研究论文

$Fe/Fe_3O_4/N$ 掺杂木棉基碳纤维的制备及其吸波性能研究

邓　涵[1,2], 李　光[1,2,*]

(1. 东华大学 先进纤维材料全国重点实验室, 上海 201620; 2. 东华大学 材料科学与工程学院, 上海 201620)

摘要: 近年来, 随着电子信息技术的飞速发展, 雷达探测威胁日益严峻。因此, 研发兼具高效吸收、轻质特性及宽频响应的电磁波吸收材料, 已成为材料科学领域的重要研究方向。本研究以天然中空木棉纤维为碳前驱体, 采用原位生长法在纤维内外表面均匀负载铁和氮元素(KF@Fe/N), 经高温碳化制备了 $Fe/Fe_3O_4/N$ 掺杂木棉基碳纤维复合材料(carbon fiber composites, CKF@Fe/Fe_3O_4/N)。研究深入探讨了铁氮共掺杂对木棉碳纤维电磁参数的调控作用, 以及碳化温度对材料吸波性能的影响机制。结果表明: 铁氮共掺杂在碳纤维基体中引入了丰富的异质界面、偶极极化中心及磁性损耗机制, 同时保留了木棉纤维独特的中空管状结构。当碳化温度为 800 ℃、吸波剂质量分数为 9% 时, CKF@Fe/Fe_3O_4/N 复合材料展现出最优吸波性能: 在厚度 4 mm、频率 9.0 GHz 处, 最低反射损耗达−35.7 dB; 在厚度 3.5 mm 时, 最大有效吸收带宽达 7.2 GHz, 覆盖 8.3~10.3 GHz 和 10.5~15.7 GHz 双频段。本研究为利用生物质中空结构设计轻质、高效吸波材料提供了新思路。

关键词: 木棉纤维; 铁氮共掺杂; 吸波性能; 碳化; 中空结构

中图分类号: TB34　　**文献标志码:** A

DOI: 10.3724/jfmd.2605060　　CSTR: 32180.14.jfmd.2605060

Preparation of Fe/Fe_3O_4/N-doped kapok-based carbon fibers and their microwave absorption performance

DENG Han[1,2], LI Guang[1,2,*]

(1. State Key Laboratory of Advanced Fiber Materials, Donghua University, Shanghai 201620, China; 2. College of Materials Science and Engineering, Donghua University, Shanghai 201620, China)

Abstract: With the rapid advancement of electronic information technology, the threat posed by radar detection has intensified. Consequently, developing electromagnetic wave-absorbing materials that are highly efficient, lightweight, and broadband has become a key research direction in materials science. In this study, natural hollow kapok fibers served as carbon precursors to fabricate Fe/Fe_3O_4/N-doped kapok-based carbon fiber composites (CKF@Fe/Fe_3O_4/N). An in-situ growth method was employed to uniformly

收稿日期: 2026−05−10;　　**修订日期:** 2026−07−10

作者简介: 邓　涵(2001—), 男, 硕士研究生, 研究方向为吸波复合材料(E-mail: denghan98@126.com)

通信作者: 李　光(1962—), 女, 教授, 研究方向为纤维及高分子材料、纳米碳纤维复合/杂化材料、新型电化学储能材料和技术(E-mail: lig@dhu.edu.cn)

load iron and nitrogen elements (KF@Fe/N) on both the inner and outer fiber surfaces, followed by high-temperature carbonization. This study thoroughly investigated how Fe/N co-doping regulates the electromagnetic parameters of kapok carbon fibers and elucidated the influence of carbonization temperature on microwave absorption performance. The results indicate that Fe/N co-doping introduces abundant heterogeneous interfaces, dipole polarization centers, and magnetic loss mechanisms into the carbon fiber matrix while preserving the unique hollow tubular structure of kapok fibers. At a carbonization temperature of 800 ℃ and the mass fraction of the microwave absorber is 9%, the CKF@Fe/Fe_3O_4/N composite exhibits optimal microwave absorption performance: a minimum reflection loss of −35.7 dB at a thickness of 4 mm and a frequency of 9.0 GHz, and a maximum effective absorption bandwidth of 7.2 GHz at a thickness of 3.5 mm, covering the dual bands of 8.3-10.3 GHz and 10.5-15.7 GHz. This study provides a new strategy for designing lightweight, high-efficiency microwave-absorbing materials using biomass-derived hollow structures.

Key words: kapok fiber; Fe/N co-doping; microwave absorption performance; direct carbonization; hollow structure

0 引言

随着雷达探测技术的不断发展，电磁隐身能力已成为武器装备的关键需求，吸波材料的研究重点聚焦于高效损耗、宽频响应及轻量化[1]。碳基材料（如炭黑、碳纳米管、石墨烯、碳纤维等）因性能优异而得到广泛应用[2-4]。近年来，生物质衍生碳材料因成本低廉、可持续性强，且能保留前驱体独特的微观结构（如多孔、层状、中空管状等）而备受关注[5-7]。这些结构有助于优化电磁参数、增强多重耗散机制并减轻材料重量。袁宇洋[8]系统综述了吸波材料的吸波原理、微观损耗机制及分类，指出通过掺杂、微观结构调控等方式可有效改善材料的吸波性能。Cao 等[9]以玉米秸秆为前驱体，将其浸渍草酸钾后碳化制备吸波剂，并与石蜡共混。在碳化温度 800 ℃、吸波剂质量分数为 10% 的条件下，厚度为 2.6 mm 时最低反射损耗达 −70.8 dB；厚度为 1.9 mm 时，最宽有效吸波频带达 5.3 GHz。Gong 等[10]以天然菠菜根为原料，经 600~800 ℃ 快速碳化制备了无掺杂及氮掺杂分层多孔碳，系统研究了其在 1~18 GHz 范围内的微波吸收性能。上述研究表明，多孔结构有助于提升吸波性能。

然而，现有研究多集中于稻壳、柚子皮、椰壳等多孔或层状生物质碳[11-12]，针对具有天然中空结构的生物质碳研究较少。此外，多数生物质碳为非磁性材料，损耗机制单一且阻抗匹配较差。虽然引入磁性颗粒可增强磁损耗，但在中空纤维内外壁实现均匀负载仍具挑战。为此，邓菁等[13]通过负载镍并经高温碳化制备了 Ni/木棉纤维衍生碳复合材料，发现中空管状结构与磁性金属的协同作用有利于提升吸波性能。张浪等[14]研究了 Fe_3O_4/生物质衍生多孔碳复合材料的吸波性能，证实多孔碳与磁性组分的阻抗匹配优化是拓宽有效吸收带宽的关键。王朝辉[15]等以甘蔗渣为碳前驱体，通过负载 NiFe 粒子制备了 NiFe/甘蔗衍生碳复合材料，证实生物质碳的介电损耗与磁性粒子磁损耗的协同效应可显著优化阻抗匹配并增强衰减能力。

