

# Fe - Si - Al合金的制备及其微波电磁性能

徐一可 沈春英 冯永宝 丘泰

(南京工业大学材料科学与工程学院,南京 210009)

**文 摘** 以高纯 Fe、Si、Al 粉为原料,采用机械合金化法制备 Fe - Si - Al 合金粉末。利用 X 射线衍射仪、扫描电镜和矢量网络分析仪分别研究了机械合金化产物的相结构、形貌和 Fe - Si - Al 合金吸波材料在 1 ~ 18 GHz 内的电磁性能。结果表明:采用机械合金化方法,球磨时间为 80 h 时制备得到了块状 Fe - Si - Al 合金粉末,并且得到的 Fe - Si - Al 合金粉末比原始铁粉具有较低的介电常数实部和虚部,其磁导率实部和虚部也有所增加。Fe - Si - Al 合金吸波材料在低频具有优异的吸波性能,吸波材料厚度为 3 mm 时,在 2 ~ 4 GHz 频段内具有较低的反射率,在 3 GHz 处的最小反射率为 -16 dB。随着厚度的增加,Fe - Si - Al 合金吸波材料的最小吸收峰由高频向低频移动,同时吸收峰的宽度变窄,最小反射率减小,吸波能力增强。

**关键词** 吸波材料, Fe - Si - Al 合金,机械合金化,磁导率,介电常数

## Preparation of Fe - Si - Al Alloy and Its Microwave Electromagnetic Properties

Xu Yike Shen Chunying Feng Yongbao Qiu Tai

(College of Materials Science and Engineering, Nanjing University of Technology, Nanjing 210009)

**Abstract** High-purity Fe, Si and Al powders were used as raw materials to prepare Fe - Si - Al alloy by mechanical alloying (MA). The phase structure and the microphotograph of the alloying products were investigated by XRD and SEM respectively, and their electromagnetic properties in the range of 1 - 18 GHz were investigated by vector network analyzer. The results show that the shape of Fe - Si - Al alloy powder prepared by MA for 80 h is massive. Fe - Si - Al alloy powder has lower  $\epsilon'$  and  $\epsilon''$ , and higher  $\mu'$  and  $\mu''$  compared with the raw iron powder. The Fe - Si - Al alloy absorber has excellent microwave absorption property in low frequency. The 3 mm microwave absorber exhibits low reflectivity in 2 - 4 GHz, and the minimum reflectivity of the specimen is -16 dB at 3 GHz. With the increase of the thickness, the largest absorption peak moves from high frequency to low frequency, the width of the absorption peak becomes narrow, the minimum reflectivity of the specimen is decreased, and the microwave absorption property is enhanced at the same time.

**Key words** Microwave absorbing material, Fe - Si - Al alloy, Mechanical alloying (MA), Permeability, Dielectric constant

### 1 前言

随着现代科学技术的发展,各种电器、电子设备的普及,在创造物质文明的同时,也带来了电磁污染<sup>[1-2]</sup>。为了消除电磁波所带来的危害,世界各国投入较多人力和物力开展这方面的研究工作,采用吸波材料来抑制电磁波辐射和干扰,取得了不少成果<sup>[3-5]</sup>。但对广泛应用于各种无线通信系统中的低频段微波(1 ~ 5 GHz),普通吸波材料(如铁氧体)由于厚度较厚(一般大于 1 cm),很难得到应用<sup>[6]</sup>。金属软磁材料 Fe - Si - Al 合金具有较高的初始磁导率,有望在较低频率下具有较好的吸波性能。目前

Fe - Si - Al 合金多用雾化法生产,而机械合金化制备则报道较少。本文以 Fe、Si 和 Al 粉为原料,采用机械合金法制备 Fe - Si - Al 合金,对合金化产物的相结构、形貌及其电磁参数与吸波性能进行了研究。

