

纳米晶 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金微细纤维的制备及磁性能

陈 云, 沈湘黔, 孟献丰, 景 琴

(江苏大学 材料科学与工程学院, 镇江 212013)

摘 要: 以柠檬酸和金属盐为原料, 采用有机凝胶-热还原法制备了 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 三元合金微细纤维。采用 FTIR、XRD、TG/DSC、SEM 和 EDS 等对纤维前驱体和热还原产物的结构、物相、形貌和组成进行了分析。采用振动样品磁强计(VSM)对纤维的磁性能进行了测试。结果表明: $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维的直径为 0.3~2.0 μm , 表面光滑、长径比大; 组成合金纤维的晶粒大小与还原温度密切相关, 当温度为 300~700 $^{\circ}\text{C}$ 时, 晶粒尺寸由约 20 nm 增加到约 50 nm; 该合金纤维显铁磁性, 其矫顽力主要受合金中 C 含量及晶粒大小的影响, 随制备温度的升高而降低; 饱和磁化强度则主要与合金的组分相关, 随还原温度的升高和合金纯度的提高而增大; 经 700 $^{\circ}\text{C}$ 热还原后, 合金纤维的饱和磁化强度 m_s 为 120 $\text{A}\cdot\text{m}^2/\text{kg}$, 矫顽力 H_c 为 10.4 kA/m 。

关键词: 有机凝胶-热还原法; 纳米晶; $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维; 铁磁性

中图分类号: TM 153; TB 333

文献标识码: A

Preparation and magnetic properties of nanocrystalline $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ alloy fine fibers

CHEN Yun, SHEN Xiang-qian, MENG Xian-feng, JING Qin

(School of Materials Science and Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China)

Abstract: $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ alloy fine fibers were prepared by organic-gel thermal reduction process using citric acid and metal salts as raw materials. The structure and morphologies of the gel precursors and fibers derived from thermal reduction of these precursors were characterized by FTIR, XRD, TG/DSC and SEM. The magnetic properties for the as-prepared alloy fibers were examined by vibrating sample magnetometer(VSM). The results show that $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ alloy fibers are characterized with thin diameters between 0.3 and 2.0 μm , with high aspect (length over diameter) ratio, dense and smooth surfaces. The crystalline size of the alloy fibers are mainly influenced by the thermal reduction temperature and are in the range of 20 to 50 nm with a corresponding reduction temperature range of 300 to 700 $^{\circ}\text{C}$. The magnetic properties of the alloy fibers are largely affected by the carbon content and crystalline sizes of the alloy fibers. With increasing thermal reduction temperature, the coercivity decreases while the saturation magnetisation value of the alloy fibers dramatically increases at lower reduction temperatures. The alloy fibers prepared at reduction temperature of 700 $^{\circ}\text{C}$ have a saturation magnetisation value of 120 $\text{A}\cdot\text{m}^2/\text{kg}$ and a coercivity value of 10.4 kA/m , respectively.

Key words: organic gel-thermal reduction method; nanocrystalline; $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ alloy fibers; ferromagnetic properties

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50474038; 50674048); 江苏省无机及其复合新材料重点实验室开放基金资助项目(wjqfhxcl 200602); 中国博士后科学基金资助项目(20080431069)

收稿日期: 2008-06-11; 修订日期: 2008-12-05

通讯作者: 沈湘黔, 教授, 博士; 电话: 0511-88791964; E-mail: shenxq@ujs.edu.cn

多晶铁纤维(铁、钴、镍及其合金纤维)具有优良的磁性,尤其是具有较好的磁晶及形状各向异性,在先进电磁屏蔽及雷达波吸收材料领域引起了人们的广泛关注^[1-3]。对单组元金属微细纤维的研究发现,随着纤维直径的减小和比表面积的增加,其化学和热稳定性降低,使用性能也严重衰减。合金化是改善多晶铁纤维化学和热稳定性的有效途径之一,且通过调整合金中各组元的相对含量可以实现对磁性能的调控,进而影响其使用性能。纳米晶铁磁性金属材料具有尺寸效应、表面与界面效应、量子尺寸效应,使其电磁性能发生显著变化,因此,将纳米晶磁性金属材料与多晶铁纤维的制备技术相结合,以期制备“薄、轻、宽、强”的新型电磁屏蔽及雷达波吸收材料。

