

# Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> 非晶合金粉体吸波性能研究

吴佳丽<sup>1</sup>, 周秉文<sup>1,2</sup>, 霍利山<sup>3</sup>, 孟令刚<sup>1,2</sup>, 亚斌<sup>1,2</sup>, 张环月<sup>1</sup>, 张兴国<sup>1,2</sup>

(1. 大连理工大学 材料科学与工程学院, 辽宁 大连 116024)

(2. 大连理工大学 宁波研究院, 浙江 宁波 315016)

(3. 宁波中科毕普拉斯新材料科技有限公司, 浙江 宁波 315201)

**摘要:** 为防控电磁污染问题, 亟待开发更好的吸波材料。设计了成分为 Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> 的合金并制备了非晶合金条带, 经过高能球磨处理得到非晶合金粉体。研究了球磨处理时间对合金粉体软磁性能、微观结构、形貌和电磁波吸收性能的影响。结果表明, 非晶合金粉体球磨后产生了  $\alpha$ -(Fe, Si)相, 提高了软磁性能, 饱和磁化强度最高可达 137.94 A m<sup>2</sup> kg<sup>-1</sup>。非晶粉体形貌为椭球状, 随球磨时间增加, 合金粉体粒径减小, 最小平均粒径为 8.42  $\mu$ m。合金具有优异的电磁波吸收性能, 电磁波损耗机制主要为磁损耗。球磨 50 h 后的非晶合金粉体具有最佳的电磁波吸收性能, 在频率为 4.57 GHz 处取得的最小反射损耗达到 -42.26 dB, 吸波剂厚度为 2.5 mm 时的最大有效吸收 (<-10 dB) 带宽高达 5.78 GHz。

**关键词:** 铁基非晶合金; 吸波性能; 电磁屏蔽; 软磁性能

中图分类号: TG132

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)02-0622-07

吸波材料不仅在军事隐身技术上具有重要地位, 在民用上也具有广泛的应用前景。随着现代电子技术的发展, 电磁污染的问题越来越受到人们关注。特别是 5G 通讯技术开始走进社会生产和生活, 人们对 S-Ku 波段 (2~18 GHz) 下能够减弱电磁辐射的吸波材料的需求也越来越迫切。2018 年 Cao 等首次提出电磁能量转换这一先进概念<sup>[1]</sup>, 旨在收集、转换和储存环境中的废弃电磁波能量, 并提出了未来吸波材料可能应用的四大领域, 即电磁纳米发电机/加热器、多功能/智能电磁衰减器、星际能量传送器和智能电磁设备<sup>[2]</sup>。这一概念的提出拓展了吸波材料的应用前景, 也为治理电磁污染和解决世界能源危机提供了新思路。吸波材料种类繁多, 如碳材料: 碳纳米管、石墨烯等<sup>[3,4]</sup>, 碳基金属粉<sup>[5]</sup>, 磁性金属合金粉及复合材料等。其中, 磁性金属合金粉因具有强吸收、吸收频带宽等特点引起了广泛的关注, 其研究主要分为 3 类: (1) Fe、Co、Ni、Mn、Al 单质或二元复合粉体。林培豪等<sup>[6]</sup>和潘顺康等<sup>[7]</sup>均研究了 MnAl 合金粉体, 林培豪等得到的最小反射损耗  $RL_{\min}$  为 -26.5 dB, 最大有效吸收带宽 ( $RL < -10$  dB) 仅为 3.0 GHz; 潘顺康等的结果显示  $RL_{\min}$  接近 -28 dB, 但是其并没有对有效吸收带宽进行说明。(2) FeSiAl 或 FeSiCr 粉体。王建江等<sup>[8]</sup>和 Chen 等<sup>[9]</sup>分别制得了 FeSiAl 和 FeSiCr 粉体,  $RL_{\min}$  分别达到 -22.1 和 -41.5 dB, 最大

有效吸收带宽分别为 3.3 和 3.6 GHz, 频宽效果仍有待提高。(3) FeCoNi 高熵合金粉体。Duan 课题组研究了 FeCoNiCuAl<sup>[10]</sup>和 FeCoNiCrAl<sup>[11]</sup>等高熵合金粉体的吸波性能,  $RL_{\min}$  最小达到 -47.55 dB, 但是有效吸收带宽均小于 2.5 GHz。Lan 等制得的 FeCoNiCrCuAl 高熵合金粉体得到了较小的  $RL_{\min}$ , 达到 -40.2 dB, 有效吸收带宽为 4.48 GHz, 频宽效果较好<sup>[12]</sup>。Zhang 等制得 FeCoNiCuZn 高熵合金粉体,  $RL_{\min}$  较大, 仅为 -14.69 dB, 有效吸收带宽为 2.5 GHz<sup>[13]</sup>。由以上分析可知, 开发  $RL_{\min}$  更小, 有效吸收带宽更长的吸波剂是发展吸波材料的重点。

