

TIIVISTELMÄRAPORTTI

Uudet aerogelipohjaiset tutkahäivemateriaalit

Prof. Harri Lipsanen, Elektronikan ja nanotieteen laitos, Aalto yliopisto, harri.lipsanen@aalto.fi
DI Petri Mustonen, Elektronikan ja nanotieteen laitos, Aalto yliopisto, petri.mustonen@aalto.fi
Tkt Linfan Cui, Kemia tekniikan ja metallurgian laitos, Aalto yliopisto, linfan.cui@aalto.fi
Oskari Kuittinen, Elektronikan ja nanotieteen laitos, Aalto yliopisto, oskari.kuittinen@aalto.fi
DI Heli Seppänen, Elektronikan ja nanotieteen laitos, Aalto yliopisto, heli.seppanen@aalto.fi

Tiivistelmä

Tässä tutkimuksessa valmistettiin kaasufaasikasvatettuun grafeeniin ja $Ti_2C_3T_x$ -MXene:iin perustuva häivemateriaali käyttäen kaupallisia aerogelilevyjä alustana. Tutkimuksessa havainnoidtiin grafeenin kasvun ongelmat piioksidi-pohjaiselle aerogelille, eritoten materiaalien lämpötilakestävyys rajoittivat kasvatusta eikä hiiliprekursorin vaihtaminen tai plasman käyttäminen kasvatuksen aikana auttaneet tähän. MXene-pohjaiset materiaalit taas saavuttivat parhaimmillaan noin 10 desibelin absorptiovaimennuksen, ja noin 60–85 % tulevasta 7–19 GHz taajuusalueen tutkasignaalista absorboitui materiaaliin.

1. Johdanto

Yksi nykyaikaisen sodankäynnin suuria osia on häiveteknologia, joilla yritetään vaikeuttaa tai eliminoida toisen osapuolen kyky havainnoida omia yksiköitä (esim. hävittäjiä ja sotalaivoja) käyttämällä tutkia. Tutkasäteilyä vaimentavat häivemateriaalit (RAM) voidaan jaotella kolmeen eri pääosaan: dispersiivisiin, absorboiviin, ja resonoiviin -materiaaleihin [1]. Dispersiiviset materiaalit sirottavat tulevan säteilyn pois tutkan havaintokeilasta, absorboivat taas absorboivat säteilyn ja muuttavat sen lämmöksi, ja resonoivat heijastavat säteilyn takaisin vastakkaisessa vaiheessa. Pääasiassa häivyttämiseen käytetään muotoilua (dispersiivinen), mutta muotoilulla ei kuitenkaan voida hävittää kaikkea signaalia. Esimerkiksi koska kaikki pinnat eivät ole sellaisia, että niitä voidaan muotoilla mielivaltaisesti vaikuttamatta osan toiminnallisuuteen.

Absorboivia materiaaleja voidaan käyttää absorboimaan tulevaa tutkasignaalia, jolloin se saadaan pois tutkan havaintokeilasta ilman takaisinheijastuksen muuttamista. Näiden materiaalien toiminta perustuu yleisellä tasolla sähkömagneettisen säteilyn absorboimiseen hyväksikäyttäen materiaalin sisäistä sirontaa ilman takaisinheijastusta. Nämä materiaalit ovat yleensä mikro- ja nanoluokan materiaaleja, jotka sisältävät tiettyjä sähköisiä ja magneettisia ominaisuuksia, joilla etupinnan takaisinheijastusta minimoidaan ja materiaalin sisällä tapahtuvia sisäisiä sirontoja ja sisäpintojen absorptiota vahvistetaan. Erilaiset nanokomposiitit ovat lupaavia RAM-materiaaleja. Tuoreessa vuoden 2020 EMPA-laboratorion tutkimuksessa [2] kehitettiin nanoselluloosa-aerogelistä ja hopeananolangoista koostuva huokoinen (1.7 mg/cm^3) rakenne, joka saavutti 40 dB vaimennuksen X-taajuusalueella (8–12 GHz).

2. Tutkimuksen tavoite ja suunnitelma

Hankkeen tavoitteena on kehittää ja tutkia uusia kevyitä tutkasäteilyä absorboivia materiaaleja laajalle 8–18 GHz taajuusalueelle. Tutkittavaksi valittiin kolme menetelmää:

| Postiosoite | Käyntiosoite | Puhelin | s-posti, internet |
|----------------------------|-----------------------------|------------------|----------------------|
| Postadress | Besöksadress | Telefon | e-post, internet |
| Postal Address | Office | Telephone | e-mail, internet |
| MATINE/Puolustusministeriö | Eteläinen Makasiinikatu 8 A | Vaihe 295 160 01 | matine@defmin.fi |
| PL 31 | 00130 Helsinki | | www.defmin.fi/matine |
| FI-00131 Helsinki | Finland | | |
| Finland | | | |

kaasufaasihöyrystyksellä valmistettu grafeeni [3], nestemäinen MXene-liuos [4], sekä atomikerroskasvatettu rautaoksidi [5]. Näistä menetelmistä kaksi ensimmäistä ovat sähköisesti johtavia absorbaattoreita ja kolmas magneettinen absorbaattori [6]. Substraattina toimii kaupalliset erittäin huokoiset aerogeelilevyt (www.buyaerogel.com), joita pystyy ostamaan metreittäin kohtuulliseen hintaan. Huokoinen rakenne mahdollista suuremman potentiaalisen absorption sen suuren pinta-alan takia.

