

Ni_{0.4}Zn_{0.2}Mn_{0.4}Ce_{0.06}Fe_{1.94}O₄ 表面原位构筑 纳米羰基铁的可控制备及吸波性能研究

刘 渊, 师金锋, 贾 瑛, 李 茸

(火箭军工程大学, 陕西 西安 710025)

摘 要: 采用金属有机化学气相沉积 (MOCVD) 工艺在微米级 Ni_{0.4}Zn_{0.2}Mn_{0.4}Ce_{0.06}Fe_{1.94}O₄ (NZMCF) 表面原位生长了纳米级羰基铁 (CI) 壳层, 通过控制沉积温度, 调控核壳形貌和吸波性能, 得到了具有核壳结构的 NZMCF-CI 复合吸波剂, 利用 XRD、SEM、EDS 及 VNA 等分析手段, 重点研究了沉积温度对 NZMCF-CI 核壳粉体微观形貌、晶体结构、电磁参数及吸波性能的影响。结果表明: 通过调节沉积温度, 可以有效调控核壳粉体的形貌, 进而调控吸波性能。沉积温度为 220 °C, NZMCF-CI 核壳粉体具有最佳的形貌及吸波性能。利用测得的同轴环样品的电磁参数, 计算出 NZMCF-CI 涂层在厚度为 1.8 mm 时, 反射率最小值为-39.9 dB, 小于-10 dB 的吸波带宽为 14.2 GHz (3.8~18 GHz)。涂层厚度为 0.8~2.6 mm 时, 在 3.2~18 GHz 均能实现最小反射率低于-20 dB, 在 2.5~18 GHz 均能实现最小反射率低于-10 dB, 仅需要调整厚度, 即可以实现 2~18 GHz 内良好的吸波效果。

关键词: 铁氧体; 羰基铁; 原位生长; 电磁性能

中图分类号: TB383; TM277

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)12-3997-07

吸波材料 (radar absorb materials, RAM) 是近些年发展迅猛和应用十分广泛的功能性材料, 由于它在雷达隐身、人体防护、抗电磁干扰等领域表现出的优良性能而越来越受到各国政府和研究人员的重视^[1]。RAM 研究的核心是性能优异的吸波剂^[2-5]。根据目前 RAM 的发展状况, 单纯种类的吸波剂很难满足雷达波隐身技术日渐提高的综合要求, 多种吸波剂之间的优势互补复合成为 RAM 研究和发展的重点方向。

尖晶石型镍铁氧体 (NiFe₂O₄), 是一种典型的软磁材料, 其具有微波磁导率较大, 良好的频率特性和稳定的化学性质等优点而被应用在吸波材料领域^[6]。然而, 单纯的 NiFe₂O₄ 匹配厚度较大 (6 mm 左右), 吸波带宽较窄, 限制了它的进一步应用^[7]。研究表明, 通过离子取代和稀土掺杂调整电磁性能, NiFe₂O₄ 具有了较好的吸波性能^[8-10], 但是其匹配厚度仍然较大, 小于-10 dB 的吸波带宽和吸收峰值仍然不尽如人意, 无法满足 RAM 在实际应用中“薄、宽、轻、强”的要求。

羰基铁 (CI) 在传统磁性金属吸收剂中具有工艺简单、成本低、磁损耗大等优点而被广泛应用。同时, CI 在高频下具有良好的介电性能, 通过调整复合材料

中的含量可以有效调节复合介电常数^[11]。因此, 在改性后的 Ni_{0.4}Zn_{0.2}Mn_{0.4}Ce_{0.06}Fe_{1.94}O₄ 表面包覆羰基铁, 就是希望这种复合吸波粉体不仅能够兼具复合体中各组元之间的电磁性能, 而且能够充分利用“核壳型”特殊结构改善和调整吸波性能。通过改变沉积温度调控核壳粉体的形貌结构, 从而有序调控吸波性能, 利用电磁波理论结合反射衰减等高线作图法对核壳粉体进行吸波性能优化设计并分析其吸波机理, 最终筛选出具有最佳吸波性能的 Ni_{0.4}Zn_{0.2}Mn_{0.4}Ce_{0.06}Fe_{1.94}O₄-羰基铁 (NZMCF-CI) 核壳粉体。

1 实 验

按 Ni_{0.4}Zn_{0.2}Mn_{0.4}Ce_{0.06}Fe_{1.94}O₄ 的化学计量比, 称取硝酸镍、硝酸锌、硝酸锰、硝酸铈、硝酸铁于烧杯内, 加入去离子水配成溶液。按柠檬酸 (CA) 与金属离子摩尔比 CA:(Fe³⁺+Mn²⁺+Zn²⁺+Ce³⁺):Ni²⁺=4:2:1 向溶液中加入 CA, 之后的制备过程如图 1 所示。