材料的吸波性能与软磁性能密切相关, 铁基非晶合金是一种新型的软磁材料, 具有高饱和磁感应强度和磁导率、低矫顽力、低铁损等性能, 有望取代取向硅钢成为新一代软磁材料<sup>[14]</sup>。其中, Fe-Si-B-Nb-Cu 系非晶合金的饱和磁感应强度可以达到 1.45 T<sup>[15]</sup>, 矫顽力低于 5 A/m, 有效磁导率最高可达 150 000<sup>[16,17]</sup>, 铁损仅为取向硅钢的 1/3, 铁基非晶合金因其优异的软磁性能而有望成为性能优异的吸波材料, 也引起了学者的关注。Zhang 等采用高能球磨法制备了 Fe<sub>80.7</sub>Si<sub>4</sub>B<sub>13</sub>Cu<sub>2.3</sub> 合金粉体,  $RL_{\min}$  达到 -50.5 dB, 但是有效吸收带宽仅为 0.5 GHz, 并且采用球磨合金锭的方法致使所需球磨处理时间长达 160 h<sup>[18]</sup>。

收稿日期: 2021-05-10

基金项目: 国家自然科学基金 (51971049); 中央高校基本科研业务费 (DUT19GF110)

作者简介: 吴佳丽, 女, 1996 年生, 硕士生, 大连理工大学材料科学与工程学院, 辽宁 大连 116024, E-mail: wjl19961028@mail.dlut.edu.cn

为充分研究铁基非晶合金的吸波性能, 本实验设计成分为  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  的非晶合金, 研究高能球磨时间对合金粉体软磁性能、结构、形貌和电磁波吸收性能的影响。

### 1 实验

设计成分为  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  的合金, 采用真空电弧熔炼法熔炼母合金锭, 通过单辊甩带法制备厚度为  $22\ \mu\text{m}$  的非晶合金条带, 然后采用干磨法制备出合金粉体。将非晶条带放入不锈钢真空球磨罐中, 磨球直径分别为 10 和 6 mm, 球料比为 10:1, 抽真空至  $8 \times 10^{-2}\ \text{MPa}$ 。使用行星式球磨机 QM-SP4 进行高能球磨处理, 转速为 350 r/min, 为预留足够的散热时间, 采用正转 30 min, 停 5 min, 反转 30 min, 停 5 min 的循环。球磨时间为 30、40、50、60 h, 得到非晶合金粉体。通过振动样品磁强计 (vibrating sample magnetometer, VSM, 型号为 Lake Shore 7410) 检测粉体的饱和磁化强度  $M_S$  和矫顽力  $H_C$ , 采用 X 射线衍射仪 (型号为 XRD-6000, Cu 靶) 和透射电子显微镜 (型号为 JEM-2100F) 表征粉体的微观结构; 在扫描

电子显微镜 (型号为 JSM-6360LV) 下观察粉体的微观形貌。使用矢量网络分析仪 (型号为 8720B) 测量粉体的电磁参数, 合金粉体与石蜡的质量比为 7:3。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ 非晶合金粉体的软磁性能

图 1 为  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  非晶合金粉体的 VSM 结果, 从图中可以看出合金的饱和磁化强度  $M_S$  较高, 最高接近  $140\ \text{A}\cdot\text{m}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ ,  $M_S$  随球磨时间增加呈现先增加后减小的趋势, 未经球磨处理的合金条带初始  $M_S$  为  $133.04\ \text{A}\cdot\text{m}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ 。球磨 0~40 h 合金粉体的  $M_S$  随球磨时间增加而增加, 并在球磨 40 h 达到最大值  $137.94\ \text{A}\cdot\text{m}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ ; 球磨超过 40 h 后,  $M_S$  急剧下降, 在球磨 60 h 降低到最小值  $101.42\ \text{A}\cdot\text{m}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ 。从矫顽力  $H_C$  曲线可以看出, 合金粉体的  $H_C$  在 0~5200 A/m 之间, 随球磨时间增加,  $H_C$  呈现上升趋势。

#### 2.2 $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ 非晶合金粉体的组织和结构

为了研究软磁性能的变化机理, 对非晶合金条带及粉体进行了 XRD 和 TEM 分析, 结果分别如图 2 和图 3 所示。XRD 结果表明非晶合金没有出现衍射峰,

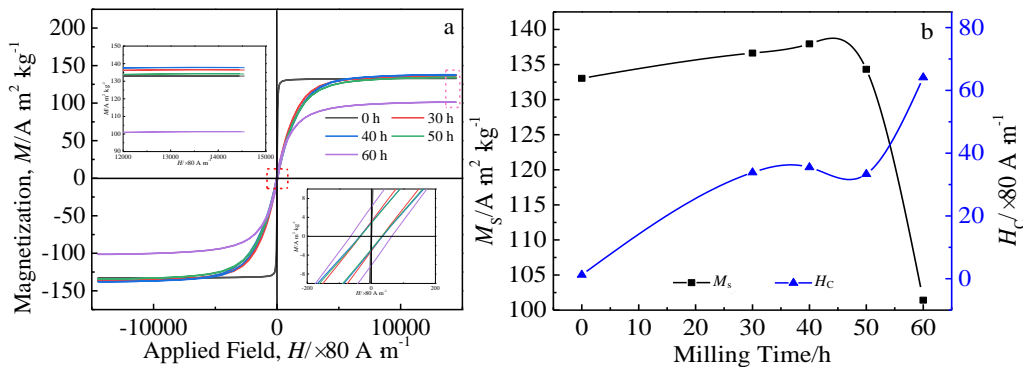


图 1  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  非晶合金 VSM 结果

Fig.1 VSM curves of  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  amorphous alloy: (a) hysteresis loops; (b) changes of  $M_S$  and  $H_C$  as function of milling time

