

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN THỊ MINH GIANG

**CHẾ TẠO VÀ NGHIÊN CỨU TÍNH CHẤT
QUANG, TỬ CỦA VẬT LIỆU NANÔ TINH THỂ
NỀN COBALT**

LUẬN VĂN THẠC SĨ QUANG HỌC

THÁI NGUYÊN, 10/2018

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

NGUYỄN THỊ MINH GIANG

**CHẾ TẠO VÀ NGHIÊN CỨU TÍNH CHẤT
QUANG, TỬ CỦA VẬT LIỆU NANÔ TINH THỂ
NỀN COBALT**

Chuyên ngành: Quang học

Mã số: 8.44.01.10

LUẬN VĂN THẠC SĨ QUANG HỌC

Người hướng dẫn khoa học: TS. NGUYỄN XUÂN TRƯỜNG

THÁI NGUYÊN, 10/2018

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi, các kết quả nghiên cứu là trung thực và chưa được công bố trong bất kỳ công trình nào khác.

Thái Nguyên, ngày tháng năm 2018

Học viên

Nguyễn Thị Minh Giang

Xác nhận
của trưởng khoa chuyên môn

Xác nhận
của giảng viên hướng dẫn khoa học

TS. Nguyễn Xuân Trường

LỜI CẢM ƠN

Để có bản luận văn này, tôi xin gửi lời cảm ơn chân thành nhất đến người thầy của tôi là TS. Nguyễn Xuân Trường. Thầy đã luôn giúp đỡ, tận tình hướng dẫn, chỉ bảo ân cần những kiến thức khoa học, những phương pháp thực nghiệm quý báu trong suốt quãng thời gian thực hiện luận văn này.

Tôi xin bày tỏ lòng biết ơn chân thành đến TS. Vương Thị Kim Oanh, đã truyền cho tôi những phương pháp, chia sẻ những kinh nghiệm và những nguồn cảm hứng ngay từ buổi đầu nghiên cứu khoa học tại Viện Khoa học vật liệu - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

Một lần nữa tôi cũng xin gửi lời cảm ơn tới toàn thể các thầy, cô đã và đang công tác tại Khoa Vật lý và Công nghệ, Trường Đại học Khoa học - Đại học Thái Nguyên đã trang bị cho tôi thật nhiều những bài học bổ ích và kỹ năng nghiên cứu khoa học. Đó là những hành trang quý báu giúp tôi học tập, giảng dạy tốt trong tương lai.

Tôi cũng xin gửi lời cảm ơn tới Quỹ Phát triển khoa học và công nghệ Quốc gia (NAFOSTED).

Sau cùng, tôi xin dành sự cảm ơn sâu sắc tới Ông, Bà, Bố, Mẹ và những người thân trong gia đình đã luôn khuyến khích và giúp đỡ tôi trong cuộc sống. Đặc biệt, tôi muốn dành bản luận văn này tới chồng và các con tôi như một lời cảm ơn sâu sắc nhất vì những tình cảm vô giá, sự chia sẻ, nguồn động lực lớn lao nhất để tôi có thể hoàn thành bản luận văn này.

