

doi:10.3969/j.issn.1001-3539.2020.09.003

球磨时间对环氧树脂 / FeSiCr 复合材料 电磁性能及吸波性能影响

翟影^{1,2}, 朱冬梅¹, 罗发¹, 南涵漪¹, 阮兴翠²

(1 西北工业大学国家凝固技术国家重点实验室, 西安 710072; 2. 陕西华秦科技实业有限公司, 西安 710076)

摘要: 采用高能机械球磨法制备片状 FeSiCr 合金吸收剂, 利用 X 射线衍射仪、扫描电子显微镜和矢量网络分析仪分析研究球磨时间对 FeSiCr 合金相结构、微观形貌及环氧树脂 / FeSiCr 复合材料电磁性能及吸波性能的影响。研究表明, 随着球磨时间延长, FeSiCr 合金由球状变为片状, 环氧树脂 / FeSiCr 复合材料的复介电常数和复磁导率逐渐增大。球磨时间达 5 h 时, 获得厚片状 FeSiCr 合金, 制备的复合材料试样厚度为 1.4 mm 时, 在 6.6~18 GHz 波段反射率小于 -5 dB, 吸波性能优异。球磨时间延长至 8 h 和 11 h 时, 获得薄片状 FeSiCr 合金, 制备的复合材料试样厚度为 2 mm 时, 在低频波段具有优异的吸波性能, 分别在 3.5 GHz 和 2.97 GHz 达到反射率峰值 -8.03 dB 和 -9.28 dB。通过调整球磨时间, 可使环氧树脂 / FeSiCr 复合材料在 2.6~18 GHz 内不同频段实现优异的吸波性能。

关键词: 环氧树脂 / FeSiCr 复合材料; 球磨时间; 介电常数; 磁导率; 吸波性能

中图分类号: TQ322.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3539(2020)09-0013-06

Effects of Milling Time on Electromagnetic and Microwave Absorbing Properties of Epoxy Resin / FeSiCr Composites

Zhai Ying^{1,2}, Zhu Dongmei¹, Luo Fa¹, Nan Hanyu¹, Ruan Xingcui²

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China;

2. Shaanxi Huaqin Technology Industry Ltd., Xi'an 710072, China)

Abstract : Flaky FeSiCr alloy absorbent was fabricated by mechanical milling method. The effects of milling time on phase, morphology of FeSiCr alloy, electromagnetic and microwave absorbing properties of epoxy resin / FeSiCr composites were characterized by X-ray diffractometer, scanning electron microscopy and vector network analyzer. The results show that the morphology of the FeSiCr alloy particles are changed from sphere to flaky shape, and the complex permittivity and complex permeability of epoxy resin / FeSiCr composites are increased with milling time increases. Thick flaky FeSiCr alloy is achieved after milled with 5 h, and the reflection loss (RL) below -5 dB of epoxy resin / FeSiCr composite is obtained in the high frequency range of 6.6~18 GHz at the thickness of 1.4 mm, demonstrating a good microwave absorption performance. When the milling time is extended to 8 h and 11 h, thin flaky FeSiCr alloy is reached, and the RL peak values are -8.03 dB at 3.5 GHz and -9.28 dB at 2.97 GHz for epoxy resin / FeSiCr composite at the thickness of 2.0 mm, respectively. The outstanding microwave absorbing property of epoxy resin / FeSiCr composites in the different frequency bands in 2.6~18 GHz can be fulfilled by adjustment of milling time of FeSiCr alloy.