Kaasufaasihöyrystetty grafeeni on tarkoitus kasvattaa aerogeelilevyille käyttämällä plasma-avustusta, jossa grafeenin kasvun vaatima korkea lämpötila korvataan osittain plasmalla. Toiseksi vaihtoehdoksi otetaan prekursorin vaihtaminen metaanista alemmassa lämpötilassa hajoavaan asetyleeniin ja plasmanprosessoinnin jättämistä pois.

MXene-liuoksena käytetään $Ti_2C_3T_x$ -MXene-materiaalia vesipohjaisessa nesteessä. Aerogeelilevyt ovat hyvin hydrofobisia, joten ensiksi ne käsitellään happiplasmalla, joka aktivoi pinnat ja muuttaa ne hydrofiiliseksi. Tämän jälkeen levyt upotetaan MXene-nesteeseen, MXene-materiaalin annetaan imeytyä, ja kuivataan hyvin.

Atomikerroskasvatettu rautaoksidi oli kolmas vaihtoehtomme. Tarkoitus oli kasvattaa rautaoksidi termisesti käyttäen siihen valmiiksi olevia prekursorimateriaaleja. Materiaalin atomikerroskasvatus usein kaipaa korkeita lämpötiloja, ja suunnittelimme yrittämämme tehdä kasvatukset mahdollisimman lähellä aerogeelilevyjen termistä sietokykyä.

3. Aineisto ja menetelmät

Substraattina toimivat kaupalliset aerogeelilevyt (www.buyaerogel.com) Thermal Wrap 6-mm Blanket (tästedes "Thermal Wrap") ja Pyrogel XTE Blanket (5mm) (tästedes "Pyrogel"). Molemmat materiaalit ovat pölyisiä, ja vaikka Thermal Blanket -materiaali onkin huomattavasti vähemmän pölyinen niin kuitenkin näitä materiaaleja ei hyväksytty puhdistilaan. Tämän vuoksi atomikerroskasvatettu rautaoksidi ei ollut mahdollinen ja tutkimus piti keskittää pelkästään kaasufaasikasvatettuun grafeeniin ja $Ti_2C_3T_x$ -MXene-nesteeseen (tästedes "MXene").

Grafeenin kasvamista kohtuullisen alhaisissa lämpötiloissa verrattuna normaaleihin kasvatustiloihin (alle 650 °C ja n. 1000 °C) yritetään parantaa käyttämällä plasmaproessointia, ja hiiliprekursorin vaihtamista metaanista helpommin hajoavaan asetyleeniin. Ongelmaksi muodostuu lämpötila ja myös aerogeelilevyjen erittäin inertti materiaali, piioksidi, jonka pinnalle on hyvin vaikea saada hyvälaatuista grafeenia kasvamaan.

Grafeenin kasvatus tapahtui Aixtron BM6 laitteistolla, joka on vertikaalinen kylmäseinäinen kaasufaasireaktori, jossa on mahdollisuus 50–1000 W (hetkellinen) DC ja AC (< 100 kHz) plasmaan. Plasmapohjaisissa kasvatuksissa käytimme noin 575 °C lämpötilaa, 100–250 W plasmaa (100 kHz AC ja DC), 3 mbar painetta, ja kasvatusaika oli 15–120 min. Kaasusekoituksena oli 20–40 sccm laimennettua metaania (4 % CH₄ ja 96 % Ar) ja 20–200 sccm vetyä. Termisessä kasvatuksessa käytettiin 600 °C lämpötilaa, 25 tai 750 mbar painetta, ja 15–30 min kasvatusaika. Kaasuina käytössä oli 10–20 sccm asetyleeniä, 200 tai 1000 sccm vetyä, ja 0 tai 2000 sccm argonia. Molemmissa tapauksissa käytössä oli Pyrogel-aerogeelilevy sen lämpökestävyyden takia.

Aerogeelilevyjen MXene ($Ti_3C_2T_x$) pinnoitus tehdään käyttämällä nestemäistä MXene-liuosta, on valmistettu MAX-materiaalista etsaamalla käyttämällä litiumfluoridia (LiF) ja vetokloridia (HCl), jonka jälkeen materiaali on sentrifugoitu 30 min (näytteet S1, ja S2) tai 5 min (näytteet S3 ja S4). Materiaalin T_x -pääte viittaa titaanikarbidimolekyylin päätteisiin -O, -OH, -F, ja -Cl atomeihin. Tämä hanke ei pidä sisällään MXene-liuoksen valmis-

tamista. Sentrifugoinnin pituus vaikuttaa partikkeleiden kokoon ja 30 min sentrifugointi tuottaa < 10 µm partikkeleita, 5 min sentrifugoinnilla ei ole tiedossa partikkelikokoa. Kahta eri MXene-lähdettä jouduttiin käyttämään MAX-materiaalin saatavuusongelmien vuoksi.

Aerogeelilevyt upotetaan vesipohjaiseen MXene-liuokseen, johon on liuotettu eri määrä MXene-materiaalia (0.7, 1.8, ja 2.8 mg/ml), ja MXene-materiaalin annetaan läpäistä ja imeytyä aerogeelin pinnalle. Vesipohjaisen liuoksen adsorptiota parannetaan aerogeelin pinnan aktivoinnilla käyttäen happiplasmaa, joka tekee erittäin hydrofobisesta pinnasta hydrofiilisen ja näin parantaa veden läpäisyä huokoisen materiaalin sisälle. Näytteet ilma- ja vakuumikuivataan vähintään 24 tuntia, jonka jälkeen MXene-materiaali jää aerogeelin pinnalle. Käytössä oli kaksi eri happiplasmaprosessia, jossa materiaalin peittyvyyttä yritettiin optimoida. Ensimmäisessä ryhmässä näytteitä (S1, ja S2) käytettiin yksinkertaista happiplasmaprosessia (P1) 0.3 mbar paineessa 20 minuutin ajan käyttäen isotrooppista plasmaa. Toisessa ryhmässä (S3, ja S4) käytettiin kaksinkertaista isotrooppista plasmaprosessia (P2), jossa näyte käännetään ympäri 15 minuutin prosessin jälkeen, ja prosessia jatketaan toiset 15 minuuttia (n. 0.4 mbar, 100 W).