值得注意的是，目前针对天然中空木棉纤维，通过铁氮共掺杂协同调控电磁参数的系统研究尚未见报道。李建敏[16]等的研究表明，铁氮化合物在特定频段内具有良好的电磁参数，这为本研究中铁氮共掺杂优化电磁参数提供了参考。因此，本文以中空木棉纤维为碳前驱体，利用原位生长策略在其内外壁均匀负载 Fe、N 元素（kapok fiber@Fe/N, KF@Fe/N），并通过高温碳化工艺制备含铁、四氧化三铁及氮掺杂的中空木棉基碳纤维材料（carbonized kapok fiber@Fe/Fe_3O_4/N, CKF@Fe/Fe_3O_4/N）。将该材料作为吸波填料与石蜡混合，制备吸波型复合材料。以未掺杂的 CKF 为参照，探讨铁、氮共掺杂对木棉基碳纤维吸波性能的影响；此外，还研究了碳化温度对 CKF@Fe/Fe_3O_4/N 复合材料吸波性能的影响。

1　实验部分

1.1　原料与试剂

NaOH、$NaClO_2$、$Fe(NO_3)_3·9H_2O$(试剂级, 质量分数 98.5%)、尿素、去离子水(电导率<0.5 μS/cm)均为市售分析纯或实验室自制。

1.2　制备流程

(1)木棉纤维预处理

木棉去籽, 用无水乙醇洗涤 2 次, 于 60 ℃ 干燥 1 h 后剪成 2~5 mm 小段。取 1 g 纤维加入含 1 g $NaClO_2$、25 g 乙醇和 75 mL 去离子水的溶液中, 用冰醋酸调节 pH 至 4~5, 置于 80 ℃ 油浴中搅拌反应 2 h, 抽滤 1 h, 得到木棉纤维滤饼。用去离子水洗涤滤饼, 于 60 ℃ 烘干过夜。随后将滤饼置于 60 mL 去离子水(含 0.6 g NaOH)中, 搅拌 30 min, 再于 80 ℃ 油浴中搅拌反应 1 h, 抽滤 1 h, 收集去除蜡质的木棉纤维膜。用去离子水漂洗, 于 65 ℃ 干燥过夜。

(2)KF@Fe/N 的制备

将预处理后的木棉纤维分散于 50 mL 0.2 mol/L $Fe(NO_3)_3$ 水溶液中, 加入 10 g 尿素, 室温静置 24 h。经抽滤洗涤后, 于 60 ℃ 烘箱中干燥过夜。

(3)CKF@Fe/Fe_3O_4/N 的制备

在 N_2 保护下, 将 KF@Fe/N 以 5 ℃/min 的速率分别升温至 800 ℃、900 ℃、1 000 ℃ 并保温 1 h, 随后自然冷却。样品标记为 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-T。

(4)对比样的制备

采用与上述相同的预处理木棉纤维, 在生长环节分别不添加 $Fe(NO_3)_3$ 或仅添加 $Fe(NO_3)_3$(不加尿素), 经相同碳化工艺(800 ℃)处理, 分别得到 CKF-800 和 CKF@Fe/Fe_3O_4-800。

(5)吸波复合材料的制备

将上述各吸波剂与石蜡按吸波剂质量分数为 9% 的填充比混合, 压制成同轴圆环(内径 3.04 mm, 外径 7.00 mm, 厚 2~3 mm), 用于电磁参数测试。

1.3　仪器与表征

采用场发射扫描电子显微镜(field emission scanning electron microscope, FESEM, 型号: JEOL JSM-7500F)表征木棉基碳纤维的微观形貌及结构。借助 X 射线衍射仪(X-ray diffraction, XRD, 型号: Bruker D8 advance)分析试样的物相成分及内部原子/分子的空间排列。通过 X 射线光电子能谱(X-ray photoelectron spectroscopy, XPS, 型号: PHI-5400)测定材料的元素种类、相对含量、化学状态及化学键合情况。利用拉曼光谱仪(INVIA, 配有 532 nm 激光源)采集分子振动与转动特征信号, 以探究其分子结构。使用矢量网络分析仪(安捷伦 HP8722ES型), 采用同轴法在 2~18 GHz 频段内测量样品的电磁参数。

2　结果与讨论

2.1　CKF@Fe/Fe_3O_4/N 的形貌和结构表征

预处理后木棉纤维端口的 SEM(scanning electron microscope, SEM)图像(图 1(a))显示, 其中空管状结构保持完好。经原位生长及 800 ℃ 碳化后, 纤维形态完整, 表面负载均匀的球形颗粒(尺寸几十至数百纳米), 且内外壁均密集堆积(图 1(b)~(c))。经 900 ℃ 和 1 000 ℃ 碳化后, 管状结构依然维持, 但表面颗粒出现团聚粗化现象(图 1(d)~(f))。中空结构有利于延长电磁波传播路径, 增加多次反射耗散[17]。EDS(energy dispersive X-ray spectroscopy, EDS)面分析(图 1(g)~(j))显示, C、Fe、O、N 沿纤维轮廓均匀分布; Fe、N 的引入形成了异质界面与极化位点, 从而增强介电弛豫损耗[18-19]。

XPS 全谱(图 2(a))显示了 C、Fe、O 和 N 的特征峰。C 1s 高分辨谱(图 2(b))可拟合为 284.8 eV(C=C/C—C)、285.4 eV(C—N)和 286.3 eV(C=O), 其中 C—N 峰证实了 N 掺入碳骨架。Fe 2p 谱(图 2(c))出现了 Fe^{2+}(712.2、724.3 eV)、Fe^{3+}(713 eV、725.3 eV)及 Fe^0 伴峰(718.6 eV), 表明 Fe 与 Fe_3O_4 共存[20]。

拉曼光谱如图 2(d)所示。所有样品在 1 358 cm^{-1} 和 1 580 cm^{-1} 处均显示出典型的 D 带和 G 带; 其中, D 带对应于石墨微晶的边缘缺陷及无定形碳结构, 而 G 带源自碳原子 sp^2 杂化面内的伸缩振动。对比 3 组样品的拉曼谱图, 其 D 峰与 G 峰的强度比值(I_D/I_G)依次为 1.03、0.91 和 0.80, 随碳化温度升高呈下降趋势。这表明高温有利于无定形碳向石墨化碳转变, 从而提升材料的石墨化程度。

