文章编号：1003－1251(2024)02－0064－07

氯化胆碱－乙二醇－水溶液制备镍铁氧体

孟锦宏，任本景，赵学妍，孙 杰，曹晓晖

（沈阳理工大学 环境与化学工程学院，沈阳 110159）

摘 要： 以氯化胆碱－乙二醇(ChCl-EG)和水混合溶液为介质，依据三因素五水平均匀设计实验方案，采用溶胶/凝胶－自蔓延法，制备了镍铁氧体($NiFe_2O_4$)。X射线衍射(XRD)、傅里叶变换红外光谱(FTIR)和振动样品磁强计(VSM)分析结果表明：$NiFe_2O_4$ 中存在少量前驱体焙烧过程中未反应完全的中间产物NiO和α-Fe_2O_3；相较于传统水溶剂制备的$NiFe_2O_4$，以ChCl-EG部分或完全取代水溶剂提高了$NiFe_2O_4$的饱和磁化强度(M_s)，降低了其矫顽力(H_c)。扫描电子显微镜(SEM)分析结果表明，ChCl-EG完全取代水溶剂后产物的形貌更加规整，颗粒尺寸明显增大。对均匀实验结果进行回归分析，分别得到了M_s、H_c与合成主要影响因素(ChCl-EG含量、pH、柠檬酸与金属离子物质的量比)间的回归方程，根据回归方程阐明了主要影响因素对$NiFe_2O_4$磁性能的影响。

关 键 词： 镍铁氧体；氯化胆碱－乙二醇；均匀设计；溶胶/凝胶－自蔓延法；磁性能

中图分类号： TM277 **文献标志码：** A **DOI：**10.3969/j.issn.1003－1251.2024.02.010

Preparation of Nickel Ferrite by Using a Mixed Solution of Choline Chloride-ethylene Glycol and Water

MENG Jinhong，REN Benjing，ZHAO Xueyan，SUN Jie，CAO Xiaohui

（Shenyang Ligong University，Shenyang 110159，China）

Abstract： According to the three-factor five-level uniform design scheme of experiment，with mixed solution of choline chloride-ethylene glycol (ChCl-EG) and water as the medium，，Nickel ferrite ($NiFe_2O_4$) was synthesized by sol-gel self-propagating method. The analysis of X-ray diffraction (XRD)，Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and vibrating sample magnetometer (VSM) indicate that there are a small amount of intermediate products NiO and α-Fe_2O_3 in the prepared $NiFe_2O_4$. Compared with $NiFe_2O_4$ prepared by traditional water solvent，the saturated magnetization (M_s) of the prepared $NiFe_2O_4$ is increased and its coercivity (H_c) is reduced by partially or completely replacing the water solvent with ChCl-EG. The results of scanning electron microscopy (SEM) analysis shows that the morphology of the product is more regular and the particle size increases significantly after the water solvent is completely replaced by ChCl-EG. M_s，H_c，and the main factors affecting the synthesis (ChCl-EG content，pH value，and amount of substance ratio of citric acid to metal ions) are obtained by regression analysis of the uniform experimental results，and then the influence of main factors on the magnetic properties of $NiFe_2O_4$ are illustrated through regression equations.

Key words： nickel ferrite；choline chloride-ethylene glycol；uniform design；sol-gel self-propagating method；magnetic properties

收稿日期： 2023－05－23

基金项目： 装备发展部预研项目(xx3040)

作者简介： 孟锦宏(1973—)，女，副教授，博士，研究方向为功能材料研究与开发。

镍铁氧体($NiFe_2O_4$)是具有反尖晶石结构的软磁材料[1],应用于生物医学、微波、磁性介质、铁磁流体、磁热效应制冷和气体传感器等领域[2]。$NiFe_2O_4$ 的合成可采用化学共沉淀法[3]、水热法[4]、高能球磨法[5]、溶胶/凝胶 – 自蔓延法[2]等方法。溶胶/凝胶 – 自蔓延法通常以水为溶剂,利用金属盐与有机物的水溶液形成溶胶,溶胶脱水逐渐形成具有一定空间网络结构的凝胶,凝胶自蔓延燃烧得到前驱体,前驱体经高温煅烧获得目的产物[2,6-7]。该法具有生产效率较高、经济、节约能源、可实现反应物质在分子水平上混合等优点。目前,国内外关于 $NiFe_2O_4$ 制备及磁性能的研究主要集中在改进合成方法和调节合成参数等方面,对反应溶剂的研究较少。低共熔溶剂(DESs)作为新型绿色溶剂,具有蒸汽压低、无毒性、可生物降解、溶解性和导电性优良等特点,广泛应用于电化学、催化、有机合成、分离以及材料化学等领域[8]。Söldner 等[9]用氯化胆碱 – 马来酸作为固相金属氧化物反应介质,合成了尖晶石型铁氧体 MFe_2O_4 (M = Mg,Zn,Co,Ni),实验结果表明,DESs 降低了金属氧化物的固相反应温度,减少了 MFe_2O_4 的合成能耗,展现了 DESs 在固相合成复合金属氧化物方面的潜力。Devih 等[10]以氯化胆碱 – 乙二醇(ChCl-EG)与水混合溶液为溶剂,经还原反应制备了纳米级 Mn_2O_3 颗粒。目前在溶胶/凝胶 – 自蔓延法制备铁氧体中引入 DESs 为溶剂则鲜见报道。以 ChCl-EG 部分或完全取代传统水溶剂的潜在优势为:ChCl-EG 与水完全互溶,金属盐可以良好溶解且分散于 ChCl-EG 与水的混合溶液中,有助于溶胶形成;可能在一定程度上改变凝胶过程形成的空间网络结构[6],使金属离子在凝胶过程分散更均匀;自蔓延或前驱体焙烧过程中,ChCl-EG 受热分解放出热量,可能会加速自蔓延或前驱体焙烧过程。

