

经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理的 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 复合纳米微粒分析

林立华¹, 周群¹, 卜胜利²

(1. 上海理工大学 大学物理实验中心, 上海 200093; 2. 上海理工大学 理学院, 上海 200093)

摘要: **目的** 研究经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理后 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 复合纳米微粒稳定分散在磁性液体中的机理。**方法** 使用共沉淀法制备 $\text{FeOOH}/\text{Ni}(\text{OH})_2$ 前躯体, 经 FeCl_2 溶液处理后得到以 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 为核心, Ni_2O_3 在外层, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 在最外层的核-壳结构 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 复合纳米微粒。用硝酸铁溶液对其进行进一步处理, 使微粒表面性质稳定以适合配制离子型磁性液体。使用振动样品磁强计、透射电子显微镜、X 射线衍射仪、X 射线光电能谱仪对硝酸铁处理后复合纳米微粒的磁性、形态、晶体结构、化学组成及结构进行分析。**结果** 经硝酸铁处理后, 微粒的磁性减弱, 粒径略微变大, 约为 11 nm, 但位于微粒核心的主要成分 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 保持不变, 且在微粒表面包裹了一层 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 抗腐蚀层。**结论** 经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理后微粒表面包裹的抗腐蚀层及配制磁性液体时微粒表面吸附同种 H^+ 或 OH^- 形成的静电斥力, 使微粒在磁性液体中稳定分散。

关键词: 复合纳米微粒; 核-壳结构; $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理; 磁化强度; 抗腐蚀层

中图分类号: TB383 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2015)09-0072-06

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2015.09.012

Analysis of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ Composite Nanoparticles after $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ Treatment

LIN Li-hua¹, ZHOU Qun¹, PU Sheng-li²

(1. Experiment Center of College Physics, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China;
2. College of Science, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China)

ABSTRACT: **Objective** To investigate the mechanism of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ composite nanoparticle stably dispersed in the ferrofluids after $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ treatment. **Methods** The $\text{FeOOH}/\text{Ni}(\text{OH})_2$ precursor was prepared by coprecipitation, and was then treated with the FeCl_2 solution to obtain composite nanoparticles containing $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ core, Ni_2O_3 external shell and $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ outermost layer. The nanoparticles were then treated with $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ to obtain modified particles with stable surface properties for the preparation of ionic ferrofluids. The magneticity, morphology, crystal structure, chemical composition and structure of the composite nanoparti-

收稿日期: 2015-06-18; 修订日期: 2015-07-05

Received: 2015-06-18; Revised: 2015-07-05

基金项目: 上海高校青年教师培养资助计划(ZZSLG14029)

Fund: Supported by the Shanghai Young College Teachers Training Scheme(ZZSLG14029)

作者简介: 林立华(1987—), 男, 福建人, 硕士, 助理实验师, 主要从事磁性纳米微粒及磁性液体物理性质的研究。

Biography: LIN Li-hua(1987—), Male, from Fujian, Master, Assistant technician, Research focus: physical properties of magnetic nanoparticles and ferrofluids.

通讯作者: 卜胜利(1978—), 男, 博士, 教授, 研究方向: 磁光功能材料及磁光器件。

Corresponding author: PU Sheng-li(1978—), Male, Ph. D., Professor, Research focus: magneto-optical functional materials and magneto-optical devices.

cles after $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ treatment were analyzed by VSM, TEM, XRD, EDX and XPS. **Results** The particles after treatment were slightly larger (about 11 nm), but the major component $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ located in the core of particles remained unchanged. And the surface of the particles was covered with a $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ corrosion-resistant layer. **Conclusion** The corrosion-resistant layer covering the particles after $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ treatment and the electrostatic repulsion formed by the same species H^+ or OH^- adsorbed onto the surface of the particles during the preparation of magnetic liquid made the particles stably dispersed in the ferrofluids.

