

镍铁合金/铁包云母粉复合吸波涂层材料的 频散特性

班国东¹, 刘朝辉¹, 叶圣天², 陶睿¹, 杨宏波¹

(1.后勤工程学院 化学与材料工程系, 重庆 401311;

2.中国人民解放军 63983 部队, 江苏 无锡 214000)

摘要: **目的** 探究不同质量分数配比的镍铁合金/铁包云母粉复合吸波涂层材料的频散特性。**方法** 利用扫描电镜 (SEM) 观察镍铁合金和铁包云母粉的微观形貌, 并使用仪器附带的能谱分析仪对样品所选区域的各元素含量进行测量。用矢量网络分析仪研究了不同质量分数下的镍铁合金/石蜡、铁包云母粉/石蜡同轴样品的介电常数与磁导率。用弓形法测试在 2~18 GHz 频段内镍铁合金和铁包云母粉以不同质量比加入环氧树脂-聚酰胺体系中制备的不同厚度的单层吸波涂层的反射损耗。**结果** 镍铁合金频散特性较好, 对电磁波损耗较大, 将其作为吸波涂层的填料, 减少吸收剂的用量同时降低了涂层的厚度。铁包云母粉的介电常数的实部较低, 与自由空间的阻抗匹配较好, 拓宽了吸波频带。镍铁合金和铁包云母粉作为填料, 以质量分数 30%/30%制备厚度 1.2 mm 的单层吸波涂层, 在 2~18 GHz 其最小反射值达到了-21.8 dB, 小于-10 dB 的带宽达到 10.5 GHz。**结论** 镍铁合金与铁包云母粉以合适质量比复合, 制备的吸波涂层材料厚度薄、吸波频带宽。

关键词: 镍铁合金; 铁包云母粉; 复合吸波涂层材料; 频散特性

DOI: 10.7643/issn.1672-9242.2017.03.019

中图分类号: TJ04; TQ177.6

文献标识码: A

文章编号: 1672-9242(2017)03-0095-06

Dispersion Properties on Nickalloy/ Iron Package Mica Powder Composite Absorbing Coatings

BAN Guo-dong¹, LIU Zhao-hui¹, YE Sheng-tian², TAO Rui¹, YANG Hong-bo¹

(1.Dept. of Chemistry & Material Engineering, LEU, Chongqing 401311, China; 2.Unit 63983 of PLA, Wuxi 214000, China)

ABSTRACT: Objective To explore dispersion properties of nickalloy/iron package mica powder composite absorbing coatings at different mass fraction ratio. **Methods** A scanning electron microscope (SEM) was used to observe microstructures of nickalloy and iron package mica powder. An energy dispersive spectrometer attached to the instrument was used to measure contents of elements in the area selected in samples. Spectra properties of permittivity and permeability of the nickalloy/paraffin and iron package mica powder/paraffin composite materials were studied by vector network analyzer. The reflection loss of single layer absorbing coating of different thickness prepared by adding nickalloy and iron package mica powder of different mass ratio in the epoxy resin-polyamide system at frequency band of 2-18 GHz during NRL-arc test. **Results** Nickalloy in low frequency range had good frequency dispersion properties, which had great effects on the electromagnetic wave magnetic loss. If it was used as a filler of absorbing coatings, it could reduce the quantity of

收稿日期: 2016-09-28; 修订日期: 2016-10-17

基金项目: 全军后勤科研计划项目(BY115C007); 重庆市自然科学基金(cstc2014jcyjA50026)

作者简介: 班国东 (1991—), 男, 河南人, 硕士研究生, 主要研究方向为雷达吸波材料。

通讯作者: 刘朝辉 (1965—), 男, 重庆人, 博士, 教授, 主要研究方向为隐身材料。

absorbent and the thickness of the coating at the same time. The real part of dielectric constant of iron package mica powder was low. It had good impedance matching with free space and broadened the absorbing bandwidth. When epoxy-polyamide system was used as the matrix resin, a single-layer coating with a 30%/30% quality concentration of both nickalloy/iron package mica powder was prepared, which had a thickness of 1.2 mm. The reflection loss was tested in the frequency range of 2-18 GHz, which showed a minimum reflection of -21.8 dB with a -10 dB bandwidth of nearly 10.5 GHz. **Conclusion** An absorbing coating with appropriate concentration of both nickalloy and iron package mica powder has good absorbing ability, thin thickness and wide absorbing bandwidth.