目前,微米、亚微米和纳米量级微细金属纤维的制备技术是一维新材料领域的研究热点之一。制备金属纤维的方法可分为物理法和化学法。物理法包括切削法、拉拔法及熔抽法等,技术成熟,生产成本低,但制备的纤维直径较大,最细的金属纤维直径为2 μm左右^[4]。化学法主要有磁场引导水溶还原法^[5]、磁场诱导反应法^[6]及有机凝胶-热还原法^[7]等,在制备技术上均可制备亚微米级金属微细纤维,但磁场引导水溶还原法和磁场诱导反应法由于不能同步还原多种合金组元而难以制备化学组成均匀的合金纤维。有机凝胶-热还原法,其过程主要包括可纺性有机凝胶形成及凝胶素丝的热还原,可通过有机凝胶组成设计及热还原过程的控制,实现金属纤维组成、结构及形貌的调控^[8]。本文作者采用有机凝胶-热还原法制备了纳米晶 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金微细纤维,并对制备过程及产物组成、结构和性能进行分析表征。

1 实验

1.1 实验原料及主要设备

柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_5\cdot\text{H}_2\text{O}$, AR)、碱式碳酸镍($\text{NiCO}_3\cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, AR)、硝酸钴($\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$, AR)、硝酸铁($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$, AR);旋转蒸发器(R501B,无锡星海王生化设备有限公司)、恒温磁力搅拌器(HJ-4B,江苏金坛市医疗仪器厂)、电热恒温鼓风干燥箱(DHG-9070A,上海一恒科技有限公司)、氢气还原炉(SX2-11Q,宜兴市前锦炉业设备有限公司)等。

1.2 合金纤维的制备

有机凝胶-热还原法制备 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维的过程与本实验室报道的二元铁磁性合金纤维制

备过程相似^[8-9],由可纺性凝胶制备及凝胶素丝热还原两阶段组成:首先将柠檬酸与金属盐溶液按一定摩尔比于室温下磁力搅拌15~20 h,混合均匀后置于旋转蒸发器中于60~80℃脱水,形成可纺性凝胶,再将可纺性凝胶通过自制纺丝机纺丝,得到凝胶素丝;凝胶素丝在80℃下干燥12 h后,在一定温度下于混合气氛($V(\text{H}_2):V(\text{N}_2)=1:4$)中热还原即得到合金纤维。

1.3 纤维的性能表征

利用美国Nicolet公司的NEXU670傅里叶红外光谱仪(FTIR)和德国耐驰公司NETZSCH4热重-差热分析仪(TG/DSC)分析柠檬酸铁钴镍凝胶的形成及热分解过程。采用日本理学D/max-RaX射线衍射仪(XRD, $\text{Cu K}\alpha_1$, $\lambda=1.54$,石墨单色器,管流100 mA,管压50 kV;扫描速度4(°)/min,步宽0.01°)分析凝胶素丝热还原产物的物相。采用JSM-71001F场发射扫描电镜对纤维形貌进行观察,并用X射线能量分散谱(EDS)进行微区组成分析。采用南京大学仪器厂生产的HH-15振动样品磁强计(VSM)测量纤维的磁性能。

2 结果与分析

2.1 可纺性凝胶结构分析

图1所示为可纺性柠檬酸铁钴镍凝胶的FTIR谱。由图1可知,凝胶纤维先驱体在1350~1650 cm^{-1} 之间出现了 COO^- 反对称伸缩振动吸收峰($\sigma_a=1570.66 \text{ cm}^{-1}$)和对称伸缩振动吸收峰($\sigma_s=1386.08 \text{ cm}^{-1}$),这是有机羧酸盐的特征吸收峰,表明金属离子与羧酸根离子已经键合;846.39 cm^{-1} 处的吸收峰为 $\text{Co}-\text{O}$ 特征