Näytteitä oli tarkoitus mitata pyyhkäisyelektronimikroskopiolla (SEM) ja Raman-spektroskopiolla. Näiden lisäksi tärkein mittaustekniikka on tutkaheijastusmittaukset 8–18 GHz alueella oman laitoksen Aalto Electronics ICT -infrassa takaisinsirontageometrialla ja VTT:ltä tilatut 7–19 GHz alueen mittaukset käyttäen elliptisiä heijastimia. Mittaukset vaativat näytteitä, joiden koko on noin 10x10 cm, jotta säteilyenergiasta suurin osa osuu näytteeseen.

Tutkaheijastusmittauksista lasketulla absorptiovoimennuksella tarkoitetaan absorptiosta johtuvaa vähenemää (eng: *absorptio loss*), joka määritelmän mukaan on $SE_{a,x} = 10 \log|(1-S_{1x}^2)/S_{2x}^2|$, missä x tarkoittaa näytteen puolta 1 tai 2. Heijastushäviö $SE_{r,x}$ taas on $SE_{r,x} = 10 \log|1/(1-S_{1x}^2)|$ ja kokonaishäviö on näiden summa [7,8]. Tämän lisäksi on laskettu prosentuaalinen absorptio ja heijastuvuus, jossa x -puolen absorptio on $100 \times 10^{-SE_{a,x}/10}(1-S_{1x})$ ja heijastuvuus on $100 \times S_{1x}$ [8]. Absorptiovoimennuksen ja absorptioon pääasiallinen ero on se, että voimennuksessa mitataan desibeleissä kuinka suuri osa *heijastumattomasta* tehosta absorboituu, ja absorptiolla taas kuinka suuri osa *koko* tehosta.

4. Tulokset ja pohdinta

4.1 CVD grafeeni

Tarkoitus oli arvioida, pystytäänkö piipohjaisen aerogeelin päälle kasvattamaan grafeenia käyttämällä plasmaprosessointia ja / tai termisesti vaihtamalla prekursori metaanista asetyleeniin. Viimeinen testi on, saadaanko tutkataajuusalueelle absorptiota aikaiseksi. Plasma-avustuksella lämpötilat on pidetty n. 575C, koska plasman aiheuttamaa lämmitystä on vaikea arvioida ja paremman lämpökestävyyden omaava materiaali (Pyrogel) kestää noin 650C. Termisesti lämpötilat ovat hieman korkeampia n. 600C.

Heti alussa huomasimme, että plasman käyttö suurten näytteiden (n. 10x10cm) kanssa ei ollut mahdollista, koska sähköisenä eristeenä toimiva aerogeeli teki plasman syttymisestä mahdottoman. Plasmanäytteiden maksimikooksi saatiin noin 5x5cm, josta pääteltiin, että tutkaheijastusmittaukset tulisivat olemaan ongelmallisia ja tulosten tarkkuudesta ei ole takeita, koska itse mittaus tarvitsee suuremman näytekoon (n. 10x10cm).

Plasmaprosessointi aiheutti hyvin pintapainotteisen kasvun, koska itse plasma ei läpäise aerogeelikappaletta ja täten plasman hajottama prekursori ei reagoi kappaleen sisällä

olevien pintojen kanssa. Kontrastina terminen kasvatus taas aiheutti huomattavasti taiseemman kasvun ja näytteestä suuri osa oli kasvatetun materiaalin peittämää. Näytteiden peittävyksien erot näkyvät Kuvassa 1.

a)

