

共沉淀过程中镍锌添加比例对两步法制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 吸波性能的影响

Effect of proportion of nickel and zinc in coprecipitation method on absorption property of $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ prepared by two steps

毕松¹, 汤进¹, 王鑫², 侯根良¹, 李军¹, 刘朝辉¹, 苏勋家³

(1 火箭军工程大学, 西安 710025; 2 火箭军装备研究院,

北京 100085; 3 西安纳科新材料科技有限公司, 西安 710038)

BI Song¹, TANG Jin¹, WANG Xin², HOU Gen-liang¹, LI Jun¹,

LIU Chao-hui¹, SU Xun-jia³

(1 Rocket Force University of Engineering, Xi'an 710025, China;

2 Rocket Force Equipment Research Institute, Beijing 100085,

China; 3 Xi'an Luck New Materials Co., Ltd., Xi'an 710038, China)

摘要: 采用共沉淀法和溶胶-凝胶法制备了纳米 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 粉体。通过 X 射线衍射(XRD)、原子力显微镜(AFM)、矢量网络分析(VNA)等方法对 4 种不同添加比例的样品进行微观结构和电磁性能表征。结果表明:通过 650℃ 煅烧,在 4 种添加比例下都得到了纯 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 。制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 为球形,随着共沉淀过程中添加比例的增加,粒径先减小后增大,添加比例为 60% 时粒径最小,平均粒径约为 44nm。在 2~12.4GHz 时,材料厚度越大, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 有效吸波频段越接近低频波段,且最大吸波强度达到 -24.94dB。当添加比例为 60% 时, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 有效吸波频段为 5.0~9.9GHz,有效吸波频段最宽,微波吸收性能最佳。

关键词: $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$; 共沉淀法; 溶胶-凝胶法; 微波吸收性能

doi: 10.11868/j.issn.1001-4381.2016.001419

中图分类号: G305 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2019)04-0091-06

Abstract: Nano $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ powders were prepared by the coprecipitation method combined with sol-gel method. The microstructure and electromagnetic performance of the as-prepared four kinds of $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ samples with different addition proportion were characterized by X-ray diffraction, atomic force microscope (AFM), vector network analysis (VNA). The results show that the pure $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ is gained in each proportion under 650℃ calcination. The $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ particles are spherical, with the increase of adding proportion in coprecipitation process, particle size decreases first and then increases, the particles have the minimum size while the proportion is 60%, the average size is around 44nm. In the range of 2-12.4GHz, the greater the thickness of the material, the closer the effective absorption band of $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ is to the low frequency band, the maximum absorbing intensity of $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ can reach -24.94dB. While the proportion is 60%, the effective absorption band of $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ is 5.0-9.9GHz, the bandwidth reaches maximum, and microwave absorption property is the best.

Key words: $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$; coprecipitation method; sol-gel method; microwave absorption property

吸波材料是一类能够抵挡并削弱电磁波辐射的材料,在国防和民用方面均具有极为重要的应用价值^[1-2]。目前,吸波材料的研究关键在于制备出厚度

小、质量轻、吸收频带宽、吸收率高、耐高温、抗磨蚀及成本低的微波吸收材料^[3-4]。镍锌铁氧体是一类双复介电材料,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,还具有铁氧体材料特有的畴壁共振损耗、磁矩自然共振损耗和粒子共振损耗^[5-7],因此,镍锌铁氧体一直是吸波材料的主要成分之一。

纳米粒子具有小尺寸效应、表面效应、量子效应、较高的饱和磁化强度、磁滞损耗和矫顽力,而成为吸波领域研究和应用的热点之一^[8-10]。化学共沉淀法因具有工艺简单、易于工业化、容易控制产物的成分等优点而被广泛应用于纳米材料的制备方面^[11-12]。Albuquerque 等^[13]采用化学共沉淀法合成了纳米镍锌铁氧体,随着煅烧温度的变化,样品颗粒粒径介于 9~90nm 之间。Olhero 等^[14]采用化学共沉淀法合成了 $\text{Ni}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{Fe}_2\text{O}_4$,样品的磁化饱和度达到 59000A/m。另外,在纳米材料的制备方面,溶胶-凝胶法因具有制品粒度小、纯度高、反应过程易控制、产物均匀度可达分子或原子尺度等优点也得到了广泛应用^[15-17]。刘媛等^[18]采用溶胶凝胶-自蔓延燃烧法合成 $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ 纳米颗粒。结果表明, x 为 0.5 时,样品粒径为 10~20nm,饱和磁化强度达 $39.378\text{A}\cdot\text{m}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ 。Raghavender 等^[19]采用溶胶-凝胶法制备了 $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$,结果显示,随着 x 值的增加,镍锌铁氧体的晶体粒径减小,晶格常数变大。

