

# FeCoSi 合金磁粉磷化处理及高频电磁性能

陈起明, 周晨晖, 严 密, 吴 琛

(浙江大学材料科学与工程学院 硅材料国家重点实验室, 浙江 杭州 310027)

**摘 要:** 采用快淬甩带和高能球磨工艺制备了成分为  $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{12}\text{Si}_{18}$  (合金名称中数字为原子百分数) 的片状合金磁粉, 并用磷酸酒精溶液对磁粉进行了磷化处理。重点研究了磷化前后及不同磷酸浓度对 FeCoSi 磁粉电磁参数和微波吸收性能的影响。结果表明, 随着磷酸浓度的提高, FeCoSi 合金吸波材料的介电常数实部和虚部均减小, 磁导率实部基本不变、虚部有少量减小, 反射损耗 ( $RL$ ) 增加。20% (质量分数) 磷酸磷化样品在厚度为 1.6 mm 时的  $RL$  为 -33.4 dB, 带宽为 5.2 GHz。高能球磨增加了磁粉的形状各向异性, 使样品具有了较高的自然共振频率, 且自然共振频率随着磷酸浓度的升高而进一步提高。样品经磷化处理后在表面生成了磷酸盐层, 该磷酸盐层不仅通过增大材料的电阻率调控了样品的介电常数, 有效改善了样品的阻抗匹配, 同时向样品中引入了磁粉/磷化层等界面, 增强了样品的界面极化作用。

**关键词:** FeCoSi 合金; 磷化处理; 电磁参数; 高频性能; 吸波机制

**中图分类号:** TM25 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2021)03-0161-06

## High Frequency Electromagnetic Properties of FeCoSi Magnetic Powders via Phosphorization

CHEN Qiming, ZHOU Chenhui, YAN Mi, WU Chen

(State Key Laboratory of Silicone Materials, School of Materials Science and Engineering, Zhejiang University, Zhejiang 310027, China)

**Abstract:** Flaky  $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{12}\text{Si}_{18}$  (atomic percentage) magnetic powders were prepared by quenching fastly combined with melt-spinning and high energy ball milling, followed by phosphorization with phosphoric acid alcohol solution. Effects of the concentration of the phosphoric acid solution on both the electromagnetic parameters and the microwave absorption performance of the FeCoSi powders was disclosed. With increased phosphoric acid concentration, both the real and imaginary parts of the permittivity decreased, while the real part of the permeability experienced subtle change with slight decrement for the imaginary part of the permeability. What's more, enhanced reflection loss ( $RL$ ) has been achieved with increased phosphoric acid concentration. The sample after 20% (mass fraction) phosphorization exhibited optimal absorption with a minimum  $RL$  of -33.4 dB and a broad effective bandwidth of 5.2 GHz at a small thickness of 1.6 mm. The magnetic powder exhibited large natural resonance frequency due to the enhanced shape anisotropy after ball milling. The natural resonance frequency further improved with increased phosphoric acid concentration. The phosphate coatings fabricated on the surface of the powders after phosphorization not only effectively improved the impedance matching by increasing the resistivity and adjusting the permittivity of the material, but also enhanced the interface polarization by introducing interfaces between the powders and the phosphate layers.

**Key words:** FeCoSi alloy; phosphorization; electromagnetic parameters; high-frequency properties; absorbing mechanism

收稿日期: 2020-12-24 修回日期: 2021-03-03

基金项目: 浙江省重点研发计划资助项目 (2020C05014, 2020C01008); 宁波市科技创新 2025 重大专项项目 (2018B10085)

第一作者: 陈起明, 男, 1995 年生, 博士研究生  
周晨晖, 男, 1990 年生, 博士后

通讯作者: 吴 琛, 女, 1985 年生, 副教授, 博士生导师,  
Email: chen\_wu@zju.edu.cn

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.202012024

## 1 前 言

电子信息和通讯技术的高速发展促使各类电子元器件的小型化和集成化程度日益提高。在复杂的电磁环境中, 电子设备易受电磁干扰产生误动作或故障<sup>[1, 2]</sup>, 且各类电磁波产生的辐射污染亦成为危害人类身心健康的一大隐患<sup>[3, 4]</sup>。此外, 随着雷达探测技术的不断发展, 隐身材料成为武器装备在战场上提高生存能力的重要保

