

碳化硅陶瓷复合材料的制备及其吸波性能研究

慎庸仲, 耿志挺*, 王惊涛

清华大学材料学院, 北京

收稿日期: 2022年4月15日; 录用日期: 2022年5月24日; 发布日期: 2022年5月31日

摘要

吸波材料在军用民用领域有重要的价值和意义。本文使用陶瓷结合剂与磁性金属粉末在不同温度下烧结制备出碳化硅陶瓷复合材料, 并研究了碳化硅陶瓷复合材料的结构、形貌和吸波性能。在有氧条件下, 较低温度(900°C)烧结时, 添加磁性金属粉末可以提高碳化硅陶瓷复合材料的吸波性能, 对反射波的吸收参数 S_{11} 可以由-4 dB最大可以降到-7 dB以下。高温(1400°C)下烧结时, 金属颗粒周围易氧化, 吸波性能提升不明显。

关键词

吸波材料, 碳化硅, 陶瓷结合剂, 吸波性能

Study on the Preparation and the Microwave Absorbing Properties of SiC Ceramic Composites

Yongzhong Shen, Zhiting Geng*, Jingtao Wang

School of Materials Science and Engineering, Tsinghua University, Beijing

Received: Apr. 15th, 2022; accepted: May 24th, 2022; published: May 31st, 2022

Abstract

Microwave absorbing materials have important value and significance in military and civil fields. In this paper, silicon carbide ceramic composites were prepared by sintering ceramic bond and magnetic metal powder at different temperatures. When sintered with 900°C and with the presence of oxygen, the addition of magnetic metal powder enhances the microwave absorbing prop-

*通讯作者。

erty of SiC composites. The absorption parameter S11 of reflected wave can be reduced from -4 dB to less than -7 dB. When sintered with 1400°C , oxide tended to form around metal particles, resulting in no significant promotion of microwave absorbing property.

Keywords

Absorbing Material, Silicon Carbide, Ceramic Bond, Microwave Absorbing Property

Copyright © 2022 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

吸波材料是一类可以借助介电损耗、磁损耗等机制耗散电磁波能量或使电磁波因干涉而消失，从而有效避免入射电磁波反射的材料，对于军工及民用领域具有非常重要的意义。无论是在军工领域作为隐身材料，还是在民用领域保护电子设备或保障人类身体健康上，吸波材料的应用十分广泛，因此吸波材料已经成为各国重点发展的一类材料。

碳化硅(SiC)是一种电介质型吸波材料，主要依靠介电极化损耗来消耗电磁波能量，损耗机理比较复杂。由于碳化硅具有吸波性能可调、密度小、耐高温、强度大等特点，有望实现轻质、薄层等优良特性，因此成为吸波材料领域中的研究重点。

本文将镍、铁磁性金属引入碳化硅陶瓷，制备出碳化硅陶瓷复合材料，研究金属粉末对碳化硅复合材料吸波性能的影响。

2. SiC 吸波材料

2.1. 吸波材料的吸波原理

损耗机制

吸波材料的吸波机理是将进入吸波材料的电磁波通过不同机理损耗变为热能，损耗机制可大致分为电损耗与磁损耗。磁损耗为在交变电场中磁性材料的动态磁化引起的损耗，包括涡流损耗、磁滞损耗、剩余损耗等。电损耗分为电导损耗与介电损耗。电导损耗为交变电场中，载流子定向移动形成宏观电流，从而将电磁波能量转化为电流的焦耳热能耗散；介电损耗主要为通过介电材料在交变电场下的反复电子极化、离子极化等，将电磁波能量转化为热能损耗。

2.2. SiC 陶瓷复合吸波材料

2.2.1. SiC 陶瓷复合材料吸波机制

碳化硅的主要吸波机理为介电损耗，但因其阻抗匹配程度较低，因此难以发挥其吸波作用。提高其吸波性能的方法如下几个方面：

阻抗匹配：若材料介电常数较高可制备低介电常数的阻抗匹配层，从而改善其与空气的阻抗匹配程度，原有高介电材料起到对电磁波的吸收作用，阻抗匹配层减少了电磁波的反射，从而提高了吸波效率。

透波/吸波复合：将透波材料与吸波材料复合，复相结构中具有较低介电常数的透波材料起到减少反射的作用，同时高介电常数的材料又起到损耗衰减电磁波的作用，使材料宏观表现出较好的吸波性能[1]。