KEY WORDS: composite nanoparticles; core-shell structure; $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ treatment; magnetization strength; anti-corrosion layer

磁性纳米微粒是一种多功能材料,它不仅具有小尺寸效应、表面效应等纳米微粒的基本特征,还具有超顺磁和较高矫顽力等不同于传统磁性材料的新特征。由于其独特的尺寸和物理性能,在磁性液体、磁记录材料、生物医学材料、环境治理等方面有着广泛的应用前景^[1-6]。低维磁性材料在纳米尺度范围内出现的一些磁有序现象可能产生新的技术应用,因此磁性纳米微粒的制备和表征受到了越来越多的关注^[7]。复合纳米微粒是由两相或两相以上不同物理、化学性质结合产生的一种全新材料^[8]。复合磁性纳米微粒在磁性液体和分离科学与技术等方面有着重要的应用^[9]。

磁性纳米微粒是磁性液体的重要组成部分。Massart 法^[10]制备离子型磁性液体的原理是使微粒表面吸附 H^+ 或 OH^- , 利用同种电荷形成的静电斥力克服微粒团聚。因此,采用 Massart 法合成磁性液体时,为使磁性纳米微粒的表面性质稳定,需用 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 溶液处理,使其表面包裹一层极薄的抗腐蚀层。某课题组在前期的研究工作中发现,使用化学诱导相变法制备的 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 复合纳米微粒非常适合配制磁性液体,合成的磁性液体具有良好的分散性、高的磁化强度等优点^[11]。因此,对硝酸铁处理后 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 复合纳米微粒表面组成及结构的研究对于研制分散稳定性好、磁化强度高的磁性液体具有重要意义。鉴于此,文中对硝酸铁处理前、后的复合纳米微粒的表面组成及结构进行了分析和探讨。

1 实验

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 复合磁性纳米微粒的制备分两个步骤。首先使用化学共沉淀法制备 $\text{FeOOH}/\text{Ni}(\text{OH})_2$ 前驱体,用 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NaOH 为原料分别配制 Fe^{3+} , Ni^{2+} , NaOH 溶液。常温下,按摩尔比为 $n(\text{Fe}^{3+}) : n(\text{Ni}^{2+}) = 2 : 1$ 的比例混合,然后加入适量的 NaOH 溶液并充分搅拌,然后将混合液升温至沸腾,5 min 后停止加热,待自然冷却过程中黑色前驱

体沉淀物逐渐从溶液中析出。用稀 HNO_3 水溶液多次清洗沉淀物,直至 pH 值约为 7。其次使用化学诱导相变法制备 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 复合纳米微粒。将黑色前驱体沉淀物加入到沸腾的 FeCl_2 溶液 (0.1 mol/L, 400 mL) 中,保持沸腾 30 min,并不断搅拌。加热停止后让其自然冷却,析出的黑色沉淀物即为 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 复合物(未经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理)。将 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 沉淀物再加入到沸腾的 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 溶液 (0.25 mol/L, 400 mL) 中,保持沸腾 30 min 后自然冷却,经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理的 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 沉淀物逐渐从溶液中析出。以上两种沉淀物经离心、丙酮脱水、干燥、研磨后即可得到 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理前、后的 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 复合纳米微粒。

对两种微粒的磁性、形态、晶体结构及化学组成分别使用振动样品磁强计 (VSM, HH-15)、透射电子显微镜 (TEM, TecnaiG220)、电子衍射 (ED, in TEM)、X 射线衍射仪 (XRD, XD-2)、X 射线能谱仪 (EDX, INCA SEM-350) 及 X 射线光电子能谱仪 (XPS, SAM800) 进行测量和表征。

2 结果与讨论

2.1 磁性测量

在室温下,用振动样品磁强计对经硝酸铁处理前、后微粒的磁性进行了测量,结果如图 1 所示。可

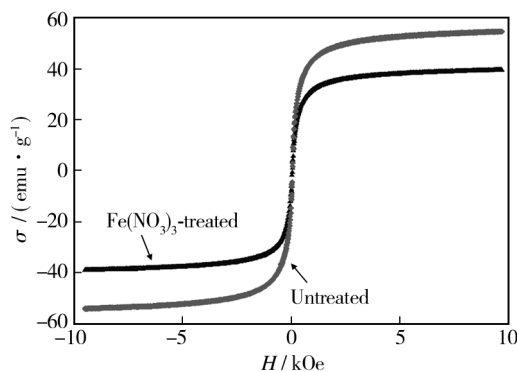


图 1 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 微粒的比磁化曲线

Fig. 1 The specific magnetization curves of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ particles

