

文章编号: 1000-3851(2013)01-0130-05

# 纳米 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 及 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 吸波复合材料的制备及性能

景红霞<sup>1</sup>, 李巧玲<sup>\*1</sup>, 叶云<sup>2</sup>, 杨晓峰<sup>1</sup>

(1. 中北大学 理学院 化学系, 太原 030051; 2. 中北大学 材料科学与工程学院, 太原 030051)

**摘要:** 采用共沉淀法成功制备出具有超顺磁性的纳米  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 并将  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合制成复合吸波材料  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ , 利用 X 射线衍射仪 (XRD)、透射电镜 (TEM)、振动样品磁强计 (VSM) 和矢量网络分析仪 (PNA) 对产物的物相、显微结构、磁性能和吸波性能进行了表征与分析。结果表明, 当  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  质量比为 1 : 0.3 时,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  饱和磁化强度为  $11.1 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ , 矫顽力 0.86 Oe, 剩余磁化强度  $0.08 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ , 其吸波性能最佳, 最大吸收峰值为  $-17.7 \text{ dB}$ ,  $-5 \text{ dB}$  频宽为 1.3 GHz, 较  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  和  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  的最大吸收峰值分别提高 247% 和 185%, 频带分别拓宽 1.12 GHz 和 0.40 GHz。

**关键词:** 共沉淀法; 超顺磁性;  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ; 磁性能; 吸波性能

中图分类号: TB34 文献标志码: A

## Preparation and properties of nano- $\text{Fe}_3\text{O}_4$ and $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ wave-absorbing composites

JING Hongxia<sup>1</sup>, LI Qiaoling<sup>\*1</sup>, YE Yun<sup>2</sup>, YANG Xiaofeng<sup>1</sup>

(1. Department of Chemistry, College of Science, North University of China, Taiyuan 030051, China;  
2. College of Material Science and Engineering, North University of China, Taiyuan 030051, China)

**Abstract:** The superparamagnetic nano- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  was prepared by coprecipitation method. Then wave-absorbing composite material  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  was prepared. The crystal phase, microstructure, magnetic property and wave-absorbing property of the sample were characterized by XRD, TEM, VSM and PNA. The results show that, when the mass ratio of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  to  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  is 1 : 0.3, the saturation magnetization, coercive field and residual magnetization of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  are  $11.1 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ , 0.86 Oe and  $0.08 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$  respectively. It has the best wave-absorbing property, which of the maximum absorption can reach  $-17.7 \text{ dB}$  and the  $-5 \text{ dB}$  bandwidth is 1.3 GHz. Compared with  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ , the maximum absorption respectively increases by 247% and 185%, the frequency band widens 1.12 GHz and 0.40 GHz respectively.

**Keywords:** coprecipitation method; superparamagnetic;  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ; magnetic property; wave-absorbing property

近年来, 随着军用雷达探测技术的飞速发展及手机、微波炉等民用电磁装置的推广使用, 可用于武器装备隐身设计和日常电磁辐射防护领域的吸波材料受到了越来越广泛的重视和深入研究<sup>[1]</sup>。我国对吸波材料的研究与西方先进国家相比, 在某些研究方向已取得了一定的突破, 如 4~18 GHz 波段取得了很大的进展, 有些吸波材料已进入应用阶段, 但在 2~4 GHz 频段所使用的薄型吸波材料尚待开发研究<sup>[2]</sup>。

由于铁氧体材料是一种双复介质, 在电磁场作

用下, 具有磁损耗和介电损耗两种功能, 因而是一种优良的吸波材料。但单一的铁氧体存在吸收频带窄、吸收强度低等缺点, 使其无法满足越来越高的应用要求, 而纳米复合材料可能是解决这一问题的理想途径<sup>[3-5]</sup>, 它为发展高性能新材料和提高现有材料的性能提供了一个新的途径, 成为新材料研究的一个重要方向<sup>[6]</sup>。

纳米  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  以其显著的磁敏、气敏特性、表面效应等, 在高密度磁记录材料、气湿敏传感器件、磁流体复合材料、吸波材料、催化剂等方面有巨大

