geçtiğini anlamaktayız.



5.ÖLÇÜMLERDEN ELDE EDİLEN BULGULAR

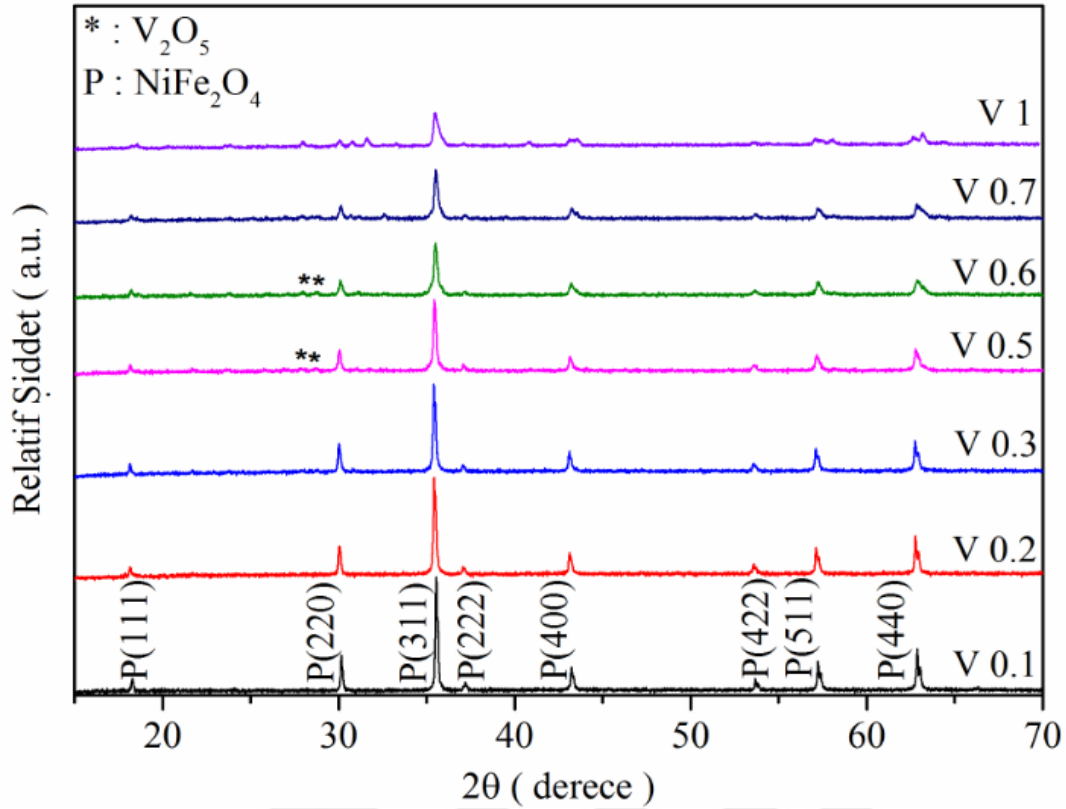
5.1 XRD Sonuçları

5.1.1 V katkılı nikel ferritin XRD analizi

NiFe_2O_4 (PDF Card No: 44-1485) bileşiğinde Fe elementi yerine V elementi yakın iyonik yarıçap değerlerine sahip olduklarından ilave edilmiştir. V elementi $\text{NiFe}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$ kompozisyonu kullanılarak $x=0.1-1$ aralığında katkılandırılmıştır. V katkılı nikel ferritler 1100°C 'de 4 saat süreyle sinterlendikten sonra peletler toz haline getirilerek XRD incelemesi yapılmıştır. 1100°C 'de 4 saat sinterlenen örneklerin XRD analizi, x 'in 0.1, 0.2 ve 0.3 değerleri için tek fazlı yapının oluştuğunu ortaya koymuştur (Şekil 5.1). Tozların tek fazlı oluşumu, oksitlerin karışımı sentezi kullanılarak muhtemel ara fazların ortadan kaldırılmasıyla ve uygun bir kalsinasyon sıcaklığı ile elde edilmiştir. Tozların iyi homojenizasyonu, ısıl işlem sırasında difüzyon işlemini arttırmıştır. XRD sonuçları, $x= 0.5$ V katkı ve üzerindeki $x=0.6, 0.7, 1$ değerlerindeki katkılarda ikincil fazlar olduğunu NiFe_2O_4 yapısına ait fazın XRD piklerinin yanında başka fazlar oluştuğu gözlenmiştir, $x=0.5$ sınır değerinde yapıda ikincil faz yani V_2O_5 (PDF Card No: 053-0538) görünmeye başlamıştır.

Bu sonuçlar, V çözünürlüğünün, Nikel ferritte $x =0.3$ ve $x =0.5$ arasında sınırdan olduğunu göstermiştir. V elementinin iyonik yarıçapı Fe elementinin iyonik yarıçapından boyut olarak farklıdır, bu nedenle V elementinin NiFe_2O_4 bileşiğinde Fe elementinin yerine uygun oranlarda katkılandırılması ile pik pozisyonları değişir. V elementinin katkı miktarı çözünürlük sınırları içinde arttıkça, pik pozisyonları lineer olarak çok az sağa doğru kayar , ancak ana profil yani NiFe_2O_4 'ün pik pozisyonları aynı kalır.

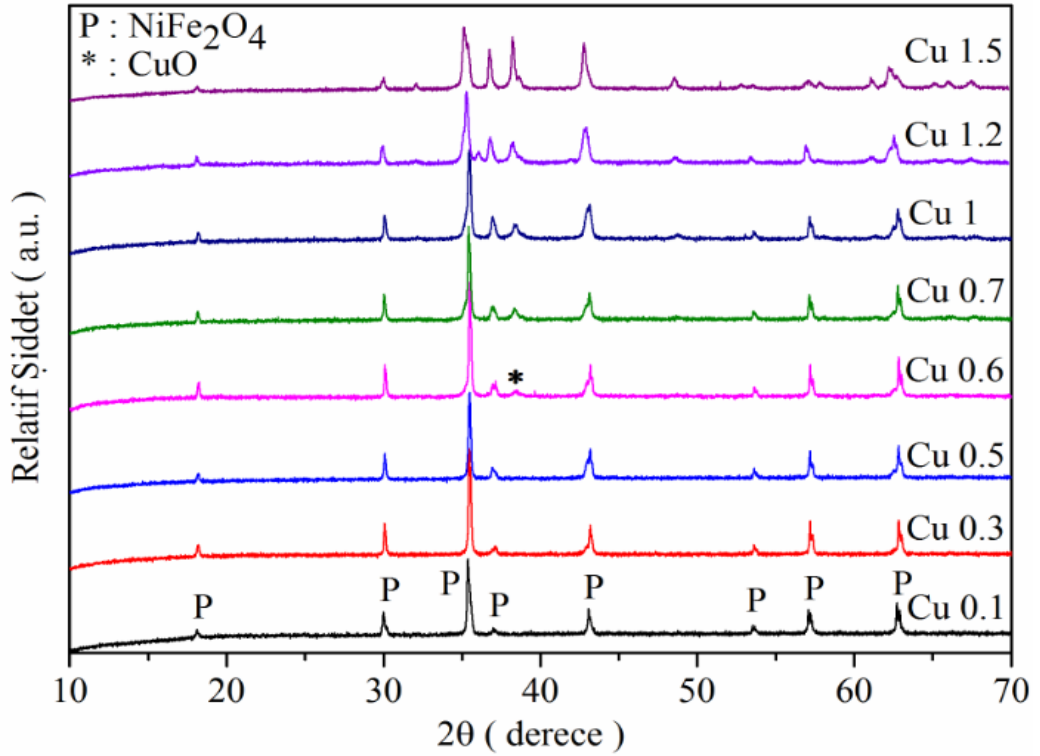
Ayrıca, NiFe_2O_4 oluşumu güçlü bir şekilde sıcaklığa bağlıdır ve tek fazlı NiFe_2O_4 'ü oluşturmak için yüksek sıcaklıklara ihtiyaç duyulmaktadır. Tek fazlı NiFe_2O_4 'ün oluşum sıcaklıkları da güçlü bir şekilde doping tipine bağlıdır.



Şekil 5.1 : NiFe_{2-x}V_xO₄ kompozisyonunda x= 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 0.6, 0.7 ve 1 oranlarında V katkılı nikel ferritlerin 1100°C’de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri.

5.1.2 Cu katkılı nikel ferritin XRD analizi

NiFe₂O₄ (PDF Card No: 44-1485) bileşiğinde Cu elementi, Fe ile çok yakın iyonik yarıçaplara sahip olduklarından Fe iyonunun yerini almak için NiFe_{2-x}Cu_xO₄ kompozisyonu kullanılarak katkılandırılmıştır. Bu formülasyonda x değeri 0.1, 0.3, 0.5, 0.6, 0.7, 1, 1.2 ve 1.5 olarak alınmış ve üretilen kompozisyonlar XRD analizleri için 1250°C’de 4 saat sinterlenmiştir. Kütle korunumu da göze alınarak örneklerin XRD analizi x=0.1, 0.3, 0.5 değerlerinde tek fazlı yapının oluştuğunu ortaya koymuştur (Şekil 5.2). Ancak x=0.6 değerinden itibaren ikincil bir faz oluştuğu görülmüştür % 0.6 mol Cu katkıdaki ikinci fazın CuO (PDF Card No: 44-706) olduğu belirlenmiş, x=0.6 ve üzerindeki değerlerde ikincil (secondar) fazların devam ettiği ve bu CuO fazının pikinin şiddetinin artan katkı miktarıyla yükseldiği görülmüş ve başka fazlarında x=0.7’den itibaren ortaya çıktığı anlaşılmıştır. Ayrıca x=1.5 katkı oranında yüksek oranda katkının yapıyı distorte ederek NiFe₂O₄ yapısını değiştirdiği anlaşılmıştır. Bu sonuçlar, Cu çözünürlüğünün nikel ferritte x=0.5 ve x=0.6 arasında sınırdaki olduğunu göstermiştir.

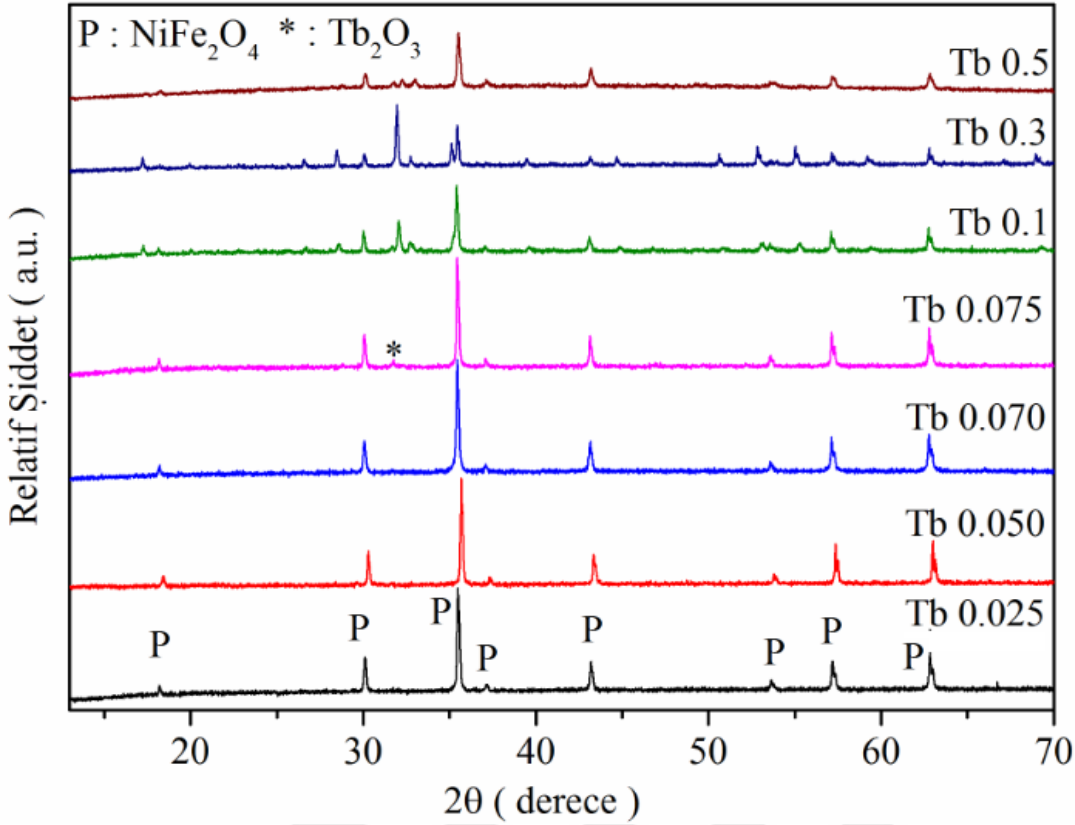


Şekil 5.2 : NiFe_{2-x}Cu_xO₄ kompozisyonunda x= 0.1, 0.3, 0.5, 0.6, 0.7, 1, 1.2 ve 1.5 oranlarında Cu katkıli nikel ferritlerin 1250°C’de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri.

5.1.3 Tb katkıli nikel ferritin XRD analizi

Tb elementi , yakın iyonik yarıçap değerlerine sahip olduklarından Ni elementinin yerine NiFe₂O₄ (PDF Card No: 003-0875) bileşğinde katkılandırılmıştır. Tb'nin Nikel ferrit bileşğine ilavesi Ni_{1-x}Tb_xFe₂O₄ kompozisyonu baz alınarak gerçekleştirilmiş olup, bu kompozisyonda x=0.025-0.5 aralığında değiştirilmiştir. Üretilen Tb katkıli nikel ferritler 1250°C'de 4 saat sinterlendikten sonra XRD analizine tabi tutulmuştur. XRD analizi Tb katkıli nikel ferritlerin x=0.025, 0.050, 0.070 değerleri tek fazlı yapı vermesine rağmen, x=0.075, 0.1, 0.3, 0.5 değerinde tek fazlı yapının oluşmadığını göstermiştir (Şekil 5.3).

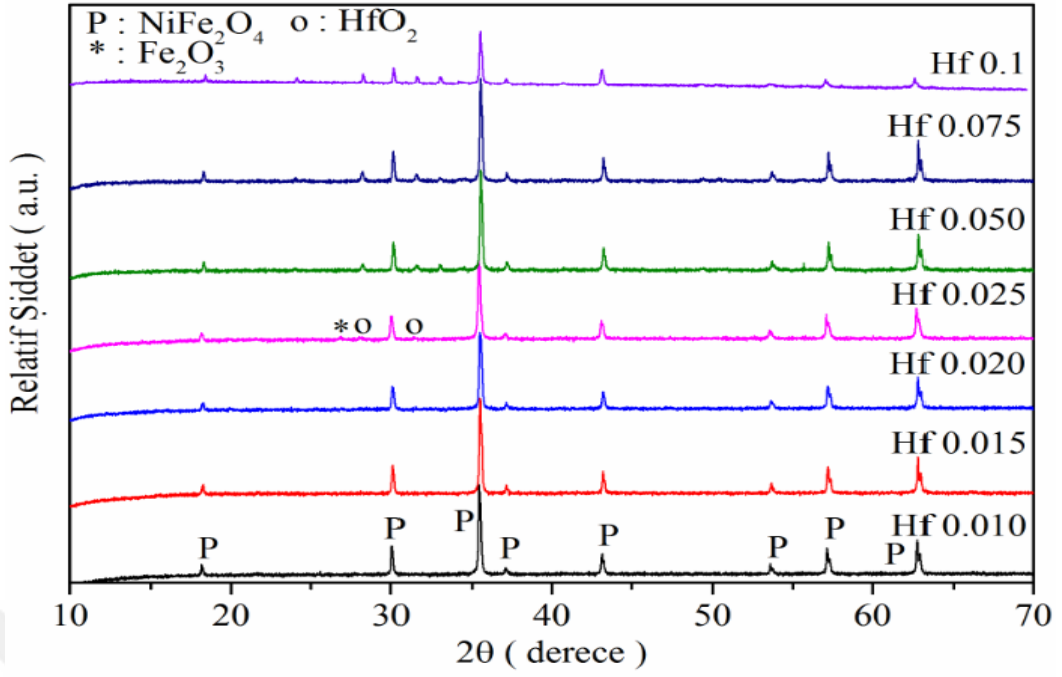
XRD sonuçları, % 0.075 mol ve üzeri Tb katkıli örnekler hariç diğer katkılarda yapıda ikincil bir faz olmadığını göstermiştir. İkincil faz, yani Tb₂O₃ (PDF Card No: 76-7405) % 0.075 mol Tb katkı ile birlikte görülmeye başlanmıştır. Bu sonuçlar, Tb çözünürlüğünün nikel ferritte x=0.070 ve x=0.075 arasında sınırdaki olduğunu göstermiştir. Ayrıca x=0.075 katkı ile görülmeye başlayan Tb₂O₃ fazı artan katkılarla birlikte görülmeye devam ederken yanında başka fazları da vermiştir ve ana yapının yani NiFe₂O₄ fazının değiştiği anlaşılmıştır.



Şekil 5.3 : $Ni_{1-x}Tb_xFe_2O_4$ kompozisyonunda $x=0.025, 0.050, 0.070, 0.075, 0.1, 0.3, 0.5$ oranlarında Tb katkılı nikel ferritlerin $1250^\circ C$ 'de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri.

5.1.4 Hf katkılı nikel ferritin XRD analizi

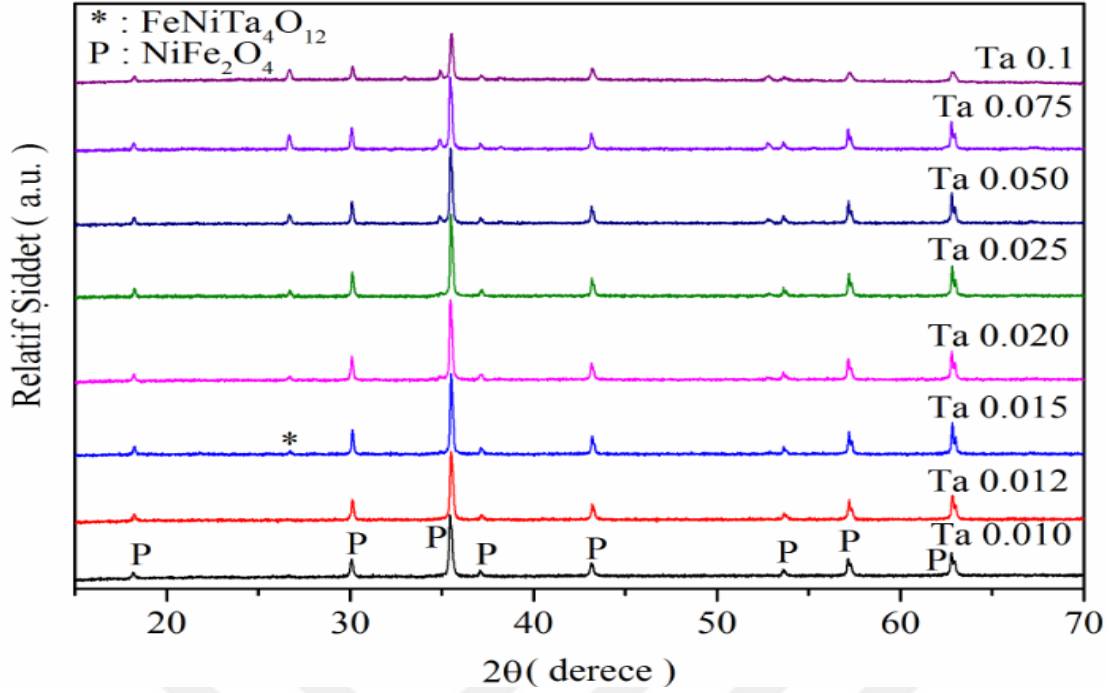
Hf katyonunun iyonik yarıçapının Ni katyonuna yakın olması nedeniyle Hf katyonu $Ni_{1-x}Hf_xFe_2O_4$ kompozisyonu baz alınarak $NiFe_2O_4$ yapısında Ni yerine ilave edilmiştir. Hf katkı oranı $x=0.010-0.1$ aralığında değiştirilmiş olup, üretilen Hf katkılı nikel ferritler $1200^\circ C$ 'de 4 saat sinterlendikten sonra XRD analizine tabi tutulmuşlardır. XRD analizi Hf katkılı nikel ferritlerinin $x=0.01, 0.015, 0.020$ değerlerinde tek fazlı yapı vermesine rağmen, $x=0.025$ değerinde yapıda az miktarda da olsa Fe_2O_3 (JCPDS Card No: 74-6271) ikincil fazının olduğunu ve bu faz yanında aynı zamanda HfO_2 (JCPDS Card No: 43-1017) fazının oluştuğunu göstermiştir (Şekil 5.4). Bu ise $1200^\circ C$ 'de sinterlenen Hf katkılı nikel ferritlerinde Hf çözünürlüğünün $x=0.020-0.025$ arasında olduğunu göstermektedir. Ayrıca Hf katkı oranı 0.050'ye çıktığında Fe_2O_3 fazının kaybolduğu HfO_2 fazının devam etmekte olduğu ve katkı oranlarının yükselmesiyle başka fazlarında ortaya çıktığı gözlenmektedir.



Şekil 5.4 : $Ni_{1-x}Hf_xFe_2O_4$ kompozisyonunda $x=0.010, 0.015, 0.020, 0.025, 0.050, 0.075, 0.1$ oranlarında Hf katkılı nikel ferritlerin $1200^{\circ}C$ 'de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri.

5.1.5 Ta katkılı nikel ferritin XRD analizi

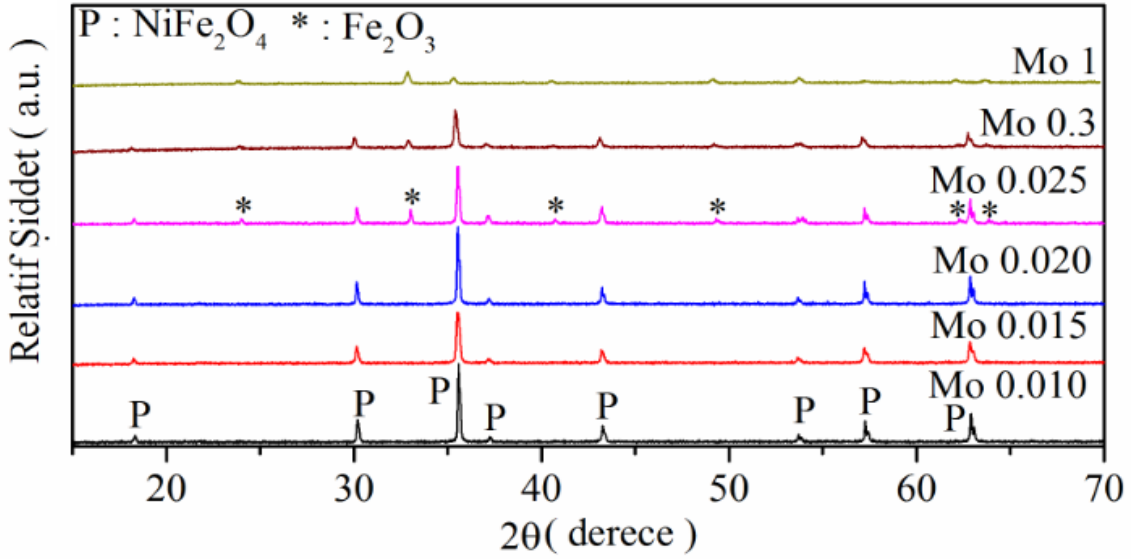
Ta elementinin iyonik yarıçapının (0.64 \AA) Ni elementine (0.69 \AA) yakın olması nedeniyle Ta elementi $Ni_{1-x}Ta_xFe_2O_4$ kompozisyonu baz alınarak nikel ferrit yapısında Ni yerine ilave edilmiştir. Ta katkı oranı $x=0.010-0.1$ aralığında değiştirilmiş olup, üretilen Ta katkılı nikel ferritler XRD analizi için $1200^{\circ}C$ 'de 4 saat sinterlenmiştir. XRD analizi $x=0.010, 0.012$ değerlerinde tek fazlı yapının oluştuğunu ancak $x=0.015$ değerinde ise yapıda $FeNiTa_4O_{12}$ (JCPDS Card No: 60-0552) ikincil fazının olduğunu (Şekil 5.5), katkı oranının 0.020 'ye çıktığında bu fazın devam ettiğini katkı oranlarının yükselmesiyle bu ikincil fazın giderek şiddetinin yüksek oranda arttığını, 0.050 katkı oranıyla birlikte bu ikincil fazın yanında başka fazında ortaya çıktığını göstermiştir. Elde edilen sonuçlar, Ta katkısının nikel ferrit yapısında Ni yerine yer alan katı eriyiği olarak ilave edildiği durumda çözünürlük sınırının $x=0.012$ ile 0.015 arasında olduğunu oldukça düşük olduğunu göstermektedir.