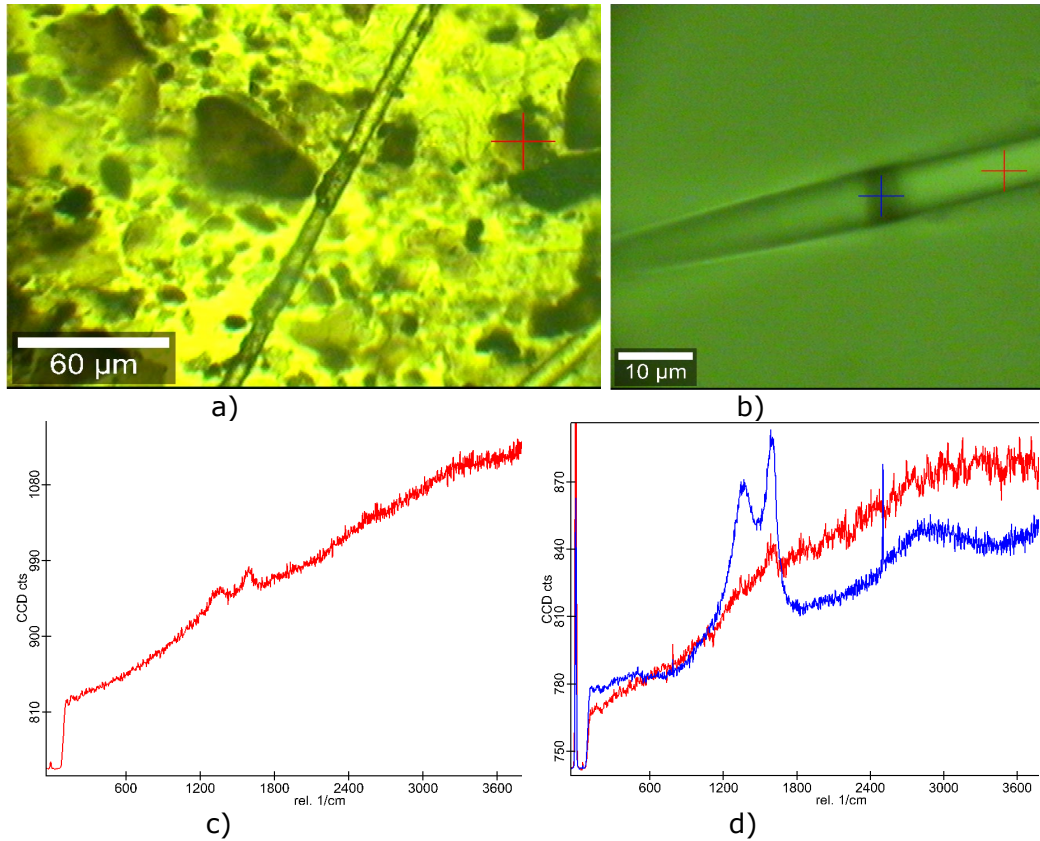
b)

Kuva 1: Pyrogel-materiaalin päälle tehty kasvatus käyttäen plasmaa (a) ja metaania prekursorina, ja termisesti asetyleenillä (b). Tummanharmaa / musta alue on kasvanutta materiaalia ja vaaleanharmaa on arogeelimateriaalin ominaisväri.

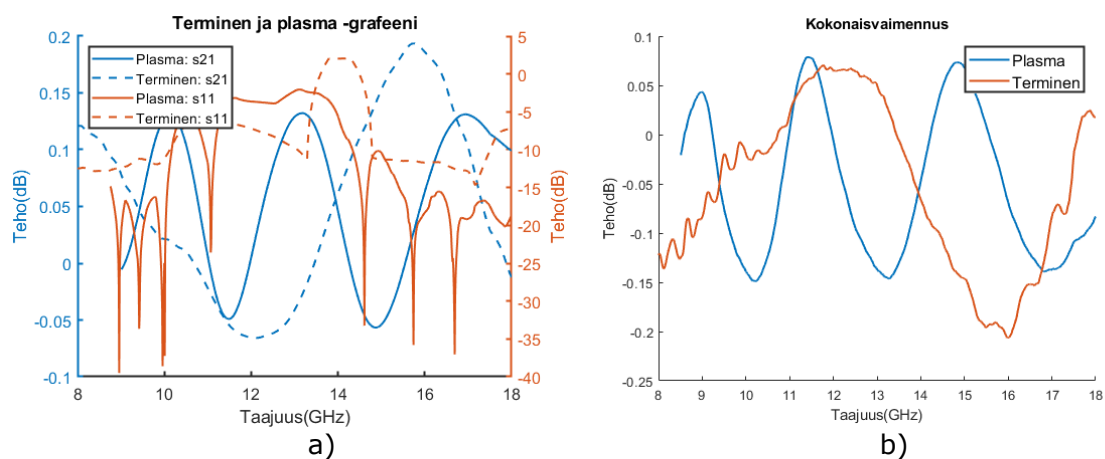
Plasmanäytteistä saatiin aikaiseksi paikoittaisen amorfisen grafeenin ja / tai hiilen kasvun arogeelin pinnalle. Raman-mittaukset näyttävät hiellelle ominaiset leveät D- ja G-piikit, jotka lähes yhdistyvät yhdeksi isoksi piikiksi. Tästä voidaan päätellä kyseessä olevan joko hiiltä tai hyvin huonolaatuista, paksua, ja amorfista grafeenia.

Tutkaheijastusmittaukset tehtiin Aallon omilla laitteistoilla ja niiden tulokset vahvistavat aikaisempia tuloksia, kasvanut materiaali ei ole sähköisesti tarpeeksi johtavaa, jotta saataisiin hyvä 8–18 GHz alueella oleva häivemateriaali. Kuvassa 3a nähdään kuinka kummallakaan tekniikalla kasvatettu materiaali ei aiheuta käytännössä minkäänlaista muutosta arogeelimateriaalin 8–18 GHz taajuusalueen läpäisyyn eikä siis myöskään absorptioon. Mittaustuloksissa on paljon kohinaa ja kalibrointimittausongelmista johtuen osa taajuuksista näyttäisi vahvistuvan, mutta näin ei tietenkään tilanne ole ja nämä tulokset johtuvat vain mittausongelmista. Kuvassa 3b taas on laskettu varmuudeksi vielä kokonaisvaimennus, joka on lähes nolla.

Mittausongelmista huolimatta näistä tuloksista pystytään sanomaan, että sähköisesti johtavan grafeenin kasvattaminen näiden arogeelimateriaalien päälle on hyvin hankalaa. Lämpötilat ovat sen verran alhaisia, että metaania ei saada hajoamaan termisesti, ja plasmallakaan ei kasvatustulos ole hyvä. Prekursorin vaihtaminen helpommin hajoavaan asetyleeniin auttaa lämpötilojen kanssa, mutta arogeelin hyvin inertti pinta ei mahdollista hyvin johtavan grafeenin kasvamista. Myös CVD-reaktorin geometria oli hankala plasmaprosessoinnille ja se ei mahdollistanut suurien näytteiden kasvattamista.