收到初稿日期: 2011-12-20; 收到修改稿日期: 2012-02-02; 网络出版时间: 2012-10-11 17:23:46

网络出版地址: www.cnki.net/kcms/detail/11.1801.TB.20121011.1723.013.html

基金项目: 国家自然科学基金(20871108, 51272239); 山西省青年科学基金(2010021022-3); 山西省高等学校科技项目(2010115)

通讯作者: 李巧玲, 博士后, 教授, 主要研究方向: 新型材料的制备及研究 E-mail: qiaolingl@163.com

的应用前景<sup>[7-8]</sup>。纳米  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  的制备方法有共沉淀法<sup>[9]</sup>、溶胶-凝胶法<sup>[10]</sup>、水热法<sup>[11]</sup>、微波法<sup>[12]</sup>等。其中, 共沉淀法具有操作简单、成本低廉、产物形貌结构和性能可控等优点。本文作者采用共沉淀法制备出具有超顺磁性的纳米  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 并探讨了不同摩尔比的  $\text{Fe}^{3+}$  与  $\text{Fe}^{2+}$  对其磁性能的影响; 在此基础上, 采用界面法制备出  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料, 在 0~6 GHz 频段范围内, 其整体吸收能力提高, 有效吸收频带拓宽, 较好地改善了单一材料的吸波性能。

## 1 实验材料及方法

### 1.1 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 的制备

称取一定量的分析纯  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 分别按  $\text{Fe}^{3+}$  与  $\text{Fe}^{2+}$  摩尔比为 1:3、1:3.5、1:4 称取分析纯  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 。将以上两种试样溶于 100 mL 蒸馏水中, 使溶液中铁离子总浓度为 0.05 mol/L。将该溶液置于磁力搅拌器上在 30 °C 下搅拌至完全溶解, 混合均匀后缓慢向其中滴加 NaOH 溶液至溶液 pH 值为 10。加热升温使溶液温度为 50 °C, 恒温反应 1.5 h 后向其中加入十二烷基硫酸钠, 继续反应 0.5 h 后取出, 自然冷却至室温。然后, 用磁铁在烧杯底吸住产物进行洗涤至 pH 值为 7。最后, 将产物自然风干得到  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  铁氧体。

### 1.2 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 的制备

按照文献<sup>[13]</sup>的方法, 称取一定量分析纯的  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ , 按 Fe 与 Sr 摩尔比为 11.5:1, 称取分析纯的  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , 溶于 30 mL 蒸馏水中, 在磁力搅拌器上加热搅拌至完全溶解; 按金属离子与柠檬酸摩尔比为 1:1 加入柠檬酸, 混合均匀后用氨水调节 pH 值为 6, 继续加热搅拌 2 h 后, 将剩余溶液用脱脂棉吸干, 再将脱脂棉于 90 °C 干燥 12 h, 最后将其放入 1050 °C 的马弗炉中煅烧 2 h, 即得到  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  样品。

### 1.3 $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 复合材料的制备

称取一定量的  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  溶于 200 mL 蒸馏水中, 于磁力搅拌器上加热搅拌 20 min 后, 将其放入超声仪中超声处理 0.5 h, 使其完全分散于水中。按照制备  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  的  $\text{Fe}^{3+}$  与  $\text{Fe}^{2+}$  最佳摩尔比(1:3.5)称取固体  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 并将其加热搅拌至完全溶解后与含有  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  的水液混合均匀, 分别使混合液中  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  质量比 1:0.1、1:0.3、1:0.5。加热搅拌该混合

液, 当温度达到 35 °C 时, 向其中滴加 NaOH 溶液至溶液 pH 值为 12。继续加热至 50 °C 搅拌反应 2 h, 自然冷却, 用磁铁在烧杯底吸住产物进行洗涤至 pH 值为 7。最后, 将产物自然风干即为  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料。