KEY WORDS: nickalloy; iron package mica powder; composite absorbing coatings materials; frequency dispersion properties

随着侦察武器的信息化程度不断提高,战场的透明度越来越高,战场生存的空间变得越来越狭窄,为了提高装备的生存能力,对其隐身能力的要求也越来越高^[1]。作为隐身技术的一个重要组成部分,雷达吸波材料占据着重要的地位^[2]。

由于存在频带窄、吸波性能不稳定等缺点,单一吸收剂的雷达吸波材料离预期目标差得较远^[3-4]。因此,两种吸收剂复合的雷达吸波材料优势在于减小了材料的质量,拓宽了吸波材料的频带^[5-6]。由羰基铁粉和纳米铁粉复合而成的雷达吸波材料,在 8~18 GHz 频段内的最小反射率达到 -19.6 dB,并且小于 -10 dB 的带宽达到 5.2 GHz^[7]。邓智平等^[8]研究发现,以 10.0%/10.0%体积分数混合羰基铁粉和铁氧体制备的雷达吸波材料,在 8~18 GHz 的频率范围内最小反射率为 -19.7 dB,并且小于 -10 dB 的带宽达到 8 GHz。因此,对两种阻抗匹配好的吸收剂进行复合制备的雷达吸波材料体现出明显的优势,将成为未来研究的热点方向之一。

镍铁合金突破了 Snoek 极限^[9-10]限制,具有较好的高频磁性,这样可以减少材料的用量和涂层的厚度^[11-12],但是镍铁合金的介电常数大,无法更好地实现阻抗匹配,不能达到材料的最佳性能^[13-14]。铁包云母粉具有介电常数较小等优点^[15],因此将镍铁合金和铁包云母粉进行不同比例混合,对其频散特性进行研究,制备出具有宽频、厚度薄的复合吸波涂层材料。

1 实验

1.1 材料

实验材料有:镍铁合金(石家庄市藁城区盛远粉末材料有限公司);铁包云母粉(佛山市宏盛粉体科技有限公司);环氧树脂(E44,上海凯茵化工有限公司);低分子聚酰胺固化剂(650,上海尤恩化工有限公司);方形铝板(18 cm×18 cm,自制);自来水。

1.2 试样制备

1.2.1 石蜡同轴样品

根据设计称取 1 g 的石蜡固体,将盛有石蜡固体的坩埚置于不锈钢加热板(杰瑞尔 DB-1A)上,温度控制在 60 °C,直至石蜡固体完全熔化;分别称取相应质量的吸收剂(镍铁合金、铁包云母粉和镍铁合金/铁包云母粉)加入坩埚内并混合均匀,然后在研钵中碾成均匀粉末。最后在压片机 1 MPa 压力下,将样品粉末压制成为内径为 3.04 mm、外径为 7.00 mm 的同轴样品,分别标记为 NP、GP 和 N/GP。

1.2.2 单层吸波涂层

称取相应质量分数的吸收剂(镍铁合金和铁包云母粉),并按等质量分为两份,一份加入环氧树脂,一份加入聚酰胺固化剂。首先在分散罐中低速(<400 r/min)搅拌环氧树脂,然后加入称好的不同配比的吸收剂,用等质量比(同吸收剂)的锆珠进行砂磨,转速为 5000 r/min;随后加入二甲苯和正丁醇(质量比 3:1),分散 4 h,过滤出锆珠即可。聚酰胺固化剂与吸收剂的混合方法同上,将高速分散后的两份试样搅拌均匀。

铝板用去离子水和无水乙醇清洗后打磨,通过控制喷涂的工艺参数(喷涂压力、喷涂时间等),将涂层样品喷涂在表面洁净的铝板上,制备 1.2, 1.4, 1.6 mm 的涂层样板,保证误差范围控制在 50 μ m 之内,同一种配方共制备五个涂层样板并从中筛选出厚度最优的涂层样板。