本实验装置分为 MO 供应系统、流化反应系统和尾气处理系统 3 部分。整套装置的结构原理如图 2 所示。

(1) 在反应器中加入 10 g NZMCF 粉末。打开氮气瓶气阀 (载气瓶), 打开阀 A 和 B, 确保阀 C、D、

收稿日期: 2019-06-17

基金项目: 国家自然科学基金 (21875281)

作者简介: 刘 渊, 男, 1986 年生, 博士, 讲师, 火箭军工程大学, 陕西 西安 710025, 电话: 029-84743716, E-mail: liuyuanbixue@163.com

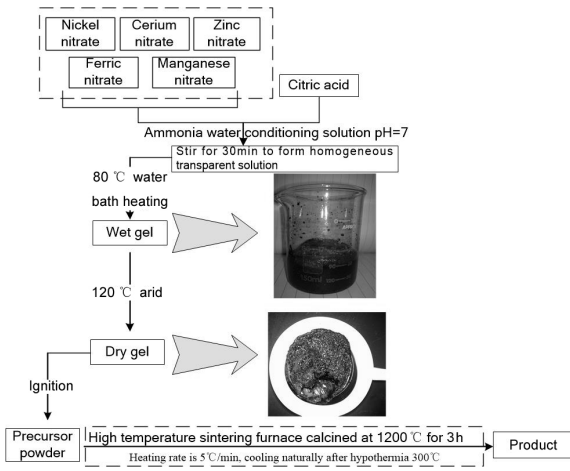


图 1 $Ni_{0.4}Zn_{0.2}Mn_{0.4}Ce_{0.06}Fe_{1.94}O_4$ 的制备流程图

Fig.1 Preparation flow chart of $Ni_{0.4}Zn_{0.2}Mn_{0.4}Ce_{0.06}Fe_{1.94}O_4$

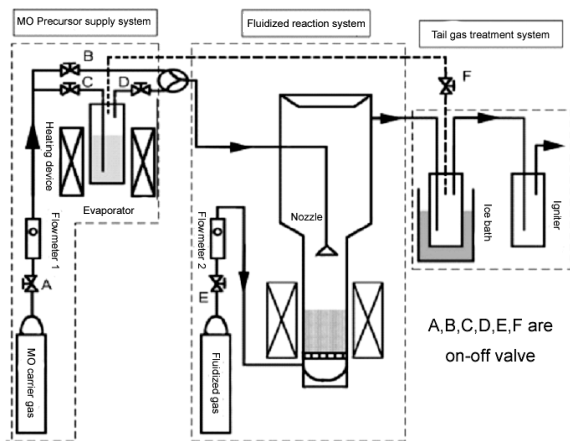


图 2 MOCVD 装置原理图

Fig.2 Principle diagram of MOCVD device

E 和 F 处于关闭状态，用转子流量计 1 调节氮气的流量，并检查装置气密性。在确定装置气密性完好的前提下，继续通气 30 min，以排出反应器中的空气。

(2) 对蒸发器和反应器进行加热；待蒸发器温度达到 80 °C，反应器加热到预设温度（160、190、220 及 250 °C）时，将 30 mL 的 $Fe(CO)_5$ 注入蒸发器中，同时关闭阀 B，打开氮气瓶气阀（流化气瓶），打开阀 C、D 和 E，用转子流量计 1 调节载气流量为 30 mL/min，用转子流量计 2 调节气体流量使 NZMCF 粉末充分流化，控制沉积时间为 50 min。反应器的管路都覆盖有一层保温套，防止气态的 $Fe(CO)_5$ 在低温处凝结，造成管路不畅。

(3) 达到预设的沉积时间后，对蒸发器和流化床停止加热，继续通入氮气，关闭阀 D，打开阀 F（由

于在降温过程中， $Fe(CO)_5$ 仍然会蒸发。因此，为了有效控制沉积时间，阻止预设时间外的反应，关闭阀 D，打开阀 F，将继续蒸发的 $Fe(CO)_5$ 蒸气通入冷凝器中冷凝回流），保持其他实验条件不变，直到蒸发器和流化床的温度冷却至室温后，停止通入氮气，关闭阀 A、C、E 和 F，打开反应器，收集反应产物，将其研磨后密封保存。

采用 Rigaku D/max-2400X 型射线衍射仪 (XRD) 进行物相分析 (Cu 靶, $K\alpha$ 射线, $\lambda=0.15418$ nm, 靶电压 40 kV, 靶电流 100 mA, 步进扫描, 步长 0.02°, 扫描速率 $15^\circ \cdot \text{min}^{-1}$, 扫描范围 $15^\circ \sim 80^\circ$); 使用 VEGA II XMU INCN 型扫描电子显微镜 (SEM) 研究样品表面及截面形貌; 利用 INCA 7718 能谱 (EDS) 分析样品中的元素分布; 使用 HP-8720ES 型矢量网络分析仪, 用同轴法测量电磁参数。