### 1.4 样品性能测试与表征

用日本理学 D/max-rA 型 X 射线衍射仪(Cu 靶,  $K_\alpha$  射线, 镍滤波片滤波,  $\lambda = 0.15418 \text{ nm}$ , 靶电压 40 kV, 靶电流 200 mA, 步进扫描, 步长 0.02°, 扫描速率 4°/min, 扫描范围 20°~80°)分析样品的相结构; 利用日立 H-800 透射电子显微镜对样品的显微结构进行分析; 利用南京大学生产的 HH-10 型振动样品磁强计对样品进行测试, 得出样品的磁滞回线, 研究其磁特性; 利用南京普纳纳科技设备有限公司生产的 PNA362X 型矢量网络分析仪对样品吸波性能进行分析, 将制得粉末样品研磨后用石蜡做粘结剂按 7:3 均匀混合, 在温度约为 60 °C 时将其混熔, 然后快速放入样品厚度为 3 mm 的圆柱形模具中, 待凝固后测试。

## 2 结果与讨论

### 2.1 样品的 XRD 和 TEM 分析

图 1 为不同质量比  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料的 XRD 谱图。从曲线 a 可看出, 其各衍射峰与  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  PDF 标准卡片(PDF No. 19-0629)完全吻合, 表明所得产物为纯的立方反尖晶石结构的  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ; 从曲线 e 可看出, 其各衍射峰与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  PDF 标准卡片(PDF No. 24-1207)完全吻合, 表明所得产物为纯的六角晶系磁铅石结构的  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ; 当  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  质量比为 1:0.1 时, 其各衍射峰与  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  衍射峰位置相同, 但衍射强度相对减弱; 当  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  质量比为 1:0.3 时, 其各主要衍射峰与  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  衍射峰位置相同, 衍射强度进一步减弱, 但也有  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  的衍射峰出现, 只是衍射强度较弱, 表明样品结构中的磁铅石相成分增加, 尖晶石相成分减少; 当  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  质量比为 1:0.5 时, 与曲线 c 相比, 其  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  的衍射强度增加, 但是  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  的衍射峰位置与强度没有改变。

此外, 从图中还可以看到, 复合材料衍射峰位置向左移动, 说明  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  粒子的晶格常数随着  $\text{Sr}^{2+}$  含量的变化发生了改变。这是因为  $\text{Sr}^{2+}$  (0.144 nm) 离子半径大于  $\text{Fe}^{2+}$  (0.074 nm) 离子半径, 使得复合粒

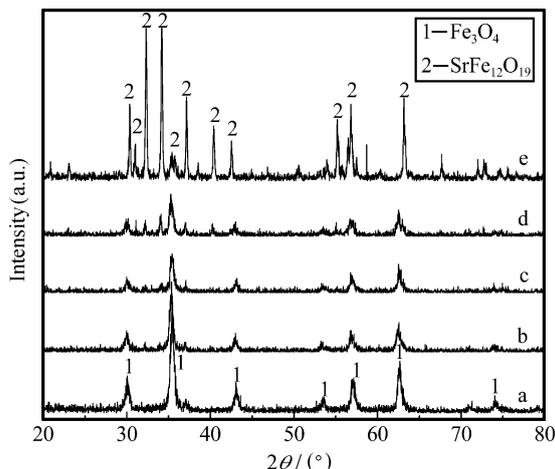


图1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 与 SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> 不同质量比 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> - SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> 复合材料的 XRD 谱图

Fig.1 XRD patterns of the composite material Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> - SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> with different mass ratios of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> to SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>

(a) - Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>; b - m(Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) : m(SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) = 1 : 0.1;

c - m(Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) : m(SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) = 1 : 0.3;

d - m(Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) : m(SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) = 1 : 0.5; e - SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>

子表面结构的晶面间距变大,从而导致了衍射峰位置向左偏移<sup>[14]</sup>。

图2为不同样品的TEM照片。可以看出,制备的Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>为粒径在10~15 nm之间的球形颗粒;SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>为直径500~700 nm之间的棒状颗粒;Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>均匀地覆盖在SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>表面,形成一层均匀的包覆层。

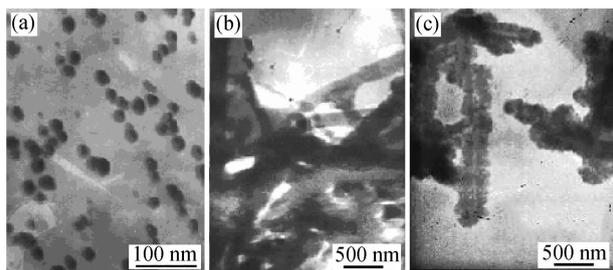


图2 不同样品的TEM照片

Fig.2 TEM photographs of the different samples

((a) - Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>; (b) - SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>; (c) - m(Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) :

m(SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) = 1 : 0.3)

