

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

HOÀNG THỊ LỆ THUYẾT

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VÀ TÍNH CHẤT TỪ
CỦA MẪU BỘT BiFeO_3 PHA TẠP Mn

LUẬN VĂN THẠC SĨ VẬT LÝ

Thái Nguyên, năm 2018

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

HOÀNG THỊ LỆ THUYẾT

**NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VÀ TÍNH CHẤT TỪ
CỦA MẪU BỘT BiFeO_3 PHA TẠP Mn**

Nghành: VẬT LÝ CHẤT RẮN

Mã số: 8 44 01 04

LUẬN VĂN THẠC SĨ VẬT LÝ

Người hướng dẫn khoa học: TS. PHẠM MAI AN

Thái Nguyên, năm 2018

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan luận văn này là công trình nghiên cứu của tôi và nhóm nghiên cứu dưới sự hướng dẫn của TS. Phạm Mai An. Các kết quả và số liệu trong luận văn là do nhóm chúng tôi cùng thực hiện, hoàn toàn trung thực và không trùng lặp với bất kì công trình nào đã công bố.

Ngày.....tháng.....năm 2018

Tác giả luận văn

HOÀNG THỊ LỆ THUY

Xác nhận

của Trưởng khoa chuyên môn

Xác nhận

của Người hướng dẫn khoa học

TS. CAO TIẾN KHOA

TS. PHẠM MAI AN

LỜI CẢM ƠN

Trước tiên, tôi xin bày tỏ sự kính trọng và biết ơn sâu sắc đến TS. Phạm Mai An, Khoa Vật lý – Trường Đại học sư phạm Thái Nguyên, thầy là người đã trực tiếp hướng dẫn tôi trong suốt thời gian qua. Thầy đã tận tình giúp đỡ, hướng dẫn, tạo mọi điều kiện tốt nhất để tôi có thể hoàn thành tốt luận văn này.

Tôi xin chân thành cảm ơn Ban Giám hiệu, Khoa Vật lý và phòng Sau đại học của Trường Đại học sư phạm Thái Nguyên, đã tạo điều kiện tốt nhất để tôi hoàn thành khoá học tại trường.

Tôi xin chân thành cảm ơn các thầy cô làm việc tại Phòng thí nghiệm Siêu cấu trúc – Viện Vệ sinh Dịch tễ Trung ương, ThS. Phạm Anh Sơn làm việc tại Phòng thí nghiệm Hoá học – trường Đại học Khoa học Tự Nhiên – Đại học Quốc gia Hà Nội, TS. Lê Anh Tuấn làm việc tại Viện Tiên tiến khoa học và công nghệ – Trường Đại học Bách Khoa Hà Nội đã giúp đỡ tôi thực hiện các phép đo tại đơn vị.

Lời cảm ơn cuối cùng, tôi dành để cảm ơn tới bố mẹ, anh chị em và những người thân trong gia đình đã động viên và tạo điều kiện tốt nhất về mọi mặt giúp tôi hoàn thành luận văn này.

Thái Nguyên, tháng 9 năm 2018

Tác giả luận văn

HOÀNG THỊ LỆ THUY

MỤC LỤC

	Trang
LỜI CAM ĐOAN	i
LỜI CẢM ƠN.....	ii
MỤC LỤC	iii
DANH MỤC THUẬT NGỮ VIẾT TẮT	iv
DANH MỤC BẢNG BIỂU	v
DANH MỤC HÌNH VẼ	vi
MỞ ĐẦU	1
1. Lý do chọn đề tài.	1
2. Mục tiêu, nhiệm vụ của đề tài	3
3. Đối tượng và phạm vi nghiên cứu	3
4. Phương pháp nghiên cứu	3
5. Ý nghĩa khoa học và thực tiễn của đề tài	4
6. Cấu trúc luận văn.....	4
Chương 1. TỔNG QUAN VỀ VẬT LIỆU MULTIFERROIC BFO	5
1.1. Cấu trúc và tính chất của vật liệu perovskite	5
1.1.1. Cấu trúc perovskite.....	5
1.1.2. Tính chất của vật liệu perovskite.....	6
1.2. Cấu trúc tinh thể BiFeO ₃	7
1.3. Tính chất từ của vật liệu BiFeO ₃	9
1.4. Ảnh hưởng của kích thước lên tính chất của vật liệu BiFeO ₃	11
1.5. Ảnh hưởng của ion tạp chất nhóm 3d lên cấu trúc và tính chất từ của vật liệu BiFeO ₃	14
1.6. Phương pháp Sol - gel chế tạo vật liệu.....	21
Kết luận chương 1.....	21
Chương 2. PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO VÀ KHẢO SÁT TÍNH CHẤT CỦA MẪU BỘT NANO BiFe _{1-x} Mn _x O ₃	23