障<sup>[5-7]</sup>。因此,发展具有“轻、薄、宽、强”等优异综合性能的吸波材料已成为防电磁干扰和污染,以及武器装备隐身等领域极为迫切的需求。

根据损耗机制的不同,吸波材料主要分为电介质型和磁介质型。电介质型吸波材料可通过电导损耗或极化弛豫实现电磁波能量的转化,主要包括碳材料、碳化硅和钛酸钡等材料<sup>[8-10]</sup>。磁介质型吸波材料可通过涡流损耗、自然共振和交换共振等效应对电磁波进行衰减吸收。由于其具有磁损耗和介电损耗双重损耗机制,因此成为当前应用较为广泛的吸波材料<sup>[11, 12]</sup>。磁介质型吸波材料主要分为铁氧化物和合金磁粉两大类,相比于铁氧化物材料,合金磁粉材料具有更高的饱和磁化强度。目前,合金磁粉作为吸波剂与粘结剂一起构成的复合吸波材料主要存在两个问题,一是其高电导率特性会导致吸波材料在高频下具有过高的复介电常数,不易实现阻抗匹配,二是其高频磁性受到 Snoek 极限的限制,导致吸波材料共振频率较低<sup>[13, 14]</sup>。

本文设计了 FeCoSi 三元合金体系,采用快淬甩带和机械球磨的方法制备了成分为  $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{12}\text{Si}_{18}$  (合金名称中数字为原子百分数,下同)的扁平化合金磁粉,并利用不同浓度的磷酸钝化液对合金磁粉进行磷化处理,调节合金磁粉的阻抗匹配。研究了球磨时间对合金粉体形貌的影响,以及 FeCoSi 合金吸波材料的电磁参数和吸波性能随磷酸浓度的变化规律,并从磁损耗、介电损耗及阻抗匹配 3 方面分析了该吸波材料的吸波机理。

## 2 实验

### 2.1 样品制备

选用工业纯铁(Fe, 纯度 $\geq 99.95\%$ )、纯钴(Co, 纯度 $\geq 99.95\%$ )和多晶硅(Si, 纯度 $\geq 99.99\%$ )为原料,按照 Fe, Co, Si 原子比为 70 : 12 : 18 进行配料,在真空电弧熔炼炉中熔炼成合金铸锭。将合金铸锭切割后装入扁口石英管中,在真空快淬甩带炉中以铜辊转速为 40 m/s 制备出厚度约为 50  $\mu\text{m}$  的 FeCoSi 快淬薄带。将合金薄带与磨球按球料比为 10 : 1 放入不锈钢球磨罐中,以无水乙醇为球磨介质,在 QM-3SP4 型行星式球磨机上以 300 r/min 的转速分别球磨 24, 48 和 72 h。将球磨得到的粉末置于真空热处理炉中进行退火,退火温度为 900  $^{\circ}\text{C}$ ,保温时间为 1 h。配制浓度分别为 0%, 10% 和 20% (质量分数,下同)的磷酸酒精溶液,称取 10.0 g 退火后的磁粉加入 10.0 g 磷酸酒精溶液中,置于 70  $^{\circ}\text{C}$  的恒温水浴锅中不停搅拌,磷化时间为 10 min,之后将磁粉进行清洗、干燥。

### 2.2 结构表征与性能测试

采用 X 射线衍射仪(XRD, Bruker D8 Advance)对不

同制备过程中 FeCoSi 合金的微观结构进行分析。采用扫描电子显微镜(SEM, Hitachi S-4800)对不同球磨时间的粉末的形貌进行观察。磷化处理后的磁粉与石蜡按照 3 : 2 的质量比混合,压制成外径 7.00 mm、内径 3.04 mm、厚度 2.00 mm 的圆环状同轴试样。采用矢量网络分析仪(VNA, Agilent PNA N5234A)测量样品 2~18 GHz 频率范围内的复磁导率和复介电常数。

## 3 结果与讨论

### 3.1 形貌和微观结构表征

图 1a~1c 分别为 FeCoSi 合金薄带经球磨 24, 48 和 72 h 后的 SEM 照片,可知快淬薄带经高能球磨处理后形成的粉末表现出明显的扁平片状形貌。图 1d~1f 为相应磁粉在提高放大倍数后的 SEM 照片。球磨 24 h,合金粉末厚度约为 2.0  $\mu\text{m}$ ;延长球磨时间至 48 h,合金粉末厚度减小至约 1.0  $\mu\text{m}$ ;进一步延长球磨时间至 72 h,粉末厚度减小至约 0.5  $\mu\text{m}$ 。因此,随着球磨时间的增加,合金粉末的扁平化程度提高,有利于增强磁粉的形状各向异性。

