

MOCVD方法在SrFe₁₂O₁₉表面生长Fe薄膜及其吸波性能^{*}

刘渊 刘祥萱 王焯军 陈鑫

(第二炮兵工程大学 603 教研室, 西安 710025)

摘要 采用金属有机化学气相沉积(MOCVD)工艺, 以高纯 Fe(CO)₅ 和 SrFe₁₂O₁₉ 为原料, 高纯 N₂ 为载气, 在 SrFe₁₂O₁₉ 表面沉积连续 Fe 膜, 从而制得 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 复合材料. 用 XRD, SEM, EDS 和矢量网络分析仪对粉末的结构及电磁性能进行表征并对其吸波性能进行研究. 结果表明, SrFe₁₂O₁₉ 表面沉积的膜层为纯 α-Fe 相, 厚度约为 0.5 μm, 沉积薄膜比较均匀完整地覆盖在 SrFe₁₂O₁₉ 表面. SrFe₁₂O₁₉ 表面沉积 α-Fe 膜后, 其电磁性能发生了明显改变, 吸波性能有了较好改善. 沉积时间 30 min 时制备的样品有最佳的吸波效果, 涂层厚度为 1.5~3 mm 时, 最小反射率均低于 -19 dB, 在 6.8~18 GHz 均能实现吸波强度低于 -10 dB. 随着厚度的增加, 反射率峰值先减少后增加, 厚度为 2.0 mm 时, 在 11.6 GHz 处达到最小值为 -21.2 dB.

关键词 羰基铁, 金属有机化学气相沉积, 电磁, 吸波性能

中图分类号 TB383, TM 277 文献标识码 A 文章编号 0412-1961(2014)09-0000-00

Fe THIN FILMS GROWN ON SURFACE OF SrFe₁₂O₁₉ BY MOCVD

METHOD AND ITS ABSORBING PROPERTIES

LIU Yuan, LIU Xiangxuan, WANG Xuanjun, CHEN Xin

No.603 Faculty, Xi'an Research Institute of High Technology, Xi'an 710025

Correspondent: LIU Xiangxuan, professor, Tel: (029) 83348158, E-mail:xiangxuanstudy@sina.cn

Supported by Natural Science Foundation of Shaanxi Province (No.2012SXJJ005)

Manuscript received 2013-11-27, in revised form 2014-04-21

ABSTRACT Nowadays, more and more researchers pay attention to the microwave absorbing materials with the increase of electromagnetic pollution and the development of stealth technology for military platforms. Traditional microwave absorbers, such as ferrite, metal powder, conductive magnetic fibers, magnetic flake powder, and nanoparticles and so on, are facing some common problems such as large specific gravity, narrow absorption bandwidth, large match thickness and poor absorption performance. Composites with core-shell structures are becoming promising microwave absorbing material because such structure can exhibit magnetic and dielectric characteristics through the proper selection of core and shell materials. Thus, Fe(CO)₅ deposition on the SrFe₁₂O₁₉ surface has been considered for the fabrication of a new composite that possesses the advantages of these two materials. This new composite might also obtain remarkable microwave absorption through thin layer absorbers in the entire 2 to 18 GHz frequency range. The Fe-SrFe₁₂O₁₉ composites with core-shell structures were prepared by metal organic chemical vapor deposition (MOCVD) using the SrFe₁₂O₁₉ and iron pentacarbonyl [Fe (CO)₅] as the precursors. XRD, SEM, EDS and a vector network analyzer were used to characterize the structure and electromagnetic properties of the samples. The structure and morphology analyses show that the composites have