本工作采用共沉淀法和溶胶-凝胶法制备了纳米 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 复合吸波材料。在第一步的化学共沉淀过程中,添加镍和锌的物质的量分别占其总添加量的 0%,30%,60%和 90%。在第二步的溶胶-凝胶过程中分别添加剩余的量(100%,70%,40%和 10%)制备了 4 种 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 样品。研究了共沉淀过程中镍锌添加量的变化对 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 微波吸收性能的影响,从而确定了镍锌的最佳添加比例,为制备电磁波吸收频带宽、强度大的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 吸波材料提供了依据。

1 实验材料与方法

1.1 试剂

氯化亚铁(FeCl_2)、氢氧化钠(NaOH)、硝酸镍($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$)、硝酸锌($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$)和柠檬酸均为分析纯,实验用水为蒸馏水。所有玻璃器皿均先用王水浸洗,再用蒸馏水多次冲洗后置于烘箱内干燥。

1.2 实验过程

采用两步法制备 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 。第一步,化学共沉淀过程中镍和锌添加的物质的量分别占其总物质的量的 0%,30%,60%以及 90%;第二步,即溶胶-凝胶过程中分别添加剩余的量(100%,70%,40%和 10%),镍和锌之间物质的量之比始终是 1:1。化学共沉淀过程中,首先将 35g NaOH 溶解于 200mL 蒸馏水中,并将溶液保持在 50℃。然后将 10g $\text{FeCl}_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 加入到 50mL 蒸馏水中,常温搅拌至完全溶解。接着将 NaOH 溶液快速倒入 FeCl_2 溶液中,保持混合液温度为 40℃继续搅拌备用。按照表 1 制备镍锌铁氧体时的不同工艺参数称取定量 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 和 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$,分别加入到 50mL 蒸馏水中搅拌至完全溶解。然后将 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 溶液缓慢匀速滴加到混合液中(滴加 2h),滴加完毕继续搅拌 1h 后按同样速率滴加入 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 溶液。滴加完毕继续搅拌反应 5h 后,离心分离,用蒸馏水洗涤沉淀物至滤液呈中性。得到的浅黄色样品,于 80℃烘箱中干燥,得到镍锌铁氧体的前驱体。

在溶胶-凝胶过程中,首先将制备的前驱体加入到 50mL 蒸馏水中,微波震荡 30s 备用。按照表 1 称取定量的 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 和 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ (两者分别占其总物质的量的 100%,70%,40%和 10%)加入到 100mL 蒸馏水中,搅拌至完全溶解。然后按照镍锌总物质的量与柠檬酸的比为 1:1 称取柠檬酸,加入到 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 和

表 1 制备镍锌铁氧体时的不同工艺参数
Table 1 Different technical parameters for preparing nickel-zinc ferrite

Sample	FeCl_2/g	NaOH/g	Coprecipitation method		Sol-gel method	
			$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2/\text{g}$	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2/\text{g}$	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2/\text{g}$	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2/\text{g}$
1	10.00	35.00	0 (0%)	0 (0%)	5.72(100%)	5.86(100%)
2	10.00	35.00	1.72 (30%)	1.76 (30%)	4.00(70%)	4.10(70%)
3	10.00	35.00	3.44 (60%)	3.52 (60%)	2.28(40%)	2.34(40%)
4	10.00	35.00	5.16 (90%)	5.28 (90%)	0.56(10%)	0.58(10%)

$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 的混合溶液中搅拌均匀,用氨水调节溶液 pH 值为 6。当加热搅拌形成溶胶时倒入震荡分散后的前驱体乳液中,继续加热搅拌直至形成凝胶。将凝胶在 90℃烘箱中进行干燥,马弗炉中 650℃下煅烧

