

液相热分解纳米铁镍合金的形貌可控合成及其磁学性能研究

赖文忠^{1,2} 王 鹏¹ 赵 威¹ 冷永华¹ 黄 婧¹ 李星国^{*,1}

(¹ 北京分子科学国家实验室, 稀土材料化学及应用国家重点实验室,
北京大学化学与分子工程学院, 北京 100871)

(² 三明学院化学与生物工程系, 三明 365004)

摘要: 以 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 和 $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ 为前驱物, 十八烯为溶剂, 在表面活性剂和分散剂油酸和油胺的协同作用下, 通过前驱体的液相热分解和自合金化, 制备铁镍合金纳米颗粒。通过 XRD 和 TEM 研究了产物的微观结构, 并对产物的磁学性质进行了表征。结果表明, 在反应温度为 200 °C, 油胺与油酸及甲酸镍的物质的量比为 4:2:1, 反应时间为 20 min 时可得形貌可控、抗氧化性强的面心立方晶体结构的平面三角形纳米铁镍合金, 晶粒尺寸为 15~55 nm。磁性测量表明, 300 K 时三角形形貌铁镍合金的饱和磁化强度为 $15.5 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$, 矫顽力趋近于零, 呈现超顺磁性; 在低温(4.2 K)时, 铁镍合金的饱和磁化强度为 $17.5 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$, 矫顽力增大明显。

关键词: 液相法; 形貌可控合成; 金属纳米颗粒; 铁镍合金; 磁学性能

中图分类号: O614.81; O611.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4861(2009)10-1703-08

Thermolysis Synthesis of Shape-Controlled Fe-Ni Alloy Nanoparticles and Magnetic Property

LAI Wen-Zhong^{1,2} WANG Peng¹ ZHAO Wei¹ LENG Yong-Hua¹
HUANG Jing¹ LI Xing-Guo^{*,1}

(*Beijing National Laboratory for Molecular Sciences, State Key Lab of Rare Earth Materials Chemistry and Applications, College of Chemistry and Molecular Engineering, Peking University, Beijing 100871*)

(*Department of Chemistry and Biology Engineering, Sanming University, Sanming, Fujian 365004*)

Abstract: Fe-Ni alloy nanoparticles were synthesized by thermal decomposition of $\text{Ni}(\text{COOH})_2$ and $\text{Fe}(\text{CO})_5$ with 1-octadecene as the solvent and oleic acid(OA) and oleylamine(OLA) as surfactants. The produced Fe-Ni alloy nanoparticles were characterized by X-ray diffraction(XRD), transmission electron microscope(TEM) and vibrating sample magnetometer(VSM). The results showed that a shape controlled fcc phase Fe-Ni alloy nanoparticles of triangular shape was formed when the molar ratio of OA, OLA and $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ was 4:2:1 at 200 °C for 20 min. Magnetic measurements revealed the alloy nanoparticles of triangular shape exhibit superparamagnetic behavior with a saturation magnetization of $15.5 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ at 300 K; a saturation magnetization of $17.5 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ and a coercivity of 158 Oe at 4.2 K.

Key words: solution method; shape control; metal nanoparticles; Fe-Ni alloy; magnetic property

随着现代科技的高速发展, 人们对材料提出了许多新的更高的要求, 超微粒子具有明显的小尺寸效应和表面效应, 长期以来引起许多研究者的重视和兴趣, 并取得了许多新的进展。晶粒尺寸小而均

收稿日期: 2009-05-11。收修改稿日期: 2009-07-25。

国家自然科学基金项目(No.20671004, 20821091), 863 项目(No.2007AA05Z118, 2007AA030114)资助。

*通讯联系人。E-mail: xgli@pku.edu.cn, Tel: 010-62765930, 会员登记号: E491111071S。

第一作者: 赖文忠, 男, 43 岁, 副教授; 研究方向: 无机纳米材料的制备及应用。

匀、团聚度低、比表面积大、化学活性高的合金粉末,为新材料的开发提供了广阔的前景。铁镍合金是一种传统的稳定性最佳且有高磁导率的软磁材料,超微铁镍合金粉由于具有不同于单质铁、镍金属粉末的特殊性能以及特殊的表面磁性,铁镍纳米合金在高密度磁记录材料、吸波隐身材料及高效催化剂、硬质合金、合金镀层等领域具有广泛的用途,近年来在国内外倍受关注^[1-9]。如何利用简单易得的设备,廉价的试剂,制备出性能较好的超细铁镍合金粉,并扩大其应用领域,是制备铁镍合金粉面临的一项重要任务^[2]。目前铁镍纳米合金的制备方法主要有固相法^[10-12]、气相法^[13-17]、液相法^[18,19]3种,其中固相和气相方法存在设备成本高、产品均匀性差和形貌控制困难等缺点,而液相法制备纳米材料由于具有工艺简单、效率高和成本低等优点而被广泛采用。液相合成铁系元素及其合金纳米微粉,一般是用硼氢化物等强还原剂将低价的 Fe^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 还原为金属单质^[2,20],徐怡等^[21]在液相体系采用交流电化学沉积法成功制备了 CoNi 合金纳米阵列。利用液相热分解铁镍前驱物制备纳米铁镍合金未见文献报导。本研究以十八烯为溶剂,以 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 和 $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ 为前驱物,以油酸和油胺为表面活性剂和分散剂,利用有机液相热分解及纳米金属颗粒的自合金化制备出纳米铁镍合金,扩展了液相法应用的领域,对于纳米铁镍合金的研究和应用也有推动作用。