增加损耗机制：制备复合材料的过程中，若所添加的材料本身可以提供新的损耗机制，则也可以提升材料的吸波性能。如磁性材料与 SiC 的复合材料可兼备磁损耗的电损耗[2]。

2.2.2. SiC 陶瓷复合材料吸波性能表征

使用矢量网络分析仪测试材料的电磁参数，用波导传输法测得 S_{11} 和 S_{21} 参数，两个参数与反射率、透射率的关系如下。

$$RL = -20\lg|S_{11}|$$

$$S_{11}(\text{dB}) = 10\lg\frac{\text{反射功率}}{\text{入射功率}}$$

$$S_{21}(\text{dB}) = 10\lg\frac{\text{透射功率}}{\text{入射功率}}$$

3. 实验方法

3.1. 碳化硅陶瓷复合材料制备

在碳化硅粉末中参杂的金属成分如表 1。实验中所使用陶瓷结合剂配比见表 2。

陶瓷结合剂制备流程为按表 2 比例分别称量分析纯原料[3] [4]，干磨混料后过筛，得到陶瓷结合剂。随后进行碳化硅陶瓷复合材料的制备，将碳化硅-金属混合粉体与陶瓷结合剂按质量比 4:1 进行称量，干磨混料后过筛，加入 5~8wt% 浓度为 5wt% 的 PVA 造粒，干压成型后分别进行烧成，烧成温度分别为 900℃、1400℃，保温 1 h，升温速率 10℃/min。烧成后打磨至需要的尺寸。

Table 1. Composition proportion of metal doped SiC

表 1. 金属参杂碳化硅成分比例

Sample	1	2	3	4	5	6
Mass fraction of Fe/%	5	10	15	0	0	0
Mass fraction of Ni/%	0	0	0	5	10	15

Table 2. Composition proportion of ceramic binder

表 2. 陶瓷结合剂成分比例

Composition	SiO ₂	Al ₂ O ₃	H ₃ BO ₄	Na ₂ CO ₃	K ₂ CO ₃	Li ₂ CO ₃	H ₂ O
Mass fraction/%	52.9	11.3	6.1	14.6	10.2	4.8	2

3.2. 分析表征方法

3.2.1. 成分与物相分析

使用 X 射线衍射仪对烧结后的产物进行成分与相结构的分析，扫描角度为 10°到 80°，扫描步长 0.02°，扫描速度为 4°/min。

3.2.2. 形貌分析

使用扫描电子显微镜对材料的微观形貌进行了测试与分析。

3.2.3. 电磁参数测试

使用矢量网络分析仪对材料的电磁参数进行了测试，使用测试方法为波导传输法，本实验中测试碳化硅陶瓷复合材料在 X-band 的电磁参数，依照设备要求将材料打磨尺寸 22.86 mm × 10.16 mm × 2 mm。

4. 结果与讨论

4.1. 物相组成

由图 1(a)、图 1(b)可以看出, 实验中制备的碳化硅陶瓷复合材料主要相组成为 3C、4H、6H-SiC 相, 且有部分 SiC 被氧化形成 SiO₂。

测试结果中 SiO₂ 过多的原因是因为测试前表面磨的厚度过小, 测出的样品成分基本为表面的成分。金属成分在烧结的过程中形成陶瓷相, Ni 会生成 Ni₂Si, 而 Fe 会被氧化形成 Fe₂O₃。