* 陕西省自然科学基金资助项目 2012SXJJ005

收到初稿日期: 2013-11-27, 收到修改稿日期: 2014-04-21

作者简介: 刘渊, 男, 1986年生, 博士生

DOI: 10.11900/0412.1961.2013.00774

complete core-shell structures with $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ as core and Fe layers as shell. Fe nanoparticles were uniformly deposited on the surface of $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ with thickness of about $0.5\mu\text{m}$ at the reaction temperature of $180\text{ }^\circ\text{C}$ with N_2 flow rate of 30 mL/min for 30 min . Simulation studies show that $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ electromagnetic properties changed significantly and the absorbing properties got evidently improvement after Fe deposited on its surface. The samples prepared with deposition time of 30 min have the best absorbing properties. A reflection loss (RL) value exceeding -10 dB in the range of $6.8\sim 18\text{ GHz}$ frequency was obtained by selecting an appropriate thickness of the absorber layer from 1.5 to 3.0 mm . Moreover, a minimum RL of -21.2 dB at 11.6 GHz was obtained for a 2.0 mm -thick layer. Fe-deposited $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ by MOCVD can significantly improve the electromagnetic properties of $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ and Fe - $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ composites could be used as an effective microwave absorption material.

KEY WORDS carbonyl iron, MOCVD, electromagnetic, microwave absorption

随着电子工业迅速发展,电磁辐射已成为一种新的环境污染,其对各种电子设备的干扰及人体健康的危害也逐渐引起研究人员的广泛关注^[1,2].目前抗干扰和防护手段主要是采用电磁屏蔽和抗电磁干扰技术,使得对吸波材料的研究成为热点问题^[3-5].在吸波材料的基础研究中,研制高性能吸波剂是吸波材料的技术核心.

$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 凭借较大的磁各向异性、高的矫顽力、稳定的化学性质而被广泛用在电磁波吸收材料等诸多领域^[6-8].羰基铁(CI)因其制备工艺简单、成本低、磁损耗角大等优点,在吸波材料中得到了广泛应用^[9-12].同时,CI在高频段具有较好的介电性能,通过调节其在复合材料中的含量可以有效调节电磁参数^[13].当前鲜有利用磁性金属在 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 表面生长微纳米金属壳层的研究.Pan等^[14-16]通过化学镀的方法在 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 表面包覆了一系列磁性金属,发现磁性金属与 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 的吸波性能具有互补性.这种“核壳型”特殊结构或核与壳界面之间的交互作用对电磁波的吸收也会做出贡献.本课题组前期研究^[17,18]对 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 进行了Nd-Co和La-Co改性掺杂,并在La-Co改性掺杂后的粉体表面沉积了Fe膜,改善了 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 的吸波性能.但是,稀土元素价格较贵,不利于其实际应用.因此,有必要研究采用一步反应,直接在 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 表面进行Fe薄膜沉积的方法.

本工作以高纯 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 和 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 为原料,高纯 N_2 为载气,采用金属有机化学气相沉积(metal organic chemical vapor deposition, MOCVD)方法在微纳米尺度上对复合吸波剂进行结构设计和化学修饰,制备出Fe- $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 复合材料,对其微观结构、电磁性能进行了初步研究.

1 实验材料及方法

按 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 化学式中化学计量比称取分析纯 $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 和 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 于烧杯中,加入一定量去离子水配成溶液,然后向溶液中加入与金属离子相同摩尔质量的柠檬酸,搅拌 30 min 后形成均一透明溶液.在不断搅拌下向混合溶液中滴入质量分数为 25% 的 $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ 调节溶液 $\text{pH}=7$,将盛有该溶液的烧杯置于水浴锅中($80\text{ }^\circ\text{C}$),不断搅拌加热蒸发,形成黏稠的湿凝胶,将湿凝胶转入干燥箱恒温干燥($120\text{ }^\circ\text{C}$),得到棕黄色的干凝胶.干凝胶在电炉上点燃得到 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 的前驱体粉.将前驱体粉末在 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 下(升降温速率为 $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$,降至 $300\text{ }^\circ\text{C}$ 后自然冷却)热处理 3 h 得到 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 粉末.

