

钴-铁沉积碳化硅颗粒及其吸波性能

王庆禄¹, 王莉¹, 李雍², 杨会静¹, 曹茂盛³

(1.唐山师范学院, 河北 唐山 063000;

2.内蒙古科技大学, 内蒙古 包头 014010;

3.北京理工大学, 北京 100081)

摘要: **目的** 提高碳化硅微粒的微波吸收性能。**方法** 利用改进的化学镀法, 以硫酸钴和硫酸亚铁为主盐, 次亚磷酸钠为还原剂, 施镀温度为 50 ℃, 使用机械搅拌和超声分散相结合的方法, 在预处理后的微米碳化硅颗粒表面沉积钴铁合金。通过 X 射线衍射仪 (XRD)、X 射线能谱仪 (EDS) 和扫描电子显微镜 (SEM) 分别对化学镀前后材料的结晶状态、组成成分和形貌特征进行了表征; 利用矢量网络分析仪对化学镀前后材料在 2~18 GHz 频率范围内的电磁性能进行了测试, 并通过计算得到了材料微波反射率损耗。**结果** 钴铁合金呈微球状均匀沉积在碳化硅表面, 有效地改善了碳化硅材料的电磁性能和微波吸收性能。碳化硅的介电常数虚部存在界面极化和缺陷极化两个弛豫峰 (9.1、13.8 GHz), 而沉积钴铁合金后, 碳化硅材料 Co-Fe/SiC 增加了两个弛豫峰: 介电弛豫峰 (11.7 GHz) 和磁弛豫峰 (12.6 GHz)。正是由于 Co-Fe 合金对微波信号的介电弛豫和磁弛豫, 有效提升了材料的吸波性能。当吸波层厚度为 2.4 mm 时, 反射率在 10 dB 以上的吸收带宽达到 3.8 GHz, 20 dB 带宽可以达到 1.5 GHz。当吸波层厚度为 2.3 mm 时, 频率为 12.7 GHz 时达到最大吸收峰值 -43 dB。**结论** 在碳化硅材料表面沉积钴铁合金是一种有效改进材料微波吸收性能的方法, 且该材料是一种高效、宽频的微波吸收材料。

关键词: 碳化硅; 钴-铁共沉积; 化学镀; 微波吸收; 介电性能; 磁性能

中图分类号: TQ153; O441.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2020)02-0068-07

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2020.02.008

Co-Fe Deposited SiC Microparticles and Its Microwave Absorbing Properties

WANG Qing-lu¹, WANG Li¹, LI Yong², YANG Hui-jing¹, CAO Mao-sheng³

收稿日期: 2019-07-29; 修订日期: 2019-12-26

Received: 2019-07-29; Revised: 2019-12-26

基金项目: 国家自然科学基金项目 (11604237, 51702169); 河北省自然科学基金项目 (E2015105079); 内蒙古自然科学基金项目 (2017BS0503); 河北省教育厅科学研究计划项目 (ZD2017308, QN2015328); 内蒙古科技大学创新基金 (2016QDL-B03); 唐山师范学院基金项目 (2016A05, 2016B03, 2020C03)

Fund: Supported by National Natural Science Foundation of China (11604237, 51702169), Natural Science Foundation of Hebei (E2015105079), Natural Science Foundation of Inner Mongolia (2017BS0503), Education Project of Hebei Province (ZD2017308, QN2015328), Innovation Fund of Inner Mongolia University of Science and Technology (2016QDL-B03) and Foundation of Tangshan Normal University (2016A05, 2016B03, 2020C03)

作者简介: 王庆禄 (1972—), 男, 硕士, 副教授, 主要研究方向为材料物理。

Biography: WANG Qing-lu (1972—), Male, Master, Associate professor, Research focus: material physics.

通讯作者: 杨会静 (1976—), 女, 博士, 教授, 主要研究方向为功能材料。邮箱: yanghj619@126.com

Corresponding author: YANG Hui-jing (1976—), Female, Doctor, Professor, Research focus: functional materials. E-mail: yanghj619@126.com

引文格式: 王庆禄, 王莉, 李雍, 等. 钴-铁沉积碳化硅颗粒及其吸波性能[J]. 表面技术, 2020, 49(2): 68-74.

WANG Qing-lu, WANG Li, LI Yong, et al. Co-Fe deposited SiC microparticles and its microwave absorbing properties[J]. Surface technology, 2020, 49(2): 68-74.

