

FeBP@SiO₂核壳结构纳米复合材料的可控制备及其吸波性能

万新宇¹, 赵东^{1,2}, 向令¹, 常玲^{1,2}, 王群首¹, 裴文利¹

(1. 东北大学 材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110819)

(2. 东北大学 冶金学院, 辽宁 沈阳 110819)

摘要: 提出一种简便易行的方法制备核壳型 FeBP@SiO₂ 纳米粒子, 该方法利用化学还原和溶胶凝胶相结合, 实现复合粒子的核壳结构可控。通过改变 SiO₂ 壳厚度, 研究了壳层厚度对吸波性能的影响, 并对微波吸收机制进行分析和解释。结果表明, 随着 SiO₂ 壳层厚度的增加, 粒子微波吸收能力先增大后减小。当 SiO₂ 壳层厚度为 38 nm 时, FeBP@SiO₂ 样品具有最强的微波吸收性能, 在吸收涂层厚度为 2.19 mm 下反射损耗获得较好的吸收性能 (-52.66 dB), 这种增强的微波吸收性能主要来自新增磁-介电界面, 从而提高了材料的阻抗匹配以及介电损耗的能力, 通过设计复合粒子的核壳结构, 可以实现复合吸波剂的性能调控, 因此本研究为设计下一代新型复合微波吸收材料提供了重要参考。

关键词: 核壳结构; 微波吸收; 纳米粒子; FeBP; SiO₂

中图分类号: TB333; TB34

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)12-4155-09

随着现代电子技术的飞速发展和电子产品的广泛应用, 无线通讯设备已经成为人们生活中必不可少的部分^[1-4]。伴随着电磁波在移动卫星通讯、无线网络、家用电器以及精密武器中应用的增加, 高频元器件以及设备之间的电磁干扰和电磁辐射等电磁污染问题尤为严重, 同时电磁辐射也危害着人类的身体健康^[5-10]。因此, 许多研究致力于开发质量轻、厚度薄、吸收能力强、吸收频带宽的高效微波吸收剂^[11-12]。

在众多吸波材料中, 磁性金属粉末因其高饱和磁化强度、高磁导率和高居里温度而备受关注^[13-14]。铁氧体和羟基铁粉等虽然被广泛应用, 但是它们被应用于高频波段时暴露出的如铁氧体的高频磁导率低, 羟基铁粉的电阻率较低等缺陷, 已不能满足人们对高频吸波材料的性能要求^[15-16]。当把磁性纳米颗粒制备成非晶后, 其磁晶各向异性接近零, 没有晶界、孪晶缺陷等, 所以非晶磁性颗粒可以获得更低的矫顽力。非晶材料的结构具有短程有序和长程无序的特点, 导致其有很高的电阻率, 非晶合金的高电阻状态使材料更容易实现良好的阻抗匹配。异质结构更容易导致界面极化和多重散射, 从而提高材料的吸收性能^[17-19]。使

用化学还原法制备的 FeBP 纳米颗粒是典型的非晶软磁材料, 具有高的饱和磁化强度以及低矫顽力, 成为高频吸波材料的有力竞争者。

然而, 当 FeBP 金属粉末单独作为吸波体使用时, 因为其损耗形式单一、容易氧化和腐蚀等原因导致阻抗匹配较差, 应用前景受阻。将介电类吸收剂与磁性材料复合, 构建兼具磁损耗和介电损耗的复合微波吸收剂, 是新型吸波材料研发的重要方向^[20-22]。相对于物理混合复合材料, 核壳电磁波吸收剂具有丰富的异质界面、高各向异性比、磁耦合相互作用、磁-介电协同作用等多种功能^[23-27], 成为当前吸波领域的热点材料。Zhao 等^[28]制备的 Ni@TiO₂ 核壳复合材料, 当厚度为 1.8 mm 时, 最小反射损耗在 11.1 GHz 达到 -38.0 dB。Wei 等^[29]合成的 CoFe@C 中空复合材料, 反射损耗最小为 -44.1 dB, 有效吸收带宽达到了 5.20 GHz。

复合材料中核壳结构以及磁-介电材料占比对吸波性能的影响程度和机理尚不清晰。介电材料 SiO₂, 由于其优异的化学稳定性、绝缘性和易于与各种官能团结合是理想的候选材料^[30-32]。在此, 引用 SiO₂ 作为介电材料, 通过一个化学还原和溶胶凝胶相结合的简

收稿日期: 2022-12-05

基金项目: 国家重点研发计划 (2021YFB3501404); 国家自然科学基金 (52071070, 51871045); 中央高校基本科研业务费专项资金 (N2017003, N2102004)

作者简介: 万新宇, 男, 1998 年生, 硕士生, 东北大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110819, E-mail: 934356049@qq.com

单方法获得可控核壳结构, 制备了具有恒定核尺寸和可变壳厚度的核壳结构 FeBP@SiO_2 纳米颗粒, 研究磁损耗-介电损耗材料占比以及异质结构的尺寸对微波吸收性能的影响, 揭示不同壳厚度对微波吸收性能的依赖性和相应的机制。

1 实验

使用的主要化学试剂如下: $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, NH_4Cl , $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$ 和 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 作为金属前驱体; NaOH 调节溶液 pH 值; NaBH_4 作为还原剂; 反应溶液为水基。

硼氢化钠购于国药集团化学试剂沈阳有限公司, 其余所有试剂均购自麦克林试剂(上海)有限公司, 所用试剂均为分析纯级别, 没有进一步纯化处理。

在 50 mL 去离子水中依次加入 10 g $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 、4 g NH_4Cl 、12 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 和 8 g $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 在一定转速下搅拌溶解, 缓慢滴入配置好的 NaOH 溶液, 在滴加过程中使用酸度计测量溶液的 pH 值, 使得 Fe 盐溶液的 pH 值达到 9。将 2 g NaBH_4 溶入 25 mL 去离子水中, 然后以一定的速度滴入调节好 pH 的 Fe 盐溶液中, 滴完后继续搅拌反应 1 h。反应完成, 用去离子水和乙醇交替离心洗涤, 获得干净 FeBP 纳米粒子。