Keywords : epoxy resin / FeSiCr composite ; milling time ; permittivity ; permeability ; microwave absorbing property

FeSiCr 合金是一种典型软磁合金吸收剂, 兼具相对较高的电损耗和磁损耗及良好的热稳定性, 已被广泛应用于制备移动手机、网络系统和雷达探测等领域的吸波材料^[1-4]。根据 Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) 公 式^[5-6]:

$(\mu_r - 1)f = (2\gamma M_s / 3\pi) \sqrt{H_{ea} / H_{ha}}$, 式中, μ_r 为本征相对磁导率, f 为共振频率, γ 为旋磁比, M_s 为饱和磁化强度, H_{ea} 为易磁化面磁晶各向异性等效场, H_{ha} 为难磁化面磁晶各向异性等效场, H_{ea} / H_{ha} 正比于吸收剂形状各向异性, 通过机械球磨将磁性合金吸

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51402239)

通讯作者: 翟影, 博士, 主要从事隐身材料和特种功能材料研究 E-mail: zy7058@126.com

收稿日期: 2020-06-29

引用格式: 翟影, 朱冬梅, 罗发, 等. 球磨时间对环氧树脂 / FeSiCr 复合材料电磁性能及吸波性能影响 [J]. 工程塑料应用, 2020, 48(9): 13-18.

Zhai Ying, Zhu Dongmei, Luo Fa, et al. Effects of milling time on electromagnetic and microwave absorbing properties of epoxy resin / FeSiCr composites[J]. Engineering Plastics Application, 2020, 48(9): 13-18.

收剂由球状变为片状,可以提高其形状各向异性,进而提高 $H_{\text{ea}}/H_{\text{ha}}$,有效突破 Snoke's 极限,在 GHz 频段获得更高的饱和磁化强度,提高其磁导率^[7-8]。但是片状结构磁性合金表面积增大又使得其界面极化增强,增大了复介电常数,可能不利于阻抗匹配^[9]。良好的阻抗匹配和衰减特性是实现吸波材料优异吸波性能的两个关键影响因素。研究表明,通过调整球磨时间控制磁性合金材料的形貌和厚径比,能够有效调控其电磁性能,在不同微波频段实现良好的吸波性能^[9-10]。Zhang Xianzhi 等^[2]研究表明,球磨制备的片状各向异性 FeSiCr 合金能够突破 Snoek's 极限,获得较高的磁导率。笔者以球状 FeSiCr 合金为原材料,采用行星球磨工艺制备片状 FeSiCr 合金,并以环氧树脂为基体制备环氧树脂/FeSiCr 复合材料,旨在分析研究不同球磨时间对 FeSiCr 合金相组分、微观性能及环氧树脂/FeSiCr 复合材料电磁性能及吸波性能的影响。

1 实验部分

1.1 主要原材料

球状 FeSiCr 合金粉体:化学组分为 92% Fe, 3.5% Si 和 4.5% Cr,化学纯,长沙天久金属材料有限公司;

无水乙醇、二甲苯:分析纯,天津市富宇精细化工有限公司;

环氧树脂:E-51,化学纯,西安树脂厂;

脂肪族胺类固化剂:化学纯,上海经天新材料科技有限公司。

1.2 主要设备与仪器

行星球磨机:QM3SP4 型,南京大学仪器厂;

均质分散机:FJ300-SH 型,上海标本模型厂;

空气压缩机:KB-10A 型,上海康克卢压缩机有限公司;

水帘柜:1 m × 2 m × 2 m,上海荣安木工机械设备有限公司;

喷枪:W-71G 型,台湾明丽自动喷漆枪厂;

鼓风烘箱:TDBGW-227W 型,吴江市台达烘箱制造有限公司;

扫描电子显微镜(SEM):Vega 3 SBH 型,泰思肯贸易(上海)有限公司;

X 射线衍射(XRD)仪:X-Pert Diffractometer 型,飞利浦分析仪器公司;

矢量网络分析仪:E8362B 型,安捷伦科技有限公司。

1.3 试样制备

(1) 片状 FeSiCr 合金吸收剂制备。

采用行星球磨机制备片状 FeSiCr 合金。球料比为 15:1,球磨转速为 200 r/min,球磨时间分别为 0.5, 8, 11 h。球磨介质采用直径 6 mm 氧化锆磨球,无水乙醇作为球磨液体介质。球磨后的 FeSiCr 合金粉料在 75℃烘箱中烘干 8 h,以促进无水乙醇完全挥发。