## 2.2 样品的磁性能分析

### 2.2.1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 样品的磁性能分析

图3为不同Fe<sup>3+</sup>与Fe<sup>2+</sup>摩尔比Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>的磁滞回线,各个样品的磁性参数见表1。可以看出,当改变Fe<sup>3+</sup>与Fe<sup>2+</sup>摩尔比时,三者的饱和磁化强度相差不大,但是矫顽力和剩余磁化强度却明显不

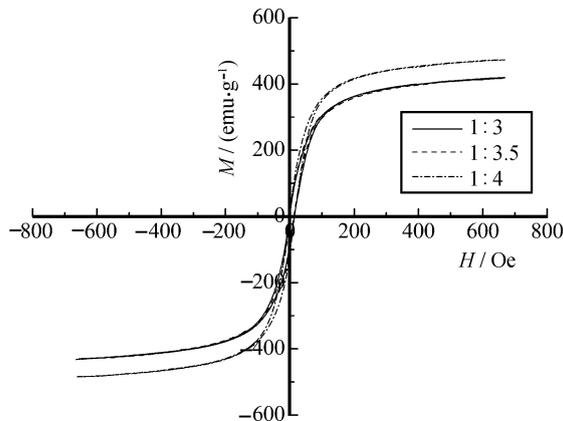


图3 不同Fe<sup>3+</sup>与Fe<sup>2+</sup>摩尔比Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>的磁滞回线

Fig.3 Hysteresis loop of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> at the different molar ratios of Fe<sup>3+</sup> to Fe<sup>2+</sup>

表1 不同Fe<sup>3+</sup>与Fe<sup>2+</sup>摩尔比Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>的磁性参数

Table1 Magnetic parameters of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> at the different molar ratios of Fe<sup>3+</sup> to Fe<sup>2+</sup>

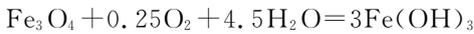
Molar ratio of Fe <sup>3+</sup> : Fe <sup>2+</sup>	Saturation magnetization/ (emu · g <sup>-1</sup> )	Coercive field/Oe	Residual magnetization/ (emu · g <sup>-1</sup> )
1 : 3	11.3	12.2	2.49
1 : 3.5	12.8	0.92	0.24
1 : 4	13.1	14.4	3.00

同,当Fe<sup>3+</sup>与Fe<sup>2+</sup>摩尔比为1 : 3.5时,样品的矫顽力和剩余磁化强度几乎为零,而当Fe<sup>3+</sup>与Fe<sup>2+</sup>摩尔比为1 : 3和1 : 4时,样品矫顽力和剩余磁化强度不为零,呈现出铁磁性。这是由于尺寸效应引起的。通常,磁性物质的磁矩会沿易磁化方向排列,由于磁性材料由许多磁畴组成,每个磁畴的易磁化方向各不相同,因此形成了磁滞,而当磁性颗粒减小到一定程度时,磁性粒子呈单畴状态,只表现一个磁矩方向,由于热能的影响,磁矩不再固定于易磁化方向,而是在各个方向上起伏,外加磁场作用时,所有磁畴取向顺着外磁场达到饱和,当外磁场消失时,又回到杂乱无序的状态,其剩余磁化强度和矫顽力趋近于零,呈超顺磁性。因此可以得出,当Fe<sup>3+</sup>与Fe<sup>2+</sup>摩尔比为1 : 3.5时所制备的Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>粒径较摩尔比为1 : 3和1 : 4时所制备的样品粒径都小。这主要是由于制备Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>的反应方程式为



理论上,Fe<sup>3+</sup>、Fe<sup>2+</sup>的比值为2 : 1,但由于Fe<sup>2+</sup>的还原性较强,在溶液中较易被空气中的氧气

