

doi:10.12068/j.issn.1005-3026.2025.20240203

基于缺陷工程调控多壁碳纳米管的微波吸收性能

李逸兴¹, 张璞¹, 孙卓¹, 张雪峰^{1,2}

(1. 东北大学 材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110819;

2. 杭州电子科技大学 材料与环境工程学院, 浙江 杭州 310012)

摘要: 为了提升多壁碳纳米管(MWCNTs)的微波吸收性能,采用缺陷工程策略,通过改变硝酸浓度在MWCNTs中引入结构缺陷调控缺陷密度.结果表明,经7.32 mol/L硝酸处理的样品在13.3 GHz处的最小反射损耗达-43.8 dB,有效吸收带宽为3.3 GHz,显著优于原始样品和过度蚀刻样品,适度的缺陷密度可提升微波吸收性能,过度蚀刻会破坏石墨结构导致性能下降.这种通过单一材料缺陷调控而非传统复合材料设计的方法,不仅简化了工艺,还为微波吸收材料的性能优化提供了新思路.

关键词: 微波吸收材料;多壁碳纳米管;缺陷工程;缺陷密度;微波吸收

中图分类号: TB 34 文献标志码: A 文章编号: 1005-3026(2025)08-0133-07

Regulating Microwave Absorption Performance of Multi-walled Carbon Nanotubes Based on Defect Engineering

LI Yi-xing¹, ZHANG Pu¹, SUN Zhuo¹, ZHANG Xue-feng^{1,2}

(1. School of Materials Science & Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China; 2. College of Materials and Environmental Engineering, Hangzhou Dianzi University, Hangzhou 310012, China. Corresponding author: LI Yi-xing, E-mail: liyx@mail.neu.edu.cn)

Abstract: To improve the microwave absorption performance of multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs), a defect engineering strategy was employed by introducing structural defects to modulate defect density through nitric acid treatment with varying concentrations. The results demonstrate that sample treated with 7.32 mol/L nitric acid achieves a minimum reflection loss of -43.8 dB at 13.3 GHz and an effective absorption bandwidth of 3.3 GHz, significantly outperforming both pristine and over-etched samples. Moderate defect density enhances microwave absorption performance, while excessive etching degrades the graphitic structure and deteriorates performance. This approach, based on defect modulation in a single material rather than traditional composite material design, not only simplifies the fabrication process but also provides new insights for optimizing the performance of microwave absorbing materials.

Key words: microwave absorbing material; multi-walled carbon nanotube; defect engineering; defect density; microwave absorption

随着电子信息技术的快速发展,基于微波波段进行通信的电子设备得以普及.然而,电子设备数量的增多使辐射到空间中的电磁波密度增大,导致日益严重的电磁辐射问题.电磁辐射极大地影响电子设备的正常运行,同时危害人体健康、增加人体患病概率,诸如癌症、皮肤病等^[1-2].因此,微波吸收材料得到了广泛的关注.在军事

领域,微波吸收材料作为具有隐身功能的材料可实现飞机、导弹和潜艇的反雷达隐身效果^[3-4].在民用领域,微波吸收材料被广泛应用于电脑、手机等电子设备中,通过吸收电磁波,有效消除电子器件之间的干扰.面对技术发展带来的对材料“轻、薄、宽、强”的要求,传统微波吸收材料出现了显著瓶颈.因此,开发满足上述要求的高效微

收稿日期: 2024-11-04

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(52225312, 52201202, 52477021); 辽宁省自然科学基金资助项目(2024-MSBA-31).

作者简介: 李逸兴(1992—),男,陕西宝鸡人,东北大学副教授,博士生导师.

波吸收材料成为了研究的热点和重点^[5]。

微波吸收材料的性能主要依赖其损耗能力及阻抗匹配特性,其中阻抗匹配特性良好的材料可以减少入射电磁波在表面的反射,使电磁波尽可能地进入吸波体内部;而损耗能力强的材料可以实现电磁波在其内部的高效耗散.上述特性可通过电介质材料与铁磁性金属的结合或在微观结构上的调整优化得以实现^[6-13].例如,Zhao等^[14]将非均质磁性金属和介电材料合成了CoNi/还原氧化石墨烯(rGO)复合材料,该材料具有优异的微波吸收性能.然而,复合材料的制备过程通常较为复杂,且影响其电磁波吸收性能的因素较多,吸波性能与材料间相互作用的物理机制难以深入探究.文献^[15]表明,利用缺陷工程在单一材料中引入缺陷(例如:孪晶、空位和位错)即可调节材料的电磁特性进而提高其微波吸收性能.由于现有技术的工艺繁琐,使时间成本和制备成本高,并且材料的结构和性能不稳定.

本文利用硝酸蚀刻多壁碳纳米管(MWCNTs)引入结构缺陷调节其微波吸收性能.通过改变硝酸浓度控制缺陷密度,进而影响介电损耗能力,可得到性能优良的微波吸收材料.本研究为微波吸收材料的设计与制备提供了一种基于缺陷工程的简单工艺,突破了传统集成复合方法的局限.