(2) 环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样制备。

以 E-51 环氧树脂为基体,球磨 0.5, 8, 11 h 的片状 FeSiCr 合金为吸收剂,脂肪族胺类固化剂和二甲苯为稀释剂,混合成树脂溶液,采用空气喷涂法制备环氧树脂/FeSiCr 复合材料。

树脂溶液配制过程为:先将 10 g 二甲苯加入到 62.5 g E-51 环氧树脂中,手动搅拌均匀后,加入 112.5 g 片状 FeSiCr 合金粉体,最后加入 12.5 g 脂肪族胺类固化剂,目视手动搅拌均匀后,采用均质分散机,以 2000 r/min 转速搅拌 20~30 min。

使用空气压缩机、水帘柜和喷枪,采用空气喷涂法将配制的树脂溶液在马口铁基材上制备环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样,每次喷涂厚约 0.1 mm,将试样置于 80℃烘箱中烘干 30~40 min,重复喷涂和烘干,直至材料厚度达 1.2 mm。最后将试样从马口铁上揭下,按表 1 试样尺寸要求裁剪试样。

表 1 不同频段矩形波导法测试电磁参数试样尺寸

频率/GHz	尺寸/mm		
	长度	宽度	厚度
2.6~3.95	72.5	33.82	1.2
3.95~5.85	47.78	21.92	1.2
5.85~8.2	34.48	15.42	1.2
8.2~12.4	22.86	10.16	1.2
12.4~18	15.76	7.85	1.2

1.4 性能测试与表征

(1) SEM 表征。

FeSiCr 合金微观形貌采用 SEM 表征,将 FeSiCr 合金试样放入 SEM 载样台,在放大倍数为 1000 倍下测试。

(2) XRD 表征。

不同球磨时间的 FeSiCr 合金相结构采用 XRD 表征,测试条件为:电压 40 kV,电流 40 mA,选用 Cu 靶 K_{α} 射线,步长为 $0.02^{\circ}/s$,扫描角度范围为 $20^{\circ}\sim 90^{\circ}$ 。

(3) 电磁参数测试。

基于矩形波导法,采用矢量网络分析仪测试环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样在 2.6~18 GHz 频

段的复介电常数 ϵ_r ($\epsilon_r = \epsilon' - j\epsilon''$, 式中, ϵ' 和 ϵ'' 分别为复介电常数实部和虚部) 和复磁导率 μ_r ($\mu_r = \mu' - j\mu''$, 式中, μ' 和 μ'' 分别为复磁导率实部和虚部)。

(4) 吸波性能表征。

磁性吸波材料吸波性能主要由其介电常数和磁导率决定, 基于传输线理论, 单层吸波材料的反射率(RL)可采用式(1)计算^[11]:

$$RL = 20 \lg \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (1)$$

$$Z_{in} = Z_0 \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} \tanh(j \frac{2\pi f d \sqrt{\mu_r \epsilon_r}}{c}) \quad (2)$$

式中: Z_0 ——自由空间的空气阻抗;

Z_{in} ——吸波材料的输入阻抗;

f ——入射电磁波的频率;

h ——普朗克常数;

d ——吸波材料的厚度;