通过 X 射线衍射(XRD)分析了 CKF@Fe/Fe_3O_4/N 的晶相结构(图 2(e))。30.1°与 35.4°处的衍射峰

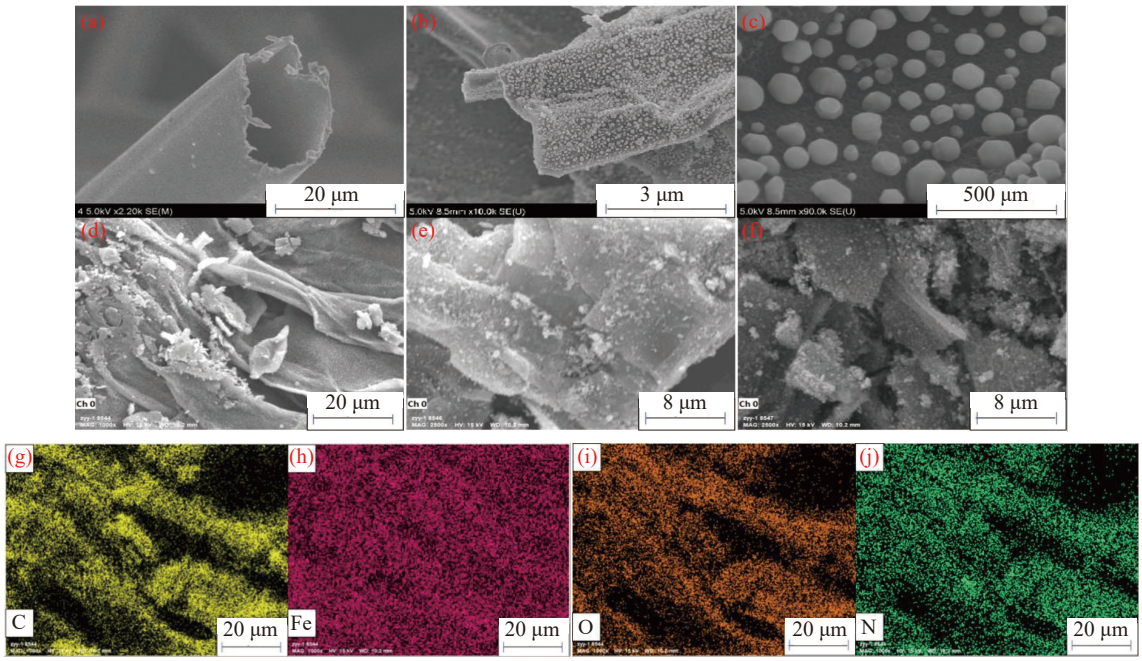

图 1　预处理木棉纤维及 CKF@Fe/Fe_3O_4/N 复合材料的扫描电镜(SEM)形貌与元素面分布。(a)预处理后 KF 端口的 SEM 图;(b)~(c)不同放大倍数下 CKF@Fe/Fe_3O_4/N 的 SEM 图;(d)~(f) CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800、900、1 000 的 SEM 图;(g)~(j) CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 对应的 C、Fe、O、N 元素面分布图

Fig. 1 SEM morphology and elemental mapping of pretreated kapok fiber and CKF@Fe/Fe_3O_4/N composites. (a) SEM images of pretreated kapok fiber; (b) - (c) SEM images of CKF@Fe/Fe_3O_4/N at different magnifications; (d) - (f) SEM images of CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800, -900, and -1 000; (g) - (j) Elemental mapping images of C, Fe, O, and N for CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800

分别对应 Fe_3O_4 的(220)和(311)晶面,44.6°及 65.1°处的峰对应 Fe 的(110)和(220)晶面。800 ℃时出现 Fe_3O_4 和 Fe 衍射峰,归因于 $Fe(NO_3)_3$ 分解生成的 Fe_2O_3 被碳还原为 Fe_3O_4 和 Fe[21]。900 ℃时 Fe 峰增强、Fe_3O_4 峰减弱;1 000 ℃时仅剩 Fe 峰,表明 Fe_3O_4 几乎完全转化为 Fe。

2.2　碳化温度对 CKF@Fe/Fe_3O_4/N 吸波性能的影响

电磁参数是评估复合材料吸波性能的核心指标。在实际测试中,材料的相对复介电常数($\varepsilon=\varepsilon'-j\varepsilon''$)与相对复磁导率($\mu=\mu'-j\mu''$)均呈复数形式,这归因于介质在交变电磁场中的响应滞后现象[22]。其中,实部(ε'、μ')表征材料对电场能和磁场能的储存能力,而虚部(ε''、μ'')则分别反映其对电场能与磁场能的耗散水平[23-24]。

图 3 展示了吸波剂质量分数为 9% 的 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800、-900 及 -1 000 样品在 2~18 GHz 频段内的电磁参数。仅 800 ℃样品的介电常数实部(ε')和磁导率虚部(μ'')出现异常波动,这是由于 800 ℃时半导体 Fe_3O_4 与导体 α-Fe 共存,两相竞争导致介电突变;随温度升高,体系转变为金属铁-高导电碳双相体系,物相趋于均匀,趋肤效应增强,ε'随之稳定;Fe_3O_4 的消失使磁损耗由涡流损耗和自然共振主导,μ''的波动因此消失。

通常,综合评价材料吸波性能需考量两个核心指标:阻抗(Z)与衰减常数(α)。前者(Z)表征电磁波在材料界面处的阻抗匹配状况,其值越趋近于 1,表明界面匹配性能越优,入射电磁波越易进入材料内部并被有效吸收[25-26];衰减常数 α 则反映材料内部对电磁波的耗散能力。阻抗 Z 可由下式计算得出:

$$Z=\sqrt{\sqrt{\mu^2+\mu'^2}/\sqrt{\varepsilon^2+\varepsilon'^2}} \tag{1}$$

衰减常数 α 可通过下式计算得出,该值越大,表明吸波材料内部对电磁波的耗散能力越强[27-28]。

$$\alpha=\frac{\pi f\sqrt{2}}{c}\times\sqrt{(\mu''\varepsilon''-\mu'\varepsilon')+\sqrt{(\mu''\varepsilon''-\mu'\varepsilon')^2+(\mu''\varepsilon''+\mu'\varepsilon')^2}} \tag{2}$$

为深入探究碳化温度对吸波材料阻抗匹配特性及衰减能力的影响,基于式(1)和(2)计算了 3 组

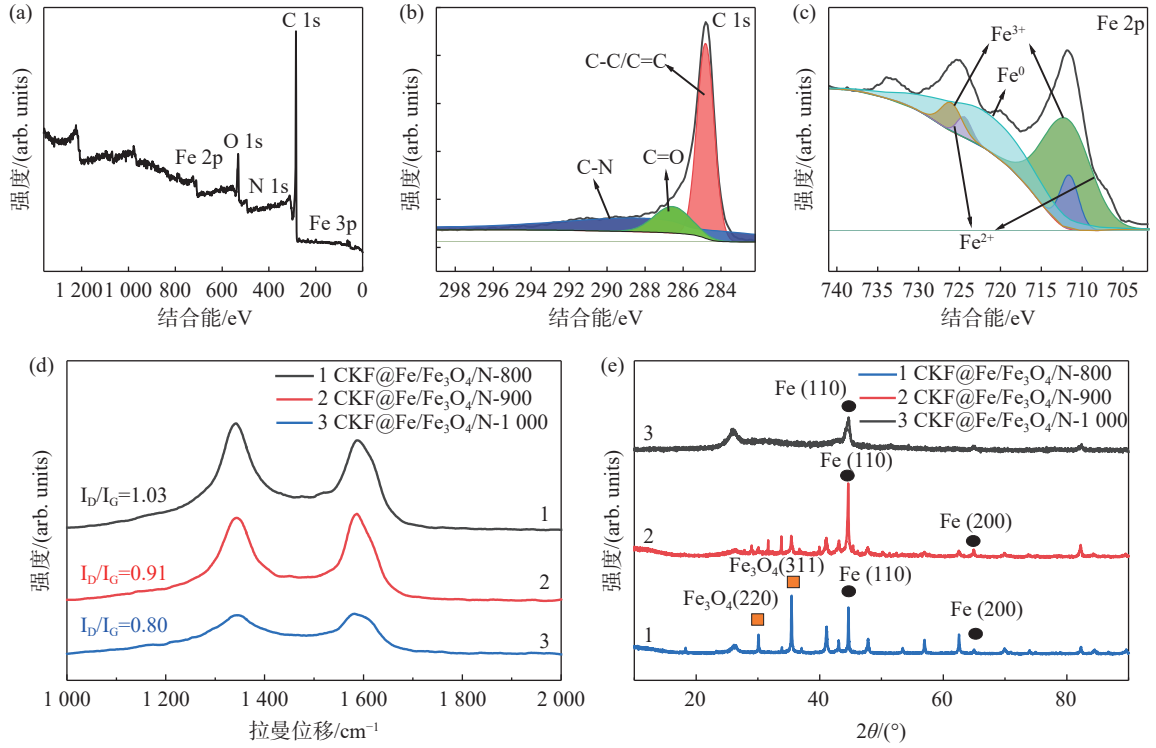

图 2　CKF@Fe/Fe_3O_4/N 复合材料的表面化学态、碳层有序度及晶体物相分析。(a)CKF@Fe/Fe_3O_4/N 的 XPS 谱; (b)~(c)C 1s 和 Fe 2p XPS 高分辨率光谱; (d)~(e)不同碳化温度下 CKF@Fe/Fe_3O_4/N 的拉曼图谱和 XRD 图谱