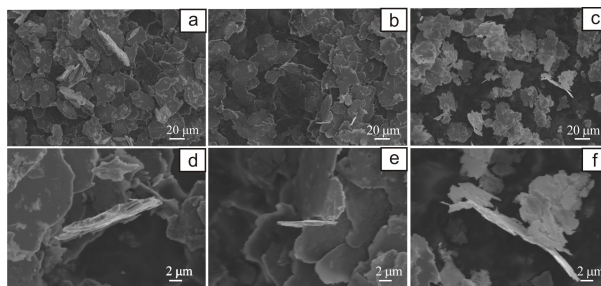


图 1 FeCoSi 合金薄带不同球磨时间后的 SEM 照片: (a, d) 24 h, (b, e) 48 h, (c, f) 72 h

Fig. 1 SEM images for the FeCoSi alloy ribbon after ball-milled for 24 h (a, d), 48 h (b, e) and 72 h (c, f)

图 2 为经快淬、快淬-球磨和快淬-球磨-900  $^{\circ}\text{C}$  退火 3 种反应条件后获得的 FeCoSi 合金粉体的 XRD 图谱。在快淬后的 FeCoSi 合金粉体的 XRD 图谱中可以发现微弱的  $\text{DO}_3$  相的 (111) 和 (200) 特征衍射峰。进一步经过 72 h 高能球磨后,  $\text{DO}_3$  相的特征衍射峰消失, FeCoSi 合金粉体只存在单一的  $\alpha\text{-Fe}(\text{Co}, \text{Si})$  相,即无序的  $A_2$  相。这是由于粉体在球磨过程中受到碰撞挤压应力,有序结构被破坏<sup>[15]</sup>。之后将球磨后的 FeCoSi 合金粉体在 900  $^{\circ}\text{C}$  退火后,由于达到了  $\text{DO}_3$  相的析出温度,  $\text{DO}_3$  相特征衍射峰再次出现,此时合金的相组成为  $A_2$  相以及少量的  $\text{DO}_3$  有序相。

### 3.2 电磁参数及吸波性能检测

将球磨 72 h 并退火的磁粉进行磷化处理,并与石蜡混合制成环状试样测试其高频电磁参数。图 3 为经不同浓度磷酸磷化后 FeCoSi 样品在 2.0~18.0 GHz 范围内的

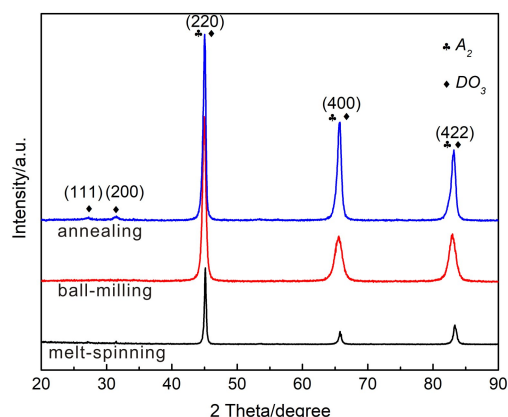


图2 不同制备条件下 FeCoSi 合金粉体的 XRD 图谱

Fig. 2 X-ray diffraction patterns for FeCoSi powders under different preparation parameters

复磁导率和复介电常数频谱曲线。由图 3a 和 3b 可知, 所有样品的介电常数实部( $\epsilon'$ )均随着频率的增加而降低, 介电常数的虚部( $\epsilon''$ )均着频率的增加呈现先上升后下降趋势, 在 15.0 GHz 左右出现明显的共振峰。经磷化处理, FeCoSi 样品的  $\epsilon'$  和  $\epsilon''$  均明显降低, 且随着磷酸浓度的升高而降低。试样的介电损耗  $\tan \delta_e$  随磷酸浓度的变化规律与  $\epsilon''$  随磷酸浓度的变化规律相似(图 3c)。由图 3d 和 3e 可知, 不同浓度磷酸磷化样品的磁导率实部( $\mu'$ )较为接近, 磁导率虚部( $\mu''$ )随磷酸浓度的上升略微降低。所有样品的磁损耗  $\tan \delta_m$  在测试频率范围内均出现一个较强的共振峰, 且随着磷酸浓度从 0% 提高到 10% 和 20%, 出现共振峰频率从 6.8 分别升高到 8.4 和 9.0 GHz (图 3f)。

