

Porous Fe-Ni Alloy Powder Preparation and Electromagnetic Properties

Dan Wang, Pei Gao, Xue Wang, Zhen Tan, Zhong-ping Li, Guo-dong Cui

Southwest jiaotong university, material science and engineering college

E-mail: gdcui@home.swjtu.edu.cn

Abstract: Porous Fe-Ni alloy powders has been prepared by Fe-N alloy phase-change theory and mature chemical plating techniques, Porous Fe-Ni alloy powder morphology, structure and magnetic constants are tested by the use of optical microscope、X-ray diffraction and Vector network analyzer, etc, the results show that porous Fe-Ni alloy powders which is prepared by Fe-N alloy phase-change theory has a high porosity ,and uniform pore size distribution, in the 6.5 GHz and 11.0 GHz respectively, a significant absorption peak appeared,when the thickness of Fe-Ni alloy powders is 3mm, microwave absorbing properties of composite materials is the best,but when the thickness is 4mm, in the 4~8 GHz frequency range, there is a good wave absorption properties.

Keywords: Gas nitriding;Chemical plating;Porous Fe-Ni alloy powder; Electromagnetic constant.

多孔 Fe-Ni 合金粉末的制备与电磁特性

王丹, 高培, 王雪, 谭震, 李钟萍, 崔国栋

西南交通大学, 材料科学与工程学院

E-mail: gdcui@home.swjtu.edu.cn

摘要: Fe-N 合金相变原理和成熟的化学镀技术制备了多孔的 Fe-Ni 合金粉末, 采用光学显微镜、X-ray 衍射仪和矢量网络分析仪等测试了多孔的 Fe-Ni 合金粉末的形貌、结构和电磁常数, 结果表明采用 Fe-N 合金相变原理制备的多孔 Fe-Ni 合金粉末具有较高的孔隙率, 且孔径分布均匀, 在 6.5 GHz 和 11.0 GHz 处分别出现显著的吸收峰, Fe-Ni 合金粉末在厚度为 3mm, 复合材料的吸波性能最好, 但厚度为 4mm 时, 在 4~8 GHz 频段范围内, 有很好的吸波性能。

关键词: 气体渗氮; 化学镀; 多孔 Fe-Ni 合金粉末; 电磁常数

1 前言

多孔金属材料又叫泡沫金属, 与常规金属材料相比, 其特殊的孔隙结构使之具有体积密度小、相对质量轻、比表面积大、阻尼性能好等特点, 备受广泛关注。由于其优异的物理、力学性能, 兼有结构和功能材料的双重属性, 已经被应用于航空航天、电子与通讯、交通运输、机械、建筑、能源等多个领域。^[1-3] 随着科技的进步, 电子化、信息化技术的应用得到迅速发展, 各种现代电子设备如无线电广播、电视、手机等快速普及, 由此产生的电磁污染大幅增加。因此, 对电磁屏蔽和吸波材料的需求与日俱增。^[4-7]

资助信息: 国家大学生创新性实验项目计划(091061335)

通讯作者: 崔国栋 E-mail: gdcui@home.swjtu.edu.cn

由于铁基合金材料具有优异的磁学性能, 被广泛应用于制作电磁屏蔽和吸波材料, 本文利用 Fe-N 合金相变原理制备了多孔的 Fe-Ni 合金粉末, 通过测试其电磁常数, 分析了多孔 Fe-Ni 合金粉末的吸波性能。

2 实验

2.1 多孔 Fe-Ni 合金粉末的制备方法

采用气体渗氮的方法在 600℃ 的条件下对 200 目的还原铁粉进行气体氮化 5 小时处理, 获得以 ϵ -Fe₃N 为主要成分的 Fe-N 合金粉末, 再利用化学镀的方法在 Fe-N 合金粉末表面镀一层 3-5 μ m 厚的 Ni-P 镀层, 得到 Fe-N-Ni-P 复合粉末, 将制备的复合粉末在氮气的保护下, 加热到 800℃ 焙烧 30min, 高温加热时 Fe-N

合金会发生相变产生 N_2 , N_2 受热膨胀冲破表面 Ni-P 镀层而逸出, 在粉体内部留下很多气孔, 利用该方法可制备得到多孔的 Fe-Ni 合金粉末。具体工艺流程见图 1。