氧化, 即



从而使制备的  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  晶体不纯<sup>[15]</sup>, 当  $\text{Fe}^{3+}$  与  $\text{Fe}^{2+}$  摩尔比不同时对产品性能有较大的影响。为了制备性能优异的纯相  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 所以本实验将  $\text{Fe}^{3+}$  与  $\text{Fe}^{2+}$  的摩尔比控制在 1 : 3.5, 并在此基础上包覆  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 。

### 2.2.2 $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 复合材料的磁性能分析

图 4 为不同质量比  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料的磁滞回线, 各个样品的磁性参数见表 2。可以看出, 当改变  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  的质量比时, 不同样品的饱和磁化强度相差不大, 但是矫顽力和剩余磁化强度却明显不同, 当  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  质量比为 1 : 0.3 时, 样品的矫顽力和剩余磁化强度几乎为零。这是因为通过复合后,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  被  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  包裹进去形成了核壳结构,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  在里面, 从而整个复合粒子的磁性能基本与  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  的磁性能接近。

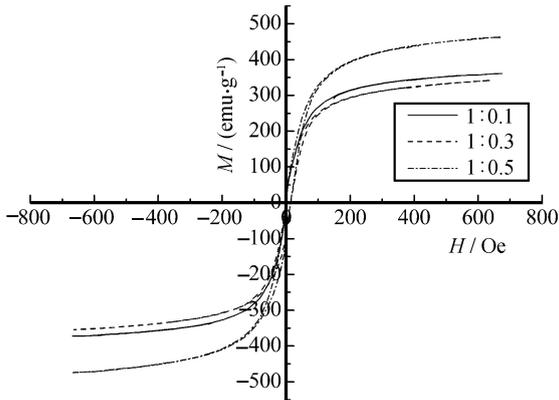


图 4  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  不同质量比  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料的磁滞回线

Fig. 4 Hysteresis loop of composite material  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  with different mass ratios of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  to  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$

表 2 不同质量比  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料的磁性参数

Table 2 Magnetic parameters of composite material  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  with different mass ratios

Mass ratio of $\text{Fe}_3\text{O}_4 : \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	Saturation magnetization/ ( $\text{emu} \cdot \text{g}^{-1}$ )	Coercive field/Oe	Residual magnetization/ ( $\text{emu} \cdot \text{g}^{-1}$ )
1 : 0.1	10.0	13.8	2.30
1 : 0.3	11.1	0.86	0.08
1 : 0.5	11.4	13.6	2.46

### 2.3 样品的吸波性能分析

图 5 为不同质量比  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料

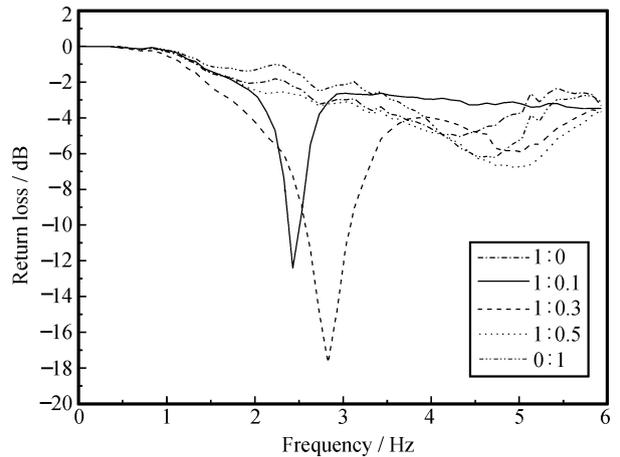


图 5  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  不同质量比  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料的吸收曲线

Fig. 5 Absorption curves of composite material  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  with different mass ratios of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  to  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$

的吸收曲线, 相关数据列于表 3 中。可以看出, 在 0~6 GHz 范围内,  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料的整体吸收能力比纯  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  或  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  都有提高, 有效吸收频带拓宽。这是因为  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  与  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  同样是磁介质, 它的掺入能使材料的自然共振损耗和畴壁共振损耗增加, 同时改变了材料的共振损耗频率<sup>[16]</sup>, 从而提高了复合材料的整体吸波性能。而且, 随着  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  用量的增大,  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料的吸波峰向高频区移动, 且接近  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  的吸波峰形状和位置。其中, 当  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  质量比为 1 : 0.3 时, 产物的吸波性能最佳, 其最大吸收峰值为 -17.7 dB, -5 dB 频宽为 1.3 GHz, 覆盖了 2.13~3.43 GHz 频域, 较  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  和  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  的最大吸收峰值分别提高 247% 和 185%, 频带分别拓宽 1.12 GHz 和 0.40 GHz。

