

**T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MİKRODALGA SOĞURUCU  
NANOPARÇACIKLARIN ARAŞTIRILMASI**

**DOKTORA TEZİ**

**ÖZLEM AKMAN**

**Enstitü Anabilim Dalı : FİZİK**  
**Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Ali ÇORUH**  
**Ortak Danışmanı : Prof. Dr. Bekir AKTAŞ**

**Temmuz 2012**

T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MİKRODALGA SOĞURUCU  
NANOPARÇACIKLARIN ARAŞTIRILMASI

DOKTORA TEZİ

Özlem AKMAN

Enstitü Anabilim Dalı : FİZİK

Bu tez 25 / 07 / 2012 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.



Yrd. Doç. Dr.  
Ali ÇORUH  
Jüri Başkanı




Prof. Dr.  
Bekir AKTAŞ  
Ortak Danışman



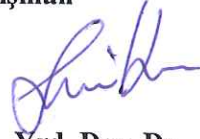
Prof. Dr.  
H. Murat TÜTÜNCÜ  
Üye



Doç. Dr.  
Mustafa ÖZDEMİR  
Üye



Prof. Dr.  
İbrahim OKUR  
Üye



Yrd. Doç. Dr.  
Sinan KAZAN  
Üye



Yrd. Doç. Dr.  
Fikret YILDIZ  
Üye

## TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca beni maddi manevi her şekilde destekleyen, hiçbir yardımını esirgemeyen, bilgi ve tecrübesiyle, bana sağlamış olduğu fırsatlarla çalışmalarım da kolaylık sağlayan, üzerimde büyük emeği olan saygıdeğer çok değerli hocam, tez danışmanım Prof. Dr. Bekir AKTAŞ'a sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum.

Tez çalışmalarımı GYTE de yapmamı destekleyen tez danışmanım Yrd. Doç Dr. Ali ÇORUH hocama ve her daim takdirleriyle beni destekleyen değerli hocam Prof. Dr. Hüseyin Murat TÛTÛNCÛ'ye ve Prof. Dr. İbrahim OKUR'a çok teşekkür ederim.

Deneysel çalışmalarım boyunca bilgi ve deneyimiyle beni aydınlatan, yardımlarını esirgemeyen, değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Hüseyin KAVAS'a ve engin kimya bilgisiyle bana sağlamış olduğu malzeme ve laboratuvar imkanlarıyla her daim desteğini hissettiğim çok değerli saygıdeğer hocam Doç. Dr. Abdulhadi BAYKAL'a, ayrıca Doç. Dr. Hüseyin SÖZERİ ve laboratuvar şartlarının oluşmasında büyük emeği olan Arş. Gör. Mahmut Sami KAVRIK'a teşekkürlerimi sunarım.

Bekir hocamla tanışmama ve GYTE de doktora çalışmalarımı yapmama vesile olan, her daim desteğini hissettiğim değerli hocam Doç. Dr. Mustafa ÖZDEMİR başta olmak üzere, GYTE-NASAM gurubunun tüm değerli üyeleri Doç. Dr. Bulat RAMEEV, Doç. Dr. Numan AKDOĞAN, Yrd. Doç. Dr. Sinan KAZAN, Yrd. Doç. Dr. Fikret YILDIZ hocalarıma ve M.ÖZTÛRK, E.DEMİRCİ, R.TOPKAYA, F.AY ve ismini zikretmediğim tüm çalışanlarına sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca, bu tezin gerçekleşmesinde sağladıkları maddi desteklerinden ötürü Sanayi Bakanlığı'na (EMARSOM-00185.STZ.2007-2), Devlet Planlama Teşkilatı'na (NASAM-2009K120730) ve TÛBİTAK'a (2009T061) çok teşekkür ederim.

Son olarak, bu yolda ilerlememde beni cesaretlendiren değerli büyüğüm B.PİRİM'e, yalnızca tezimde değil attığım her adımda yanımda olan canım anneme ve kardeşlerime sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

# İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	x
TABLolar LİSTESİ.....	xvii
ÖZET.....	xviii
SUMMARY.....	xix

## BÖLÜM 1.

GİRİŞ.....	1
------------	---

## BÖLÜM 2.

ELEKTROMANYETİK RADYASYON SOĞURMA TEORİSİ.....	9
2.1. Elektromanyetik Dalga Teorisi.....	9
2.1.1. Maxwell denklemleri.....	10
2.1.2. Elektromanyetik dalga denklemleri.....	12
2.1.3. TE Dalga karakteristik empedans hesabı.....	16
2.1.4. Sınır koşulları yansıma geçme katsayılar hesabı.....	17
2.2. Network Analizörü ve Çalışma Prensibi .....	23
2.2.1. S-parametreleri (Saçılma parametreleri).....	25
2.2.2. Dikdörtgen dalga kılavuzları (Rectangular waveguides).....	28
2.3. Ölçüm Teknikleri.....	37
2.3.1. İletim hattı tekniği .....	39
2.3.2. Serbest ortam iletim tekniği.....	40
2.3.3. Açık-uçlu koaksiyel kablo tekniği .....	42
2.3.4. Rezonans kavite tekniği.....	43

2.4. Hesaplama Yöntemleri ve NRW.....	44
2.4.1. NRW (Nicolson-Ross-Weir) algoritması.....	45
2.4.2. NRW Algoritması ile yansımaya ve geçme katsayı hesabı.....	46
2.4.3. NRW Algoritması ile fiziksel parametrelerin hesabı.....	48
2.4.4. Yansımaya kaybı (Reflection Loss) hesabı .....	50
BÖLÜM 3.	
MİKRODALGA SOĞURUCU MALZEME ÜRETİMİ.....	52
3.1. Manyetik Nanotozlar.....	52
3.1.1. BaM hekzaferrit nanotozların üretimi (Sol-Jel yöntemi).....	54
3.2. Nanometal Kaplı PAN Kompozitler-BEZLER.....	57
3.2.1. Nanometal malzeme üretimi (Akımsız metal kaplama).....	59
BÖLÜM 4.	
YAPISAL KARAKTERİZASYON VE MİKRODALGA SOĞURMA ÖLÇÜMLERİ.....	65
4.1. Polianilin (PANI) Kaplı BaM Nanotozlar (BT Serisi).....	67
4.1.1. XRD Analizi .....	67
4.1.2. TG Analizi .....	68
4.1.3. SEM ve TEM Analizi .....	69
4.1.4. VSM Analizi .....	71
4.1.5. Mikrodalga Soğurma Ölçümleri .....	73
4.2. Polipirol (PPy) Kaplı BaM Nanotozlar (AB Serisi).....	77
4.2.1. XRD Analizi .....	77
4.2.2. TG Analizi .....	79
4.2.3. SEM ve TEM Analizi .....	80
4.2.4. FT-IR Analizi .....	82
4.2.5. VSM Analizi .....	83
4.2.6. Mikrodalga Soğurma Ölçümleri.....	84
4.3. Nanometal Kaplı PAN Bezler (OA Serisi).....	94
4.3.1. XRD Analizi .....	95
4.3.2. SEM Analizi .....	97
4.3.3. VSM Analizi .....	101

4.3.4. Mikrodalga Soğurma Ölçümleri.....	103
BÖLÜM 5.	
SONUÇ VE YORUMLAR.....	106
5.1. Polianilin Kaplanmış Nanotozlar.....	106
5.1.1. PANI kaplı nanotozların mikrodalga soğurma ve parazit kalkan verimliliği.....	106
5.2. Polipirol Kaplanmış Nanotozlar.....	111
5.2.1. PPy kaplı nanotozların mikrodalga soğurma ve parazit kalkan verimliliği.....	112
5.2.2. PPy kaplı nanotozların mikrodalga dielektrik ve manyetik özellikleri .....	116
5.2.3. PPy kaplı nanotozların yansıma kaybı (RL) .....	119
5.3. Nanometal Kaplı PAN Bezler .....	121
5.3.1. PAN kompozitlerin mikrodalga soğurma ve parazit kalkan özellikleri.....	121
5.3.2. PAN kompozitlerin mikrodalga dielektrik ve manyetik özellikleri .....	123
5.3.3. PAN kompozitlerin yansıma kaybı (RL) .....	130
BÖLÜM 6.	
TARTIŞMA VE ÖNERİLER.....	134
KAYNAKLAR.....	137
EKLER.....	151
ÖZGEÇMİŞ.....	157

## SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

$\vec{E}$	: Elektrik alan şiddeti (V/m)
$\vec{D}$	: Deplasman akısı (C/m <sup>2</sup> )
$\vec{B}$	: Manyetik indüksiyon akısı
$\vec{H}$	: Manyetik alan (T veya Wb/m <sup>2</sup> )
$\rho$	: Elektrik yük yoğunluğu (C/m <sup>3</sup> )
$\sigma$	: Ortamın iletkenlik değeri (S/m)
$\vec{J}$	: Elektrik akım yoğunluğu (A/m <sup>2</sup> )
$f$	: Frekans
$f_c$	: Limit Frekansı
$\gamma$	: İlerleme katsayısı
$k$	: Dalga sayısı
$\omega$	: Açısal hız
$Z$	: Empedans
$\eta_0 = 377$	: Boşluğun Empedansı
$\bar{\eta}$	: Ortamın boşluğa göre bağıl empedansı
$\epsilon$	: Elektriksel geçirgenlik katsayısı (permütivite)
$\mu$	: Manyetik geçirgenlik katsayısı (permabilite)
$\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-12}$ F/m	: Boşluğun elektriksel geçirgenliği
$\mu_0 = 0.4 \pi \times 10^{-6}$ H/m	: Boşluğun manyetik geçirgenliği
$\epsilon_r = \epsilon / \epsilon_0$	: Boşluğa göre bağıl elektriksel geçirgenlik
$\mu_r = \mu / \mu_0$	: Boşluğa göre bağıl manyetik geçirgenlik
$\tan \delta_e$	: Dielektrik kayıp tanjantı
$\tan \delta_m$	: Manyetik kayıp tanjantı
$V_r$	: Yansıyan dalga gerilim şiddeti

$V_i$	: Gelen dalga gerilim şiddeti
dB	: Desibel
$S_{11}$	: Yansımaya Parametresi
$S_{21}$	: Geçme Parametresi
$S_{11}'$	: Metal destekli numune için yansımaya Parametresi
$\Gamma$	: Yansımaya Katsayısı
R	: Yansımaya Katsayısı
T	: Geçme Katsayısı
A	: Soğurma Katsayısı
SE	: Parazit Kalkan Verimi (Shielding Efficiency)
RL	: Ölçülen veya hesaplanan yansımaya kaybı
D	: Anten-Dalga kılavuzu köşegen uzunluğu
M	: Miknatıslanma
$\mu$	: Manyetik Moment
$\mu_B$	: Bohr Manyetonu
M <sub>S</sub>	: Doyum miknatıslanması
H <sub>c</sub>	: Koersif alan
M <sub>r</sub>	: Kalıcı miknatıslanma değeri
K	: Manyetik Anizotropi Katsayısı
f <sub>FMR</sub>	: Ferromanyetik rezonans frekansı
a	: Örgü hücre parametresi
c	: Örgü hücre parametresi
V	: Örgü hücre hacmi
S	: Spinel yapı ( $S = Fe_6O_8^{+2}$ )
R	: Hekzagonal yapı ( $R = MFe_6O_{11}^{-2}$ )
(hkl)	: Hücre içersindeki yüzey indisi
kG	: Kilo Gauss
kOe	: Kilo Oersted
Hz	: Hertz
MD	: Mikrodalga
RF	: Radyo frekansı
EMARSOM	: Elektromanyetik Radyasyon Soğurucu Malzeme



RAM	: Radar Soğurucu Malzeme (Radar Absorbent Material)
RCS	: Radar Kesit Alanı (Radar Cross Section)
EMI	: Elektromanyetik Dalga Girişimi
EMR	: Elektromanyetik Radyasyon
NRW	: Nicolson-Ross-Weir
SWR	: Duran dalga oranı (SWR- Standing Wave Ratio)
XRD	: X-Işını Kırınımı (X-Ray Diffraction)
FTIR	: Fourier Dönüştürülmüş Kızılötesi Spektrumu (Fourier Transformed Infrared)
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscopy - SEM)
TEM	: Geçirmeli elektron mikroskobu (Transmission Electron Microscopy - TEM)
VSM	: Titreşimli Örnek Manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometer)
TGA	: Termogravimetrik Analiz
VNA	: Vektörel Network Analizör
CVD	: Kimyasal Buhar Birikme (Chemical Vapor Deposition)
BaM	: Baryum-hekzaferrit ( $BaFe_{12}O_{19}$ )
PAN	: Poliakrilinitrile
PPy	: Polipirol
PANI	: Polianilin
PMMA	: Polimetametilakrilat
PVP	: Polivinilpirrolidon
PVA	: Polivinilalkolkoasetat
BST	: Baryum Sitronsiyum titanat
BT Serisi	: PANI- $BaFe_{12}O_{19}$ - $TiO_2$
AB Serisi	: PPy- $BaFe_{12}O_{19}$ - $TiO_2$
MCT Serisi	: $BaFe_{11}Mn_xCo_yTi_zO_{19}$
OA Serisi	: Ni, Co, $Ni_{0.5}Co_{0.5}$ nanometal kaplı kompozit bezler
X band	: 8.2-12.4 GHz

Ku band	: 12.4-18 GHz
K band	: 18-26.5 GHz
TEM Mod	: Dikine Elektromanyetik Dalga Modu
TE Mod	: Dikine Elektrik Dalga Modu
TM Mod	: Dikine Manyetik Dalga Modu

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Elektromanyetik dalga gösterimi.....	9
Şekil 2.2.	Malzeme üzerine düşürülen elektromanyetik dalganın davranışı..	17
Şekil 2.3.	VNA-test düzeneği yapısı şematik gösterimi .....	23
Şekil 2.4.	Network Analizörde EM dalganın malzemedan geçişi ve parametreleri.....	24
Şekil 2.5.	Doğrusal iki portlu mikrodalga devresi.....	25
Şekil 2.6.	İki portlu lineer bir devrede S-parametreleri, gelen ve yansıyan dalgaların gösterimi .....	27
Şekil 2.7.	Dalga kılavuzları.....	28
Şekil 2.8.	Dalga kılavuzu sınır değerleri gösterimi.....	31
Şekil 2.9.	Dalga kılavuzu TE modu elektrik ve manyetik alanların gösterimi.....	33
Şekil 2.10.	Dielektrik özelliğın frekansa bağılı şematik gösterimi.....	37
Şekil 2.11.	İletim hattı metodu; dalga kılavuzu ve koaksiyel hat şematik gösterimi.....	39
Şekil 2.12.	Dalga kılavuzu için iletim hattı deney seti.....	39
Şekil 2.13.	Dalga kılavuzu iletim hattı tekniğı; a) Metal perdelemesiz, b) Metal perdelemeli yansıma (S11) ve c) geçme (S21) ölçüm düzeneğı resmi.....	40
Şekil 2.14.	Serbest ortam iletim tekniğı.....	40
Şekil 2.15.	Serbest ortam iletim deney seti.....	41
Şekil 2.16.	Serbest ortam deney düzeneğı resmi.....	41
Şekil 2.17.	Açık-uçlu koaksiyel kablo tekniğı.....	42
Şekil 2.18.	Katı malzemeler için açık uçlu koaksiyel kablo tekniğı deney set	42
Şekil 2.19.	Sıvı malzemeler için açık uçlu koaksiyel kablo tekniğı deney seti	43
Şekil 2.20.	Rezonans kavite tekniğı.....	43

Şekil 2.21.	Rezonans kavite tekniği deney seti.....	43
Şekil 2.22.	NRW Algoritması.....	45
Şekil 3.1.	M tipi BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> kristal yapısı.....	53
Şekil 3.2.	TiO <sub>2</sub> karışıklı PANI ve PPy kaplanmış BaM nanotozlar .....	55
Şekil 3.3.	Toz numunenin ölçüm öncesi dalga kılavuzu penceresine tam olarak yerleştirilmesi.....	56
Şekil 3.4.	Mikrodalga ölçüm öncesi hazırlanan numunelerin resmi.....	56
Şekil 3.5.	Dalga kılavuzu tekniği ölçüm resmi.....	56
Şekil 3.6.	Fiber nanometal kaplanma süreci.....	59
Şekil 3.7.	Akımsız metal kaplama tekniği için kullanılan deney düzeneği...	60
Şekil 3.8.	Kaplama öncesi PAN bezlerin ve fiberlerin görünümü.....	61
Şekil 3.9.	Ultrasonik banyo sistemi ve kurutma sistemi.....	61
Şekil 3.10.	Hassaslaştırma banyosu.....	62
Şekil 3.11.	Aktifleştirme banyosu.....	62
Şekil 3.12.	Kaplama banyosu.....	63
Şekil 3.13.	Kaplama sonrası PAN bezlerin ve fiberlerin görünümü .....	63
Şekil 4.1.	a) Saf BaM ve PANI kaplanmış, b) P-BT21, c) P-BT11 ve d) P-BT12 nanoparçacıklarına ait XRD desenleri.....	67
Şekil 4.2.	PANI-BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> -TiO <sub>2</sub> nanoparçacıklarına ait TGA termogramları.....	68
Şekil 4.3.	Saf Ba-hekzaferrit nanoparçacıklarının SEM resimleri.....	69
Şekil 4.4.	Saf Ba-hekzaferrit nanoparçacıklarına ait TEM resimleri.....	69
Şekil 4.5.	P-BT11 numunesine ait TEM resimleri.....	70
Şekil 4.6.	Farklı manyetik ve dielektrik kütle oranlarına sahip a) BaM:TiO <sub>2</sub> , b) polimer kaplanmış PANI-BaM:TiO <sub>2</sub> kompozit nanoparçacıklarının M-H histeresiz eğrileri.....	71
Şekil 4.7.	1.5 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağılı yansıma ve geçme parametreleri ve hesaplanmış yansıma ve geçme katsayı değerleri.....	73
Şekil 4.8.	2.5 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağılı yansıma ve geçme	

	parametreleri ve hesaplanmış yansımaya ve geçme katsayı değerleri.....	74
Şekil 4.9.	3 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya-S11 ve geçme-S21 parametreleri ve hesaplanmış yansımaya-R ve geçme-T katsayı değerleri .....	75
Şekil 4.10.	4 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya ve geçme parametreleri ve hesaplanmış yansımaya ve geçme katsayı değerleri.....	76
Şekil 4.11.	Saf BaM nanoparçacıklarına ait XRD desenleri.....	77
Şekil 4.12.	Polimer kaplanmış PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> (B21) kompozit nanotozlara ait XRD desenleri.....	78
Şekil 4.13.	BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit nanotozlara ait XRD desenleri.....	79
Şekil 4.14.	PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> nanoparçacıklarına ait TGA termogramları.....	79
Şekil 4.15.	Saf BaM nanoparçacıkları için a) 1µm b) 100 nm c) 100 nm ölçekli alınan SEM resimleri.....	80
Şekil 4.16.	a) Saf BaM b) BaM-TiO <sub>2</sub> c) PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> nanoparçacıklarına ait HR-TEM resimleri.....	81
Şekil 4.17.	B21 nanokompozit numuneye ait FT-IR spektrumu.....	82
Şekil 4.18.	a) Saf BaM ve b) BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> -TiO <sub>2</sub> -PPy kompozitlerine ait oda sıcaklığında alınmış M-H histerezis eğrileri.....	83
Şekil 4.19.	1.5 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya ve geçme parametreleri değerleri.....	85
Şekil 4.20.	1.5 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı hesaplanmış yansımaya ve geçme katsayı değerleri.....	86
Şekil 4.21.	2.5 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya ve geçme parametreleri değerleri .....	87
Şekil 4.22.	2.5 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı hesaplanmış yansımaya	

	ve geçme katsayı değerleri.....	88
Şekil 4.23.	3 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya ve geçme parametreleri değerleri.....	89
Şekil 4.24.	3 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı hesaplanmış yansımaya ve geçme katsayı değerleri.....	90
Şekil 4.25.	4 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya ve geçme parametreleri değerleri.....	91
Şekil 4.26.	4 mm kalınlıkta BaM, TiO <sub>2</sub> , BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı hesaplanmış yansımaya ve geçme katsayı değerleri.....	92
Şekil 4.27.	Minimum ve maksimum sürelerde a) Ni, b) Co ve c) Ni <sub>0,5</sub> Co <sub>0,5</sub> banyosunda metal kaplanmış PAN bezlere ait XRD desenleri.....	96
Şekil 4.28.	OA01 kodlu ham beze ait 200µm ve 10 µm ölçekli SEM resimleri.....	97
Şekil 4.29.	a) OA02, b) OA05 kodlu Ni kaplı PAN bez kompozitlere ait SEM resimleri.....	98
Şekil 4.30.	a) OA24, b) OA27 kodlu Co kaplı PAN bez kompozitlere ait SEM resimleri.....	98
Şekil 4.31.	a) OA54, b) OA57 kodlu Ni <sub>0,5</sub> Co <sub>0,5</sub> metali kaplanmış PAN bez kompozitlere ait SEM resimleri.....	99
Şekil 4.32.	En kısa ve en uzun süre ile Ni, Co ve Ni <sub>0,5</sub> Co <sub>0,5</sub> nanometal kaplanmış PAN bezlere ait oda sıcaklığında alınmış ve fitleri yapılmış M-H histerezis eğrileri.....	102
Şekil 4.33.	4 farklı sürede Ni metali kaplanmış 2 mm kalınlığa sahip PAN bezlere ait a) yansımaya-S11, b) geçme-S21, c) yansımaya katsayısı-R ve d) geçme katsayısı-T grafikleri.....	103
Şekil 4.34.	4 farklı sürede Co metali kaplanmış 2 mm kalınlığa sahip PAN	

	bezlere ait a) yansım-S11, b) geçme-S21, c) yansım katsayısı-R ve d) geçme katsayı-T grafikleri.....	104
Şekil 4.35.	4 farklı sürede Ni-Co metali kaplanmış 2 mm kalınlıđa sahip PAN bezlere ait a) yansım-S11, b) geçme-S21, c) yansım katsayısı-R ve d) geçme katsayı-T grafikleri.....	105
Şekil 5.1.	BaM ve TiO <sub>2</sub> nanoparçacıklarına ait a) sođurma-A ve b) parazit kalkan verimliliđi-SE deđerlerinin frekansa bađlı davranıřı.....	106
Şekil 5.2.	BaM-TiO <sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO <sub>2</sub> nanokompozitlerine ait a) t=1.5 mm, b) t=2.5 mm, c) t=3 mm ve d) t=4 mm gibi dört farklı kalınlık durumu için frekansa bađlı sođurma-A grafikleri.....	107
Şekil 5.3.	BaM-TiO <sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO <sub>2</sub> nanokompozitlerine ait a) t=1.5 mm, b) t=2.5 mm, c) t=3 mm ve d) t=4 mm gibi dört farklı kalınlık durumu için frekansa bađlı parazit kalkan verimliliđi-SE grafikleri.....	108
Şekil 5.4.	P-BT12 kompozit malzemesine ait frekans ve kalınlıđa bađlı hesaplanan sođurma yüzdeliđi (%A) eđrileri .....	110
Şekil 5.5.	P-BT12 kompozit malzemesine ait frekans ve kalınlıđa bađlı hesaplanan parazit kalkan verimliliđi (SE) eđrileri.....	110
Şekil 5.6.	BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> nanokompozitlerine ait a) t=1.5 mm, b) t=2.5 mm, c) t=3 mm ve d) t=4 mm gibi dört farklı kalınlık durumu için frekansa bađlı sođurma-A grafikleri.....	112
Şekil 5.7.	B12 kompozit malzemesine ait frekans ve kalınlıđa bađlı hesaplanan sođurma yüzdeliđi (%A) eđrileri .....	113
Şekil 5.8.	B21 kompozit malzemesine ait frekans ve kalınlıđa bađlı hesaplanan sođurma yüzdeliđi (%A) eđrileri.....	114
Şekil 5.9.	BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> nanokompozitlerine ait a) t=1.5 mm, b) t=2.5 mm, c) t=3 mm ve d) t=4 mm gibi dört farklı kalınlık durumu için frekansa bađlı parazit kalkan verimliliđi-SE grafikleri.....	115
Şekil 5.10.	B12 kompozit malzemesine ait frekans ve kalınlıđa bađlı hesaplanan parazit kalkan verimliliđi (SE) eđrileri.....	116
Şekil 5.11.	BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> nanokompozitlerine ait frekansa	

	bağlı a) kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ( $\epsilon'$ ) ve b) dielektrik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\epsilon$ ) eğrileri.....	117
Şekil 5.12.	BaM-TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO <sub>2</sub> nanokompozitlerine ait frekansa bağlı a) kompleks manyetik geçirgenlik reel bileşeni ( $\mu_r'$ ) ve b) manyetik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\mu$ ) eğrileri.....	118
Şekil 5.13.	BaM-TiO <sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO <sub>2</sub> nanokompozitlerine ait frekansa bağlı yansıma kaybı (RL) eğrileri.....	119
Şekil 5.14.	OA PAN bezlere ait frekansa bağlı a) soğurma-A ve b) parazit kalkan verimliliği-SE grafikleri.....	122
Şekil 5.15.	Ni kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ( $\epsilon'$ ) ve b) dielektrik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\epsilon$ ) eğrileri.....	124
Şekil 5.16.	Ni kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks manyetik geçirgenlik reel bileşeni ( $\mu_r'$ ) ve b) manyetik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\mu$ ) eğrileri.....	124
Şekil 5.17.	Co kaplanmış PAN kompozit bezlerin frekansa bağlı a) kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ( $\epsilon'$ ) ve b) dielektrik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\epsilon$ ) eğrileri.....	125
Şekil 5.18.	Co kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks manyetik geçirgenlik reel bileşeni ( $\mu_r'$ ) ve b) manyetik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\mu$ ) eğrileri.....	126
Şekil 5.19.	Ni <sub>0.5</sub> Co <sub>0.5</sub> kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ( $\epsilon'$ ) ve b) dielektrik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\epsilon$ ) eğrileri.....	127
Şekil 5.20.	Ni <sub>0.5</sub> Co <sub>0.5</sub> kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks manyetik geçirgenlik reel bileşeni ( $\mu_r'$ ) ve b) manyetik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\mu$ ) eğrileri.....	128
Şekil 5.21.	En kısa ve en uzun süre Ni, Co ve Ni <sub>0.5</sub> Co <sub>0.5</sub> kaplanmış PAN bezlerin frekansa bağlı $\epsilon'$ , $\mu'$ , $\tan \delta_\epsilon$ ve $\tan \delta_\mu$ eğrileri.....	129
Şekil 5.22.	Ni, Co ve Ni <sub>0.5</sub> Co <sub>0.5</sub> kaplanmış PAN bezlere ait frekansa bağlı a)	



	yansıma kaybı (RL) eğrileri ve b) kompozitlerin kaplama süresine bağlı RL eğrileri kontor grafikleri.....	131
Şekil 5.23.	Ni, Co ve Ni <sub>0.5</sub> Co <sub>0.5</sub> kaplanmış PAN kompozit bezlere ait nanometal kaplama süresine bağlı a) merkez frekansları f <sub>c</sub> (GHz) b) en düşük yansıma kaybı (RL) değerleri ve b) -20 dB sınırında frekans band genişlikleri çizimi.....	132
Şekil B.1.	Mikrodalga ölçüm öncesi numune hazırlama deney seti.....	152
Şekil B.2.	Mikrodalga ölçüm öncesi pencereye uygun hazırlanan toz numuneler.....	152
Şekil B.3.	Nanometal kaplanmış PANI bezlerin SEM ve TEM öncesi hazırlık süreci.....	152
Şekil C.1.	Mikrodalga ölçüm süreci .....	153
Şekil C.2.	Radarlarda kullanılan dalga boyu ve frekans bandı.....	153
Şekil D.1.	TÜBİTAK, a) $\epsilon'$ ve b) $\mu'$ nanometal kaplı PAN tekstil ölçüm sonuçları hazırlık süreci.....	154
Şekil D.2.	TÜBİTAK, a) $\epsilon''$ ve b) $\mu''$ nanometal kaplı PAN tekstil ölçüm sonuçları hazırlık süreci.....	155

## TABLULAR LİSTESİ

Tablo 2.1.	X-band $TE_{mn}$ mod için sınır frekansları.....	35
Tablo 2.2.	X-band $TM_{mn}$ mod için sınır frekansları.....	36
Tablo 2.3.	Kullanılan dikdörtgen kılavuzların özellikleri.....	36
Tablo 2.4.	Hesaplama yöntemleri karşılaştırma.....	44
Tablo 3.1.	PANI ve PPy kaplı nanotozların BaM-TiO <sub>2</sub> karışım oranları.....	55
Tablo 3.2.	PAN bezlerin Ni, Co ve Ni <sub>0.5</sub> Co <sub>0.5</sub> kaplama koşulları .....	64
Tablo 4.1.	Farklı manyetik ve dielektrik kütle oranlarına sahip BaM:TiO <sub>2</sub> ve PANI-BaM:TiO <sub>2</sub> kompozit nanoparçacıklarının hesaplatılmış Ms, Hc ve Mr değerleri.....	72
Tablo 4.2.	Farklı manyetik ve dielektrik kütle oranlarına sahip BaM:TiO <sub>2</sub> ve PPy-BaM:TiO <sub>2</sub> kompozit nanoparçacıklarının hesaplatılmış Ms, Hc ve Mr değerleri.....	84

## ÖZET

Anahtar Kelimeler: RAM, BaM-hekzaferrit, nanotozlar, PAN bezler, yansıma kaybı

Günümüzde teknolojinin ilerlemesiyle ve radar soğurma teknolojisine duyulan ilginin artmaya başlamasıyla birlikte, elektromanyetik soğurucu malzeme tasarımına yönelik çalışmalara hız verilmiştir. Bu nedenle RAM (Radar soğurucu malzeme) olarak tasarlanması düşünülen kompozit malzeme geliştirme amacıyla farklı özelliklerde nanotoz kompozit malzeme, nanometal kaplanmış tekstil fiberler ve bunların kompozisyonu üzerine çalışmalar yapılmıştır.

Bu tez çalışmasında özellikle ‘*Mikrodalga soğurucu nanoparçacıkların araştırılması*’ kapsamında yüksek mikrodalga soğurucu nanotozlar elde etmek için manyetik ve dielektrik soğurucuların beraber olması gerektiği düşüncesinden yola çıkarak, nanotanecikli manyetik ve dielektrik soğurucular içeren nanokompozit malzemeler sentezlenmiş, sentezlenen manyetik hekzaferrit nanotozların 8.2-18 GHz frekansları arasında elektromanyetik dalga yansıma geçirme ve buna bağlı olarak soğurma özellikleri incelenmiştir. Daha sonra, poliakrilinitril (PAN) bezler nanometal tozlarla kaplanarak mikrodalga soğurma özellikleri araştırılmıştır.

Dolgu malzemesi olarak farklı koşullarda manyetik (BaM)-dielektrik (TiO<sub>2</sub>) malzemeler ve çeşitli iletken polimerler (PANI, PPy gibi) içeren nanokompozit toz numuneler farklı kalınlıklarda hazırlanmış, en geniş frekans aralığında maksimum soğurma elde etmek üzere uygun ve güvenilir ölçüm tekniği ve şartları belirlenmiştir.

Geliştirilen teknik ve yöntemlerle %99'lara varan soğurucu özelliğine sahip nanoparçacıklardan oluşan hafif malzemeler elde edilmiştir.

Ayrıca, farklı sürelerde Ni, Co ve Ni<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub> kaplanmış PAN kompozit bezlerin fiziksel parametrelerinin (permütivite ve permabilite) yanı sıra dielektrik ve manyetik kayıp tanjantları kullanılarak hesaplanan yansıma kaybı-RL değerleri, geliştirilen NRW (Nicolson-Ross-Weir) algoritmasından elde edilmiştir.

Böylece bu tez kapsamın da elde edilen uygun toz ve kompozit bez malzemelerin kullanılmasıyla yüksek soğurma özelliğine sahip teknolojik ürüne dönüştürülebilecek kompozit malzeme tasarımı için temel incelemeler gerçekleştirilmiştir.

# **INVESTIGATING THE MICROWAVE ABSORBER NANOPARTICLES**

## **SUMMARY**

Key Words: RAM, BaM-hexaferrite, nanoparticles, PAN textile, reflection Loss

The researches about electromagnetic absorber material design are accelerated the developments of the technology and increased attention towards radar absorption technology. Thus, studies conducted about nanoparticles composite material and textile fibers covered with nanometals and their composition to develop nanocomposite material which was planned to design as RAM (Radar Absorption Material).

In this dissertation with the concept of ‘Investigating the microwave absorber nanoparticles’, it was thought magnetic and dielectric absorbers should be used together to gain high microwave absorption. Thus, magnetic nanoparticles and nanocomposite powder materials including dielectric absorbers were synthesized, and then electromagnetic wave reflection and transmission properties of synthesized magnetic hexaferrite nanoparticles were investigated between the 8.2-18 GHz frequencies. After that polyacrylonitrile (PAN) were covered with nanometal powders and their microwave absorption properties were investigated.

Magnetic (BaM)-dielectric (TiO<sub>2</sub>) materials and nanocomposite samples including various conducting polymers (PANI, PPy) were prepared as fill material in different thickness level. Also appropriate reliable measurement techniques and conditions to get maximum absorption at broadest frequency interval were determined.

Light materials made of nanoparticles have 99 % absorption level were generated with the developed techniques and methods. Also, reflection loss-RL values, which are generally calculated by using physical parameters (dielectric permittivity and magnetic permeability) of composite covered with Ni, Co and Ni<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub> at different periods and dielectric and magnetic loss tangents, were generated as a result of NRW (Nicolson-Ross-Weir) algorithm.

To sum up, basic investigations were conducted by using appropriate nanoparticles and linen materials that were generated as a result of this study to design a nanocomposite material which can be transformed to a high absorption technological product.

## BÖLÜM 1. GİRİŞ

Bu tez çalışmasının temel amacı yüksek frekanslı (8.2-18 GHz bölgesinde) elektromanyetik sinyalleri büyük oranda soğuran yada belirli bir frekans aralığında istenilen düzeyin altında yansıtan, manyetik özelliklere sahip bileşenleri de içeren nanoparçacıkların araştırılması ve nanokompozit malzemelerin elde edilmesidir.

Günümüzde teknolojinin hızla gelişmeye başlamasıyla birlikte elektronik aygıtlar daha yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır. Bu cihazlardan yayılan elektromanyetik sinyallerin oluşturduğu elektromanyetik kirliliğin insan sağlığı, iletişim ve çevre üzerinde pek çok olumsuz sonuçlarının olduğu belirlenmiştir. Bu olumsuz etkileri en aza indirebilmek, askeri ve iletişim teknolojisindeki bilgi güvenliğini sağlayabilmek amacıyla Elektromanyetik Parazit Kalkanları (Electromagnetic Interference-EMI) ve Radar Soğurucu Malzeme (Radar Absorbing Materials-RAM) geliştirme çalışmalarına dair araştırma ve incelemelere hız verilmiştir.

RAM geliştirme çalışmaları 1930 yıllarında başlamış olup, Hollandalı Naamlooze Vennotschap Machinerreen firması tarafından 1936'da ilk RAM'in patenti alınmıştır [1]. Üretilen bu malzemede dolgu maddesi olarak enerji soğurucu özelliğiyle siyah karbon ve yüksek dielektrik sabite sahip olan  $TiO_2$  karışımı kullanılmıştır [2]. RAM'in yaygın olarak kullanılmaya başlaması ise 2. dünya savaşı ile birlikte Salisbury perdesi ve Dallenbach tabakaları ile gerçekleşmiştir. Bu çalışmada Salisbury perdesi, pürüzlü yapıda grafit benzeri bir tabaka şeklinde olup, metal destekli düzlemden çeyrek dalga boyu uzaklıkta ( $d=\lambda/4$ ) konumlandırılmıştır. İletim hattı (transmission line) teorisinden de bildiğimiz gibi çeyrek dalga boyu uzaklıkta iletken tabaka açık uçlu devre gibi davranmakta, böylece gelen dalga serbest ortamda hareket ediyormuş gibi hiçbir yansıma olmaksızın ilerlemektedir. Buradan, gelen dalganın tüm gücünün herhangi bir yansıma olmaksızın dirençli grafit tabakaya iletildiği gözlemlenmiştir. Böylece, yeni soğurucular geliştirmek amacıyla çalışmalar

devam etmiştir [3,4]. Bu yıllarda Almanya ve Amerika Birleşik Devletleri (ABD) bu alandaki çalışmalarına hız vermiş ve iki farklı yaklaşımla çalışmalarını gerçekleştirmişlerdir. Almanya’da radarlardan gizlenme için uygulanabilir soğurucu malzeme geliştirme çalışmaları yapılırken, ABD’de ise radar performansını arttırıcı malzemelerin araştırılması üzerinde durulmuştur [3,4]. ABD, Massachusetts Teknoloji Enstitüsü (Massachusetts Institute of Technology-MIT) Radyasyon laboratuvarlarında “HARP” adı verilen (Halperin Anti Radiation Paint) malzemeyi geliştirmiştir. Hava taşıtlarında kullanılan bu malzemenin kalınlığı 0.025 inç olup, X-bandında rezonans gözlemlenmiştir. Bu malzeme de yüksek elektriksel geçirgenliğe (~150) sahip dielektrik malzeme kullanımının yanı sıra kayıplı ortam olarak siyah karbon kullanılmış ve 15-20 dB arasında yansıma kaybı elde edilmiştir [5].

2. Dünya savaşı sonrasında geniş band aralığında sönümlene yapabilen ve daha çok karanlık oda olarak kullanılması tasarlanan çeşitli geometrik şekillerin içerildiği malzemeler üretilmiştir. Bu karanlık oda olarak üretilen piramit şeklindeki sönümlendirici malzemelerden, 60 dB değerlerinde yansıma kayıpları elde edilmiştir [6]. Bu malzemeler de kayıplı ortam oluşturmak için plastik bir matris içerisine karbon, demir oksit, alüminyum tozları katkılanmıştır [7]. 1960-70’li yıllarda EM dalga sönümlendirici malzemelerin kalınlıklarında önemli iyileşmeler gerçekleşmiş, demir oksit tabanlı ferrit malzemelerin kullanımıyla malzeme kalınlıkları incelmeye başlamıştır.

Şimdiye kadar yapılan çalışmalarda manyetik soğurucu malzemelerin mikrodalga geçirgenlikleri ancak birkaç GHz mertebelerinde idi. Bu nedenle EMARSOM’ların uygulanabilir frekans band aralığını artırmak için, manyetik malzeme katkılı ferrit yapılar, polimer içerisine katkılanmış ferrimagnetler, çok katmanlı kompozit yapılar gibi birçok teknik denenmiştir [8-10]. Bu tekniklerin denenmesindeki temel amaç, EM dalganın sönümlenmesinde gerekli olan iki önemli şartın sağlanmış olması gerçeğidir. İlk koşul, EM dalganın malzemenin içine girmesi ve hızlıca sönümlenmesi için malzeme içinde kayıplı bir ortam (lossy medium) olması gereklidir. Bu tür bir malzeme manyetik ve/veya dielektrik dipollere sahip ortam ile sağlanmaktadır. İkincisi ise, iyi bir EM soğurucu malzemedeki empedans uyumu adı verilen ve havanın empedansı ile malzeme yüzeyinin empedansının birbirine yakın olması gerekliliğidir. Bu durum malzemenin dielektrik sabiti ile manyetik

geçirgenliğinin birbirine eşit olmasını gerektirir. Ayrıca, eğer malzeme içerisinde bir yük akışı söz konusuysa, yani iletkense yine EM dalganın sönümlenmesi gerçekleşir. Bu tip kayıplarda ortalama kayıp güç yoğunluğu, E elektrik alanı ve ortamın iletkenliği ( $\sigma$ ) ile doğru orantılıdır.

Etkili bir EM malzemenin tasarımında elektrik ve manyetik alan bileşenlerinin malzeme içerisinde kontrol edilebilmesi oldukça büyük önem arz etmektedir. Malzemenin EM özelliklerinin iyileştirilebilmesi, dielektrik ve manyetik özelliklerinin iyileştirilmesini yani rezonans ve relaksasyon (relaxation) olaylarının daha etkin hale getirilmesiyle mümkün olmaktadır. Tanecik boyutu nanometre seviyesine indirildiğinde, küçülen hacimle birlikte parçacıkların, yüzey alanı / hacim oranının kıyaslanabilirliği hatta birden büyük olması durumunda malzemenin manyetik-elektromanyetik özellikleri çarpıcı bir şekilde değişim göstermektedir. Nanoparçacığın hacmi içerisindeki yapı, malzemenin büyük boyutlardaki (bulk) özellikleri ile görünürde aynı olmakla birlikte, yüzeyde ki tamamlanmamış bağlar, bozuk kristal örgü ve gözeneklilik (porosite) gibi sebeplerden ötürü farklı özellikler oluşturabilmektedir. Yüzey alanı / hacim oranının artması ile malzemenin etkin fiziksel özellikleri, artık sadece hacimdeki yapı tarafından değil hem hacim hem de yüzey yapısı tarafında belirlenmekte, hatta çok küçük nanoyapılarda tamamen yüzey etkisiyle oluşmaktadır [11]. Bu amaçla daha küçük taneli, tek fazlı ve homojen malzemeler üretebilmek için sol-jel, hidrotermal, toplu çökertme, amonyum nitrat içinde sentezleme, nitrik asit ile oksitleyerek sentezleme gibi çeşitli yöntemler denenmektedir [12-28].

90'lı yıllarla birlikte EM dalga sönümlendirici olarak ferrit esaslı malzemeler [4, 29-36], iletken fiberler [37], sert ferromanyetik malzemeler [38-42], karbon nano-tüpler-nano-fiberler [43-48] vb. kullanılmaya başlanmıştır.

Spinel ferritler manyetik kayıplarının ve dirençlerinin yüksek olmasından dolayı EM dalga soğurucu olarak kullanılabilen, ancak rezonans frekanslarının düşük olmasından dolayı mikrodalga bölgesinde, çok sınırlı bir frekans aralığında çalışabilmektedirler (1-3 GHz) [49,50]. Ferritlerin dielektrik geçirgenliği ( $\epsilon'$ ) GHz frekans aralığında, sabit bir değer olup, kompleks kısmı ( $\epsilon''$ ) sifira yakın olduğundan dielektrik kaybı ( $\tan \delta_\epsilon = \epsilon''/\epsilon'$ ) ihmal edilebilecek kadar azdır. Bu nedenle ferritlerin

EM dalga sönümlendirme özelliği sadece manyetik kayıplardan kaynaklanır. Manyetik geçirgenliğin (permabilite) kompleks bileşeni üzerinde bölge duvarı (domain-wall) hareketi ve spin rotasyon rezonansı etkisi baskın olduğundan, bu özellikler malzemenin manyetik kaybını etkilemektedir [51]. Ancak ferritlerde spin rotasyonundan gelen katkı, bölge duvarından gelen katkıya nazaran çok daha fazla olduğundan dolayı, bölge duvarı etkisi ihmal edilebilmektedir. Manyetik geçirgenliğin kompleks bileşenini ayarlamak için sıkça kullanılan yöntemlerden biri de, spinel ferritlere Cu, Zn, Li, Mn, Mg gibi metalik iyonlar katılanmasıdır [52, 53]. Ancak, spinel ferrit-polimer kompozitlerinin EM dalga soğurucu olarak kullanımında -20 dB gibi bir sönümlenme için, soğurucu malzeme kalınlığının 7mm'den daha fazla olması gerekliliği ciddi bir dezavantaj oluşturmaktadır [36]. Yani, dirençleri oldukça yüksek olan ferrit malzemelerin manyetik kayıt özelliği, ferrimanyetik olmalarından kaynaklanır ve manyetik kümelerin ferromanyetik rezonans durumunda EM dalganın enerjisini soğurmasıyla gerçekleşir.

Yapılan çalışmalarda dielektrik soğurucu olarak, relaksasyon dispersiyonu veya iletken katkısından dolayı yüksek  $\varepsilon''$  değerine ve düşük  $\varepsilon'$  değerine sahip olduğu bilinen dielektrik malzemeler daha yaygın kullanılmıştır [54]. Buna karşın, yüksek dielektrik geçirgenliğe ( $\varepsilon'$ ) sahip ferroelektrik malzemelerin yüzeyinde yansıma katsayısı çok büyük olacağından, ferroelektriklerin çok katmanlı sistemlere katkılanması şeklinde [55-57] veya kompozit olarak tasarlanmasıyla [58] kullanımları mümkün olabilmektedir.

Literatürde manyetik malzemelerden Ni,Zn,Mn-Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> gibi spinel yumuşak ferritlerin yanı sıra, M-tipi hekzagonal sert ferritlerin de (Ba,Sr,Pb-Fe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) EM dalga soğurucu özelliğe sahip olduğunu gösteren çalışmalar mevcuttur [167-175]. Yumuşak spinel ferritler de 1-3 GHz aralığında EM dalga soğurma olurken, sert hekzagonal ferritlerden olan M-tipi hekzagonal ferritlerde ise 3-18 GHz frekans aralıklarında EM dalga soğurma gerçekleşmektedir. Bundan dolayı, hekzagonal ferritler, çalışma aralığındaki mikrodalga bölgesinde sahip olduğu özelliklerinden dolayı, EM soğurma için kullanılmakta ve üzerinde yoğun araştırmalar yapılmaktadır.

Yüksek ferromanyetik rezonans frekansına sahip mikrodalga soğurucu M-tipi hekzaferritlerin, kristal yapısında var olan Fe ve/veya Ba atomlarının yerine Zn-Ti,



Ti-Cu, Ni-Zr, Co-Mo gibi iyonlar katkılanarak doyum manyetizasyonu, koersif alan değeri, anizotropi sabiti ve ferromanyetik rezonans frekansını değiştirebilmek mümkündür [59-62]. Son yapılan çalışmalarda manyetik ve elektrik dipoller yalıtkan malzemeler yerine iletken polimerlerle kaplanarak EM dalga sönümlendiriciler oluşturulmaya çalışılmış ve oldukça iyi sonuçlar elde edilmiştir [63-68]. -60dB de ~%99.9999 gibi yüksek sönümlendirme (absorption) değerleri elde edilmiştir [67]. Yüksek frekanslarda, manyetik malzemenin geçirgenliği ( $\mu_r$ ) EM dalganın oluşturduğu Eddy akımlarını azaltacağından dolayı, var olan eddy akımlarının etkisini azaltmak için iletken polimer matrisi kullanmak iyi bir seçim olacaktır [69]. Polianilin, polipirol ve poliltiyofen türü iletken polimerlerinin EM dalga sönümlendirme amacıyla kullanımı literatürde mevcuttur [70]. Elektriksel ve fiziksel özellikleri göz önüne alındığında, bu iletken polimerler arasında polianilin daha çok tercih edilmektedir. İletken polimerlere, nanotancikli manyetik-dielektrik yapıların katkılanmasıyla, EM dalga sönümlendiricilerin sentezlenmesi oldukça yeni bir gelişmedir. Literatüre baktığımızda bu malzemelerle ilgili ilk makaleler 2009 yılında ortaya çıkmıştır ve maksimum sönümlenme değeri -60 dB mertebelerindedir.

İletken polimerler, yalnızca elektriksel kayba sahip olması özelliği iyi bir soğurucu malzeme sentezlemek için tek başına yeterli değildir. Bu nedenle spinel veya hekzaferritlerden oluşan malzemeler manyetik dolgu malzemesi olarak ayrıca kullanılmaktadır. Böylece çeşitli kimyasal kompozisyonlarla ve farklı oranlarda karıştırılan dolgu malzemeleriyle üretilen kompozitlerin elektromanyetik özellikleri, kontrol edilebilmektedir. Bu şekilde kompozit malzemelerin doyum mıknatıslanması, manyeto-kristal anizotropisi, fiziksel dielektrik özellikleri (permeability ve permittivity) ve hatta geniş band soğuruculuğunun daha artırılabilmesi veya rezonans frekansın da kayma gibi değişiklikler oluşturulabilmektedir. Kompozisyona ek olarak, ferritlerin kristal yapısı da malzemelerin soğuruculuğunda önemli bir etkiye sahiptir. Örneğin spinel yapıdaki ferritler, MHz ile GHz aralıklarındaki frekanslarda kullanılabilirlerken, diğer taraftan hekzaferritler yüksek manyetik rezonans frekanslarından dolayı ~50 GHz mertebelerine varan geniş frekans aralıklarında kullanıldıkları anlaşılmaktadır [71, 72]. Bu nedenle M-tipi hekzagonal ferritler, mikrodalga bölgesindeki manyetik ve dielektrik kayıplarından ötürü soğurucuların özel bir türünü oluşturmakta ve yüksek frekans soğurucu geliştirme

çalışmalarında yoğun bir şekilde kullanılmaktadırlar. Ferritlerdeki rezonans olayı, spin rezonans ve bölge duvar hareketi gibi iki farklı mekanizmayla açıklanabilmektedir [73]. Polikristal ferritlerdeki manyetik dielektrik (permeability) spektrum yine bu iki katkının bileşimiyle açıklanabilmektedir. Ancak, yüksek frekans bölgesindeki kompleks manyetik dielektrik (permeability) genellikle spin dönme bileşeninden etkilenmektedir [74].

Yapılan çalışmalar daha ziyade, yüksek elektriksel iletkenliği, kolay işlenebilirliği, düşük yoğunluk, aşınma direncinin yüksek olması ve çoğunlukla askeri uygulamalarda tercih edilen kalkan mekanizmasından dolayı daha çok yapısal iç iletken polimerler (ICP-Intrinsic Conducting Polymers) üzerine olup, bu malzemelerin geniş band elektromanyetik parazit kalkan verimliliği (SE) araştırmaları devam etmektedir [77]. Bu ICP polimerlerden en çok kullanılanlarından ikisi eşsiz katkılama mekanizması, iletkenliğinin kontrol edilebilmesi ve ısısal kararlılığı ile mükemmel fiziksel ve kimyasal özelliklerinden dolayı polianilin (PANI) ve polipirol (PPy) dür [70, 78, 79].

Polimer üzerine nanometal kaplanmış kompozit tekstil yapılarda ise tüm EM dalga tabakalardaki parçacıklar arası yansımalar yoluyla sönmölenmekte ve bu şekilde soğurucu ve perdeleyici olarak kullanımını mümkün olabilmektedir. İletken polimerler sahip oldukları mekanik özelliklerin yanı sıra, nanometal ve polimer fiber ortamları arasında ki uyumsuzluk problemlerini önleyici özelliğiyle soğurucu ve perdeleyici kompozit yapılarda çokça kullanılmaktadır [148, 149]. Kimyasal özellikleri ve ayarlanılabilir fiziksel özelliklerinden dolayı Poliakrilinitrile (PAN) lerin kullanımları diğer iletken polimerlerin kullanımından daha yaygındır [150, 151]. Polimer yüzeyinin istenilen metallerle kaplanması da Kimyasal buhar biriktirme (CVD), Sıçratma (Sputtering) [152, 153] ve Akımsız kaplama (electroless plating) [120, 155-158] gibi pek çok metot kullanılmaktadır. Tüm bu teknikler arasında akımsız kaplama metodu metal çekirdeklerinin polimer yüzeyinde rastgele kristal ve elektronik yapıda büyümesi özelliğiyle oldukça tercih edilen bir tekniktir. Ayrıca bu gibi metotlarda metal adacıkları rastgele yerleşmiş manyetik anizotropiye sahiptir. Tüm bunlara ek olarak, metalik yapılar polimer yüzeyinde nano boyutlardan mikro boyutlara ulaşan geniş bir aralıkta büyümekte ve bu oluşum farklı elektronik ve manyetik etkileşmelere yol açarak avantaj oluşturabilmektedir. Bu gibi çeşitli

etkileşmeler malzemenin geniş frekans bandında soğurucu ve perdeleyici özellik kazanmasına katkıda bulunmaktadır.

Tez çalışması olarak başlangıçta, 'CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ve Mn<sub>x</sub>Co<sub>1-x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (0,1≤x≤0,5) spinel ferritleri' yüksek frekans, manyeto-direnç ve elektro-manyetik özelliklerinden ötürü çalışılmıştır [176, 177]. Ancak üretilen ürün miktarının yeterli olmamasından dolayı mikrodalga çalışmaları için gerekli soğurma analiz ve ölçümleri tamamlanamamıştır. Ve yapılan inceleme ve araştırmalar neticesinde daha yüksek soğurucu özelliğe sahip olan polimer kaplanmış BaM-hekzaferritler üzerinde çalışmalarımız sürdürülmüştür.

İlk olarak bu tez çalışmasında '*Mikrodalga soğurucu nanoparçacıkların araştırılması*' kapsamında *Hekzaferritlerin* literatür taraması, deney düzeneği ve teknikler incelenmiştir.

Bu amaçla yaptığımız çalışmada yüksek sönümlenme değerlerine ulaşabilmek için manyetik ve dielektrik soğurucuların beraber olması gerektiği düşüncesinden yola çıkarak, nano tanecikli manyetik ve dielektrik soğurucular içeren nanokompozit malzemeler sentezlenerek incelenmiştir.

Yapılan çalışmada amaçlanan nanokompozit tozların çeşitli iletken polimerlerle kaplanması yoluyla malzemeye soğuruculuk özelliği kazandırılarak, etkin kompozit malzemeyi sentezlemek ve sentezlenen malzemelerin yapısal, manyetik, iletkenlik özelliklerinin yanı sıra temel amacımız olan mikrodalga aralığında EM yansım-soğurma özelliklerinin araştırılması hedeflenmiştir.

Bu çalışmada manyetik ve elektrik dipol olarak sırasıyla Ba-hekzaferrit (BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) ve TiO<sub>2</sub>, iletken polimer olarak ise PANI ve PPy kullanılmıştır. Bu hazırlanan nanokompozitlerin yapısal, morfolojik, manyetik ve mikrodalga soğurma özellikleri X-Işınları Kırınım metodu (X-Ray diffractometry-XRD), Geçirmeli Elektron Mikroskobu (Transmission Electron Microscopy-TEM), Fourier Dönüştürülmüş Kızılötesi Spektrumu (Fourier Transformed Infrared-FTIR), Titreşimli Örnek Manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometer-VSM) ve Vektörel Network Analizör (Vector Network Analyzer-VNA) gibi tekniklerle incelenmiştir.

Elektromanyetik radyasyon soğurucu malzemelerin değeri ne kadar ince bir tabaka ile ve ne kadar geniş bir frekans aralığında soğurma işlemini yaptığı ile alakalıdır. Bu

nedenle RAM malzeme tasarımında, malzemenin ağırlığı, inceliği, koruyuculuk verimliliği (Shielding efficiency-SE) gibi birçok mekaniksel ve sınırlayıcı faktörün göz önünde bulundurulması gerekmektedir. Bu doğrultuda yaptığımız bu çalışmalarda yeterince parazit kalkan verimliliğine sahip, oldukça ince ve hafif malzemelerin geliştirilmesine dikkat edilmiştir.

Bu tez çalışmasında ayrıca, son yıllarda yapılan çalışmalardan yola çıkarak, tekstil ürünlerinde kullanılan polimerlerin (sentetik fiber, iplik ve kumaş gibi) üzerinin metal kaplanması ile zayıf iletken kompozitler elde edilerek, kompozit nanometal kaplı bezlere kazandırılan iletken yapının parazit kalkan verimliliği ve diğer fiziksel parametreleri mikrodalga analizleriyle incelenmiştir.

Bu bilgilerin ışığında PAN hammaddesi olan fiber, iplik ve bu ipliklerden örülmüş bezler, akımsız kaplama metodu kullanarak Co, Ni ve bunların karıştırılmasıyla hazırlanmış manyetik özellikleri de olan metallerle kaplanarak mikrodalga soğurucu kompozit malzeme olarak tasarlanmıştır.

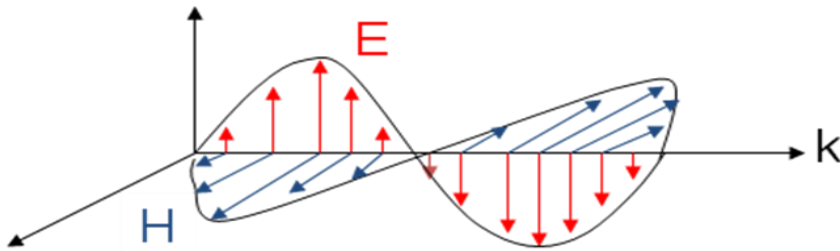
Bu tez çalışmanın özgünlüğü ise, literatürde henüz rastlamadığımız üç katmanlı kompozit malzeme üretme çalışmalarına temel oluşturacak analiz ve incelemelere yer verilmiş olmasıdır. Ayrıca geliştirilen teknik ve yöntemlerle %99'lara varan soğurucu özelliğe sahip nanoparçacıklardan oluşan, daha hafif malzemeler elde edilebilmiştir. Dolgu malzemesi olarak farklı koşullarda manyetik (BaM)-dielektrik ( $TiO_2$ ) malzemeler ve çeşitli iletken polimerler kullanılarak nanokompozit toz numuneler hazırlanıp, en geniş frekans aralığında maksimum sönümlenme elde edilmeye çalışılmış, bu kompozit malzemelere uygun güvenilir ölçüm tekniği ve şartları belirlenmiştir.

## BÖLÜM 2. ELEKTROMANYETİK RADYASYON SOĞURMA TEORİSİ

Elektromanyetik radyasyon soğurucu malzemeler, günümüzde yaygın olarak kullanılan elektronik cihazların yaydığı elektromanyetik sinyalleri minimumlaştırmanın yanı sıra savunma sanayisinde kullanılan elektronik cihaz ve aygıtların radarda görünmezlik özelliğine sahip olması için radar kesit alanını binde bir'e kadar olabildiğince azaltması bakımından oldukça önemlidir. Üretilen malzemelerin radar kesit alanı ne kadar düşürülebilirse, radarlara ulaşan sinyal o derece azaltılabilmektedir. Radar kesit alanının düşürülmesi, nesnelerin boyutuyla, şekliyle veya soğurucu özelliğe sahip bir malzeme ile kaplanarak sağlanabilmektedir. Bu nedenle etkin soğurucu özelliğe sahip malzemelerin üretilmesi için elektromanyetik radyasyon soğurma teorisi (EMARSOM) kullanılarak çalışmalar yapılmaktadır. Bu teorik çalışmaların öncülüğünü ise 19.yy da James Clerk Maxwell yapmıştır.

### 2.1. Elektromanyetik Dalga Teorisi

Hareketli yüklerin oluşturduğu elektrik alan, zamana bağlı olarak değişiyorsa, bu değişen elektrik alan manyetik alan oluşturur. Aynı şekilde manyetik alan değişimi de elektrik alan oluşturur. Serbest uzayda bu iki alan birbirine diktir ve elektromanyetik dalga, doğrultusu her iki alana dik olacak şekilde yayılır. (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. Elektromanyetik dalga gösterimi

### 2.1.1. Maxwell denklemleri

Elektromanyetik dalgaların lineer homojen bir ortam içerisinde ilerleyişi, Maxwell denklemleri ile ifade edilir:

$$\begin{aligned}
 \nabla \cdot \vec{E} &= \frac{\rho}{\epsilon_0} && \text{(Gauss yasası)} \\
 \nabla \cdot \vec{B} &= 0 \\
 \nabla \times \vec{E} &= -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} && \text{(Faraday yasası)} \\
 \nabla \times \vec{B} &= \mu_0 \vec{J} + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} && \text{(Amper yasası)}
 \end{aligned} \tag{2.1}$$

Burada  $\vec{E}$  elektrik alan şiddeti (V/m),  $\vec{B}$  manyetik indüksiyon akısı (T veya Wb/m<sup>2</sup>),  $\rho$  elektrik yük yoğunluğu (C/m<sup>3</sup>) ve  $\vec{J}$  elektrik akım yoğunluğudur (A/m<sup>2</sup>).

Boşlukta  $\rho$  yük yoğunluğu ve  $J$  akım yoğunluğu sıfır olduğundan Maxwell denklemleri aşağıdaki gibi ifade edilir:

$$\begin{aligned}
 \nabla \cdot \vec{E} &= 0 && \nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \\
 \nabla \cdot \vec{B} &= 0 && \nabla \times \vec{B} = \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}
 \end{aligned} \tag{2.2}$$

Madde içerisinde, yani elektriksel kutuplanma ( $P$ ) ve manyetikliğin ( $M$ ) var olduğu ortamlarda Maxwell denklemleri bağlı yükler ( $\rho_b = -\nabla \cdot \vec{P}$ ) ve akımlar ( $J_b = \nabla \times \vec{M}$ ) cinsinden ifade edilir.