本文以 ChCl-EG 和水混合溶液为溶剂,以均匀设计为优化实验方法,采用溶胶/凝胶 – 自蔓延法合成 $NiFe_2O_4$,并通过建立主要合成因素(ChCl-EG 含量、反应液 pH 和柠檬酸与金属离子物质的量比)与实验指标($NiFe_2O_4$ 的饱和磁化强度、矫顽力)间的回归方程,研究主要合成因素与磁性参数的联系。

1　实验部分

1.1　均匀设计

均匀设计适用于研究多因素、多水平问题,以较少的实验次数即可依据实验结果建立实验指标与实验因素间的回归方程[11]。本实验以饱和磁化强度(M_s)和矫顽力(H_c)为实验指标, ChCl-EG 含量(x_1)、pH(x_2)、柠檬酸与金属离子物质的量比(x_3)为考察因素,各因素均选取五个水平,采用 $U_5(5^3)$ 均匀设计表进行实验设计,实验方案及产物的磁性参数如表 1 所示。

表 1　均匀设计方案及制备产物的磁性参数

Table 1　The uniform design scheme and the magnetic parameters of the products

产物	因素			磁性参数	
	x_1/%	x_2	x_3	M_s/(emu · g^{-1})	H_c/Oe
S1	0	6	1.3	34.43	175.13
S2	25	8	1.2	44.22	75.21
S3	50	5	1.1	35.73	76.37
S4	75	7	1.0	40.02	78.98
S5	100	9	1.4	44.73	45.04

1.2　实验原料

硝酸铁、硝酸镍、柠檬酸、氨水,天津市大茂化学试剂厂;氯化胆碱,上海麦克林生化科技有限公司;乙二醇,天津市富宇精细化工有限公司。以上均为分析纯。

1.3　合成方法

首先按氯化胆碱与乙二醇物质的量比为 1∶2 配制 ChCl-EG 约 25 ~ 30 mL,按 $NiFe_2O_4$ 化学计量比称取硝酸盐;然后按表 1 中的比例加入 ChCl-EG 和水,搅拌溶解得混合盐溶液,向混合盐溶液中加入一定量的柠檬酸,搅拌溶解形成柠檬酸盐络合物溶液,用氨水调节溶液 pH;最后将溶液在 180 ℃下持续加热 1 h,溶胶逐渐形成凝胶,最终凝胶自燃,得到棕黑色前驱体,前驱体在 600 ℃下

焙烧 3 h,研磨后得最终产物。

1.4 表征内容

采用 X 射线衍射仪(XRD,D8 Advance 型,德国 Bruker 公司)对产物进行组成和结构分析(测试范围20° ~ 80°,扫速 5 (°)/min,光源为 Cu-Kα 射线,管电压 40 kV,电流 40 mA,测角仪半径 217.5 mm,θ ~ 2θ步进扫描方式,步速 0.2(°)/min)。

采用振动样品磁强计(VSM,7404 型,美国 LakeShore 公司)测得产物的磁滞回线(极头直径为 5 cm,室温测量灵敏度为 5×10^{-7}emu,矩测量范围为 5×10^{-7} ~ 10^{3} emu,施加最大磁场为 2 T)。

采用傅里叶变换红外光谱仪(FTIR,WQF-410 型,北京第二光学仪器厂)对产物进行红外光谱分析(KBr 压片,样品与 KBr 的质量比为 1∶80,波数范围 4 000 ~ 400 cm^{-1})。