将 5 g $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 粉末和 15 mL 五羰基铁 $[\text{Fe}(\text{CO})_5]$ 分别加入到反应器和蒸发器中,接通 N_2 ,将管路中的空气全部吹出,关闭气源,同时关闭反应器和蒸发器之间的阀门.将 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 和 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 加热到 $180\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 时打开反应器和蒸发器之间的阀门,同时 N_2 以 30 mL/min 的流量将 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 蒸汽吹入到反应器中.在实验过程中必须不断地搅拌,以保证Fe均匀的包覆在 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 的表面. N_2 的流量大小通过气体流量计控制; $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 采用HH-SA数显恒温油浴锅加热,进入反应器之前的管路都包覆有一层保温套,防止气态 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 在低温处凝结,造成管路不畅. $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 蒸汽吹入时间分别为 $10, 30$ 和 60 min ,最后样品在 N_2 保护下冷却、收集.

采用Rigaku D/max-2400X型射线衍射仪(XRD)进行物相分析(Cu靶, K_α 射线,波长 $\lambda=0.15418\text{ nm}$,靶电压 40 kV ,靶电流 100 mA ,步进扫描,步长 0.02° ,扫描速率 $15\text{ }^\circ/\text{min}$,扫描范围 $15^\circ\sim 80^\circ$),使用VEGA II

XMU INCN 型扫描电子显微镜(SEM)研究样品形貌, 利用 INCA 7718 型能谱(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, 以石蜡为基体制备同轴测试样(石蜡质量分数 40%, 吸波剂质量分数 60%), 制备方法参见文献[3]. 采用 RAM 反射率弓形测量法测试吸波涂层的反射率, 以环氧树脂为基体, 聚酰胺为固化剂, 吸波剂的质量分数为 60%, 涂层具体制备方法见文献[9].

2 结果与讨论

2.1 XRD 分析

图 1 为不同反应时间 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 样品的 XRD 谱. 通过对比 SrFe₁₂O₁₉ 和 α -Fe 标准图谱可以发现, 所有样品均在 $2\theta=44.5^\circ$ 左右出现了比较明显的 α -Fe 的特征峰, 同时随着沉积时间的增加, SrFe₁₂O₁₉ 的特征衍射峰逐渐减弱, α -Fe 在 44.5° 处(110)晶面取向不断增强. 使用 Jade5.0 软件应用 RIR 方法计算得到, 10, 30 和 60min 样品中 α -Fe 的相对含量分别为 11%, 20%, 26%.

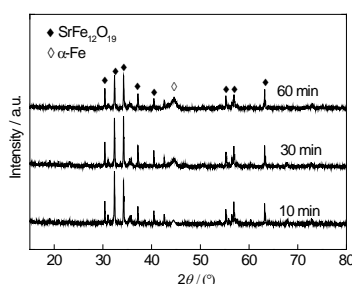
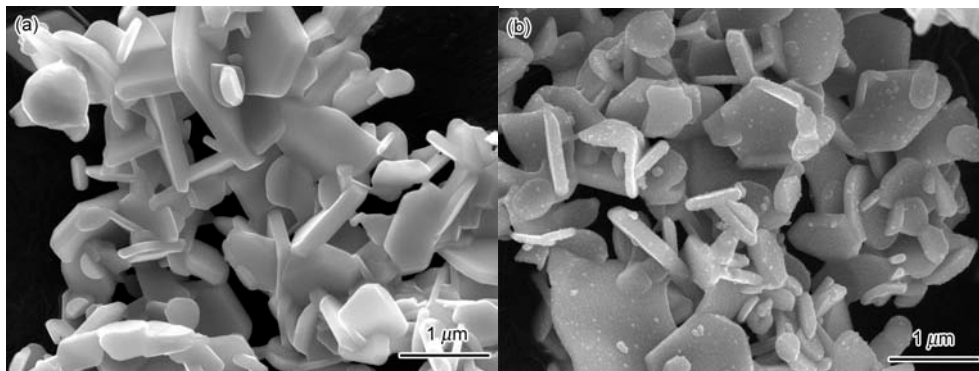