电磁参数测试样品的制备过程如下: 分别称量所需的基体石蜡和吸波剂 (质量分数为 60%), 将吸波剂加入到熔融的石蜡中并充分搅拌, 冷却后用研钵研磨, 再熔融搅拌, 冷却研磨, 以上步骤反复 3~4 次, 以使吸波剂与石蜡均匀混合; 再加入适量乙醇, 在高速乳化机中剪切分散, 然后蒸干研磨成粉末, 压制成为外径为 7 mm、内径为 3 mm、长度为 2~5 mm 的圆形同轴试样。

2 结果及分析

2.1 NZMCF-CI 样品晶体结构分析

图 3 为不同沉积温度下 (160、190、220 和 250 °C) 样品的 XRD 图谱。由图中可见, 当 2θ 分别在 18.4° 、 30.3° 、 35.7° 、 37.3° 、 43.4° 、 53.8° 、 57.4° 、 63.0° 、 71.5° 、 74.6° 和 75.6° 左右时, 对应 $NiFe_2O_4$ 标准图谱 (JCPDS 71-1269) 的 (111)、(220)、(311)、(222)、(400)、

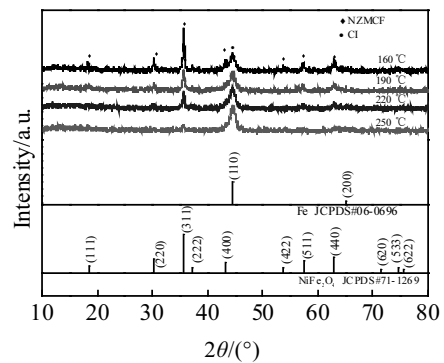


图 3 不同沉积温度下 NZMCF-CI 样品的 XRD 图谱

Fig.3 XRD patterns of NZMCF-CI core-shell powders at different deposition temperatures

(422)、(511) 和 (440) 晶面; 2θ 在 44.6° 左右, 则对应 $\alpha\text{-Fe}$ 的 (110) 晶面衍射峰, 谱图内无其它杂质峰出现, 说明在本实验条件下成功制备 NZMCF-CI 复合粉体。随着沉积温度的升高, NZMCF 的衍射峰强度逐渐降低, $\alpha\text{-Fe}$ 的 (110) 晶面衍射峰更加尖锐, 取向生长明显。

2.2 NZMCF-CI 样品微观形貌分析

图 4 为不同沉积温度下样品的表面形貌 SEM 图。沉积温度在 160°C 时, 此时相变过冷度大, 临界形核半径小, 由于温度较低, 形核速率大于晶核长大速率, 导致 NZMCF 粉末表面只能沉积到很少的 CI 粒子, 沉积的 CI 颗粒非常细小, 能够清楚地看到大部分 NZMCF 粉体 (图 4a), 对应 XRD 谱中 $\alpha\text{-Fe}$ 的特征峰较弱^[12]。随着沉积温度的升高, $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 气体获得的能量不断增加, 活化分子分数增大、运动加剧, 在 NZMCF 表面的气相分解反应速度也加快, 晶核长大速率相应提高^[12,13]。沉积温度为 190 至 220°C 时, NZMCF 粉体表面 CI 颗粒继续长大增多, NZMCF 的特征衍射峰逐渐减弱, 此时 XRD 谱中 $\alpha\text{-Fe}$ 的 (110) 特征峰显著增强; CI 由粒状排列逐渐形成连续致密薄膜, 具有均匀的微观结构 (图 4b 和图 4c)。

当沉积温度为 250°C 时, CI 在 NZMCF 表面大量沉积形成珊瑚状且有部分颗粒异常长大 (图 4d), 此时 CI 取向生长优势更加明显, XRD 谱中 NZMCF 的特征衍射峰几乎全部消失。这主要是由于沉积温度超

过 250°C 后, 会使部分 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 气体在尚未吸附在 NZMCF 基体表面时, 在气相中就能够获得足够的能量而发生热分解产生固相 CI 颗粒, 即产生气相形核现象^[12]。沉积温度过高使得气相形核现象加剧, 同时新相临界核心半径将增加, 因而会使一部分在气相形核中生成的 CI 颗粒直接沉降到基体表面, 使沉积层表面颗粒长大、呈疏松状, 导致 CI 壳层形貌的恶化^[13]。因此, 沉积温度应控制在 220°C 以内。