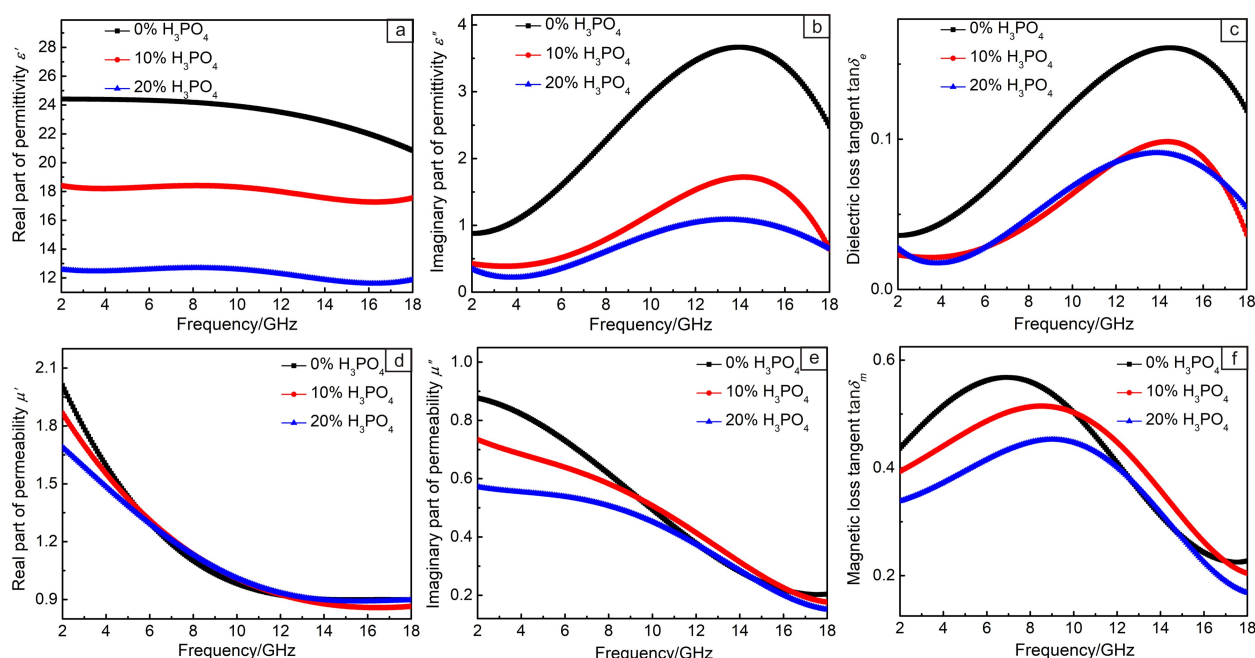


图3 不同浓度磷酸磷化样品的介电常数实部(a)、虚部(b)及介电损耗(c); 磁导率实部(d)、虚部(e)及磁损耗(f)

Fig. 3 Real (a) and imaginary (b) part of the complex permittivity and the dielectric loss tangent (c), together with the real (d) and imaginary (e) part of the complex permeability and the magnetic loss tangent (f) for the samples phosphated with varied phosphoric acid concentration

据传输线理论, 反射损耗( $RL$ )可以由以下公式计算得到<sup>[16]</sup>:

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

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

其中,  $Z_0$  为自由空间的波阻抗,  $Z_{in}$  为吸波材料的归一化输入阻抗,  $f$  为电磁波的频率,  $d$  为涂层厚度,  $c$  为真空中的光速。图 4 给出了不同浓度磷酸磷化样品的  $RL$  随着  $f$  的变化曲线。未经过磷化处理的样品吸波性能较差, 最小  $RL$  为 -17.50 dB, 匹配厚度为 3.2 mm (图 4a)。经过磷

化处理后, 样品的  $RL$  分别在 4.23~6.54 GHz 和 14.30~16.34 GHz 范围内出现两个较强吸收峰, 低频下的吸收峰具有最小的  $RL$ , 而高频下的吸收峰具有最大的有效吸收带宽。10% 磷酸磷化的样品在厚度仅为 1.2 mm 时  $RL$  就可以达到 -25.12 dB (图 4b)。20% 磷酸磷化样品呈现最好的吸波性能, 在 1.6 mm 厚度时,  $RL$  达 -33.40 dB, 有效吸收频段为 11.12~16.32 GHz, 对应带宽为 5.20 GHz (图 4c)。由此可知, 磷化处理后样品的吸波性能明显提升, 不仅具有更小的  $RL$ , 且匹配厚度明显降低。