1 实验部分

1.1 试剂和仪器

$\text{Fe}(\text{CO})_5$ (工业品,山西兴化化学股份有限公司羰基铁粉厂), $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ (CP, MERCK),油酸(OA)、油胺(OLA)和十八胺(均为 C.P.,百灵威化学试剂公司)。

搅拌数显恒温电热套(SHT,山东鄞城华鲁电热仪器有限公司),离心机(TDL-6A,上海菲恰尔分析仪器有限公司),超声波清洗器(KQ-100B,昆山市超声仪器有限公司),循环水式多用真空泵(SHB-III,郑州长城科工贸有限公司),透射电镜(JEOL 200CX TEM,日本电子),X射线衍射仪(DMAX 2400,日本理学),多功能磁测量系统(Maglab 2000,英国牛津仪器公司)。

1.2 纳米铁镍合金的制备

量取 10.0 mL 十八烯和准确称取一定量油酸、油胺和 $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$,放入 100 mL 三口瓶中,加入磁子,三口瓶口安装空气冷凝管与热电偶温度计,体系

以反口塞与聚四氟乙烯胶带密封,抽真空并充入氮气,至体系内空气充分被赶尽且充满氮气,最后在空气冷凝管上端加气球起缓冲作用。加热体系至设定温度,用注射器准确将一定量的 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 缓慢注入体系,控温反应一定时间。停止加热,冷却后将反应溶液转移至离心管,用环己烷与乙醇混合液超声洗涤,离心分离,沉淀再用乙醇超声洗涤多次,洗至离心液澄清无色,沉淀转移至表面皿,用抽风机冷风吹干,得纳米铁镍合金产品。

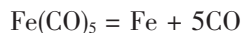
1.3 表征与性能测试

取少量固体样品用 DMAX 2400 型 X 射线衍射仪测量产物的晶体结构,Cu 靶, $K\alpha$ 射线(0.154 178 nm),管电压 40 kV,管电流 100 mA。将少量样品用乙醇超声分散取样,放在铜网上用 JEOL 200CX 型透射电子显微镜观测产物的形貌和粒径,加速电压为 160 kV。用 Maglab 2000 多功能磁测量系统测定样品的磁性性质,温度为 300 K 和 4.2 K,磁场扫描范围为 20 kOe。

2 结果与讨论

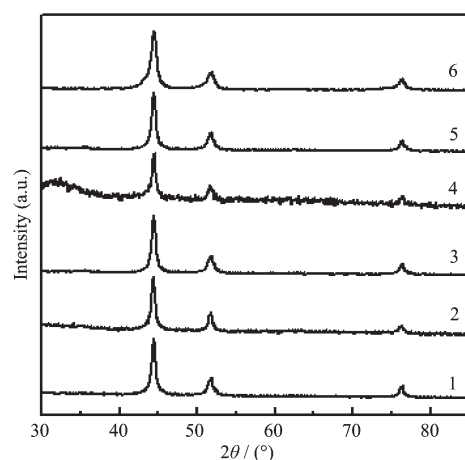
2.1 纳米铁镍合金制备原理

分别以 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 和 $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ 为铁和镍前驱体,以十八烯为溶剂,油酸和油胺为表面活性剂和分散剂,因 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 和 $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ 加热易分解,在有机液相体系中在表面活性剂和分散剂的协同作用下,控温使 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 和 $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ 缓慢分解,通过纳米金属颗粒的自合金化过程形成有一定形貌的纳米铁镍合金,反应方程式如下:



2.2 不同条件产物的晶体结构(XRD)分析

比较反应温度、反应时间、表面活性剂用量及铁镍的原料投放比对产物的形貌和晶体结构的影响。图 1 为反应温度 200 °C 时较优化的实验条件样品的 XRD 图(图中 $n_{\text{油酸}}:n_{\text{油胺}}$ 用 $n_{\text{OA}}:n_{\text{OLA}}$; $n_{\text{Fe}(\text{CO})_5}:n_{\text{Ni}(\text{HCOO})_2}$ 用 $n_{\text{Fe}}:n_{\text{Ni}}$ 表示,单位均为 mmol)。由图 1 可知所有衍射峰都归属于面心立方结构(fcc)镍特征衍射峰,衍射峰均较宽,说明产物粒径较小。根据 Scherrer 公式计算可知晶粒尺寸大小为 15~55 nm。当 $n_{\text{OA}}:n_{\text{OLA}}=1:2$; $n_{\text{Fe}}:n_{\text{Ni}}=1:1.8$ 反应温度为 250 °C 会发生碳化反应,得到纯的碳化物,其 XRD 图见图 2,通过标准卡片对比,该样品是 Ni_3C 产物,该结构产物有着完全不同



