

碳包覆坡莫合金纳米颗粒的爆轰法制备及吸波性能研究

李雪琪, 李晓杰, 王小红, 闫鸿浩, 曾翔宇

(大连理工大学 工业装备结构分析国家重点实验室, 辽宁 大连 116024)

摘要: 采用尿素络合硝酸铁、硝酸镍制成的掺杂铁镍离子的安全性复合炸药, 爆轰合成了碳包覆纳米坡莫合金复合粒子。通过 TEM、XRD、Raman 光谱对纳米粒子进行了形貌、结构和成分分析表明, 所合成纳米粒子呈球形核壳结构, 粒径为 40~60 nm, 中心为铁镍合金核, 外包覆层为石墨层与无定形碳。为检验所合成的碳包覆坡莫合金粒子的电磁波吸收性能, 将之与石蜡制成复合涂层, 通过矢量网络分析仪, 在 2~18 GHz 吸收频段对不同厚度复合涂层进行了电磁损耗能力测定。结果表明, 当涂层厚度为 2 mm 时, 铁镍原子比 1:4 纳米粒子的吸波层出现了双吸收峰, 峰值分别为 -14.6 dB (9.7 GHz) 和 -7.7 dB (14.3 GHz), -10 dB 吸收频带范围为 8.5~11.8 GHz; 而铁镍原子比 1:1 纳米粒子的吸波层吸收波峰在 12.88 GHz, 峰值为 -30, -10 dB 的吸收频带范围为 9.7~14.4 GHz, 具有较宽吸收频带和优良的吸波性能。

关键词: 碳包覆; 铁镍合金; 电磁波吸收; 爆轰合成; 纳米材料表征

中图分类号: TG132.2⁺71

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)05-1657-07

现代武器系统最为关注的课题之一就是隐身技术^[1], 隐形战机在实战当中难以被探测或跟踪, 在现代战争中发挥了巨大的作战效能, 而采用隐身外形往往受到飞机气动外形的限制, 吸波、透波材料和涂层可以显著的降低雷达反射面积^[2]。因此, 应尽量采用能吸收电磁波和透过电磁波的非金属复合材料做飞机的构件, 在必须采用金属材料的部位, 涂敷电磁波吸收涂层, 隐身材料在实现隐身中起了重要作用^[3]。传统吸波材料以强吸收为主, 新型吸波材料则要求满足“薄、轻、宽、强”等特点^[4], 坡莫合金(铁镍合金)具有较高的磁导率、高饱和强度、低矫顽力、高居里温度, 是电磁器件中常用的高性能软磁材料^[5], 但由于其电阻率低, 所以大块材料不适于在高频和微波情况下使用, 所以常规使用时需要制成粉末或薄带^[6]。对于磁性吸波材料而言, 纳米效应会导致对电磁波特别是对高频电磁波具有更加优良的吸收性能^[4]。纳米粒子的表面效应、小体积效应及量子尺寸效应会使其产生许多与块体材料不同的理化效应。但纳米材料由于其高表面能及粒子间强相互作用, 会使得金属纳米粒子极易氧化和团聚, 通常必须在隔离氧环境下对金属纳米粒子的操作, 或直接制备具有抗氧化和团聚的表面, 如: 在纳米金属表面包覆碳^[7-9]或二氧化硅^[10-12], 人们曾使用各种方法制备包覆纳米金属, 学者们曾采

用直流电弧等离子法制备纳米金属颗粒, 并使纳米金属表面钝化成致密氧化层实现了纳米金属粒子在空气中稳定存在^[13, 14]。

碳包覆铁镍合金纳米颗粒电磁波吸收频带宽、吸收电磁波能力强, 是理想的吸波材料。现在合成碳包覆纳米金属颗粒主要是电弧放电法与 CVD 化学气相沉积法。这些方法使用设备复杂、耗能大、成本较高、工艺参数不易控制, 且合成产量较小, 因而难以实现大规模合成^[15-18]。爆轰法^[19]反应速度快、产率高、成本低、重复性好、可以通过调整前驱体组成进而控制爆轰、通过改变前驱体某种成分的性质而提高炸药安全性, 解决了以往吸波涂层材料制作工艺复杂, 成本高的难题^[20-23]。

本实验采用爆轰法合成碳包覆坡莫合金纳米颗粒, 并分析其形貌、结构及吸波性能。

1 实验

爆轰合成碳包覆坡莫合金纳米颗粒首先需要预制备出含铁镍金属原子的负氧炸药, 以铁镍作为纳米金属核心供体, 以负氧爆轰残余的碳形成碳包覆。为了防止爆轰合成的合金粒子中金属元素发生偏析, 在预制的炸药中铁镍原子需要在微观尺度上混合均匀, 最简单可行的方法是使用铁镍盐溶液作为原料。在爆轰分