Toplam yük yoğunluğu:

$$\begin{aligned}
 \rho &= \rho_f + \rho_b \\
 \rho &= \rho_f - \nabla \cdot \vec{P}
 \end{aligned} \tag{2.3}$$

Toplam akım yoğunluğu;

$$\begin{aligned}\vec{J} &= \vec{J}_f + \vec{J}_b + \vec{J}_p \\ \vec{J} &= \vec{J}_f + \vec{\nabla}_x \vec{M} + \frac{\partial \vec{P}}{\partial t}\end{aligned}\quad (2.4)$$

şeklinde ifade edilir. Bu değerleri Gauss yasasında yerine yazarsak;

$$\begin{aligned}\nabla \cdot \vec{E} &= \frac{\rho}{\epsilon_0} \quad (\text{Gauss yasası}) \\ \nabla \cdot \vec{E} &= \frac{1}{\epsilon_0} (\rho_f - \nabla \vec{P}) \\ \nabla \cdot (\vec{E} + \vec{P}) &= \frac{\rho_f}{\epsilon_0} \\ \nabla \cdot (\vec{E} + \vec{P}) &= \frac{\rho_f}{\epsilon_0} \\ \nabla \cdot (\epsilon_0 \vec{E} + \vec{P}) &= \rho_f \\ \nabla \cdot \vec{D} &= \rho_f; \quad \vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P}\end{aligned}\quad (2.5)$$

olur. Amper yasasında bunlar yerine yazılırsa;

$$\begin{aligned}\nabla \times \vec{B} &= \mu_0 \vec{J} + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \quad (\text{Amper yasası}) \\ \nabla \times \vec{B} &= \mu_0 \left( \vec{J}_f + \vec{\nabla}_x \vec{M} + \frac{\partial \vec{P}}{\partial t} \right) + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \\ \nabla \times \left( \frac{\vec{B}}{\mu_0} - \vec{M} \right) &= \vec{J}_f + \frac{\partial}{\partial t} (\epsilon_0 \vec{E} + \vec{P}) \\ \nabla \times \left( \frac{\vec{B}}{\mu_0} - \vec{M} \right) &= \vec{J}_f + \frac{\partial}{\partial t} (\epsilon_0 \vec{E} + \vec{P}) \\ \nabla \times \vec{H} &= \vec{J}_f + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}; \quad \vec{H} = \frac{\vec{B}}{\mu_0} - \vec{M}; \quad \vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P}\end{aligned}\quad (2.6)$$

bulunur. Böylece madde içerisinde Maxwell denklemleri elde edilmiş olur.

Bu hesaplamalara göre madde içinde serbest yükler ve akımlar cinsinden Maxwell denklemleri ise aşağıdaki gibi olur [84]:

$$\begin{aligned}\nabla \cdot \vec{D} &= \rho_f & \nabla \times \vec{E} &= -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \\ \nabla \cdot \vec{B} &= 0 & \nabla \times \vec{H} &= \vec{J}_f + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}\end{aligned}\quad (2.7)$$

Özetle; deplasman akısı, manyetik indüksiyon akısı ve yük yoğunluğu aşağıdaki gibi ifade edilir [84]:

$$\vec{D} = \varepsilon_r \varepsilon_o \vec{E} \quad \vec{B} = \mu_r \mu_o \vec{H} \quad \vec{J} = \sigma \vec{E} \quad (2.8)$$

Boşluğun elektriksel geçirgenliği  $\varepsilon_o = 8.854 \times 10^{-12}$  F/m, boşluğun manyetik geçirgenliği  $\mu_o = 0.4 \pi \times 10^{-6}$  H/m iken,  $\sigma$  (S/m) ise ortamın iletkenlik değeridir.

### 2.1.2. Elektromanyetik dalga denklemleri

Elektrik ve manyetik alanın zamana bağlı değişim fonksiyonun Maxwell denklemlerinde kullanılmasıyla, elektromanyetik dalga denklemleri elde edilmiş olur. Elektrik ve manyetik alanlar, zamana bağlı harmonik titreşim fonksiyonu ( $e^{j\omega t}$ ) ve zamandan bağımsız konuma bağlı fazör terimi ile ( $\vec{E}(x, y, z)$ ,  $\vec{H}(x, y, z)$ ) ifade edildiğinde;

$$\begin{aligned}\vec{E} &= \vec{E}(x, y, z) e^{j\omega t} & \vec{H} &= \vec{H}(x, y, z) e^{j\omega t} \\ \frac{d\vec{E}}{dt} &= j\omega \vec{E} e^{j\omega t} & \frac{d\vec{H}}{dt} &= j\omega \vec{H} \\ \frac{d\vec{E}}{dt} &= j\omega \vec{E}\end{aligned}\quad (2.9)$$



denklemleri elde edilmiş olur. Bunları (2.8) denklemlerini de kullanarak (2.7) deki denklemde yerine koyduğumuzda Maxwell denklemleri aşağıdaki halini alır:

$$\begin{aligned}\nabla \cdot \tilde{E} &= \frac{\rho}{\varepsilon} & \nabla \times \tilde{E} &= -(j\omega\mu)\tilde{H} \\ \nabla \cdot \tilde{H} &= 0 & \nabla \times \tilde{H} &= (\sigma + j\omega\varepsilon)\tilde{E}\end{aligned}\quad (2.10)$$

Maxwell denklemlerini simetrik yazarsak;

$$\begin{aligned}\nabla \times \tilde{H} &= (\sigma + j\omega\varepsilon)\tilde{E} \\ \nabla \times \tilde{H} &= j\omega(\varepsilon - j\frac{\sigma}{\omega})\tilde{E} \\ \nabla \times \tilde{H} &= j\omega\varepsilon_c\tilde{E} \\ \varepsilon_c &= \varepsilon - j\frac{\sigma}{\omega}\end{aligned}\quad (2.11)$$

karmaşık dielektrik sabiti ( $\varepsilon_c$ ) ifadesini elde etmiş oluruz. Maxwell denklemlerinin son hali (2.12) denkleminde olduğu gibidir:

$$\begin{aligned}\nabla \cdot \tilde{E} &= \frac{\rho}{\varepsilon} & \nabla \times \tilde{E} &= -(j\omega\mu)\tilde{H} \\ \nabla \cdot \tilde{H} &= 0 & \nabla \times \tilde{H} &= (j\omega\varepsilon_c)\tilde{E}\end{aligned}\quad (2.12)$$

Serbest ortam için ( $\rho = 0$ ) Maxwell denklemleri (2.13)'teki gibidir:

$$\begin{aligned}\nabla \cdot \tilde{E} &= 0 & \nabla \times \tilde{E} &= -(j\omega\mu)\tilde{H} \\ \nabla \cdot \tilde{H} &= 0 & \nabla \times \tilde{H} &= (j\omega\varepsilon_c)\tilde{E}\end{aligned}\quad (2.13)$$

Bu denklemdeki  $\nabla \times \tilde{E}$  eşitliğinin rotasyoneli alınıp,  $\nabla \times \tilde{H}$  eşitliği son denklemde yerine yazılıp, son olarak  $\nabla \times (\nabla \times \tilde{E}) = \nabla(\nabla \cdot \tilde{E}) - \nabla^2 \tilde{E}$  dönüşüm fonksiyonu

uygulandığında, yüksüz ortamlar için elektrik alanın homojen dalga denklemi elde edilmiş olur:

$$\begin{aligned}
\nabla \times (\nabla \times \tilde{\mathbf{E}}) &= -j\omega\mu(\nabla \times \tilde{\mathbf{H}}) \\
\nabla \times (\nabla \times \tilde{\mathbf{E}}) &= -j\omega\mu(j\omega\epsilon_c\tilde{\mathbf{E}}) \\
\nabla \times (\nabla \times \tilde{\mathbf{E}}) &= \omega^2\mu\epsilon_c\tilde{\mathbf{E}} \\
\nabla^2\tilde{\mathbf{E}} + \omega^2\mu\epsilon_c\tilde{\mathbf{E}} &= 0; \quad \gamma^2 = -\omega^2\mu\epsilon_c \\
\nabla^2\tilde{\mathbf{E}} - \gamma^2\tilde{\mathbf{E}} &= 0
\end{aligned} \tag{2.14}$$

Dalga denklemlerini aşağıdaki gibi yazabiliriz:

$$\begin{aligned}
\nabla^2\tilde{\mathbf{E}} - \gamma^2\tilde{\mathbf{E}} &= 0 \\
\nabla^2\tilde{\mathbf{H}} - \gamma^2\tilde{\mathbf{H}} &= 0
\end{aligned} \tag{2.15}$$

Boşlukta  $\epsilon_r = 1$ ,  $\mu_r = 1$  ve  $\sigma = 0$  olduğundan elektromanyetik dalga boşlukta ilerlerken genliğinde bir değişiklik olmaz yani zayıflama sıfırdır. Kayıpsız ortamda ilerleme katsayısı ( $\gamma$ ) aşağıdaki gibidir:

$$\gamma_0^2 = -\omega^2\mu_0\epsilon_0 \tag{2.16}$$

Yalıtkan ortamlarda yayılan elektromanyetik dalganın hızı maddenin elektrik ve manyetik özelliklerine bağlıdır, bu ışık hızından daha düşük bir değerdedir ve bu tür ortamlarda ilerleme katsayısı ( $\gamma$ ) aşağıdaki gibidir [84]:

$$\gamma^2 = -\omega^2\mu\epsilon \tag{2.17}$$

İletken ortamlarda (2.15) dalga denkleminin çözümünden ilerleme katsayısı ( $\gamma$ ):

$$\gamma^2 = -\omega^2\mu_r\mu_0\epsilon_r\epsilon_0 = \gamma_0^2\mu_r\epsilon_r \quad \text{veya} \quad \gamma = \gamma_0\sqrt{\mu_r\epsilon_r} \tag{2.18}$$

denklemindeki gibi bulunur. İlerleme katsayısı ile dalga sayısı  $k$  arasındaki ilişki  $\omega = kc_{ortam}$  kullanılarak aşağıdaki gibi elde edilir:

$$\gamma^2 = -k^2 \quad \text{veya} \quad \gamma = jk \quad (2.19)$$

iletken ortamda ilerleyen düzgün düzlemsel elektromanyetik dalga denklemi için (2.15) dalga denkleminin çözümünden elde ettiğimiz ilerleme sabiti ( $\gamma$ ) değerini daha açık bir şekilde aşağıdaki gibi ifade edecek olursak;

$$\gamma^2 = j\omega\mu(\sigma + j\omega\varepsilon) \Rightarrow \gamma = \alpha + j\beta \quad (2.20)$$

iyi iletkenlerde,

$$\alpha \cong \beta = \sqrt{\frac{\omega\mu\sigma}{2}} \quad (2.21)$$

şeklinde olup, elektromanyetik dalganın iletken içine ne kadar nüfuz edebildiğinin bir ölçüsü olan  $\delta$  deri kalınlığı (skin depth) aşağıda olduğu gibi ifade edilir:

$$\delta = \frac{1}{\alpha} = \frac{1}{\beta} \quad (2.22)$$

İletken malzemelerde ilerleyen dalganın boyu ise aşağıdaki gibi deri kalınlığına bağlı olarak bulunur:

$$\beta = \frac{\omega}{v} = \frac{2\pi\nu}{\lambda\nu} = \frac{2\pi}{\lambda} \Rightarrow \lambda = \frac{2\pi}{\beta} \Rightarrow \lambda = 2\pi\delta \quad (2.23)$$

Yüksek iletim akımına sahip iyi iletken malzemelerde omik kayıpların sürekli var olması nedeniyle dalga ilerledikçe elektromanyetik dalga enerjisini kaybeder [82].

### 2.1.3. TE Dalga karakteristik empedans hesabı

Elektrik ve manyetik alan bileşenleri yayılma doğrultusuna dik bir düzlem içinde bulunan lineer polarize edilmiş düzlem dalgaının ilerleme yönünü z-yönünde aldığımızda  $\vec{\nabla}$  operatörü x ve y değerlerine bağımlı olmadığı için  $\vec{\nabla} = -jk\hat{z}$  operatörünü (2.13) denklemlerine uyguladığımızda Maxwell denklemleri aşağıdaki gibi olur:

$$\begin{aligned} -jk\hat{z} \cdot \tilde{E} &= 0 & -jk\hat{z} \times \tilde{E} &= -(j\omega\mu)\tilde{H} \\ -jk\hat{z} \cdot \tilde{H} &= 0 & -jk\hat{z} \times \tilde{H} &= (j\omega\epsilon_c)\tilde{E} \end{aligned} \quad (2.24)$$

Denklem (2.13) den H ve E alanlarını çekersek bu alanların birbirlerine ve ilerleme yönüne dik olduklarını aşağıdaki (2.25) denklemden görmüş oluruz:

$$\begin{aligned} \tilde{H} &= \frac{-jk\hat{z} \times \tilde{E}}{-j\omega\mu} = \frac{k\hat{z} \times \tilde{E}}{\omega\mu} \Rightarrow \tilde{H} = \frac{k}{\omega\mu} \cdot z \times \tilde{E} \\ \tilde{E} &= \frac{-jk\hat{z} \times \tilde{H}}{j\omega\epsilon_c} = \frac{-k\hat{z} \times \tilde{H}}{\omega\epsilon_c} \Rightarrow \tilde{E} = \frac{-k}{\omega\epsilon_c} \hat{z} \times \tilde{H} \end{aligned} \quad (2.25)$$

Karakteristik empedans ( $Z$ ) ise;  $\frac{E}{H}$  oranından aşağıdaki gibi hesaplanabilir:

$$Z = \frac{\tilde{E}}{\tilde{H}} = \frac{k}{\omega\epsilon - j\sigma} = \frac{\omega\mu}{k} \quad (2.26)$$

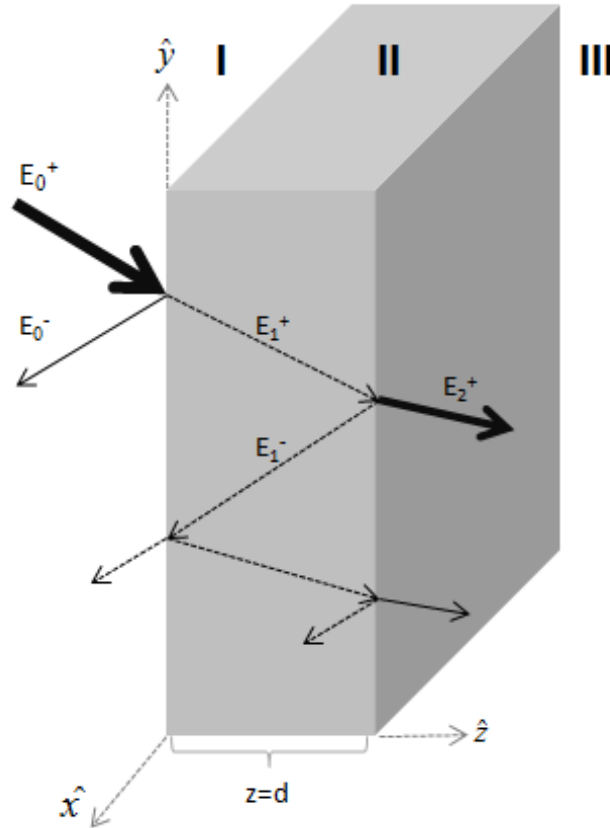
$$k = \frac{2\pi}{\lambda} = \frac{2\pi\nu}{\lambda\nu} = \frac{\omega}{\nu} \quad (2.27)$$

Burada  $k$  :dalga sayısı,  $\lambda$  : dalga boyu,  $\nu$  : frekans,  $\nu$  : faz hızı olup ışık hızı için  $c$  ile ifade edilir. Boşluğun karakteristik empedansı ( $Z_0$ ) ise aşağıdaki gibidir.

$$Z_0 = \frac{\omega\mu_0}{k_0} = \frac{\omega c\mu_0}{\omega} = c\mu_0 = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0\mu_0}} \cdot \mu_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = \sqrt{\frac{4\pi \cdot 10^{-7}}{8,85 \cdot 10^{-12}}} = 377\Omega \quad (2.28)$$

#### 2.1.4. Sınır koşulları yansıma geçme katsayılar hesabı

İlk olarak 1990 yılında Baker-Jarvis, Elektromanyetik Radyasyon Soğurma teorisine ilişkin ilk teorik çalışmayı yapmıştır. Bu çalışmada, boşluktan malzeme içerisine gelen dalganın değişen ortamın özelliklerine bağlı olarak geçme ve yansıma prensipleri sınır koşulları dikkate alınarak incelenmiştir [86,111]. Şekil 2.2’de olduğu gibi  $z$  yönünde ilerleyen elektromanyetik TEM dalga malzeme üzerine gönderildiğinde 3 farklı ortam boyunca hareket eder, bu ortamlar I,II, III şeklinde kodlanmıştır. Elektromanyetik dalganın ilerleme yönü  $+z$  yönünde ise “+” üs işareti ile,  $-z$  yönünde ise “-“ üs işareti ile ifade edilmiştir. Şekilde, gelen dalga ( $E_0^+$ ), yansıyan dalga ( $E_0^-$ ), iç yansıyan dalgalar ( $E_1^+, E_1^-$ ), ve geçen dalga ( $E_2^+$ ) gösterilmektedir.



Şekil 2.2. Malzeme üzerine düşürülen elektromanyetik dalganın davranışı

### I. Boşlukta

Boşlukta yani elektromanyetik dalganın geldiği ortamda elektromanyetik alan bileşenleri ( $z \leq 0$ ):

$$\varepsilon_0, \mu_0 \quad \Rightarrow \quad Z_0 = \eta_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\varepsilon_0}} \quad \Rightarrow \quad E_0, H_0 = \frac{E_0}{\eta_0} \quad (2.29)$$

olarak ifade edilir. Elektromanyetik dalga denklemi ise, daha önce (2.16) denklemiyle bulduğumuz ilerleme katsayısı ( $\gamma$ ) ifadesi kullanılarak aşağıdaki gibi ifade edilir:

$$\begin{aligned} E_0 &= E_0^+ + E_0^- = E_0^+ e^{-\gamma_0 z} + E_0^- e^{\gamma_0 z} & \hat{x} \\ H_0 &= H_0^+ + H_0^- = \frac{1}{\eta_0} (E_0^+ e^{-\gamma_0 z} - E_0^- e^{\gamma_0 z}) & \hat{y} \end{aligned} \quad (2.30)$$

### II. Ortam

Malzemenin bulunduğu ortamda elektromanyetik alan bileşenleri ( $0 \leq z \leq d$ ):

$$\varepsilon_1, \mu_1 \quad \Rightarrow \quad Z_1 = \eta_1 = \sqrt{\frac{\mu_1}{\varepsilon_1}} \quad \Rightarrow \quad E_1, H_1 = \frac{E_1}{\eta_1} \quad (2.31)$$

ifadeleriyle verilir. Elektromanyetik dalga denklemi ise, daha önce (2.18) denklemiyle bulduğumuz ilerleme katsayısı ( $\gamma$ ) ifadesi kullanılarak bulunur:

$$\begin{aligned} E_1 &= E_1^+ + E_1^- = E_1^+ e^{-\gamma_1 z} + E_1^- e^{\gamma_1 z} & \hat{x} \\ H_1 &= H_1^+ + H_1^- = \frac{1}{\eta_1} (E_1^+ e^{-\gamma_1 z} - E_1^- e^{\gamma_1 z}) & \hat{y} \end{aligned} \quad (2.32)$$

### III. Ortam

Malzemedan çıkıp boşluğa girdiği son ortamda ise elektromanyetik alan bileşenleri ( $d \leq z$ ):

$$\varepsilon_0, \mu_0 \Rightarrow Z_0 = \eta_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\varepsilon_0}} \Rightarrow E_2, H_2 = \frac{E_2}{\eta_0} \quad (2.3)$$

şeklindedir. Elektromanyetik dalga denklemi ise, aşağıdaki gibi ifade edilir:

$$\begin{aligned} E_2 &= E_2^+ + E_2^- = E_2^+ e^{-\gamma_0(z-d)} & \hat{x} \\ H_2 &= H_2^+ + H_2^- = \frac{1}{\eta_0} E_2^+ e^{-\gamma_0(z-d)} & \hat{y} \end{aligned} \quad (2.34)$$

Sınır değerlerinde elektromanyetik dalganın sürekli olmasından yola çıkarak Toplam Yansımaya ( $\Gamma^{top}$ ) ve Geçme ( $T^{top}$ ) katsayılarını elde edebiliriz.

$z = 0$  sınır koşulunda;

I. Boşlukta = II. Ortam

$$\begin{aligned} E_0 &= E_1 \\ H_0 &= H_1 \end{aligned} \quad (2.35)$$

$$\begin{aligned} E_0^+ + E_0^- &= E_1^+ + E_1^- \\ E_0^+ - E_0^- &= \frac{\eta_0}{\eta_1} (E_1^+ - E_1^-) \end{aligned} \quad (2.36)$$

elde edilir ve bu iki eşitlik taraf tarafa toplandığında (2.37) ve taraf tarafa çıkartıldığında (2.38) denklemleri elde edilir:

$$E_0^+ = \left( \frac{\eta_1 + \eta_0}{2\eta_1} \right) E_1^+ + \left( \frac{\eta_1 - \eta_0}{2\eta_1} \right) E_1^- \quad (2.37)$$

$$E_0^- = \left( \frac{\eta_1 - \eta_0}{2\eta_1} \right) E_1^+ + \left( \frac{\eta_1 + \eta_0}{2\eta_1} \right) E_1^- \quad (2.38)$$

$z = d$  Sınır koşulunda ise;

II. Ortam = III. Ortam

$$\begin{aligned} E_1 &= E_2 \\ H_1 &= H_2 \end{aligned} \quad (2.39)$$

$$\begin{aligned} E_1^+ e^{-\gamma_1 d} + E_1^- e^{\gamma_1 d} &= E_2^+ \\ E_1^+ e^{-\gamma_1 d} - E_1^- e^{\gamma_1 d} &= \frac{\eta_1}{\eta_0} E_2^+ \end{aligned} \quad (2.40)$$

elde edilir ve bu iki eşitlik taraf tarafa toplandığında (2.41) ve taraf tarafa çıkartıldığında (2.42) denklemleri elde edilir:

$$E_1^+ = \left( \frac{\eta_1 + \eta_0}{2\eta_0} \right) E_2^+ e^{\gamma_1 d} \quad (2.41)$$

$$E_1^- = - \left( \frac{\eta_1 - \eta_0}{2\eta_0} \right) E_2^+ e^{-\gamma_1 d} \quad (2.42)$$

Denklem (2.37) ye denklem (2.41) ve (2.42) ifadeleri yerleştirilirse gelen dalganın geçen dalga cinsinde ifadesi aşağıdaki gibi elde edilmiş olur ve bu denklem kullanılarak *toplam geçme katsayısı* ( $T^{top}$ ) ifadesi bulunmuş olur:

$$E_0^+ = \left( \frac{\eta_1 + \eta_0}{2\eta_1} \right) \cdot \left( \frac{\eta_1 + \eta_0}{2\eta_0} \right) E_2^+ e^{\gamma_1 d} + \left( \frac{\eta_1 - \eta_0}{2\eta_1} \right) \cdot \left( \frac{\eta_0 - \eta_1}{2\eta_0} \right) E_2^+ e^{-\gamma_1 d} \quad (2.43)$$

$$E_0^+ = E_2^+ \frac{e^{\gamma_1 d}}{4\eta_1 \eta_0} \left[ (\eta_1 + \eta_0)^2 - (\eta_1 - \eta_0)^2 e^{-2\gamma_1 d} \right] \quad (2.44)$$



Toplam geçme katsayısı ( $T^{top}$ );

$$T^{top} = \frac{E_{geçen}}{E_{gelen}} = \frac{E_2^+}{E_0^+} \quad (2.45)$$

ifadesine uygun olarak (2.44) denkleminde aşağıdaki gibi elde edilebilir:

$$T^{top} = \frac{E_2^+}{E_0^+} = \frac{4\eta_1\eta_0 e^{-\gamma_1 d}}{(\eta_1 + \eta_0)^2 - (\eta_1 - \eta_0)^2 e^{-2\gamma_1 d}} \quad (2.46)$$

Son olarak bizi *toplam yansıma katsayısına* ( $\Gamma^{top}$ ) götürecek denklemin elde edilebilmesi için, denklem (2.38)'e denklem (2.41) ve (2.42) ifadeleri yerleştirilirse yansıyan dalganın geçen dalga cinsinde ifadesi aşağıdaki gibi elde edilmiş olur.

$$E_0^- = \left( \frac{\eta_1 - \eta_0}{2\eta_1} \right) \cdot \left( \frac{\eta_1 + \eta_0}{2\eta_0} \right) E_2^+ e^{\gamma_1 d} + \left( \frac{\eta_1 + \eta_0}{2\eta_1} \right) \cdot \left( \frac{\eta_0 - \eta_1}{2\eta_0} \right) E_2^+ e^{-\gamma_1 d} \quad (2.47)$$

$$E_0^- = E_2^+ \frac{e^{\gamma_1 d}}{4\eta_1\eta_0} (\eta_1^2 - \eta_0^2) (1 - e^{-2\gamma_1 d}) \quad (2.48)$$

Toplam yansıma katsayısı ( $\Gamma^{top}$ );

$$\Gamma^{top} = \frac{E_{yansans}}{E_{gelen}} = \frac{E_0^-}{E_0^+} \quad (2.49)$$

bulunur ve (2.48) denkleminde aşağıdaki gibi elde edilir:

$$\Gamma^{top} = \frac{E_0^-}{E_0^+} = \frac{(\eta_1^2 - \eta_0^2) (1 - e^{-2\gamma_1 d})}{[(\eta_1 + \eta_0)^2 - (\eta_1 - \eta_0)^2 e^{-2\gamma_1 d}]} \quad (2.50)$$

Şimdiye kadar elde edilen denklemlerden, yansıma ve geçiş kat-sayılarının daha sade bir şekilde ifade edilebilmesi için;

$$\Gamma = \frac{\eta_1 - \eta_0}{\eta_1 + \eta_0} \Rightarrow T = e^{-\gamma_1 d} \quad (2.51)$$

dönüşümleri kullanıldığında,

$$1 - \Gamma^2 = 1 - \left( \frac{\eta_1 - \eta_0}{\eta_1 + \eta_0} \right)^2 = \frac{(\eta_1 + \eta_0)^2 - (\eta_1 - \eta_0)^2}{(\eta_1 + \eta_0)^2} = \frac{4\eta_1\eta_0}{(\eta_1 + \eta_0)^2} \quad (2.52)$$

elde edilir.

Denklem (2.46) da (2.51) ve (2.52) denklemleri kullanıldığında, toplam geçme katsayısı aşağıdaki gibi bulunmuş olur:

$$T^{top} = \frac{4\eta_1\eta_0 e^{-\gamma_1 d}}{(\eta_1 + \eta_0)^2 \left[ 1 - \left( \frac{\eta_1 - \eta_0}{\eta_1 + \eta_0} \right)^2 \cdot e^{-2\gamma_1 d} \right]} = \frac{(1 - \Gamma^2)\Gamma}{1 - \Gamma^2 T^2} \quad (2.53)$$

Denklem (2.50) de (2.51) ve (2.52) denklemleri kullandığında ise toplam yansıma katsayısı aşağıdaki gibi bulunmuş olur:

$$\Gamma^{top} = \frac{(\eta_1^2 - \eta_0^2)(1 - e^{-2\gamma_1 d})}{(\eta_1 + \eta_0)^2 \left[ 1 - \left( \frac{\eta_1 - \eta_0}{\eta_1 + \eta_0} \right)^2 \cdot e^{-2\gamma_1 d} \right]} = \frac{(1 - T^2)\Gamma}{1 - \Gamma^2 T^2} \quad (2.54)$$

Burada yüzey yansıma katsayısı (2.51) denkleminde de anlaşılacağı gibi boşluğun ve malzemenin karakteristik empedansına bağlıdır. Burada  $\eta_0$  boşluğun,  $\eta_1$  ise malzemenin karakteristik empedansdır.

Son olarak denklem (2.51) yansımaya katsayısı ifadesinden, yansımaya katsayısının malzemenin elektriksel ve manyetik geçirgenliğine bağlı ifadesi  $x = \eta_1 / \eta_0$  dönüşümü yapılarak denklem (2.56) da olduğu gibi türetilmiş olur [83]:

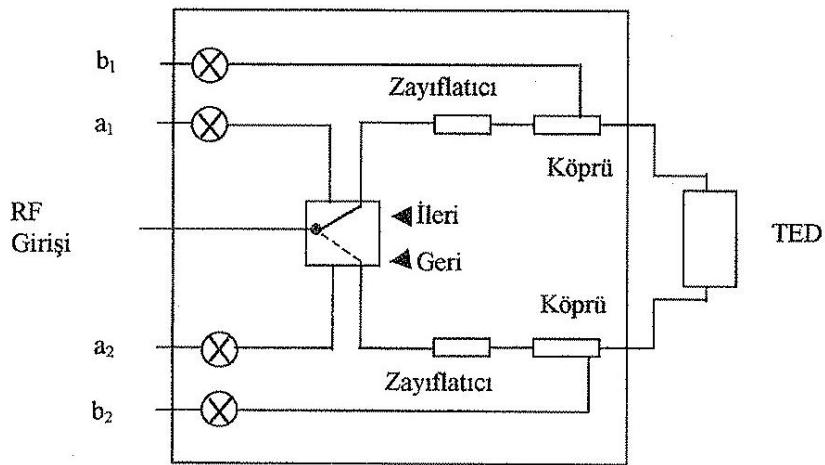
$$\Gamma = \frac{\eta_1 - \eta_0}{\eta_1 + \eta_0} = \frac{\eta_0(\eta_1 / \eta_0 - 1)}{\eta_0(\eta_1 / \eta_0 + 1)} = \frac{x - 1}{x + 1} \quad (2.55)$$

$$x = \frac{1 + \Gamma}{1 - \Gamma} = \frac{\eta_1}{\eta_0} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} \Rightarrow \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} = \frac{1 + \Gamma}{1 - \Gamma} \quad (2.56)$$

## 2.2. Network Analizörü ve Çalışma Prensipleri

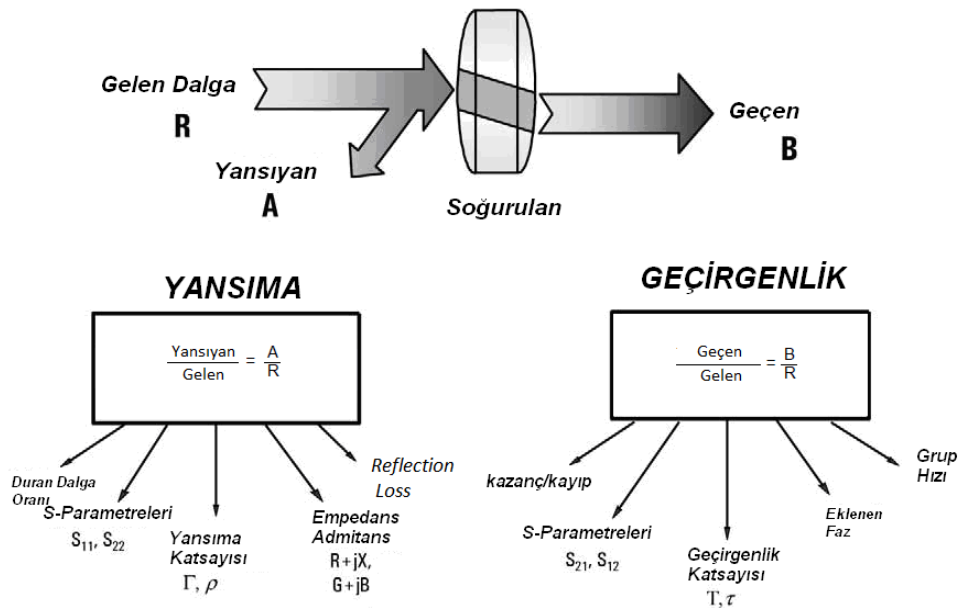
Network analizör, radyo-frekans ölçümlerinde kullanılmakta olup, vektörel ve skaler network analizör olmak üzere ikiye ayrılır. Skaler network analizörler bir bakıma gelişmiş spektrum analizör olup, sinyalin sadece genliğine bakarken, Vektörel network analizörler sinyalin sadece genliğine değil fazına da bakıp, empedans ve S-parametreleri gibi sistem hakkında birçok bilgi vermektedir.

VNA, devreleri analiz etmek için test edilecek sistemin girişine değeri genliği ve fazı bilinen bir sinyal uygulayarak, sistemin çıkışındaki sinyale bakıp sistem yapısı hakkında; S-parametreleri, giriş çıkış empedansları, faz farkı, kazanç kayıp gibi bilgiler vermektedir.



Şekil 2.3. VNA-test düzeneği yapısı şematik gösterimi [94].

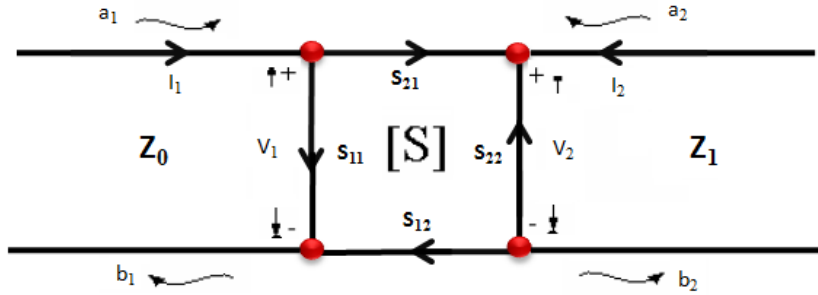
Temel olarak bir VNA cihazı içinde bir sinyal kaynağı, test deney düzeneği ve analiz edici olmak üzere üç birimden oluşur. Şekil 3.1’de gösterilen test deney düzeneği; uygulanan, yansıyan ve transfer edilen sinyali ayırmakta kullanılan ayrıştırıcı ve köprü devrelerini içermektedir. Birinci aşamada test set, sinyal kaynağı çıkışını, uygulanan sinyal olarak kabul eder. Bu sinyali, test edilen devrenin (TED) girişine bir köprü devresi üzerinden uygular. Bu köprü devresi, girişindeki sinyali, hiç değiştirmeden çıkışına bağlanan TED’nin birinci portuna uygular ve TED’den yansıyan sinyali olarak ölçülmek üzere diğer çıkışına verir. TED’nin çıkışındaki transfer sinyali, test set içindeki ikinci köprü devresi üzerinden analiz ediciye gönderilir. Bu sinyallerin genlik ve fazları ölçülerek TED’nin S11 ve S21 parametreleri bulunur. Diğer parametrelerin hesaplanması için TED’nin sökülüp ters konumda test set tekrar bağlanmasına gerek kalmadan ölçüm yapılabilmesi amacıyla test set simetrik olarak tasarlanarak daha az sayıda bağlantı yapılması sağlanmıştır. Böylece aynı bağlantı ve aynı yöntem ile TED’nin S22 ve S12 parametreleri de belirlenir. Son olarak giriş ve çıkışlar mikro işlemcinin bulunduğu analiz edici birime bağlantılı olup bu birim tarafından kontrol edilir [91,92]. Böylece bir VNA cihazı ile üretilen sinyalin ne kadarının test edilen sistem üzerinde yoluna devam ettiği, ne kadarının geri yansıdığı, sistem çıkışında genlik ve faz olarak ne kadar bozulduğu ayrıca ne kadar gecikmeye uğradığı gibi birçok parametre test edilebilir [98].



Şekil.2.4. Network Analizörde EM dalganın malzemeden geçişi ve parametreleri [98].

### 2.2.1. S-parametreleri (Saçılma parametreleri)

S-parametreleri, bir mikrodalga devresini harici bir devreye bağlayan iletim hattı üzerindeki ilerleyen ve yansıyan dalga değerlerini kullanarak hesaplanırlar. Özellikle dalga kılavuzlarının kullanıldığı ölçüm aletlerinde, akım ve gerilim ölçümleri yapılamadığından bu tür ölçümlerde S-parametreleri kullanılmaktadır.



Şekil 2.5. Doğrusal iki portlu mikrodalga devresi

İki portlu lineer bir devre, Şekil 2.5'te gösterildiği gibi bir iletim hattına yerleştirildiğinde, bağlantı noktalarındaki dalgaların gerilim değerlerinden S-parametreleri hesaplanabilmektedir. Kaynaktan gelen uyarıcı sinyale karşılık ilerleyen ve yansıyan sinyaller tepki sinyalini oluşturur. Bu ilerleyen ve yansıyan sinyalin gerilim değerleri aşağıdaki şekilde hesaplanmaktadır:

$$V_1 = V_1^+ + V_1^- \quad V_2 = V_2^+ + V_2^- \quad (2.57)$$

Bu bağlantı noktalarındaki gerilim değerlerinden, iletim hattının karakteristik empedansını ( $Z_0$ ) kullanarak akım değerleride (2.58)'deki gibi elde edilmiş olur:

$$I_1 = \frac{1}{Z_0}(V_1^+ - V_1^-) \quad I_2 = \frac{1}{Z_0}(V_2^+ - V_2^-) \quad (2.58)$$

Buradaki  $Z_0$  mikrodalga devrelerinde genellikle  $50\Omega$ 'dur. İlerleyen ve yansıyan dalga denklemlerine ait gerilim değerlerini (2.57) ve (2.58) denklemlerinden (2.59) denklemlerinde olduğu gibi hesaplayabiliriz:

$$\begin{aligned}
V_1^+ &= \frac{V_1 + Z_0 I_1}{2} & V_2^+ &= \frac{V_2 + Z_0 I_2}{2} \\
V_1^- &= \frac{V_1 - Z_0 I_1}{2} & V_2^- &= \frac{V_2 - Z_0 I_2}{2}
\end{aligned}
\tag{2.59}$$

Gelen ve yansıyan gerilim değerleri iletim hattının karakteristik empedansının kareköküne bölünerek normalize edildiğinde, normalize gerilim dalga formları  $a$  ve  $b$  değişkenleri cinsinden aşağıdaki gibi elde edilmiş olur:

$$\begin{aligned}
a_1 &= \frac{V_1^+}{\sqrt{Z_0}} , & a_2 &= \frac{V_2^+}{\sqrt{Z_0}} \\
b_1 &= \frac{V_1^-}{\sqrt{Z_0}} , & b_2 &= \frac{V_2^-}{\sqrt{Z_0}}
\end{aligned}
\tag{2.60}$$

Akım ve gerilimin maksimum olduğu değerlerde, gelen ve yansıyan dalgaları güç cinsinden (2.60) denklemini kullanarak ifade edecek olursak (2.61) denklemleri bulunmuş olur:

$$\begin{aligned}
P_1^+ &= \frac{1}{2} |a_1|^2 , & P_2^+ &= \frac{1}{2} |a_2|^2 \\
P_1^- &= \frac{1}{2} |b_1|^2 , & P_1^- &= \frac{1}{2} |b_2|^2
\end{aligned}
\tag{2.61}$$

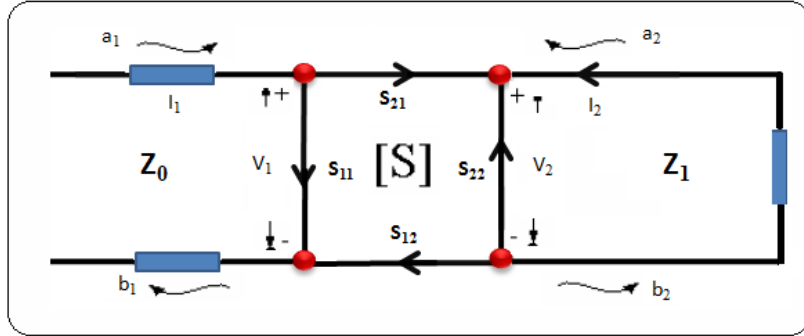
Buradan denklem (2.60) normalize edilmiş dalga formlarını kullanarak S-saçılma parametrelerini aşağıdaki özdeşliklerden hesaplayabiliriz:

$$\begin{aligned}
b_1 &= S_{11} a_1 + S_{12} a_2 \\
b_2 &= S_{21} a_1 + S_{22} a_2
\end{aligned}
\tag{2.62}$$

Yukarıdaki 2.62 denklemini matris formu ise (2.63) ifadesinde olduğu gibidir:

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \end{bmatrix}
\tag{2.63}$$

Şekil 2.5 de verilen 2 portlu bir devre için S-parametreleri elde edilmiş olur. Eğer iletim hattına yerleştirilmiş olan bir devrenin referans düzlemi ve iletim hattının karakteristik empedansı biliniyorsa, (2.62) denklemlerinden bu devre tamamen karakterize edilebilir.



Şekil 2.6. İki portlu lineer bir devrede S-parametreleri, gelen ve yansıyan dalgaların gösterimi

S-parametrelerinin nasıl hesaplatıldığı Şekil.2.6 üzerinden açık bir şekilde görülmektedir. Şekil.2.6 da verilen iki portlu lineer bir devrenin S-parametreleri ile, gelen ve yansıyan dalgaların normalize gerilim formları a ve b değişkenleri cinsinden gösterilmiştir. Bu devrede ikinci porta iletim hattının empedansına eşdeğer bir empedans bağlandığında, empedansın üzerine uygulanan sinyal tamamen harcanır. Geriye yansıyan sinyal olmayacağından,  $a_2 = 0$  olur. Denklem (2.62) de yeniden hesaplama yaptırıldığında,  $S_{11}$  ve  $S_{21}$  parametreleri (2.64) deki gibi elde edilmiş olur:

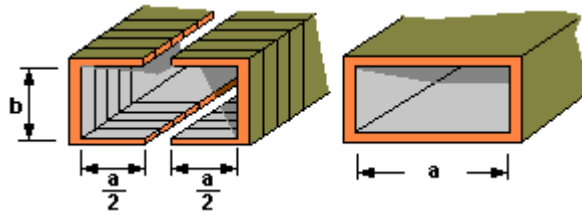
$$a_2 = 0 \text{ için; } \quad S_{11} = \frac{b_1}{a_1}, \quad S_{21} = \frac{b_2}{a_1} \quad (2.64)$$

Bu iletim hattına eşdeğer empedans birinci porta bağlandığında ise  $a_1 = 0$  olur. Benzer hesaplamalar (2.62) denkleminde yapılarak  $S_{22}$  ve  $S_{12}$  parametreleri (2.65)'te olduğu gibi hesaplatılmış olur [91-98]:

$$a_1 = 0 \text{ için; } \quad S_{22} = \frac{b_2}{a_2}, \quad S_{12} = \frac{b_1}{a_2} \quad (2.65)$$

### 2.2.2. Dikdörtgen dalga kılavuzları (Rectangular waveguides)

Dalga kılavuzları, elektromanyetik dalga spektrumunun ‘Mikrodalga’ bölgesi diye adlandırılan 1GHz ile 100GHz arasındaki frekans bölgesini kapsayan çeşitli frekanslarda çalışan, yüksek derecede iletkenlik sağlamak için içyapısı altın ya da gümüş ile kaplanmış, dikdörtgen biçiminde bakır ya da pirinç borulardan oluşmaktadır.



Şekil.2.7. Dalga kılavuzları

Genel olarak bir dikdörtgen dalga kılavuzu,  $\lambda / 4$  uzunluğa sahip, yan yana dizilmiş çok sayıda kısa devre parçalarından oluşmaktadır (Şekil 2.7). Bu biçimdeki parçalardan ikisi karşı karşıya getirilerek, dikdörtgen biçimli kesite sahip bir dalga kılavuzu oluşturulur. Her hangi bir dalga kılavuzunda sinyaller, kılavuzun boyutlarına bağlı olarak çalışan belirli bir frekans bölgesinde yayılırlar. Bu frekans bölgesi dalga kılavuzunun boyutlarına, özellikle uzun kenarına bağlıdır. Eğer gönderilen elektromanyetik sinyalin dalga boyu, sınır dalga boyu denilen  $\lambda_c$  den daha küçük ise sinyal dalga kılavuzu içerisinde hareket ederek elektromanyetik iletimi tamamlar.  $\lambda_c$  : sınır dalga boyu (m) ve a; dalga kılavuzunun uzun kenarı (m) olup, dikdörtgen kesitli bir dalga kılavuzunun sınır dalga boyu formülü (2.66) denkleminde olduğu gibi ifade edilebilir:

$$\lambda_c = 2a \quad (2.66)$$



Dalga kılavuzu içerisinde ilerleyen elektromanyetik dalga, elektrik alan ve manyetik alan bileşenlerinin durumuna göre dalga kılavuzu içerisinde üç farklı moda uygun olarak hareket etmektedir. Bu modlar, TE modu, TM modu ve TEM modu olarak isimlendirilmektedir.

Denklem (2.13) deki Maxwell ve Amper yasaları kullanılarak ve (2.15) denklemi ile elde edilen elektromanyetik dalga denklemi bağıntısından yola çıkılarak +z doğrultusunda  $e^{-j\beta z}$  frekansıyla hareket eden elektromanyetik dalganın homojen bir dalga kılavuzu içerisindeki modları elde edilebilir.

Öncelikle denklem (2.13) deki Maxwell denkleminden Elektrik alan bileşenleri;

$$\nabla \times \bar{E} = -j\omega\mu\bar{H} \Rightarrow \begin{vmatrix} \hat{x} & \hat{y} & \hat{z} \\ \frac{\partial}{\partial x} & \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial z} \\ E_x & E_y & E_z \end{vmatrix} = -j\omega\mu\bar{H} \quad (2.67)$$

$$\hat{x} : \frac{\partial E_z}{\partial y} - \frac{\partial E_y}{\partial z} = -j\omega\mu H_x$$

$$\hat{y} : -\left( \frac{\partial E_z}{\partial x} - \frac{\partial E_x}{\partial z} \right) = -j\omega\mu H_y$$

$$\hat{z} : \frac{\partial E_y}{\partial x} - \frac{\partial E_x}{\partial y} = -j\omega\mu H_z$$

şeklinde ifade edilir. Buradan +z doğrultusunda  $e^{-j\beta z}$  frekansıyla hareket eden elektromanyetik dalga için uygulandığında;

$$\frac{\partial(e^{-j\beta z})}{\partial z} = -j\beta z(e^{-j\beta z}) \quad (2.68)$$

elde edilmiş olur. Denklem (2.67) yukarıdaki ifadeye göre yeniden hesaplatıldığında,

$$\begin{aligned}
\frac{\partial E_z}{\partial y} + j\beta E_y &= -j\omega\mu H_x \\
-\frac{\partial E_z}{\partial x} - j\beta E_x &= -j\omega\mu H_y \\
\frac{\partial E_y}{\partial x} - \frac{\partial E_x}{\partial y} &= -j\omega\mu H_z
\end{aligned} \tag{2.69}$$

denklemlerini vermektedir. Denklem (2.13) ifadesinden yola çıkılarak denklem (2.67) de olduğu gibi benzer işlemler Amper yasasından yapıldığında, Manyetik alan bileşenleri aşağıdaki gibi türetilmiş olur:

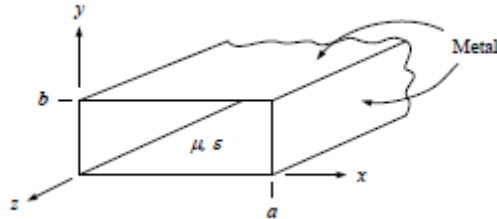
$$\begin{aligned}
\frac{\partial H_z}{\partial y} + j\beta H_y &= j\omega\varepsilon E_x \\
-j\beta H_x - \frac{\partial H_z}{\partial x} &= j\omega\varepsilon E_y \\
\frac{\partial H_y}{\partial x} - \frac{\partial H_x}{\partial y} &= j\omega\varepsilon E_z
\end{aligned} \tag{2.70}$$

Son olarak yukarıdaki son iki denklem seti kullanılarak  $H_x, H_y, E_x$  ve  $E_y$  bileşenleri çekilerek yeniden düzenlendiğinde, tüm bileşenler  $E_z$  ve  $H_z$  bileşeni cinsinden aşağıdaki ifade de olduğu gibi türetilmiş olmaktadır:

$$\begin{aligned}
H_x &= \frac{j}{k_c^2} \left( \omega\varepsilon \frac{\partial E_z}{\partial y} - \beta \frac{\partial H_z}{\partial x} \right) \\
H_y &= -\frac{j}{k_c^2} \left( \omega\varepsilon \frac{\partial E_z}{\partial x} + \beta \frac{\partial H_z}{\partial y} \right) \\
E_x &= -\frac{j}{k_c^2} \left( \beta \frac{\partial E_z}{\partial x} + \omega\mu \frac{\partial H_z}{\partial y} \right) \\
E_y &= \frac{j}{k_c^2} \left( -\beta \frac{\partial E_z}{\partial y} + \omega\mu \frac{\partial H_z}{\partial x} \right)
\end{aligned} \tag{2.71}$$

Artık (2.71) denklemi elektromanyetik dalganın homojen bir dalga kılavuzu içerisindeki modlarını ifade etmektedir[82-87, 99]. Bu modlar sırasıyla ilerleyen kısımlarda incelenmiştir.

TE MODU:  $E_z=0$  ve  $H_z \neq 0$  durumunda Elektromanyetik dalga Dikine Elektrik (TE) Dalga olarak adlandırılır. Dikdörtgen dalga kılavuzunda TE modunda hareket eden elektromanyetik dalga denklemini sınır koşulları dikkate alınarak çözüldüğünde;



Şekil.2.8. Dalga kılavuzu sınır değerleri gösterimi

$$\nabla^2 H_z + k^2 H_z = 0$$

$$k^2 = \omega^2 \mu \epsilon_c$$

$$\frac{\partial^2 H_z}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 H_z}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2} + k^2 H_z = 0$$

$$H_z(x, y, z) = X(x)Y(y)Z(z)$$

$$\frac{X''}{X} + \frac{Y''}{Y} + \frac{Z''}{Z} = -k^2 \quad (2.72)$$

$$X'' + k_x^2 X = 0$$

$$Y'' + k_y^2 Y = 0$$

$$Z'' - \gamma^2 Z = 0$$

$$X(x) = c_1 \cos k_x x + c_2 \sin k_x x$$

$$Y(y) = c_3 \cos k_y y + c_4 \sin k_y y$$

$$Z(z) = c_5 e^{\gamma z} + c_6 e^{-\gamma z}$$

$$-k_x^2 - k_y^2 + \gamma^2 = -k^2$$

$$H_z(x, y, z) = X(x)Y(y)Z(z)$$

$$H_z = (A_1 \cos k_x x + A_2 \sin k_x x)(A_3 \cos k_y y + A_4 \sin k_y y)e^{-\gamma z}$$

bulunur.

Sınır koşulları dikkate alındığında:

$$1-) \frac{\partial H_z}{\partial x} = 0 \text{ at } x = 0, a$$

$$\frac{\partial H_z}{\partial x} = (-A_1 \sin k_x x + A_2 \cos k_x x)(A_3 \cos k_y y + A_4 \sin k_y y)e^{-\gamma z}$$

$$x = 0 \rightarrow A_1 = 0$$

$$x = a \rightarrow A_2 \sin k_x a = 0 \quad (2.73)$$

$$k_x a = m\pi$$

$$k_x = \frac{m\pi}{a} \quad m = 0, 1, 2, 3, \dots$$

$$2-) \frac{\partial H_z}{\partial y} = 0 \text{ at } y = 0, b$$

$$\frac{\partial H_z}{\partial y} = (A_1 \cos k_x x + A_2 \sin k_x x)(-A_3 \sin k_y y + A_4 \cos k_y y)e^{-\gamma z}$$

$$y = 0 \rightarrow A_4 = 0$$

$$y = b \rightarrow A_3 \sin k_y b = 0 \quad (2.74)$$

$$k_y b = n\pi$$

$$k_y = \frac{n\pi}{b} \quad n = 0, 1, 2, 3, \dots$$

Denklem (2.72) de, denklem seti (2.73) ve (2.74) deki değerler yerine yazıldığında:

$$H_z = A_1 A_3 (\cos k_x x)(\cos k_y y)e^{-j\beta z} \quad (2.75)$$

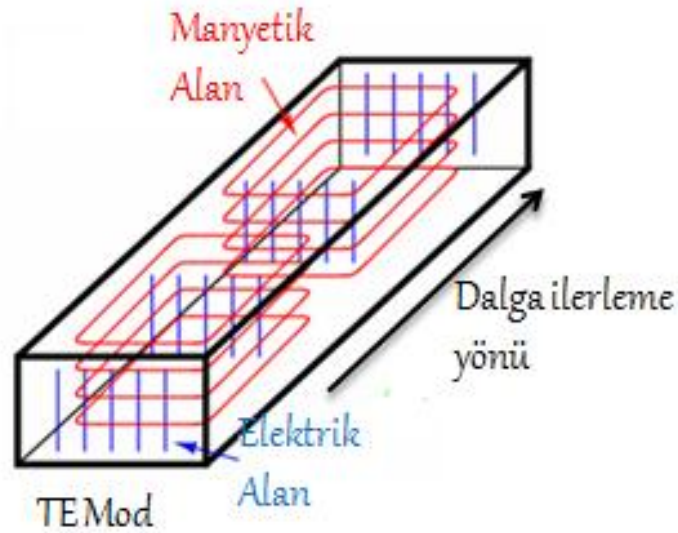
$$H_z = H_o \cos\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{n\pi}{b} y\right) e^{-j\beta z}$$

$$E_z = 0$$

+z yönünde ilerleyen elektromanyetik dalganın TE<sub>mn</sub> modu için gerekli olan H<sub>z</sub> bileşeni 2.75 denkleminde olduğu gibi elde edilmiş olur. Denklem seti (2.71)

ifadesinde bulunan  $H_z$  değerleri yerlerine yazıldığında diğer bileşenler de türetilmiş olur.

$$\begin{aligned}
 E_x &= -\frac{j\omega\mu}{k_c^2} \frac{\partial H_z}{\partial y} & E_x &= \frac{j\omega\mu}{k_c^2} \left(\frac{n\pi}{b}\right) H_o \cos\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-\gamma z} \\
 E_y &= -\frac{j\omega\mu}{k_c^2} \frac{\partial H_z}{\partial x} & E_y &= -\frac{j\omega\mu}{k_c^2} \left(\frac{m\pi}{a}\right) H_o \sin\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-\gamma z} \\
 H_x &= -\frac{\gamma}{k_c^2} \frac{\partial H_z}{\partial x} & H_x &= \frac{j\beta}{k_c^2} \left(\frac{m\pi}{a}\right) H_o \sin\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-\gamma z} \\
 H_y &= -\frac{\gamma}{k_c^2} \frac{\partial H_z}{\partial y} & H_y &= \frac{j\beta}{k_c^2} \left(\frac{n\pi}{b}\right) H_o \cos\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-\gamma z}
 \end{aligned} \tag{2.76}$$



Şekil.2.9. Dalga kılavuzu TE modu elektrik ve manyetik alanların gösterimi

Elektrik alan bileşeni daima dalga kavuzunun geniş yüzeyine diktir ve dalga kavuzu boyunca her yarı dalga boyunda en büyük ve en küçük değerini alır. Buna karşın manyetik alan bileşeni geniş yüzeye paraleldir ve elektrik alan bileşeninin minimum olduğu yerde maksimumdur. Buradan dalga denkleminin çözümünden elde edilen ilerleme sabiti  $\gamma$  (2.22) tekrar aşağıdaki gibi ifade edilebilir:

$$\begin{aligned}
-k_x^2 - k_y^2 + \gamma^2 &= -k^2 \\
\gamma &= \sqrt{(k_x^2 + k_y^2) - k^2} \\
&= \sqrt{\left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 + \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2 - \omega^2 \mu \epsilon}
\end{aligned} \tag{2.77}$$

Bu (2.77) denkleminde yola çıkılarak,

i-)  $\gamma = \alpha + j\beta = 0$  durumunda dalga kılavuzunun sınır frekansını ( $f_c$ ) elde etmiş oluruz.

$$\begin{aligned}
\omega_c^2 \mu \epsilon &= \left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 + \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2 \\
4\pi^2 f_c^2 \mu \epsilon &= k_c^2 \\
f_c^2 &= \frac{k_c^2}{4\pi^2 \mu \epsilon} \\
f_c &= \frac{1}{2\pi \sqrt{\mu \epsilon}} \sqrt{k_x^2 + k_y^2}
\end{aligned} \tag{2.78}$$

ii-)  $\gamma = j\beta$  ve  $\alpha = 0$  durumunda kılavuz içerisine giren dalganın frekansı sınır frekansının üzerinde olduğundan dalga yayılımı gerçekleşir.

$$\begin{aligned}
\omega^2 \mu \epsilon &> \left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 + \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2 \\
\beta &= \sqrt{\omega^2 \mu \epsilon - \left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 - \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2} = \beta' \sqrt{1 - \left(\frac{f_c}{f}\right)^2}
\end{aligned} \tag{2.79}$$

iii-)  $\gamma = \alpha$  ve  $\beta = 0$  durumunda herhangi bir yayılma söz konusu olmayıp, kılavuz içerisine giren dalga  $e^{-\alpha z}$  faktörüyle azalarak sönüme gider.

$$\omega^2 \mu \epsilon < \left( \frac{m\pi}{a} \right)^2 + \left( \frac{n\pi}{b} \right)^2 \quad (2.80)$$

Dalga kılavuzlarında baskın mod en düşük sınır frekansı değerine sahip olan  $n=0$   $m=1$  durumundaki  $TE_{10}$  modudur. Bu mod için 2.78 ifadesinden  $\left( c = \frac{1}{\sqrt{\mu \epsilon}} \right)$  olduğu göz önünde bulundurulduğunda dalga kılavuzu sınır frekansı  $f_c = \frac{c}{2a}$  bulunur.

Diğer modlar ise dalga kılavuzunun boyutlarına göre şekillenir ve sınır frekansı ona göre hesaplanır. Boyutları  $a=2.286$  cm ve  $b= 1.016$  cm olan (X-band) dikdörtgen dalga kılavuzu için tüm modlarda sınır frekanslarını hesaplırsak;

Tablo.2.1. X-band  $TE_{mn}$  mod için sınır frekansları.

$m$	$n$	$f_{c,mn}$ (GHz)
1	0	6.562
2	0	13.123
0	1	14.764
1	1	16.156

tablosunu elde etmiş oluruz. Buradan da açıkça görüleceği üzere X-band 8.2-12.4 GHz arasındaki frekanslarında çalıştığından yalnızda  $TE_{10}$  modunda çalışır.

TM MODU:  $E_z \neq 0$  ve  $H_z = 0$  durumda Elektromanyetik dalga Dikine Manyetik (TM) Dalga olarak adlandırılır. Bu mod için sınır frekansı ifadesi aşağıdaki gibi ifade edilir;

$$f_{c,mn} = \sqrt{\left( \frac{m\pi}{a} \right)^2 + \left( \frac{n\pi}{b} \right)^2} \quad \begin{matrix} m, n = 0, 1, \dots \\ m = n \neq 0 \end{matrix} \quad (2.81)$$

X-band dalga kılavuzu için tüm durumlara ait hesaplanan sınır frekanslarını veren tablo ise aşağıda olduğu gibidir. X-band dalga kılavuzu frekans uyumsuzluğundan dolayı bu modda çalışmaz.

Tablo.2.2. X-band  $TM_{mn}$  mod için sınır frekansları.

$m$	$n$	$f_{c,mn}$ (GHz)
1	1	16.156
1	2	30.248
2	1	19.753

TEM MODU:  $E_z=0$  ve  $H_z=0$  durumunda Elektromanyetik dalga Dikine Elektromanyetik (TEM) Dalga olarak adlandırılır. Bu mod için sınır frekansı ifadesi sıfıra eşittir. Dalga kılavuzlarında bu mod desteklenmez [82,100].

Tablo.2.3. Kullanılan dikdörtgen kılavuzların özellikleri.

Band	Kesitler (mm x mm)	Sınır Frekansı $f_c$ (GHz)	Maksimum Frekans (GHz)	Frekans aralığı (GHz)
X	22.86 x 10.16	6.557	13.114	8.20–12.4
P	15.80 x 7.90	9.487	18.974	12.4–18.0
K	10.67 x 4.32	14.048	28.096	18.0–26.5
R	7.112 x 3.556	21.082	42.164	26.5–40.0

Dalga kılavuzunun avantajları:

- 1) Enerji-taşıma kabiliyeti koaksiyel hatlara göre daha fazladır.
- 2) Dış yüzeyi metal olduğu için koaksiyel hatlara göre radyasyonla zayıflama, dalga kılavuzlarında yoktur.
- 3) Güç kontrolü yeteneği iletkenler arasındaki mesafe ile doğrudan ilişkili olduğundan, dalga kılavuzları aynı boyuttaki koaksiyel hattan daha fazla gücü kontrol altına alabilmektedir.