核壳 FeBP@SiO_2 纳米粒子合成路线如图 1 所示。取 0.2 g FeBP 纳米颗粒放入乙醇与水的混合溶液中搅拌形成悬浊液。然后分别滴加氨水(10 mL)和 7 种不同添加量的硅酸四乙酯(TEOS)。在室温下搅拌反应 3 h。反应产物用乙醇和去离子水交替离心洗涤数次后, 收集黑色粉末真空干燥, 最后得到 FeBP@SiO_2 复合材料。通过调控 TEOS 的用量, 可以获得不同 SiO_2 壳层厚度的纳米粒子。根据 TEDS 添加量和后期测量的壳层平均厚度, 7 组样品依次命名为 FS-8、FS-11、FS-22、FS-27、FS-38、FS-56、FS-87。

通过 X 射线衍射仪(XRD, D/Max 2400)测量纳米粒子的晶体结构和有序性, 使用透射电子显微镜(TEM, JEM-2100 F)研究纳米粒子的微观形貌及尺寸, 利用能量色散 X 射线光谱仪(EDS, JEOL JSM-2100 F)分析纳米粒子的成分组成, 通过振动样品磁强计(VSM, Lakeshore 7407)测试样品的磁性能。将合成的样品按 1:1 的质量比均匀分散在石蜡中, 然后压制成外径 7.0 mm、内径 3.04 mm、高度 3.0 mm 的环形样品。采用矢量网络分析仪(VNA, Keysight N5222A)对 2~18 GHz 范围内的电磁参数进行分析。

2 结果与讨论

2.1 FeBP@SiO_2 核壳纳米粒子结构与形貌分析

图 2 为 FeBP 以及不同 TEOS 用量合成的

FeBP@SiO_2 纳米粒子的 TEM 照片。从图 2 中可以看到黑色的不透明球形纳米颗粒为 FeBP, 经过包覆处理后, 有半透明的 SiO_2 壳层生成, SiO_2 均匀包覆在 FeBP 粒子表面形成核壳型的复合材料, SiO_2 壳层是 TEOS 在碱性条件下水解生成 SiO_2 颗粒后均匀生长在 FeBP 表面生成的。从图 2 中可以观察到随着 TEOS 添加量的增加, SiO_2 壳层厚度逐渐增加, 并且 SiO_2 壳层厚度较为均匀。在 TEM 表征中对每个样品至少选取 100 个粒子进行 FeBP 核尺寸统计以及 SiO_2 壳层厚度的测量分析, 得到 FeBP 的平均粒径在 180 nm 左右, 7 个添加 TEOS 的样品的壳层平均厚度分别为 8.43、11.34、22.39、27.17、38.15、55.52、86.86 nm。8 组样品的粒径统计如图 3 所示。通过控制 TEOS 用量的确起到了调控 SiO_2 厚度的作用, 实现了 FeBP 与 SiO_2 不同比例的复合材料。根据壳层厚度和 TEOS 添加量之间的关系, 可以推断壳层生长量为 134.88 nm/mL (TEOS), 该 SiO_2 壳层生长速率可为其他核壳结构 $M@\text{SiO}_2$ (M =金属氧化物、金属颗粒、碳材料等) 的精细合成提供重要的数据参考。

为了进一步研究 FeBP@SiO_2 粒子的核壳结构, 在扫描透射(STEM)模式下对单个 FeBP@SiO_2 粒子进行观察, 图 4a~4h 分别表示 Fe、Si、O、P 元素的 EDS 面分布以及总的合成图。从图中可以很直观的看出这些元素的 EDS 面分布情况, 随着 SiO_2 壳层厚度的增加, 红色的 SiO_2 越来越明显。其中 Fe 元素很明显的位于核心的位置, Si 元素则主要分布在粒子表面, O 元素则在整个粒子上的含量均较高。说明 TEOS 经过水解后生成的 SiO_2 成功的包覆在 FeBP 周围。

为了验证上述结论的准确性, 对图 5a 中单个 FeBP@SiO_2 粒子所标记的“Line”位置进行了 EDS 元素线扫描测试, 其结果如图 5b 所示。线扫描测试的方向为 Line 线段自左向右取固定间距对颗粒进行点扫描测试。由于扫描方向对应纳米核壳颗粒的直径方向,