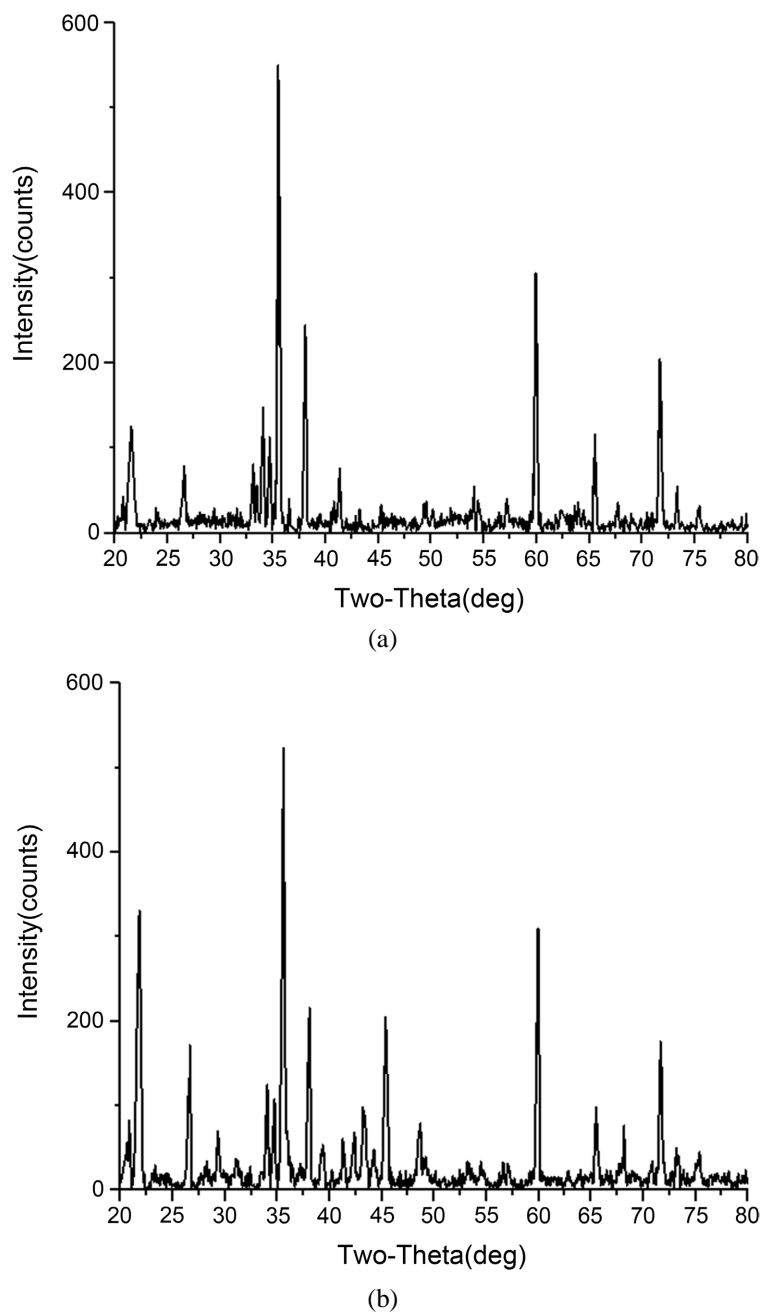


Figure 1. XRD patterns of SiC ceramic composites (a) 900°C 15%Fe; (b) 900°C 15%Ni

图 1. 碳化硅陶瓷复合材料的 XRD 图谱。(a) 900°C 15%Fe; (b) 900°C 15%Ni

4.2. 表面形貌

图 2(a)~(d)为分别在 900℃、1400℃下烧结的含 15%Fe, 15%Ni 的碳化硅陶瓷复合材料的微观形貌。在 900℃下观察形貌, 可看见金属成分所形成的颗粒, 随着烧结温度的升高, 在金属颗粒周围形成 SiO_2 的氧化相。

