



## بررسی و مشخصه یابی لانتانوم آلومینات ( $\text{LaAlO}_3$ ) به عنوان لایه و یا بخشی از لایه های انتخابی به عنوان جاذب امواج در محدوده مایکروویو

معصومه بهشتی<sup>۱</sup>، مرضیه پریشانی<sup>۱</sup>، اکبر چراغی<sup>۱،۲</sup> و رسول ملک فر<sup>۱</sup>

<sup>۱</sup> گروه فیزیک اتمی و مولکولی، بخش فیزیک، دانشگاه تربیت مدرس، تهران صندوق پستی ۱۷۵-۱۴۱۱۵

<sup>۲</sup> دانشکده علوم پایه، دانشگاه شهید ستاری، تهران

چکیده - در این مقاله، بلورک های  $\text{LaAlO}_3$  با استفاده از روش تعامل حالت جامد و شوک حرارتی در آزمایشگاه تهیه شدند. به منظور شناسایی ترکیب و مدهای ارتعاشی نمونه، طیف سنجی انتقال فوری مادون قرمز (FTIR) صورت پذیرفت. به منظور تشخیص فازهای بلورک های تولید الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) و به منظور ریخت شناسی و دانه بندی ساختار تصویر FESEM نمونه مورد مطالعه قرار گرفت. مشخصه یابی های انجام گرفته تشکیل بلورک هایی با ابعاد دانه بندی در حدود  $200\text{ nm}$  با ریخت شناسی مناسب و گروه های عاملی ذیربط را نشان می دهد.

کلید واژه: روش تعامل حالت جامد، روش شوک حرارتی، لانتانیوم آلومینات، جذب مایکروویو، لایه نشانی بس لایه ای.

## Investigation and characterization of lanthanum aluminate ( $\text{LaAlO}_3$ ) as a selective absorption layer or multilayer in the microwave region

Masoumeh Beheshti<sup>1</sup>, Marziyeh Parishani<sup>1</sup>, Akbar Cheraghi<sup>1,2</sup> and Rasoul Malekfar<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Department of Physics, Faculty of Basic Sciences, TarbiatModares University, Tehran P.O. Box 14115-175, I.R. Iran.

<sup>2</sup> Faculty of Basic Sciences, ShahidSattari University, Tehran, I.R. Iran.

Abstract-  $\text{LaAlO}_3$  particles were synthesized by solid-state method and using thermal shock. Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) of the synthesized samples was performed to identify composition and vibrational modes. In order to determine the crystalline phase of particles and morphology investigation of the structure, X-ray diffraction (XRD) and Field emission scanning microscopy (FESM) were studied, respectively. The characterization results confirm the production of crystallites with grain sizes of about  $200\text{ nm}$  with suitable morphology and related functional groups.

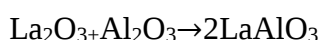
Keywords: Solid state reaction method, Thermal shock method, Lanthanum Aluminate, Microwave absorption, Multilayer coating.

## ۱- مقدمه

سطح به جرم و حجم بالا تهیه گردیده و سپس به منظور مشخصه‌یابی و بررسی ساختاری، مورد تحلیل‌های گوناگونی همچون پراش اشعه ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی و طیف سنجی انتقال فوریه مادون قرمز قرار گرفته است.

## ۲- روش آزمایشگاهی

در ابتدا برای تهیه  $\text{LaAlO}_3$  به روش تعامل حالت جامد، مراحل کاری زیر دنبال شد. ابتدا آلومینیوم اکسید و لانتانیوم اکسید را باهم ترکیب کردیم. مقادیر مواد اولیه طوری انتخاب گردید که نسبت مولی  $\text{La}:\text{Al}$  به صورت ۱:۱ است.



سپس ماده حاصله را برای رسیدن به دمای نهایی ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۵ ساعت داخل کوره حرارتی قرار دادیم و هنگامی که به این دما رسید در درون نیتروژن مایع با دمای منفی ۲۷۳ درجه سانتی‌گراد، مورد شوک حرارتی قرار دادیم. بعد از تبخیر نیتروژن مایع، حدود بیست میلی لیتر اتانول به آن اضافه کرده و ماده را به مدت یک ساعت درون حمام التراسونیک قرار می‌دهیم. سپس ترکیب حاصله را در حالت ثابت و در دمای  $600^\circ\text{C}$  به منظور تبخیر حلال، روی گرمکن (هیتر) قرار می‌دهیم. برای به دست آوردن محصول نهایی با بلورک های ریزتر و یکنواخت آنرا به مدت سی دقیقه درون دستگاه آسیاب گلوله‌ای با سرعت چرخش ۲۵۰ دور در دقیقه قرار دادیم. در نتیجه آسیاب کردن، اولاً ماده تا ابعاد میکرون کوچک می‌شوند و ثانیاً همه مواد با ابعاد تقریباً برابر با همدیگر مخلوط می‌شوند. بعد از آن پودر به دست آمده را درون کوره قرار دادیم تا به دمای نهایی ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد برسد.