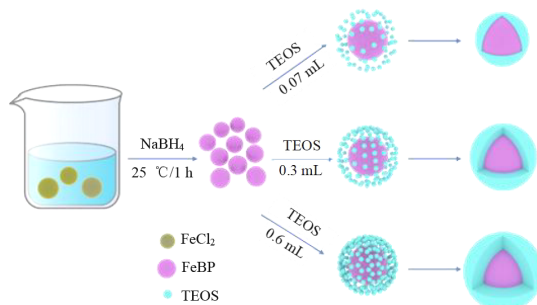


图 1 FeBP@SiO_2 核壳结构纳米粒子制备工艺

Fig.1 Preparation process of FeBP@SiO_2 core-shell structure nanoparticles

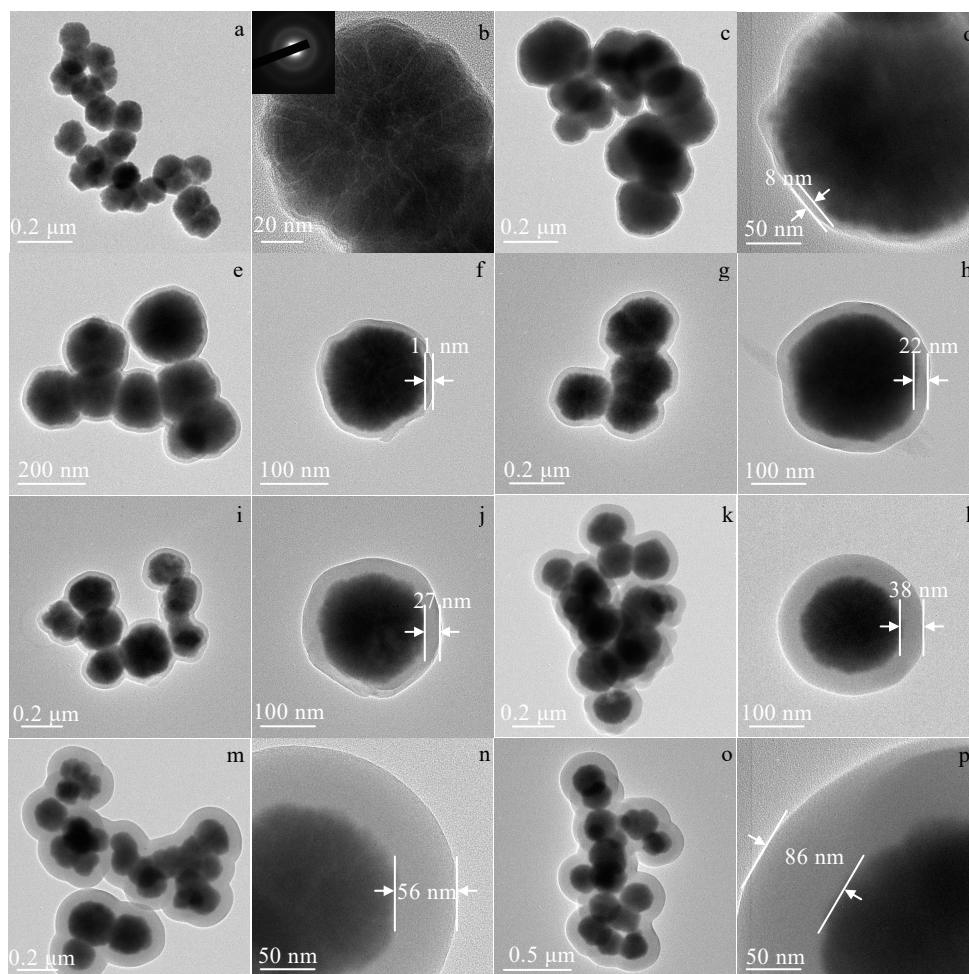


图 2 FeBP 及不同 TEOS 用量合成的 FeBP@SiO₂ 核壳纳米粒子的 TEM 照片

Fig.2 TEM images of FeBP (a-b) and FeBP@SiO₂ core-shell structure nanoparticles of FS-8 (c-d), FS-11 (e-f), FS-22 (g-h), FS-27 (i-j), FS-38 (k-l), FS-56 (m-n), and FS-87 (o-p)

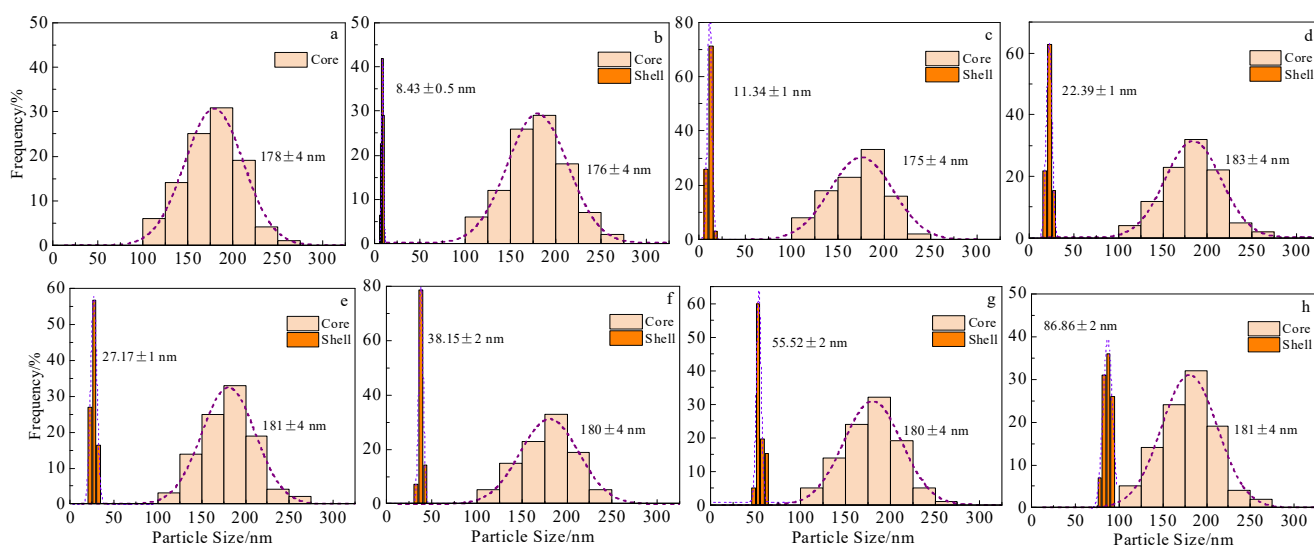


图 3 FeBP@SiO₂ 核心以及不同壳层厚度的粒径分布

Fig.3 Size distributions of core and different shell sizes of FeBP@SiO₂: (a) FeBP, (b) FS-8, (c) FS-11, (d) FS-22, (e) FS-27, (f) FS-38, (g) FS-56, and (h) FS-87