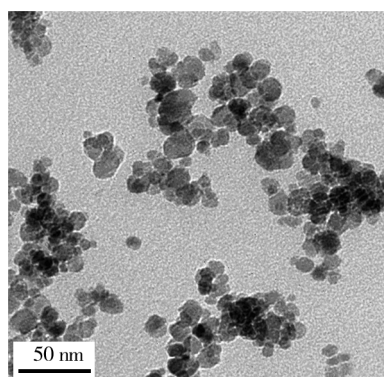
以看出,两种微粒都呈铁磁性,但处理后微粒的比饱和磁化强度 σ_s 明显低于未处理的微粒。利用高场下 σ_s-1/H 的关系^[12],可求出微粒的比饱和磁化强度分别为 54.49 emu/g 和 39.38 emu/g。

2.2 形态观察

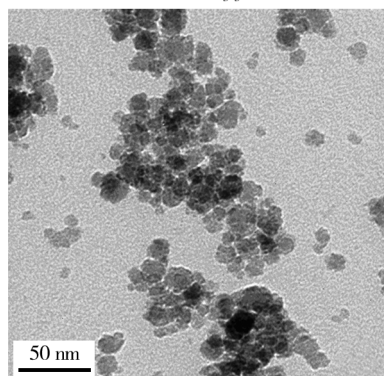
图2为硝酸铁处理前后所得 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 纳米微粒的 TEM 图像。可以看出,两种微粒均近似呈球形,大小较为均匀;经硝酸铁处理后微粒(图2b)的粒径要比未处理微粒(图2a)的粒径稍大一些。将 TEM 图像中两种微粒的粒径进行了统计分析,得出粒径分布(图3)符合对数正态分布:

$$f(\ln x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \ln \sigma_g} \exp \left[-\frac{(\ln x - \ln d_g)^2}{2 \ln^2 \sigma_g} \right]$$

式中: d_g 为微粒粒径的几何平均值; σ_g 为标准偏差; x_a 为算术平均粒径。未经硝酸铁处理微粒 $d_g = 10.78 \text{ nm}$, $\ln \sigma_g = 0.27$, $x_a = \exp[\ln d_g + 0.5 \ln^2 \sigma_g] = 11.18 \text{ nm}$ ^[13];经硝酸铁处理微粒 $d_g = 11.43 \text{ nm}$, $\ln \sigma_g = 0.26$, $x_a = 11.82 \text{ nm}$ 。



a 未经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理



b 经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理

图2 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 纳米微粒 TEM 图像

Fig. 2 Typical TEM images of (a) untreated $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ particles and (b) $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -treated $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ particles

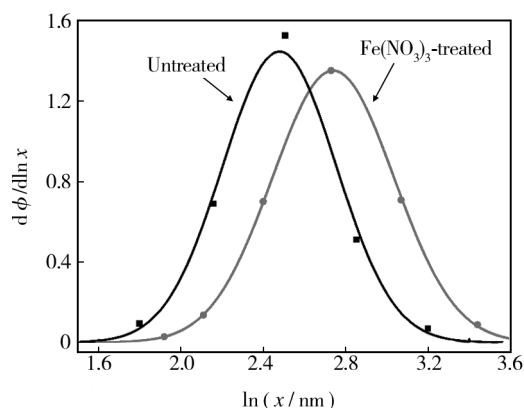


图3 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 微粒粒径分布

Fig. 3 Log-size histogram for $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$

2.3 晶体结构分析

利用 XRD 衍射仪对硝酸铁处理前、后微粒的晶体结构进行了分析,结果如图4所示。图4a为未经硝酸铁处理微粒的衍射谱,其强衍射峰(hkl)主要对应磁铁矿 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (PDF#39-1346),一些稍弱的衍射峰(hkl)*对应 Ni_2O_3 (PDF#14-0481),其余较弱的衍射峰对应含 Cl 物质。图4b为经硝酸铁处理微粒的衍射谱, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 和 Ni_2O_3 对应的衍射峰也相应显示出来。图4b衍射谱中 Ni_2O_3 衍射峰相对于 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 衍射峰的强度(称为相对强度)比图4a衍射谱中的相对强度低,说明硝酸铁处理微粒中 Ni_2O_3 的量减少,而且出现了谱中 ABCD 所指的新衍射峰。根据图5中选区电子衍射花样图所显示的清晰衍射环计算出的晶面间距 d 值与 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (PDF#01-0124)中 $d=0.1700, 0.1900, 0.2550, 0.2620 \text{ nm}$ 的晶面间距值相近。