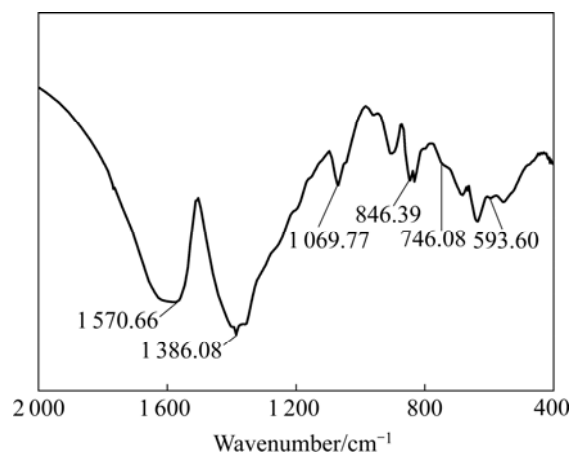


图1 柠檬酸铁钴镍凝胶的红外光谱图

Fig.1 FTIR spectrum of iron-nickel-cobalt citrate gel precursors

峰, 746.08 cm^{-1} 处的吸收峰为 Ni—O 特征峰, 593.60 cm^{-1} 处的吸收峰为 Fe—O 特征峰, 这些特征峰的出现进一步表明凝胶中 Fe^{3+} 、 Ni^{2+} 和 Co^{2+} 与柠檬酸根离子发生了络合反应, 形成了羧酸盐凝胶。此外, C—OH 的谱带由 $1\ 090\sim1\ 130\text{ cm}^{-1}$ 向低波数($1\ 069.77\text{ cm}^{-1}$)移动, 说明柠檬酸中的羟基也参与了金属离子的配位^[10]。 638.2 cm^{-1} 和 830 cm^{-1} 处的吸收峰为 NO_3^- 的特征振动吸收峰, 说明该凝胶中仍含有 NO_3^- 离子。

羧酸根阴离子与金属离子的配位方式有单齿配位、双齿配位和桥式配位 3 种^[11]。单齿配位时的差值(为 $\sigma_a-\sigma_s$)与相应的游离 RCOO^- 差值相比增大, 双齿配位时的差值则小于游离 RCOO^- 差值, 而桥式配位时的差值与游离的 RCOO^- 差值接近。根据 FTIR 数据计算, 铁钴镍纤维前驱体凝胶的差值为 184.58 cm^{-1} , 由判据可得该凝胶的配位方式为单齿配位(柠檬酸钠的 $\sigma_a(\text{C=O})$ 为 $1\ 588\text{ cm}^{-1}$, $\sigma_s(\text{C=O})$ 为 $1\ 418\text{ cm}^{-1}$), 这种单齿配位有利于形成线性分子结构。因此, 这种凝胶具有较好的可纺性, 通过控制凝胶的黏度及纺丝环境可实现连续纺丝。

2.2 凝胶素丝的热处理过程

图 2 所示为柠檬酸铁钴镍纤维素丝在氮气气氛下的 TG/DSC 曲线。由图 2 可看出, 纤维素丝热分解从 $50\text{ }^\circ\text{C}$ 开始到 $600\text{ }^\circ\text{C}$ 左右结束, 中间大致可分为 4 个阶段。