### 2 实验

#### 2.1 原料

Fe 粉纯度 99.5%, 粒径 48  $\mu\text{m}$ ; Si 粉纯度 99.5%, 粒径 18  $\mu\text{m}$ ; Al 粉纯度 99.5%, 粒径 35  $\mu\text{m}$ ; 购于北京有色金属研究总院。

#### 2.2 球磨条件与试样制备

Fe、Si、Al 粉按质量比为 Fe:Si:Al = 85:9.6:5.4

收稿日期:2008-01-16;修回日期:2008-03-04

基金项目:江苏省博士后科研资助计划项目(0602012C)

作者简介:徐一可,1983年出生,硕士,主要从事微波吸收材料的研究。E-mail: yike\_xu@gnai.com

配比,放入不锈钢球磨罐中,球料比为 20:1,对球磨罐抽真空并充入 Ar 保护。合金化过程在行星球磨机上进行,公转 225 r/min,自转 360 r/min。

### 2.3 样品制备

将球磨 80 h 后制得的合金粉体和原始铁粉分别与三元乙丙橡胶混合均匀,硫化制成内径 3.04 mm、外径 7.0 mm、厚 3 mm 的同轴环状的吸波材料,合金粉体和原始铁粉在吸波材料中的体积分数均为 43%。

### 2.4 测试与表征

采用瑞士 ARL 公司 X'TRA 型 X 射线衍射仪 (Cu 靶 K 线,管电压 40 kV,管电流 100 mA)对粉末进行物相分析。采用日本电子公司 JSM-5900 型扫描电镜对机械合金化产物进行形貌分析。采用 Agilent 公司 HP8722ET 矢量网络分析仪,根据传输/反射法<sup>[7]</sup>测量吸波材料的电磁参数,并利用同轴反射法<sup>[8]</sup>对其吸波性能进行测试,扫描范围均为 1~18 GHz。

## 3 结果和分析

### 3.1 球磨产物的物相与颗粒形貌分析

图 1 所示为 Fe、Si、Al 混合粉末球磨前后的 XRD 图谱。由图 1 可知,在球磨时间为 60 h 时,合金化产物的 X 射线衍射图中 Al 的衍射峰全部消失,但还有少量的 Si 峰存在,说明此时 Fe、Si、Al 混合粉末尚未完全合金化;继续延长球磨时间,当球磨时间达到 80 h 后, Si 的衍射峰也全部消失,说明此时 Fe、Si、Al 混合粉末已经完全合金化,生成了 Fe-Si-Al 合金。根据金属学理论<sup>[9]</sup>,溶质与溶剂原子直径的比在 0.85~1.15 时,有利于形成具有显著固溶度的置换

固溶体;电负性越小,越有利于形成固溶体。Fe、Si、Al 的原子半径分别为 1.24、1.17、1.43 nm,电负性分别为 1.8、1.8、1.5,因此,可以认为 Si 和 Al 的衍射峰的消失是因为 Si、Al 渗入铁基体形成了置换固溶体。球磨 80 h 后合金粉末的衍射峰比原始铁粉出现了一定程度的宽化,造成其宽化的原因可能是球磨过程中晶粒的不断细化和研磨介质对粉末的强烈撞击而导致了晶格畸变。而衍射峰的位置未出现偏移,这可能是因为原子半径:  $Si < Fe < Al$ ,当 Si 原子溶入 Fe 晶格时,使得 Fe 晶格畸变,晶格常数变小;而当 Al 原子溶入 Fe 晶格时,晶格常数变大,二者综合作用导致衍射峰并未发生明显偏移。球磨过程中的粉末颗粒的形貌变化直接反映着机械合金化过程。图 2 为原始铁粉及不同球磨时间混合粉末的扫描电镜图。