2h,得到镍锌铁氧体样品。

1.3 样品表征

对制备的镍锌铁氧体样品进行 XRD 测试,衍射仪型号 Rigaku Ultima IV,铜靶,靶电压为 40kV,扫描

范围为 $15^{\circ}\sim 80^{\circ}$,扫描速率为 $4(^{\circ})/\text{min}$,步进扫描,每步 0.02° 。另外,采用 SPA400 原子力显微镜对样品进行微观结构表征;采用矢量网络分析仪 (KEYSIGHT E5071C)对样品在 $2\sim 12.4\text{GHz}$ 之间的电磁参数进行测试。

2 结果与分析

2.1 XRD 物相

图 1 为共沉淀法过程中,添加不同比例的镍和锌得到的 4 种样品 XRD 谱图。可以看出,添加镍和锌的比例分别为 0%,30%,60%,90% 时,得到的 4 种样品特征衍射峰与 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 的标准谱图几乎完全一致。通过共沉淀法联合溶胶-凝胶法制备的样品在 650°C 下煅烧,均成功制备了 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 。

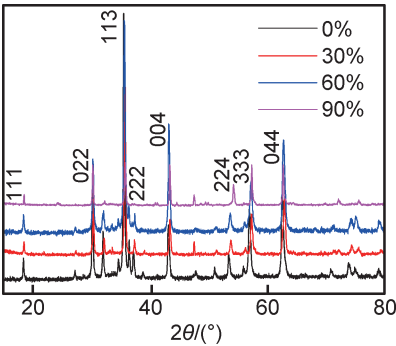


图 1 添加不同比例镍锌制备的样品 XRD 谱图
Fig. 1 XRD patterns of the samples prepared under different proportions of nickel and zinc

2.2 AFM 微观结构

图 2 为原子力显微镜 (SPA400) 下观察的 4 种样

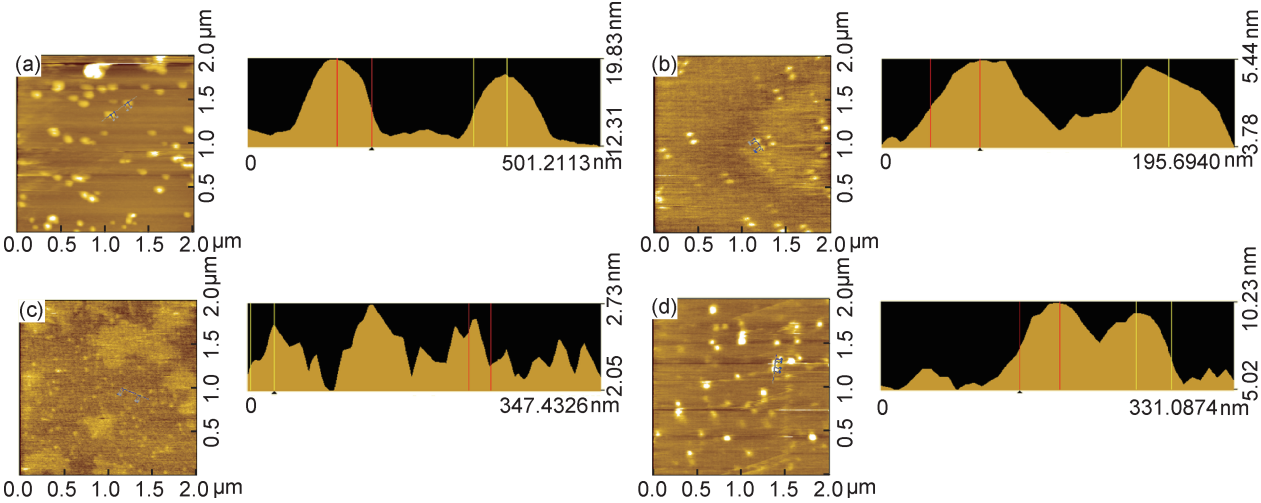


图 2 添加不同比例镍和锌制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 的 AFM 图
(a)0%;(b)30%;(c)60%;(d)90%
Fig. 2 AFM images of the $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ prepared under different proportions of nickel and zinc
(a)0%;(b)30%;(c)60%;(d)90%