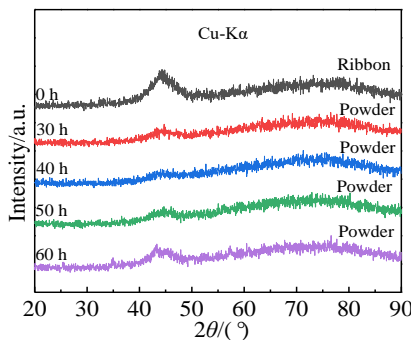


图 2  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  非晶合金 XRD 图谱

Fig.2 XRD patterns of  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  amorphous alloy

只在  $2\theta=45^\circ$  附近出现 1 个漫散峰, 这是典型的非晶合金衍射特征, 可以判断合金初始组织为完全非晶组织。经过 30~60 h 球磨处理后非晶合金粉体的 XRD 图谱同样没有衍射峰出现, 表明球磨后的合金粉体仍为非晶组织。图 3a 为初始非晶合金条带的 TEM 及 SAED 图像, 高分辨图像中没有显示出晶格, 电子衍射花样也只显示出非晶衍射晕环, 印证了原始非晶合金条带为均匀的非晶组织。图 3b 和图 3c 为经过 60 h 球磨处理后非晶合金粉体的 HRTEM 像及 SAED 花样。高分辨图像中可以明显观察到晶格, 通过对衍射斑的标定确定合金中存在 2 种晶体相, 分别为尺寸在 10 nm 左右

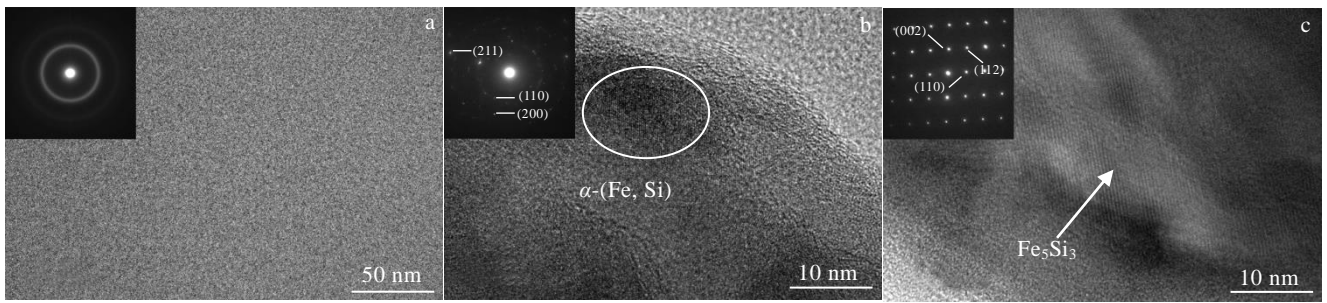


图 3  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  非晶合金 TEM 和 HRTEM 分析

Fig.3 TEM image and SAED pattern of initial ribbon (a), HRTEM images and SAED patterns of the amorphous powder after 60 h milling (b, c) for  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  amorphous alloy

的 bcc 结构的  $\alpha\text{-(Fe, Si)}$  相 (如图 3b 所示) 和尺寸大于 30 nm 的简单六方结构的  $\text{Fe}_5\text{Si}_3$  相 (如图 3c 所示)。晶体相的形成是软磁性能变化的原因,  $\alpha\text{-(Fe, Si)}$  相是软磁相, 由于没有大尺寸过渡族原子的固溶, Fe 原子中 3d 未配对电子的交换作用增强, 使得  $M_S^a > M_S^{\text{am}}$  [19], 所以非晶合金发生晶化后随球磨时间增加,  $\alpha\text{-(Fe, Si)}$  相的含量逐渐增加, 合金的  $M_S$  逐渐增加。球磨超过 40 h 后,  $\text{Fe}_5\text{Si}_3$  相含量逐渐增加, 该相中非金属 Si 含量较高, 并且原子间距较大, Fe 原子之间的磁交换耦合作用减弱; 并且由于  $\text{Fe}_5\text{Si}_3$  相的过度长大, 晶界阻碍磁畴运动, 导致软磁性能恶化,  $M_S$  降低。随球磨时间增加, 粉体颗粒之间的碰撞及冷焊作用使内应力增大, 而  $H_C$  与内应力密度成正相关 [20,21], 因此  $H_C$  随球