采用扫描电子显微镜(SEM,GeminiSEM 300 型,德国 ZEISS 公司)分析产物的表面形貌。

2 结果分析与讨论

2.1 磁性能分析

图 1 为均匀设计实验产物 S1、S2、S3、S4、S5 的 VSM 图,由图中磁滞回线得到各产物的 M_s 和 H_c(表 1)。当仅以水为溶剂时,产物 S1 的 M_s 最低,H_c 最高;当 ChCl-EG 含量为 25% ~ 100%,即水溶剂中加入 ChCl-EG 后,产物 S2、S3、S4 和 S5 的 M_s 均有一定程度提高,H_c 则均有一定程度降低;产物 S5(ChCl-EG 含量为 100%)的 M_s 最高,H_c 最低。说明以 ChCl-EG 部分或完全取代水作为溶剂能有效提高 $NiFe_2O_4$ 的 M_s、降低 H_c。

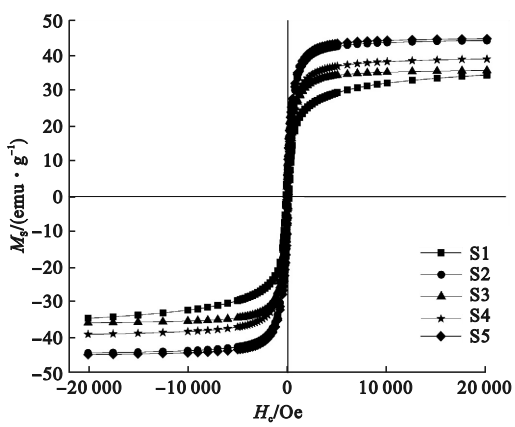


图 1 均匀设计实验产物的 VSM 图

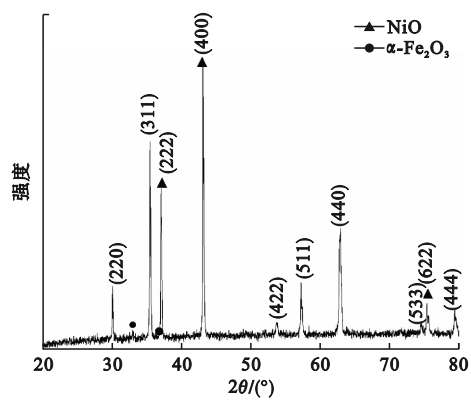
Fig. 1 VSM diagrams of uniform design products

2.2 组成及形貌分析

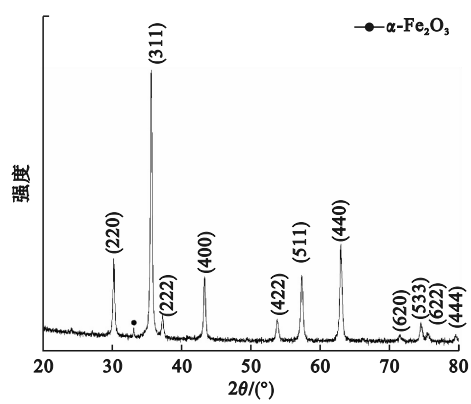
分别对产物 S5 和 Sw(以水为溶剂,其他制备条件同 S5)进行 XRD 和 SEM 分析,如图 2 ~ 3 所示。

由图 2(a)可见,S5 的主产物为结晶度较高的 $NiFe_2O_4$(PDF#89-4927),在衍射角为 37.166°、43.197°和 75.56°处存在 NiO 衍射峰(PDF#89-7390);在衍射角为 33.095°处存在极弱 α-Fe_2O_3 衍射峰(PDF#32-0469),表明产物中存在少量结晶态的 NiO 和 α-Fe_2O_3。由图 2(b)可见,Sw 的主产物也为 $NiFe_2O_4$,但存在少量结晶态 α-Fe_2O_3。

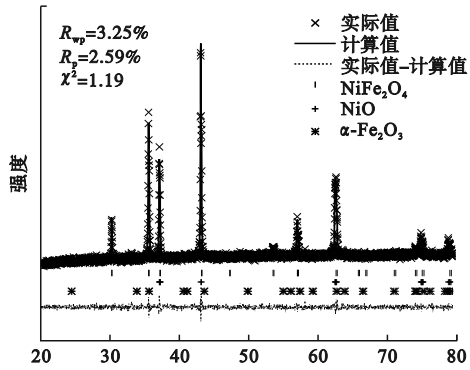
通过 GSAS 软件对图 2(a)及图 2(b)进行 Rietveld 精修,精修结果如图 2(c)和图 2(d)所示,加权全谱因子 R_{wp} 与全谱因子 R_p 小于 5%、拟合优度 χ^2 小于 2,表明精修结果较好。由精修结果可得 Sw 的晶胞参数 a 值为 0.832 8 nm,S5 的 a 值为 0.833 1 nm,后者更接近 $NiFe_2O_4$ 的标准值(a = 0.833 7 nm)。由谢乐公式[12]计算得到 S5 和 Sw 在(311)晶面方向的晶粒尺寸 $D_{(311)}$ 分别为 72 nm和 27 nm,S5 的 $D_{(311)}$ 明显提高。相较文献[2,13]中以溶胶 – 凝胶法制备 $NiFe_2O_4$ 的 $D_{(311)}$(分别为 28 nm 和 53 nm)也有提高。