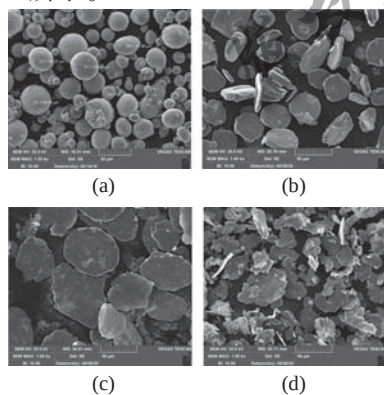
c ——真空中的光速。

笔者研究环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样吸波性能基于式(1)和式(2)进行计算。

2 结果与讨论

2.1 球磨时间对 FeSiCr 合金微观形貌的影响

不同球磨时间下 FeSiCr 合金微观形貌的 SEM 照片如图 1 所示。



球磨时间: a—0 h; b—5 h; c—8 h; d—11 h

图 1 不同球磨时间下 FeSiCr 合金 SEM 照片

从图 1a 可以看出, 未球磨前, FeSiCr 合金呈球状结构, 粒径不大于 50 μm 。经过高能机械球磨后, 随着球磨时间的增加, FeSiCr 合金开始出现扁平化, 球磨 5 h 后, FeSiCr 合金呈厚片状结构, 具有一定厚度 (图 1b); 球磨时间增加到 8 h 和 11 h 后, 绝大多数 FeSiCr 合金颗粒呈薄片状结构, 形状各向异性显著增加 (图 1c 和图 1d)。对比图 1c 和图 1d 可以看出, 球磨 8 h 后, 片状 FeSiCr 合金颗粒边缘规则完整、表面平滑; 而球磨 11 h 后, 片状 FeSiCr 合

金颗粒边缘开始出现不规则破损、颗粒尺寸变小及碎屑现象, 这是由于随球磨时间延长, 氧化锆磨球对已片状化 FeSiCr 合金过度机械碰撞和挤压导致的。

2.2 球磨时间对 FeSiCr 合金物相分析的影响

在不同球磨时间下 FeSiCr 合金的 XRD 图谱如图 2 所示。

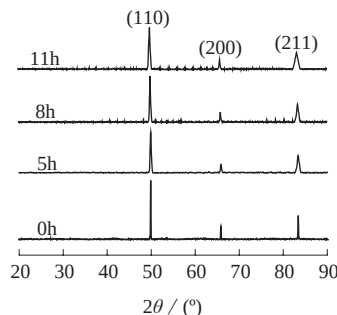


图 2 不同球磨时间下 FeSiCr 合金 XRD 图谱

由图 2 可以看出, 在 2θ 分别为 49.8° , 65.0° 和 82.3° 的三处衍射峰分别对应 FeSiCr 合金 (110), (200) 和 (211) 晶面, 与标准 JCPDS No.06-0696 卡片一致。无其它衍射峰出现, 说明球磨过程中 FeSiCr 合金粉末发生晶型转变和其它反应。对比分析不同球磨时间衍射峰可以看出, 随着球磨时间延长, 衍射峰强度降低、半高宽稍微变宽, 且 $2\theta=49.8^\circ$ 处衍射峰位置略微向左偏移。表明 FeSiCr 合金经机械球磨后, 晶格发生变形, 结晶度略有下降, 产生的原因主要是机械球磨过程中 FeSiCr 合金粉体在氧化锆磨球和球磨罐壁之间被频繁多次地挤压、碰撞而发生变形, 导致晶格变形和晶粒尺寸减小及结晶度下降; 同时多次重复挤压变形会在晶粒内部形成位错和缺陷集结区, 达到一定程度后会使得晶粒发生分割, 形成一些亚晶粒, 也会导致结晶度下降; 此外晶粒内部因机械外力作用引起的残余应力也可能引起晶格畸变, 当残余应力表现为拉应力时衍射峰将发生低角度左移^[12]。

2.3 球磨时间对环氧树脂/FeSiCr 复合材料电磁性能的影响

不同球磨时间下环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样的复介电常数如图 3 所示。

众所周知, 吸波复合材料的电磁性能和吸波性能主要由吸收剂决定^[9,12]。由图 3 可以看出, 随着球磨时间增加, 环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样的复介电常数实部明显升高, 在 2.6~18 GHz 频段的频散效应较弱^[2]。球磨 0 h 时, 采用球状 FeSiCr 合金制备的复合材料试样的复介电常数实部约为 12, 球磨 5, 8, 11 h 后分别增加到 17~20, 32~36 和 37~