2.1. Phương pháp chế tạo mẫu bột $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$	23
2.2. Các phương pháp thực nghiệm nghiên cứu cấu trúc và tính chất từ của mẫu.....	25
2.2.1. Phép đo nhiễu xạ tia X	25
2.2.2. Chụp ảnh hiển vi điện tử quét	28
2.2.3. Khảo sát đường cong từ trễ bằng từ kế mẫu rung VSM	29
Kết luận chương 2.....	31
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	32
3.1. Giảm nhiễu xạ tia X của các mẫu bột $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$	32
3.2. Ảnh SEM của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$	39
3.3. Đặc trưng từ trễ của các mẫu bột $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$	40
Kết luận chương 3.....	45
KẾT LUẬN	46
TÀI LIỆU THAM KHẢO	47

DANH MỤC THUẬT NGỮ VIẾT TẮT

Chữ viết tắt	Tiếng Việt
BFO	Bismuth ferrite – BiFeO ₃
SEM	Kính hiển vi điện tử quét
PTCR	Hiệu ứng nhiệt điện trở dương
VSM	Từ kế mẫu rung
XRD	Nhiễu xạ tia X
CMR	Hiệu ứng từ điện trở siêu khổng lồ
HT	Phương pháp thủy nhiệt
SG	Phương pháp sol – gel
FM	Sắt từ
AFM	Phản sắt từ
EDX/EDS	Phổ tán sắc năng lượng tia X

DANH MỤC BẢNG BIỂU

	Trang
Bảng 3.1. Các thông số cấu trúc của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$	37
Bảng 3.2. Giá trị từ độ dư M_r , từ độ bão hòa M_S và lực kháng từ của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ khảo sát ở nhiệt độ phòng.....	43

DANH MỤC HÌNH VẼ

Trang

Hình 1.1. Cấu trúc perovskite lý tưởng (a) và sự sắp xếp của các bát diện trong cấu trúc perovskite lý tưởng (b) [7], [38].	6
Hình 1.2. Cấu trúc mặt thoi của vật liệu BiFeO_3 [5], [52]	8
Hình 1.3. Cấu trúc ô cơ sở của tinh thể BiFeO_3 ở dạng lục giác và giả lập phương xây dựng trên nhóm không gian R_{3C} [26].	9
Hình 1.4. (a) Trật tự phản sắt từ kiểu G; (b) Momen sắt từ yếu gây ra bởi sự nghiêng spin và tương tác D - M; (c) Cấu trúc sóng spin [5], [43].	10
Hình 1.5. Giảm độ pha $\text{Bi}_2\text{O}_3 - \text{Fe}_2\text{O}_3$ [7], [44].	11
Hình 1.6. Sự phụ thuộc của tính chất từ vào kích thước của các hạt nano BFO: a) đường cong từ trễ [8], [51]; b) nhiệt độ chuyển pha T_N [8], [49]	13
Hình 1.7. Phổ nhiễu xạ tia X của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_3$ (a. $x = 0,00$; b. $x = 0,05$; c. $x = 0,10$) [40]	15
Hình 1.8. Sự chuyển cấu trúc tinh thể của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ (BM-5; BM-10; BM-15) [28].	16
Hình 1.9. Phổ nhiễu xạ tia X của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ (BM-5; BM-10; BM-15) [28].	16
Hình 1.10. Phổ nhiễu xạ tia X của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ ($x = 0,10$; $x = 0,15$; $x = 0,20$) [12].	17
Hình 1.11. Đường cong từ trễ của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ (BM-5; BM-10; BM-15) [28]	18
Hình 1.12. Đường cong từ trễ của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ ($x = 0,00$; $0,025$; $0,05$; $0,075$) [22]	18
Hình 1.13. Giảm độ nhiễu xạ tia X của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ (a. $x = 0,00$; b. $x = 0,02$; c. $x = 0,04$; d. $x = 0,06$; e. $x = 0,08$; f. $x = 0,10$)	19
Hình 1.14. Sự phụ thuộc của từ độ M vào từ trường ngoài H của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ ($x = 0,00$; $0,02$; $0,04$; $0,06$; $0,08$; $0,10$) khảo sát ở nhiệt độ phòng.	20