收稿日期: 2018-05-07

基金项目: 国家自然科学基金(11272081, 11672067, 11672068)

作者简介: 李雪琪, 女, 1992 年生, 博士生, 大连理工大学工程力学系, 辽宁 大连 116024, E-mail: Lixq@mail.dlut.edu.cn

解后无污染物、溶解度高、廉价的铁盐和镍盐中，硝酸铁和硝酸镍是非常理想的选择。硝酸铁、硝酸镍不仅能够提供所需的铁镍原子，在分解后只产生氧、氮，是通常炸药爆轰的产物成分，无其他污染成分。然而，硝酸铁与硝酸镍中的三价铁离子与二价镍离子具有很强的氧化性和促进燃烧爆炸的触媒作用。如果对金属硝酸盐不做任何处理与猛炸药混合，会降低炸药的安全性^[24]。为此，本实验使用尿素作为络合剂，首先合成硝酸铁镍的尿素络合物，以尿素分子包裹金属离子，降低三价铁离子与二价镍离子的氧化性。即使 Fe^{3+} 离子和 Ni^{2+} 离子与尿素羰基中的氧形成配位键，使用尿素分子将金属阳离子包裹，形成 $[Fe(H_2NCONH_2)_6](NO_3)_3$ 配合物(三硝酸六脲合铁)与 $[Ni(H_2NCONH_2)_4](NO_3)_2$ 配合物(二硝酸四脲合镍)。已有通过红外光谱对三硝酸六脲合铁的研究表明^[25-27]，在 NO_3^- 离子的特征吸收峰 1384 cm^{-1} 处出现强吸收，说明 NO_3^- 存在于三硝酸六脲合铁配合物的外界，分子上形成了由外至内 NO_3^- 、脲、 Fe^{3+} 的包裹结构。因此，尿素的络合有效地阻隔了 Fe^{3+} 和 Ni^{2+} 的氧化性，使得对炸药的安全得到足够的保证。

将预先合成的三硝酸六脲合铁与二硝酸四脲合镍配合物水浴加热融化，加入适量黑索金(RDX: $C_3H_6N_6O_6$)与萘($C_{10}H_8$)，进行充分搅拌，冷却后形成浅绿色固体复合炸药。如图 1 所示，在特制爆轰合成容器^[28]中悬置炸药包，抽取真空至 10 kPa，再充入氩气作为防氧化保护气体，最后用雷管引爆炸药包。爆轰反应后收集爆轰产物，经乙醇洗涤干燥得到黑色粉末状固体产物。取少量爆轰产物分散到无水乙醇中形成黑色悬浮液，如图 2 左所示；用磁铁在瓶子一侧吸引可以观察到磁吸现象，10 s 后瓶中远离磁铁的一侧变得澄清，爆轰产物聚集到磁铁一侧(如图 2 所示)。爆轰合成实验炸药的元素配比如表 1 所示。

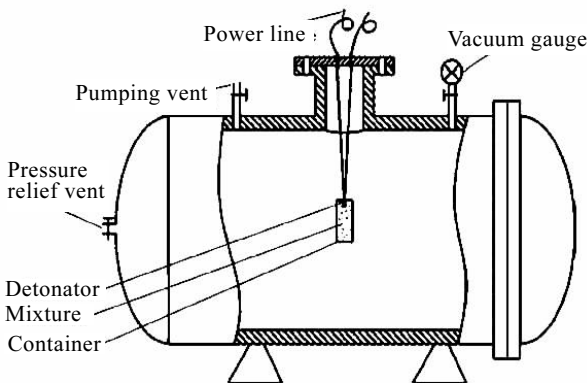


图 1 爆轰合成压力容器

Fig.1 Pressure vessel of detonation synthesis



图 2 爆轰产物在磁场作用下的行为

Fig.2 Behavior of detonation products under the action of magnetic field

表 1 合成碳包覆纳米坡莫合金炸药的元素组成

Table 1 Elements of the explosives for synthesis of carbon coated nano-permalloy-alloy (at%)

Sample No.	C	H	O	N	Fe ⁺	Ni ⁺
1#	3.21	5.60	3.65	3.65	0.05	0.05
2#	3.08	5.36	3.32	3.38	0.02	0.08