Kuva 2: a) ja b), Optisia mikroskooppikuvia Pyrogel-materiaalista plasmaprosessoinnin jälkeen Kapton-teipin päällä. c) ja d), Raman-mittaustulokset yläpuolella olevien mikroskooppikuvien punaisilla ja sinisillä risteillä merkatuista kohdista. Raman-tuloksien ~ 1350 $1/\text{cm}$ kohdalla on ns. D-piikki ja ~ 1580 $1/\text{cm}$ G-piikki. Näiden lisäksi yhdessä mitauksessa näkyy 2D-piikki noin 2700 $1/\text{cm}$ kohdalla.



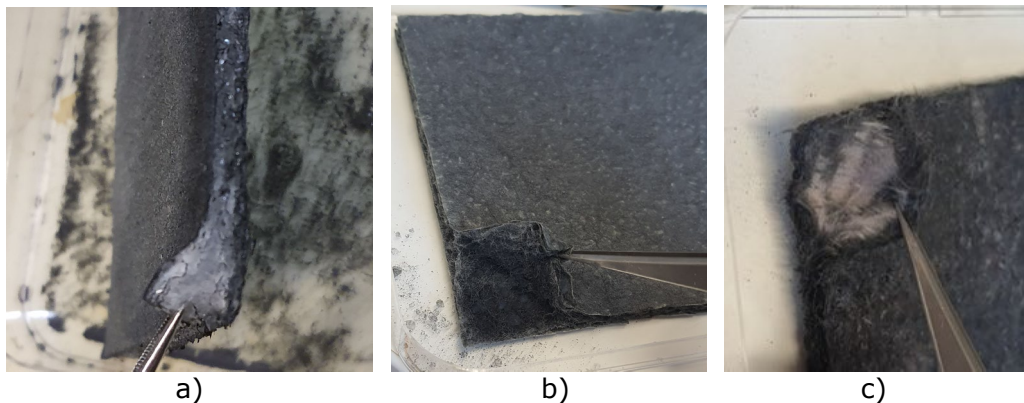
Kuva 3: a) Esimerkinäytteet terminisesti ja plasmalla kasvatetun grafeenin 8–18 GHz taajuusalueen s11 ja s21 -parametreistä. Periodiset resonanssihiikit johtuvat mittausgeometriasta. Mittaukset on kalibroitu viitteen [9] mukaan mutta näin pienillä arvoilla

mittauksista johtuvat virheet antavat myös positiivisia arvoja. b) Kokonaisvaimennus molemmille prosesseille, pitäen sisällään heijastuksesta ja absorptiosta tulevat komponentit.

4.2. MXene

MXene-kokeilla tutkittiin, voidaanko vesipohjaista MXene-liuosta käyttää aerogeelimateriaalin pinnoittamiseen MXene partikkeleilla ja pystytäänkö sitä kontrolloimaan. Lopullinen testi on vaikuttaako MXene tutkatabualueeseen absorptioon. Tutkimuksessa käytettiin kahta MXene-materiaalia kahdella eri sentrifugoinnin pituudella, kahta eri plasmaprosessia P1, ja P2, kolmea eri MXene-määrää ja kahta eri aerogeelipohjaa.

Vesipohjainen MXene-liuos on hankala erittäin hydrofobisen materiaalin kanssa, koska liuos ei läpäise eikä kastele huokoisen näytteen sisäosia eikä kunnolla edes pintaa. Tämä yritettiin kiertää tekemällä materiaalin pinnasta hydrofiilinen aktivoimalla se happiplasmalla. Plasma-aktivointi tehtiin kahdella eri menetelmällä, joista toisella saatiin aikaiseksi huomattavasti parempi materiaalin peittävyys. Ensimmäisellä menetelmällä (P1) vain kappaleen yläpinnasta saatiin hyvin hydrofiilinen, mutta huokoisen materiaalin sisäosat pystyivät hydrofobisena, ja kappaleen alaosa ei myöskään aktivoitunut täysin. Toisella menetelmällä (P2) kappaleeseen tehtiin kaksi erillistä käsittelyä, jossa kappale käännettiin ympäri käsittelyiden välissä. Jälkimmäinen tekniikka (P2) toimi huomattavasti paremmin ja lähes koko näyte saatiin peittoon, joskin vaihtamalla aerogeeli toiseen tulos ei ollut niin hyvä ja suuri osa kappaleen sisäosista ei ollut peittynyt. Nämä kolme eri tulosta näytetään Kuvassa 4. Plasma-aktivoinnin lisäksi kokeiltiin myös n. 3 % vetyfluoridi (HF) etsausta, jolla pystytään kemiallisesti aktivoimaan piin pinta etsaamalla sitä. Tämä ei ollut onnistunut koska HF etsaa materiaalia liian nopeasti verrattuna siihen, kuinka nopeasti HF-liuos läpäisee huokoisen materiaalin sen hydrofobisuuden takia.



Kuva 4: Kolmen eri näytteen MXene-peittyvyyden muuttuminen riippuen plasma-aktivointiprosessista. a) Alkuperäinen P1-prosessi, materiaalin (Thermal Wrap) sisäosat eivät ole peittyneet. b) Paranneltu P2-prosessi, saman materiaalin sisäosat ovat peittyneet huomattavasti paremmin. c) P2-prosessi käyttäen toista materiaalia (Pyrogel), sisäosat eivät ole peittyneet täysin.