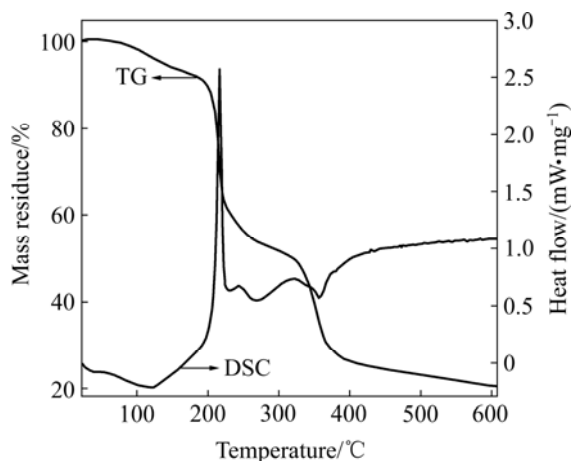


图 2 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 纤维前驱体的 TG 和 DSC 曲线

Fig.2 TG and DSC curves of $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ gel precursors

1) 当温度为 $50\sim165\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 质量损失约为 8.8%, 在此温度范围内有 1 个宽广的吸热峰, 为吸热过程, 主要是干凝胶的脱水引起的。

2) 当温度为 $165\sim230\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 质量损失约为 32.5%, 并在 $220\text{ }^\circ\text{C}$ 左右出现尖锐放热峰。尖锐放热峰的出现

主要是由于干凝胶的分解及自蔓延燃烧^[12]反应所致, 在此阶段由于自蔓延燃烧反应发生在缺氧的环境中, 伴随着大量的 C 、 CO_x 和金属氧化物形成。

3) 当温度为 $230\sim300\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 质量损失约 8.9%, 在 $265\text{ }^\circ\text{C}$ 附近出现一较弱的吸热峰。在这一阶段主要是剩余有机物进一步热解氧化和新生金属氧化物被还原, 继续产生有机 C 、 CO_x 与金属氧化物, 金属相开始生成。

4) 当温度为 $300\sim600\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 质量损失约 30%, 在 $360\text{ }^\circ\text{C}$ 附近出现一较宽广的吸热峰, 主要是由于大量的 C 、 CO_x 与金属氧化物之间发生还原反应引起的, 同时该过程还包括有机物的进一步氧化和金属固溶体或合金相形成。

基于上述凝胶热分解过程的分析, 为了降低合金生成温度, 保证制备的合金纤维中不出现氧化物相, 采用氢气和氮气($V(\text{H}_2):V(\text{N}_2)=1:4$)的混合气氛, 以 $3\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 从室温升至 $200\text{ }^\circ\text{C}$, 然后以 $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 从 $200\text{ }^\circ\text{C}$ 升温至所需温度, 保温 1 h, 随炉冷却至室温。

2.3 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 纤维的物相分析与形貌表征

图 3 所示为不同温度下制备纤维的 XRD 谱。由图 3 可以看出, $300\text{ }^\circ\text{C}$ 就形成了 Fe-Co-Ni 合金相, 该合金相呈面心立方结构^[13]。根据在 $300\sim700\text{ }^\circ\text{C}$ 下制备纤维 XRD 的(111)晶面对应的衍射峰的半高宽, 由 Scherrer 公式($D=K\lambda/(B\cos\theta)$)可以计算出 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金的晶粒大小依次为 15.0、24.0、36.0、51.5 和 52.6 nm 。比较 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金和 $\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}$ ^[8]合金的(111)晶面衍射峰(见图 4)可见, $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 的衍射峰位置位于 $\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}$ 的衍射峰的左边, 峰型相似, 说

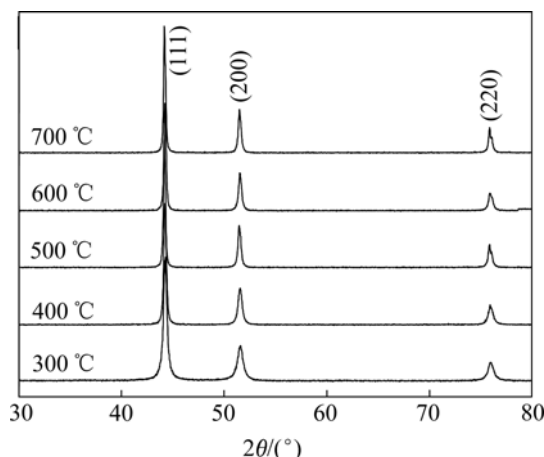


图 3 不同温度下制备的 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 纤维前驱体的 XRD 谱

Fig.3 XRD patterns of $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ fibers derived from thermal reduction of precursor at different temperatures