2 爆轰合成碳包覆坡莫合金纳米颗粒表征与讨论

首先采用 X 射线衍射对爆轰合成产物的晶体结构进行了分析，如图 3 为爆轰产物的 XRD 图谱。由 XRD 图谱可见，爆轰合成粉末产物中含铁镍合金纳米晶体和不明显的石墨(002)峰，铁镍合金对应于面心立方晶体结构(fcc)的(111)，(200)，(220)特征衍射峰，表 2 是所测得的爆轰产物晶格结构参数。XRD 图谱中 2 个试样的(111)衍射主峰有所偏移，其对应的 2 倍衍射角分别为 43.40° 和 44.10° ，主峰的偏移恰恰说明了爆轰产物的纳米颗粒晶格的合金构成有所不同。计算出的晶面间距也说明这一点，镍含量低的 1# 试样(111)晶面间距偏大 $d=0.207\text{ nm}$ (晶格常数 $a=0.359\text{ nm}$)，而含镍量高的 2# 试样晶面间距小， $d=0.205\text{ nm}$ (晶格常数 $a=0.355\text{ nm}$)，与铁原子半径 0.127 nm 大于镍原子半径 0.124 nm 的事实相符。进一步以铁镍的原子含量计算出 1# 与 2# 试样的平均原子半径分别为 0.1255 nm ($=0.5 \times 0.127 + 0.5 \times 0.124$) 和 0.1246 nm ($=0.2 \times 0.127 + 0.8 \times 0.124$)，差值为 0.722% ，与两试样 d 值差 0.976% 接近。

根据 Scherrer 公式 $D=k\lambda/B\cos\theta$ ， k 取 0.89， λ 为 Cu 靶的波长 ($0.154\ 060\text{ nm}$)， θ 为衍射角， B 为劳厄积分宽度也即半高宽；根据 XRD 所测得的数据，计算出 2 组产物随着镍所占比例的增大，晶粒平均尺寸增大，分别为 24 和 38 nm 。在实验爆轰产物 XRD 图谱中还可见到在 $25^\circ\sim 26^\circ$ 之间两试样均有很小的衍射峰，试样 2# 较试样 1# 更明显，显然应该是石墨的(002)衍射峰；但由于峰

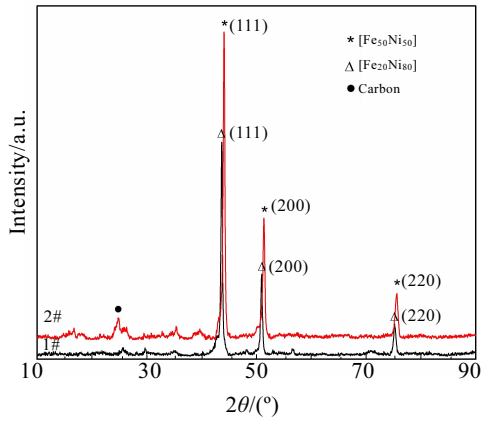


图 3 爆轰产物 XRD 图谱
Fig. 3 XRD pattern of detonation products

值过于微小，无法计算确定其石墨化程度与晶粒尺寸。在 XRD 谱中没有发现氧化物或者碳化物的衍射峰存在，说明晶体成分单一，无其他杂相。

由于通过 XRD 图谱无法确定碳的结构与结晶状况，因此对爆轰产物进行了拉曼(Raman)光谱研究。拉曼光谱分析是以激光散射光谱来鉴定物质的方法，当光源激光束照射到试样上时发生散射现象，会产生与入射光频率不同的散射光谱^[29]。由于物质的分子不同，其振动和转动也不同，所产生的散射光谱也不同。在拉曼光谱中，碳材料会在 1580 和 1350 cm^{-1} 处出现 2 个特征峰，前者是因为在石墨的六边形结构中，C=C 振动所引起的，称为 G 峰，反映的是碳 SP^2 杂化键；后者是不规则碳或低对称性碳引起的散射，称为 D 峰；通常可以用 I_D/I_G 值表征石墨化的程

表 2 爆轰产物晶格结构及相关参数

Table 2 Related parameters of crystal lattice structure of detonation products

Sample No.	$2\theta/(\circ)$			d/nm	a/nm	$B/(\circ)$	D/nm
	(111)	(200)	(220)	(111)		(111)	(111)
1#	43.400	50.499	74.001	0.207	0.359	0.635	24
2#	44.100	51.360	75.620	0.205	0.355	0.393	38
Fcc-Ni	44.507	51.846	76.370	0.2034	0.35238		

