

羰基多晶铁纤维吸波性能的研究

Microwave Absorbing Properties of Carbonyl Iron Fiber

李小莉^{1,2}, 贾虎生¹

(1 太原理工大学 材料科学与工程学院,
太原 030024; 2 北京航空材料研究院, 北京 100095)

LI Xiao-li^{1,2}, JIA Hu-sheng¹

(1 The Institute of Material Science and Engineering,
Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China;
2 Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

摘要: MOCVD 法制得的羰基多晶铁纤维, 测量并分析了铁纤维电磁参数的变化趋势。通过对多晶铁纤维不同的填充比, 以及一定填充比、不同厚度材料吸波性能的研究, 发现多晶铁纤维以较低填充比、较薄的厚度就可获得较好的吸波效果, 有可能成为良好的轻质高效吸收剂。

关键词: 多晶铁纤维; 吸波材料; 介电常数; 磁导率

中图分类号: TM 25 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2007)03-0014-04

Abstract: The carbonyl iron fibers were prepared by the magnetically-induced metal organic chemical vapor decomposition (MOCVD). The electromagnetic parameters of the carbonyl iron fibers of different mass fraction and different thickness with same mass fraction were measured and analysed. It was found that low mass fraction and thinner thickness could get good microwave absorbing properties.

Key words: polycrystalline iron fiber; radar absorbing material; permeability; permittivity

随着微波通讯、电子对抗、电磁兼容等技术的不断发展, 吸波材料的研究, 日益受到各国的高度重视。各国为满足现代吸波材料“薄”“轻”“宽”“强”的要求, 都在积极得探索新的吸收剂种类及新的吸波机理。国际对多晶铁纤维的研究始于 20 世纪 80 年代中期, 目前, 关于多晶铁纤维的吸收损耗机理的理论研究^[1], 及其吸波特性的模拟计算结果^[2], 以及其微波电磁参数的理论推导国内外的报道^[3-5] 很多, 但关于其吸波性能的实验数据却少有报道。本工作通过对不同填充比, 以及一定填充比、不同厚度的多晶铁纤维吸波涂层, 吸波性能进行了一系列实验性研究, 以期寻找铁纤维最佳的应用填充比及其适用的最佳吸波频段。为我们的理论研究提供实验依据, 为铁纤维的实际应用打下实验基础。

1 实验

1.1 实验原料

通过五羰基铁 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 磁引导气相分解法 (MOCVD) 制得羰基多晶铁纤维; 所采用的粘结剂为

环氧树脂 601, 固化剂为低分子亚酰胺, 溶剂采用二甲苯与正丁醇 7:3 比例的混合液。

1.2 微观形貌

采用 JSM-5600LV 扫描电镜观察纤维的微观特征, 如图 1 所示。

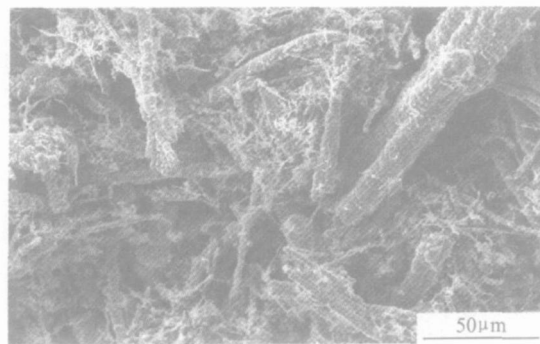


图 1 多晶铁纤维的扫描电镜图像

Fig 1 SEM micrograph of the polycrystalline iron fiber

从图 1 中可见, 由 MOCVD 法制得的多晶铁纤维的直径很不均匀, 从微米级到亚微米甚至纳米级, 纤维的长径比跨度也比较大。

1.3 反射样品的制作

吸收涂层由铁纤维与一定的粘结剂、固化剂所组成的复合物, 为便于涂刷加入溶剂, 将上述混合液涂刷于 $180\text{mm} \times 180\text{mm}$ 的标准平板表面, 每次涂刷之前都要将混合液搅拌均匀, 前后两次相隔约 $20 \sim 30\text{min}$, 使涂层表干, 经多次涂刷, 形成比预期厚度稍厚的覆盖层, 经固化打磨制成标准试样。