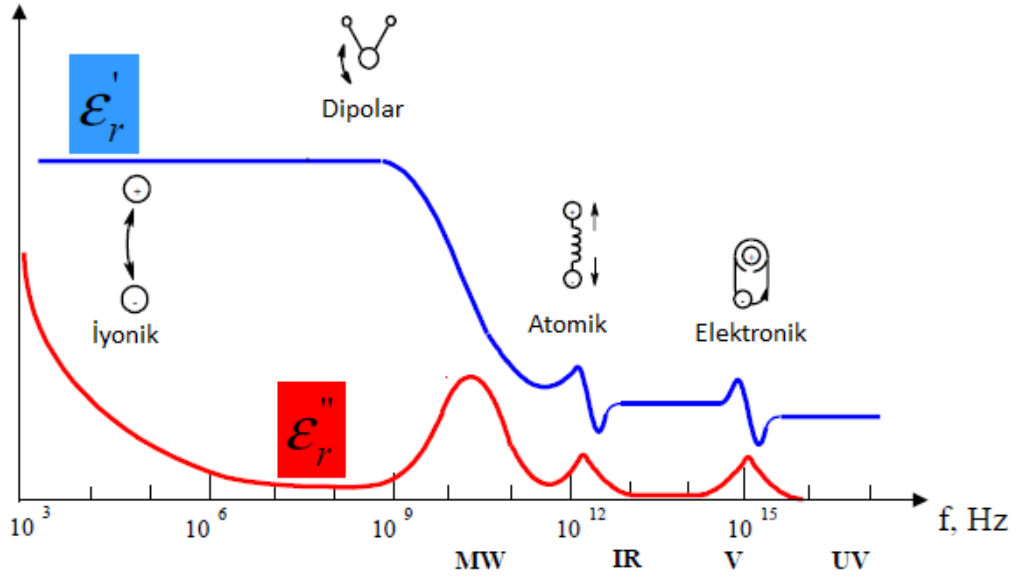
Dalga kılavuzunun dezavantajları:

- 1) Uygulanacak sinyalin frekansının dalga kılavuzu boyutlarına bağlı olması.
- 2) Dalga kılavuzlarının sistemle birleşmesi esnasında adaptör, konektör gib özel elemanlar gerektirmesi.
- 3) Bakır ve deri olayı kayıplarını azaltmak için, dalga kılavuzu yüzeyinin gümüş ya da altınla kaplanması gerekliliği ve bunun yüksek bir maliyet gerektirmesi dezavantaj oluşturmaktadır.



### 2.3. Ölçüm Teknikleri

Malzeme bilimi, Mikrodalga devre tasarımı, Soğurucu malzeme geliştirme ve biyolojik temelli araştırmalar gibi pek çok alanda kullanılan radyo frekansı bölgesindeki malzemelerin elektrik ve manyetik karakteristiklerinin belirlenmesinde kullanılan kompleks dielektrik ölçümler oldukça büyük bir öneme sahiptir.



Şekil.2.10. Dielektrik özelliğin frekansa bağlı şematik gösterimi.

Elektromanyetik radyasyon soğurucu malzeme, üzerine düşürülen elektromanyetik sinyali üç temel kayıp mekanizmasını işleterek soğurur.

1. Ortamın iletkenliğinden kaynaklanan ortalama kayıp güç yoğunluğu,  $E$  elektrik alanı ve  $\sigma$  ortamın iletkenliği ile doğru orantılıdır. İletkenlik, sonlu ortam boyunca yüklerin akışıdır.
2. Uygulanan elektromanyetik dalganın değişken elektrik alan bileşeni ile elektrik dipollerin hareketinden kaynaklanan kayıp mekanizması. Bu kayıpta ortalama kayıp güç yoğunluğu, yine  $E$  elektrik alanı ve dielektrik sabitinin ( $\epsilon = \epsilon' - i\epsilon''$ ) sanal bileşeni ile ifade edilir. Dielektrik sabiti en temel tarifi ise elektrik dipollerinin elektrik alandan ne kadar etkilendiğini yani elektriksel kutuplandığını ifade eden bir katsayıdır.

3. Bu kayıp mekanizması ise elektromanyetik dalganın değişken  $H$  manyetik alan bileşeni ile manyetik dipollerin hareketi ile oluşur. Bu kayıp da ortalama kayıp güç yoğunluğu,  $H$  manyetik alan bileşeni ve ortamın manyetik alan ile ne kadar manyetik kutuplandığını (mıknatıslanmışlığını) belirten manyetik geçirgenlik katsayısının ( $\mu = \mu' - i\mu''$ ) sanal kısmı ile ifade edilir.

Başka bir ifadeyle, elektrik ya da ferroelektrik malzemeler elektromanyetik alana maruz bırakıldıklarında, elektromanyetik dalganın gücünde bir azalma olur. Bu azalma soğurma mekanizmasıyla açıklanır. Soğurma mekanizması ise malzeme içerisindeki güç kaybının ısıya dönüşmesidir.

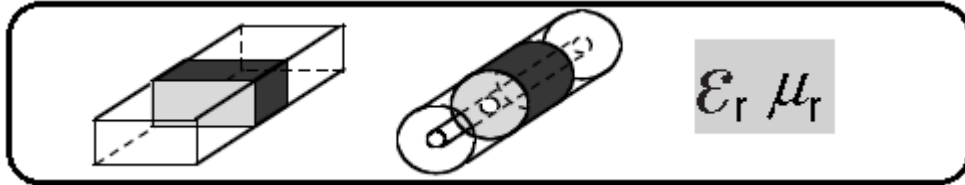
Malzemelerin elektromanyetik dalga ile etkileşimini karakterize eden kompleks dielektrik ( $\epsilon$ ) ve manyetik ( $\mu$ ) geçirgenlik gibi fiziksel parametrelerinin belirlenmesinde pek çok teknik geliştirilmiştir. Bu tekniklerden bazıları;

- 1) İletim hattı tekniği (Transmission/Reflection line technique)
- 2) Serbest ortam yansıma tekniği (Free space technique)
- 3) Açık-uçlu koaksiyel uç tekniği (Open-ended coaxial probe technique)
- 4) Rezonans kavite tekniği (Resonant cavity technique)

olmak üzere dört ana başlık altında incelenmiştir. Malzemelerin dielektrik ölçümleri sonucunda elde edilen  $\epsilon_r = \epsilon' - i\epsilon''$  ve  $\mu_r = \mu' - i\mu''$  ifadelerindeki kompleks parametreler  $\epsilon_r$  ve  $\mu_r$  sırasıyla malzemenin elektriksel ve manyetik bağlı geçirgenlikleri olup, boşluğa göre normalize edilirler. Dielektrik ölçümlerin reel bileşenleri ( $\epsilon', \mu'$ ) malzemede depolan enerji ile sanal bileşenler ( $\epsilon'', \mu''$ ) ise malzemenin soğurma kaybı ile ilgili niceliklerdir [83]. Diğer bir değişle,  $\epsilon''$  ortamın iletkenliğine ve  $\mu''$  ise mıknatıslanma şiddetine bağlıdır. Kayıp tanjantı (Loss tangent) terimi ise, kompleks kısmın reel kısma oranı olup  $\left(\tan \delta_\epsilon = \frac{\epsilon''}{\epsilon'}\right)$  ve  $\left(\tan \delta_\mu = \frac{\mu''}{\mu'}\right)$  malzemenin görelî kaybını veren ve daha çok mühendislik uygulamalarında kullanılan bir tanımlamadır.

### 2.3.1. İletim hattı tekniği

Yansıma ve geçirgenlik tekniği olarak ta bilinen bu teknik, daha çok geniş band ölçüm tekniği olarak kullanılır. Bu teknikte dalga kılavuzu ölçümlerinde TE modu, koaksiyel hat ölçümlerinde TEM modu desteklenmektedir.



Şekil.2.11. İletim hattı metodu; dalga kılavuzu ve koaksiyel hat şematik gösterimi.

Bu tekniğin uygulandığı dalga kılavuzu ölçümlerinde kullandığımız deney seti Şekil.2.12 ve Şekil 2.13 de gösterildiği gibi olup, malzeme dalga kılavuzları arasındaki pencereye boşluk kalmayacak şekilde yerleştirilip, network analizörün her iki portu kullanılarak ölçümler yapılmaktadır. Bu ölçümlere başlamadan önce ilk olarak kullanılacak tekniğe uygun (Open, Short, Load ya da TRL-Through Reflect Line...) olarak kalibrasyonun yapılmış olması gerekmektedir. Bu teknikle yapılan ölçümler sonucunda yansıma (S11) ve geçme (S21) saçılma parametreleri elde edilebilmektedir. Bu saçılma parametreleri geliştirilen yazılım programları ile işletilerek dielektrik malzemeye ait elektriksel ve manyetik geçirgenlik gibi fiziksel parametreler hesaplanabilmektedir Şekil 2.11.



#### Avantajları:

Bu teknik dalga kılavuzu ve koaksiyel kablo ölçümleri için ideal olmasının yanı sıra geniş frekans (10MHz-110GHz) ölçümlerinde de kullanılabilir.

Katı ve manyetik malzeme ölçümleri için ayrıca ideal bir tekniktir [101].

Şekil.2.12. Dalga kılavuzu için iletim hattı deney seti.

Dezavantajları:

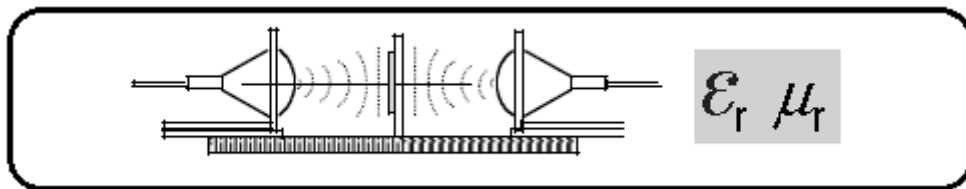
Bu teknikle yapılacak ölçümlerde kullanılan malzemenin şekli önemlidir. Buna bağlı olarak dalga kılavuzu ile yapılan ölçümlerde düşük frekanslarda dalga kılavuzunun boyutları da artacağından daha büyük ebatlarda malzemeye ihtiyaç duyulması bu tekniğin dezavantajlarını oluşturmaktadır [81].



Şekil.2.13. Dalga kılavuzu iletim hattı tekniği; a) Metal perdelemesiz, b) Metal perdelemeli yansıma(S11) ve c) geçme (S21) ölçüm düzeneği resmi.

### 2.3.2. Serbest ortam tekniği

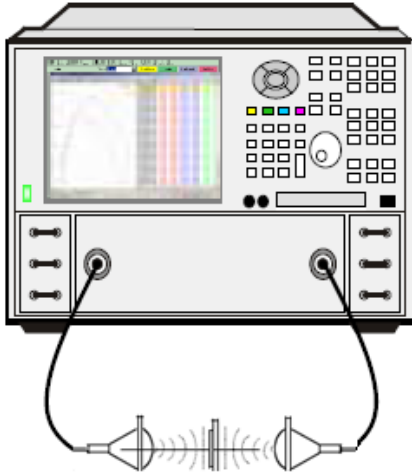
Uzak alan tekniği olarak da bilinen bu teknikte geniş band ölçümleri için kullanılmaktadır. Bu teknikte TEM modu desteklenmektedir.



Şekil.2.14. Serbest ortam iletim tekniği.

Bu tekniğin uygulandığı Serbest ortam ölçümünde kullandığımız deney seti Şekil.2.15 ve Şekil 2.16 da gösterildiği gibi olup, anten den yayılan düzlemsel dalga ile karakterize edilecek olan örneğin etkileşimi büyük önem taşır. Bunun için örneğin düzgün yüzeye sahip olup, boyutunun gönderilen elektromanyetik dalganın boyutundan yaklaşık iki katı kadar büyük olması ve ayrıca antenle numune arasındaki uzaklığın  $d > 2D^2/\lambda$  şartını sağlaması gerekmektedir. Burada  $\lambda$  gönderilen elektromanyetik dalganın boyu ve  $D$  ise dikdörtgen yapıya sahip anten

için köşegen uzunluğudur. Bu teknikte de network analizörün her iki portu kullanılarak ölçümler yapılabilmektedir. Bu ölçümlere başlamadan önce ilk olarak kullanılacak tekniğe uygun olarak (TRL-Through Reflect Line, TRM-Through Reflect Match, LRL-Line Reflect Line, GRL-Gate Reflect Line...) kalibrasyonun yapılmış olması gerekmektedir.



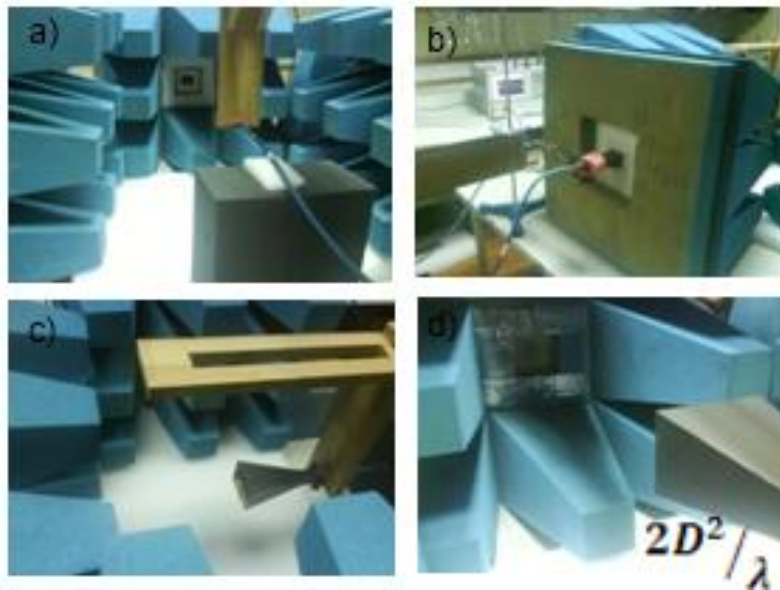
Şekil.2.15. Serbest-Ortam iletim deney seti.

#### Avantajları:

Bu teknikle uzak alan ve yüksek frekans ölçümleri yapılabilmektedir. Katı malzeme ölçümleri için ideal olmasının yanı sıra yüksek sıcaklık ölçümleri için de kullanılabilir. Ayrıca bu metotla malzemelerin manyetik ve dielektrik soğuruculukları belirlenebilmektedir (Şekil 2.14) [83].

#### Dezavantajları:

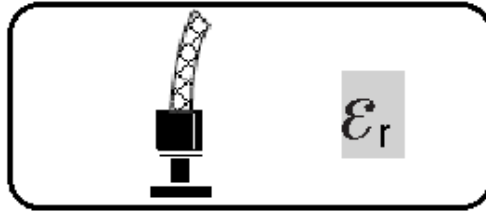
Malzemenin düz ve her iki yüzeyinin de paralel yapıda olmasını gerektirmesi ve uzaklığa bağlı olarak düşük frekanslarda daha büyük boyutlarda malzeme gerektirmesi gibi dezavantajları olmasının yanı sıra anten ve malzeme yüzeyinde oluşabilecek çoklu yansımalar ölçüm sonuçlarının güvenilirliğini etkilemektedir [85].



Şekil.2.16. Serbest-Ortam deney düzeneği resmi.

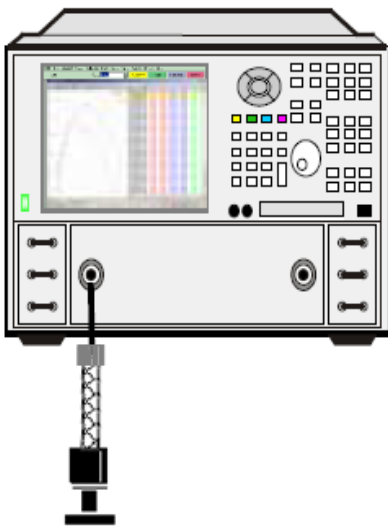
### 2.3.3. Açık-uçlu koaksiyel kablo tekniği

Bu teknik tahribatsız bir teknik olup, sıvı ve katı malzeme ölçümleri için idealdir. Elektromanyetik dalga TEM veya TE modunda iletim yapabilmektedir. Bu teknikte network analizörün yalnızca bir potu kullanılarak yansıma ölçümleri yapılabilmektedir. Ölçüm sonucunda elde edilen yansıma parametreleri kullanılarak malzemenin elektriksel geçirgenliği hesaplanabilmektedir (Şekil 2.17).



Şekil.2.17. Açık-uçlu koaksiyel kablo tekniği.

Açık uçlu koaksiyel kablo tekniğinin kullanıldığı katı malzemelere yaklaştırılarak yapılan ölçüm için uygun deney seti Şekil.2.18 da verildiği gibidir. Sıvı malzeme ölçümü için ise Şekil 2.19 de verilen resimde olduğu gibi sıvı ölçümleri için kullanılan kit de ki dielektrik probu sıvı içerisine daldırılarak ölçüm yapılmaktadır. Malzeme ölçümü yapılmadan önce her deney setinde olduğu gibi bu tekniğe ve düzeneğe uygun (Open, Short, Match ve referans sıvı...) kalibrasyonun yapılmış olması gerekir.

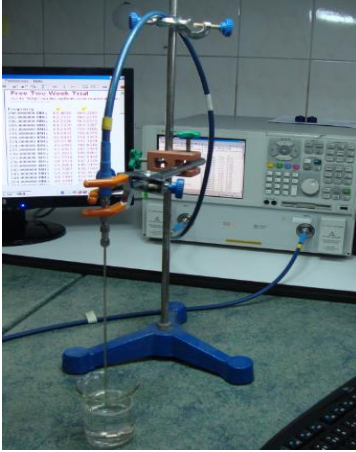


Avantajları:

Yüksek frekans (20MHz-50GHz) ölçümleri ve sıcaklığa bağlı ölçümlerin yapılabilmesine ek olarak, kısa sürede çok sayıda malzemenin dielektrik özelliklerinin belirlenebilmesinden dolayı oldukça tercih edilen bir tekniktir.

Ayrıca, malzeme şeklinde herhangi bir değişiklik gerektirmediğinden, özellikle biyolojik temelli ölçümler için idealdir [81].

Şekil.2.18. Katı malzemeler için açık uçlu koaksiyel kablo tekniği deney seti.



Şekil.2.19. Sıvı malzemeler için açık uçlu koaksiyel kablo tekniği deney seti.

Dezavantajları:

Yalnızca yansıma ölçümlerinde kullanılabilir olması ve jelimsi malzemelerde 1cm den kalın malzeme gereksiniminin yanı sıra malzemenin homojen ve izotropik olmasını gerektirmesi gibi dezavantajları vardır. Özel ölçümlerde hava boşluğu da dezavantaj oluşturabilmektedir [101].

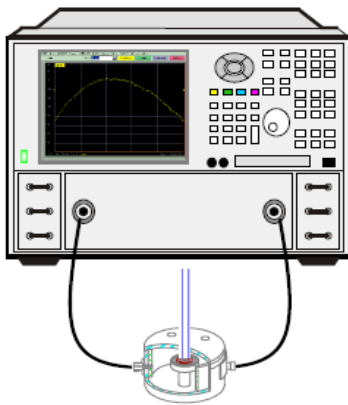
### 2.3.4. Rezonans kavite tekniği

Bu teknik yüksek oranda daha kesin sonuçlar verip, elektromanyetik dalga TE ve TM modunda çalışmaktadır. Özellikle ince film ölçümlerinde kullanılmaktadır. Manyetik kayıp ve yüksek kayıplı ortamlarda tercih edilen bir tekniktir. Bu teknikte kalibrasyona gerek duyulmaz ve malzemenin dielektrik dielektrik ve manyetik parametreleri belirlenebilir (Şekil 2.20).



Şekil.2.20. Rezonans kavite tekniği.

Çubuk şeklindeki malzeme kavite merkezi boyunca Şekil.2.21 de olduğu gibi yerleştirilmiş olup, malzemenin özellikleri rezonans frekansının ve Q-faktörünün değişmesiyle belirlenebilir [81,90,101].



Avantajları:

Düşük kayıplı ve oldukça küçük malzemelerin ölçülebilmesi gibi avantajları vardır.

Dezavantajları:

Yüksek çözünürlüklü VNA cihazıyla yalnız tek bir frekansta ölçüm yapılabilmesi [81].

Şekil.2.21. Rezonans kavite tekniği deney seti.

## 2.4. Hesaplama Yöntemleri ve NRW

Network analizör yardımıyla yapılan ölçümler neticesinde elde ettiğimiz S-parametrelerinden fiziksel parametreleri elde etmek için bazı dönüşüm yöntemleri kullanılır. Bu yöntemlerden bazıları aşağıda verildiği gibidir.

- 1) Nicolson-Ross-Weir (NRW)
- 2) NISIT iterative
- 3) New non-iterative
- 4) Short circuit line (SCL)

Bu yöntemlere ait genel özellikler Tablo.2.4'te verilmiş olup, bizim ölçümlerimize uygun olarak kullandığımız NRW yöntemine ait ayrıntılı inceleme yapılmıştır.

Tablo.2.4. Hesaplama yöntemleri karşılaştırmalı [81]

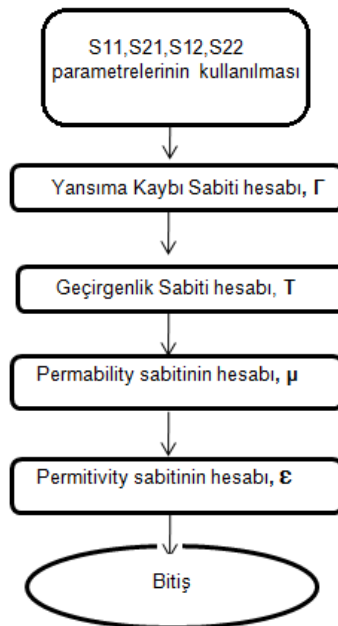
Yöntem	S parametreleri	Dielektrik Özellikler	Avantajları	Dezavantajları
Nicolson-Ross-Weir (NRW)	S11, S21, S12, S22 veya S11, S21	$\epsilon_r, \mu_r$	Hızlı, yinelemesiz Dalga kılavuzu ve koaksiyel hat için ideal bir yöntem.	Küçük boyutlarda malzeme gerektirmesi, Düşük kayıplı malzemeler için uygun olmaması.
NISIT iterative	S11, S21, S12, S22 veya S11, S21	$\epsilon_r, \mu_r = 1$	Rastgele boyutlu, düşük ve yüksek kayıplı malzemeler için ideal bir yöntem.	Yalnızca elektriksel geçirgenlik ölçümlerinde kullanılabilirliği, Başlangıç elektriksel geçirgenlik değerinin tahmin edilmiş olması gereği.
New non-iterative	S11, S21, S12, S22 veya S11, S21	$\epsilon_r, \mu_r = 1$	Hızlı, yinelemesiz, Rastgele boyutlu malzeme, Microstripcoplanar ölçümleri için ideal.	Yalnızca elektriksel geçirgenlik ölçümlerinde kullanılabilirliği.
Short circuit line (SCL)	S11	$\epsilon_r$	Rastgele boyutlu, düşük kayıplı, Geniş band ölçümleri için ideal.	Yinelemeli bir yöntem, Başlangıç elektriksel geçirgenlik değerinin tahmin edilmiş olması gereği.



### 2.4.1. NRW (Nicolson-Ross-Weir) algoritması

Numune üzerine birinci ortamdan gönderilen elektromanyetik sinyalin ve geri yansiyarak yine birinci ortama geri gelen sinyalin gerilim şiddetlerinin oranı olan yansıma parametresi (S11) ile numuneden geçerek ikinci ortama geçen sinyalin numuneye birinci ortamdan gönderilen sinyalin gerilim şiddetlerine oranı olan geçme parametresi (S21) değerleri network analizörden elde edilebilmektedir. Numunelerden yansıyan ve geçen elektromanyetik dalgaların durgun dalga oranlarından S11 ve S21 parametrelerinin elde edilmesi sonucunda NRW yönteminin kullanılmasıyla malzemeye ait dielektrik özellikler hesaplanabilmektedir.

İlk defa Nicolson, Ross ve Weir yaptıkları çalışmalarda bu iki katsayıyı kullanarak dielektrik ve manyetik geçirgenliğin hesaplanacağı formülleri ortaya koymuşlardır. Kullandıkları bu yöntem daha sonra Nicolson-Ross-Weir (NRW) algoritması olarak adlandırılmıştır [88-90]. Bu yöntemle malzemenin dielektrik özelliklerinin hesaplanması için yansıma-geçme, farklı kalınlıklı aynı numunede yansıma-geçme, aynı kalınlıklı metal perdelenmiş ve perdelenmemiş numunelerde yansıma ölçümleri gibi dalga kılavuzuyla iletim hattı tekniği kullanılarak ölçümler yapılmıştır. Bu çalışmada manyetik nanotoz malzemeler için ve metal kaplı bezler için NRW algoritması kullanılmıştır (Şekil 2.22).



Şekil.2.22. NRW Algoritması

### 2.4.2. NRW algoritması ile yansımaya ve geçme katsayı hesabı

Elektromanyetik dalganın farklı ortamlarda ilerlemesiyle sınır koşullarında dalga denklemi çözümleri yapılarak, elde edilen durağan dalga oranı (SWR- Standing Wave Ratio) için Network analizörden elde edilecek toplam yansımaya ve geçme katsayıları (2.53) ve (2.54) denklemlerinden elde ettiğimiz gibi olup  $S_{11}$  ve  $S_{21}$  parametreleriyle ifade edilirler. Bu denklem çifti NRW denklemleri olarak adlandırılır [35,83,85-87]:

$$S_{11} = \frac{(1-T^2)\Gamma}{1-\Gamma^2 T^2} \quad (2.82)$$

$$S_{21} = \frac{(1-\Gamma^2)T}{1-\Gamma^2 T^2} \quad (2.83)$$

Yukarıdaki denklem çiftlerine aşağıda belirtilen adımlarla bazı matematiksel işlemler uygulandığında S-parametreleri cinsinden malzemenin yansımaya ( $\Gamma$ ), geçme katsayıları ( $T$ ) ve fiziksel parametreleri ( $\epsilon_r, \mu_r$ ) elde edilmiş olur.

İlk olarak, (2.82) ve (2.83) denklemlerinin toplamını ve farkını aldığımızda;

$$S_{11} + S_{21} = \frac{T + \Gamma - \Gamma T(T + \Gamma)}{1 - \Gamma^2 T^2} \quad (2.84)$$

$$S_{21} - S_{11} = \frac{T - \Gamma + \Gamma T(T - \Gamma)}{1 - \Gamma^2 T^2} \quad (2.85)$$

Bulunur. Bu (2.84) denkleminden (2.85) denklemini çıkardığımızda;

$$2S_{11} = \frac{2(1-T^2)\Gamma}{1-\Gamma^2 T^2} \quad (2.86)$$

ve son olarak (2.84) denklemi ile (2.85) denklemini çarptığımızda;

$$S_{21}^2 - S_{11}^2 = \frac{T^2 - \Gamma^2}{1 - \Gamma^2 T^2} \quad (2.87)$$

denklemlerini elde etmiş oluruz. Buradan malzeme yüzeyinden yansıma katsayısı için (2.86) ve (2.87) denklemleri kullanılarak K varsayımı ile aşağıdaki matematiksel işlemler yapıldığında;

$$\begin{aligned}
 K &= \frac{1 - (S_{21}^2 - S_{11}^2)}{2S_{11}} \\
 K &= \frac{1 - \Gamma^2 T^2 - T^2 + \Gamma^2}{2(1 - T^2)\Gamma} = \frac{\Gamma^2(1 - T^2) + (1 - T^2)}{2(1 - T^2)\Gamma} = \frac{(1 - T^2)(\Gamma^2 + 1)}{2(1 - T^2)\Gamma} \\
 K &= \frac{1 + \Gamma^2}{2\Gamma}
 \end{aligned} \tag{2.88}$$

ifadesi elde edilir. Bu ifadeden yansıma katsayısı aşağıdaki denklemden elde edilir:

$$\Gamma^2 - 2K\Gamma + 1 = 0 \tag{2.89}$$

Bu ikinci dereceden denklemin çözümü iki değerli olup,  $\Gamma \leq 1$  koşulunu sağlayacak şekilde yansıma katsayısı (2.90) denklemi ile bulunur:

$$\Gamma = K \pm \sqrt{K^2 - 1} \tag{2.90}$$

Yine NRW algoritması yoluyla malzemenin geçme katsayısını bulmak için (2.84) denkleminde ( $T$ ) çekilerek, geçme katsayısı ifadesi yansıma katsayısı ve S parametreleri cinsinden bulunmuş olur:

$$\begin{aligned}
 S_{11} + S_{21} &= X \\
 X &= \frac{T + \Gamma - \Gamma T(T + \Gamma)}{1 - \Gamma^2 T^2} = \frac{(T + \Gamma)(1 - \Gamma T)}{(1 - \Gamma T)(1 + \Gamma T)} = \frac{(T + \Gamma)}{(1 + \Gamma T)} \\
 X + X\Gamma T &= T + \Gamma \\
 X\Gamma T - T &= \Gamma - X \\
 T &= \frac{\Gamma - X}{X\Gamma - 1} = \frac{X - \Gamma}{1 - X\Gamma} \\
 T &= \frac{(S_{11} + S_{21}) - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma}
 \end{aligned} \tag{2.91}$$

### 2.4.3. NRW algoritması ile fiziksel parametrelerin hesabı

NRW algoritması yoluyla yansıma ( $\Gamma$ ), geçme katsayıları ( $T$ ) cinsinden malzemenin fiziksel parametreleri, dielektrik geçirgenlik ( $\varepsilon_r$ ) ve manyetik geçirgenlik ( $\mu_r$ ) değerleri aşağıdaki matematiksel işlemler yapılarak hesaplanır.

Denklem (2.18)'den  $\sqrt{\varepsilon_r}$  ifadesi çekilirse;

$$\begin{aligned}\gamma_1 &= \gamma_0 \sqrt{\mu_r \varepsilon_r} \\ \frac{\gamma_1}{\gamma_0} &= \sqrt{\mu_r \varepsilon_r} \\ \sqrt{\varepsilon_r} &= \frac{\gamma_1}{\gamma_0 \cdot \sqrt{\mu_r}}\end{aligned}\quad (2.92)$$

elde edilir. Denklem (2.56)'da (2.92) denklemi yerine yazıldığında;

$$\begin{aligned}\sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} &= \frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} \\ \sqrt{\mu_r} &= \sqrt{\varepsilon_r} \cdot \left(\frac{1+\Gamma}{1-\Gamma}\right) = \frac{\gamma_1}{\gamma_0 \cdot \sqrt{\mu_r}} \cdot \left(\frac{1+\Gamma}{1-\Gamma}\right) \\ \mu_r &= \frac{\gamma_1}{\gamma_0} \cdot \left(\frac{1+\Gamma}{1-\Gamma}\right)\end{aligned}\quad (2.93)$$

bulunur. Manyetik geçirgenlik ifadesi (2.93) denkleminde bulunduğu gibi olur. Denklem (2.18)'den  $\sqrt{\mu_r}$  ifadesi çekilip, denklem (2.56)'da yerine yazıldığında elektriksel geçirgenlik ifadesi de yansıma katsayıları cinsinden aşağıdaki gibi hesaplanmış olur:

$$\begin{aligned}\sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} &= \frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} \\ \sqrt{\varepsilon_r} &= \sqrt{\mu_r} \cdot \left(\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}\right) = \frac{\gamma_1}{\gamma_0 \cdot \sqrt{\varepsilon_r}} \cdot \left(\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}\right) \\ \varepsilon_r &= \frac{\gamma_1}{\gamma_0} \cdot \left(\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}\right)\end{aligned}\quad (2.94)$$

Yukarıdaki  $\gamma_0$  boşluğun yayılma sabiti olup, (2.19) koşulu gereğince  $\gamma_0 = i2\pi/\lambda_0$  iken, malzeme içerisindeki  $\gamma_1$  yayılma sabiti ise (2.51) denklem çiftindeki malzeme içerisindeki ilerleme katsayısı  $T = e^{-\gamma_1 d}$  ifadesinden çekilerek aşağıdaki gibi bulunur:

$$T = e^{-\gamma_1 d} = \frac{1}{e^{\gamma_1 d}} \Rightarrow e^{\gamma_1 d} = \frac{1}{T} \Rightarrow \gamma_1 d = \ln\left(\frac{1}{T}\right) \quad (2.95)$$

$$\gamma_1 = \frac{\ln(1/T)}{d} \quad (2.96)$$

Bu ifadede T birden fazla değere sahip karmaşık sayıdır, dolayısıyla  $\gamma_1$  birden fazla değere sahiptir. T karmaşık uzayda kendini tekrar edecek şekilde kutupsal koordinatlarda yazıldığında aşağıdaki gibi ifade edilir:

$$T = |T|e^{j\phi} \quad (2.97)$$

Buradan dikdörtgensel dalga kılavuzuna uygun olarak koordinat sistemi belirlendiğinde malzeme içerisinde ilerleyen dalganın ilerleme katsayısı  $\gamma_1$  aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$\gamma_1 = \frac{\ln(1/|T|)}{d} + j\left(\frac{2\pi n - \phi}{d}\right) \Rightarrow n = 0, \pm 1, \pm 2, \dots \quad (2.98)$$

Burada (2.98) denkleminin gerçek kısmı tek değere sahiptir, ama sanal kısmı birden fazla değere sahip olabilir. İlerleme katsayısı ifadesi daha önce denklem (2.20) de tanımlandığı şekliyle ele alındığında,  $\gamma = \alpha + j\beta$  ifadesindeki  $\beta$  faz sabiti olup, (2.23) denkleminde de görüleceği üzere  $\beta = 2\pi/\lambda$  değerine sahiptir. Buradan yola çıkarak bir benzetme yaptığımızda, (2.98) denkleminde bulduğumuz malzeme içerisinde ilerleyen dalganın ilerleme katsayısının sanal kısmı faz sabitine karşılık gelmektedir. Gerekli matematiksel işlemler yapıldığında faz sabitinin numunenin

kalınlığına ve gönderilen elektromanyetik sinyalin dalga boyuna bağlı ifadesi aşağıdaki gibi elde edilmiş olur [109].

$$\frac{2\pi}{\lambda_1} = \frac{2\pi n - \phi}{d} \quad (2.99)$$

$$\frac{d}{\lambda_1} = n - \frac{\phi}{2\pi}$$

$n = 0$  değeri için numune kalınlığı dalga boyundan küçük ise ( $d < \lambda_1$ ), malzemenin manyetik geçirgenlik ( $\mu_r$ ) ve dielektrik geçirgenlikleri ( $\epsilon_r$ ) tek değerlere sahip olurlar. Şayet numunenin kalınlığı dalga boyundan büyük ise  $n$  için uygun değer seçilmelidir [11,83-87]. Böylece malzemenin fiziksel parametreleri (2.99) koşuluna uygun olarak (2.93) ve (2.94) denklemlerinden hesaplanabilir [159].

#### 2.4.4. Yansıma kaybı (Reflection loss) hesabı

Dikdörtgenel dalga kılavuzuyla İletim hattı tekniği kullanılarak ölçülen numunelerin yansıma kaybı hesabı için NRW algoritması kullanılmıştır. NRW algoritmasına göre network analizörden okuduğumuz S-parametreleri kullanılarak ilk adımda yansıma ve geçme katsayıları hesaplanmakta ve bu katsayılar kullanılarak malzemenin fiziksel parametreleri olan elektriksel ve manyetik geçirgenlik katsayıları matlab da yazılan NRW hesaplamaları sonucunda elde edilmektedir. Son olarak malzemenin yansıma kaybı (RL) hesabı ise yine işletilen NRW algoritması sonucunda elde edilen fiziksel parametrelere bağlı olarak hesaplatılmaktadır.

İletim hattı ölçümü neticesinde elde edilen RL deneysel olarak;

$$RL = 20 \text{Log} |1 - S_{21}^2 - S_{11}^2| \quad (2.100)$$

ifadesinden elde edilir. Tek katmanlı Elektro manyetik radyasyon soğurucu malzeme (EMARSOM) ile kaplanmış soğurucu metalik malzemenin empedansı ise elektriksel ve manyetik geçirgenlik katsayıları kullanılarak aşağıdaki gibi bulunur:

$$Z_1 = Z_0 \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} \tanh \left[ \left( -j \frac{2\pi}{c} \right) f d \sqrt{\mu_r \epsilon_r} \right] \quad (2.101)$$

Bu hesaplanan empedans ifadesi kullanılarak teorik RL hesaplanabilir [83, 102].

$$RL = 20 \text{Log} \left| \frac{Z_1 - Z_0}{Z_1 + Z_0} \right| \quad (2.102)$$

Yukarıda bulduğumuz (2.102) denklemini ile elektriksel ve manyetik geçirgenlikleri bilinen malzemelerin yansıma Kaybı (RL) hesaplamaları teorik olarak elde edilmiş olur. Ayrıca NRW algoritması kullanılarak farklı kalınlıklar için deneysel ya da teorik yansıma kaybı hesabı yapılabileceği gibi, çok katmanlı kompozit malzemeler için de yansıma kaybı hesaplamaları çeşitli modellemelerle yapılabilir.

## BÖLÜM 3. MİKRODALGA SOĞURUCU MALZEME ÜRETİMİ

### 3.1. Manyetik Nanotozlar

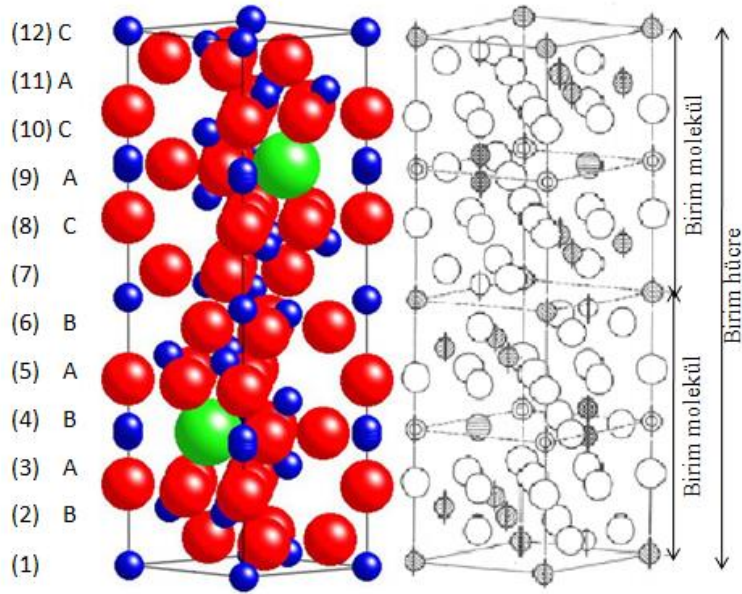
1950'lerden bu yana elektromanyetik radyasyon soğurucu malzeme arařtırmalarında oldukça sık kullanılan Hekzagonal ferritler; yüksek, koersif alan ve manyetik geirgenlięe sahip olmalarının yanı sıra yüksek manyetokristal anizotropileri nedeniyle kalıcı mıknatıslar, kayıt ortamı, mikrodalga cihazlar gibi daha pek ok alanda da kullanılmaktadırlar [106]. Ferrimanyetik malzemelerden olan hegzagonal ferritler sert manyetik malzemelerden olup, kristal yapısının zellięine gre 6 farklı hegzagonal ferrit grubuna ayrılırlar. Bunlardan zellikle M ve U tipi hegzagonal ferritler elektromanyetik parazit kalkan geliřtirme, radar soęurucu malzeme ve savunma sanayi teknolojisi arařtırmalarında yaygın olarak kullanılmaktadır [80].

Son zamanlarda yapılan alıřmalarda kristal yapısının kararlılıęı, GHz mertebelerindeki frekans aralıklarında dielektrik ve manyetik kayba sahip olması ve manyetik soęuruculuk zelliklerinden tr M-tipi hegzaferritler tercih edilmektedir [105, 107].

M-tipi hegzaferritler,  $MFe_{12}O_{19}$  ( $M = Ba, Sr, Pb$ ) genel formlyle ifade edilmektedirler. Birim molekulnde spinel ( $S = Fe_6O_8^{+2}$ ) ile hegzagonal ( $R = MFe_6O_{11}^{-2}$ ) yapıların oluřturmuř olduęu iki forml nitesi barındıran blokların ardıřık tekrarı řeklinde (SR) oluřmakta olan hegzagonal yapıdaki katmanlar c eksenini boyunca kendilerini  $180^\circ$  dndrerek (RSR\*S\*) konumlanmıřlardır [108] (řekil.3.1).

M tipi hegzaferritler c eksenini zerinde tercih edilmiř hegzagonal magnetokristal anizotropiye sahiptirler. Demir iyonlarının manyetik spinleri c eksenine paralel yada antiparalel ynelmekte olup, kristallografik yapıda  $Fe^{+3}$  iyonlarının  oktahedral ( $12k \uparrow, 4f_2 \downarrow$  ve  $2a \uparrow$ ), biri tetrahedral ( $4f_1 \downarrow$ ), ve dięeri trigonal-bipiramidal ( $2b \uparrow$ ) olacak řekilde konumlanmıřlardır [80,108,114].





Şekil 3.1. M tipi  $BaFe_{12}O_{19}$  kristal yapısı:  $Ba^{+2}$  (●),  $O^{-2}$  (●) ve  $Fe^{+3}$  (●)

Yapılan araştırmalardan hekzaferitlerin çeşitli dielektrik katkılama ( $TiO_2$ ) ve polimer kaplanmasıyla (PANI, PPy vb.) veya farklı özelliklerde kompozit oluşturulmasıyla istenilen frekanslarda kullanılmak üzere RAM malzemeler elde edilebileceği görülmüştür. Elde edilen hekzaferit nanoparçacıkların büyüklüğüne, sinterleme sıcaklığına bağlı olarak 5-20 GHz gibi yüksek frekanslarda yüksek yansıma kayıpları (Reflection Loss) kaydedilerek radyasyon soğurabildikleri belirlenmiştir [112].

Polianilin (PANI,  $-C_6H_4-NH-C_6H_4-NH-$ ) iletken bir polimer olup, kolay sentezlenebilirliği, iletkenliğinin kontrol edilebilmesi gibi özellikleriyle dikkat çekmektedir. Tüm bu özellikleriyle son yıllarda gerçekleştirilen mikrodalga soğurucu malzeme araştırmalarında sıkça kullanılmaktadır [80]. Literatürde denenmiş PANI kaplı nanoparçacık kompozitlerin boyutları yaklaşık olarak 200 nm civarında olup, BaM miktarına bağlı olarak kompozitteki PANI miktarı artmakta ve beklenileceği gibi bu artış kompozit malzemenin Ms değerini düşürmektedir. Çeşitli kalınlıklarda PANI kaplanmış tabakalarda, hesaplanan yansıma kaybı frekansının ise 7-16 GHz arasındaki bölgede değiştiği görülmüştür [116]. Ancak, bu durum kompozitin sert manyetik doğasını değiştirmemiştir [117].

### 3.1.1. BaM hekzaferrit nanotozların üretimi (Sol-Jel yöntemi)

Tezin önemli bir bölümünü oluşturan Ba-hekzaferrit ( $BaFe_{12}O_{19}$ ) nanoparçacıkları Sol-Jel metoduyla hazırlanmıştır. Ba-hekzaferrit ( $BaFe_{12}O_{19}$ ) nanotozlarına, çeşitli dielektrik soğuruculuk özelliği olan malzemelerin karıştırılmasıyla ve manyetik soğuruculuk özelliğini veren farklı polimerlerle kaplanmasıyla en geniş frekans aralığında maksimum soğurucu özelliğine sahip olan nanokompozitler elde edilmeye çalışılmıştır (Tablo 3.1).

Bu çalışmada manyetik ve elektrik dipol olarak sırasıyla Ba-hekzaferrit ( $BaFe_{12}O_{19}$ ) ve  $TiO_2$ , iletken polimer olarak ise PANI ve PPy kullanılmıştır. Bu hazırlanan nanokompozitlerin yapısal, morfolojik, manyetik ve mikrodalga soğurma özellikleri XRD, TEM, FT-IR, VSM ve VNA teknikleriyle incelenmiştir.

$BaFe_{12}O_{19}$  ve  $TiO_2$  kompozitleri Sol-Jel metoduyla hazırlanmıştır [12-28,146].  $TiO_2$  koloit(sol) ve  $BaFe_{12}O_{19}$  koloit sentezi için ilk olarak  $TiO_2$ , tungusten karbür kavanozlarında Retsch PM-400 model planetary-ball mill kullanılarak bilyeli değirmende öğütülerek hazırlanmıştır. Molar oranının 1:12 olduğu Baryum nitrat ve ferik nitrat 60 °C lik etilen glikol de sitrik asit eklenerek çözdürülmüştür. pH değerini 7 ye ayarlamak için etilendiamin eklendikten sonra öncül koloit  $BaFe_{12}O_{19}$  biçimlenmeye başlamıştır. Konsantrasyonlarına göre %0.7, %3.5 ve %12.5 ağırlıklarında üç karmaşık koloit hazırlanmış, 80 °C de viskoz jel oluşuncaya kadar buharlaştırıldıktan sonra, etüvde kurutularak dövülmüştür. Ardından, 800-1200 °C arasında kül fırında kalsinlenip, öğütülerek toz haline getirilen kompozit nanotozlar desikatörde bekletilmiştir.

Son aşamada ise, PPy-PANI- $BaFe_{12}O_{19}$ - $TiO_2$  nanokompozit tozların elde edilmesi için belirli oranlardaki  $BaFe_{12}O_{19}$ . $TiO_2$  nanoparçacıkları, 1 mL polipirol (PPy) veya polianilin (PANI) polimeri içeren 35 mL lik 0.5 M HCl çözeltisine eklenerek ultrasonik titreşicide oda sıcaklığında 120 dakika karıştırılarak katı-jel çözeltisi haline getirilmiştir. Sonrasında 3.5 gr APS (amonyum persülfat), 0.5 M HCl çözeltisinin 20 mL lik kısmına yavaşça damlatılarak eklenerek, oda sıcaklığında ultrasonik banyoda nanotozların polimerleşmesi sağlanmıştır. Filtrelendikten sonra elde edilen kompozit tozlar de-iyonize su ve etanol ile yıkanıp, 50 °C de 24 saat

boyunca vakum altında tutulduktan sonra PPy-BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>-TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>-TiO<sub>2</sub> nanokompozitler sentezlenmiştir (Şekil 3.2).



Şekil 3.2. TiO<sub>2</sub> karışımı PANI ve PPy kaplanmış BaM nanotozlar.

Hazırlanan saf Ba-hekzaferrit (BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) nanotozları ile Tablo 3.1 de verilen oranlarda TiO<sub>2</sub> karıştırılmış BAM nanoparçacıklarının mikrodalga soğurması, iletken polimer kaplanmış ve kaplanmamış olma durumuna uygun olarak hazırlanıp 8.2-18 GHz arasındaki frekanslarda incelenmiştir.

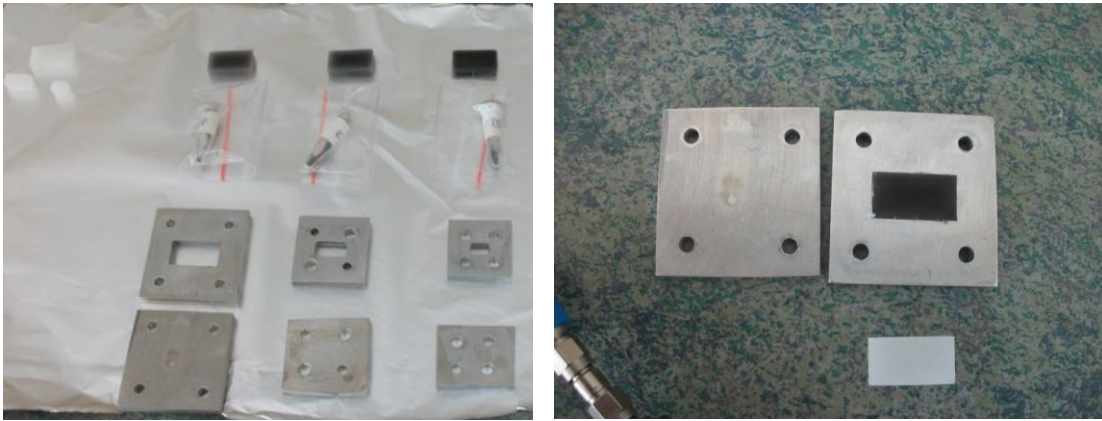
Tablo 3. 1. PANI ve PPy kaplı nanotozların BaM-TiO<sub>2</sub> karışım oranları.

PANI-BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> -TiO <sub>2</sub> (BT Serisi)			PPy-BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> -TiO <sub>2</sub> (AB Serisi)		
Kombinasyonu	Oranı	Numune Kodu	Kombinasyonu	Oranı	Numune Kodu
BaM-TiO <sub>2</sub>	1-1	BT11	BaM-TiO <sub>2</sub>	1-1	A11
BaM-TiO <sub>2</sub>	1-2	BT12	BaM-TiO <sub>2</sub>	1-2	A12
BaM-TiO <sub>2</sub>	2-1	BT21	BaM-TiO <sub>2</sub>	2-1	A21
PANI-BaM-TiO <sub>2</sub>	1-1	P-BT11	PPy-BaM-TiO <sub>2</sub>	1-1	B11
PANI-BaM-TiO <sub>2</sub>	1-2	P-BT12	PPy-BaM-TiO <sub>2</sub>	1-2	B12
PANI-BaM-TiO <sub>2</sub>	2-1	P-BT21	PPy-BaM-TiO <sub>2</sub>	2-1	B21

Bu malzemelerin polimer, epoxy resin gibi bir matris içerisinde hazırlanmasıyla elastik bir yapı elde edilerek bu yapı daha sonra mikrodalga ölçümlerin de istenilen tekniklere uygun olarak şekillendirilip (Şekil 3.3-3.4), gerekli yansıma-iletkenlik soğurma ölçümleri Şekil 3.5 de ki deney düzeneği kullanılarak alınabilmektedir.



Şekil 3.3. Toz numunenin ölçüm öncesi dalga kılavuzu penceresine tam olarak yerleştirilmesi.



Şekil 3.4. Mikrodalga ölçüm öncesi hazırlanan numunelerin resmi



Şekil 3.5. Dalga kılavuzu tekniği ölçüm resmi

### 3.2. Nanometal Kaplı PAN Kompozitler - BEZLER

Radar soğurma teknolojisine uygun olarak üretilmesi düşünülen farklı özelliklerdeki malzeme ve nanometal kaplanmış tekstil fiberleri gibi kompozit malzeme geliştirme çalışmaları gereğince, bu çalışmada 2 mm kalınlıklı poliakrilinitril (PAN) bezler; Ni, Co ve bunların karışımından ( $Ni_{0.5}Co_{0.5}$ ) oluşan banyolarda nanometal ile kaplanmıştır. RAM malzemelerin hazırlanmasındaki avantajlarından ötürü kaplama tekniği olarak akımsız metal kaplama (electroless metal deposition) metodu seçilmiştir.

Yüksek yansıtıcılık özelliğine sahip olan metal malzemeler yaygın olarak ‘Kalkan Malzemeler’ olarak bilinmektedirler. Kompozit malzeme teknolojisi uygulamaların da, parazit kalkan ve elektromanyetik radyasyon (EMR) soğurma özelliklerini iyileştirme amacıyla malzemedeki iç yansımalarla elektromanyetik soğuruculuğu artırıcı bazı değişik kompozit matris tasarımları kullanılmaktadır [65-68]. Bu yapılar da etkin soğuruculuk, ferromanyetik malzemeler, ferro-elektrikler, ferritler [118], metaller ve iletken karbon parçacıklar veya filmler [119] gibi çeşitli özelliklerdeki ara-yüz dolgu malzemeleri kullanılmasıyla sağlanabilmektedir. Buradaki ferrit yapıların dezavantajı ise yalnız belirli frekanslarda elektromanyetik soğurma rezonansına sahip olmalarıdır.

Elektromanyetik parazit kalkan olarak tasarlanması düşünülen malzemelerden fiberlerin organik temelli iletken polimerlerin polimerleşme aşamasında çeşitli metallerle kaplanmasıyla malzemelere iletkenlik özelliği kazandırılıp, elektromanyetik kalkan olarak kullanımı son zamanlarda yaygın olarak araştırılmaktadır [76,120]. PAN [121,122], PPy, PANI [123], PPy-PMMA(Polimetametilakrilat) kompozitleri [124], PVP (Polivinilpirrolidon) [125] ve PVA (Polivinilalkolkoasetat) [126] ile oluşturulmuş kompozitler bunlardan bazılarıdır. Bu amaçla akımsız kaplama metodu düşük maliyet, düşük sıcaklık özelliklerinden ötürü metal içeren plastik veya tekstil kompozitlerinin hazırlanmasında yaygın olarak kullanılmaktadır [127].

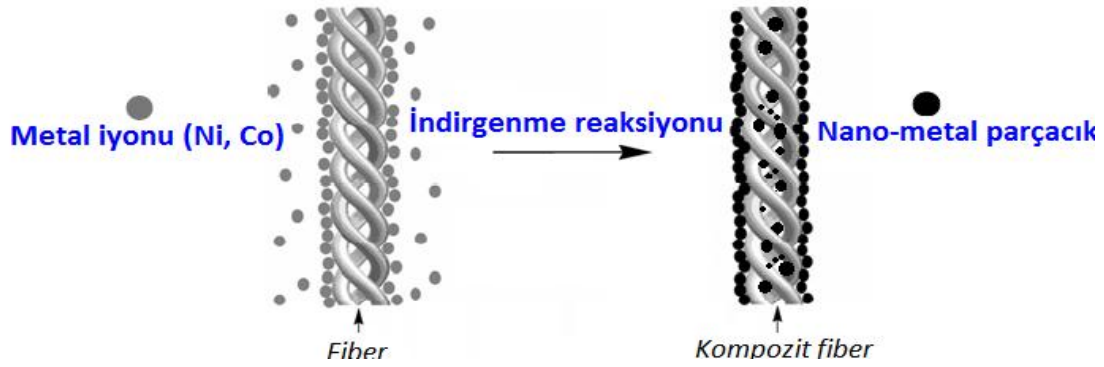
Polimer üzerine nanometal kaplanmış kompozit yapılarda tüm EM dalga kaplamalardaki parçacıklar arası yansımalar yoluyla sönümlenmekte ve bu şekilde soğurucu ve perdeleyici olarak kullanımı mümkün olabilmektedir. Ayrıca polimer

yapı kullanımı, gelen ve geçen EM dalgaların ortamlar arası empedans uyumunda önemli bir rol oynamaktadır. Bunlarında ötesinde, hem polimer hem de metalin birlikte kullanımı mekanik açıdan birçok avantaj sağlamaktadır. İlk olarak, nanometal kullanımı nano-boyutlu kompozit uygulamasında tüm fiber yüzeyinde homojen bir yapı oluşumunu sağlamaktadır. Polimer ise esnek doğası ve kolay işlenebilirliğiyle oldukça tercih edilen fonksiyonel bir malzemedir. Polimer üzerine nanometal kaplanmış kompozit tekstil yapılarda ise tüm EM dalga tabakalardaki parçacıklar arası yansımalar yoluyla sönümlenmekte ve bu şekilde soğurucu ve perdeleyici olarak kullanımı mümkün olabilmektedir. İletken polimerler sahip oldukları mekanik özelliklerin yanı sıra, nanometal ve metal fiber ortamları arasında ki uyumsuzluk problemlerini önleyici özelliğiyle de soğurucu ve perdeleyici kompozit yapılarda çokça kullanılmaktadır [148, 149]. Kimyasal özellikleri ve ayarlanabilir fiziksel özelliklerinden dolayı PAN ların kullanımları diğer iletken polimerlerin kullanımından daha yaygındır [150, 151].

Polimer yüzeyinin istenilen metallerle kaplanmasın da kimyasal buhar biriktirme (CVD), sıçratma (Sputtering) [152, 153] ve akımsız kaplama [120, 155-158] gibi pek çok metot kullanılmaktadır. Tüm bu teknikler arasında akımsız kaplama metodu, metal çekirdeklerinin polimer yüzeyinde rastgele bir kristal ve elektronik yapıda büyümesi özelliğine ve ayrıca metal adacıklarının rastgele yerleşmiş olduğu manyetik anizotropiye sahiptir. Tüm bunlara ek olarak, metalik yapılar polimer yüzeyinde nano boyutlardan mikro boyutlara ulaşan geniş bir aralıkta büyümekte ve bu oluşum farklı elektronik ve manyetik etkileşmelere yol açarak malzemenin geniş frekans bandında soğurucu ve perdeleyici özellik kazanmasına katkı sağlamaktadır. Tüm bu özelliklerinden dolayı PAN bezlerin kaplanmasında akımsız metal kaplama metodu tercih edilmiştir. Bu metotla Ni, Co ve  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  metalleri polimer yüzeyinde indirgenme reaksiyonuyla biriktirilebilmektedir [120, 155-158] (Şekil 3.13).

Özellikle manyetik metal olan Ni ve Co kaplanmış PAN kompozitlerin 20 GHz üzeri frekanslarda -20 dB den daha düşük geçirme özelliğine sahip oldukları ve bu frekanslarda çalışabilecek iyi bir mikrodalga kalkanı olarak kullanılabilceği belirlenmiştir. Ayrıca Ni ve Co kaplanmış bez kompozit malzemelerin çoklu katman kompozisyonuyla malzemelerin parazit kalkan verimliliği daha da arttırılarak geniş frekans ölçümlerinde 70 dB değerine ulaşılmıştır [120].

Bizim yaptığımız bu çalışmada ise, mikrodalga soğurucu metalik malzemelerin hazırlanmasında, hammaddesi PAN olan fiber, iplik ve bu ipliklerden örülmüş polimer bezler Co, Ni, metalleri ve bunların alaşımlarıyla akımsız metal kaplama tekniği kullanılarak kaplanmıştır. Kaplama malzemesi olarak, yüksek kararlılık ve kolay kaplanabilme özelliklerinin yanı sıra, manyetik ve iyi iletken özeliğinden dolayı Co, Ni metalleri seçilmiştir [128]. Sonrasında ise, kristal, yüzey ve manyetik özelliklerin yanı sıra 8.2-18 GHz band daki mikrodalga soğuruculuğu incelenmiştir. Ve sonuç olarak, kaplamaların zaman bağımlılığı ve bunların malzemenin soğuruculuğuna olan etkisi tespit edilmiş, Ni, Co ve bunların karışımıyla elde edilen metal kompozitlerin etkin maksimum soğuruculuğunu veren en uygun kaplama süresi belirlenmiştir.



Şekil 3.6. Fiber nanometal kaplanma süreci.

### 3.2.1. Nanometal malzeme üretimi (Akımsız metal kaplama)

Akımsız kaplama metodunda metal yapı üretimi metal iyonunun indirgenmesine dayanmaktadır. Bu indirgenme reaksiyonu sonucu üretilen elektronlar kaplanan yüzeyde çekirdeklenmiş metal iyonlarına ulaşarak burada büyümeye başlar. Oksitlenme-indirgenme reaksiyonu malzemenin katalitik yüzeyinde olur. Bu yüzey metallerin çekirdeklenme kısmını barındırır. Akımsız çözeltilerin çoğu sıvı olduğu için depozisyon sıcaklığı 100°C aşmaz. Şekil 3.7 de bu kaplama tekniği için tasarlanmış banyo tertibatı görülmektedir.



Şekil 3.7. Akımsız metal kaplama tekniği için kullanılan deney düzeneği.

Akımsız kaplama metodu temel olarak, üç farklı banyolama süreci, kaplama öncesi ve sonrası işlemler olmak üzere beş aşamadan oluşur.

- 1) Temizleme (Pre-treatment)
- 2) Hassaslaştırma (Sensitization)
- 3) Aktifleştirme (Activation)
- 4) Kaplama (Deposition)
- 5) Son işlem (Post-treatment)

Kaplamanın kalitesi banyo sıcaklıklarına, pH değerlerine ve banyoda kalma süresine bağlı olarak etkinlik göstermektedir.

Bu çalışmada mikrodalga soğurucu özelliği kazandırılmak için kaplama malzemesi olarak, PAN bezler ve fiberler kullanılmıştır (Şekil 3.8). %100 Polyester bezler 9,5 cm x 9,5 cm boyutlarında kesilerek kaplama süreci için önceden hazırlanmıştır. Kaplama öncesi PAN Bez ve fiberlerin görünümü sırasıyla Şekil 3.8 deki gibidir.





Şekil 3.8. Kaplama öncesi PAN bezlerin ve fiberlerin görünümü.

1) Temizleme süreci:

Ön temizleme aşamasında kaplanacak malzeme iyonik olmayan bir deterjanla (pH:7) yıkanır, sonra ultrasonik banyoda etanol ortamında 10 dk kadar tutulur, son olarak deiyonize su ile bolca yıkanarak Memmert marka fırında 40 °C de kurutulur, böylece malzeme sanayi kirlerinden arındırılmış olur.



Şekil 3.9. Ultrasonik banyo sistemi ve kurutma sistemi.

Ultrasonik banyo da, kaplanacak malzemenin ilmeklerine veya köşelerine sıkışmış parçacıkların temizlenebilmesi için, Sonorex Super 10 P model ultrasonik cihazın ürettiği yüksek frekanslı ses dalgaları, beherin içerisindeki temizleyici alkolü (Ethanol) sıkıştırıp, salındırır. Bu salınım sırasında binlerce küçük baloncuk oluşur. Oluşan baloncuklar sıkışma sırasında çökerler, bu çökme neticesinde oluşan kuvvet alt-taş üzerindeki kirlilikleri yüzeyden uzaklaştırır. Bu şekilde malzeme yüzeyinin temizlenerek aktifleşmesi sağlanmış olur (Şekil 3.9).

### 2) Hassaslaştırma süreci:

Hassaslaştırma aşamasında  $\text{SnCl}_2$  ( Kalay klorür ) ve HCl çözeltilerinden hazırlanan banyo kullanılır (Şekil 3.10). Bu aşamada kaplanacak malzeme yüzeyinde kimyasal bazı bağlar koparak bağ yapmaya hazır hale getirilir.



Şekil 3.10. Hassaslaştırma banyosu.