1 实验部分

1.1 实验材料

多壁碳纳米管(MWCNTs, 98%)购买于苏州恒球石墨烯有限公司.浓硝酸(HNO₃, 68%)购买于国药集团化学试剂有限公司.

1.2 缺陷多壁碳纳米管的合成

将6 g MWCNTs分散在浓度为7.32, 15.18 mol/L的150 mL硝酸中,然后将该悬浮液转移到顶部连接冷凝管的烧瓶中,将烧瓶置于140 °C的油浴锅中加热5 h,冷却至室温后,使用去离子水在聚四氟乙烯滤膜上对样品进行抽滤、洗涤,直至洗涤后的液体呈中性,随后将样品在60 °C的恒温烘箱中干燥12 h.

原始MWCNTs样品及由7.32, 15.18 mol/L硝酸处理后的样品分别被命名为N0, N1和N2.

1.3 微观结构表征

利用X射线衍射(XRD)分析样品的物相组成,设备型号为SmartLab.利用拉曼光谱仪(型号

为R-XploRA Plus)对样品的缺陷密度进行分析.利用透射电子显微镜(TEM)对样品形貌和微观结构进行分析,设备型号为JEM-2011F.

1.4 微波吸收性能测试

采用同轴法使用安捷伦N5222A型矢量网络分析仪对材料的微波吸收性能进行测试,将样品粉末和石蜡加热后均匀混合(样品与石蜡质量比为1:1),在模具中压制厚度为3 mm、外径为7 mm、内径为3.04 mm的标准圆环样品.

2 结果与结论

2.1 物相组成及缺陷密度分析

图1a为在硝酸的蚀刻作用下MWCNTs形成缺陷的示意图.图1b和图1c为样品的XRD谱,由图可见,样品均具有石墨结构特征峰,同时在2θ~44.7°处观察到α-Fe相特征峰,残余α-Fe相来源于化学气相沉积(CVD)法合成MWCNTs过程中作为催化剂引入的铁纳米颗粒,在后续纯化过程中被石墨层包裹或嵌入管腔内部未能完全去除.经过硝酸溶液蚀刻处理后,残余α-Fe相衍射峰强度减弱,表明暴露的α-Fe相被有效溶解,同时蚀刻过程可能破坏了包裹α-Fe相的石墨层,使更多α-Fe相与硝酸接触并溶解.

利用拉曼光谱仪对样品的缺陷密度进行分析,3种样品的拉曼光谱如图1d所示.已知在碳基材料的拉曼光谱中,通常在1 350, 1 580和2 699 cm⁻¹附近有3个特征峰,分别为D峰、G峰和2D峰,其中D峰源自sp²碳原子的一阶散射过程,G峰源自sp²的拉伸运动,2D峰是D峰的第二阶模式.D峰常用于衡量石墨材料内部的结构缺陷,G峰则用于衡量石墨材料的完整性,D峰与G峰的强度比可评价碳纳米管的缺陷密度,该比值越高,表明材料中缺陷密度越高^[16-17].由图1e可知,硝酸处理后样品的D峰与G峰强度比(I_D/I_G)和2D峰与G峰强度比(I_{2D}/I_G)高于原始MWCNTs样品,表明硝酸的蚀刻作用使其具有更高的缺陷密度.根据式(1)可以计算2个缺陷位点之间的平均距离 L_D ^[18-20].

$$L_D^2 = (1.8 \pm 0.5) \times 10^{-9} \times \lambda^4 \times (I_D/I_G)^{-1} \quad (1)$$

式中: L_D 为2个缺陷位点间平均距离,nm; λ 为入射光波长,nm; I_D 为D峰强度; I_G 为G峰的强度.

经计算,3种样品的 L_D 分别为12.54, 11.03和10.45 nm.当 $L_D > 10$ nm时,根据式(2)可计算出样品的平均缺陷密度 n_D ^[20].

$$n_D = [(1.8 \pm 0.5) \times 10^{22} / \lambda^4] \times (I_D / I_G) \quad (2)$$

式中: n_D 为平均缺陷密度, cm^{-2} . 3 种样品的平均缺陷密度分别为 2.058×10^{11} , 2.665×10^{11} 和 $2.969 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$.

由式 (3) 可计算样品的石墨畴相对尺寸 L_a [21-22].

$$L_a = (2.4 \times 10^{-10}) \times \lambda^4 \times (I_D / I_G)^{-1} \quad (3)$$

式中: L_a 为石墨畴相对尺寸, nm. 3 种样品的石墨畴相对尺寸分别为 12.54, 11.03 和 10.45 nm.

3 种样品的 L_a , L_D 和 n_D 如图 1f 所示. L_a , L_D 值的减小和 n_D 值的增大表明硝酸蚀刻处理会增加 MWCNTs 中的结构缺陷.