表 3 不同质量比  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合材料的吸波特性参数

Table 3 Wave-absorbing properties parameters of composite material  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  with different mass ratios

Mass ratio of $\text{Fe}_3\text{O}_4 : \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	Absorbing peak/dB	Peak point/GHz	-5 dB bandwidth/GHz	Covering frequency domain/GHz
1 : 0	5.1	4.30	0.18	4.20~4.38
1 : 0.1	12.7	2.48	0.60	2.13~2.73
1 : 0.3	17.7	2.83	1.30	2.13~3.43
1 : 0.5	6.7	5.03	1.30	4.13~5.43
0 : 1	6.2	4.63	0.90	4.13~5.03

### 3 结 论

(1) 采用共沉淀法制备出具有尖晶石结构的纳米  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ，通过对样品进行磁性能分析，发现当  $\text{Fe}^{3+}$  与  $\text{Fe}^{2+}$  摩尔比为 1 : 3.5 时，样品饱和磁化强度为  $12.8 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ ，矫顽力为 0.92 Oe，剩余磁化强度为  $0.24 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ ，具有超顺磁性。

(2) 将  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  复合制成复合吸波材料  $\text{Fe}_3\text{O}_4 - \text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ，通过对其进行磁性能和吸波性能进行分析，发现当  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  与  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  质量比为 1 : 0.3 时，产物不仅具有超顺磁性，而且具有最佳吸波性能，其最大吸收峰值为  $-17.7 \text{ dB}$ ， $-5 \text{ dB}$  频宽为 1.3 GHz，较  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  和  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  的最大吸收峰值分别提高 247% 和 185%，频带分别拓宽 1.12 GHz 和 0.40 GHz。