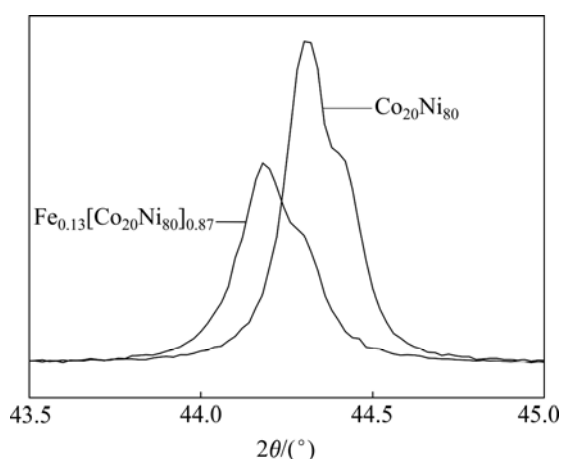


图 4 $\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}$ 和 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 纤维的 XRD 谱

Fig.4 XRD patterns of $\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}$ and $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ fibers

明 Fe 的加入, 并没有破坏钴镍二元合金的晶格, 仍保持钴镍合金的面心立方结构。在三元合金中, Fe 只是部分取代了 Co 或 Ni, 由于 Fe 原子的半径较 Co 和 Ni 的半径略大, 造成晶格膨胀。根据布拉格公式, 衍射角应向较低的方向移动, 这与图 4 中的结果相一致, 因此, $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金是以钴镍二元合金为基体的固溶体。

图 5 和 6 所示分别为 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 三元合金纤维的 SEM 像和微区的 EDS 谱。由图 5 和 6 可知, 纤维的直径分布在 $0.3\sim 2\ \mu\text{m}$, 长径比大, 表面光滑致密, 晶粒细小, 化学组分与其设计组分基本一致。

2.4 合金纤维的磁性能

图 7 所示为热还原温度对 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维的矫顽力饱和和磁化强度影响的曲线。在 $300\sim 350\ ^\circ\text{C}$ 范围内, 合金纤维的矫顽力(H_c)和饱和磁化强度(m_s)随热还原温度的升高而迅速减小和增大; 而当热还原温度在 $350\ ^\circ\text{C}$ 以上, 降低或升高的速率变缓; $400\ ^\circ\text{C}$ 后趋于稳定, 分别约为 $10.4\ \text{kA/m}$ 和 $120\ \text{A}\cdot\text{m}^2/\text{kg}$ 。根据磁畴结构理论, 具有单畴结构物质的磁化过程只发生磁畴转向过程, 具有较高的 H_c ; 具有多畴结构物质的 H_c 取决于反磁化过程中磁畴壁不可逆位移和磁矩不可逆转动阻力的大小。根据图 2 及 3, 较低还原温度下获得的 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维中有大量的 C, 这些 C 基本分布在晶界上, 阻碍磁畴的转向过程。随着还原温度的升高, 合金纤维中 C 被逐渐氧化除去, 同时合金晶粒长大, 单磁畴比例减少, 磁畴尺寸增加, 磁畴壁总面积迅速减少, 因而合金的 H_c 迅速降低。当热还原温度升高到 $400\ ^\circ\text{C}$ 以上时, $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维中分布在晶界上的 C 不足以形成网络, 合金