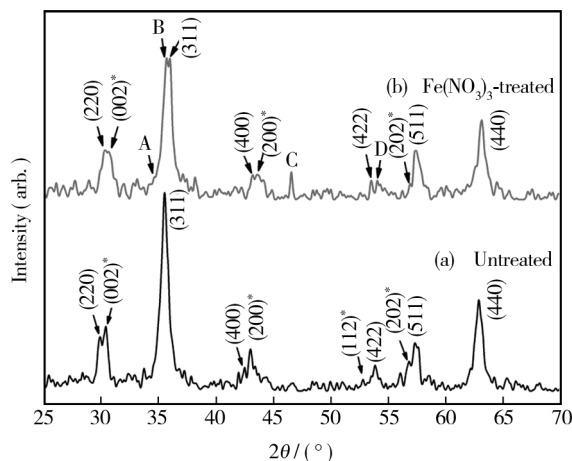


图4 XRD 衍射谱

Fig. 4 XRD patterns of particles

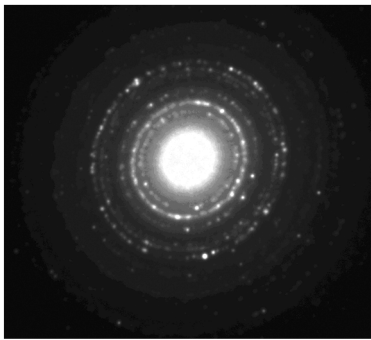


图 5 经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理微粒的电子衍射图
Fig. 5 ED pattern of $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -treated particles

2.4 成分分析

2.4.1 EDX 分析

为了确定微粒的组成成分,利用 EDX 对其进行了分析。硝酸铁处理前、后微粒所含元素的原子数分数列于表 1。未经硝酸铁处理微粒除了含有 O、Fe、Ni 元素之外,还有少量 Cl 元素。经硝酸铁处理微粒除了含有 O、Fe、Ni 元素之外,还有 N 元素,但不含 Cl 元素。

表 1 EDX 测量结果中各元素原子数分数

Tab. 1 The results of atomic percentages from EDX measurement

Sample	%				
	O	Fe	Ni	Cl	N
Untreated particles	56.82	39.15	2.37	1.66	—
Treated particles	60.33	35.60	1.57	—	2.50

2.4.2 XPS 分析

为了进一步确定微粒所含元素及其化学价态,利用 XPS 对其进行了分析,结果如图 6 所示。由图 6 可知,处理前后微粒中所含元素的测量结果与 EDX 的测量结果相一致。结合 EDX, XRD 和电子衍射的测量结果可知,两种微粒均含有 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 和 Ni_2O_3 ,但在未经硝酸铁处理微粒中还存在含 Cl 物质,而经硝酸铁处理微粒中存在含 N 物质。在 XPS 测量结果中,分别将两种微粒的 $\text{Fe}2\text{p}_{3/2}$ 和 $\text{O}1\text{s}$ 图谱分峰,如图 7 所示。分峰后各元素结合能数值与结合能标准值分别列于表 2。根据上述实验结果和分析可以准确判定,未经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理的微粒含有 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、 Ni_2O_3 和 FeCl_3 ;而经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理的微粒中含有 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、 Ni_2O_3 和 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 。未经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理的微粒中 FeCl_3 可能含有结晶水,即 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。这与使用化学诱导相变法制备 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 纳米微粒时在

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 核的表面形成 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}^{[14]}$ 的现象类似。