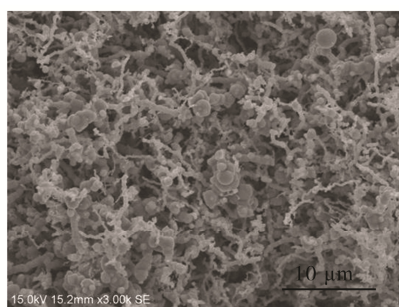
1.3 实验方法

用 HITCHI-S3700N 型扫描电子显微镜对镍铁合金和铁包云母粉进行微观形貌表征,使用仪器附带的能谱分析仪对样品所选区域的各元素含量进行测量;用 Agilent-E8363B 型矢量网络分析仪测试石蜡同轴样品在 2~18 GHz 内的介电常数 $\epsilon_r(\epsilon_r=\epsilon'_r-j\epsilon''_r)$ 和磁导率 $\mu_r(\mu_r=\mu'_r-j\mu''_r)$;利用弓形法测试单层吸波涂层在 2~18 GHz 内的电磁波反射损耗。

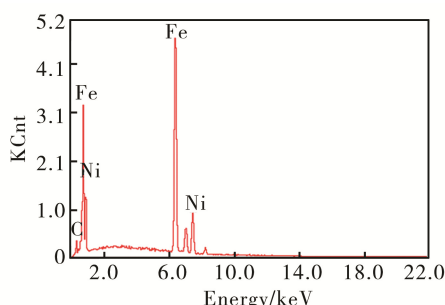
2 结果与讨论

2.1 吸收剂的微观表征

用 HITACHI-S3700N 型扫描电子显微镜对镍铁合金进行扫描, 结果 (如图 1a 所示) 显示, 镍铁合金的颗粒直径为 15~35 μm , 使用仪器附带的能谱分析仪对样品所选区域的各元素含量进行测量, 能谱 (如图 1b 所示) 分析得出, 铁的质量分数为 72.93%, 镍的质量分数为 25.05%。用 HITACHI-S3700N 型扫描电子显微镜对铁包云母粉扫描, 结果 (如图 2a 所示) 显示, 铁包云母粉的颗粒平均直径为 20 nm, 使用仪器附带的能谱分析仪对样品所选区域的各元素含量进行测量, 能谱 (如图 2b 所示) 分析得出铁含量为 94.43%。