2.3 NZMCF-CI 样品电磁参数分析

图 5 为不同温度 NZMCF-CI 样品的介电常数和磁导率随频率变化的曲线。由图 5a 和图 5b 可见, 与单纯的 NZMCF 和 CI 粉体相比, 样品的介电常数产生了明显的改变, 表现出多重共振现象。 ϵ' 和 ϵ'' 随着沉积温度的升高呈增大趋势。 ϵ' 的平均值由最初的 6.56 上升到 9.42, ϵ'' 的平均值由最初的 3.02 上升到 4.21。 ϵ' 的变化与固有电偶极子取向极化和界面极化相关, 在 NZMCF 表面沉积包覆 CI 壳层后, 会在复合粉体中引入大量的界面极化, 从而使 ϵ' 升高^[14-17]。由电磁学理论可知, ϵ'' 的变化主要是由电导率发生改变引起^[18,19]。材料的电导率升高则会引起 ϵ'' 增大。随着沉积在 NZMCF 表面的 CI 颗粒逐渐增多, 从而使复合粉体的电导率逐渐升高, 增强介电损耗, 宏观上表现为 ϵ'' 逐渐增大。

由图 5c 和图 5d 可以看出, 随着沉积温度的升高, 样品的 μ' 会呈增大趋势, 与单纯的 NZMCF 粉体相比,

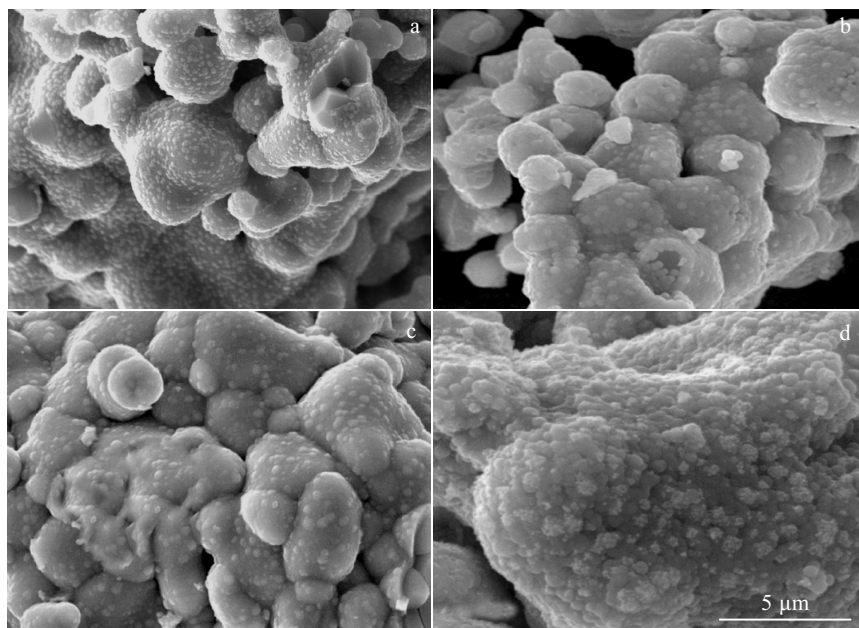


图 4 不同沉积温度下 NZMCF-CI 样品的 SEM 照片

Fig.4 SEM images of NZMCF-CI core-shell powders at different deposition temperatures: (a) 160°C , (b) 190°C , (c) 220°C , and (d) 250°C