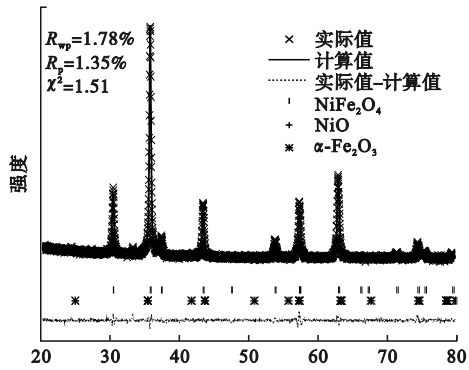
(a) S5的XRD图



(b) Sw的XRD图



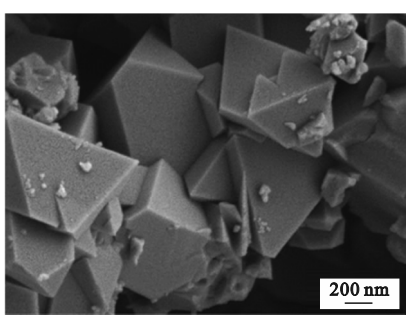
(c) S5的XRD精修图



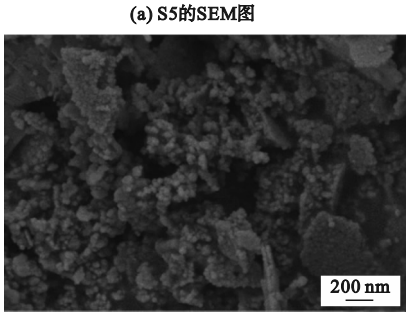
(d) Sw的XRD精修图

图 2　S5 和 Sw 的 XRD 图及 XRD 精修结果图

Fig. 2　XRD patterns and refinement results of S5 and Sw



(a) S5的SEM图



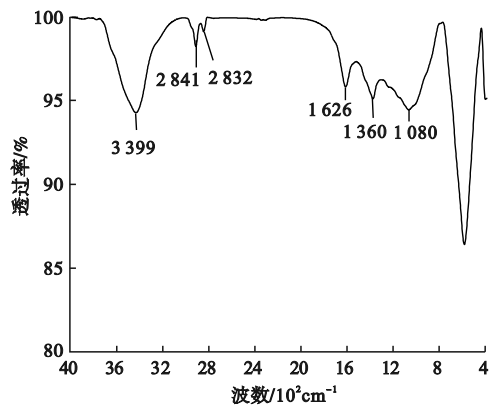
(b) Sw的SEM图

图 3　S5 和 Sw 的 SEM 图

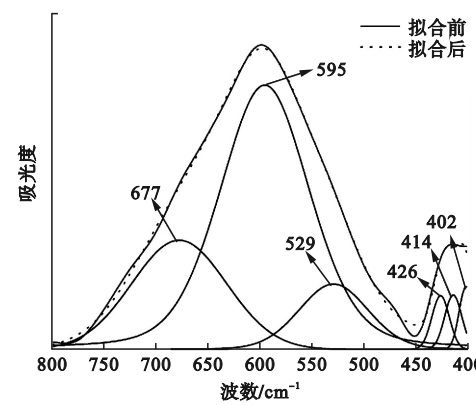
Fig. 3　SEM images of S5 and Sw

由图 3 可知,S5 的颗粒形貌更加规整,颗粒尺寸多在 240 ~ 960 nm 之间,明显大于 Sw 的颗粒尺寸(约 22 ~ 67 nm)。S5 的 $D_{(311)}$ 值与其颗粒尺寸之间的差异说明 SEM 中观察到的 $NiFe_2O_4$ 是单晶堆积排列而成的多晶粒子,表明以 ChCl-EG 制备的 $NiFe_2O_4$ 具有更高的结晶度。结合 XRD 与 SEM 分析结果表明,尽管以 ChCl-EG 取代水溶剂制备的 $NiFe_2O_4$ 中存在杂质 NiO 和 α-Fe_2O_3,但其晶胞中更接近理想 $NiFe_2O_4$ 晶体的微粒排列有序程度,结晶程度更高,而结晶度的提高能促进合成产物 M_s 的提高[14]。因此,通过加入 ChCl-EG,能有效提高 $NiFe_2O_4$ 的 M_s,并降低 H_c。