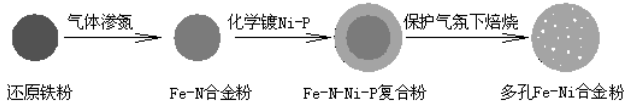


图 1 多孔 Fe-Ni 合金粉末的制备流程图

Fig.1 Preparation of flow chart of porous Fe-Ni Alloy Powder

2.2 多孔 Fe-Ni 合金粉末的表征

采用奥林巴斯 BX51 型金相显微镜观察了气体渗氮+化学镀 Ni-P 复合粉和多孔 Fe-Ni 合金粉末的微观形貌; 用 XL-30 型 X-ray 衍射仪对样品的结果进行了 XRD 物相分析 (辐射源为 $Cu K\alpha 1$, 扫描速度 $2^\circ/s$)。

将所制得的多孔粉末与密度为 $0.87 g/cm^3$ 的固体石蜡按质量比 1:1, 在石蜡融化状态下混合均匀, 于专用模具中压制成厚度为 2 mm, 内径为 3 mm、外径为 7 mm 的同轴试样, 用 HP28722ES 型网络分析仪测量样品在 2~18 GHz 范围内的介电常数和磁导率, 利用所得到的结果进行吸波性能拟合。固体石蜡的复介电常数虚部 ϵ'' 和复磁导率虚部 μ'' 都为 0, 在复合材料中固体石蜡仅起到基体和粘结剂作用。这样, 可以认为复合材料的电损耗和磁损耗均归因于多孔 Fe-Ni 合金粉的作用。

3 结果与讨论

3.1 金相分析

采用图 1 的制备流程获得的 Fe-N-Ni-P 复合粉和 Fe-Ni 合金粉末的显微形貌见图 2。

纯铁粉在 $600^\circ C$ 渗氮 5h 后, 经过化学镀镍磷复合处理后, 从图 2a 中可以明显的看到一层镀层, 镀层与铁氮粉末有明显的分界线; 复合粉末在氩气的保护下, 在 $800^\circ C$ 下烧结 30min 后, 从图 3b 可以看到粉末颗粒的内部和表层出现很多微孔, 镀层与铁氮粉末的分界不再明显, 镍、铁出现一定的化合。

3.2 XRD 分析

采用 X-ray 衍射的方法对 Fe-N 粉末、Fe-N-Ni-P 复合粉和焙烧后的 Fe-Ni 合金粉末的相组成进行了测试, 测试获得的 XRD 图见图 3。

从图 3 可以看出, 铁氮粉的主要成分是 Fe_3N ; 经

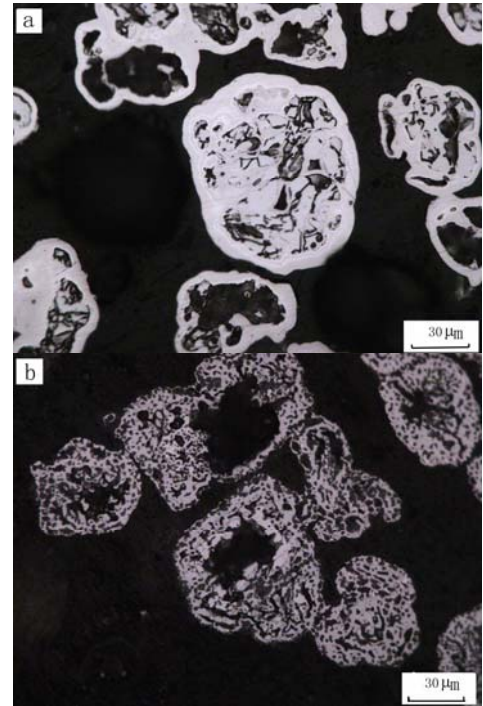


图 2 复合粉末金相组织 (a Fe-N-Ni-P; b Fe-N-Ni-P-800-NH₃)

Fig.2 Composite powder microstructure (a Fe-N-Ni-P; b Fe-N-Ni-P-800-NH₃)

化学镀后, 出现馒头峰说明镍磷镀层是非晶结构, 铁氮粉成分没有发生改变; 复合粉末在 $800^\circ C$ 氩气保护下焙烧 30min 处理后, 非晶镍磷转变成晶体, 粉末的主要成分变为 Ni_3P 、铁镍合金 $FeNi_3$ 和少量的镍单质。

3.3 电磁常数的测试结果

介电常数和磁导率是表征吸收剂电磁特性的本征参数, 在交变磁场的作用下, 二者分别用复数形式表示为 $\epsilon_r = \epsilon' - j\epsilon''$ (ϵ' 和 ϵ'' 分别为复介电常数的实部和虚部) 及 $\mu_r = \mu' - j\mu''$ (μ' 和 μ'' 分别为复磁导率的实部和虚部)。

