

文章编号 :1000-2278(2012)03-0278-06

# $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ 铁氧体的制备及其性能研究

贾楠 方必军 杜庆柏

(常州大学材料科学与工程学院,江苏常州 213164)

## 摘要

通过化学共沉淀法制备了颗粒较细、粒度分布较均匀、团聚较少的  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  前驱体。通过 TG-DSC 分析、XRD 测量、激光粒度分析和形貌观察确定了  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  前驱体的优化煅烧温度。以活性  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  前驱体为原料,通过固相反应法制备  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷。不同温度烧结的、不同组成的  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷均呈现纯尖晶石结构。 $\text{Zn}^{2+}$  含量、烧结温度对  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的结构、密度、物理性能产生重要影响。在相同的烧结温度下,随着  $\text{Zn}^{2+}$  含量的增加,  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的密度、方块电阻、饱和磁化强度呈现增大的趋势。随着烧结温度的升高,  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的密度、方块电阻、饱和磁化强度明显增大。

关键词  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ; 化学共沉淀; 尖晶石结构; 方块电阻; 磁性能

中图分类号: TQ174.75 文献标识码: A

## 0 引言

Ni-Zn 铁氧体是电阻率较高、损耗角正切较低、有一定的机械强度和较好的化学稳定性的高频软磁材料,广泛应用于通讯领域的高频电子装置和微波装置中<sup>[1,2]</sup>。此外,掺杂和未经掺杂的  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  铁氧体均在高频通信领域应用很广<sup>[3]</sup>。随着电子产品向小型化方向发展,制备密度高、晶粒细小均匀的软磁铁氧体显得尤为重要。为实现器件的一体化结构,即磁介质材料能够与内金属电极(Ag、Cu 等)共烧,需要研制高性能的软磁铁氧体粉料,以降低铁氧体的烧结温度<sup>[4]</sup>。

目前,  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  铁氧体的制备方法包括固相反应法<sup>[5]</sup>、高能球磨法<sup>[6]</sup>、共沉淀法<sup>[7]</sup>、燃烧合成法<sup>[8]</sup>等。固相法和球磨法制备工艺简单,但组分不均匀、颗粒粗化,球磨过程易带来第二相污染。化学共沉淀法制备粉体成分及粒度分布均匀、纯度高、活性大、分散性好,按化学计量配比容易达到配方要求<sup>[9]</sup>。本文采用化学共沉淀法,获得晶粒细小、烧结活性高的  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  (NZF,  $x=0.025, x=0.05, x=0.075, x=0.1, x=0.125$ ) 粉

体,改善了 NZF 铁氧体的均匀性,工艺过程简单,易于操作。以化学共沉淀法制备的活性粉体为原料,通过传统的陶瓷工艺制备 NZF 陶瓷,系统地研究了粉体制备工艺、烧结条件对 NZF 铁氧体陶瓷的致密度、相结构和电、磁性能的影响。

## 1 实验过程

### 1.1 前驱体合成工艺探索

分析纯的  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  作为原料。按照化学式  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  (NZF,  $x=0.025, x=0.05, x=0.075, x=0.1, x=0.125$ ) 的配方组成,计量比的称量所需原料,放入适量的蒸馏水中,通过磁力搅拌充分溶解。配制适当浓度的氢氧化钠溶液,在激烈搅拌的同时滴加入上述溶液中,控制沉淀的终点 pH 值在 9.5 左右<sup>[10]</sup>。沉淀完全后,继续磁力搅拌 2h。所得悬浮液抽滤,用蒸馏水洗涤沉淀直至滤液达到中性。将沉淀烘干、研磨,得 NZF 粉体。

NZF 粉体做 TG-DSC 分析(TA SPTQ600)测试条件:空气气氛中,以  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  升温至  $1000^\circ\text{C}$ 。通过 TG-DSC 分析结果,确定 NZF 粉体的煅烧条件。煅烧