磨时间增加而呈现上升趋势。

### 2.3 $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ 非晶合金粉体的形貌

合金粉体颗粒的大小和形貌对吸波性能有重要影响, 图 4a~4d 分别为合金经过 30、40、50 和 60 h 球磨处理后的 SEM 形貌。从图中可以观察到非晶合金粉体呈椭球状。对合金粉体的粒径进行统计, 得到的粒径分布及平均粒径随球磨处理时间的变化曲线如图 5 所示。可以看到合金粉体的粒径分布在 0~120  $\mu\text{m}$  之间, 随球磨时间增加, 合金粉体逐渐趋向更小的粒径分布, 平均粒径从球磨 30 h 的 51.50  $\mu\text{m}$  降低到球磨 50 h 的 44.06  $\mu\text{m}$ , 并在球磨 60 h 时急剧下降到 8.42  $\mu\text{m}$ 。分析认为是由于球磨过程中晶体相在非晶基体上生长引起合金脆性增大, 在球磨处理中更容易破碎。

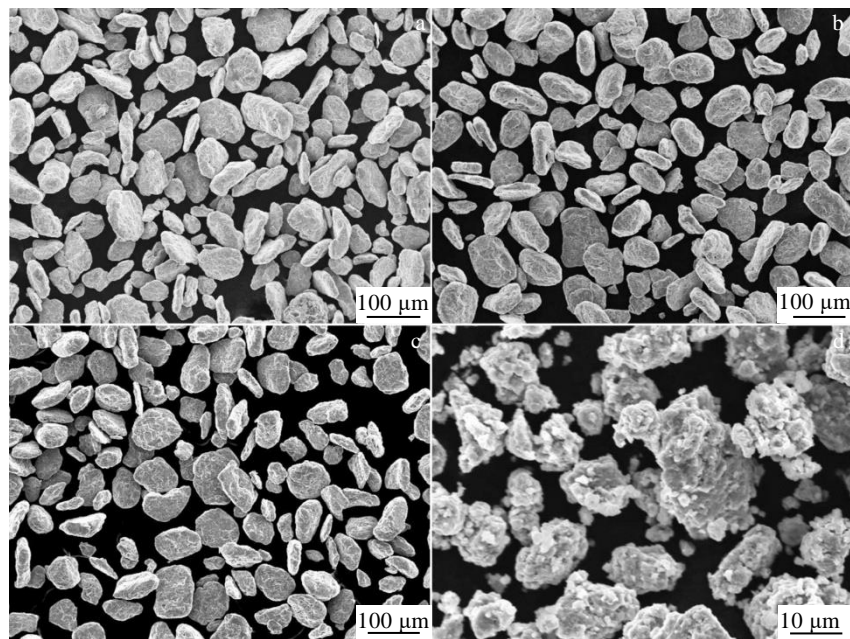


图 4  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  非晶合金粉体 SEM 形貌

Fig.4 SEM morphologies of  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  amorphous powder after milling for 30 h (a), 40 h (b), 50 h (c), and 60 h (d)

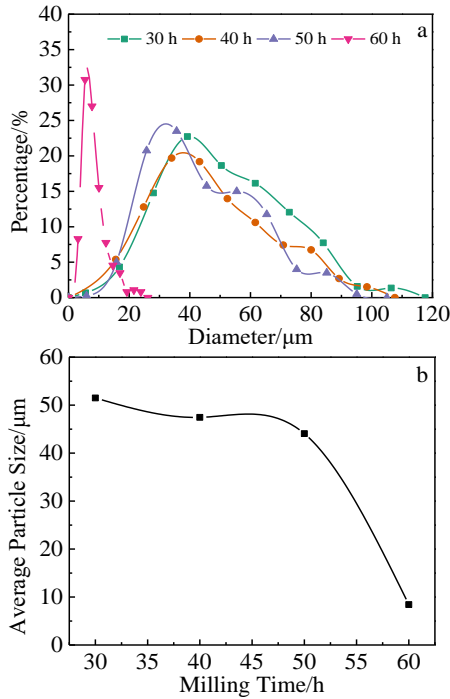


图 5 Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> 非晶合金粉体粒径统计结果

Fig.5 Particle size of Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> amorphous powder: (a) particle size distribution and (b) change of average particle size as function of milling time

### 2.4 Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> 非晶合金粉体的电磁波吸收性能

电磁波吸收性能主要通过交变场下材料的复介电常数 ( $\epsilon_r = \epsilon' - j\epsilon''$ ) 和复磁导率 ( $\mu_r = \mu' - j\mu''$ ) 来评价, 其实部 ( $\epsilon'$  和  $\mu'$ ) 和虚部 ( $\epsilon''$  和  $\mu''$ ) 分别代表材料储存和损耗电磁波能量的能力, 其值越大代表损耗性能越强。图 6 表示了合金粉体的复介电常数随频率的变化规律。材料的介电损耗来源于电导损耗和极化损耗<sup>[22,23]</sup>。由图可见, 合金粉体的  $\epsilon'$  为 6.82~11.78;  $\epsilon''$  为 -0.09~1.07。球磨 30~50 h 的粉体的平均粒径较大, 比表面积较小, 异质界面及缺陷较少, 极化损耗较弱,  $\epsilon'$  和  $\epsilon''$  的值均相对稳定, 合金的介电损耗以电导损耗为主。由于球磨过程中不断有晶体相形成, 声子对电子的散射作用增强, 增加了电子迁移的能量势垒, 电导损耗减弱, 因此随球磨时间增加,  $\epsilon'$  和  $\epsilon''$  呈减小的趋势。球磨 60 h 后的非晶合金粉体的平均粒径急剧减小, 一方面比表面积和多重散射增加, 界面极化增强, 并且球磨过程引起的材料内部缺陷增多, 偶极子数量增加, 极化损耗增大, 合金内存在多重弛豫现象; 另一方面粉体颗粒之间接触面积增大形成了导电路径, 电导损耗增强, 因此  $\epsilon'$  和  $\epsilon''$  均显著增大。

