复合材料学报
Acta Materiae Compositae Sinica
第 35 卷 第 12 期 12 月 2018 年
Vol. 35 No. 12 Dec 2018

DOI：10.13801/j.cnki.fhclxb.20180705.004

Fe_3O_4-碳纳米管/聚偏氟乙烯复合材料的制备与性能

安宁丽*，李嘉宾，叶静静，周星，刘一秀，宋若琪
（西安理工大学 印刷包装与数字媒体学院，西安 710048）

摘　要： 通过在碳纳米管（CNTs）表面进行功能化修饰，改善 CNTs 与聚偏氟乙烯（Polyvinylidene Fluoride，PVDF）的分散性及界面结合程度，从而获得优异的力学性能和电学性能，提高其在传感器、致动器和储能方面的应用性能。采用原位水热合成法，在 CNTs 表面修饰磁性 Fe_3O_4 纳米粒子，然后将 Fe_3O_4-CNTs 加入 PVDF 中，采用流延工艺制备出 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜。采用 SEM、TEM、XRD 和 DSC 研究了 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜的结构和结晶行为，采用动态力学分析（DMA）、宽带介电谱测试系统和交流击穿场强测试系统研究了 Fe_3O_4-CNTs 对复合材料力学性能、介电性能及击穿场强的影响。结果表明：Fe_3O_4-CNTs 的引入促使 PVDF 形成了 β 晶相，同时抑制了 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合材料结晶度的下降；提高了弹性模量，抑制了阻尼特性下降；提高了介电常数和击穿场强，抑制了介电损耗升高。

关键词： 聚偏氟乙烯；Fe_3O_4-碳纳米管；晶体结构；介电性能；击穿场强
中图分类号： TB332　　**文献标志码：** A　　**文章编号：** 1000-3851(2018)12-3247-06

Preparation and properties of Fe_3O_4-carbon nanotubes/polyvinylidene fluoride composite

AN Ningli*, LI Jiabin, YE Jingjing, ZHOU Xing, LIU Yixiu, SONG Ruoqi
(Institute of Printing Packaging Engineering and Digital Media Technology, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China)

Abstract: Carbon nanotubes(CNTs) were modified by Fe_3O_4, the dispersibility of CNTs in polyvinylidene fluoride (PVDF) and interfacial adhesion were improved so as to achieve high mechanical properties and electrical properties, better application for sensor, actuator and energy storage with functional performance. Fe_3O_4-CNTs were prepared by in situ hydrothermal synthesis method. Fe_3O_4-CNTs/PVDF composites were prepared by the casting process. The structure and crystallization behavior of Fe_3O_4-CNTs/PVDF composite films were studied by SEM, TEM, XRD and DSC. The mechanical properties, the dielectric properties and breakdown field strength of Fe_3O_4-CNTs/PVDF composite were studied by DMA and the broadband dielectric spectrometer. The results show that, due to the adding of Fe_3O_4-CNTs, the crystallinity of the composite is improved and the PVDF β crystal phase is observed for adding Fe_3O_4-CNTs. The dielectric constant is increased, the increase of dielectric loss is inhibited. The breakdown field strength is increased visibly.

Keywords: polyvinylidene fluoride; Fe_3O_4-CNTs; crystal structure; dielectric properties; breakdown field strength

聚偏氟乙烯（Polyvinylidene Fluoride，PVDF）成本较低、易于成型、性能稳定，因而广泛应用于电子器件的制备。PVDF 由于其具有较高的介电常数和储能密度，在储能器件[1-2]、传感器[2-5]、致动器[6]和发电机[7-8]等研究领域具有潜在的应用价值。