Şekil 5.5 : $Ni_{1-x}Ta_xFe_2O_4$ kompozisyonunda $x=0.010, 0.012, 0.015, 0.020, 0.025, 0.050, 0.075, 0.1$ oranlarında Ta katkılı nikel ferritlerin $1200^\circ C$ 'de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri.

5.1.6 Mo katkılı nikel ferritin XRD analizi

Mo elementinin iyonik yarıçapının (0.61 \AA) Ni elementinin iyonik yarıçapına (0.69 \AA) yakın olması nedeniyle nikel ferrit yapısında Mo elementi Ni yerine yer alan katı eriyiği oluşturmak üzere katkılılandırılmıştır. Mo katkısı $Ni_{1-x}Mo_xFe_2O_4$ kompozisyonu baz alınarak yapılmış ve katkı oranı $x=0.010-0.1$ aralığında değiştirilmiştir. $1100^\circ C$ 'de 4 saat sinterlendikten sonra Mo katkılı nikel ferritler XRD analizine tabi tutulmuşlardır. XRD incelenmesi, Mo katkılı nikel ferritlerinin $x=0.01, 0.015, 0.020$ değerlerinde tek fazlı verdiğini, $x=0.025$ değerinde Fe_2O_3 (JCPDS Card No: 87-1165) ikincil fazının olduğunu artan katkı oranı $x=0.3$ ve $x=1$ ile bu fazın devam ettiğini göstermiştir (Şekil 5.6). Elde edilen sonuçlar $1100^\circ C$ 'de sinterlenen Mo katkılı nikel ferritlerinde Mo çözünürlüğünün $x=0.020-0.025$ arasında olduğunu göstermektedir.



Şekil 5.6 : $Ni_{1-x}Mo_xFe_2O_4$ kompozisyonunda $x=0.010, 0.015, 0.020, 0.3, 1$ oranlarında Mo katkılı nikel ferritlerin $1100^\circ C$ 'de 4 saat sinterleme sonrası elde edilen XRD paternleri.

5.2 SEM Sonuçları

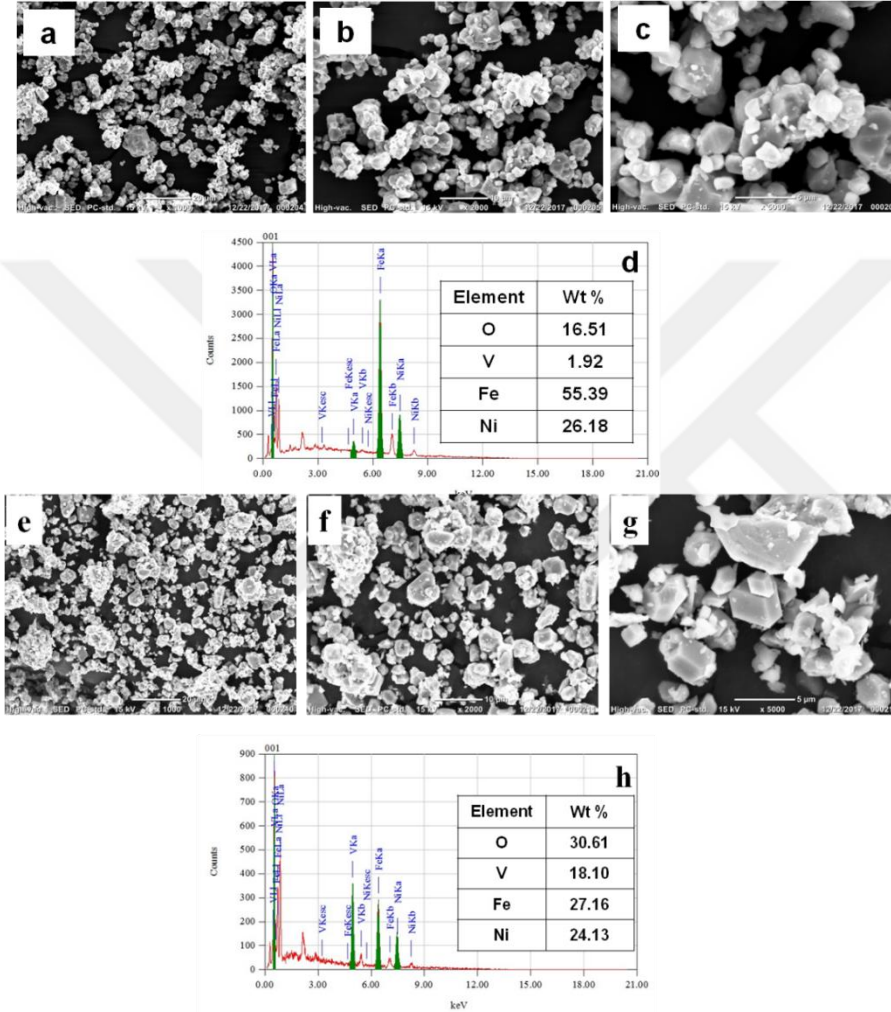
5.2.1 V katkılı nikel ferritin SEM analizi

$NiFe_2O_4$ yapısında Fe yerine V katkılanırılan ve $1100^\circ C$ 'de 4 saat sinterlenen nikel ferritlerinin SEM incelenmesi $NiFe_{2-x}V_xO_4$ kompozisyonunda katkı oranı $x=0.1$ olduğunda, XRD analizinde gözlemlendiği gibi, tek fazlı nikel ferrit yapısını göstermiştir (Şekil 5.7 a, b, c). V katkılı nikel ferrit yapılarına uygulanan EDS analizi tanelerin kompozisyonunun V katkılı nikel ferrit bileşiğinin teorik kompozisyonuna yakın olduğunu göstermiştir (Şekil 5.7 d, h). Bununla birlikte, katkı oranı yani x değeri 0.5'e yükseltildiğinde mikroyapıda ikincil faz tespit edilmiştir (Şekil 5.7 f, g). Fazlardan biri V içeren Nikel ferrit, diğeri V_2O_5 olarak belirlenmiştir.

EDS analizi $x=0.1$ ve $x=0.5$ katkı oranları için yapılmış ve görüntüler Şekil 5.7 (d, h) 'de gösterilmiştir. V ($x = 0.1$) katkılı $NiFe_2O_4$ partiküllerine uygulanan EDS analizi, V katkılı $NiFe_2O_4$ ' ün teorik bileşimi ile benzer sonuçlar vermiştir (% 26.18 Ni, % 55.39 Fe, % 16.51 O, % 1.92 V). İkincil faz içeriği, V içeriğindeki artışla birlikte artmıştır (Şekil 5.7 h). Numunelerin SEM incelemeleri, V katkısının dopant konsantrasyonunun, tane büyüklüğünü çok az arttırdığını göstermiştir. İkincil faza uygulanan EDS analizi ile yapıdaki V oranının arttığı anlaşılmaktadır.

SEM ile tane boyutu perspektifinden incelendiğinde, ortalama tane büyüklüğü 1.5 ila 4 μm arasındadır (V katkılı Ni ferrit, $x = 0.1$), V içeriği arttıkça tane büyüklüğü

1.8 μm ile 5 μm arasındadır (V katkılı Ni ferrit, $x = 0.5$). Ayrıca EDS kimyasal analizinden gözlemlenen ikincil faz oluşumu da XRD sonuçları ile iyi uyum sağlamıştır. Farklı V katkılı NiFe_2O_4 'ün içyapı (microstructure) incelemesi V katkı oranının NiFe_2O_4 tane boyutunu etkilediğini göstermiştir. V katkısı $x=0.5$ 'e çıktığında tane boyutu az artış göstermiştir. Bunun muhtemel nedeni, artan V katkısı oranında oluşan ikincil fazın tane küçülmesini engellemesi olabilir.

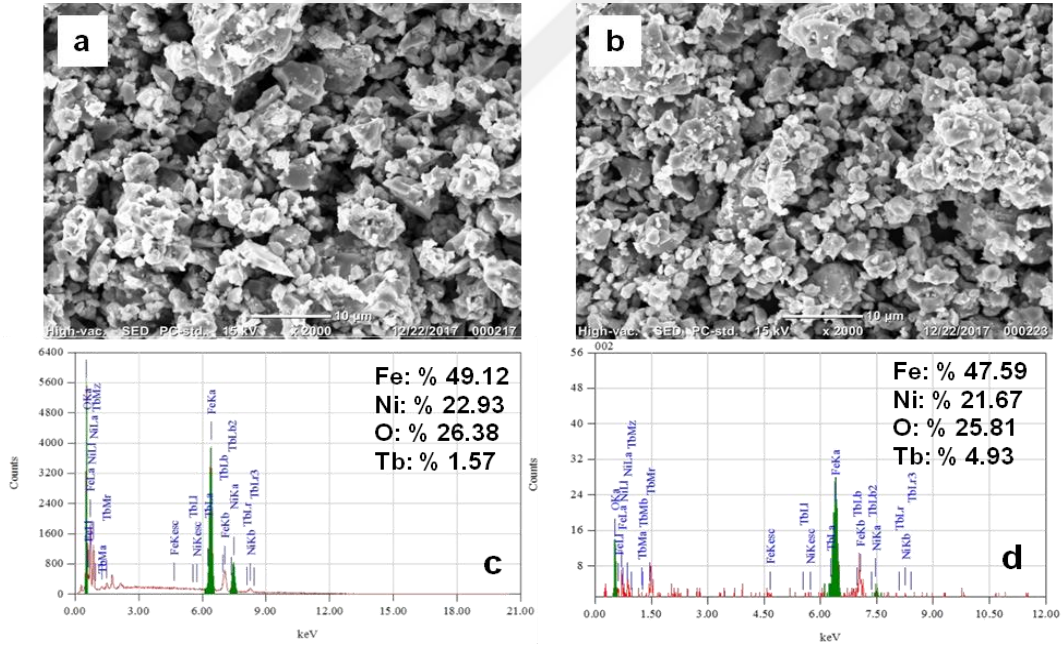


Şekil 5.7 : 1100°C'de 4 saat boyunca sinterlenen V katkılı $\text{NiFe}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$ 'ün SEM görüntüleri a) $x = 0.1$ 'de $\times 1.000$ büyütme, b) $x = 0.1$ 'de $\times 2.000$ büyütme, c) $x = 0.1$ 'de $\times 5.000$ büyütme, d) V katkılı $\text{NiFe}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$ için EDS analizi, $x = 0.1 \times 1.000$ büyütmede e) $x = 0.5 \times 1.000$, f) $x = 0.5 \times 2.000$, g) $x = 0.5 \times 5.000$, h) $x = 0.5 \times 5.000$ 'de EDS analizi, $x = 0.5$ için ikincil faz (V_2O_5).

Muhtemelen gözenekli yapıya sahip malzemeler büyük özgül yüzey alanına büyük iç sınır taneciklerine sahiptir, bunlar elektromanyetik dalganın emilimine katkıda bulunurlar, ayrıca gözenekli yapının hafifliğide bu olayda çok önemlidir.

5.2.2 Tb katkılı nikel ferritin SEM analizi

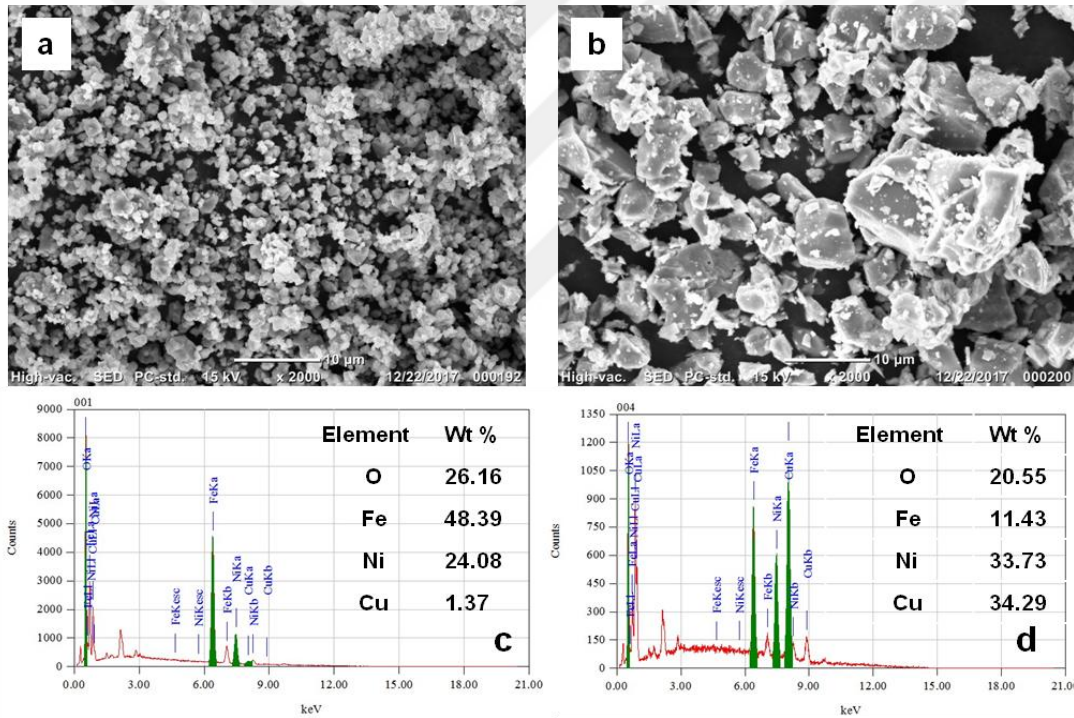
$Ni_{1-x}Tb_xFe_2O_4$ kompozisyonunda farklı oranlarda Tb katkılı nikel ferritlerin iç yapıları SEM kullanılarak incelenmiştir. SEM incelemesi $x = 0.025$ Tb katkılı $1250^\circ C$ 'de 4 saat sinterlenen nikel ferritlerin tek bir fazlı yapı verdiğini göstermiştir (Şekil 5.8 a). Bununla birlikte, x değeri 0.075'e yükseltildiğinde, yapıda ikincil faz tespit edilmiştir (Şekil 5.8 b). Tek faz, Tb katkılı Nikel ferrit olarak belirlenirken, ikincil faz Tb_2O_3 fazıdır. EDS analizi $x = 0.025$ ve $x = 0.075$ katkı oranları için yapılmıştır (Şekil 5.8 c, d). Tb ($x = 0.025$) katkılı $NiFe_2O_4$ partiküllerine uygulanan EDS analizi, Tb katkılı $NiFe_2O_4$ 'ün teorik bileşimine benzer sonuçlar vermiştir (% 22.93 Ni, % 49.12 Fe, % 26.38 O, % 1.57 Tb). İkincil fazın içeriği, artan Tb içeriği ile artmıştır (Şekil 5.8 b). İkincil faza uygulanan EDS analizi ile yapıdaki Tb oranının arttığı anlaşılmaktadır. Tane büyüklüğü perspektifinden incelendiğinde, $x=0.025$ ve $x=0.075$ Tb katkılı nikel ferritlerinin iç yapı incelemesi Tb katkı oranının tane boyutlarını önemli ölçüde değiştirmedeği göstermiştir. EDS analizinden gözlemlenen ikincil faz oluşumu da XRD sonuçlarıyla uyum içerisindedir.



Şekil 5.8 : $1250^\circ C$ 'de 4 saat boyunca sinterlenen Tb katkılı $Ni_{1-x}Tb_xFe_2O_4$ 'ün SEM görüntüleri a) $x=0.025 \times 2.000$, b) $x=0.075 \times 2.000$, c) Tb katkılı $Ni_{1-x}Tb_xFe_2O_4$ 'ün EDS analizi, $x=0.025 \times 2.000$, d) $x=0.075 \times 2.000$, $x = 0.075$ için ikincil faz (Tb_2O_3).

5.2.3 Cu katkıli nikel ferritin SEM analizi

$\text{NiFe}_{2-x}\text{Cu}_x\text{O}_4$ kompozisyonunda $x=0.1$ ve $x=0.6$ katkı oranlarında Cu katkıli nikel ferritlerin iç yapıları SEM ile incelenmiştir. SEM incelemesi $x = 0.1$ Cu katkıli 1250°C 'de 4 saat sinterlenen nikel ferritlerin tek fazlı olduğunu göstermiştir (Şekil 5.9 a), ancak x değeri 0.6 olduğunda yapıda ikincil fazın oluştuğunu göstermiştir (Şekil 5.9 b). XRD analizinde x değeri 0.6'ya yükseldiğinde nikel ferrit fazı yanında CuO ikincil fazının oluştuğunu göstermiştir, yapılan SEM incelemesi XRD sonuçlarını teyit etmektedir, $x = 0.1$ ve $x = 0.6$ için EDS analizi yapılmıştır (Şekil 5.9 c, d). İkincil fazın içeriği Cu içeriğindeki artışın artmasıyla artmıştır (Şekil 5.9 d). Tane boyutu açısından bakıldığında Cu katkı oranının artması belirgin bir değişime neden olduğunu göstermiştir.



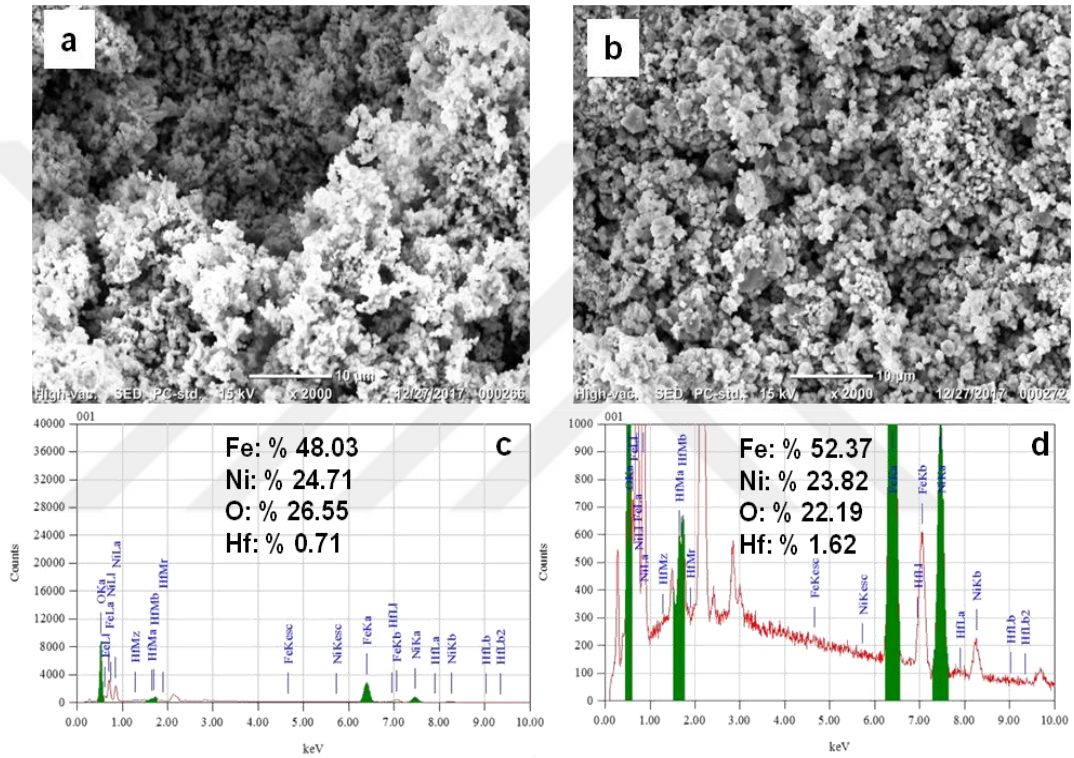
Şekil 5.9 : 1250°C 'de 4 saat boyunca sinterlenen Cu katkıli $\text{NiFe}_{2-x}\text{Cu}_x\text{O}_4$ 'ün SEM görüntüleri a) $x=0.1 \times 2.000$, b) $x=0.6 \times 2.000$, c) Cu katkıli $\text{NiFe}_{2-x}\text{Cu}_x\text{O}_4$ için EDS analizi , $x=0.1 \times 2.000$, d) $x=0.6 \times 2.000$, $x = 0.6$ için ikincil faz (CuO).

5.2.4 Hf katkıli nikel ferritin SEM analizi

NiFe_2O_4 yapısında Ni yerine Hf katkılandırılan ve 1200°C 'de 4 saat sinterlenen nikel ferritlerinin SEM incelenmesi, $\text{Ni}_{1-x}\text{Hf}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ kompozisyonu baz alınarak katkı oranı $x=0.01$ olduğunda XRD analizinde gözlemlendiği gibi, tek fazlı nikel ferrit yapısını oluşturduğunu göstermiştir (Şekil 5.10 a). Hf katkıli nikel ferrit yapılarına uygulanan EDS analizi tanelerin kompozisyonunun Hf katkıli nikel ferrit bileşiğinin teorik

kompozisyonuna yakın olduğunu göstermiştir (Şekil 5.10 c). Bununla birlikte, katkı oranı yani x değeri 0.025'e yükseltildiğinde mikroyapıda ikincil fazlar tespit edilmiştir (Şekil 5.10 b).

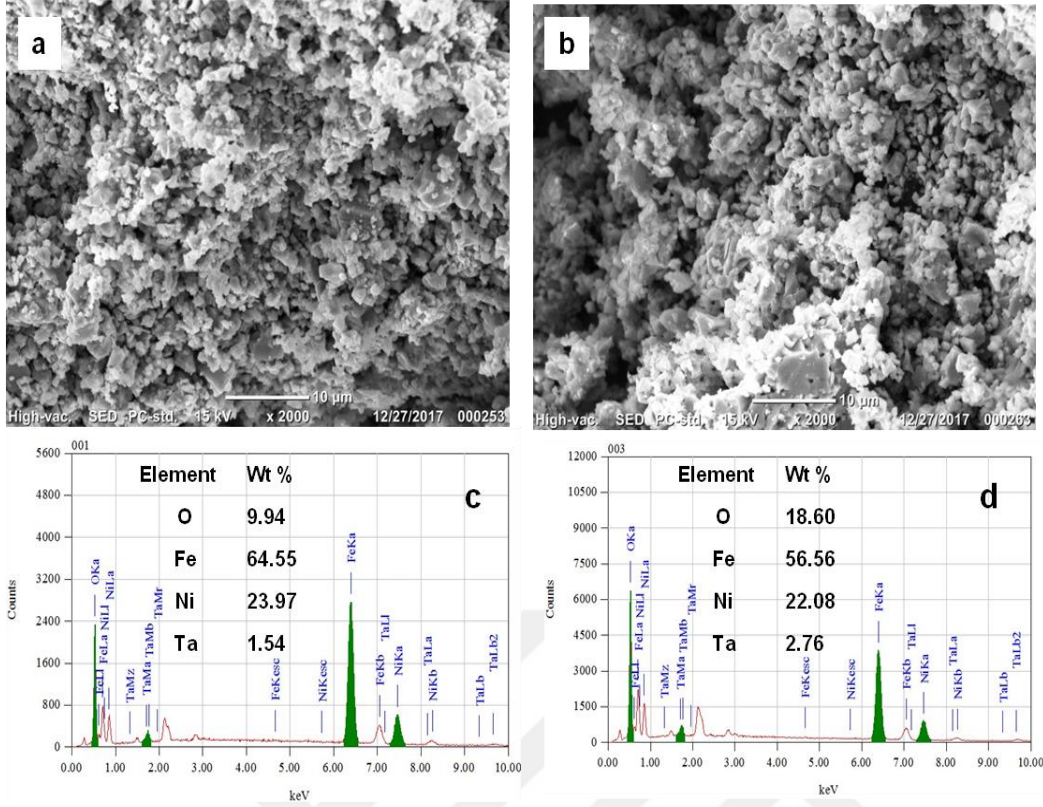
XRD analizinde x değeri 0.025' e yükseldiğinde nikel ferrit fazı yanında Fe_2O_3 ve HfO_2 ikincil fazının oluştuğunu göstermiştir, yapılan SEM incelemesi XRD sonuçlarını teyit etmektedir. x = 0.01 ve x = 0.025 için EDS analizi yapılmıştır (Şekil 5.10 c, d). Tane boyutu açısından değerlendirildiğinde Hf katkı oranının artması belirgin bir tane büyüklüğü değişimine neden olmamıştır.



Şekil 5.10 : 1200°C'de 4 saat boyunca sinterlenen Hf katkılı $Ni_{1-x}Hf_xFe_2O_4$ 'ün SEM görüntüleri a) $x=0.01 \times 2.000$, b) $x=0.025 \times 2.000$, c) Hf katkılı $Ni_{1-x}Hf_xFe_2O_4$ için EDS analizi , $x=0.01 \times 2.000$, d) $x=0.025 \times 2.000$, $x=0.025$ için ikincil fazlar (Fe_2O_3 ve HfO_2).