品的微观结构图。测试时选择 2 个直径均匀的颗粒分别测定其半径,计算得到样品的平均粒径大小。可以看出,制备得到的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 均为球形颗粒状,且镍锌铁氧体颗粒粒径比较均匀。当共沉淀法中镍和锌的添加比例为 0% 时,样品平均粒径为 96nm 左右;当添加比例为 30% 时,样品平均粒径为 52nm 左右;当添加比例为 60% 时,样品平均粒径为 44nm 左右;当添加比例为 90% 时,样品平均粒径为 70nm 左右。可知在 4 种比例下,制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 均为纳米颗粒。随着共沉淀过程中镍和锌添加比例的增加,样品粒径先减小后增大,当添加比例为 60% 时,得到的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 颗粒平均粒径最小,为 44nm 左右。改变共沉淀法中镍和锌的添加比例,对样品的颗粒粒

径产生了明显影响,可能是由于在共沉淀过程中, FeCl_2 与 NaOH 反应生成 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 沉淀时还存在 $\text{Ni}^{2+} + 2\text{OH}^- = \text{Ni}(\text{OH})_2 \downarrow$ 和 $\text{Zn}^{2+} + 2\text{OH}^- = \text{Zn}(\text{OH})_2 \downarrow$ 的反应,生成的 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 与 $\text{Zn}(\text{OH})_2$ 沉淀吸附在前驱体表面,影响了前驱体的正常生长,而使得最终制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 粒径变小。而当添加比例为 90% 时,由于 Ni^{2+} 和 Zn^{2+} 浓度大,促进了 Ni^{2+} 和 Zn^{2+} 进入晶格内部,而使得最终制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 粒径变大。

2.3 电磁参数

图 3 为共沉淀过程中添加不同比例镍和锌制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 在 $2\sim 12.4\text{GHz}$ 之间的电磁参数。可

以看出,添加比例的改变,对制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 介电常数实部与虚部均无明显影响,磁导率实部呈现先减小后增大的趋势。当添加比例为 0% 时,样品磁导率实部在 1 左右。随着镍和锌比例的增加,磁导率实部开始减小,添加比例为 60% 时达到最小,为 0.75

左右。当添加比例为 90% 时,磁导率实部增大到 1.2 左右。另外,随着共沉淀法中镍和锌添加比例的增加,制备的镍锌铁氧体磁导率虚部呈现先增大后减小的趋势,其中当添加比例为 30% 时,样品的磁导率虚部达到最大。

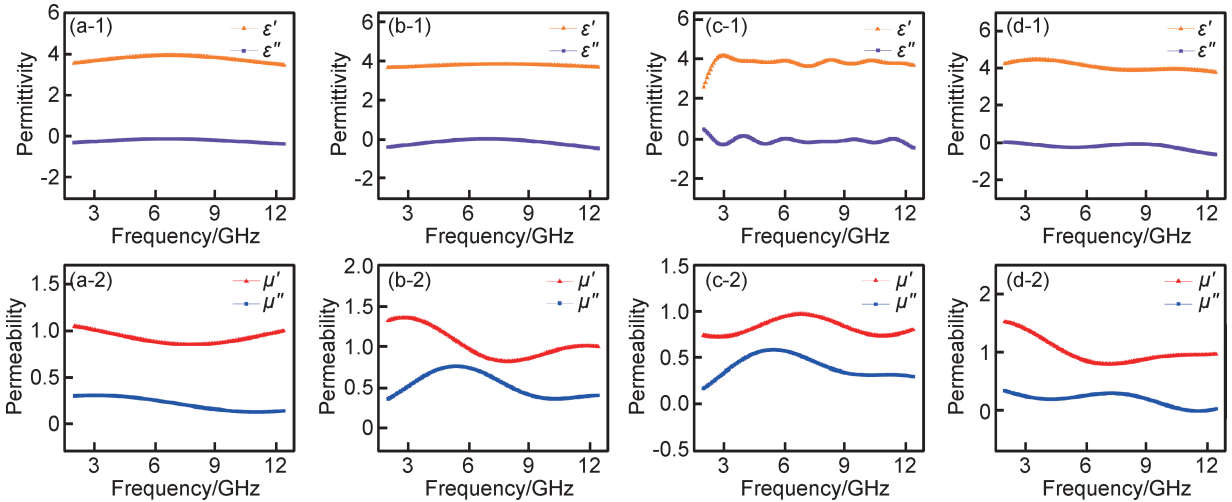


图 3 添加不同比例镍和锌制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 的介电常数(1)与磁导率(2)
(a)0%;(b)30%;(c)60%;(d)90%