1: $n_{\text{OA}}:n_{\text{OLA}}=1:2$, $n_{\text{Fe}}:n_{\text{Ni}}=1:1.8$, $t=10$ min; 2: $n_{\text{OA}}:n_{\text{OLA}}=1:2$, $n_{\text{Fe}}:n_{\text{Ni}}=1:3$, $t=20$ min; 3: $n_{\text{OA}}:n_{\text{OLA}}=1:2$, $n_{\text{Fe}}:n_{\text{Ni}}=1:1.8$, $t=30$ min; 4: $n_{\text{OA}}:n_{\text{OLA}}=1:2$, $n_{\text{Fe}}:n_{\text{Ni}}=1:1.8$, $t=20$ min; 5: $n_{\text{OA}}:n_{\text{OLA}}=1:1$, $n_{\text{Fe}}:n_{\text{Ni}}=1:1.8$, $t=20$ min; 6: $n_{\text{OA}}:n_{\text{OLA}}=2:1$, $n_{\text{Fe}}:n_{\text{Ni}}=1:1.8$, $t=20$ min

图 1 较优化条件样品的 XRD 图(200 °C)

Fig.1 XRD patterns of the product under optimized condition at 200 °C

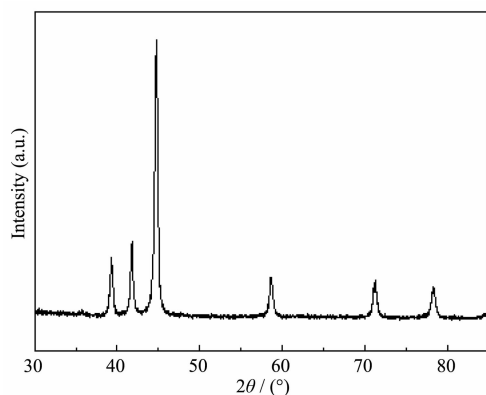


图 2 250 °C 样品的 XRD 图

Fig.2 XRD pattern of the product at 250 °C

于纳米铁镍合金的形貌,可从 TEM 图(见图 7)得到确证。

为更好实现对纳米铁镍合金颗粒的形貌控制,在反应温度为 200 °C,油酸与油胺物质的量比为 1:2 时,改变反应时间和 Fe 与 Ni 的投料比为 1:3 和 1:1.8 时产物的 XRD 见图 3 和图 4。

从图 3、图 4 可知,在反应温度为 200 °C,油酸与油胺物质的量比为 1:2 时,改变 Fe 与 Ni 的投料比及反应时间,都可制备具有面心立方晶体结构的纳米铁镍合金晶相,所得产品没有观察到氧化和碳化现象。

在液相反应体系,表面活性剂及分散剂的选择对反应会产生较大的影响。在反应温度为 200 °C,反

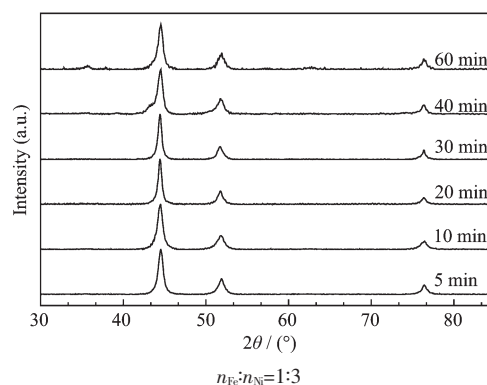


图 3 不同反应时间产物的 XRD 图

Fig.3 XRD patterns of the product of different reaction time

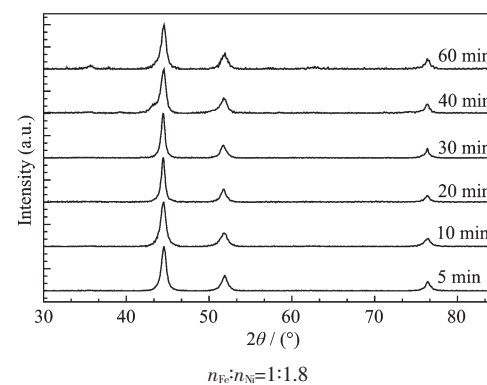
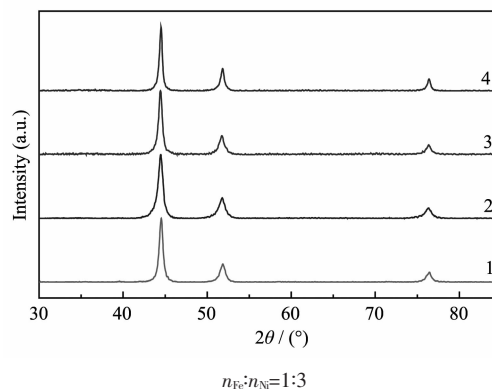