图 4 为 S5 的 FTIR 谱图及拟合曲线。由图 4(a)可见:3 399 cm^{-1}处的 O—H 拉伸振动吸收峰和1 626 cm^{-1}处的 H—O—H 弯曲振动吸收峰,说明产物中存在吸附水;约 1 360 cm^{-1}处的 COO^- 拉伸振动吸收峰、约 2 832 cm^{-1}与约 2 841 cm^{-1}处的 C—H 拉伸振动吸收峰和 1 080 cm^{-1}附近的 C—O 拉伸振动吸收峰,说明产物中存在少量未完全分解的有机物;800 ~ 400 cm^{-1}范围内的金属 – 氧键吸收峰则表明合成了 $NiFe_2O_4$[15]。为进一步分析样品 S5 的组成,使用 Peakfit 软件对 800 ~ 400 cm^{-1}范围的FTIR谱进行了分峰拟合,如图4(b)所示。



(a) S5的FTIR图



(b) 800~400 cm^{-1}分峰拟合曲线

图 4　S5 的 FTIR 图及其 800 ~ 400 cm^{-1}分峰拟合曲线

Fig. 4　FTIR spectrum of S5 and the band fitting in the range of 800 ~ 400 cm^{-1}

拟合决定系数 r^2 为 0.999，拟合结果显著。414 cm^{-1} 与 426 cm^{-1} 处分别对应 $NiFe_2O_4$ 中的八面体位点 Ni—O 与 Fe—O 拉伸振动的吸收峰，595 cm^{-1} 处为 $NiFe_2O_4$ 中的四面体位点 Fe—O 拉伸振动的吸收峰[16-17]，进一步证实了主产物为 $NiFe_2O_4$；402 cm^{-1} 处可见 Ni—O 伸缩振动吸收峰[18]，说明产物中存在部分 NiO；529 cm^{-1} 处晶态 α-Fe_2O_3 中的 Fe—O 伸缩振动吸收峰[19]、677 cm^{-1} 处非晶态 α-Fe_2O_3 中 Fe—O 伸缩振动吸收峰[20]，说明产物中还存在少量非晶态 α-Fe_2O_3。结合 XRD 及 FTIR 结果，前驱体中的有机金属络合物在室温至600 ℃ 焙烧过程中分解形成晶态 NiO、晶态和非晶态 α-Fe_2O_3[13]，中间产物 NiO 与 α-Fe_2O_3 进一步反应生成 $NiFe_2O_4$。

2.3 回归分析

分别以 $M_s(y_1)$ 和 $H_c(y_2)$ 为实验指标，使用 Excel 软件对表 1 数据进行多元线性回归分析，分析结果见表 2。

由表 2 可知，多元线性回归模型的 P 值均大于 0.05，表明 M_s 或 H_c 与 x_1、x_2、x_3 之间均不存在多元线性回归关系，考虑二次非线性回归模型[21]

$$y = m_0 + m_1x_1 + m_2x_2 + m_3x_3 + m_4x_1x_2 + m_5x_1x_3 + m_6x_2x_3 + m_7x_1^2 + m_8x_2^2 + m_9x_3^2 \quad (1)$$

式中：m_0 为回归系数；$m_1 \sim m_9$ 为偏回归系数。

表 2 多元线性回归方差分析表

Table 2 Analysis of multiple linear regression variance

	M_s			H_c		
	回归分析	残差	总计	回归分析	残差	总计
自由度	3	1	4	3	1	4
离差平方和	81.542 6	7.562 5	89.105 1	7 139.750 0	2 652.250 0	979 2
均方	27.180 9	7.562 5		2 379.917 0	2 652.250 0	
F 值	3.594 2			0.897 3		
P 值	0.365 6			0.631 4		

分别令：$X_1 = x_1$，$X_2 = x_2$，$X_3 = x_3$，$X_4 = x_1x_2$，$X_5 = x_1x_3$，$X_6 = x_2x_3$，$X_7 = x_1^2$，$X_8 = x_2^2$，$X_9 = x_3^2$，将二次非线性回归模型转化为多元线性回归模型为

$$y = m_0 + m_1X_1 + m_2X_2 + X_3 + m_4X_4 + m_5X_5 + m_6X_6 + m_7X_7 + m_8X_8 + m_9X_9 \quad (2)$$