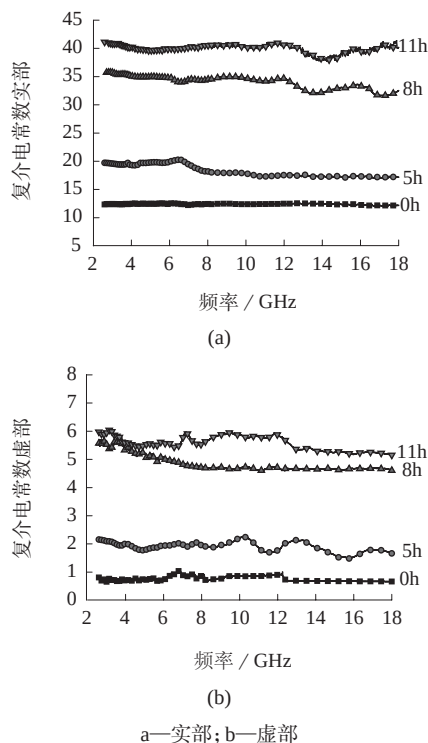


图3 不同球磨时间下环氧树脂/FeSiCr复合材料试样复介电常数

41。这是因为球磨后, FeSiCr 合金微观形貌由球状变为片状, 且片状化程度随时间延长而增大, 界面电荷极化增加, 且相同质量含量时, 片状 FeSiCr 更易在复合材料内部形成导电网络, 电导率增加, 从而导致介电常数升高^[13]。从图 3a 可以看到, 相较于球磨 5 h, 球磨 8 h 和 11 h 后片状 FeSiCr 合金制备的复合材料试样的复介电常数实部升高更为显著, 这是因为后两者 FeSiCr 合金片状化程度更高。根据公式 $\epsilon'' = \epsilon'_R + \frac{\sigma}{2\pi f \epsilon_0}$ ^[11], 式中, ϵ'_R 为松弛极化损耗, 与界面极化和极化弛豫相关, σ 为电导率, ϵ_0 为真空介电常数, 吸波材料试样的复介电常数虚部与界面极化、极化弛豫和电导率成正比。球磨后, 片状 FeSiCr 合金界面极化、极化弛豫和电导率增加, 使得复合材料试样的介电常数虚部增加, 且随球磨时间延长而呈升高趋势。

不同球磨时间下环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样的复磁导率如图 4 所示。

与环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样的复介电常数随球磨时间变化的规律相似, 复合材料试样的复磁导率实部和虚部最大值均随球磨时间延长而增加。在 2.6 GHz 处, 球磨 0, 5, 8, 11 h 后, 复合材料试样的复磁导率实部和虚部分别为 1.0, 1.61, 2.22, 2.68 和 0.89, 1.37, 1.72, 2.01。未球磨 FeSiCr 合金制备复合材料试样的复磁导率实部和虚部在 2.6 ~

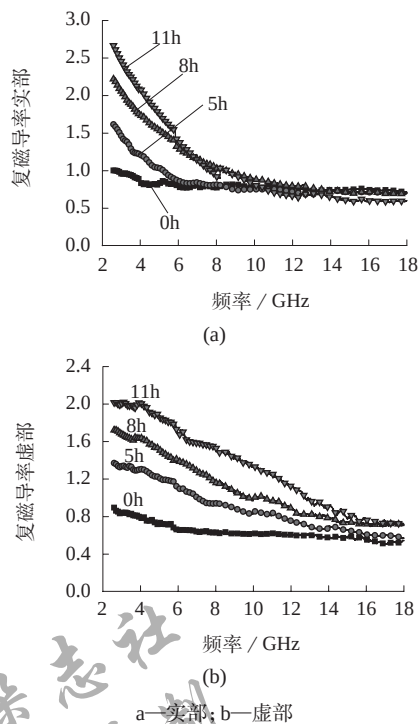


图4 不同球磨时间下环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样复磁导率

18 GHz 范围内随频率变化较小, 即复磁导率频散效应较弱。球磨 5, 8, 11 h 后, 用片状 FeSiCr 合金制备的复合材料试样的复磁导率实部和虚部在 2.6 ~ 18 GHz 范围内随频率增加而降低, 具有明显的频散效应, 尤其在低频波段。用片状 FeSiCr 合金制备的复合材料试样的复磁导率随频率升高而明显降低的原因是, 在外来交变磁场作用下, 尺寸结构进一步限制了畴壁移动和磁畴转动的有限运动, 使磁化弛豫随频率升高而明显增加, 表现为磁频散效应增强。磁性吸波材料在 GHz 频段的磁损耗主要来源于自然共振和涡流损耗^[14]。当磁损耗主要由涡流损耗贡献时, 涡流损耗系数 $C_0 = \mu''(\mu')^{-2}f^{-1}$ 为固定值^[15], 球磨 0, 5, 8, 11 h 后, 采用 FeSiCr 合金制备的复合材料试样的涡流损耗系数 C_0 如图 5 所示, 可见其随频率变化而明显变化, 故说明 FeSiCr 合金在 2.6 ~ 18 GHz 频段同时存在自然共振和涡流损耗。