图 4 给出了 2~18 GHz 频率范围内, Fe-Ni 复合粉末的复磁导率实部 μ' 和虚部 μ'' 与电磁波频率的关系曲线。由图 4 可见, 在测试的整个频段范围内, 样品的磁导率的实部 μ' 和虚部 μ'' 变化趋势相似, Fe-Ni 复合粉末的复磁导率实部 μ' 在 13.01GHz 时出现最大值为 9.06, 虚部 μ'' 在 12.77GHz 出现最大值为 3.32。材料复数磁导率的实部与它在交变磁场中的储能密度有关, 而虚部与它在单位时间内损耗的能量有关, 所以较大的磁导率实部与虚部有益于对入射波的吸收。

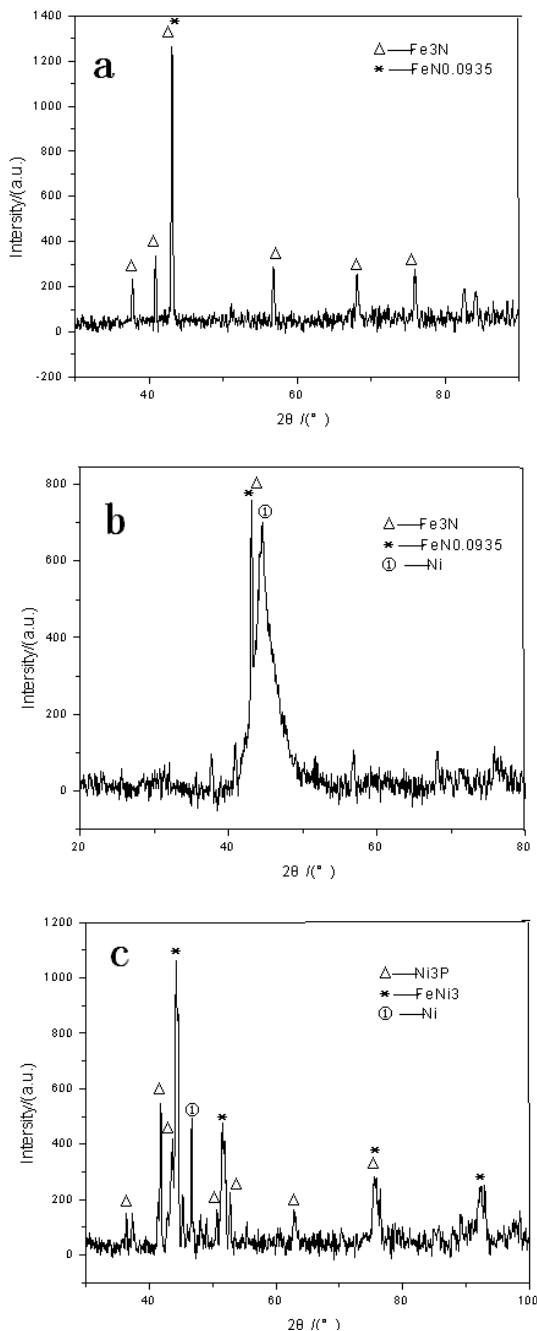


图3 复合粉末的 XRD 图 (a Fe-N; b Fe-N-Ni-P; c Fe-N-Ni-P-800-NH3;)

Fig.3 XRD diagram of cComposite powder (a Fe-N; b Fe-N-Ni-P; c Fe-N-Ni-P-800-NH3;)

图5给出了2~18 GHz频率范围内, Fe-Ni复合粉末的复介电常数实部 ϵ' 和虚部 ϵ'' 与电磁波频率的关系曲线。由图5可见, 介电常数在整个频段范围内, ϵ' 在7.3GHz处出现极值为10.6, ϵ'' 则在7.2 GHz处出现一个谐振峰,最高值为12.0;由于介电常数的实部 ϵ' 代表材料

储存电荷或能量的能力, 而虚部 ϵ'' 代表对能量的损耗,

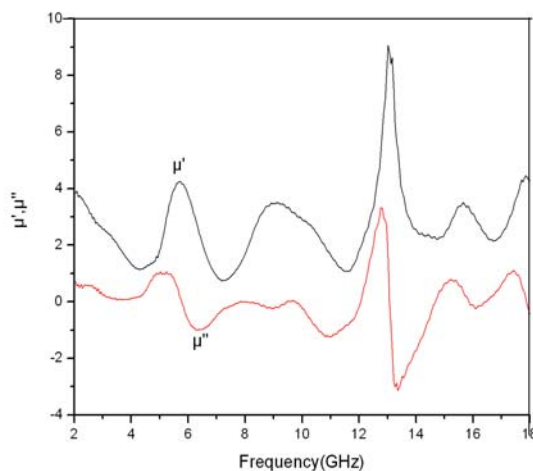


图4 Fe-Ni复合粉末的复磁导率与电磁波频率的关系曲线

Fig.4 Complex permeability and electromagnetic wave frequency curve of Fe-Ni composite powder