依据此模型对原始数据进行整理，然后运用 DPS 软件进行多元线性回归分析，可得 M_s 回归方程和 H_c 回归方程分别为

$$y_1 = 25.746 + 0.159x_1 - 0.002x_1^2 + 0.242x_2 \quad (3)$$

$$y_2 = 4\ 353.913 - 7\ 206.766x_3 - 0.265x_1x_2 + 3\ 070.938x_3^2 \quad (4)$$

依据 DPS 回归分析，得 M_s 回归方程、H_c 回归方程显著性检验结果，如表 3、表 4 所示，表中 r 为偏相关系数。由表 3 可知：M_s 回归方程的 P 值(0.033 8)小于 0.05；查表可知，F 值(472.580 6)大于 $F_{0.05}(3,1)$(215.7)。Durbin-Watson 统计量 $d = 3.119\ 7$，满足 $0 < d < 4$，表明残差独立性正常，各变量无自相关性。以上各个指标均表明 M_s 回归方程显著，统计量检验通过。由表 4 知，M_s 回归方程各项的 P 值均小于 0.01，表明 M_s 回归方程中各项对 y_1 的影响非常显著。t 检验值由大至小的顺序为 $r(y_1,x_2^2) > r(y_1,x_1) > r(y_1,x_1^2)$，因而各项对 M_s 的影响主次顺序为 $x_2^2 > x_1 > x_1^2$，x_3 对 M_s 无显著影响。$r(y_1,x_1)$ 的偏相关系数(0.997 2)大于 0，说明 x_1 与 y_1 之间呈正相关关系；$r(y_1,x_1^2)$ 的偏相关系数(−0.997 2)小于 0，说明 x_1^2 与 y_1 之间呈负相关关系，但 x_1 对 M_s 的影响大于 x_1^2，表明 ChCl-EG 的存在能够提高 $NiFe_2O_4$ 的 M_s；$r(y_1,x_2^2)$ 的偏相关系数(0.999 5)大于 0，说明 x_2^2 与 y_1 之间呈正相关关系，即适当提高 pH 有利于提高 M_s。

同理，表 3 中数据表明 H_c 回归方程显著。表 4 中数据表明，H_c 回归方程各项对 y_2 影响也非常显著。t 检验值由大至小的顺序为 $r(y_2,x_1x_2) > r(y_2,x_3^2) > r(y_2,x_3)$，因而各项对 H_c 的影响主次顺序为 $x_1x_2 > x_3^2 > x_3$，x_1、x_2 对 H_c 无显著影响。$r(y_2,x_1x_2)$ 的偏相关系数小于 0，说明 x_1x_2 与 y_2 之间呈负相关关系，表明 DESs 含量与 pH 的交互作用能降低 $NiFe_2O_4$ 的 H_c；$r(y_2,x_3)$ 的偏相关系数小于 0，说明 x_3 与 y_2 之间呈负相关关系；$r(y_2,x_3^2)$ 的偏相关系数大于 0，说明 x_3^2 与 y_2 之间呈正相关关系，但 x_3^2 对 H_c 的影响大于 x_3。因而，适当降低柠檬酸与金属离子物质的量比值有助于降低 $NiFe_2O_4$ 的 H_c。

表 3　多元非线性回归方差分析表

Table 3　Analysis of multiple non-linear regression variance

	M_s 回归方程			H_c 回归方程		
	回归分析	残差	总计	回归分析	残差	总计
自由度	3	1	4	3	1	4
离差平方和	89.042 3	0.062 8	89.105 1	9 791.993 0	0.007 0	979 2
均方	29.680 8	0.062 8		3 263.998 0	0.007 0	
F 值	472.580 6			464.213 0		
P 值	0.033 8			0.001 1		

表 4　M_s、H_c 回归方程偏相关系数检验表

Table 4　Partial correlation coefficient test table for M_s and H_c regression equations

	M_s 回归方程			H_c 回归方程		
	$r(y_1,x_1)$	$r(y_1,x_1^2)$	$r(y_1,x_2^2)$	$r(y_2,x_3)$	$r(y_2,x_1x_2)$	$r(y_2,x_3^2)$
偏相关系数	0.997 2	–0.997 2	0.999 5	–1.000 0	–1.000 0	1.000 0
t 值	13.415 8	13.374 7	31.328 2	674.384 0	1 068.266 9	683.032 2
P 值	0.005 5	0.005 5	0.001 0	0.000 1	0.000 1	0.000 1

3　结论

本文以低共熔溶剂 ChCl-EG 部分或全部取代传统的水溶剂,采用溶胶 – 凝胶自蔓延法制备 $NiFe_2O_4$,得到如下结论。

1)制备的 $NiFe_2O_4$ 中含有未反应完全的中间产物 NiO 与 α-Fe_2O_3。

2)以 ChCl-EG 部分或全部取代水为溶剂,能提高 $NiFe_2O_4$ 的结晶度,进而提高其 M_s、降低 H_c。当 ChCl-EG 全部取代水时,所制备 $NiFe_2O_4$ 的 M_s 最高、H_c 最低。