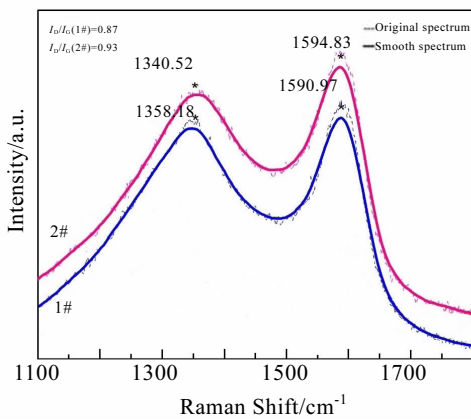


图 4 爆轰产物拉曼光谱
Fig.4 Raman spectra of detonation products

个驼峰，1#与 2#试样的 I_D/I_G 值分别为 0.87 和 0.93。在石墨层内， sp^2 杂化形成的石墨具有显著的各向异性，通过 532 nm 激发波长下的拉曼光谱可以看出 2 组产物 I_D/I_G 值均小于 1，说明产物当中的碳相对有序；随着产物颗粒核心金属铁比例的减少， I_D/I_G 值增加说明产物中的碳的石墨化程度下降，可见铁较镍更容易促进不定型碳石墨化。另外，从 Raman 光谱中除碳峰外没有发现其他物质的谱线峰，这也说明爆轰产物的外表完全由碳组成，XRD 谱中见到的铁镍合金相完全被碳层覆盖，形成了完整的碳包覆，这一点也将进一步由直接观察的透射电镜(TEM)图像所证实。

通过 TEM 直接观测了爆轰合成的碳包覆铁镍纳米颗粒的微观结构，如图 5 所示。从整体上看，实验产物纳米颗粒形貌相似，黑色的铁镍内核呈现出球形或者椭球形状，出现椭球状颗粒的原因应该是爆轰反应后多个碳包覆金属颗粒聚合而成，加之爆轰后降温速度很大，导致内部金属颗粒来不及充分生长成等轴晶粒所致。由图 5a 可见，碳包覆铁镍合金颗粒整体分散较为均匀，偶有局部团聚现象，合成产物的铁镍内核直径主要分布在 40~60 nm 之间(Fig.3b)。与 XRD 分析的晶粒尺寸 24 和 38 nm 相比，TEM 观测的颗粒大 2~3 倍，说明爆轰合成的铁镍内核大部分应为几个至十几个晶

度， I_D/I_G 越小结晶越大，产物当中碳的有序度越高，完整石墨的 I_D/I_G 值为 0^[30]。另外，由于激光对固体颗粒的穿透能力有限，所以 Raman 光谱所能反映的仅是固体的表面状态。

