酸度对纳米颗粒体复合材料 Fe - SiO_2 磁学性质的影响

潘成福[1)]　侯登录[1)]　唐贵德[1)]　聂向富[1)]　罗河烈[2)]
(1)河北师范大学物理系,050016,石家庄;2)中国科学院物理研究所磁学国家重点实验室,100080,北京;第一作者 34 岁,男,实验师)

摘　要　用溶胶法制备出了 Fe_x -$(SiO_2)_{100-x}$纳米复合材料,并就制作工艺中酸度对材料的磁性参数的影响,作了类比实验及分析,逐步地改进了实验方法,取得了较好的效果.

关键词　纳米材料;溶胶法;磁性参数
分类号　O 482.54

近年来,关于纳米材料的制备及性能的报道越来越多,制备方法也是多种多样.磁性纳米微粒,由于尺寸小,具有单磁畴结构,矫顽力高的特性,用它制作磁记录材料,可以提高存贮密度,提高信号燥声比,改善图像质量.因此,制作纳米磁性材料的研究也多了起来.王建平[1]、陈伟等[2]用溶胶法制备出了 Fe - Ni 合金 Fe - Co 合金等与 SiO_2 的复合材料,并进行了分析研究.溶胶法制备纳米材料有以下优点:能在原子尺度内均匀混合;易于控制;易于规模生产;设备简单.但目前制备过程中,制备工艺对磁性参数影响较大,从而影响到用这种方法进行批量生产.因此,我们试图对制备工艺中,酸度的变化对磁性参数的影响作进一步的探讨,以求制作出磁性参数较高且稳定的材料.

1　溶胶法制作纳米材料的实验方法

将一定量的 $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 加入无水乙醇中,搅拌 10 min,加入适量的$(C_2H_5)_4SiO_4$ 和去离子水,搅拌 20 min,加入一定量的盐酸,使 pH 值保持在一定范围,搅拌 15 min;将以上混合物倒入敞口的玻璃器皿中,在大气环境下胶化后,再放入干燥箱内,在 1 个大气压下,100±10℃干燥 30 min,得到干胶;将干胶研磨成 0.1 mm 的细粉,将细粉放入还原炉,在高温下用 H_2 还原,即得到包在 SiO_2 母体中的 Fe 微粒.

2　实验结果与讨论

溶胶法制作纳米材料的过程主要分两步:第一步是凝胶并干燥的过程;第二步是用 H_2 还原.实验中,我们发现整个工艺过程中,影响 Fe_x -$(SiO_2)_{100-x}$复合材料磁性参数的因素很多,主要有 Fe 的含量,pH 值的大小,还原温度,还原时间及降温速度等.

关于 Fe 的含量问题,王建平等[1]已得出实验结论,认为 Fe 含量在 10%～15%时,制出的材料粒度较合适,矫顽力有较大值.我们把 Fe 含量固定在 15%不变,控制溶胶过程中加入 HCl 的量.凝胶后,在相同的条件下用 H_2 还原,还原温度为 700 ℃,还原时间 40 min,以 100 ℃/min 的速度降温.得到的磁粉其磁性参数与 pH 值的关系如图 1,图 2,图 3 所示.图中 pH 值为搅拌结束时,用 MODEL720 酸度计测定的值,各磁性参数为室温下,用 M155 振动样品磁强计测得的结果.图 1 为矫顽力与 pH 值的关系;图 2 为比饱和磁

收稿日期:1998 - 01 - 12

化强度与 pH 值的关系;图 3 为比剩余磁化强度与 pH 值的关系. 由图 1～图 3 可以看出,pH 值在 0.5 附近时,矫顽力、比饱和磁化强度和比剩余磁化强度均有极大值,pH 值较大或较小时,矫顽力与比剩余磁化强度,均明显减小. 与原来的实验[1]相比较,王建平等在制作过程中保持 0.5<pH<1,他们给出的范围较大,没有明确地说明酸度的详细值,由我们的结果看,pH 值在 0.7 以上的磁性参数明显变差.

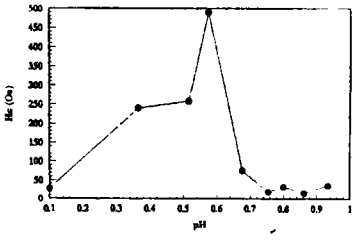

图 1 矫顽力与溶胶时 pH 值的关系

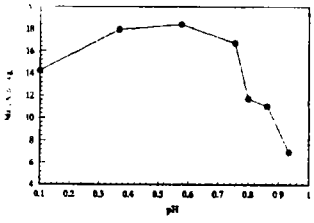

图 2 比饱和磁化强度与溶胶时 pH 值的关系

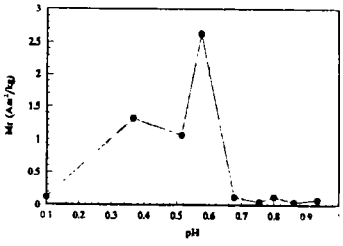

图 3 比剩余磁化强度与溶胶时 pH 值的关系

我们认为控制 pH 值的大小,主要是控制正硅酸已脂的水解速度,以及水解后生成物的结构. 因为正硅酸已脂在不同的酸度下,水解速度差异较大,同时,水解后的硅酸缩聚时形成的结构变化很大,有链状、网状等. 在水解彻底的情况下,结构对于 $FeCl_3$ 在胶体中的分散很重要.

3 结 论

在用溶胶法制作纳米颗粒体 Fe－SiO_2 过程中,保持其它条件不变,通过对溶胶过程中 pH 值的控制,使其在 0.5 左右,可以得到磁性参数较高的材料. 这一结论为今后进一步研究打下了基础.

参 考 文 献

1 Wang Jianping, Han Dehua, Luo Helie, et al. Preparation and magnetic propertes of $Fe_{100-x}Ni_x$－SiO_2 granular alloy solid using a sol－gel method. J Magn Magn Mater, 1994, 135: L251

2 陈伟,唐贵德,侯登录,等. 溶胶法制备粒状合金固体 FeCo(SiO_2)的研究. 河北师范大学学报(自然科学版),1997,21(4):362～364

The Effect of Acidity on the Magnetic Properties of Nanocrystalline Fe－SiO_2 Solid

Pan Chengfu[1)] Hou Denglu[1)] Tang Guide[1)] Nie Xiangfu[1)] Luo Helie[2)]

(1)Department of Physics, Hebei Normal University, 050016, Shijiazhuang, PRC;

2)State Key Laboratory of Magnetism, Institue of Physics, Academia Sinica, 100080, Beijing, PRC)

Abstract Granular Fe－SiO_2 solid has been prepared by using a sol－gel method. the effect of acidity on the magnetic properties of nanocrystalline Fe－SiO_2 solid has been investigated. By improving experimental method gruadually, the sample with excellent properties was fabricated successfully.

Key words nanocrystalline material; sol－gel method (责任编辑 李 冀)