Thái Nguyên, ngày tháng năm 2018

MỤC LỤC

LỜI CAM ĐOAN	i
LỜI CẢM ƠN	ii
MỤC LỤC	iii
DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VÀ CHỮ VIẾT TẮT	v
DANH MỤC CÁC BẢNG	vi
DANH MỤC CÁC HÌNH VẼ	vii
MỞ ĐẦU	1
Chương 1: TỔNG QUAN	4
1.1. Giới thiệu chung về vật liệu nano	4
1.1.1. Phân loại vật liệu nano	4
1.1.2. Các hiệu ứng xảy ra khi vật liệu ở kích thước nano	5
1.1.3. Các phương pháp chế tạo nano	9
1.2. Tổng quan về nano oxít cobalt và nano kim loại cobalt	10
1.2.1. Tổng quan về nano oxít cobalt	10
1.2.2. Kết quả nghiên cứu tính chất quang, từ của các hạt nano Co_xO_y	12
1.2.3. Cấu trúc và tính chất của kim loại cobalt	14
Kết luận chương 1	16
Chương 2: THỰC NGHIỆM	17
2.1. Phương pháp chế tạo mẫu	17
2.1.1. Chế tạo mẫu cobalt oxit	17
2.1.2. Chế tạo mẫu cobalt kim loại	18
2.2. Các phương pháp khảo sát đặc trưng của mẫu	19
2.2.1. Nhiễu xạ tia X	19
2.2.2. Kính hiển vi điện tử quét (SEM)	21
2.2.3. Hệ từ kế mẫu rung (VSM)	22
2.2.4. Phổ hấp thụ phân tử UV-VIS	23
Chương 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	25
3.1. Kết quả nghiên cứu chế tạo hạt nano Ôxít Cobalt	25

3.1.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến cấu trúc, tỷ phần pha của Co_3O_4	25
3.1.2. Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến kích thước hạt.....	29
3.1.3. Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến tính chất quang.....	31
3.1.4. Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến tính từ.....	33
3.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian nung tại 750 °C lên phẩm chất của các hạt nano oxit cobalt.....	34
3.3. Kết quả nghiên cứu chế tạo hạt nano Cobalt.....	37
3.3.1. Chế tạo cobalt kim loại sử dụng tiền chất CoCO_3	37
3.3.2. Chế tạo cobalt kim loại sử dụng tiền chất $\text{Co}(\text{OH})_2$	39
KẾT LUẬN	44
TÀI LIỆU THAM KHẢO	46

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VÀ CHỮ VIẾT TẮT

FE-SEM	:	Kính hiển vi điện tử quét- phát xạ trường (Field Emission Scanning Electron Microscope)
FT-IR	:	Phổ hấp thụ hồng ngoại Fourier
TEM	:	Kính hiển vi điện tử truyền qua (Transmission Electron Microscopy)
VSM	:	Từ kế mẫu rung (Vibrating Sample Magnetometer)
XRD	:	Nhiều xạ tia X
UV-vis	:	Phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử (Ultraviolet-visible spectroscopy)

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1: Số nguyên tử và năng lượng bề mặt của hạt nano hình cầu	6
Bảng 1.2: Độ dài đặc trưng của một số tính chất của vật liệu.....	8
Bảng 1.3: Tính chất vật lý của kim loại Cobalt.....	15
Bảng 3.1: Bảng tổng hợp giá trị năng lượng vùng cấm và độ chênh lệch độ rộng vùng cấm ứng với các mẫu có nhiệt độ nung khác nhau	32