1.4 反射率的测量

反射率的测试方法按 GJB2038-94 中的 102 “RAM 反射率用弓行测试法” 测得。测量系统的微波扫描信号源为 HP83751B, 测量结果通过 HP8757E 网络标量分析仪得出。

1.5 电磁参数测量样品的制作

电磁参数测量样品的制备是保证测量精度的关键, 在铁纤维电磁参数的测量中, 首先将按比例称好的石蜡加热融化, 加入铁纤维后, 用玻璃棒充分搅拌, 使铁纤维均匀弥散的分布在石蜡中, 然后装入同轴线中, 同轴内外导体的同心度由特制的“同轴试样制备模”中的中心定位杆保证, 压实混合物, 使试样与同轴线的侧壁之间无间隙, 并且使样品表面清洁光滑无划痕。

1.6 电磁参数的测量

采用反射-传输网络参数法, 测试系统为“全自动矢量网络参数扫描测量系统”, 用 HP8722ES 矢量网络分析仪在 $2 \sim 18\text{GHz}$ 频率范围内, 测得不同质量填充比的铁纤维的电磁参数。

2 实验结果与讨论

2.1 电磁参数随填充比的变化规律

吸波材料的复数磁导率、介电常数, 是表征材料与电磁波相互作用的基本物理量。尽管多晶铁纤维的电磁参数具有显著的形状各向异性, 但是当纤维在涂层中随机取向时, 涂层材料电磁参数表现为各向同性^[6], 所以, 采用测量各向同性材料电磁参数的方法, 测量铁纤维的电磁参数。

图 2 可见, 随着含量的减少, 铁纤维的介电常数迅速减小。而且, 介电常数实部 ϵ' 随着频率的升高而呈现下降的趋势。但铁纤维的介电常数值, 与相同填充比的羰基铁粉或铁氧体相比, 远大于它们的介电常数^[7]。

由图 3 可见, 羰基多晶铁纤维的磁导率的虚部较小, 文献记录, 直径为 $2 \sim 4\mu\text{m}$ 的铁纤维, 体积填充比为 20% 时, 在 $2 \sim 18\text{GHz}$ 频率范围内, 磁导率虚部 μ'' 大于 0.6 ^[1]。MOCVD 法制得的纤维直径跨度很大, 其中有一部分的直径大于 $10\mu\text{m}$, 对于这部分铁纤维,

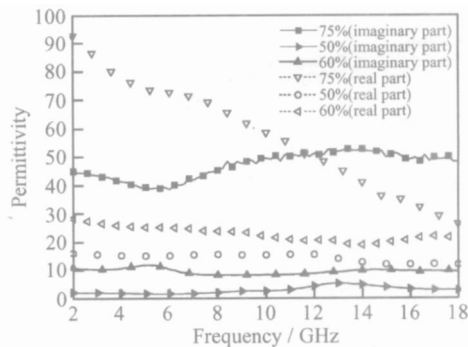


图 2 不同质量分数多晶铁纤维介电常数的频率特性

Fig 2 Permittivity versus frequency with different fiber mass concentration

电磁波不能有效的进入其内部, 它们对磁导率的贡献很小, 同时还增大了纤维的质量, 使固有磁矩及电子涡流产生的总的磁矩相对减少^[3], 从而使磁损耗相对较小。可见纤维的微观形貌(直径、长径比)对铁纤维的电磁参数的影响很大。

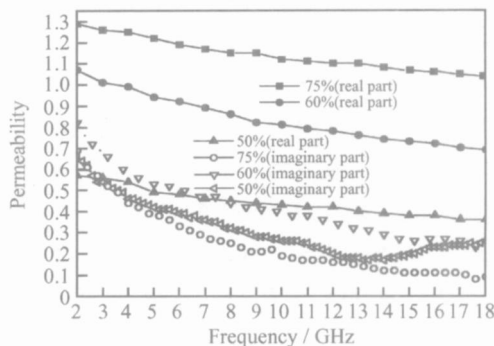


图 3 不同质量分数多晶铁纤维的磁导率频率特性曲线

Fig 3 Relative permeability versus frequency with different fiber mass concentration