图 1 不同反应时间 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 的 XRD 谱

Fig.1 XRD spectra of Fe-SrFe₁₂O₁₉ after different reaction times

2.2 SEM 分析

图 2 为 SrFe₁₂O₁₉ 和不同沉积时间下 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 粉体的 SEM 像. 图 2a 为本工作制备的 SrFe₁₂O₁₉, 可见其晶体结构明显, 具有比较完美的六角形状. 由图 2b 可知, 当反应时间过短时(10 min), 生成的 Fe 的相对数量比较少, 颗粒细小弥散, 使得 SrFe₁₂O₁₉ 表面不能被 Fe 完全覆盖. 由图 2c 和图 2d 可知, 随着沉积时间增加(30~60 min), Fe 颗粒由分散的粒状排列逐渐形成连续致密的薄膜, SrFe₁₂O₁₉ 颗粒表面完全被 Fe 层覆盖, 包覆层厚度逐渐增加, 说明在一定的时间内, Fe 的产率随着反应时间的增加呈增长趋势.



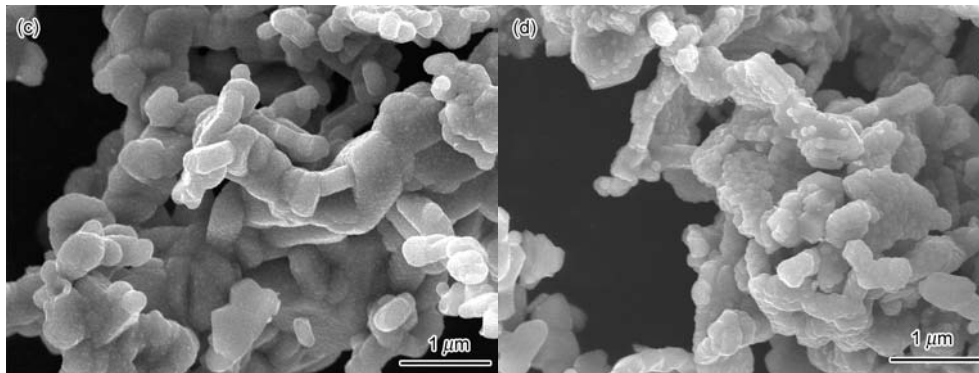


图2 SrFe₁₂O₁₉ 和不同反应时间 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 的 SEM 像

Fig.2 SEM images of SrFe₁₂O₁₉ (a) after reaction times of 10 min (b), 30 min (c) and 60 min (d)

使用环氧树脂对样品进行冷镶、打磨、抛光处理, 利用 SEM 对 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 的截面进行观察, 并对其进行 EDS 分析. 从图 3a 中可以看出, 样品的截面清晰, SrFe₁₂O₁₉ 颗粒表面包覆了一层连续的光亮物质, 通过颜色的差别可以明显的区分出 α-Fe 壳层和 SrFe₁₂O₁₉ 核. 利用电子尺对壳层的厚度进行测量, 其平均厚度在 0.5 μm 左右. 图 3b 为样品壳层 EDS 分析, 通过 Fe, Sr, O 分布情况, 结合 XRD 分析结果, 可以确认包覆层为单质 Fe, 说明所制得的样品为具有核壳结构的 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 粉体.

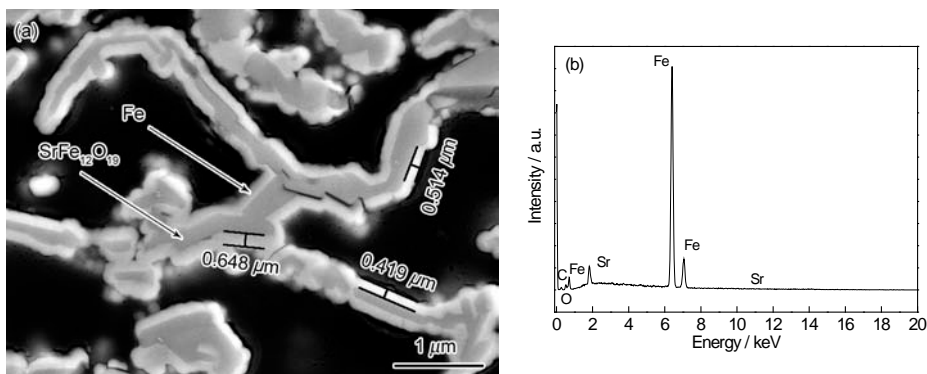
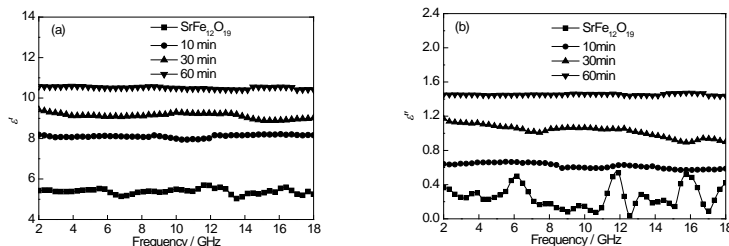