### 3) Aktifleştirme süreci:

Bu aşamada metal çekirdeklenmesini sağlayacak olan ve çok aktif metal olan  $\text{PdCl}_2$  kullanılır. Bu banyonun uzun süreli kullanılması için yardımcı olarak HCl (Hidroklorik asit) ve  $\text{H}_3\text{BO}_3$  (Borik asit) kullanılır (Şekil 3.11).

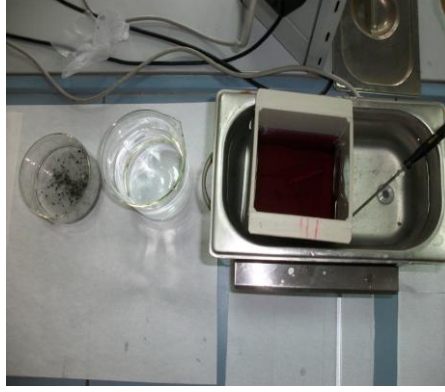


Şekil 3.11. Aktifleştirme banyosu.

### 4) Kaplama süreci:

Kaplama aşamasında ise kaplanacak metal veya metallerin tuzları, NaOH ve bazı ticari çökmeyi engelleyen kimyasallarla hazırlanır (Şekil 3.12). Hazırlanan bu banyoda bulunan metal veya alaşım tuzlarından Ni, Co metalleri ve  $\text{Ni}_{0.5}\text{Co}_{0.5}$  alaşımı bu çalışmada denemiş olup, en verimli kaplama süresi ve koşulları belirlenmiştir. Bu

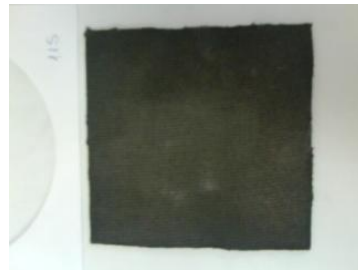
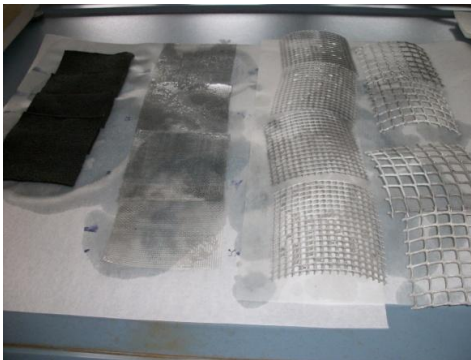
numunelerden özellikle %100 poliakrilik içeren iplikten örülmüş (OA1 kodlu) bezin daha iyi ve homojen olarak metal kaplandığı tespit edilmiştir. Bu aşama sonrasında kaplanan malzeme bolca saf su ile yıkanarak son aşamaya geçilmiştir.



Şekil 3.12. Kaplama banyosu.

#### 5) Son işlem:

Son aşama da ise Şekil 3.13 de gösterilen nanometal kaplanmış PAN kompozitlerin oksitlenmesini engellemek veya geciktirmek için kaplanmış malzemeler moleküler ağırlığı düşük bir polimer banyosuna daldırıldıktan sonra kurutulur.



Şekil 3.13. Kaplama sonrası PAN bezlerin ve fiberlerin görünümü.

Bu çalışmada kaplama süreleri ve kaplama malzemeleri gibi belirli parametreler değiştirilerek parazit kalkan verimliliği özelliğini arttırıcı etkin kaplama malzemesi belirlenmiştir. Kaplama süresi arttıkça aktivasyon aşamasının verimliliğine bağlı olarak malzemenin ilk etapta daha yoğun kaplandığı fakat belirli bir süre aşımında manyetik özelliklerini tamamen yitirip, metalik karakter sergilediği belirlenmiştir. Farklı sürelerde kaplanmış malzemeler için Tablo.3.2 deki şekliyle bir kodlama yapılmıştır.

Tablo 3.2. PAN bezlerin Ni, Co ve Ni<sub>0,5</sub>Co<sub>0,5</sub> kaplama koşulları.

Ni		Co		Ni-Co	
Kaplama Süresi (dk)	Malzeme Kodu	Kaplama Süresi (dk)	Malzeme Kodu	Kaplama Süresi (dk)	Malzeme Kodu
0,5	OA2	2	OA24	1,5	OA54
1	OA3	2,5	OA25	2,5	OA55
1,5	OA4	3	OA26	3,5	OA56
2	OA5	3,5	OA27	4,5	OA57

Bezlerin yüzey yapısı ve morfolojisini belirlemek için XRD, SEM ve TEM ölçümleri alınarak analizleri yapılmıştır. Manyetik özelliklerini incelemek için ise oda sıcaklığında VSM ölçümlerine bakılmıştır. Bezlerin Mikrodalga analizleri için ise, 8.2-18 GHz aralığındaki X ve P band da dikdörtgen dalga kılavuzları yardımıyla iletim hattı tekniği kullanılarak Network analizör de ölçümler alınmıştır. Saçılma parametrelerinden yansıma (S11) ve geçme (S21) saçılma parametrelerinin kullanılmasıyla elde edilen yansıma (R) ve geçme (T) katsayılarından, malzemelerin soğurma (A) ve parazit kalkan verimliliği geliştirilen çeşitli yazılım programları aracılığıyla hesaplatılıp gerekli analizler yapılmıştır. Ayrıca, malzemenin dielektrik ve manyetik geçirgenlik özellikleri ve yansıma kaybı değerleri NRW algoritması kullanılarak yazılan matlab yazılım programları ile hesaplatılarak gerekli inceleme ve analizler yapılmıştır.

## **BÖLÜM 4. YAPISAL KARAKTERİZASYON VE MİKRODALGA SOĞURMA ÖLÇÜMLERİ**

Bu bölümde hazırlanan hekzaferrit kompozit nanoparçacıkların ve metal kaplanmış polimer bez kompozitlerin yapısal özellikleri X-ışınları kırınım metodu ile moleküllerdeki atomlar arası bağ titreşimleri, Fourier dönüştürülmüş kızılötesi spektrumu ile morfolojik özellikleri Taramalı elektron mikroskobu ve Geçirmeli elektron mikroskobu cihazlarıyla, manyetik özellikleri ise Titreşimli örnek manyetometresi ve son olarak bu çalışmanın temelini oluşturan mikrodalga yansıtma geçirme ve soğurma özellikleri Vektörel network analizör cihazları kullanılarak gerekli ölçüm ve analizler yapılmıştır.

Nanotozların kristal boyutları ve faz kırınımları X-ışınları kırınım metodu ile Rigaku Smart Lab XRD Diffractometer marka cihazı kullanılarak 40 kV ve 35mA (Cu-K $\alpha$ ) da 10-70° de taranarak elde edilen XRD verilerinden belirlenmiştir.

Moleküllerdeki atomlar arası bağ titreşimlerini analiz etmek için, Perkin Elmer Spectrum BX-IR model Fourier Dönüştürülmüş Kızılötesi Spektrumu (FTIR - Fourier Transformed Infrared) cihazı kullanılmıştır. Ölçümler 4000 ile 400 cm<sup>-1</sup> dalga sayısı aralığında KBr palet referanslı yapılmıştır.

Isısal kararlılığı termogravimetrik analiz metoduyla (TGA, Perkin Elmer Instruments model, STA 6000) saptanmıştır. TGA termogramları 5 mg lık toz numune için, azot atmosferi altında en az 10°C lik sıcaklıklarla ısıtılarak 30°C-800°C aralığında kaydedilmiştir.

Nanotoz numunelerin manyetik karakterizasyonları, VSM-numune titreşim manyetometresiyle (Quantum Design PPMS 9 T) oda sıcaklığında 15 kOe alan uygulayarak yapılmıştır. Elde edilen histeresizlerden Doyum mıknatıslanması (Ms), Koersif alan (Hc) ve Kalıcı mıknatıslanma değeri (Mr) tespit edilmiştir.

Nanoparçacıkların sahip oldukları yüzey yapısı ve morfolojisi Taramalı Elektron Mikroskobu yöntemiyle Field Emission Gun JEOL 6335F modeli kullanılarak incelenmiştir. Bunun için, SEM resimleri alınmadan önce toz numuneler 2 dk süre ile 10mA akım altında altınla kaplanmıştır.

Nanoparçacıkların büyüklük ve morfolojisini belirlemek için kullanılan diğer bir yöntem ise Yüksek çözünürlüklü Geçirmeli elektron mikroskobudur. Bu teknik için JEOL JEM 2100 mikroskobu kullanılmıştır. Bu yöntemde alkol ile seyreltilen toz numuneler TEM ızgara üzerine damlatılarak kurutulmaya bırakılmış sonrasında TEM resimleri kaydedilmiştir.

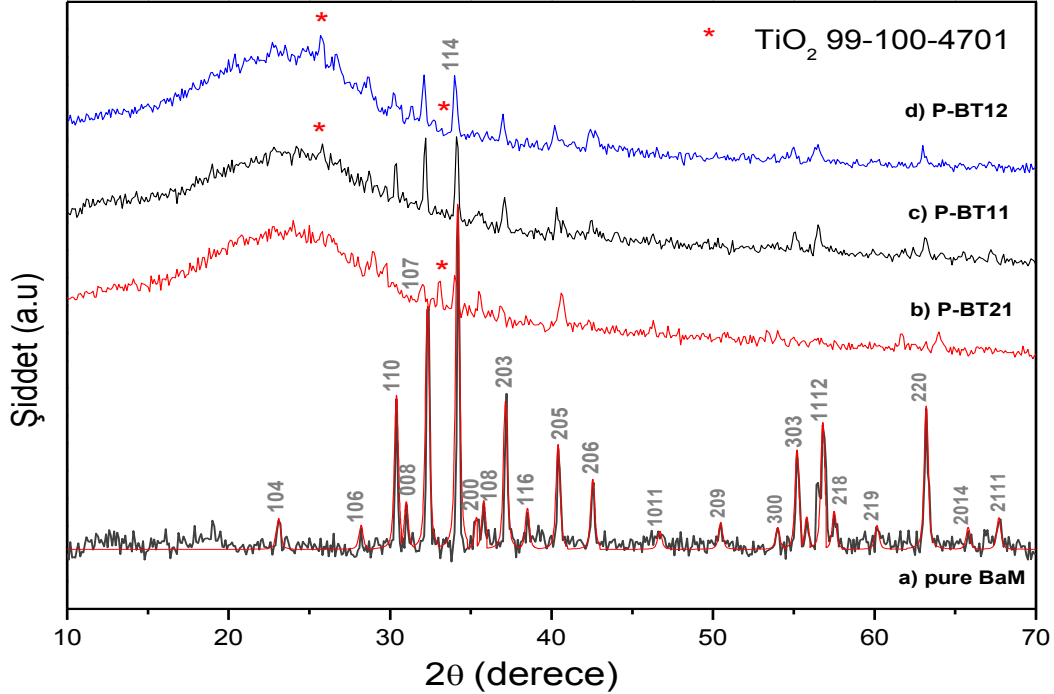
Nanoparçacıkların mikrodalga soğurma özellikleri vektörel network analizör cihazıyla dalga kılavuzları kullanılarak İletim hattı tekniğiyle incelenmiştir. % 30 oranında parafin ile karıştırılarak hazırlanan nanotozlar X ve Ku band için 9.5 x 15.5 mm<sup>2</sup> boyutlarında ve belirli kalınlıklara uygun olarak kullanılan bakır pencereler içerisine pürüzsüz bir yüzey sağlanması koşuluyla sıkıştırılarak dalga kılavuzlarıyla bağlantısı yapılmıştır. Böylece malzemelerin saçılma parametreleri (S11, S22, S21, S12) HP PNA E8364B marka Network analizör cihazından kaydedilerek, bu parametrelerden gerekli yansıma (R), geçme (T), soğurma (A), parazit kalkan verimliliği hesaplamaları yapılmıştır. Bu hesaplamaların yanı sıra bu tez çalışmasında ayrıca NRW tekniği kullanılarak malzemelerin fiziksel parametreleri, dielektrik ( $\epsilon_r$ ) ve manyetik geçirgenlik ( $\mu_r$ ) değerleri ve Yansıma kaybı hesaplamaları matlabda geliştirilen yazılım programlarıyla elde edilmiştir.

#### 4.1. Polianilin (PANI) Kaplı BaM Nanotozlar (BT Serisi)

Tezin bu kısmında yer alan BT Serisini kapsayan bu çalışmada nanotozlar üretilirken, manyetik ve elektrik dipol olarak sırasıyla Ba-hekzaferrit ( $BaFe_{12}O_{19}$ ) ve  $TiO_2$ , iletken polimer olarak ise PANI kullanılmıştır. Bu hazırlanan nanokompozitlerin yapısal, morfolojik, manyetik ve mikrodalga soğurma özellikleri XRD, TEM, VSM ve vektörel network analizör teknikleriyle incelenmiştir.

##### 4.1.1. XRD Analizi

BT Serisine ait numunelerin X-ışını kırınım desenleri Şekil 4.1 de gösterilmiştir. Burada Şekil 4.1.a saf M-tipi Baryum Hekzaferrit (BaM) için Şekil 4.1.b ise PANI kaplı  $BaFe_{12}O_{19}$ - $TiO_2$  nanoparçacık kompozitlerine ait XRD desenleridir. Gözlemlenen piklerin tümünün  $BaFe_{12}O_{19}$  (JCPDS No. 84-0757) yapısına ait standart XRD pikleriyle uyumlu olduğu ve ayrıca Şekil 4.1.c ve Şekil 4.1.d deki piklerin standart  $TiO_2$  (JCPDS No. 84-1285) pikleriyle tam bir uyum içinde olduğu tespit edilmiştir.

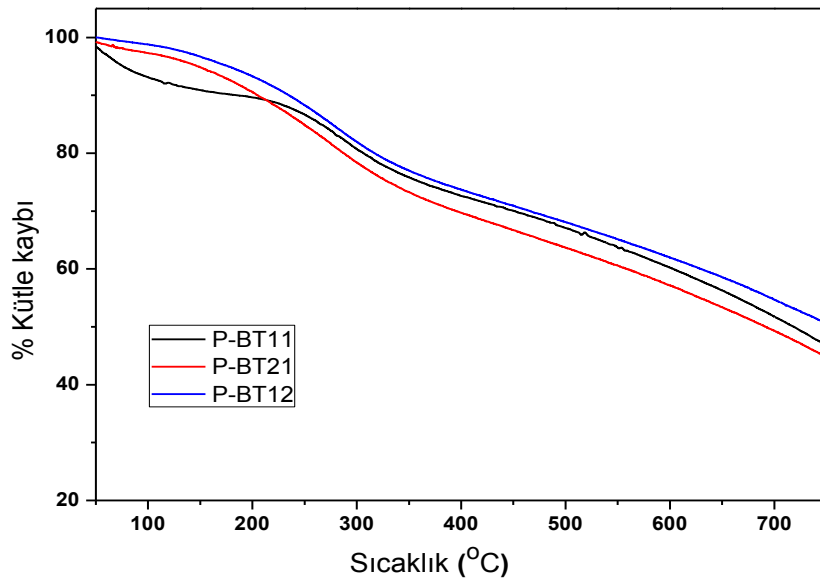


Şekil 4.1.a) Saf BaM ve PANI kaplanmış, b) P-BT21, c) P-BT11 ve d) P-BT12 nanoparçacıklarına ait XRD desenleri.

Bir de bu XRD desenlerinde polimer matristeki ferrit parçacıklarıyla düzenlenmiş nanoparçacık kompozitlerdeki  $BaFe_{12}O_{19}$  ve  $TiO_2$  pikleri gözlemlenmiştir. Şekil 4.1.b-d lerdeki  $2\theta=20$  civarındaki pik matristeki PANI den kaynaklanmaktadır. Şekil 4.1.b, P-BT21 deki  $TiO_2$  piki yoğunluğun çok düşük olmasından dolayı zor gözlemlenebilmektedir. M-tipi hekzagonal baryum ferritlerin yanı sıra rutil titanyum dioksitler aynı XRD profilinden açıkça görülebilmektedir (P-BT11 ve P-BT12). Saf BaM'a ait XRD deseni, belirtilen şartlar altında hekzagonal  $BaFe_{12}O_{19}$  in elde edilmiş olduğuna işaret etmektedir. Bu açıdan kristalin boyutları XRD-kırınım deseninden referans [130,131] de anlatılan Çizgi-profil-uygunluğu (line-profile-fitting) metodu kullanılarak belirlenebilmektedir. Bu metot ile Şekil.4.1 de 22 pik belirlenmiştir. Bu pikler miller indisleriyle ifade edildiğinde yerleri (104), (106), (110), (008), (107), (114), (200), (108), (203), (116), (205), (206), (1011), (209), (300), (303), (1112), (218), (219), (220), (2111) ve (2014) olduğu gibidir. Katkısız Ba-hekzaferrit parçacıklarının ortalama kristal boyutları  $D$  ve  $\sigma$ ,  $30\pm 10$  olarak hesaplanmıştır.

#### 4.1.2. TG Analizi

Şekil 4.2 de polimer kaplı 1:1, 1:2, 2:2 oranlarında hazırlanmış PANI- $BaFe_{12}O_{19}$ - $TiO_2$  ye ait 3 farklı nanoparçacık kompozit için TGA termogramları verilmiştir.



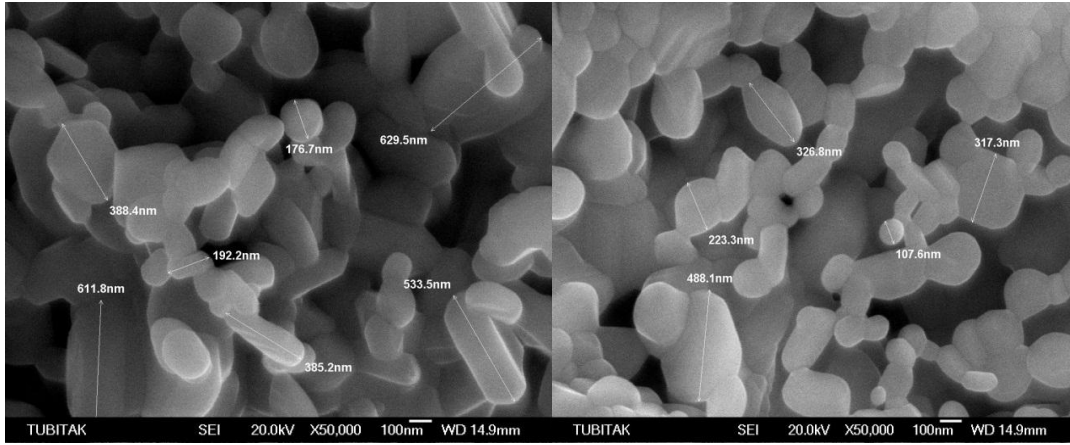
Şekil 4.2. PANI- $BaFe_{12}O_{19}$ - $TiO_2$  nanoparçacıklarına ait TGA termogramları.



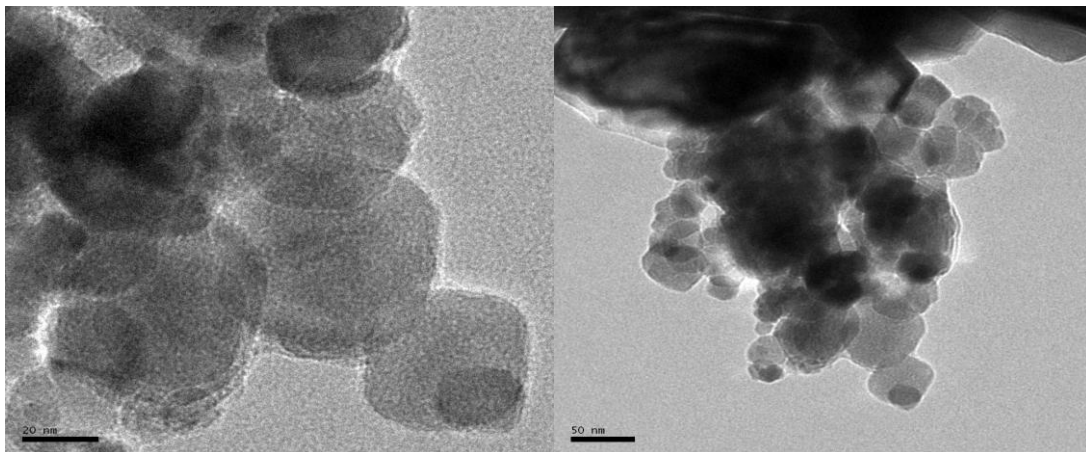
Burada sıcaklığa bağlı kütle kaybı incelendiğinde 200 °C ye kadar olan kütle kaybı nanokompozitlerdeki sıvının buharlaşmasından, 250 °C den sonraki kütle kaybı ise polimer yapısının ve IL nin bozunumundan kaynaklandığı açıkça görülmüştür. PANI-BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerinin kütle kaybı inorganik içeriği 1:1, 1:2 ve 2:1 oranlarındaki BaM-TiO<sub>2</sub> için sırasıyla 55, 50 ve 43 olduğu TGA eğrilerinden görülmüştür.

#### 4.1.3. SEM ve TEM Analizi

İncelenmekte olan BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> nanoparçacıklarının ve P-BT11 nanokompozitinin mikroyapısı ve morfolojisi SEM ve TEM analizleriyle çalışılmış ve aşağıda bu mikro-yapılara ait resimler sunulmuştur (Şekil 4.3-4.5).

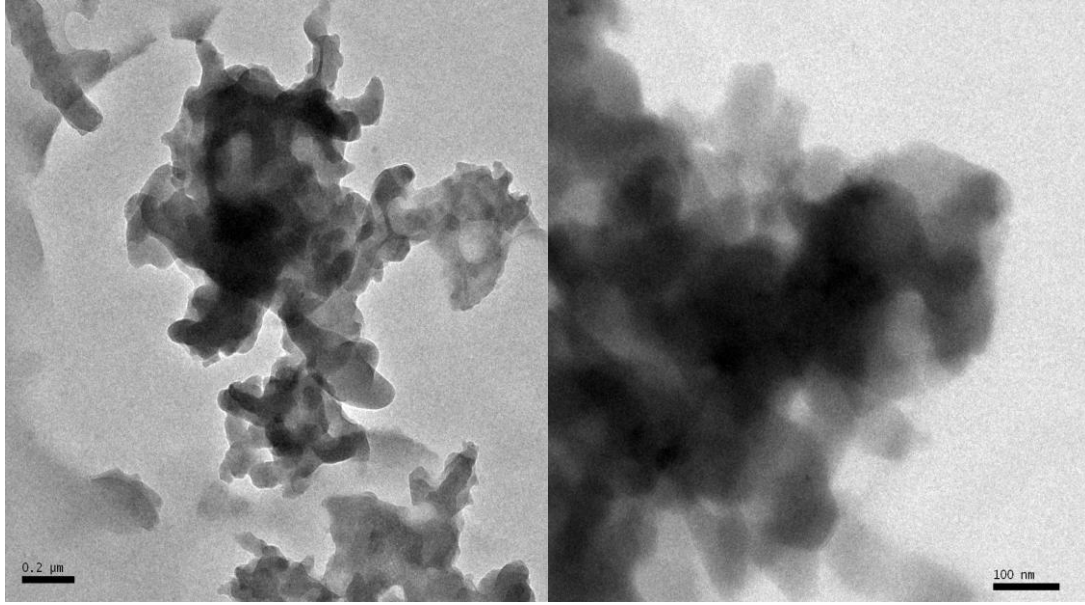


Şekil 4.3. Saf Ba-hekzaferit nanoparçacıklarının SEM resimleri.



Şekil 4.4. Saf Ba-hekzaferit nanoparçacıklarına ait TEM resimleri.

Şekil 4.3 ve Şekil 4.4 de verilen  $BaFe_{12}O_{19}$  nanoparçacıklarına ait SEM ve TEM resimleri parçacıkların boyutlarının  $\sim 100$  nm ila  $\sim 900$  nm civarında güçlü bir kümeleşme ve çubuk şeklinde oluşmuş olduğuna işaret etmektedir. Tanecikler yuvarlak kenarlı olup, muhtemelen  $850^{\circ}C$  gibi düşük sıcaklıklarda meydana gelen sinterleme den dolayı hegzagonal bir yapı oluşmamıştır.

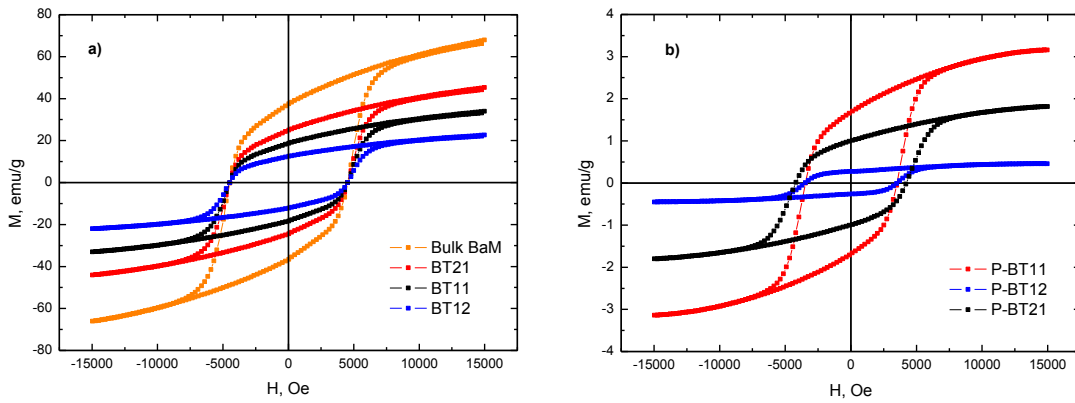


Şekil 4.5. P-BT11 numunesine ait TEM resimleri.

Şekil 4.5 de ki P-BT11 numunesine ait TEM resimlerinde ise, Ba-hekzaferrit ve  $TiO_2$  parçacıkları polimer matris içine karıştırıldığında oluşan nanokompozit parçacıklar yığılma (agglomerated) morfolojisine sahip bir yapı sergilemiştir. Ayrıca bu TEM resminde ki  $BaFe_{12}O_{19}$ - $TiO_2$  kümelerini ifade eden çekirdek civarında farklı elektronların nüfuz etmesiyle oluşan grili yapı PANI tabakasını resmetmektedir. Son olarak bu resimlerdeki nanokompozit parçacıklarının boyutlarını hesaplamak, oldukça büyük yığılımlı parçacıkların varlığı nedeniyle mümkün olamamıştır.

#### 4.1.4. VSM Analizi

Bulk Ba-hekzaferrit nanoparçacıklarının dc manyetik karakterizasyonu oda sıcaklığında  $\pm 15$  kOe alan uygulayarak M-H histeresiz ölçümleri alınarak çalışılmıştır. Şekil 4.6.a polimer kaplanmamış kompozit nanoparçacıkların histeresiz eğrilerini verirken, Şekil 4.6.b de PANI kaplanmış kompozit nanoparçacıklara ait histeresiz eğrileri gösterilmiştir.



Şekil 4.6. Farklı manyetik ve dielektrik kütle oranlarına sahip a) BaM:TiO<sub>2</sub>, b) polimer kaplanmış PANI-BaM:TiO<sub>2</sub> kompozit nanoparçacıklarının M-H histeresiz eğrileri.

Şekil 4.6 da Ba-hekzaferrit nanoparçacıklarının mıknatıslanması 15 kOe gibi yüksek alana rağmen doyum mıknatıslanmasına ulaşamamıştır. Nanokompozit numunenin 1/H sıfıra giderken ki ekstrapolasyonundan elde edilen maksimum alandaki doyum mıknatıslanma (M<sub>s</sub>) değeri 77,52 emu/g dır. Bu değer teorik olarak hesaplanan 72 emu/g değerine oldukça yakın bir değerdir [132]. Histeresizlerden elde etmiş olduğumuz bu değerın hesaplanan teorik değerden büyük olmasının en önemli sebebi M<sub>s</sub> değerinin doğrudan kompozisyonuna bağlı olmasıdır. Doyum mıknatıslanma değerinin yüksek alanlara rağmen doyuma ulaşamamasının nedeni ise, çekirdek-kabuk ikili yapısı ile açıklanabilir. Bu ikili yapı daha çok nano boyutlarda karşılaşılan aynı zamanda yüzeyi manyetik olmayan ve çekirdek içerisindeki toplam mıknatıslanmayı azaltıcı bir etkiye sahip olan diamanyetik özellik gösteren bir polimer kabuğuyla kaplanmış olmasıdır.

Elde edilen histerilerden belirlenebilen diğer manyetik özellikler; Kalıcı mıknatıslanma ( $M_r$ ) ve Koersif alan ( $H_c$ ) değerleridir (Tablo 4.1). Koersif alan değeri tanecik boyutuyla orantısal olup, yaklaşık 4.6 kOe gibi oldukça yüksek bir değere sahiptir. Bu değer, tanecik boyutunun 1 $\mu$ m lik single domain sınırından daha küçük boyutlarda olduğunu göstermektedir [133].

Tablo 4.1. Farklı manyetik ve dielektrik kütle oranlarına sahip BaM:TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaM:TiO<sub>2</sub> kompozit nanoparçacıklarının hesaplatılmış  $M_s$ ,  $H_c$  ve  $M_r$  değerleri.

Malzeme Kod	$M_s$ (emu/g)	$H_c$ (Oe)	$M_r$ (emu/g)
BaM	77,52	4645	37
BT21	52,87	4645	25
BT11	40,22	4645	19
BT12	26,81	4645	12
P-BT11	3,63	3560	1,65
P-BT12	0,5	3560	0,25
P-BT21	2,10	4245	1

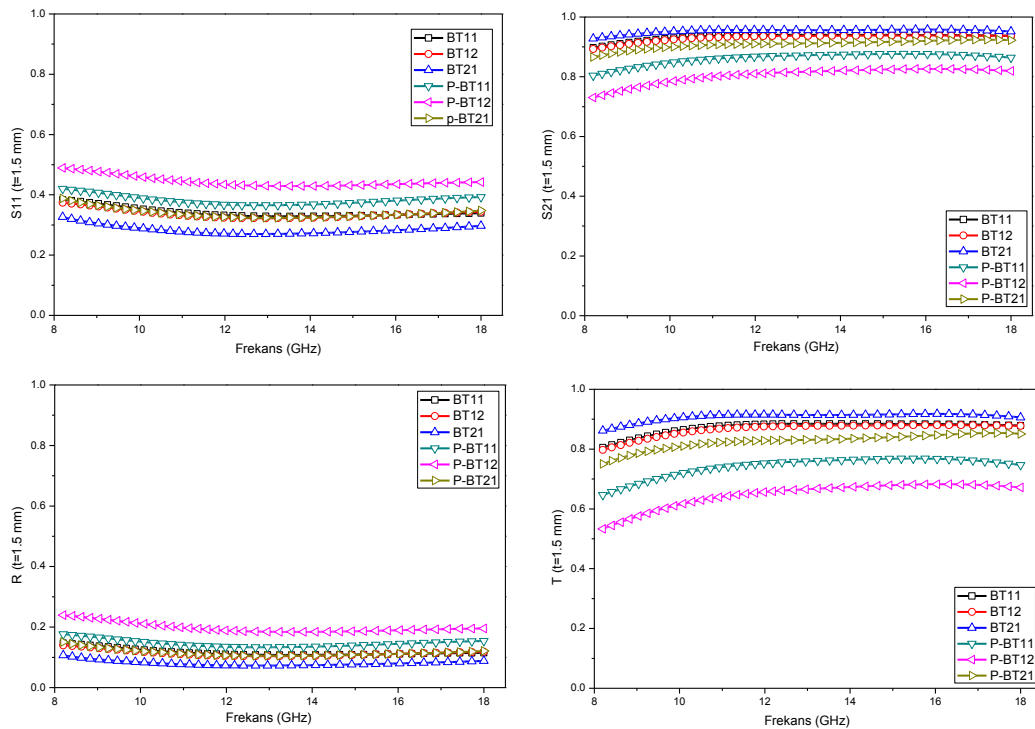
$M_r/M_s$  oranı 0.5 civarındadır. Bu değer rastgele bir araya gelmiş single domain parçacıkları için manyetizasyon dönüşümü birbirleriyle uyumlu bir yönelim sergilediğinde beklenen değere oldukça yakın bir değerdir [134]. Nanokompozit malzemedeki manyetik dolgu malzemesinin kütlece oranının azalmasıyla malzemenin toplam manyetizasyonu da beklenildiği gibi azalmaktadır.

Şekil.4b de gösterildiği gibi PANI kaplanmış kompozitlerin manyetizasyonu 0.5 emu/g kadar düşük değerler alabilmektedir. Manyetizasyonun düşme sebeplerinden birisi Ba-hekzaferrit nanoparçacıklarının yüzeyindeki aktif moleküllerin soğuruculuğuyla ilişkili olabilir. Böyle bir durumda yüzeye yakın civardaki serbest elektronlar kullanılmıştır. Ve bu elektronlar kompozitlerin mıknatıslanmasına katkı sağlamazlar. İkinci olarak, manyetik dolgu malzemesinin kütlece oranı, PANI tabakasının varlığından dolayı daha da düşmektedir.

#### 4.1.5. Mikrodalga Soğurma Ölçümleri

Elde edilen ve dört farklı kalınlıkta hazırlanmış olan BaM-TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit nanoparçacıklarının mikrodalga özellikleri iletim hattı metoduyla incelenmiştir. S11 ve S21 kompleks saçılma parametreleri 8.2-18 GHz aralığında ölçülmüştür. Yansımaya ( $R=|S11|^2$ ), geçmeye ( $T=|S21|^2$ ) katsayıları hesaplanarak soğurma katsayısı(A),  $A=1-R-T$  denkleminde türetilmiştir. Ayrıca bu hesaplamalardan yola çıkarak mikrodalga soğurucu malzemelere ait fiziksel parametreler (permütivite ve permabilite) ve yansımaya kaybı-RL hesaplamaları yapılarak malzemelerin mikrodalga analizleri sonuçlandırılmıştır.

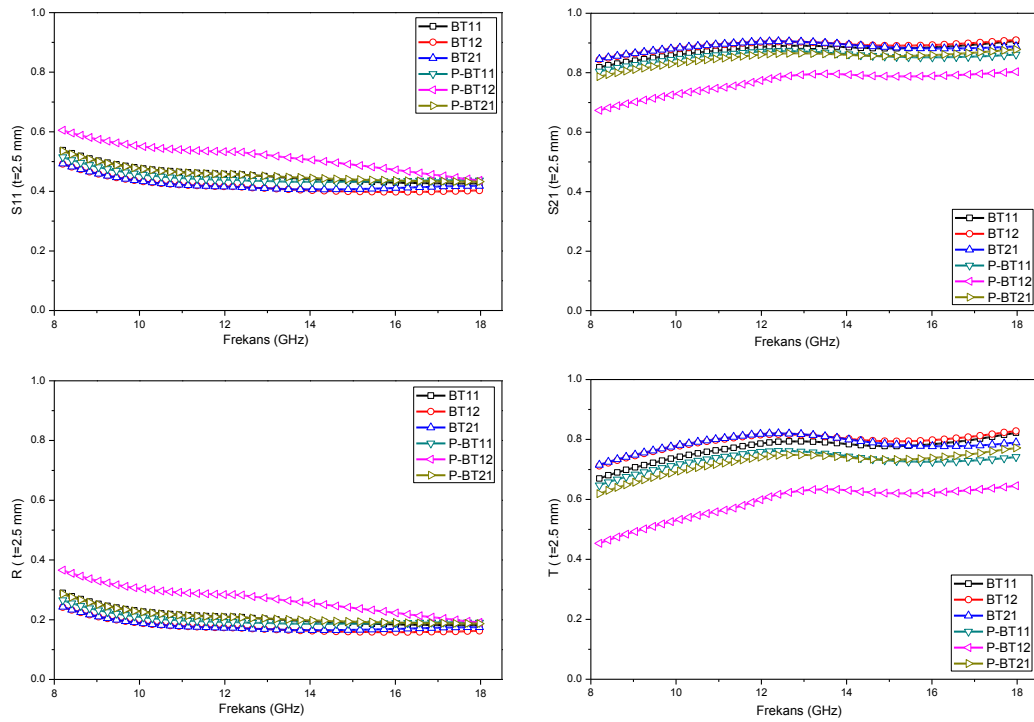
Şekil 4.7 de BaM ve TiO<sub>2</sub> nanoparçacıklarına ait saçılma parametreleri (S11, S21) ve hesaplatılan yansımaya ve geçmeye katsayı değerlerine ait grafikler gösterilmektedir.



Şekil 4.7. 1.5 mm kalınlıkta BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya ve geçmeye parametreleri ve hesaplanmış yansımaya ve geçmeye katsayı değerleri.

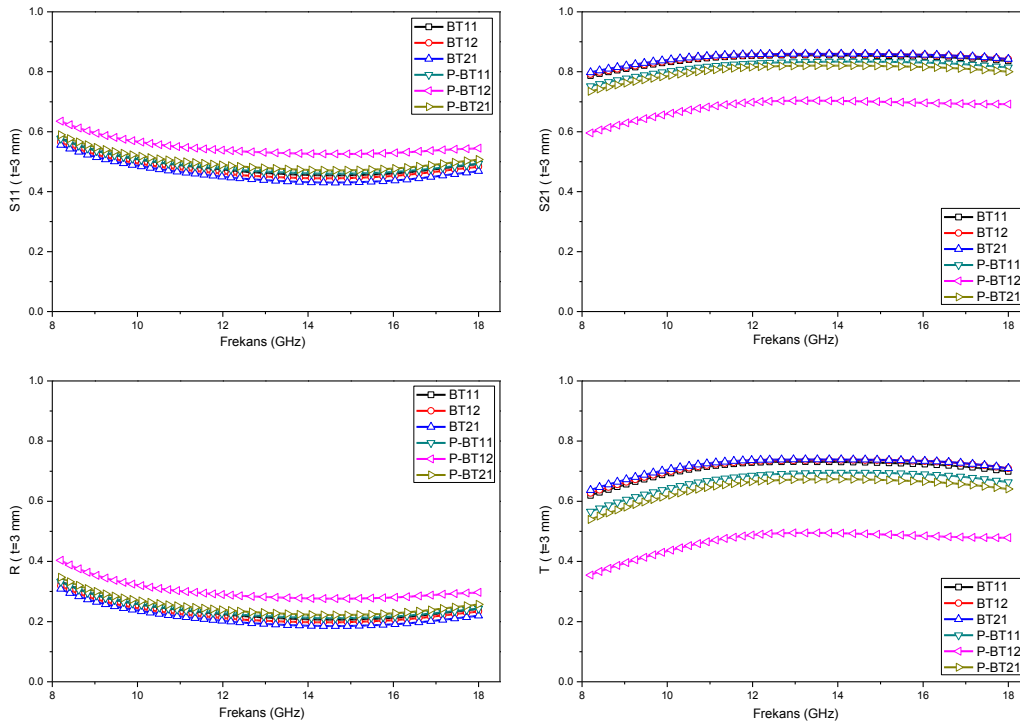
Bu grafikler incelendiğinde 1.5 mm kalınlık için ölçülen yansımaya ve geçmeye parametresi değerlerinin polimer kaplanmamış BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit malzemelerde benzer bir davranış sergilerken, polimer kaplı PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit malzemelerde durum biraz daha farklı olup, polimer etkisi S11 parametresi

değerlerinde artış oluşturmaya karşın, S21 parametresi değerlerini biraz daha düşürmektedir. Hesaplatılan yansımaya-R ve geçme-T katsayısı değerlerinde bu durum kendini daha net bir şekilde belli edip, polimersiz kompozitlere ait yansımaya katsayı değerleri %10 civarında olurken, PANI kaplı numunelerde %25 civarında değerler almaktadır. Buna karşın geçirme katsayısı değerleri polimersiz numunelerde %88 iken, PANI kaplandığında %60 civarında değerler almaktadır.



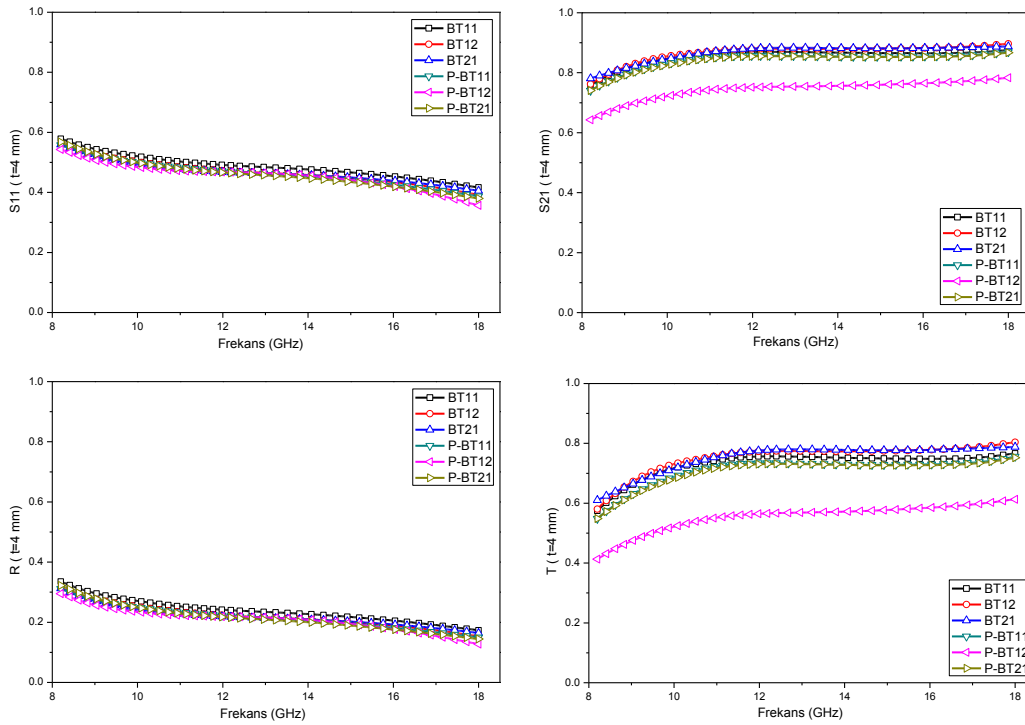
Şekil 4.8. 2.5 mm kalınlıkta BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya ve geçme parametreleri ve hesaplanmış yansımaya ve geçme katsayı değerleri.

Şekil 4.8 de verilen 2.5 mm kalınlıkta hazırlanmış olan BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit nanoparçacık numuneler incelendiğinde kalınlığın etkisiyle her iki durumda da fark edilebilir bir değişim gözlemlenmiştir. Kalınlığa bağlı olarak yansımaya katsayısı değerlerinde %10 lara varan bir artış söz konusu iken geçme katsayısı değerleri %15-%20 arasında bir azalma görülmüştür. Bu değişim eğrilerdeki karakteristiği çok fazla değiştirmeyip, yansımaya katsayısına ait değerlerde kaplanmış ve kaplanmamış numunelerde bir birlerine yaklaşan bir seyir ile geçme katsayısı değerlerinde P-BT12 numunesi hariç aynı davranışını devam ettirmiştir.



Şekil 4.9. 3 mm kalınlıkta BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansıma ve geçme parametreleri ve hesaplanmış yansıma ve geçme katsayı değerleri.

Şekil 4.9 da verilen 3 mm kalınlıkta yapılan mikrodalga ölçümleri sonuçları 2.5 mm için alınan ölçümlerle uyum içerisinde olup, 0.5 mm lik bir kalınlığın etkisinin çok fazla bir değişim oluşturmamakla birlikte az da olsa sonuçlarda kendini hissettirdiği, bununla birlikte 2.5 mm lik ölçüm sonuçlarından farklı olarak daha kararlı bir seyirde olduğu görülmüştür. Polimer kaplı numunelerde frekansa bağlı olarak yansıma katsayı değerleri %40-%35 arasında bir eğri çizerken, kaplanmamış numunelerde bu eğri %30 ile %20 arasında bir değişim sergilemektedir. Geçme katsayısı değerleri ise PANI kaplanmış kompozitlerde %35-%48 arasında artış şeklinde kendini gösterirken, polimersiz kompozit nanoparçacıklarda %60-%70 değerlerine ulaşmaktadır.



Şekil 4.10. 4 mm kalınlıkta BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya ve geçme parametreleri ve hesaplanmış yansımaya ve geçme katsayı değerleri.

Şekil 4.10 da verilen 4 mm kalınlıkta alınan ölçüm sonuçlarından farklı oranlarda dolgu malzemesi kullanılarak hazırlanmış olan nanoparçacık kompozitlere ait eğrilerin, kalınlığın etkisiyle yani, nano-manyetik parçacık oranının artmasına bağlı olarak karakteristik dağılımında bir değişim oluşturmayıp buna karşın, yansımaya ve geçme parametrelerinin aldığı değerler de frekansa bağlı olarak 1.5 mm kalınlığa göre yansımaya katsayısı değerlerinde daha net bir artış görülüp, bu değerlerin 3 mm lik değere göre daha düşük olduğu, diğer taraftan geçme katsayı değerlerinde ince numunelerde alınan ölçümlere nazaran %20 lik bir azalma oluştururken, 3mm kalınlıkla kıyaslandığında ise %5 civarında bir artışla değerler aldığı görülmektedir. Artık malzemeler daha yansıtıcı olmakla birlikte iyice metalik özellik kazanmıştır. Tabii olarak bu durum malzemelerin soğuruculuğunu azaltmıştır. Özellikle, P-BT12 numunesi incelenen altı durum içerisinde tüm kalınlıklarda yansımaya katsayı değeri en yüksek numune olup, geçme katsayı değerleri en düşük olan numunedir. Ve bu sonuçtan yola çıkarak hesaplatılan soğurma sonucu ile en iyi soğurucu özelliğe sahip olan numunenin bu özelliklere yakın bir numune olabileceği öngörülmektedir.

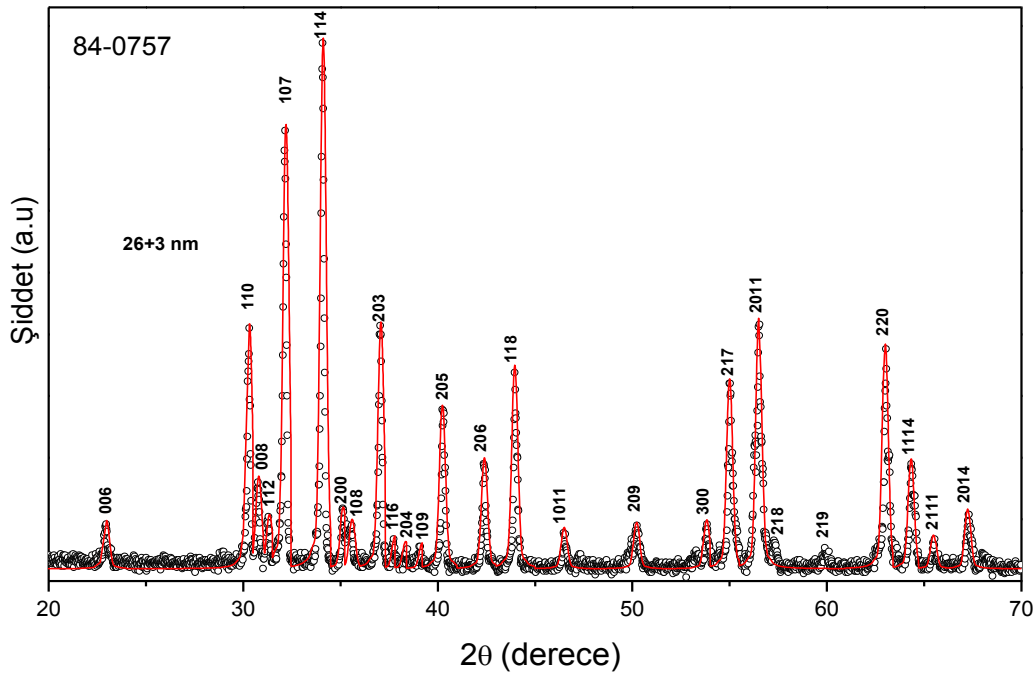


## 4.2. Polipirol (PPy) Kaplı BaM Nanotozlar (AB Serisi)

Çalışmanın bu kısmında, BaM ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) nanoparçacıklarının mikrodalga soğurmasını maksimum yapmak için dolgu malzemesi olarak  $\text{TiO}_2$  ve polimer olarak Polipirol (PPy) kullanılmıştır. Hazırlanan saf BaM ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) nanotozları ile çeşitli oranlarda  $\text{TiO}_2$  karıştırılmış BaM nanoparçacıklarının mikrodalga soğurması, iletken polimer (PPy) kaplanmış ve kaplı olmayan 4 farklı kalınlık için 8.2-18 GHz arasındaki frekanslarda incelenmiştir.

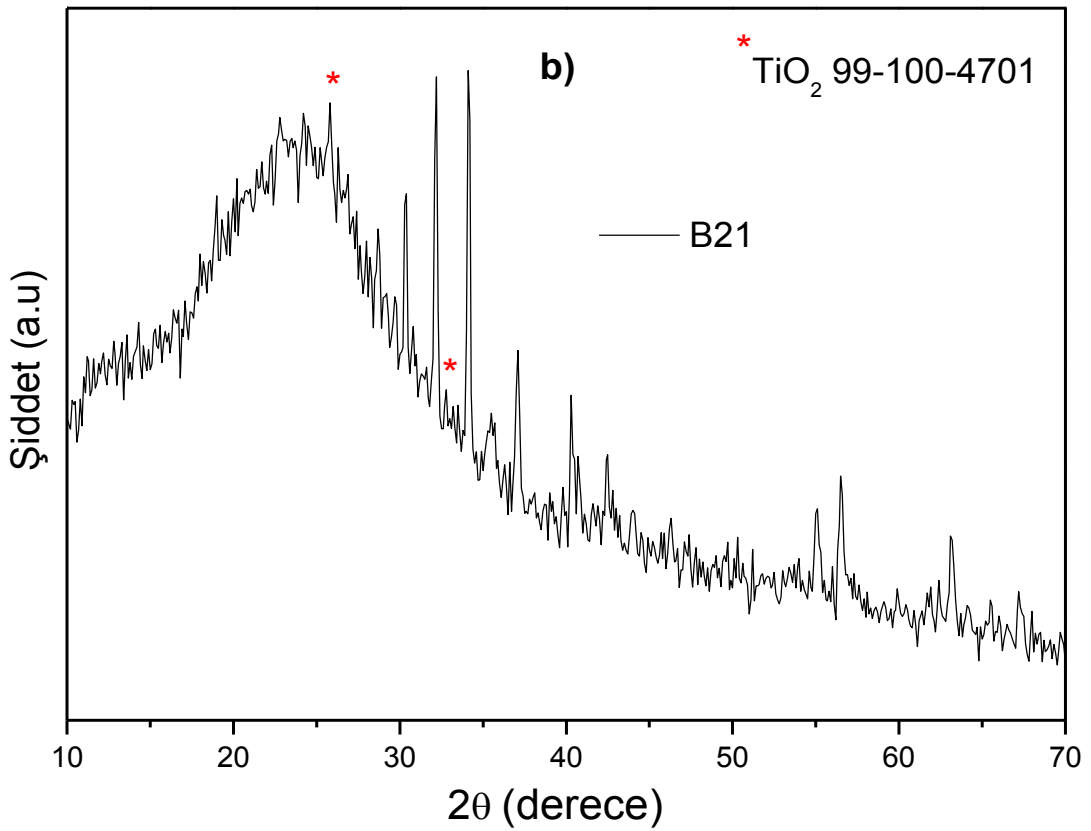
### 4.2.1. XRD Analizi

AB serisine ait numunelerin X-ışını kırınım desenleri Şekil 4.11-13 de gösterilmiştir. Burada Şekil 4.11 saf M-tipi baryum hekzaferrit (BaM) için Şekil 4.12 ise polipirol (PPy) kaplı PPy- $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ - $\text{TiO}_2$  nanokompozitlerine ait XRD desenleridir. Piklerin tümünün  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (JCPDS No. 84-0757) yapısına ait standart XRD pikleriyle uyumlu olduğu ve ayrıca Şekil 4.12 deki piklerin standart  $\text{TiO}_2$  (JCPDS No. 99-100-4701) pikleriyle tam bir uyum içinde olduğu tespit edilmiştir.



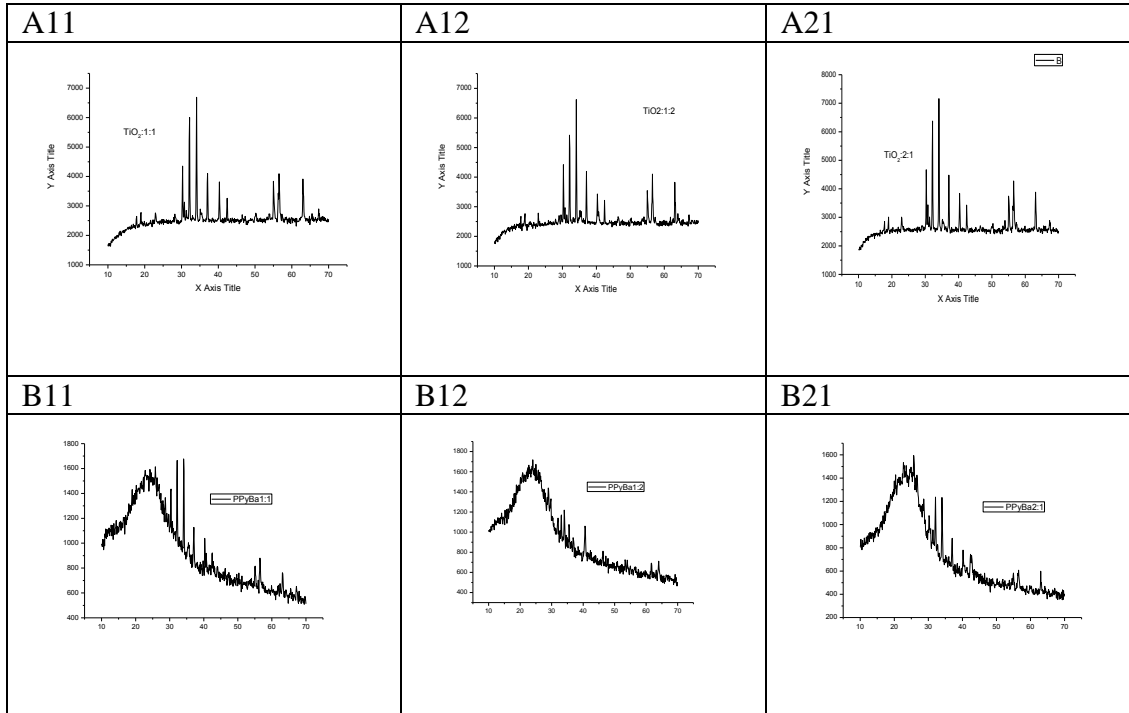
Şekil 4.11. Saf BaM nanoparçacıklarına ait XRD desenleri.

Saf BaM'a ait XRD deseni, belirtilen şartlar altında hekzagonal  $BaFe_{12}O_{19}$  yapısının elde edilmiş olduğuna işaret etmektedir. Bu açıdan kristalin boyutları XRD-kırınım deseninden referans [130, 131] de anlatılan çizgi-profil-eşleştirme metodu kullanılarak hesaplanmıştır. Şekil 4.11 de görülen pikler miller indisleriyle ifade edildiğinde yerleri (104), (106), (110), (008), (107), (114), (200), (108), (203), (116), (205), (206), (1011), (209), (300), (303), (1112), (218), (219), (220), (2111) ve (2014) olduğu gibidir. Katkısız Ba-hekzaferrit parçacıklarının ortalama kristal boyutları  $D$  ve  $\sigma$ ,  $30 \pm 10$  olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.12. Polimer kaplanmış PPy-BaM- $TiO_2$  (B21) kompozit nanotozlara ait XRD desenleri.

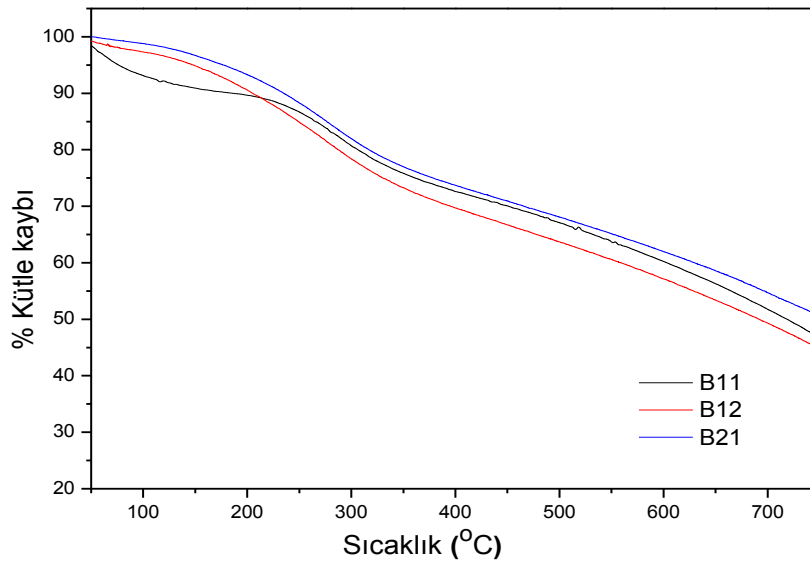
Tüm kaplanmamış ve PPy polimeri ile kaplanmış numunelerin XRD ölçümleri ise Şekil.4.13 de bir arada görülmektedir. Bu XRD desenlerinde kaplanmamış ve polimer kaplı tozlar kendi içlerinde benzer davranış göstermişlerdir.



Şekil 4.13. BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit nanotozlarına ait XRD desenleri.

#### 4.2.2. TG Analizi

Şekil 4.14 de iletken polimer kaplı PPy-BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>-TiO<sub>2</sub> nanokompozit tozları için DBSA (dodecylbenzenesulfonic acid) katkıları ile alınmış TGA termogramına ait grafik verilmiştir.

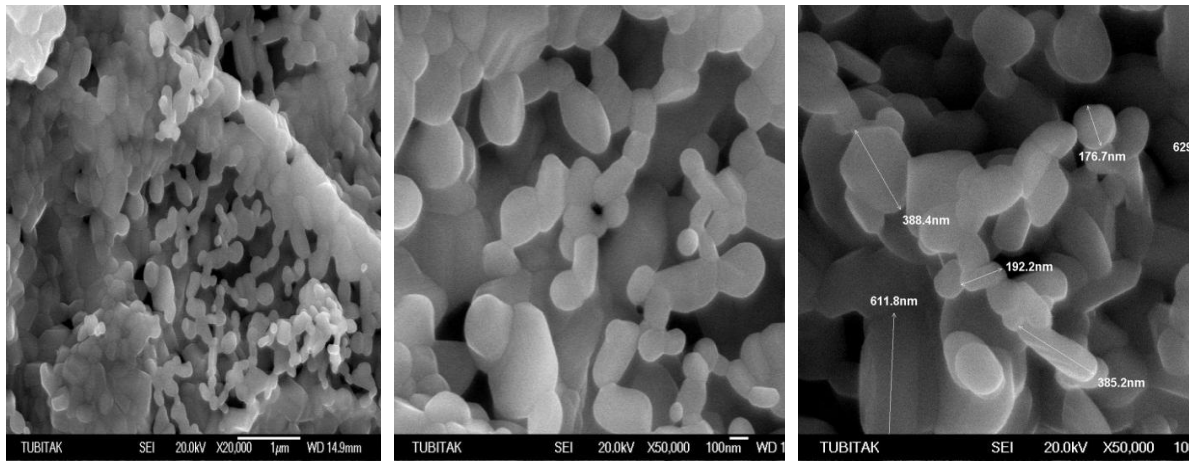


Şekil 4.14. PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> nanoparçacıklarına ait TGA termogramları.

Burada üç temel kütle kaybı söz konusudur. Bunlardan ilki, 100 °C de meydana gelen sıvı kaybı nedeniyle oluşan kütle kaybı, ikincisi katkılandırılmış polimer matrisin 230–380 °C aralığındaki sıcaklıklardaki kaybı, son olarak üçüncü temel kayıp ise 380 - 700 °C aralığındaki polimerin temel yapısının bozulması nedeniyle oluşan kütle kaybıdır. DBSA ile polianilin katkılandırılmış nanoparçacık kompozit tozlar 230 °C sıcaklıklarına kadar ısısal olarak kararlıdır. Buna rağmen İletken polimer sentezlenirken yüzeyin aktifleşme reaksiyonu boyunca eklenen ferrik oksit parçacıkları, polimerin termal kararlılığını 260°C değerine kadar arttırdığı gözlemlenmiştir. Bu durumda ferrit parçacıkları, mevcut anilinin polimerleşmesiyle termal olarak daha kararlı iletken polimer oluşumuna yol açmıştır. Farklı polimer ferritler için yaklaşık demir oksit miktarı 700 °C de kompozitlerin residual kütlelerinden, boş polimerin residual kütlesi çıkartılarak hesaplatılmıştır.