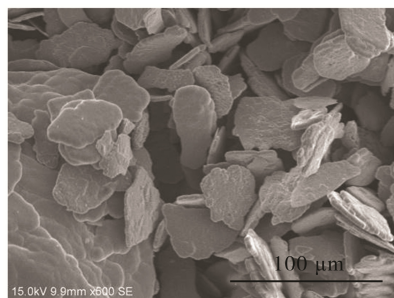


a SEM照片

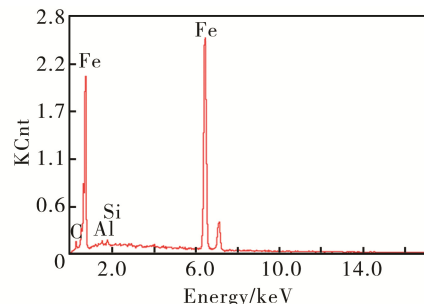


b EDS图谱

图1 镍铁合金的 SEM 照片和 EDS 图谱

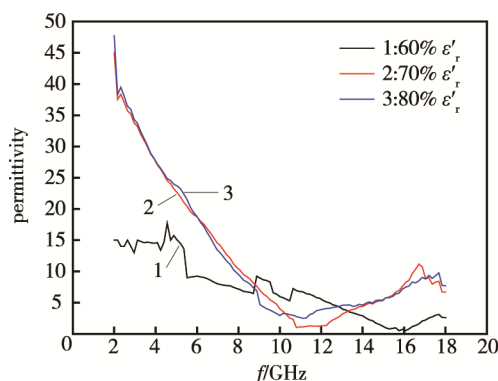


a SEM照片

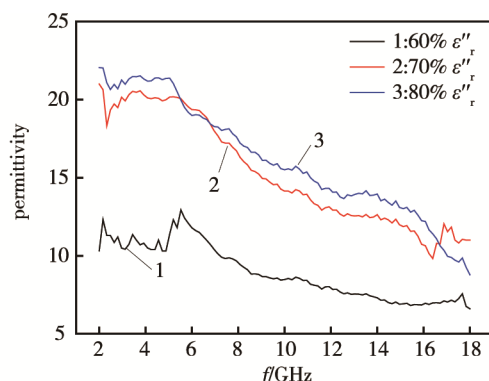


b EDS图谱

图2 铁包云母粉的 SEM 照片和 EDS 图谱



a 介电常数实部



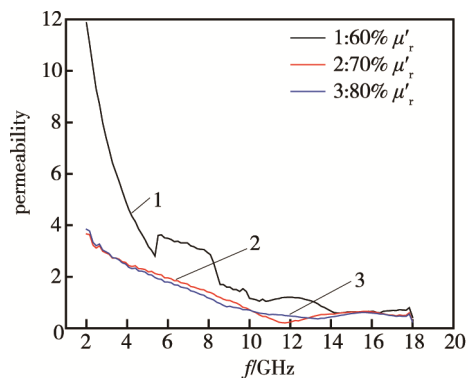
b 介电常数虚部

图3 NP 的电谱

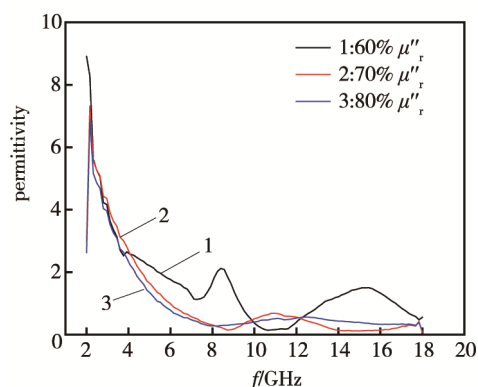
2.2 NP 和 GP 的频散特性

镍铁合金质量分数分别为 60%, 70%, 80% 的介电常数频谱如图 3 所示。图 3a 显示, 同一质量分数下, NP 的介电常数实部随着频率增大而逐渐变小, 频散特性较好。图 3b 显示, 在同一质量分数下, NP 的介电常数虚部随着频率变化而减小, 但是变化幅度不大, 最大差值达到 10; 同一频率下, NP 的介电常数虚部随着质量分数增大而增大, 并且增幅较大。

镍铁合金质量分数分别为 60%, 70%, 80% 的磁导率频谱如图 4 所示。图 4a 显示, 同一频率下 NP 的磁导率实部随质量分数的增大而减小。图 4b 显示磁导率虚部在 2~18 GHz 频散特性较好, 有利于拓宽带宽, 实现宽频的目标。综上同一质量分数下磁导率的实部与虚部频散特性较好, 表明镍铁合金是一种较好的磁性吸波材料。