## ۳- بحث و بررسی تحلیل ها

### ۳-۱- الگوی پراش ایکس:

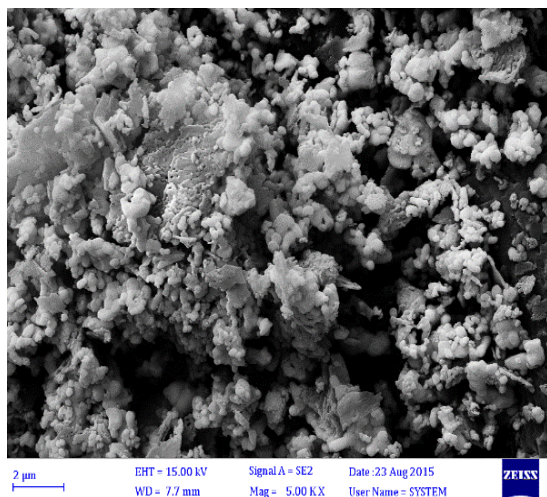
در شکل ۱ الگوی پراش اشعه ایکس  $\text{LaAlO}_3$  نمایش داده شده است. از این الگو برای بررسی ساختار بلوری بهره بردیم الگوی پراش اشعه ایکس  $\text{LaAlO}_3$  منطبق بر الگوی مرجع خود با کد شناسایی (JCPDS 31-0022) می‌باشد. در این تصویر مشخصات صفحات بلوری هر پیک تعیین گردیده است و این نمونه دارای ساختار بلوری رومبوهدرال می‌باشد.

جذب تابش الکترومغناطیسی در ناحیه مایکروویو دارای اهمیت بسیار بالایی در بسیاری از زمینه‌های فناوری های جدید می‌باشد. سرعت گسترش انواع متنوعی از ابزارهای الکترونیکی بی سیم نیازمند دانش وسیعی در ارتباط با موادی است که پوشش محافظ اثربخش و کم هزینه‌ای از تابش های های ناخواسته فراهم می‌کند [۱]. در همین راستا انواعی از مواد جاذب وجود دارد که بسته به آنکه برای چه کاربردهای بسامد های بالا و پایین مورد استفاده قرار می‌گیرند، از نظر ساختاری و ترکیبات، دانه بندی بلورک های تشکیل دهنده ترکیبات به کار گرفته شده، نسبت سطح به حجم و جرم واحد بالا متفاوت می‌باشند. از میان مواد مختلف جاذب راداری در استفاده از آنها به عنوان پوشش بر پرند ها، ادوات هوابرد و یا سامانه های مختلف دریافت و یا ارسال امواج و یا رهگیری مستقر در زمین می‌توان به فریت ها، نانو کامپوزیت های پلیمری و نانولوله های کربنی اشاره کرد [۲].

یک جاذب، انرژی الکترومغناطیسی برخوردی را در خود جذب و یا عبور می‌دهد، در نتیجه انرژی خالص قابل دسترس برای بازتاب برگشتی به رادار کاهش می‌یابد. به عبارت دیگر، اغلب جاذب ها، موادی هستند که برای رادار قابل تشخیص نیست. محققان همواره در حال ایجاد تعادلی میان دو مشخصه اصلی اثر بخشی در ناحیه بسامدی وسیع تر و کم وزن بودن جاذب که به طور قابل توجهی بار مفید هواپیما را کاهش می‌دهند، می‌باشند.

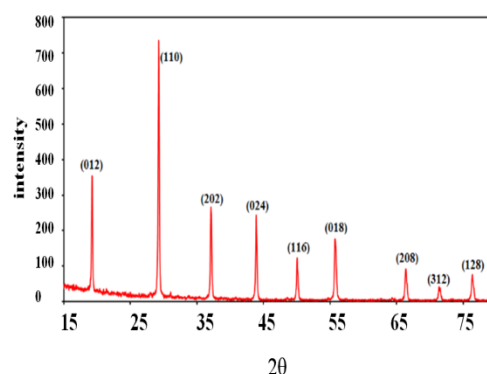
ساختار  $\text{LaAlO}_3$  اخیراً توجه زیادی را به علت خواص قابل توجهی مانند نقطه ذوب بالا (حدود ۲۱۰۰ سانتی‌گراد)، ضریب کیفیت بالا، ضریب دی الکتریک بالا، کم سمی بودن و مقاومت شیمیایی به خود جلب کرده است [۳]. بنابراین در چند سال اخیر  $\text{LaAlO}_3$  اهمیت زیادی را در کاربردهای گوناگون مانند خازن بسامدهای بالا [۴]، حسگرهای دی الکتریک های مایکروویو [۵، ۶]، کاتالیست، رنگ دانه های سرامیکی، مواد الکترولیتی [۷] و غیره پیدا کرده است.