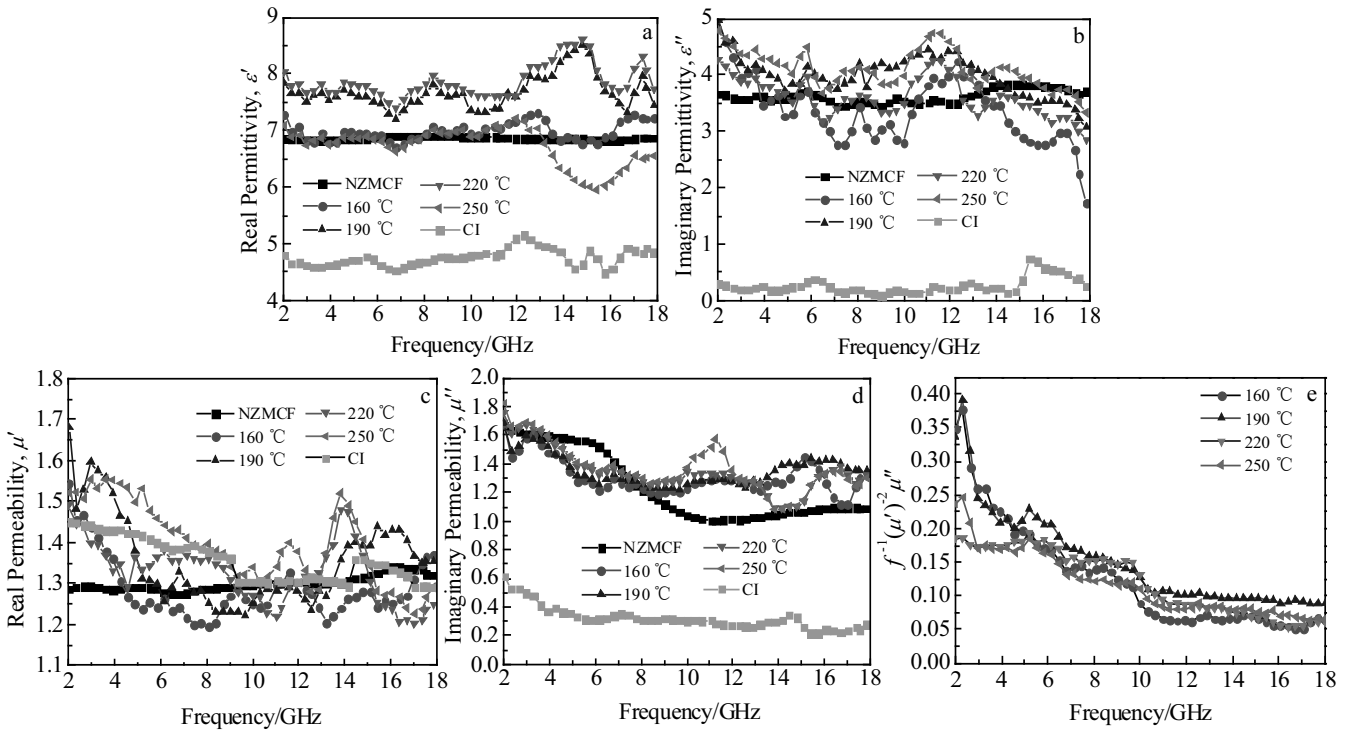


图 5 不同沉积温度 NZMCF-CI 样品介电常数、磁导率及 $f^{-1}(\mu')^2\mu''$ 值与频率的关系

Fig.5 Permittivity (a, b) and permeability (c, d) of NZMCF-CI samples at different deposition temperatures and the relationship between $f^{-1}(\mu')^2\mu''$ value and frequency (e)

NZMCF-CI 复合粉体的 μ' 有所增大; 与单纯的 CI 粉体相比, 则改变不是很明显; μ'' 的变化明显, 比原 NZMCF 和 CI 有很大的提高。由此说明, NZMCF-CI 复合粉体的磁损耗能力进一步增强。畴壁位移、自然共振及涡流损耗是造成 NZMCF-CI 复合粉体磁导率变化, 产生磁损耗的主要因素^[20-22]。铁氧体和 CI 的单畴临界尺寸在微米级^[23]。由 SEM 分析可知, 复合粉体尺寸接近于单畴临界尺寸, 畴壁位移产生的损耗会非常小。因此, NZMCF-CI 磁导率的变化主要由自然共振和涡流损耗引起。如果只有涡流损耗导致的变化, 则 $f^{-1}(\mu')^2\mu''$ 的数值为常数^[24]。图 5e 为 NZMCF-CI 的 $f^{-1}(\mu')^2\mu''$ 值与频率 f 的关系图。可见, 在 2~12 GHz 内, 其数值随频率升高呈下降趋势, NZMCF-CI 的磁损耗以自然共振为主; 在 12~18 GHz 内, 其数值随频率升高变化不大, 可以认为其磁损耗以涡流损耗为主。所以, 复合粉体的磁损耗主要是涡流损耗及自然共振共同作用的结果。通常铁氧体在微波频段对电磁波的磁损耗以自然共振为主, 在 NZMCF-CI 复合粉体中引入涡流损耗, 有利于增大电磁波的吸收。

2.4 NZMCF-CI 样品吸波性能分析

图 6 为不同温度 NZMCF-CI 样品的吸波性能与频率和厚度的关系。可见, 随着沉积温度的提高, NZMCF-CI

样品的最小反射率呈先减小后增大的趋势。沉积温度为 220 °C 时, 与单纯 NZMCF 和 CI 样品相比, NZMCF-CI 样品具有最佳的吸波性能 (最小的反射率, 最小的匹配厚度), 表明将 CI 与 NZMCF 在微米尺度有效复合实现了取长补短的目的, 能够获得具有优良吸波性能的新型吸收剂。结合形貌分析, 可以最终确定最佳的沉积温度为 220 °C。

为了更加直观地反映沉积温度为 220 °C 时 NZMCF-CI 的吸波效果, 根据传输线理论^[23,24], 结合测试得到的电磁参数, 由式 (1) 和式 (2) 计算了厚度为 0.8~2.6 mm 之间样品的反射率, 如图 7 所示。