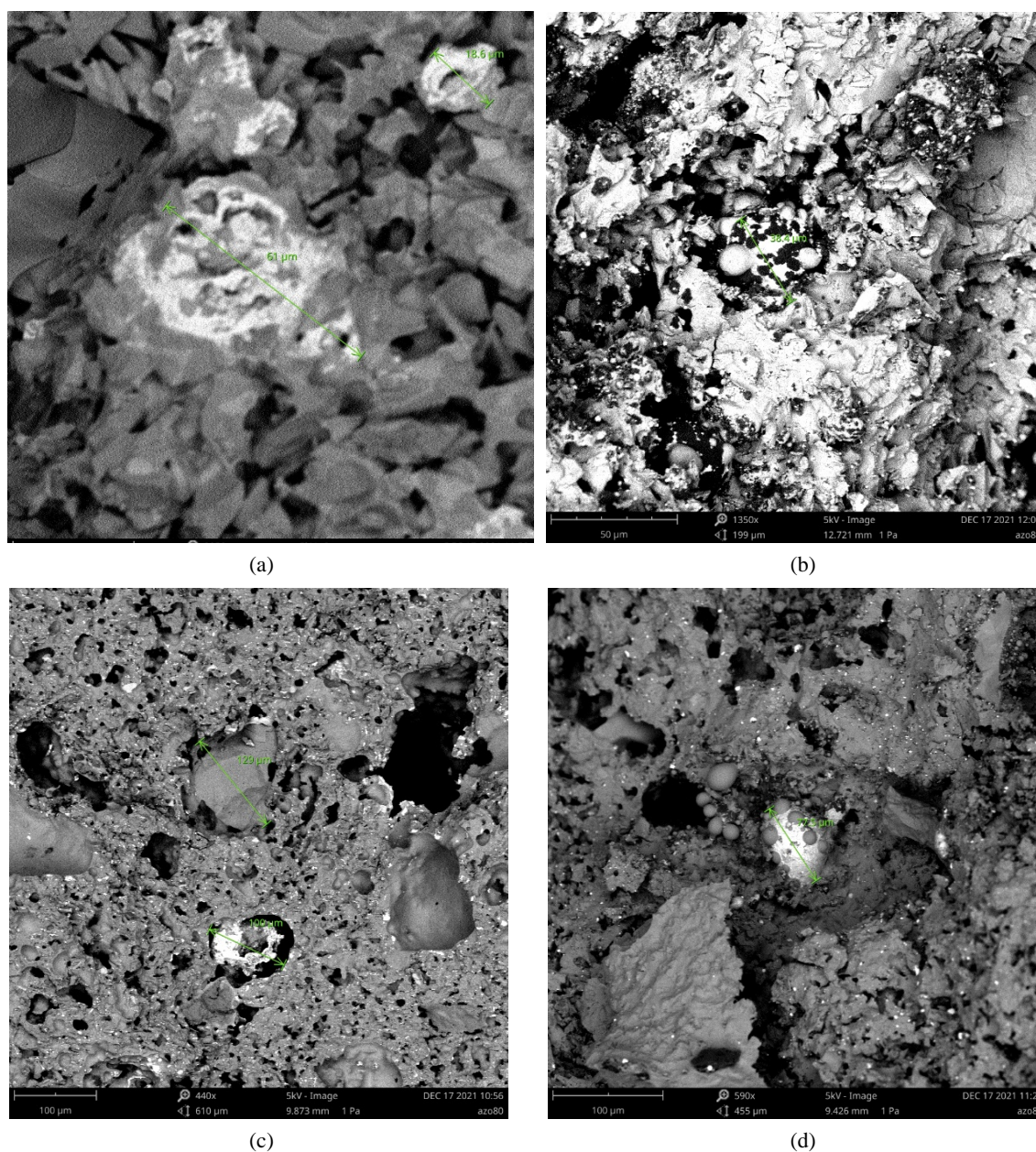


Figure 2. The SEM image of the SiC ceramic composite material. (a) 900℃ 15%Fe; (b) 1400℃ 15%Fe; (c) 900℃ 15%Ni; (d) 1400℃ 15%Ni

图 2. 碳化硅陶瓷复合材料的表面形貌。(a) 900℃ 15%Fe; (b) 1400℃ 15%Fe; (c) 900℃ 15%Ni; (d) 1400℃ 15%Ni

4.3. 介电性能

图 3~5 为实验测得的金属掺杂碳化硅复合材料的吸波性能曲线, 观察到材料吸波性能改变, 其改善的

程度与电磁波的频率、金属粉添加量有关。

可以看出放入了铁粉与镍粉后，发现两种材料的吸波性能变化趋势不同，且含镍材料的吸波性能比含铁材料好。在不同烧结温度下，两种材料性能提升的程度相似，而吸波性能强化的波段不同。