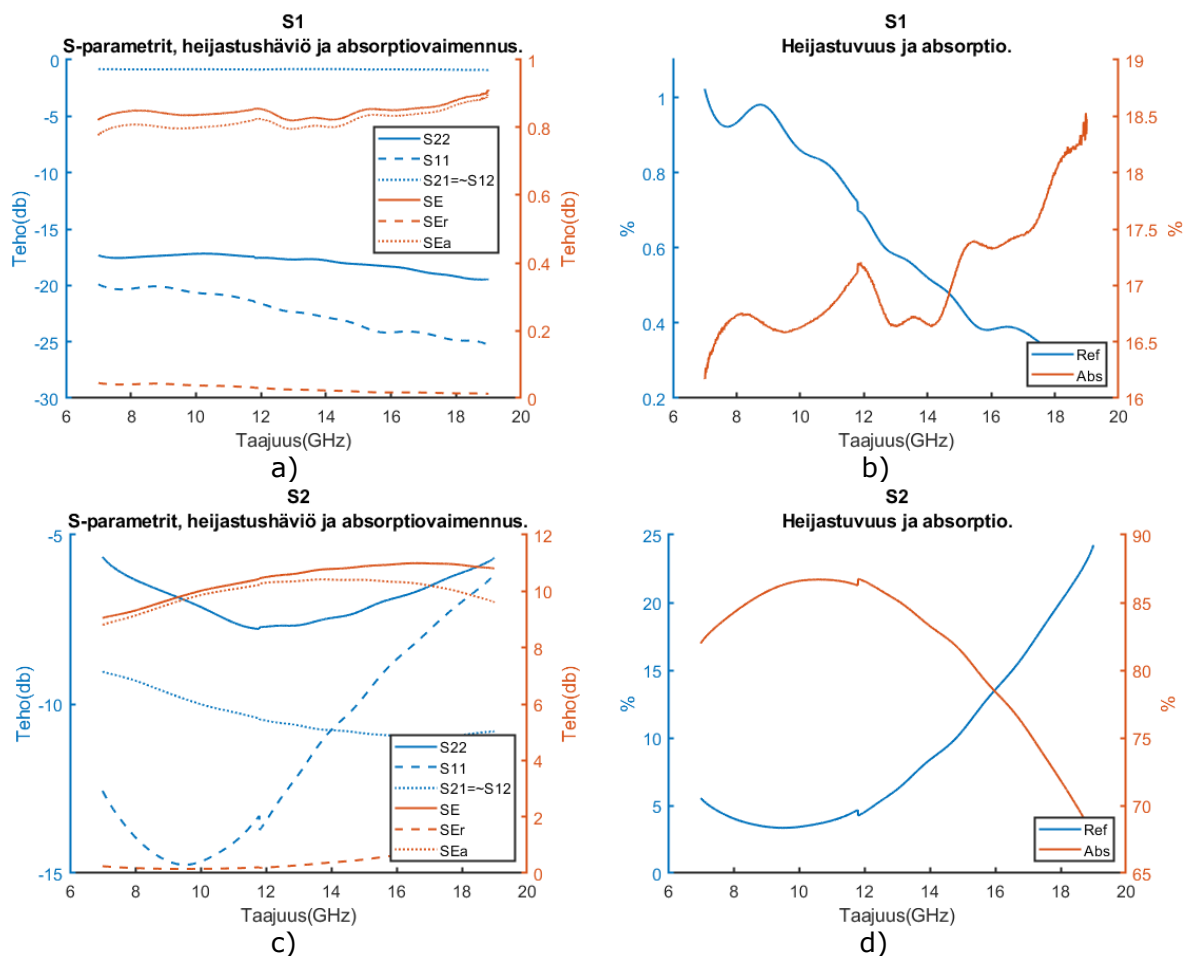
Näytteisiin jääneen MXene materiaalin paino myös oli eri, pienin määrä (n. 0.12 g) saatiin käyttämällä yhtä plasmaprosessointia ja Pyrogel-materiaalia, kahdella prosessoinnilla ja samalla materiaalilla n. 0.15 g, ja kahdella prosessoinnilla käyttäen Thermal Wrap-materiaalia saatiin n. 0.6 g.

P1-plasmaprosessia käytettiin kahdella eri liuoksella, sisältäen 0.7 ml/mg ja 1.8 ml/mg 30 min sentrifugoituja MXene-partikkeleita, joista valmistettiin näytteet S1 ja S2. VTT:n

teettämistä tutkaheijastusmittauksista näkyy selvästi, että näyte S1 absorboi hyvin vähän ja lähes kaikki säteilyteho menee näytteestä läpi. Tämä näkyy Kuvasta 5a, jossa S_{11} ja S_{22} kuvaavat heijastunutta tehoa eri suunnista, ja $S_{21} \approx S_{12}$ läpimenevää tehoa (lähes symmetrinen). Absorptiovaimennus ja heijastushäviö ovat molemmat erittäin pieniä, alle yhden desibelin. Kuvassa 5b on laskettu heijastuvuus ja absorptio prosentteissa, missä heijastuvuus tarkoittaa takaisinheijastuneen tehon osaa, ja absorptio tarkoittaa kuinka suuri osa alkuperäisestä tehosta absorboituu materiaaliin prosentteina. Eli siis koko näytteestä läpimenevä teho prosentteina on $100\% - (Ref + Abs)$.