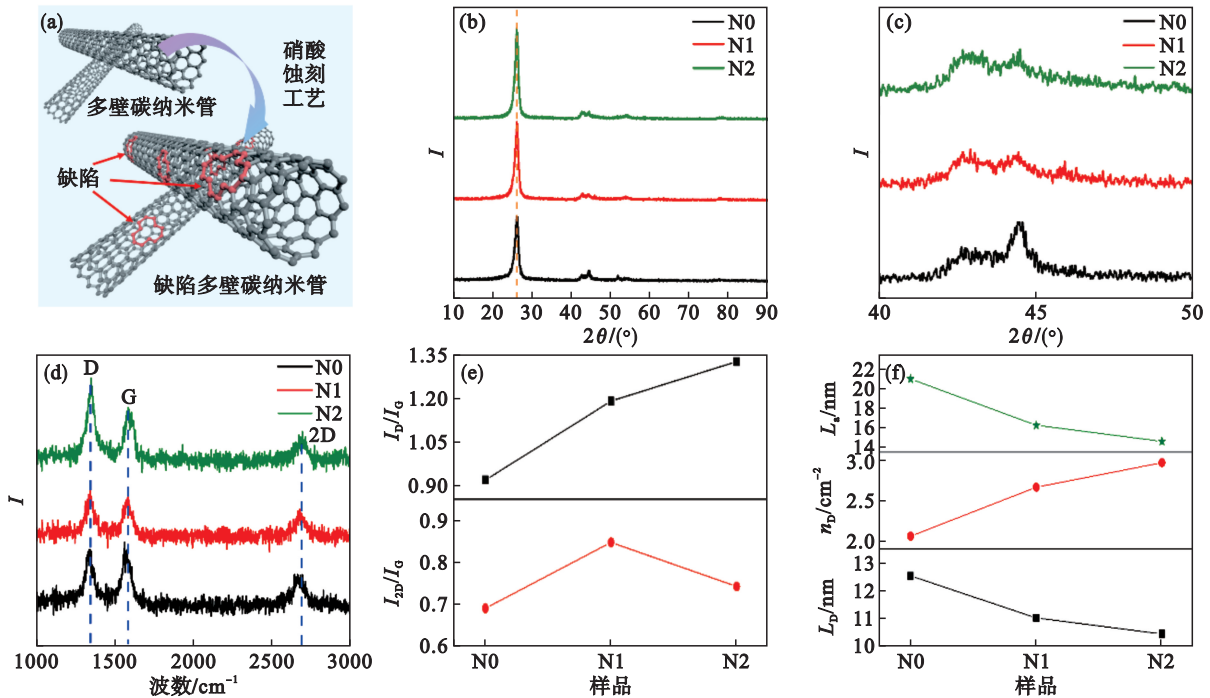


图 1 样品的物相分析及拉曼光谱分析

Fig. 1 Characterization of phase composition and Raman spectrum analysis of the samples

(a) 缺陷多壁碳纳米管制备示意图; (b) 样品的 XRD 谱; (c) 样品的 XRD 局部放大图; (d) 样品的拉曼光谱; (e) I_D/I_G 与 I_{2D}/I_G ; (f) 样品的微观结构特征.

2.2 形貌及微观结构分析

为了观察蚀刻前后纳米管的形态变化,使用透射电子显微镜对 3 种样品的微观结构进行表征,如图 2 所示.图 2a~图 2c 为 N0 的 TEM 照片,从图中看到原始 MWCNTs 样品的端口处为封闭结构.图 2d~图 2f、图 2h~图 2i 分别为 N1 和 N2 的 TEM 照片,从图中看到硝酸处理后的 MWCNTs 尖端呈现开放结构,表面伴有断裂现象.值得注意的是,经过高浓度硝酸蚀刻后的 N2 样品端口处的断裂结构表现出更加显著的缺陷特征.上述微观形貌说明 MWCNTs 在硝酸蚀刻作用下产生微观结构缺陷,且蚀刻程度与硝酸浓度呈正相关,高浓度硝酸导致更显著的尖端开放和管壁断裂,引入更多的结构缺陷.

2.3 散射参数(S参数)分析

为探究缺陷对 MWCNTs 微波吸收能力的影响,在 2~16 GHz 波段对样品电磁特性进行测试.图 3a 和图 3b 分别为样品的散射系数(S参

数,即反射系数 S_{11} 和透射系数 S_{21}) 随电磁波频率(f)变化的曲线. S_{11} 表示从 1 端口发射出来的电磁波经过待测样品发生反射后,返回 1 端口的电磁波能量,因此 S_{11} 反映材料反射电磁波的能力,称为反射系数. S_{21} 表示从 1 端口发射的电磁波通过待测样品后到达另一端 2 端口的电磁波能量,因此 S_{21} 表示材料透射电磁波的能力,称为透射系数[23].