收稿日期: 2012-02-28

基金项目:中国科学院无机功能材料与器件重点实验室开放课题(编号:KLIFMD-2011-02);高校“青蓝工程”中青年学术带头人项目资助

通讯联系人:方必军, E-mail: fangbj@cczu.edu.cn

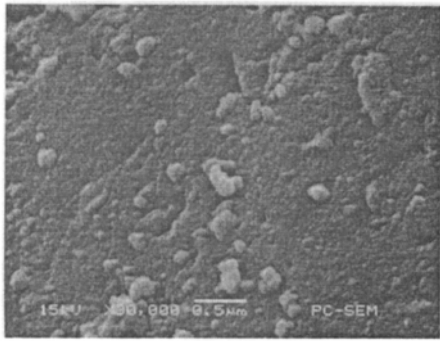


图 1 Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 粉体的 SEM 照片

Fig.1 SEM image of the Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> powder prepared by co-precipitation

后的粉末用 XRD 测量(D/max- 2500/PC Rigaku X-ray Diffractionmeter)确定相结构 ,用 SEM(JSM6360LA)观察粉体的形貌 ,用激光粒度分析仪(BT- 9300S)测量粉体的颗粒大小。

### 1.2 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 铁氧体陶瓷的制备及其性能研究

优化条件煅烧制备的 NZF 粉体 ,添加适量的 8wt%聚乙烯醇(PVA)溶液造粒 ,干压成型后 ,放在密封的氧化铝坩锅中 ,在 1100~1200℃烧结 4h。烧结过程中 ,在 550℃保温 2h 进行排胶。

烧结产物研磨、抛光 ,获得表面光滑、平行的陶瓷样品。烧成的 NZF 陶瓷的结构用 XRD 测量鉴定。用几何法测量抛光后的陶瓷的体积密度。用广州四探针科技有限公司生产的 RTS- 9 型双电测四探针测试仪测量 NZF 陶瓷的方块电阻。用 Quantum Design 公司生产的 PMS 多功能物理性质测量系统 Superconducting quantum interference device (SQUID)测量 NZF 陶瓷在 300K 的磁学性能。

## 2 结果与讨论

### 2.1 前驱体合成工艺探索

图 1 给出化学共沉淀法制备的 Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 粉体的微观形貌。可以看出 Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 粉体的粒径很小 ,在几纳米到几十纳米之间 ,存在明显的团聚现象。化学共沉淀法制备粉体可以达到原子、离子量级的均匀混合 ,沉淀过程成核数目多 ,制备的粉体尺寸细小 ,但尺寸分布较宽。

图 2 给出化学共沉淀法制备的 Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

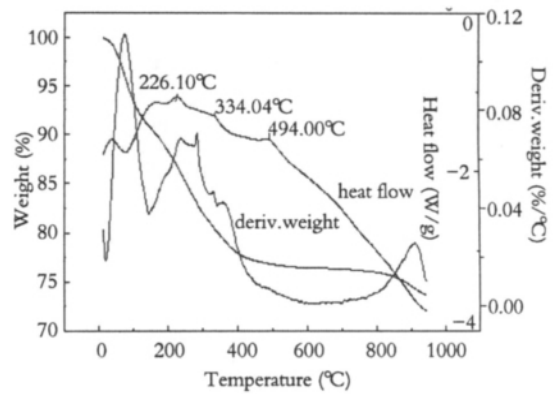


图 2 Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 粉体的热重 - 示差热曲线

Fig.2 TG-DSC curves of the Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> powder

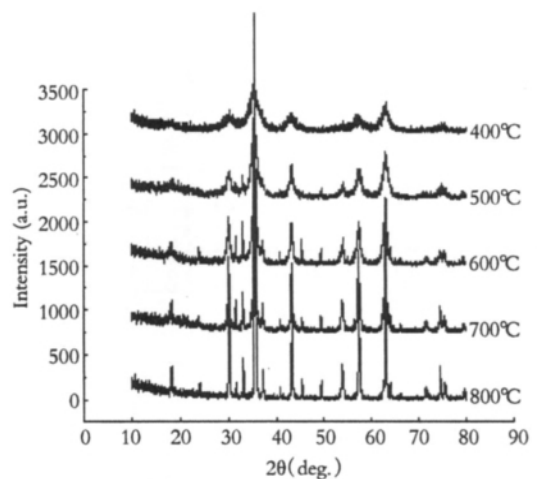


图 3 不同温度煅烧的 Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 粉体的 XRD 图

Fig.3 XRD patterns of the Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> powders calcined at different temperatures