图 4 不同反应时间产物的 XRD 图

Fig.4 XRD patterns of the product of different reaction time

应时间为 20 min, Fe 与 Ni 的投料比为 1:3 时,改变表面活性剂得产物的 XRD 见图 5。

由图 5 可知,油酸与几种不同链长的胺表面活性剂的协同作用,均可制备具有面心立方晶体结构



1: octylamine; 2: dodecylamine; 3: oleylamine; 4: octadecylamine

图 5 不同表面活性剂产物的 XRD 图

Fig.5 XRD patterns of the product with different surfactant

的纳米铁镍合金晶相,颗粒的衍射峰均较宽,说明产物粒径较小。

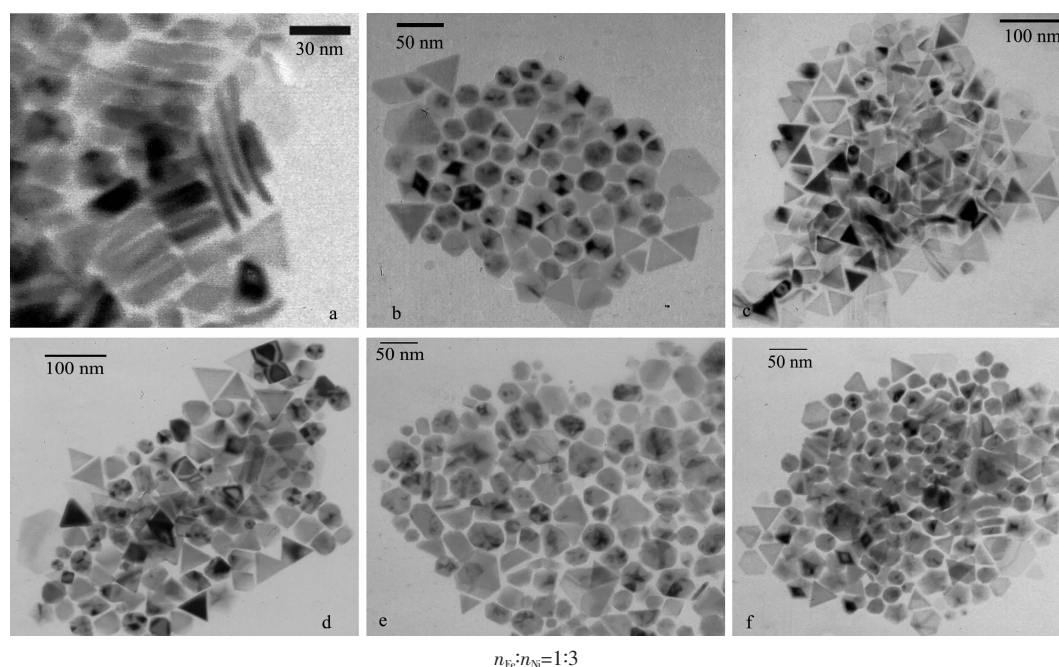
2.3 不同条件产物的晶体形貌(TEM)分析

在反应温度为 200 °C, 油酸与油胺物质的量比为 1:2, Fe 与 Ni 的投料比为 1:3 时, 不同反应时间产物的 TEM 图见图 6。

从产物 TEM 结果图可知, 反应时间对纳米铁镍合金晶体形貌影响较大, 呈现有棒状, 五、六边形颗粒, 三角形, 棱角圆滑的多边形等形貌。反应 20 min 所得三角形形貌产物相对单一, 晶粒尺寸大小为 15~55 nm, 与 XRD 表征结果相似。实验表明, 反应时间可实现产物形貌的控制, 10~30 min 是生成三

角形和六边形的适宜时间。其它条件不变, 改变 Fe 与 Ni 的投料比为 1:1.8 时, 相同反应时间对应产物的 TEM 图与图 6 类似, 说明 Fe 与 Ni 的投料比对反应产物形貌影响不大。但研究发现 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 的投料比例越高, 产品越容易被氧化, 这是由于铁抗氧化性差造成的; 而相应 $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ 的投料比越高, 抗氧化性越好, 这与镍的抗氧化性较强有关。实验表明 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 与 $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ 的用量不宜太接近, 否则很容易氧化。