图3 SrFe₁₂O₁₉@Fe 截面的 SEM 像和 EDS 分析

Fig.3 SEM photograph (a) of Fe -SrFe₁₂O₁₉ and the EDS analysis (b)

2.3 电磁参数分析

图 4 为不同反应时间 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 的复介电常数(ε', ε'')和复磁导率(μ', μ''). 由图 4a 和图 4b 可以看出, 随着反应时间的增加, 样品复介电常数的实部(ε')和虚部(ε'')都会逐渐增大, 比 SrFe₁₂O₁₉ 的复介电常数有很大程度的提高. 结合样品的 XRD 和 SEM 分析可知, 随着反应时间的增加, α-Fe 壳层的厚度逐渐变厚, 含量增大, 使得样品的介电损耗增强, 表现为复介电常数逐渐增大. 由图 4c 可见, 包覆后样品的磁导率实部(μ')都比未包覆之前的大. 随着沉积时间的增加, μ' 逐渐增大, 在沉积时间为 60 min 达到最大. 图 4d 可见, 样品复磁导率的虚部(μ'') 随着沉积时间的增大逐渐减小. 在 5~7 GHz 之间 SrFe₁₂O₁₉ 的 μ'' 存在共振损耗峰, 但包覆后的样品该共振峰已消失, 同时在 2~7 GHz 频段 SrFe₁₂O₁₉ 的 μ'' 比所有的包覆后的样品的 μ'' 都要大, 但随后随着频率的增大, 逐渐减小, 11~18 GHz 比所有的包覆后的样品的 μ'' 都要小.



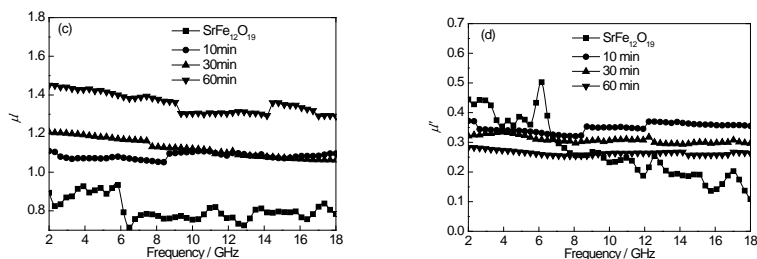


图 4 SrFe₁₂O₁₉ 和不同反应时间 Fe -SrFe₁₂O₁₉ 样品的电磁参数

Fig. 4 Real (a, c) and imaginary (b, d) parts of the complex permittivity (a, b) and permeability (c, d) of SrFe₁₂O₁₉ and Fe -SrFe₁₂O₁₉ (ϵ' —real part of permittivity, ϵ'' —imaginary part of permittivity, μ' —real part of permeability, μ'' —imaginary part of permeability)

在微波频段内，材料的介电损耗来自于自身极化和界面极化，SrFe₁₂O₁₉ 与 α -Fe 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。一般的微波磁性材料的磁损耗主要来源于涡流损耗、磁化矢量转动、自然共振和磁畴壁共振^[19]。磁化矢量转动只有在强磁场下才能发生，磁畴壁共振发生在多畴壁材料中^[20]。因此，Fe -SrFe₁₂O₁₉ 的磁损耗主要由自然共振和涡流损耗引起。如果 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 的磁损耗只来自涡流损耗，则 $f^{-1}(\mu')^{-2}\mu''$ 的数值是个常数(f 为频率)，不会随着频率的变化而发生改变^[21]。图 5 为 Fe -SrFe₁₂O₁₉ 的 $f^{-1}(\mu')^{-2}\mu''$ 值与频率的关系图。可见，随着频率的升高，其数值表现出下降趋势，因此 Fe -SrFe₁₂O₁₉ 的磁损耗主要为自然共振。