粉体的 TG- DSC 分析。可以看出 ,在 500℃前出现三个明显的吸热峰 ,伴随着明显的质量减少 ,表明粉体中的氢氧化物已经分解完全。因为热分析的取样量小、生成尖晶石结构的固相反应热效应不大 ,所以在 DSC 图中直到测量的最高温度 950℃都没有观察到明显的热效应。

为了确定 Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 粉体合适的煅烧温度 ,围绕氢氧化物完全分解的温度选择不同的温度进行煅烧 ,煅烧产物的结构如图 3 所示。400℃煅烧时 ,已经出现(220)、(311)、(400)、(440)等尖晶石结构的弱而宽化的特征衍射峰。随着煅烧温度的升高 ,衍射峰变得尖锐、强度增加。600℃煅烧的产物主晶相与尖晶石结构 NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>(JCPDS 74- 2801)的特征衍射峰一致 ,但还有少量杂相的存在。700℃以上煅烧时 ,Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

表 1 不同温度煅烧的  $Ni_{0.95}Zn_{0.05}Fe_2O_4$  粉体的粒度  
Tab.1 Particle size of the  $Ni_{0.95}Zn_{0.05}Fe_2O_4$  powder calcined at different temperatures

煅烧温度(°C)	D25(μ m)	D50(μ m)	D75(μ m)	体积平均径 $D^{(4,3)}$ (μ m)
400	1.41	2.58	4.17	3.02
500	1.32	2.18	3.25	2.40
600	1.71	2.64	3.73	2.82
700	2.06	3.31	4.82	3.59
800	3.04	4.76	6.80	5.10

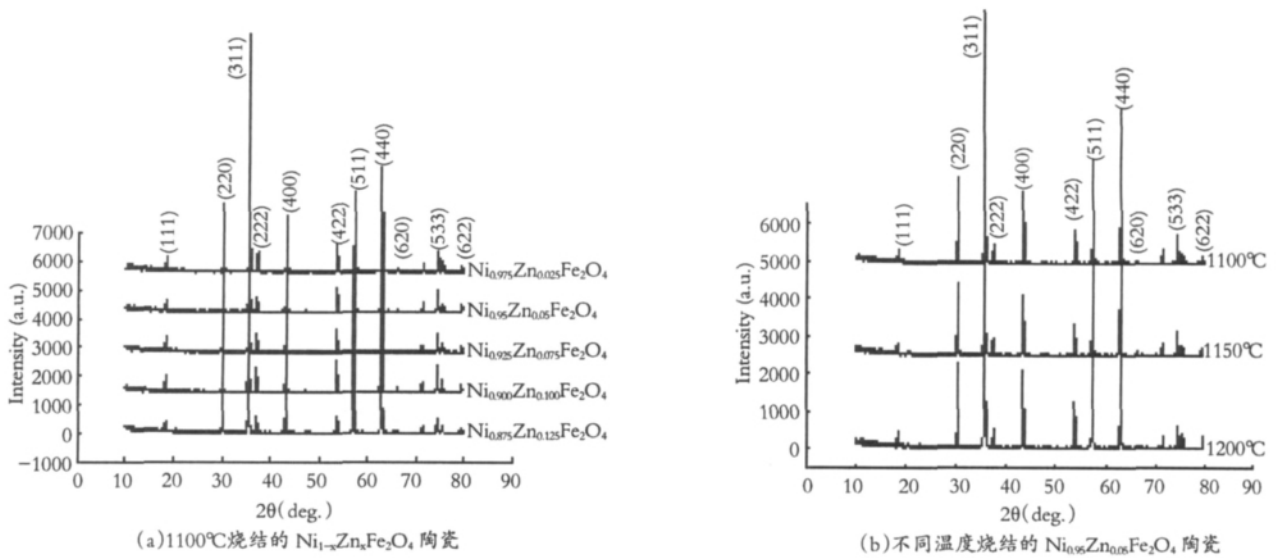


图 4 不同温度烧结的、不同组成的  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$  陶瓷的 XRD 衍射曲线  
Fig.4 XRD patterns of the  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$  ceramics sintered at different temperatures  
(a)  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$  ceramics sintered at 1100°C; (b)  $Ni_{0.95}Zn_{0.05}Fe_2O_4$  ceramics sintered at different temperatures