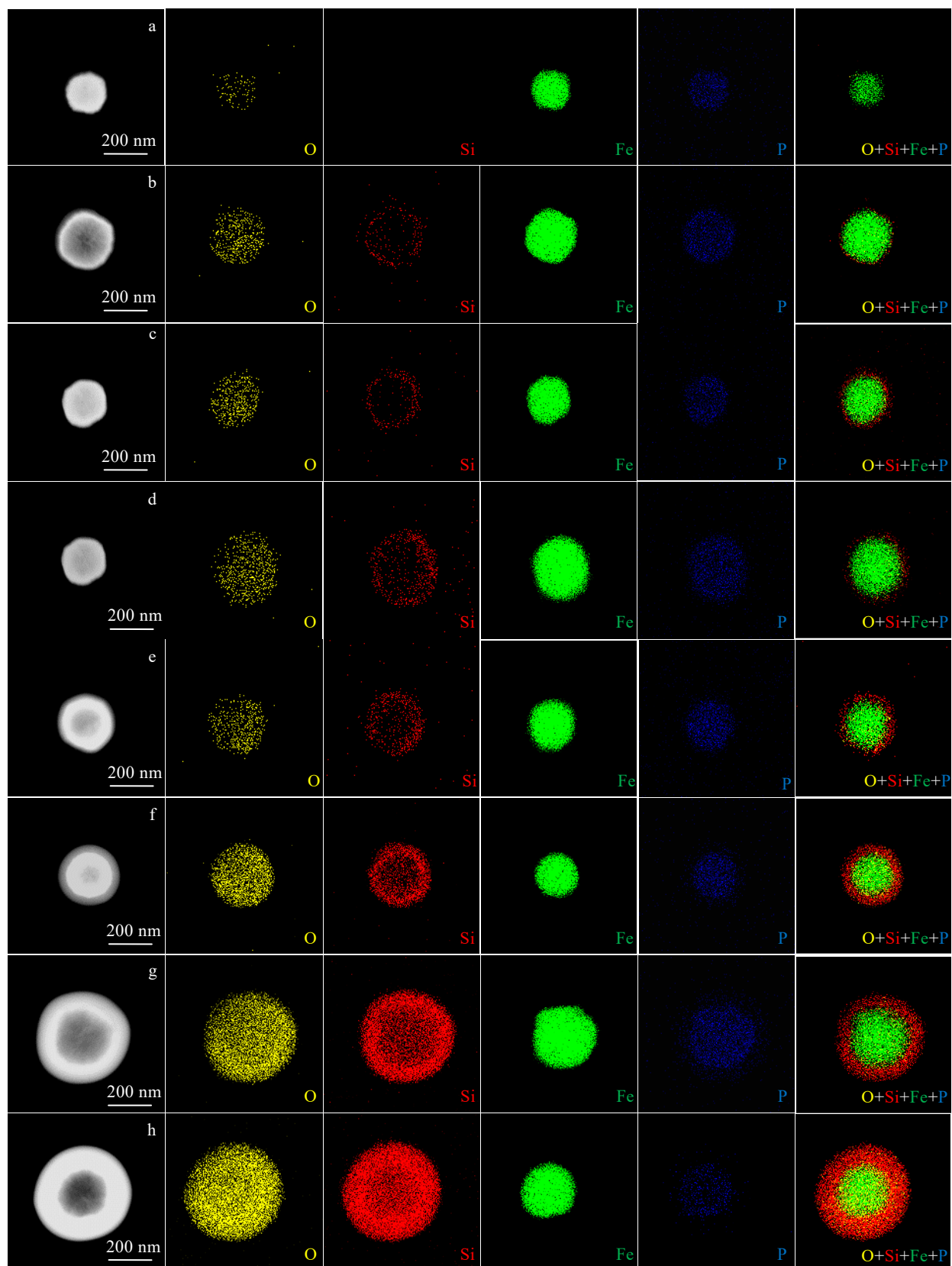
图 4 FeBP 及 FeBP@SiO₂ STEM 照片及 EDS 元素面分布

Fig.4 STEM images and EDS element mappings of FeBP and FeBP@SiO₂: (a) FeBP, (b) FS-8, (c) FS-11, (d) FS-22, (e) FS-27, (f) FS-38, (g) FS-56, and (h) FS-87

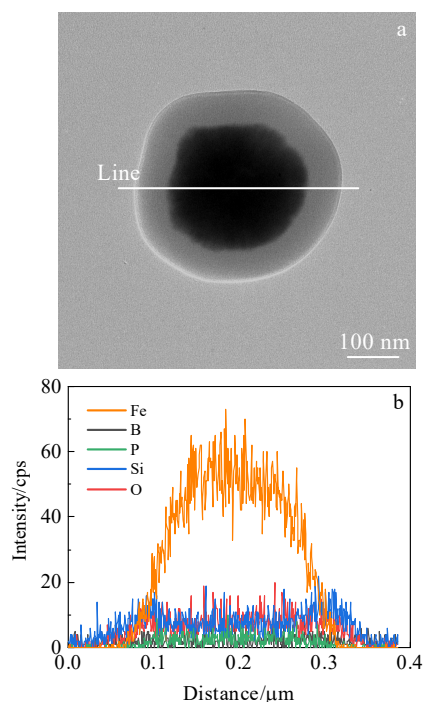


图 5 单个 FeBP@SiO₂ (FS-56) TEM 照片和 EDS 沿径向元素线扫描

Fig.5 TEM image (a) and EDS element line scanning along radial direction line (b) of single FeBP@SiO₂

因此对于壳层区域和核壳混合区域,不同的元素将会展现出不同的分布特征。由扫描结果可得,在纳米核壳的外部边缘区域即壳层中, Si 元素和 O 元素具有较高的相对比例, SiO₂ 覆盖在整个粒子表面对 FeBP 形成包裹状态。在材料的中间区域,由于 FeBP 核层厚度的逐渐增加, Fe 元素的相对含量逐步提升,越核心区域 Fe 元素占比越高, B 元素和 P 元素相对含量较少,全部位于核心区域。上述 EDS 元素线扫描以及 Color Mapping 结果证明所制备的材料为 FeBP@SiO₂ 核壳结构纳米复合材料。

为了研究制备得到的纳米核壳材料的相结构,对纳米核壳材料进行了 XRD 分析表征,如图 6 所示。从 FeBP 粒子的 XRD 图谱可以看出,图中均未发现明显的特征峰,在 40°~50°之间存在 1 个馒头峰, FeBP@SiO₂ 不同壳层厚度的 XRD 图谱显示也未发现明显的峰,不同实验条件下制备的 FeBP 以及 FeBP@SiO₂ 纳米粒子均为非晶,主要因为类金属元素 B 的添加所致。

2.2 FeBP@SiO₂ 核壳纳米粒子软磁性能

由于在 FeBP 纳米材料表面包覆了一层非磁性材料,需要确定 SiO₂ 壳层对纳米核壳材料中 Fe 元素磁性能的影响。通过振动样品磁强计 (VSM) 对不同材

料的磁性能进行了表征测试,如图 7 所示。由 VSM 表征测试结果可以发现,对于 SiO₂ 包覆后的纳米核壳材料,伴随着 Si 元素含量的提升,材料的饱和磁化强度从一开始的 FeBP 为 138.79 (A·m²)·kg⁻¹ 逐渐下降, FeBP@SiO₂ 核壳结构随着壳层厚度的提升,材料饱和磁化强度依次下降为 127.48、119.11、113.61、102.16、83.7、75.65、73.28 (A·m²)·kg⁻¹。FeBP 的矫顽力为 1324.54 A/m,伴随着 SiO₂ 壳层厚度的提升,材料的矫顽力变化不大,依次变为 1439.17、1584.04、1613.49、1720.95、1774.28、1689.91、1812.49 A/m。由上述表征结果可知,伴随着非磁性 SiO₂ 壳层厚度的提升,材料的饱和磁化强度均出现了下降,这是因为复合材料