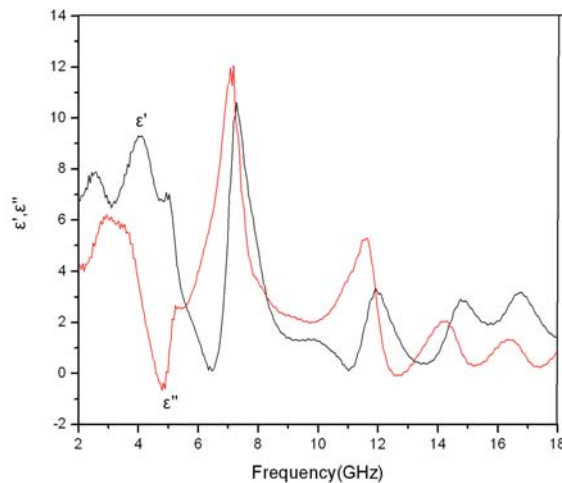


图5 Fe-Ni复合粉末的复介电常数与电磁波频率的关系曲线

Fig.5 Complex permittivity and the electromagnetic wave frequency curve of Fe-Ni composite powder

所以较高的 ϵ'' 值对提高其对入射波的损耗是有益的, 说明该复合材料电损耗能力较强。根据下式计算得到复合粉末的介电损耗: $\tan\delta_\epsilon = \epsilon''/\epsilon'$ 。由图6可以看出, 复合材料的介电损耗随着频率的变化亦出现较大的变化, 在6.5 GHz和11.0 GHz处分别出现显著的吸收峰,其值分别57.7和34.8。

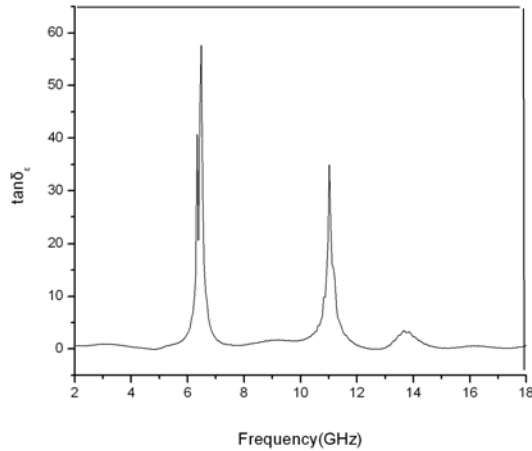


图6 Fe-Ni复合粉末的的介电损耗与电磁波频率的关系曲线

Fig.6 Dielectric loss and electromagnetic frequency curve of Fe-Ni composite powder

根据直线传播理论,单层吸波材料的反射率R 可以由式(1)给出^[8]:

$$R_1 = 20 \lg \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (1)$$

$$\text{其中 } Z_{in} = Z_0 (\mu_r / \epsilon_r)^{1/2} \tanh[j(2\pi f d / c) (\mu_r \epsilon_r)^{1/2}] \quad (2)$$

式(2)中: d为吸收剂厚度(m); f为电磁波频率(Hz); c为光速(m / s); Z_0 为自由空间阻抗(Ω); ϵ_r (F / m)与 μ_r (H / m)分别是测试得到的吸波材料的相对复介电常数和相对复磁导率。因此单层吸波材料的反射率可由介电常数实部 ϵ_r' 和 ϵ_r'' , 磁导率实部 μ_r' 和 μ_r'' 以及频率f和厚度d这六个变量的函数计算得到。根据式(1), 反射率为负值; 反射率越小(绝对值越大), 则吸波材料的性能越好。图7示出了经理论计算得到的Fe-Ni复合粉末的反射率与频率的关系曲线, 设定复合材料的厚度分别为0.5mm、1 mm、2 mm、3 mm及4mm, 可以看出, 当厚度为0.5mm和1mm时, 不具有明显的吸波性能, 可能是因为厚度太小的原因。从整体而言, 当厚度为3mm时, 复合材料的吸波效果最好, 在约18 GHz时反射率达到峰值, 最小反射率值可达-38 dB, 这表明该复合材料具有很好的微波吸收性能, 可望用于制备薄型吸波复合材料。此外, 由图7可见, 随着厚度的增加, 最大吸收峰不断向高频移动, 当复合材料厚度为4 mm时, 在4~8 GHz频段范围内的最小反射率值小于-22dB, 因此可以通过增加材料的厚度或者对材料进行多层设计来提高材料在低频段的吸波性能。