### 3.3 微波吸收机理分析

采用德拜理论进一步分析吸波样品介电损耗的变化

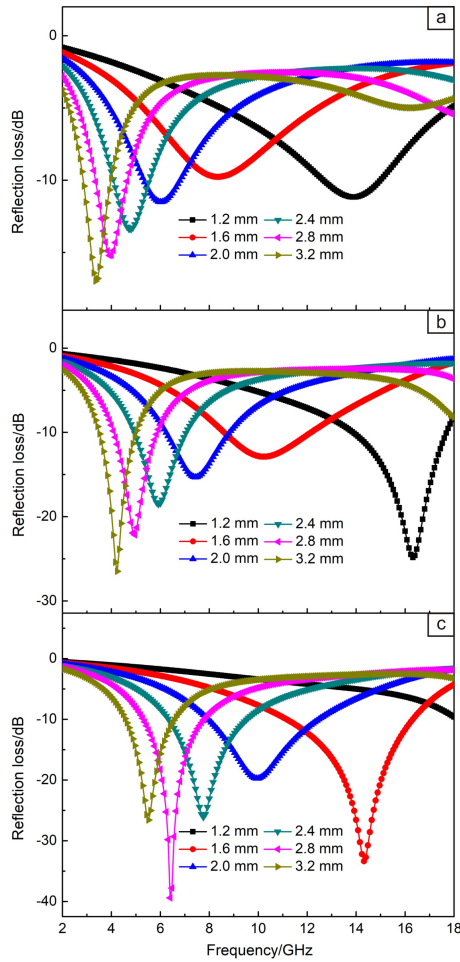


图 4 不同浓度磷酸磷化样品的反射损耗: (a) 0%, (b) 10%, (c) 20%

Fig. 4 Reflection loss for the samples phosphated with 0% (a), 10% (b) and 20% (c) phosphoric acid

规律, 根据该理论,  $\varepsilon''$  满足以下方程<sup>[17]</sup>:

$$\varepsilon'' = \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (\omega\tau)^2} \omega\tau + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \quad (3)$$

式中,  $\varepsilon_s$  为静态介电常数,  $\varepsilon_\infty$  为光频介电常数,  $\omega$  为角频率,  $\tau$  为弛豫时间,  $\sigma$  为材料电导率,  $\varepsilon_0$  为真空介电常数。由式(3)可知, 材料的  $\varepsilon''$  可以看作是极化弛豫和电导的共同作用。经磷化处理后, 磁粉表面生成磷酸盐, 使其电导率显著降低, 并且随着磷酸浓度增加, 磁粉表面的磷酸盐厚度继续增加, 使其电导率进一步降低。因此, 磁粉  $\varepsilon''$  随着磷酸浓度的增加而降低。根据柯尔-柯尔曲线<sup>[18, 19]</sup>:

$$\left( \varepsilon' - \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{2} \right)^2 + (\varepsilon'')^2 = \left( \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{2} \right)^2 \quad (4)$$

可知, 如果材料的  $\varepsilon'$  和  $\varepsilon''$  满足上述方程, 则在柯尔-柯尔 ( $\varepsilon'$ - $\varepsilon''$ ) 图中会出现半圆, 证明材料中存在着极化弛豫过程, 其中一个半圆对应一个极化过程。图 5 给出了 FeCoSi 合金吸波样品的  $\varepsilon'$ - $\varepsilon''$  图。图 5a 中的曲线出现了

一个半圆, 说明未经磷化的样品存在一个极化弛豫过程; 而图 5b 和 5c 中的曲线出现了两个半圆, 说明经磷化处理后的样品存在两个极化弛豫过程。这是因为对于未磷化的样品, 极化作用为磁粉和石蜡之间的界面极化; 经磷化后的样品中增加了磷酸盐与磁粉之间的界面极化作用。综上, 磷化处理通过在磁粉表面形成高电阻率的磷酸盐层, 一方面降低了材料的电导率, 调整了材料的介电常数; 另一方面在材料中引入了新的界面, 增强了材料的极化弛豫作用。