图 4 为爆轰合成产物的 Raman 光谱，可见图中分别含有属于无定型碳 (D-band) 和石墨碳 (G-band) 的 2

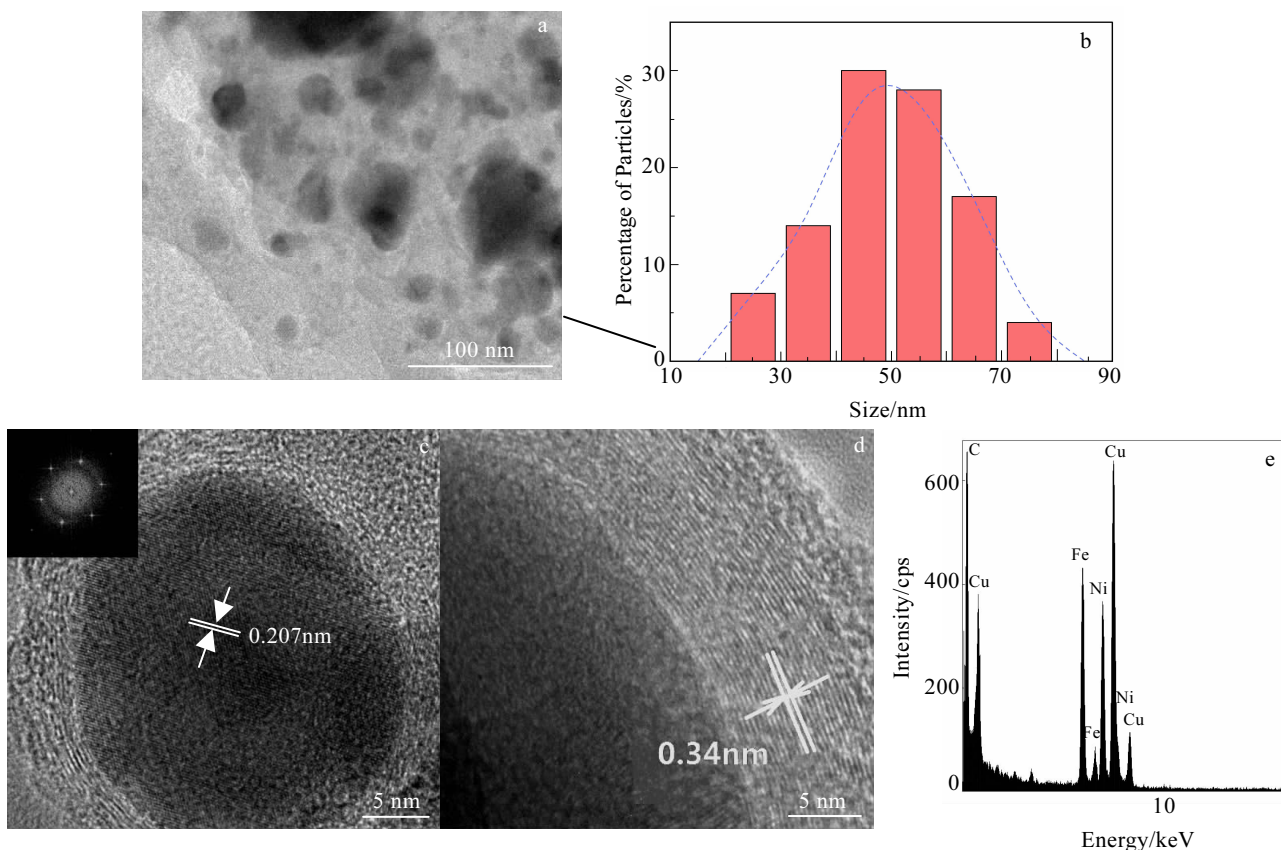


图 5 爆轰合成产物的 TEM 分析与 EDS 能谱

Fig.5 TEM analysis and EDS spectrum of detonation synthesis products: (a) TEM image, (b) grain size distribution (c, d) HRTEM images, and (e) EDS spectrum

粒构成的多晶结构。从单颗粒的显微图 5c 可见，一个黑色铁镍核芯球被浅色的石墨壳层所包裹，且核壳之间没有中间层空隙，紧邻铁镍核的包覆石墨层状结构明显，壳层厚度约为 4 nm；对所选区域进行 FFT 傅里叶变换，可以清晰的看出铁镍合金晶格的六角形衍射点阵结构，说明该处为铁镍单晶；图中测量铁镍合金核层间距为 0.207 nm 与 XRD 测得的 (111) 密排面层间距一致。图 5d 为颗粒边缘的放大照片，可以清晰地观察到包覆在铁镍核上的石墨片层结构的外壳，并可测得层间距约为 0.34 nm，这与石墨的(002)面层间距相吻合。图 5e 则是产物的 EDS 能谱，能谱中显示爆轰合成产物含碳、铁、镍（谱中的铜元素来自 TEM 背底）。通过高分辨率的图 5c, 5d 还可以观察到，紧邻金属核心碳壳层的层状结构明显且整齐，石墨化程度很高；而在最外缘的碳壳层却没有清晰的层状结构，出现了不规则、无序的不定型碳结构，这与 Raman 光谱分析结果相一致。

3 碳包覆纳米坡莫合金的电磁波吸收性能

由于纳米粒子的表面效应、体积效应等因素，使磁性纳米粒子的表面各向异性将成为主要部分，与以磁晶各向异性为主的块体材料相比，纳米粒子具有更高的各向异性，这有利于提高材料的电磁阻尼系数，对电磁波的吸收性能也会有所提高，所以各种纳米铁磁材料被大量地用于电磁波吸收涂料研究。铁镍组成的坡莫块体合金是优异的软磁材料，纳米化后也必然保持其优良的软磁性能；加之，纳米粒子碳包覆后更适于吸波涂料制造；由于轻质包覆碳层的存在，(1) 碳层具有一定的导电性，颗粒本身就是电磁损耗材料；(2) 碳层的密度大大低于核心的铁镍合金，有利于降低涂层密度，减轻吸波涂层重量；(3) 由于碳壳层包覆，使得纳米粒子表面与涂料中常用的炭黑完全相同，有利于各种化学改性，易于采用成熟的炭黑涂料制备工艺制造吸波涂料。为此，通过矢量网格分析仪，对爆轰合成的碳包覆坡莫合金纳米颗粒电磁波吸收性能进行了测定。

将所合成的碳包覆纳米坡莫合金与石蜡按照质量

比 1:1 配制成吸波涂层标准样品，其中石蜡仅仅起到基体和粘结剂的作用^[31]，对电磁波损耗所起的作用可忽略，所以样品对电磁波的吸收损耗可以认为主要是爆轰产物的吸收损耗作用。将上述样品按不同厚度涂敷在铝板上，在电磁波垂直入射的情况下，矢量网格分析仪测量其反射损耗，如图 6 所示。

由图中可知，2 种铁镍比例的碳包覆纳米坡莫合金涂层均在厚度为 2 mm 时吸波性能最佳，铁镍原子比 1:1 的吸波试样在涂层厚度 2 mm 时，强吸收波峰出现在 12.88 GHz，峰值为-30，-10 dB 的吸收频带范围为 9.7~14.4 GHz，具有优良的吸波性能和较宽的吸收频带；铁镍原子比 1:4 的吸波层在 2, 3, 4 和 5 mm 厚度时均出现有双吸收峰，2 mm 厚度时