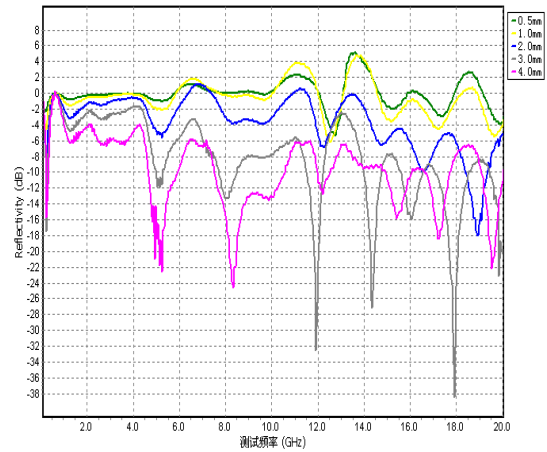


图7 复合粉末不同厚度的反射率

Fig.7 Different thickness of the reflectivity of composite powders

4 结论

- 1) 铁氮粉末在化学镀后, 在氩气气氛下经 800℃烧结 30min 后, 得到多孔的 Fe-Ni 复合粉末;
- 2) Fe-Ni复合粉末的复磁导率实部 μ_r' 在13.01GHz时出现最大值为9.06, 虚部 μ_r'' 在12.77GHz出现最大值为3.32;
- 3) Fe-Ni合金粉末介电损耗能力强, ϵ_r' 在7.3GHz处出现最高值值为10.6, ϵ_r'' 则在7.2 GHz处出现最高值为12.0, 在6.5 GHz和11.0 GHz处分别出现显著的吸收峰, 其值分别57.7和34.8;
- 4) Fe-Ni 合金粉末在厚度为 3mm, 复合材料的吸波性能最好, 但厚度为 4mm 时, 在 4~8 GHz 频段范围内, 有很好的吸波性能。

References (参考文献)

- [1] BI Yu-shun, HAN Wen-wen, UO Xiao-qing, MEI Jun, XIONG Heng, HAG-Fan, Preparation Method and Application of Porous Foam Metal[J], Nonferrous Metals Processing, 2007, 36 (2): 31-33
毕于顺, 韩雯雯, 左孝青等.多孔泡沫金属的制备方法与应用前景[J].有色金属加工, 2007, 36 (2): 31-33
- [2] YANG Xuejuan; LIU Ying; LI Meng; TU Mingjing, Preparation and Application of the Porous Metal Material [J], Materials Review, 2007, 5 (21) VIII: 380-383
杨雪娟, 刘颖, 李梦, 涂铭旌.多孔金属材料的制备及应用[J].材料导报, 2007年5月第21卷专辑VIII: 380-383
- [3] Ashby, M.F., Porous Metal Design Guidance[M], Metallurgical industry publishing house, Bei Jing: 2006.11
(英)阿什比 (Ashby, M.F.) 等著; 刘培生等译;.泡沫金属设计指南[M].冶金工业出版社, 北京: 2006.11
- [4] Duan Y P, Liu S H, Wang GQ, et al. Effect of a coupling agent

- on the electromagnetic and mechanical properties of carbon black / acrylonitrile-butadiene-styrene composites [J]. *J Appl Polym Sci*, 2006, 102: 1839 -1843.
- [5] Zhang X F, Dong X L, Huang H, et al. Microstructure and microwave absorption properties of carbon-coated iron nanocapsules [J]. *J Phys D: Applied Phys*, 2007, 40: 5383 - 5387.
- [6] Duan Y P, Liu S H, Guan H T. Investigation of electromagnetic characteristics of polyaniline composite [J]. *J Compos Mater*, 2006, 40: 1093 - 1101.
- [7] Das N C, Khastgir D, Chaki T K, et al. Electromagnetic interference shielding effectiveness of carbon black and carbon fibre filled EVA and NR based composites [J]. *Composites A*, 2000, 31: 1069 - 1081.
- [8] Li Liming, Xu Zheng. Physical Mechanisms of the Absorbing Function in Microwave-Absorbing Material and Its Composite Design [J]. *Advanced Ceramics*, 2004.2 :31-34.
李黎明,徐政.吸波材料的微波损耗机理及结构设计[J].*现代技术陶瓷*, 2004.2 :31-34.