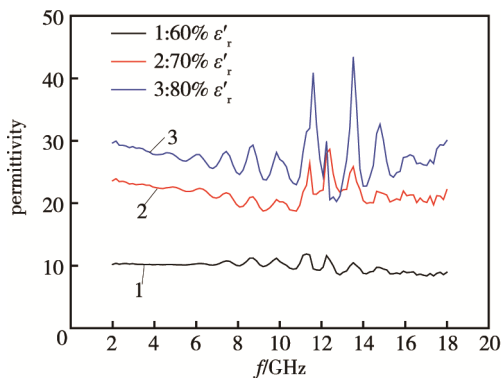
a 磁导率实部



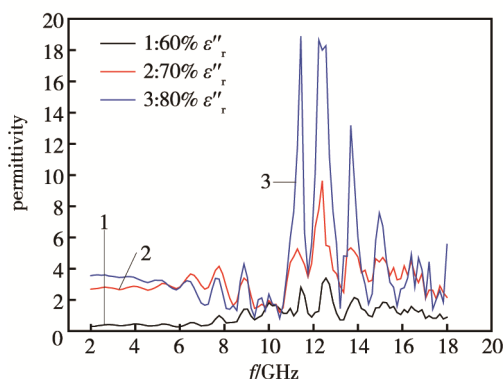
b 磁导率虚部

图4 NP的磁谱

铁包云母粉质量分数分别为60%, 70%, 80%的GP的介电常数频谱如图5所示。从图5a可以看出, 同一频率下, GP的介电常数实部随铁包云母粉质量



a 介电常数实部

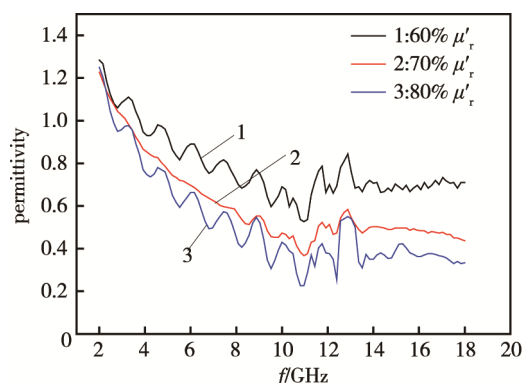


b 介电常数虚部

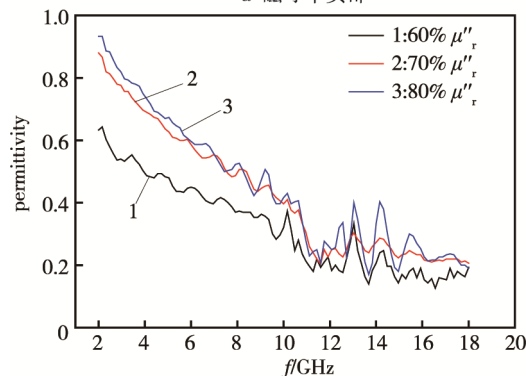
图5 GP的电谱

分数的增加而增大。图5b显示, 2~8 GHz范围内, 虚部频谱变化较平稳, 没有出现较大的波动; 10~18 GHz范围内, 虚部平稳度较差, 因此虚部的共振频率向高频移动。

图6是铁包云母粉质量分数分别为60%, 70%, 80%的GP的磁导率频谱。从图6a中可以看出, 磁导率随着频率的变化不大, 共振频率向高频移动。图6b中显示, 同一质量分数下, 磁导率虚部随着频率增大而减小, 但是减小幅度较小, 共振频率向高频移动。



a 磁导率实部



b 磁导率虚部

图6 GP的磁谱

根据以上分析可知, 与常见的磁性材料碳基铁粉^[7]相比, 镍铁合金磁导率频谱较好, 特别是磁导率虚部频散特性优异, 因此对电磁波的磁损耗较大, 将其作为吸波涂层的填料, 必将会在减少吸收剂用量的同时降低涂层的厚度。铁包云母粉的介电常数相对较低, 与自由空间的阻抗匹配较好, 能实现拓宽吸波频带的效果。因此, 通过对镍铁合金和铁包云母粉两种吸收剂复合, 得到的吸波涂层材料可以实现宽频、厚度薄、吸波性能强等目标。

2.3 N/GP的频散特性

根据单一吸收剂的配比性能优化得出按镍铁合金/铁包云母粉的质量分数分别为20%/40%, 30%/30%, 40%/20%, 制备石蜡同轴样品。这三个样品的介电常数和磁导率的实部、虚部频谱见图7和图8。

