

固相烧结法制备 $(\text{LiFe})_x\text{Zn}_{1-2x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 铁氧体材料的吸波性能研究

王翠平¹, 方庆清¹, 李民权², 刘艳美¹

(1. 安徽大学物理与材料科学学院, 安徽 合肥 230039; 2. 安徽大学电子科学与技术学院, 安徽 合肥 230039)

摘 要:采用固相烧结法,按不同配方制备了吸波材料 $(\text{LiFe})_x\text{Zn}_{1-2x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($x=0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.45, 0.5$),研究了 Cr_2O_3 、 Al_2O_3 等掺杂对 $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 吸波特性的影响。结果表明, $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 吸波性能较好,而在 $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 中掺入1%的 Al_2O_3 对增加-10dB带宽很有帮助。

关键词:固相烧结; LiZn 铁氧体; 掺杂; 吸波性能

中图分类号: TG132 **文献标识码:** A

电磁技术的不断发展,从无线电广播、电视到电脑以及各类电子设备的广泛使用,在给我们的生活和生活带来便捷高效的同时,也给我们的生活空间带来了肉眼看不见的电磁辐射污染。已有人形容如今生活在都市里的人们,仿佛置身于“大微波炉”中,承受着各种电磁辐射的冲击,电磁辐射对人体的作用主要有3种,即“热效应”、“非热效应”、“致癌、致突变、致畸作用”^[1]。

微波吸收材料,简称吸波材料,是一种能有效吸收入射雷达波,并使其散射大幅度衰减的功能复合材料。新一代的吸波材料要求具有衰减能力强、吸收频带宽、质轻、红外和微波吸收兼容等性能。由于铁氧体是一种双复介质,它不但具有一般介质材料的欧姆损耗、极化损耗、离子和电子共振损耗,还具有铁氧体特有的畴壁共振损耗、磁矩自然共振损耗和粒子共振损耗,因此至今仍是微波吸收材料的主要成分之一。但是常用的六角晶系铁氧体制成的吸波材料,难以满足吸收频带宽、质量轻、厚度薄的要求,因此近年来尖晶石型铁氧体复合吸波材料越来越受到人们的关注。 LiZn 铁氧体与其它尖晶石型铁氧体材料相比,有质轻、廉价、热稳定性好等优点^[2,3],但国内对它的吸波

性能的研究尚未见报道。

1 试验

1.1 吸波材料的制备

以 Li_2CO_3 、 ZnO 、 Fe_2O_3 粉体为原料,将3种粉体分别按不同的摩尔比 $(\text{LiFe})_x\text{Zn}_{1-2x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($x=0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.45, 0.5$)称量混合,再将混合后的粉料放在玛瑙研钵中充分混合后碾磨2h,所得纳米粉体在空气中850℃烧结,其预烧结曲线如图1,预烧后的粉料再经1100℃退火,其曲线如图2所示。

1.2 样品结构和性能的测量

用MXP18AHF转靶X射线衍射仪(XRD)分析晶体结构,由Scherrer公式计算粉体粒径;将1100℃退火并且碾磨后的材料用聚氨脂作粘结剂,按质量比4:1均匀混和后,涂于铝板的一面(涂层厚度为3.1mm左右),等固化后待测。为避免表面粗糙对测试结果产生影响,测试前先将试样表面磨平,然后用Aligent 8510c矢量网络分析仪测试样品的反射损耗随频率的变化。