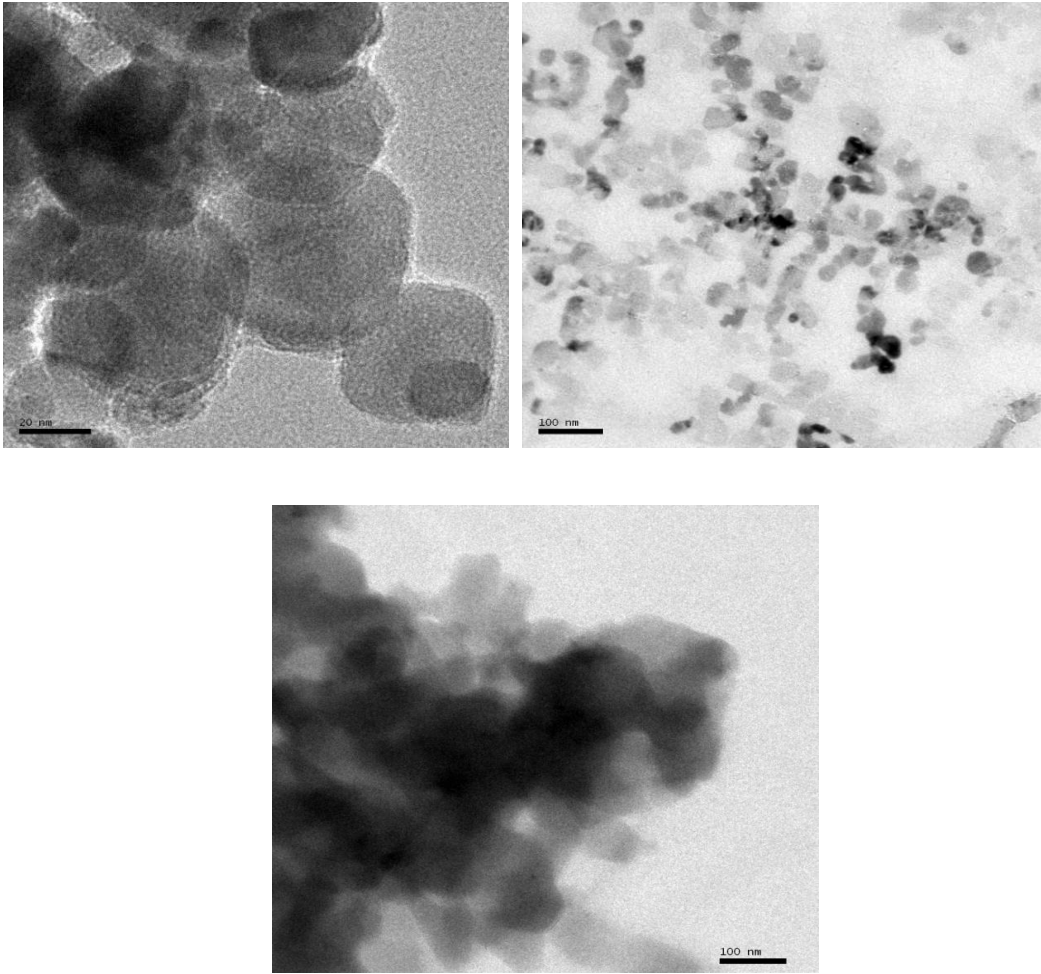
#### 4.2.3. SEM ve TEM Analizi

Şekil 4.15.a-c farklı ölçeklendirmeye sahip Ba-hekzaferrit parçacıklarının SEM resimleri görülmektedir.



Şekil 4.15. Saf BaM nanoparçacıkları için a) 1 µm b) 100 nm c) 100 nm ölçekli alınan SEM resimleri.

Tanecikler yuvarlak kenarlı olup, parçacıkların boyutlarının 200-600 nm civarında olduğu yapılan ölçümlerden belirlenmiştir. Bu değerler, taneciklerin tümünün 1 µm olan single domain sınırı içinde yer aldığını göstermektedir [133]. Tanecikler arası bağlantı düşük sıcaklıklardaki ısı işlem nedeniyle muhtemelen zayıf olacaktır. Farklı boyut ve kütlelerde bazı kümelenmeler görülmektedir.

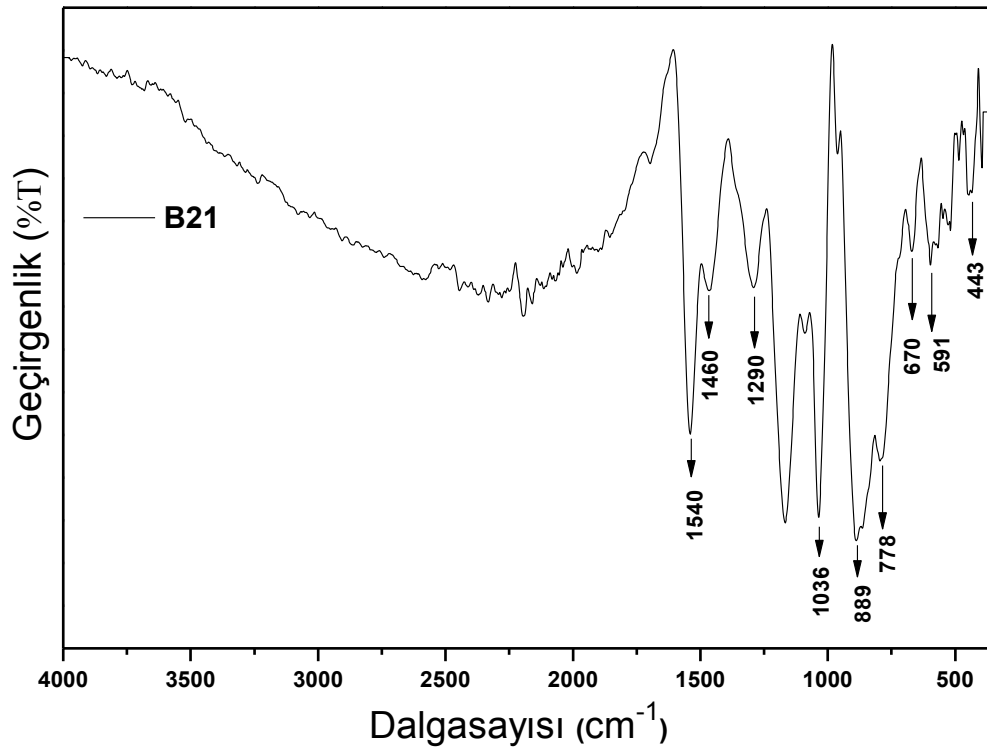


Şekil 4.16. a) Saf BaM b) BaM-TiO<sub>2</sub> c) PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> nanoparçacıklarına HR-TEM resimleri.

Şekil 4.16.a de 20-80 nm arasında geniş boyut dağılımına sahip Ba-hekzaferrit kristallerinin yüksek çözünürlüklü geçirmeli elektron mikroskobu (HR-TEM) resimleri görünmektedir. TiO<sub>2</sub> ve Ba-hekzaferrit nanoparçacıkları Şekil 4.16.b de açıkça görülebilmektedir. Bu nanoparçacıklar PPy ile kaplandığında iletken polimer üst tabakasının sürekliliği Şekil 4.16.c de görüldüğü gibi parçacıkların yüzeyinde oluşmaktadır. Ayrıca bu resimlerden nanoparçacıkların kümelenme morfoloji sergilediği gözlemlenmektedir.

#### 4.2.4. FT-IR Analizi

FTIR spektrumu 4000 ile 400  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısı aralığında KBr palet referanslı olarak ölçülmüştür. Bu deneyde Perkin Elmer Spectrum BX IR modeli kullanılmıştır. Bu metot moleküldeki atomlar arası bağ titreşimlerini analiz etmektedir. PPy kaplı B21 kompozit malzemesine ait soğurma piklerinin karakteristiği Şekil 4.17 deki FT-IR spektrumundan açıkça görülebilmektedir.

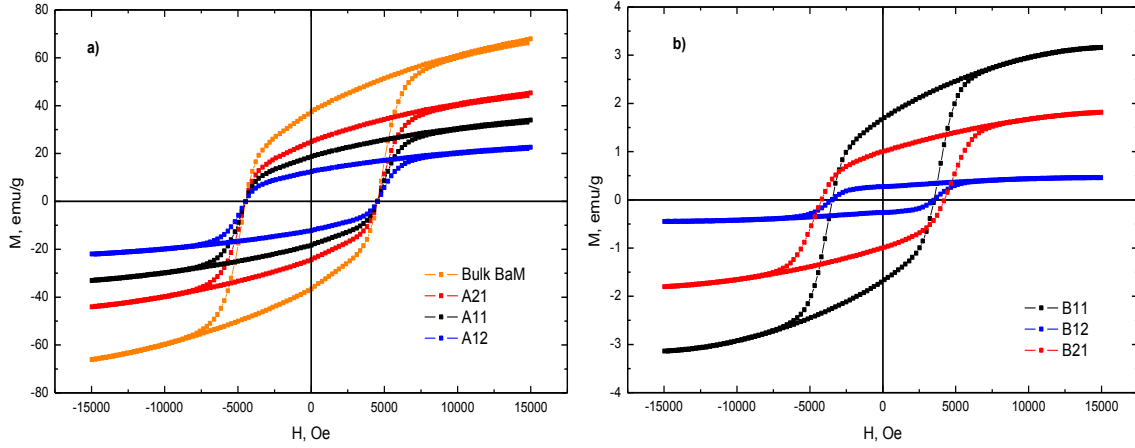


Şekil 4.17. B21 nanokompozit numuneye ait FT-IR spektrumu.

1540  $\text{cm}^{-1}$  civarındaki pikler C–C ve C=C bağlarına ait titreşim piklerine karşılık gelirken, 1460  $\text{cm}^{-1}$  civarındaki pik C–N bağı titreşimini yansıtmaktadır. C–H veya C–N bandları ve C–H veya N–H bandlarının in-plane bozulma titreşimleri pikleri sırasıyla 1290  $\text{cm}^{-1}$  ve 1036  $\text{cm}^{-1}$  de gözlemlenmiştir [135]. 889  $\text{cm}^{-1}$ , 778  $\text{cm}^{-1}$  ve 670  $\text{cm}^{-1}$  deki soğurma pikleri C–H dış büküm (outer-bending) bağı titreşimlerine ait piklerdir. Bu sonuçlar kompozitteki PPy oluşumuna işaret etmektedir. Saf  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  e ait karakteristik pikler 591 ve 443  $\text{cm}^{-1}$  civarında gözlemlenmiştir. Bu soğurma pikleri,  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  için tetrahedron ve oktahedron yapıdaki bağ titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [13, 136, 137].

#### 4.2.5. VSM Analizi

Saf ve  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ - $\text{TiO}_2$ -PPy kompozitlerine ait oda sıcaklığında alınmış M-H histerezis eğrileri Şekil 4.18 de gösterildiği gibidir.



Şekil 4.18. a) Saf BaM ve b)  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ - $\text{TiO}_2$ -PPy kompozitlerine ait oda sıcaklığında alınmış M-H histerezis eğrileri.

Şekilden de görüleceği üzere, Saf Ba-hekzaferrit parçacıklar 15 kOe de yaklaşık 77,5 emu/g değerinde özel doyum mıknatıslanma ( $M_s$ ) değerine ve 4.8 kOe değerinde oldukça yüksek koersif alanına sahiptir. Bu parçacıklar dielektrik olan parçacıklarla karıştırıldığında, kütlece manyetik katkı oranına bağlı olarak  $M_s$  değeri lineer olarak azalmaktadır. Şekil 4.14 de sunulan TGA verileri  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ - $\text{TiO}_2$ -PPy kompozitinin toplam ağırlığının neredeyse yarısının iletken polimer PPy'ye ait olduğunu göstermektedir. Bunun anlamı, manyetik kısmın ağırlığı azaldıkça  $M_s$  değerinin daha da azalması durumudur. Manyetik dolgu malzemesi katkısının azalmasıyla, kompozitlerin mıknatıslanmalarının azalmasının nedeni,  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  parçacıklarının yüzeyinde PPy moleküllerinin soğurulmasıdır. Bu nedenden dolayı, Şekil 4.18.b de görüldüğü gibi düşük  $M_s$  değerleri elde edilmiştir. Şekil 4.18.b de gösterilen tüm M-H histerezis eğrileri  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ - $\text{TiO}_2$ -PPy kompozit nanoparçacıklarına ait olup, bu eğrilere ait manyetizasyon kütle dağılımlarına göre normalize edilmiştir.

Tablo 4.2’de Şekil 4.18 de verilen histerezislerin 1/H sıfıra giderken ki ekstrapolasyonundan elde edilen maksimum alandaki doyum mıknatıslanma ( $M_s$ ) değeri, Koersif alan ( $H_c$ ) ve Kalıcı mıknatıslanma ( $M_r$ ) değerleri hesaplatılarak tablo halinde verilmiştir.

Tablo 4.2. Farklı manyetik ve dielektrik kütle oranlarına sahip BaM:TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM:TiO<sub>2</sub> kompozit nanoparçacıklarının hesaplatılmış  $M_s$ ,  $H_c$  ve  $M_r$  değerleri.

Malzeme Kod	$M_s$ (emu/g)	$H_c$ (Oe)	$M_r$ (emu/g)
BaM	77,52	4645	37
A21	52,87	4645	25
A11	40,22	4645	19
A12	26,81	4645	12
B11	3,60	3565	1,65
B12	0,2	3565	0,28
B21	2,02	4200	1

#### 4.2.6. Mikrodalga Soğurma Ölçümleri

Bu kısımda elde edilen nanoparçacıkların mikrodalga ölçümleri 8.2 ve 18 GHz aralığındaki frekans değerlerini kapsayan X ve P bandına ait dalga kılavuzlarıyla iletim hattı teorisine uygun olarak alınmış olup, bu frekans aralığında yansıma ve geçme saçılma parametrelerinin nasıl değişim gösterdiği incelenmiştir. Sonrasında yapılan hesaplamalardan yansıma ve geçme katsayıları elde edilerek kalınlık çalışmasının soğurmaya olan etkisinin araştırılması amaçlanmıştır. Şekil 4.18-Şekil 4.25 arasındaki şekillerde 1.5,2.5,3 ve 4mm gibi farklı kalınlık ve farklı kompozisyondaki BaM-TiO<sub>2</sub> kompozitleri için deneysel ölçüm sonuçlarına yer verilmiştir.

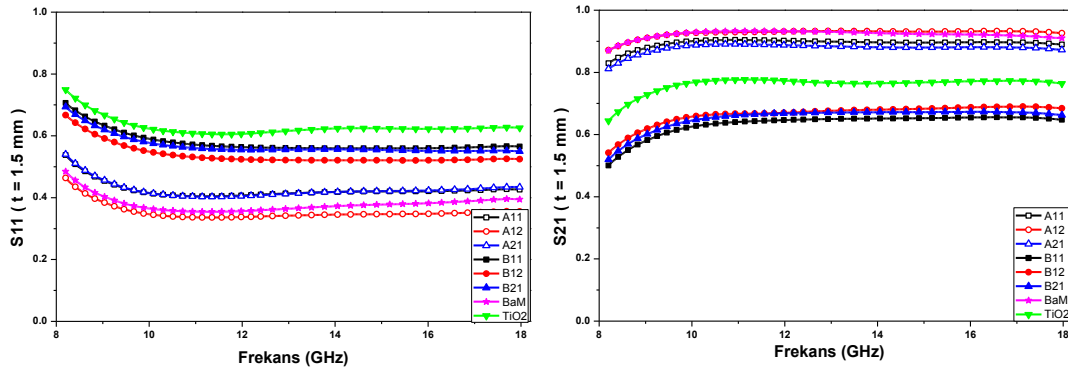
Tüm kalınlıklarda alınan yansıma ve geçme saçılma parametreleri ölçümleri incelendiğinde, saf BaM numunesi için S11 düşük frekanslarda yaklaşık 0.6 iken yüksek frekanslarda 0.5 e düşmektedir. TiO<sub>2</sub> numunesi için ise frekans arttıkça 0.7 den 0.6 ya düşmektedir. Her iki numune içinde S11 değerinin frekansa zayıf bağlı



olduğu ve frekansın artışıyla çok az azalma sergilediği görülmüştür. Geçme parametresi ise yine frekansla çok az artış göstererek, BaM için 0.8-0.9 civarında  $\text{TiO}_2$  için ise 0.7-0.8 aralığında zayıf exponansiyel artış sergilemiştir.

BaM ve  $\text{TiO}_2$  nanotozlarının yansıma geçme katsayılarının tüm kalınlıklarda frekansa bağlı davranışı incelendiğinde ise 8.2 -18 GHz aralığında saf BaM nanotozlarının  $\text{TiO}_2$  nanotozlarına göre daha az yansıtıcı ve daha fazla geçirgen olduğu yapılan hesaplamalardan ortaya çıkmıştır. BaM nanotozları gelen sinyal gücünün %25 ni yansıtırken, % 70 oranında geçirmektedir. Bu oranlar  $\text{TiO}_2$  de yansıma için yaklaşık %35 geçme için ise %60 civarındadır.

1.5 mm kalınlıkta hazırlanmış olan BaM- $\text{TiO}_2$  nanotozlarından elde edilen farklı karışım oranlarındaki PPy kaplanmış veya kaplanmamış kompozitlere ait yansıma ve geçirme parametreleri Şekil 4.19 de gösterilmiştir.

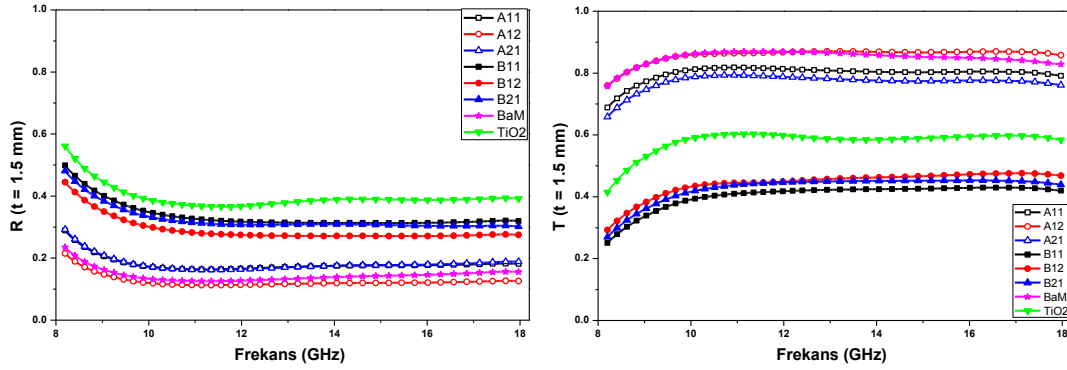


Şekil 4.19. 1.5 mm kalınlıkta BaM,  $\text{TiO}_2$ , BaM- $\text{TiO}_2$  ve PPy-BaM- $\text{TiO}_2$  kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansıma ve geçme parametreleri değerleri.

Genel olarak PPy kaplı kompozitlerin (B11, B12, B21) kaplanmamış kompozitlerden (A11, A12, A21) farklı bir davranış sergilediği yapılan ölçüm ve analizlerden anlaşılmıştır. PPy kaplanmış olan kompozitlerin 0.7 ile 0.5 aralığında S11 değerleri aldığı ve bu değerlerden nanoparçacık kompozitteki  $\text{TiO}_2$  oranının artışına bağlı olarak S11 yansıma parametresinin arttığı görülmüştür.

Geçirme parametresi incelendiğinde PPy kaplı kompozitler polimer kaplanmamış kompozitlerden biraz daha farklı davranarak bu farklılığın polimer etkisinden kaynaklandığı ve BaM- $\text{TiO}_2$  karışım oranına çok az bağımlı olduğu görülmüştür.

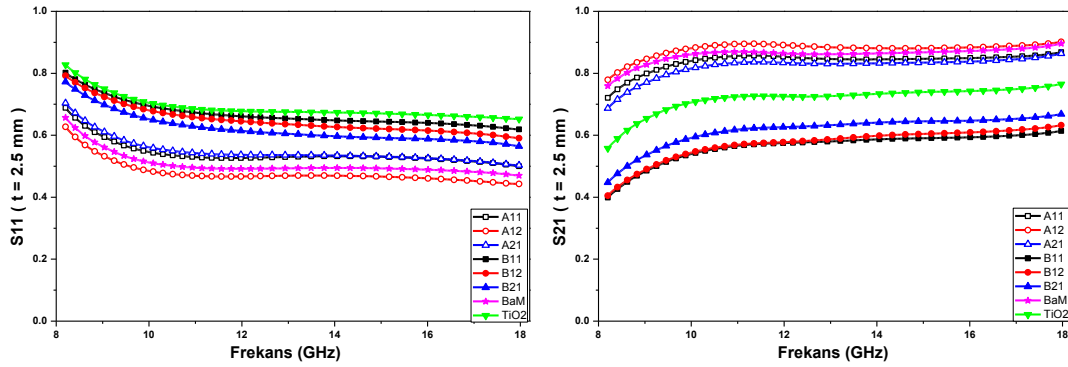
Burada B21 numunesi en az geçirme parametresine sahipken (S21:0.50-0.65) , B11 ve B12 nanotozları ise yaklaşık aynı S21 değerlerinde benzer davranış göstermiştir. Polimer kaplanmamış kompozitlerde ise geçme parametresi BaM miktarı arttıkça yüksek S21 değerleri alarak, 0.95 değerine ulaşmaktadır. BaM miktarı az olan diğer iki kompozit de ise 0.9 civarlarında S21 değerine sahip olduğu görülmüştür.



Şekil 4.20. 1.5 mm kalınlıkta BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı hesaplanmış yansıtma ve geçme katsayı değerleri.

Şekil 4.20 de gösterilen BaM-TiO<sub>2</sub> nanotoz kompozitlerine ait yansıtma-R ve geçme-T miktarlarının 8.2 -18 GHz aralığında ki davranışı incelendiğinde, PPy kaplanmış BaM-TiO<sub>2</sub> nanotoz kompozitlerinin düşük frekanslarda %45-%60 a varan değerlerde daha yansıtıcı olup, bu değerler frekansın artmasına bağlı olarak yüksek frekanslarda %25-%35 civarlarında seyrederken, geçirme katsayısı düşük frekanslarda % 25-%30 iken yüksek frekanslarda bu değer %40 ile %45 civarında seyrettiği yapılan hesaplamalardan elde edilen yansıtma-geçirme katsayıları grafiklerinden belirlenmiştir. Bu oranlar polimer kaplanmamış BaM-TiO<sub>2</sub> nanotoz kompozitlerin de ise yansıtma için düşük frekanslarda yaklaşık %20 ile %30 iken 10 GHz üzerindeki yüksek frekanslara çıkıldıkça %10 ile %20 arasında değişme sergilemiştir. Geçme katsayısı için ise düşük frekanslarda %65 ile %80 arasında değerler alırken, bu değerler frekansın artmaya başlamasıyla önce biraz artarak sonrasında sabitlenerek yaklaşık %80 ve %85 değerlerine ulaşmıştır.

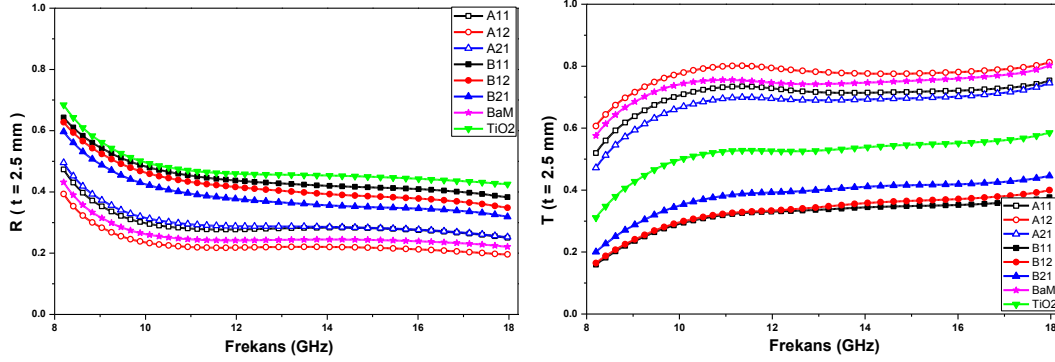
Şekil 4.21 de ise AB serisine ait 6 farklı kombinasyona sahip kompozit malzemelerden 2.5 mm kalınlık için almış olduğumuz yansıtma ve geçme ölçüm sonuçları verilmiştir.



Şekil 4.21. 2.5 mm kalınlıkta BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansıma ve geçme parametreleri değerleri.

Belirtilen kalınlığa ait S11 ve S21 parametreleri ölçümü grafiklerinden, polimer kaplanmış kompozit malzemelerin yansıma parametrelerinden elde edilen değerlere ait eğrilerin birlikte hareket ettikleri gözlenmektedir olup, bu değerler yaklaşık olarak düşük frekanslarda 0.8 iken yüksek frekanslarda 0.6 değerlerine düşmektedir. Nanotoz kompozitlere ait geçme değerleri incelendiğinde yine bu kaplanmış üç farklı durum için numunelerin benzer davranışlarının devam ettiği buna karşın S21 değerlerinde çok az bir farkla dizilim sergiledikleri gözlemlenmiştir. Kaplanmış B11, B12 ve B21 numunelerine ait S21 değerleri ise düşük frekanslarda 0.4-0.6 dB değerlerinde iken yüksek frekanslar da geçme katsayı değerleri 0.5-0.6 değerlerine çok az bir farkla artış göstermiştir. Kaplanmamış malzemeler için durum biraz daha farklı olup, S11 yansıma ölçüm parametrelerinden kompozitlerin bileşimine bağlı olarak yansıma ve geçme parametre değerlerinde de bir değişim olduğu açıkça görülmektedir. Bu değişim miktarı S21 parametresi ölçüm sonuçlarında kendini daha net bir şekilde gösterip, fark S11 değerlerine oranla daha fazla açılmıştır. Bu üç kaplanmamış numuneyi kendi aralarında değerlendirecek olursak, A12 en düşük yansıma değerlerine sahipken, en yüksek geçirme parametresi değerlerini vermektedir. Bu durum tüm altı numuneye ait 2.5mm kalınlıktaki ölçüm sonuçları için değerlendirildiğinde yine aynı olup, en az yansıtıcı katsayısı değerinin frekansa bağlı olarak 0.6-0.5 aralığında değerler izlerken, en yüksek geçirme katsayısı değerleri 0.7 ila 0.9 dB aralığında değerler vermektedir. Buradan PPy kaplanmamış numunelerin yansıma parametresi değerlerinin daha düşük değerlerde seyretmesine karşın, geçirme parametresi değerlerinin daha yüksek bir gidişat sergilediği

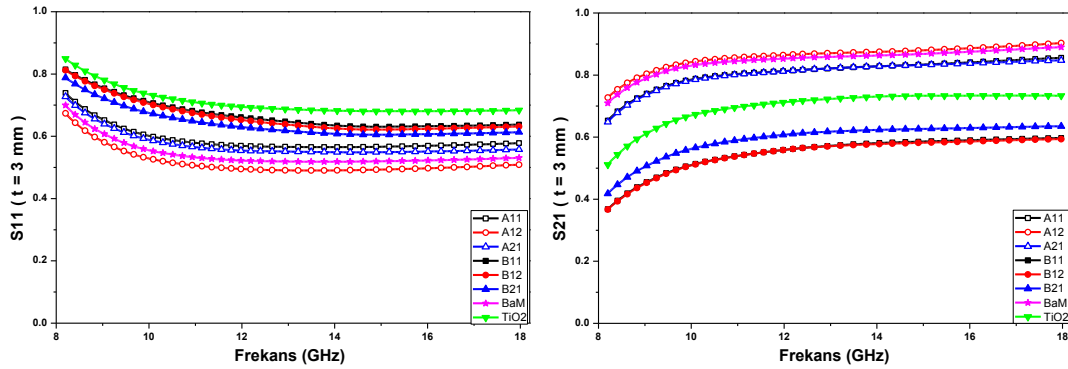
söylenbilir.  $\text{TiO}_2$  miktarına bağlı olarak ise bu değerlerin S11 yansımaya parametresi değerlerini arttırdığını, geçme parametresi değerlerinin değişiminde ise çok az miktarda bir azalmaya neden olup, asıl baskın olan özelliğin PPy kaplı olup, olamama özelliği ile ilişkili olduğu görülmüştür.



Şekil 4.22. 2.5 mm kalınlıkta BaM,  $\text{TiO}_2$ , BaM- $\text{TiO}_2$  ve PPy-BaM- $\text{TiO}_2$  kompozit numunelerine ait frekansa bağlı hesaplanmış yansımaya ve geçmeye katsayı değerleri.

X ve P band dalga kılavuzlarıyla alınan BaM- $\text{TiO}_2$  nanotoz kompozitlerine ait MW ölçümlerinden elde edilen yansımaya ve geçmeye parametrelerinden hesaplatılan yansımaya ve geçmeye katsayı oranları Şekil 4.22 de gösterilmiştir. Bu grafiklerden, PPy kaplanmış nanotoz kompozitlerine ait B11, B12, B21 numunelerinin düşük frekanslarda 1.5 mm kalınlığa göre daha iyi yansımaya katsayı değerlerine sahip oluğu, frekansa bağlı olarak özellikle 10 GHz e kadar hızlı bir azalış gösterip, sonraki frekans değerlerinde yavaşça azalmaya devam ederek 18 GHz de %30 değerine ulaşmıştır. Bu değerler polimersiz nanotoz kompozitlerde benzer davranış gösterip, polimer kaplanmış numunelere kıyasla %50 ile % 20 arasında değişen düşük değerlerde seyretmiştir. Buna karşın PPy kaplanmış nanoparçacık kompozitlere ait geçirme katsayı değerleri, yansımaya değerlerinin tersine düşük frekanslarda hızla bir artış gösterip, 10 GHz değerlerinden sonra daha da yavaş artarak %15 ile % 40 değerlerine ulaşan bir değişim eğrisi sergilemiştir. Kaplanmamış numunelerde ise durum benzer hareket sergileyerek geçirme katsayı değerleri %45 değerlerinden % 80 değerlerine kadar ulaşmıştır. Ayrıca, kaplanmamış nanotoz numunelerden A12 numunesi bir önceki 1.5mm kalınlıktaki ölçüme uygun olarak % 20 ile en düşük yansımaya katsayı değerini verirken, diğer taraftan % 80 geçirme değeriyle en yüksek yansımaya katsayı değerine sahip olduğu görülmüştür. Bu değerler birbirlerini

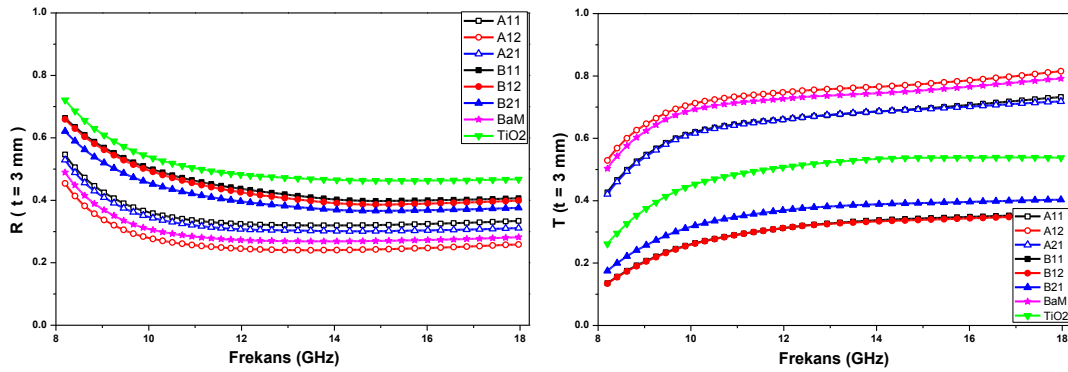
tamamlayan değerler olup, A12 numunesinin soğurma hesaplamalarının sonucunda en etkisiz soğurmayı veren numene olduğuna dair öncesinden bize ipucu vermektedir. Gerçektende bu değerler 5. Bölümde hesaplama sonuçları verilen soğurma grafiklerindeki değerlerle uyum içindedir.



Şekil 4.23. 3 mm kalınlıkta BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya ve geçme parametreleri değerleri.

3 mm kalınlık için alınan deneysel ölçüm sonuçlarına ait S11 ve S21 parametrelerine ait grafikler Şekil 4.23 de olduğu gibidir. Farklı oranlarda dolgu malzemesi kullanılarak hazırlanmış olan nanoparçacık kompozitlere ait eğrilerin, kalınlığın etkisiyle yani, nano-manyetik parçacık oranının artmasına bağlı olarak karakteristik dağılımında bir değişim olmayıp, yansımaya ve geçme parametrelerinin aldığı değerler de frekansa bağlı olarak 1.5 mm kalınlığa göre daha net bir artış ve azalmalar gözlemlenirken, 0.5 mm kalınlık farkının çok ta etkin olmadığı 2.5 mm için yapılan çalışmalarla kıyaslandığında anlaşılmıştır. Alınan ölçümlerden PPy kaplanmış B11, B12 ve B21 kompozit malzemelerinin yansımaya katsayı değerlerinin, diğer 1.5 mm kalınlıktaki yansımaya parametreleri diğerlerine nazaran artış gösterirken, 2,5 mm de alınan yansımaya ölçüm sonuçlarından pek farklı bir davranış göstermediği görülmüştür. Benzer şekilde hesaplanan geçme parametresi değeri ise 2.5 mm deki ölçüm sonuçlarıyla yaklaşık aynı değerler aldığı grafiklerin analizinden belirlenmiştir. Diğer taraftan polimer kaplanmamış A11, A12 ve A21 kompozitlerinde durum biraz daha farklı olup 2.5 mm ye kıyasla yansımaya parametreleri değerinde %10 civarında bir artışa ve yine yaklaşık aynı oranla geçme parametresi değerlerinde azalışa sebep olmuştur. Bu davranış, PPy kaplanmamış

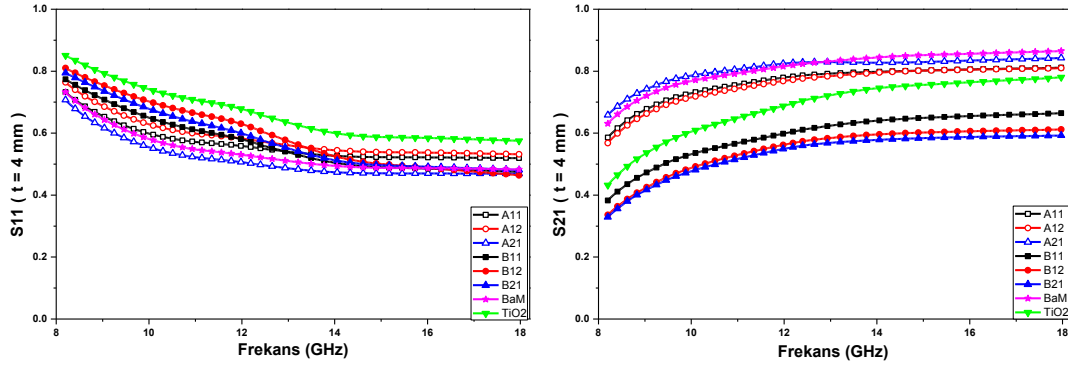
kompozitler için elde edilen eğriye yaklaşan bir davranış olup, polimer kaplı ve kapsız durum arasındaki farkı daraltmıştır. PPy kaplanmamış A serisinde  $\text{TiO}_2$  nanoparçacık miktarının fazla olduğu A12 numunesine ait S11 parametresi değerleri serideki en düşük yansımaya veren değerlere sahip olup, bu değerler düşük frekanslarda 0.7 değerlerinden başlayıp, yüksek frekanslarda azalarak 0.5 değerlerini ulaşmıştır. Buradan bu seriye ait numunelerin yüksek frekanslardan çok fazla değişmediği görülmüştür.  $\text{TiO}_2$  oranının fazla olduğu serinin diğer elemanlarını S11 değerleri ise yüksek frekanslarda yaklaşık olarak polimer kaplı numunelerin yansımaya parametresi değerlerine ulaşmaktadır.



Şekil 4.24. 3 mm kalınlıkta BaM,  $\text{TiO}_2$ , BaM- $\text{TiO}_2$  ve PPy-BaM- $\text{TiO}_2$  kompozit numunelerine ait frekansa bağlı hesaplanmış yansımaya ve geçme katsayı değerleri.

Şekil 4.24 de ise AB serisine ait yansımaya ve geçme katsayılarına ait grafiklere yer verilmiştir. Yapılan hesaplamalardan PPy kaplanmış B grubuna ait verilerden elde edilen R ve T katsayı verileri, diğer 1.5mm ve 2.5mm kalınlıkta ki yansımaya katsayı değerleri için benzer eğriler vermekte olup, kalınlığa bağlı olarak, geçme katsayı değerlerinde fark edilebilir bir düşme görülmüştür. Şekilden de açıkça görüleceği üzere en yüksek geçirgenlik değerine sahip olan numune, yansımaya katsayısı en düşük olan A12 numunesidir. Buradan şunu da söyleyebiliriz ki yansımaya ve geçme katsayı verileri de kendi içerisinde tutarlı değerler vermektedir. Bu numuneye ait geçme katsayı değerleri düşük frekanslarda 0.5 değerlerinden başlayıp, yüksek frekanslarda 0.8'e varan bir artış sergilemiştir. Yine bu polimersiz numuneler için  $\text{TiO}_2$  oranının geçirme katsayı değerlerinin yüksek olmasında etkin rol oynadığını söyleyebiliriz. Diğer polimer kaplı B serisine ait sonuçlar ise kendi içerisinde benzer bir eğri sergileyip, geçme katsayı değerleri 1.5 ve 2.5mm kalınlık değerleri de göz önünde

bulundurulduğunda daha düşük değerler vermiştir. Bu B serisine ait numuneler düşük frekanslarda 0.1 değerlerinden başlayarak yüksek frekanslarda 0.3 civarında değerler almaktadır. Bu değerlerin frekansa bağlı olarak %20 oranında bir artış sergilediği şekilden de açıkça görülmektedir.

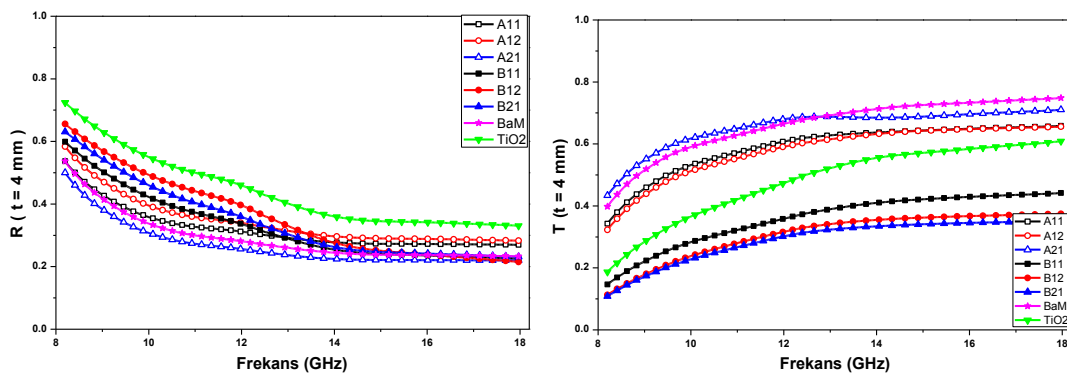


Şekil 4.25. 4 mm kalınlıkta BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı yansımaya ve geçme parametreleri değerleri.

Şekil 4.25 de 4 mm kalınlığında BaM-TiO<sub>2</sub> nanotozlarından elde edilen farklı karışım oranlarına ve PPy kaplı olup olmaması durumuna sahip 6 kompozit numuneye ait yansımaya ve geçirime parametrelerine ait değerler gösterilmiştir. Şekil 4.25 de görülen yansımaya parametresi eğrileri analiz edildiğinde ise, daha önce kalınlığa bağlı olarak alınan (1.5,2.5 ve 3mm) ölçümler de göz önünde bulundurulduğunda, yansımaya parametresi değerleri, kalınlığın artmasıyla frekansa bağlı olarak ciddi bir değişim göstermiştir. Düşük frekans değerlerinde yansımaya katsayı değerleri polimer kaplı B11, B12 ve B21 kompozitleri için 0.8 dB değerlerinden başlayarak azalmakta, 13 GHz değerlerinde 0.5 değerlerine ulaşarak sonraki frekanslarda diğer polimer kaplı olmayan A11, A12 ve A21 kompozit numuneleriyle birleşerek ortak hareket etmiştir. Bu değişim polimer kaplı numunelerde yansımaya parametresi değerlerinde 13 GHz frekansına kadar ciddi bir azalma şeklinde iken, polimer kaplı olmayan numunelerde (A serisinde), diğer kalınlık çalışmalarına oranla yansımaya katsayı değerlerinde çok az da olsa artma şeklinde etkisini göstermektedir. A serisindeki bu artış frekansa bağlı olarak ele alındığında frekansın artmasıyla 0.7 değerlerinden 0.5 değerlerine düşerek bir eğri çizmektedir. Buna karşın kalınlığın artması çok ince kalınlık (1.5mm) hariç polimer kaplı kompozitler için Şekil 4.25 de görülen B serisine ait geçme parametresi

değerlerinde ciddi bir değişim oluşturmamaktadır. B serisi için bu eğri S21 değerleri 0.3 ila 0.6 arasında exponansiyel olarak artmıştır. A serisi için ise kalınlığa bağlı olarak geçme parametre değerleri biraz daha azalarak, frekansa bağlı kararlı bir exponansiyel artış ile 0.6-0.9 arasında bir eğri çizmiştir.

Genel olarak yansıma parametre değerleri yorumlandığında kalınlığa bağlı olarak polimer kaplı B serisine ait nanotoz kompozit numunelerde bir azalma gözlemlenirken, polimersiz A serisinde bu değerler artma yaparak, iki seri birbirlerine yaklaşmakta ve en kalın numune için 13 GHz değerlerinde çakışmaktadır. Ayrıca, S11 yansıma parametresi değerlerine ait eğrilerinden, PPy kaplanmış olan kompozit malzemelerin Ba-TiO<sub>2</sub> karışım oranından bağımsız olduğu gözlemlenmektedir. Buna karşın, PPy polimeri kaplanmamış kompozitlerde TiO<sub>2</sub> oranı arttıkça S11 in arttığı tespit edilmiştir. Buna mukabil geçme parametresi değerleri polimer kaplı numuneler için tüm kalınlık değerleri dahil 0.3 ila 0.6 arasında exponansiyel olarak değişen bir artış sergilemektedir. Polimer kaplanmamış A serisi için bu durum, kalınlığa bağlı olarak % 10 oranında geçme parametre değerlerinde düşüş şeklinde olup, frekansa bağlı olarak kararlı bir exponansiyel artış veren bir eğri görünümündedir. Bu eğrinin S21 değerleri 1.5 mm için 0.9, 2,5 mm ve 3 mm için 0.7-0.9 ve 4 mm için 0.6-0.9 değerlerini almaktadır. B serisi için S21 değerleri ise; tüm kalınlıklar için benzer davranış göstererek yaklaşık 0.4-0.6 dB arasında değişmektedir.



Şekil 4.26. 4 mm kalınlıkta BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit numunelerine ait frekansa bağlı hesaplanmış yansıma ve geçme katsayı değerleri.



Yukarıdaki grafiklerde son olarak çalışılan 4 mm kalınlıkta hazırlanmış olan nanoparçacık kompozit tozlara ait yansıma ve geçme katsayı değerleri için çizilmiş eğriler gösterilmiştir. Bu grafikler kalınlığın etkisi de göz önünde bulundurularak analiz edilmeye çalışılmıştır. İlk olarak Şekil 4.26 da yansıma grafiği incelendiğinde kalınlık artışına bağlı olarak diğer kalınlık çalışmalarına nazaran daha farklı bir grafik elde edilmiştir. Gerçi bu grafiğin davranışı diğer kalınlıktaki alınan ölçüm sonuçlarıyla uyum içerisindedir. Diğer kalınlıklardaki sergilenen davranışa da uygun olarak bu grafikteki eğriler, PPy kaplı numunelerde gözlemlenen frekansa bağlı azalmaya karşın, polimersiz kompozit değerlerindeki artışın etkisiyle yansıma eğrileri 13 GHz civarında kesişmişlerdir. Düşük frekanslardaki bu davranış, yüksek frekanslara gidildikçe artık neredeyse tek bir değer civarında hareket etmiştir. Grafikteki yer alan 6 numuneye ait yansıma ve geçme katsayı değerleri analiz edildiğinde en soğurucu numuneye işaret eden polimer kaplanmış B12 numunesi için yansıma katsayısı düşük frekanslarda % 65 değerlerinden başlayarak bir azalma gösterip, eğrilerin kesişim noktası olan 13 GHz civarında %30 değerlerine düşmüştür. Yüksek frekanslarda ise bu değer % 30 civarında çok küçük azalışlarla seyretmiştir. Yansıma katsayı değerlerine karşılık geçme katsayı değerleri incelendiğinde ise bu kalınlıkta alınan ölçüm sonuçlarından hesaplatılan geçme katsayı değerlerinin, diğer kalınlıklar için elde edilen geçme katsayı değerlerine benzer bir davranış gözlemlenmiştir. B12 numunesi için bu davranışa ait değerler düşük frekanslarda %25 ile % 30 arasında frekansa bağlı bir artış sunarken, yüksek frekanslarda bu değer özellikle 13 GHz den sonraki frekanslarda % 40 civarında olduğu görülmüştür. Diğer polimer kaplı B11 ve B21 numuneleri de benzer değerler almıştır. Polimer kaplanmamış A11, A12 ve A21 nanoparçacık kompozitlerine ait geçme katsayı değerlerindeki değişim ise düşük frekanslarda % 30 ile % 65 arasında frekansa bağlı olarak artan değerler alırken, yüksek frekanslarda %60 değerlerine kadar artış sergilemiştir.

Çeşitli kalınlıklara ait yansıma-R ve geçme-T katsayılarına ait grafiklerinden, hesaplanan ölçüm sonuçlarının genel olarak birbirleriyle uyum içinde bir davranış sergilediklerini söyleyebiliriz. Bunun doğruluğu ise sonuç bölümünde incelenecektir.

### 4.3. Nanometal Kaplı PAN Bezler (OA Serisi)

Çalışmamızın bu kısmında farklı sürelerde Ni, Co ve Ni<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub> metalleri ile ‘Akımsız metal kaplama metodu’ kullanılarak kaplanmış olan 20 µm lik fiberlerden oluşan PAN kompozit bezlerin, kristal, yüzey ve manyetik özelliklerin yanı sıra 8.2-18 GHz Band aralığındaki mikrodalga soğuruculuğu incelenmiştir. Kaplamaların zamana bağımlılığı ve sürenin malzemenin soğuruculuğuna olan etkisi, Ni, Co ve bunların karışımıyla elde edilen metal kompozitlerin etkin maksimum soğuruculuğunu veren en uygun kaplama koşulları belirlenmiştir.

PAN kompozitlerin kristal yapıları X-Işınları kırınım metodu ile Rigaku D/Max-III C XRD Diffractometer marka cihazı kullanılarak Cu-K<sub>α</sub> radyo-ışınıyla 20°-80° aralığında taranarak elde edilen XRD verilerinden belirlenmiştir.

Malzemelerin yüzey yapısı ve morfolojisi Philips XL30 SPEG model Taramalı Elektron Mikroskobu ile incelenmiştir.

Manyetik özellikleri ise VSM-numune titreşim manyetometresiyle (Quantum Design PPMS 9 T) oda sıcaklığında -2 T ile 2 T alan altında incelenmiştir.

Elde edilen histeresizlerden Doyum mıknatıslanması, Koersif alan ve Kalıcı mıknatıslanma değerleri tespit edilmiştir.

Nanometal kompozitlerin mikrodalga soğurma özellikleri ise HP PNA E8364B marka vektörel network analizör cihazıyla ATM teknolojisi dalga kılavuzları kullanılarak, uygun TRL kalibrasyonu uygulanarak İletim hattı tekniği ile incelenmiştir. Böylece malzemelerin saçılma parametreleri (S11, S22, S21, S12) VNA cihazından kaydedilerek, bu parametrelerden gerekli yansıma, geçme, soğurma, parazit kalkan verimliliği hesaplamaları yapılmıştır.

Ayrıca, NRW tekniği kullanılarak malzemelerin fiziksel parametreleri, dielektrik ( $\epsilon_r$ ), manyetik ( $\mu_r$ ) geçirgenlik değerleri ve yansıma kaybı geliştirdiğimiz programla hesaplatılmıştır.

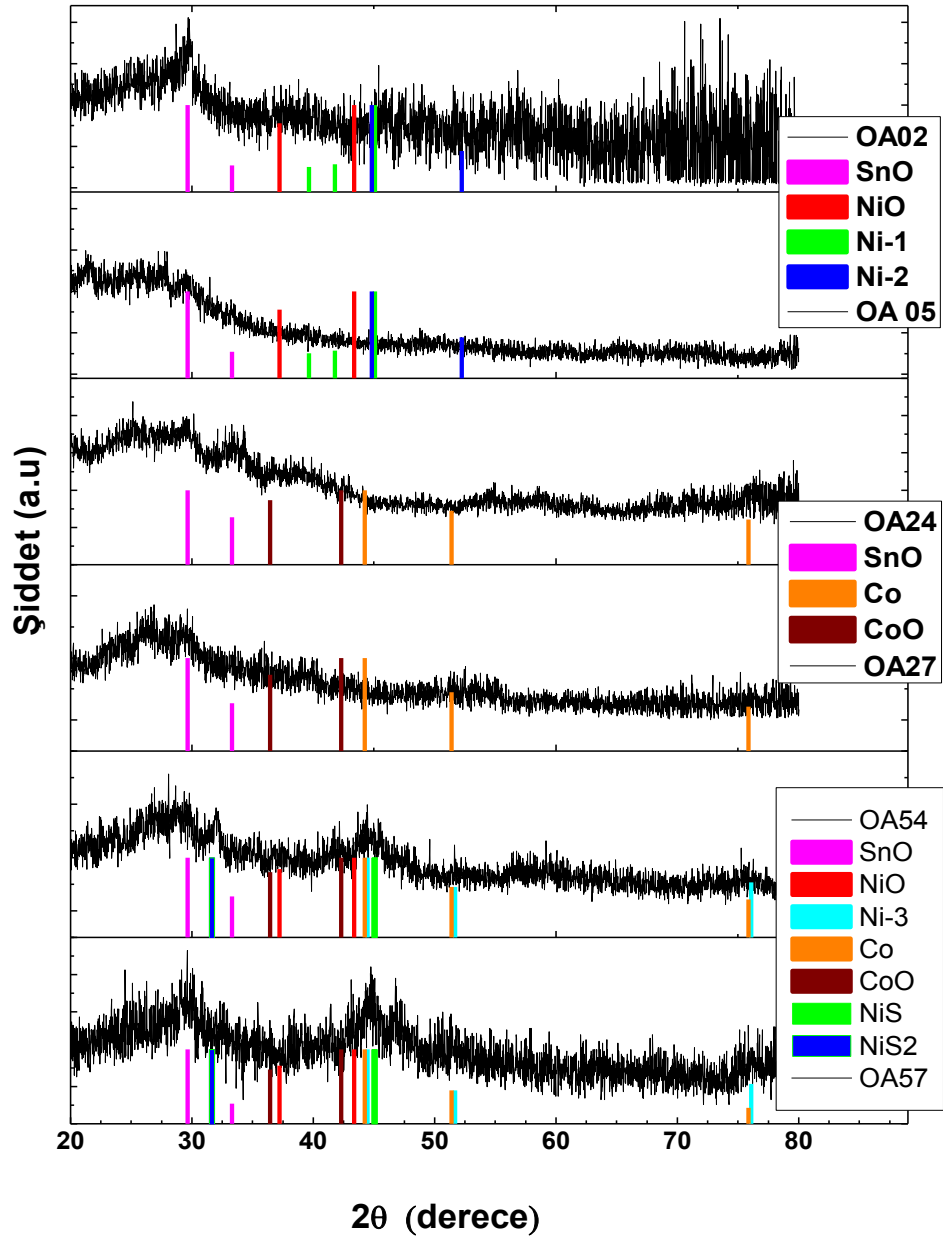
### 4.3.1. XRD Analizi

Minimum ve maksimum sürelerde Ni, Co ve Ni-Co kaplanmış PAN fiberlerin X-Işını kırınım ölçümleri 20 -80° arasındaki açılarda gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.27). XRD grafiklerinde gözlemlenen PAN kompozitlerinin amorf yapıda olduğu küçük açılarda geniş bir pike sahip olup, büyük açılarda herhangi bir pik gözlemlenmemesinden anlaşılmıştır. Düşük kaplama sürelerin de beklenen numunelerde (OA02, OA24, OA54 numuneleri) metal kristallenmesi çok açık olmamakla birlikte, hassaslaştırma banyosundan gelen SnO piki gözlemlenmektedir. Ni, Co ve Ni-Co banyosunda en uzun süre kaplanan kompozit numuneler de, beklenildiği gibi daha yoğun pikler gözlemlenmiştir. Böylece, bu numunelerin XRD pikleri gürültü piklerinden daha iyi ayırt edilebilmiştir.

Elde edilen piklerin literatürde yer alan XRD pikleri ile uyum içerisinde olduğu görülmüştür. Literatürle karşılaştırdığımız da elde ettiğimiz XRD desenleri SnO (JCPDS 99-100-8876), NiO (JCPDS 99-101-0286), Ni -1 (JCPDS 99-101-3040), Ni-2 (99-101-0883), Ni-3 (JCPDS 99-101-3030), Co (JCPDS 99-101-2978), CoO (JCPDS 99-101-0211), NiS (JCDPS 99-101-0932) ve NiS<sub>2</sub> (JCDPS 99-101-2464) bileşenlerini ifade eden XRD piklerini içermektedir. Oluşan kümelerin çok küçük boyutlarda oluşmasından dolayı Akımsız kaplama tekniği yoluyla daha iyi kristallenme elde etmek için numunelerin daha uzun süre kaplama banyosunda tutulması gerekliliği anlaşılmıştır. Elde edilen XRD piklerinde Ni ve Co pikleri amorf yapıda ki kaplama veya PAN polimerin baskın amorf yapısından dolayı açıkça gözlemlenememiştir [120].

Özetle, kaplama süresinin veya biriktirilmesi düşünülen metal konsantrasyonunun artmasıyla daha iyi kristal yapıda kaplamalar elde etmek mümkündür. Bunun nedeni ise kaplama süresi arttıkça daha metalik bir yapı elde edilmekte ve polimerin amorf yapısı ile kıyaslanabilir boyutlarda metal kaplama gerçekleştiğinde XRD pikleri daha belirgin hale gelmektedir. Ni-Co alaşımlı banyoda ki metal tuz konsantrasyonun diğer banyolara nazaran iki katı kadar olması nedeniyle bu banyolama da daha iyi kaplamalar elde edilebilmiştir. Tüm bunlara ek olarak, ne kadar az süre de kaplama yapılırsa o kadar indirgenmemiş metaller oluşmakta, bu ise numune kompozisyonunda metal parçacıkları ve sülfür içerikli metal bileşenlerine sebep olmaktadır [121, 122, 127]. Nitekim bizim çalışmamıza ait kısa süreli kaplamaların

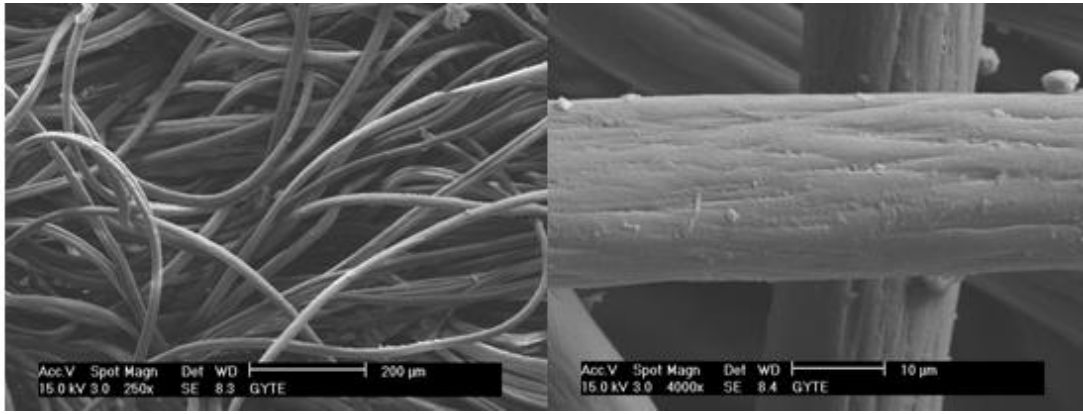
XRD piklerinde de amorf yapıda metalik oluşumların yanı sıra oldukça küçük boyutlarda sülfat ve oksitleri de gözlemlenmiştir. Diğer taraftan çok uzun süre kaplama yapıldığında ise bulk metal oluşmakta ve EM dalganın neredeyse tamamını yansıtan ve amacımıza uygun olmayan kompozitler oluşmaktadır. Bunun için optimum sürenin belirlenmesi oldukça önemlidir.



Şekil 4.27. Minimum ve maksimum sürelerde a) Ni, b) Co ve c)  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  banyosunda metal kaplanmış PAN bezlere ait XRD desenleri.

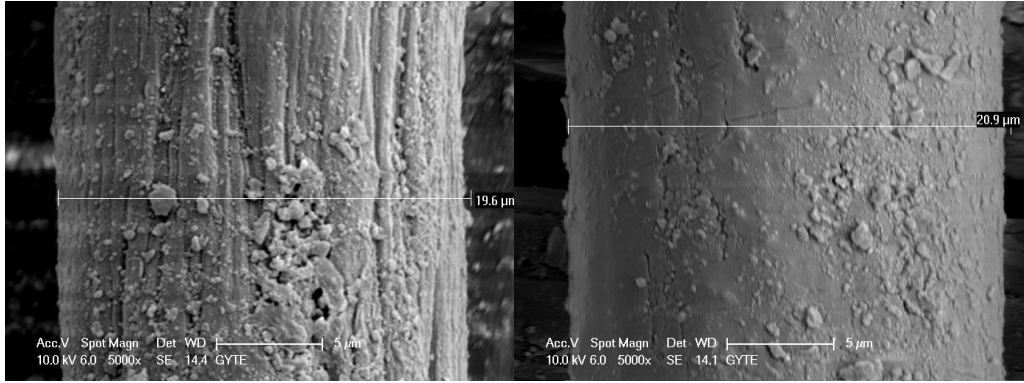
### 4.3.2. SEM Analizi

Elde edilen örneklerin morfolojik karakterizasyonu için, yüksek çözünürlükteki taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile alınan resimler Şekil 4.28-Şekil 4.31 de görülmektedir. Fiberlerin üzerindeki nanometal kaplamanın daha net görülebilmesi için örnek numune kesilerek hazırlanmış ve sonrasında SEM resimleri alınmak üzere 2 dk kadar 10mA akım altında altınla kaplanmıştır. SEM resimleri Ni, Co ve Ni<sub>0,5</sub>Co<sub>0,5</sub> olmak üzere üç farklı kombinasyonda metal nanotozlarıyla kaplanmış poliakrilinitril bez kompozitlere ait olup, her bir numune en az ve en uzun süre kaplama banyosunda bekletilen bezler seçilmiştir.



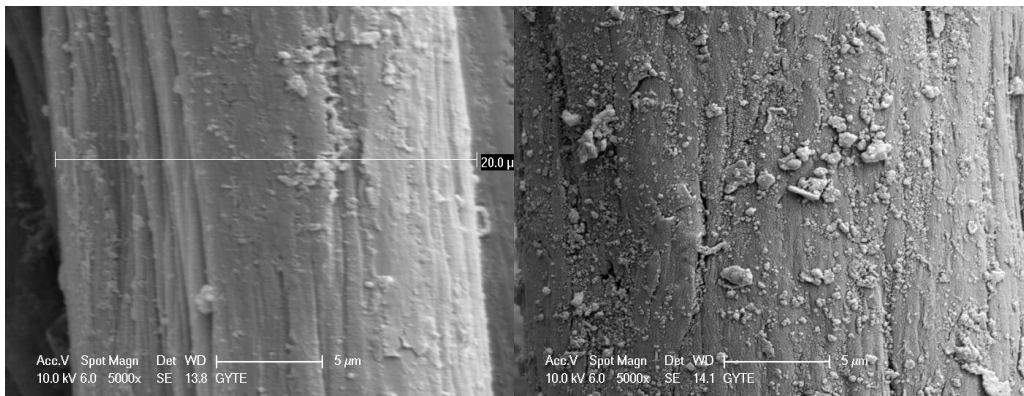
Şekil 4.28. OA01 kodlu ham beze ait 200µm ve 10 µm ölçekli SEM resimleri.

Bu numunelerden OA01 kodlu %100 poliakrilik içeren iplikten örülmüş ham bezin SEM resimleri Şekil 4.28 de gösterildiği gibi olup, kaplanan numunelerinin analizinde referans olarak kullanılmıştır. Ham PAN bezin SEM resimlerinde gözlemlenen mikro boyutlardaki pürüzlülüğün, kaplama öncesi PAN fiberlerin örülmesi aşamasında maruz kaldığı mekaniksel fiziksel etkinin yanı sıra banyolama süreçleri sırasındaki kimyasal etki dolayısıyla oluştuğu düşünülmektedir. Ayrıca PAN bez numunelerinin yapısını oluşturan fiberlerin ham maddesi olan polimerin yapısından da kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.