升高反应温度对产物的晶体结构及形貌产生很大影响, 250 °C 时产物呈现竹节状形貌(见图 7), 主要是反应温度过高, 会产生碳化形成碳化物。试验表



a: 5 min; b: 10 min; c: 20 min; d: 30 min; e: 40 min; f: 60 min

图 6 不同反应时间样品的 TEM 图

Fig.6 TEM images of the product of different reaction time

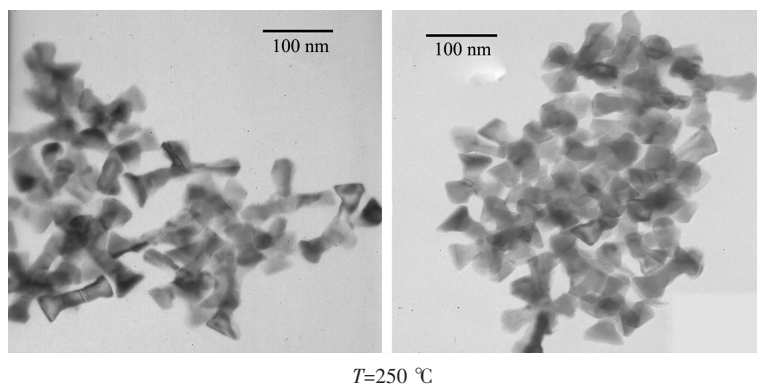


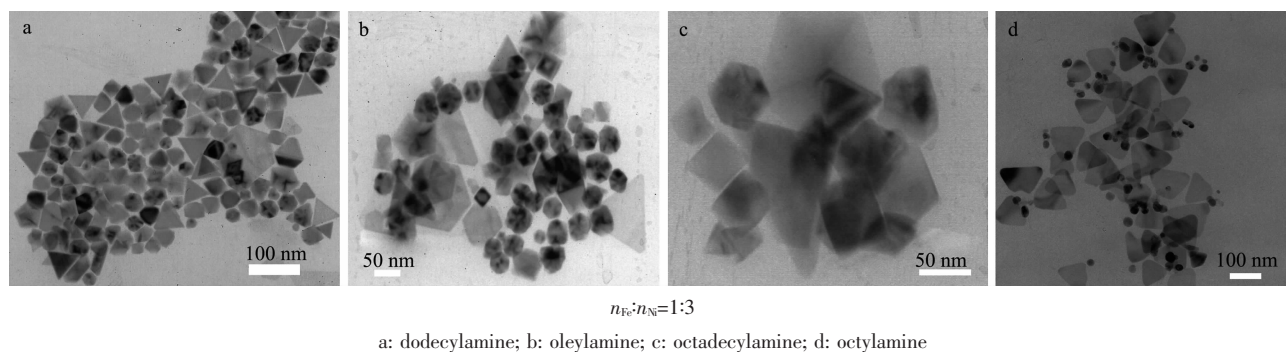
图 7 样品的 TEM 图

Fig.7 TEM images of the as-synthesized product at $T=250\text{ }^{\circ}\text{C}$

明,通过改变反应的条件可以在有机液相体系热分解实现对纳米铁镍合金颗粒的形貌可控制备。

在反应温度为 200 ℃,反应时间为 20 min,实验比较辛胺、十二胺、油胺和十八胺表面活性剂对产物形貌的影响,产物的 TEM 见图 8。从图 8 可以看出,油酸与不同链长的胺类表面活性剂的协同作用,均可制备具有面心立方晶体结构的纳米铁镍合金晶相,不同链长的 4 种表面活性剂对产物的形貌影响不大,但对粒径影响较大。油酸起到的是阻止颗粒长大的作用,而油胺起到的是促使反应物分解的作用,只有同时使用才能达到较好的效果。实验发现只用油酸时前驱物分解速率很慢,TEM 及 XRD 显示产物中夹杂未分解的甲酸镍成分;而只用油胺时热分

解反应过快,使生成的铁镍纳米颗粒产生强烈氧化甚至燃烧现象。理论研究表明,表面活性剂的链长越长,则其空阻效应越强,造成的结果应该是产物颗粒越小,但从图 8 并不能看出这种明显区别。这有可能是因在强调形貌的同时未将每种颗粒做得均匀所致。文献报道的相关表面活性剂多为辛胺或油胺,这是因为辛胺的分子量小,常温是液态,而油胺由于有不对称的双键,虽分子量大,在常温下也是液态。其他如十二胺,十八胺等常温下均为固态,使产物洗涤分离困难,这类附着于颗粒表面的固态表面活性剂不易用一般方法洗除,稍微加热又会造成产品被氧化,因此一般不选固态表面活性剂进行试验。



a: dodecylamine; b: oleylamine; c: octadecylamine; d: octylamine

图 8 不同表面活性剂产物的 TEM 图

Fig.8 TEM images of the as-synthesized product with different surfactant

2.4 纳米铁镍合金的磁学性能(VSM)表征

铁镍合金是一种应用广泛的高磁导率的软磁材料,实验研究了合成产物主要形貌纳米铁镍合金的磁学性能。图 9~14 为纳米铁镍合金在磁场强度为 20 kOe,温度为 300 K 和 4.2 K 时的磁滞回线。

从图 9、10 可见,形貌为三角形的铁镍合金(TEM 见图 6(c))在外加磁场强度小于 4 kOe 时,样品的磁化强度随外加磁场强度的增加而显著增大,趋

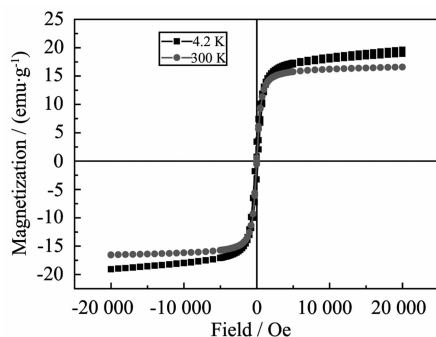


图 9 三角形样品在不同温度时磁滞回线图

Fig.9 Hysteresis loops of the as-synthesized triangular samples at 4.2 K and 300 K

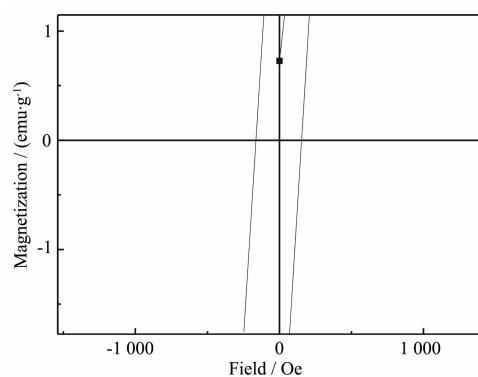


图 10 三角形样品在 4.2 K 时磁滞回线局部放大图

Fig.10 Details of the hysteresis loop of the as-synthesized triangular samples at low field at 4.2 K

于饱和。当外加磁场强度大于 4 kOe 时,随着外加磁场强度的增加,样品的磁化强度缓慢增大,300 K 时铁镍合金的饱和磁化强度为 15.5 $\text{emu}\cdot\text{g}^{-1}$,矫顽力趋近于零,呈现超顺磁性,而在低温(4.2 K)时,铁镍合金的饱和磁化强度有所增加,为 17.5 $\text{emu}\cdot\text{g}^{-1}$ 。纳米铁镍合金呈现超顺磁性可由 Herzer 的无规取向各