(1.Tangshan Normal University, Tangshan 063000, China;

2.Inner Mongolia University of Science and Technology, Baotou 014010, China;

3.Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China)

ABSTRACT: The work aims to improve microwave absorption properties of silicon carbide microparticles. Through improved chemical plating method, ferrocobalt alloy was deposited on the surface of SiC microparticles with CoSO_4 and FeSO_4 as the main reactants and NaH_2PO_2 as reducing agent by combining mechanical agitation and ultrasonic dispersion at the plating temperature of $50\text{ }^\circ\text{C}$. The crystal state, composition and morphology of the materials before and after plating were characterized by X-ray diffractometer (XRD), X-ray energy spectrometer (EDS) and scanning electron microscope (SEM). The electromagnetic properties of the materials were tested by vector network analyzer in the frequency range $2\sim 18\text{ GHz}$, and the microwave reflection loss was calculated. Ferrocobalt alloy was uniformly deposited on the surface of silicon carbide microparticles, which effectively improved the electromagnetic properties and microwave absorption of silicon carbide. There were two relaxation peaks of interfacial polarization (9.1 GHz) and defect polarization (13.8 GHz) in the permittivity imaginary part of silicon carbide, while two relaxation peaks of Co-Fe/SiC material were produced after the deposition: dielectric relaxation peak (11.7 GHz) and magnetic relaxation peak (12.6 GHz). The dielectric and magnetic loss of CoFe alloy to microwave signal effectively improved the absorption properties of the material. When the thickness of the absorbing layer was 2.4 mm , the absorption bandwidth with reflection loss 10 dB reached 3.8 GHz and 20 dB bandwidth could reach 1.5 GHz . When the absorbing layer thickness was 2.3 mm , the value of the maximum absorption peak was -43 dB at the frequency of 12.7 GHz . The deposition of ferrocobalt alloy on the surface of silicon carbide is an effective method to improve the microwave absorption performance of the material, and this material is an efficient broadband microwave absorbing material.

KEY WORDS: silicon carbide; ferrocobalt co-deposition; chemical plating; microwave absorption; dielectric properties; magnetic properties

近年来,电子设备和通信设备造成的电磁污染引起了人们对微波吸收材料的研究兴趣^[1-2]。但目前吸波材料存在密度大、匹配厚度大、吸收频带窄等缺点,因此研究高效、轻量、热稳定性好、吸收频率范围宽、吸收能力强的微波吸收体就变得非常必要和迫切^[3-4]。可以用作微波吸收体的材料有很多,碳化硅(SiC)是其中之一,它具有优异的强度、低密度、化学惰性和良好的微波介电损耗,是一种非常理想的电磁波吸收材料^[5-6]。与其他碳材料相比, SiC 不仅可以在高温、腐蚀性条件下使用,还可以在较宽的频带上实现轻量化、薄化和强吸收。但纯 SiC 的电磁参数无法满足阻抗匹配的要求,导致反射强、吸收弱,若要得到吸波性能良好的材料,需要对其进行掺杂或复合处理^[7-10]。研究表明,采用非磁性材料和磁性材料复合的方法,通过调节材料的电磁参数和阻抗匹配,能有效提高材料的吸波性能^[10-13],而化学镀具有工艺设备简单、镀层均匀的特点,是一种简便易行的复合方法^[11,14]。本文介绍了利用改进的化学镀方法,在碳化硅表面沉积钴-铁合金,使其电磁性能和微波吸收性能得到提高。

1 试验

1.1 试验材料

试验所用试剂有:微米碳化硅(SiC, $3\sim 8\text{ }\mu\text{m}$)、

硫酸钴($\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$)、硫酸亚铁($\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$)、氯化铵(NH_4Cl)、次亚磷酸钠($\text{NaH}_2\text{PO}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、氯化亚锡(SnCl_2)、氯化钯(PdCl_2)、氢氟酸(HF)、氨水($\text{NH}_3\cdot \text{H}_2\text{O}$)、盐酸(HCl , 36.5%)。所有试剂纯度均为分析纯,使用前未进行其他处理。

1.2 试样制备

由于微米 SiC 没有良好的亲水性,首先需对其进行氧化、亲水、敏化和活化等预处理,以改善亲水性,增加表面反应活性^[15-16]。将预处理后的 SiC 颗粒加入到配制好的镀液中,滴加氨水调节 pH 为 9;加热到 $50\text{ }^\circ\text{C}$,使用机械搅拌(和超声分散相结合),防止颗粒团聚,用分液漏斗匀速缓慢地滴入 0.5 mol/L 次亚磷酸钠溶液,并同时持续进行机械搅拌与间歇的超声分散,超声处理的时间为每 1 min 超声处理 30 s ,总反应时间为 50 min 。反应完成后,对反应液进行抽滤,得到的固体物质用去离子水清洗数次至中性,干燥得到 Co-Fe/SiC 颗粒^[17-18]。

1.3 产物表征

使用 HITACHI S-3500N 扫描电镜(SEM)和 OXFORD INCA 能量散射谱(EDS)对 SiC 和镀后 Co-Fe/SiC 微米颗粒的形貌和成分进行测试;对于结构的表征采用 X'Pert PRO X 射线衍射仪(XRD),

测试时使用 Cu 靶的 $K\alpha$ 辐射。采用同轴法测试材料的电磁性能, 首先按照 9 : 1 的比例将测试样品与石蜡混合均匀, 然后在 20 MPa 压力下冷压成圆环测试试样, 采用 ANRITSU 37269D 矢量网络分析仪测试 2~18 GHz 频率范围的电磁性能^[19]。根据微波传输线原理及单层均匀吸波体在金属基板上的情况, 对微波吸收性能进行评价^[16]。