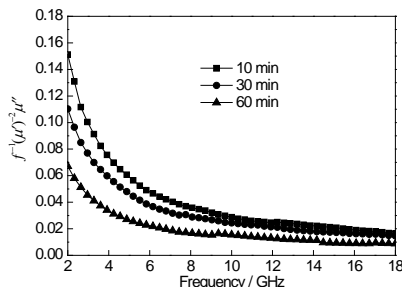


图 5 Fe -SrFe₁₂O₁₉ 的 $f^{-1}(\mu')^{-2}\mu''$ 值与频率的关系

Fig.5 Values of $f^{-1}(\mu')^{-2}\mu''$ versus frequency of Fe -SrFe₁₂O₁₉ (f —frequency)

材料要有好的吸波效果必须满足 2 个条件：一是电磁波必须要尽可能多的进入到材料内部，即好的匹配特性；二是材料必须能消耗进入的电磁波，即要有大的衰减常数 α ^[22]。因为铁氧体材料具有较好的电磁匹配性能，所以提高其消耗电磁波的能力就显得更为重要。分析图 6 可知，SrFe₁₂O₁₉ 表面生长 Fe 薄膜后，其衰减常数 α 明显增大，这意味着 Fe -SrFe₁₂O₁₉ 的吸波性能要优于单纯的 SrFe₁₂O₁₉。沉积时间为 30 min 制备的样品，其衰减常数 α 较大。

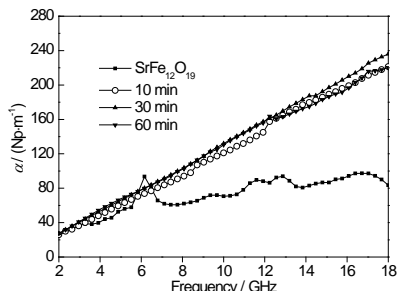


图 6 SrFe₁₂O₁₉ 和 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 的衰减常数

Fig.6 Attenuation constant α of SrFe₁₂O₁₉ and Fe-SrFe₁₂O₁₉ (α —decay constant)

2.4 吸波性能分析

根据传输线理论^[23,24], 结合测试得到的电磁参数, 计算了 SrFe₁₂O₁₉ 和沉积时间 30min 样品的反射率, 结果如图 7 所示. 可见, 单独使用 SrFe₁₂O₁₉ 作为吸收剂时, 其匹配厚度较大(5 mm 左右), 匹配点较少, 吸波效果较差(图 7a); 以 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 为吸收剂, 吸波效果得到了明显改善, 其匹配厚度明显减少, 且在不同厚度下存在多个匹配点(图 7b).

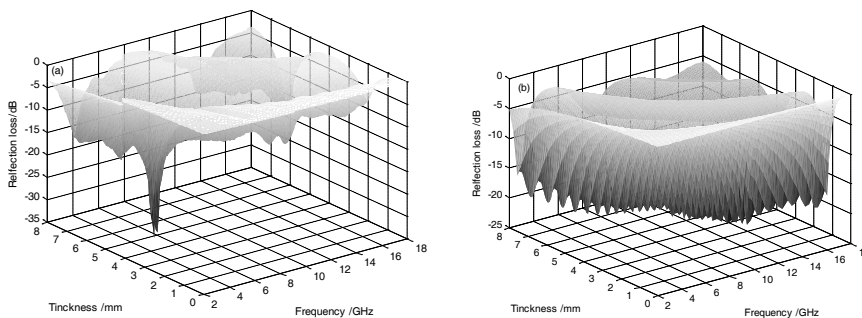


图 7 SrFe₁₂O₁₉ 和 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 样品的三维吸波效果图

Fig.7 Three-dimensional microwave absorbing renderings of SrFe₁₂O₁₉ (a) and Fe-SrFe₁₂O₁₉ (b)