Fig. 2 Analysis of surface chemical states, carbon structural order, and crystal phases of CKF@Fe/Fe_3O_4/N composites. (a) XPS spectra of CKF@Fe/Fe_3O_4/N; (b) - (c) high-resolution XPS spectra of C 1s and Fe 2p; (d) - (e) Raman and XRD spectra of CKF@Fe/Fe_3O_4/N at different carbonization temperatures

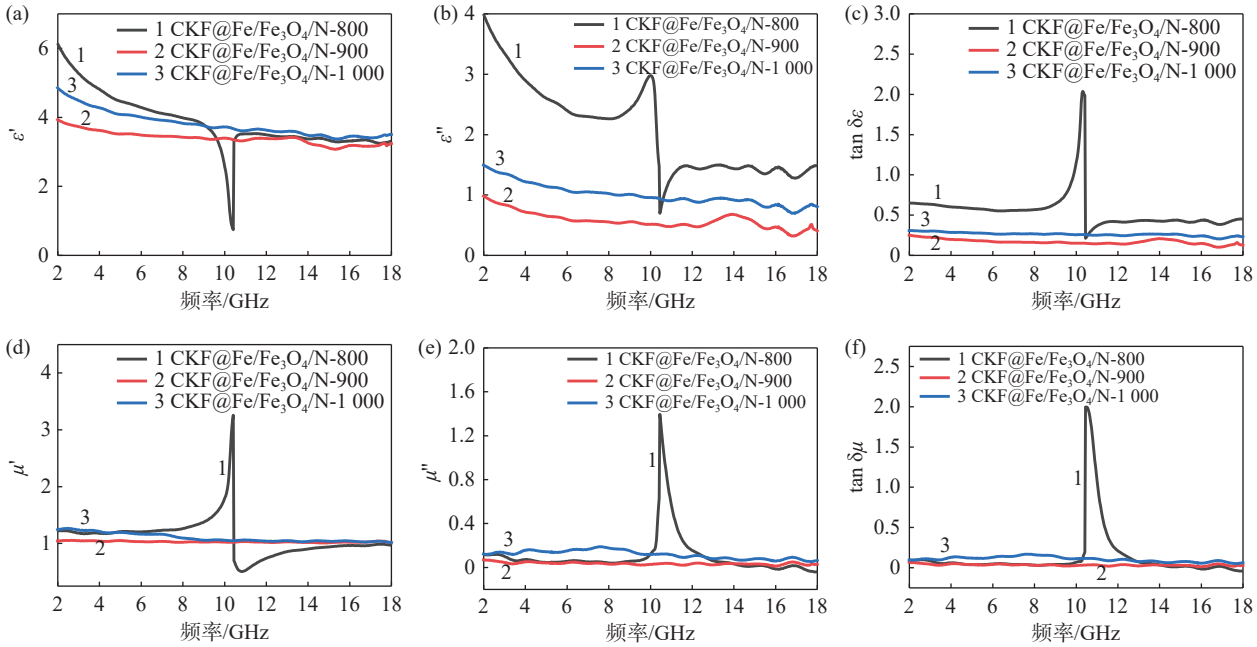

图 3　CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800、900、1 000 三组样品的电磁参数曲线。相对复介电常数(a)实部、(b)虚部、(c)损耗角正切; 相对复磁导率(d)实部、(e)虚部、(f)损耗角正切

Fig. 3 Electromagnetic parameter curves of CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800, 900, and 1000. (a) Real part, (b) imaginary part, and (c) loss tangent of relative complex permittivity; (d) real part, (e) imaginary part, and (f) loss tangent of relative complex permeability

试样在 2~18 GHz 频段内的衰减常数 α 与阻抗值 Z，结果如图 4 所示。其中，仅 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 的阻抗匹配性能(Z)和衰减常数(α)呈现异常波动，该变化趋势与材料电导率的演变基本一致。

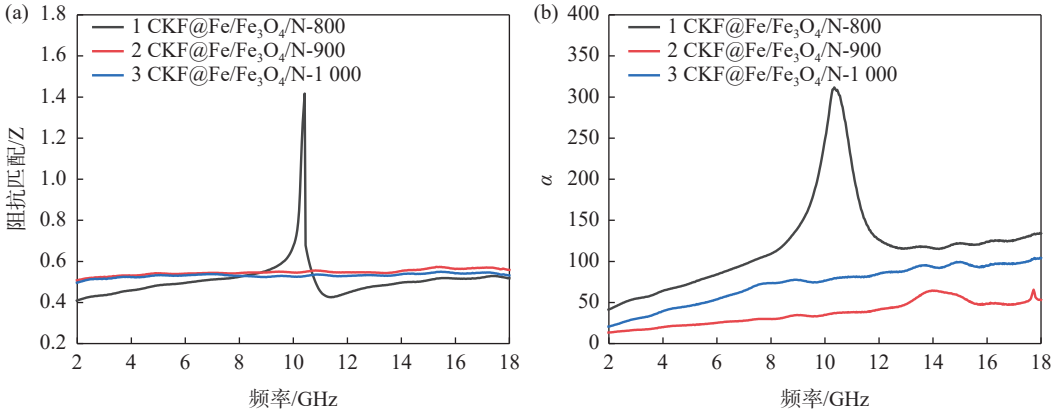

图 4　CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800、CKF@Fe/Fe_3O_4/N-900、CKF@Fe/Fe_3O_4/N-1 000 的(a)阻抗匹配和(b)衰减常数对比示意图

Fig. 4 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800, CKF@Fe/Fe_3O_4/N-900, and CKF@Fe/Fe_3O_4/N-1 000: (a) comparison of impedance matching and (b) schematic of attenuation loss