Hình 2.1. Sơ đồ quy trình chế tạo hạt nano $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$	24
Hình 2.2. Quá trình khuấy và gia nhiệt.....	24
Hình 2.3. Mẫu bột nano $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$	24
Hình 2.4. Sơ đồ nguyên lý nhiễu xạ tia X trên tinh thể.....	26
Hình 2.5. Thiết bị đo X-ray D8 Advance Brucker	27
Hình 2.6. Sơ đồ cấu tạo và nguyên tắc hoạt động của hiển vi điện tử quét (SEM) [6].....	29
Hình 2.7. Sơ đồ cấu tạo của hệ đo từ kế mẫu rung [3].....	30
Hình 3.1. Giảm đồ nhiễu xạ tia X của mẫu BiFeO_3	32
Hình 3.2. Giảm đồ nhiễu xạ tia X của mẫu $\text{BiFe}_{0,95}\text{Mn}_{0,05}\text{O}_3$	33
Hình 3.3. Giảm đồ nhiễu xạ tia X của mẫu $\text{BiFe}_{0,945}\text{Mn}_{0,055}\text{O}_3$	33
Hình 3.4. Giảm đồ nhiễu xạ tia X của mẫu $\text{BiFe}_{0,94}\text{Mn}_{0,06}\text{O}_3$	34
Hình 3.5. Giảm đồ nhiễu xạ tia X của mẫu $\text{BiFe}_{0,935}\text{Mn}_{0,065}\text{O}_3$	34
Hình 3.6. Giảm đồ nhiễu xạ tia X của mẫu $\text{BiFe}_{0,93}\text{Mn}_{0,07}\text{O}_3$	35
Hình 3.7. Giảm đồ nhiễu xạ tia X của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ ($x = 0,00; 0,05; 0,055; 0,06; 0,065; 0,07$).....	36
Hình 3.8. Ảnh SEM của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ ($x = 0,00; 0,05; 0,055; 0,06; 0,065; 0,07$).....	39
Hình 3.9. Đường cong từ trễ của mẫu BiFeO_3	41
Hình 3.10. Đường cong từ trễ của mẫu $\text{BiFe}_{0,95}\text{Mn}_{0,05}\text{O}_3$	41
Hình 3.11. Đường cong từ trễ của mẫu $\text{BiFe}_{0,945}\text{Mn}_{0,055}\text{O}_3$	41
Hình 3.12. Đường cong từ trễ của mẫu $\text{BiFe}_{0,94}\text{Mn}_{0,06}\text{O}_3$	41
Hình 3.13. Đường cong từ trễ của mẫu $\text{BiFe}_{0,935}\text{Mn}_{0,065}\text{O}_3$	41
Hình 3.14. Đường cong từ trễ của mẫu $\text{BiFe}_{0,93}\text{Mn}_{0,07}\text{O}_3$	41
Hình 3.15. Sự phụ thuộc của từ độ M vào từ trường ngoài H của hệ mẫu $\text{BiFe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}_3$ ($x = 0,00; 0,05; 0,055; 0,06; 0,065; 0,07$) khảo sát ở nhiệt độ phòng ..	42
Hình 3.16. Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của từ độ bão hòa M_S vào tỉ lệ pha tạp ($x = 0,00; 0,05; 0,055; 0,06; 0,065; 0,07$).....	44