碳纳米管（CNTs）具有类似石墨烯 sp^2 杂化碳原子构成的六边形点阵结构，通常呈现为较大长径比的圆筒结构。这种独特结构赋予 CNTs 优异的

收稿日期： 2018-04-19；**录用日期：** 2018-06-08；**网络出版时间：** 2018-07-06　17:15
网络出版地址： https://doi.org/10.13801/j.cnki.fhclxb.20180705.004
基金项目： 国家自然科学基金(51305437)；高等学校博士学科点专项科研基金(20136118120003)
通讯作者： 安宁丽，博士，讲师，研究方向为功能复合材料的制备及其应用　E-mail：annl@xaut.edu.cn
引用格式： 安宁丽，李嘉宾，叶静静，等. Fe_3O_4-碳纳米管/聚偏氟乙烯复合材料的制备与性能[J]. 复合材料学报，2018，35(12)：3247-3252.
AN N L, LI J B, YE J J, et al. Preparation and properties of Fe_3O_4-carbon nanotubes/polyvinylidene fluoride composite[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2018, 35(12): 3247-3252 (in Chinese).

http://fhclxb.buaa.edu.cn

导电、导热性能及力学性能[8-11]。研究发现，在PVDF中添加CNTs有效地提高了PVDF的介电常数和力学性能[12-13]。根据能量转换定律[14]，较高的介电常数和力学性能可以使PVDF获得更高的储能密度、力电耦合性能，从而提高其在传感器、致动器、发电及储能应用的性能。

在以往的研究中发现，CNTs在PVDF基体中的含量、分散性及界面结合程度均影响了CNTs/PVDF的实际性能[15]。较低的CNTs填充含量能够降低介电常数提高带来的介电损耗升高的问题。部分研究者通过在CNTs表面进行功能化修饰，改善CNTs与PVDF的分散性及界面结合程度，从而获得优异的力学性能[16-18]。通过将Fe_3O_4纳米晶体修饰在CNTs的表面，可以提高CNTs的介电性能[19]。

本文利用原位水热合成法，在CNTs表面修饰磁性Fe_3O_4纳米粒子，制备了磁性碳管Fe_3O_4-CNTs。然后将1wt%的Fe_3O_4-CNTs与PVDF共混，采用流延工艺制备出低填充含量的Fe_3O_4-CNTs/PVDF复合材料。在提高介电常数和力学性能的基础上，通过增强CNTs与PVDF的界面效应，从而提高Fe_3O_4-CNTs/PVDF复合材料的力学性能、介电性能和击穿场强。

1　实验材料及方法

1.1　原材料

聚偏氟乙烯(PVDF)，分子量为534 000，Sigma-Aldrich；多壁碳纳米管(CNTs)，直径为20～40 nm，长度为10～30 μm，天津博宇高科新材料技术有限公司；乙二醇(EG)，天津福晨化学试剂厂；$FeCl_3 \cdot 6H_2O$、NaAc、乙二胺(EDA)，天津天力化学试剂有限公司；N,N-二甲基甲酰胺(DMF)、丙酮，分析纯，天津市风船化学试剂科技有限公司。

1.2　CNTs-Fe_3O_4/PVDF复合材料的制备

将0.04 g纯化处理的CNTs在30 mL EG中超声分散30 min获得CNTs混合溶液。然后依次将经研磨处理的0.6 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$、1.6 g NaAc、6 mL EDA、CNTs混合溶液依次加入高压反应釜内，缓慢搅拌，200℃温度下反应4 h，离心清洗，干燥。

依次将PVDF粉末和1wt% Fe_3O_4-CNTs纳米粒子加入质量比为70∶30的DMF和丙酮溶液中，搅拌超声40 min后静置。将获得的40 g/L的混合溶液旋涂于玻璃基片上，110℃条件下烘干干燥后进行热处理获得Fe_3O_4-CNTs/PVDF复合薄膜。薄膜厚度为30～50 μm。图1为Fe_3O_4-CNTs/PVDF复合薄膜制备过程示意图。