为了更加直观的反映 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 的吸波效果, 计算了厚度为 1.5~3.0 mm 之间 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 的反射率, 如图 8a 所示. 随着厚度的增加, 反射率峰值逐渐向低频移动. 这是由于:

$$f_m = \frac{c}{2\pi\mu''d}$$

式中, f_m 为匹配频率, c 为真空中光速, d 为厚度, μ'' 为复磁导率虚部^[25]. 可见, 厚度增加会导致 f_m 向低频移动. 随着厚度的增加, 反射率峰值先减少后增加, 在厚度为 2.0 mm 时, 达到最小值为 -21.2 dB; 在 1.5 ~ 3.0 mm 之间, 最小反射率均低于 -19 dB, 其反射率小于 -10 dB 的有效带宽为 11.2 GHz (6.8~18 GHz).

选择模拟吸波效果最好的 2.0mm 厚度的 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 制备涂层并进行吸波性能测试, 结果如图 8b 所示. 虽然实验值和理论值有一定的误差, 但实验值基本反映出了理论优化的结果. 经过分析认为, 计算值所使用的是石蜡作为基体复合的电磁参数, 涂层使用的则是环氧树脂作为基体. 在制备涂层的过程中实际厚度和理论厚度可能存在着细微的差别, 涂层的表面并不是理想的平面等因素都会造成理论和实验的误差.

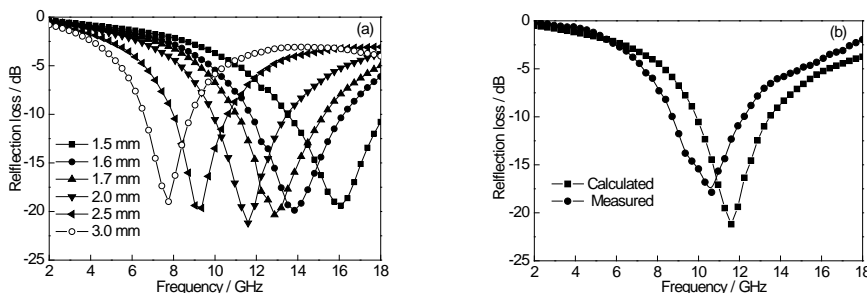


图 8 不同厚度下 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 样品的反射率曲线及涂层反射率理论计算值与实测值的比较

Fig.8 Reflection loss of Fe-SrFe₁₂O₁₉ with thickness of 1.5~3.0 mm (a) and comparison of measured and calculated reflection loss (b) for Fe-SrFe₁₂O₁₉ ($d=2$ mm)

3 结论

(1) 沉积温度为 180 °C, 沉积时间为 30 min, 载气流速为 30 mL/min 时, SrFe₁₂O₁₉ 表面能形成一层均匀的

Fe 薄膜, 平均厚度为 0.5 μm , 制备出了具有核壳结构的 Fe-SrFe₁₂O₁₉ 复合粉体。

(2) SrFe₁₂O₁₉ 表面沉积 Fe 薄膜后其电磁参数发生了明显的改变. SrFe₁₂O₁₉ 与 Fe 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; Fe-SrFe₁₂O₁₉ 复合粉体的磁损耗则以自然共振为主。

(3) 沉积时间为 30 min 时制备的样品有最佳的吸波效果, 涂层厚度为 1.5~3 mm 时, 最小反射率均低于 -19 dB, 在 6.8~18 GHz 均能实现吸波强度低于 -10 dB. 随着厚度的增加, 反射率峰值先减少后增加, 在厚度为 2.0 mm 时, 达到最小值为 -21.2 dB.