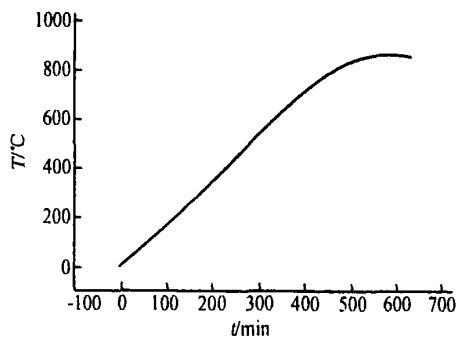


图 1 (LiFe)_xZn_{1-2x}Fe₂O₄ 预烧曲线

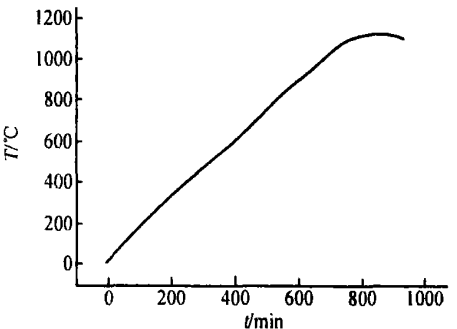


图 2 (LiFe)_xZn_{1-2x}Fe₂O₄ 1100℃退火曲线

2 结果及分析

2.1 预烧粉料的 XRD 谱

850℃预烧粉料的 XRD 谱如图 3 所示,可以看出,粉料为尖晶石单一相结构,利用 Scherrer 公式计算粒径,结果如表 1 所示。

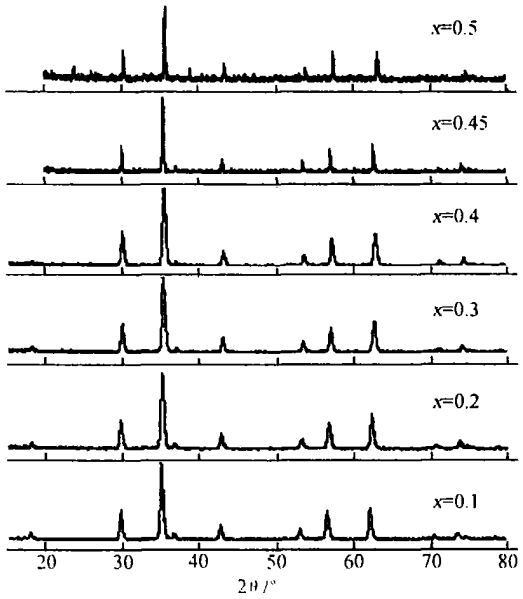


图 3 (LiFe)_xZn_{1-x}Fe₂O₄ 铁氧体预烧料的 XRD 测试谱线

表 1 850℃预烧 Li_xZn_{1-2x}Fe₂O₄ 粉料的粒径

nm					
$x=0.1$	$x=0.2$	$x=0.3$	$x=0.4$	$x=0.45$	$x=0.5$
59.93	60.50	59.22	59.15	59.70	60.20

可以看出,所制备的锂锌铁氧体材料为尖晶石型结构纳米颗粒。

2.2 不同配方对吸波特性的影响

(LiFe)_xZn_{1-2x}Fe₂O₄ 的 850℃预烧粉料样品的反射损耗随频率变化的曲线如图 4 所示,可以看出:

(1) $x=0.1$ 时,主吸收峰峰位在 10.13GHz,最大损耗量为 45.5dB,两个次吸收峰分别在 8.7 GHz 和 10.4GHz,反射损耗分别为 27.9dB 和 25.7dB,另有反射损耗区域在 0.5MHz 附近。

(2) $x=0.2$ 时,主吸收峰峰位移向 9.7 GHz,最大损耗量减小到 20.7dB,损耗带宽明显变大,一次吸收峰消失,另一吸收峰峰位仍在 10.4GHz,反射损耗为 20.5dB,另外在 7.5GHz 和 12GHz 分别出现较弱的吸收峰,反射损耗分别为 8.4dB 和 8.2dB,而此两处的曲线很平缓,对展宽损耗带宽很有利。

(3) $x=0.3$ 时,主吸收峰变弱,次峰变宽,峰位仍在 10.4GHz,最大损耗量为 16.98dB,弱吸收峰变强,峰位在 12.14GHz,反射损耗为-14.7dB,且损耗带宽明显变大,另外在 7.5GHz 处弱吸收

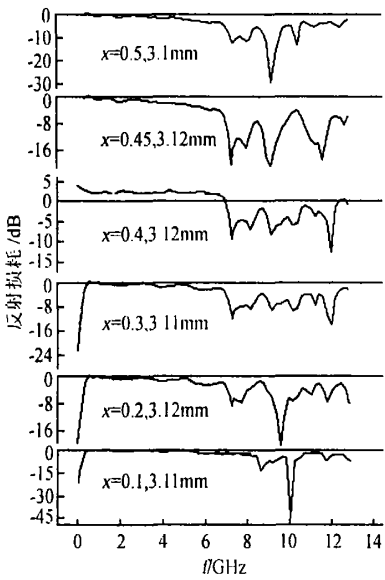


图 4 (LiFe)_xZn_{1-x}Fe₂O₄ 的吸波曲线

峰变成两个峰,最大反射损耗为 12.4dB,整个曲线的一8dB 带宽明显增大。

(4) $x=0.4$ 时,0.5MHz 附近的反射损耗消失,与 $x=0.3$ 的曲线相比,曲线变的比较平缓,9.27GHz 处吸收峰变强,一8dB 带宽略增。