吸收峰值为-14.6 dB (9.7 GHz) 和-7.7 dB (14.3 GHz)，-10 dB 吸收频带为 8.5~11.8 GHz，较铁镍原子比 1:1 的吸收频带略窄。不同厚度的涂层对应着不同的吸收主频率，涂层厚度大于 2 mm 之后，吸收主频率随着厚度的增加，吸收值相应地减少，并向低频率移动，这种现象是由于电磁波在涂层中发生尺寸共振引起的^[32]。当涂层厚度等于电磁波波长 1/4 的奇数倍时，电磁波将与涂层发生干涉共振，上表面反射的电磁波和下表面反射的电磁波相互叠加，发生干涉，削弱了电磁波的反射能量^[33]。随着厚度的增加，吸收峰依次出现。当电磁波频率降低时，电磁波的波长将变长，因此，增加涂层厚度，吸收峰向低频移动。

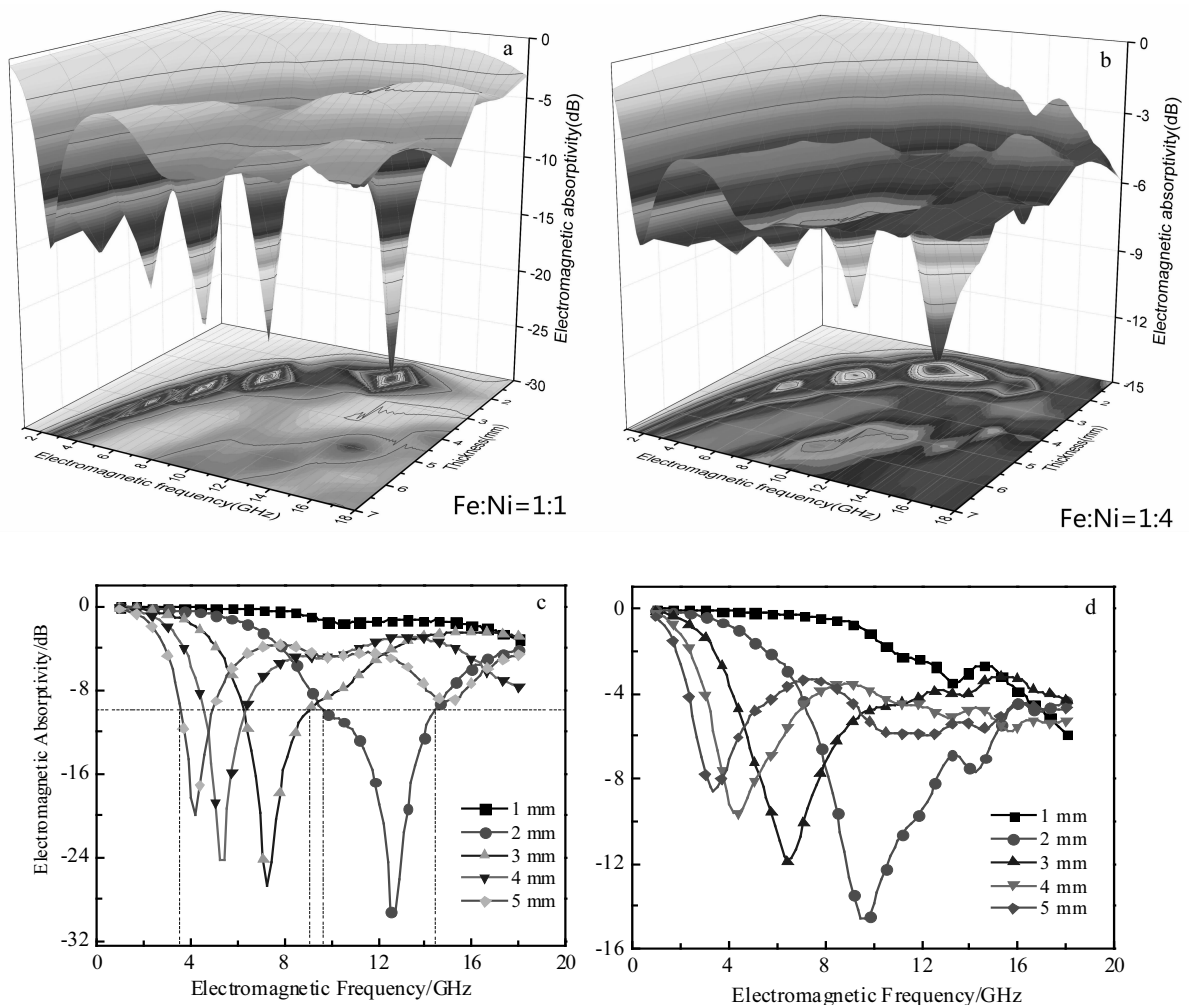


图 6 碳包覆纳米坡莫合金涂层的电磁波吸收性能

Fig.6 Electromagnetic wave absorbing properties of carbon encapsulated permalloy coating: (a, c) Fe:Ni=1:1 and (b, d) Fe:Ni=1:4