图 7 表示了合金粉体的复磁导率曲线, 可见非晶

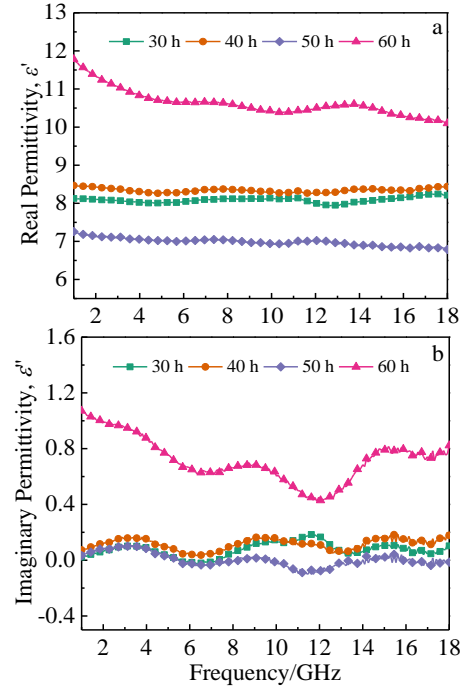


图 6 Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> 非晶合金粉体的复介电常数

Fig.6 Frequency dependences of  $\epsilon'$  (a) and  $\epsilon''$  (b) of Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> amorphous powder

合金粉体  $\mu'$  为 0.60~1.97,  $\mu''$  为 0.17~0.77。由于涡流损耗和铁磁共振的影响,  $\mu'$  和  $\mu''$  均呈现出强烈的频率依赖性, 随频率增加合金的复磁导率下降<sup>[24,25]</sup>。复磁导率的大小由粉体的粒径和软磁性能共同决定, 随球磨时间增加粉体的平均粒径逐渐减小, 粉体颗粒之间的磁交换耦合作用增强, 同频率下  $\mu'$  逐渐增加, 其最大值由球磨 30 h 的 1.81 增加到球磨 60 h 的 1.97。  $\mu''$  在 1.5 GHz 处存在磁共振峰并且随球磨时间增加呈现出先增大后减小的趋势, 其原因在于复磁导率与  $M_s$  的平方呈正相关, 如公式 (1) 所示<sup>[26,27]</sup>:

$$\mu_i \approx \frac{\mu_0 M_s^2}{\left( K_1 + \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \right) \beta^{1/3} \frac{\delta}{d}} \quad (1)$$

式 (1) 中,  $\mu_i$  为起始磁导率;  $\mu_0$  为自由空间磁导率;  $M_s$  为饱和磁化强度;  $K_1$  为磁晶各向异性系数;  $\lambda_s$  为磁致伸缩系数;  $\sigma$  为内应力密度;  $\beta$  为杂质体积分数;  $\delta$  为畴壁厚度;  $d$  为杂质粒径, 因此  $\mu''$  呈现出与  $M_s$  相同的规律。球磨 60 h 后粉体的  $M_s$  大幅下降但是平均粒径急剧减小, 磁各向异性减小, 因此  $\mu''$  并未显著减小。合金的复磁导率较大, 具有较强的磁损耗性能, 属于磁损耗型吸波材料。

材料的磁损耗主要来源于磁滞损耗、畴壁共振、自然共振和涡流损耗。其中弱电磁场下的磁滞损耗可



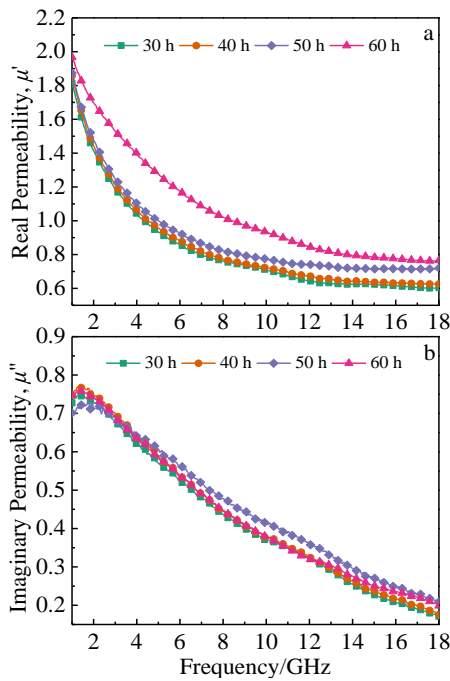


图 7 Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> 非晶合金粉体的复磁导率

Fig.7 Frequency dependences of  $\mu'$  (a) and  $\mu''$  (b) of Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> amorphous powder