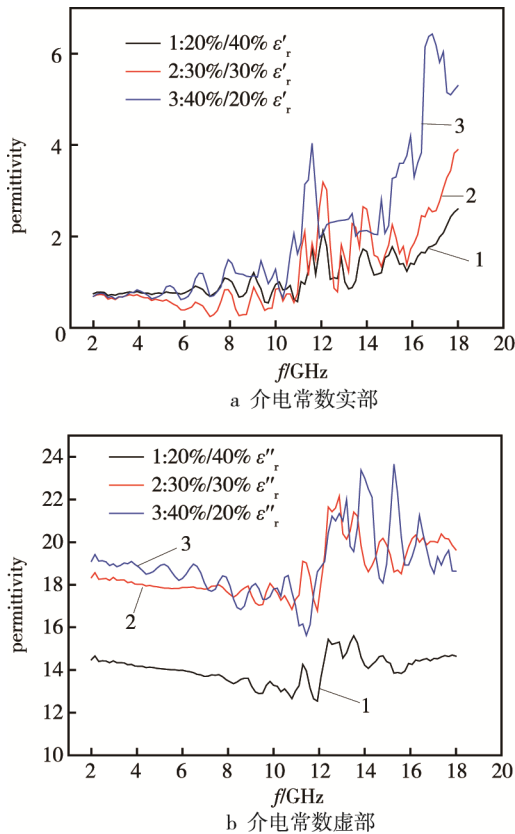


图 7 N/GP 的电谱

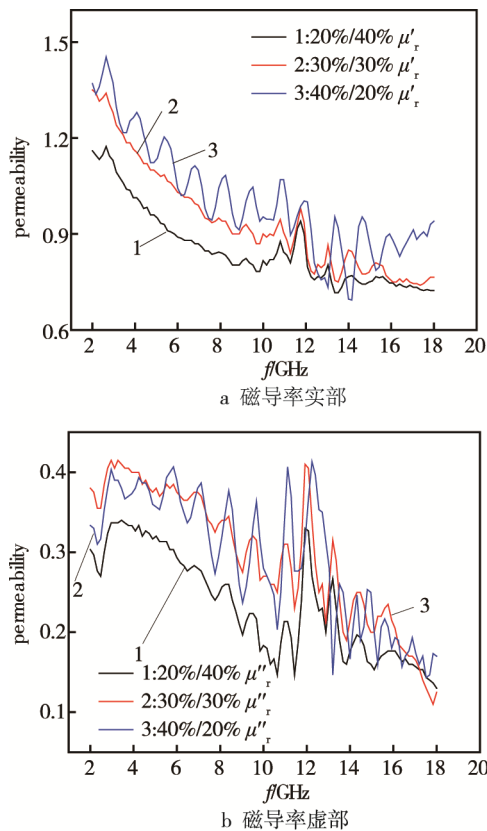


图 8 N/GP 的磁谱

图 7 是镍铁合金/铁包云母粉的质量分数分别为 20%/40%, 30%/30%, 40%/20% 的介电常数频谱。图

7a 显示,介电常数实部在 2~18 GHz 范围趋势波动大;同一频率下,随着镍铁合金的比例提高,介电常数实部呈现增大趋势。图 7b 显示,同一比例介电常数虚部波动大,但是整体上随着镍铁合金的比例提高,介电常数虚部有增大趋势。

图 8 是镍铁合金/铁包云母粉的质量分数分别为 20%/40%, 30%/30%, 40%/20% 的磁导率频谱。图 8a 显示,磁导率实部虽然波峰多,但是整体波动趋势不大,最大差值也不到 1。从图 8b 可以看出,磁导率虚部虽然波峰多,但是最大值也不到 0.3。说明镍铁合金和高铁云母粉进行复合,把两者的优点结合了起来,频带变宽,体现出很好的阻抗匹配效果。

2.4 单层平板的吸波反射特性

根据 2.3 对 N/GP 的频谱特性的研究,得出镍铁合金/铁包云母粉 30%/30% 复合时频散特性较好,所以制备单层涂层时镍铁合金/铁包云母粉复合比例定为 30%/30%。根据传输线理论的推算以及实验条件制备出 1.2, 1.4, 1.6 mm 等三种厚度的吸波涂层平板,利用弓形法在 2~18 GHz 频带内分别对这些样板进行反射损耗测试,测试曲线如图 9 所示。

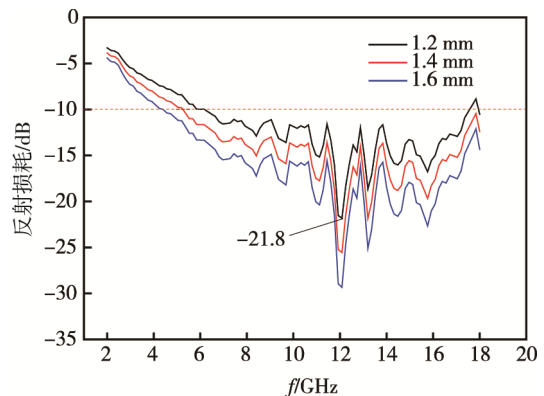


图 9 复合单层吸波涂层的反射损耗曲线

根据传输线理论^[16],当反射损耗为 -10 dB,电磁波的能量损耗已达到了 90%。从图 9 中可以看出,三种厚度的涂层在 4~18 GHz 频段内反射损耗都小于 -10 dB,从涂层的厚度考虑,选择 1.2 mm 的涂层较好。从图 9 中可知,单层吸波涂层在厚度为 1.2 mm 时,2~18 GHz 内达到的最小反射损耗为 -21.8 dB,并且小于 -10 dB 的带宽为 10.5 GHz。