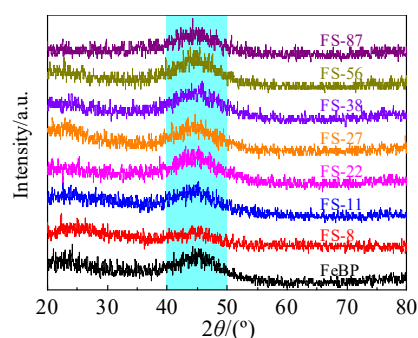


图 6 FeBP 及 FeBP@SiO₂ 的 XRD 图谱

Fig.6 XRD patterns of FeBP and FeBP@SiO₂

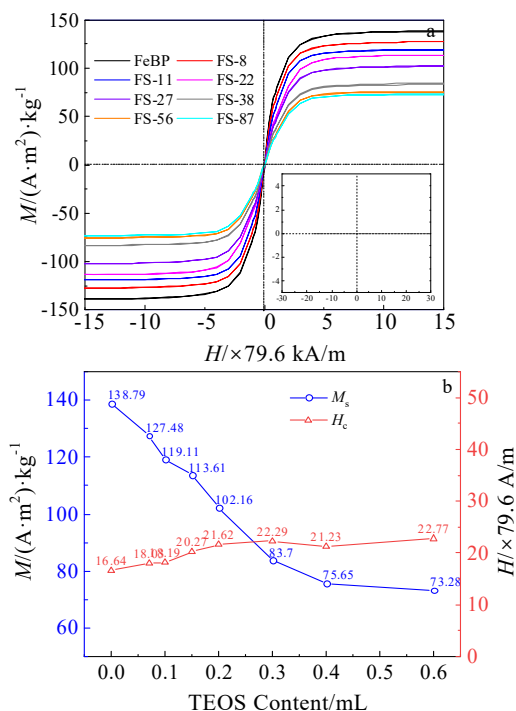


图 7 FeBP 及 FeBP@SiO₂ 的 VSM 结果

Fig.7 VSM curves of FeBP and FeBP@SiO₂: (a) hysteresis loops; (b) changes of M_s and H_c as functions of TEOS content

中提供磁性的磁性吸波剂 FeBP 占比逐渐减少, 导致与磁性物质占比相关的饱和磁化强度降低。

2.3 FeBP@SiO₂ 核壳纳米粒子吸波性能

在 2.0~18.0 GHz 的微波频率范围内研究了 FeBP 纳米球和 FeBP@SiO₂ 核壳纳米球的微波吸收特性。对于吸波材料, 电磁参数即相对复介电常数 ($\epsilon=\epsilon_r'+\epsilon_r''$) 和相对复磁导率 ($\mu=\mu_r'+\mu_r''$), 直接影响其吸波性能。实部 (ϵ_r' 和 μ_r') 表示对电能和磁能的存储能力, 虚部 (ϵ_r'' 和 μ_r'') 表示对电能和磁能的损耗能力。图 8 分别是 FeBP、FS-8、FS-38、FS-87 样品的电磁参数。图 8a 中 4 条曲线变化趋势大致一致, 随着 SiO₂ 壳层厚度的增加, 样品的复介电常数实部依次下降, 由约 5.6 逐渐下降到最低的 4.8, 顺序为 FeBP > FS-8 > FS-38 > FS-87, 材料的 ϵ_r' 逐渐靠近块状 SiO₂ 的值 (接近 4.0)^[33]。而材料的复介电常数虚部随 SiO₂ 包覆壳层厚度的提升依次增加, 说明 SiO₂ 壳层对提高材料的介电损耗能力起到了积极的作用, 并且 SiO₂ 含量越高提高的介电能力就越明显。复介电常数损耗角 ($\tan\delta_\epsilon=\epsilon_r''/\epsilon_r'$) 表现出和 ϵ_r'' 相同的趋势 (图 8c)。在图 8d 中 FeBP 的复相对磁导率在 2~18 GHz 内由约 1.8 下降到 0.8, 包覆完 SiO₂ 的样品在曲线趋势上同 FeBP 一致, 并且随着 SiO₂ 壳层厚度依次增加材料的 μ_r' 略微降低但依旧在 1.8~0.8 之间。图 8e 中的 μ_r'' 的变化趋势同 μ_r' 的变化趋势大体一致, 但是出现了总体下降的现象, 复磁导率损耗角

的变化和 μ_r'' 趋向一致。根据 μ_r 与 M_s 的比例关系, 高的饱和磁化强度可以提高磁导率, 这与得到的 VSM 变化趋势 (图 7) 相一致。值得注意的是, 在 VSM 分析中发现, 材料中 FeBP 含量占比逐渐降低导致了磁性能的非线性下降。但是复磁导率测试结果表明这不会对材料的磁损耗性能产生比较大的影响, 材料依旧保持着核壳结构的磁损耗特性。上述现象是由于材料内部核心的主要构成成分依旧为 Fe 元素, 同时在微波波段下, 材料的高频磁损耗性能会出现急剧下降, 在外部电磁场的作用下, Fe 元素依旧可以展现出相近的磁损耗性能。

通常情况下, 材料的传导损耗和极化损耗共同影响介电损耗性能 (例如离子极化、电子极化、偶极极化和界面极化)。离子极化和电子极化通常存在于更高的频率区域 (103~106 GHz), 因此不过多讨论。介电损耗曲线的波形是介电弛豫的典型行为, 这是核结构固有偶极极化导致的。绝缘体 SiO₂ 的电导率明显低于 FeBP, 随着 SiO₂ 含量的增加, FeBP@SiO₂ 的导电性降低, 导致介电损耗实部降低。

根据传输线理论, 反射损耗 (RL) 可以通过将微波吸收体的相对复介电常数和磁导率代入以下方程来计算:

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

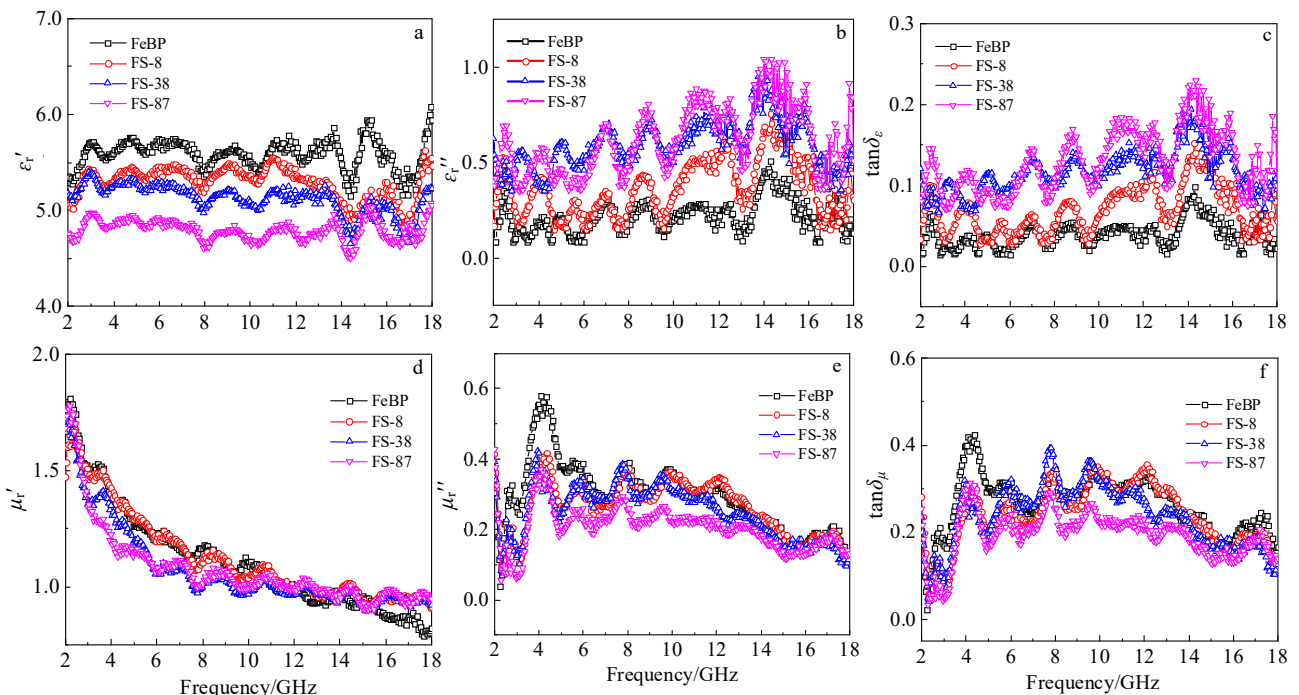


图 8 FeBP 及 FeBP@SiO₂ 的电磁参数

Fig.8 Electromagnetic parameters of FeBP and FeBP@SiO₂: (a) ϵ_r' , (b) ϵ_r'' , (c) $\tan\delta_\epsilon$, (d) μ_r' , (e) μ_r'' , and (f) $\tan\delta_\mu$

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

式中, Z_{in} 是吸波体的阻抗输入, Z_0 是自由空间阻抗, f 为入射电磁波频率, d 是吸收涂层的厚度, c 为真空电磁波传播速度。

图 9 是 FeBP 以及 FeBP@SiO₂ 纳米粒子在 2.0~18.0 GHz 的微波频率范围内, 在吸收涂层厚度范围为 0~5.0 mm 的反射损耗 (RL) 三维映射图以及底部投影图, 样品均在高频波段表现出优异的微波吸收性能。当 SiO₂ 壳层厚度为 38 nm 时, FeBP@SiO₂ 复合材料具有最佳吸波性能, FeBP 在 17.5 GHz, 在吸收涂层厚度为 2.03 mm 时可以达到反射损耗最低值, 为 -42.57 dB。随着 SiO₂ 包覆壳层厚度的增加, FeBP@SiO₂ 样品的最低反射损耗呈现先降低后升高的趋势, FS-8、FS-38、FS-87 的最低反射损耗依次为 -46.86、-52.66 dB、-41.53 dB, 这可能跟 ϵ 和 μ 的变化趋势有关。FS-38 吸波性能最优, 在吸收涂层厚度为 2.19 mm 下最小 RL 值为 -52.66 dB, 显著高于纯 FeBP, 增幅达 23.7%。除了最低反射损耗有所提高, 另一表征吸波性能强弱的关键——吸波带宽也有所提升。

FeBP < -10 dB 的吸波频率范围在 2.68 mm 处达到了 6.6 GHz (10.5~17.1 GHz) 的宽度, 在样品包覆 SiO₂ 壳层后吸波带宽得到了有效提升, FS-8、FS-38、FS-87 分别在吸收涂层厚度为 2.59、2.42、2.57 mm 时 RL < -10 dB 的吸收带宽达到了 6.9 GHz (10.7~17.6 GHz)、6.9 GHz (10.6~17.5 GHz) 和 7.5 GHz (9.6~17.1 GHz), 并且吸收厚度也有所降低。通过包覆介电材料 SiO₂ 壳层后, FeBP@SiO₂ 的微波吸收性能不仅是最低反射损耗还是微波吸收带宽都得到了提高。材料的综合微波吸收性能得到了提高。

不同吸收涂层厚度下, 样品的 RL 值随微波频率的变化如图 9c1~9c4 所示。很明显, 随着吸收涂层厚度的增加, RL 的最小峰值位置向低频方向移动, 这种现象可以通过 1/4 波长抵消模型来描述^[34]。微波能量损失机制可归因于电磁波干扰损失。在一定厚度下, 由于反相, 来自吸收器上下界面的反射微波互相抵消。在这种情况下, 反射损耗最小。频率越高, 波长越短, 可以在吸收涂层厚度越薄的情况下实现相位反转。这解释了最小反射损耗的峰值位置随厚度变化的原因^[35-36]。