为了比较样品的微波吸收能力,根据式(4)[24-25]计算了微波吸收系数 A ,计算结果如图 3c 所示.

$$A = 1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2 \quad (4)$$

由图 3c 可见, N1 的微波吸收系数最高, N2 的微波吸收系数最低.这是因为经过适度硝酸蚀刻的 N1 电导率降低,阻抗匹配特性得到优化,同时蚀刻引入的缺陷数量增加提升了样品的介电损耗能力; N2 因高浓度硝酸过度蚀刻,石墨结构遭到严重破坏,介电损耗能力显著下降,导致其微波吸收系数最低.

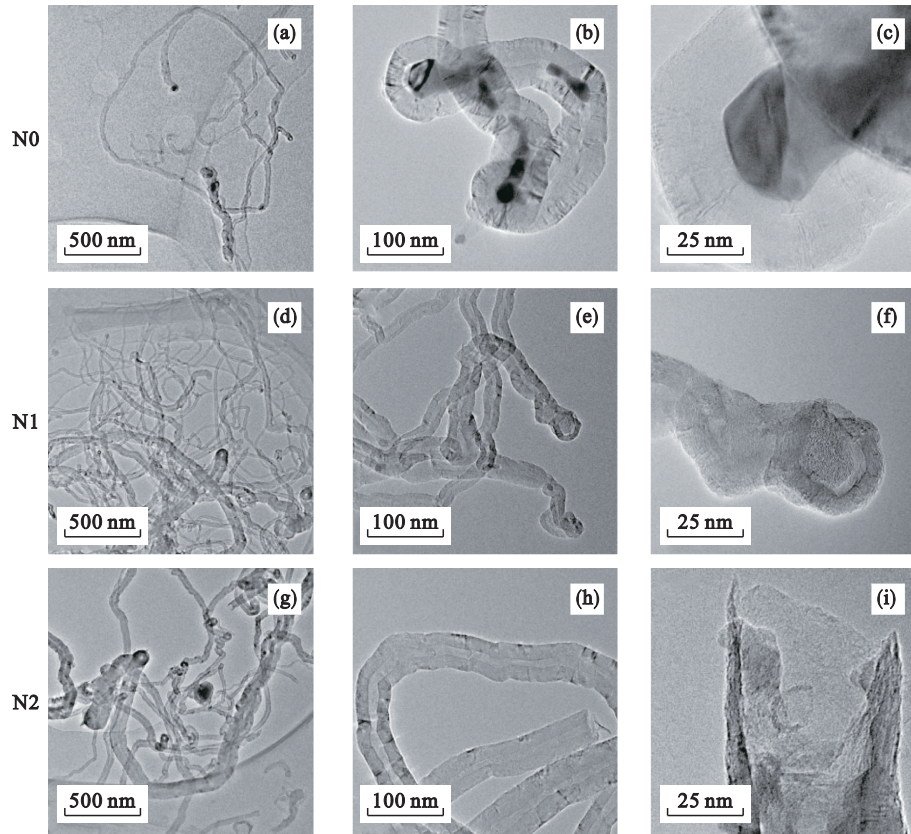


图2 样品的TEM照片

Fig. 2 TEM images of the samples

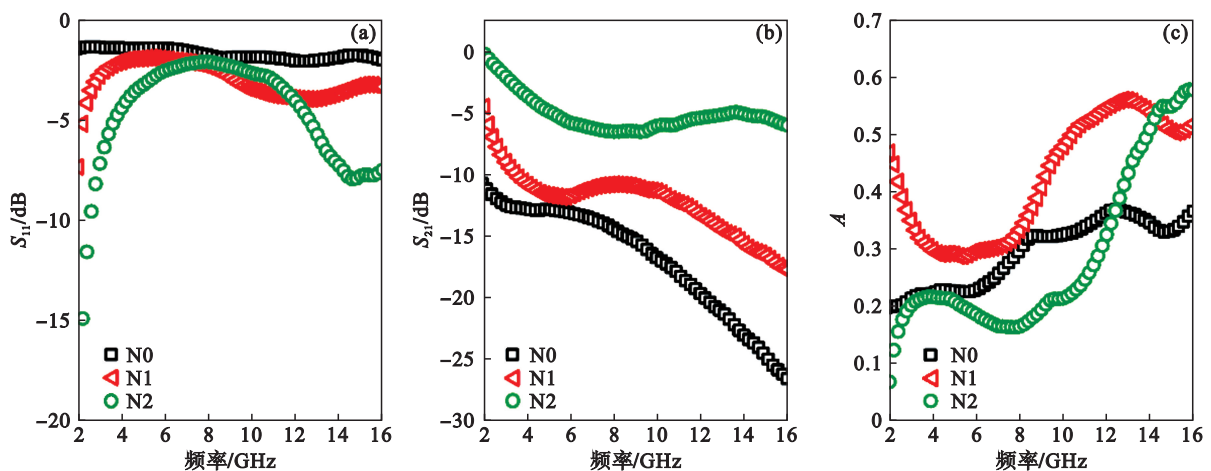


图3 样品的散射参数

Fig. 3 Scattering parameters of the samples

(a)—反射系数; (b)—透射系数; (c)—吸收系数.