3 结论

1) 镍铁合金频散特性较好,对电磁波的磁损耗较大,将其作为吸波涂层的填料,减少了吸收剂的用量的同时降低涂层的厚度。铁包云母粉的介电常数实部相对较低,与自由空间的阻抗匹配较好。

2) 镍铁合金和铁包云母粉以质量分数为

30%/30%分别加入环氧树脂-聚酰胺复合涂层体系中,制备厚度 1.2 mm 的单层吸波涂层,在 2 ~ 18 GHz 频段内最小反射损耗达到了 -21.8 dB,小于 -10 dB 的带宽达到 10.5 GHz。

参考文献:

- [1] 邓智平, 刘朝辉, 周国柱, 等. 平面各向异性碳纤维/树脂复合吸波材料的设计[J]. 功能材料, 2013, 43(B11): 335—338.
- [2] RAVI P, VIJAYA A, DHARMENDRA S. A Cost Effective Solution for Development of Broadband Radar Absorbing Material Using Electronic Waste[J]. *Ceramics International*, 2015, 41(5): 2923—2930.
- [3] ZHAO Y, CAO X, GAO J, et al. Broadband Radar Absorbing Material Based on Orthogonal Arrangement of CSRR Etched Artificial Magnetic Conductor[J]. *Microwave and Optical Technology Letters*, 2014, 56(1): 158—161.
- [4] LIU Yi-shan, HUANG Xin, GUO Pei-pei, et al. Skin Collagen Fiber-based Radar Absorbing Materials[J]. *Chinese Sci Bull*, 2011, 56(2): 202—208.
- [5] 班国东, 刘朝辉, 叶圣天, 等. 新型涂覆型雷达吸波材料的研究进展[J]. 表面技术, 2016, 45(6): 1—6.
- [6] ZHOU P, HUANG L, XIE J, et al. A Study on the Effective Permittivity of Carbon/PI Honeycomb Composites for Radar Absorbing Design[J]. *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2012, 60(8): 3679—3683.
- [7] 班国东, 刘朝辉, 丁逸栋, 等. 碳纤维粉/纳米铁粉复合吸波涂层的频散特性[J]. 后勤工程学院, 2016(3): 58—61.
- [8] 邓智平, 刘朝辉, 周国柱, 等. 单层平板吸波体界面反射模型的带宽理论研究[J]. 后勤工程学院学报, 2013, 29(1): 54—59.
- [9] 叶圣天, 邓智平, 刘朝辉, 等. 微波暗室静区反射率电平的能量法仿真[J]. 后勤工程学院学报, 2013, 29(1): 92—96.
- [10] 徐剑盛, 周万城, 罗发, 等. 雷达波隐身技术及雷达吸波材料研究进展[J]. 材料导报, 2014, 28(5): 46—49.
- [11] YI Zhao, XIANG Yu-cai, JUN Gao. Broadband Radar Absorbing Material Based on Orthogonal Arrangement of CSRR Etched Artificial Magnetic Conductor[J]. *Microwave and Optical Technology Letters*, 2014, 56(4): 158—160.
- [12] LYU H, JI G, LI X, et al. Microwave Absorbing Properties and Enhanced Infrared Reflectance of Fe-Al Mixture Synthesized by Two-step Ball-milling Method[J]. *Journal of Magnetism & Magnetic Materials*, 2015, 374: 225—229.
- [13] DANOON L, EL-MAKADEMA A, BROWN A. On the Integration of Lightning Protection with Stealth Coated Wind Turbine Blades[J]. *Wind Energy*, 2014, 17(6): 1577—1585.
- [14] BAE G S, CHE Y K. Broadband Multilayer Radar Absorbing Coating for RCS Reduction[J]. *Microwave and Optical Technology Letters*, 2014, 56(4): 1907—1910.
- [15] HOLTBY D G, FORD K L, CHAMBERS B. Geometric Transition Radar Absorbing Material Loaded with a Binary Frequency Selective Surface[J]. *IET Radar Sonar Navig*, 2011, 5(3): 483—488.
- [16] LYU Hua-liang, JI Guang-bin, LI Xiao-guang, et al. Microwave Absorbing Properties and Enhanced Infrared Reflectance of Fe Al Mixture Synthesized by Two-step Ball-milling Method[J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2015, 374(2): 225—229.