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

$$Z_{in} = Z_0 \left(\frac{\mu_r}{\epsilon_r} \right)^{\frac{1}{2}} \tanh \left(\frac{j2\pi df \sqrt{\epsilon_r \mu_r}}{c} \right) \quad (2)$$

式中, $\mu_r = \mu' - j\mu''$ 为相对磁导率, $\epsilon_r = \epsilon' - j\epsilon''$ 为相对介电常数; $Z_c = Z_0 \sqrt{\mu_r / \epsilon_r}$ 为材料的特征阻抗; Z_{in} 为输入阻抗; Z_0 为自由空间阻抗; f 为频率; c 为光速; d 为材料厚度。

随着厚度的增加, 反射率峰值逐渐向低频移动, 反射率峰值先减少后增加。厚度为 1.8 mm 时, 反射率

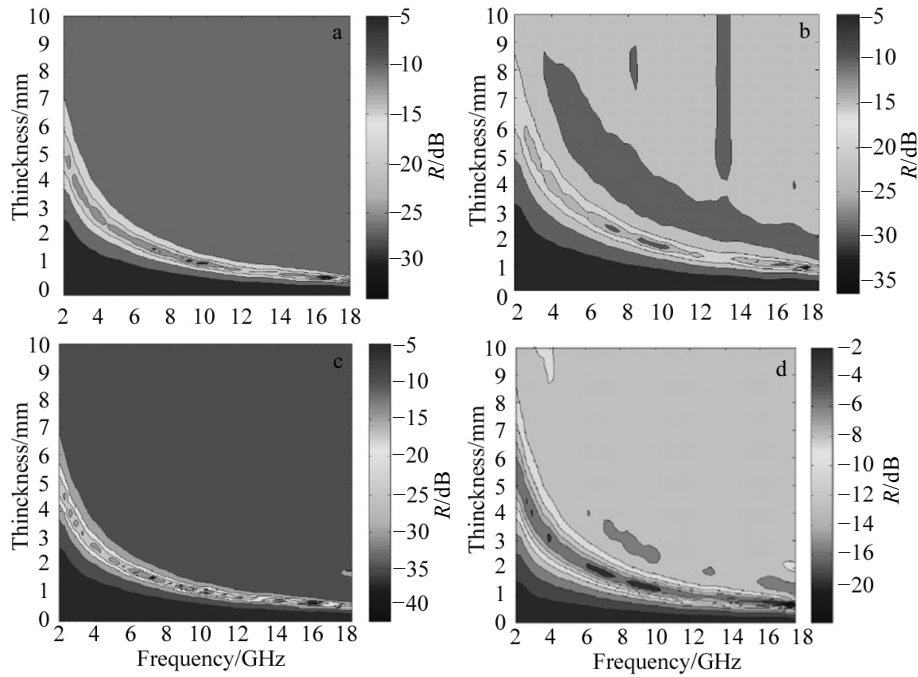


图 6 不同沉积温度 NZMCF-CI 样品的吸波性能与频率和厚度的关系

Fig.6 Relationship between microwave absorbing property and frequency, thickness of NZMCF-CI core-shell powders at different deposition temperatures: (a) 160 °C, (b) 190 °C, (c) 220 °C, and (d) 250 °C

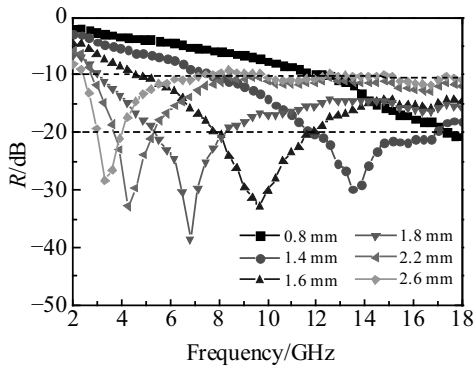


图 7 沉积温度为 220 °C 的 NZMCF-CI 样品在不同厚度下的反射率曲线

Fig.7 Microwave absorption properties of NZMCF-CI core-shell powders (220 °C) with different thicknesses

最小值为-39.9 dB, 小于-10 dB 的吸波带宽为 14.2 GHz (3.8~18 GHz)。涂层厚度为 0.8~2.6 mm 时, 在 3.2~18 GHz 均能实现吸波强度低于-20 dB, 在 2.5~18 GHz 均能实现吸波强度低于-10 dB。

2.5 NZMCF-CI 样品的吸波机理分析

在微米级 NZMCF 表面原位生长了纳米级 CI 壳层得到具有核壳结构的复合粉体, 实现了二者吸波性能

的取长补短, 利用二者形成的协同效应, NZMCF-CI 核壳粉体取得了优良的吸波性能, 其主要的吸波机理如图 8 所示。主要包括以下几个方面:

(1) 在 NZMCF 表面沉积纳米 CI 壳层后, 由于表面效应使界面极化增强; 而且复合粉体的电阻率发生了改变, 使铁氧体-羰基铁复合粉体的电损耗能力得到极大增强。

(2) 在 NZMCF 表面沉积纳米 CI 壳层后, 在高频段引入涡流损耗, 形成自然共振与涡流损耗共同作用于电磁波的吸收, 拓宽了吸波带宽, 加强了 NZMCF-CI 复合粉体的磁损耗能力。

(3) NZMCF-CI 复合粉体的“核壳结构”会增加电磁波在吸收剂传输过程中的波长, 从而增大对电磁波的损耗。

(4) 除了上述常规的电损耗和磁损耗之外, NZMCF-CI 核壳型吸收剂由于独特的组成结构, 还可使核壳之间的量子尺寸效应及表面效应等作用于电磁波的吸收, 从而使吸波性能得到进一步的提高。在量子效应的作用下, 纳米粒子的电子能级发生分裂, 而分裂的能级间隔恰好处在微波的能量范围, 从而为 RAM 吸收电磁波提供了新的通道^[25]。

微米级核粒子被单层纳米级壳层完全随机包覆, 则有如下公式^[25]:

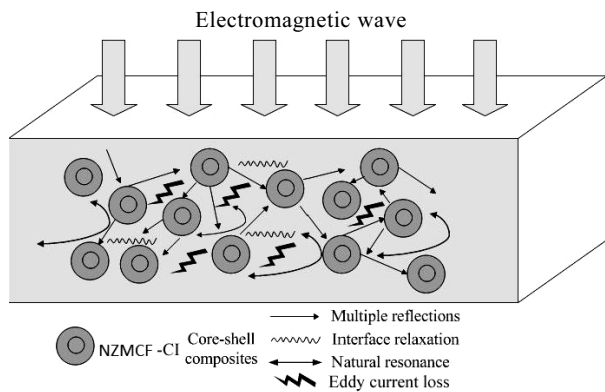


图 8 NZMCF-CI 核壳结构吸波材料的吸波机理示意图

Fig.8 Schematic diagram of absorbing mechanism for NZMCF-CI core-shell structure material

$$N = \frac{2\pi}{\sqrt{3}} \left(\frac{S}{\zeta} \right)^2 \tag{3}$$

$$S = \frac{D}{d} + 1 \tag{4}$$

式中, N 为核粒子表面包覆的壳粒子数目, S 为核粒子与壳粒子的粒径比, ζ 为纳米级粒子之间的距离, 实际值在 1~2 之间, D 为核粒子直径, d 为壳粒子直径。以 NZMCF 为核粒子, CI 为壳粒子为例计算。假设 NZMCF 粒子直径为 2 μm , 包覆在其表面的 CI 粒子直径为 20 nm, 取 ζ 的值为 1, 则由式 (3) 和 (4) 可得, NZMCF 表面的纳米 CI 粒子数目约为 40 万, 由核壳之间的表面效应产生更多的界面极化和多重散射, 必然会极大的提高吸波能力。

3 结 论

1) 通过调节沉积温度, 在微米级 NZMCF 表面实现了 CI 壳层生长形貌的调控, 进而调控核壳粉体的吸波性能。沉积温度为 220 $^{\circ}\text{C}$, NZMCF-CI 核壳粉体具有最佳的形貌及吸波性能。

2) NZMCF 表面沉积 CI 薄膜后其吸波性能得到了明显提升。NZMCF 与 CI 的大量界面可以提供更多的界面极化, 从而增强其介电损耗; NZMCF-CI 复合粉体的磁损耗在 2~12 GHz 内主要以自然共振为主; 在 12~18 GHz 内, 其磁损耗以涡流损耗为主。

3) 在厚度为 1.8 mm 时, 反射率最小值为 -39.9dB, 小于 -10 dB 的吸波带宽为 14.2 GHz (3.8~18 GHz)。涂层厚度为 0.8~2.6 mm 时, 在 3.2~18 GHz 均能实现最小反射率低于 -20 dB, 在 2.5~18 GHz 均能实现最小反射率低于 -10 dB。

参考文献 References

[1] Wang Changxian, Chen Mingji, Lei Hongshuai *et al.* *Composites Part B Engineering*[J], 2017, 123: 19

[2] Naseer A, Mumtaz M, Raffi M *et al.* *Electronic Materials Letters*[J], 2019, 15(2): 201

[3] Mei P, Zhang S, Lin X Q *et al.* *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*[J], 2019, 99: 521

[4] Zhou Jia, Zhu Zhenghou, Zhao Hui. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2019, 48(3): 797

[5] Shao Yiqin, Lu Weibang, Chen Hang *et al.* *Composites Part B: Engineering*[J], 2018, 144: 111