羰基多晶铁纤维的磁损耗, 并非随着纤维的含量单调变化, 适当的纤维含量可获得较高的磁损耗, 过高或过低的纤维含量都不利于提高材料的磁损耗, 因而也就不利于获得高性能的吸波材料^[8]。

铁纤维材料的电磁参数(ϵ'' 除外) 均随着频率的升高而缓慢减小, 这也有利于展宽吸波频带, 获得宽频带吸波材料^[9]。

2.2 反射率随纤维填充比的变化规律

为了研究铁纤维的吸波性能, 分别将铁纤维质量分数为 50%, 60%, 61.5%, 63%, 65%, 75% 的铁纤维环氧树脂复合溶液制成厚度为 1mm 的标准试样, 并分别测量其反射率曲线。如图 4 所示。

从图 4 可看出, 当纤维含量为 75% 时, 此涂层对雷达波的吸收很小, 在 $2 \sim 18\text{GHz}$ 频率范围内反射率

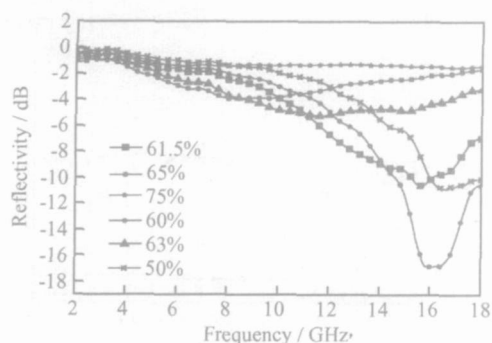


图4 不同填充比铁纤维反射率曲线(1mm)

Fig 4 The reflectivity of the carbonyl iron fiber for various fiber concentration

在 $-1 \sim -1.5$ dB 范围内, 结合电磁参数的测量结果看, 造成反射率如此大的原因, 是由于此时材料的介电常数太大, 而不能满足吸波材料的阻抗匹配条件所致^[10]。

随着纤维含量的减少, 反射率曲线逐渐向下移动, 吸收性能变好。65% 是铁纤维应用的质量填充比的上限。可见, 与羰基铁粉或铁氧化物吸收剂相比, 铁纤维的使用填充比要小的多^[11]。由扫描电镜的图像可看出, 铁纤维的尺寸远大于用作吸收剂的羰基铁粉的颗粒直径($3 \sim 5 \mu\text{m}$), 而它们又都是导体材料, 如果吸收涂层的电阻率太小, 就会对电磁波产生反射而不是吸收^[12], 因此, 纤维的填充比不能太高, 这样才能保证其在高分子基料中, 纤维之间相互分散, 以使涂层具有较高的电阻率。

当纤维含量为 61.5% 时, 在整个 Ku 波段反射率小于 -6.79 dB; 将纤维含量进一步减少, 当纤维含量降为 60% 时, 反射率曲线出现一个是很深的吸收峰, 在 16.08 GHz 反射率达 -16.5 dB, 并且在整个 Ku 波段反射率小于 -5.65 dB。此时, 涂层的面密度仅为 1.82 kg/m^2 。

参考材料电磁参数的测量结果, 就会发现这个吸收峰, 实际上是一个以谐振为主的吸收峰。材料对电磁波的吸收机理分为谐振型和吸收型^[13, 14]。当涂层厚度 d 满足:

$$d = \lambda / 4 \sqrt{\epsilon \mu}$$

由于电磁波的干涉相消, 使反射率达到最小。其中 λ 为真空中电磁波波长, ϵ 为材料的介电常数, μ 为材料的磁导率。铁纤维在 16 GHz 时, 1 mm 厚的涂层, 与根据上式计算的厚度很接近, 因此发生谐振吸收。此外, 此吸收峰与典型的谐振吸收峰相比要宽, 是因为其中的电磁损耗吸收: 从电磁参数的测量结果来看, 当纤维含量在 60% 左右时, 纤维的介电常数减小, 使材

料在改善阻抗匹配特性的同时, 又保持了较高的介电损耗, 同时磁导率也有所增加, 所以, 材料是通过电磁双功效来吸收入射电磁波, 一方面, 靠电子极化、界面极化等电极化效应吸收、衰减电磁波; 同时又靠铁磁共振、涡流损耗等磁损耗形式吸收入射电磁波, 所以此时出现一个很深的吸收峰^[15, 16]。