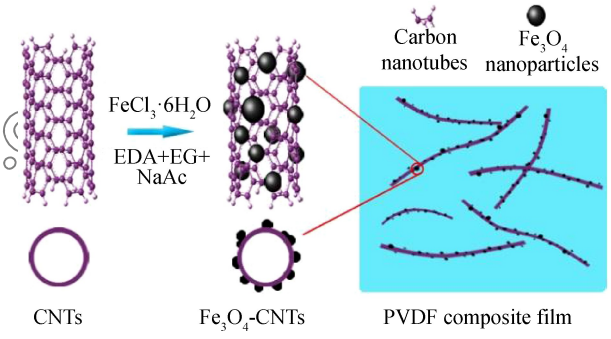

图1　Fe_3O_4-CNTs/PVDF复合薄膜的制备示意图

Fig. 1　Schematic of the preparation process of Fe_3O_4-CNTs/PVDF composite film

1.3　性能测试与表征

采用日本日立公司HITACHI SU8000型场发射扫描电镜和JEM-3010型高压透射电镜表征Fe_3O_4-CNTs纳米粒子和Fe_3O_4-CNTs/PVDF复合薄膜的形貌和结构。采用XRD-7000型X射线衍射仪(使用Cu Kα(λ＝0.154056 nm)，扫描范围为10°～70°)分析复合薄膜的晶型结构。采用德国耐驰DSC 200F3型差式扫描量热仪(10℃/min，扫描温度为50～200℃)分析复合薄膜的结晶行为。采用宽带介电谱测试系统(Concept 80，Novocontrol，德国)在频率10^{-2}～10^7范围内室温条件下对复合薄膜的介电性能进行测试分析。

为了分析Fe_3O_4-CNTs/PVDF复合薄膜的交流击穿场强，在薄膜的两侧印刷直径为2.5 cm的碳膏电极，用柔性材料将薄膜固定在经线切割工艺制备的圆形亚克力模版内。将任意波形发生器(33220A，Agilent)产生的波形信号经过高压放大系统(20/20C-H-CE，TreK)放大后施加到薄膜的电极两侧。线性增加施加电压直至薄膜击穿。

2　结果与讨论

2.1　Fe_3O_4-CNTs/PVDF复合薄膜的形貌

图2(a)为Fe_3O_4-CNTs/PVDF复合薄膜断面的结构形貌SEM图像。图2(b)为Fe_3O_4-CNTs粒子的TEM图像。可见，直径约30～50 nm CNTs的表面粗糙不平并有明显的突起小颗粒。图3为Fe_3O_4-CNTs/PVDF复合薄膜的EDS图谱。以上