表 2 不同温度烧结的、不同组成的  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$  陶瓷的晶胞参数和密度  
Tab.2 Lattice parameters and density of the  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$  ceramics sintered at different temperatures

组成	烧结温度 /°C	a=b=c /Å	$\alpha=\beta=\gamma$ /°	体积密度 /g·cm <sup>-3</sup>
$Ni_{0.975}Zn_{0.025}Fe_2O_4$	1100	8.3464	90	3.6648
	1100	8.3532	90	3.5464
$Ni_{0.95}Zn_{0.05}Fe_2O_4$	1150	8.3551	90	4.1623
	1200	8.3475	90	4.4625
$Ni_{0.925}Zn_{0.075}Fe_2O_4$	1100	8.3564	90	3.7711
$Ni_{0.90}Zn_{0.10}Fe_2O_4$	1100	8.3557	90	4.1648
$Ni_{0.875}Zn_{0.125}Fe_2O_4$	1100	8.3611	90	4.1306

呈现纯尖晶石结构。表 1 给出不同温度煅烧的  $Ni_{0.95}Zn_{0.05}Fe_2O_4$  粉体的粒度。综合 XRD 测量、SEM 形貌观察和粒度分析的结果,可以看出 700°C 煅烧得到的  $Ni_{0.95}Zn_{0.05}Fe_2O_4$  粉体呈现纯尖晶石结构,煅烧后的粉体颗粒尺寸较小,粒度分布比较均匀,团聚较少。因此,选择 700°C

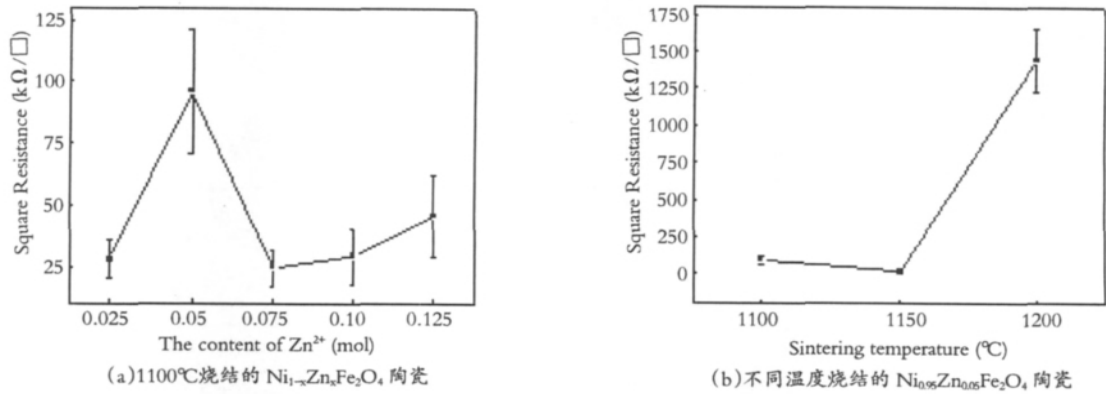


图5 不同温度烧结的、不同组成的 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的方块电阻

Fig.5 Square resistance of the Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramics sintered at different temperatures

(a) Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramics sintered 1100°C; (b) Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramics sintered at different temperatures