Näytteen S1 tapauksessa, vain $\sim 1\%$ tehosta heijastuu pois, ja noin $16\text{--}18\%$ absorboituu, eli yli 80% tehosta menee koko materiaalista läpi. Mittauksista myös selviää, että näytteen eri puolet käyttäytyvät hyvinkin eri tavalla. Tämä johtuu aerogeelimateriaalin (Thermal Wrap) pintapuolien olevan hieman erilaisia, ja MXene-materiaalin peitto ei ole homogeeninen

Näyte S2 taas absorboi huomattavasti enemmän molemmilta puolilta, kuten nähdään Kuvasta 5c. Absorptiovaimennus on noin 10 desibelin luokkaa, ja heijastushäviöt noin alle yksi desibeliä. Kuvasta 5d näkeekin, että $5\text{--}25\%$ tehosta heijastuu takaisin, mutta läpi menneestä tehosta absorboituu noin $65\text{--}86\%$. Näin voidaan tulla tulokseen, että näyte S2 vähentää tutkataajuusalueen heijastuksia absorboimalla niistä suuren osan.

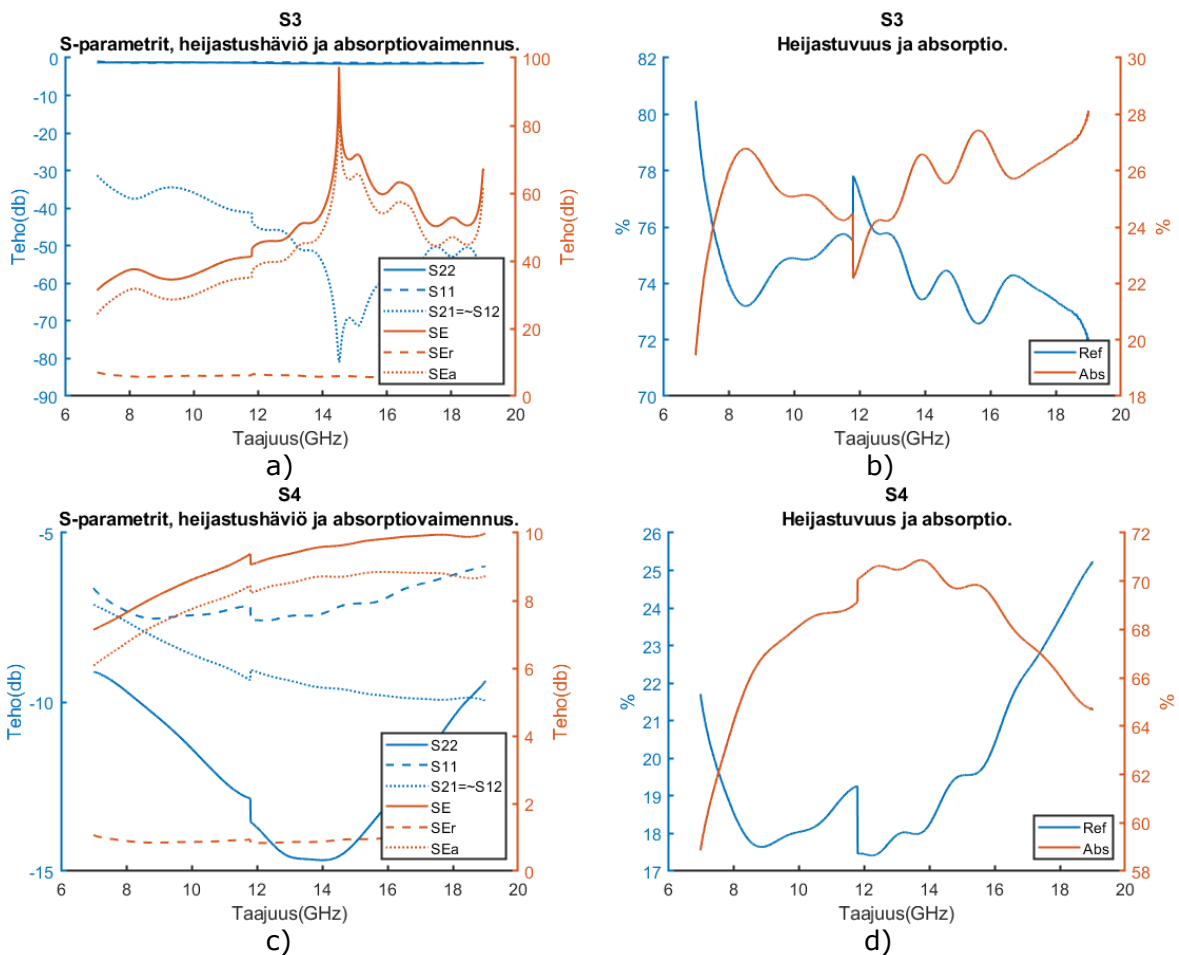


Kuva 5: Näytteiden S1 (a, b) ja S2 (c, d) s-parametrit, kokonaisvaimennus (SE), heijastushäviö (SEr) ja absorptiovaimennus (SEa) (a,c) suunnassa S_{1x} ; ja saman suunnan heijastu-

vuus (Ref) ja absorptio (Abs).

Näytteiden S1 ja S2 jälkeen tehtiin uusi näytepari, S3 ja S4, joissa plasmaprosessointia muutettiin hieman, 5 min sentrifugoidun (näytteet S1 ja S2 olivat 30 min) MXene-materiaalin määrää nostettu 1.8 mg/ml:sta 2.8 mg/ml:aan, ja näytteessä S4 käytetään eri aerogeelimateriaalia (Pyrogel). Näytteiden tutkaheijastusmittaukset ovat Kuvassa 6. Kuvan 6a:n mittaukset osoittavat näytteen S3 olevan lähes metallinen, koska S_{11} ja S_{22} ovat noin -1dB, ja läpäisevän tehon alenema on erittäin pieni, 30–80 desibeliä ($S_{21} \approx S_{12}$). Kuvassa 6b näkyikin, että näyte heijastaa noin 70–80 %, tehosta ja jäljelle jäävä teho absorboituu materiaaliin oikeastaan kokonaan, eli noin 20–30 %.