向异性模型来解释^[22]。由于纳米合金晶粒度细小,晶粒本身的磁晶各向异性能小到可与热运动能相比拟,并且由于近邻晶粒的交换作用以及静电偶合作用,使得宏观有效磁晶各向异性能近似为零,易磁化方向会作无规律的变化,结果呈现超顺磁性。

从图 11、12 可知,六边形的铁镍合金(TEM 见图 6(b))在外加磁场强度小于 2.5 kOe 时,样品的磁化强度随外加磁场强度的增加而显著增大。当外加磁场强度大于 2.5 kOe,温度为 300 K 时,随着外加磁场强度的增加,样品的磁化强度也是缓慢增大直至饱和,该铁镍合金的饱和磁化强度较三角形貌小得多,仅有 $3.0 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$,矫顽力也趋近于零,呈现顺磁性,而在低温(4.2 K)时,外加磁场强度大于 2.5 kOe 时,随着外加磁场强度的增加,样品的磁化强度增幅较大,当外加磁场强度达 20 kOe 时,铁镍合金的磁化强度可达 $6 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

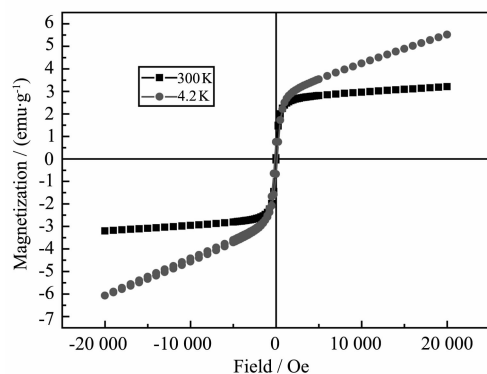


图 11 六边形样品在不同温度时磁滞回线图

Fig.11 Hysteresis loops of the as-synthesized hexagonal samples at 4.2 K and 300 K

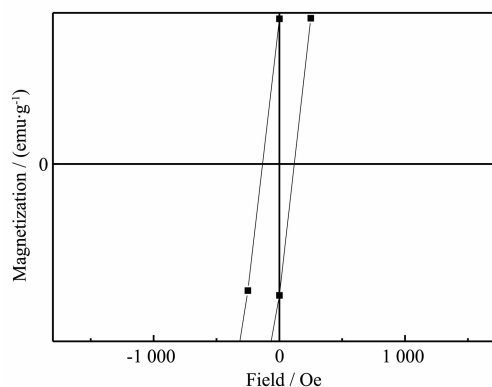


图 12 六边形样品在 4.2 K 时磁滞回线局部放大图

Fig.12 Details of the hysteresis loop of the as-synthesized hexagonal samples at low field at 4.2 K

从图 13、14 可知,三角形和六边形形貌的铁镍合

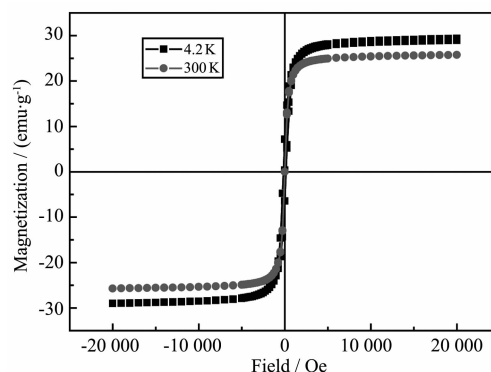


图 13 混合型样品在不同温度时磁滞回线图

Fig.13 Hysteresis loops of the as-synthesized mixed samples of triangular and hexagonal shapes at 4.2 K and 300 K

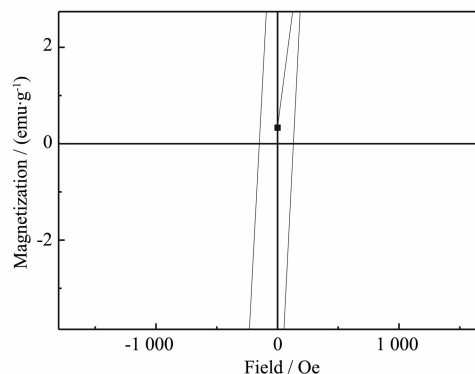


图 14 混合型样品在 4.2 K 时磁滞回线局部放大图

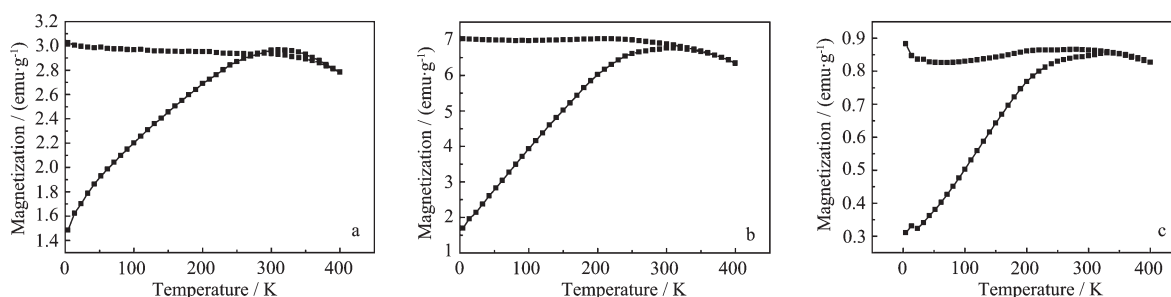
Fig.14 Details of the hysteresis loop of as-synthesized mixed samples at low field at 4.2 K