以忽略不计，畴壁共振仅在低频下(<2 GHz)出现，所以千兆范围内材料的磁损耗主要包括自然共振和涡流损耗 2 种形式<sup>[28]</sup>。涡流损耗( $C_0$ )可以用公式 (2) 表示：

$$C_0 = \mu'(\mu'')^{-2} f^{-1} = 2\pi\mu_0\sigma d^2 / 3 \quad (2)$$

式中， $f$ 、 $\sigma$  和  $d$  分别代表频率、电导率和吸波剂厚度。如果材料的磁损耗仅由涡流损耗引起，那么  $C_0$  值应在全部频段上保持不变<sup>[29]</sup>， $C_0$  值随频率变化的曲线如图 8 所示，可见合金的  $C_0$  值随频率升高而降低，表明合金的磁损耗不仅有涡流损耗还包括自然共振，由于共振峰出现在 10 GHz 以下频率<sup>[30]</sup>，因此  $\mu''$  在 1.5 GHz 处的磁共振峰属于自然共振峰。在频率 12~18 GHz 范围内， $C_0$  对球磨时间不敏感，表示 12~18 GHz 范围内粉体粒径的大小对涡流损耗的影响不显著。

总的来说，电磁波在 Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> 非晶合金粉体内部和表面发生多重散射和反射，粉体对电磁波的响应为介电损耗和磁损耗。如图 9 所示，介电损耗由电子迁移和极化弛豫构成，二者存在协同竞争关系<sup>[1,30]</sup>，在交变电磁场作用下，合金内 Fe、Cu 等原子的自由电子吸收电磁能量，挣脱束缚，在粉体颗粒形成的导电通路中传输，跳跃过空位，并与  $\alpha$ -(Fe, Si) 和 Fe<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> 晶体相的晶格撞击，引起电磁能向热能转化；同时晶体与非晶体，合金与石蜡的异质界面和球磨产生的缺陷提供了大量的极化位点，引起正负电荷中心分离，产生了偶极子，偶极子吸收电磁能量随电磁场

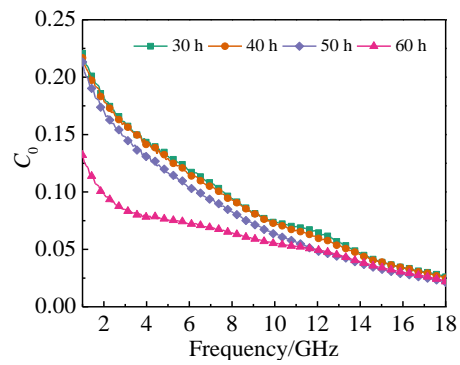


图 8 Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> 非晶合金粉体的涡流损耗  $C_0$  曲线  
Fig.8 Frequency dependences of  $C_0$  for Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> amorphous powder

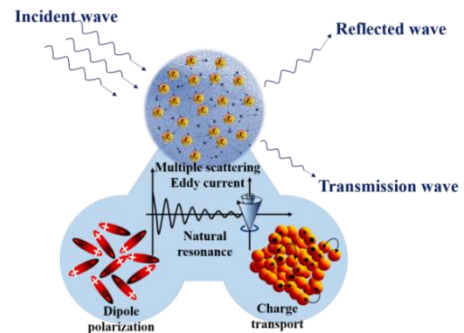


图 9 Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> 非晶合金粉体的电磁响应及吸收示意图  
Fig.9 Schematic of electromagnetic response and absorption of Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> amorphous powder

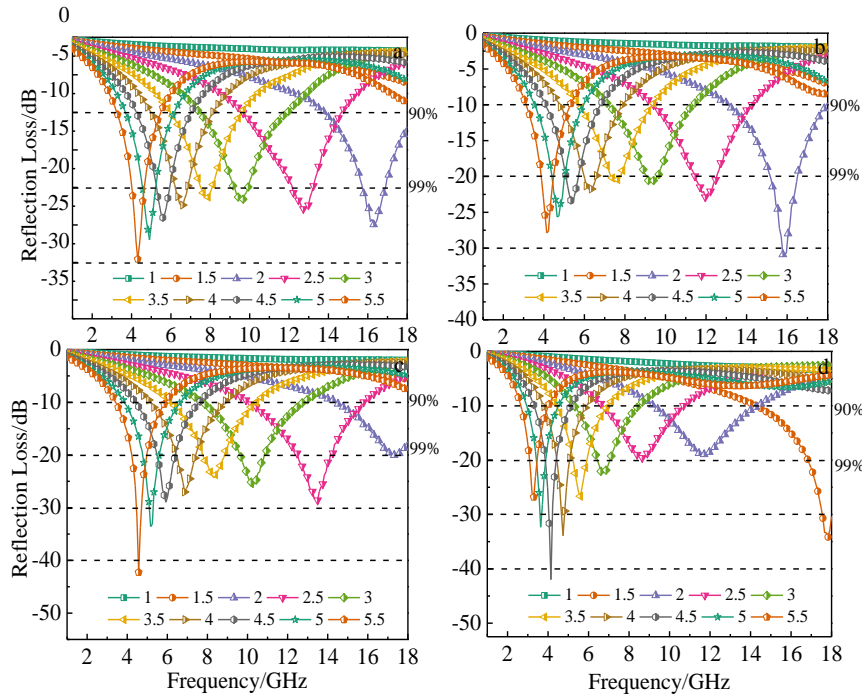
变化改变朝向，当偶极子的变化滞后于电磁场变化时产生弛豫，将电磁能量转化为热能。由于合金粉体的非晶相对畴壁移动的有利影响以及  $\alpha$ -(Fe, Si) 软磁相的形成，使合金具有强烈的磁响应，磁损耗主要由涡流损耗和自然共振构成，在交变电场作用下，粉体内磁通量的变化引起粉体颗粒中产生环形感应电流，以及特定频率下原子的自然共振，同样将电磁能转化为热能。