参考文献

- [1] Huang Y B, Qian J S, Zhang J Y. *J Chin Coal Soc*, 2010; 35: 135
(黄煜镔, 钱觉时, 张建业. 煤炭学报, 2010;35:135)
- [2] Hirata A, Morita M, Shiozawa T. *IEEE T Electromagn*, 2003; 45C: 109
- [3] Liu Y, Liu X X, Wang X J, Zhang Z Y, Li R, Guo L. *Chin J Nonferrous Met*, 2013; 23: 168
(刘 渊, 刘祥萱, 王焯军, 张泽洋, 李 茸, 郭 磊. 中国有色金属学报, 2013; 23: 168)
- [4] Zhou J, Yu W, Xun Z G, Gong J G. *Acta Metall Sin*, 2010; 46: 967
(周 静, 王 维, 孙志刚, 宫建国. 金属学报, 2010; 46: 967)
- [5] Liu Y, Liu X X, Wang X J, Chen X. *J Chin Ceram Soc*, 2013; 41: 755
(刘 渊, 刘祥萱, 王焯军, 陈 鑫. 硅酸盐学报, 2013; 41: 755)
- [6] Wang Y F, Li Q L, Zhang C R, Jing H X. *J Alloys Compd*, 2009; 467: 284
- [7] Yao X B, Hu G G, Yin P, Fang Q Q, Lv Q R. *Funct Mater*, 2002; 33: 633
(姚学标, 胡国光, 尹 萍, 方庆清, 吕庆荣. 功能材料, 2002; 33:633)
- [8] Jing H X, Li Q L, Ye Y, Yang X F. *Acta Mater Comp Sin*, 2013; 30: 130
(景红霞, 李巧玲, 叶 云, 杨晓峰. 复合材料学报, 2013; 30: 130)
- [9] Liu Y, Liu X X, Wang X J. *J Alloys Compd*, 2014; 584: 249
- [10] Zhou J, Wang W, Sun Z G, Gong J G. *Acta Metall Sin*, 2010; 46: 967
(周 静, 王 维, 孙志刚, 宫建国. 金属学报, 2010; 46: 967)
- [11] Tong G X, Gong J G, Zhang W Y, Zhang W, Wang W, Dong D M. *Acta Metall Sin*, 2008; 44: 1001
(童国秀, 宫建国, 张五一, 张 巍, 王 维, 董德明. 金属学报, 2008; 44: 1001)
- [12] Liu Y, Liu X X, Wang X J, Wen W. *Chin Phys Lett*, 2014; 31: 047702
- [13] Cheng Y L, Dai J M, Wu Y P. *J Magn Magn Mater*, 2010; 32: 97
- [14] Pan X F, Mu G H, Shen H G, Gu M Y. *Appl Surf Sci*, 2007; 253: 4119
- [15] Pan X F, Shen H G, Qiu J X, Gu M Y. *Mater Chem Phys*, 2007; 101: 505
- [16] Pan X F, Shen H G, Qiu J X, Gu M Y. *J Mater Sci: Mater Electron*, 2007; 42: 2086
- [17] Zhang Z Y, Liu X X, Wang X J, Wu Y P, Liu Y. *J Magn Magn Mater*, 2012; 324: 2177
- [18] Zhang Z Y, Liu X X, Wang X J, Wu Y P, Rong L. *J Alloys Compd*, 2012; 525: 114
- [19] Zhang S Y, Cao Q X. *Mater Sci Eng*, 2012; 177B: 678
- [20] Liu Y, Liu X X, Chen X, Wang X J. *J Inorg Mater*, 2013; 28: 1328
(刘 渊, 刘祥萱, 陈 鑫, 王焯军. 无机材料学报, 2013; 28: 1328)
- [21] Yang Y, Xu C L, Xia Y X, Wang T, Li F S. *J Alloys Compd*, 2010; 493: 549
- [22] Zhang B S, Feng Y, Xiong J, Yang Y, Lu H X. *IEEE Trans Magn*, 2006; 42: 1778
- [23] Naito Y, Suetake K. *IEEE Trans Microwave Theory Technol*, 1971; 19: 65
- [24] Meshram M R, Agrawal N K, Sinha B, Misra P S. *J Magn Magn Mater*, 2004; 271: 207
- [25] Maeda T, Sugimoto S, Kagotani T, Tezuka N, Inomata K. *J Magn Magn Mater*, 2004; 281: 195