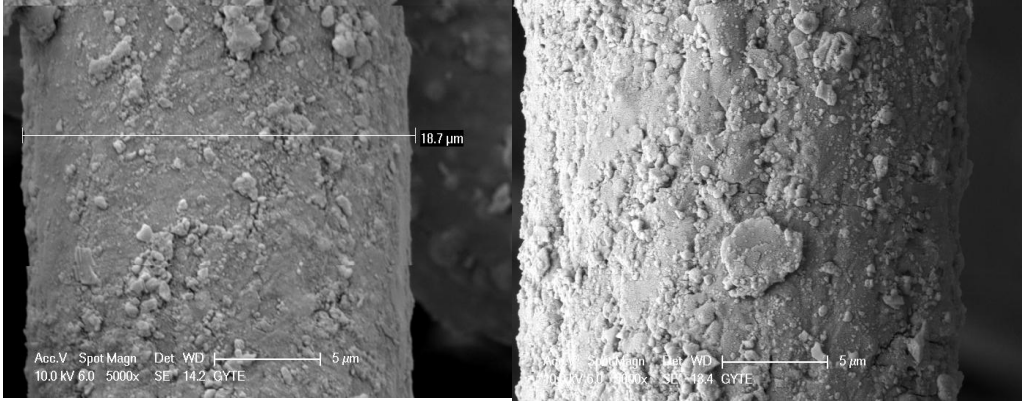
Şekil 4.29.a) OA02, b) OA05 kodlu Ni kaplı PAN bez kompozitlere ait SEM resimleri.

Şekil 4.29 da OA02 ve OA05 kodlu numuneler akımsız metal kaplama tekniğine uygun olarak sırasıyla 0,5 dk ve 2 dk süre ile Ni tozları ile hazırlanmış kaplama banyosunda tutularak kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Ni kaplanmış bezlerin SEM resimleri incelendiğinde en az süre banyoda tutulan OA02 numunesine ait resimde oluşan kaplamanın fiberin üzerinde çok küçük nano ve mikro boyutlarda tanecik yapıda olduğu anlaşılmıştır. Oluşan tanecikli yapı bekleme süresinin de etkisiyle fiberin yüzeyin de aktivasyon verimliliği yüksek olan bölgelerde topaklanma şeklinde olduğu görülmüştür (Şekil 4.29.a). Şekil 4.29.b deki SEM resminde yer alan fiber üzerinde oluşan yapıda ise, banyoda kalma süresinin artmasıyla birlikte tanecikler arası boşluklar zamanla dolarak çekirdeklenme sonrasında yüzeyi tamamen kaplayan ince bir kabuk tabakası halinde kaplama olduğu görülmektedir.



Şekil 4.30.a) OA24, b) OA27 kodlu Co kaplı PAN bez kompozitlere ait SEM resimleri.

Co banyosunda bekletilen kompozit bezlerde ise kaplamanın Ni kompozisyonlu banyolama ya nazaran biraz daha uzun sürede gerçekleştiği sonucu çıkmıştır. Bunun sonucu olarak 2 dk gibi az süre de Co banyosunda tutulan kompozit nanometal kaplı bezin SEM resimlerinden kaplamanın daha az oluştuğu yine küçük tanecikli yapıda fakat Ni kaplamaya nazaran daha belirsiz bir şekilde oluştuğu görülmektedir (Şekil 4.30.a). Uzun süre (3.5 dk) Co banyosunda bekletilen kompozit numune de ise kaplamanın fiberin yüzeyindeki boşluklarının dolmasıyla birlikte yüzeyde tabaka halinde ve tanecik boyutları daha büyük olan daha tanecikli kümelenmeler şeklinde oluştuğu görülmüştür (Şekil.4.30.b).



Şekil 4.31.a) OA54, b) OA57 kodlu  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  metali kaplanmış PAN bez kompozitlere ait SEM resimleri.

%50 Ni ve %50 Co alaşım banyosunda kaplanmış olan fiberlere ait Şekil 4.31 deki SEM görüntülerinden, bu banyoda kaplanmış metal-PAN kompozit bezler de ki oluşum da kaplamanın daha yoğun olduğu gözlemlenmiştir. Kısa süreli (1,5 dk) kaplama banyosunda kalan bezlerde oluşan metal kaplama tabakası daha tanecikli ve farklı boyutlarda küçük kümecikler şeklinde iken (Şekil 4.31.a), daha uzun süre (4,5 dk) bu banyoda kalan nanokompozit bezi OA57 numunesine ait SEM resmin de ise fiberin üzerinde oluşan nanoparçacık yapısındaki kaplamanın, yüzeyde kalın bir kaplama tabakasının yanı sıra tanecikli, çok daha farklı boyutlarda topaklanmalar şeklinde olduğu ve referans skala baz alındığında oluşan topakların boyutlarının nano-boyutlarla mikro boyutlar arasında değişen daha yoğun kaplama şeklin de oluştuğu anlaşılmaktadır.

Özetle fiberlerin yüzeyinde oluşan metal kaplamanın yüzeyde tabaka şeklinde olmaktan ziyade küçük tanecikli topaklanma şeklinde başladığı sürenin artmasıyla birlikte tanecikler arası kaplanma devam ederek tabaka haline geldiği gözlemlenmiştir. Bunun nedeni olarak, akımsız metal kaplama sürecinde nanometal kaplamanın oksitlenme-indirgenme reaksiyonu sonucunda oluştuğu [120] ve bu süreçte Pd metali ile aktifleştirilmiş yüzeye, kaplanması düşünülen metalin ulaşmasıyla birlikte oksitlenme-indirgenme reaksiyonunun başlayarak çok kısa bir sürede ve çok çabuk bir şekilde kaplamanın gerçekleşmiş olması düşünülmektedir.

Homojen ve kabuksu bir kaplama için, Pd metaliyle aktifleştirilmiş yüzeyin, fiberin her yerinde aynı şartlarda oluşmuş olmasını gerektirmektedir. Her ne kadar homojen Poliakrilinitril bez kullanılmış olsa da bu bezlerin örülmesi aşamasında fiberlerin yüzeyinde istenmeyen aşınmalar oluşmaktadır. Bu aşınma ve zedelenmeler hassalaştırma ve aktifleştirme banyolarında fiberin her bölgesin de aynı özellikte kaplamanın oluşmasını zorlaştırmaktadır.

Bir diğer önemli saptama ise banyolama süresi ile ilgili olup, sürenin artmasına bağlı olarak kaplanan yüzeyin daha yoğun kaplandığı ve oluşan tanecikli yapının birleşerek daha düzgün homojen bir tabaka halinde metalik bir yapıya sahip olduğu yapılan inceleme ve analizlerle tespit edilmiştir.

Kaplanan metal etkisi açısından değerlendirecek olursak; Ni kaplamalarda daha yoğun, küçük nano ve mikro tanecikli topaklanma şeklinde kaplama gözlemlenirken, Co kaplanmış bezlerde kaplamanın tabaka halinde oluştuğu gözlemlenmiştir. Bu belirlemelere uygun olarak da aynı oranlar da Ni-Co kaplanmış metal PAN kompozit bezler de beklenildiği üzere her iki durumun gerektirdiği özellikler sergilenmekte olup, süre göz önünde bulundurulduğunda tekli metal kaplamalardan ziya de karışık metal etkisiyle kaplamanın daha yoğun oluştuğu SEM resimlerinden görülmüştür.

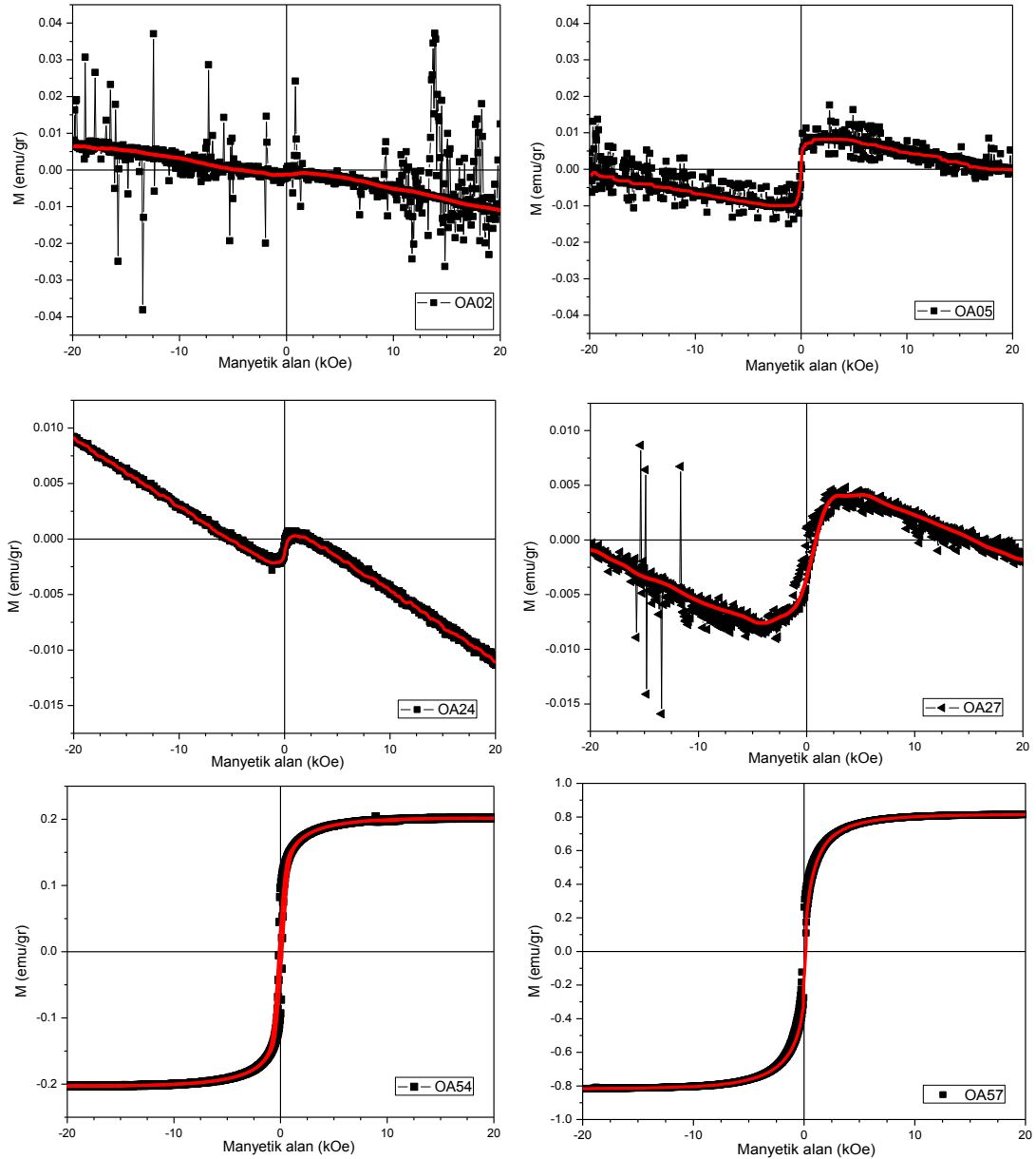


### 4.3.3. VSM Analizi

Belirli sürelerde Ni, Co ve Ni-Co kaplanmış PAN tekstillerin oda sıcaklığında VSM ölçümleri ile manyetik özellikleri incelenmiştir (Şekil 4.32). Kompozit malzemeler çoğunlukla manyetik katkı içermeyen PAN fiberlerden oluşmuştur ve bu yüzden mıknatıslanma değerleri, kütlece kompozitlerin tüm ağırlığıyla normalize edilmiştir. Bu nedenle, tüm mıknatıslanma değerlerinde kompozisyondaki manyetik katkının ağırlıkça oranı göz önünde bulundurulmalıdır. Şekil 4.32 belirtilen malzemelerin manyetik histerezis eğrilerinden, Ni kaplanmış PAN bezlerde en az süreli kaplamalarda diyamanyetik katkının ferromanyetik etki den daha baskın olduğu görülmektedir. Bu numunelerde kaplama süresinin artmasına bağlı olarak daha fazla ferromanyetik davranış gözlemlenmeye başlamıştır (OA05). Banyolama süresinin artmasına bağlı olarak kaplama da oluşan Ni kümeciklerinin daha düzenli bir kristal ve manyetik yapı sergilediği, Co kaplanmış kompozitlerin ise daha fazla ferromanyetik yapıda olup (OA24), kaplamanın süresine bağlı olarak daha güçlü ferromanyetik davranış sergilediği gözlemlenmiştir (OA27). Bogush ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, Ni adacıklarının diyamanyetik yapı ve Co adacıklarının ise ferromanyetik bir yapı sergilediğine dair benzer sonuçlar bildirilmiştir [120]. Ayrıca yine yapılan başka bir çalışmada Ni katkılandırılmış ZnO mikro-çubukların diyamanyetik histeresize sahip olduğu ancak, %1.2 oranında Ni katkılandırıldığında kompozit malzemenin ferromanyetik davranış sergilediği görülmüştür [160]. Tüm bunlara ek olarak hem Jianfeng [161] hem de Donglu ve arkadaşlarının [162] yaptıkları çalışmalarda polistiren kaplı karbonnanotüpler de yanmış kül üzerine Ni-Co-P ve Ni-Co kaplanmış kompozitler de düşük manyetik alanlarda ferromanyetik davranış etkin iken yüksek alanlarda diyamanyetik etkinin ferromanyetik etkiye göre baskın bir davranış gösterdiği sunulmuştur.

Elde edilen manyetik sonuçların daha önce bahsedilen XRD ve SEM sonuçlarıyla uyumlu olduğu görülmüştür. XRD analizinde ve SEM yapılarında saptanan kaplama süresine ve tabakadaki kaplamanın kalınlığına bağlı olarak daha kristalimsi bir yapının oluştuğu sonucu ile manyetik histeresizlerde tespit edilen kaplama kalınlığına bağlı olarak daha ferromanyetik bir davranış sergilediği sonucu birbirleriyle uyum içerisindedir. Bunun yanı sıra  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  kompozisyonlu banyolama sonucunda elde edilen kompozitlerde ise SEM yapılarında gözlemlenen

daha yoğun ve farklı yapılarıdaki oluşumların, XRD verilerinde saptanan daha kristalimsi bir yapı sergilediği sonucu, bu kompozit malzemelerin VSM ölçümlerinin yüksek alanlar da dahi diamanyetik etkileşim olmaksızın süperparamanyetik davranış sergilediği sonucuyla örtüşmektedir.

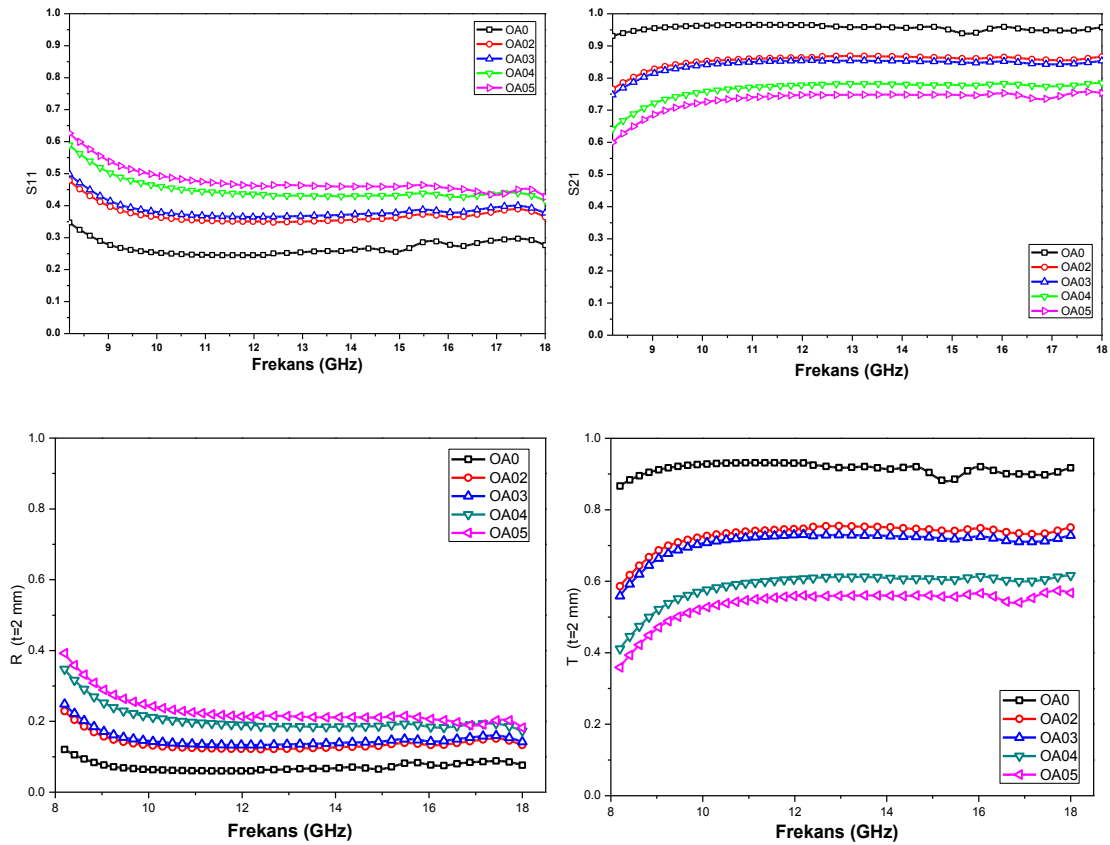


Şekil 4.32. En kısa ve en uzun süre ile Ni, Co ve  $\text{Ni}_{0.5}\text{Co}_{0.5}$  kaplanmış PAN bezlere ait oda sıcaklığında alınmış ve fitleri yapılmış M-H histeresis eğrileri.

#### 4.3.4. Mikrodalga Soğurma Ölçümleri

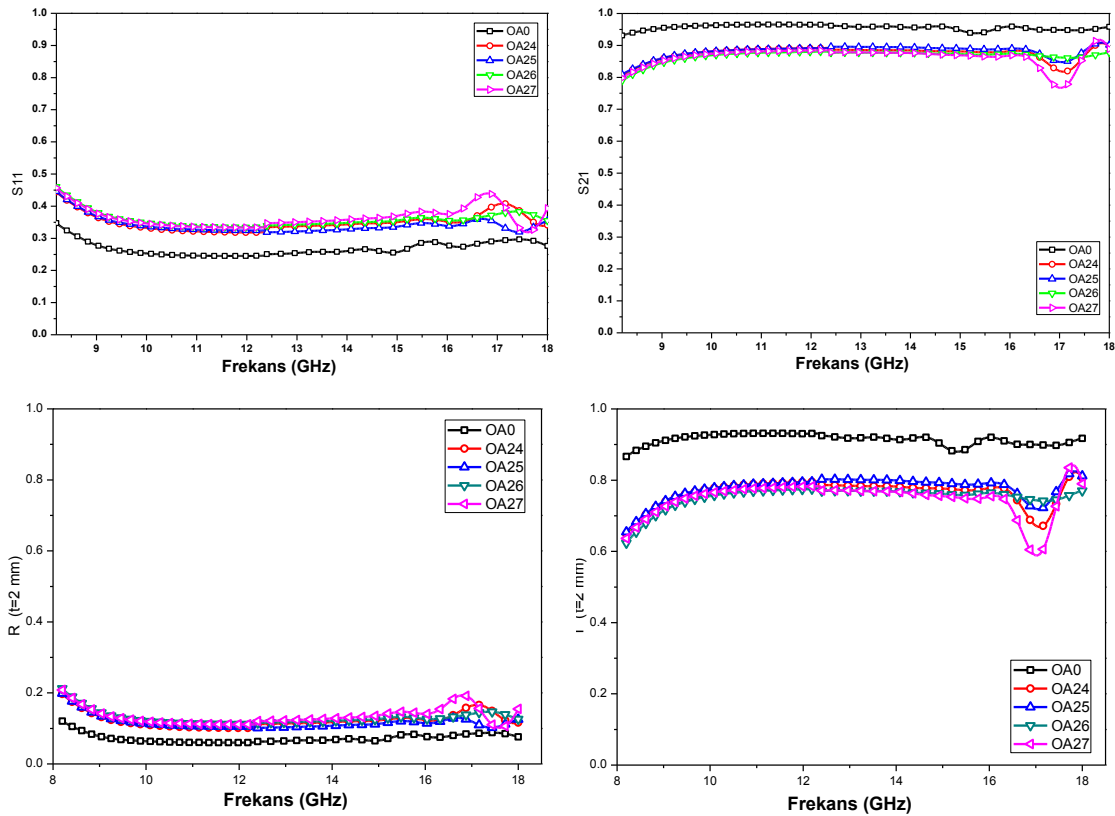
Ni, Co ve Ni-Co banyosunda çeşitli sürelerde akımsız metal kaplama yöntemi kullanılarak nanometal kaplanmış PAN bezlerin mikrodalga ölçümleri Network analizör cihazı ile alınmış, gerekli analiz ve incelemeler yapılmıştır. İletim hattı metoduna uygun olarak dalga kılavuzlarıyla alınan mikrodalga yansıma ve geçirgenlik ölçümleri sonucunda elde edilen frekansa bağlı yansıma ve geçirgenlik parametreleri ve katsayılarını gösteren eğriler Şekil 4.33-Şekil 4.35 arasında verilmiştir.

Şekil 4.33 de verilen Ni banyosunda dört farklı sürede kaplanan 2 mm kalınlıktaki bezlerin yansıma ve geçme parametrelerinden elde edilen yansıma ve geçme katsayıları incelenmiştir.



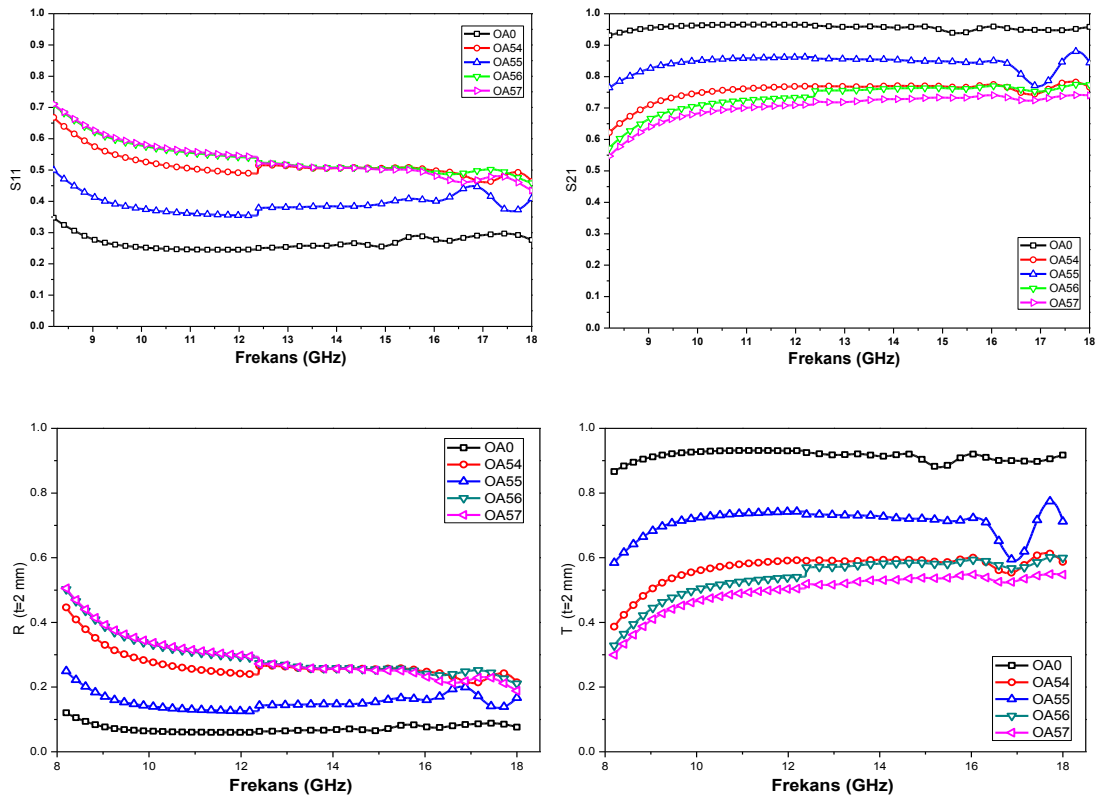
Şekil 4.33. 4 farklı sürede Ni metali kaplanmış 2 mm kalınlığa sahip PAN bezlere ait a) yansıma-S11, b) geçme-S21, c) yansıma katsayısı-R ve d) geçme katsayısı-T grafikleri.

Bu numunelerin yansıma ve geçme eğrilerinin birbirini takip eden sürede çok fazla değişmeyip, bir sonraki adımda kaplama süresinin artmasına bağlı olarak yansıma katsayısı değerlerinin arttığı ve geçme katsayı değerlerinin ise azaldığı görülmüştür. OA02 ve OA03 kodlu numunelere ait yansıma %15 civarında iken geçme değerleri %70 civarında olduğu görülmüştür. Buna karşılık Ni banyosunda daha fazla bekletilerek daha yoğun metal kaplanan bezlerde (OA04 ve OA05) ise bu değerler yansıma katsayısı olarak %25 değerlerine karşılık gelerek % 10 luk bir artış sergilerken, geçme katsayısı değeri %20 değerinde bir azalma ile % 50 değerlerinde seyretmiştir.



Şekil 4.34. 4 farklı sürede Co metali kaplanmış 2 mm kalınlığa sahip PAN bezlere ait a) yansıma-S11, b) geçme-S21, c) yansıma katsayısı-R ve d) geçme katsayısı-T grafikleri.

Co banyosunda farklı sürelerde kaplanan PAN bezlerin mikrodalga ölçümleri ise Şekil 4.34 de verildiği gibi olup, grafiklerin analizinden elde edilen eğrilerin birbirleriyle uyum içinde hareket ettiği ve benzer değerler aldığı görülmüştür. Buradan Co kaplanan PAN bezlerin kaplama süresinden bağımsız olarak eğrilerin her dört durum için birlikte hareket ettiği ve yansıma katsayı değerlerinin %15, geçme katsayı değerlerinin ise %75 olduğu belirlenmiştir.



Şekil 4.35. 4 farklı sürede Ni-Co metali kaplanmış 2 mm kalınlığa sahip PAN bezlere ait a) yansım- $S_{11}$ , b) geçme- $S_{21}$ , c) yansım katsayısı- $R$  ve d) geçme katsayısı- $T$  grafikleri.

Şekil 4.35 de  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  kompozisyonunda hazırlanan banyoda nanometal kaplanan PAN bezlere ait grafikler görülmektedir. Bu grafiklere ait eğriler incelendiğinde, bu eğrilerin yalnız Ni ya da yalnızca Co kaplanan PAN bezlere ait eğrilerden daha farklı bir yapıda hareket ettiği bu kompozisyon da kaplama süresinin oldukça etkin olduğu gözlemlenmiştir. Kaplama süresine bağlı olarak eğrilerin birbirlerinden ayrıştığı başka bir ifadeyle, kaplama süresinin artmasına bağlı olarak yansım katsayı değerlerinde belirli bir kaplama kalınlığına kadar belirgin bir artış görülmekteyken, geçme katsayı değerlerinde azalma şeklinde kendini ifade etmiştir. OA56 ve OA57 numunelerinde bekleme süresinin artmasına bağlı olarak yansım katsayı değeri belirgin bir farkla artmış ve elde edilen grafik 0.5 ile 0.3 arasında değişen bir eğri çizmiştir. Geçme katsayı değerleri ise 0.3 ile 0.5 arasında değişen değerler alıp, diğer numunelerden farklı olarak belirgin bir azalma gözlemlenmiştir. Genel olarak Ni kaplanmış PAN bezlerin yansım-geçme katsayı değerlerinin soğurma ve parazit kalkan verimliliği üzerinde daha etkin rol oynadığı ve malzemedeki Ni oranının artmasına bağlı olarak malzemenin daha etkili parazit kalkan verimliliği gösterdiği tespit edilmiştir.

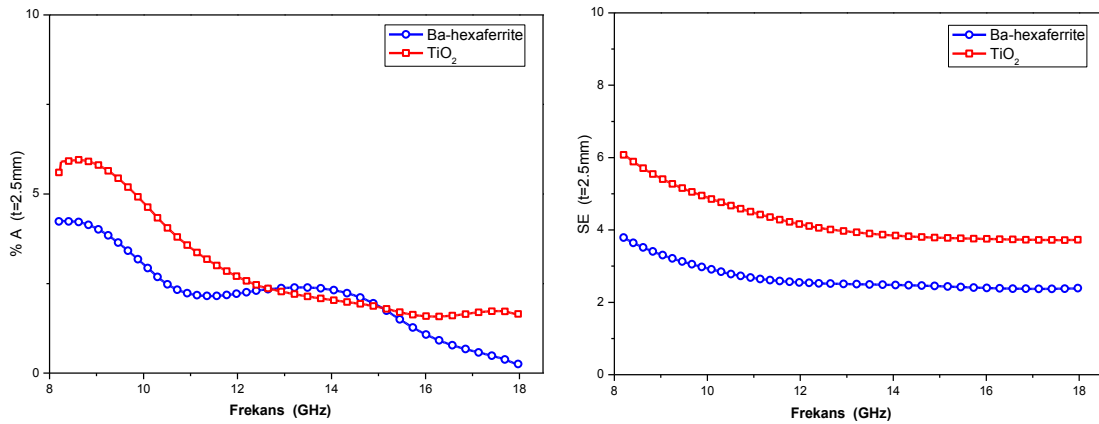
## BÖLÜM 5. SONUÇ VE YORUMLAR

### 5.1. Polianilin Kaplanmış Nanotozlar

BT serisine ait BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit nanotozlardan elde edilen dört farklı kalınlıkta hazırlanan paletler için mikrodalga analizleri yapılmıştır. Bu analizlerin sonuçları, Mikrodalga soğurma ve parazit kalkan etkisi, Mikrodalga dielektrik-manyetik özellikleri ve yansıma kaybı olmak üzere üç temel başlık altında incelenmiştir.

#### 5.1.1. PANI kaplı nanotozların mikrodalga soğurma ve parazit kalkan verimliliği

2.5 mm kalınlıkta dikdörtgen palet şeklinde hazırlanan BaM ve TiO<sub>2</sub> nanoparçacıklara ait yansıma-R ve geçme-T katsayı değerlerinden hesaplatılan soğurma-A ve parazit kalkan verimliliği-SE eğrileri Şekil 5.1 de verildiği gibidir.

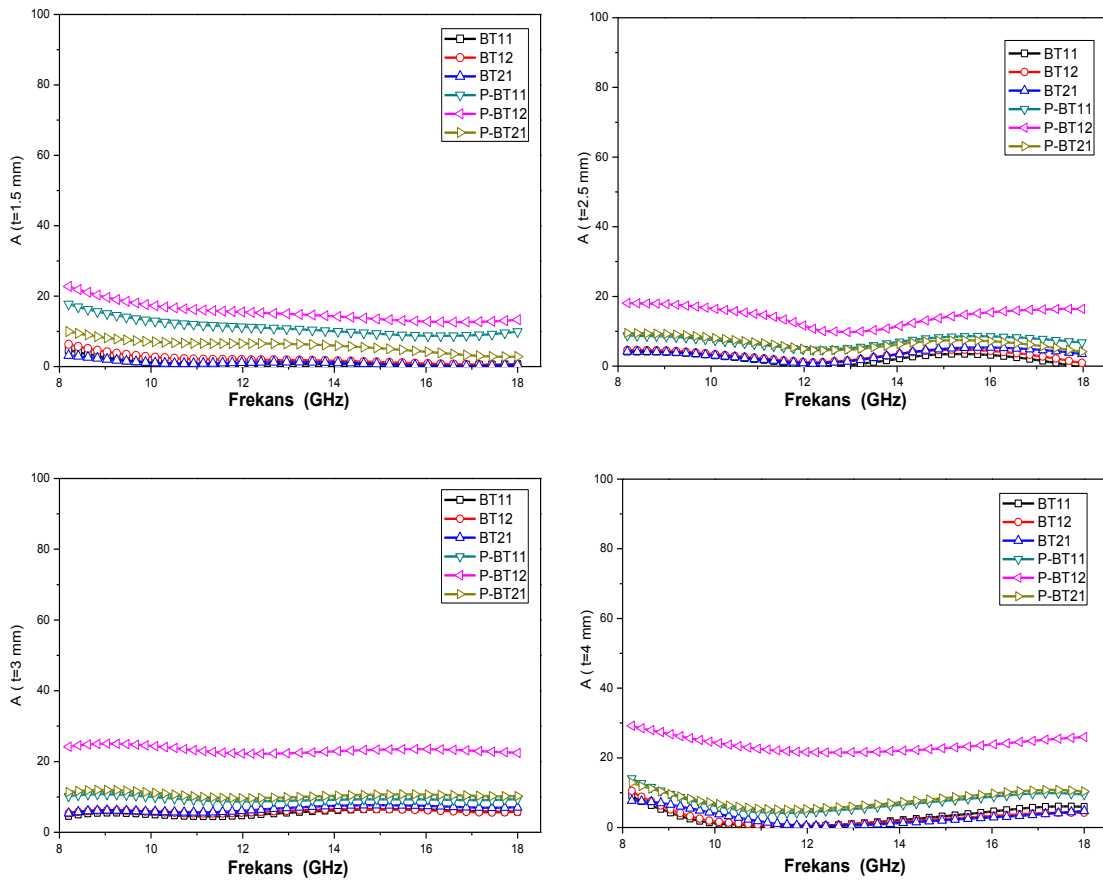


Şekil 5.1. BaM ve TiO<sub>2</sub> nanoparçacıklarına ait a) soğurma-A ve b) parazit kalkan verimliliği-SE değerlerinin frekansa bağlı davranışı.

Soğurma eğrileri incelendiğinde, BaM ve TiO<sub>2</sub> nanoparçacıklarının soğurma değerlerinin düşük frekanslarda %5 civarında olup, frekans artışına bağlı olarak

azalma sergilediği belirlenmiştir. BaM ve TiO<sub>2</sub> nanoparçacıklarına ait parazit kalkan verimliliği-SE değeri ise 4 ila 6 dB seviyelerinde olup, frekansa bağlı olarak çok az bir azalma göstermiştir.

Polimer kaplanmış veya kaplanmamış BT serisine ait dört farklı kalınlıkta hazırlanmış kompozit numunelerin soğurma özellikleri Şekil 5.2.a-d de verilmiştir. Genel olarak, polimer kaplanmamış numuneler tüm kalınlıklarda birbirlerine çok yakın soğurma değerleri verirken, PANI kaplı numuneler de 2 ila 5 kat daha fazla mikrodalga soğurma gözlemlenmiştir.

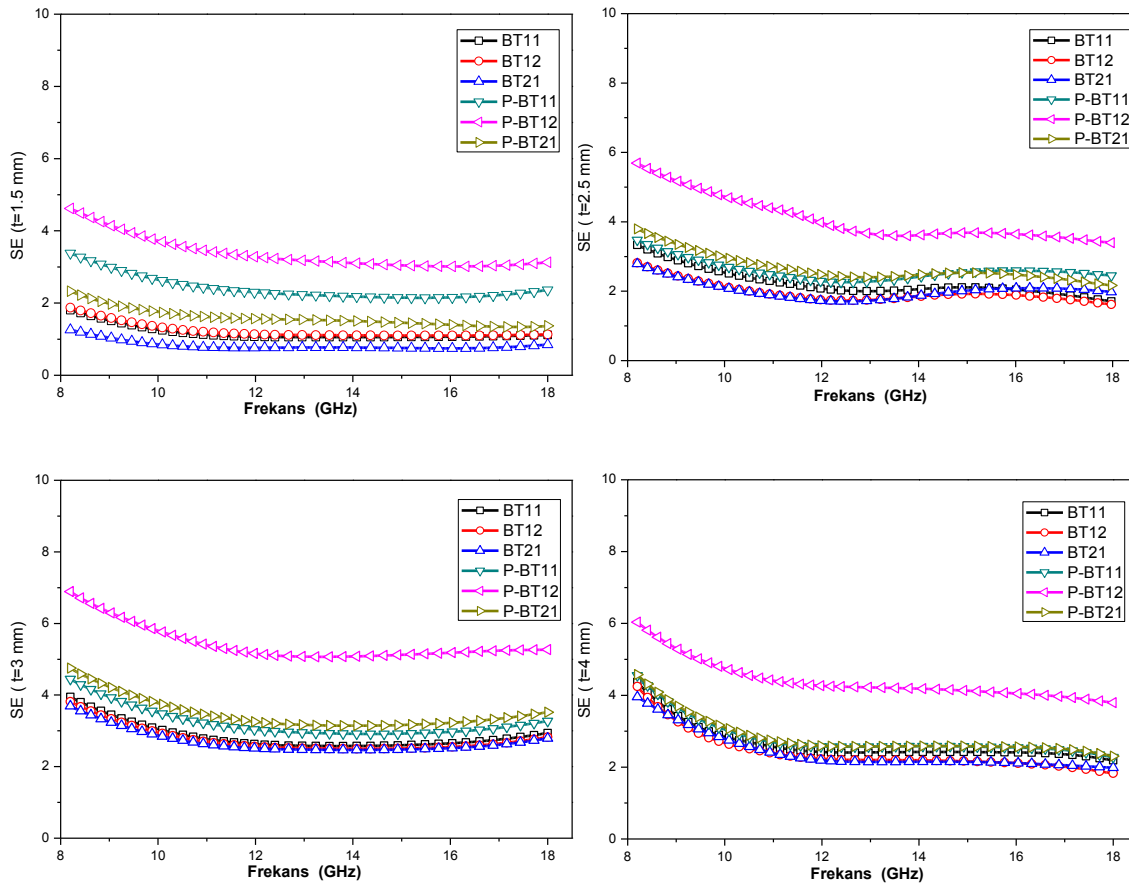


Şekil 5.2. BaM-TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerine ait a) t=1.5 mm, b) t=2.5 mm, c) t=3 mm ve d) t=4 mm gibi dört farklı kalınlık durumu için frekansa bağlı soğurma-A grafikleri.

Özellikle, P-BT12 (BaM:TiO<sub>2</sub>=1:2 ve PANI kaplanmış) numunesinin incelenen altı durum içerisinde tüm kalınlıklarda en iyi soğurucu olduğu görülmüştür. 1.5mm kalınlıkta ki PANI kaplanmış P-BT12, P-BT11 ve P-BT21 numunelerine ait soğurma oranları ise sırasıyla %25, %18 ve %5 olarak hesaplanmıştır. Numunelerin frekansa bağlı davranışı incelendiğinde ise, frekansın artmasıyla mikrodalga soğurmaları da

çok az seviyede azalma göstermiştir. Tüm malzemeler incelendiğinde en iyi soğurmaya sahip malzemenin en ince malzemelerden P-BT12 olduğunu söyleyebiliriz Şekil 5.2.b-d. Bu malzemenin mikrodalga soğurmasının frekansa çok zayıf bağımlı olduğu ve kalınlığın artışına bağlı olarak soğurmasının başlangıçta azaldığı, sonrasında tekrardan yüksek değerlere ulaştığı gözlemlenmiştir. Diğer polimer kaplı (P-BT11 ve P-BT21) kompozit malzemeler ise P-BT12 numunesi kadar olmasa da, polimer kaplanmamış numunelere göre daha iyi soğurma değerleri verdiği görülmüştür.

Şekil 5.3.a-d dört farklı kalınlıkta hazırlanmış BT serisine ait tüm kompozitler için parazit kalkan verimliliği (SE) değerleri gösterilmiştir.



Şekil 5.3. BaM-TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerine ait a) t=1.5 mm, b) t=2.5 mm, c) t=3 mm ve d) t=4 mm gibi dört farklı kalınlık durumu için frekansa bağlı parazit kalkan verimliliği-SE grafikleri.

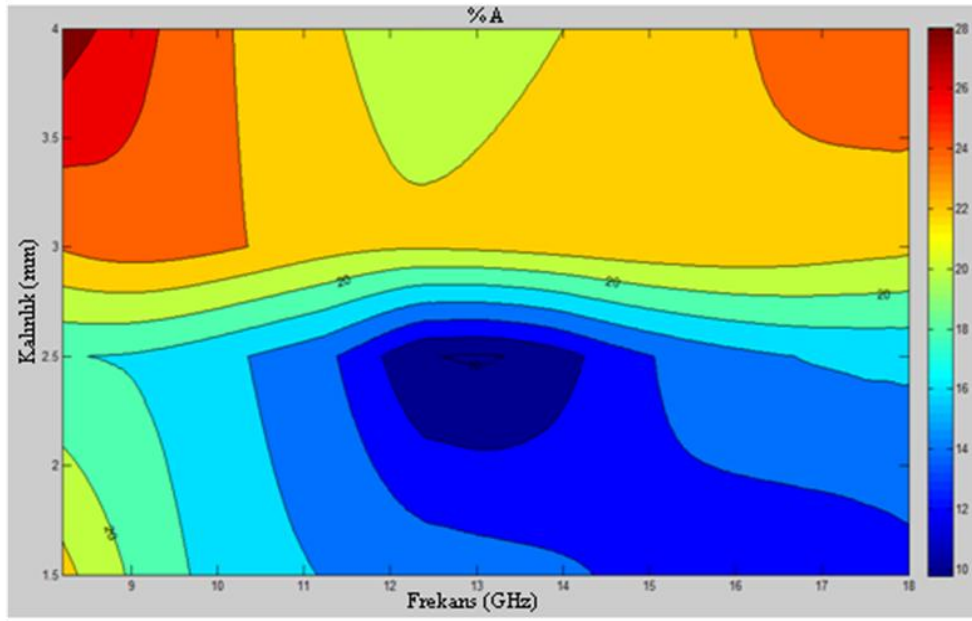
PANI kaplanmamış kompozitlerin 1-4 dB gibi bir SE değeri vermekte olup, bu değerlerin SE bakımından verimli malzemeler olmadıkları anlaşılmıştır. 1.5 mm



kalınlıktaki polimer kaplı numunelerde ise durum biraz daha farklı olup, kaplanmamış numuneye göre iki katı kadar bir SE değeri sergilediği görülmüştür. Parazit kalkan verimliliği bakımından P-BT12 kodlu kompozit numune ise diğer numunelerden farklı olup, yaklaşık bir ila bir buçuk kat daha yüksek SE değerleri vermiştir. 1.5 mm kalınlık için PANI kaplanmış P-BT12, P-BT11 ve P-BT21 numunelerine ait SE değerlerinin düşük frekanslarda sırasıyla 4.8, 3.5 ve 2 dB olduğu görülmektedir. Frekansa artışına bağlı olarak bu malzemelerin SE değerleri önemsenmeyecek kadar az bir azalma sergilemiştir. En ince kalınlıkta hazırlanmış tüm malzemeler kendi içerisinde kıyaslandığında, P-BT12 malzemesi hariç diğer tüm malzemelerin neredeyse aynı SE değerlerine sahip oldukları, fakat P-BT12 nanokompozit malzemesinin diğer tüm malzemeler içinde daha yüksek değerlere sahip olup, daha iyi parazit kalkan kompozit özelliği taşıdığı görülmüştür.

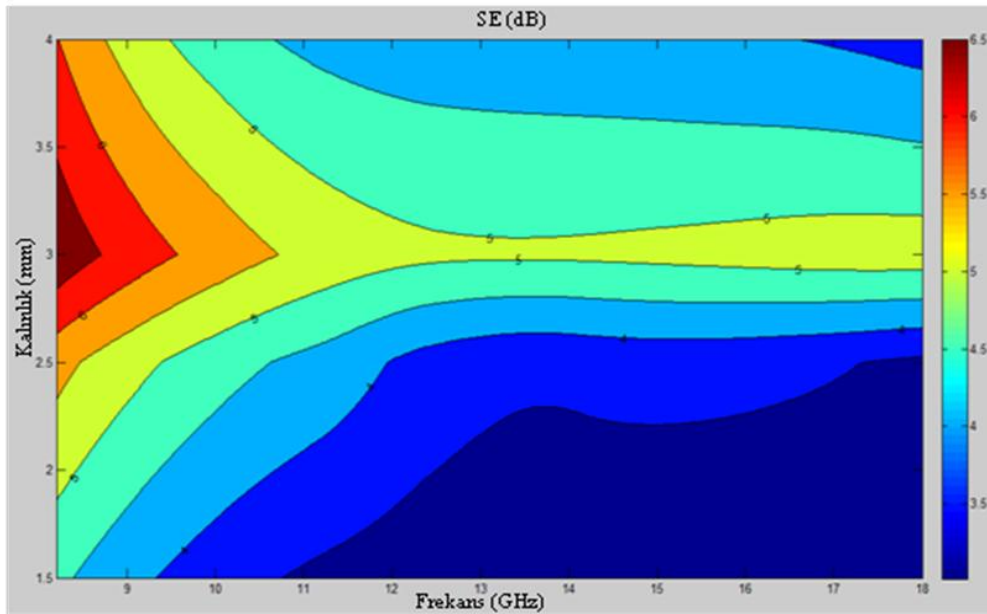
Tüm yansıma, geçme ve soğurma ölçümlerinden kalınlığın artmasıyla birlikte kompozit nanoparçacıklarının daha iyi soğurma değerleri verdiği ve kompozit içindeki BaM oranına kıyasla  $TiO_2$  oranı fazla olan numunelerde daha yüksek soğurma değerlerinin okunduğu görülmüştür. Bu sonuçların referans [64] de verilen  $TiO_2$  eklentisinin PANI kaplanmış  $Fe_3O_4$  kompozitlerinde parazit kalkan verimliliği (SE) değerini arttırdığı sonucu ile uyumlu olduğu anlaşılmıştır. Ayrıca, PANI polimeri kaplanmış malzemelerin daha fazla soğurma değerlerine sahip olduğu ve bu BT serisi içerisindeki en iyi soğurucu özelliğe sahip olan numunenin P-BT12 olduğu tespit edilmiştir.

Şekil 5.4 de P-BT12 numunesine ait frekansa ve kalınlığa bağlı olarak soğurma yüzdeliğini veren kontur grafiği görülmektedir. Bu soğurma eğrilerden, 2.5 mm nin üzerindeki kalınlıklarda bu malzemenin % 20 den fazla soğurmaya sahip oldu görülmektedir. Bu malzemenin düşük frekanslarda ( $f < 9$  GHz) daha iyi soğurma değerlerine sahip olduğu resimden açıkça görülmektedir. Sonuç olarak, P-BT12 kompozit numunesi için kalınlık arttıkça ve düşük frekanslara doğru gidildikçe % 28'e varan soğuruculuk oranıyla daha iyi mikrodalga soğurucu olarak çalıştığını söyleyebiliriz.



Şekil 5.4. P-BT12 kompozit malzemesine ait frekans ve kalınlığa bağlı hesaplanan soğurma yüzdeliği (%A) eğrileri.

Şekil 5.5 de P-BT12 kompozit numunesinin parazit kalkan verimliliği değerlerini veren kontur grafiği görülmektedir. Bu grafik frekansa bağlı en iyi SE değerini bize açıkça göstermektedir.



Şekil 5.5. P-BT12 kompozit malzemesine ait frekans ve kalınlığa bağlı hesaplanan Parazit Kalkan verimliliği (SE) eğrileri.

Bu SE eğrilerinden frekansa bağlı olarak SE değerinin azaldığını söyleyebiliriz. P-BT12 kompozit numunesinin en iyi SE değerine 8.5 GHz frekansında 6 dB ile 3 mm kalınlık ta sahip oldu SE eğrilerinden açıkça görülmektedir.

Literatürde, dolgu maddesi olarak manyetik ve / veya dielektrik malzemelerin kullanıldığı ve bunların iletken polimer bir tabakayla kaplanarak, parazit kalkan verimliliği değerlerinin artırılması ve daha iyi soğurma özelliği kazandırılmasına dair birçok çalışma mevcuttur [63-68, 138]. Bizim bu çalışmamızın literatürle uyum içerisinde olduğu ve ayrıca PANI kaplanmış kompozitlerin daha iyi empedans uyumu sağladığı belirlenmiştir.

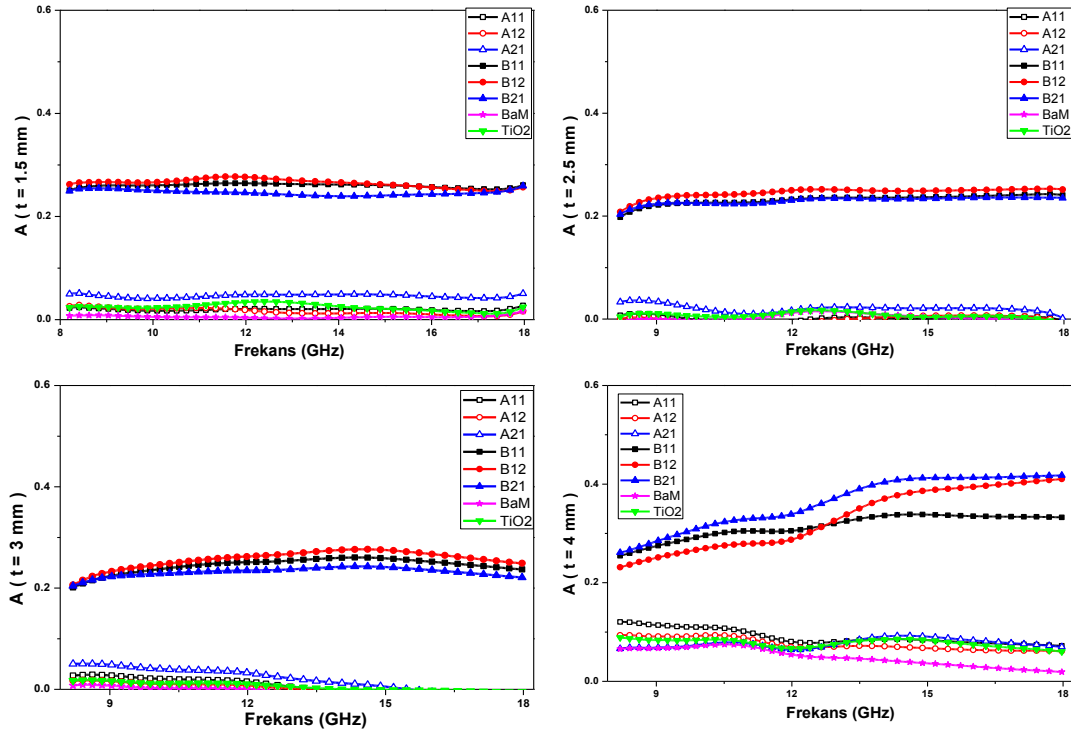
Özetle; Farklı kalınlık ve farklı miktarlarda karıştırılan manyetik ve dielektrik nanoparçacıklarıyla hazırlanan BaM-TiO<sub>2</sub> ve PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit nanotozların mikrodalga özellikleri araştırılmıştır. Sonuç olarak, kompozitteki dielektrik miktarı arttıkça malzemenin daha fazla dielektrik olduğu ve daha iyi soğurucu özellik taşıdığı görülmüştür. Diğer bir değişle, PANI-BaM-TiO<sub>2</sub> karışım oranları 1:2, 1:1 ve 2:1 olan kompozitlerin sırasıyla daha iyi soğurucu özellik sergilediklerini söyleyebiliriz. Buna ek olarak, PANI tabakasının kompozitlerin soğurma ve parazit kalkan verimliliği üzerinde ciddi bir etkisinin olduğu belirlenmiş oldu. Polimer etkisinin kaplanmamış kompozitlerle karşılaştırıldığında soğurmasında kaplamanın beş katı kadar bir artışa yol açabileceği ayrıca tespit edilmiştir.

## 5.2. Polipirol Kaplanmış Nanotozlar

AB serisine ait BaM, TiO<sub>2</sub>, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit nanotozların dört farklı kalınlık durumu için geliştirilen NRW algoritması ile Mikrodalga soğurma ve parazit kalkan verimliliği, Mikrodalga dielektrik-manyetik özellikleri ve yansıma kaybı hesaplatılarak gerekli analiz ve yorumlar yapılmıştır. Geçirgenlik katsayısının sonsuz sayıdaki kompleks köklerinin üstesinden gelmek için, teorik ve deneysel grup gecikmesini kıyaslayan *Grup geçikmeli method* (Grup delay method) [83] kullanılmıştır. Çıkan sonuçlardan kompleks dielektrik geçirgenlik ( $\epsilon_r = \epsilon' - i\epsilon''$ ) ve kompleks manyetik geçirgenlik ( $\mu_r = \mu' - i\mu''$ ) hesaplatılmıştır.

### 5.2.1. PPy kaplı nanotozların mikrodalga soğurma ve parazit kalkan verimliliği

Bu kısımda iletim hattı metoduna uygun olarak ölçümleri yapılan nanotozlarının soğurma ve parazit kalkan verimliliği değerleri 8.2 ve 18 GHz aralığındaki frekans değerlerinde hesaplanmıştır (Şekil 5.6 ve Şekil 5.9).

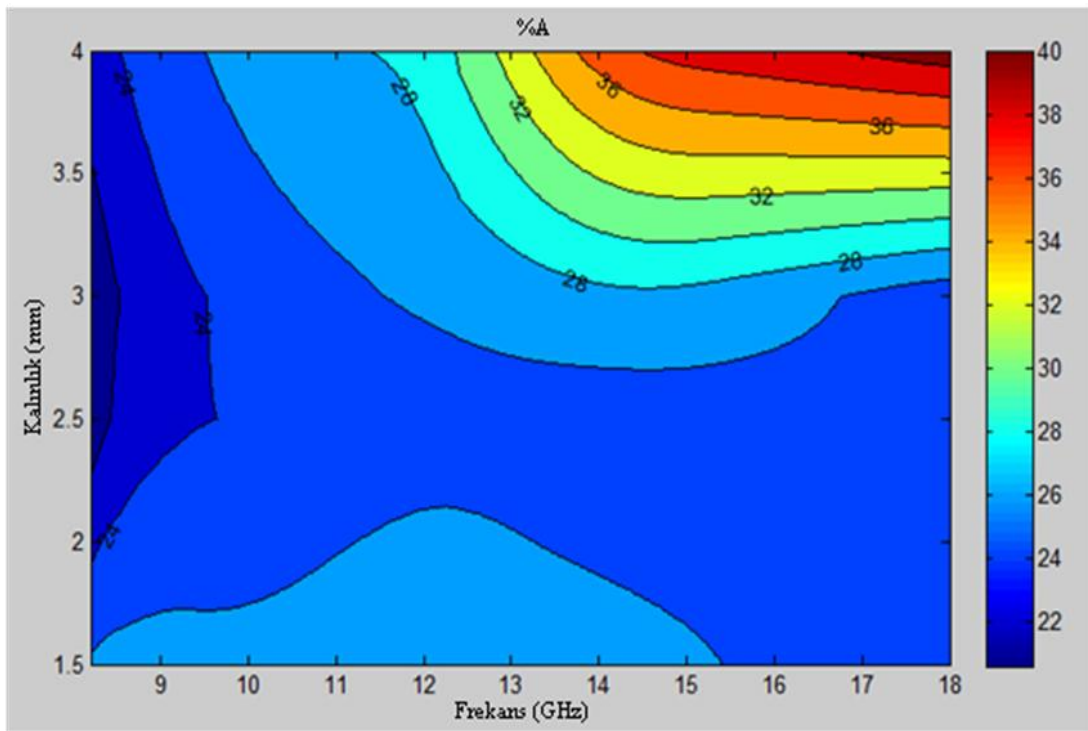


Şekil 5.6. BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerine ait a)  $t=1.5$  mm, b)  $t=2.5$  mm, c)  $t=3$  mm ve d)  $t=4$  mm gibi dört farklı kalınlık durumu için frekansa bağlı soğurma-A grafikleri.

Şekil 5.6 da verilen eğriler incelendiğinde, Bölüm.4 de verilen 1.5 mm kalınlıktaki yansıma ve geçme katsayılarına uygun olarak, PPy kaplanmış numuneler %30 civarında soğurma değerleri verirken, kaplanmamış nanoparçacık kompozitlerde bu değerlerin %5 civarında olduğu yansıma ve geçme katsayılarına bağlı olarak yapılan hesaplamalardan elde edilen grafiklerinden görülmüştür (Şekil 5.6.a). Şekil 5.6.d ise kalınlığın artışıyla frekansa bağlı olarak, PPy kaplanmış numuneler için hesaplanan soğurma değerleri %25 ile %40 arasında değerler alırken, kaplanmamış numunelerde bu değerler %10 ile %5 arasında değişim sergilemiştir.

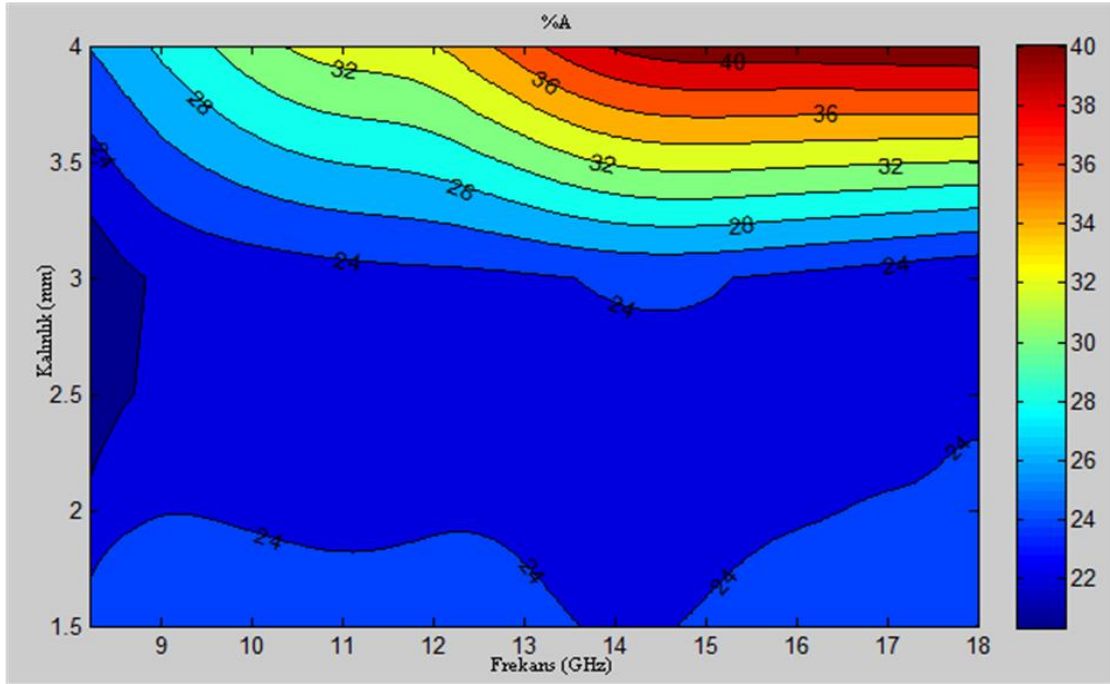
Genel olarak grafikler incelendiğinde, kalınlığı düşük olan malzemelerde dielektrik soğuruculuğun daha baskın olduğu görülmüştür. En ince numunelerden B12 numunesi 1.5 mm deki numuneler içinde en iyi soğurucu kompozit olup, dielektrik

geçirgenlik özelliğinin baskın olduğu soğurma gözlemlenmiştir. Dielektrik özelliğe sahip PPy kaplanmasının yanı sıra dolgu malzemesi olarak 1:2 oranında (BaM:TiO<sub>2</sub>) yine dielektrik malzeme olan TiO<sub>2</sub> katkılı olduğundan malzemede dielektrik soğuruculuk baskın hale gelmiştir. Buradan nanokompozit numunelerdeki dielektrik miktarının artmasına bağlı olarak malzemenin dielektrik soğuruculuğunun arttığını söyleyebiliriz. B12 malzemesi için çizilen kontur eğrilerinden de bu durum açıkça gözlemlenebilmektedir (Şekil 5.7).



Şekil 5.7. B12 kompozit malzemesine ait frekans ve kalınlığa bağlı hesaplanan soğurma yüzdeliği (%A) eğrileri.