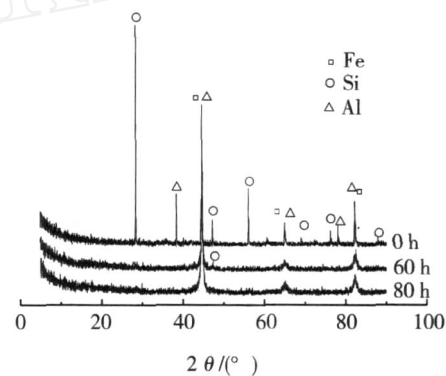


图 1 Fe、Si、Al 混合粉末球磨前后的 XRD 图谱  
Fig. 1 XRD patterns of Fe, Si and Al powders before and after mechanical alloying

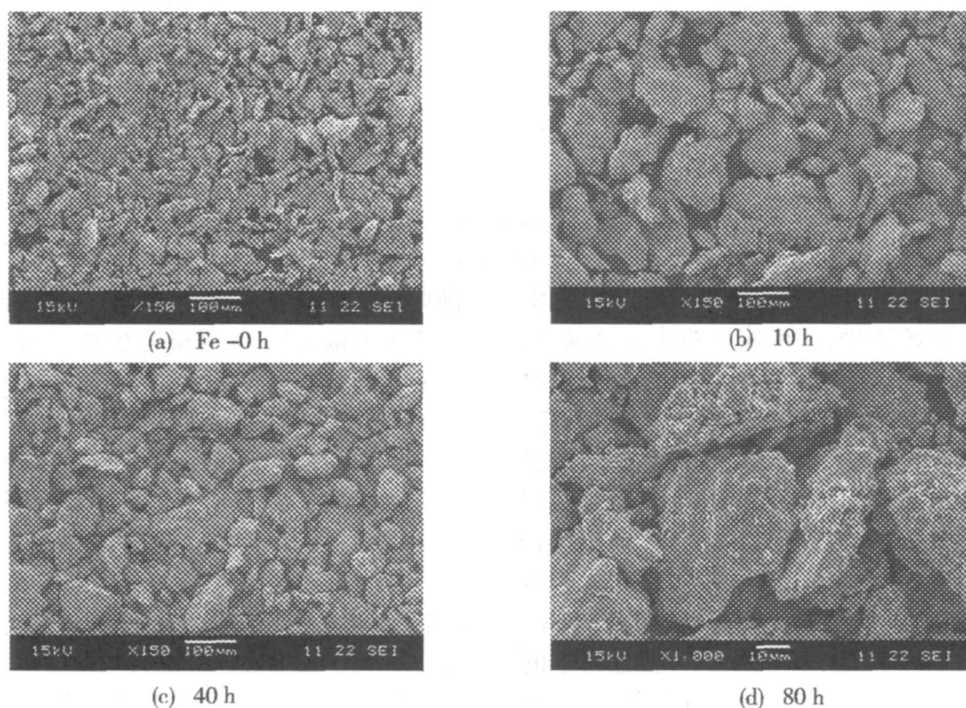


图 2 原始铁粉和 Fe、Si、Al 混合粉末不同球磨时间的 SEM 图

Fig. 2 SEM images of original Fe powder and Fe, Si and Al powders mixture at different milling time

由图 2 可见,原始铁粉颗粒形貌为圆片状,颗粒尺寸约为  $50\ \mu\text{m}$ 。球磨 10 h 后,混合粉体为扁平片状的大颗粒为主的不均匀粉体,颗粒尺寸约为  $100\ \mu\text{m}$ ,相比于原始铁粉,颗粒尺寸呈现了明显的增大过程,这可能是由于球磨开始时,随着球磨时间的增加,钢球与粉末相互之间的碰撞、碾压,一方面会使得颗粒变小;另一方面由于原始粉末的延展性,使得粉末扁平化并且互相焊接在一起,并且焊接作用比较明显,因此颗粒尺寸呈现了一定程度的增加。随着球磨时间的增加,在 40 h 时粉体颗粒尺寸明显变小,并呈现了不规则的块状,这主要是由于球磨过程中,由于原始金属粉末的延展性导致的颗粒尺寸增加存在一个极限,超过这个极限时,随着球磨时间的增加,粉末