纤维含量进一步减少, 反射率曲线整体开始向上向高频段漂移。反射率曲线总趋势是, 随着纤维含量的减少, 吸收峰逐渐向高频移动。通过比较发现, 60% 为多晶铁纤维最佳的填充比。

可见, 对于多晶铁纤维吸波材料, 只要以较少的纤维填充比就可获得较好的吸波性能, 从而实现吸波材料的“轻”“强”的要求。如果能对纤维进行定向^[17, 18], 并采用一定的分散技术, 使纤维之间实现良好分散, 则可利用单根纤维的各向异性^[19, 20], 使得每根纤维的吸波能力充分发挥, 从而进一步降低其填充比, 使吸波材料朝(质量)“轻”(吸收)“强”方向更进一步。

2.3 当纤维含量一定时, 反射率随厚度的变化规律

为了更详细的研究多晶铁纤维的吸波性能, 将质量填充比为 60% 的铁纤维-环氧复合溶液制成不同厚度的标准试样, 并分别测量其反射率曲线。

从图 5 可知, 质量填充比为 60% 的涂层, 当涂层厚度由 1 mm 增加到 1.3 mm, 吸附峰相应的为 16.08, 14.08, 12.4, 10.4 GHz, 对应的反射率分别为 -16.5 , -13.82 , -11.7 , -9.9 dB。因此, 总的趋势是随着涂层厚度的增加反射率曲线向上、向低频方向移动。这与其它吸波填料制作的涂层的反射率变化趋势一致。

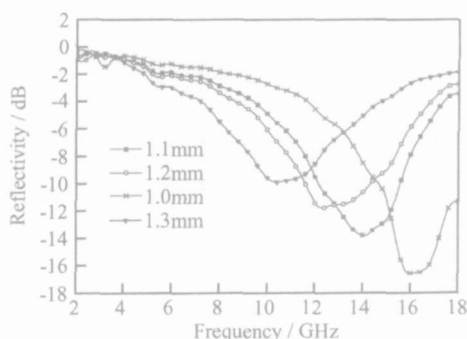


图5 纤维填充比为 60% 不同涂层厚度的反射率曲线

Fig 5 Reflectivity for iron fiber with different thickness (the fiber concentration 60%)

由实验结果可看出, 铁纤维对涂层厚度的变化相当敏感, 这也再次证明纤维涂层吸收机理中谐振吸收起重要作用。同时也说明, 对铁纤维涂层, 可通过改变涂层厚度来改变吸收峰的位置, 以满足不同波段的吸波要求。

从总体看来, 铁纤维对 S (2~4 GHz) 波段及 C 波

段(4~8GHz)雷达波的吸收能力还需提高,这与本实验所用铁纤维的直径不均匀及长径比不太大有关。随铁纤维的直径的减小,其电磁参数(ϵ'' 除外)均会显著增大^[3],文献[21]指出,材料吸波性能的低频特性对材料 μ'' 的变化相当敏感, μ'' 微小变化可引起反射率的明显改变,低频磁导率的微小增大,使材料在保持高频性能良好的同时,低频特性大大改善,所以纤维直径的微小变化,必然会引起铁纤维吸波性能的显著差异;另纤维的电磁参数也受到纤维长径比的影响,最终也会影响纤维的吸波性能。

3 结论

(1)羰基多晶铁纤维的反射率曲线随着纤维含量的减少向高频方向移动,而且纤维在应用时,其质量填充比不能太高,应该控制在65%以下,60%是实验所用纤维最佳的应用填充比。

(2)一定填充比的羰基多晶铁纤维涂层,随着涂层厚度的增加,反射率曲线向低频、并向上移动。可通过涂层厚度得改变来控制纤维的吸收频段。

(3)确定今后的研究主要集中于制备直径均匀、长径比稳定的纤维,并从施工工艺方面进行改进,实现纤维的定向,分层及分散技术,以提高铁纤维的低频吸波性能,展宽吸波频带,使其真正成为性能优异的吸波材料。