2 结果及分析

2.1 相结构及成分分析

图 1 为纯 SiC 和 Co-Fe/SiC 的 XRD 谱图以及 Co-Fe/SiC 的 EDS 能谱图。从 XRD 谱图中可以看出, 碳化硅粉体主要由 α -SiC 组成。经过化学镀 Co-Fe 合金后, 可以明显看到, 除了 α -SiC 的衍射峰外, 还出现了 Co-Fe 合金相的衍射峰。在 2θ 为 45.11° 的位置有一个很强的衍射峰, 并且在 65.66° 和 83.2° 也出现了明显的衍射峰, 对应为 Co-Fe 合金。从 EDS 能谱图来看, Co-Fe/SiC 中主要元素有 C、Si、O、Co、Fe, 其中 O 元素为氧化处理过程中引入。通过 XRD 和 EDS 分析可以看出, Co-Fe 以晶体形式沉积在 SiC 颗粒表面, 并且通过能谱分析, 得出沉积的 Co/Fe 原子数之比为 2 : 1。

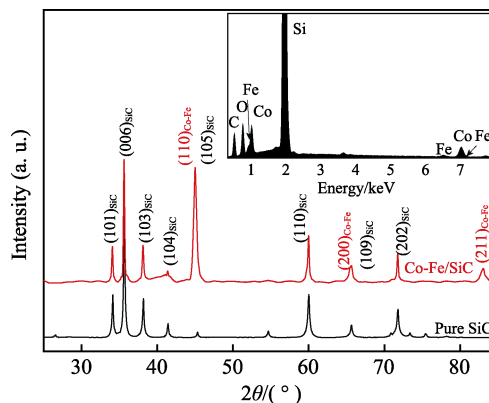


图 1 SiC 和 Co-Fe/SiC 的 XRD 谱图及 Co-Fe/SiC 的 EDS 能谱图

Fig.1 XRD spectra of SiC and Co-Fe/SiC and EDS spectra of Co-Fe/SiC

2.2 形貌分析

化学镀前后的 SiC 颗粒表面形貌和 EDS 面扫描如图 2 所示。图 2a 为化学镀前 SiC 的形貌, 可以看到, 化学镀前的碳化硅颗粒为粒径几微米的不规则形状。图 2b 为化学镀后 Co-Fe/SiC 的表面形貌, 可以看到 SiC 的颜色发生了变化, 颗粒表面沉积了一层金属。图 2c 为镀后放大的 Co-Fe/SiC 颗粒图像, 从图 2c 中可以看出沉积层表面并不光滑, 产生了微小褶皱, 有沉积金属成团的情况。从 EDS 面扫描中可以看出

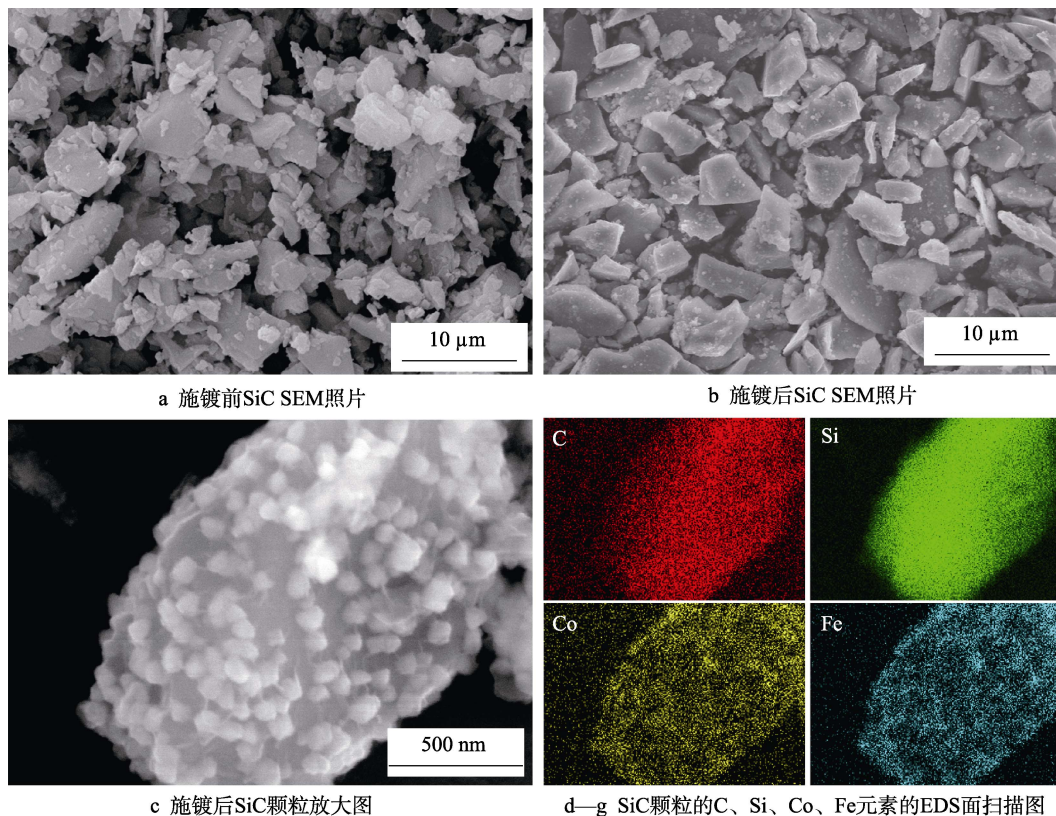


图 2 施镀前后 SiC 形貌分析

Fig.2 Morphology analysis of SiC before and after plating: a) SEM images of the SiC before plating; b) SEM images of the SiC after plating; c) enlarged images after plating; d—g) EDS mapping images of C, Si, Co and Fe elements in SiC respectively