颗粒由于钢球的研磨作用逐渐细化,并且扁平状的棱角不断被圆滑呈现块状。球磨时间为 80 h 时合金粉末未呈块状,粒度约为  $30\sim 40\ \mu\text{m}$  左右。

### 3.2 Fe-Si-Al 合金吸波材料的电磁参数与吸波性能

#### 3.2.1 电磁参数

由于吸收剂粉末难以直接进行电磁性能表征,一般将其与胶黏剂制备成复合材料来对吸收剂的电磁性能进行表征。将球磨 80 h 后制得的 Fe-Si-Al 合金粉体和原始铁粉以相同体积分数分别制备吸波材料样品,测试其电磁性能。图 3 为 Fe-Si-Al 合金与原始铁粉的复介电常数及复磁导率在  $1\sim 18\ \text{GHz}$  的频谱变化曲线。

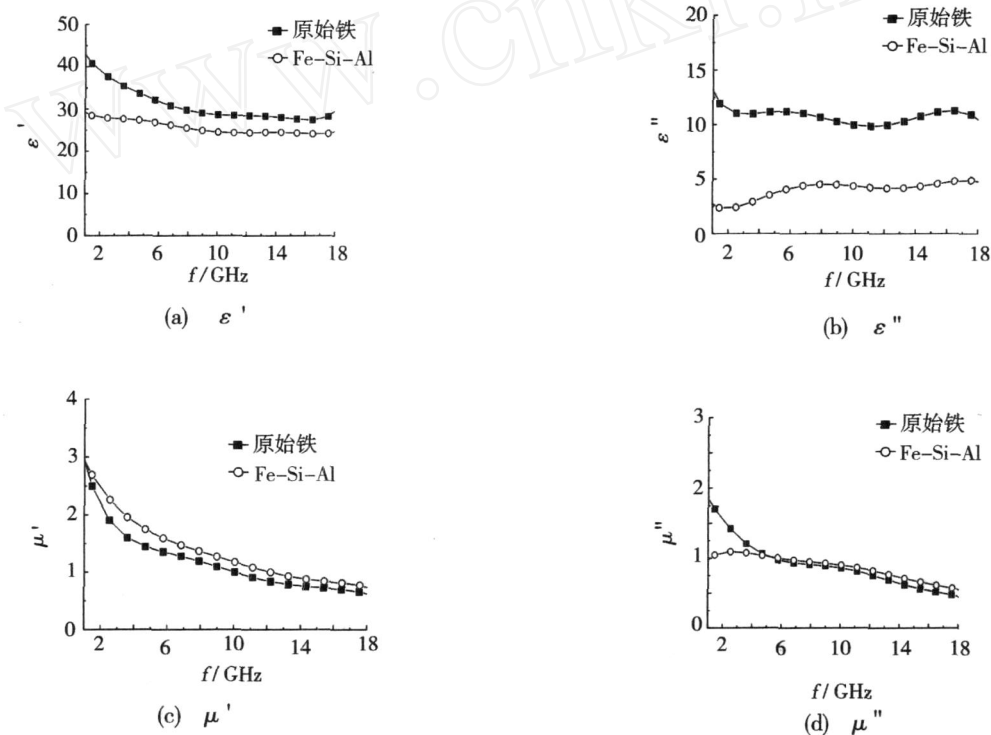


图 3 原始铁粉和 Fe-Si-Al 合金粉末的电磁参数

Fig 3 Electromagnetic parameters of original Fe powder and Fe-Si-Al alloy powders