2.4 电磁参数分析

图4为2~16 GHz波段复介电常数和复磁导率随频率的变化曲线.由图可见,经硝酸处理过的样品复介电常数总体上随HNO₃浓度增加呈先增大后减小的趋势,N1介电性能的增强可归因于缺陷密度的增加,使极化位点数量增加;N2复介电常数的下降可能是由于硝酸蚀刻过度,使其导电性下降过多.此外,3种样品的

复磁导率实部和虚部分别接近于1和0,这表明材料的微波吸收能力主要源于MWCNTs的介电损耗,而 α -Fe几乎不提供磁损耗.

根据式(5) Debye 极化方程深入分析MWCNTs的介电极化过程^[11].

$$\varepsilon_r = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j2\pi f\tau} = \varepsilon'(f) - j\varepsilon''(f). \quad (5)$$

式中: ε_r 为复介电常数; ε_∞ 为频率无穷大时材料的

介电常数; ϵ_s 为材料的静态介电常数; f 为电磁波频率, GHz; τ 为弛豫时间, s; ϵ' 为复介电常数实

部; ϵ'' 为复介电常数虚部. 由式(5)可得式(6)^[11].

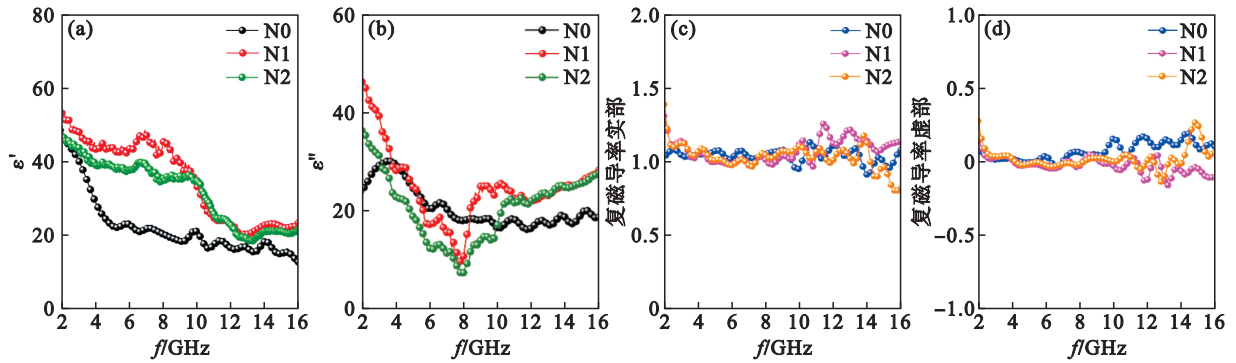


图 4 样品的复介电常数和复磁导率

Fig. 4 Complex dielectric constant and complex permeability of the samples

(a)— ϵ' ; (b)— ϵ'' ; (c)—复磁导率实部; (d)—复磁导率虚部.

$$\epsilon'(f) = \frac{1}{2\pi f\tau} \epsilon''(f) + \epsilon_\infty \quad (6)$$

当介电损耗仅由偶极极化引发时, ϵ' 和 B_0 ($B_0 = \epsilon''/f$) 为线性关系^[12], 其曲线斜率 k_i ($i=1, 2, 3$) 对应于德拜极化频率值 ($f_i = 1/2\pi\tau$). 如图 5 所示, N0 的德拜极化频率为 4.15 GHz; N1 的德拜极

化频率为 0.62, 2.15 和 27.27 GHz; N2 的德拜极化频率为 0.68, 3.36 和 30.11 GHz. 上述德拜极化频率的变化表明, 硝酸蚀刻诱导的缺陷结构促进了偶极极化的形成, 使 N1 具有最高的微波吸收系数; N2 的石墨结构被严重破坏, 偶极极化能力的提升难以弥补电导率的下降, 因此其微波吸收系数反而下降.

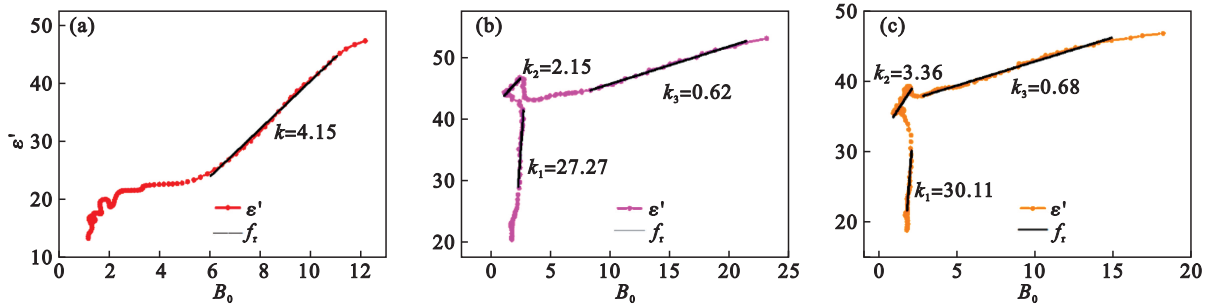


图 5 ϵ' 与 B_0 关系

Fig. 5 Relationship between ϵ' and B_0

(a)—N0; (b)—N1; (c)—N2.