Kuvat 6c ja 6d osoittavat viimeisen näytteen, S4, olevan hyvin lähellä näytettä S2. Absorptiovaimennus on noin 9 desibelin luokkaa ja heijastushäviöt noin yksi desibeli. Heijastunut teho on noin 18–25 % ja absorptiot n. 59–71 %. Koska näytteet S2 ja S4 ovat hyvin lähellä toisiaan, vaikka niissä on käytetty eri määrää MXene-materiaalia (1.8 mg/ml ja 2.8 mg/ml) ja eri plasmaprosessia, voidaan päätellä, että prosessi on robusti.



Kuva 6: Näytteiden S3 (a, b) ja S4 (c, d) s-parametrit, kokonaisvaimennus (SE), heijastushäviö (S_{Er}) ja absorptiovaimennus (SE_a) (a,c) suunnassa S_{1x}; ja saman suunnan heijastuvuus (Ref) ja absorptio (Abs).

5. Loppupäätelmät

Grafeenin käyttäminen johtavana absorbaattorina näiden aerogeelimateriaalien kanssa on hyvin hankalaa. Lämpötilat grafeenin hyvälaatuiselle kasvulle ovat liian matalat ja aerogeelin inertti pinta vaikeuttaa kasvua entisestään. Plasmaprosessointia hyväksikäyttämällä grafeenin kasvu on erittäin huonolaatuista. Kasvu tapahtuu lähes pelkästään pinnalle, ja materiaalin sisäosissa ei kasvu tapahdu. Terminen kasvatus parantaa grafeenin peittoa, ja sitä kasvaa myös materiaalin sisäosiin, mutta lopputulokseen sillä ei ole vaikutusta ja kasvanut materiaali on erittäin huonolaatuista amorfista grafeenia / hiiltä. Kasvanut materiaali ei ole sähköisesti tarpeeksi johtavaa, jotta sitä voisi käyttää tutka-alueen absorbaattorina.

Ti2C3-MXene on hyvin helppokäyttöistä, koska se on nestemäisessä muodossa ja liuottimena on pelkkä vesi. Prosessointi on yksinkertaista, näytteet vain upotetaan nesteeseen ja annetaan imeytyä, jonka jälkeen näyte kuivataan. Vaikkakin vesipohjaisuus on ongelma aerogeelien hydrofobisuuden takia, happiplasmalla saadaan kohtuullisen hyvin muutettua sen pinta hydrofiiliseksi, helpottaen materiaalin peittoa. Plasmaprosessi vaatii optimointia, mutta jo pienillä muutoksilla saimme huomattavasti parempia lopputuloksia. MXene-materiaalilla peitetyt aerogeelisubstraattit selvästi voivat toimia 8–18 GHz taajuusalueen absorbaattorina. Neljästä näytteestä kahdella oli noin 10 desibelin absorptiovaimennus, ja koko lähetetystä tehosta saatiin absorboitua n. 60–85 %. Tutkimuksesta myös selvisi, että MXene:n peittoa ja määrää muuttamalla voidaan muuttaa aerogeelimateriaalin läpäisy, heijastus, ja absorbointi -ominaisuuksia. Muutimme aerogeelimateriaalin lähes kokonaan läpäisevästä melkein kokonaan metalliseksi muuttamalla edellä mainittuja parametrejä.

Lähdeluettelo

- [1] Aytac, Ayhan, et al. "A review of the radar absorber material and structures." *Scientific Journal of the Military University of Land Forces* 52 (2020).
- [2] Zeng, Zhihui, et al. "Ultralight, flexible, and biomimetic nanocellulose/silver nanowire aerogels for electromagnetic interference shielding." *Acs Nano* 14.3 (2020): 2927-2938. DOI: 10.1021/acsnano.9b07452
- [3] Meng, Fanbin, et al. "Graphene-based microwave absorbing composites: A review and prospective." *Composites Part B: Engineering* 137 (2018): 260-277.
- [4] Liang, Luyang, et al. "Multifunctional magnetic Ti3C2T x MXene/graphene aerogel with superior electromagnetic wave absorption performance." *ACS nano* 15.4 (2021): 6622-6632.
- [5] Philip, Anish, et al. "Flexible ϵ -Fe2O3-terephthalate thin-film magnets through ALD/MLD." *ACS applied materials & interfaces* 12.19 (2020): 21912-21921.
- [6] Shah, Nasrullah, et al. "Magnetic aerogel: an advanced material of high importance." *RSC advances* 11.13 (2021): 7187-7204.
- [7] Peng, Mengyue, and Faxiang Qin. "Clarification of basic concepts for electromagnetic interference shielding effectiveness." *Journal of Applied Physics* 130.22 (2021): 225108.
- [8] Ryu, Seung Han, et al. "Absorption-dominant, low reflection EMI shielding materials with integrated metal mesh/TPU/CIP composite." *Chemical Engineering Journal* 428 (2022): 131167.
- [9] Dhondt, Geert, Daniël De Zutter, and Luc Martens. "An improved free-space technique modelling for measuring dielectric properties of materials." *IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium. 1996 Digest. Vol. 1. IEEE, 1996*