合金的反射损耗  $RL$  可以根据传输线原理计算，如公式 (3) 和 (4) 所示：

$$RL(\text{dB}) = 20\lg \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (3)$$

$$Z_{in} = Z_0 \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \tan \left[ j \left( \frac{2\pi f d}{c} \right) \sqrt{\mu \epsilon} \right] \quad (4)$$

式中， $Z_0$  为自由空间波阻抗； $Z_{in}$  为介质波阻抗； $f$  为入射电磁波频率； $c$  为光速 ( $3 \times 10^8$  m/s)； $d$  为吸波剂厚度 (mm)。不同吸波剂厚度下合金的电磁波吸收曲线如图 10 所示。球磨 30 h 的合金粉体在频率为 4.32 GHz

图 10 不同球磨时间  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  非晶合金吸波曲线Fig.10 Reflection loss of  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  amorphous powder after milling for 30 h (a), 40 h (b), 50 h (c), and 60 h (d) in the frequency range of 2~18 GHz

处取得  $RL_{\min}$  为 -29.5 dB, 匹配厚度为 5.5 mm。随球磨时间增加, 复磁导率增大, 在球磨 40 h 后  $RL_{\min}$  减小到 -30.9 dB, 对应的频率增大到 15.79 GHz, 匹配厚度也减小到 2 mm。继续增加球磨时间到 50 h, 由于复磁导率继续增大,  $RL_{\min}$  减小到 -40 dB 以下, 在频率为 4.57 GHz, 匹配厚度为 5.5 mm 时达到 -42.26 dB; 吸波剂厚度为 2.5 mm 时 -10 dB 以下有效吸收带宽高达 5.78 GHz (10.10~15.88 GHz), 频宽效果优异。球磨 60 h 后, 合金的复磁导率降低, 但是由于复介电常数增大, 介电损耗增强,  $RL_{\min}$  仍旧  $< -40$  dB, 匹配厚度为 4.5 mm 时在频率为 4.12 GHz 处  $RL_{\min}$  达到 -41.98 dB。结果表明  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  非晶合金粉体具有优异的电磁波吸收性能。

### 3 结 论

1)  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  非晶合金经过球磨处理后产生了  $\alpha$ -(Fe, Si) 软磁相, 提高了软磁性能和电磁波吸收性能, 球磨 40 h 时饱和磁化强度  $M_S$  最高, 达到  $137.94 \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

2) 球磨后的  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  非晶合金粉体呈现椭球状, 粉体粒径随球磨时间增加而减小, 最小平均粒径达到  $8.42 \mu\text{m}$ ; 合金粉体比表面积增大, 多重散射和界面极化增强, 导电通路增加, 提高了电磁波吸收性能。

3)  $\text{Fe}_{73.2}\text{Si}_{16.2}\text{B}_{6.6}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  非晶合金粉体具有优异的电磁波吸收性能, 电磁波损耗机制主要为磁损耗, 包括涡流损耗和自然共振 2 种形式, 同时也存在介电损耗, 包括电导损耗和极化损耗 2 种形式, 复磁导率实部  $\mu'$  在 0.60~1.97 之间, 虚部  $\mu''$  最大可达 0.77。球磨 50 h 的合金粉体具有最好的电磁波吸收性能, 在频率为 4.57 GHz 处取得的最小反射损耗  $RL_{\min}$  达到 -42.26 dB (匹配厚度为 5.5 mm), 吸波剂厚度为 2.5 mm 时的最大有效吸收带宽高达 5.78 GHz。

### 参考文献 References

- [1] Cao Maosheng, Wang Xixi, Cao Wenqiang *et al.* *Small*[J], 2018, 14(29): 1 800 987
- [2] Wang Xixi, Cao Wenqiang, Cao Maosheng *et al.* *Advanced Materials*[J], 2020, 32: 2 002 112
- [3] Wen B, Cao S, Lu M M *et al.* *Advanced Materials*[J], 2014, 26(21): 3484
- [4] Balci Osman, Polat Emre O, Kakenov Nurbek *et al.* *Nature Communications*[J], 2015, 6(1): 6628
- [5] Sista Kameswara Srikar, Dwarapudi Srinivas, Kumar Deepak *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 853: 157 251
- [6] Lin Peihao(林培豪), Yang Tao(杨涛), Zhu Baohua(朱保华) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2015, 44(10): 2449