Fig. 3 Permittivity(1) and permeability(2) of the $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ prepared under different proportions of nickel and zinc
(a)0%;(b)30%;(c)60%;(d)90%

2.4 微波吸收性能

微波反射衰减率 R_L 直观反映了材料在理想金属表面对电磁波的吸收能力。

$$R_L = 20\lg(|Z_{in} - 1| / |Z_{in} + 1|) \tag{1}$$

输入阻抗 Z_{in} 为:

$$Z_{in} = \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \tanh\left[j \frac{2\pi}{c} \sqrt{\mu\epsilon} f d\right] \tag{2}$$

式中: c 为光速; f 为微波频率; d 为吸波材料厚度; μ_r 和 ϵ_r 分别为吸波材料的磁导率与介电常数^[20]。4 种样品在 2~12.4GHz 范围内的微波吸收性能,如图 4 所示。可以看出,随着样品厚度的增大, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 有效吸波频段向低频方向移动。当厚度为 4mm、添加比例为 30% 时,样品有效吸波频宽为 4.2GHz,大于添

加比例为 60% 时的有效吸波频宽(3.1GHz)。当厚度为 5mm、添加比例为 30% 时,有效吸波频带为 4.6~8.9GHz,有效吸波频宽为 4.3GHz,在 6.8GHz 处吸波强度达到最大值 -24.94dB;添加比例为 60% 时,有效吸波频带为 5.0~9.9GHz,有效吸波频宽为 4.9GHz;添加比例为 90% 时,有效吸波频带为 6.6~9.3GHz,有效吸波频宽为 2.7GHz。当厚度增大到 6mm 时,4 种比例下制备的镍锌铁氧体吸波频宽都略有减小。

厚度为 3~6mm 时, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 样品在 2~12.4GHz 范围内的微波吸收性能三维图如图 5 所示。可以看出,随着厚度的增加,样品有效吸波频带向低频方向移动。共沉淀法中镍和锌的添加比例为 0% 时, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 吸波性能最弱;添加比例为 30% 时,

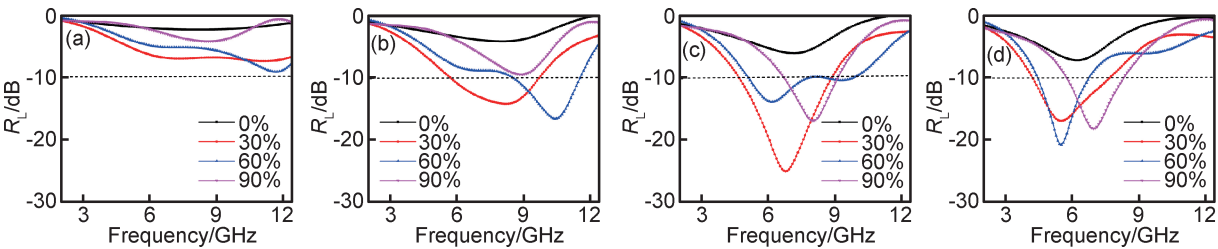


图 4 不同厚度时 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 的微波吸收性能 (a)3mm;(b)4mm;(c)5mm;(d)6mm
Fig. 4 Microwave absorption ability of the $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ with different thicknesses
(a)3mm;(b)4mm;(c)5mm;(d)6mm