http://fhclxb.buaa.edu.cn

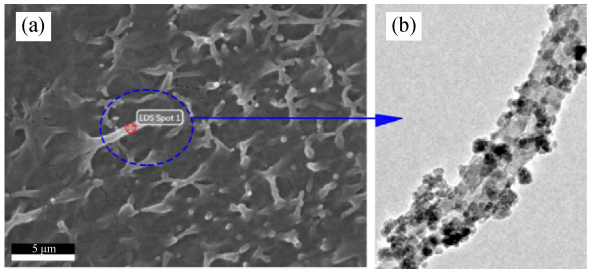

图 2　Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜微观结构

Fig. 2　Microstructure of Fe_3O_4-CNTs/PVDF composite film

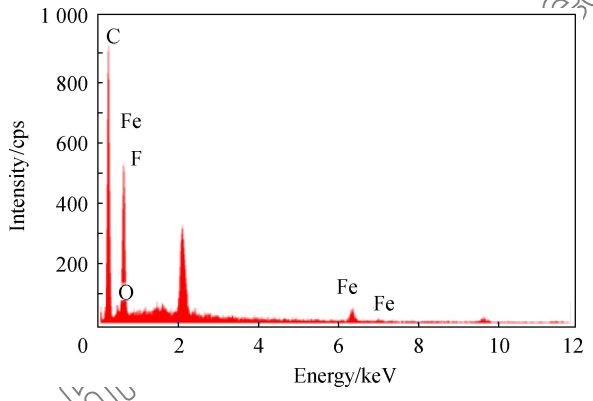

图 3　Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜 EDS 图谱

Fig. 3　EDS pattern of Fe_3O_4-CNTs/PVDF composite film

结果表明，CNTs 的表面被均匀修饰了磁性 Fe_3O_4 粒子，Fe_3O_4-CNTs 纳米粒子均匀分布于 PVDF 聚合物基体中。

2.2　Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜的晶体结构

图 4 是 PVDF、CNTs/PVDF 和纳米 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜 3 个样品的晶体结构 XRD 测试结果。可以看到，PVDF 样品在 2θ 为 17.869°和 18.392°时具有 PVDF（晶相(100)和(020)）特征峰，CNTs/PVDF 的衍射峰线在 2θ 为 17.869°和 18.392°时表明 α 晶相的（100）和（020）特征峰减弱，而具有 β 晶相(110)和(200)的特征峰增强，此结果与文献[20-21]结论一致。Fe_3O_4-CNTs/PVDF 的衍射峰相对 CNTs/PVDF α 晶相的特征峰有更明显的减弱，β 晶相的特征峰增强更明显。该结果表明，Fe_3O_4-CNTs/PVDF 的添加，干涉了 PVDF 的结晶过程，起到成核剂作用。在这个过程中 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 纳米颗粒相对 CNTs/PVDF 更多地阻止了亚稳态的 β 晶相向稳态的 α 晶相转变。

2.3　Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜的结晶特性

图 5 为 PVDF、CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 3 个样品的 DSC 测试结果。通过分析计算 PVDF、CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 3 个样品在第一升温循环中的熔点分别为 162.3℃、167.4℃、166.4℃。该测试曲线积分面积即为聚合物中结晶部分的熔融热 ΔH_f，通过计算分别约为 40.22 J/g、37.06 J/g、39.45 J/g。PVDF 的 100%结晶时理论熔融热为 104 J/g，通过计算可得 PVDF、CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 3 个样品的结晶度分别为 38.49%、35.46%、37.75%。结合 XRD 图谱可以看到，对于 CNTs/PVDF 样品，尽管 CNTs 纳米颗粒的介入阻止了 α 晶相的转变，但牺牲了部分结晶度。Fe_3O_4-CNTs/PVDF 样品结晶度与 PVDF 相近，结果显示，通过在 CNTs 上修饰 Fe_3O_4 颗粒，提高了 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜的结晶度，解决了由于 CNTs 的介入造成结