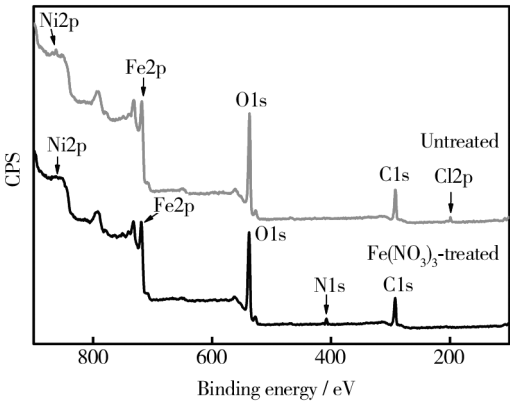


图 6 XPS 图谱

Fig. 6 XPS spectra of particles

表 2 XPS 分峰后各原子结合能

Tab. 2 The binding energy data from XPS measurement

Sample	eV			
	O1s	$\text{Fe}2\text{p}_{3/2}$	$\text{Ni}2\text{p}_{3/2}$	$\text{Cl}2\text{p}$
Untreated particles	529.8(P ₁)	710.2(P ₁)	854.9	198.1
	531.8(P ₂)	711.0(P ₂)		
$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	529.8	710.9	855.6	198.0
Ni_2O_3	531.8			
FeCl_3		711.0		

Note: The standard data for $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Ni_2O_3 , FeCl_3 are taken from the handbook of X-ray photoelectron spectroscopy, for $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ are taken from Ref. ^[13]

2.5 讨论

实验结果分析表明,经硝酸铁处理前、后微粒都是大小约为 11 nm 的球形微粒,未经硝酸铁处理微粒由 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、 Ni_2O_3 和 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 三部分组成,且微粒是以 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 为核心, Ni_2O_3 在外层, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 最外层的核-壳结构,这与前期的研究结果一致^[15]。由于 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的量很少,所以无法在 XRD 衍射谱中较清晰显示。经硝酸铁处理的微粒除了含有 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 和 Ni_2O_3 外,还有少量 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$,但不含 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。相比于未处理微粒,处理后微粒所含的 Ni_2O_3 量减少,这可能是在硝酸铁处理过程中 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和部分的 Ni_2O_3 溶解,而溶液中的 Fe^{3+} 和 NO_3^- 吸附在微粒的表面生成了 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 。由此可判断,处理后微粒是以 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 为核心, Ni_2O_3 在外层, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 最外层的核-壳结构。其微粒结构变化如图 8 所示。

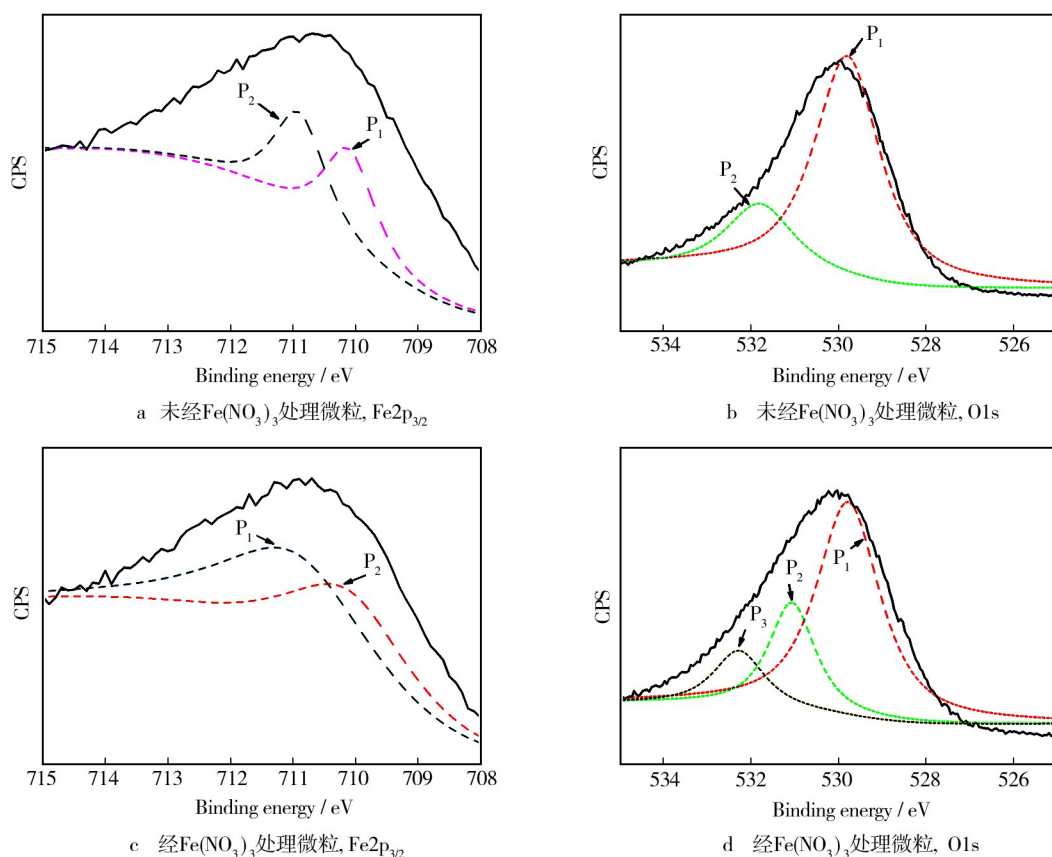
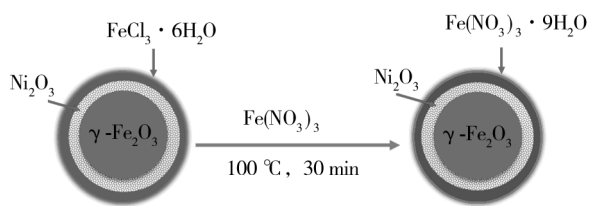
图7 XPS 图谱中 O1s 和 $\text{Fe}2p_{3/2}$ 分峰Fig. 7 XPS results of O1s lines and Fe $\text{Fe}2p_{3/2}$ lines: a) untreated particles, $\text{Fe}2p_{3/2}$;b) untreated particles, O1s; c) $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -treated particles, $\text{Fe}2p_{3/2}$; d) $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -treated particles, O1s