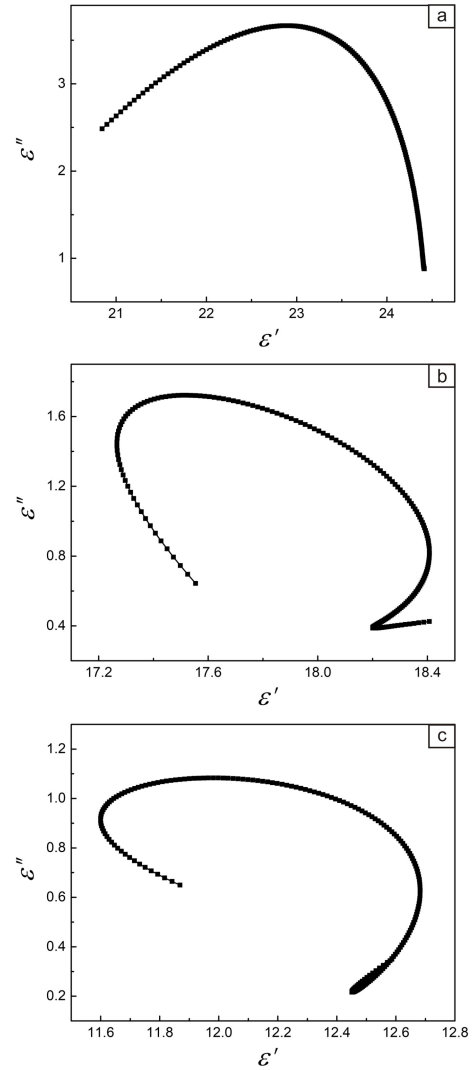


图 5 不同浓度磷酸磷化样品的柯尔-柯尔曲线: (a) 0%, (b) 10%, (c) 20%

Fig. 5 Cole-cole curves for samples phosphated with 0% (a), 10% (b) and 20% (c) phosphoric acid

吸波材料的磁损耗主要来源于涡流损耗、自然共振以及交换共振<sup>[20]</sup>。首先研究了涡流损耗系数  $C_0$  与频率  $f$  的关系, 以表征涡流损耗对磁损耗的贡献:

$$C_0 = \mu''(\mu')^{-2} f^{-1} \quad (5)$$



如图6所示,3种样品的 $C_0$ 均随着 $f$ 的变化发生较大变化,表明磁损耗主要来源于自然共振或交换共振<sup>[21]</sup>。自然共振一般发生在频率范围为10 GHz以下,交换共振则出现在更高频率范围<sup>[22]</sup>,在图3f中,磁损耗的共振峰出现的频率范围为6~9 GHz,因此可以认为磁损耗主要来自于自然共振。对于类球形的FeSiCr<sup>[23]</sup>、FeCo<sup>[24]</sup>和Fe-Ni<sup>[25]</sup>合金磁粉,其自然共振频率在4~6 GHz的频率范围内。而片状的FeCoSi磁粉具有更高的自然共振频率( $\geq 6.8$  GHz),这是因为球磨得到的片状磁粉具有较大的形状各向异性,能够突破Snoek极限<sup>[14]</sup>。根据交换共振模型,共振频率可以表示为<sup>[26]</sup>:

$$f = \gamma_0 \left( H_c + \frac{k}{D^2 M_s} \right) \quad (6)$$

其中, $\gamma_0$ 为旋磁比, $k$ 为交换作用常数, $H_c$ 为矫顽力、 $M_s$ 为饱和磁化强度, $D$ 为晶粒尺寸。式(6)中 $\gamma_0 H_c$ 项对应于自然共振的频率。从图3f可以看出,随着磷酸浓度升高,磁损耗有所降低并且自然共振峰往高频方向移动,这是因为随着磷酸浓度升高,磷化产生的非磁性相磷酸盐增多,磁粉矫顽力也随之增加,从而使自然共振频率进一步提高。

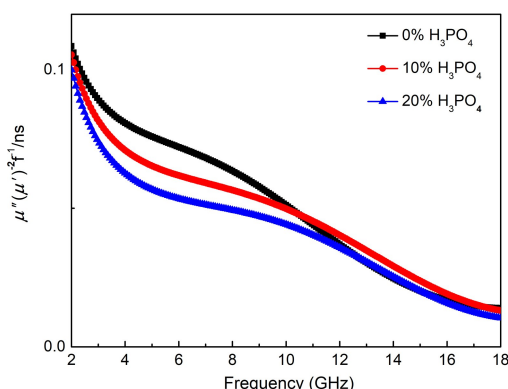


图6 不同浓度磷酸磷化样品的涡流损耗系数与频率的关系

Fig.6 Eddy current coefficient as a function of the frequency for the samples phosphated with varied phosphoric acid concentration