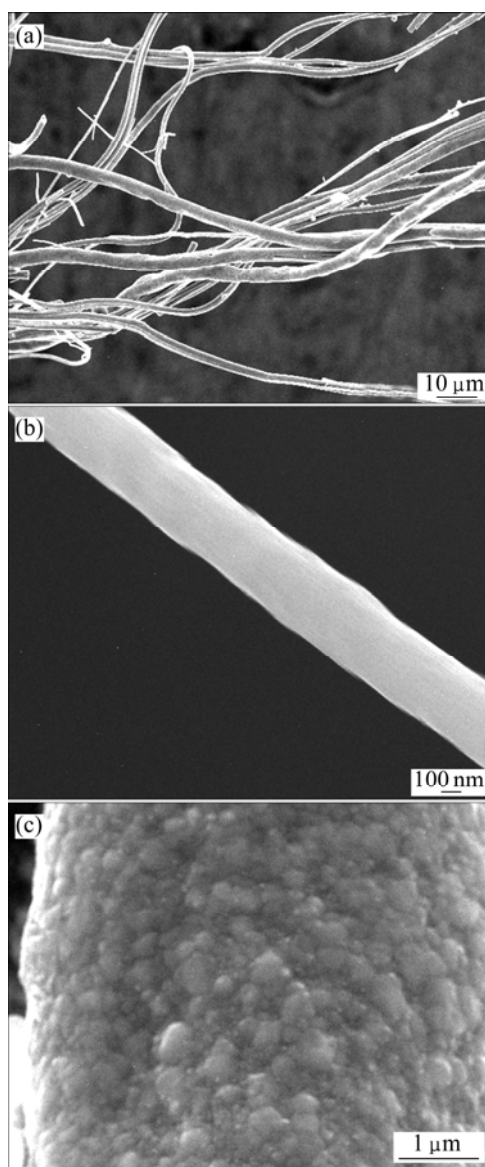


图 5 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 纤维的形貌

Fig.5 SEM images of $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ alloy fibers

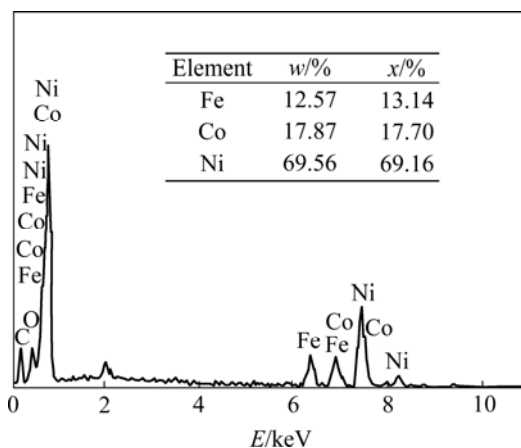


图 6 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 纤维的 EDS 谱

Fig.6 EDS spectrum of $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ fiber

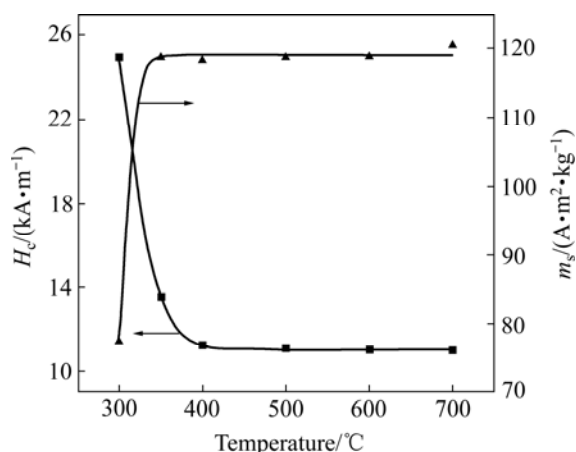


图 7 热还原温度对 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维矫顽力和饱和磁化强度的影响

Fig.7 Effects of thermal reduction temperature on coercive force and saturation magnetization of $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ alloy fibers

相贯通, 合金中基本上不再有单磁畴 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金相。C 对 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金相反磁化过程的阻碍作用趋于消失, 因而 H_c 值的变化逐渐减缓。

图 8 所示为还原温度 400~700 °C 下获得的 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维的矫顽力与其晶粒大小 (D) (由 Scherrer 公式, 根据图 3 中 XRD 数据计算) 的关系。由图 8 可知, 在此还原温度范围内制备的 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维的 H_c 与 D^{-1} 成线性关系, 这一现象与 SiO_2 包覆 $\text{Fe}^{[14]}$ 及 SiO_2 包覆 FeNi 合金^[15] 微粒体系相同, 其机理有待于进一步研究。