5.2.5 Ta katkılı nikel ferritin SEM analizi

$Ni_{1-x}Ta_xFe_2O_4$ kompozisyonunda $x=0.01$ ve $x=0.015$ katkı oranlarında Ta katkılı nikel ferritlerin iç yapıları SEM ile incelenmiştir. 1200 °C'de 4 saat sinterlenen Ta katkılı nikel ferritlerin SEM incelemesi katkı oranı $x=0.01$ olduğunda, XRD analizinde gözlemlendiği gibi tek fazlı bir nikel ferrit yapısını göstermiştir (Şekil 5.11 a), ancak x değeri 0.015 olduğunda ikincil fazın olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 5.11 b). $x=0.01$ ve $x=0.015$ için yapılan EDS analizleri nikel ferrit teorik kompozisyonu ile benzer sonuçlar vermiştir (Şekil 5.11 c,d).

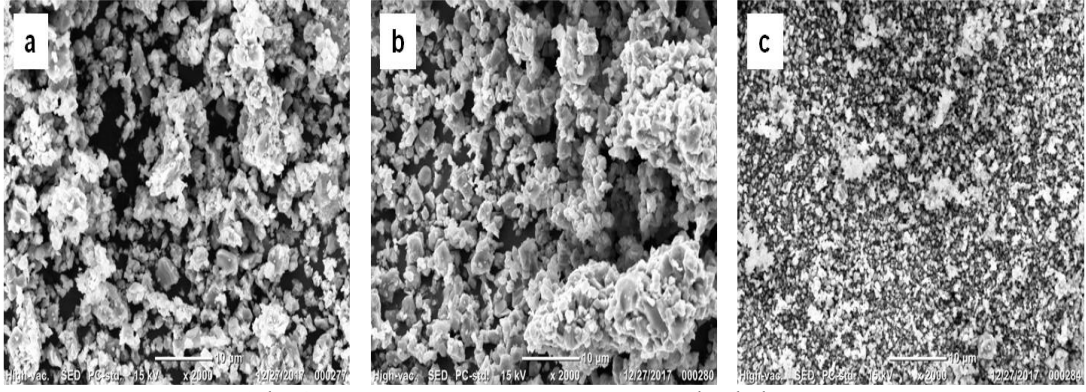


Şekil 5.11 : 1200°C'de 4 saat boyunca sinterlenen Ta katkılı $Ni_{1-x}Ta_xFe_2O_4$ 'ün SEM görüntüleri a) $x=0.01 \times 2.000$, b) $x=0.015 \times 2.000$, c) Ta katkılı $Ni_{1-x}Ta_xFe_2O_4$ için EDS analizi, $x=0.01 \times 2.000$, d) $x=0.015 \times 2.000$, $x=0.015$ için ikincil faz ($FeNiTa_4O_{12}$).

İkincil fazın içeriği Ta içeriğindeki artışın artmasıyla artmıştır. Tane boyutlarında belirgin bir değişim gözlenmemiştir.

5.2.6 Mo katkılı nikel ferritin SEM analizi

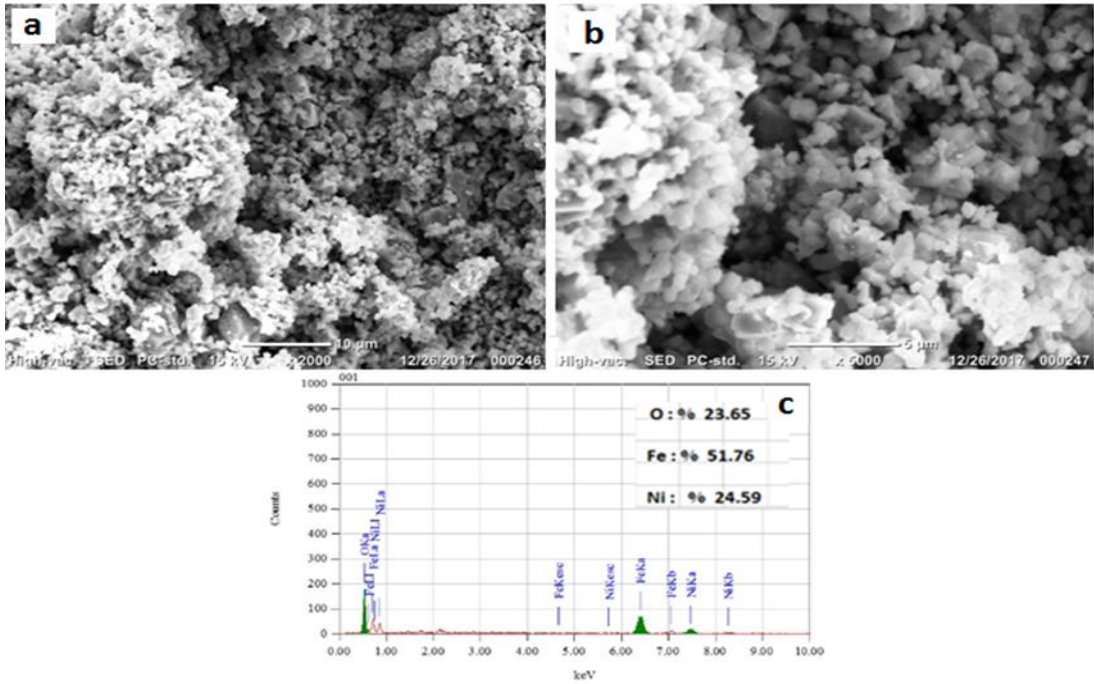
$Ni_{1-x}Mo_xFe_2O_4$ kompozisyonunda farklı oranlarda Mo katkılı nikel ferritlerin iç yapıları SEM ile incelendiğinde $x=0.01$ ve $x=0.02$ Mo katkılı 1100°C'de 4 saat sinterlenen nikel ferritlerin tek fazlı bir yapı verdiği (şekil 5.12 a,b,c) ancak katkı oranının $x=0.025$ 'e yükselmesi ile yapıda ikincil fazın ortaya çıktığı gözlenmiştir. Tane boyutlarında belirgin bir değişim gözlenmiştir, bunun nedeni artan Mo katkı oranlarında oluşan ikincil fazın tane büyümesini engellemesi olabilir.



Şekil 5.12 : 1100°C'de 4 saat boyunca sinterlenen Mo katkılı $Ni_{1-x}Mo_xFe_2O_4$ 'ün SEM görüntüleri a) $x=0.01 \times 2.000$, b) $x=0.02 \times 2.000$, c) $x=0.025 \times 2.000$ ikincil faz (Fe_2O_3).

5.2.7 Nikel ferritin SEM analizi

$NiFe_2O_4$ yüksek sıcaklıklarda sinterlendiğinde yapısı bozulmaktadır. Tek fazlı $NiFe_2O_4$ ferritleri 1200 °C'de sinterlenmiştir. 1200 °C'de sinterlenen nikel ferritin SEM incelenmesi yapının tek fazlı olduğunu göstermiştir (şekil 5.13 a,b).



Şekil 5.13 : 1200°C'de 4 saat boyunca sinterlenen $NiFe_2O_4$ 'ün SEM görüntüleri a) $x=2.000$, b) $x=5.000$, c) EDS analizi $x=5.000$ 'de.

Tek fazlı $NiFe_2O_4$ ferritleri için yapılan EDS analizleri nikel ferritin teorik kompozisyonu ile yakın sonuçlar vermiştir (Şekil 5.13 c). $NiFe_2O_4$ 'ün katkı miktarlarına göre sinterleme sıcaklıkları çizelge 5.1'de verilmiştir.

Çizelge 5.1 : NiFe₂O₄'ün katkı miktarlarına göre sinterleme sıcaklıkları.

Katkı	x	Sinterleme Sıcaklığı (°C)
V	0.1	1100
V	0.2	1100
V	0.3	1100
V	0.5	1100
Cu	0.1	1250
Cu	0.3	1250
Cu	0.5	1250
Cu	0.6	1250
Tb	0.025	1250
Tb	0.050	1250
Tb	0.070	1250
Tb	0.075	1250
Hf	0.010	1200
Hf	0.015	1200
Hf	0.020	1200
Hf	0.025	1200
Ta	0.010	1200
Ta	0.012	1200
Ta	0.015	1200
Mo	0.010	1100
Mo	0.015	1100
Mo	0.020	1100
Mo	0.025	1100

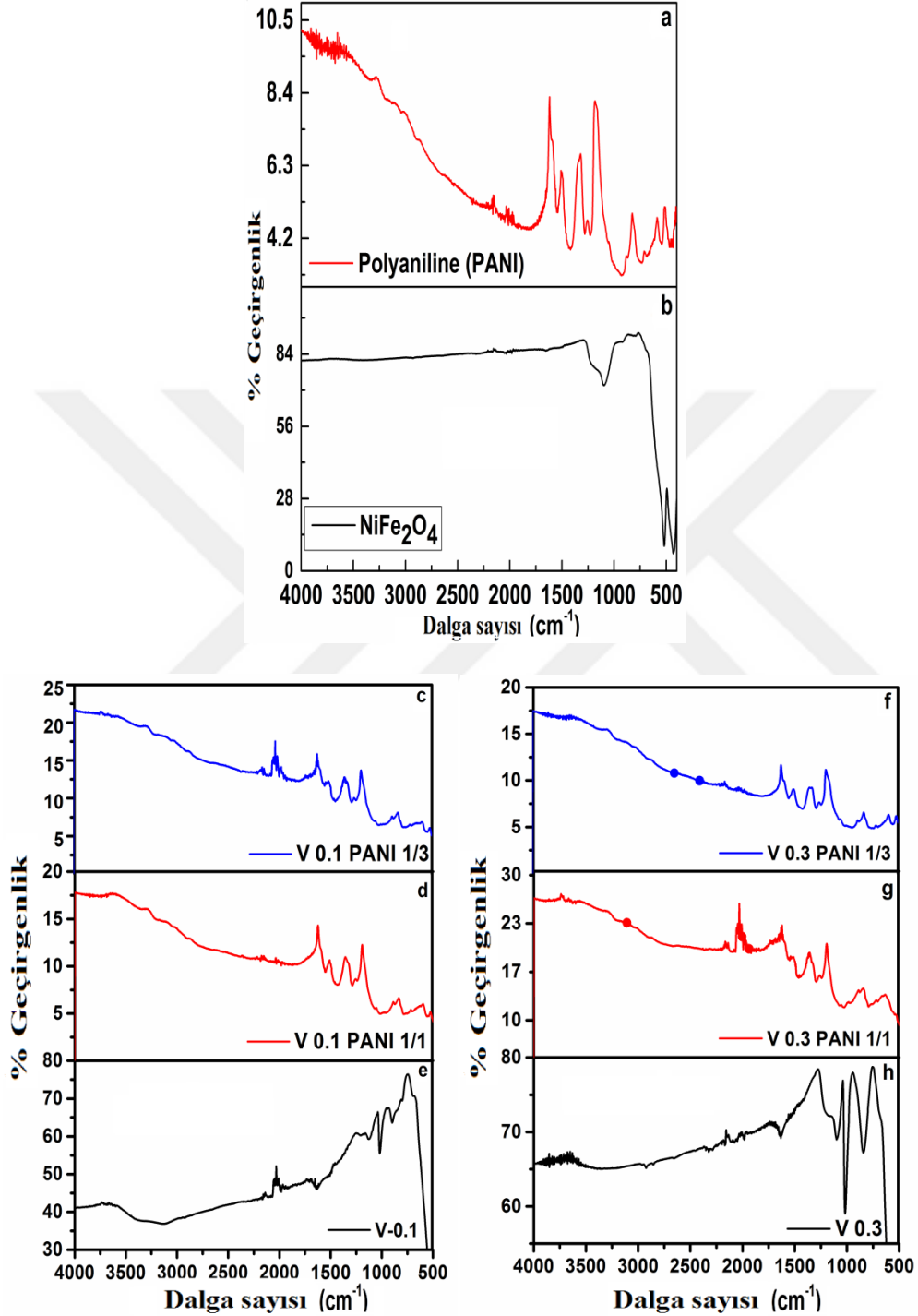
5.3 FTIR Sonuçları

5.3.1 V katkılı nikel ferritin fourier dönümlü IR (FTIR) spektroskopisi analizi

V katkılı nikel ferrit örneklerinin yapısının oluşumu 4000-500 cm⁻¹ (spektral aralığı) dalga sayısı aralığında FTIR (Fourier-dönümlü kızılötesi spektroskopisi) spektroskopisi ile karakterize edilmiştir.

Polianilin, nikel ferrit ve V katkılı NiFe_2O_4 ve Aniline /($x = 0.1, 0.3$ için V katkılı $\text{NiFe}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4=1/1, 3/1$) kompozitlerin (FTIR) analiz sonuçları şekil 5.15'te gösterilmiştir. Sentezlenen polianilin, nikel ferrit, katkılı nikel ferrit ve polianilin tabanlı katkılı nikel ferrit malzemelerin farklı karakteristik zirveleri FTIR tarafından araştırılmış ve yapıdaki kimyasal bağlanma hakkında bazı bilgiler elde edilmiştir. PANI ve farklı miktarlarda V ile hazırlanan NiFe_2O_4 , V_x , $\text{NiFe}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_4$ kompozitlerinin FTIR spektrumları numunelerin kimyasal yapısını belirlemek için yapılmıştır, şekil 5.14 aynı zamanda, serbest V'un gözlemlenen absorpsiyon bantları ile PANI/ NiFe_2O_4 /V nanokompozitlerinin gözlemlenen absorpsiyon bantları arasındaki karşılaştırmayı da göstermektedir. Ferritlerdeki metal iyonları genel olarak en yakın oksijen komşularının geometrik konfigürasyonuna göre tetrahedral ve oktahedral siteler olarak adlandırılan iki farklı alt kafes içinde yer almaktadır [59]. Şekil 5.14'te gösterildiği gibi, NiFe_2O_4 'ün karakteristik absorpsiyon zirvelerini ortaya çıkaran spektrumlar tüm örnekler için 600 cm^{-1} 'in altında gözlenmiştir ve bunlar Ni-O bağı veya Fe-O germe titreşimlerine atfedilebilmiştir. Anilinin polimerizasyonu, PANI katkılı numuneler için yaklaşık 1473 ve 1552 cm^{-1} bölgesindeki spektral zirvelerin varlığı ile doğrulanabilir, bunlar sırasıyla HCl katkılı PANI için PANI'nin kuinonoid (quinonoid) ve benzenoid birimleri için C=C ve C=N modlarına atfedilir [60]. 1236 cm^{-1} ve 1239 cm^{-1} dalga sayıları benzenoid halkanın C-N gerilmesine atanmıştır. PANI'nin karakteristik zirveleri olan 1289 cm^{-1} deki bant, PANI içeren tüm örnekler açısından benzenoid birimler için C-N gerdirme moduna atfedilir. Bu gerilme titreşimleri, sırasıyla tetrahedral ve oktahedral bölgedeki metal-oksijen germe titreşimlerine karşılık gelir [61-65]. Bununla birlikte, kompozit numunelerin FTIR spektrumları, PANI katkılı numunelerin doruklarının daha yüksek dalga sayısına (479 cm^{-1} ve 563 cm^{-1}) kaydığını göstermiştir. Bu sonuçlar, PANI zincirleri ve nikel ferrit partikülleri arasında bazı etkileşimlerin olduğunu göstermiştir [66]. Ayrıca, polianilin zincirleri ile ferrit yüzeyi üzerindeki oksijen atomları arasındaki hidrojen bağı etkileşimi, ferrit partiküllerinin PANI'nin polimer zincirine gömülmesini sağlayan kompozitler içinde meydana gelir [67]. 1289 cm^{-1} 'deki pik polimerin ana zincirindeki sekonder aminin C-N gerilmesine aittir [64] ve V 0.1 PANI 1/1 için 1239 cm^{-1} piki benzenoid halkanın C-N gerdirmesine aittir [68]. FTIR'ın fonksiyonel grup bölgesindeki bu spesifik pikler, nikel ferrit parçası ile etkileşiminden dolayı gerçek değerlerinden çok az yüksek bir frekansta gözlemlenmiştir [65]. V 0.1 ve V 0.3 için oluşan 1631 cm^{-1} piki, O-H gerilme

titreşimini veya H₂O moleküllerinin bükme modunu ifade eder. V 0.1 için 1126 cm⁻¹'deki bant, C-H modunun bükülme titreşimini belirtir [64-65]. V 0.3 PANI 1/1 için 574 cm⁻¹ piki Ni-O bağına atfedilmektedir [40].



Şekil 5.14 : PANI-NiFe₂O₄:V kompozitlerin FTIR spektrumu a) Polianilin b) NiFe₂O₄ c) V katkılı NiFe_{2-x}V_xO₄ (x=0.1): Anilin (oran 1:3) d) V katkılı NiFe_{2-x}V_xO₄ (x=0.1): Anilin (oran 1:1) e) V katkılı NiFe_{2-x}V_xO₄ (x=0.1) f) V katkılı NiFe_{2-x}V_xO₄ (x=0.3): Aniline (oran 1:3) g) V katkılı NiFe_{2-x}V_xO₄ (x=0.3): Anilin (oran 1:1) h) V katkılı NiFe_{2-x}V_xO₄ (x=0.3).

1014 cm^{-1} 'deki bant ise V = O germe titreşimi ile ilişkilidir [69]. 524 cm^{-1} 'deki bant V-O-V germe titreşimini temsil eder [70]. 840 cm^{-1} 'deki bant, V=O ve V-O-V arasındaki bağlanmış titreşime atfedilmiştir. 1100 cm^{-1} 'deki bant, V=O'yu temsil eder. 995-1050 cm^{-1} civarında olan bantlar; kısa V=O bağlarının gerilmesine atanabilir [71]. Bölgedeki 563 cm^{-1} ve 479 cm^{-1} 'deki bölge içindeki güçlü pikler simetrik V-O-V gerdirme modu ile ilişkilidir [72]. 1022 cm^{-1} 'deki bant V=O gerdirme titreşimine atanmıştır, kristalin V_2O_5 içindeki V=O 'nun IR bandı 1020-1025 cm^{-1} dalga sayısı aralığında görülmüştür [73]. Ayrıca 1558 cm^{-1} , titreşimin C = N quinonoid germe modudur [68].

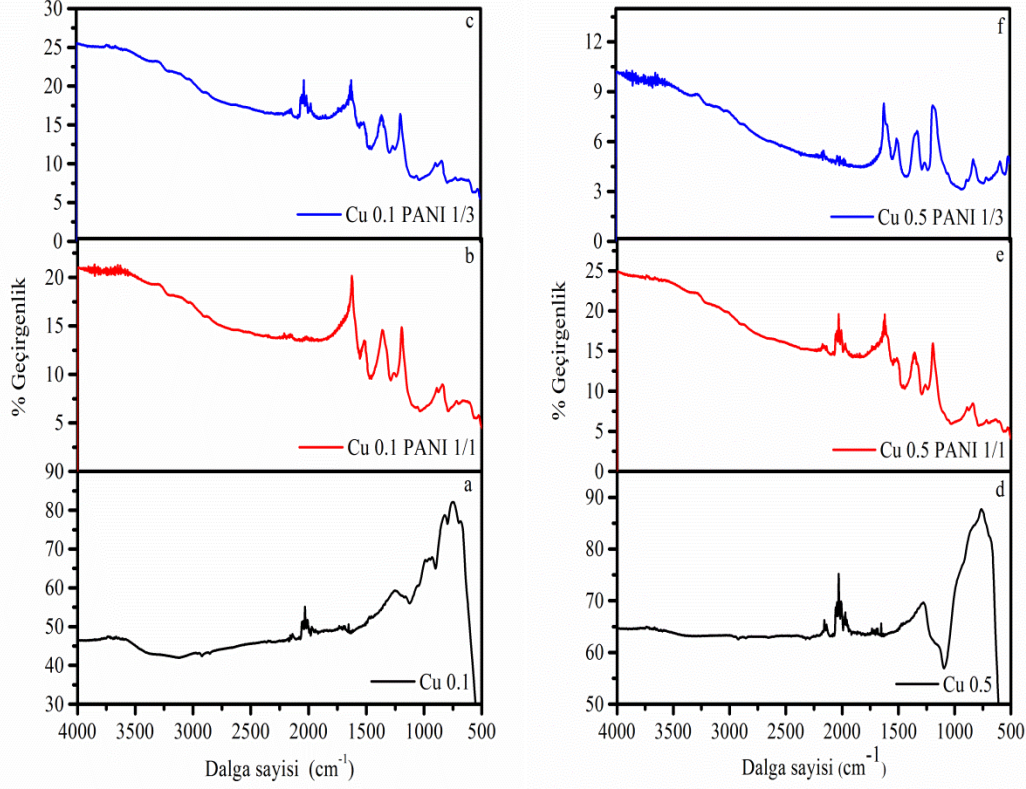
V'nin kullanılması, PANI– NiFe_2O_4 kompozitlerinde bazı bandların kaymasına neden olmaktadır. Bu farklılıklar, kompozitlerdeki PANI, NiFe_2O_4 ve kompozitler içindeki iyonik sıvı arasındaki güçlü etkileşimleri göstermektedir. PANI ve NiFe_2O_4 arasındaki etkileşimin bir N-O hidroksil bağı etkileşimi olduğu düşünülür, bu nedenle PANI ve NiFe_2O_4 'ün herbirinin ayrılması zordur. Ek olarak, PANI içermeyen numunelerdeki piklerin V-PANI içeren örneklerden daha geniş olduğu görülmektedir.

5.3.2 Cu katkıli nikel ferritin fourier dönüşümlü IR (FTIR) spektroskopisi analizi

Cu örnekleri ile katkıli nikel ferrit yapısının oluşumu da FTIR (Fourier-transform kızılötesi spektroskopisi) spektrumları ile karakterize edilmiştir. Cu katkıli NiFe_2O_4 ve Aniline/(x =0.1, 0.5 için Cu katkıli $\text{NiFe}_{2-x}\text{Cu}_x\text{O}_4=1/1, 3/1$) kompozitlerin (FTIR) sonuçlarını şekil 5.15'de gösterilmektedir. Sentezlenen numunelerin farklı karakteristik pikleri elde edilmiş, kimyasal bağları hakkında bazı bilgiler elde edilmiştir.

Numunelerin kimyasal yapısını belirlemek için farklı miktarlarda Cu ile hazırlanan $\text{NiFe}_{2-x}\text{Cu}_x\text{O}_4$ ve farklı oranlarda anilin ile hazırlanan Cu katkıli nikel ferrit kompozitlerinin FTIR spektrumları kaydedilmiştir (şekil 5.15), aynı zamanda şekil 5.15 serbest Cu'un gözlemlenen absorpsiyon bantları ve PANI/ NiFe_2O_4 /Cu kompozitlerinin gözlemlenen absorpsiyon bantları arasındaki karşılaştırmayı da göstermektedir.

Cu 0.1 PANI 1/3 için 1080 cm^{-1} piki C-H eğilme moduna aittir. 3400 cm^{-1} 'de Cu 0.1 için daha geniş bandın yoğunluğu N-H germe titreşimine atanabilir [73-74,55]. Cu 0.1 için görülen 1632 cm^{-1} piki O-H gerilme titreşimini veya H₂O moleküllerinin bükme modunu belirtir. Cu 0.1 için 1122 cm^{-1} 'deki bant, C-H modunun bükülme titreşimine atanabilir.



Şekil 5.15 : PANI-NiFe₂O₄:Cu kompozitlerin FTIR spektrumu a) Cu katkılı NiFe_{2-x}Cu_xO₄ (x=0.1) b) Cu katkılı NiFe_{2-x}Cu_xO₄ (x=0.1): Anilin (oran 1:1) c) Cu katkılı NiFe_{2-x}Cu_xO₄ (x=0.1): Anilin (oran 1:3), d) Cu katkılı NiFe_{2-x}Cu_xO₄ (x=0.5) e) Cu katkılı NiFe_{2-x}Cu_xO₄ (x=0.5): Anilin (oran 1:1) f) Cu katkılı NiFe_{2-x}Cu_xO₄ (x=0.5): Anilin (oran 1:3).