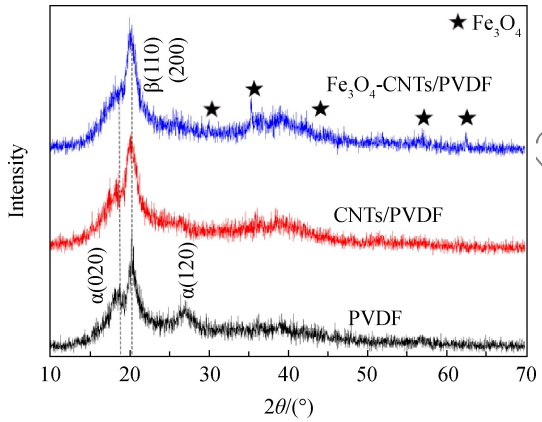

图 4　PVDF、CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 薄膜的 XRD 图谱

Fig. 4　XRD patterns of the PVDF, CNTs/PVDF and Fe_3O_4-CNTs/PVDF films

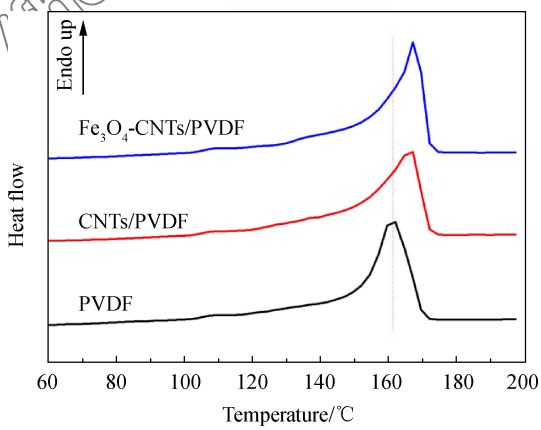

图 5　PVDF、CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 薄膜的 DSC 升温曲线

Fig. 5　DSC heating curves of PVDF, CNTs/PVDF and Fe_3O_4-CNTs/PVDF films

晶度下降的问题。

2.4　Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜的力学性能

图 6 为 PVDF、CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 3 种薄膜的储能模量和损耗因子。由图6(a)可见，由于增加了 CNTs 和 Fe_3O_4-CNTs，CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜的储能模量与 PVDF 薄膜相比有了大幅度提高，CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 的储能模量相近。图 6(b)结果显示，对于 CNTs/PVDF 样品，CNTs 介入到聚合物中，尽管显著提高聚合物的储能模量，而损耗因子相应降低。通过与 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 样品对比可以看出，在 CNTs 上修饰了 Fe_3O_4 颗粒，Fe_3O_4-CNTs/PVDF 样品在常温区附近的损耗因子比 CNTs/PVDF 样品有一定的提高。损耗因子体现了材料的阻尼特性，通常纳米颗粒介入到聚合物中，会显著提高聚合物的储能模量，而阻尼性能会相应的降低。CNTs 上修饰了 Fe_3O_4 颗粒，提高与 PVDF 基体之间的界面效应，增大耗散能量的能力，从而提高阻尼特性[22]。由于 CNTs 外表光滑，与 PVDF 聚合物之间不易形成紧密的结合层，容易形成裂纹。当受到外力后裂纹容易增大。尽管刚度会有提高，但是材料的可恢复性会由于间隙及结合层裂纹的影响而下降，材料表现出可恢复性降低。碳管上修饰了 Fe_3O_4，充当了 CNTs 与 PVDF 之间的“锚点”，提高了 CNTs 与网状聚合物之间的界面效应，改善了可恢复性。