2.5 反射损耗分析

基于传输线理论, 利用复介电常数和复磁导率计算反射损耗^[26-28]如下:

$$RL = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right|;$$

$$Z_{in} = Z_0 \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r} \tanh \left[j \frac{2\pi f d}{c} \sqrt{\mu_r \epsilon_r} \right]}. \quad (7)$$

式中: RL 为反射损耗, dB; Z_{in} 为吸收体输入阻抗; Z_0 为自由空间阻抗; μ_r 为复磁导率; ϵ_r 为复介电常数; c 为光速, m/s; d 为吸收体厚度, mm.

当材料的 RL 达到 -10 dB 时, 意味着材料能够吸收约 90% 的入射电磁波; 当 RL 达到 -20 dB 时, 表明 99% 的入射电磁波被吸收. 将 $RL < -10$ dB 的频率宽度称为有效吸收带宽 (EAB).

图 6a~图 6c 为 3 种样品不同厚度下反射损耗的三维图, 图 6d~图 6f 为三维图的二维映射图. 可以看出, N1 样品有效吸收带宽最大, 吸收厚度最小. 样品在 14.2, 13.3 和 4.3 GHz 频率下对应的最小反射损耗分别为 -24.4, -43.8 和 -44.1 dB. N1 有效吸收带宽可达 3.3 GHz, N0 有效吸收带宽为 3 GHz, 而 N2 有效吸收带宽仅为 0.6 GHz. 由图 6g~图 6i 可知, 经过适当浓度硝酸蚀刻处理的 N1 吸波性能得到增强, 硝酸过度处理得到的 N2 吸波性能反而下降.

样品的电磁参数中磁导率虚部均几乎为零, 因此 3 种样品几乎无磁损耗能力, 只讨论介电损耗部分. 材料的介电损耗与传导损耗和极化损耗有关, 传导损耗与材料的电导率呈正相关; 在微波频段中, 极化损耗主要由偶极极化和界面极化

提供, 本文中的界面极化主要发生在 MWCNTs 和石蜡基体的界面上, 3 种样品的界面极化无明显区别, 因此极化损耗中仅考虑偶极极化部分. N0 样品缺陷最少, 电导率最高, 但是过高的电导率易导致阻抗不匹配, 使入射电磁波到达吸收体表面后被反射而难以进入吸收体内部; N1 经过硝酸蚀刻处理后, 电导率下降, 阻抗匹配特性得到

改善, 而且因蚀刻而增多的缺陷数量提升了其偶极极化能力; N2 被浓度更高的硝酸蚀刻, 导电性更低、缺陷更多, 但是极化损耗的增加难以抵消传导损耗的下降. 因此, 3 种样品中 N1 样品的微波吸收系数最高、吸波性能最强. 这一结果表明适当的硝酸处理可有效提高 MWCNTs 的微波损耗能力, 优化微波吸收性能.