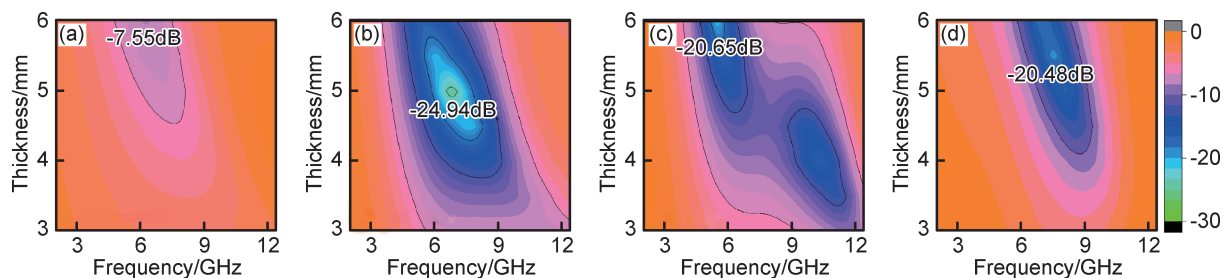


图 5 添加不同比例镍和锌制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 的微波吸收性能三维图 (a)0%;(b)30%;(c)60%;(d)90%

Fig. 5 3D graphs of microwave absorption ability of the $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ prepared under different proportions of nickel and zinc (a)0%;(b)30%;(c)60%;(d)90%

$\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 具有最大微波吸收强度,且有效吸波频宽较大;当添加比例为 60%时, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 有效吸波频宽最大,并且在 4~5mm 厚度范围内,材料出现双峰有效吸收;当添加比例增大到 90%时, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 有效吸波频宽相对变弱。因此,当共沉淀法中镍和锌的添加比例为 60%时,采用共沉淀法联合溶胶-凝胶法制备的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 微波吸收性能最佳。

从 AFM 测试结果可以看出,采用两步法制备 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 时,改变共沉淀过程中镍和锌的添加比例,对样品的颗粒粒径产生了明显影响。随着镍和锌添加比例的增加,粒径先减小后增大。另外,随着添加比例的变化,也影响了粉体的微观结构均匀度、晶粒气孔缺陷程度, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 的介电常数与磁导率产生了一定差异,从而影响了 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 的微波吸收性能。

3 结论

(1)制备的 4 种不同比例的 $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 均为球形颗粒,且随着添加比例的增加,粒径先减小后增大,当添加比例为 60%时,粒径最小,平均粒径约为 44nm。

(2)随着材料厚度的增大, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 有效吸波频带向低频方向移动。

(3)当共沉淀过程中镍和锌的添加比例为 30%时, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 有效吸波频带达到 4.3GHz,最大吸波强度达到 -24.94dB。

(4)当共沉淀过程中镍和锌的添加比例为 60%时, $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 微波吸收性能最佳,其有效吸波频带最宽,达到 4.9GHz。

参考文献

[1] LI Z J, HOU Z L, SONG W L, et al. Unusual continuous dual absorption peaks in Ca-doped BiFeO_3 nanostructures for broadened microwave absorption[J]. *Nanoscale*, 2016, 8(19): 10415-

10424.
[2] BI S, MA L, MEI B, et al. Silicon carbide/carbon nanotube heterostructures: controllable synthesis, dielectric properties and microwave absorption[J]. *Advance Powder Technology*, 2014, 25(4): 1273-1279.
[3] 邹田春, 冯振宇, 赵乃勤, 等. 活性炭纤维/树脂复合吸波材料的研究[J]. *材料工程*, 2011(2): 22-25.
ZOU T C, FENG Z Y, ZHAO N Q, et al. Microwave absorbing properties of activated carbon fibers/epoxy resin composites[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2011(2): 22-25.
[4] FENG Y B, QIU T. Preparation, characterization and microwave absorbing properties of FeNi alloy prepared by gas atomization method[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2012, 513: 455-459.
[5] 赵海涛, 张强, 刘瑞萍, 等. 单分散纳米锌铁氧体的制备及其磁性性能[J]. *材料工程*, 2016, 44(1): 103-107.
ZHAO H T, ZHANG Q, LIU R P, et al. Synthesis and magnetic properties of monodisperse ZnFe_2O_4 nanoparticle[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2016, 44(1): 103-107.
[6] KHADIJEH D, ELHAM Y, FARSHID N A, et al. Radar absorption properties of $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4/\text{PANI}/\text{epoxy}$ nanocomposites[J]. *Journal of the Chinese Chemical Society*, 2015, 62(9): 826-831.
[7] MADHU B J, GURUSIDDESH M, KIRAN T, et al. Structural, dielectric, ac conductivity and electromagnetic shielding properties of polyaniline/ $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ composites[J]. *J Mater Sci: Mater Electron*, 2016, 27(8): 7760-7766.
[8] LUO J H, SHEN P, YAO W, et al. Synthesis, characterization, and microwave absorption properties of reduced graphene oxide/strontium ferrite/polyaniline nanocomposites[J]. *Nanoscale Research Letters*, 2016, 11(1): 141-156.
[9] ZHANG H, HONG M, CHEN P, et al. 3D and ternary rGO/MCNTs/ Fe_3O_4 composite hydrogels: synthesis characterization and their electromagnetic wave absorption properties[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 665: 381-387.
[10] SUN Y Y, ZHANG W H, LI D S, et al. Facile synthesis of $\text{MnO}_2/\text{rGO}/\text{Ni}$ composite foam with excellent pseudocapacitive behavior for supercapacitors[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 649: 579-584.
[11] GHAZZAWY E H, AMER M A. Structural, elastic and magnetic studies of the as-synthesized $\text{Co}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanopar-