图 10 为核壳纳米球 FeBP@SiO₂ 的微波吸收机制。

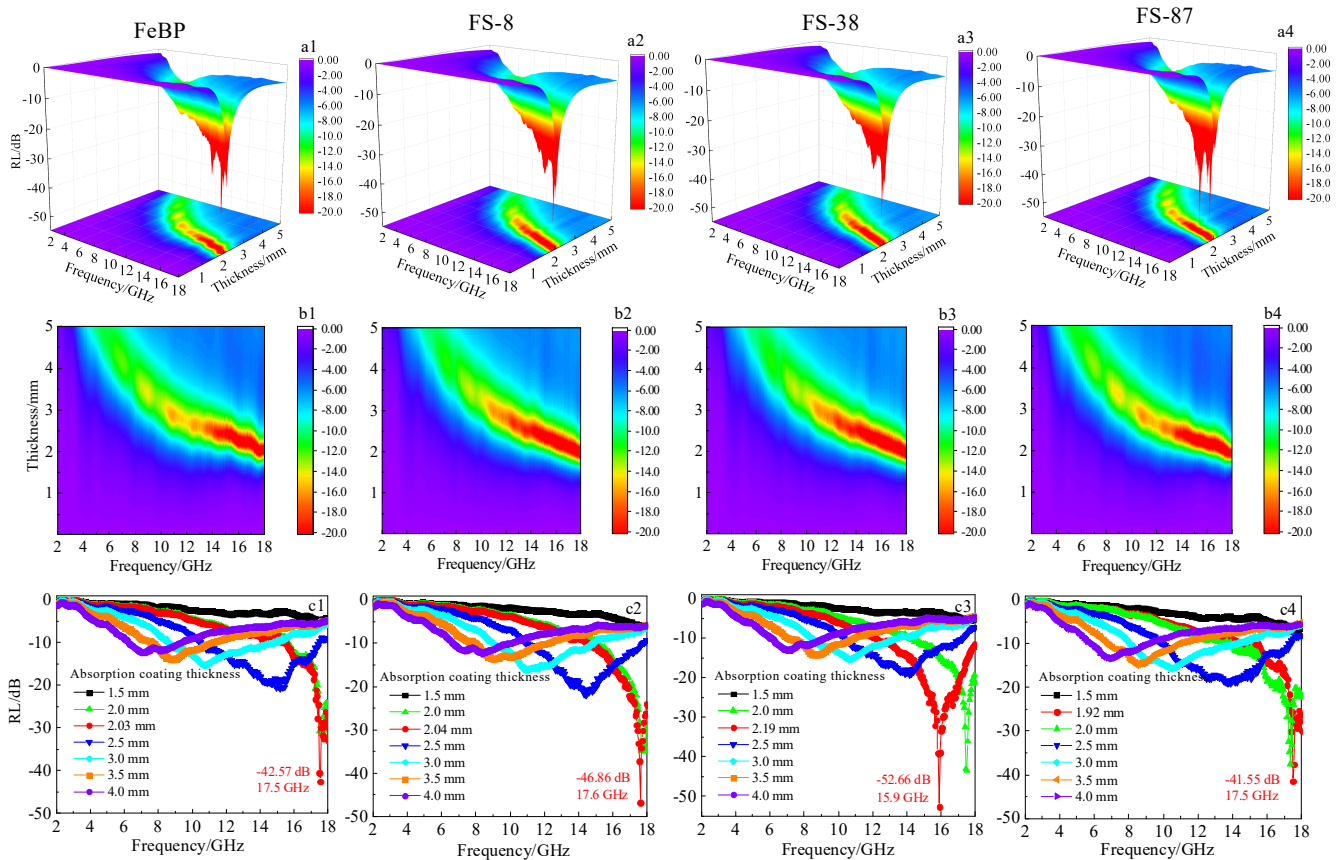


图 9 FeBP 及 FeBP@SiO₂ 的反射损耗

Fig.9 Reflection loss of FeBP and FeBP@SiO₂; (a1-a4) 3D maps of RL values varying with frequency and absorption coating thickness; (b1-b4) thickness vs frequency; (c1-c4) reflection loss vs frequency

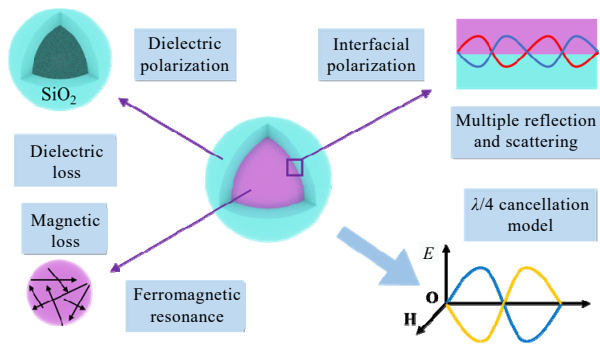


图 10 FeBP@SiO₂ 核壳结构纳米复合材料微波吸收机制示意图

Fig.10 Schematic diagram of microwave absorption mechanism of FeBP@SiO₂ nanocomposites with core-shell structure

首先,介电材料 SiO₂ 外壳层提供了绝缘网络,既提高材料的抗氧化能力又能为复合材料提供介电损耗以及介电极化。其次,核壳纳米粒子中形成了 FeBP 和 SiO₂ 之间的界面,大量的界面会导致微波的多次反射、散射和界面极化,从而提高微波的衰减能力。再次,FeBP 纳米球作为磁性材料可以为进一步耗散微波能量提供磁损耗。最后,当微波吸收体厚度满足 1/4 波长对消模型时,会发生微波的破坏性干扰,这可以使 RL 达到最佳值。

3 结 论

1) 采用化学还原和溶胶凝胶相混合的简便方法合成了 FeBP@SiO₂ 核壳结构的纳米颗粒,并设计了恒定 FeBP 核尺寸和可变 SiO₂ 壳厚度。核壳结构中 FeBP/SiO₂ 占比对复合材料吸波性能有显著的影响。随着 SiO₂ 壳层厚度的增加,材料微波吸收能力先增大后减小。

2) 适当的 SiO₂ 壳层厚度可以提高 FeBP@SiO₂ 的微波吸收性能。当 SiO₂ 壳层厚度为 38 nm 时,FeBP@SiO₂ 复合材料具有最佳吸波性能,吸收涂层厚度为 2.42 mm 时有效带宽达到 6.9 GHz,在吸收涂层厚度为 2.19 mm 下最小 RL 值为-52.66 dB,显著高于纯 FeBP,增幅达到 23.7 %。