为了表征样品对电磁波的衰减能力,计算了样品的衰减常数 $\alpha$ <sup>[27]</sup>:

$$\alpha = \frac{\sqrt{2}\pi f}{c} + \sqrt{(\mu''\varepsilon'' - \mu'\varepsilon')^2 + (\mu'\varepsilon'' + \mu''\varepsilon')^2} \quad (7)$$

从图7b中可见,随着磷酸浓度的提升,样品的 $\alpha$ 减小,但是从实际测得的 $RL$ 中吸波性能最好的样品却是20%浓度磷酸磷化处理的样品。为了进一步解释该现象,计算了样品的归一化阻抗( $Z=Z_{in}/Z_0$ )。图7c和7d分别是阻抗实部( $Z'$ )和虚部( $Z''$ )随着频率的变化曲线图,当 $Z'$ 达到1且 $Z''$ 为0时代表阻抗完全匹配,电磁波可以完全进入材料<sup>[28]</sup>。从图7a中可以看出,20%磷酸磷化样品最接

近阻抗匹配,在14.30 GHz处实现最佳阻抗匹配,且该频率处 $RL$ 达到最大;而对于未经过磷化处理以及10%磷酸磷化处理的样品,其阻抗匹配较差,因此电磁波不易进入材料内部,即便材料的 $\alpha$ 很大也不能有效消耗电磁波。综上,样品经磷化处理后,介电常数得到调控,阻抗匹配得到改善,界面极化作用增强,且自然共振频率升高,这些因素共同作用,使20%磷酸磷化样品具有优良的微波吸收性能。

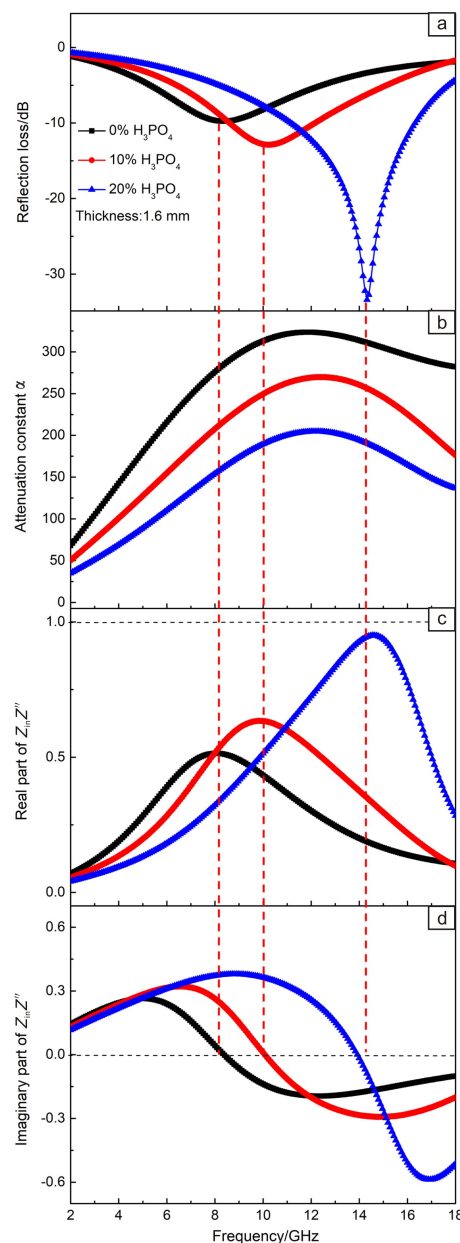


图7 样品反射损耗(a), 衰减常数(b), 归一化阻抗实部(c)和虚部(d)随频率变化图

Fig.7 Frequency dependence of the reflection loss (a), attenuation constant (b), real part (c) and imaginary part (d) of the normalized impedance for the samples