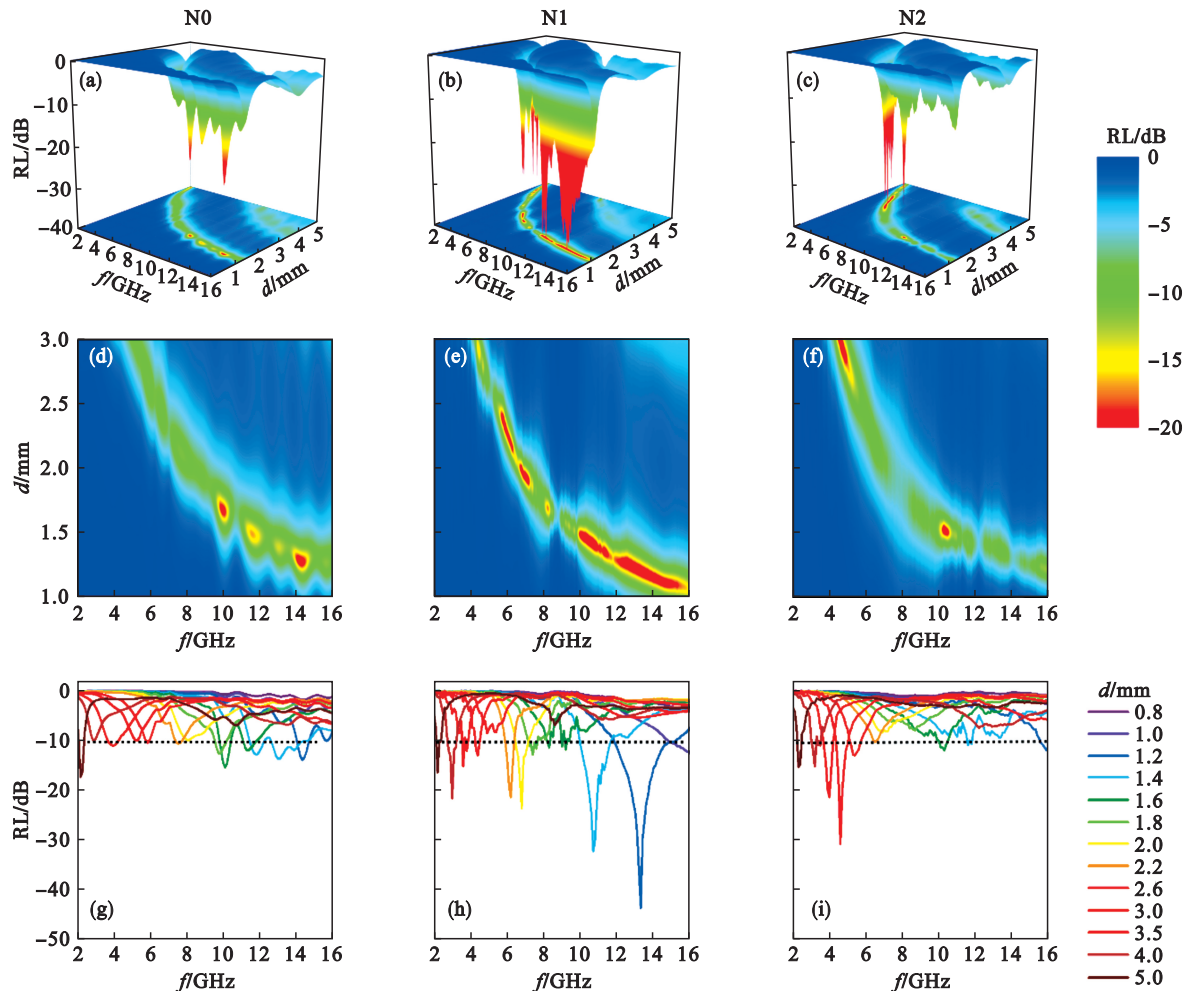


图6 样品的微波吸收性能

Fig. 6 Microwave absorption performance of samples

(a)~(c)—反射损耗三维图; (d)~(f)—反射损耗二维图; (g)~(i)—不同厚度的带宽和最小反射损耗.

3 结 语

在 MWCNTs 上构建的结构缺陷在电磁波的作用下发生极化, 适当的缺陷密度可提升微波吸收能力. 经 7.32 mol/L 硝酸处理的 MWCNTs 在 13.3 GHz 频率下的最小反射损耗可达 -43.8 dB, 有效吸收带宽为 3.3 GHz, 表现出良好的微波吸收性能. 本文提供了一种通过硝酸蚀刻碳纳米管制造缺陷代替复杂的碳复合材料来调节其微波特性的简易方法.

参考文献:

- [1] Elmahaishi M F, Azis R S, Ismail I, et al. A review on electromagnetic microwave absorption properties: their materials and performance [J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, 20: 2188-2220.
- [2] Zhao Y Z, Wang W, Wang J N, et al. Constructing multiple heterogeneous interfaces in the composite of bimetallic MOF-derivatives and rGO for excellent microwave absorption performance [J]. *Carbon*, 2021, 173: 1059-1072.
- [3] Kim S H, Lee S Y, Zhang Y L, et al. Carbon-based radar absorbing materials toward stealth technologies [J]. *Advanced Science*, 2023, 10(32): 2303104.
- [4] 张亚坤, 曾凡, 戴全辉, 等. 雷达隐身技术智能化发展现状