参考文献

- [1] WU Ming-zhong, HE Hua-hui. Electromagnetic and microwave absorbing properties of iron fiber-epoxy resin composites[J]. Appl Phys, 2000, 33: 2398- 2401.
- [2] CHARLES E B, ERIC J B, RICHARD J K, et al. Microwave Absorber Employing Acicular Magnetic Filaments[P]. US patent: 5085931, 1992.
- [3] 吴明忠, 赵振声, 何华辉. 多晶铁纤维吸收剂微波复磁导率和复介电常数的理论计算[J]. 功能材料, 1999, 30(1): 91- 93.
- [4] BOYER C E, BORCHERS E J, KUO R J, et al. Microwave Absorbers for Direct Surface Application[P]. US patent: 5275880, 1994.
- [5] LAGARKOCV A N, SARYCHEV A K. Electromagnetic properties of composites containing elongated conducting inclusions [J]. Phys Rev B, 1996, 53(10): 6319- 6336.

- [6] 吴明忠, 赵振声, 何华辉. 各向异性吸波材料对电磁波的反射[J]. 华中理工大学学报, 1998, 26(9): 81- 82.
- [7] 李斌太, 陈大明, 赵家培, 等. 化学共沉淀法制备W型平面六角铁氧体[J]. 现代技术陶瓷, 1998, 19(3): 150- 152.
- [8] 葛副鼎, 朱静, 陈利民. 吸收剂颗粒形状对吸波性能的影响[J]. 宇航材料工艺, 1996, (5): 42- 49.
- [9] 甘治平, 官建国, 王维. 单层均匀吸波材料电磁参数的匹配研究[J]. 航空材料学报, 2002, 22(2): 1- 8.
- [10] 邓联文, 江建军. 片状纳米晶微粉的制备及微波吸收特性[J]. 功能材料与器件学报, 2002, 8(3): 271- 275.
- [11] BERTHAULT A, ROUSSELIE D, ZERAH G. Magnetic properties of permalloy microparticles [J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1992, 31: 477- 480.
- [12] MAGALL SILVEIRA PINHO, MARIA LUISA GREGORI. Performance of radar absorbing materials by waveguide measurements for X-and Ku-band frequencies [J]. European Polymer Journal, 2002, 38: 2321- 2327.
- [13] 周馨我. 功能材料学[M]. 北京: 北京理工大学出版社, 2002. 234- 267.
- [14] 王智勇, 刘俊能, 熊克敏. 兼具红外隐身的八毫米雷达波吸收材料的研究[J]. 材料工程, 1998, (11): 11- 13.
- [15] 苑德福, 马兴隆. 磁性物理学[M]. 成都: 电子科技大学出版社, 1994. 384- 459.
- [16] 梁迪飞, 谢建良. 纳米针形磁性金属纤维的合成及电磁参数初探[J]. 隐身技术, 1999, (1): 34- 37.
- [17] PIRERRE MARIE JACQUART, OLIVIER ACHER. Permeability measurement on composites made of Oriented metallic wires from 0.1 to 18GHz [J]. IEEE Transactions on Microwave Theory and Technique, 1996, 44(11): 2116- 2120.
- [18] WOO I L, SPRINGERS G S. Interaction of electromagnetic radiation with organic matrix composites [J]. Journal of Composite Materials, 1984, 18: 357- 382.
- [19] 吴明忠, 赵振声, 何华辉. 单轴各向异性吸波材料对斜入射电磁波的反射[J]. 华中理工大学学报, 1998, 26(11): 29- 31.
- [20] WU Ming-zhong, HE Hua-hui, ZHAO Zheng-sheng, et al. Electromagnetic anisotropy of magnetic iron fibers at microwave frequencies[J]. Appl Phys, 2002, 34: 1069- 1074.
- [21] 余晓凌, 张秀成, 何华辉. 吸波材料电磁参数频率跟踪逼近优化方法[J]. 功能材料, 2002, 33(5): 534- 536.

收稿日期: 2005-03-20; 修订日期: 2006-08-25

作者简介: 李小莉(1975-), 女, 讲师, 硕士, 主要从事雷达吸波材料的研究, 联系地址: 太原理工大学机械工程学院(030024)。