در این تحقیق بلورک های  $\text{LaAlO}_3$  در آزمایشگاه به روش تعامل حالت جامد و با استفاده از شوک حرارتی در جهت تولید هرچه کوچکتر بلورک های به لحاظ داشتن نسبت



شکل ۲- تصویر FESEM نمونه  $\text{LaAlO}_3$  تهیه شده به روش تعامل حالت جامد و شوک حرارتی.

باشد. میانگین اندازه بلورک ها  $132.4$  نانومتر برحسب محاسبه با رابطه شرر و میانگین گیری از کل پیک های مشخصه ماده به دست آمد.



شکل ۱- الگوی پراش اشعه ایکس  $\text{LaAlO}_3$  تهیه شده به روش تعامل حالت جامد و شوک حرارتی (شدت پیک بر حسب  $2\theta$  زاویه پراش). الگوی پراش ثبت و ضبط شده کاملاً منطبق با پوشه ذریع در کتابخانه (JCPDS 31-0022) می باشد.

### ۳-۳- طیف سنجی انتقال فوری مادون قرمز

برای بررسی گروه های عاملی موجود در ترکیب از آنالیز FTIR استفاده شد [8]. سامانه طیف سنج انتقال فوری مادون قرمز در محدوده طیفی  $4000-400 \text{ cm}^{-1}$  ساخت کارخانه Nicolet Thermo مدل ۶۸۰ مورد استفاده قرار گرفت. طیف عبوری FTIR نمونه لانتانیم آلومینات سنتز شده در ناحیه طیفی  $350-3850 \text{ cm}^{-1}$  در شکل ۳ نمایش داده شده است.

در این طیف مدهای موجود در بازه طیفی  $3600-3200 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به مدهای ارتعاشی کششی گروه هیدروکسیلی است. جذب پهن طیف در حدود  $3400 \text{ cm}^{-1}$  نشان دهنده وجود آب جذب شده می باشد. شدت این نوار ها که رami توان به آب جذب شده (زمانی که پودر در معرض هوا قرار گرفته) نسبت داد.

همچنین مدهای مشاهده شده در اعداد موجی  $820$  و  $737$  و  $573$  به طور محتمل مربوط به ارتعاشات ذاتی گروه پیوندی M-O (فلز-اکسیژن) می باشد.

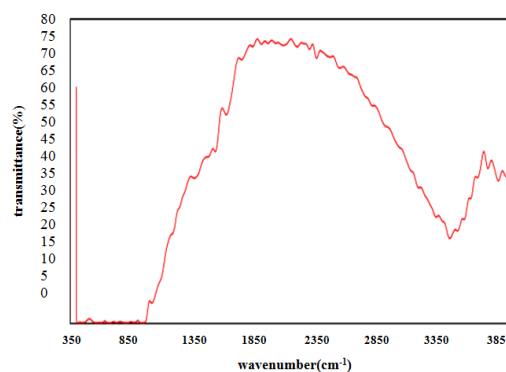
### ۳-۲- میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل

#### میدانی

شکل ۲، تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی  $\text{LaAlO}_3$  می باشد که برای بررسی ساختار، اندازه و نحوه توزیع بلورک های از آن استفاده شده است. با توجه به این تصویر می توان اظهار داشت که نحوه توزیع اندازه بلورک های تقریباً یکنواخت و منظم و با ابعادی در حدود  $200 \text{ nm}$  می باشد که با ابعاد به دست آمده از پراش سنجی اشعه ایکس همخوانی نسبی مناسبی دارد. با توجه به کاربرد ماده لانتانیم آلومینات به عنوان لایه ای مستقل و یا ساخت کامپوزیتی از آن و استفاده از کامپوزیت ساخته شده به عنوان لایه ای در پوشش با کاربردهای مختلف خصوصاً در جذب امواج مایکروویو پرنده ها و یا استتار تاسیسات تولید کننده امواج و یا ادوات رهگیری مستقر در زمین از اهمیت خاصی برخوردار است، تولید و سنتز بلورک های کوچکتر با نسبت سطح به حجم و یا جرم بالا می تواند به عنوان یک پارامتر حیاتی محسوب گردد.

داخل کوره قرار می گیرد، لذا در سرعت های نسبتاً بالا این مقوله نیز قابل بررسی و حل می باشد. نکته مهم و قابل بررسی این گونه ساختارها، انجام آزمایش در اتاق آنتن با رعایت اولویت های قابل پیش بینی در هنگام حرکت می باشد.