由图 3 可见,Fe-Si-Al 合金粉末介电常数的实部和虚部均小于原始铁粉,这可能是粉体经过球磨,伴随着颗粒尺寸的减小及缺陷的增加,相应地电阻率有所提高<sup>[10]</sup>,电阻率的提高导致介电常数的降低。Fe-Si-Al 合金粉末的  $\mu$  高于原始铁粉,这可能是球磨后的磁滞伸缩系数和磁晶各向异性的减小引起微波磁导率的提高所致<sup>[11]</sup>;  $\mu$  则与  $\mu$  不同,原始铁粉的  $\mu$  在低频时明显大于 Fe-Si-Al 合金粉末,随着频率的增大,下降的趋势比 Fe-Si-Al 合金粉末大,当频率增大 4.5 GHz 以后,Fe-Si-Al 合金粉末的  $\mu$  就比原始铁粉略高。其原因可能是在较低频段,原始铁粉电导率较高,磁损耗主要以涡流损耗为主,因而原始 Fe 粉的  $\mu$  较大;随着频率的增加,磁损耗逐

渐以磁滞损耗为主,由于球磨过程中合金粉末在磁畴中产生大量缺陷,磁滞损耗增加,因此,Fe-Si-Al 合金粉末的  $\mu$  高于原始铁粉。经过球磨得到的 Fe-Si-Al 合金粉末与原始 Fe 粉相比,在  $1\sim 18\ \text{GHz}$  频段和平均值分别降低了 16% 和 62%,  $\mu$  和  $\mu$  平均值分别提高了 27% 和 3%,  $\mu$  和  $\mu$  的降低以及  $\mu$  和  $\mu$  的提高在很大程度上提高了吸波材料的吸波性能<sup>[8]</sup>。

#### 3.2.2 电磁参数与吸波性能的关系

材料吸收电磁波的能力用反射率表示,与吸波材料的厚度、磁导率和介电常数等参数有关,单层吸波材料(含导电衬底)的反射率是介电常数和磁导率、频率  $f$  和厚度  $d$  的函数,其关系可表示为<sup>[12]</sup>:

$$= 20 \lg \left| \frac{z \tanh(jkd) - z_0}{z \tanh(jkd) + z_0} \right| \quad (1)$$

$$k = 2\pi f \sqrt{\mu_0 (\mu - j) (\epsilon - j)} \quad (2)$$

$$z = \frac{\sqrt{(\mu - j) \mu_0}}{\sqrt{(\epsilon - j) \epsilon_0}} \quad (3)$$

式中,  $\Gamma$  为反射系数;  $k$  为传播常数;  $z$  为波阻抗;  $z_0$  为真空波阻抗,  $z_0 = 120 \Omega$ ;  $\mu_0$ 、 $\epsilon_0$  分别为真空磁导率和介电常数;  $\tanh$  为双曲正切函数。

### 3.2.3 吸波性能分析

由公式(1)~(3)可知,通过测得吸波材料的介电常数和磁导率,可以计算其吸波性能。利用图3中的电磁参数,分别计算出厚度为1~6 mm时 Fe-Si-Al合金吸波材料的吸波性能,见图4。由图4可知,随着厚度的增加,吸波材料的最大吸收峰由高频向低频移动,同时吸收峰的宽度变窄,最小反射率减小,吸波性能增加,吸波材料最小反射率由1 mm厚度时12 GHz附近的-7.1 dB减小到6 mm厚度时1.3 GHz附近的-37 dB。这是因为入射到材料表面与其底面的反射波产生干涉作用时,电磁波在真空中的波长  $\lambda_0$  与材料的厚度 ( $d$ ) 和电磁参数 ( $\epsilon$ 、 $\mu$ ) 有如下关系<sup>[13]</sup>:

$$\lambda_0 = 4d \sqrt{\epsilon \mu} \quad (4)$$

在材料的  $d$  与  $\epsilon$ 、 $\mu$  增加的情况下,产生干涉作用对应的  $\lambda_0$  变大,即干涉峰向低频移动。

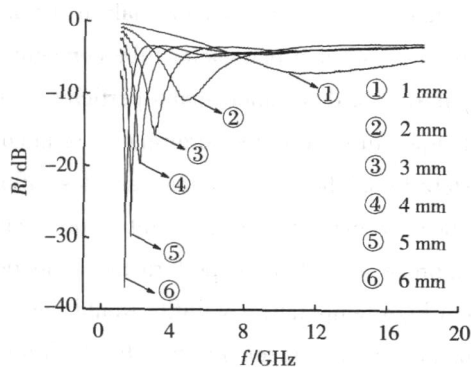


图4 Fe-Si-Al吸波材料不同厚度的反射率曲线

Fig 4 Reflection curves of Fe-Si-Al microwave absorber with different thickness

## 4 结论

(1)以高纯 Fe、Si、Al 粉为原料,采用机械合金化方法,球磨时间为 80 h 时制备得到了 Fe-Si-Al 合金粉末,粉末呈块状,颗粒尺寸约为 30~40  $\mu\text{m}$ 。

(2) Fe-Si-Al 合金吸收材料的电磁参数优于原始铁粉,在 1~18 GHz 内,和平均值分别降低了 16% 和 62%,  $\mu$  和  $\epsilon$  平均值分别提高了 27% 和 3%。

(3) Fe-Si-Al 合金吸波材料在低频具有优异的吸波性能,厚度为 3 mm 时,吸收峰位于 2.9 GHz,反射率最小为 -15.8~-10 dB 带宽从 2.5 到 3.5 GHz,表现出较好的低频吸收性能。随着厚度的增加,吸波材料的最大吸收峰由高频向低频移动,同时吸收峰的宽度变窄,最小反射率减小,由 12 GHz 附近的 -7.1 dB 减小到 1.3 GHz 的 -37 dB。

## 参考文献

- Lee Kyungsub, Yun Yeochun, Jeong Inbun et al. Microwave absorbing properties of flaky Fe-Si-Al alloy powder-rubber composites. Powder Metallurgy, 2007; 536~537: 1465~1468
- Hyatt S, Pallister M, Lessard C S. Medical reforms and technology today. IEEE Engineering in Medicine and Biology Magazine, 1995; (14): 359~360
- Matsumoto M, Miyata Y. Thin wave absorber containing carbonyl-iron particles surface-treated with a coupling agent. Magnetics Society of Japan, 1998; 22: 885
- Shigeyoshi Yoshida, Shinsuke Ando. Crystal structure and microwave permeability of very thin Fe-Si-Al flakes produced by microforging. Journal of Applied Physics, 2003; 93(10): 6659~6651
- Zhang Baoshan, Feng Yong, Xiong Jie et al. Microwave-absorbing properties of de-segregated flake-shaped carbonyl-iron particle composites at 2-18 GHz. IEEE Transactions on Magnetics, 2006; 42(7): 1778~1781
- 邓联文,冯则坤,江建军等. 纳米晶  $\text{Fe}_{35}\text{Si}_4\text{Al}_{16}\text{Cr}_8$  扁平状颗粒材料微波吸收特性. 金属学报, 2006; 42(3): 321~324
- 田步宁,杨德顺,唐家明等. 传输/反射法测量材料电磁参数的研究. 电波科学学报, 2001; 16(1): 57~60
- 冯永宝. 微波吸收材料优化设计、测试方法与制备的研究. 南京:南京工业大学出版社, 2006
- 邱翠榕,汪厚植,顾华志等. 机械合金化制备 Fe-Si-Al 合金粉末的研究. 中国粉体技术, 2006; (1): 12~14
- 杨东升,吴柏枚,杜英磊等. 纳米 NiAl 合金的低温电阻. 低温物理学报, 1997; 19(4): 299~303
- 孙玉魁,张长安,董学智等. 金属软磁材料及其应用. 北京:冶金工业出版社, 1986: 174~175
- 曹琦. 抗电磁干扰铁系合金粉微波吸收特性研究. 武汉:华中科技大学出版社, 2005
- 胡传忻. 隐身涂层技术. 北京:化学工业出版社, 2004: 276~277

(编辑 李洪泉)