### 参考文献:

- [1] 胡书春, 黄真浩, 金 金, 等. 导电炭黑/磁性氧化物复合吸波剂的制备与表征 [J]. 材料导报, 2011, 25(1): 135-137.  
Hu Shuchun, Huang Zhenhao, Jin Qian, et al. Preparation and characterization of composite microwave absorber of conductive carbon black and magnetic oxides [J]. Materials Review, 2011, 25(1): 135-137.
- [2] 江 红, 郭 佳, 赵 璐, 等. LiZn 铁氧体的制备和吸波性能研究 [J]. 无机材料学报, 2010, 25(1): 73-75.  
Jiang Hong, Guo Jia, Zhao Lu, et al. Preparation and microwave absorption properties of LiZn ferrite [J]. Journal of Inorganic Material, 2010, 25(1): 73-75.
- [3] 周克省, 刘 归, 尹荔松, 等. 纳米  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{BaTiO}_3$  复合体系的微波吸收特性 [J]. 中南大学学报: 自然科学版, 2005, 36(5): 872-876.  
Zhou Kesheng, Liu Gui, Yin Lisong, et al. Microwave absorbing property of nano- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{BaTiO}_3$  composite system [J]. Journal of Central South University of Technology: Science and Technology, 2005, 36(5): 872-876.
- [4] 张晏清, 张 雄. 空心微珠铁氧体复合粉体的改性与吸波性能 [J]. 无机材料学报, 2009, 24(4): 732-736.  
Zhang Yanqing, Zhang Xiong. Microwave absorbing property and modification of ferrite-encapsulated cenosphere powder [J]. Journal of Inorganic Materials, 2009, 24(4): 732-736.
- [5] 闫方亮, 方庆清, 王胜男, 等.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /锶铁氧体复合吸波材料的制备与性能 [J]. 磁性材料及器件, 2009, 40(2): 25-29.  
Yan Fangliang, Fang Qingqing, Wang Shengnan, et al. Preparation and properties of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  - strontium ferrite composite microwave absorbing materials [J]. Journal of Magnetic Materials Devices, 2009, 40(2): 25-29.
- [6] 华 杰, 李海波, 刘 梅, 等. 纳米  $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4/\text{SiO}_2$  复合材料的结构和磁性 [J]. 复合材料学报, 2010, 27(6): 126-129.  
Hua Jie, Li Haibo, Liu Mei, et al. Structure and magnetic properties of nano- $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4/\text{SiO}_2$  composites [J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2010, 27(6): 126-129.
- [7] 李 享, 杨海滨. 纳米  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  磁性颗粒的制备进展 [J]. 材料导报, 2006, 20(Z1): 145-148.  
Li Xiang, Yang Haibin. Development on the synthesization of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles [J]. Materials Review, 2006, 20(Z1): 145-148.
- [8] Balakrishnan S, Gun'ko Y K, Perova T S, et al. Dendrite-like self-assembly of magnetite nanoparticles on porous silicon [J]. Small, 2006, 2(7): 864-869.
- [9] 杨宇翔, 张莉苹, 梁晓娟. 纳米  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  及钴离子掺杂  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ : 有机碱共沉淀制备和磁性质 [J]. 无机化学学报, 2010, 26(4): 668-676.  
Yang Yuxiang, Zhang Liping, Liang Xiaojuan. Nano- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and  $\text{Co}^{2+}$  doped nano- $\text{Fe}_3\text{O}_4$ : Synthesis with coprecipitation using TMAH and magnetic properties [J]. Chinese Journal of Inorganic Chemistry, 2010, 26(4): 668-676.
- [10] 任欢鱼, 刘勇健, 牛亚丰. 醇-水共热法制备  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  磁流体 [J]. 化工进展, 2001, 22(1): 49-52.  
Ren Huanyu, Liu Yongjian, Niu Yafeng. Preparation of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  magnetic fluid [J]. Chemical Industry and Engineering Progress, 2001, 22(1): 49-52.
- [11] 李志利, 盖利刚, 张 伟. 水热法制备八面体  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  亚微米晶及其影响因素 [J]. 材料导报, 2010, 24(Z1): 33-37.  
Li Zhili, Gai Ligang, Zhang Wei. Hydrothermal synthesis of octahedral  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  submicrocrystals and its effect factors [J]. Materials Review, 2010, 24(Z1): 33-37.
- [12] 海岩冰, 袁红雁, 肖 丹. 微波法制备纳米  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [J]. 化学研究与应用, 2006, 18(6): 744-746.  
Hai Yanbing, Yuan Hongyan, Xiao Dan. Preparation of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles by microwave method [J]. Chemical Research and Application, 2006, 18(6): 744-746.
- [13] 李巧玲, 张存瑞, 景红霞. 优越磁性能的  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  微管的模板法制备 [J]. 无机材料学报, 2009, 24(4): 717-720.  
Li Qiaoling, Zhang Cunrui, Jing Hongxia. Preparation of superior magnetic  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  microtubules with template method [J]. Journal of Inorganic Materials, 2009, 24(4): 717-720.
- [14] 方庆清, 钟 伟, 都有为. 复合型锶铁氧体纳米晶粒的改性研究 [J]. 物理学报, 1999, 48(6): 1170-1173.  
Fang Qingqing, Zhong Wei, Du Youwei. Modification studies on coating Sr-ferrite nanoparticles [J]. Acta Physica Sinica, 1999, 48(6): 1170-1173.
- [15] 文 德, 刘妙丽, 李强林. 超顺磁性  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  纳米粒子的制备和表征 [J]. 四川师范大学学报: 自然科学版, 2011, 34(3): 385-387.  
Wen De, Liu Miaoli, Li Qianglin. Preparation and characterization of super-paramagnetic  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles [J]. Journal of Sichuan Normal University: Natural Science, 2011, 34(3): 385-387.
- [16] 王翠平, 陈 辉, 黄 凯, 等. 掺杂对锶铁氧体基复合材料吸波特性的影响 [J]. 材料科学与工程学报, 2006, 24(3): 451-453.  
Wang Cuiping, Chen Hui, Huang Kai, et al. Doping affect on Sr hexaferrite-based microwave absorption composites [J]. Journal of Materials Science & Engineering, 2006, 24(3): 451-453.