发现 Co、Fe 均匀分布于 SiC 表面 (图 d—g)。

2.3 微波介电性能及机理分析

SiC 和 Co-Fe/SiC 的介电常数及介电损耗随电磁波频率的变化如图 3 所示。从图 3a 中可以看出, 在整个测试频率范围内, Fe-Co SiC 的介电常数实部大多高于 SiC, 只有在频率介于 11.7 GHz 和 14.6 GHz 时, SiC 的数值高于 Co-Fe/SiC。SiC 和 Co-Fe/SiC 的介电常数虚部在测试范围内可以分为三个部分: 1) 频率低于 9.1 GHz 时, 两者数值相差不多, 最大差值只有 0.067; 2) 在频率介于 9.1~13.0 GHz 时, Co-Fe/SiC 的介电常数虚部都高于 SiC, 尤其是在 11.5 GHz 时, Co-Fe/SiC 介电常数虚部是 SiC 的 5.7 倍; 3) 在频率大于 13.0 GHz 以后, Co-Fe/SiC 的介电常数虚部低于 SiC。材料的介电损耗通过 $\tan\delta_e = \varepsilon''/\varepsilon'$ 描述, 其中 ε' 、 ε'' 分别为介电常数的实部和虚部, δ_e 称为介电损耗角。SiC 和 Co-Fe/SiC 的介电损耗随频率的变化规律如图 3b 所示。频率低于 9.1 GHz 时, 两者数值相差不多; 在频率介于 9.1 GHz 和 13.0 GHz 时, Co-Fe/SiC 的介

电常数虚部都高于 SiC; 在 11.7 GHz 时, Co-Fe/SiC 介电常数虚部是 SiC 的 5.3 倍; 在频率大于 13.0 GHz 以后, Co-Fe/SiC 的介电常数虚部低于 SiC。

根据德拜理论, 材料的介电常数虚部可以看作是弛豫和电导的共同作用, 可以由式(1)得出^[16,20]:

$$\varepsilon''(\omega) = (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} + \frac{\sigma(T)}{\omega\varepsilon_0} \quad (1)$$

式中, ε_s 为静态介电常数, ε_∞ 为光频介电常数, ω 为角频率, τ 为弛豫时间, $\sigma(T)$ 为材料电导率。从介电常数虚部的变化规律 (图 3a) 中可以认为, 电导对 Co-Fe/SiC 介电常数虚部没有很大的提升, SiC 和 Co-Fe/SiC 的性能差异主要是由于介电弛豫的作用。SiC 存在两个弛豫峰: 弛豫峰 I 和弛豫峰 II, 分别位于 9.1 GHz 和 13.8 GHz 处。弛豫峰 I 源于 SiC 中界面极化, 弛豫峰 II 源于 SiC 中晶格缺陷引起的偶极子极化^[21-22]。在 Co-Fe/SiC 介电常数虚部中存在三个弛豫峰: 弛豫峰 I 和 II 源自 SiC 颗粒的弛豫峰, 位于 11.7 GHz 的弛豫峰 III 则是由于 Co-Fe 合金层产生的弛豫峰, 该峰强度明显高于 SiC 的弛豫峰 I 和 II, 是微波吸收能量消耗的重要部分。从图 3b 插图也可以看出弛豫峰 I、II 和 III 在两种材料中的分布情况: 在 SiC 中, 弛豫峰 I 和 II 都表现得非常明显; 在 Co-Fe/SiC 中, 弛豫峰 II 表现得比较明显, 但是弛豫峰 I 几乎被弛豫峰 III 所掩盖, 而弛豫峰 III 是最强弛豫峰。这与图 3a 中的表现相一致。

2.4 微波磁性能及机理分析

SiC 和 Co-Fe/SiC 的磁导率及磁损耗随电磁波频率的变化如图 4 所示。由于 SiC 为非磁性材料, 它的微波磁导率实部和虚部变化不明显, 磁导率实部和虚部分别在 1 和 0 附近波动, 如图 4a 所示。由于钴和铁都是磁性金属, 金属层的存在使得 Co-Fe/SiC 的磁性能得到有效改善, 磁导率虚部在 11~18 GHz 范围内有较大提升, 从而可以使材料的磁损耗有明显的提高, 并且在 12.6 GHz 有一个明显的磁弛豫峰 IV。