4 结 论

1) 采用硝酸镍、硝酸铁与尿素制成配合物, 不仅能够得到安全稳定的合成专用固体炸药; 而且三硝酸六脲合铁与二硝酸四脲合镍的融化混合, 可以满足作为爆轰合成合金前驱体所要求的金属原子混合均匀度, 爆轰合成的碳包覆纳米铁镍合金中没有出现成分偏析。

2) 爆轰合成碳包覆纳米铁镍粒子的合金内核粒径主要分布在 40~60 nm 之间, 铁镍内核大部分为几个至十几个晶粒构成的面心立方体多晶结构。晶格常数由铁镍原子比为 1:1 时的 0.359 nm 到铁镍原子比为 1:4 时的 0.355 nm, 晶格尺寸随铁元素含量增加而增大, 这与铁原子半径大于镍原子半径的事实相符。

3) 所合成碳包覆纳米坡莫合金颗粒具有完整紧密的核壳包覆结构。紧邻金属核心碳壳层的层状结构明显、整齐、石墨化程度很高, 是完整的壳状洋葱碳结构; 外缘的碳壳没有清晰的层状结构, 为不规则、无序的不定型碳结构。

4) 将所合成的碳包覆纳米坡莫合金粒子制成电磁波吸波涂层标样, 通过同轴法测定了涂层的电磁损耗能力。当涂层厚度为 2 mm 时, 铁镍原子比 1:1 的涂层在 12.88 GHz 频率处达到 -30 dB 的吸收值, -10 dB 吸收频带范围为 9.7~14.4 GHz, 具有优良的吸波性能和较宽的吸收频带。铁镍原子比 1:1 的涂层电磁波吸收性能普遍优于铁镍比 1:4 的涂层。

5) 铁镍比 1:4 碳包覆纳米粒子/固体石蜡复合材料在 2~18 GHz 频率范围内出现了 2 个吸收峰, 在 2 mm 厚度时峰值为 -14.6 dB (9.7 GHz) 和 -7.7 dB (14.3 GHz)。

参考文献 References

- [1] Zhang Yuhan(张钰涵), Jiang Wen(姜文). *Electronic Science and Technology*(电子科技)[J], 2016(3): 194
- [2] Dai Hong(代红), He Dan(何丹). *Electronic Information Warfare Technology*(电子信息对抗技术)[J], 2016(6): 40
- [3] Zhang Yuefang(张月芳), Hao Wanjun(郝万军). *New Chemical Materials*(化工新型材料)[J], 2012(1): 13
- [4] Liu Shunhua(刘顺华), Liu Junmin(刘军民), Dong Xinglong(董星龙). *Electromagnetic Wave Shielding and Absorbing Material*(电磁波屏蔽及吸波材料)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2007
- [5] Wuan D. *Theory of Magnetism and Applications*[M]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology Press, 1996
- [6] Su Fang(苏昉), Xie Bin(谢斌), Chen Yunhong(陈允鸿). *Chinese Journal of High Pressure Physics*(高压物理学报)[J], 1995(4): 247
- [7] Tomita M, Saito Y, Hayashi T. *Japanese Journal of Applied Physics*[J], 1993, 32: L280
- [8] Ruoff R S. *Nature*[J], 1993, 366(6456): 637
- [9] Rodney S. Ruoff D C L B. *Science*[J], 1993, 259(5093): 346
- [10] Zhang X F, Dong X L, Huang H et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 454-455: 211
- [11] Yu Chao(于超). *Preliminary Toxicity of Silica-coated MnO Nanoparticles in Vitro*(二氧化硅包覆的 MnO 纳米粒子在体外的毒性初探)[D]. Shanghai: Shanghai Normal University, 2014
- [12] Tie S, Lee H, Bae Y et al. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*[J], 2007, 293(1-3): 278
- [13] Wang Yonghui(王永辉), Sai Yide(赛义德), Huang Hao(黄昊). *Chinese Journal of Materials Research*(材料研究学报)[J], 2015(2): 81
- [14] Yu J, Yu H, Gao J et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 693: 500
- [15] Suvarnapaet P, Tiwary C S, Wetcharungsri J et al. *Materials Science and Engineering C*[J], 2016, 69: 914
- [16] Pramanik A, Kole A K, Krishnaraj R N et al. *Journal of Fluorescence*[J], 2016, 26(5): 1541
- [17] Tiwary C S, Mudakavi R J, Kishore S et al. *RSC Advances*[J], 2016, 6: 114 344
- [18] Pramanik A, Biswas S, Kole A K et al. *RSC Advances*[J], 2016, 6: 99 060
- [19] Yin Hao(尹昊). *Study on the Explosive Synthesis and Mechanism of Carbon-based Nanomaterials*(碳基纳米材料的爆炸合成及其机理研究)[D]. Beijing: Beijing Institute of Technology, 2014
- [20] Luo N, Li X, Wang X et al. *Combustion, Explosion, and Shock Waves*[J], 2010, 46(5): 609
- [21] Luo N, Li X, Sun Y et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2010, 505(1): 352
- [22] Luo N, Li X, Wang X et al. *Carbon*[J], 2010, 48(13): 3858
- [23] Luo Ning(罗宁), Li Xiaojie(李晓杰), Wang Xiaohong(王小红) et al. *Explosion and Shock Waves*(爆炸与冲击)[J], 2010, 30(4): 390
- [24] Yao Di(姚笛), Guo Ziru(郭子如), Xie Xinghua(谢兴华). *Explosive Materials*(爆破器材)[J], 2012, 41(1): 4
- [25] Hua Zhiming(华志明). *Journal of Xinjiang University, Science & Engineering*(新疆大学学报, 自然科学版)[J], 2005(3): 299