3) 该增强的微波吸收性能主要来自介电损耗,包括电导率损耗、界面极化和偶极极化,改善了阻抗匹配性能。本研究为通过调整外壳厚度设计下一代先进的复合微波吸收材料提供了重要参考。

参考文献 References

[1] Li Y X, Liu R G, Pang X Y et al. *Carbon*[J], 2018, 126: 372

- [2] Bao Y, Guo R Y, Liu C et al. *Ceramics International*[J], 2020, 46(15): 23 932
- [3] Liu P B, Zhu C Y, Gao S et al. *Carbon*[J], 2020, 163: 348
- [4] Zhou X F, Wang B B, Jia Z R et al. *Journal of Colloid and Interface Science*[J], 2021, 582: 515
- [5] Huang L N, Chen C G, Li Z J et al. *Nanotechnology*[J], 2020, 31(16): 162 001
- [6] Wu F, Liu P, Wang J Q et al. *Journal of Colloid and Interface Science*[J], 2020, 577: 242
- [7] Chen Z H, Mu D W, Liu T H et al. *Journal of Colloid and Interface Science*[J], 2021, 582: 137
- [8] Xu J M, Xia L, Luo J H et al. *ACS Appl Mater Interfaces*[J], 2020, 12(18): 20 775
- [9] Lei C X, Zhang Y Z, Liu D Y et al. *ACS Appl Mater Interfaces*[J], 2020, 12(23): 26 485
- [10] Wang B C, Ji Y, Mu C P et al. *Applied Surface Science*[J], 2022, 591: 153 176
- [11] Liu P B, Gao S, Wang Y et al. *Carbon*[J], 2020, 170: 503
- [12] Li Y X, Chen X Y, Wei Q et al. *Science Bulletin*[J], 2020, 65(8): 623
- [13] Guo C, Yang Z H, Shen S L et al. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2018, 454: 32
- [14] Wang Jianjiang (王建江), Cai Xudong (蔡旭东), Wen Jinhua (温晋华) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(10): 3072
- [15] Xie X B, Wang B L, Wang Y K et al. *Chemical Engineering Journal*[J], 2022, 428: 131 160
- [16] Sista K S, Dwarapudi S, Kumar D et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 853: 157 251
- [17] Wu Jiali (吴佳丽), Zhou Bingwen (周秉文), Huo Lishan (霍利山) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(2): 622
- [18] Zheng X L, Feng J, Pu F Z et al. *Advanced Powder Technology*[J], 2016, 27(2): 704
- [19] Yuan J, Li C F, Yang B et al. *Materials Characterization*[J], 2018, 136: 94
- [20] Wei H Y, Zhang Z P, Hussain G et al. *Applied Materials Today*[J], 2020, 19: 100 596
- [21] Li Y X, Liu X F, Liu R G et al. *Carbon*[J], 2018, 139: 181
- [22] Wu Z C, Cheng H W, Jin C et al. *Advanced Materials*[J], 2022, 34(11): 2 107 538
- [23] Zhang X F, Dong X L, Huang H et al. *Applied Physics Letters*[J], 2006, 89(5): 53 115
- [24] Li X L, Yin X W, Song C Q et al. *Advanced Functional Materials*[J], 2018, 28(41): 1 803 938

- [25] Wu Z C, Yang Z Q, Jin C *et al.* *ACS Appl Mater Interfaces*[J], 2021, 13(4): 5866
- [26] Li Y X, Liao Y J, Ji L Z *et al.* *Small*[J], 2022, 18(4): 2107265
- [27] Hu F F, Nan H, Wang M Q *et al.* *Ceramics International*[J], 2021, 47(12): 16579
- [28] Zhao B, Shao G, Fan B B *et al.* *Phys Chem Chem Phys*[J], 2015, 17(14): 8802
- [29] Wei S, Chen T, Wang Q *et al.* *Journal of Colloid and Interface Science*[J], 2021, 593: 370
- [30] Li S P, Huang Y, Ding X *et al.* *J Mater Sci: Mater Electron*[J], 2017, 28(21): 15782
- [31] Yang Y, Li Z W, Neo C P *et al.* *Journal of Physics and Chemistry of Solids*[J], 2014, 75(2): 230
- [32] Zhou Y Y, Xie H, Zhou W C *et al.* *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2018, 446: 143
- [33] Mishra R R, Sharma A K. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*[J], 2016, 81: 78
- [34] Wang B C, Wei J Q, Yang Y *et al.* *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2011, 323(8): 1101
- [35] Zeng X J, Cheng X Y, Yu R H *et al.* *Carbon*[J], 2020, 168: 606
- [36] Wang L, Li X, Shi X F *et al.* *Nanoscale*[J], 2021, 13(4): 2136

Controllable Preparation and Microwave Absorbing Properties of FeBP@SiO₂ Core-Shell Nanocomposites

Wan Xinyu¹, Zhao Dong^{1,2}, Xiang Ling¹, Chang Ling^{1,2}, Wang Qunshou¹, Pei Wenli¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

(2. School of Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

Abstract: Core-shell FeBP@SiO₂ nanoparticles were prepared by a facile method. This method combines chemical reduction and sol-gel to realize the controllable core-shell structure of composite particles. By changing the thickness of SiO₂ shell, the effect of shell thickness on microwave absorption performance was studied, and the microwave absorption mechanism was analyzed. Results show that with increasing the SiO₂ shell thickness, the microwave absorption capacity of the particles is increased firstly and then decreased. When the thickness of the SiO₂ shell is 38 nm, the FeBP@SiO₂ sample has the strongest microwave absorption performance, and the sample with the absorption coating thickness of 2.19 mm obtains better absorption performance (−52.66 dB). This enhanced microwave absorption performance is mainly attributed to the new magnetic-dielectric interface, which improves the impedance matching and dielectric loss of the material. By designing the core-shell structure of the composite particles, the performance regulation of the composite absorber can be achieved. Therefore, this work provides an important reference for the design of the next generation composite microwave absorbing materials.

Key words: core-shell structure; microwave absorption; nanoparticles; FeBP; SiO₂

Corresponding author: Pei Wenli, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, P. R. China, Tel: 0086-24-83691573, E-mail: peiwl@atm.neu.edu.cn