- [7] Pan Shunkang(潘顺康), Liu Ye(刘 烨), Lin Peihao(林培豪) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(2): 267
- [8] Wang Jianjiang(王建江), Cai Xudong(蔡旭东), Wen Jinhua(温晋华) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(10): 3072
- [9] Chen Yang, Wang Lei, Xiong Houdong *et al. Physica Status Solidi (a)*[J], 2020, 217(23): 2 000 389
- [10] Duan Yuping, Song Lulu, Cui Yulong *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 848: 156 491
- [11] Duan Yuping, Wen Xin, Zhang Bin *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2020, 497: 165 947
- [12] Lan Di, Zhao Zehao, Gao Zhenguo *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2020, 512: 167 065
- [13] Zhang Yingzhe, Chen Yudao, Qin Qingdong *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2020, 498: 166 151
- [14] Giselher Herzer. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(3): 718
- [15] Yoshizawa Y. *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*[J], 1999, 1: 51
- [16] Yoshizawa Y, Oguma S, Yamauchi K. *Journal of Applied Physics*[J], 1988, 64(10): 6044
- [17] Lashgari H R, Chu D, Xie Shishu *et al. Journal of Non-Crystalline Solids*[J], 2014, 391: 61
- [18] Zhang Chunxuan, Li Yanhui, Duan Yuping *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2020, 497: 165 988
- [19] Ohta Motoki, Yoshizawa Yoshihito. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2009, 321(14): 2220
- [20] Zhang Bin, Duan Yuping, Cui Yulong *et al. Materials & Design*[J], 2018, 149: 173
- [21] Herzer G. *IEEE Transactions on Magnetics*[J], 2002, 26(5): 1397
- [22] Cao Maosheng, Wang Xixi, Zhang Min *et al. Advanced Functional Materials*[J], 2019, 29: 1 807 398
- [23] Wang Xin, Shu Jincheng, He Xuemei *et al. ACS Sustainable Chemistry & Engineering*[J], 2018, 6(11): 14 017
- [24] Wen Shulai, Liu Ying, Zhao Xiuchen *et al. Powder Technology*[J], 2014, 264: 128
- [25] Chen Shuwen, Tan Guoguo, Gu Xisheng *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 705: 309
- [26] Gao Shan, Yang Shuhao, Wang Huiya *et al. Carbon*[J], 2020, 162: 438
- [27] Wang Jinghui, Guo Zhili, Zeng Qingtao *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2020, 510: 166 931
- [28] He Gaihua, Duan Yuping, Pang Huifang. *Nano-micro Letters*[J], 2020, 12(1): 1
- [29] Yang Peipei, Liu Ying, Zhao Xiuchen *et al. Journal of Materials Research*[J], 2016, 31(16): 2398
- [30] Shu Jincheng, Cao Maosheng, Zhang Min *et al. Advanced Functional Materials*[J], 2020, 30(10): 1 908 299

## Electromagnetic Shielding Properties of Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> Amorphous Alloy Powders

Wu Jiali<sup>1</sup>, Zhou Bingwen<sup>1,2</sup>, Huo Lishan<sup>3</sup>, Meng Linggang<sup>1,2</sup>, Ya Bin<sup>1,2</sup>, Zhang Huanyue<sup>1</sup>, Zhan Xingguo<sup>1,2</sup>

(1. School of Material Science and Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

(2. Ningbo Research Institute of Dalian University of Technology, Ningbo 315016, China)

(3. Ningbo Zhongke B Plus New Materials Technology Co., Ltd, Ningbo 315201, China)

**Abstract:** In order to prevent and control electromagnetic pollution, it is urgent to develop effective electromagnetic shielding materials. In this research, the Fe<sub>73.2</sub>Si<sub>16.2</sub>B<sub>6.6</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> alloy was designed and amorphous ribbons were prepared. After high-energy ball milling, amorphous alloy powder was obtained. The effects of ball-milling time on soft magnetic properties, microstructure, morphology and electromagnetic wave absorption properties of alloy powders were studied. The results show that the crystalline phase  $\alpha$ -(Fe, Si) is formed after ball milling, which improves the soft magnetic properties. The maximum saturation magnetization is 137.94 A m<sup>2</sup> kg<sup>-1</sup>. The morphology of the amorphous powders is elliptic. With the increase of milling time, the particle size of the alloy powders decreases, and the minimum average particle size is 8.42  $\mu$ m. The alloy powder shows excellent electromagnetic absorption performance. The loss mechanism of electromagnetic waves is mainly magnetic loss. After ball-milling for 50 h, the amorphous alloy powder has the best electromagnetic absorption performance. The minimum reflection loss is -42.26 dB at the frequency of 4.57 GHz, and the maximum effective absorption bandwidth (<-10 dB) is up to 5.78 GHz when the thickness of the absorber is 2.5 mm.

**Key words:** Fe-based amorphous alloy; microwave absorption performance; electromagnetic shielding; soft magnetic properties

Corresponding author: Zhou Bingwen, Ph. D., Associate Professor, School of Material Science and Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, P. R. China, Tel: 0086-411-84709348, E-mail: zbw@dlut.edu.cn