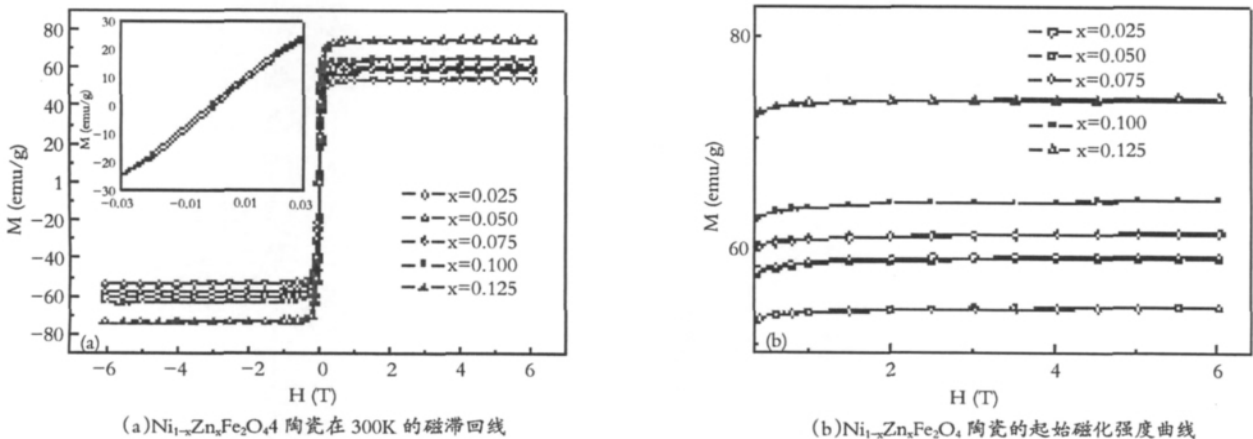


图6 1100°C烧结的 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的磁性能

Fig.6 Magnetic properties of the Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramics sintered at 1100°C

(a) M-H curves of the Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramics measured at 300K; (b) Initial magnetization curves of the Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramics

作为 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 粉体的煅烧条件。

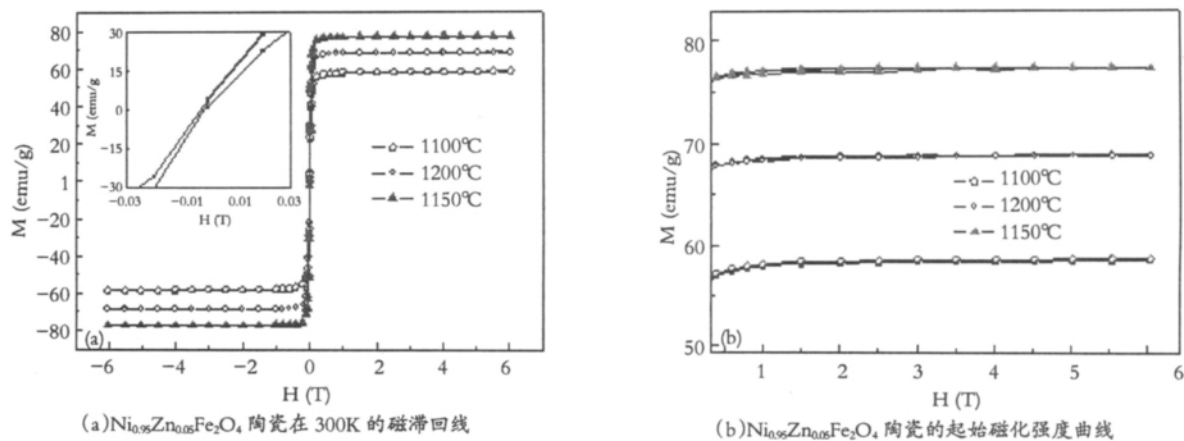
### 2.2 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的结构

图4给出不同温度烧结的、不同组成的 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的 XRD 衍射曲线。可以看出,不同温度烧结的、不同组成的 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷都呈现纯尖晶石结构。根据 XRD 测量结果,利用 Wincell 软件可以计算出 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的晶胞参数,在表2中给出。Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的体积密度也在表中给出。组成和烧结温度对 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的密度产生重要影响。在相同的烧结温度下, Ni<sub>0.90</sub>Zn<sub>0.10</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷呈现最大的体积密度;随着烧结温度的升高, Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的体积密度逐渐增大,因此,不同组成的 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的最佳烧结条件还需要进