3)对均匀实验结果进行回归分析,建立了 M_s(y_1)、H_c(y_2)与 ChCl-EG 的含量(x_1)、pH(x_2)和柠檬酸与金属离子物质的量比(x_3)间的回归方程,阐述了回归方程中各项对 M_s 或 H_c 产生的影响及影响主次顺序,进一步证实了提高 ChCl-EG 含量有利于提高 $NiFe_2O_4$ 的 M_s 并降低其 H_c。

参考文献(References):

[1] SUNDARARAJAN M, SUKUMAR M, DASH C S, et al. A comparative study on $NiFe_2O_4$ and $ZnFe_2O_4$ spinel nanoparticles: structural, surface chemistry, optical, morphology and magnetic studies[J]. Physica B: Condensed Matter, 2022, 644:414232.

[2] SANADI K R, RATHOD K C, GAUR M L, et al. UV light-activated photocatalytic degradation of rhodamine B dye and Suzuki cross-coupling reaction by Ni ferrite catalyst synthesized by sol-gel auto-combustion method[J]. Bulletin of Materials Science, 2021, 44(4):1 – 8.

[3] SEDRATI C, ALLEG S, BOUSSAFEL H, et al. Structure and magnetic properties of nickel ferrites synthesized by a facile co-precipitation method: effect of the Fe/Ni ratio[J]. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 2021, 32(19): 24548 – 24559.

[4] VENKATESHWARLU M, MANOHARAN C, ASATHBAHADUR S, et al. Magnetic, electrochemical and gas sensing properties of hydrothermally synthesized $NiFe_2O_4$ nanoparticles[J]. Inorganic Chemistry Communications, 2023, 152: 110666.

[5] SORESCU M, KNAUSS M, PERRIN A, et al. Influence of graphene on the magnetic properties of nickel ferrite nanoparticles[J]. Solid State Ionics, 2020, 355:115425.

[6] 王娟,李晨,徐博. 溶胶 – 凝胶法的基本原理、发展及应用现状[J]. 化学工业与工程,2009,26(3):273 – 277.
WANG J, LI C, XU B. Basic principle, advance and current application situation of sol-gel method[J]. Chemical Industry and Engineering, 2009, 26(3):273 – 277. (in Chinese)

[7] 孟蝶,孟锦宏,曹晓晖,等. 均匀设计在 M 型钡铁氧体制备中的应用[J]. 沈阳理工大学学报,2015,34(2):39 – 43.
MENG D, MENG J H, CAO X H, et al. Application of uniform design to preparation of M-type barium ferrite[J]. Journal of Shenyang Ligong University, 2015, 34(2):39 – 43. (in Chinese)

[8] KERN C, AQUINO R, DUBOIS E, et al. Dispersions of magnetic nanoparticles in the mixture ethyleneglycol-choline chloride: the role of solvent association[J]. Journal of Molecular Liquids, 2018, 268:545 – 552.

[9] SÖLDNER A, ZACH J, IWANOW M, et al. Preparation of magnesium, cobalt and nickel ferrite nanoparticles from metal oxides using deep eutectic solvents[J]. Chemistry-A European Journal, 2016, 22(37):13108 – 13113.

[10] DEVIH S, SINGH T D. Synthesis of Mn_2O_3 nanoparticles using choline chloride-ethylene glycol deep eutectic solvent: a green solvent[J]. Integrated Ferroelectrics, 2017, 185(1): 82 – 89.

[11] FANG K T, LIN D K J, WINKER P, et al. Uniform design: theory and application[J]. Technometrics, 2000, 42(3):