图8 微粒结构示意图

Fig. 8 Schematic model of the particle structure

3 结语

采用化学诱导相变法合成了以 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 为核心, Ni_2O_3 在外层, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 在最外层的核-壳结构复合磁性纳米微粒。重点对 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理后微粒的磁化强度、形貌、结晶特性和化学组成进行了分析。结果表明:使用 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 对其进一步处理后最外层的 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和部分次外层的 Ni_2O_3 溶解,在剩下未溶解的微粒表面形成了一层抗腐蚀的 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 包裹层,从而使微粒可以稳定地分散在磁性液

体中;经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理后的复合纳米微粒比处理前的微粒稍大,但是位于微粒核心位置的主要成分 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 保持不变。由于 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 是亚铁磁性, Ni_2O_3 是弱磁性^[16], FeCl_3 和 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 都为顺磁性,使用 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 对其处理后,最外层的 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和部分次外层的 Ni_2O_3 溶解,所以处理后微粒的比饱和磁化强度稍低于未处理微粒。综上所述,经 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 处理后的 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ 复合磁性纳米微粒具有较高的磁性,且分散性很好,这对于配制离子型磁性液体非常有利。

参考文献

- [1] 都有为. 纳米磁性材料及其应用[J]. 材料导报, 2001 (7): 6—8.
DU You-wei. Nano-magnetic Material and Its Application [J]. Materials Review, 2001, (7): 6—8.
- [2] FARAJI M, YAMINI Y, REZAAE M. Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Stabilization, Functionalization, Character-