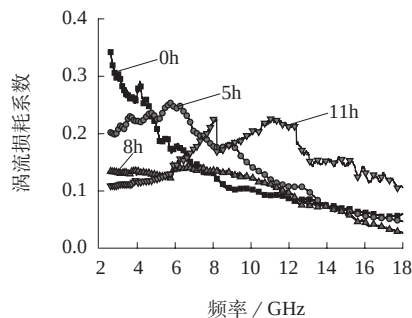


图5 不同球磨时间下环氧树脂/FeSiCr 复合材料涡流损耗系数曲线

2.4 球磨时间对环氧树脂/FeSiCr 复合材料吸波性能的影响

不同球磨时间下环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样在 1.1~2.0 mm 厚度下的反射率曲线如图 6 所示。

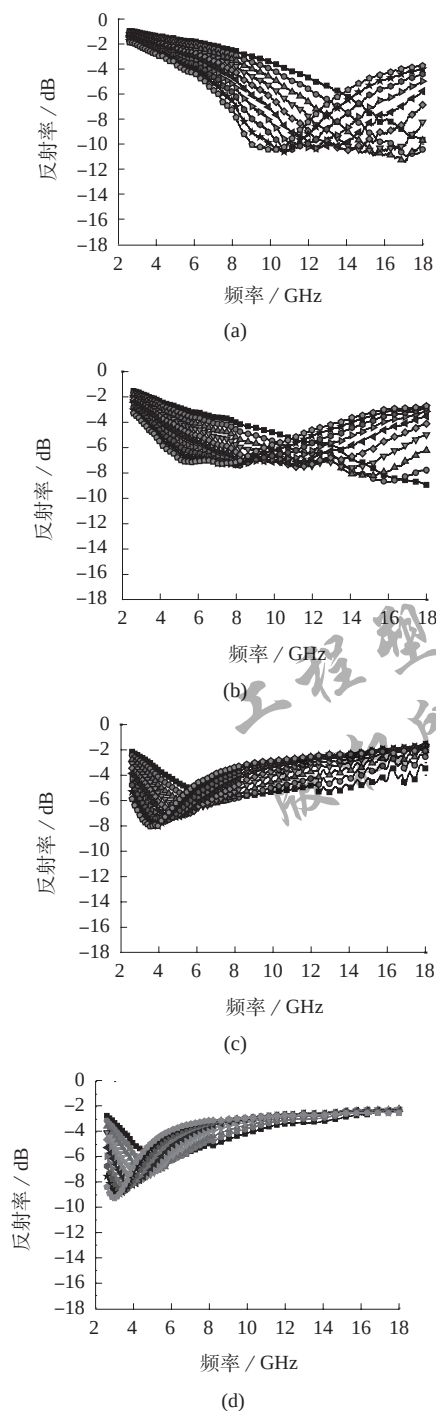


图 6 不同球磨时间下环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样不同厚度的反射率曲线

从图 6 可以看出,随着复合材料试样厚度增加,反射率峰值对应的频率向低频移动,这与四分之一波长对消原理一致,即 $f_m = c/(4d\sqrt{\mu_r\epsilon_r})$ [16],式中 f_m 为吸波材料厚度为 d 时反射率峰值对应的频率,随着厚度 d 增大,频率 f_m 变小;从图 6 还可以看出,随着球磨时间延长,复合材料试样厚度 d 相同时,反射率峰值向低频移动,这是因为 FeSiCr 合金的复介电常数和复磁导率随球磨时间延长而升高,使 f_m 变小。