237 – 248.
[12] SHARON V S, GOPALAN V E, AL-OMARI I A, et al. Superparamagnetic nickel ferrite nanoparticles doped with zinc by modified sol-gel method[J]. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 2022, 35(3): 795 – 804.
[13] SANKARANARAYANAN R, SHAILAJHA S, MUBINA M S, et al. Effect of Ni^{2+} and Fe^{3+} ion concentrations on structural, optical, magnetic, and impedance response of $NiFe_2O_4$ nanoparticles prepared by sol-gel process[J]. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 2020, 33(11): 3631 – 3642.
[14] HOSOKAWA A, YAMAGUCHI W, SUZUKI K, et al. Influences of microstructure on macroscopic crystallinity and magnetic properties of Sm-Fe-N fine powder produced by jet-milling[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 869: 159288.
[15] SHOKRI A. Using $NiFe_2O_4$ as a nano photocatalyst for degradation of polyvinyl alcohol in synthetic wastewater[J]. Environmental Challenges, 2021, 5: 100332.
[16] REZAEIPOUR A, DEHGHANI S, HOGHOGHIFARD S. Acetone sensor based on porous nickel ferrite nanoparticles[J]. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 2022, 33(35): 26276 – 26285.
[17] PRIYADHARSHINI P, SHOBIKA P A, MONISHA P, et al. Nickel ferrite magnetic nanoparticles: evidence for superparamagnetism in smaller size particles[J]. Journal of the Australian Ceramic Society, 2022, 58(5): 1455 – 1480.
[18] ABDALLAH A M, BASMA H, AWAD R. Preparation, characterization, and application of nickel oxide nanoparticles in glucose and lactose biosensors[J]. Modern Applied Science, 2019, 13(6): 99.
[19] KORE R M, LOKHANDE B J. A robust solvent deficient route synthesis of mesoporous Fe_2O_3 nanoparticles as supercapacitor electrode material with improved capacitive performance[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 725: 129 – 138.
[20] 路则洋, 曹丹, 甘莉, 等. CTAB 调控绿色合成纳米氧化铁及去除亚硝酸盐[J]. 环境工程学报, 2017, 11(6): 3412 – 3418.
LU Z Y, CAO D, GAN L, et al. Surface modification of green synthesized iron oxide nanoparticles by CTAB and its adsorption of nitrite[J]. Chinese Journal of Environmental Engineering, 2017, 11(6): 3412 – 3418. (in Chinese)
[21] 李云雁, 胡传荣. 试验设计与数据处理[M]. 2 版. 北京: 化学工业出版社, 2008.

(责任编辑: 徐淑姣)

(上接第 63 页)

[2] 董翠鸽, 王日初, 彭超群, 等. SiC_p/Al 复合材料研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(11): 3161 – 3181.
DONG C G, WANG R C, PENG C Q, et al. Research progress in SiC_p/Al composites[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(11): 3161 – 3181. (in Chinese)
[3] TIAN W M, LI S M, WANG B, et al. Graphene-reinforced aluminum matrix composites prepared by spark plasma sintering[J]. International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2016, 23(6): 723 – 729.
[4] 李岳, 杜晓明, 刘凤国. 石墨烯增强 6061 铝基复合材料的组织与力学性能研究[J]. 沈阳理工大学学报, 2023, 42(2): 49 – 55.
LI Y, DU X M, LIU F G. Microstructure and mechanical properties of graphene-reinforced 6061 aluminum matrix composites[J]. Journal of Shenyang Ligong University, 2023, 42(2): 49 – 55. (in Chinese)
[5] CHEN J K, HUANG I S. Thermal properties of aluminum-graphite composites by powder metallurgy[J]. Composites Part B: Engineering, 2013, 44(1): 698 – 703.
[6] 蔡云飞, 陈子豪, 张腾飞, 等. 聚酰亚胺基石墨膜材料研究进展[J]. 装备环境工程, 2022, 19(8): 110 – 119.
CAI Y F, CHEN Z H, ZHANG T F, et al. Research progress of on polyimide-based graphite film materials[J]. Equipment Environmental Engineering, 2022, 19(8): 110 – 119. (in Chinese)
[7] 黄宇. 高导热石墨膜/铝复合材料的设计、制备与性能研究[D]. 上海: 上海交通大学, 2017.
[8] 张福尹. 石墨膜/铝复合材料显微组织及性能研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2016.
[9] 常靖. 石墨膜表面改性及石墨膜/铝层状复合材料导热性能研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2020.
[10] 佟兴宇. 微波改性石墨膜/铝层状复合材料的显微组织与热性能研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2019.
[11] 金鹏, 肖伯律, 王全兆, 等. 热压烧结温度对 SiC 颗粒增强铝基复合材料微观组织及力学性能的影响[J]. 金属学报, 2011, 47(3): 298 – 304.
JIN P, XIAO B L, WANG Q Z, et al. Effect of hot pressing temperature on microstructure and mechanical properties of SiC particle reinforced aluminum matrix composites[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2011, 47(3): 298 – 304. (in Chinese)
[12] TAN Z Q, LI Z Q, FAN G L, et al. Fabrication of diamond/aluminum composites by vacuum hot pressing: process optimization and thermal properties[J]. Composites Part B: Engineering, 2013, 47: 173 – 180.
[13] HUANG Y, SU Y S, LI S S, et al. Fabrication of graphite film/aluminum composites by vacuum hot pressing: process optimization and thermal conductivity[J]. Composites Part B: Engineering, 2016, 107: 43 – 50.
[14] KLEINER S, KHALID F A, RUCH P W, et al. Effect of diamond crystallographic orientation on dissolution and carbide formation in contact with liquid aluminium[J]. Scripta Materialia, 2006, 55(4): 291 – 294.

(责任编辑: 徐淑姣)