[6] Gu Xin, Zhu Weimo, Jia Chunjiang *et al.* *Chemical Communications*[J], 2011, 47(18): 5337

[7] Liu Yuan, Liu Xiangxuan, Zhang Zeyang. *Key Engineering Materials*[J], 2013, 531-532: 36

[8] Genç F, Turhan E, Kavas H *et al.* *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*[J], 2015, 28(3): 1047

[9] Liu Yi, Wei Shicheng, Xu Binshi *et al.* *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2014, 349: 57

[10] Das S, Nayak G C, Sahu S K *et al.* *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2015, 377: 111

[11] Cheng Y L, Dai J M, Wu D J *et al.* *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2010, 322(1): 97

[12] Yao Lianzeng(姚连增). *Basis of Crystal Growth*(晶体生长基础)[M]. Hefei: China University of Science and Technology Press, 1995: 9

[13] Wang Yi(王毅), Li Hongchun(李洪春), Guo Chunfeng(郭春峰). *Journal of Rocket Propulsion*(火箭推进)[J], 2014, 40(4): 50

[14] Cheng Yan, Cao Jieming, Li Yong *et al.* *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*[J], 2018, 6(1): 1427

[15] Zhang Ting, Huang Daqing, Yang Ying *et al.* *Materials Science and Engineering B*[J], 2013, 178(1): 1

[16] Zhao Huanqing, Yan Cheng, Liu Wei *et al.* *Nano-Micro Letters*[J], 2019, 11: 24

[17] Quan Bin, Liang Xiaohui, Ji Guangbin *et al.* *Carbon*[J], 2018, 129: 310

[18] Qing Yuchang, Zhou Wancheng, Luo Fa *et al.* *Carbon*[J], 2010, 48(14): 4074

[19] Zeng M, Zhang X X, Yu R H *et al.* *Materials Science and Engineering B*[J], 2014, 185: 21

[20] Ma Zhi(马治). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Lanzhou: Lanzhou University, 2012

[21] Xie Song, Guo Xiaoning, Jin Guoqiang *et al.* *Physical Chemistry Chemical Physics*[J], 2013, 15(38): 16 104

- [22] Qiao Ziqiang, Pan Sunkang, Xiong Jilei *et al.* *Journal of Magnetism & Magnetic Materials*[J], 2017, 423: 197
- [23] Han Zhiquan(韩志全). *Ferrite and Its Magnetic Physics*(铁氧体及其磁性物理)[M]. Beijing: Aviation Industry Press, 2010: 93
- [24] Zhang Cheng, Cheng Qiang, Yang Jin *et al.* *Applied Physics Letters*[J], 2017, 110(14): 143 511
- [25] Hu Chuanxin(胡传忻). *Stealth Coating Technology*(隐身涂层技术)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004: 127

Fabrication and Microwave Absorbing Properties of Nano-Carbonyl Iron in Situ Grown on $\text{Ni}_{0.4}\text{Zn}_{0.2}\text{Mn}_{0.4}\text{Ce}_{0.06}\text{Fe}_{1.94}\text{O}_4$ Surface

Liu Yuan, Shi Jinfeng, Jia Ying, Li Rong

(Xi'an Research Institute of High Technology, Xi'an 710025, China)

Abstract: By analyzing the complementary relationship among ferrite and carbonyl iron powder, a carbonyl iron coated core-shell nano composite absorbent system was established. In addition, by changing the deposition temperature to adjust the morphologies and absorbing properties of powders, excellent performance of the new core-shell structure absorbent was obtained. The nano carbonyl iron (CI) shell in situ grown on $\text{Ni}_{0.4}\text{Zn}_{0.2}\text{Mn}_{0.4}\text{Ce}_{0.06}\text{Fe}_{1.94}\text{O}_4$ (NZMCF) surface by metal organic chemical vapor deposition (MOCVD) was used as electromagnetic wave (EMW) absorbing materials. X-ray diffraction, scanning electron microscope and energy dispersive spectrometer analyses show that NZMCF-CI composites were successfully prepared with a core-shell structure. Optimizing the mass ratio of CI would likely cause the composites to attain the EM parameters necessary in EMW absorbing materials. A minimum reflection loss (RL) is -39.9 dB when the corresponding thickness is 1.8 mm, and the RL exceeds -10 dB from 3.8 to 18.0 GHz. The minimum RL exceeds -10 dB from 2.5 to 18 GHz for the absorber thickness from 0.8 to 2.6 mm, which covers almost the whole 2 to 18.0 GHz.

Key words: ferrite; carbonyl iron; in situ growth; electromagnetic wave absorption

Corresponding author: Liu Yuan, Ph. D., Lecturer, Xi'an Research Institute of High Technology, Xi'an 710025, P. R. China, Tel: 0086-29-84743716, E-mail: liuyuanbixue@163.com