材料的磁损耗可由 $\tan\delta_m = \mu''/\mu'$ 计算得出, 其中 μ' 、 μ'' 分别为磁导率的实部和虚部, δ_m 称为磁损耗角, 计算得到的 SiC 和 Co-Fe/SiC 的磁损耗如图 4b 所示。SiC 没有表现出明显的磁损耗, 磁损耗值 $\tan\delta_m$ 介于 0~0.15 之间, 而 Co-Fe/SiC 的磁损耗变化很大, 介于 0.04~0.75 之间, 最大值是 SiC 的 5 倍。对于 Co-Fe/SiC 材料, 因为钴和铁均属于铁磁性金属, 会使得材料具有一定的铁磁性, 在微波作用下会产生磁损耗。Co-Fe/SiC 的弛豫峰 IV 位于 12.6 GHz, 由于涡流损耗参数 ($\mu''(\mu')^{-2}f^{-1}$) 的值在整个测试频率范围内不为常数 (如图 4b 插图所示), 在 0.12~34 之间波动, 所以该弛豫峰不是主要由涡流损耗引起的。由于交换共振一般发生在高频 (>10 GHz), 推测该弛豫峰

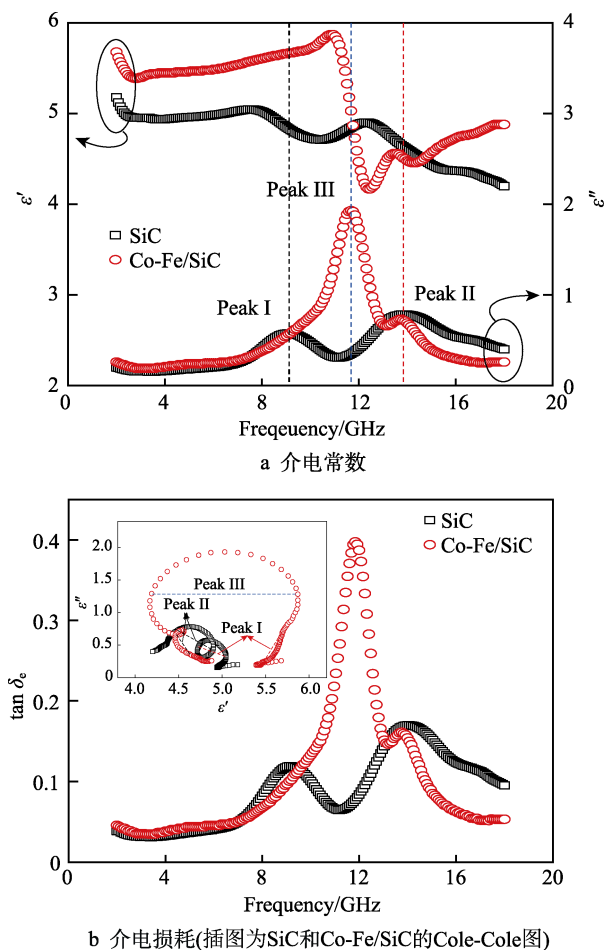
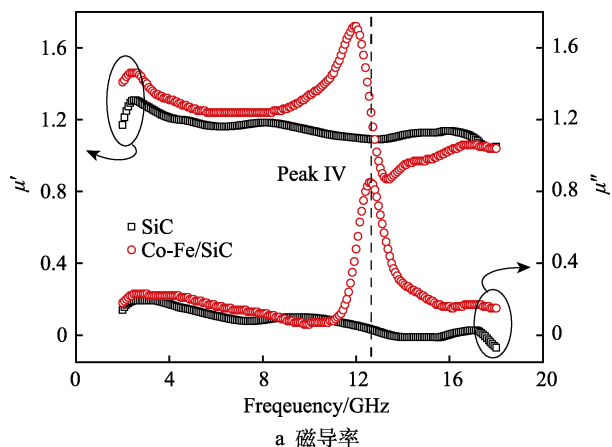


图 3 SiC 和 Co-Fe/SiC 的介电常数和介电损耗随频率的变化关系

Fig.3 Dielectric constant (a) and dielectric loss (b) of SiC and Co-Fe/SiC versus frequencies (the inset is Cole-Cole curves of SiC and Co-Fe/SiC)



a 磁导率

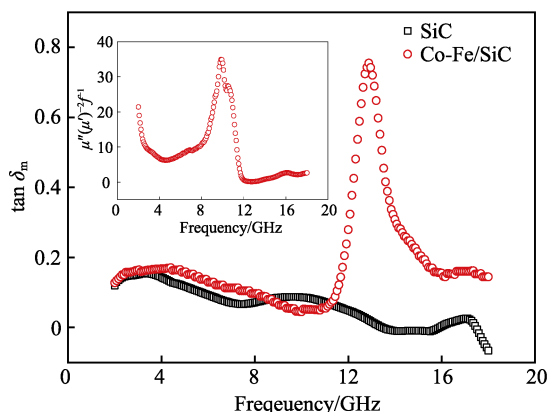
b 磁损耗(插图为 $\mu''(\mu')^{-2}f^{-1}$ 随频率的变化)