- 与趋势[J]. 战术导弹技术, 2019(1): 56-63.
(Zhang Ya-kun, Zeng Fan, Dai Quan-hui, et al. Development status and trend of intelligent development of radar stealth technology [J]. *Tactical Missile Technology*, 2019(1): 56-63.)
- [5] 钟国媛,董季玲,石小雪,等. Fe-MOFs 衍生碳基吸波材料研究进展[J]. 电子元件与材料, 2024, 43(2): 127-136.
(Zhong Guo-yuan, Dong Ji-ling, Shi Xiao-xue, et al. Research progress of carbon-based wave-absorbing materials derived from Fe-MOFs [J]. *Electronic Components and Materials*, 2024, 43(2): 127-136.)
- [6] Li Y X, Liao Y J, Ji L Z, et al. Quinary high-entropy-alloy@graphite nanocapsules with tunable interfacial impedance matching for optimizing microwave absorption [J]. *Small*, 2022, 18(4): 2107265.
- [7] Shi X F, You W B, Zhao Y H, et al. Multi-scale magnetic coupling of Fe@SiO₂@C-Ni yolk@triple-shell microspheres for broadband microwave absorption[J]. *Nanoscale*, 2019, 11(37): 17270-17276.
- [8] 刘祥萱,王焯军,崔虎. 雷达波吸收材料设计与特性分析 [M]. 北京:国防工业出版社, 2018.
(Liu Xiang-xuan, Wang Xuan-jun, Cui Hu. Design and property analysis of radar absorbing materials [M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2018.)
- [9] Zhang N, Huang Y, Wang M Y. Synthesis of graphene/thorns-like polyaniline/ α -Fe₂O₃@SiO₂ nanocomposites for lightweight and highly efficient electromagnetic wave absorber [J]. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2018, 530: 212-222.
- [10] Tang J M, Liang N, Wang L, et al. Three-dimensional nitrogen-doped reduced graphene oxide aerogel decorated with Ni nanoparticles with tunable and unique microwave absorption[J]. *Carbon*, 2019, 152: 575-586.
- [11] Zhang X F, Guan P F, Dong X L. Multidielectric polarizations in the core/shell Co/graphite nanoparticles[J]. *Applied Physics Letters*, 2010, 96(22): 223111.
- [12] Feng Y, Li D, Bai Y, et al. The effect of core-shell structure on microwave absorption properties of graphite-coated magnetic nanocapsules[J]. *Journal of Electronic Materials*, 2019, 48(3): 1429-1435.
- [13] Li X A, Du D X, Wang C S, et al. In situ synthesis of hierarchical rose-like porous Fe@C with enhanced electromagnetic wave absorption [J]. *Journal of Materials Chemistry C*, 2018, 6(3): 558-567.
- [14] Zhao H B, Cheng J B, Zhu J Y, et al. Ultralight CoNi/rGO aerogels toward excellent microwave absorption at ultrathin thickness [J]. *Journal of Materials Chemistry C*, 2019, 7 (2): 441-448.
- [15] Li X Y, Lu K. Playing with defects in metals [J]. *Nature Materials*, 2017, 16(7): 700-701.
- [16] Dresselhaus M S, Jorio A, Hofmann M, et al. Perspectives on carbon nanotubes and graphene Raman spectroscopy [J]. *Nano Letters*, 2010, 10(3): 751-758.
- [17] Xu X, Guo Y, Bloom B P, et al. Elemental core level shift in high entropy alloy nanoparticles via X-ray photoelectron spectroscopy analysis and first-principles calculation [J]. *ACS Nano*, 2020, 14(12): 17704-17712.
- [18] Ferrari A C, Basko D M. Raman spectroscopy as a versatile tool for studying the properties of graphene [J]. *Nature Nanotechnology*, 2013, 8(4): 235-246.
- [19] Cançado L G, Jorio A, Martins F E H, et al. Quantifying defects in graphene via Raman spectroscopy at different excitation energies [J]. *Nano Letters*, 2011, 11(8): 3190-3196.
- [20] Cançado L G, Takai K, Enoki T, et al. General equation for the determination of the crystallite size L_a of nanographite by Raman spectroscopy [J]. *Applied Physics Letters*, 2006, 88(16): 163106.
- [21] Zafar Z, Ni Z H, Wu X, et al. Evolution of Raman spectra in nitrogen doped graphene [J]. *Carbon*, 2013, 61: 57-62.
- [22] Eigler S, Dotzer C, Hirsch A. Visualization of defect densities in reduced graphene oxide [J]. *Carbon*, 2012, 50 (10): 3666-3673.
- [23] 宋玉娟. 多壁碳纳米管的缺陷调控及微波吸收性能研究 [D]. 沈阳:东北大学, 2021.
(Song Yu-juan. Study on defect control and microwave absorption properties of multi-walled carbon nanotubes [D]. Shenyang: Northeastern University, 2021.)
- [24] Brosseau C, NDong W, Mdarhri A. Influence of uniaxial tension on the microwave absorption properties of filled polymers [J]. *Journal of Applied Physics*, 2008, 104(7): 074907.
- [25] Qin F X, Brosseau C, Peng H X, et al. In situ microwave characterization of microwire composites with external magnetic field [J]. *Applied Physics Letters*, 2012, 100 (19): 192903.
- [26] Li Y X, Liu R G, Pang X Y, et al. Fe@C nanocapsules with substitutional sulfur heteroatoms in graphitic shells for improving microwave absorption at gigahertz frequencies [J]. *Carbon*, 2018, 126: 372-381.
- [27] Li Y X, Wang J Y, Liu R G, et al. Dependence of gigahertz microwave absorption on the mass fraction of Co@C nanocapsules in composite [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 724: 1023-1029.
- [28] Wang J Y, Wang Z H, Liu R G, et al. Heterogeneous interfacial polarization in Fe@ZnO nanocomposites induces high-frequency microwave absorption [J]. *Materials Letters*, 2017, 209: 276-279.