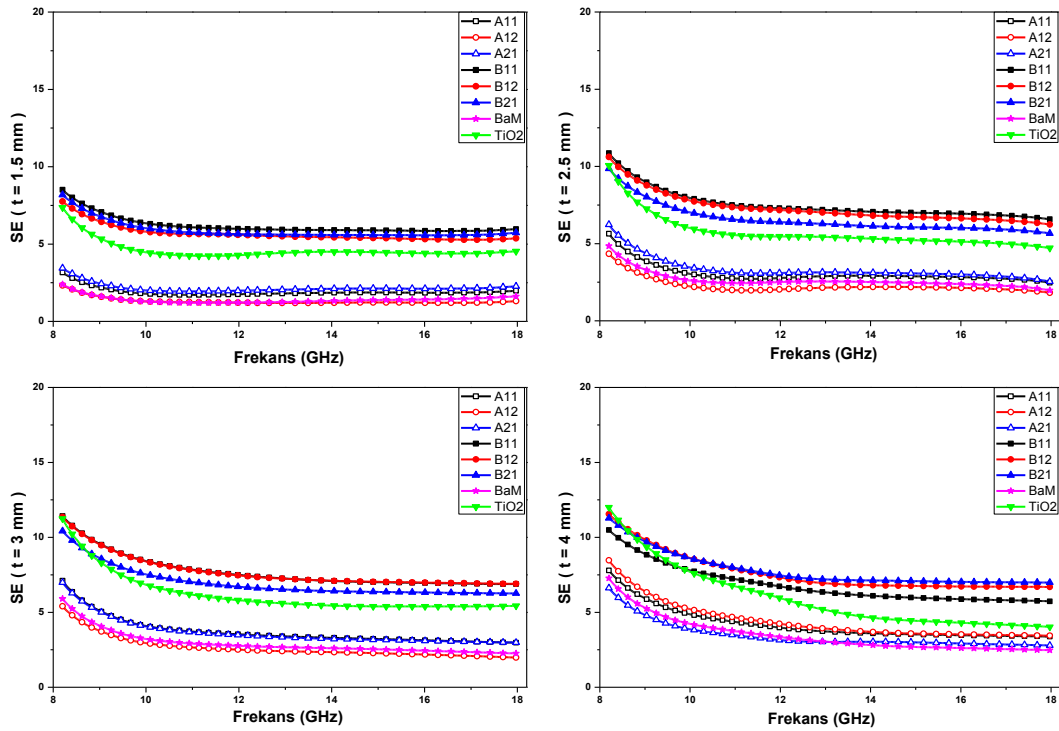
Kalınlık artışına bağlı olarak ise malzemedeki BaM oranının artmasıyla manyetik soğuruculuğun daha baskın hale geldiği ve 4mm kalınlık için hesaplanan soğurma eğrilerinden daha fazla soğuruculuk özelliğine sahip kompozit numunenin B21 numunesi olduğu yapılan kalınlık çalışmasından anlaşılmıştır (Şekil 5.6.d).



Şekil 5.8. B21 kompozit malzemesine ait frekans ve kalınlığa bağlı hesaplanan soğurma yüzdeliği (%A) eğrileri.

Şekil 5.8 de verilen frekansa bağlı kalınlık çalışmasındaki soğurma yüzdeleri incelendiğinde B21 numunesindeki BaM oranının  $TiO_2$  oranının iki katı olması durumunda uzun süreli kaplamalarda soğurma yani BaM kaynaklı manyetik soğuruculuğun daha etkin olduğu ve 4mm kalınlık değerindeki ölçümlerde yaklaşık 14 GHz den itibaren %40 ların üzerinde soğurucu olduğu kontor eğrilerinden den görülebilmektedir.

Şekil 5.9 da AB serisine ait parazit kalkan verimliliği (SE) değerleri gösterilmiştir. 1.5mm için bu eğriler PPy kaplanmamış kompozitlerde frekansa bağlı olarak 4-2 dB arasında çok az bir farkla değişen bir parazit kalkan verimliliği (SE) değeri verirken, polimer kaplanmış numunelerde durum daha farklı olup, yaklaşık 8.5 ila 6 dB arasında değişen, kaplanmamış numuneye göre iki katı kadar bir SE değeri aldığı görülmüştür.



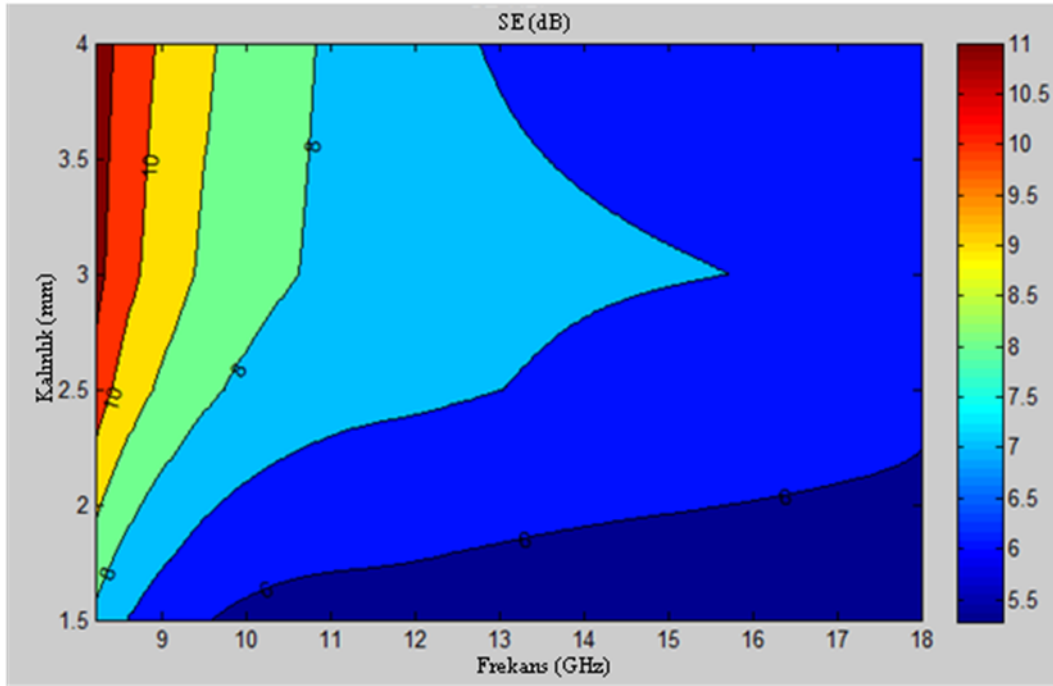
Şekil 5.9. BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerine ait a) t=1.5 mm, b) t=2.5 mm, c) t=3 mm ve d) t=4 mm gibi dört farklı kalınlık durumu için frekansa bağlı Parazit kalkan verimliliği-SE grafikleri.

Parazit kalkan verimliliğinde malzemenin dielektrik özelliğinin baskın olduğu yapılan ölçümlerden anlaşılmıştır. Malzemenin dielektrik özelliğinin maksimum olduğu en ideal örnek ise, düşük yoğunlukta ve dolgu malzemesi TiO<sub>2</sub> oranının en fazla olduğu, dielektrik özelliği ile PPy polimeri kaplanmış B12 numunesi olup, diğer numunelere göre en iyi koruyucu kalkan verimliliği değerlerini verdiğini söyleyebiliriz. Bu numunenin en etkin parazit kalkan verimliliği-SE özelliğine sahip koşulları kapsadığı yapılan incelemelerden anlaşılmıştır.

Şekil 5.10 da ise parazit kalkan verimliliğini gösteren eğriler frekansa bağlı kalınlık çalışması ile kontor grafiğinde gösterilmektedir. Kontor grafiğinden B12 numunesinde düşük frekanslarda ve 2 mm nin üzerindeki kalınlıklarda dielektrik özelliğinin baskın olduğu 11 dB değerlerine ulaşan daha belirgin parazit kalkan verimliliği görülmüştür.

Tüm kalınlık değerlerinde ölçümleri ve hesaplamaları yapılmış olan saf BaM nanotozları ve TiO<sub>2</sub> için genel bir yorum yapacak olursak, katkısız BaM

nanoparçacık kompozitlerin gelen sinyal gücünün %5 ini soğurduğunu ve bu oranın  $\text{TiO}_2$  için de neredeyse aynı değerlerde olduğunu söyleyebiliriz. Bu kompozitlere ait hesaplanan parazit kalkan verimliliği ise frekans artışına bağlı olarak her iki numunede de azalmaktadır. Bu azalış BaM nanotozlarında 4 dB den 2 dB düşerken,  $\text{TiO}_2$  nanotozlarında 6 dan 4 dB düşmektedir. Buradan parazit kalkan verimliliği için BaM numunelerde geçmenin baskın olduğu  $\text{TiO}_2$  numunelerinde ise yansımanın baskın olduğu anlaşılmıştır.

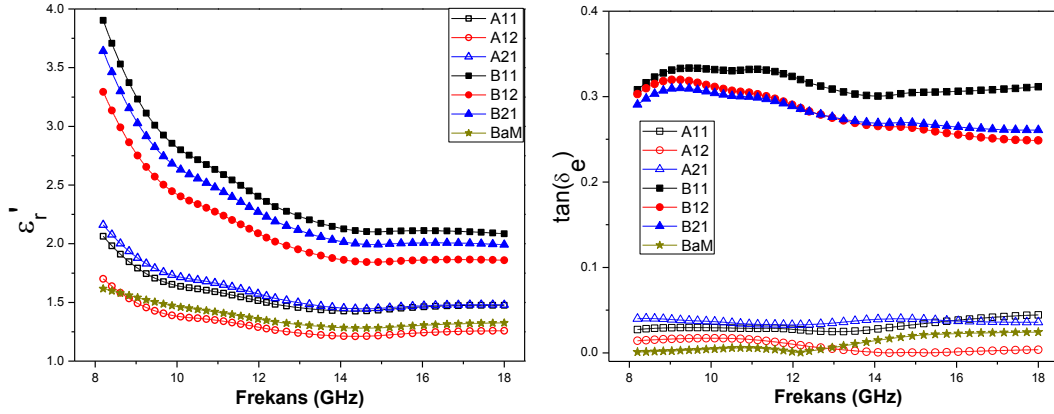


Şekil 5.10. B12 kompozit malzemesine ait frekans ve kalınlığa bağlı hesaplanan Parazit Kalkan verimliliği (SE) eğrileri.

### 5.2.2. PPy kaplı nanotozların mikrodalga dielektrik ve manyetik özellikleri

Şekil 5.11 de BaM- $\text{TiO}_2$  ve PPy-BaM- $\text{TiO}_2$  nanokompozitlerine ait frekansa bağlı, kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ve dielektrik kayıp tanjantı değerlerine ait eğriler görülmektedir. Şekilden de görüleceği gibi saf BaM'a ait  $\epsilon_r$  eğrisi 8.2 – 18 GHz aralığındaki X ve P bandlarını kapsayan bölgede azalarak ilerlemekte ve yaklaşık 1.6 dan 1.3 değerlerine ulaşmaktadır.





Şekil 5.11. BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerine ait frekansa bağlı a) kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ( $\epsilon_r'$ ) ve b) dielektrik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\epsilon$ ) eğrileri.

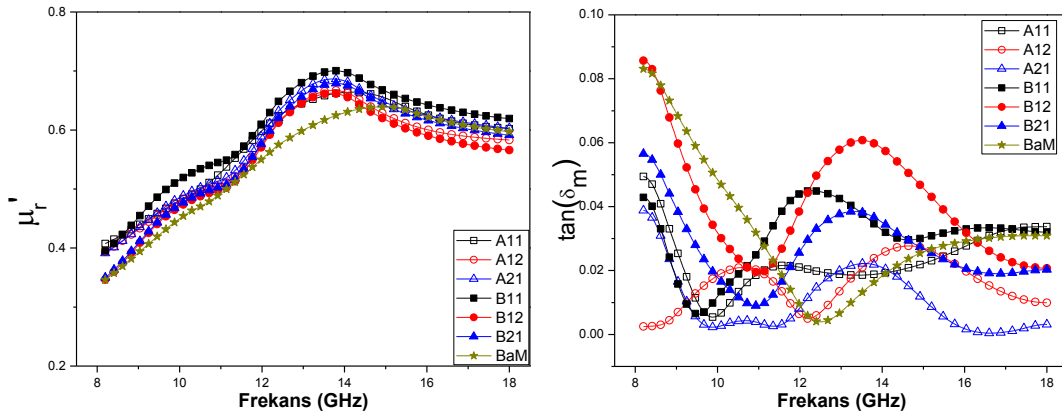
Şekil 5.11.a da verilen eğrilerden kaplanmamış BaM-TiO<sub>2</sub> kompozit numunelerin frekans artışına bağlı olarak  $\epsilon_r'$  değerlerinin çok az değiştiği, bu değişimin PPy kaplı numunelerde iki katı kadar daha fazla olduğu görülmüştür. PPy kaplanmış PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerde dielektrik kayıp tanjantının, kaplanmamış BaM-TiO<sub>2</sub> kompozitlere nazaran daha büyük olduğu Şekil 5.11.b den görülebilmektedir.

Burada PPy iletken polimeri dielektrik özelliğe sahip bir malzeme olduğu için, kompozit malzemeye dielektrik soğuruculuk özelliği kazandırmaktadır. PPy kaplanması, malzemelerin iletim mekanizması ile polarizasyon mekanizması ( $\epsilon_r'$ ) arasında güçlü etkileşmeler neticesinde kompozit malzemenin iletkenliğini arttırdığından, dielektrik kayıp tanjantının da artmasına neden olmaktadır [140].

Ferritlerde iletim mekanizması, temel olarak Ba-hekzaferritler de iyonlar arasında yük atlamasına dayanmakta iken, kompozit malzemelerde ise bu durum, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> iletkenlikli ortamda nanoparçacıklar arasında yük transferi şeklinde olmaktadır.

En çok dielektrik kayba sahip olan nanokompozit numunesi B11 olup, diğer PPy kaplı B12 ve B21 kompozitlerin neredeyse benzer özellikte yüksek dielektrik kayıplara sahip olduğu grafiklerden tespit edilmiştir. İletkenlikteki (dielektrik kayıptaki) temel farklılığın nedeni ise, parçacıklar arası yük transferi ve iletken polimer PPy kaplanmasından gelen katkı dolayısıyla oluşmaktadır.

Şekil 5.12 de BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerine ait frekansa bağlı, kompleks manyetik geçirgenlik reel bileşeni ve manyetik kayıp tanjantı değerlerine ait eğriler görülmektedir.



Şekil 5.12. BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerine ait frekansa bağlı a) kompleks manyetik geçirgenlik reel bileşeni  $\mu_r'$  ve b) manyetik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\mu$ ) eğrileri.

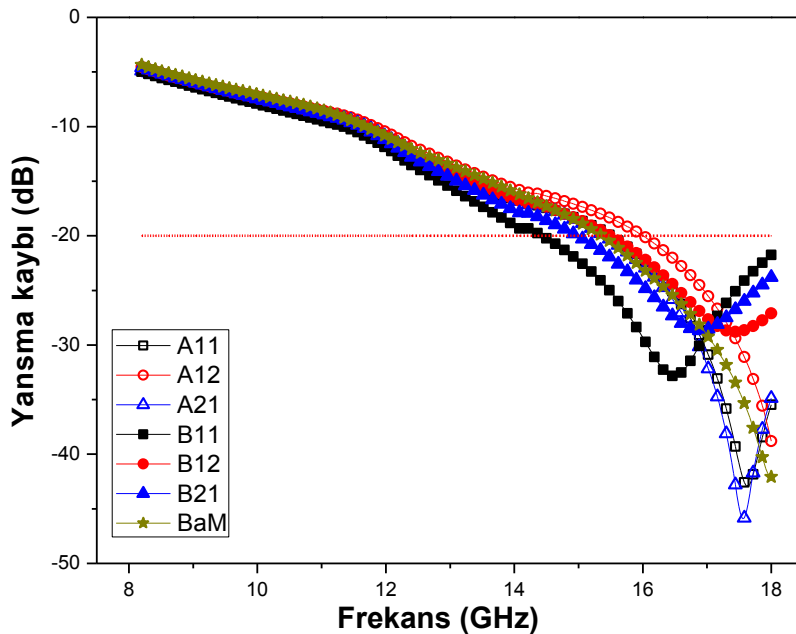
BaM malzemeler için  $\mu_r'$  değerleri neredeyse aynı değerleri aldığı grafikten görülmektedir. %50 soğurucu içeren malzemelerle, manyetik katkı oranı 1:2 ve 2:1 şeklinde olduğundaki manyetik katkı etkisinin kompozitlerin etkin manyetik geçirgenliği üzerinde önemli bir değişiklik oluşturmadığı ve tüm kompozitlere ait manyetik geçirgenlik değerlerinin neredeyse tamamen bir birlerine benzer değerler aldığı gözlemlenmiştir Şekil 5.12.a. Literatürde manyetik dolgu malzemesi olarak farklı malzemelerin kütlice farklı oranlarda karıştırılmasıyla oluşmuş çeşitli kompozit malzemelerin benzer manyetik geçirgenlik katsayısına sahip olduğu bir çok çalışma bulunmaktadır [141, 142]. TiO<sub>2</sub> ve PPy manyetik etkiye sahip olmadığından ve malzemelerin tüm manyetik geçirgenliğinin yalnızca BaM nanoparçacıklar ile tanımlandığından dolayı, PPy ve TiO<sub>2</sub> katkılarının malzemenin manyetik geçirgenliğine etkisi önemsiz olacaktır. Ayrıca, manyetik kayıp tanjantı dalga karakteristiğine göre çok küçük farklılıklarla neredeyse aynı değerlerdedir Şekil 5.12.b.

Malzemelerin manyetik kayıp tanjantları, dielektrik kayıp tanjantlarına nazaran daha düşüktür. Eğrilerdeki dalgalanma frekansın artmasına bağlı olarak genellikle

azalmakta ve 10-12 GHz civarında çukur şeklinde bir dalga görünümüne sahipken, bu frekans değerlerinin üzerindeki frekanslarda manyetik kayıp tanjantında azalma şeklinde devam etmektedir. Buna karşın PPy kaplanmış numunelerde çukurun akabinde bir tepe oluşturmakta iken, kaplanmamış numunelerde bu eğrilerin yavaşça arttığı görülmektedir. Li Hongying ve arkadaşları [143] tarafından yapılan çalışma da benzer dalgalanma sergileyen manyetik geçirgenlik ve kayıp tanjantı eğrileri kaydedilmiştir. Tüm bunlar spin dalga etkisi ve ferromanyetik rezonans etkisinin bileşimi olup, 5 GHz in üzerinde tüm ferritlerde meydana gelmektedir.

### 5.2.3. PPy kaplı nanotozların yansıma kaybı (RL)

Şekil 5.13 de Saf BaM, BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> kompozitlerine ait frekansa bağlı yansıma kaybı eğrileri verilmiştir. Genel olarak, incelenmekte olan tüm soğurucu numunelerde yüksek frekanslarda (16-18 GHz) geniş tek bir yansıma kayıp piki gözlemlenmiştir. Soğurucu özelliğe sahip kompozit numunelerin yansıma kayıp pikleri birbirlerine benzer bir davranış sergileyerek lineer olarak azalmaktadır.



Şekil 5.13. BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerine ait frekansa bağlı yansıma kaybı (RL) eğrileri.

PPy kaplanmış numunelerin RL şiddetlerinin, kaplanmamış kompozit numunelere nazaran daha düşük ve piklerin daha geniş olduğu Şekil 5.13 deki RL eğrilerinden anlaşılmaktadır. Kaplanmamış kompozit malzemelerdeki BaM miktarının artmasıyla

RL piklerinin şiddetleri de artmakta ve pikler daha düşük frekanslara doğru kaymaktadır. -20 dB den daha düşük RL değerine sahip olan numunelerden A21 numunesine ait RL piki en şiddetli pik olup, 17.5 GHz civarında -45 dB değerine ulaşmaktadır. PPy kaplanmış numunelerden B11 numunesi ise sınır değeri -20 dB nin altında 14.4 GHz ile 16.5 GHz arasındaki geniş frekans bölgesini kapsayacak şekilde -35 dB lere RL piki vermiştir.

Literatürde Ba-hekzaferrit kompozisyonları için farklı frekanslarda RL pikleri rapor edilmiştir [167-175]. Bunlardan Ba-ferrit yerine Mn-Co-Zr yerleştirilmiş numunelerde 16.75-19 GHz aralığında RL piki gözlemlenirken [144], Z-tipi baryum ferrit kompozitleri yerine Co-Zn yerleştirilmiş numunelerde ise 8-12 GHz bölgesinde RL piki kaydedilmiştir [145]. Bu çalışmada ise PPy kaplanmış BaM kompozitlerine ait RL sonuçları yukarıda ifade edildiği 16-18 GHz aralığında gözlemlenmiştir. Ayrıca bu çalışma da, kompozitlerdeki dielektrik kayıp tanjantının, manyetik kayıp tanjantından daha büyük olmasından dolayı, temel soğurma kompozitlerin dielektrik doğasından kaynaklandığı sonucu çıkmaktadır (Şekil 5.11.b ve Şekil 5.12.b).

BaM-TiO<sub>2</sub> ve PPy-BaM-TiO<sub>2</sub> nanokompozitlerinin mikrodalga özellikleri karşılaştırılmıştır. 8-18 GHz arasındaki tüm frekanslarda PPy kaplı kompozitlerin dielektrik kayıplarında önemli bir artış olduğu görülmüştür. PPy kaplı ve kaplı olmayan tüm numunelere ait manyetik kayıp tanjantı eğrileri başlangıçta azalmakta iken sonrasında frekansa bağlı artma şeklinde ardışık olarak devam eden benzer davranış sergilemişlerdir. Mikrodalga enerji soğurumu 16-18 GHz arasındaki frekanslarda olup, kaplanmamış kompozitlerde PPy kaplanmış kompozitlere nazaran daha fazla olduğu tespit edilmiştir. Buna karşın, soğurma band genişliğinin PPy kaplanmış kompozitlerde daha geniş olduğu görülmüştür.

PPy kaplanmış ve kütlece aynı oranlarda manyetik ve dielektrik dolgu malzemesi içeren B11 nanokompozit numunesi 16.5 GHz de -35 dB değerinde maksimum RL değerine sahip olup, -20 dB sınırında band genişliğinin yaklaşık 4 GHz değerinde olduğu kaydedilmiştir. Kaplanmamış numunelerden A21 numunesinin soğurulma frekansı tam Ku bandı ait bitiş çizgisi yakınlarında olup, 17.5 GHz de -45 dB değerinde maksimum RL değerine sahip olduğu görülmüştür.

### 5.3. Nanometal Kaplı PAN Bezler

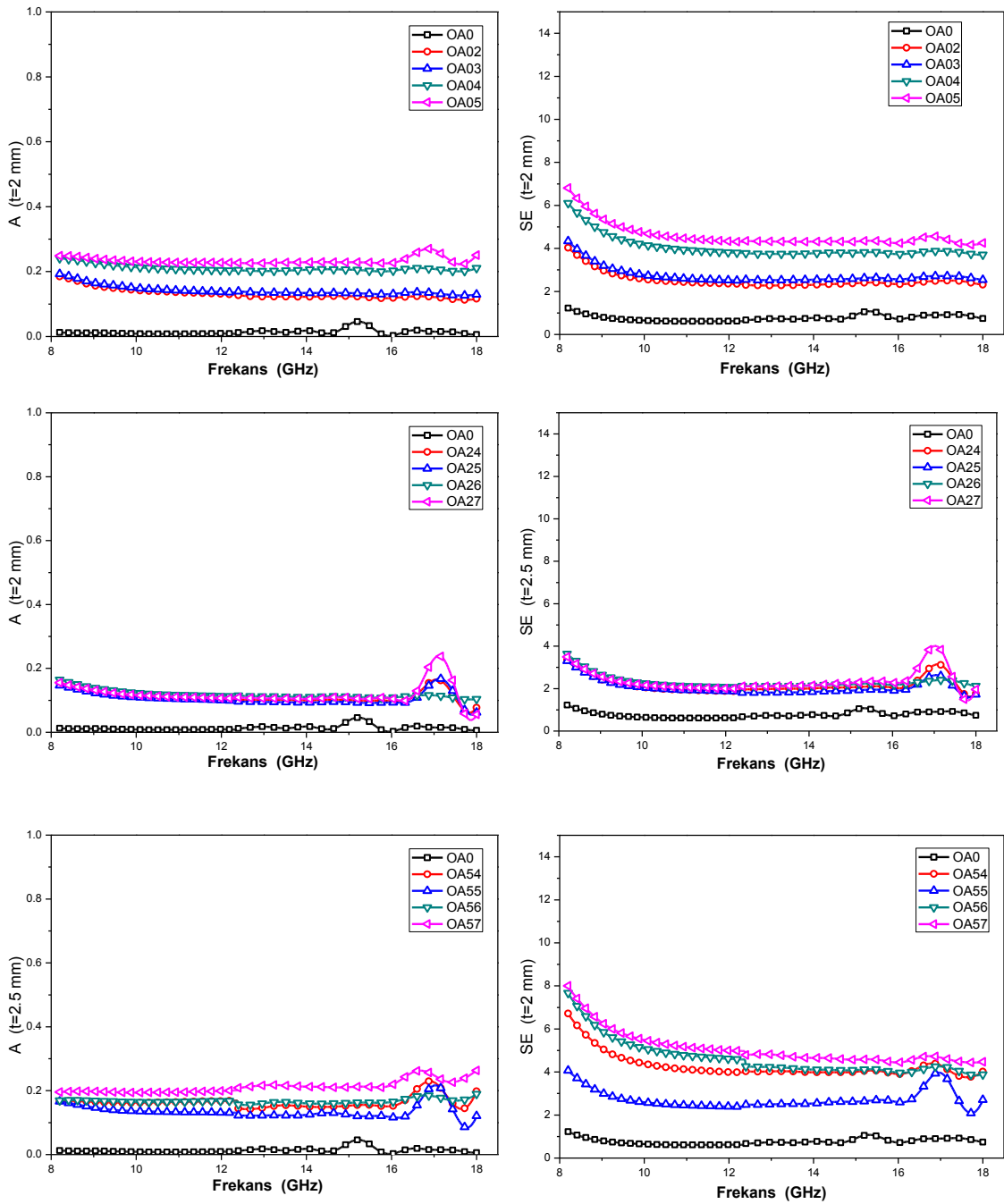
PAN bez kompozit çalışmalarımız sonucunda, 2 mm kalınlıklı poliakrilinitril bezler başarılı bir şekilde metal tanecikler ile kaplanmıştır. Kompozitlerin elde edilmesinde özellikle kaplama koşullarından zaman faktörünün önemli bir etken olduğu tespit edilmiştir. Zaman faktörünün ve diğer kaplama koşullarının metal kaplı poliakrilinitril bezlerin soğurmasına olan etkisi mikrodalga analizleri ile incelenmiştir. Bu analizlerin sonuçları, ilerleyen kısımlarda sırasıyla ele alınmıştır.

#### 5.3.1. PAN kompozitlerin mikrodalga soğurma ve parazit kalkan özellikleri

Ni, Co ve  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  nanometal kaplı PAN bezlerin 8.2 ve 18 GHz aralığındaki frekans değerlerinde Soğurma ve Parazit kalkan verimliliği grafikleri Şekil 5.14 de gösterilmiştir.

OA02-OA05 kodlarıyla sunulan farklı sürelerde Ni banyosunda bekletilmiş PAN bezlerin mikrodalga ölçümleri neticesinde yansıma ve geçme katsayı değerleri kullanılarak hesaplatılan soğurma ve parazit kalkan verimliliği grafikleri incelendiğinde soğurma katsayısı değerlerinin frekansla çok fazla değişmeyip, kaplama süresiyle doğrudan ilişkisi olduğu anlaşılmıştır. Kısa süreli banyoda kaplanan numunelerde (OA02,OA03) soğurma değerleri %15 civarında daha düşük değerler almaktayken, daha uzun süre kaplama banyosunda bekletildiğinde %25 değerlerine varan soğurma oranları elde edilmiştir (Şekil 5.14.a). Co banyosunda kaplanmış PAN bezlerde ise hesaplatılan soğurma katsayı değerlerinin kaplama süresinden bağımsız olarak tüm numunelerde aynı davranışı sergilediği tespit edilmiştir (Şekil 5.14.c).

Şekil 5.14. de verilen soğurma grafiklerinde ise  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  kompozisyonunda nanometal kaplanmış PAN bezlerin eğrilerinden, Ni katkısının soğurmada etkin rol oynadığı anlaşılmıştır. Kompozisyondaki Ni katkı oranının artmasına bağlı olarak yani kaplama süresinin artmasıyla birlikte soğurma katsayı değerlerinde artış olduğu görülmektedir. Kompozisyondaki Co oranının da etkisiyle %10-%20 arasında değişen oranlarla değerler gözlemlenmiştir.



Şekil 5.14. OA PAN bezlere ait frekansa bağlı a) soğurma-A ve b) parazit kalkan verimliliği-SE grafikleri.

Genel olarak parazit kalkan verimliliği değerlerinin öngörümüze uygun davranış sergilediği, Ni oranının fazla olduğu OA02-OA05 arasındaki numunelerde ve süre olarak bunlardan biraz daha uzun süre banyoda kalmış Ni-Co kompozisyonun da (OA54-OA57) daha yüksek perdeleme değerlerinin okunduğu tespit edilmiştir.

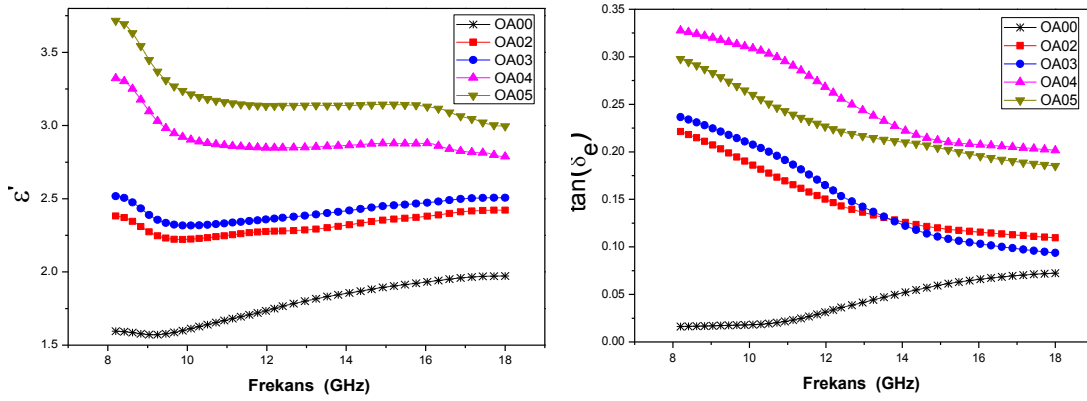
Co kaplı PAN bezlerde parazit kalkan verimliliği-SE, kaplama süresinden ve frekanstan bağımsız olarak yaklaşık 3 dB civarında değerler alırken, Ni katkı oranının ve kaplama süresinin de etkisiyle SE etkisinin arttığı ve numuneye göre farklı olarak değerlendirildiği görülmüştür. En yüksek SE değeri OA56-OA57 numunelerinde tespit edilmiş olup, bu numuneler de 8 dB değerlerinden başlayan ve frekansa bağlı olarak azalan, 5 dB değerlerine ulaşan bir eğriyle SE değerleri ifade edilmiştir.

Bu konuda literatürde çok fazla çalışma yapılmamış olsa da, elde ettiğimiz sonuçların, V.Bugush [120] ve H.Kavas'ın [11] çalışmalarındaki bulgularla uyum içerisinde olduğu tespit edilmiştir.

### 5.3.2. PAN kompozitlerin mikrodalga dielektrik ve manyetik özellikleri

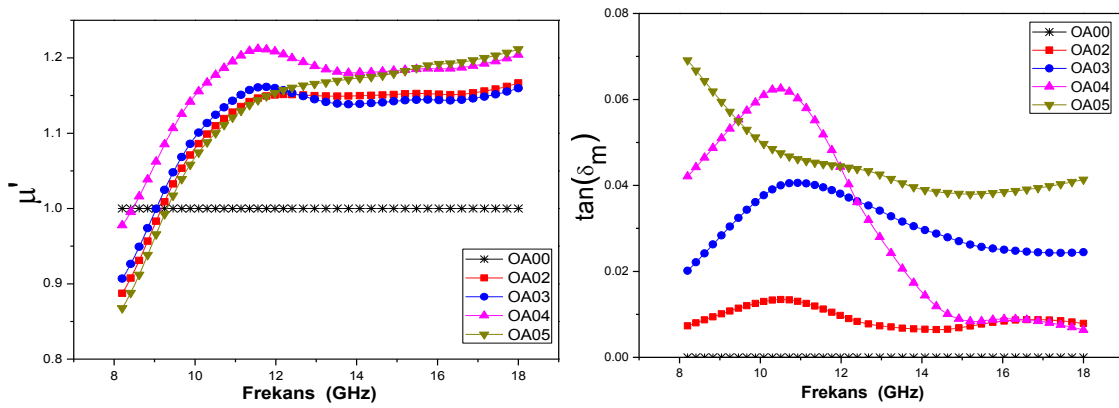
Farklı süreler de Ni, Co ve Ni<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub> kaplanmış kompozit PAN bezlerin kompleks elektriksel ve manyetik geçirgenliklerinin reel bileşenlerini ( $\epsilon'$ ,  $\mu'$ ), dielektrik ve manyetik kayıp tanjantlarını ( $\tan \delta_\epsilon$ ,  $\tan \delta_\mu$ ) veren eğriler Şekil 5.15- Şekil 5.20 arasında verilmiştir. Burada dielektrik ve manyetik sabitlerin reel ve kompleks kısmı malzemeye uygulanan elektrik ve manyetik alanla oluşan polarizasyonun miktarıyla yani elektrik ve manyetik dipollerin elektromanyetik alanda ne kadar kutuplandığıyla alakalı katsayılarıdır. Dielektrik ölçümlerin reel bileşenleri malzemede depolan enerji ile sanal bileşenler ise malzemenin soğurma kaybı ile ilgili niceliklerdir. Diğer bir deyişle,  $\epsilon''$  ortamın iletkenliğine ve  $\mu''$  ise mıknatıslanma şiddetine bağlıdır. Kayıp tanjantı terimi ise, kompleks kısmın reel kısma oranı olup, malzemenin görece soğurma kaybını veren ifadelerdir.

Şekil 5.15.a-b de farklı sürelerde Ni kaplanmış kompozit PAN bezler için kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ve dielektrik kayıp tanjantını yani görece dielektrik soğurmasını veren eğriler yer almaktadır.



Şekil 5.15. Ni kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ( $\epsilon'$ ) ve b) dielektrik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\epsilon$ ) eğrileri.

Ni kaplanmış numunelerin elektriksel geçirgenlik eğrilerinden de görülebileceği gibi Ni kaplı kompozitler kendi içerisinde frekansa bağlı olarak düşük frekanslarda küçük bir azalışla eğim çizmekteyken, yüksek frekanslarda bu eğim dengeli bir doğrusal seyir izlemiştir. Kaplama süresinin artmasına bağlı olarak ise  $\epsilon'$  katsayı değerlerin de frekansa bağlı olarak artış gözlemlenmiştir. Dielektrik kayıp tanjantını veren Şekil 5.15.b de ki eğriler ise neredeyse aynı değerler civarında olup, kaplama süresine göre çok küçük bir değişimle beklenen bir davranış sergilemiştir.



Şekil 5.16. Ni kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks manyetik geçirgenlik reel bileşeni  $\mu'$  ve b) manyetik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\mu$ ) eğrileri.

Ni kaplı kompozitlerin manyetik geçirgenlik katsayı eğrilerinde ise tüm numunelerin  $\mu'$  değerlerinin 1'in üzerinde olduğu ve birbiriyle uyumlu benzer bir davranış sergilediği görülmektedir. Bu davranış X band da artma şeklinde iken, 12

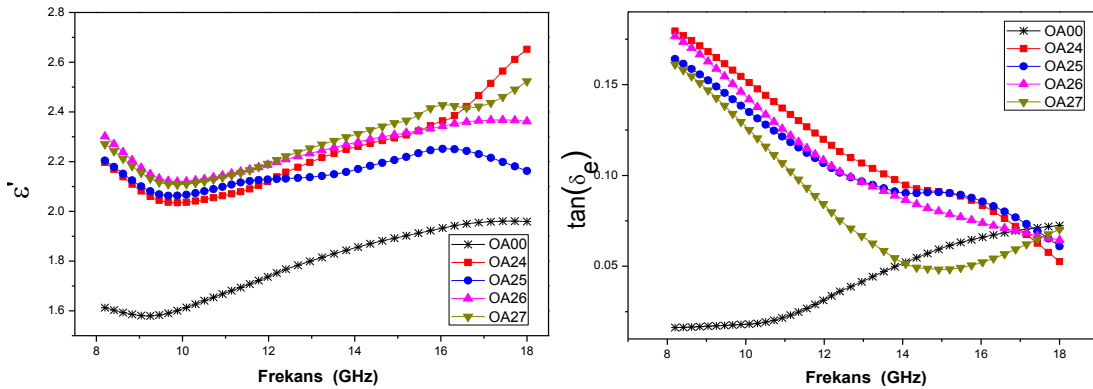


GHz de pik yapıp, sonrasında biraz azalarak 1.2 değeri civarında dengeli doğrusal bir eğri çizmiştir (Şekil 5.16.a). Kaplama süresinin manyetik geçirgenlik  $\mu'$  üzerindeki etkisi çok fazla hissedilmemiş olup, manyetik kayıp tanjantı değerlerinin çok küçük ve sıfır civarında değerler aldığı görülmektedir (Şekil 5.16.a).

Ni kaplanmış PAN bezlerin dielektrik kayıp tanjantlarının, manyetik kayıp tanjantı değerlerinden daha büyük olması, metal kaplı PAN bezlerin dielektrik soğuruculuğun daha etkin olduğu, yani dielektrik özelliklerinin manyetik özelliklerinden daha baskın olduğunu göstermektedir.

Ni kaplı kompozitlere ait tüm fiziksel parametreler incelendiğinde en etkin dielektrik soğuruculuğa sahip olan numunenin en uzun süre kaplama banyosunda bekletilen OA05 numunesi olduğu görülmüştür. Bu numuneye ait  $\varepsilon'$  değerleri 4 ile 3 arasında değerler alırken, dielektrik kayıp tanjantı 0.25 ile 0.30 arasında bir eğri sergilemiştir.

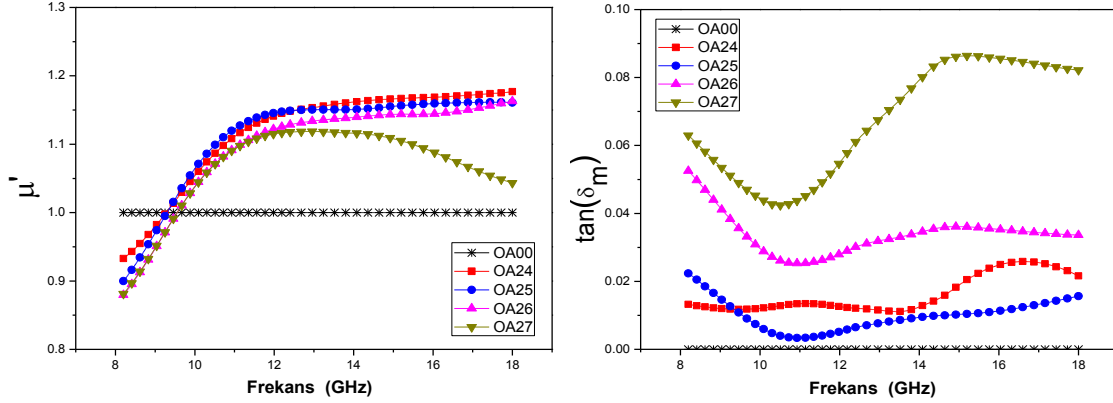
Co banyosunda farklı sürelerde bekletilen PAN bezlerin fiziksel parametrelerini veren eğriler Şekil 5.17 ve Şekil 5.18 de verildiği gibi olup, Şekil 5.17.a-b de farklı sürelerde Co kaplı kompozitler için kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ve dielektrik kayıp tanjantını veren eğriler yer almaktadır.



Şekil 5.17. Co kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ( $\varepsilon'$ ) ve b) dielektrik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\varepsilon$ ) eğrileri.

$\varepsilon'$  eğrileri başlangıçta azalan bir eğim şeklinde seyir izlemekte iken 10 GHz değerlerinden itibaren artan bir eğimle hareket ettiği görülmektedir. Co kaplı PAN kompozit bezlerde kaplama süresinin çok fazla bir değişim oluşturmadığı ve tüm Co kaplı numunelerin birlikte hareket ettiği anlaşılmaktadır.

Co kaplı PAN bezlerin dielektrik kayıp tanjantlarını ( $\tan \delta_\epsilon$ ) ifade eden Şekil 5.17.b de ise bu eğrilerin azalan bir seyirde olduğu ve kaplama kalınlığına bağlı olarak çok küçük bir farkla (toplamda %10 değişimle) dielektrik kayıp tanjantı değerlerinin azaldığı gözlemlenmiştir.

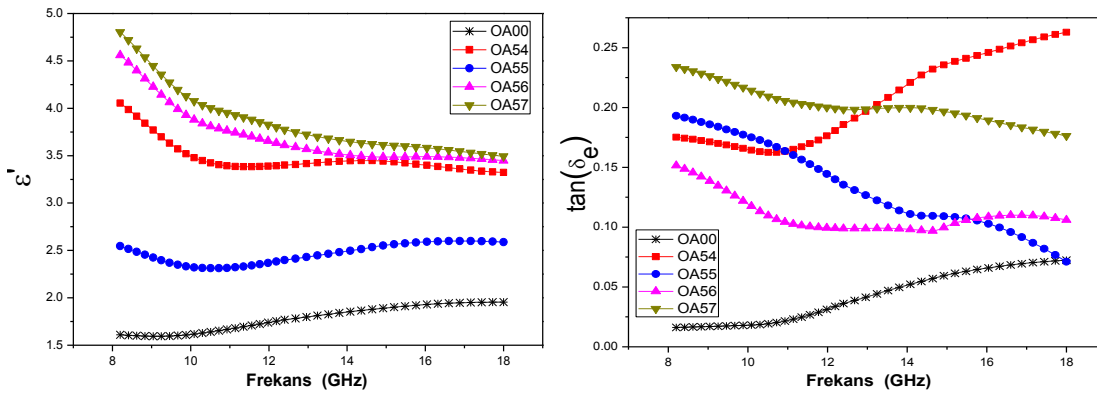


Şekil 5.18. Co kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks manyetik geçirgenlik reel bileşeni  $\mu'$  ve b) manyetik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\mu$ ) eğrileri.

Yine bu numunelerin manyetik geçirgenlik katsayı değerleri ve manyetik kayıp tanjantları incelendiğinde (Şekil 5.18.a-b) ise  $\mu'$  değerlerinin 11 GHz değerlerine kadar hızlı bir şekilde artan, 11-18 GHz değerleri arasında dengeli ve çok küçük bir artışla 1.2 değerlerinde seyreden bir davranış gözlemlenmiştir. Co kaplı PAN bezlerine ait  $\tan \delta_\mu$  değerlerin de ise yine benzer bir davranışla çok küçük değerlerde 0 ile 0.1 oranları arasında değişen eğriler gözlemlenmiştir (Şekil 5.18.b).

Genel olarak Co kaplı kompozitler de gözlemlenen fiziksel parametre eğrilerinin beklenilenden biraz daha farklı bir davranış sergilediği bunda nedeninin kullanılan fiberin yapısında var olan PAN polimerin dielektrik özelliğinin daha baskın olmasından kaynaklanabileceği, ayrıca kompozit malzemenin kompleks manyetik geçirgenlik katsayı değerinin yüksek frekans bölgesindeki spin dönme bileşeninden genellikle etkilendiği [74] kabulü gösterilebilmektedir.

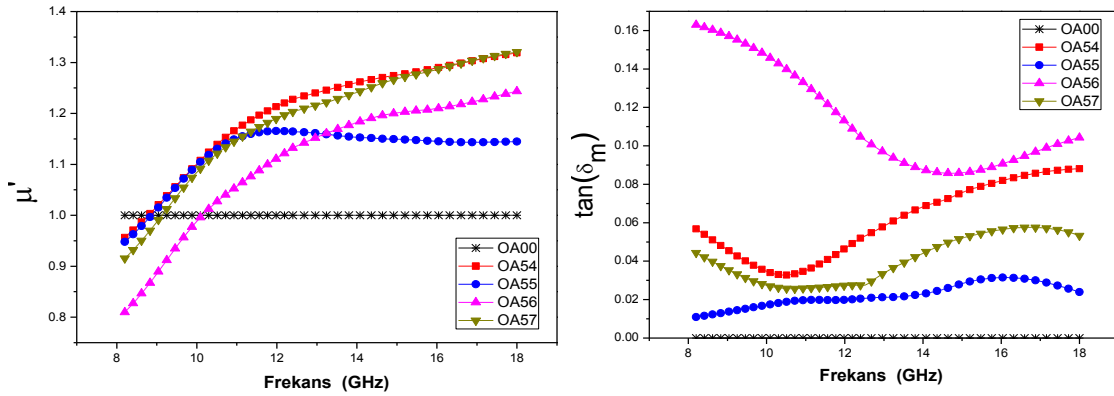
Şekil 5.19.a-b de eşit miktarlarda Ni ve Co nanometallerinin kompozisyonuyla hazırlanan farklı sürelerde  $\text{Ni}_{0.5}\text{Co}_{0.5}$  kaplanmış bezlerin kompleks dielektrik sabitini ve dielektrik kayıp tanjantlarını veren eğriler görülmektedir.



Şekil 5.19.  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks dielektrik sabiti reel bileşeni ( $\epsilon'$ ) ve b) dielektrik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\epsilon$ ) eğrileri.

Elektriksel geçirgenlik eğrilerinden de açıkça görüleceği üzere bu kompozisyonda nanometal kaplanmış kompozit PAN bezlerde daha yüksek  $\epsilon'$  değerleri gözlemlenmiştir. Şekil 5.19.a da ki  $\epsilon'$  değerlerinin kaplanan malzemenin kalınlığına bağlı olarak fark edilebilir bir düzeyde arttığı ve kaplama süresi en uzun olan OA57 numunesi için dielektrik sabiti değerinin yaklaşık 5 civarından başlayarak 10 GHz de 4 değerine ulaşır, frekans artışına bağlı olarak yüksek frekanslara doğru daha da dengeli bir davranışla 3.5 değerlerinde sabitlendiği görülmektedir.

Şekil 5.20.a-b de ise Ni-Co alaşımlı metal kaplanmış PAN bezlerin kompleks manyetik geçirgenlik katsayı ve dielektrik kayıp tanjantı değerlerini veren eğriler yer almaktadır.  $\mu'$  eğrilerinin 8.5 GHz in üzerindeki frekanslarda 1 değerinin üzerinde değerler aldığı ve 12 GHz frekansına kadar hızlı bir şekilde artıp, bu frekans değerinin üzerinde biraz daha yavaşlayarak artan bir davranışla tüm kalınlıklarda benzer bir karakteristik sergilediği gözlemlenmiştir. Manyetik kayıp tanjantı incelendiğinde ise çok küçük bir farkla yine tüm numunelerin OA56 numunesi hariç benzer karakterde davrandığı ve 10 GHz frekansına kadar önce azalan, bu frekansın üzerinde ise artan bir eğriyle hareket ettiği, diğer bir ifadeyle manyetik geçirgenlik değerinin kompleks bileşenin artış sergilediği söylenebilir (Şekil 5.20.b).



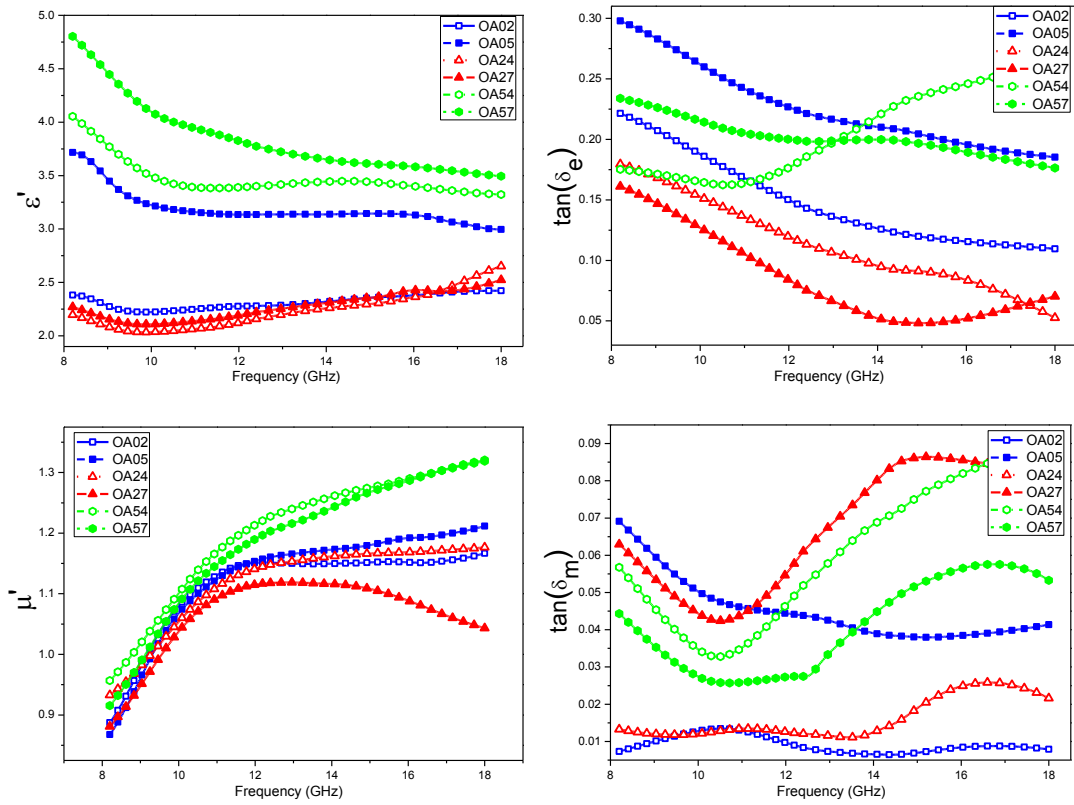
Şekil 5.20.  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  kaplı kompozitlerin frekansa bağlı a) kompleks manyetik geçirgenlik reel bileşeni  $\mu'$  ve b) manyetik kayıp tanjantı ( $\tan \delta_\mu$ ) eğrileri.

Özetle, kaplama koşullarına uygun olan en kısa ve en uzun sürelerde Ni, Co ve  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  kaplanmış PAN bezlerin kompleks elektriksel ve manyetik geçirgenliklerinin reel bileşenlerini, dielektrik ve manyetik kayıp tanjantlarını veren eğriler Şekil 5.21 de verilmiştir. Kaplama süresine bağlı olarak dielektrik kaybın arttığı açıkça görülmektedir. Fakat belirlenen uygun sürenin üzerine çıkıldığında tekrar yavaşça azalmaktadır.

Manyetik geçirgenlik katsayı eğrileri ise 12 GHz frekansına kadar hızlı bir şekilde artmakta, bu frekansın üzerinde ise daha yavaş bir seyirde artışını sürdürmekte olduğu gözlemlenmiştir.

Manyetik kayıp tanjantlarının ise dielektrik kayıp tanjantlarından daha düşük olduğu sonucuna varılmıştır. Kaplamalarda ki Ni oranına bağlı olarak malzemenin dielektrik özelliğinin daha baskın olduğu ayrıca tespit edilmiştir.

Ni-Co banyosunda kaplanmış PAN bezlerin ise daha fazla dielektrik özellik sergilediği ve kaplama süresine de bağlı olarak dielektrik soğuruculuğunun daha da etkin hale geldiği PAN kompozitlerin fiziksel parametrelerini veren grafiklerden açıkça görülmektedir. Ni-Co kaplanmış PAN bezlerin dielektrik kayıp tanjantlarının manyetik kayıp tanjantı değerleriyle kıyaslandığında dielektrik kayıp tanjantının daha yüksek olması nedeniyle, dielektrik özelliklerinin manyetik özelliklerinden daha baskın olduğu ve oluşan kompozitlerin soğuruculuğunun malzemenin dielektrik özelliğinden kaynaklandığı sonucuna varılmıştır (Şekil 5.21.a-d)



Şekil 5.21. En kısa ve en uzun süre Ni, Co ve  $\text{Ni}_{0.5}\text{Co}_{0.5}$  kaplanmış PAN bezlerin frekansa bağlı  $\epsilon'$ ,  $\mu'$ ,  $\tan \delta_e$  ve  $\tan \delta_m$  eğrileri.

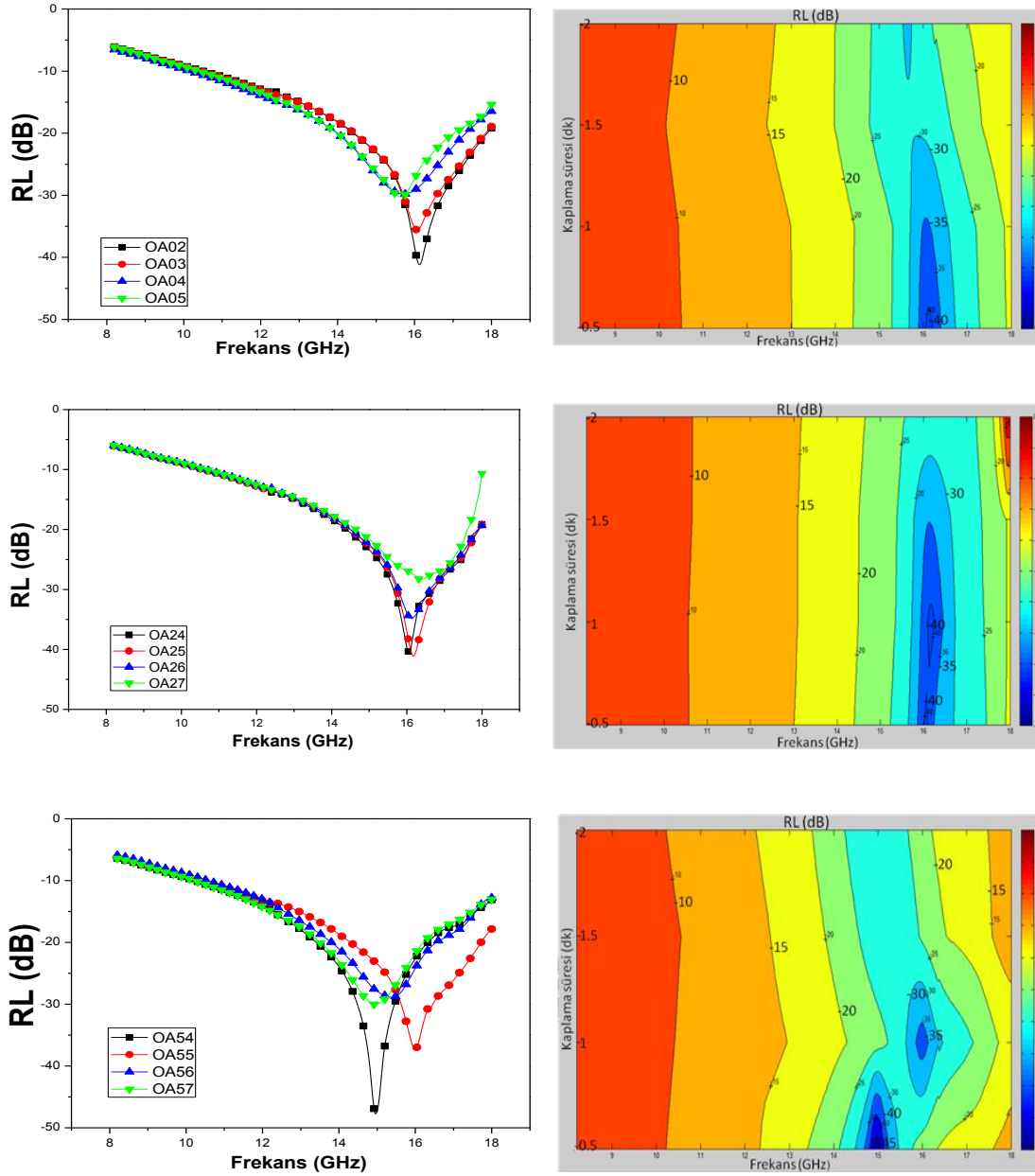
X.G. Liu ve arkadaşları tarafından (Fe, Ni)/C nano-kapsülleri üzerine yapılan bir çalışmada  $\epsilon'$  değerlerinin 2-18 GHz frekansları arasında 6-10 arasında değerler verdiği rapor edilmiştir [163]. Yine, Zhigao Xi ve arkadaşları [164] tarafından yapılan diğer bir çalışmada ise grafit üzerine Fe, Ni kaplanmış kompozitlerin  $\epsilon'$  değerlerinin 2-18 GHz frekansları arasında 8 ile 16 arasında değiştiği gösterilmiştir. Yine, yapılan başka bir çalışmada ise karbon kaplanmış demir nano-kapsüllerin kompleks elektriksel geçirgenlik değerlerinin bir önceki çalışmada yer alan aynı frekans aralığında 8-12 arasında değerlere sahip olduğu raporlanmıştır [165]. Bahsedilen çalışmalarda dielektrik sabiti ve dielektrik kayıp tanjantı grafiklerinde yavaşça azalan eğriler gözlemlenmiş olup, bizim çalışmamızda da bu değerlere uygun olarak, yalnız Ni ve uzun süreli Ni-Co kaplanmış malzemelerin empedans değerinin havanın empedans değerine yakın bir empedans ile düşük dielektrik sabite sahip olduğu benzer bir eğilim tespit edilmiştir. Sonuç olarak, yaptığımız çalışmaların literatürle uyum içerisinde olduğu anlaşılmıştır.

Metal kaplı kompozitlerin fiziksel parametreleri birlikte değerlendirildiğinde (Şekil 5.21) kompozitlerin dielektrik kayıp tanjantlarının 0.5 ile 0.3 arasında değişen bir davranış sergilediği görülmüştür. Hatta Ni ve Ni-Co kaplanmış kompozitlerde bu değerlerin daha da yüksek olduğu belirlenmiştir. Metal kaplı PAN bezlerin  $\mu'$  değerleri ise 0.9 ile 1.3 arasında değişen değerler almıştır. Bu değerler literatürde yer alan çalışmaların  $\mu'$  değerleriyle uyumlu olup, benzer sonuçlar elde edilmiştir [163-166]. Metal kompozitlerin manyetik kayıp tanjantı değerlerinin ise genel olarak dielektrik kayıp tanjantı değerlerinden düşük olduğu, dalgalanma şeklinde bir davranışla, Ni ve Ni-Co kaplı olanlarında 14-18 GHz frekansları arasında bir tepe yaptığı gözlemlenmiştir (Şekil 5.21). Elde edilen tüm fiziksel parametrelerin daha önce bahsedilen araştırmalarla uyumlu olduğu anlaşılmıştır. Referans [164] de ifade edilen dielektrik katkının soğurmada baskın olması özelliği bizim çalışmamızla da doğrulanmıştır.

Son olarak, bu tez çalışması kapsamında farklı sürelerde Ni, Co ve Ni<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub> kaplanmış PAN bezlerin fiziksel parametrelerinin yanı sıra dielektrik ve manyetik kayıp tanjantı değerleri GYTE-Mikrodalga laboratuvarlarında geliştirilen NRW algoritması kullanılarak yazılan programla hesaplatılmıştır. Yapmış olduğumuz hesaplamaların TÜBİTAK-MAM da ki VNA cihazlarında yüklü olan oldukça pahalı hazır ara yüz programı ile alınan ölçümlerle uyumlu olduğu ayrıca doğrulanmıştır [Ek-D].

### 5.3.3. PAN kompozitlerin yansıma kaybı (RL)

Metal kaplı PAN bezlerin mikrodalga soğurma özelliklerini belirlemek için elde ettiğimiz malzemelere ait elektriksel ve manyetik geçirgenlik katsayıları kullanılarak RL hesabı yapılmıştır. Hesaplanan frekansa bağlı RL ve kaplama süresine bağlı kontor eğrileri Şekil 5.22 de verilmiştir.



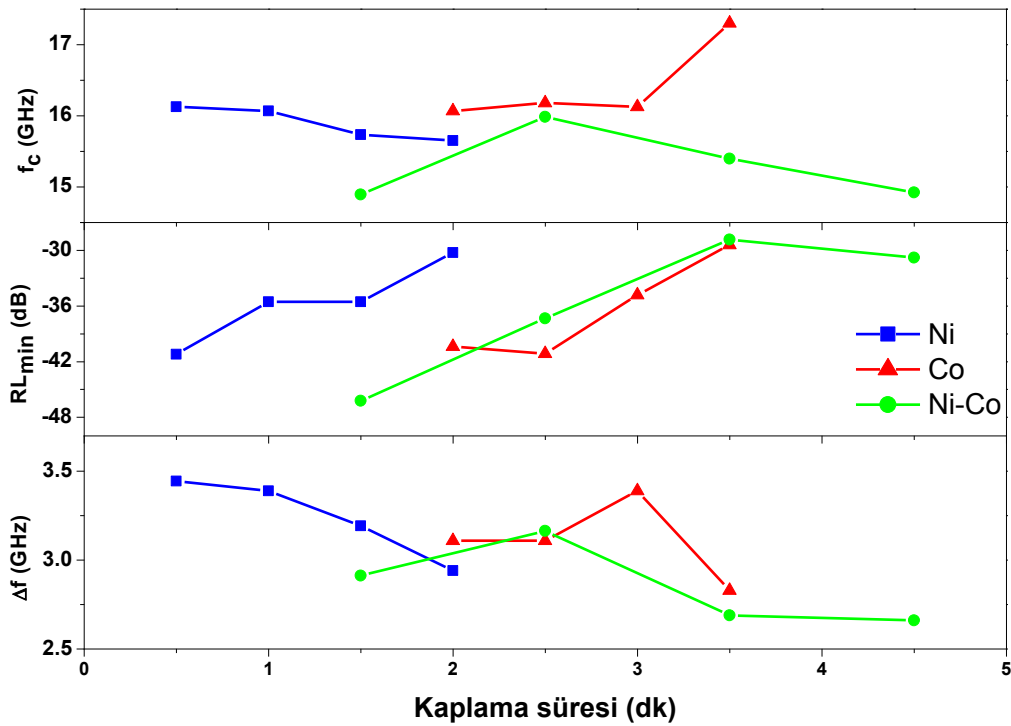
Şekil 5.22. Ni, Co ve Ni<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub> kaplanmış PAN bezlere ait frekansa bağlı a) yansımaya kaybı (RL) eğrileri ve b) kompozitlerin kaplama süresine bağlı RL eğrileri kontor grafikleri.