图4 SiC 和 Co-Fe/SiC 的磁导率实部及虚部和磁损耗随频率的变化

Fig.4 Complex permeability (a) and magnetic loss (b) of SiC and Co-Fe/SiC versus frequencies (the inset is the plot of $\mu''(\mu')^{-2}f^{-1}$ vs. frequency)

可能是源于 GHz 波段晶粒间能量交换产生的交换共振^[23-25]。

2.5 SiC 和 Co-Fe/SiC 微波吸收性能

为了评价材料的微波吸收性能,根据单层均匀吸波体在金属基板上的情况,采用微波传输线原理分析反射率损耗 RL, 计算式如式(2)所示^[16,19]:

$$RL = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (2)$$

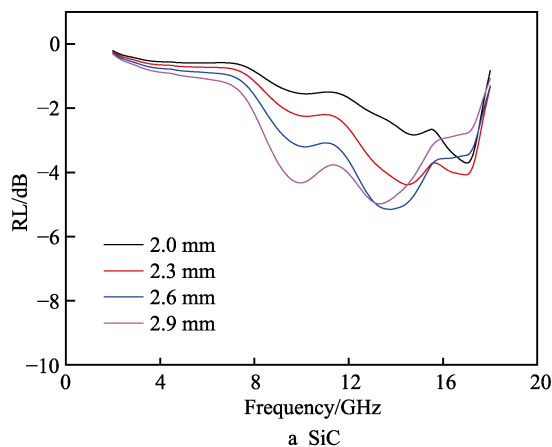
式中, Z_0 为自由空间阻抗, 其表达式见式(3)。

$$Z_0 = \sqrt{\mu_0 / \epsilon_0} \quad (3)$$

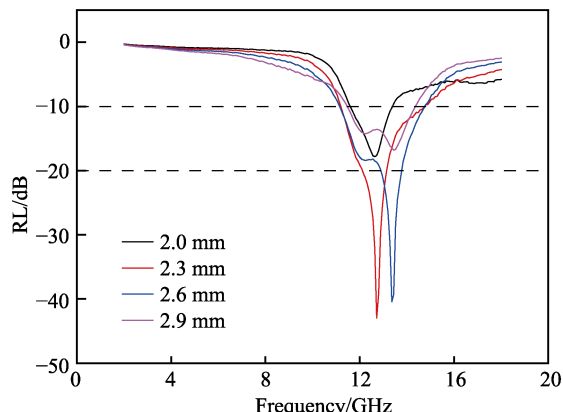
式中, μ_0 为介电常数, ϵ_0 为自由空间的磁导率。电磁波从自由空间入射到材料界面的归一化输入阻抗 Z_{in} 为:

$$Z_{in} = \sqrt{\frac{\mu_0 \mu_r}{\epsilon_0 \epsilon_r}} \tan h \left[j \frac{2\pi}{c} \sqrt{\mu_r \epsilon_r} f d \right] \quad (4)$$

式中, ϵ_r 为材料的相对介电常数, μ_r 为材料的磁导率, c 为真空中的光速, f 为电磁波频率, d 为吸波



a SiC



b Co-Fe/SiC

图5 SiC 和 Co-Fe/SiC 在不同厚度下的微波反射率损耗 RL 随频率的变化

Fig.5 Reflection loss of (a) SiC and (b) Co-Fe/SiC at different thickness versus frequencies

材料厚度。

根据公式(2), 计算得到不同厚度的 SiC 和 Co-Fe/SiC 的反射率损耗 RL 随频率变化的曲线, 如图 5 所示。SiC 出现了多峰吸收, 但是强度很低, 最强吸收峰出现在厚度为 2.6 mm、频率为 13.8 GHz 处, 峰值仅为 -5.2 dB, 不能达到使用要求(如图 5a 所示)。此外, 还出现了随着厚度增加, 吸收峰向低频移动的趋势。

表 1 为 Co-Fe/SiC 在厚度为 2.0~2.9 mm 变化范围内的最强吸收峰和有效吸收带宽。从表 1 和图 5b 中可以看出, Co-Fe/SiC 的最强吸收峰在厚度为 2.3 mm、频率为 12.7 GHz 时达到峰值, 为 -43 dB。在 2.0~2.9 mm 的厚度变化范围内, Co-Fe/SiC 微波吸收性能优于 SiC, 最强吸收峰峰值均超过 10 dB。Co-Fe/SiC 的吸收带宽也有明显改善, 在厚度为 2.4 mm 时, 10 dB 的有效吸收带宽达到 3.76 GHz, 20 dB 时, 带宽可以达到 1.52 GHz。该材料的优秀微波吸收性能主要源于 Co-Fe 合金层强烈的介电损耗和磁损耗。