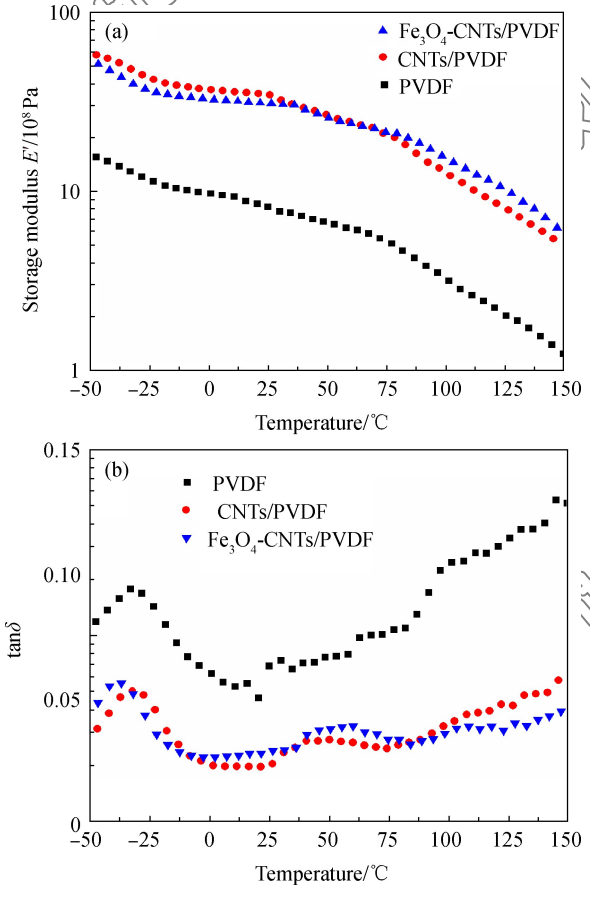

图 6　PVDF、CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 薄膜的动态力学曲线

Fig. 6　Dynamic mechanical curves of PVDF, CNTs/PVDF and Fe_3O_4-CNTs/PVDF films

2.5　Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜的电学性能

图 7 是采用阻抗分析仪在频率 10^{-2} Hz 到 10^6 Hz 范围内分别测试在室温下 PVDF、CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 3 个样品的介电常数和介电损耗。图 7(a)显示，当测试频率为 10^{-2} Hz 时，3 个样品的介电常数分别为 25、40 和 43，测试频率为 1 Hz 时，3 个样品的介电常数分别为 11、14.8 和 15.5。Fe_3O_4-CNTs/PVDF 在低频区域的介电常数相对 CNTs/PVDF 稍有提高。图 7(b)显示，测试频率为 1 Hz 时，3 个样品的介电损耗分别为0.196、0.3、0.239。该结果显示 CNTs 可以提高 PVDF 的介电常数，但同时增大了介电损耗。

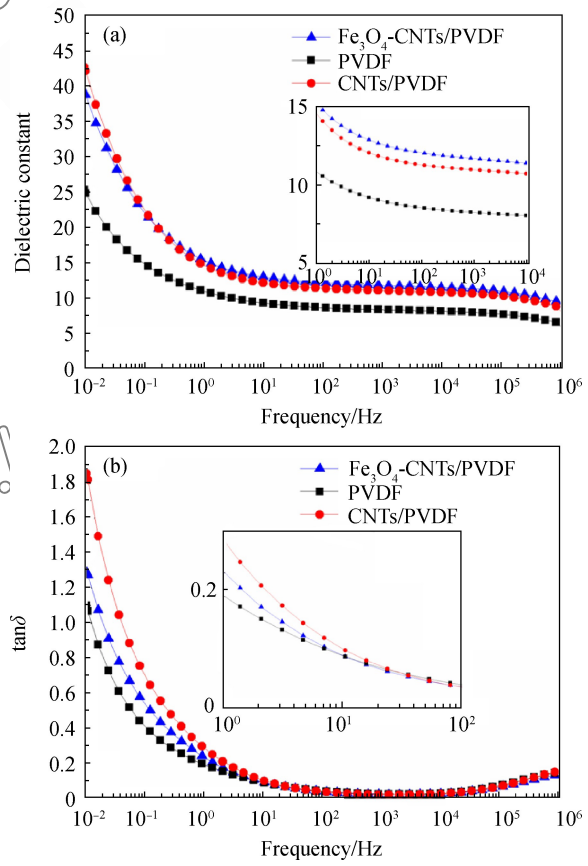

图 7　PVDF、CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 薄膜的介电性能

Fig. 7　Dielectric properties of PVDF, CNTs/PVDF and Fe_3O_4-CNTs/PVDF films

Cao 的团队所做的研究结果表明 Fe_3O_4 修饰 CNTs 使介电常数有很大的提高[23-26]，根据有效介质理论，提高填充纳米粒子的介电常数将利于提高复合聚合物的介电常数。Fe_3O_4-CNTs/PVDF 介电损耗减小归因于两个原因：(1)由于修饰了 Fe_3O_4 颗粒，有助于偶极子取向极化和界面极化效应增强，减小了由于摩擦力所做的功；(2)修饰了 Fe_3O_4 之后相对降低了电导率，减小了漏导损耗[23]，修饰后的材料表现出介电损耗降低。

为了进行交流击穿场强的测试，将任意波形发生器所产生的正弦波信号经过高压放大系统放大后施加到薄膜的电极两侧。间隔 1 min 线性阶梯增加施加电压的幅值直至薄膜击穿。通过测试数据记录结果计算获得：PVDF、CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 3 个薄膜的击穿场强分别为 37 V/μm，26 V/μm，45 V/μm。结果表明，CNTs 上修饰了 Fe_3O_4 颗粒提高了击穿场强。这是由于 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 材料中填料和基体结合较好，减少了材料的内部缺陷，从而减少了材料内部电场强度的不均，Fe_3O_4-CNTs 和 PVDF 基体间存在更多界面作为陷阱中心，降低了击穿的可能性。