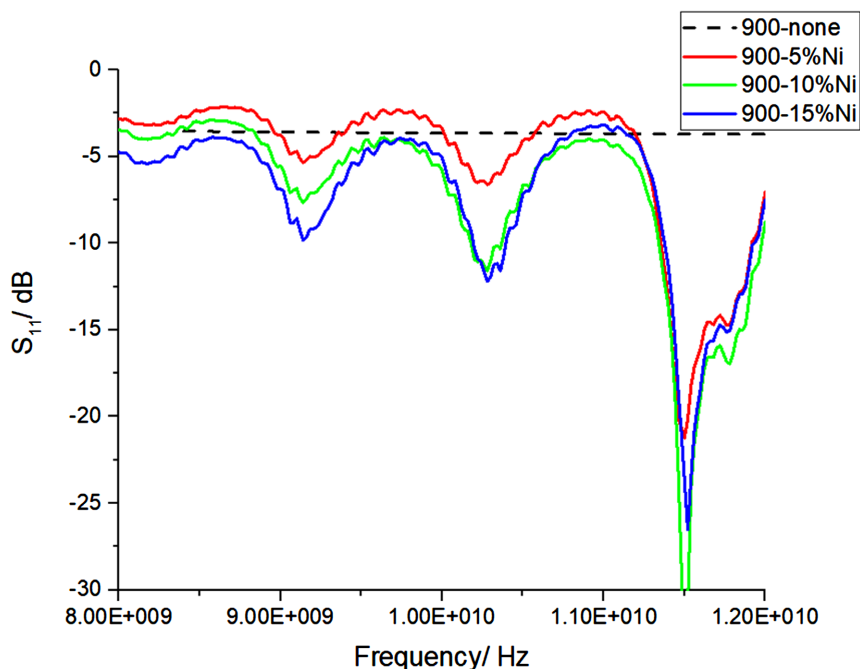


Figure 3. S_{11} parameters Ni-containing silicon carbide composites

图 3. 含 Ni 碳化硅复合材料的 S_{11} 参数

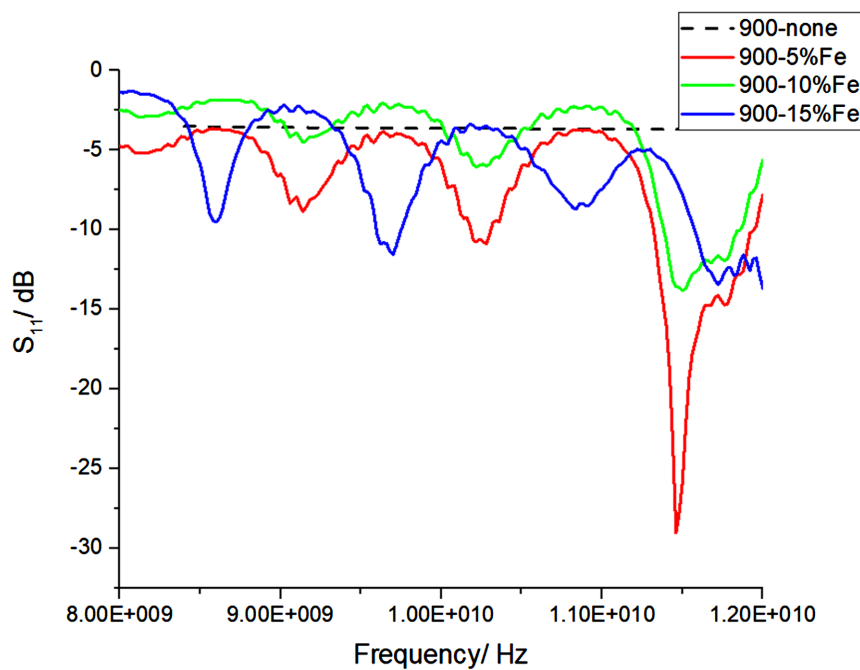


Figure 4. S_{11} parameters of Fe-containing silicon carbide composites

图 4. 含 Fe 碳化硅复合材料的 S_{11} 参数

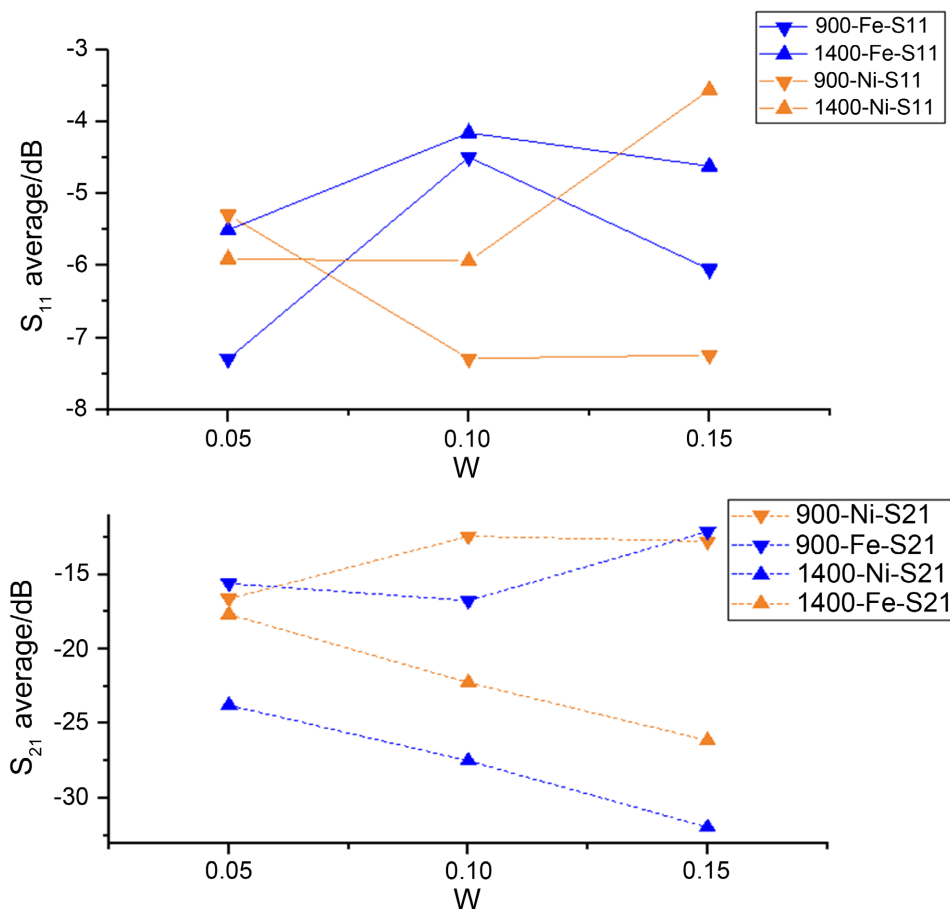


Figure 5. The absorption properties of sintered silicon carbide composites varied with metal mass fraction at different temperatures

图 5. 不同温度烧结碳化硅复合材料吸波性能随金属质量分数的变化

考虑碳化硅本身的吸波性能具有较好的可调性以及铁粉的价格低廉，因此制作复合吸波材料时，Fe 可以作为 Ni 的替代，或者将两者混合使用。