表 1 Co-Fe/SiC 的微波吸收性能
Tab.1 Microwave absorption performance of Co-Fe/SiC

Thickness/mm	RL peaks/dB	Frequency range/GHz (10 dB)	Absorption bandwidth/GHz (10 dB)	Frequency range/GHz (20 dB)	Absorption bandwidth/GHz (20 dB)
2.0	-17.8	11.60~13.44	1.84	—	—
2.1	-21.4	11.44~13.68	2.24	12.56~12.80	0.24
2.2	-27.5	11.36~14.32	2.96	12.32~12.96	0.64
2.3	-43.0	11.20~14.80	3.60	12.16~13.12	0.96
2.4	-30.9	11.20~14.96	3.76	12.00~13.36	1.36
2.5	-29.6	11.20~14.88	3.68	12.16~13.68	1.52
2.6	-40.5	11.20~14.80	3.60	12.96~13.76	0.80
2.7	-26.4	11.28~14.72	3.44	13.12~13.76	0.64
2.8	-20.2	11.36~14.56	3.20	13.36~13.52	0.16
2.9	-16.8	11.52~14.40	2.88	—	—

3 结论

1) 化学镀中以硫酸钴和硫酸亚铁为主盐，缓慢滴加还原剂次亚磷酸钠控制反应速度，并在施镀过程中通过超声处理和机械搅拌，有效防止碳化硅颗粒在溶液中团聚，最终在微米碳化硅表面均匀沉积了一层钴铁合金。

2) 与 SiC 相比，经过化学镀得到的 Co-Fe/SiC 中 Co-Fe 合金层的存在有效提升了电磁参数，除了 SiC 的两个介电弛豫峰外，在 11.7 GHz 和 12.6 GHz 处分别存在介电弛豫峰和磁弛豫峰，增强了材料的电磁损耗能力，从而有效提高了材料的微波吸收性能。

3) Co-Fe/SiC 材料的吸波强度更高，有效吸收频带更宽。当吸波层厚度为 2.4 mm 时，反射率在 10 dB 以上的吸收带宽达到 3.8 GHz，20 dB 带宽可以达到 1.5 GHz。当吸波层厚度为 2.3 mm，频率为 12.7 GHz 时，达到最大吸收峰值-43 dB。

参考文献：

[1] QUAN B, LIANG X, JI G, et al. Dielectric polarization in electromagnetic wave absorption: Review and perspective [J]. Journal of alloys and compounds, 2017, 728: 1065-1075.

[2] JIA Z, LAN D, LIN K, et al. Progress in low-frequency microwave absorbing material[J]. Journal of materials science: Materials in electronics, 2018, 29: 17122-17136.

[3] SONG W L, CAO M S, FAN L Z, et al. Highly ordered porous carbon/wax composites for effective electromagnetic attenuation and shielding[J]. Carbon, 2014, 77: 130-142.

[4] WEN B, CAO M S, LU M M, et al. Reduced graphene oxides: Light-weight and high-efficiency electromagnetic interference shielding at elevated temperatures[J]. Advanced materials, 2014, 26: 3484-3489.

[5] KUANG J L, CAO W B. Silicon carbide whiskers: Preparation and high dielectric permittivity[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2013, 96: 2877-2880.

[6] YANG H J, YUAN J, LI Y, et al. Silicon carbide powders: Temperature-dependent dielectric properties and enhanced microwave absorption at gigahertz range[J]. Solid state communications, 2013, 163: 1-6.

[7] CHEN J H, LIU M, YANG T, et al. Improved microwave absorption performance of modified SiC in the 2-18 GHz frequency range[J]. Cryst Eng Comm, 2017, 19(3): 519-527.

[8] KUANG B Y, DOU Y K, WANG Z H, et al. Enhanced microwave absorption properties of Co-doped SiC at elevated temperature[J]. Applied surface science, 2018, 445:383-390.

[9] 吴友朋, 刘祥萱, 张泽洋. 掺杂碳化硅对纳米炭黑导电和吸波性能的影响[J]. 表面技术, 2010, 39(5): 58-60.

WU You-peng, LIU Xiang-xuan, ZHANG Ze-yang. Effect of addition of carborundum on conductive and radar absorbing of nano-carbon black[J]. Surface technology, 2010, 39(5): 58-60.

[10] ZHANG D, LIU X, LI C, et al. Structuring micro/nano-scale hybrid Fe@SiC flakes for tunable microwave absorption properties[J]. Materials research bulletin, 2019, 118: 110487.

[11] 张含卓, 陈昭, 魏小亲, 等. 高岭土表面镀覆 Co-P 层及其微波吸收性能研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2017, 46(8): 2244-2248.

ZHANG Han-zhuo, CHEN Zhao, WEI Xiao-qin, et al. Microwave absorbing properties of modified kaolinite coated with Co-P by electroless plating[J]. Rare metal materials and engineering, 2017, 46(8): 2244-2248.

[12] WANG L, GUAN Y, QIU X, et al. Efficient ferrite/Co/porous carbon microwave absorbing material based on ferrite@metal-organic framework[J]. Chemical engineering journal, 2017, 326: 945-955.