3 结 论

(1) Fe_3O_4-碳纳米管(CNTs)纳米粒子通过原位水热合成法成功制备，由于在 CNTs 上功能化修饰了 Fe_3O_4，使 CNTs 易于均匀分布于聚偏氟乙烯(PVDF)聚合物基体中。Fe_3O_4-CNTs 在 PVDF 结晶过程作为成核剂，相对 CNTs 更多地阻止了亚稳态的 β 晶相向稳态的 α 晶相转变，改变了 PVDF 基体的晶体结构，提高了 PVDF 的结晶度。

(2) CNTs/PVDF 和 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜的储能模量相近，在常温区域附近 Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜的损耗因子比 CNTs/PVDF 复合薄膜有一定提高。CNTs 修饰 Fe_3O_4 颗粒，提高与 PVDF 基体之间的界面效应，增大耗散能量的能力，从而提高阻尼特性。

(3) Fe_3O_4-CNTs/PVDF 复合薄膜相比 CNTs/PVDF，介电常数增大，介电损耗减小，击穿场强增大。CNTs 修饰 Fe_3O_4 颗粒，增大了复合材料的介电常数，减小介电损耗，提高了击穿场强。

参考文献：

[1] DANG Z M, YUAN J K, ZHA J W, et al. Fundamentals, processes and applications of high-permittivity polymer-matrix composites[J]. Progress in Material Science, 2012, 57(4): 660-723.

[2] DANG Z M, YUAN J K, YAO S H, et al. Flexible nanodielectric materials with high permittivity for power energy storage[J]. Advanced Materials, 2013, 25(44): 6334-6365.

[3] TING Y, SUPRAPTO, NUGRAHA A, et al. Design and characterization of one-layer PVDF thin film for a 3D force sensor[J]. Sensors and Actuators A: Physical, 2016, 250: 129-137.

[4] LIU Z H, PAN C T, SU C Y, et al. A flexible sensing device based on a PVDF/MWCNT composite nanofiber array with an interdigital electrode[J]. Sensors and Actuators A: Physical, 2014, 211(5): 78-88.

[5] XIN Y, QI X H, TIAN H Y et al. Full-fiber piezoelectric sensor by straight PVDF/nanoclay nanofibers[J]. Materials Letters, 2016, 164: 136-139.

[6] GU X G, XIA X G, ZHANG N, et al. Electromechanical actuation of CNT/PVDF composite films based on a bridge configuration[J]. Chinese Physics B, 2017, 26(7): 413-419.

[7] CHANG C, TRAN V H, WANG J B, et al. Direct-write piezoelectric polymeric nanogenerator with high energy conversion efficiency[J]. Nano Letters, 2010, 10(2): 726-731.

[8] DAS S, BISWAL A K, PARIDA K, et al. Electrical and mechanical behavior of PMN-PT/CNT based polymer composite film for energy harvesting[J]. Applied Surface Science, 2018, 428: 356-363.

[9] CHIU F C, CHUANG Y C, LIAO Y S J, et al. Comparison of PVDF/PVAc/GNP and PVDF/PVAc/CNT ternary nanocomposites: Enhanced thermal/electrical properties and rigidity[J]. Polymer Testing, 2018, 65: 197-205.

[10] CHIU F C, YEH S C. Comparison of PVDF/MWNT, PMMA/MWNT and PVDF/PMMA/MWNT composites: MWNT dispersibility and thermal and rheological properties [J]. Polymer Testing, 2015, 45: 114-123.

[11] CAO M S, WANG X X, CAO W Q, et al. Ultrathin graphene: Electrical properties and highly efficient electromagnetic interference shielding[J]. Journal of Materials Chemistry C, 2015, 3(26): 6589-6599.