在复合材料吸波性能表征中，常采用基于理想金属背板涂覆单层均质吸波材料的简化模型进行评估。该模型依托传输线理论，构建自由空间、吸波层与金属背板的三层结构，通过计算输入阻抗模拟电磁波在界面处的入射与反射行为，进而获得反射损耗(R_L)以表征材料对电磁波的衰减能力。具体计算公式[29]如下：

$$Z_{in} = Z_0 \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \tanh\left[j\left(\frac{2\pi f d}{c}\right)\sqrt{\mu_r \varepsilon_r}\right] \tag{3}$$

$$R_L = 20\log_{10}\Gamma = 20\log_{10}\frac{Z_{in}-Z_0}{Z_{in}+Z_0} \tag{4}$$

式中，f、d、c、ε_r 和 μ_r 分别为入射电磁波频率、吸波层厚度、光速、复介电常数和复磁导率。通常将反射损耗低于−10 dB(对应电磁波衰减率>90%)的频段定义为有效吸收频带(effective absorption bandwidth, EAB)。基于传输线理论，模拟了 3 种样品在 2~18 GHz 范围内不同匹配厚度下的 R_L 值，并绘制了反射损耗随厚度与频率变化的分布图(图 5)。结果显示，样品 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 在厚度为 4 mm、频率为 9.0 GHz 时反射损耗最小(−35.7 dB)；当厚度为 3.5 mm 时，其最大有效吸收带宽达 7.2 GHz，覆盖 8.3~10.3 GHz 与 10.5~15.7 GHz 频段。CKF@Fe/Fe_3O_4/N-900 样品在整个测试频段内均未出现有效吸收区域。相比之下，CKF@Fe/Fe_3O_4/N-1 000 复合材料在厚度为 4 mm 时实现了 2.6 GHz 的有效吸收带宽(覆盖 8.6~11.2 GHz)。综合对比匹配厚度、最小反射损耗及有效吸收带宽等关键指标，在所研究的碳化温度范围(800~1 000 ℃)内，以 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800

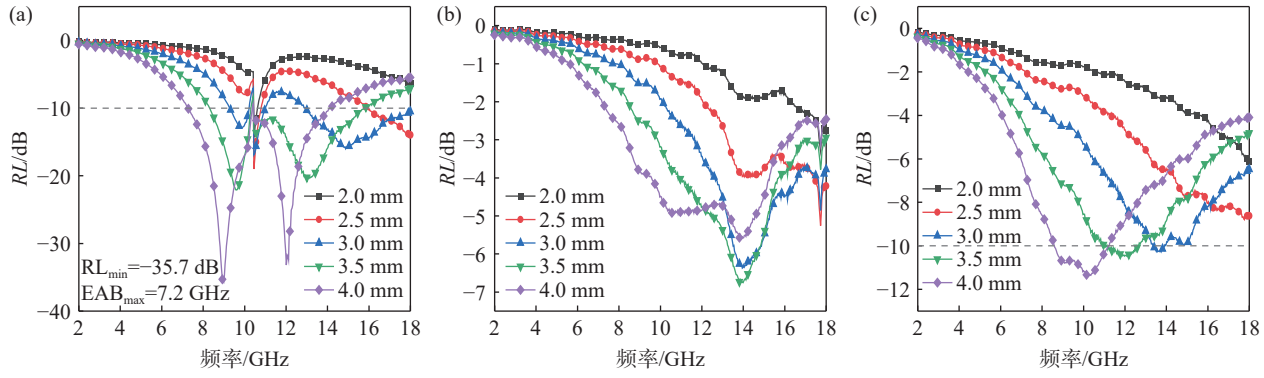

图 5　吸波复合材料的反射损耗示意图。(a)CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800；(b)CKF@Fe/Fe_3O_4/N-900；(c)CKF@Fe/Fe_3O_4/N-1 000

Fig. 5 Schematic representations of the reflection loss for the absorbing composites. (a) CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800; (b) CKF@Fe/Fe_3O_4/N-900; (c) CKF@Fe/Fe_3O_4/N-1 000

为吸波剂制得的复合材料具有最优的吸波性能。

2.3　CKF@Fe/Fe_3O_4/N 基复合材料的吸波性能

以 CKF-800、CKF@Fe/Fe_3O_4-800 和 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 为吸波剂(吸波剂质量分数为 9%), 其电磁参数曲线如图 6 所示。结果表明, N 掺杂导致 ε'和 ε''降低, 这归因于尿素热解生成的吡啶氮和吡咯氮降低了材料的石墨化程度; 此外, Fe 掺杂提高了高频段的 μ'和 μ'', 主要源于 Fe 纳米颗粒在交变电磁场中引发的自然共振与涡流损耗机制[30-31]。

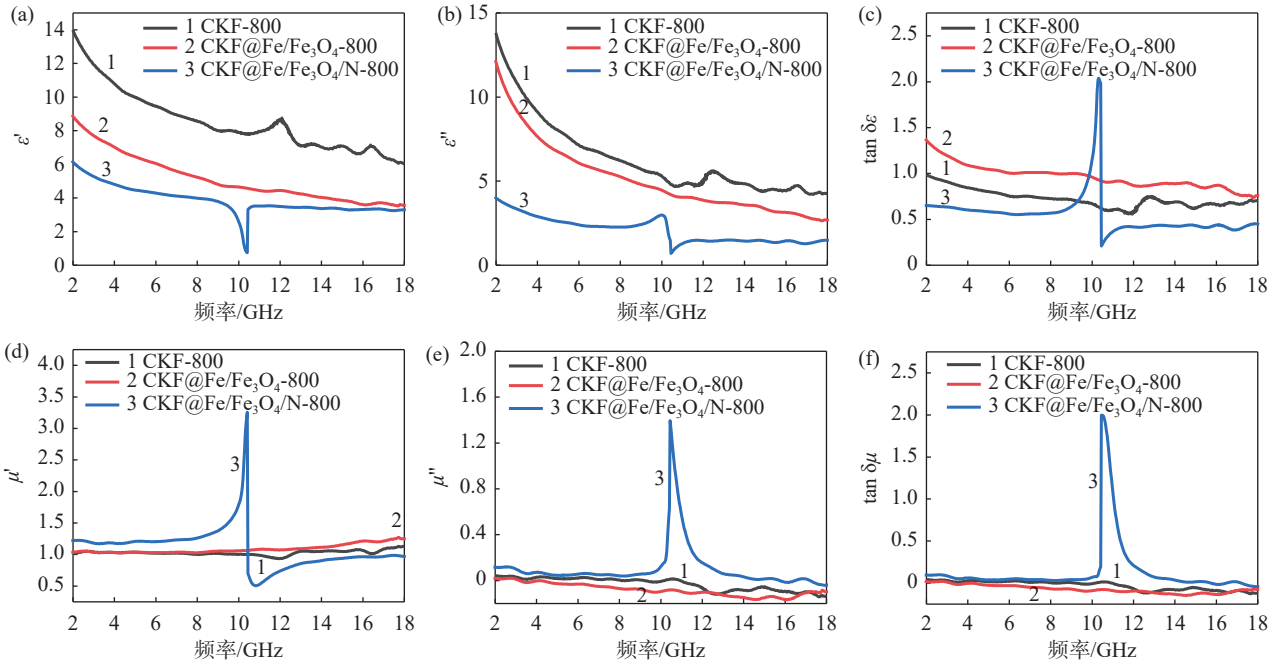

图 6　CKF-800、CKF@Fe/Fe_3O_4-800 和 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 的电磁参数曲线。相对复介电常数(a)实部、(b)虚部、(c)损耗角正切; 相对复磁导率(d)实部、(e)虚部、(f)损耗角正切

Fig. 6 Electromagnetic parameter curves of CKF-800, CKF@Fe/Fe_3O_4-800, and CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800. (a) Real part, (b) imaginary part, and (c) loss tangent of relative complex permittivity; (d) real part, (e) imaginary part, and (f) loss tangent of relative complex permeability