- [13] WANG Hu-an, WU Li-na, JIAO Jin-fu, et al. Covalent interaction enhanced electromagnetic wave absorption in SiC/Co hybrid nanowires[J]. *Journal of materials chemistry A*, 2015, 3: 6517-6525.
- [14] 李雨, 杨晨, 刘定富. 络合剂对化学镀镍-磷合金的影响[J]. *电镀与精饰*, 2015, 37(2): 33-36.
LI Yu, YANG Chen, LIU Ding-fu. The impact of complexing agents on electroless Ni-P alloy plating[J]. *Plating & finishing*, 2015, 37(2): 33-36.
- [15] XU H, KANG Y Q, ZHANG L, et al. Deposition behavior and mechanism of Ni nanoparticles on surface of SiC particles in solution systems[J]. *Chinese physics letters*, 2010, 27: 058103.
- [16] 杨会静. 典型电介质材料的微波介电及吸波性能研究[D]. 北京: 北京理工大学, 2015.
YANG Hui-jing. Dielectric properties and microwave absorption of dielectric materials at elevated temperature[D]. Beijing: Beijing Institute of Technology, 2015.
- [17] 汪冬梅, 张学斌, 刘丽华, 等. 凹凸棒石的化学镀镍[J]. *材料工程*, 2011(8): 58-61, 67.
WANG Dong-mei, ZHANG Xue-bin, LIU Li-hua, et al. Electroless nickel plating of nano-attapulgit[J]. *Journal of materials and engineering*, 2011(8): 58-61, 67.
- [18] YANG H J, CAO M S, LI Y, et al. Enhanced dielectric properties and excellent microwave absorption of SiC powders driven with NiO nanorings[J]. *Advanced optical materials*, 2014, 2(3): 214-219.
- [19] WEN B, WANG X X, CAO W Q, et al. Reduced graphene oxides: the thinnest and most lightweight materials with highly efficient microwave attenuation performances of the carbon world[J]. *Nanoscale*, 2014, 6: 5754.
- [20] CHARTIER T, LAURENT J M, SMITH D S, et al. Oxidation resistance and electrical properties of silicon carbide added with Al_2O_3 , AlN , Y_2O_3 and NiO [J]. *Journal of materials science*, 2001, 36: 3793-3800.
- [21] YANG H J, CAO W Q, ZHANG D Q, et al. NiO hierarchical nanorings on SiC: Enhancing relaxation to tune microwave absorption at elevated temperature[J]. *ACS applied materials & interfaces*, 2015, 2(3): 7073-7077.
- [22] WU P, LIGATCHEV V, YU Z G, et al. Defects in Co doped NiO with gigantic dielectric response[J]. *Physical review B*, 2009, 79: 235122.
- [23] DENG L J, ZHOU P H, XIE J L, et al. Characterization and microwave resonance in nanocrystalline FeCoNi flake composite[J]. *Journal of applied physics*, 2007, 101: 103916.
- [24] ZHANG Q, LI C, CHEN Y, et al. Effect of metal grain size on multiple microwave resonances of Fe/TiO₂ metal-semiconductor composite[J]. *Applied physics letters*, 2010, 97: 133115.
- [25] ZHAO J H, LIU L, JIANG R L, et al. Dielectric relaxation and magnetic resonance in microwave absorption performance of $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ ($0 \leq x \leq 1$) nanocrystals[J]. *Ceramics international*, 2019, 45: 18347.

(上接第 60 页)

- [17] WANG C, HAN X J, XU P, et al. Response to comment on the electromagnetic property of chemically reduced graphene oxide and its application as microwave absorbing material[J]. *Applied physics letters*, 2012, 100(4): 046101.
- [18] QUAN L, QIN F X, ESTEVEZ D, et al. Magnetic graphene for microwave absorbing application: towards the lightest graphene-based absorber[J]. *Carbon*, 2017, 125: 630-639.
- [19] CHEN B, QIAN H, XU J, et al. Study on SnO_2 /graphene composites with superior electrochemical performance for lithium-ion batteries[J]. *Journal of materials chemistry A*, 2014, 2(24): 9345-9352.
- [20] SUN D, ZOU Q, QIAN G, et al. Controlled synthesis of porous Fe_3O_4 -decorated graphene with extraordinary electromagnetic wave absorption properties[J]. *Acta materialia*, 2013, 61(15): 5829-5834.
- [21] ABDALLA I, SHEN J, YU J, et al. Co_3O_4 /carbon composite nanofibrous membrane enabled high-efficiency electromagnetic wave absorption[J]. *Scientific reports*, 2018, 8(1): 12402.
- [22] KIM H, SEO D H, KIM S W, et al. Highly reversible Co_3O_4 /graphene hybrid anode for lithium rechargeable batteries[J]. *Carbon*, 2011, 49(1): 326-332.
- [23] ZHANG D Q, LIU T T, CHENG J Y, et al. Lightweight and high-performance microwave absorber based on 2D WS_2 -RGO heterostructures[J]. *Nano-micro letters*, 2019, 11(1): 38.
- [24] QUAN L, QIN F X, ESTEVEZ D, et al. The role of graphene oxide precursor morphology in magnetic and microwave absorption properties of nitrogen-doped graphene[J]. *Journal of physics D: Applied physics*, 2019, 52(30): 305001.
- [25] QUAN L, QIN F X, LI Y H, et al. Magnetic graphene enabled tunable microwave absorber via thermal control[J]. *Nanotechnology*, 2018, 29(24): 245706.