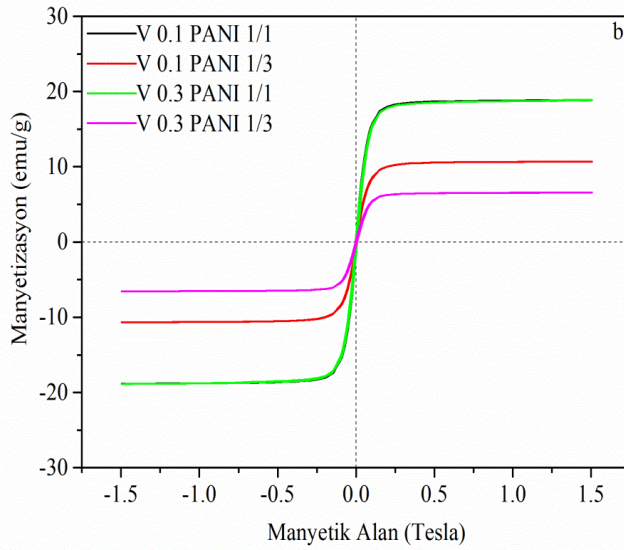
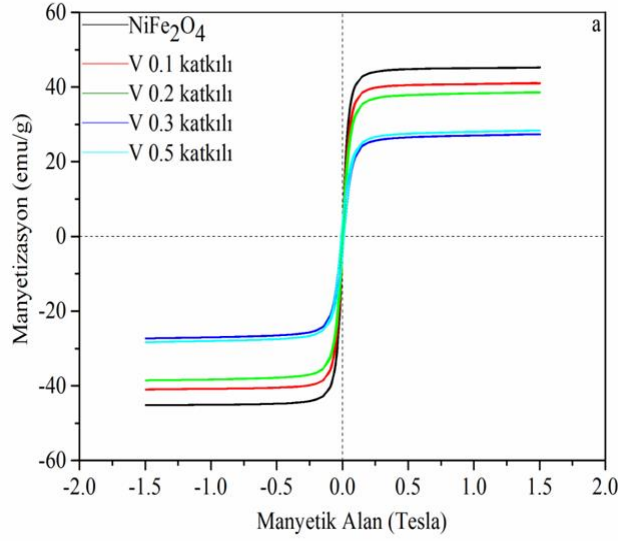
Cu 0.1 için 3145 cm^{-1} 'deki titreşim, N=C gerilme veya halka H-C-C-H asimetrik gerilmeye atfedilmektedir [74]. Cu kullanımı PANI-NiFe₂O₄ kompozitlerinde bazı grupların kaymasına yol açabilmektedir. Oluşan bu farklılıklar, kompozitlerdeki polianilin, NiFe₂O₄ ve iyonik sıvı arasındaki güçlü etkileşimi göstermektedir. V katkısında olduğu gibi PANI içermeyen numunelerdeki piklerin Cu-PANI kompozitlerinkinden daha geniş olduğu görülebilmektedir.

5.4. Manyetik Ölçüm Sonuçları

5.4.1 NiFe₂O₄:V ve PANI/NiFe₂O₄:V bileşimlerinin manyetik özellikleri

1100°C'de sinterlenen V₂O₅ katkılı NiFe₂O₄ numunelerinin manyetik ölçümleri katkıların manyetik özellikler üzerindeki etkisini araştırmak için oda sıcaklığında (25°C) gerçekleştirilmiştir. NiFe₂O₄ örneği ve V₂O₅ katkılı NiFe₂O₄'ün manyetizasyonu oda sıcaklığında manyetik alan (M-H) fonksiyonu olarak şekil 5.16 a'da verilmiştir. Yaklaşık 41.1 emu/g doygunluk manyetizasyon (Ms) içeren % 0.1 V₂O₅ (x=0.1) katkılı NiFe₂O₄ numunesi için kayda değer bir ferromanyetik davranış elde edilmiştir. Katkı elementinin konsantrasyonu x=0.2'ye yükseldikçe doygunluk manyetizasyonu neredeyse 38.7 emu/g'ye düşmüştür. Katkı elementinin konsantrasyonu x=0.3'e yükseldikçe daha fazla bir düşüş gözlenmiş Ms yaklaşık 27.4 emu/g düzeyine gelmiştir. Genel olarak katkı elementinin miktarı arttıkça doygunluk manyetizasyonu azalmıştır. Spinel ferritin manyetizasyonu Neel'in moleküler alan modeli ile açıklanabilir. Bu modele göre, A-B bölgeleri (site) arasındaki karşılıklı etkileşim A-A ve B-B etkileşimlerinden daha güçlüdür. x=0.1 için, oktahedral B bölgelerindeki Fe⁺³ iyonlarının konsantrasyonu B- bölgelerindeki V₂O₅ iyonlarının birikmesinden dolayı azalır. Dolayısıyla manyetik yapıdaki değişiklik, doygunluk manyetizasyonunda bir azalmaya neden olur, x ≥ 0.2'de manyetizasyondaki azalma, A ve B bölgelerinde manyetik olmayan V₂O₅ iyonlarının dağılımına bağlanabilir.

NiFe₂O₄ numunesine katkı elementinin konsantrasyonu x=0.5 V₂O₅ olduğunda Ms değeri hafif bir artış göstererek 28.4 emu/g olarak kaydedilmiştir. PANI konsantrasyonu 1: 1'den 1: 3'e düştüğünde, doygunluk manyetizasyonu da beklendiği gibi azalmıştır. Farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) ile 1100 ° C'de sinterlenen V₂O₅ katkılı NiFe₂O₄ örnekleri (x =0.1) için manyetik alan bağımlı manyetizasyon şekil 5.16 b'de gösterilmiştir. Her iki örnek farklı ferromanyetik davranış göstermiştir. Polianilin konsantrasyonu 1/3 olan numunenin Ms değeri, yaklaşık 10.7 emu/g değeriyle daha az bir değer gösterirken, polianilin konsantrasyonu 1/1 olan örnekte yaklaşık 18.9 emu/g olarak daha yüksek bir Ms değeri göstermiştir. Benzer şekilde, farklı polianilin konsantrasyonu (1/3 ve 1/1) ile V₂O₅ katkılı NiFe₂O₄ örnekleri (x=0.3), sırasıyla Ms=6.6 emu/g ve 18.8 emu/g değerleri ile ferromanyetik davranış göstermiştir.

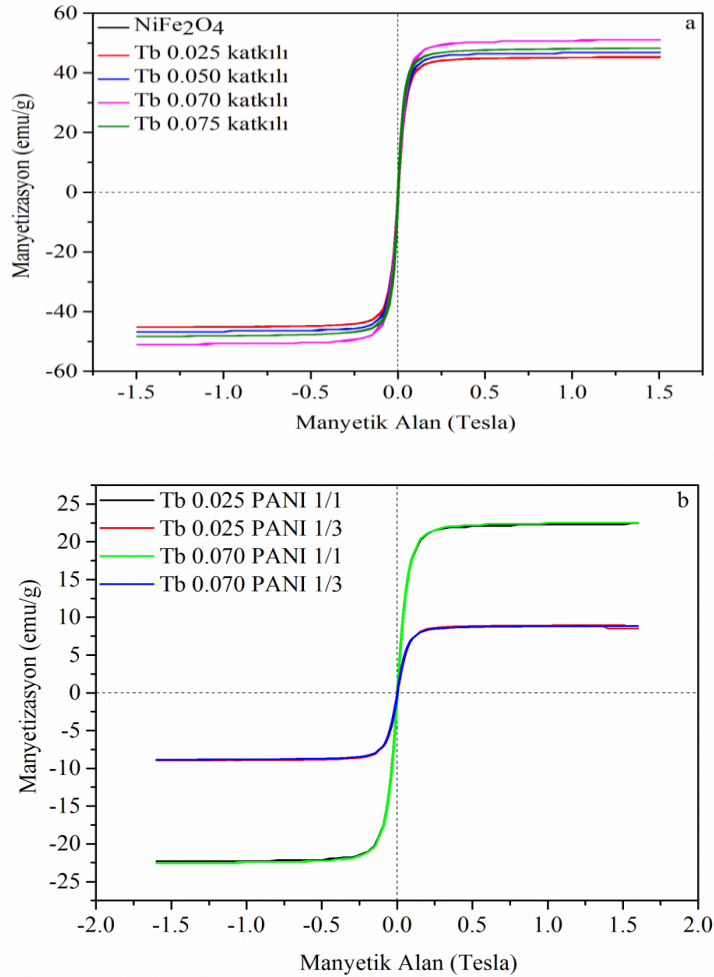


Şekil 5.16 : a) 1100°C'de 4 saat boyunca ısıl işlem görmüş V katkılı NiFe₂O₄ (x=0.1, 0.2, 0.3, 0.5) için manyetik histerisis eğrileri b) Polianilin (1/3, 1/1) kullanılan V katkılı NiFe₂O₄ (x=0.1, 0.3) kompozit için manyetik histerisis eğrileri.

5.4.2 NiFe₂O₄:Tb ve PANI/NiFe₂O₄:Tb bileşimlerinin manyetik özellikleri

1250°C'de sinterlenmiş Tb₄O₇ katkılı NiFe₂O₄ örneklerinin manyetik ölçümleri, katkıların manyetik özellikler üzerindeki etkisini araştırmak için oda sıcaklığında (25°C) gerçekleştirilmiştir. Tb₄O₇ katkılı NiFe₂O₄ örneklerinin manyetizasyonu oda sıcaklığında manyetik alan (M-H) fonksiyonu olarak şekil 5.17 a'da verilmiştir. Yaklaşık 45.4 emu/g doygunluk manyetizasyonuna (M_s) sahip olan % 0.025 Tb₄O₇ (x=0.025) katkılı Ni_{1-x}Tb_xFe₂O₄ numunesi için dikkate değer bir ferromanyetik davranış elde edilmiştir.

Katkı elementi Tb konsantrasyonu $x=0.05$ 'e yükseldiğinde, doygunluk manyetizasyonu neredeyse 46.8 emu/g'ye yükselmiştir. Tb elementinin konsantrasyonu $x=0.07$ 'ye yükseldiğinde ise M_s değeri hemen hemen 51.1 emu/g'ye kadar artış göstermiştir. Böylece, Tb elementinin katkı miktarının artmasıyla, doygunluk manyetizasyonunun da arttığı sonucuna varılmaktadır. $x=0.025$ için, oktahedral B bölgelerindeki Ni^{+2} iyonlarının konsantrasyonu, B-bölgelerinde Tb_4O_7 iyonlarının işgaline bağlı olarak azalır. Dolayısıyla manyetik yapıdaki değişiklik, doygunluk manyetizasyonunda bir artışa neden olur. $x \geq 0.05$ 'de manyetizasyondaki artış, A ve B bölgelerinde manyetik olmayan Tb_4O_7 iyonlarının dağılımına bağlanabilir. $Ni_{1-x}Tb_xFe_2O_4$ numunesine $x=0.075$ Tb_4O_7 ilave yapıldığında, M_s değeri 48.3 emu/g 'ye kadar hafif bir düşüş göstermiştir.



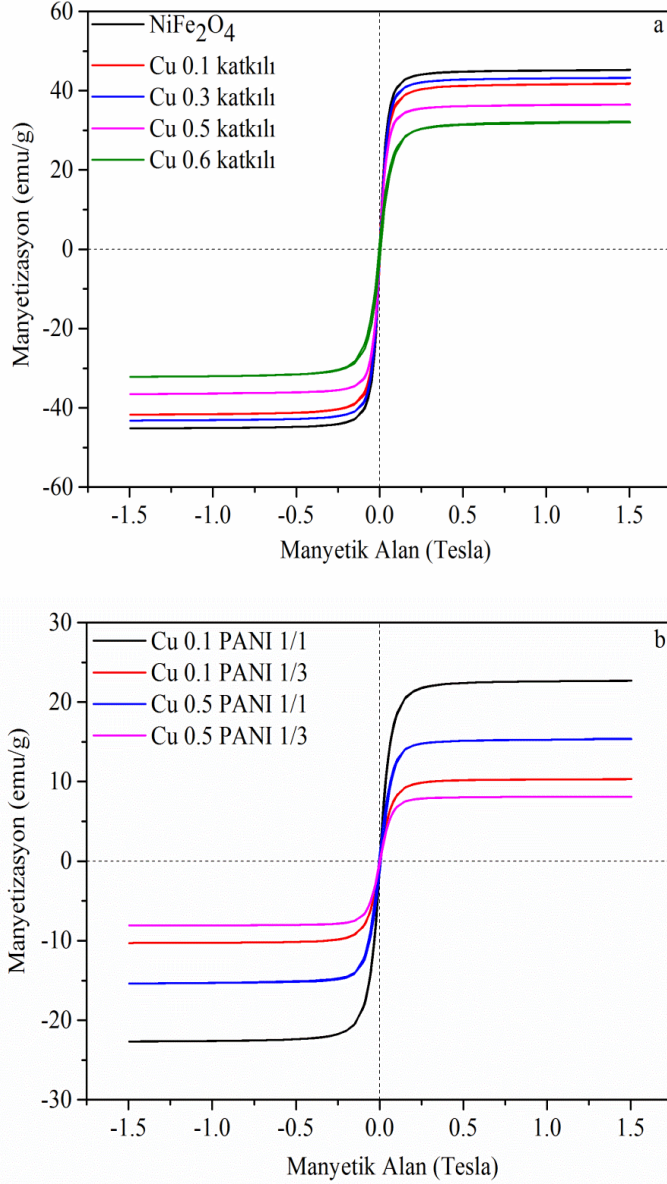
Şekil 5.17 : a) $1250^{\circ}C$ 'de 4 saat ısıl işlem görmüş Tb katkılı $NiFe_2O_4$ ($x=0.025, 0.050, 0.070, 0.075$) için manyetik histeresis eğrileri b) Polianilin (1/3, 1/1) kullanılan Tb katkılı $NiFe_2O_4$ ($x=0.025, 0.070$) kompozit için manyetizasyon eğrileri.

PANI konsantrasyonu 1:1'den 1:3'e düştüğünde, beklenildiği üzere doygunluk manyetizasyonunda azalma görülmüştür. Farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) ile 1250°'de sinterlenen Tb₄O₇ katkılı Ni_{1-x}Tb_xFe₂O₄ numuneleri (x=0.025) için manyetik alan bağımlı manyetizasyon şekil 5.17 b'de gösterilmiştir. Her iki örnek farklı ferromanyetik davranış göstermiştir. 1/3'lük bir PANI konsantrasyonuna sahip numune için Ms değeri, yaklaşık 8.96 emu/g değerindeyken, 1/1'lik bir PANI konsantrasyonuna sahip numune 22.5 emu/g'lık daha yüksek bir Ms değeri göstermiştir. Benzer şekilde, farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) ile Tb₄O₇ katkılı Ni_{1-x}Tb_xFe₂O₄ örnekleri (x=0.070), sırasıyla Ms=8.85 emu/g ve 22.5 emu/g değerleri ile ferromanyetik davranış göstermiştir.

5.4.3 NiFe₂O₄:Cu ve PANI/NiFe₂O₄:Cu bileşimlerinin manyetik özellikleri

1250°C'de sinterlenen CuO katkılı NiFe₂O₄ örnek tozların manyetik ölçümleri, oda sıcaklığında (25°C) katkıların manyetik özellikler üzerindeki etkisini araştırmak için gerçekleştirilmiştir. CuO katkılı NiFe₂O₄ numunelerinin manyetizasyonu oda sıcaklığında manyetik alan (M-H) fonksiyonu olarak Şekil 5.18 a'da verilmiştir. Yaklaşık 41.8 emu/g doygunluk manyetizasyonuna (Ms) sahip olan % 0.1 CuO (x=0.1) katkılı NiFe_{2-x}Cu_xO₄ numunesi için ideal ferromanyetik davranış elde edilmiştir. Cu katkı elementinin konsantrasyonu x=0.3'e yükseldiğinde, doygunluk manyetizasyonu neredeyse 43.2 emu/g değerine gelerek az yükseliş göstermiştir. Cu elementinin konsantrasyonu x=0.5'e çıktığında ise Ms değeri 36.5 emu/g'ye düşmüştür. Cu elementinin katkı miktarının artışı ile, doygunluk manyetizasyonunun da arttığı x=0.5 itibari ile geri düşüş gösterdiği anlaşılmaktadır. x=0.1 için, oktahedral B bölgelerindeki Fe⁺³ iyonlarının konsantrasyonu B-bölgelerindeki CuO iyonlarının birikmesi nedeniyle azalır. Bu nedenle manyetik yapıdaki değişiklik, doygunluk manyetizasyonunda bir azalmaya neden olur, x ≥ 0.5'de manyetizasyondaki azalma, A ve B bölgelerinde manyetik olmayan CuO iyonlarının dağılımına bağlanabilir. NiFe_{2-x}Cu_xO₄ bileşiğine x=0.6 CuO ilave edildiğinde, Ms değeri 32 emu/g 'ye kadar gerilemiştir. PANI konsantrasyonu 1:1'den 1:3'e düştüğünde, Manyetik tozlardaki oran azalması nedeniyle doygunluk manyetizasyonunda düşüş görülmüştür. Farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) kullanılarak 1250°'de sinterlenen CuO katkılı NiFe_{2-x}Cu_xO₄ numuneleri (x=0.1) için manyetik alan bağımlı manyetizasyon şekil 5.18 b'de gösterilmiştir.

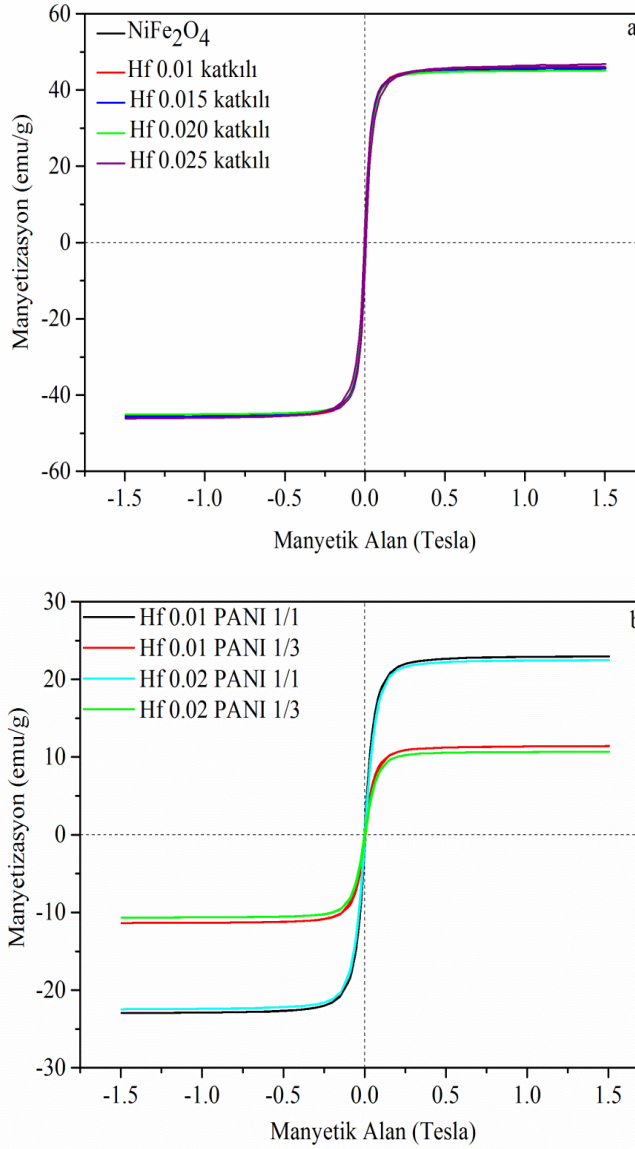
Örnekler farklı ferromanyetik davranış vermiştir. 1/3'lük bir PANI konsantrasyonuna sahip numune için M_s değeri, yaklaşık 10.3 emu/g değerini verirken, 1/1'lik bir PANI konsantrasyonuna sahip numune 22.7 emu/g'lık daha ileri yüksek bir M_s değeri göstermiştir. Benzer şekilde, farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) ile CuO katkılı $NiFe_{2-x}Cu_xO_4$ örnekleri ($x=0.5$), sırasıyla $M_s=8.12$ emu/g ve daha yüksek 15.4 emu/g değerleri ile ferromanyetik davranış göstermiştir.



Şekil 5.18 : a) 1250°C'de 4 saat ısıl işlem görmüş Cu katkılı $NiFe_2O_4$ ($x=0.1, 0.3, 0.5, 0.6$) için manyetik histeresis eğrileri b) Polianilin (1/3, 1/1) kullanılan Cu katkılı $NiFe_2O_4$ ($x=0.1, 0.5$) kompozit için manyetizasyon eğrileri.

5.4.4 NiFe₂O₄:Hf ve PANI/NiFe₂O₄:Hf bileşimlerinin manyetik özellikleri

1200°C'de sinterlenmiş HfO₂ katkılı NiFe₂O₄ örneklerinin manyetik ölçümleri oda sıcaklığında (25°C) katkıların manyetik özellikler üzerindeki etkisini incelemek için gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.19 : a) 1200°C'de 4 saat ısıtılmış Hf katkılı NiFe₂O₄ (x=0.01, 0.015, 0.02, 0.025) için manyetik histeresis eğrileri b) Polianilin (1/3, 1/1) kullanılan Hf katkılı NiFe₂O₄ (x=0.01, 0.02) kompozit için manyetizasyon eğrileri.

HfO₂ katkılı NiFe₂O₄ örneklerinin manyetizasyonu manyetik alan (M-H) fonksiyonu olarak şekil 5.19 a'da verilmiştir. Yaklaşık 46 emu/g doygunluk manyetizasyonu (M_s) değeri ölçülen % 0.01 HfO₂ (x=0.01) katkılı Ni_{1-x}Hf_xFe₂O₄ numunesi için farkedilir bir ferromanyetik davranış elde edilmiştir.

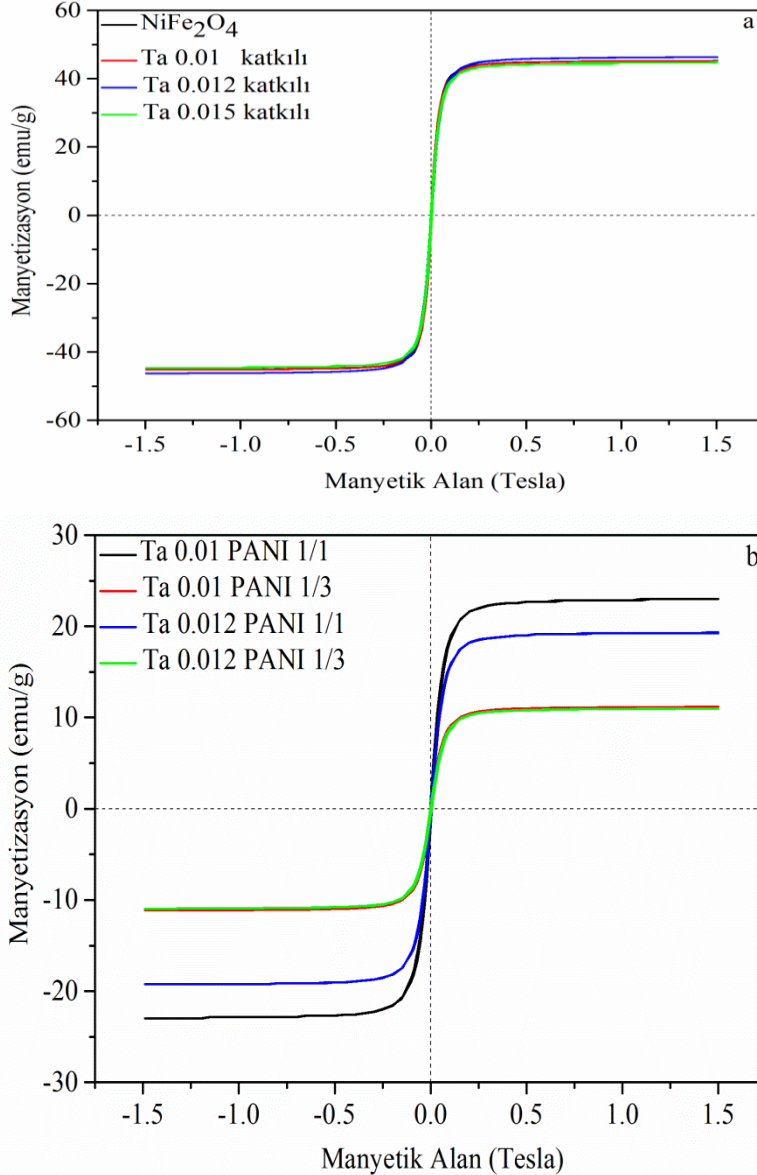
Katkı elementi Hf konsantrasyonu $x=0.015$ 'e yükseldiğinde, doygunluk manyetizasyonu değeri 45.7 emu/g'a düşmüştür. Hf elementinin konsantrasyonu $x=0.02$ olduğunda ölçülen M_s değeri hemen hemen 45.2 emu/g 'a kadar gerilemiştir. Böylece, Hf elementinin katkı miktarının artmasıyla, doygunluk manyetizasyonunun da azaldığı sonucuna varılmaktadır. $x=0.01$ için, oktahedral B bölgelerindeki Ni^{+2} iyonlarının konsantrasyonu, B-bölgelerinde HfO_2 iyonlarının işgaline bağlı olarak düşer. Bu nedenle manyetik yapıdaki değişiklik, doygunluk manyetizasyonunda bir azalmaya neden olur. $x \geq 0.015$ 'de manyetizasyondaki düşüş, A ve B bölgelerinde manyetik olmayan HfO_2 iyonlarının dağılımına bağlanabilir. $Ni_{1-x}Hf_xFe_2O_4$ numunesine $x=0.025$ HfO_2 ilave yapıldığında, M_s değeri 46.8 emu/g olarak ölçülerek hafif bir artış göstermiştir.