一步优化。1200°C 烧结的 Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的致密度仍然不很理想,但是更高的烧结温度会导致铁的变价,对材料的磁性产生不利影响。

### 2.3 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的方块电阻

图5给出不同温度烧结的、不同组成的 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的方块电阻,同一样品不同位置测量得到的方块电阻的标准偏差也在图中给出。陶瓷样品的方块电阻呈现明显的不均匀性是一种普遍现象,与陶瓷样品组成、结构的不均匀性及复杂的多晶态结构有关。组成和烧结温度对 Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的方块电阻产生重要影响。在相同的烧结温度下, Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷的方块电阻随着 Zn<sup>2+</sup> 含量的增加呈现略微增大的趋势, Ni<sub>0.95</sub>Zn<sub>0.05</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 陶瓷呈现反常的高方块电阻

图7 不同温度烧结的  $\text{Ni}_{0.95}\text{Zn}_{0.05}\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的磁性能Fig.7 Magnetic properties of the  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  ceramics sintered at different temperatures(a) M-H curves of the  $\text{Ni}_{0.95}\text{Zn}_{0.05}\text{Fe}_2\text{O}_4$  ceramics measured at 300K; (b) Initial magnetization curves of the  $\text{Ni}_{0.95}\text{Zn}_{0.05}\text{Fe}_2\text{O}_4$  ceramics

值,其原因目前尚不能解释。对于同一组成来说,  $\text{Ni}_{0.95}\text{Zn}_{0.05}\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的方块电阻随着烧结温度的升高明显增大,1200℃烧结的  $\text{Ni}_{0.95}\text{Zn}_{0.05}\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的方块电阻最大,其平均值达到 1443.5kΩ/m。从图中还可以看出,不同温度烧结的、不同组成的  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的方块电阻呈现不同的标准偏差,表明相同的陶瓷工艺对陶瓷的组成、结构、微观形貌有着不同的影响,从而影响到电学性能的均匀性。

#### 2.4 $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ 陶瓷的磁性能

图6、图7分别给出不同温度烧结的、不同组成的  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的磁性能。 $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷呈现软磁铁氧体较为典型的磁滞回线,具有对称的饱和磁化强度、较小的矫顽场,因为磁滞回线狭窄、磁滞损耗很小,在高速指针式读写磁头、避雷针、磁共振装置中有着重要的应用前景。组成和烧结温度对  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的磁性能产生重要影响。随着  $\text{Zn}^{2+}$  含量的增加,  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的饱和磁化强度明显增大,而矫顽场没有明显变化。从图6(b)起始磁化强度曲线通过切线规则可以得到饱和磁化强度,可以清楚地看出  $\text{Zn}^{2+}$  含量的增加导致  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷磁化强度增大,但没有明显的线性关系。 $\text{Zn}^{2+}$  掺杂导致  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷磁性能的变化,与  $\text{Zn}^{2+}$  进入尖晶石结构引起长程相互作用的改变及陶瓷的微观结构、晶粒尺寸、晶界和晶体结构缺陷、多孔性的变化有关<sup>[11]</sup>。对于同一组成来说,随着烧结温度的升高,  $\text{Ni}_{0.95}\text{Zn}_{0.05}\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的磁化强度明显增大,而矫顽场

基本不变,图7(b)的起始磁化强度曲线可以清楚地显示  $\text{Ni}_{0.95}\text{Zn}_{0.05}\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的饱和磁化强度随烧结温度的升高而增大。磁化强度随烧结温度的升高而增大,主要是由于随着烧结温度的升高,陶瓷的致密度增加、结晶度改善,晶粒逐渐长大导致磁畴增大,这样更易于磁偶极子在外加磁场下的取向<sup>[12]</sup>。