بر اساس این نیازها و تحلیل و بررسی نمونه مورد نظر در این پژوهش نمونه لانتانوم آلومینات تهیه شده در پژوهش حاضر به روش تعامل حالت جامد و شوک حرارتی و نسبت سطح به حجم و جرم نسبی بالا می تواند گزینه مناسبی برای به کارگیری به عنوان یکی از لایه های چند و یا بس لایه ای و یا استفاده از آن در سنتز کامپوزیت های ذریبط مواد جاذب امواج در ناحیه مایکروویو باشد.



شکل ۳- طیف عبوری FTIR نمونه  $\text{LaAlO}_3$  تهیه شده به روش تعامل حالت جامد و شوک حرارتی

## مراجع

- [1] F. Wen, F. Zhang, J. Xiang, W. Hu, S. Yuan, Z. Liu, "Microwave absorption properties of multiwalled carbon nanotube/FeNanopowders as light-weight microwave absorbers", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 343, pp. 281-285, 2013.
- [2] A. Ghasemi, et al. "Magnetic and Reflection Loss Characteristics of Substituted Barium Ferrite/Functionalized Multiwalled Carbon Nanotube", IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 47, No. 10, pp. 4310-4313, 2011.
- [3] R. Ianos, R. Lazau, S. Baracanesu, R. Babuta, "Single-step combustion synthesis of  $\text{LaAlO}_3$  powder and their sintering behavior", Ceramics International, Vol. 40, No. 5, pp. 7561-7565, 2013.
- [4] J.Y. Park, G.M. Choi, "Electrical conductivity of Sr and Mg doped  $\text{LaAlO}_3$ ", Solid State Ionics, Vol. 154, pp. 535-540, 2002.
- [5] D. Hreniak, W. Streck, P. Deren, A. Bednarkiewicz, A. Lukowiak, "Synthesis and luminescence properties of  $\text{Eu}^{3+}$ -doped  $\text{LaAlO}_3$  nanocrystals", Journal of alloys and compounds, Vol. 408, pp. 828-830, 2006.
- [6] P.J. Deren, R. Mahiou, "Spectroscopic characterization of  $\text{LaAlO}_3$  crystal doped with  $\text{Er}^{3+}$  ions", Journal of Solid State Chemistry, Vol. 194, pp. 264-269, 2007.
- [7] S.N. Koc, F. Oksuzoemer, E. Yasar, S. Akturk, M.A. Gurkaynak, "Effect of sol-gel modification on formation and morphology of nanocrystalline Lanthanum Aluminate", Material research bulletin, Vol. 141, No. 12, pp. 2291-2297, 2006.
- [8] Z. Lazarević, et al. "Preparation and characterization of spinel nickel ferrite obtained by the soft mechanochemically assisted synthesis." Materials Research Bulletin Vol. 48, No. 2 pp. 404-415, 2013
- [9] B. Ranjithkumar, S. Sathish, D. Nadaraj, and et al., "Structural and Electrical properties of  $\text{LaAlO}_3$  Nanoparticles", vol. 1, No. 1, pp. 28-32, 2014.

## ۴- نتیجه گیری

بلورک های لانتانیوم آلومینات با استفاده از روش تعامل حالت جامد و شوک حرارتی تهیه شد. با استفاده از طیف سنجی انتقال فوریه مادون قرمز از تشکیل پیوندها اطمینان پیدا کردیم و به تحلیل مدهای فعال FTIR مرتبط با گروه های عاملی موجود در نمونه موردنظر پرداختیم. مد های موجود در ناحیه  $570 \text{ cm}^{-1}$  تا  $820 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاشات گروه پیوندی فلز-اکسیژن مشاهده گردید که مطابق با ساختار ترکیب مورد نظر در این پژوهش بود. براساس تحلیل الگوی پراش اشعه ایکس، الگوی نمونه موردنظر منطبق با مرجع بود.

با توجه به اینکه برای پوشش دهی یک سامانه از پیش طراحی شده (در جهت کاهش سطح مقطع راداری یا همان RCS) می توان با استفاده از مواد ترکیبی با ضخامت کم استفاده کرد، لذا تولید بلورک های با ابعاد کوچکتر و یا به بیانی نسبت های سطح به واحد حجم و جرم بالا از اولویت های تولید چنین موادی می باشد. در صورتی که سامانه مورد نظر متحرک و دارای سرعت بالایی باشد، بحث چسبندگی این گونه ساختارها در سرعت بالا به سامانه از اولویت های مهم کار به شمار می رود. در صورت پاشش و یا لایه نشانی چنین سامانه هایی، رعایت میزان افزایش وزن، شکل و ساختار آئرودینامیکی پرنده، اثرات زیست محیطی ساختار بسیار مهم می باشد. البته به دلیل اینکه بعد از لایه نشانی چنین ساختار ترکیبی (در مقیاس آزمایشگاهی) در