Ni kaplanmış kompozitlere ait RL eğrilerinde güçlü bir mikrodalga soğurma gözlenmektedir, bu soğurma pikinin kaplama süresinin artmasına (0.5-2 dk) bağlı olarak düşük frekanslara doğru kaydığı Şekil 5.22.a dan açıkça görülebilmektedir. OA05 numunesine ait RL eğrisinin diğer numunelerinkine kıyasla daha zayıf bir pik ile 15.6 GHz de -30.2 dB lik soğurma ya sahip olduğu belirlenmiştir. Ayrıca Co kaplanmış kompozitlerde de benzer sonuçlar gözlenmiştir olup, soğurma şiddeti

kaplama süresine bağlı olarak değişen tek bir pik vermektedir (Şekil 5.22.b). Ni-Co kaplı numunelerde ise soğurma piki kaplama süresinin artmasına bağlı olarak yüksek frekanslara kaymakta sonrasında tekrardan düşük frekanslara doğru hareket etmektedir.

Ayrıca, daha önce bahsetmiş olduğumuz Şekil 5.14 de yer alan soğurma ve parazit kalkan verimliliği grafiklerinde yüksek frekanslarda (16-18 GHz) gözlemlenen soğurma piklerinin, yukarıda incelediğimiz yansıma kaybı pikleriyle aynı karakterde olduğu yani elde edilen grafiklerin birbirlerini desteklediklerini belirlemiş olduk.

Şekil 5.23 de ise Ni, Co ve Ni<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub> kaplanmış kompozitlerin kaplama süresine bağlı olarak merkez frekans değişimleri ( $f_c$ -GHz), en düşük yansıma kaybı (RL) değerleri ve -20 dB sınırının altındaki frekans band genişliklerine ait değerleri görülmektedir.



Şekil 5.23. Ni, Co ve Ni<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub> kaplanmış PAN bezlere ait nanometal kaplama süresine bağlı a) merkez frekansları  $f_c$  (GHz) b) En düşük yansıma kaybı (RL) değerleri ve b) -20 dB sınırında frekans band genişlikleri çizimi.



Tüm bu değerler incelendiğinde OA02 numunesinin mikrodalga soğurma frekans bandının diğer numunelerinkinden daha geniş olduğu görülmektedir. Kaplama süresi arttıkça ise pikin şiddeti azalmakta fakat frekans band genişliğinin artmakta olduğu anlaşılmıştır. Minimum RL değerleri ise düşük sürelerde Ni ve Ni-Co kaplanmış numunelerde elde edilmiş olup, kaplama süresinin soğurma band genişliğini ve şiddetini doğrudan etkilediği sonucuna varılmıştır. En geniş bantta en iyi soğurucu malzemeyi elde etme amacımıza uyan kaplama koşullarına ise daha uzun süre kaplama yapılan Ni ve Ni-Co kompozisyonu ile ulaşıldığı tespit edilmiştir.

Özetle, kompozit malzemelerin mikrodalga soğurulması kaplama süresine kuvvetli bir şekilde bağlı olup, düşük sürelerde kaplanan kompozit malzemelerde keskin ve dar bir pik ile daha fazla yansıma kaybı tespit edilmiştir. Sürenin artmasıyla birlikte ise amacımıza uygun olarak daha geniş frekansta ve -35 dB civarında yansıma kaybı elde edilmiştir. Genel olarak, 14.3-15.8 GHz aralığındaki frekanslarda soğurma piki gözlenmiş ve bu pikin etkin soğurma band genişliği -20 dB lik yansıma kaybı sınırının altında 3.3-4.1 GHz olarak tespit edilmiştir. Yansıma kaybı pikleri ise -30 ile -50 dB arasındaki değerlerde elde edilmiştir.

## BÖLÜM 6. TARTIŞMA VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında ‘*Mikrodalga soğurucu nanoparçacıkların araştırılması*’ kapsamında yüksek mikrodalga soğurucu nanotozlar elde etmek için manyetik ve dielektrik dipollerin beraber olması gerektiği düşüncesinden yola çıkarak, nano tanecikli manyetik ve dielektrik dipoller içeren nanokompozit toz malzemeler sentezlenmiş, 8.2-18 GHz frekansları arasında elektromanyetik dalga yansıma ve geçirme özellikleri incelenmiştir. Sonrasında ise poliakrilinitril bezler nanometal tozlarla kaplanarak mikrodalga soğurma özellikleri araştırılmıştır. Böylece bu tez kapsamının da elde edilen uygun toz ve bez kompozitlerin kullanılmasıyla yüksek soğurma özelliğine sahip teknolojik ürüne dönüştürülebilecek kompozit malzeme tasarımı için temel incelemeler gerçekleştirilmiştir.

Dolgu malzemesi olarak farklı koşullarda manyetik (BaM) ve / veya dielektrik ( $\text{TiO}_2$ ) malzemeler ve çeşitli iletken polimerler kullanılarak farklı kalınlıklarda hazırlanan nanoparçacık kompozitler ile geniş frekans aralığında maksimum sönümlenme elde edilmeye çalışılmış, bu kompozit malzemelere uygun güvenilir ölçüm tekniği ve şartları belirlenmiştir.

Literatürde, dolgu maddesi olarak manyetik ve dielektrik malzemelerin kullanıldığı ve bunların iletken polimer bir tabakayla kaplanarak, parazit kalkan verimliliği değerlerinin artırılması ve daha iyi soğurma özelliği kazandırılmasına dair çalışmalar mevcuttur [138]. Bizim bu çalışmamızın literatürle uyum içerisinde olduğu, ayrıca PANI ve PPy kaplanmış polimer kompozitlerin daha iyi empedans uyumu sağladığı belirlenmiştir.

Bu tez çalışmasında ilk olarak farklı kalınlık ve farklı miktarlarda karıştırılan manyetik ve dielektrik nanoparçacıklarıyla hazırlanan BaM- $\text{TiO}_2$  ve PANI-BaM- $\text{TiO}_2$  kompozit nanotozların mikrodalga özellikleri araştırılmıştır. Sonuç olarak, kompozitteki dielektrik miktarı arttıkça malzemenin daha fazla dielektrik olduğu ve daha iyi soğurucu özellik taşıdığı görülmüştür.

Ayrıca bu çalışma ile PANI tabakasının kompozitlerin soğurma ve Parazit kalkan verimliliği üzerinde ciddi bir etkisinin olduğu belirlenmiş oldu. Polimer etkisinin kaplanmamış kompozitlerle karşılaştırıldığında soğurmasında kaplamanın beş katı kadar bir artışa yol açabileceği ayrıca tespit edilmiştir.

Yapılan diğer bir PPy polimeri kaplanmış hekzaferrit nanotoz çalışmasında ise, X ve P bandını kapsayan frekans aralığında dielektrik ölçümleri yapılan kompozit nanotozların dielektrik kayıplarının, PPy kaplanmış numuneler de kaplanmamış numunelere nazaran daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir.

PPy kaplanmış numunelerin RL şiddetlerinin, kaplanmamış kompozit nanoparçacık numunelere nazaran daha düşük ve piklerin daha geniş olduğu RL eğrilerinden tespit edilmiştir. Kaplanmamış kompozit malzemelerdeki BaM miktarının artmasıyla RL piklerinin şiddetleri de artmakta ve piklerin daha düşük frekanslara doğru kaydığı tespit edilmiştir. -20 dB den daha düşük RL değerine sahip olan numunelerden A21 numunesine ait RL piki en şiddetli pik olup, 17.5 GHz civarında -45 dB (%99) değerine ulaşmaktadır. PPy kaplanmış numunelerden B11 numunesi ise sınır değeri -20 dB nin altında 14.4 GHz ile 16.5 GHz arasındaki geniş frekans bölgesini kapsayacak şekilde -35 dB lerde RL piki elde edilmiştir.

Bizim amacımız gereği geniş frekans bandında etkin soğurucu özelliğe sahip malzemenin üretilmesi koşuluna uygun olarak polimer kaplı malzemenin daha iyi sonuç verdiği anlaşılmıştır.

Parazit kalkan verimliliğinde malzemenin dielektrik özelliğinin baskın olduğu yapılan ölçümlerden anlaşılmıştır. Malzemenin dielektrik özelliğinin maksimum olduğu en ideal örnek ise, düşük yoğunlukta ve dolgu malzemesi  $TiO_2$  oranının en fazla olduğu, dielektrik özelliği ile PPy polimeri kaplanmış B12 numunesi olup, diğer numunelere göre en iyi koruyucu kalkan verimliliği değerlerini verdiğini söyleyebiliriz. Bu numunenin en etkin parazit kalkan verimliliğine sahip olduğu yapılan incelemelerden anlaşılmıştır.

Geliştirilen teknik ve yöntemlerle %99'lara varan soğurucu özelliğine sahip nanoparçacıklardan oluşan daha hafif malzemeler elde edilebilmiştir.

Son olarak, bu tez çalışması kapsamında farklı sürelerde Ni, Co ve  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  kaplanmış PAN bezlerin fiziksel parametrelerinin yanı sıra dielektrik ve manyetik

kayıp tanjantları kullanılarak, yansıma kaybı-RL değerleri GYTE-Mikrodalga laboratuvarlarında geliştirilen NRW algoritması kullanılarak yazılan programla hesaplatılmıştır. Metal kaplanmış PAN bezlerin kaplama süresine bağlı olarak dielektrik kayıplarının arttığı ancak, uygun sürenin üzerine çıkıldığında tekrar yavaşça azaldığı belirlenmiştir. Buradan kaplama süresinin önemi anlaşılmıştır.

Ni-Co alaşımıyla nanometal kaplanmış PAN bez kompozitlerin daha fazla dielektrik özellik sergilediği ve kaplama süresine de bağlı olarak dielektrik soğuruculuğunun daha da etkinleştiği anlaşılmıştır.  $Ni_{0.5}Co_{0.5}$  kaplanmış PAN kompozitlerin dielektrik özelliklerinin manyetik özelliklerinden daha baskın olduğu ve oluşan kompozitlerin soğuruculuğunun malzemenin dielektrik özelliğinden kaynaklandığı sonucuna varılmıştır.

Elde edilen tüm fiziksel parametrelerin daha önce bahsedilen araştırmalarla uyumlu olduğu anlaşılmıştır. Referans [164] de ifade edilen dielektrik katkının soğurmada baskın olması özelliği bizim çalışmamızla da doğrulanmıştır.

Kompozit malzemelerin mikrodalga soğurulması kaplama süresine kuvvetli bir şekilde bağlı olup, düşük sürelerde kaplanan kompozit malzemelerde keskin ve dar bir pik ile daha fazla yansıma kaybı tespit edilmiştir. Sürenin artmasıyla birlikte ise amacımıza uygun olarak daha geniş frekansta ve -35 dB civarında yansıma kaybı elde edilmiştir. Genel olarak, 14.3-15.8 GHz aralığındaki frekanslarda soğurma piki gözlenmiş ve bu pikin etkin soğurma band genişliği -20 dB lik yansıma kaybı sınırının altında 3.3-4.1 GHz olarak tespit edilmiştir. Yansıma kaybı pikleri ise -30 ile -50 dB arasındaki değerlerde elde edilmiştir. Ayrıca yapılan çalışmaların literatürle uyum içerisinde olduğu ve amaçlanan geniş bantta soğuruculuk verimliliği daha yüksek olan sonuçların elde edildiği referanslarla desteklenmiştir.

## KAYNAKLAR

- [1] KNOTT E.F., SHAFFER J.F., TULEY M.T., Radar Cross Section, 2nd Edition, Scitech Publishing, 2004.
- [2] VINOY K.J. and JHA R. M., Trends in Radar Absorbing Materials Technology, Sadhana, Vol. 20, Part 5, October 1995, pp. 815-850.
- [3] SALISBURY W.W., Absorbent body for electromagnetic waves, US Patent 2 599 944, 1952.
- [4] DALLENBACH W. AND KLEINSTEUBER W., Hochfrequenztech. & Elektroakust. Vol.51, pp.152, 1938.
- [5] HALPERN, O., US Patent 2923934, 1960.
- [6] CONNOLLY, T. M.; LUOMA, E. J., US Patent 4038660, 1977.
- [7] PRATT, B. C., US Patent 2992425, 1961.
- [8] VLADIMIR B. BREGER, Advantages of Ferromagnetic Nanoparticle Composites in Microwave Absorbers, IEEE Transactions on magnetics, Vol. 40, No. 3, May 2004.
- [9] PENG C.H, HWANG C.C., WAN J., TSAI J.S., CHEN S.Y., Microwave-absorbing characteristics for the composites of thermal-plastic polyurethane (TPU)-bonded NiZn-ferrites prepared by combustion synthesis method, Materials Science and Engineering B 117 27–36, 2005.
- [10] KAGOTANI T., KOBAYASHI R., SUGIMOTO S., INOMATA K., OKAYAMA K., AKEDO J., Magnetic Properties and Microwave Characteristics of Ni-Zn-Cu Ferrite Film Fabricated by Aerosol Deposition Method, Journal of Magnetic And Magnetic Materials 290-291,1442-1445, 2005.
- [11] KAVAS, H., Nano-Manyetik Kompozit Temelli Elektromanyetik Radyasyon Soğurucu Malzeme Geliştirilmesi' başlıklı doktora tezi, GYTE, 2010.

- [12] KAVAS H., DURMUS Z., BAYKAL A., ASLAN A., BOZKURT A., TOPRAK M. S., Conducting and Magnetic PVTri-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanocomposites, *Journal of Non-crystalline Solids* 356 (2010) 484–489.
- [13] BİRSÖZ B., BAYKAL A., SÖZERİ H., TOPRAK M.S., Synthesis and Characterization of Polypyrrole-BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> Nanocomposite, *J. Alloys Comp.* 493, 481–485, 2010.
- [14] SÖZERİ H., Simple recipe to synthesize single-domain BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> with high saturation magnetization, *J. Magn. Magn. Mater.* 321, 2717, 2009.
- [15] SÖZERİ H., GHAZANFARİ N., The synthesis of nanocrystalline YIG in an ammonium nitrate melt, *Mater. Chem. Phys.* 113, 977, 2009.
- [16] SÖZERİ H., Effect of pelletization on magnetic properties of BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>, *J. Alloys Comp.* 486, 809, 2009.
- [17] SÖZERİ H., OZKAN H., GHAZANFARİ N., Properties of YBCO superconductors prepared by ammonium nitrate melt and solid-state reaction methods, *J. Alloys Comp.* 428 (1-2), 2007.
- [18] KÜÇÜK İ., SÖZERİ H., ÖZKAN H., Improvement in coercivity and saturation magnetization of nanocrystalline BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> with La doping, Submitted to *Journal of Alloys and Compounds*.
- [19] BAYKAL A., KASAPOĞLU N., KÖSEOĞLU Y., TOPRAK M. S., BAYRAKDAR H., CTAB-assisted hydrothermal synthesis of NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and its magnetic characterization, *J. Alloys Comp.* 464, 514–518, 2008.
- [20] KASAPOĞLU N., BİRSÖZ B., BAYKAL A., KÖSEOĞLU Y., TOPRAK M. S., Synthesis and magnetic properties of octahedral ferrite Ni<sub>χ</sub>Co<sub>1-χ</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanocrystals, *Cent. Eur. J. Chem.* 5(2), 570–580, 2007.
- [21] DURMUS Z., BAYKAL A., KAVAS H., DİREKÇİ M., TOPRAK M. S., Ovalbumin mediated synthesis of Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, *Polyhedron* 28, 2119–2122, 2009.
- [22] DURMUS Z., KAVAS H., BAYKAL A., TOPRAK M. S., Preparation and Characterization of Polyaniline/Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposite, submitted to *Current Applied Physics*.
- [23] ÖZKAYA T., BAYKAL A., TOPRAK M.S., 2-pyrrolidone - Capped Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanocrystals, *Cent. Eur. J. Chem.* 6(3), 465–469, 2008.
- [24] KAVAS H., DURMUS Z., ŞENEL M., KAZAN S., BAYKAL A., TOPRAK M. S., CTAB-Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposites: Synthesis, NMR and Low Temperature EPR studies, *Polyhedron* 29 (5), pp. 1375-1380, 2010.

- [25] ZEHRA D., HÜSEYİN K., TOPRAK M. S., BAYKAL A., Altınçekic T. G., Aslan A., Bozkurt A., Cosgun S., L-lysine coated iron oxide nanoparticles: Synthesis, structural and conductivity characterization, *J. Alloys Comp.* 484, 371–376, 2009.
- [26] UNAL B., TOPRAK M.S., DURMUS Z., SÖZERİ H., BAYKAL A., Synthesis, Structural and Conductivity Characterization of Alginate Acid-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanocomposite, *Journal of Nanoparticle Research* 12 (8), pp. 3039-3048, 2010.
- [27] DURMUS Z., SÖZERİ H., UNAL B., BAYKAL A., TOPRAK M.S., Magnetic and dielectric characterization of alginate acid-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposite, *Polyhedron* 30 (2), pp. 322-328, 2011.
- [28] DURMUS Z., KAVAS H., BAYKAL A., TOPRAK M. S., Preparation and Characterization of Polyaniline / Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposite, *Physica B: Condensed Matter*. 406 (5), pp. 1114-1120, 2011.
- [29] XIE J.L, HAN M., CHEN L., KUANG R., DENG L., Microwave-absorbing properties of NiCoZn spinel ferrites, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* , *J. Magn. Magn. Mater.* 314, 37, 2007.
- [30] MIN E.H., KIM M.S., KOH J.G., Study of an Electromagnetic Wave Absorber Prepared with Fe-Si-Cr for Mobile Phones *J. Korean Phys. Society* 53 (4), 2086, 2008.
- [81] LI Z., DENG Y., SHEN B., HU W., Preparation and microwave absorption properties of Ni-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> hollow spheres, *Materials Science and Engineering B, Mater. Sci. Eng.B*, 164, 112, 2009.
- [32] ZHAO D.L, LV Q., SHEN Z.M., Fabrication and microwave absorbing properties of Ni-Zn spinel ferrites, *J. Alloys Comp.* 480, 634, 2009.
- [33] J.C.APHESTEGUY, DAMIANI A., DIGIOVANNI D., JACOBO S.E., Microwave-absorbing characteristics of epoxy resin composites containing nanoparticles of NiZn- and NiCuZn-ferrites, *Physica B* 404, 2713, 2009.
- [34] SUNNY V., KURIAN P., MOHANAN P., JOY P.A., Anantharaman M.R., A flexible microwave absorber based on nickel ferrite nanocomposite, *J. Alloys Comp.* 489, 297–303 (2010).
- [35] PARK K.Y., HAN J.H., LEE S.B., KIM J.B., YI J.W., LEE S.K., Effect of short carbon fibers and MWCNTs on microwave absorbing properties of polyester composites containing nickel-coated carbon fibers, *Comp. Sci. Tech.* 69, 1271, 2009.

- [36] LIM K.M., KIM M.C., LEE K.A., PARK C.G., Electromagnetic Wave Absorption Properties of Amorphous Alloy–Ferrite–Epoxy Composites in Quasi-Microwave Band, *IEEE Trans. Magn.* 39 (3), 1836, 2003.
- [37] NIE Y., HE H., ZHAO Z., GONG R., YU H., Preparation, surface modification and microwave characterization of magnetic iron fibers, *J. Magn. Mater.* 306, 125, 2006.
- [38] SHARMA R., AGARWALA R.C., AGARWALA V., Development of radar absorbing nano crystals by microwave irradiation, *Materials Letters, Mater. Lett.* 62, 2233, 2008.
- [39] GHASEMI A., HOSSEINPOUR A., MORISAKO A., LIU X., ASHRAFIZADEH A., Investigation of the microwave absorptive behavior of doped barium ferrites, *Mater. Design* 29, 112, 2008.
- [40] QIU J., SHEN H., GU M., Microwave absorption of nanosized barium ferrite particles prepared using high-energy ball milling, *Powder Tech.* 154, 116, 2005.
- [41] ZHANG L., LI Z., Synthesis and characterization of SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanocomposites with core-shell structure, *J. Alloys Comp.* 469, 422, 2009.
- [42] SUGIMOTO S., KONDO S., et.al. M-Type Ferrite composite as a microwave absorber with wide bandwidth in the GHz range, *IEEE Trans. Magn.* 35(5), 3154, 1999.
- [43] HAN M., DENG L., Doping effect of multiwall carbon nanotubes on the microwave electromagnetic properties of NiCoZn spinel ferrites, *Appl. Phys. Lett.* 90, 011108, 2007.
- [44] QI X., YANG Y., ZHONG W., DENG Y., AU C., DU Y., Yang Large-scale synthesis, characterization and microwave absorption properties of carbon nanotubes of different helicities, *J. Solid Stat. Chem.* 182, 2691–2697, 2009.
- [45] PARK K.Y., HAN J.H., LEE S.B., KIM J.B., YI J.W., LEE S.K., *Proc. of SPIE Vol 6929, 69282G-1*, 2008.
- [46] FAN Y., YANG H., LIU X., ZHU H., ZOU G., Preparation and study on radar absorbing materials of nickel-coated carbon fiber and flake graphite, *J. Alloys Comp.* 461, 490, 2008.
- [47] JUN Z., PENG T., JINCHENG X., Preparation and study on radar-absorbing materials of cupric oxide-nanowire-covered carbon fibers, *Appl. Surface Sci.* 255, 4916–4920, 2009.



- [48] ZHANG X.F., DONG X.L., HUANG H., LV B., LEI J.P., CHOI C.J., Microstructure and microwave absorption properties of carbon-coated iron nanocapsules, *J.Phys.D:Appl. Phys.* 40, 5383, 2007.
- [49] HASHIMOTO O., “Recent technologies for new wave absorber and its applications”, *Shiemushi*, pp.1-30, 1999.
- [50] SHIN J.Y., OH J.H., The Microwave Absorbing Phenomena of Ferrite Microwave Absorbers, *IEEE Trans. Mag.* Vol.29, pp.3437, Nov. 1993.
- [51] KWON H.J., SHIN J.Y., OH J.H., The microwave absorbing and resonance phenomena of Y-type hexagonal ferrite microwave absorbers, *J. Appl. Phys.* 75, 6109, 1994.
- [52] NAKAMURA T., MIYAMOTO T., YAMADA Y., Complex permeability spectra of polycrystalline Li–Zn ferrite and application to EM-wave absorber, *J. Magn. Magn. Mater.* 256, 340, 2003.
- [53] SINGH A.K., GOEL T.C., MENDIRATTA R.G., THAKUR O.P., PRAKASH C., Dielectric properties of Mn-substituted Ni–Zn ferrites, *J. Appl. Phys.* 91, 6626, 2002.
- [54] PETROV, V.M., Microwave Dielectric Properties of Ferroelectrics, in *Segnetomagnitnye veshchestva (Magnetolectric Materials)*, Moscow: Nauka, pp. 152–164, 1990.
- [55] SUETAKE, K. AND NAITO, YO, USA Patent 3737903, 1973.
- [56] WRIGHT, R.W., USA Patent 4012738, 1977.
- [57] TINO, M. AND HASEGAWA, T., Microwave-Absorbing Coatings: 2. Prototype Design of Thin-Film Broadband 3-cm Absorber, *Boei Daigakko Rikogaku Kenku Hokoku*, vol. 14, no. 1/2, pp. 21–34, 1976.
- [58] PETROV, V.M., MIROVITSKII, D.I., AND DOBROVENSII, V.V., USSR Inventor’s Certificate no. 1447179, 1986.
- [59] SHIN J., OH H., The Microwave Absorbing Phenomena of Ferrite Microwave Absorbers, *IEEE Trans. Magn.* 29, 3437, 1993.
- [60] OTA H., KIMURA M., SATO R., OKAYAMA K., KONDO S., HOMMA M, Broadband Microwave Absorber Using M-type Hexagonal Ferrite, *IEEE Symp. Electromagn. Compatibility*, 2, 590, 1999.
- [61] ZHANG H., ZHICHAO L., CHENGLIANG M., XI Y., LIANGYING Z., MINGZHONG W., Complex permittivity, permeability, and microwave absorption of Zn- and Ti-substituted barium ferrite by citrate sol\_/gel process, *Mater Sci. Eng. B* 96, 289, 2002.

- [62] RUAN S, XU B, SUO H, WU F, XIANG S, ZHAO M, Microwave absorptive behavior of ZnCo-substituted W-type Ba hexaferrite nanocrystalline composite material, *J. Magn. Magn. Mater.* 212, 175, 2000.
- [63] JOHN H., THOMAS R.M., JACOB J., MATHEW K.T., JOSEPH R., Conducting polyaniline composites as microwave absorbers, *Poly. Comp.* 28(5), 588, 2007.
- [64] DHAWAN SK, SINGH K., BAKSHI AK, OHLAN A., Conducting polymer embedded with nanoferrite and titanium dioxide nanoparticles for microwave absorption, *Synt. Metals* 159, 2259–2262, 2009.
- [65] OHLAN A., SINGH K., CHANDRA A., DHAWAN SK, Microwave absorption properties of conducting polymer composite with barium ferrite nanoparticles in 12.4–18 GHz, *App. Phys. Lett.* 93, 53114, 2008.
- [66] SINGH K., OHLAN A., BAKSHI AK, DHAWAN SK, Synthesis of conducting ferromagnetic nanocomposite with improved microwave absorption properties, *Mater. Chem. Phys.* 119, 201–207, 2010.
- [67] OHLAN A., SINGH K., CHANDRA A., SINGH V.N., DHAWAN SK, Conjugated polymer nanocomposites: Synthesis, dielectric, and microwave absorption studies, *J. Appl. Phys.* 106, 44305, 2009.
- [68] JIANG J., AI L., LI L., Multifunctional Polypyrrole/Strontium Hexaferrite Composite Microspheres: Preparation, Characterization, and Properties, *J. Phys. Chem. B* 113, 1376, 2009.
- [69] LIU J.R., ITOH M., MACHIDA K., Electromagnetic wave absorption properties of  $\text{-Fe/Fe}_3\text{B/Y}_2\text{O}_3$  nanocomposites in gigahertz range, *Appl. Phys. Lett.* 83, 4017, 2003.
- [70] OLMEDO L., HOURQUEBIE P., JOUSSE F., Microwave absorbing materials based on conducting polymers, *Advan. Mater.* 5 (5), 373, 1993.
- [71] TEHRANI M.K., GHASEMI A., MORADI M., ALAM R.S., *J. Alloys Compd.* 509, 8398, 2011.
- [72] GHASEMI A., *J. Magn. Magn. Mater.* 324, 1080, 2012.
- [73] RADO G.T., *Rev. Mod. Phys.* 25, 81, 1953.
- [74] NAKAMURA T., TSUTAOKA T., HATAKEYAMA H., *J. Magn. Magn. Mater.* 138, 319, 1995.
- [75] DAVID M. POZAR, *Microwave Engineering*, 3rd Edition John Wiley & Sons, Inc. 2005.

- [76] PETROV V. M. and GAGULIN V. V., *Inorganic Materials*, Vol. 37, No. 2, 93, 2001.
- [77] WANG Y., JING X., *Polym. Adv. Technol.* 16, 344, 2005.
- [78] CHANDRASEKHAR P., *Conducting Polymers, Fundamentals and Applications: A Practical Approach (1st Ed.)* Kluwer Academic Publishers, London 1999.
- [79] OLMEDO L., HOURQUEBIE P., JOUSSE F., *Handbook of Organic Conductive Molecules and Polymers (Ed: HS Nalwa)*, John Wiley and Sons Ltd., Chichester 1997.
- [80] PULLAR, R.C., *Hexagonal Ferrites: a Review of the Synthesis, Properties and Applications of Hexaferrite Ceramics*, *Progress in Materials Science* (2012), doi: 10.1016/j.pmatsci.2012.04.001.
- [81] *Measurement of dielectric material Properties*, Rohde & Schwarz-Application Note RAC0607-0019, CY Kuek 07, 2006.
- [82] POZAR D.M., *Microwave Engineering*, 3rd Edition John Wiley & Sons, Inc. 2005.
- [83] CHEN L. F., ONG C. K., NEO C. P., VARADAN V. V. and VARADAN V. K., *Microwave Electronics Measurement and Materials Characterization*, 2004 John Wiley & Sons, Ltd ISBN: 0-470-84492-2, 2004.
- [84] GRIFFITHS D.J., *Introduction to Electrodynamics (3rd Edition)*, Published: January 9th 1999 by Benjamin-Cummings Publishing Company.
- [85] GHODGAONKAR D.K., VARADAN V.V., VARADAN V. V., *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 39, 387-394.
- [86] BAKER-JARVIS, J NIST Technical Note, National Institute of Standards and Technology, Boulder, CO,USA, 1990.
- [87] BAKER-JAVIS J., JANEZIC, M.D., GROSVENOR, J.H. JR , GEYER, R.G. NIST Technical Note National Institute of Standards and Technology, Boulder CO, 1993.
- [88] NICOLSON, A. M. AND G. F. ROSS, *Measurement of intrinsic properties of materials by time domain techniques*, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, Vol. IM-19, 377–382, November 1970.
- [89] WEIR, W. B., *Proceedings of the IEEE*, 62 (1), 33–36, 1974.

- [90] WEIR, W. B., Automatic measurement of complex dielectric constant and permeability at microwave frequencies, Proc. IEEE, Vol. 62, 33–36, January 1974.
- [91] LEE C.A., DALMAN G.C., Microwave Devices, Circuits and Their Interaction, Wiley Series in Microwave and Optical Engineering, 1994.
- [92] BAILEY A.E., Microwave Measurements, IEE Electrical Measurement, 1989.
- [93] S-Parameter Design, Application Note 154 Hewlett-Packard Company, 1990.
- [94] YARAN Ş., ALTINSOY I., CELEP M., HAYIRLI C.; S-parametreleri Ölçümleri, TMMOB Makine Mühendisleri Odası Eskişehir Şubesi III. Ulusal Ölçübilim Kongresi 7-8 Ekim 1999, Eskişehir-Türkiye.
- [95] DEAN A. FRICKEY, MEMBER, Conversions Between S, Z, Y, h, ABCD, and T Parameters which are Valid for Complex Source and Load Impedances, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques Vol 42, No.2, February 1994.
- [96] S-Parameter Techniques; HEWLETT PACKARD Test & Measurement Application Note 1995-1; <http://www.hp.com/go/tmappnotes>, 1995.
- [97] Network Analyzer Basics; Agilent Technologies; [www.agilent.com/find/backtobasics](http://www.agilent.com/find/backtobasics).
- [98] Agilent AN 1287-1 Understanding the Fundamental Principles of Vector Network Analysis Application Note; Copyright © 1997, 2000 Agilent Technologies Printed in U.S.A. 8/005965-7707E, 2000.
- [99] Rectangular Waveguides; Dr. S. Cruz-Pol INEL 6216 University of Puerto Rico Mayagüez.  
<http://www.ee.surrey.ac.uk/Personal/D.Jefferies/wguide.html>, 09.02.2012.
- [100] KEITH W. WHITES; Lecture notes, Lecture 10: TEM, TE and TM Modes for Waveguides. Rectangular Waveguide; 2011.
- [101] Microwave Dielectric Spectroscopy Workshop; Measure the Difference, Copyright 2004; [www.agilent.com/find/materials](http://www.agilent.com/find/materials), 05.07.2011.
- [102] NAITO Y., SUETAKE K., Application of Ferrite to Electromagnetic Wave Absorber and Its Characteristics. IEEE trans. microwave Eng. Theory Techn., 65, 19, 1971.
- [103] CHEW W.C, Waves and Fields in Inhomogeneous Media, IEEE Pres, New York, 1995.

- [104] VINOY KJ, JHA RM., Radar absorbing materials from theory to design and characterization. Boston: Kluwer Academic Publishers, 1996.
- [105] SAVILLE P., HUBER T., MAKEIFF D, Fabrication of Organic Radar Absorbing Materials A Report on the TIF Project; Technical Report DRDC Atlantic TR 2005-124, May 2005.
- [106] SIIRIG C., HEMPEL K.A., MILLER R. and GÖRNERT P., J. Magn. Mater. 150, p. 270, 1995.
- [107] FULLER A.J.B., Ferrites at microwave frequency, Peter Peregrinus Ltd. 1987.
- [108] WOHLFARTH E.P, Handbook of Magnetic Materials, Volume 3, North-Holland Publishing Company, 1982.
- [109] PAULA A.L., REZENDEM.C., BARROSO J.J.; Experimental measurements and numerical simulation of permittivity and permeability; J. Aerosp.Technol. Manag., São José dos Campos, Vol.3, No.1, pp. 59-64, Jan. - Apr., 2011.
- [110] YUZCELİK C.K., Radar Absorbing Material Design, 1st Lieutenant; Turkish Air Force Industrial Engineering, Turkish Air Force Academy, September 2003.
- [111] VINOY K.J. and JHA R. M., Radar Absorbing Materials, From Theory to Design and Characterization, National Aerospace Laboratories Bangalore India 560 017, Kluwer Academic Publishers, 1996.
- [112] YUAN C. L., HONG Y. S.; Microwave adsorption of core-shell structure polyaniline/SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> composites; J Mater Sci 45:3470-3476 DOI 10.1007/s10853-010-4375-x, 2010.
- [113] KIM Y.J. & KIM S.S, Magnetic and microwave absorbing properties of Ti and Co substituted M-hexaferrites in Ka-band frequencies (26.5~40 GHz); J Electroceram 24:314-318, 2010;
- [114] ANJUM S., SHAHIDRAFIQUE M., KHALEEQ-UR-RAHMAN M., SIRAJ K., ARSLANUSMAN, HUSSAIN S.I., NASEEM S.; Investigation of induced parallel magnetic anisotropy at low deposition temperature in Ba-hexaferrites thin films; J. Magn. Mag. Mat., 324 711-716, 2012.
- [115] YUAN C. L., HONG Y. S. and LIN C. H., J. Magn. Mag. Mat. 323 1851, 2011.
- [116] XU P., HAN X., JIANG J., WANG X., LI X. and WEN A., J. Phys. Chem. C 111, 12603, 2007.

- [117] YUAN C. L., HONG Y. S. and LIN C. H., *J. Magn. Mag. Mat.* 323, 1851, 2011.
- [118] ANZAI H., NAITO Y., MIZUMOTO T., TAKAHASH M., Effect of the ferrite tiles' gap on ferrite electromagnetic wave absorber, 1995 IEEE International Symposium on Electromagnetic Compatibility, August 1995, Atlanta, Technical Digest, 297, 1995.
- [119] CHUNG D. D. L., Electromagnetic interference shielding effectiveness of carbon materials, *Carbon* 39, 279–285, 2001.
- [120] BOGUSH V., 'Application of Electroless Metal Deposition for advanced Compozite Shielding Materials', *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials* Vol. 7, No. 3, 1635 – 1642, June 2005.
- [121] LYNKOV L .M., GLYBIN V. P., SELIVYORSTOVA T. S., BOGUSH V. A., A method for ion-exchanging fibre material production, Pat. BY 6118 C1 C 08J 5/20, 7/06, 2003.
- [122] GLYBIN V., LYNKOV L., BOGUSH V., *Physics Chemistry and Application of Nanostructure Reviews and Short Notes to Nanomeeting 99*, World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd, C251, 1999.
- [123] GREGORY R. V., KIMBRELL W. C., KUHN H. H., *Synth. Met.*, 28, C823, 1989.
- [124] MOHAMED A.B.H., MIANE J. L., ZANGAR H., *Polymer International*, 50, 773, 2001.
- [125] ARMES S.P., VINCENT B. J., *Chem. Soc., Chem. Commun.*, 288, 1987.
- [126] ARMES S.P., MILLER J. F., VINCENT B. J., *Colloid Interface Sci.*, 118, 410, 1987.
- [127] BOGUSH V. A., Composite metal containing fiber materials for flexible electromagnetic shields, Ph.D. Thesis, Department of Radioelectronics devices, BSUIR, April 2000.
- [128] SVIRIDOV V., et al. Electroless deposition of metals from aqueous solutions, Minsk, Universitetskoe, 1987 (in Russian).
- [129] MATTHEW WAYNE FULLER; High Permittivity and High Permeability of Nanoparticles in Conducting Polymer Films, Thesis Presented for Master of Science Degree; The University of Tennessee – Knoxville; August 2009.

- [130] WEJRZANOWSKI T., PIELASZEK R., OPALIŃSKA A., MATYSIAK H., ŁOJKOWSKI W., KURZYDŁOWSKI K.J., Analytical expression for diffraction line profile for polydisperse powders, in: 19th Conference on Applied Crystallography, World Scientific, Kraków, Poland, pp. 43-50, 2003.
- [191] RIETVELD H., A profile refinement method for nuclear and magnetic structures, *J. Appl. Cryst.* 2, 65-71, 1969.
- [132] SHIRK B. and BUESSEM W., *J. Appl. Phys.* Vol. 40, p. 1294, 1969.
- [133] KITTEL C., *Rev. Mod. Phys.* 21, 541, 1949.
- [134] STONER C., Wohlfarth E.P., *Phil. Trans. Roy. Soc. London* 240, 599, 1948.
- [135] KOWSAR MAJID, TABASSUM R., SHAH A. F., AHMAD S., SINGLA M. L., *J Mater Sci: Mater Electron*, 20:958–966, 2009.
- [136] SÖZERİ H., DURMUŞ Z., BAYKAL A., UYSAL E., *Mater. Sci. Eng. B* (2012), <http://dx.doi.org/10.1016/j.mseb.2012.04.023>, 2012.
- [137] DURMUS Z., UNAL B., TOPRAK M.S., SOZERİ H., BAYKAL A., *Polyhedron* 30, 1349–1359, 2011.
- [138] ABBAS S.M., Chatterjee, Dixit A.K., Kumar A.V.R., Goel T.C., *J. Appl. Phys.* 101, 074105, 2007.
- [139] BAKER-JARVIS J., VANZURA E. J., and KISSICK W. A., *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 38 (8), 1096–1103. 1990.
- [140] IWAUCHI K., *Jpn. J. Appl. Phys.* 10, 1520, 1971.
- [141] YUSOFF A. N., ABDULLAH M.H., *J. Magn. Magn. Mater.* 269, 271 2004.
- [142] CHEN N., MU G., PAN X., GAN K., GU M., *Mater. Sci. Eng. B* 139, 256, 2007.
- [143] HONGYING L., HAIFENG Z., LANYING Y., JIJING X., SHUCAI G., JIAN M., GUANGYAN H., RARE J., *Earths* 25, 590, 2007.
- [144] GHASEMI A., MORİSAKO A., *J. Alloys Compd.* 456 (1), 485, 2008.
- [145] LI Z.W., WU Y.P., LIN G.Q., CHEN L., *J. Magn. Magn. Mater.* 310 (1), 145, 2007.

- [146] GUOHONG MU, XIFENG PAN, NA CHEN, KEKE GAN, MINGYUAN GU, *Materials Research Bulletin* 43, 1369–1375, 2008.
- [147] JOO J., EPSTEIN A. J., *Appl. Phys. Lett.* 65, 2278, 1994.
- [148] YAN W., FENG X., CHEN X., HOU W., ZHU J.J., ‘A super highly sensitive glucose biosensor based on Au nanoparticles–AgCl@polyaniline hybrid material’, *Biosensors and Bioelectronics* 23, 925–931, 2008.
- [149] LIANG LI, GUOPING YAN, JIANGYU WU, XIANGHUA YU, QINGZHONG GUO, ‘Preparation of polyaniline–metal composite nanospheres by in situ microemulsion polymerization’, *Journal of Colloid and Interface Science* 326, 72–75, 2008.
- [150] MULLANE A.P.O, DALE S.E., MACPHERSON J.V., UNWIN P.R., *Chem. Commun.* 14,1606, 2004.
- [151] LI L., KANG E.T., NEOH K.G., *J. Nanosci. Nanotechnol.* 6, 2571, 2006.
- [152] DUFFY, J. I.; *Electroless and Other Nonelectrolytic Plating Techniques: Recent Developments*; Noyes: Park Ridge, NJ, 1980.
- [153] TSAI, D., *Electrostatic-Directed Deposition of Nanoparticles on a Field Generating Substrate*, *Nanotechnology*, 2005, vol. 16, p. 1862.
- [154] AMEKURA, H., UMEDA, N., AND TAKEDA, Y., *Size and Depth Distributions of the High Flux Negative-Ion Implantation of 60 keV*, *Trans. Mater. Res. Soc. Jpn.*, vol. 28, no. 2, pp. 465–468, 2003.
- [155] YOSOMIYA R., HIRATA M., MORIMOTO K., MARUTUKA T., *Japan Patent No. 274778*, 11 November 1988.
- [156] ZALICH, M., SOUNDERS, M., and BARANAUSKAS, V., *Structural Analysis of Macromolecule–Cobalt Nanoparticle Complex*, *Microsc. Microanal.*, vol. 11, suppl. 2, pp. 1898–1899, 2005.
- [157] KANG E., SON S., and PARK H., *Monodisperse Nanoparticles of Ni and NiO: Synthesis, characterization, Self- Assembled Superlattices, and Catalytic Reaction*, *Adv. Mater.*, vol. 17, no. 4, pp. 429–434, 2005.
- [158] ZANG P., ZUO F., URBAN F., and KHABARI A., *Irreversible Magnetization in Nickel Nanoparticles*, *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 225, pp. 337–345, 2001.
- [159] SHARMA A., and AFSAR M. N., *Microwave complex permeability and permittivity of nanoferrites*, *Journal of Applied Physics*, 109, 07A503, 2011.



- [160] YILMAZ S., MCGLYNN E., BACAŞIZ E., CULLEN J., CHELLAPPAN R.K., Structural, optical and magnetic properties of Ni-doped ZnO micro-rods grown by the spray pyrolysis method, *Chemical Physics Letters* 525–526, 72–76, 2012.
- [161] PANG J., LI Q, WANG W., XU X., ZHAI J., Preparation and characterization of electroless Ni–Co–P ternary alloy on fly ash cenospheres, *Surface & Coatings Technology* 205, 4237–4242, 2011.
- [162] SHI D., HE P., ZHAO P., GUO F.F., WANG F., HUTH C., CHAUD X., BUD'KO S.L., LIAN J., Magnetic alignment of Ni/Co-coated carbon nanotubes in polystyrene composites, *Composites: Part B* 42, 1532–1538, 2011.
- [163] LIU X.G., LI B., GENG D.Y., CUI W.B., YANG F., XIE Z.G., KANG D.J., ZHANG Z.D., (Fe, Ni)/C nanocapsules for electromagnetic-wave-absorber in the whole Ku-band, *Carbon* 47, 470-474, 2009.
- [164] XIE Z., GENG D., LIU X., MA S. and ZHANG Z., Magnetic and Microwave-absorption Properties of Graphite-coated (Fe,Ni) Nanocapsules, *J. Mater. Sci. Technol.*, 27(7), 607-614, 2011.
- [165] ZHANG X. F., DONG X. L., HUANG H., LV B., LEI J. P. and CHOI C. J., Microstructure and microwave absorption properties of carbon-coated iron nanocapsules, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 40, 5383–5387, 2007.
- [166] WANG G., CHANG Y., WANG L., LIU C., Synthesis, characterization and microwave absorption properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Co core/shell-type nanoparticles, *Advanced Powder Technology*, 2012.
- [167] TABATABAIE F., FATHI M.H., SAATCHI A., GHASEMI A., Microwave absorption properties of Mn- and Ti-doped strontium hexaferrite, *Journal of Alloys and Compounds*, 2008.
- [168] MU G., CHEN N., PAN X., SHEN H., GU M., Preparation and microwave absorption properties of barium ferrite nanorods, *Materials Letters* 62, 840–842, 2008.
- [169] ABBASA S.M., DIXIT A.K., CHATTERJEE R., GOEL T.C., Complex permittivity, complex permeability and microwave absorption properties of ferrite–polymer composites, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 309, 20–24, 2007.
- [170] GHASEMI A., HOSSIENPOUR A., MORISAKO A., SAATCHI A., SALEHI M., Electromagnetic properties and microwave absorbing characteristics of doped barium hexaferrite, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 302, 429–435, 2006.

- [171] QIUA J., GUA M., SHENB H., Microwave absorption properties of Al- and Cr-substituted M-type barium hexaferrite, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 295, 263–268, 2005.
- [172] TABATABAIE F., FATHI M.H., SAATCHI A., GHASEMI A., Effect of Mn–Co and Co–Ti substituted ions on doped strontium ferrites microwave absorption, *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 474, Issues 1-2, Pages 206-209, 17 April 2009.
- [173] WANGA L., SONGA J., ZHANGA Q., HUANGA X., XUA N., The microwave magnetic performance of Sm<sup>3+</sup> doped BaCo<sub>2</sub>Fe<sub>16</sub>O<sub>27</sub>, *Journal of Alloys and Compounds* 481, 863–866, 2009.
- [174] SHAMS M.H., SALEHI M.A., GHASEMI A., Electromagnetic wave absorption characteristics of Mg–Ti substituted Ba-hexaferrite, *Materials Letters* 62, 1731–1733, 2008.
- [175] CHEN N., MU G., PAN X., GAN K., GU M., Microwave absorption properties of SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> composite powders, *Materials Science and Engineering B* 139, 256–260, 2007.
- [176] KAZAN S., TANRIVERDİ E.E., TOPKAYA R., DEMİRCİ Ş., AKMAN Ö., BAYKAL A., AKTAŞ B., Magnetic Properties of Triethylene glycol coated CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and Mn<sub>0.2</sub>Co<sub>0.8</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> NP's Synthesized by Polyol Method, *Arabian Journal of Chemistry*, 2011 (Accepted), DOI: 10.1016/j.arabjc.2011.12.005.
- [177] TOPKAYA R., AKMAN Ö., KAZAN S., TANRIVERDİ E., DEMİRCİ Ş., BAYKAL A., AKTAŞ B., The existence of surface spin disorder in manganese doped cobalt ferrite nanoparticles coated with triethylene glycol, 2012, (Submitted).

## EKLER

### Ek A

Tablo A. 1. Ni, Co ve Ni<sub>0,5</sub>Co<sub>0,5</sub> kaplama koşulları.

Numune	Bezler		İnce Tel		Orta Tel		Kalın Tel		Fiber		Ni Atık Toz	
	Dk	Kod	Dk	Kod	Dk	Kod	Dk	Kod	Dk	Kod	Dk	Kod
1	0	OA1	0	OA6	0	OA11	0	OA16	-	OA21	-	OA22
2	0,5	OA2	1	OA7	1,5	OA12	1,5	OA17				
3	1	OA3	2	OA8	2,5	OA13	2,5	OA18				
4	1,5	OA4	3	OA9	3,5	OA14	3,5	OA19				
5	2	OA5	4	OA10	5,5	OA15	5,5	OA20				

Numune	Bezler		İnce Tel		Orta Tel		Kalın Tel		Fiber		ABS Polimeri	
	Dk	Kod	Dk	Kod	Dk	Kod	Dk	Kod	Dk	Kod	Dk	Kod
1	0	OA23	0	OA28	0	OA33	0	OA38	0	OA43	0	OA48
2	2	OA24	2	OA29	1,5	OA34	2,5	OA39	0,5	OA44	3	OA49
3	2,5	OA25	3	OA30	2,5	OA35	3,5	OA40	1	OA45	4	OA50
4	3	OA26	4	OA31	3,5	OA36	4,5	OA41	1,5	OA46	5,5	OA51
5	3,5	OA27	5	OA32	4,5	OA37	5,5	OA42	2	OA47	60	OA52

Numune	Bezler		İnce Tel		Orta Tel		Kalın Tel	
	Dk	Kod	Dk	Kod	Dk	Kod	Dk	Kod
1	0	OA53	0	OA58	0	OA63	0	OA68
2	1,5	OA54	1,5	OA59	1,5	OA64	1,5	OA69
3	2,5	OA55	2,5	OA60	2,5	OA65	2,5	OA70
4	3,5	OA56	3,5	OA61	3,5	OA66	3,5	OA71
5	4,5	OA57	4,5	OA62	4,5	OA67	4,5	OA72

## Ek B



Şekil B.1. Mikrodalga ölçüm öncesi numune hazırlama deney seti.

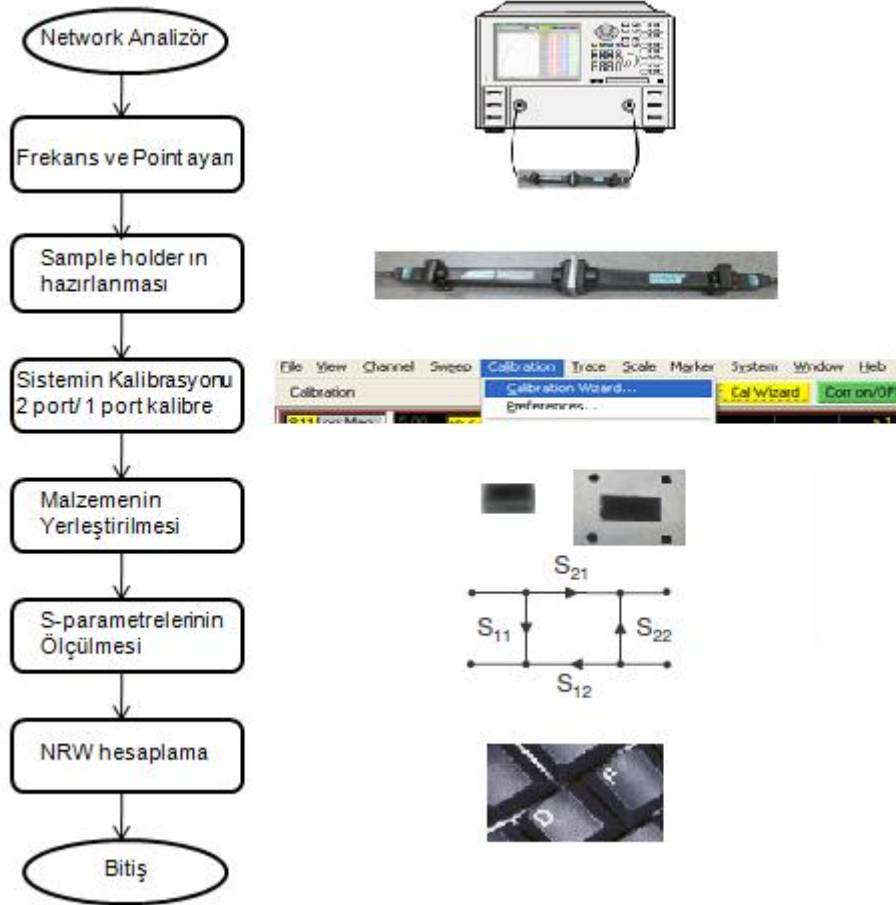


Şekil B.2. Mikrodalga ölçüm öncesi pencereye uygun hazırlanan toz numuneler.

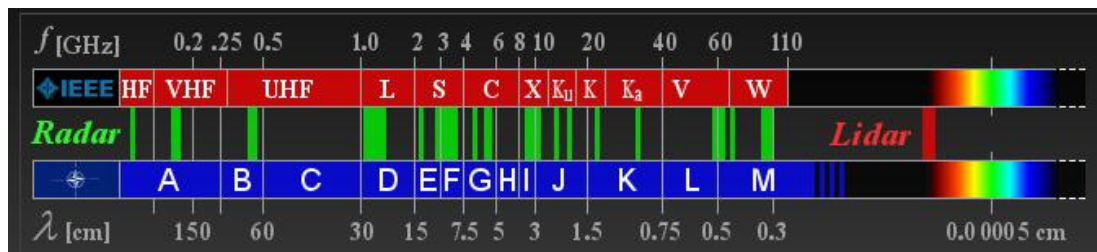


Şekil B.3. Nanometal kaplanmış PANI bezlerin SEM ve TEM öncesi hazırlık süreci.

## Ek C

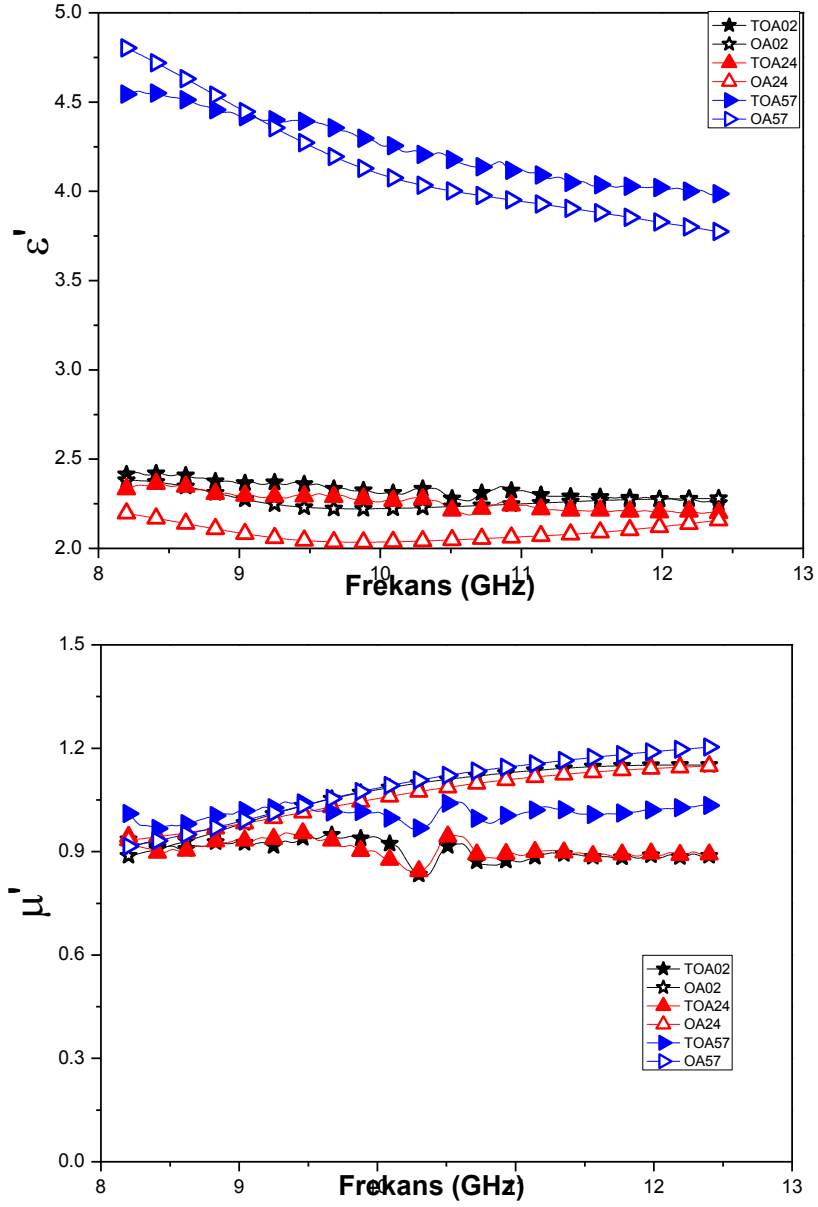


Şekil. C.1. Mikrodalga ölçüm süreci

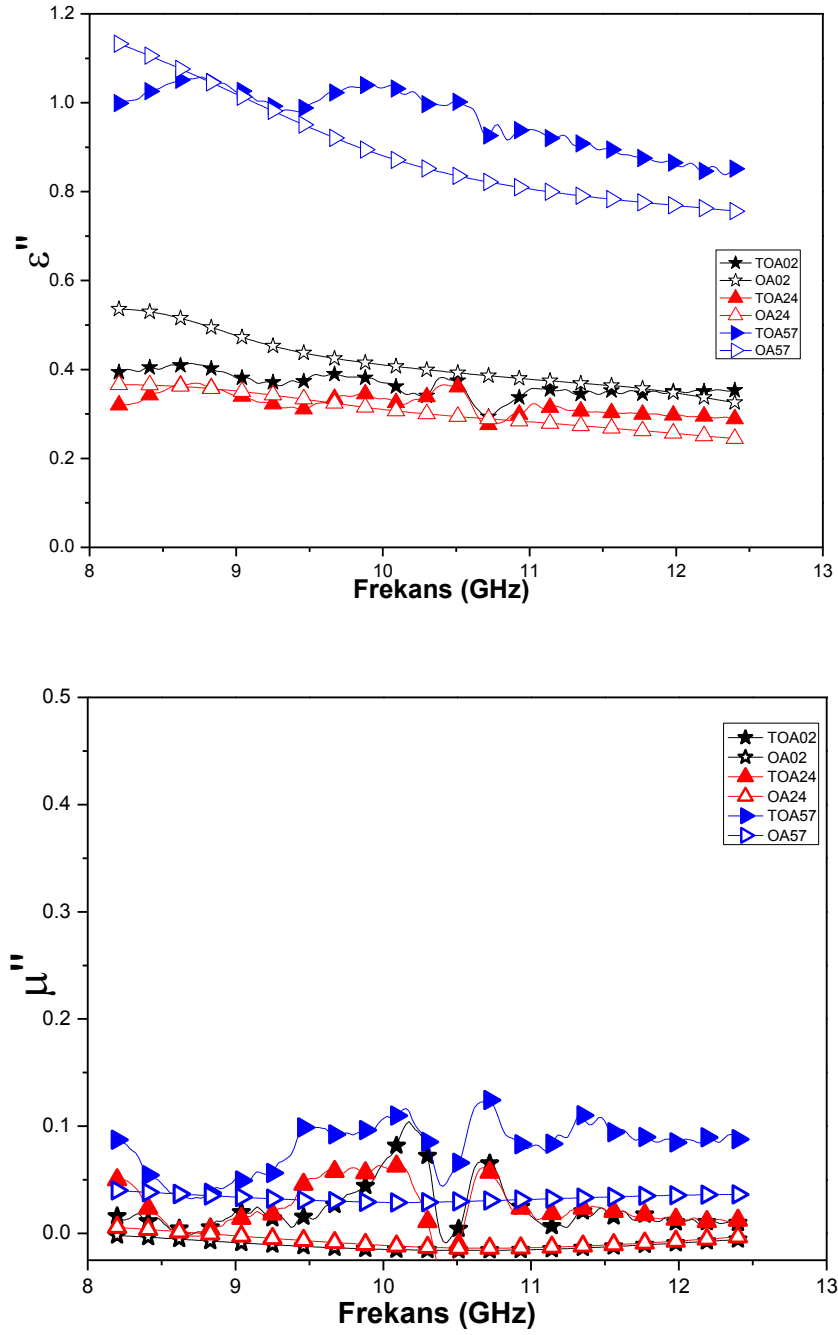


Şekil.C.2. Radarlarda kullanılan dalga boyu ve frekans bandı

## Ek D



Şekil. D.1. TÜBİTAK a)  $\epsilon'$  ve b)  $\mu'$  nanometal kaplı PAN tekstil ölçüm sonuçları



Şekil. D.2. TÜBİTAK a)  $\epsilon'$  ve b)  $\mu''$  nanometal kaplı PAN tekstil ölçüm sonuçları

## ÖZGEÇMİŞ

Özlem AKMAN, 1981 yılında İstanbul’da doğdu. İlk, Orta ve Lise öğrenimini İstanbul’da tamamladı. 2001 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Beşikdüzü Meslek Yüksekokulu Bilgisayar Programcılığı Bölümünü birincilikle bitirdi. İki yıl özel bir şirkette Muhasebe ve Finansman bölümünde çalıştı. 2006 yılında da Sakarya Üniversitesi Fizik Bölümünden birincilikle mezun oldu. 2007 yılında Anadolu Üniversitesi İşletme Bölümünü başarıyla tamamlayıp, 2008 yılında Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Bölümünden Yüksek lisansını aldı. Aynı yıl Sakarya Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü Fizik Bölümünde Doktora eğitime başladı. Doktora çalışmalarını Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsün de yapmakta olup, halen Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik bölümü doktora öğrencisidir. Yüksek Lisans ve Doktora eğitimi boyunca Temel Bilimler Araştırma Grubu tarafından desteklenen 105T458 numaralı “Magnetik Yarı İletken Filmlerin CBD Metoduyla Hazırlanması ve Karakterizasyonu-(2006-2008)” projesi, Marmara Üniversitesi tarafından desteklenen “Yarıiletkenlerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu-(2008)”, FEN/FİZ FEN-C-YLP-060308-0042, BAPKO Projesi, yine TÜBİTAK, Marmara Araştırma Merkezi Malzeme Enstitüsünde “Mikrodalga, yüzey altı, tomografi, yakın alan mikrodalga mikroskobu, mikrodalga tıp uygulamaları-(2009)” konulu çalışmada işbirliği içerisinde 1 yıl süre ile yarı zamanlı olarak görevlendirilme, akabinde SAN-TEZ, Sanayi ve Ticaret Bakanlığı tarafından desteklenen 00185.STZ.2007-2 numaralı “Elektro-Manyetik Radyasyon Soğurucu Malzeme Geliştirme (EMARSOM)-(2010-2011)” projesi ve son olarak ta TÜBİTAK tarafından desteklenen 209T061 numaralı “Spintronik uygulamalar için katmanlı ve kompozit manyetik nano malzemelerin geliştirilmesi-(2011-2012)” projesi gibi bazı projelerde yer aldı.