在不同温度下进行烧结后，我们发现 S_{11} 和 S_{21} 参数有一定的变化规律。为了定性的了解 S_{11} 、 S_{21} 参数变化规律。我们将 S_{11} 、 S_{21} 数据在 8~12 GHz 取平均。并将平均值进行比较。发现在高温下烧结时，材料具有对反射波的吸收减弱，对透射波的吸收增强的变化趋势。

5. 总结

本文使用金属粉末和陶瓷结合剂制备了碳化硅陶瓷复合材料，并探究了不同成分比和烧结温度对其吸波性能的影响。在有氧条件下，较低的温度进行烧结时，添加磁性金属粉末可以提高碳化硅吸波材料的吸波性能。添加镍的材料吸波性能比添加铁有更好的吸波性能，但铁依然可以提高材料的吸波性能，在价格方面可以替代镍粉制备吸波材料。高温烧结下没有能够得到性能的提升是因为金属颗粒周围容易发生氧化，可考虑真空烧结。

基金项目

清华大学实践教学教改研究项目(ZY01-02)。

参考文献

- [1] 崔若鹏, 耿志挺, 王琪, 赵宁, 慎庸仲. 碳化硅材料吸波性能的研究[J]. 材料科学, 2021, 11(5): 593-600.
- [2] 牛芳旭. 碳化硅及其复合材料的制备与电磁波吸收性能研究[D]: [博士学位论文]. 济南: 山东大学, 2019.
- [3] 孟庆聪. 碳化硅陶瓷复合材料的制备及其吸波性能研究[D]: [硕士学位论文]. 天津: 天津大学, 2016.
- [4] 李君君, 王云峰, 张爱菊, 李子成, 庞同军, 李志宏. 金属铝粉和纳米 Al_2O_3 粉对陶瓷结合剂性能的影响[J/OL]. 硅酸盐通报, 2021, 11(40): 3777-3782.