(5) $x=0.45$ 时,与 $x=0.4$ 时的曲线相比,9.27GHz 吸收峰处曲线变的陡峭,最大损耗吸收量达到-21.7dB,一8dB 带宽明显增加。

(6) $x=0.5$ 时,与 $x=0.45$ 时的曲线相比,9.27GHz 最大损耗吸收明显增加,达到-31dB,吸收峰峰位无变化,一8dB 带宽明显减少。由文献[4]可知,8GHz 附近对应的峰位为畴壁共振峰,10.4GHz 附近对应的峰位为自然共振峰,12GHz 附近对应的峰位为介电损耗峰。

3.3 掺杂对 $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 吸波性能的影响

掺杂的目的是为了降低晶界电阻层以达到增加功率损耗的目的。掺杂 CaCO_3 ,使得Ca离子在晶界上的分布比其它浓度高。一定量的掺杂可以增大材料的磁滞损耗。

合适的掺杂有利于晶格缺陷和气孔的形成,增加畴壁移动的阻碍,增加晶界附近的应力,增加材料的吸波损耗。

可以看出, $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 吸波性能较好,对850℃预烧的 $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 分别掺杂1%(w) CaCO_3 、 Cr_2O_3 、 Al_2O_3 ,充分碾磨2h后1100℃退火,反射损耗随频率变化的曲线如图5所示。

可见, $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 掺入1%的 Al_2O_3 对增加-10dB 带宽很有帮助,而 $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 掺入1%的 CaCO_3 和 Cr_2O_3 则可以增加9GHz 附近的最大损耗吸收量。

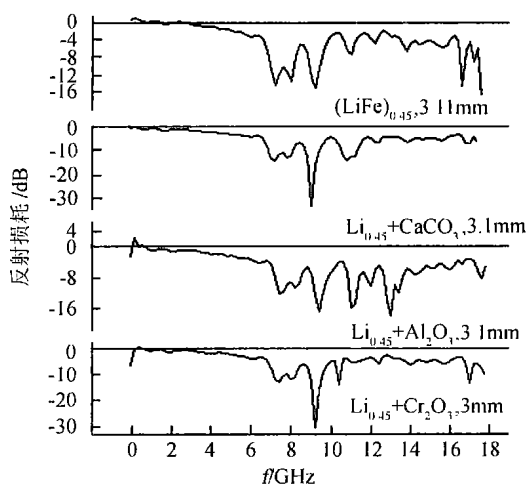


图5 $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 掺杂后的吸波曲线

3 结论

用氧化物法制备的LiZn铁氧体,在7~12GHz频段内具有良好的吸波特性, $x=0.45$ 时吸波性能最好,随 x 的减小,材料的吸波特性降低。 $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 掺入1%的 Al_2O_3 可有效增加10dB损耗带宽。

参考文献:

- [1] 窦丹若. 建筑空间的电磁辐射和建筑吸波材料[J]. 中国非金属矿工业导刊, 2004, 43(5): 21~23.
- [2] Yusoff A N, Abdullah M H. Microwave electromagnetic and absorption properties of some LiZn ferrites[J]. Journal of Magnetic Materials, 2004, 269: 271~280.
- [3] Yong S Cho, Jung W. The effect of cordierite additives on microwave magnetic properties of LiZn ferrites[J]. Materials Letters, 2005, 59: 710~713.
- [4] 廖绍彬. 铁磁学(下)[M]. 北京: 北京科学出版社, 1988.

Microwave Absorption Properties of $(\text{LiFe})_x\text{Zn}_{1-2x}\text{Fe}_2\text{O}_4$

WANG Cui-ping, FANG Qing-qing, LI Min-quan, LIU Yan-mei

(1. School of Physics and Materials, Anhui University, Hefei 230039, China; 2. School of Electric Science and Technology, Anhui University, Hefei 230039, China)

Abstract: $(\text{LiFe})_x\text{Zn}_{1-2x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($x=0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.45, 0.5$) were prepared by a conventional solid-state reaction method, and the influence of Cr_2O_3 and Al_2O_3 additives on microwave absorption properties of $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ was investigated. The results manifest that the $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ has the best absorption property, and adding 1% Al_2O_3 to $(\text{LiFe})_{0.45}\text{Zn}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ helps to broaden the bandwidth of reflection loss at -10dB.

Keywords: Solid-state sinter; LiZn ferrites; Additives; Absorption properties