DANH MỤC CÁC HÌNH VẼ

Hình 1.1:	Miêu tả dây nano và ống nano.....	4
Hình 1.2:	Miêu tả hạt nano và đám nano.....	5
Hình 1.3:	(a) Năng lượng của điện tử tự do phụ thuộc vào vectơ sóng theo hàm parabol, (b) Mật độ trạng thái tính theo năng lượng đối với điện tử tự do. Ta thấy năng lượng của các điện tử tự do phụ thuộc vào vectơ sóng k theo hàm parabol, các trạng thái phân bố gần như liên tục với 2 hàm sóng riêng biệt.....	9
Hình 1.4:	a) Ảnh SEM của dây Co_3O_4 ; b) ảnh TEM của các hạt nano CoO	10
Hình 1.5:	Cấu trúc tinh thể của CoO (a) và Co_3O_4 (b)	11
Hình 1.6:	Sơ đồ tiến trình xúc tác quang tách nước thành H_2 và O_2	12
Hình 1.7:	Phổ truyền qua của Co_3O_4	13
Hình 1.8:	Cấu trúc tinh thể của Cobalt	14
Hình 1.9:	Sự dị hướng từ của tinh thể Cobalt.....	15
Hình 2.1:	Mô hình hình học của hiện tượng nhiễu xạ tia X.	20
Hình 2.2:	Nhiều xạ kế tia X D8 Advance Bruker	20
Hình 2.3:	Các tín hiệu nhận được từ mẫu.	21
Hình 2.4:	Ảnh chụp kính hiển vi điện tử quét phát xạ trường Hitachi S-4800.	22
Hình 3.1:	Giản đồ nhiễu xạ tia X của mẫu khi nung tại 250°C	26
Hình 3.2:	Giản đồ nhiễu xạ tia X của mẫu khi nung tại 450°C	26
Hình 3.3:	Giản đồ nhiễu xạ tia X của mẫu khi nung tại 650°C	27
Hình 3.4:	Giản đồ nhiễu xạ tia X của mẫu khi nung tại 750°C	28
Hình 3.5:	Giản đồ nhiễu xạ tia X của mẫu khi nung tại 850°C	28
Hình 3.6:	Ảnh SEM của mẫu tại nhiệt độ nung 250°C (a và b) và 450°C (c và d) với thang đo $2\ \mu\text{m}$ và $500\ \text{nm}$	29
Hình 3.7:	Ảnh SEM của mẫu tại nhiệt độ nung 650°C và 750°C	30
Hình 3.8:	Ảnh SEM của mẫu tại nhiệt độ nung 850°C với thang đo $5\ \mu\text{m}$ và $500\ \text{nm}$	30

Hình 3.9: Phổ hấp thụ UV- Vis của mẫu khi nung tại các nhiệt độ khác nhau: (a)T= 250°C, (b)T= 450°C, (c) T= 650°C, (d) T= 750°C, e) T= 850°C	31
Hình 3.10: Đường M(H) của các mẫu nung ở các nhiệt độ khác nhau: (a)T= 250°C, (b)T= 450°C, (c) T= 650°C, (d) T= 750°C, e) T= 850°C	33
Hình 3.11: Giản đồ XRD của mẫu nung tại nhiệt độ 750 °C trong: a) 0,5 giờ; b) 1 giờ, c) 1,5 giờ và d) 3 giờ.	34
Hình 3.12: Ảnh SEM của mẫu nung tại nhiệt độ 750 °C trong: a) 0,5 giờ; b) 1 giờ, c) 1,5 giờ và d) 3 giờ.	35
Hình 3.13: Phổ hấp thụ UV- vis của mẫu khi nung tại nhiệt độ T= 750°C: a) t = 0,5 giờ; b) t = 1 giờ; c) t = 1,5 giờ và d) t = 3 giờ	36
Hình 3.14: Đường từ độ M(H) của mẫu khi nung tại nhiệt độ T= 750°C: a) t = 0,5 giờ; b) t = 1 giờ; c) t = 1,5 giờ và d) t = 3 giờ	37
Hình 3.15: Giản đồ XRD của mẫu CoCO ₃ , các vạch thẳng đứng tương ứng với các định lý thuyết của pha CoCO ₃	37
Hình 3.16: Giản đồ XRD của mẫu I khử ở 250 °C trong 2 giờ	38
Hình 3.17: Giản đồ XRD của mẫu I khử tại 300 °C trong 2 giờ.....	39
Hình 3.18: Ảnh SEM (a) và đường từ độ (b) của mẫu I khử ở 300 °C trong 2 giờ ..	39
Hình 3.19: Giản đồ XRD và ảnh SEM của mẫu Co(OH) ₂ sau sấy tại 100 °C.....	40
Hình 3.20: Giản đồ XRD của mẫu II khử tại 250 °C trong 2 giờ.	41
Hình 3.21: Giản đồ XRD của mẫu II khử tại 280 °C trong 2 giờ.	41
Hình 3.22: Giản đồ XRD của mẫu II khử tại 300 °C trong 2 giờ.	42
Hình 3.23: Ảnh SEM (a) và đường từ độ (b) của mẫu II khử ở 300 °C trong 2 giờ	42