为深入探究 Fe、N 共掺杂对电磁波损耗机制及衰减能力的影响, 本文基于德拜偶极弛豫模型绘制 Cole-Cole 曲线。其中, 半圆弧部分对应偶极弛豫过程, 线性延伸部分则反映材料的电导性能。如图 7 所示, 相较于 CKF-800 和 CKF@Fe/Fe_3O_4-800, CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 呈现出更为密集且扭曲的半圆轮廓, 表明 Fe、N 共掺杂诱发了更丰富的偶极极化位点。此外, Fe、N 组分的引入在一定程度上削弱了材料的导电性能, 致使 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 的线性区域明显缩短。由此可见, Fe、N 共掺杂对碳

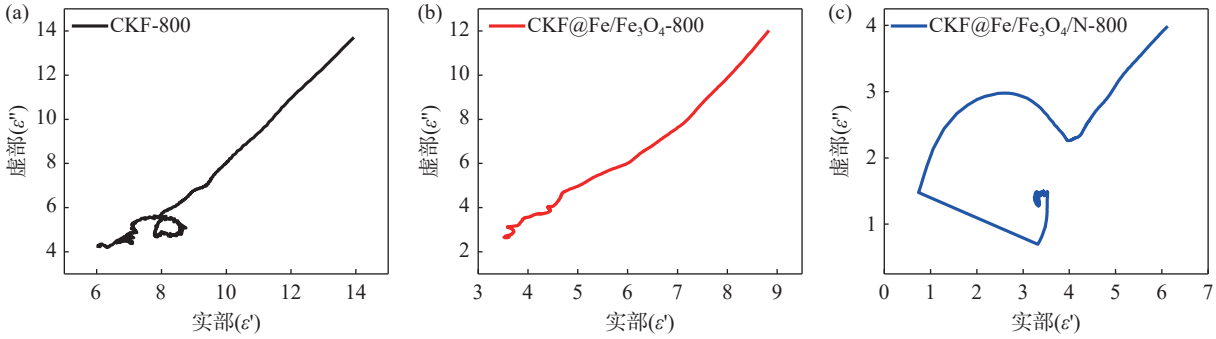

图 7　样品 Cole-Cole 曲线。(a)CKF-800; (b)CKF@Fe/Fe_3O_4-800; (c)CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800

Fig. 7 Sample Cole-Cole curves. (a) CKF-800; (b) CKF@Fe/Fe_3O_4-800; (c) CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800

纤维吸波性能的提升主要归因于介电弛豫损耗与磁损耗能力的增强，而导电损耗的贡献则相对减弱。

阻抗匹配 Z 和衰减常数 α 的计算结果如图 8 所示。随着 Fe、N 元素的共掺杂，材料的 Z 值显著提高。这归因于 Fe、N 掺杂的协同效应降低了材料电导率，有利于更多入射电磁波进入材料内部并被有效耗散。然而，N 组分的引入导致导电损耗减弱，致使 α 值降低，从而削弱了整体衰减能力。

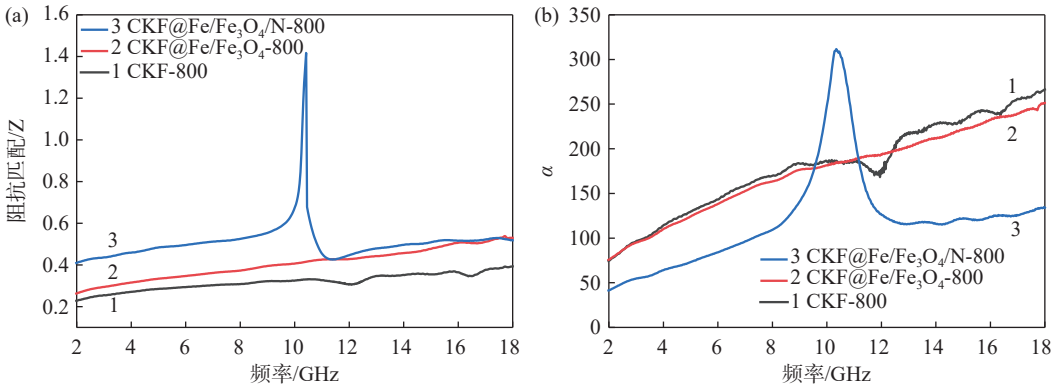

图 8　CKF-800、CKF@Fe/Fe_3O_4-800 和 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 的(a)阻抗匹配与(b)衰减常数对比

Fig. 8 (a) Impedance matching and (b) attenuation loss comparison diagrams for CKF-800, CKF@Fe/Fe_3O_4-800, and CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800

图 9 展示了 3 组试样在 2~18 GHz 频段及不同匹配厚度下的最低反射损耗。对于 CKF-800 样品，当匹配厚度为 2.0 mm 时，其在 14.4 GHz 处取得最低反射损耗为−18.2 dB；在该厚度下，最大有效吸收带宽为 5.7 GHz（11.8~17.5 GHz）。CKF@Fe/Fe_3O_4-800 样品在厚度 2.5 mm、频率 15.1 GHz 时，最低反射损耗为−21.0 dB，最大有效吸收带宽为 6.4 GHz（11.6~18.0 GHz）。CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 在厚度 4 mm、频

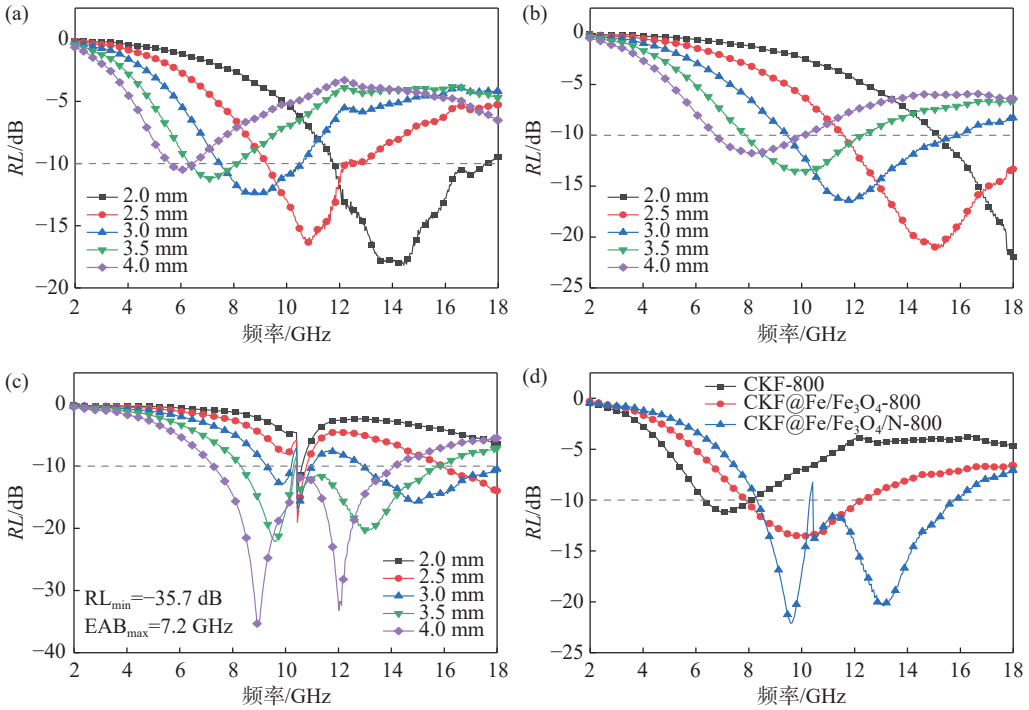

图 9　吸波复合材料的反射损耗示意图。(a)CKF-800；(b)CKF@Fe/Fe_3O_4-800；(c)CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800；(d)三者在厚度 3.5 mm 处的最低反射损耗值对比(统一厚度)