- ticles[J]. *Journal of Alloys and Compounds*,2017,690:293-303.
- [12] 杨旭东,邹田春,陈亚军,等. 碳纳米管和氧化铝混杂增强铝基复合材料的制备及力学性能[J]. *材料工程*,2016,44(7):67-72.
YANG X D,ZOU T C,CHEN Y J,et al. Fabrication and mechanical properties of aluminum matrix composites reinforced with carbon nanotubes and alumina[J]. *Journal of Materials Engineering*,2016,44(7):67-72.
- [13] ALBUQUERQUE A S,ARDISSON J D,MACEDO W A,et al. Nanosized powders of NiZn ferrite: synthesis, structure, and magnetism[J]. *Journal of Applied Physics*,2000,87(9):4352-4356.
- [14] OLHERO S M,SOMA D,AMARAL V S,et al. Co-precipitation of a Ni-Zn ferrite precursor powder: effects of heat treatment conditions and deagglomeration on the structure and magnetic properties[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2012, 32(10):2469-2476.
- [15] MOHANMMAD A H, AYAH F S, NAJWA H, et al. Characterization of H₂S gas sensor based on CuFe₂O₄ nanoparticles[J]. *Journal of Alloys and Compounds*,2017,690:461-468.
- [16] BADU B C,RAO A V,RAVI M,et al. Structural, microstructural, optical, and dielectric properties of Mn²⁺: willemite Zn₂SiO₄ nanocomposites obtained by a sol-gel method [J]. *Journal of Molecul Structure*,2017,1127:6-14.
- [17] WU Y C,QI H J,LI H J,et al. Novel hydrophobic cotton fibers adsorbent for the removal of nitrobenzene in aqueous solution [J]. *Carbohydrate Polymers*,2017,155:294-302.
- [18] 刘媛,刘玉存,王建华,等. 溶胶-凝胶法制备的纳米 Ni_xZn_{1-x}Fe₂O₄ 铁氧体[J]. *磁性材料及器*,2011,42(1):20-22.
LIU Y,LIU Y C,WANG J H,et al. The preparation of nanometer Ni_xZn_{1-x}Fe₂O₄ ferrite by sol-gel method [J]. *Magnetic Materials and Devices*,2011,42(1):20-22.
- [19] RAGHAVENDER A T,BILIKOV N,SKOKO Z,et al. XRD and IR analysis of nanocrystalline Ni-Zn ferrite synthesized by the sol-gel method[J]. *Materials Letters*,2011,65(4):677-680.
- [20] SONG W L,GUAN X T,FAN L Z,et al. Turning three-dimensional textures with graphene aerogels for ultra-light flexible graphene/texture composites of effective electromagnetic shielding[J]. *Carbon*,2015,93:151-160.

基金项目:国家自然科学基金项目(51502341,51302312)

收稿日期:2016-11-29;**修订日期:**2018-06-23

通讯作者:毕松(1981—),男,副教授,硕士生导师,主要从事军用新材料的研究与制备等方面的研究工作,联系地址:陕西省西安市灞桥区洪庆街道同心路2号火箭军工程大学作战保障学院(710025),E-mail: xiaozhu-youyou@163.com

(本文责编:王 晶)