[12] 王金龙，王文一，史菁元，等. 多壁碳纳米管/聚偏氟乙烯高介电常数复合材料的制备与性能[J]. 复合材料学报，2015，32(5)：1355-1360.
WANG J L, WANG W Y, SHI J Y, et al. Preparation and properties of multi-walled carbon nanotubes/poly (vinylidene fluoride) high dielectric constant composites[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2015, 32(5): 1355-1360 (in Chinese).

[13] FERRREIRA A, ROCHA J G, ANSON C A, et al. Electromechanical performance of poly(vinylidene fluoride)/carbon nanotube composites for strain sensor applications[J]. Sen-

http://fhclxb.buaa.edu.cn

sors and Actuators A: Physical, 2012, 178(5): 10-16.

[14] ZHANG Q M, LI H, POH M, et al. An all-organic composite actuator material with a high dielectric constant[J]. Nature, 2002, 419(6904): 284-287.

[15] WANG L, DANG Z M. Carbon nanotube composites with high dielectric constant at low percolation threshold[J]. Applied Physics Letters, 2005, 87(4): 042903.

[16] YANG C, LIN Y, NAN C W. Modified carbon nanotube composites with high dielectric constant, low dielectric loss and large energy density[J]. Carbon, 2009, 47(4): 1096-1101.

[17] ZHAO X W, WANG H T, FU Z, et al. Enhanced interfacial adhesion by reactive carbon nanotubes: Newroute to high-performance immiscible polymer blendnanocomposites with simultaneously enhanced toughness, tensile strength, and electrical conductivity[J]. ACS Applied Materials & Interfaces 2018, 10(10): 8411-8416.

[18] FAN B H, LU X X, DANG Z M, et al. Improved dispersion of carbon nanotubes in poly(vinylidene fluoride) composites by hybrids with core-shell structure[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2018, 135(3): 45693.

[19] CAO M S, HAN C, WANG X X, et al. Graphene nanohybrids: excellent electromagnetic properties for the absorbing and shielding of electromagnetic waves[J]. Journal of Materials Chemistry C, 2018, 6(17): 4586-4602.

[20] YU S S, ZHENG W T, YU W X. Formation mechanism of beta-phase in PVDF/CNT composite prepared by the sonication method[J]. Macromolecules, 2009, 42(22): 8870-8874.

[21] YU H, HUANG T, LU M, et al. Enhanced power output of an electrospun PVDF/MWCNTs-based nanogenerator by tuning its conductivity[J]. Nanotechnology, 2013, 24(40): 405401.

[22] 谢北萍，晏石林，何旭，等. 碳纳米管改性泡沫镍/环氧树脂复合材料阻尼性能[J]. 复合材料学报，2017，34(6)：1325-1333.
XIE B P, YAN S L, HE X, et al. Damping property of Ni foam/epoxy resin composites modified with carbon nanotubes[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2017, 34(6): 1325-1333 (in Chinese).

[23] CHEN Y H, HANG Z H, LU M M, et al. 3D Fe_3O_4 nanocrystals decorating carbon nanotubes to tune electromagnetic properties and enhance microwave absorption capacity[J]. Journal of Materials Chemistry A, 2015, 3(24): 12621-12625.

[24] LU M M, CAO M S, CHEN Y H, et al. Multiscale assembly of grape-like ferroferric oxide and carbon nanotubes: A smart absorber prototype varying temperature to tune intensities[J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2015, 7(34): 19408-19415.

[25] WEN B, CAO M S, HOU Z L, et al. Temperature dependent microwave attenuation behavior for carbon-nanotube/silica composites[J]. Carbon, 2013, 65(12): 124-139.

[26] CAO M S, YANG J, SONG W L, et al. Ferroferric oxide/multiwalled carbon nanotube vs polyaniline/ferroferric oxide/multiwalled carbon nanotube multiheterostructures for highly effective microwave absorption[J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2012, 4(12): 6948-6955.

http://fhclxb.buaa.edu.cn