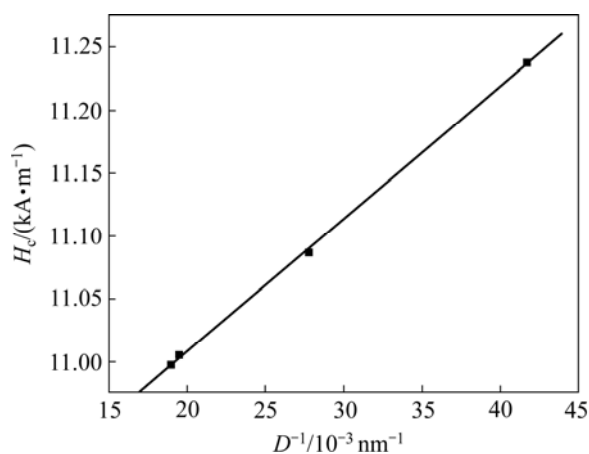


图 8 晶粒大小对 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维矫顽力的影响

Fig.8 Effect of crystalline size on coercive force of $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ alloy fibers

材料的饱和磁化强度主要由其化学成分和原子结

构决定。当还原温度较低时, $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维中含有大量的非磁性 C, 同时晶粒结晶不完整, 颗粒尺寸小, 表面原子比例大且配位不饱和, 具有很强的扰动特性, 从而使晶粒的磁畴结构处于不稳定和无序状态, 磁矩不容易与外场保持一致。随热还原温度的不断升高, $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维中非磁性的物质逐渐减少, $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金相的平均晶粒尺寸不断增大, 饱和磁化强度也不断增大。350 °C 之后, $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金相晶粒发育趋于完整, 其饱和磁化强度逐渐接近最大值约为 120 A·m²/kg (700 °C)。

3 结论

1) 采用有机凝胶-热还原法成功制备了铁磁性纳米晶 $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金微细纤维, 纤维的直径分布在 0.3~2.0 μm , 表面光滑、长径比大。

2) 组成合金纤维的晶粒大小与还原温度密切相关, 在 300 °C 至 700 °C 范围内, 晶粒尺寸由约 20 nm 增加到约 50 nm。

3) $\text{Fe}_{0.13}[\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}]_{0.87}$ 合金纤维显铁磁性, 其矫顽力主要受合金中 C 含量及晶粒大小的影响, 且随还原温度的升高而降低; 饱和磁化强度则主要与合金的组分相关, 随还原温度的升高, 合金纯度的提高而增大。

REFERENCES

- [1] WU Ming-zhong, HE Hua-hui, ZHAO Zhen-sheng, YAO Xi. Electromagnetic and microwave absorbing properties of iron fibre-epoxy resin composites[J]. Appl Phys, 2000, 33: 2398-2401.
- [2] 童国秀, 官建国, 樊希安, 王 维, 宋发辉. 气流诱导多晶铁纤维的可控制备及生长机理[J]. 无机化学学报, 2008, 24(2): 270-274.
TOUG Guo-xiu, GUAN Jian-guo, FAN Xi-an, WANG Wei, SONG Fa-hui. Controllable preparation and growth mechanism of polycrystalline iron fibers induced by carrier gas flow[J]. Chinese Journal of Inorganic Chemistry, 2008, 24(2): 270-274.
- [3] 张腊梅, 郭光华, 韩念梅. 磁性镍纳米线矫顽力随角度变化规律的微磁学模拟[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(8): 1400-1404.
ZHANG La-mei, GUO Guang-hua, HAN Nian-mei. Micromagnetic simulation of angular dependence of coercivity of magnetic nanowires[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2006, 16(8): 1400-1404.
- [4] 刘先兰, 刘楚明. 不锈钢纤维生产工艺的现状分析[J]. 材料研究与应用, 2007, 1(3): 169-172.