在 FeSiCr 合金球磨 0 h 和 5 h 条件下,环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样厚度为 1.1~1.8 mm 时,反射率低于 -5 dB 的吸收频带列于表 2。

表 2 球磨 0 h 和 5 h 条件下环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样厚度为 1.0~1.8 mm 时反射率低于 -5 dB 的吸收频带

厚度/mm	球磨时间/h	
	0	5
1.1	12.4~18	10.4~18
1.2	11.3~18	8.9~18
1.3	10.4~18	7.8~18
1.4	9.5~18	6.6~18
1.5	8.8~18	5.7~17
1.6	8.2~18	5.1~15.3
1.7	7.8~18	4.7~14.2
1.8	7.3~16.8	4.2~13

由表 2 可以看出,在相同厚度时,球磨 5 h 的 FeSiCr 合金制备的复合材料试样具有更宽的吸收频带,试样厚度为 1.4 mm 时,反射率小于 -5 dB 对应频带最宽,为 6.6~18 GHz;而球磨 0 h 的 FeSiCr 合金制备的复合材料试样在 1.7 mm 厚度时具有最宽的吸频带,为 7.8~18 GHz,且比球磨 5 h 时制备的复合材料试样窄 1.2 GHz。说明球磨 5 h 后,FeSiCr 合金形貌由球状变为厚片状,在复合材料试样厚度较薄时,具有更高的吸波性能。众所周知,理想吸波材料需满足良好的阻抗匹配和衰减条件,但阻抗匹配和衰减特性存在相互矛盾,因此吸波材料设计时,需根据其电磁特性,合理协调阻抗匹配和衰减特性。通过反射率比较可知,相较于球磨 0 h 的 FeSiCr 合金制备的复合材料试样,球磨 5 h 制备的复合材料试样在 2.6~18 GHz 频段具有更好的阻抗匹配特性,表现为反射率小于 -5 dB 对应频带更宽。

随着球磨时间延长至 8 h 和 11 h,环氧树脂/FeSiCr 复合材料试样在低频波段呈现良好的吸波性能,且试样厚度越大低频吸波性能越好。从图 6c 和图 6d 可以发现,当试样厚度增加到 2.0 mm 时,球磨 8 h 和 11 h FeSiCr 合金制备的复合材料试样分别在 3.5 GHz 和 2.97 GHz 达到反射率峰值

-8.03 dB 和 -9.28 dB。故球磨时间较长的 FeSiCr 合金可以应用于制备低频吸波材料。

3 结论

(1) 通过高能机械球磨法将 FeSiCr 合金由球状变为片状,随着球磨时间延长,片状 FeSiCr 合金厚度逐渐减小,球磨时间增加到 11 h 时,FeSiCr 合金呈薄片状,边缘出现明显破损和碎屑;球磨后 FeSiCr 合金相组分未发生变化,但随着球磨时间延长,由于内部晶粒细化和缺陷增加,衍射峰强度降低,半高宽稍微变宽。

(2) 环氧树脂 / FeSiCr 复合材料试样的复介电常数和复磁导率均随 FeSiCr 合金球磨时间增加而增大。复介电常数升高主要是因为球磨后片状 FeSiCr 具有更高的界面极化和电导率;片状结构相对于球状结构增强了形状各向异性,使得 FeSiCr 具有更高的复磁导率。

(3) 反射率结果表明,球磨时间达 5 h 时,环氧树脂 / FeSiCr 复合材料试样的厚度在 1.1 ~ 1.5 mm 时具有良好的吸波性能,厚度为 1.4 mm 时,反射率小于 -5 dB 对应频带最宽,为 6.6 ~ 18 GHz。球磨时间延长至 8 h 和 11 h 时,随着厚度增加,复合材料试样在低频波段具有优异的吸波性能,厚度为 2 mm 时,分别在 3.5 GHz 和 2.97 GHz 达到反射率峰值 -8.03 dB 和 -9.28 dB。