- [26] Zhao S, Sin A. *Chemical Reagent*[J], 2010, 32(2): 108
- [27] Wu C. *Technology & Development of Chemical Industry*[J], 2014, 43(10): 20
- [28] Luo N, Li X, Zhang C. *Chinese Journal of High Pressure Physics*[J], 2011, 25(2): 111
- [29] Wu Guozhen(吴国桢). *Raman Spectroscopy-Information in Peak Intensity(拉曼谱学-峰强中的信息)*[M]. Beijing: Science Press, 2013
- [30] Ferrari A C, Robertson J. *Raman Spectroscopy In Carbons: from Nanotubes to Diamond*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2007
- [31] Du J H, Sun C, Bai S *et al.* *Journal of Materials Research*[J], 2002, 17(5): 1232
- [32] Cao Jianzhang(曹建章), Zhang Zhengjie(张正阶), Li Jingzhen(李景镇). *Theoretical Basis of Electromagnetic Field and Electromagnetic Wave(电磁场与电磁波理论基础)*[M]. Beijing: Science Press, 2010
- [33] Wei Yongsheng(魏永生), Guo Yubao(郭玉宝), Zhao Xinsheng(赵新生). *Journal of Beijing Jiaotong University(北京交通大学学报)*[J], 2015, 39(3): 95

Formation Mechanism and Electromagnetic Microwave Absorbing Properties of Carbon-encapsulated Permalloy Nanoparticles Prepared through Detonation

Li Xueqi, Li Xiaojie, Wang Xiaohong, Yan Honghao, Zeng Xiangyu

(State Key Laboratory of Structural Analysis for Industrial Equipment, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: Carbon-encapsulated Fe-Ni alloy nanoparticles were synthesized through detonation using safety composite explosive precursors doped with $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. The morphology, components, and structure of the synthesized carbon-encapsulated alloy nanoparticles were characterized through X-ray diffraction studies, Raman spectroscopy and Transmission electron microscopy attached with energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS). Results show that the carbon-encapsulated Fe-Ni nanoparticles have a core-shell structure. The grains range from 40 to 60 nm in size and are distributed uniformly. The encapsulated metal core is mainly composed of different proportions of Fe and Ni. The outer shell is composed of graphite and amorphous carbon, and there are also onion carbon formed by the graphitization of diamond clusters in the vicinity of the nanoparticles. The electromagnetic characteristics of Fe-Ni alloy nanoparticles composites were measured by Agilent microwave network analyzer in the band of 2~18 GHz. The experimental results show that when the coating is 2 mm in thickness, the absorption layer whose atomic ratio of iron and nickel is 1:4 has double absorption peak, peak values are -14.6 dB (9.7 GHz) and -7.7 dB (14.3 GHz), and the absorption band ranges of -10 dB is from 8.5 to 11.8 GHz. The reflection loss R(dB) of the nanoparticles, whose atomic ratio of iron and nickel is 1:1, reaches to 30 dB at 12.88 GHz, and the absorption band of -10 dB is 9.7~14.4 GHz, which has wide absorption band and excellent absorbing property.

Key words: carbon coating; Fe-Ni alloy; electromagnetic wave absorption; detonation synthesis; characterization of nanomaterials

Corresponding author: Li Xiaojie, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Structural Analysis for Industrial Equipment, Dalian University of Technology, Dalian 116024, P. R. China, E-mail: arosin@163.com