PANI konsantrasyonu 1:1'den 1:3'e düştüğünde, manyetik katkılı toz miktarında azaldığından umulduğu gibi doygunluk manyetizasyonunda düşüş görülmüştür. Farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) ile 1200° 'de sinterlenen HfO_2 katkılı $Ni_{1-x}Hf_xFe_2O_4$ numuneleri ($x=0.01$) için manyetik alan bağımlı manyetizasyon şekil 5.19 b'de gösterilmiştir. Pani konsantrasyonlu örnekler farklı ferromanyetik davranış göstermiştir. $x=0.01$ için 1/3'lük bir PANI konsantrasyonuna sahip numune için M_s değeri, yaklaşık 11.4 emu/g değerindeyken, 1/1'lik bir PANI konsantrasyonuna sahip numune 23 emu/g'lık daha yüksek bir M_s değeri göstermiştir. Benzer şekilde, farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) ile HfO_2 katkılı $Ni_{1-x}Hf_xFe_2O_4$ örnekleri ($x=0.02$), sırasıyla $M_s=10.7$ emu/g ve 22.5 emu/g değerleri ile ferromanyetik davranış göstermiştir.

5.4.5 $NiFe_2O_4$:Ta ve PANI/ $NiFe_2O_4$:Ta bileşimlerinin manyetik özellikleri

$1200^\circ C$ 'de sinterlenen Ta_2O_5 katkılı $NiFe_2O_4$ örneklerinin manyetik ölçümleri katkıların manyetik özellikler üzerindeki etkisini incelemek için oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Ta_2O_5 katkılı $NiFe_2O_4$ örneklerinin manyetizasyonu manyetik alan (M-H) fonksiyonu olarak şekil 5.20 a'da gösterilmiştir. % 0.01 Ta_2O_5 ($x=0.01$) katkılı $Ni_{1-x}Ta_xFe_2O_4$ numunesi için 45.3 emu/g doygunluk manyetizasyonu (M_s) değeri ölçülerek dikkate değer bir ferromanyetik davranış elde edilmiştir. Katkı elementi Ta konsantrasyonu $x=0.012$ 'ye yükseldiğinde, doygunluk manyetizasyonu değeri 46.3 emu/g'a çıkmıştır. Böylece, Ta elementinin katkı miktarının artmasıyla, doygunluk manyetizasyonunun da yükseldiği sonucuna varılmaktadır.

$x=0.01$ için, oktahedral B bölgelerindeki Ni^{+2} iyonlarının konsantrasyonu, B bölgelerinde Ta_2O_5 iyonlarının yer kaplamasına bağlı olarak azalır. Bu nedenle manyetik yapıdaki değişiklik, doyumluk manyetizasyonunda bir artışa neden olur. $x \geq 0.012$ 'de manyetizasyondaki yükseliş, A ve B bölgelerinde manyetik olmayan Ta_2O_5 iyonlarının dağılımına bağlanabilir. $Ni_{1-x}Ta_xFe_2O_4$ numunesine $x=0.015$ Ta_2O_5 ilave yapıldığında, M_s değeri 45 emu/g olarak ölçülmüş ve bir düşüş göstermiştir.



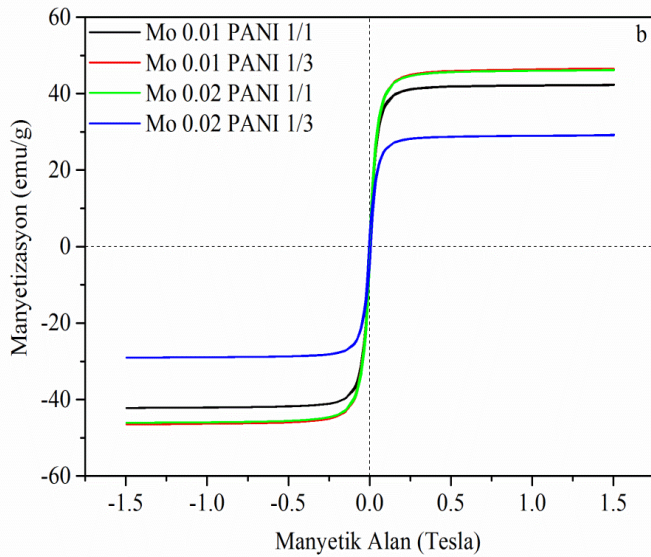
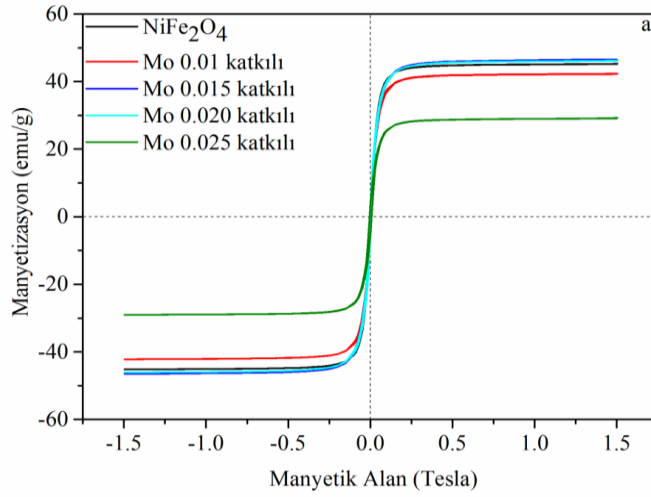
Şekil 5.20 : a) $1200^{\circ}C$ 'de 4 saat ısıtılmış Ta katkılı $NiFe_2O_4$ ($x=0.01, 0.012, 0.015$) için manyetik histeresis eğrileri b) Polianilin (1/3, 1/1) kullanılan Ta katkılı $NiFe_2O_4$ ($x=0.01, 0.012$) kompozit için manyetizasyon eğrileri.

PANI konsantrasyonu 1:1'den 1:3'e düştüğünde, beklenildiği gibi doygunluk manyetizasyonunda bir düşüş görülmüştür. Farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) ile 1200°de sinterlenen Ta₂O₅ katkılı Ni_{1-x}Ta_xFe₂O₄ numuneleri (x=0.01) için manyetik alan bağımlı manyetizasyon şekil 5.20 b'de gösterilmiştir. Pani konsantrasyonlu örnekler farklı ferromanyetik davranış sergilemiştir. x=0.01 için 1/3'lük bir PANI konsantrasyonuna sahip numune için Ms değeri, yaklaşık 11.2 emu/g olarak ölçülürken, 1/1'lik bir PANI konsantrasyonuna sahip numune 23 emu/g ölçülmüş daha yüksek bir Ms değeri göstermiştir. Benzer şekilde, farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) ile Ta₂O₅ katkılı Ni_{1-x}Ta_xFe₂O₄ örnekleri (x=0.012), sırasıyla Ms=11 emu/g ve 19.2 emu/g değerleri ile ferromanyetik davranış göstermiştir.

5.4.6 NiFe₂O₄:Mo ve PANI/NiFe₂O₄:Mo bileşimlerinin manyetik özellikleri

MoO₃ katkılı NiFe₂O₄ örnekleri 1100°C'de sinterlenmiş ve manyetik ölçümleri, oda sıcaklığında (25°C) katkıların manyetik özellikler üzerindeki etkisini belirlemek için gerçekleştirilmiştir. MoO₃ katkılı NiFe₂O₄ örneklerinin manyetizasyonu manyetik alan (M-H) fonksiyonu olarak şekil 5.21 a'da verilmiştir. 42.4 emu/g doygunluk manyetizasyonu (Ms) değeri ölçülen % 0.01 MoO₃ (x=0.01) katkılı Ni_{1-x}Mo_xFe₂O₄ numunesi için ferromanyetik davranış elde edilmiştir. Katkı elementi olan Mo konsantrasyonu x=0.015'e yükseldiğinde, doygunluk manyetizasyonu değeri 46.3 emu/g'a çıkmıştır. Mo elementinin konsantrasyonu x=0.02 olduğunda ölçülen Ms değeri çok az bir farkla 46.2 emu/g 'a düşmüştür. Mo elementinin katkı miktarının artmasıyla, doygunluk manyetizasyonunun da arttığı sonucuna varılabilmektedir. x ≥ 0.02'de manyetizasyondaki düşüş, A ve B bölgelerinde manyetik olmayan MoO₃ iyonlarının dağılımına bağlanabilir. Ni_{1-x}Mo_xFe₂O₄ numunesine x=0.025 MoO₃ ilave yapıldığında, faz bozulmasına da bağlı olarak Ms değeri 29.3 emu/g değer göstererek bir düşüş göstermiştir. PANI konsantrasyonu 1:1'den 1:3'e düştüğünde, doygunluk manyetizasyonunda dikkate değer bir düşüş görülmüştür. Farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) ile 1100°de sinterlenen MoO₃ katkılı Ni_{1-x}Mo_xFe₂O₄ numuneleri (x=0.01) için manyetik alan bağımlı manyetizasyon şekil 5.21 b'de gösterilmiştir.

Pani kontrasyonlu örnekler farklı ferromanyetik davranış göstermiştir. $x=0.01$ için 1/3'lük bir PANI konsantrasyonuna sahip numune için M_s değeri, yaklaşık 8.76 emu/g değerindeyken, 1/1'lik bir PANI konsantrasyonuna sahip numune 20.7 emu/g'lık daha yüksek bir M_s değeri göstermiştir. Benzer şekilde, farklı PANI konsantrasyonları (1/3 ve 1/1) ile MoO_3 katkılı $Ni_{1-x}Mo_xFe_2O_4$ örnekleri ($x=0.02$), sırasıyla $M_s=11.7$ emu/g ve 21.7 emu/g değerleri ile farklı ferromanyetik davranış göstermiştir. Ayrıca çizelge 5.2 'de tüm manyetik doyum değerleri verilmiştir.



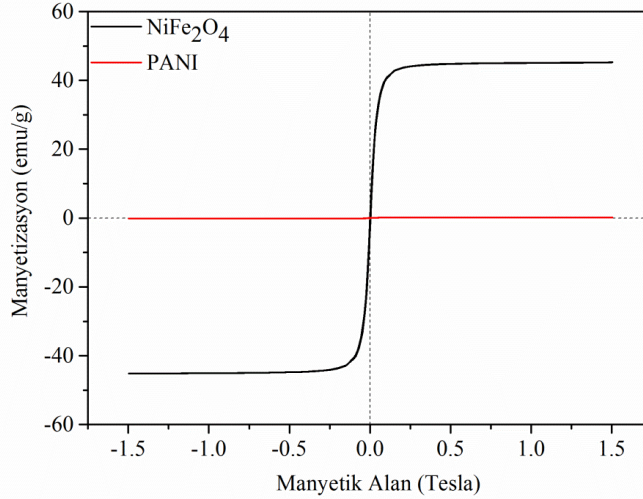
Şekil 5.21 : a) 1100°C'de 4 saat ısıtılma görmüş Mo katkılı $NiFe_2O_4$ ($x=0.01$, 0.015, 0.020, 0.025) için manyetik histeresis eğrileri b) Polianilin (1/3, 1/1) kullanılan Mo katkılı $NiFe_2O_4$ ($x=0.01$, 0.020) kompozit için manyetizasyon eğrileri.

Çizelge 5.2 : Katkılı nikel ferritlerin ve panili kompozitlerinin 1.5 T ‘ya çıkabilen sistemde manyetik doyum değerleri.

Numune	Manyetik doyum (emu/g) 1.5 T	Numune	Manyetik doyum (emu/g) 1.5 T
V 0.1 katkılı	41.1	V 0.1 PANI 1/1	18.9
V 0.2 katkılı	38.7	V 0.1 PANI 1/3	10.7
V 0.3 katkılı	27.4	V 0.3 PANI 1/1	18.8
V 0.5 katkılı	28.4	V 0.3 PANI 1/3	6.6
Cu 0.1 katkılı	41.8	Cu 0.1 PANI 1/1	22.7
Cu 0.3 katkılı	43.2	Cu 0.1 PANI 1/3	10.3
Cu 0.5 katkılı	36.5	Cu 0.5 PANI 1/1	15.4
Cu 0.6 katkılı	32	Cu 0.5 PANI 1/3	8.12
Tb 0.025 katkılı	45.4	Tb 0.025 PANI 1/1	22.5
Tb 0.05 katkılı	46.8	Tb 0.025 PANI 1/3	8.96
Tb 0.07 katkılı	51.1	Tb 0.070 PANI 1/1	22.5
Tb 0.075 katkılı	48.3	Tb 0.070 PANI 1/3	8.85
Ta 0.01 katkılı	45.3	Ta 0.01 PANI 1/1	23
Ta 0.012 katkılı	46.3	Ta 0.01 PANI 1/3	11.2
Ta 0.015 katkılı	45	Ta 0.012 PANI 1/1	19.2
-	-	Ta 0.012 PANI 1/3	11
Hf 0.01 katkılı	46	Hf 0.01 PANI 1/1	23
Hf 0.015 katkılı	45.7	Hf 0.01 PANI 1/3	11.4
Hf 0.02 katkılı	45.2	Hf 0.02 PANI 1/1	22.5
Hf 0.025 katkılı	46.8	Hf 0.02 PANI 1/3	10.7
Mo 0.01 katkılı	42.4	Mo 0.01 PANI 1/1	20.7
Mo 0.015 katkılı	46.3	Mo 0.01 PANI 1/3	8.76
Mo 0.02 katkılı	46.2	Mo 0.02 PANI 1/1	21.7
Mo 0.025 katkılı	29.3	Mo 0.02 PANI 1/3	11.7
PANI	0.018	-	-
NiFe ₂ O ₄	45.3	-	-

5.4.7 NiFe₂O₄ ve PANI'nin manyetik özellikleri

NiO+Fe₂O₃ bileşiminden oksitlerin karışımı yöntemiyle elde edilen 1200°C'de sinterlenen katkısız NiFe₂O₄ örneklerinin manyetik ölçümü oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.22 : 1200°C'de 4 saat ısıtılmış katkısız NiFe₂O₄ için manyetik histeresis eğrisi, Polianilin için manyetizasyon.

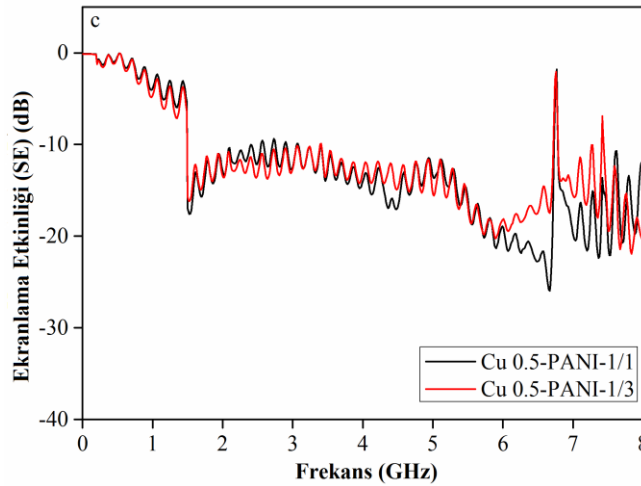
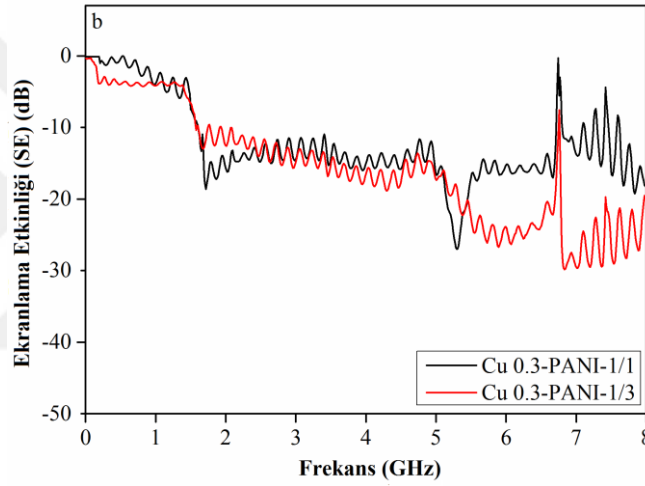
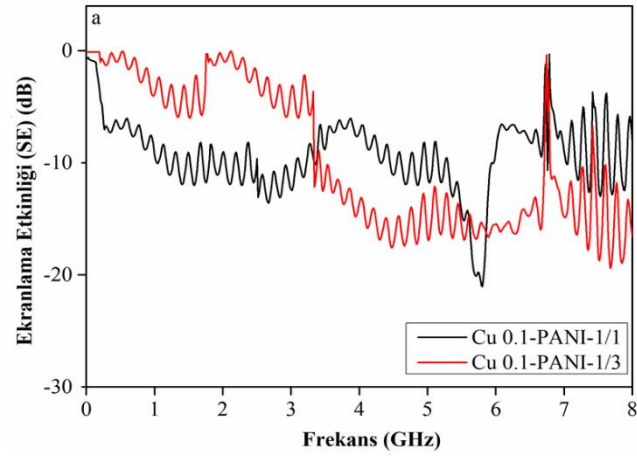
Katkısız NiFe₂O₄ örneklerinin manyetizasyonu manyetik alan (M-H) fonksiyonu olarak şekil 5.22 'de gösterilmiştir. Katkısız NiFe₂O₄ numunesinin doygunluk manyetizasyonu 45.3 emu/g (M_s) değeri ölçülerek ferromanyetik davranış elde edilmiştir. PANI örneği için beklenildiği gibi manyetik özellik göstermediğinden doygunluk manyetizasyonu 0 değeri ölçülmüştür.

5.5 Ekranlama Etkinliği (SE) Ölçümleri

5.5.1 Cu katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü

Epoksi-Polianilin/NiFe₂O₄:Cu kompozitlerinin ekranlama etkinliği (SE) değerinin 0-8 GHz aralığındaki frekans bağımlılığı şekil 5.23'te gösterilmiştir. Polianilin-NiFe₂O₄:Cu kompozitleri arasında, epoksi-Cu katkılı NiFe₂O₄/aniline:1/1'in, epoksi-Cu katkılı NiFe₂O₄/aniline:1/3'ten mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri açısından daha belirgin bir etkiye sahip olduğu görülmektedir. Epoksi-PANI/Cu katkılı Ni ferrit bileşimleri (NiFe_{1.9}Cu_{0.1}O_{3.95}/Aniline:1/1) 5.8 GHz bandında -21 dB'lik değer gösterirken oran değiştiğinde yani epoksi-PANI/Cu katkılı Ni ferrit bileşimleri (NiFe_{1.9}Cu_{0.1}O_{3.95}/Aniline:1/3) 7.6 GHz frekansında -19.4 dB değerine

düşmüştür (Şekil 5.23 a), ayrıca 3.36 GHz ve 6.70 GHz frekans aralığı bölgesinde -10 dB'in altında değer vermiştir.



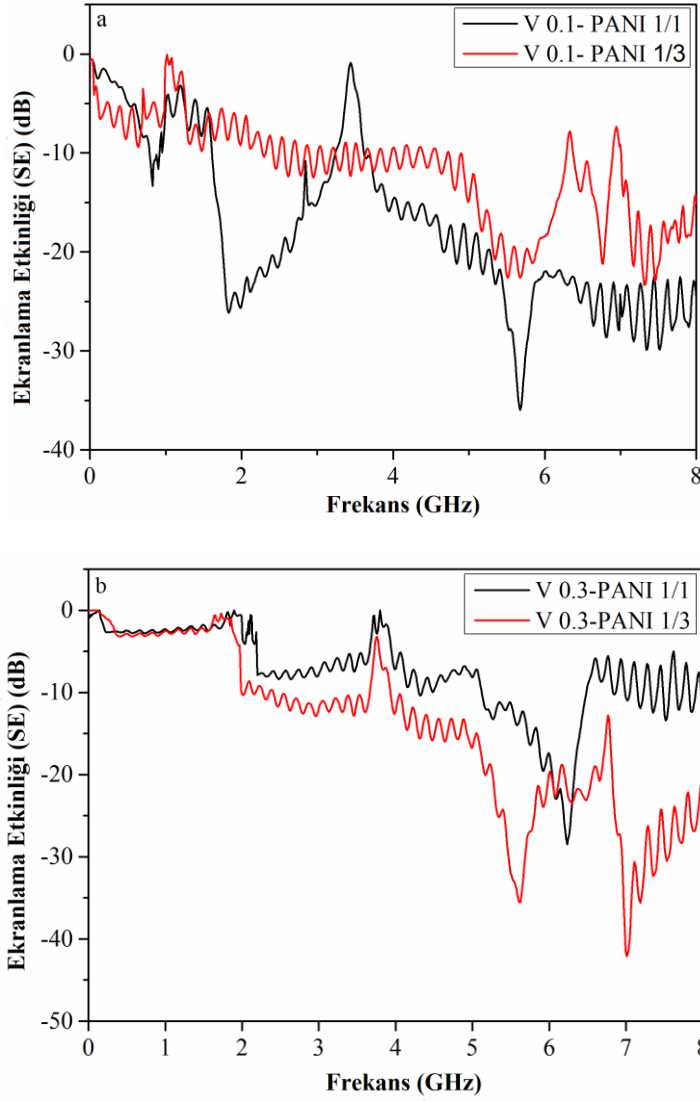
Şekil 5.23 : Epoksi-Polianilin-NiFe₂O₄:Cu kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği (SE) özellikleri a) x=0.1, Cu katkılı Nikel ferrit (NiFe_{1.9}Cu_{0.1}O_{3.95})/Anilin: 1/1, 1/3 b) x=0.3, Cu katkılı Nikel ferrit (NiFe_{1.7}Cu_{0.3}O_{3.85})/Anilin : 1/1, 1/3 c) x=0.5, Cu katkılı Nikel ferrit (NiFe_{1.5}Cu_{0.5}O_{3.75})/Anilin : 1/1, 1/3.

Diğer taraftan, epoksi-PANI/Cu katkılı Ni ferrit bileşimleri ($\text{NiFe}_{1.7}\text{Cu}_{0.3}\text{O}_{3.85}/\text{Aniline}:1/3$) en yüksek maksimum değer olan - 29 dB'e 6.82 GHz frekansında ulaşırken oran değiştiğinde epoksi-PANI/Cu katkılı Ni ferrit bileşiminde ($\text{NiFe}_{1.7}\text{Cu}_{0.3}\text{O}_{3.85}/\text{Aniline}:1/1$) 5.2 GHz'de -26.9 dB değerine düşmüştür (Şekil 5.23 b), ayrıca bu iki bileşim için 2.12 GHz ile 6.68 GHz arasındaki frekans bant aralığında -10 dB'in altında değer sağlanmıştır. Katkı oranı en yüksek değere geldiğinde Epoksi-Pani/Cu katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{NiFe}_{1.5}\text{Cu}_{0.5}\text{O}_{3.75}/\text{Aniline}:1/1$) 6.6 GHz frekansında -26.02 dB'lik bir değer elde edilmiştir, katkılı ferrit oranı değiştiğinde ise ($\text{NiFe}_{1.5}\text{Cu}_{0.5}\text{O}_{3.75} /\text{Aniline}:1/3$) 7.8 GHz'de -21.9 dB'ye ulaşılmıştır, bu iki bileşim için 3.44 GHz ile 6.68 GHz arasındaki geniş frekans aralığında -10 dB'in altı görülmüştür (Şekil 5.23 c). Cu katkılı Ni ferrit epoksi kompozitleri arasından en iyi ekranlama etkinliği yada araya girme kaybı performansı $\text{NiFe}_{1.7}\text{Cu}_{0.3}\text{O}_{3.85}/\text{Aniline}:1/3$ bileşimi ile elde edilmiştir (Şekil 5.23 b), bu kompozit geniş frekans aralığı olarak 6.78 GHz frekansı ile 8 GHz frekans bant aralığında -20 dB'in altında ekranlama etkinliği (shielding effect) özelliği göstermiştir.