金(TEM 见图 6(d)),样品的磁化强度随外加磁场强度的变化与三角形形貌相似,只是在 300 K 和 4.2 K 时的饱和磁化强度增大较多,分别为 25 和 $29 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

由于纳米铁镍合金的粒径小,热运动能明显影响到颗粒在磁场下的排列,因此在室温附近时(如 300 K)其矫顽力为零,饱和磁化强度相对较低;而当温度很低(如 4.2 K)时,温度对其影响明显减弱,矫顽力也随之上升到 130 Oe(3 个样品矫顽力从 4.2 K 时磁滞回线的局部放大图中可看出,分别为 158, 132, 125 Oe)左右,饱和磁化强度也有较大提高。从矫顽力可以看出纳米铁镍合金相比传统磁性材料有优势,传统材料中磁性很强的铁纳米颗粒其矫顽力也小于 1 Oe,与纳米铁镍合金相比相差数百倍。

实验测定了三角形、三角形与六边形混合、六边形 3 种形貌产物的磁化随温度变化的 $M-T$ 曲线,见图 15。

3 种形貌的 T_B (blocking temperature) 分别为



a: Triangle; b: Triangle and Hexagonal; c: Hexagonal

图 15 产物三种形貌的 M - T 曲线图Fig.15 M - T curves of the as-synthesized product of three different shapes

323, 331, 331 °C。从理论上说, T_B 与粒度的关系应该比形貌的大, T_B 是随着粒径变大而降低的。

2.5 碳化物的磁学性能(VSM)表征

改变反应温度对产物的形貌和组成产生较大影响, 250 °C 时, 得到的是一种镍的碳化物, 实验测定了碳化物在 300 K 和 4.2 K 时的磁学性能。该碳化物的磁滞回线见图 16 至图 17, 其磁化随温度变化的 M - T 曲线见图 18。

由图 16 至图 18 可知, 与不同形貌纳米铁镍合金相比, 碳化物的饱和磁化强度明显要低, 300 K 时碳化物的饱和磁化强度为 $0.4 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$, 碳化物也是一种顺磁性物质。但是碳化物的矫顽力要比纳米铁镍合金的大几倍, T_B 也有所下降。

实验还对产物的组成进行测定, ICP 结果表明, 所得的样品中铁镍比例只有 1:80 左右, 即产物的成分中 Fe 含量少, 大部分为 Ni。这有别于文献的报导, 究其原因, 可能是镍实验所用的镍的前驱物的分解抑制了铁前驱物的分解。单独研究镍的前驱物热分解并不能得到三角形形貌产物, 因此铁对产物形貌控制还是起了重要作用(另文报导)。

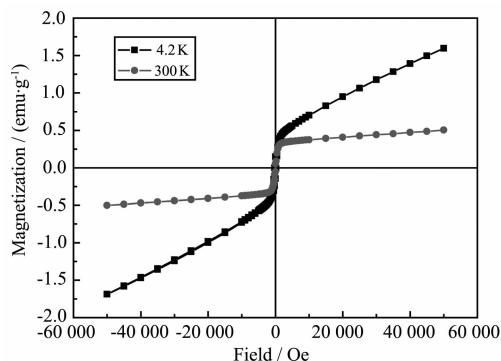


图 16 碳化物在不同温度时磁滞回线图

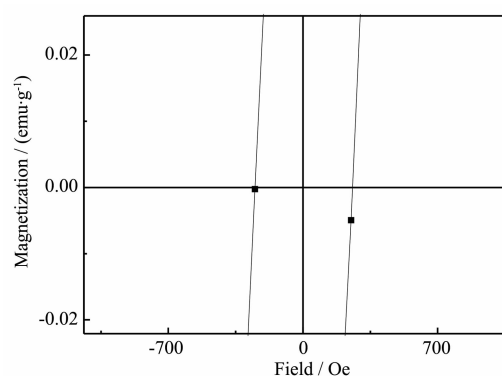
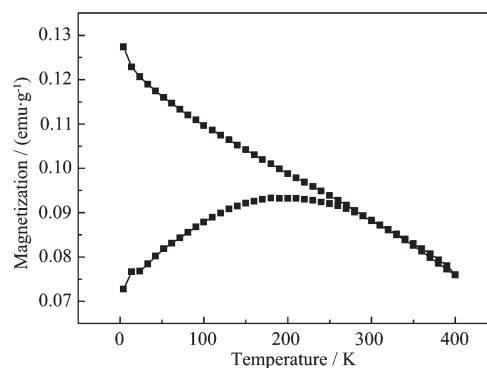
Fig.16 Hysteresis loops of the as-synthesized Ni_3C nanoparticles at 4.2 K and 300 K

图 17 碳化物在 4.2 K 时磁滞回线局部放大图

Fig.17 Details of the hysteresis loop of the as-synthesized Ni_3C nanoparticle at low field at 4.2 K图 18 碳化物的 M - T 曲线Fig.18 M - T curves of the as-synthesized Ni_3C nanoparticles