### 3 结论

通过化学共沉淀法制备了活性  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  前驱体,以活性  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  前驱体为原料,通过传统的陶瓷工艺制备了  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷。系统地研究了粉体制备工艺、煅烧条件、烧结条件、组成对  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的结构、密度和物理性能的影响。结果表明,不同温度烧结的、不同组成的  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷均呈现纯尖晶石结构。在相同的烧结温度下,  $\text{Ni}_{0.90}\text{Zn}_{0.10}\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷呈现最大的体积密度;随着  $\text{Zn}^{2+}$  含量的增加,  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的方块电阻呈现略微增大的趋势、饱和磁化强度明显增大。随着烧结温度的升高,  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的致密度、方块电阻、饱和磁化强度明显增大。1200℃烧结的  $\text{Ni}_{0.90}\text{Zn}_{0.10}\text{Fe}_2\text{O}_4$  陶瓷的方块电阻最大,其平均值达到 1443.5kΩ/m。

#### 参考文献

- 1 任利,张怀武,苏桦. NiZn 软磁铁氧体材料的性能与应用. 磁

- 性材料及器件,2004,36(4):37~40
- 2 黄文艳,杜丕一,翁文剑等.溶胶直接自蔓燃法制备 NiZn 铁氧体粉末研究.材料科学与工程学报,2005,23(5):528~532
- 3 ISFAHANI M J N, MYNDYK M, ARANI M E, et al. Structural and magnetic properties of  $\text{NiFe}_{2-2x}\text{Sn}_x\text{Cu}_x\text{O}_4$ . Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2010, 322(13): 1744~1747
- 4 刘银,丘泰.纳米晶  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  铁氧体粉料的制备及其磁性性能研究.无机材料学报,2007,22(3):391~394
- 5 文雯,张怀武,钟慧.Co 离子添加对 NiZn 铁氧体电磁性能的影响.磁性材料及器件,2005,36(3):24~26
- 6 任晓燕,徐振佩,何正明.用机械合金化方法制备纳米晶 Ni-Zn 铁氧体.材料研究学报,2004,18(3):315~320
- 7 ISLAM M U, ABBAS T, SHAHIDA B N, et al. Electrical behaviour of fine particle, co-precipitation prepared Ni-Zn ferrites. Solid State Communications, 2004, 130(5): 353~357
- 8 孙杰,刘建华,李松梅.尖晶石型  $\text{Ni}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{Fe}_2\text{O}_4$  纳米晶体的制备及电磁性能研究.无机材料学报,2005,20(5):1077~1082
- 9 王永明,王新,王其民等.添加剂对锰锌功率铁氧体材料性能的影响及机理分析.人工晶体学报,2006,35(3):645~650
- 10 申令生.化学分析计算手册.北京:水利电力出版社,1992
- 11 仇海珍,李良超,徐烽等.锌锰镍铁氧体纳米粉体的制备与磁性.中国有色金属学报,2008,18(6):1100~1104
- 12 徐烽,李良超,蒋静等. $\text{Zn}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{Cr}_{0.5}\text{La}_x\text{Fe}_{1.5-x}\text{O}_4$  铁氧体纳米晶的制备及磁性.化学学报,2007,65(9):816~820

## Preparation and Properties of $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ Ferrites

JIA Nan FANG Bijun DU Qingbo

(School of Materials Science and Engineering, Changzhou University, Changzhou Jiangsu 213164, China)

### Abstract

$\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  precursor powders in fine particles with rather good size distribution and less conglomeration were prepared by chemical co-precipitation method. The optimized calcination temperatures of the  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  precursors were determined by TG-DSC analysis, XRD measurement, laser particle size analyzer and SEM observation.  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  ceramics were prepared by the solid-state reaction method using the active  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  precursor powders. All the  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  ceramics sintered at different temperatures exhibit pure spinel structure. The concentration of  $\text{Zn}^{2+}$  cation and sintering temperature exert great influence on crystal structure, density and physical properties of the synthesized  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  ceramics. At the same sintering temperature, the values of density, square resistance and saturated magnetization of the  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  ceramics exhibit the tendency to increase. With the increase of sintering temperature, the values of density, square resistance and saturated magnetization of the  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  ceramics increase apparently.

**Key words**  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ; chemical co-precipitation; spinel structure; square resistance; magnetic property