Fig. 9 Schematic representations of the reflection loss for the absorbing composites. (a) CKF-800, (b) CKF@Fe/Fe_3O_4-800, and (c) CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800; (d) comparison of R_L among the three samples at a thickness of 3.5 mm (uniform thickness comparison)

率 9.0 GHz 时获得最低反射损耗为−35.7 dB; 此外, 当厚度为 3.5 mm 时, 其最大有效吸收带宽为 7.2 GHz, 覆盖 8.3~10.3 GHz 与 10.5~15.7 GHz 双频段。

综上所述, 在 800 ℃ 碳化条件下, 掺入 Fe 和 N 的 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 展现出更优的最低反射损耗及最大有效吸收带宽。这归因于 Fe 和 N 掺杂一方面优化了阻抗匹配(降低介电常数、提高磁导率, 促进电磁波进入材料内部), 另一方面协同增强了多重损耗机制(包括磁损耗、介电损耗和界面极化), 从而实现了低反射损耗和显著拓宽的有效吸收带宽。

2.4　CKF@Fe/Fe_3O_4/N 吸波机理分析

CKF@Fe/Fe_3O_4/N 优异的吸波性能如图 10 所示, 可归因于以下机制: (1)一维导电中空管状结构形成微电流回路, 将电磁能转化为热能从而实现耗散; (2)Fe/N 共掺杂引入大量异质界面和偶极中心, 产生介电弛豫损耗; (3)Fe、Fe_3O_4 纳米粒子均匀锚定于材料内外表面, 引发交换共振和涡流损耗; (4)中空管状结构引入大量亚波长尺度的介电不连续界面, 导致电磁波在界面处发生多重散射与干涉; (5)管腔内的多次反射满足四分之一波长干涉相消条件, 实现高效吸收。

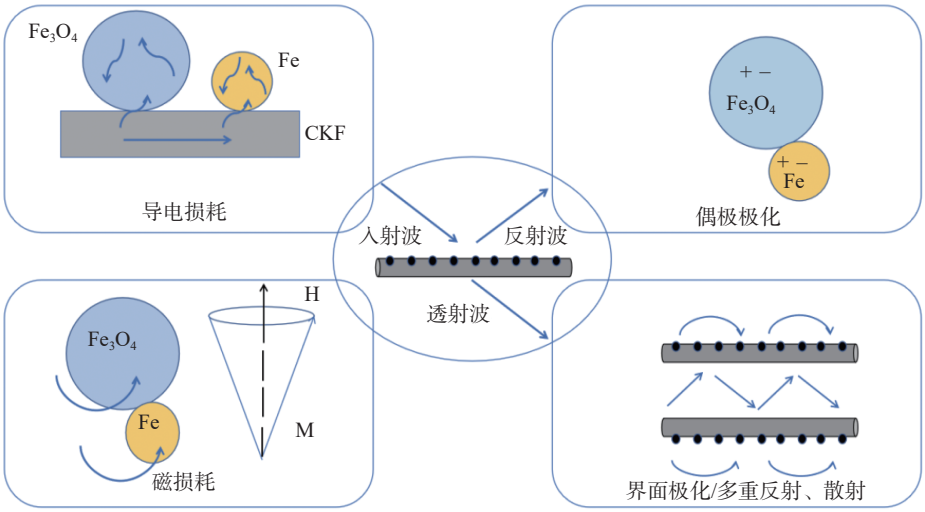

图 10　CKF@Fe/Fe_3O_4/N 的电磁波吸收机制示意图

Fig. 10　Schematic diagram of the EMW attenuation mechanism for CKF@Fe/Fe_3O_4/N

3　结论

本文以铁氮共掺杂木棉基碳纤维（CKF@Fe/Fe_3O_4/N）为研究对象, 系统探究了铁、氮共掺杂对木棉基碳纤维（CKF）电磁参数的调控效应, 分析了碳化温度等工艺参数对材料吸波性能的影响, 并深入揭示了 CKF@Fe/Fe_3O_4/N 复合材料的电磁波衰减机理。主要结论如下:

(1) 在研究的碳化温度范围(800~1 000 ℃)内, 800 ℃ 碳化温度 下引入铁氮共掺杂有效抑制了复合吸波材料的介电常数并提升了磁导率, 显著优化了 CKF 的电磁参数, 从而赋予材料优异的吸波特性。当 CKF@Fe/Fe_3O_4/N-800 吸波剂质量分数为 9%、厚度为 4 mm 时, 最小反射损耗为 -35.7 dB; 厚度为 3.5 mm 时, 最大有效吸收带宽扩展至 7.2 GHz。

(2) 通过调控碳化温度与吸波剂填充比, 可有效调节 CKF@Fe/Fe_3O_4/N 中碳骨架的石墨化程度及 Fe/Fe_3O_4 物相比例, 进而实现介电常数及电磁参数的定向优化。实验证实, 在碳化温度 800 ℃、吸波剂质量分数为 9% 的条件下, 样品的石墨化程度与 Fe/Fe_3O_4 比例达到最佳匹配, 使复合材料呈现出最优的吸波性能。

(3) CKF@Fe/Fe_3O_4/N 在保持原有管状结构的基础上, 成功引入了 N 掺杂、氧空位等缺陷位点及 Fe–C、Fe_3O_4–C 等异质界面, 显著增强了交变电磁场下的介电极化弛豫损耗; 同时, 均匀负载的 Fe 纳米颗粒为体系提供了额外的磁损耗能力。多种损耗机制的协同作用显著提升了材料的吸波性能。

参考文献:

[1] Li Yuexuan, Han Yiwei, Yan Leilei, et al. Multifunctional

design of radar absorbing structures based on material and structure synergistic effect[J]. Nano Research, 2025, 18(9): 94907643.

[2] 葛超群, 汪刘应, 刘顾. 碳基/羰基铁复合吸波材料的研究进展 [J]. 材料工程, 2019, 47(12): 43-54.
Ge Chaoqun, Wang Liuying, Liu Gu. Research progress in carbon-based/carbonyl iron composite microwave absorption materials[J]. Journal of Materials Engineering, 2019, 47(12): 43-54.

[3] 黄巨龙, 周亮, 陈萌, 等. 碳基材料吸波性能研究进展 [J]. 中国材料进展, 2020, 39(2): 138-145.
Huang Julong, Zhou Liang, Chen Meng, et al. Research progress on electromagnetic wave absorption properties of carbon materials[J]. Materials China, 2020, 39(2): 138-145.

[4] 张杨广, 魏世丞, 王博, 等. 防腐蚀型雷达吸波剂的研究进展 [J]. 表面技术, 2025, 54(8): 16-32.
Zhang Yangguang, Wei Shicheng, Wang Bo, et al. Research progress on anticorrosive microwave absorbers[J]. Surface Technology, 2025, 54(8): 16-32.