5.5.2 V Katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü

0-8 GHz frekans aralığında Epoksi-Pani/ $\text{NiFe}_2\text{O}_4:\text{V}$ kompozitinin ekranlama etkinliği değerinin frekans bağımlılığı Şekil 5.24'te gösterilmiştir. PANI- $\text{NiFe}_2\text{O}_4:\text{V}$ kompozitleri arasında, epoksi- V katkılı $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{aniline}:1/1$ kompozitleri epoksi-V katkılı $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{aniline}:1/3$ kompozitlerinden mikrodalga ekranlama etkinliği olarak daha fazla gözlemlenebilir bir etkiye sahiptir. Epoksi-V katkılı Ni ferrit PANI bileşimleri ($\text{NiFe}_{1.9}\text{V}_{0.1}\text{O}_{4.1}/\text{Aniline}:1/1$) sırasıyla 5.68 GHz ve 1.82 GHz frekanslarında en düşük -36.32 dB ve -26.14 dB değerlerinde ölçülmüştür. Epoksi-V katkılı Ni ferrit PANI bileşimleri ($\text{NiFe}_{1.9}\text{V}_{0.1}\text{O}_{4.1}/\text{Aniline}:1/3$) için yani katkılı ferrit toz bileşimi azaldığında, ekranlama etkinliği değer olarak 7.31 GHz'de -23.48 dB'ye ulaşır (Şekil 5.24 a). Kompozisyonlardan epoksi-V katkılı Ni ferrit PANI bileşimleri için ise 6.22 GHz frekansında -28.39 dB'lik bir ekranlama etkinliği değerine ulaşır ($\text{NiFe}_{1.7}\text{V}_{0.3}\text{O}_{4.3}/\text{Aniline}:1/1$) (Şekil 5.24 b). Kompozit içinde nikel ferrit tozu içeriği azaldığında, epoksi-V katkılı Ni ferrit PANI bileşimleri ($\text{NiFe}_{1.7}\text{V}_{0.3}\text{O}_{4.3}/\text{Aniline}:1/3$), en düşük değer olarak 7.02 GHz frekansında -42.17 dB ve 5.63 GHz'de ise -35.61 dB

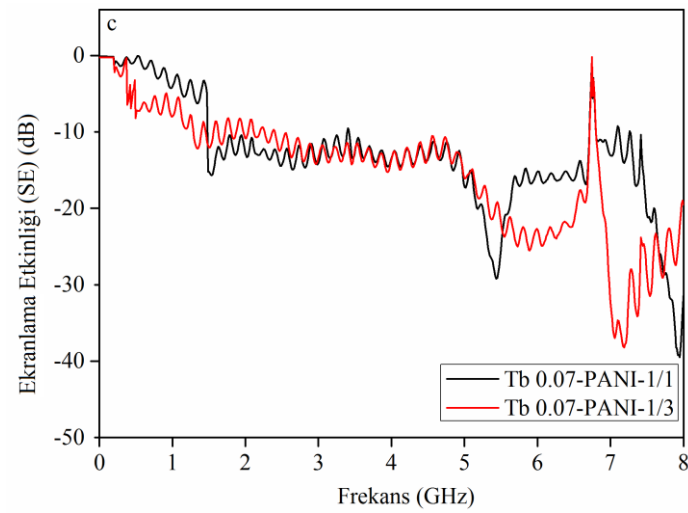
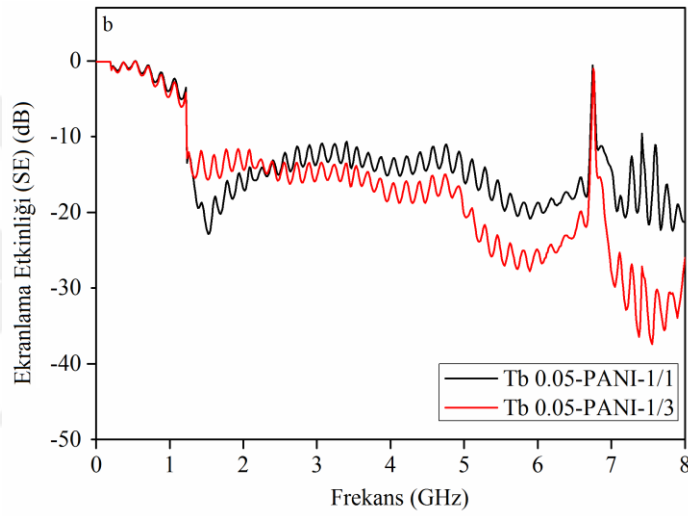
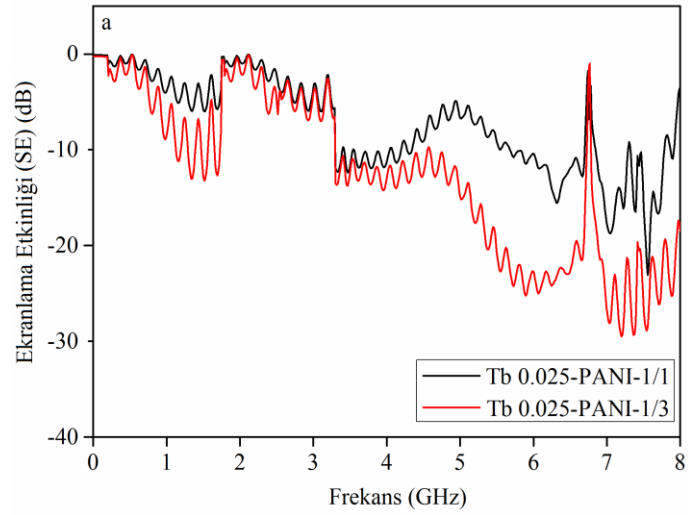
değerlerine ulaşılmıştır. Buna ek olarak, bu kompozit malzeme 3.94 GHz ve 8 GHz geniş frekans aralığı bandında -10 dB'in altında değer vermiştir. En iyi ekranlama etkinliği performansı, 5.28 GHz ve 8 GHz arasındaki frekans bandında -20 dB'den daha düşük bir değer gösteren $\text{NiFe}_{1.9}\text{V}_{0.1}\text{O}_{4.1}/\text{Aniline}:1/1$ kompoziti bileşimi (Şekil 5.24 a) ile elde edilmiştir. Ayrıca bu kompozit bileşim, 3.63 GHz ve 8 GHz arasındaki frekans bandında da -10 dB'den daha az bir değer göstermiştir. Buna ek olarak PANI'nin kompozitlerin bileşenleri arasındaki aktarımın uyum empedansını geliştirdiğini söyleyebiliriz. EM ekranlama etkinliği özelliğinin daha çok manyetik spinel ferrit Ni'den kaynaklandığı düşünülmüştür, Bu arada, şekillerde oluşan keskin ekranlama etkinliği pikleri iletken polimer PANI'nın etkisine bağlı olarak ortaya çıkmıştır. İletken polimer matrisi (PANI) özellikle mevcut eddy akımlarının etkisini azaltmak için kullanılmıştır, çünkü yüksek frekanslarda manyetik malzemelerin geçirgenliği EM dalgalar tarafından üretilen Eddy akımlarını azaltacaktır. Böylece PANI elektrik kaybı yaratırken, Ni gibi spinel manyetik malzemeler ile karıştırılarak yada kompozisyon oluşturularak manyetik yutuculuk özelliği de birleştirmiş ve EM yutuculuk özellik kontrol altına alınmıştır. Aslında, malzemenin doyumluk manyetizasyonunda, manyetokristalin anizotropisinde, dielektrik özelliklerinde ve rezonans frekansında kayma gibi değişiklikler sağlanmıştır. Nitekim incelenen malzemede bunun etkisi açıkça görülmüş, ekranlama etkinliği piki yüksek frekans bölgesine doğru kaymıştır. Ekranlama etkinliği eğrileri küçük kaymalara sahiptir. Şekil 5.24 a'da, PANI'nin etkisi manyetik toz etkisinden daha azdır, V 0.1 PANI 1/1 daha iyi ekranlama etkinliği göstermiştir, şekil 5.24 b'de ise toz miktarı V ($x = 0.3$) olduğunda, V elementi NiFe_2O_4 'e yerleştiğinde yani katkı miktarı artarak ana yapı içinde çözünürlük yükselmiş çevresini kendisine göre yapılandırarak yüzey alanındaki artışla dalga etkileşimini girişimini çoğaltmıştır, böylece ekranlama etkinliği artmıştır ve PANI ile daha iyi empedansı uyumu sağlanmıştır. PANI ekranlama etkinliğinde daha fazla etki göstermiştir. Yeni V katkılı NiFe_2O_4 ve yeni V katkılı $\text{NiFe}_2\text{O}_4:\text{PANI}$ üretilmiştir. V katkılı $\text{NiFe}_2\text{O}_4:\text{PANI}$ tabanlı kompozitler, geniş bir aralıkta elektromanyetik dalgalar için yüksek bir ekranlama etkinliği gösterdi, bu yöntemde yeni kompozitlerin manyetik ve ekranlama etkinliği özellikleri ,V katkılı ferritin ve PANI içeriğinin kontrol edilmesi ile ayarlanmıştır. Çalışmalar element katkısının ve PANI'nin elektrik ve manyetik yapıya etki ettiğini göstermektedir. V malzemenin geçirgenliğini etkilemiş ve ekranlama etkinliğine katkıda bulunmuştur.



Şekil 5.24 : Epoksi-Polianilin-NiFe₂O₄:V kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri a) x=0.1, Cu katkılı Nikel ferrit/Anilin: 1/1, 1/3 b) x=0.3, V katkılı Nikel ferrit/Anilin : 1/1, 1/3

5.5.3 Tb katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü

Şekil 5.25, Epoksi-Pani/NiFe₂O₄:Tb kompozitlerinin 0-8 GHz frekans aralığında ekranlama etkinliği yada karşı tarafa ne kadar elektromanyetik dalga geçtiğinin frekans bağımlılığını göstermektedir. PANI-NiFe₂O₄:Tb kompozitleri arasında, epoksi-NiFe₂O₄:Tb/Aniline:1/3 kompozitleri epoksi-NiFe₂O₄: Tb/Aniline:1/1'e göre mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri yönünden daha fazla etki göstermiştir. Epoksi-PANI/Tb katkılı Ni ferrit bileşimi (Ni_{0.975}Tb_{0.025}Fe₂O_{4.018}/Aniline:1/1) 7.55 GHz frekansında -23.06 dB'lik bir değer vermiştir, bu kompozit malzeme 5.66 GHz ve 6.70 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB'den daha az bir ekranlama etkinliği değeri göstermiştir.



Şekil 5.25 : Epoksi-Polianilin-NiFe₂O₄:Tb kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri a) $x=0.025$, Tb katkılı Nikel ferrit/Anilin: 1/1, 1/3 b) $x=0.050$, Tb katkılı Nikel ferrit/Anilin : 1/1, 1/3 c) $x=0.070$, Tb katkılı Nikel ferrit/Anilin : 1/1, 1/3.

Kompozit içerisinde nikel ferrit tozu içeriği azaldığında, epoksi-PANI/Tb katkılı Ni ferrit kompozisyonu ($\text{Ni}_{0.975}\text{Tb}_{0.025}\text{Fe}_2\text{O}_{4.018}/\text{Aniline:1/3}$) yansıma kaybı değeri 7.187 GHz'de -29.2 dB'ye ulaşmıştır (Şekil 5.25 a) ve bu kompozit malzeme, 5.37 GHz ile 6.55 GHz arasındaki frekans bandında -20 dB'den daha düşük bir ekranlama etkinliği değeri sağlamıştır, ayrıca 3.30 ve 6.72 GHz arasındaki frekans bantlarında ve 6.85 GHz ile 8 GHz arasındaki frekans bantlarında -10 dB'den daha düşük bir SE değeri ölçülmüştür.

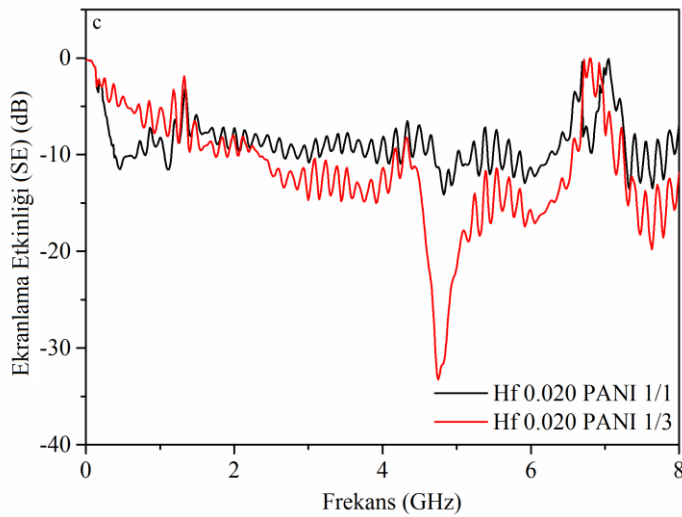
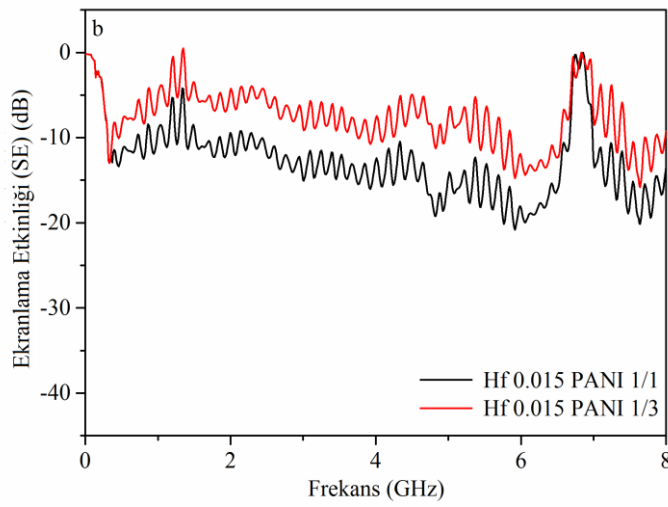
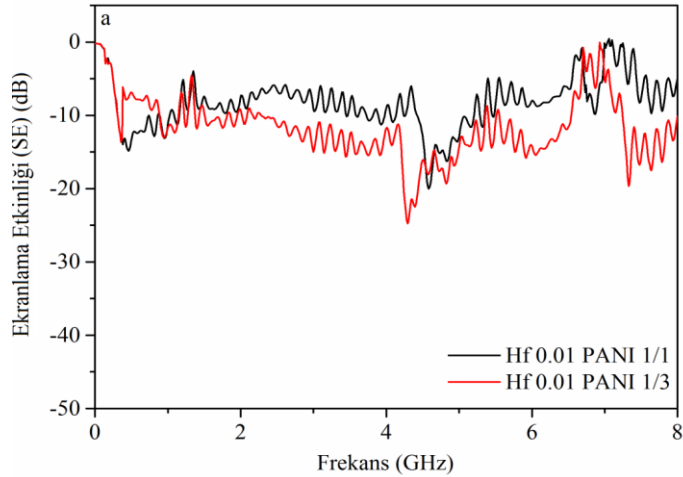
Epoksi-PANI/Tb katkılı Ni ferrit bileşimleri ($\text{Ni}_{0.950}\text{Tb}_{0.050}\text{Fe}_2\text{O}_{4.037}/\text{Aniline:1/3}$) 7.56 GHz frekansında -37.205 dB değerine ulaşmıştır (Şekil 5.25 b). Ayrıca, 5.12 GHz ve 6.68 GHz, 6.90 GHz ve 8 GHz arasındaki frekans bantlarında -20 dB'den daha düşük bir değer gösteren bu kompozisyon ile en iyi genel ekranlama etkinliği performansı elde edilmiştir. Ayrıca, 1.24 GHz ve 6.71 GHz arasındaki frekans bantlarında -10 dB'den daha az bir SE değeri elde edilmiştir (Şekil 5.25b). Epoksi-PANI/Tb katkılı Ni ferrit bileşimi ($\text{Ni}_{0.950}\text{Tb}_{0.050}\text{Fe}_2\text{O}_{4.037}/\text{Aniline:1/1}$) 7.83 GHz frekansında sadece -22.25 dB'lik bir değer göstermiştir, bu kompozit malzeme, 1.246 GHz ve 6.71 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB'den daha az bir değer göstermiştir. Epoksi-PANI/Tb katkılı Ni ferrit bileşiminin ($\text{Ni}_{0.93}\text{Tb}_{0.070}\text{Fe}_2\text{O}_{4.0525}/\text{Aniline:1/1}$) en düşük pikleri 7.95 GHz frekansında sadece -39.51 dB'lik bir değer verirken daha düşük frekans olan 5.44 GHz frekansında -29.21 dB'lik bir değer göstermiştir, ayrıca bu kompozit malzeme 7.48 GHz ve 8 GHz arasındaki kısa frekans bandı aralığında -20 dB'den daha az ekranlama etkinliği değeri göstermiştir, bu kompozit malzemedeki farklı frekans aralıkları olarak 3.42 GHz ve 6.72 GHz arasındaki frekans bant aralığı ile, 1.47 GHz ve 3.389 GHz arasındaki frekans bant aralığında -10 dB'den daha düşük bir değer göstermiştir. Diğer ikinci en iyi ekranlama etkinliği performansı iki farklı frekans bant aralıklarında yani, sırasıyla 5.31 GHz ve 6.53 GHz arasındaki frekans bantlarında ve 6.91 GHz ve 8 GHz arasındaki frekans bantlarında -20 dB'den daha düşük bir değer gösteren $\text{Ni}_{0.93}\text{Tb}_{0.070}\text{Fe}_2\text{O}_{4.0525}/\text{Aniline:1/3}$ bileşimi (Şekil 5.25 c) ile elde edilmiştir. Bu kompozit malzeme 2.42 GHz ve 6.69 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB'den daha düşük bir değeri vermiştir. Ayrıca, bu bileşim $\text{Ni}_{0.93}\text{Tb}_{0.070}\text{Fe}_2\text{O}_{4.0525}/\text{Aniline:1/3}$ 7.18 GHz'de -37.98 dB'lik bir değeri göstermiştir (Şekil 5.25 c).

Şekil 5.25 c'te Tb ($x=0.070$) olduğunda, Tb elementi katkı olarak yükseldiğinde $NiFe_2O_4$ 'e yerleşerek çözünürlük artmıştır, çevresini kendisine göre yeniden yapılandırarak, artan yüzey alanı ile dalga etkileşimini yükseltmiştir ve dolayısı ile ekranlama etkinliğini yada yutuculuğu arttırmıştır.

Bu katkı türü ile PANI içeriği ve katkılı toz miktarı ayarlanarak ekranlama etkinliği değişimi ayarlanmıştır. Empedansın uyumu PANI kullanılarak sağlanmıştır. PANI, katkılı nikel ferrite göre ekranlama etkinliğinde daha fazla etki göstermiştir. Ayrıca, PANI ve Tb katkılı $NiFe_2O_4$ arasındaki arayüzey polarizasyonu, elektromanyetik yutucu malzemede önemli bir rol oynamaktadır. Mikrodalga yutucunun performansı ayrıca, ışımaya empedansının malzemenin yüzeyindeki uyumuna da bağlıdır. PANI, kompozitlerin bileşenleri arasındaki aktarımlardaki eşleşen empedansı geliştirir. EM yutucu özelliğinin aslında manyetik spinel ferrit Ni'den kaynaklandığı anlaşılmaktadır. Bu arada, şekilllerdeki keskin ekranlama etkinliği tepe noktaları iletken polimer PANI'nın etkisiyle ortaya çıkmaktadır. İletken Polimer PANI, mevcut girdap akımlarının etkisini azaltmak için özel olarak kullanılmıştır, çünkü manyetik malzemelerin yüksek frekanslarda geçirgenliği, EM dalgaları tarafından üretilen Eddy akımlarını azaltacaktır. PANI elektrik kaybı yaratır ve Ni gibi spinel manyetik malzemeler ile karıştırılarak oluşturduğu kompozitin birleşmiş ekranlama etkinliği özelliği sayesinde EM ekranlama etkinliğini kontrol eder.

5.5.4 Hf katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü

Epoksi-Polianilin/ $NiFe_2O_4$:Hf kompozitlerinin ekranlama etkinliği değerinin frekans bağımlılığı şekil 5.26'te gösterilmiştir. Polianilin- $NiFe_2O_4$:Hf kompozitleri arasında, epoksi-Hf katkılı $NiFe_2O_4$ /Aniline:1/3'ün, epoksi-Cu katkılı $NiFe_2O_4$ /anilin:1/1'ten mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri açısından daha belirgin bir etkiye sahip olduğu görülmektedir. Epoksi-PANI/Hf katkılı Ni ferrit bileşimleri ($Ni_{0.99}Hf_{0.01}Fe_2O_{4.01}$ /Aniline:1/1) 4.58 GHz frekansında -20.174 dB'lik değer vermiştir ayrıca bu kompozit malzeme 4.42 GHz ve 5.18 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB'den daha az bir değeri göstermiştir, oran değiştiğinde yani epoksi-PANI/Hf katkılı Ni ferrit bileşimleri ($Ni_{0.99}Hf_{0.01}Fe_2O_{4.01}$ /Aniline:1/3) 4.29 GHz frekansında -24.874 dB değerini vererek daha iyi ekranlama etkinliği değeri vermiştir (Şekil 5.26 a).

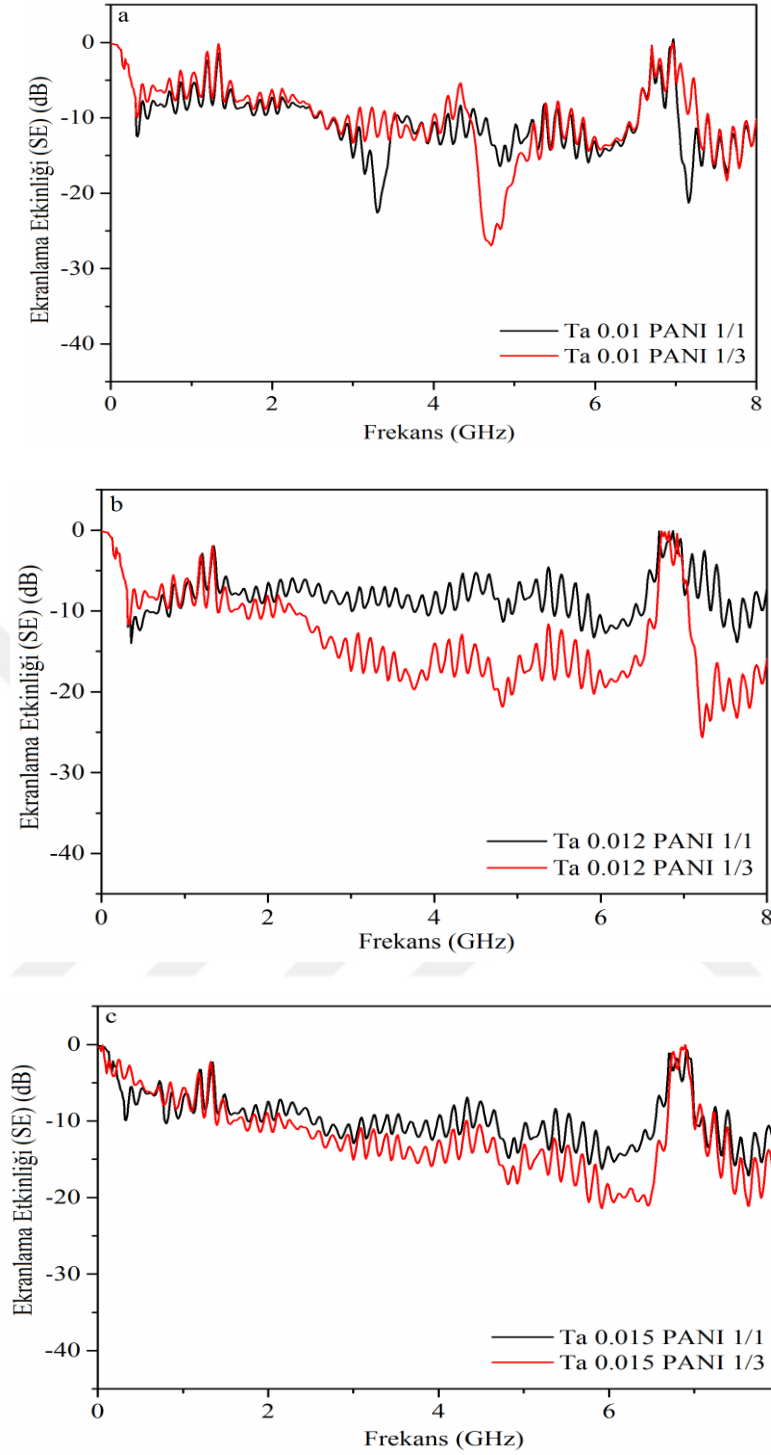


Şekil 5.26 : Epoksi-Polianilin-NiFe₂O₄:Hf kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri a) x=0.01, Hf katkılı Nikel ferrit /Anilin: 1/1, 1/3 b) x=0.015, Hf katkılı Nikel ferrit / Anilin : 1/1, 1/3 c) x=0.020, Hf katkılı Nikel ferrit / Anilin : 1/1, 1/3.

Bu kompozit malzeme daha yüksek frekans olan 7.327 GHz frekansında -19.730 dB'lik değer vermiştir, ayrıca 5.58 ve 6.52 GHz arasındaki frekans bandında ve 7.25 GHz ile 8 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB'den daha düşük bir ekranlama etkinliği değeri ölçülmüştür, 4.24 ve 4.43 GHz'lik dar frekans aralığında bu kompozit -20 dB'in altında ekranlama etkinliği değeri vermiştir. Diğer taraftan, Hf katkı oranı yükseldiğinde epoksi-Pani/Hf katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{Ni}_{0.985}\text{Hf}_{0.015}\text{Fe}_2\text{O}_{4.015}/\text{Aniline}:1/1$) 5.905 GHz frekansında -20.929 dB, 7.63 GHz frekansta -20.22 dB, 4.81 GHz frekansta ise -19.407 dB'lik değeri vermiştir. Bu kompozit malzeme ayrıca 2.465 ve 6.669 GHz arasındaki frekans bandı ile 6.99 GHz ve 8 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB'nin altında bir ekranlama etkinliği veya aynı anlama gelen araya girme kaybı değeri göstermiştir (Şekil 5.26 b). Katkı oranı en yüksek duruma geldiğinde epoksi-Pani/Hf katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{Ni}_{0.98}\text{Hf}_{0.02}\text{Fe}_2\text{O}_{4.02}/\text{Aniline}:1/1$) 4.83 GHz frekansta -14.135 dB'lik değer elde edilmiş, ayrıca 4.71 ve 4.99 GHz arasındaki frekans bandı ile 5.86 ve 6.23 GHz arası frekans bandında -10 dB'in altında değer elde edilmiştir. Oran değiştiğinde ($\text{Ni}_{0.98}\text{Hf}_{0.02}\text{Fe}_2\text{O}_{4.02}/\text{Aniline}:1/3$) en düşük ekranlama etkinliği değeri 4.7597 GHz frekansta -33.415 dB olarak elde edilmiş, 7.63 GHz frekansta ise -19.98 dB'lik değer göstermiştir. Ayrıca bu kompozit malzeme 4.603 ve 5.033 frekans bant aralığında -20 dB'in altında değer verirken, üç ayrı frekans bant aralığı olan 4.35 ve 6.55 GHz, 7.26 ve 8 GHz ile 2.33 ve 4.13 GHz frekans bandı arasında -10 dB'in altında ekranlama etkinliği değeri vermiştir (Şekil 5.26 c). Hf katkılı Ni ferrit epoksi kompozitleri arasından en iyi ekranlama etkinliği performans ($\text{Ni}_{0.98}\text{Hf}_{0.02}\text{Fe}_2\text{O}_{4.02}/\text{Aniline}:1/3$) bileşimi ile elde edilmiştir.