- LIU Xian-lan, LIU Chu-ming. Status analysis of stainless steel fiber technology[J]. Materials Research and Application, 2007, 1(3): 169–172.
- [5] 赵振声, 吴明忠, 何华辉. 磁场引导水溶还原法制备磁性金属纤维[J]. 华中理工大学学报, 1998, 26(7): 74–77.
- ZHAO Zhen-sheng, WU Ming-zhong, HE Hua-hui. Preparation of magnetic and metallic fibers with reducing method of aqueous solution introduced by magnetic field[J]. J Huazhong Univ of Sci & Tech, 1998, 26(7): 74–77.
- [6] LI Xiang-cheng, GONG Rong-zhou, NIE Yan, ZHAO Zhen-sheng, HE Hua-hui. Electromagnetic properties of $\text{Fe}_{55}\text{Ni}_{45}$ fiber fabricated by magnetic-field-induced thermal decomposition[J]. Materials Chemistry and Physics, 2005, 94(2/3): 408–411.
- [7] 沈湘黔, 景茂祥, 王涛平, 周建新. 有机凝胶法制备微细纤维的研究[J]. 无机材料学报, 2005, 20(4): 821–826.
- SHEN Xiang-qian, JING Mao-xiang, WANG Tao-ping, ZHOU Jian-xin. Preparation of micrometer fibers by the organic-gel method[J]. Journal of Inorganic Materials, 2005, 20(4): 821–826.
- [8] SHEN Xiang-qian, CAO Kai, ZHOU Jian-xin. Preparation of ferromagnetic binary fine fibers by the organic gel-thermal reduction process[J]. Nonferrous Met Soc China, 2006, 16(5): 1003–1008.
- [9] 曹 凯, 沈湘黔, 景茂祥, 张春野. 有机凝胶先驱体转化法制 CoNi 合金微细纤维[J]. 材料科学与工程, 2006, 24(5): 174–176.
- CAO Kai, SHEN Xiang-qian, JING Mao-xiang, ZHANG Chun-ye. Preparation of CoNi alloy fine fibers by the organic gel-polymer derived process[J]. Journal of Materials Science and Engineering, 2006, 24(5): 174–176.
- [10] TIMOTHY J S, SATISH C B M. Speciation of aqueous Ni(II) -carboxylate and Ni(II) -fulvic acid solutions: Combined ATR-FTIR and XAFS analysis[J]. Geochimica et Cosmochimica Acta, 2004, 68(17): 3441–3458.
- [11] DEACON G B, PHILLIPS R J. Relationship between the carbon-oxygen stretching frequencies of carboxylate complexes and the type of carboxylate coordination[J]. Coord Chem Rev, 1980, 33: 227–250.
- [12] 吴孟强, 张其翼, 陈 艾. 凝胶-燃烧法合成纳米晶 SnO_2 粉体[J]. 硅酸盐学报, 2002, 30(2): 247–253.
- WU Qiang, ZHANG Qi-yi, CHEN Ai. Synthesis of nanocrystalline particles SnO_2 by gel-combustion process[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2002, 30(2): 247–253.
- [13] YOO Y K, XUE Qi-zhen, CHU Y S, XU S, HANGEN U, LEE H C, STEIN W G, XIANG X D. Identification of amorphous phases in the Fe-Ni-Co ternary alloy system using continuous phase diagram material chips[J]. Intermetallics, 2006, 14(3): 241–247.
- [14] JIANG H Y, ZHONG W, DU Y W. Chemical synthesis of highly magnetic air-stable silica-coated iron particles[J]. Chin Phys Lett, 2003, 20(10): 1855–1857.
- [15] JIANG H Y, ZHANG W, WU X L, TANG N L, LIU W, DU Y W. Direct and alternating current magnetic properties of FeNi particles coated with SiO_2 [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2004, 384(1/2): 264–267.

(编辑 李艳红)