[5] Mao Yunshan, Liu Kaiyu, Sheng Yuhao, et al. Hierarchical porous carbon frameworks derived from Juncus effusus biomass with robust electromagnetic wave absorption properties[J]. Journal of Materials Chemistry C, 2024, 12(12): 4442-4452.

[6] Lu Yiman, Zhao Xiaoning, Tian Qiaoling, et al. Hierarchical porous biomass-derived carbon with rich nitrogen doping for high-performance microwave absorption and tensile strain sensing[J]. Carbon, 2024, 224: 119083.

[7] He Yuguang, Hao Sijia, Chen Yubin, et al. Biomass-derived porous carbon-based composites for electromagnetic wave absorption[J]. Advanced Nanocomposites, 2025, 2: 162-184.

[8] 袁宇洋. 电磁波吸波材料吸波原理、制备技术及发展方向 [J]. 功能材料与器件学报, 2024, 30(2): 53-65.
Yuan Yuyang. Absorbing principle, preparation technology and development direction of electromagnetic wave absorbing materials[J]. Journal of Functional Materials and Devices, 2024, 30(2): 53-65.

[9] Cao Yang, Zhao Honghong, Liu Zequan, et al. Green synthesis of carbon nanosheets from corn straw for high-performance electromagnetic wave absorption[J]. Materials Today Nano, 2025, 32: 100672.

[10] Gong Xinyu, Li Meng, Ge Yue, et al. Enhanced low-frequency microwave absorption of N-doped biomass derived carbon[J]. Materials Today Communications, 2023, 37: 107093.

[11] Wu Zhihong, Yao Cheng, Meng Zhenzhen, et al. Biomass-derived crocodile skin-like porous carbon for high-performance microwave absorption[J]. Advanced Sustainable Systems, 2022, 6(6): 2100454.

[12] Guan Hongtao, Wang Qiuyue, Wu Xiaofen, et al. Biomass derived porous carbon (BPC) and their composites as lightweight and efficient microwave absorption materials[J]. Composites Part B: Engineering, 2021, 207: 108562.

[13] 邓菁, 耿浩然, 陈镜如, 等. 镍/木棉纤维衍生碳复合材料的制备及吸波性能研究 [J]. 功能材料, 2024, 55(1): 1165-1171.
Deng Jing, Geng Haoran, Chen Jingru, et al. Preparation and microwave absorbing properties ofnickel/carbon derived from kapok fiber composites[J]. Journal of Functional Materials, 2024, 55(1): 1165-1171.

[14] 张浪, 甘芳瑜, 刘鹏. Fe_3O_4/生物质衍生多孔碳复合材料制备及其吸波性能的研究 [J]. 桂林电子科技大学学报, 2025, 45(3): 305-312.
Zhang Lang, Gan Fangyu, Liu Peng. Preparation of Fe_3O_4/biomass derived porous carbon composites and microwave absorption properties[J]. Journal of Guilin University of Electronic Technology, 2025, 45(3): 305-312.

[15] 王朝辉, 吴运飞, 王建祥, 等. NiFe 粒子修饰的甘蔗渣衍生碳复合材料的制备及其吸波性能研究 [J/OL]. 功能材料与器件学报, 2026-04-08. https://www.sciengine.com/jfmd/doi/10.3724/jfmd.2512100.
Wang Zhaohui, Wu Yunfei, Wang Jianxiang, et al. Preparation and microwave absorption properties of nife particle-decorated sugarcane-derived carbon composites[J/OL]. Journal of Functional Materials and Devices, 2026-04-08. https://www.sciengine.com/jfmd/doi/10.3724/jfmd.2512100.

[16] 李建敏, 王群, 李永卿. 铁氮化合物的制备及电磁性能 [J]. 功能材料与器件学报, 2010, 16(1): 6-10.
Li Jianmin, Wang Qun, Li Yongqing. Fe-N particles: preparition and the electromagnetic performance[J]. Journal of Functional Materials and Devices, 2010, 16(1): 6-10.

[17] Wu Fei, Yang Ke, Li Qiang, et al. Biomass-derived 3D magnetic porous carbon fibers with a helical/chiral structure toward superior microwave absorption[J]. Carbon, 2021, 173: 918-931.

[18] Su Ying, Yang Na, Shen Haochen, et al. Dielectric loss modulation of N-doped mesoporous carbon nanotubes with

atomically anchored iron for efficient electromagnetic wave absorption[J]. Carbon, 2025, 245: 120740.

[19] Wang Lei, Yu Xuefeng, Li Xiao, et al. MOF-derived yolk-shell Ni@C@ZnO Schottky contact structure for enhanced microwave absorption[J]. Chemical Engineering Journal, 2020, 383: 123099.

[20] Ai Qing, Yuan Zewei, Huang Renzhong, et al. One-pot co-precipitation synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles embedded in 3D carbonaceous matrix as anode for lithium ion batteries[J]. Journal of Materials Science, 2019, 54(5): 4212-4224.

[21] Chen Wenjiao, Zhao Hui, Xu Binbin, et al. Rational construction and microwave absorption properties of porous FeOX/Fe/C composites[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 829: 154519.

[22] Xu Xueqing, Ran Feitian, Fan Zhimin, et al. Bimetallic metal-organic framework-derived pomegranate-like nanoclusters coupled with CoNi-doped graphene for strong wideband microwave absorption[J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2020, 12(15): 17870-17880.

[23] Ebrahimi-Tazangi F, Hekmatara S H, Seyed-Yazdi J. Remarkable microwave absorption of GO-SiO_2/Fe_3O_4 via an effective design and optimized composition[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 854: 157213.

[24] Wu Fei, Liu Zihao, Wang Jiqi, et al. Template-free self-assembly of MXene and CoNi-bimetal MOF into intertwined one-dimensional heterostructure and its microwave absorbing properties[J]. Chemical Engineering Journal, 2021, 422: 130591.

[25] Xu Dongwei, Liu Jialiang, Chen Ping, et al. In situ growth and pyrolysis synthesis of super-hydrophobic graphene aerogels embedded with ultrafine β-Co nanocrystals for microwave absorption[J]. Journal of Materials Chemistry C, 2019, 7(13): 3869-3880.

[26] Chen Jiabin, Zheng Jing, Wang Fan, et al. Carbon fibers embedded with FeIII-MOF-5-derived composites for enhanced microwave absorption[J]. Carbon, 2021, 174: 509-517.

[27] Derakhshani M, Taheri-Nassaj E, Jazirehpour M, et al. Microwave absorption properties of porous NiZn ferrite powders synthesized by solution combustion method: effect of fuel contents[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 886: 161195.

[28] Park J H, Ro J C, Suh S J. Fe/Co ratio dependent excellent microwave absorption of FeCo alloys with a wide bandwidth in the high-frequency region[J]. Materials Research Bulletin, 2022, 145: 111513.

[29] Liang Leilei, Liu Zhuo, Xie Lijing, et al. Bamboo-like N-doped carbon tubes encapsulated CoNi nanospheres towards efficient and anticorrosive microwave absorbents[J]. Carbon, 2021, 171: 142-153.

[30] Lu B, Dong X L, Huang H, et al. Microwave absorption properties of the core/shell-type iron and nickel nanoparticles[J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2008, 320(6): 1106-1111.

[31] Han Yue, Wang Guowu, Xu Zhibiao, et al. Fe4N soft magnetic composite with ultra-low eddy current loss and excess loss above megahertz[J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2024, 609: 172467.