3 结 论

(1) 有机液相体系通过热分解法, 以 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 和 $\text{Ni}(\text{HCOO})_2$ 为前驱物, 在反应温度为 200 °C, 反应时间为 20 min 时, 通过油酸和油胺表面活性剂的协同作用和自合金化过程, 可实现纳米铁镍合金的形貌可控制备, 产物主要为面心立方晶体结构的平面三

角形纳米铁镍合金,晶粒尺寸为 15~55 nm。

(2) 利用有机液相热分解制备的纳米铁镍合金,其磁学性能良好,300 K 时三角形形貌铁镍合金的饱和磁化强度为 $15.5 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$,矫顽力趋近于零,呈现超顺磁性,而在低温(4.2 K)时,铁镍合金的饱和磁化强度有所增加,为 $17.5 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$,矫顽力增大明显。

(3) 反应时间是实现纳米铁镍合金形貌可控合成的一个重要因素,不同反应时间均可得到面心立方晶体结构的铁镍合金产物,但反应时间不同产物形貌差别较大。反应温度对产物的组成影响较大,温度低所得产物不纯;高温则得到镍的碳化物,其磁性很弱,碳化物的饱和磁化强度明显要低,是一种顺磁性物质,但其矫顽力要比纳米铁镍合金的大几倍。TEM 显示碳化物形貌为规则的竹节状,很少有文献报道,有待进一步研究。

(4) ICP 结果表明,样品中铁镍含量比例为 1:80 左右,产物抗氧化性增强,是一种很有发展前景的软磁材料,本研究方法可推广到其它金属纳米颗粒合金的制备,安全稳定,可实现对产物的形貌可控制备。

参考文献:

- [1] ZHANG Yin-Liang(张银亮), ZHANG Chuan-Fu(张传福), ZHAN Qing(湛菁), et al. *Sichuan Nonferrous. Metal. (Sichuan Youse Jinshu)*, **2007**(1):31~36
- [2] LUO Ju-Hua(罗驹华). *Chem. Res. Appl. (Huaxue Yanjiu Yu Yunyong)*, **2008**,**20**(8):1018~1020
- [3] Tartaj P, Morales M P, Gonzalez-Carreno T, et al. *J. Magn. Magn. Mater.*, **2005**,**290**:28~34
- [4] Mchenry M E, Laughlin D E. *Acta Mater.*, **2000**,**48**:223~238
- [5] Teunissen W, Groot F M F, Geus J, et al. *J. Catal.*, **2001**, **204**:169~174
- [6] LIU Lan-Xiang(刘兰香), HUANG Yu-An(黄玉安), HUANG Lun-Sheng(黄润生), et al. *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **2007**,**23**(9):1667~1670
- [7] LIU Qing-Fang(刘青芳), WANG Jian-Bo(王建波), PENG Yong(彭勇), et al. *Acta Phys.-Sin. (Wuli Xuebao)*, **2001**,**50** (10):2008~2011
- [8] ZOU Ke(邹科), YANG Dong-Fang(杨东方), MA Xiang-Dong(马向东). *J. Mater. Eng. (Cailiao Gongcheng)*, **2008**(2): 54~57
- [9] MA Jie(马杰), WU Yu-Cheng(吴玉程), ZHANG Yong(张勇), et al. *Metal. Fun. Mater. (Jinshu Gongneng Cailiao)*, **2004**,**11**(1):4~8
- [10] Gorria P, Martinez B D, Perez M J, et al. *J. Magn. Magn. Mater.*, **2005**,**294**:159~164
- [11] Liu Y S, Zhang J C, Yu L M, et al. *J. Magn. Magn. Mater.*, **2005**,**285**:138~144
- [12] Qin X Y, Kim J G, Lee J S. *Nanostruct. Mater.*, **1999**,**11**(2): 259~270
- [13] Divinski S V, Hisker F, Kang Y S. et al. *Acta Mater.*, **2004**, **52**:631~645
- [14] Son S, Taheri M, Carpenter E, et al. *J. Appl. Phys.*, **2002**, **91**(10):7589~7591
- [15] Alyouov M L, Leontieva O N. *Nanostruct. Mater.*, **1995**(6):393~395
- [16] LI Can-Quan(李灿权), ZHANG Xue-Feng(张雪峰), WANG Wei-Na(王威娜), et al. *J. Mater. Eng. (Cailiao Gongcheng)*, **2006**(2):46~50
- [17] ZHAO Hong-Ying(赵洪英), YAO Su-Wei(姚素薇), ZHANG Wei-Guo(张卫国), et al. *Chinese J. Chem. Phys. (Huaxue Wuli Xuebao)*, **2004**,**17**(6):752~756
- [18] Moustafa S F, Daoush W M. *J. Mater. Proce. Tech.*, **2007**, **181**:59~63
- [19] SHEN Hong-Fang(沈宏芳), CHEN Wen-Ge(陈文革), GU Chen-Qing(谷臣清). *Mater. Mech. Eng. (Jixie Gongcheng Cailiao)*, **2005**,**29**(4):31~33
- [20] DONG Guo-Jun(董国君), ZHANG Jie(张杰), WAN Xing(万幸), et al. *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **2006**,**22**(1):175~178
- [21] XU Yi(徐怡), XU Jin-Xia(徐金霞), JIANG Lin-Hua(蒋林华). *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **2009**,**25**(3):459~464
- [22] Herzer G. *Scr. Metall. Mater.*, **1995**,**33**(10~11):1741~1756