(4) 吸波材料吸波性能主要由复介电常数和复磁导率决定,通过调整球磨时间可获得不同电磁性能的 FeSiCr 合金,并在 2.6 ~ 18 GHz 内不同频段实现环氧树脂 / FeSiCr 复合材料优异的吸波性能。

参考文献

- [1] Xu Haibing, Bie Shaowei, Jiang Jianjun, et al. Electromagnetic and microwave absorbing properties of the composites containing flaky FeSiAl powders mixed with MnO_2 in 1–18 GHz[J]. *J Magn Magn Mater*, 2016, 401:567–571.
- [2] Zhang Xianzhi, Liang Difei, Wang Xin, et al. The evolution of microstructure and magnetic properties of Fe–Si–Cr powders on ball-milling process[J]. *J Alloy Compd*, 2014, 582:558–562.
- [3] Wang Lulu, Qiao Liang, Zheng Jingwu, et al. Microstructure and properties of FeSiCr / PA6 composites by injection molding using FeSiCr powders by phosphating and coupling treatment[J]. *J Magn Magn Mater*, 2018, 452:210–218.
- [4] Wang Lei, Xiong Houdong, Rehman S U, et al. Microwave absorbing property enhancement of FeSiCr nanomaterials by regulating nanoparticle size[J]. *J Alloy Compd*, 2019, 803:631–636.
- [5] Gilbert T L. A phenomenological theory of damping in ferromagnetic materials[J]. *IEEE Trans Magn*, 2004, 40:3 443–3 449.
- [6] Xia Chao, Pen Yuandong, Yi Yi, et al. The magnetic properties and microstructure of phosphated amorphous FeSiCr / silane soft magnetic composite[J]. *J Magn Magn Mater*, 2019, 474:424–433.
- [7] Walser R M, Win W, Valanju P M. Shape-optimized ferromagnetic particles with maximum theoretical microwave susceptibility[J]. *IEEE Trans Magn*, 1998, 34:1 390–1 392.
- [8] Wei Hongyu, Zhang Zhiping, Zhou Laishui, et al. Influence of heat treatment on the microwave absorption properties of flaky carbonyl iron powder[J]. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, 2020, 3:258–264.
- [9] Min Dandan, Zhou Wancheng, Qing Yuchang, et al. Greatly enhanced microwave absorption properties of highly oriented flake carbonyl iron / epoxy resin composites under applied magnetic field[J]. *J Mater Sci*, 2017, 52:2 373–2 383.
- [10] Cheng Yan, Li Yong, Ji Guangbin, et al. Magnetic and electromagnetic properties of Fe_3O_4 / Fe composites prepared by a simple one-step ball-milling[J]. *J Alloy Compd*, 2017, 708:587–593.
- [11] Nan Hanyi, Qing Yuchang, Gao Hui, et al. Synchronously oriented Fe-microfiber & flake carbonyl iron / epoxy composites with improved microwave absorption and lightweight feature[J]. *Compos Sci Technol*, 2019, 184:doi:10.1016/j.compscitech.2019.107882.
- [12] 周影影, 谢辉, 陶世平, 等. 球磨时间对 FeSi 合金吸波性能的影响[J]. *材料导报*, 2018, 32(8):2 738–2 742, 2 777.
- [13] He Jun, Deng Lianwen, Liu Sheng, et al. Enhanced microwave absorption properties of Fe_3O_4 -modified flaky FeSiAl[J]. *J Magn Magn Mater*, 2017, 444:49–53.
- [14] 刘顺华, 刘军民, 董星龙, 等. 电磁波屏蔽及吸波材料[M]. 北京: 化学工业出版社, 2013.
- [15] Wang Guizhen, Gao Zhe, Wan Gengping, et al. High densities of magnetic nanoparticles supported on graphene fabricated by atomic layer deposition and their use as efficient synergistic microwave absorbers[J]. *Nano Res*, 2014, 7:704–716.
- [16] Wang Wei, Guo Jiaxiong, Long Chang, et al. Flaky carbonyl iron particles with both small grain size and low internal strain for broadband microwave absorption[J]. *J Alloy Compd*, 2015, 637: 106–111.