5.5.4 Ta katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü

Epoksi-Polianilin/ NiFe_2O_4 :Ta kompozitlerinin ekranlama etkinliği değerinin frekans bağımlılığı Şekil 5.27'te gösterilmiştir. Polianilin- NiFe_2O_4 :Hf kompozitleri arasında, epoksi-Hf katkılı $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Aniline}:1/3$ 'ün, epoksi-Ta katkılı $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{anilin}:1/1$ 'ten mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri açısından daha etkili olduğu görülmektedir. Epoksi-PANI/Ta katkılı Ni ferrit bileşimleri en düşük değer olarak ($\text{Ni}_{0.99}\text{Ta}_{0.01}\text{Fe}_2\text{O}_{4.015}/\text{Aniline}:1/1$) 3.302 GHz frekansında -22.655 dB'lik bir değer verirken daha yüksek frekans olan 7.1602 GHz frekansında -21.338 dB'lik değer vermiştir.



Şekil 5.27: Epoksi-Polianilin-NiFe₂O₄:Ta kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliđi özellikleri a) $x=0.01$, Ta katkılı Nikel ferrit /Anilin: 1/1, 1/3 b) $x=0.012$, Ta katkılı Nikel ferrit / Anilin : 1/1, 1/3 c) $x=0.015$, Ta katkılı Nikel ferrit / Anilin : 1/1, 1/3.

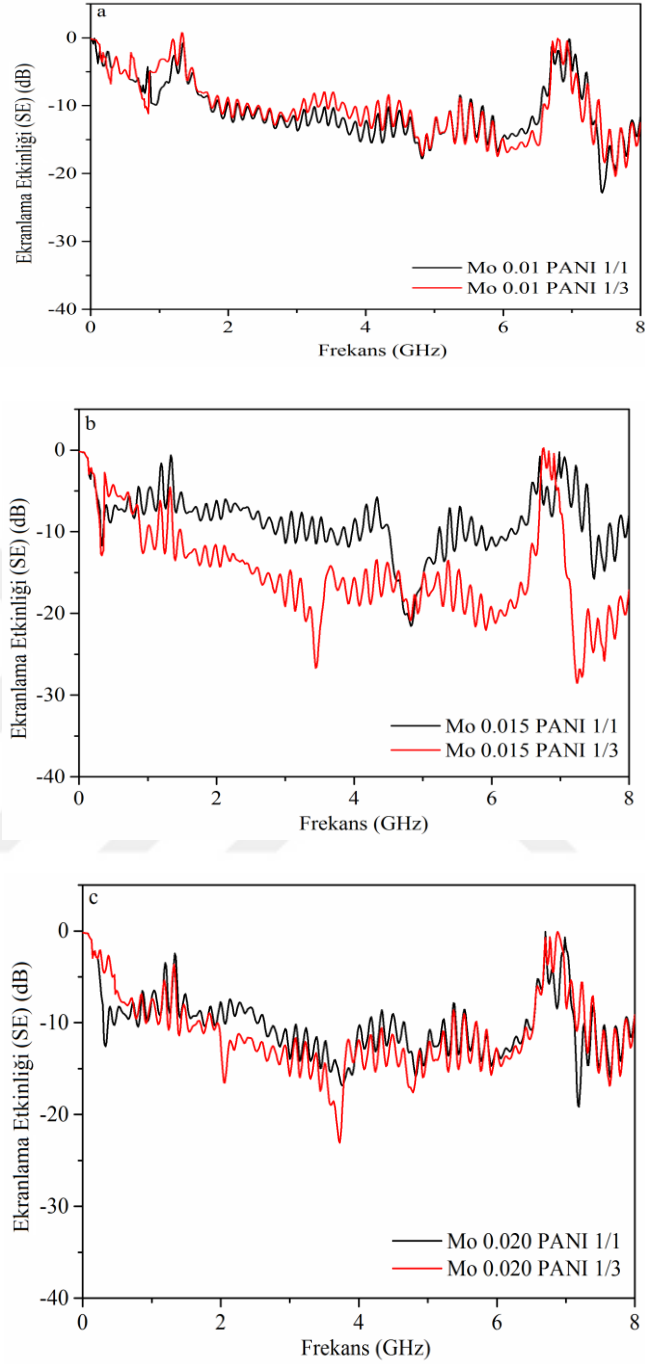
Ayrıca bu kompozit malzeme farklı frekans aralık bölgesi olarak 2.6207 ve 3.493 GHz ,4.663 GHz ve 5.332 GHz , 5.726 GHz ve 6.657 GHz ,7.029 GHz ve 8 GHz aralığındaki frekans bantlarında -10 dB'den daha az bir ekranlama etkinliği değeri göstermiştir ,oran değiştiğinde yani epoksi-PANI/Ta katkılı Ni ferrit bileşimleri ($\text{Ni}_{0.99}\text{Ta}_{0.01}\text{Fe}_2\text{O}_{4.015}/\text{Aniline}:1/3$) en düşük değer olarak 4.72 GHz frekansında -27.031 dB değerinde daha iyi ekranlama etkinliği verirken 7.63 GHz frekansında da -18.50 dB'lik değer göstermiştir (Şekil 5.27 a). Ta katkı oranı yükseldiğinde epoksi-Pani/Ta katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{Ni}_{0.988}\text{Ta}_{0.012}\text{Fe}_2\text{O}_{4.018}/\text{Aniline}:1/1$) 7.65 GHz ferkansında -14.037 dB değeri verirken, 5.881 GHz ve 6.408 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB'nin altında bir ekranlama etkinliği değeri göstermiştir (Şekil 5.27 b), anilin oranı değiştiğinde ise yani epoksi-PANI/Ta katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{Ni}_{0.988}\text{Ta}_{0.012}\text{Fe}_2\text{O}_{4.018}/\text{Aniline}:1/3$) en düşük değer olarak 7.2204 GHz frekansta -25.714 dB'lik değer elde edilmiş, ayrıca 7.638 GHz frekansında -23.372 dB'lik ekranlama etkinliği elde edilmiştir. Ta katkılı Ni ferritte katkı oranı 0.015 olduğunda yani ikincil fazın olduğu bu durumda ekranlama etkinliği değerinin nasıl olduğu denenerek ölçülmüş ve epoksi-Pani/Ta katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{Ni}_{0.985}\text{Ta}_{0.015}\text{Fe}_2\text{O}_{4.0225}/\text{Aniline}:1/1$) 7.626 GHz frekansında -17.183 dB'lik değer elde edilirken, ayrıca 5.714 GHz ve 6.539 GHz arasındaki frekans bandı ile 7.435 GHz ve 8 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB'in altında absorban elde edilmiştir, oran bu yapıda değiştiğinde yani epoksi-Pani/Ta katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{Ni}_{0.985}\text{Ta}_{0.015}\text{Fe}_2\text{O}_{4.0225}/\text{Aniline}:1/3$) en düşük değer olarak 5.917 GHz frekansında -21.543 dB'lik değer elde edilmiş, ayrıca üç ayrı bölge olarak 4.34 GHz ve 6.69 GHz , 2.262 GHz ve 4.305 GHz, 7.256 GHz ve 8 GHz arasındaki frekans bantlarında -10 dB'in altında ekranlama etkinliği değeri elde edilmiştir (Şekil 5.27 c). Ta katkılı Ni ferrit epoksi kompozitleri arasından en iyi ekranlama etkinliği performansı ($\text{Ni}_{0.988}\text{Ta}_{0.012}\text{Fe}_2\text{O}_{4.018}/\text{Aniline}:1/3$) bileşimi ile elde edilmiştir.

5.5.5 Mo katkılı nikel ferritin ekranlama etkinliği (SE) ölçümü

Epoksi-Polianilin/ NiFe_2O_4 :Mo kompozitlerinin ekranlama etkinliği değerinin 0 ile 8 GHz arasındaki frekanstaki değişimi şekil 5.28'te gösterilmiştir. Polianilin- NiFe_2O_4 :Mo kompozitleri arasında genel olarak epoksi-Mo katkılı $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{aniline}:1/3$ 'ün, epoksi-Mo katkılı $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Anilin}:1/1$ 'ten mikrodalga ekranlama etkinliği olarak daha üstün olduğu görülmektedir.

Epoksi-PANI/Mo katkılı Ni ferrit bileşimleri en düşük değer olarak ($\text{Ni}_{0.99}\text{Mo}_{0.01}\text{Fe}_2\text{O}_{4.02}/\text{Aniline}:1/1$) 7.435 GHz frekansında -22.906 dB'lik bir değer verirken 4.8182 frekansta -17.888 dB'lik değer vermiştir, ayrıca bu kompozit malzeme üç farklı frekans aralığı bölgesinde yani 2.1785 GHz ile 5.3568 GHz ,5.726 GHz ve 6.551 GHz, 7.266 GHz ile 8 GHz aralığındaki frekans bantlarında -10 dB'den daha az bir ekranlama etkinliği değeri göstermiştir, Mo katkılı nikel ferrit oranı değiştiğinde yani epoksi-PANI/Mo katkılı Ni ferrit bileşimleri ($\text{Ni}_{0.99}\text{Mo}_{0.01}\text{Fe}_2\text{O}_{4.02}/\text{Aniline}:1/3$) en düşük değer olarak 7.63 GHz frekansında -20.443 dB değerinde ekranlama etkinliği değeri verirken 7.79 GHz frekansında da -19.165 dB'lik değer göstermiştir (Şekil 5.28 a), ayrıca bu kompozit malzeme iki farklı frekans aralık bölgesi olan 5.547 GHz ile 6.587 GHz ,7.411 GHz ile 8 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB'in altında ekranlama etkinliği değeri vermiştir. Mo katkı oranı yükseldiğinde epoksi-PANI/Mo katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{Ni}_{0.985}\text{Mo}_{0.015}\text{Fe}_2\text{O}_{4.03}/\text{Aniline}:1/1$) 4.83 GHz frekansında -21.72 dB değeri verirken, 7.49 GHz frekansta -15.873 dB'lik ekranlama etkinliği değeri göstermiştir (Şekil 5.28 b), ayrıca bu kompozit malzeme 4.508 GHz ile 5.224 GHz aralığındaki frekans bandında -10 dB'in altında bir değer vermiştir. Oran değiştiğinde ise yani epoksi-PANI/Mo katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{Ni}_{0.985}\text{Mo}_{0.015}\text{Fe}_2\text{O}_{4.03}/\text{Aniline}:1/3$) en düşük değer olarak 7.244 GHz frekansında -28.674 dB'lik değer verirken, 3.445 GHz frekansında -26.843 dB'lik ekranlama etkinliği değeri göstermiştir, ayrıca bu bileşim iki ayrı frekans aralığı bölgesinde yani 1.509 GHz ile 6.681 GHz, 7.063 GHz ile 8 GHz arasındaki frekans bantlarında -10 dB'in altında ekranlama etkinliği değeri göstermiştir. Mo katkı oranı en yüksek seviyeye geldiğinde yani epoksi-PANI/Mo katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{Ni}_{0.98}\text{Mo}_{0.02}\text{Fe}_2\text{O}_{4.04}/\text{Aniline}:1/1$) 7.184 GHz frekansında -19.165 dB değeri verirken, 2.6328 GHz ile 4.1505 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB'in altında ekranlama etkinliği değeri göstermiştir (Şekil 5.28 c). Mo katkılı nikel ferritin oranı değiştiğinde yani epoksi-PANI/Mo katkılı Ni ferrit bileşimleri için ($\text{Ni}_{0.98}\text{Mo}_{0.02}\text{Fe}_2\text{O}_{4.04}/\text{Aniline}:1/3$) 3.7203 GHz frekansta -23.0904 dB değeri gösterirken , daha yüksek olan 4.783 GHz frekansında -17.611 dB değeri vermiştir, ayrıca iki farklı frekans aralık bölgesinde yani 1.987 GHz ile 5.344 GHz, 5.738 GHz ile 6.526 GHz arasındaki frekans bantlarında -10 dB'in altında ekranlama etkinliği değeri vermiştir. Mo katkılı Ni ferrit epoksi kompozitleri arasından en iyi

ekranlama etkinliđi performans ($\text{Ni}_{0.985}\text{Mo}_{0.015}\text{Fe}_2\text{O}_{4.03}/\text{Aniline}:1/3$) bileşimi ile elde edilmiştir.



Şekil 5.28 : Epoksi-Polianilin- $\text{NiFe}_2\text{O}_4:\text{Mo}$ kompozitlerinin mikrodalga ekranlama etkinliđi özellikleri a) $x=0.01$, Mo katkılı Nikel ferrit /Anilin: 1/1, 1/3 b) $x=0.015$, Mo katkılı Nikel ferrit / Anilin : 1/1, 1/3 c) $x=0.020$, Mo katkılı Nikel ferrit / Anilin : 1/1, 1/3.



6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, NiFe_2O_4 bileşiğine Ni ve Fe elementleri yerine yakın iyonik yarıçapta olan uygun elementler belirli oranlarda ilave edildikten sonra anilinin polimerizasyonu ile (katkılı NiFe_2O_4 /Anilin: 1/1, 1/3) polianilin tabanlı katkılı NiFe_2O_4 mikrodalga ekranlama etkinliğine sahip yeni kompozit malzemeler üretilmiştir. NiFe_2O_4 bileşiminde Ni yerine Tb, Hf, Ta ve Mo, Fe yerine ise V, Cu farklı oranlarda ilave edilerek katkılı Nikel ferrit bileşikler oksitlerin karışımı yöntemiyle üretilmiştir. Herbir katkı ilavesinin nikel ferrit yapısındaki çözünürlük sınırı XRD kullanılarak saptanmıştır. Nikel ferrit yapısında Cu katkısının çözünürlük sınırının $x=0.6$ 'ın altında iken, V elementinin çözünürlük sınırının $x=0.5$ 'in altında olduğu anlaşılmıştır. Nikel ferrit kompozisyonuna $x=0.025-0.075$ aralığında katkılanan Tb katkılı nikel ferritin analizi Tb katkılı nikel ferritlerin $x=0.025$ ve $x=0.050$ değerlerinde tek fazlı yapı vermesine rağmen, 1250°C 'de 4 saat sinterlenen $x=0.075$ Tb katkılı nikel ferritte az miktarda da olsa ikincil faz oluştuğu görülmüştür. Bu sonuç, nikel ferrit yapısındaki Tb çözünürlüğünün $x=0.070$ ile 0.075 arasında olduğunu göstermektedir. Nikel ferrit bileşiğine $x=0.010-0.020$ katkı oranlarında Hf ve Mo ilavesinde tek fazlı nikel ferrit yapısı elde edilirken $x=0.025$ değerinde tek fazlı nikel ferrit yapısı elde edilememiştir, Hf ve Mo çözünürlüğünün $x=0.025$ 'in altında olduğu anlaşılmıştır. Nikel ferrit yapısına $x=0.010$ ve $x=0.012$ oranlarında Ta ilavesinde tek fazlı nikel ferrit yapısı elde edilirken $x=0.015$ değerinde tek fazlı nikel ferrit yapısı elde edilememiş, Ta çözünürlüğünün $x=0.015$ 'in altında olduğu anlaşılmıştır. Katkılı nikel ferritlerde sinterleme sıcaklığının artması farklı ikincil fazların oluşumuna neden olmakta ve oluşan ikincil fazların miktarını da etkilemektedir. SEM incelemesi yapıda ikincil fazların oluştuğunu göstermektedir.

Artan V katkı oranının nikel ferrit tane boyutunu çok az arttırdığı saptanmıştır. SEM incelemesi V katkılı nikel ferrit yapısında $x=0.1$ oranında XRD analizinde gözlemlendiği gibi tek fazlı yapının oluştuğunu ancak $x=0.5$ katkı oranında ise ikincil fazın oluştuğunu göstermiştir. Tb katkılı nikel ferritin SEM incelenmesinde Tb katkı

oranının tane boyutunda önemli bir değişime neden olmadığı anlaşılmıştır, XRD analizinde gözlenen sonuçlarla uyum içerisinde. Cu katkılı nikel ferrit için SEM incelemesi $x=0.1$ oranında XRD analizinde gözlemlendiği gibi tek fazlı yapıyı göstermesine rağmen $x=0.6$ katkı oranında ikincil fazın oluştuğunu göstermiştir, artan Cu katkı oranı tane boyutunda değişime neden olmuştur. SEM incelemesi Hf ve Ta katkılı nikel ferritlerde tane boyutunda belirgin bir değişim olmadığını, ancak Mo katkılı nikel ferritte tane boyutunda değişim olduğunu göstermiştir. Polianilin tabanlı V-Cu-Tb-Hf-Ta-Mo katkılı nikel ferrit kompozitler Aniline/katkılı nikel ferrit = 3: 1, 1: 1 oranlarında alınarak ilk defa PANI-NiFe₂O₄:V, PANI-NiFe₂O₄:Cu, PANI-NiFe₂O₄:Tb, PANI-NiFe₂O₄:Hf, PANI-NiFe₂O₄:Ta, PANI-NiFe₂O₄:Mo kompozitleri üretilmiştir. V katkılı nikel ferrit ve Cu katkılı nikel ferritler FTIR spektroskopisi ile karakterize edilmiş, Polianilin, nikel ferrit ve polianilin tabanlı V ile Cu katkılı nikel ferrit malzemelerin yapıdaki kimyasal bağlanmaları araştırılmıştır. V-Cu-Tb-Hf-Ta-Mo katkılı NiFe₂O₄ numuneleri ile polianilin tabanlı V-Cu-Tb-Hf-Ta-Mo katkılı nikel ferritlerin manyetik ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Polianilin tabanlı katkılı nikel ferritlerin manyetik doyum değerleri küçük değer verirken polianilin tabanlı olmayan katkılı nikel ferritlerin manyetik doyum değerleri yüksek değer vermiştir, en yüksek manyetik doyum değeri Tb katkısında elde edilmiştir. Hf, Ta, Mo katkılı nikel ferritlerde yakın manyetik doyum değerleri alınırken, polianilin miktarının katkılı nikel ferrit miktarına göre daha az olduğu durumlarda manyetik doyum değerinin düşük olduğu teyit edilmiştir. Epoksi-PANI/NiFe₂O₄:V kompozitleri içinden NiFe_{1.9}V_{0.1}O_{4.1}/Aniline:1/1 ve NiFe_{1.7}V_{0.3}O_{4.3}/Aniline:1/3, 3.94 GHz ve 8.GHz arasındaki frekans bandında en iyi ekranlama etkinliği performansını göstermiştir, ekranlama etkinliği değerlerinin belirlenmesinde polianilin miktarı önemli bir rol oynamıştır. 7.02 GHz frekansında 2 mm kalınlığındaki NiFe_{1.7}V_{0.3}O_{4.3}/Aniline:1/3 kompoziti minimum -42.17 dB ekranlama etkinliği değeri vermiştir. V katkısı için en iyi ekranlama etkinliği değeri performansı 5.28 GHz ile 8 GHz arasındaki frekans bandında -20 dB' in altında NiFe_{1.9}V_{0.1}O_{4.1}/Aniline:1/1 bileşimi ile elde edilmiştir. Ayrıca Epoksi-PANI/NiFe₂O₄:Tb bileşimleri içinden, Ni_{0.950}Tb_{0.050}Fe₂O_{4.037}/Aniline:1/3 ve Ni_{0.93}Tb_{0.070}Fe₂O_{4.0525}/Aniline:1/3 kompozitleri frekans aralığı bölgesinde en iyi genel ekranlama etkinliği performansını vermiştir. 7.95 GHz ve 2.0 mm kalınlıkta, minimum ekranlama etkinliği değeri - 39.51 dB ile Ni_{0.93}Tb_{0.070}Fe₂O_{4.0525}/Aniline:1/1 kompoziti ile elde edilmiştir. PANI tabanlı Tb katkılı NiFe₂O₄ bileşimlerinin

mikrodalga ekranlama etkinliđi özellikleri, yüksek Tb katkısı miktarları ile tutarlı bir varyasyon göstermektedir. Tb katkısı için en iyi ekranlama etkinliđi performansı, -20 dB' in altındaki iki farklı frekans aralığında yani 5.12 GHz ile 6.68 GHz, 6.90 GHz ve 8 GHz arasındaki frekans bantlarında $\text{Ni}_{0.950}\text{Tb}_{0.050}\text{Fe}_2\text{O}_{4.037}/\text{Aniline}:1/3$ bileşiminden elde edilmiştir. Epoksi-PANI/ NiFe_2O_4 :Hf bileşimleri içinden $\text{Ni}_{0.98}\text{Hf}_{0.02}\text{Fe}_2\text{O}_{4.02}/\text{Aniline}:1/3$, 4.75 GHz frekansında en düşük ekranlama etkinliđi değeri olarak -33.415 dB'lik değeri göstermiştir, $\text{Ni}_{0.985}\text{Hf}_{0.015}\text{Fe}_2\text{O}_{4.015}/\text{Aniline}:1/1$ ise en geniş frekans bant aralığı yani 2.465 GHz ile 6.669 GHz arasında -10 dB' in altında bir ekranlama etkinliđi değeri göstermiştir. Epoksi-PANI tabanlı Ta katkılı nikel ferrit bileşimlerinden en düşük ekranlama etkinliđi değeri 4.72 GHz frekansta -27.031 dB değeri ile $\text{Ni}_{0.99}\text{Ta}_{0.01}\text{Fe}_2\text{O}_{4.015}/\text{Aniline}:1/3$ kompoziti ile elde edilmiştir. Ayrıca 2.33 GHz ile 6.68 GHz arasındaki geniş frekans bölgesinde -10 dB' in altında bir ekranlama etkinliđi $\text{Ni}_{0.988}\text{Ta}_{0.012}\text{Fe}_2\text{O}_{4.018}/\text{Aniline}:1/3$ kompoziti ile elde edilmiştir. Epoksi-PANI/ NiFe_2O_4 :Mo bileşimleri içinden ise en iyi ekranlama etkinliđi değeri 7.24 GHz frekansta -28.674 dB olarak elde edilirken en geniş frekans aralığı olarak 1.509 GHz ile 6.681 GHz arasındaki frekans bandında -10 dB 'in altında ekranlama etkinliđi deperi elde edilmiştir. -20 dB ekranlama etkinliđi değeri için gelen elektromanyetik dalganın % 99 azaltıldığı ve karşı tarafa % 1 geçen elektromanyetik dalga ile karşılaştırılabilir, -30 dB değeri için ise gelen elektromanyetik dalganın % 99.9 azaltıldığı karşıya % 0.01 olarak geçtiđi anlaşılmaktadır. -10 dB'den daha düşük ekranlama etkinliđine sahip malzemeler uygun elektromanyetik dalga yutucular olarak kabul edilebilir. Katkılı polimer tabanlı nikel ferrit kompozitlerin ekranlama etkinliđi veya araya girme kaybı değerleri ile manyetik doyum değerleri aşıđıdaki tabloda verilmiştir. Mikrodalga ekranlama etkinliđi özellikleri, PANI içeriđinin kontrol edilmesi ile modüle edilebilmektedir. Kolay ve düşük maliyetli hazırlama yöntemleri ve daha iyi ekranlama etkinliđi performansı nedeniyle, PANI/katkılı Nikel ferrit kompozitleri mikrodalga ekranlama etkinliđi olan malzemeler olarak ümit vaat etmektedir. Katkılar ve Polianilin, NiFe_2O_4 'ün mikrodalga ekranlama etkinliđini geliştirmek için kullanılmıştır. Katkılı NiFe_2O_4 :PANI bileşimlerinin mikrodalga ekranlama etkinliđi özellikleri, PANI içeriđinin kontrol edilmesi ve gerekli frekans bantları için numuneler üzerindeki V-Tb-Cu-Hf-Ta-Mo katkılarının etkisi ile kolayca modüle edilebilir. V-Tb-Cu-Hf-Ta-Mo katkılı NiFe_2O_4 :PANI, mikrodalga ekranlama etkinliđine sahip malzemeler için aday olarak düşünülebilir. Katkı (Dopant) oluşumu,

Nikel ferrit ile ilgili bir başka ilgi alanıdır. Yüksek frekans bölgesinde manyetik malzemelerin geçirgenliği EM dalgaların oluşturduğu Eddy akımlarını azaltacağından dolayı, varolan eddy akımlarının etkisini azaltmak için iletken polimer matrisi (PANI) özellikle kullanılmıştır, PANI elektriksel kayıp oluşturmakta

Çizelge 6.1 : PANI tabanlı katkılı NiFe₂O₄ bileşiğinin belirli frekanslardaki ekranlama etkinliği (shielding effect yada insertion loss) değerleri genel özellikleri.