- ization, and Applications[J]. Journal of the Iranian Chemical Society, 2010, 7(1): 1—37.
- [3] 李德才. 磁性液体理论及应用[M]. 北京: 科学出版社, 2003.
- LI De-cai. Theory and Application of Ferrofluids[M]. Beijing: Science Press, 2003.
- [4] NOGUÉS J, SORT J, LANGLAIS V, et al. Exchange Bias in Nanostructures[J]. Physics Reports, 2005, 422(3): 65—117.
- [5] SINGAMANENI S, BLIZNYUK V N, BINEK C, et al. Magnetic Nanoparticles: Recent Advances in Synthesis, Self-assembly and Applications[J]. Journal of Materials Chemistry, 2011, 21(42): 16819—16845.
- [6] 刘祥萱, 陈鑫, 王煊军, 等. 磁性吸波材料的研究进展[J]. 表面技术, 2013, 42(4): 104—109.
- LIU Xiang-xuan, CHEN Xin, WANG Xuan-jun, et al. Corrosion Products of Magnesium Alloys in NaCl Solution and Application Analysis[J]. Surface Technology, 2013, 42(4): 104—109.
- [7] GE F, LI M M, YE H, et al. Effective Removal of Heavy Metal Ions Cd^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} from Aqueous Solution by Polymer-modified Magnetic Nanoparticles[J]. Journal of Hazardous Materials, 2012, 211—212(2): 366—372.
- [8] SZABÓ D V, VOLLATH D. Nanocomposites from Coated Nanoparticles[J]. Advanced Materials, 1999, 11(15): 1313—1316.
- [9] LIU Q, XU Z, FINCH J A, et al. A Novel Two-step Silica-Coating Process For Engineering Magnetic Nanocomposites[J]. Chemistry of Materials, 1998, 10(12): 3936—3940.
- [10] MASSART R. Preparation of Aqueous Magnetic Liquids in Alkaline and Acidic Media[J]. IEEE Transactions on Magnetism, 1981, 17(2): 1247—1248.
- [11] LIN Li-hua, LI Jian, FU Jun, et al. Preparation, Magnetization, and Microstructure of Ionic Ferrofluids Based on $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3$ Composite Nanoparticles[J]. Materials Chemistry and Physics, 2012, 134(1): 407—411.
- [12] ARULMURUGAN R, VAIDYANATHAN G, SENDHILNATHAN S, et al. Co-Zn Ferrite Nanoparticles for Ferrofluid Preparation: Study on Magnetic Properties[J]. Physica B Condensed Matter, 2005, 363: 225—231.
- [13] GRANQVIST C G, BUHRMAN R A. Ultrafine Metal Particles[J]. Journal of Applied Physics, 1976, 47(5): 2200—2219.
- [14] CHEN Long-long, LI Jian, LIN Yue-qiang, et al. Surface Modification and Characterization of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Nanoparticles Synthesized by Chemically-induced transition[J]. Materials Chemistry & Physics, 2013, 141: 828—834.
- [15] ZHANG Qing-mei, LI Jian, LIN Yue-qiang, et al. The Preparation and Characterization of Ni-Fe Bixide Composite Nanoparticles[J]. Journal of Alloys & Compounds, 2010, 508(2): 396—399.
- [16] ZHANG Qing-mei, LI Jian, MIAO Hua, et al. Preparation of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}_2\text{O}_3/\text{FeCl}_3(\text{FeCl}_2)$ Composite Nanoparticles by Hydrothermal Process Useful for Ferrofluids[J]. Smart Materials Research, 2011.

(上接第 60 页)

- [9] 夏春兰, 吴田, 刘海宁, 等. 铁极化曲线的测定及应用实验研究[J]. 大学化学, 2003, 18(6): 38—41.
- XIA Chun-lan, WU Tian, LIU Hai-ning, et al. Experimental Study on the Determination and Application of Iron Polarization Curve[J]. University Chemistry, 2003, 18(6): 38—41.
- [10] MOKADDEM M, VOLOVITCH P, RECHOU F, et al. The Anodic and Cathodic Dissolution of Al and Al-Cu-Mg Alloy[J]. Electrochim Acta, 2010, 55: 3779—3786.
- [11] 杨富国. 预处理工艺条件对铝电解电容器阳极箔比容的影响[J]. 表面技术, 2010, 29(3): 85—86.
- YANG Fu-guo. Effect of Pretreatment on Specific Capacitance of Aluminum Electrolytic Capacitor Anodic Foil[J]. Surface Technology, 2010, 29(3): 85—86.
- [12] AL-KHARAFI F M, BADAWEY W A. Corrosion and Passivation of Al and Al-Si Alloys in Nitric Acid Solution, II—Effect of Chloride Ions[J]. Electrochim Acta, 1995, 40(12): 1811—1817.
- [13] ZHUK A Z, SHEINDLIN A E, KLEYMENOV B V. Use of Low-cost Aluminum in Electric Energy Production[J]. J Power Sources, 2006, 157: 921—926.
- [14] MOON S M, PYUN S I. The Corrosion of Pure Aluminium during Cathodic Polarization in Aqueous Solutions[J]. Corros Sci, 1997, 37(2): 399—408.
- [15] BOUKERCHE I, DJERAD S, BENMANSOUR L, et al. Degradability of Aluminum in Acidic and Alkaline Solutions[J]. Corrosion Science, 2014, 78: 343—352.