## 4 结 论

通过快淬甩带和高能球磨制备了三元 FeCoSi 片状合金磁粉, 采用不同浓度磷酸对磁粉进行磷化处理。样品的吸波性能随着磷酸浓度的升高而提升, 20% (质量分数) 浓度磷酸磷化处理样品呈现出最优的吸波性能, 在 1.6 mm 厚度时,  $RL$  达到 -33.40 dB, 带宽达到 5.20 GHz。高能球磨增加了磁粉的形状各向异性而使样品具有较高的自然共振频率, 且自然共振峰频率随着磷酸浓度的升高而进一步提高。磷化处理通过在磁粉表面生成磷酸盐层不仅有效地降低了材料的复介电常数, 改善了样品的阻抗匹配, 同时也增强了样品的界面极化作用。

## 参考文献 References

- [1] CHEN Z P, XU C, MA C, *et al.* *Advanced Materials*[J], 2013, 25: 1296–1300.
- [2] 刘丹莉, 刘平安, 杨青松, 等. 材料导报[J], 2013, 27(17): 74–78.
- [3] AITKEN R J, BENNETTS L E, SAWYER D, *et al.* *International Journal of Andrology*[J], 2005, 28(3): 171–179.
- [4] FREY A H. *Environmental Health Perspectives*[J], 1998, 106(3): 101–103.
- [5] LANDY N I, SAJUYIGBE S, MOCK J J, *et al.* *Physical Review Letters*[J], 2008, 100(20): 279–282.
- [6] 谢雄军, 曹运红, 王蕾. 飞航导弹[J], 2003(10): 56–60.  
XIE X J, CAO Y H, WANG L. *Aerodynamic Missile Journal*[J], 2003(10): 56–60.
- [7] TAO H, LANDY N I, BINGHAM C M, *et al.* *Optics Express*[J], 2008, 16(10): 7181–7188.
- [8] XU Y G, YAN Z Q, ZHANG D Y. *Applied Surface Science*[J], 2015, 356: 1032–1038.
- [9] WANG G, MA L, CHANG Y, *et al.* *Applied Surface Science*[J], 2012, 258(8): 3962–3966.
- [10] MOUCHON E, COLOMBAN P. *Journal of Materials Science*[J], 1996, 31(2): 323–334.
- [11] DUAN Y P, LI G, LIU L, *et al.* *Bulletin of Materials Science*[J], 2010, 33(5): 633–636.
- [12] FENG Y B, QIU T, SHEN C Y. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2007, 318(1/2): 8–13.
- [13] YANG R B, LIANG W F. *Journal of Applied Physics*[J], 2013, 113(17315): 1–3.
- [14] MACHIDA K I, LIU R J. *IEEE Transactions on Magnetics*[J], 2005, 41(10): 3577–3579.
- [15] FU H D, ZHANG Z H, YANG Q, *et al.* *Materials Science and Engineering: A*[J], 2011, 528(3): 1391–1395.
- [16] ZHAO B, GUO X Q, ZHAO W Y, *et al.* *ACS Applied Materials & Interfaces*[J], 2016, 8(42): 28917–28925.
- [17] YAN L, HONG C, SUN B, *et al.* *ACS Applied Materials & Interfaces*[J], 2017, 9(7): 6320–6331.
- [18] ZHANG X, RAO Y, GUO J, *et al.* *Carbon*[J], 2016, 96(C): 972–979.
- [19] ZHAO B, FAN B B, XU Y W, *et al.* *ACS Applied Materials & Interfaces*[J], 2015, 7(47): 26217–26225.
- [20] LIN G, SHENG S G, QING D A, *et al.* *RSC Advances*[J], 2019, 9: 766–780.
- [21] QIAO J, XU D M, LV L F, *et al.* *ACS Applied Nano Materials*[J], 2018, 1(9): 5297–5306.
- [22] AN Z, PAN S, ZHANG J. *Journal of Physical Chemistry C*[J], 2009, 113(7): 2715–2721.
- [23] KIM M S, MIN E H, KOH J G. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2009, 321(6): 581–585.
- [24] LIU X G, GENG D Y, ZHANG Z D, *et al.* *Applied Physics Letters*[J], 2008, 92(234110): 1–3.
- [25] ZHOU P H, DENG L J, XIE J L, *et al.* *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2005, 292: 325–331.
- [26] ZHOU C H, WU C, YAN M. *ACS Applied Nano Materials*[J], 2018, 1(9): 5179–5187.
- [27] WANG G, PENG X, YU L, *et al.* *Journal of Materials Chemistry A*[J], 2015, 3(6): 2734–2740.
- [28] QUAN B, LIANG X H, GUANGB J, *et al.* *ACS Applied Materials & Interfaces*[J], 2017, 9(11): 9964–9974.

(编辑 费蒙飞)