Katkı Oranı	Manyetik Doyum (emu/gr) 1.5 T	Epoksi-PANI1/1 Kompozit Ekranlama etkinliği (dB)	Epoksi-PANI 1/3 Kompozit Ekranlama etkinliği (dB)	Kalınlık (mm)	Polimersiz Sinterleme sıcaklığı (C ⁰)
V x=0.1	41.1	5.68 GHz -36.32	7.31 GHz -23.48	2	1100
V x=0.3	27.4	6.22 GHz -28.39	7.02 GHz -42.17	2	1100
Cu x=0.1	41.8	5.8 GHz -21	7.6 GHz -19.4	2	1250
Cu x=0.3	43.2	5.2 GHz -26.9	6.82 GHz -29	2	1250
Cu x=0.5	36.5	6.6 GHz -26.02	7.8 GHz -21.9	2	1250
Tb x=0.025	45.4	7.55 GHz -23.06	7.18 GHz -29.2	2	1250
Tb x=0.050	46.8	7.83 GHz -22.25	7.56 GHz -37.2	2	1250
Tb x=0.070	51.1	7.95 GHz -39.51	7.18 GHz -37.98	2	1250
Ta x=0.01	45.3	3.3 GHz -22.65	4.72 GHz -27.03	2	1200
Ta x=0.012	46.3	7.65 GHz -14.03	7.22 GHz -25.71	2	1200
Hf x=0.01	46	4.58 GHz -20.17	4.29 GHz -24.87	2	1200
Hf x=0.015	45.7	5.9 Hz -20.92	-	2	1200
Hf x=0.02	45.2	4.83 GHz -14.13	4.75 GHz -33.41	2	1200
Mo x=0.01	42.4	7.43 GHz -22.9	7.63 GHz -20.44	2	1100
Mo x=0.015	46.3	4.83 GHz -21.72	7.24 GHz -28.67	2	1100
Mo x=0.02	46.2	7.18 GHz -19.16	3.72 GHz -23.09	2	1100

iken, spinel manyetik malzemelerle kompozisyonu sonucu manyetik yutuculuk özelliğini de birleştirilip EM ekranlama etkinliği özelliği kontrol altına alınmıştır. Kullanılan malzeme kalınlığı nedeni ve elektron geçişleri sonucunda dipollerin yeniden düzenlenmesinden kaynaklanan küçük periyodik yansıma etkileri oluşmuştur, ekranlama etkinliği pikleri yüksek frekans bölgelerine doğru kaymıştır. Elektro manyetik yutucu (EM absorbing material) malzemenin tasarım prensibinde dielektrik kayıp (dielectric loss), manyetik kayıp (magnetic loss) , empedans uyumu (impedance match.) faktörleri göz önünde tutulmaktadır. Malzemelerin mikroyapısını kontrol etmeye odaklanmakla geniş band genişliğine ve büyük yansıma kaybına ulaşılmış olur. Mikrodalga ekranlama etkinliği değerinde düşüşlerin olduğu frekans bölgelerinde muhtemelen katkı elementinin polarizasyonunun farklı değerlerde olmasından ve dipollerin artan frekans ile alandaki değişimleri takip edemeyip alanın gerisinde kalmalarından kaynaklanmaktadır.

Nikel ferrit yapısında oluşan ikincil fazların nikel ferrit bileşiğinin ekranlama etkinliği ve yutucu özelliklerine etkileri detaylı şekilde araştırılabilir, yüksek frekanslarda PANI-tek fazlı katkılı $NiFe_2O_4$ 'ün mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri de ayrıca saptanabilir, katkılı $NiFe_2O_4$:PANI bileşimlerinin mikrodalga ekranlama etkinliği özellikleri, geniş bir konsantrasyon aralığı için araştırılabilir çözünürlük sınırı içindeki küçük ara değerlerde tekrar ölçülebilir. Nikel ferritin ekranlama etkinliği ,yansıma kaybı özellikleri çeşitli katkı maddeleri ve değişik türde polimerler kullanılarak geliştirilebilir kompozit yapılarak araştırılabilir, polimer tabanlı katkılı nikel ferritlere bor türevi mineraller eklenerek üçlü kompozitler üretilerek ölçümler alınabilir.



KAYNAKLAR

- [1] **Kamba, S., Noujni, D., Pashkin, A., Petzelt, J., Pullar, R.C., Axelsson, A.-K., and Alford, N.** (2006). Low temperature microwave and THz dielectric response in novel microwave ceramics, *Journal of the European Ceramic Society.*, 26, 1845–1851.
- [2] **Mu, G., Shen, H., Qiu, J., Gu, M.** (2006). Microwave absorption properties of a composite powders with low density, *Appl. Surf. Sci.*, 253, 2278–228.
- [3] **Wu, Y.P., Ong, C.K., Lin, G.Q., Li, Z.W.** (2006). Improved microwave magnetic and attenuation properties due to the dopant V_2O_5 in W-type barium ferrites, *Journal of Physics D: Applied Physics.*, 39, 2915.
- [4] **Geetha, S., Kumar, K. K. S., Trivedi, D.C.** (2005). Polyaniline reinforced conducting E-glass fabric using 4-chloro-3-methyl phenol as secondary dopant for the control of electromagnetic radiations, *Composites Science and Technology.*, 65, 973-980.
- [5] **Li, D. S., Horikawa, T., Liu J. R, Itoh, M. and Machida, K.** (2006). Electromagnetic wave absorption properties of iron/rare earth oxide composites dispersed by amorphous carbon powder, *Journal of Alloys and Compounds.*, 408, 1429-1433.
- [6] **Pawar, S. P., Gandhi, M. and Bose, S.** (2016). High performance electromagnetic wave absorbers derived from PC/SAN blends containing multiwall carbon nanotubes and Fe_3O_4 decorated onto graphene oxide sheets, *RSC Adv.*, 44, 37319-38498.
- [7] **Hajalilou, A., Hashim M., Ebrahimi, R., Kahrizangi R., Kamari, H Mohamed, Sarami, N.** (2014). Synthesis and structural characterization of nano sized nickel ferrite obtained by mechanochemical process, *Ceram.Int.*, 40, 5881-5887.
- [8] **Xiangfeng, C., Dongli, J. and Chenmou, Z.** (2007). The preparation and gas-sensing properties of $NiFe_2O_4$ nanocubes and nanorods, *Sens. Actuators B.*, 123, 793- 797.
- [9] **Hasmonay, E., Depeyrot, J., Sousa, M. H., Tourinho, F. A., Bacri, J. C., Perzynski, R., Raikher, Y. L. and Rosenman, I.** (2000). Magnetic and optical properties of ionic ferrofluids based on nickel ferrite nanoparticles, *J. Appl. Phys.*, 88, 6628-6635.
- [10] **Rana, S., Srivastava, R. S., Sorensson, M. M., Misra, R. D. K.** (2005). Synthesis and characterization of nanoparticles with magnetic core and photocatalytic shell: Anatase $TiO_2-NiFe_2O_4$ system, *Mater. Sci. Eng. B*, 119, 144-151.
- [11] **Raikher, Y. L., Stepanov, V. I., Depeyrot, J., Sousa, M. H., Tourinho, F. A. Hasmonay, E., Perzynski, L. R.** (2004). Dynamic optical probing of

the magnetic anisotropy of nickel-ferrite nanoparticles, *J. Appl. Phys.*, *96*, 5226-5233 .

- [12] **Han, D. H., Luo., H.L., Yang, Z.** (1996). Remanent and anisotropic switching field distribution of plate like Ba-ferrite and acicular particulate recording media, *J. Magn. Magn. Mater.*, *161*, 376-378.
- [13] **Giri, A. K. Pellerin, K. Pongsaksawad, W. Sorescu M. and Majetich, S.A.** (2000). Effect of Light on the Magnetic Properties of Cobalt Ferrite Nanoparticles, *IEEE Trans. Magn.*, *36*, 3029-3031 .
- [14] **Cunningham, C. H., Arai, T., Yang, P. C., McConnell, M. V., Pauly, J. M., Connolly, S. M.** (2005). Multifunctional nanoparticles possessing a “magnetic motor effect” for drug or gene delivery, *Angewandte Chemie.*, *117*(7), 1092-1095.
- [15] **Yoon,T.J., Kim, J.S., Kim, B.G., Yu, K.N., Cho, M.H., Lee, J.K** (2007). Comparing neural network and autoregressive moving average techniques for the provision of continuous river flow forecasts in two contrasting catchments, *Hydrolog. Process.*, *14*, 2157–2172.
- [16] **Sivakumar, P., Ramesh, R., Ramanand, A., Ponnusamy, S., Muthamizhchelvan, C.** (2013). Synthesis and characterization of NiFe₂O₄ nanoparticles and nanorods, *Journal of Alloys and Compounds.*, *563*, 6-11.
- [17] **Kinemuchi, Y., Ishizaka, K., Suematsu, H., Jiang, W., Yatsui, K.** (2002). Magnetic properties of nanosize NiFe₂O₄ particles synthesized by pulsed wire discharge, *Thin Solid Films.*, *407*, 109–113 .
- [18] **Patil, D. R., Chougule, B. K.** (2009). Effect of copper substitution on electrical and magnetic properties of NiFe₂O₄ ferrite, *Mater. Chem. Phys.*, *14*, 117, 35–40 .
- [19] **Liu, X. G., Jiang, J. J., Geng, D. Y., Li, B. Q., Liu, W., Zhang, Z. D.** (2009). nonlinear dielectric resonance and strong natural resonance in Ni/ZnO nanocapsules, *Appl. Phys. Lett.*, *94*, 053119.
- [20] **Wei, T., Jin, C. Q., Zhong, W., Liu, J. M.** (2007). High permittivity polymer embedded with Co/ZnO core/shell nanoparticles modified by organophosphorus acid, *Appl. Phys. Lett.*, *92*. 22907-22911 .
- [21] **Liu, X. G., Geng, D. Y., Meng, H., Shang, P. J., Zhang, Z. D.** (2008). Microwave-absorption properties of ZnO-coated iron nanocapsules, *Appl. Phys. Lett.*, *92*.
- [22] **Lu, X., Liang, G., Zhang, Y., Zhang, W.** (2006). Synthesis of FeNi₃/(Ni_{0.5}Zn_{0.5})Fe₂O₄ nanocomposite and its high frequency complex permeability, *Nanotechnology.*, *18*(1), 015701.
- [23] **Yan, L. G., Wang, J. B., Han, X. H., Ren, Y., Liu, Q. F., Li, F. S.** (2010). Enhanced microwave absorption of Fe nanoflakes after coating with SiO₂ nanoshell, *Nanotechnology.*, *21*(9), 095708.
- [24] **Hosseini, S. H., Mohseni, S. H., Asadnia, A., Kerdari, H.** (2011). Synthesis and Microwave Absorbing Properties of Polyaniline/MnFe₂O₄, *Nanocomposite Journal of Alloys and Compounds*, *509*, 4682 – 4687.

- [25] **Jianjun, H., Yuping, D., Jia, Z., Hui, J., Shunhua, L., Weiping, L.** (2011). MnO₂/Polyaniline Composites: Preparation, Characterization, and Applications in Microwave Absorption, *Physica B.*, 406, 1950 – 1955.
- [26] **Pardavi-Horvath M.** (2000). Microwave applications of soft ferrites, *J. Magn. Magn. Mater.*, 215, 171-183.
- [27] **Verma, A., Saxena, A. K., Dube, D. C.** (2003). Microwave permittivity and permeability of ferrite–polymer thick films, *J. Magn. Magn. Mater.*, 263, 228-234.
- [28] **Cho, S. B., Kang, D. H., Oh, J. H.** (1996). Relationship between magnetic properties and microwave-absorbing characteristics of NiZnCo ferrite composites, *J. Mater. Sci.*, 31, 4719-4722.
- [29] **Prakash, G.K.S., Suresh, P., Viva F., Olah, G.A.** (2008). Novel single step electrochemical route to γ -MnO₂ nanoparticle-coated polyaniline nanofibers: thermal stability and formic acid oxidation on the resulting nanocomposites, *J. Power Sources.*, 181, 79–84 .
- [30] **Zhang, P., Han, X.J., . Kang, L.L., Qiang, R., Liu, W.W., Du, Y.C.** (2013). Synthesis and characterization of polyaniline nanoparticles with enhanced microwave absorption, *RSC Adv.*, 3, 12694-12701.
- [31] **Mathew, K. T., Kumar, A. V. Praveen., John H** (2006). Polyaniline and Polypyrrole with PVC content for effective EMI shielding, *IEEE Int. Electromag. Compatibility.*, 443-445.
- [32] **D. Yuping, L. Shunhua, G. Hongtao,** (2000). Investigation of electrical conductivity and electromagnetic shielding effectiveness of polyaniline composites, *Science and Technology of Advanced Materials.*, 6, 513–518.
- [33] **Thirumalairajan, S., Girija, K., Ganesh, V., Mangalaraj,D., Viswanathan,C., Ponpandian, N.** (2013). Novel synthesis of LaFeO₃ nanostructure dendrites: a systematic investigation of growth mechanism, properties, and biosensing for highly selective determination of neurotransmitter compounds, *Cryst. Growth Des.*, 13, 291–302 .
- [34] **Meng, F., Wang, X., Jiang, D., Ma, R.** (2016). Microwave Absorbing and Magnetic Properties of the polyaniline Co_{0.7}Cr_{0.1}Zn_{0.2}Fe₂O₄ Composites, *Material Science.*, 22 (3), 354-357.
- [35] **Yang, C. C., Gung, Y. J., Hung, W. C., Ting, T. H., Wu, K. H.** (2010). Infrared and Microwave Absorbing Properties of BaTiO₃/Polyaniline and and BaFe₁₂O₁₉/Polyaniline Composites, *Composites Science and Technology.*,70, 466-471 .
- [36] **Rehman, S. U., Liu, J., Ahmed, R., Bi, H.** (2018). Synthesis of composite of ZnO spheres with polyaniline and their microwave absorption properties, *Journal of Saudi Chemical Society.*, 4, 1-6.
- [37] **Singh, K., Ohlan, A., Pham, V.H., Varshney, S., Jang, J., Hur, S.H., Choi, W.M., Kumar, M., Dhawan, S.K., Kong, B.S., Chung, J.S.** (2014). High densities of magnetic nanoparticles incorporated

polyaniline as a high performance shield against electromagnetic pollution, *Nanoscale.*, 5, 2411 -2420.

- [38] **Wang, X. J., Wang, F., Gao, C., Sun, D.** (2012). Preparation and electromagnetic wave absorption properties of carbon nanotubes-titanium dioxide nanoparticles, *Adv.Mater. Res.*, 457, 225–228 .
- [39] **Wang, G. Z., Gao, Z., Wan, G. P., Lin, S. W., Yang, P., Qin, Y.** (2014). High densities of magnetic nanoparticles supported on graphene fabricated by atomic layer deposition and their use as efficient synergistic microwave absorbers, *Nano Res.*, 7, 704–716 .
- [40] **Stonier, R.A.** (1991). Stealth aircraft technology from world war 2 to the gulf. Part 1. History and background, *SAMPE Journal*, 27, 9-17
- [41] **Halpern, O.** (1960). Method and Means For Minimizing Reflection of High Frequency Radio Waves, *U.S. Pat. No. 2*, 923-934
- [42] **Naito, Y., Mizumoto, T.** (1993). Ferrite grid Electromagnetic Absorbers, *Proc 1993 IEEE Int Symp. EMC.* 254-259.
- [43] **Ueno, H., Yasuyoshi, T., Yoshikado, S.** (1998). Fabrication of the Composite Ferrite Electromagnetic Wave Absorber, *J. Magn. Soc. Jpn.*, 22, 369–371
- [44] **Kwon, H. J., Han, D. H., Yoo, J. T., Kong, T. H., Hur. W. D.** (1998). Magnetic Properties and Microwave Absorbing Characteristics of Ni–Zn Ferrite, for the provision of continuous river flow forecasts in two contrasting catchments, *J. Magn. Soc. Jpn.*, 22, 372-374.
- [45] **Kim, Y. S., Kim, S. S.** (1998). Microwave Reflective and Absorbent Properties of Spinel Ferrite Composites, *J. Magn. Soc. Jpn.*, 22, 375-377.
- [46] **MacDiarmid, A.G., Yang, L.S., Huang, W.S., Humphrey, B.D.** (1987). Polyaniline: Electrochemistry and application to rechargeable batteries, *Synthetic Metals.*, 18, 393-398.
- [47] **Genies, E.M., Marchesiello, M.** (1993). Conducting polymers for biosensors application to new glucose sensors GOD entrapped into polypyrrole, GOD adsorbed on poly (3-methylthiophene), *Synthetic Metals.*, 57, 3677-3682.
- [48] **Genies, E.M., Boyle, A., Lapkowski, M. Tsintavis, C.** (1990). Polyaniline A historical survey, *Synthetic Metals.*, 36, 139-182.
- [49] **Still C.** (2000). *The Soul of Lodestone.* Murray Hill Book Inc, New York and Toronto.
- [50] **Owens, C. D.** (1956). A Survey of the Properties and Applications of Ferrites Below Microwave Frequencies, *Proc. IRE.*, 44, 1234-1248.
- [51] **Hilpert, S.** (1909). Correspondence as to Structure and Origin in Magnetic Properties of Ferrite and Iron Oxide, *Ber. Dtsch. Chem. Ges.*, 42, 2248–61.
- [52] **Hilpert, S., Wille, A.** (1932). Connection between Ferromagnetism and Structure of Ferrite, *Z. Phys. Chem.*, B18, 291–315.

- [53] **Kato, Y., Takei, T.** (1923). Characteristics of Metallic Oxide Magnet, *Inst. J. Electr. Eng. . Jpn.*, 53, 408-412.
- [54] **Prakash, O., Paraolia, R. S.** (1981). Preparation of Low-Loss Garnets , *3rd International Conference*, Kyoto Japan, Sept.–Oct.
- [55] **Kim, M., Jun, D. S., Park, J. R., Lee, S. S.** (1998). Fabrication of a Resonance Absorption-Type Microstrip Line Isolator Using Polycrystalline YIG, *J. Magn. Soc Jpn.*, 22, 363-365.
- [56] **Kotsuka, Y.** (1997). Ferrite Electromagnetic Wave Absorber, *J. Magn. Soc. Jpn* ,21, 1159–66.
- [57] **Chung, D.D.L.** (2000). Materials for electromagnetic interference shielding, *Journal of Materials Engineering and Performance.*, 9–350-354.
- [58] **Ting, T. H., Yu, R. P., Jau, Y. N.** (2011). Synthesis and microwave absorption characteristics of polyaniline/NiZn ferrite composites in 2–40 GHz, *Materials Chemistry and Physics*, 126, 364-36.
- [59] **Elsayed, A. H., Mohy Eldin M. S., Elsyed, A. M., Abo Elazm, A. H ., Younes, E. M., Motaweh, H. A.** (2011). Synthesis and Properties of Polyaniline/ferrites Nanocomposites, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 6, 206-221.
- [60] **Khairy, M.** (2014). Synthesis, characterization, magnetic and electrical properties of polyaniline/NiFe₂O₄ nanocomposite, *Synthetic Metals.*, 189, 34-41 .
- [61] **Khairy, M., Gouda, M.E.** (2015). Electrical and optical properties of nickel ferrite/polyaniline nanocomposite, *Journal of Advanced Research.*, 6, 555–562.
- [62] **Gemeay, A. H., El-Sharkawy, R. G., Mansour, I. A., Zaki, A.B.** (2007). Preparation and characterization of polyaniline/manganese dioxide composites and their catalytic activity, *Journal of Colloid and Interface Scienc.*, 308, 385–394.
- [63] **Leng, C., Wei, J., Liu, Z., Shi, J.** (2011). Influence of imidazolium-based ionic liquids on the performance of polyaniline–CoFe₂O₄ nanocomposites, *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 3052–3056.
- [64] **Chanshetty, V. B., Sangshetty B., Sharanappa, K.** (2012). Surface Morphology Studies and Thermal analysis of V₂O₅ doped polyaniline composites, *International Journal of Engineering Research and Applications (IJERA).*, 2, 611-616.
- [65] **Kamalama, M. B. R., Balachander B. K., Sethuraman, K.** (2016). Solvothermal Synthesis and Characterization of Reduced Graphene , oxide/ Vanadium Pentoxide Hybrid nanostructures, *Materials Today*, 3, 2132–214.
- [66] **Saravanakumar, B., Purushothaman K. K., . Muralidharan, G.** (2015). High performance supercapacitor based on carbon coated V₂O₅ nanorods, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 758, 111-116.
- [67] **Josephine, R. L., Sujaa S., Raj, A. D.** (2016). Comparison of optical, structural, morphological, vibrational and thermal analysis of V₂O₅

nanobelts prepared with and without the application of constant current source from renewable energy, *Optik*, 127, 3299–3302.

- [68] **Zakharovaa, S., Galina, Y. Liub, Enyashina, A. N., Yang, X., Zhou, J., Jinb, W., Chen, W** (2018). Metal cations doped vanadium oxide nanotubes: Synthesis, electronic structure, and gas sensing properties, *Sensors and Actuators B.*, 256, 1021-1029.
- [69] **Sohn, J. R., Seo K.C., Pae, Y. I.** (2003). Characterization of Vanadium Oxide Supported on Zirconia and Modified with MoO₃, *Bull. Korean Chem. Soc.*, 24, 311-317.
- [70] **Elsayed, A. H., Mohy Eldin, M. S., Elsyed, A. M., Abo Elazm, A. H., Younes, E. M., Motaweh, H. A.**(2011). Synthesis and Properties of Polyaniline/ferrites Nanocomposites, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 6,206-221.
- [71] **Khairy, M.** (2014). characterization, magnetic and electrical properties of polyaniline/NiFe₂O₄ nanocomposite, *Synthetic Metals*, 189 .34-41.
- [72] **Khairy, M., Gouda, M.E.** (2015). Electrical and optical properties of nickel ferrite/polyaniline nanocomposite, *Journal of Advanced Research*,6, 555-562.
- [73] **Gemeay, A. H., El-Sharkawy, R. G., Mansour, I. A., Zaki, A.B.**, (2007). Preparation and characterization of polyaniline/manganese dioxide composites and their catalytic activity, *Journal of Colloid and Interface Science*, 308, 385–394.
- [74] **Leng, C., Wei, J., Liu, Z., Shi, J.** (2011). Influence of imidazolium-based ionic liquids on the performance of polyaniline–CoFe₂O₄ nanocomposites, *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 3052–3056.

ÖZGEÇMİŞ

Ad Soyad: Ethem İlhan ŞAHİN

Doğum Yeri ve Tarihi: İzmir 1982

E-Posta: shnethem@gmail.com

Lisans: Çukurova Üniversitesi Fizik Bölümü

Yüksek Lisans : -Beykent Üniversitesi Fen Bilimleri Enst. Matematik-Bilgisayar

-Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enst. Fizik

TEZDEN TÜRETİLEN YAYINLAR/SUNUMLAR

- **Şahin E.İ.**, Paker S., Kartal M. (2019). Microwave Absorbing Properties of Polyaniline-NiFe₂O₄:V composites. *Journal of the Chemical Society of Pakistan*,
- **Şahin E.İ.**, Paker S., Kartal M.(2019). Characterization, Production and Microwave Absorbing Properties of Polyaniline-NiFe₂O₄:Tb Composites. *Materials Science (Medziagotyra)*,25(3)
- **Şahin E.İ.**, Kartal M., Mergen A. (2017). Microwave Absorbing Properties of Polyaniline-NiFe₂O₄:Cu composites. *Sustainable Materials Science and Technology (SMST2)*, 2th International Conference, July 19-21, 2017 Canary Island, Spain
- **Şahin E.İ.**, Kartal M., Mergen A., Pınar S.K., (2017). Effect of Ni and SB Substitution on the dielectric Properties Ba(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃ Ceramics. *Sustainable Materials Science and Technology (SMST2)*, 2th International Conference, July 19-21, 2017 Canary Island, Spain
- **Şahin E.İ.**, Kartal M., Emek M. (2017). Microwave Absorbing Properties of Polyaniline-NiFe₂O₄:Tb composites. *2nd International Congress on Mathematics, Engineering and Natural Sciences*, 2th International Conference, September 18-25, 2017 Tokyo, Japan

