

BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC BÁCH KHOA HÀ NỘI



**ĐÀO THỊ THỦY NGUYỆT**

**NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VÀ TÍNH CHẤT TỪ CỦA  
PHERIT GANET  $R_3Fe_5O_{12}$  ( $R = Y, Gd, Tb, Dy, Ho$ )  
KÍCH THƯỚC NANOMET**

**LUẬN ÁN TIẾN SĨ KHOA HỌC VẬT LIỆU**

**Hà Nội - 2014**

BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC BÁCH KHOA HÀ NỘI



**ĐÀO THỊ THỦY NGUYỆT**

**NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VÀ TÍNH CHẤT TỪ CỦA  
PHERIT GANET  $R_3Fe_5O_{12}$  (R = Y, Gd, Tb, Dy, Ho)  
KÍCH THƯỚC NANOMET**

Chuyên ngành: Vật liệu điện tử

Mã số: 62440123

**LUẬN ÁN TIẾN SĨ KHOA HỌC VẬT LIỆU**

HƯỚNG DẪN KHOA HỌC:

1. PGS. TS. Nguyễn Phúc Dương
2. GS. TSKH. Thân Đức Hiền

Hà Nội - 2014

## **LỜI CAM ĐOAN**

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi dưới sự hướng dẫn của PGS. TS Nguyễn Phúc Dương và GS. TSKH Thân Đức Hiền. Các số liệu, kết quả trong luận án hoàn toàn trung thực và chưa từng được ai công bố trong bất kỳ công trình nào.

Tác giả luận án

**Đào Thị Thủy Nguyệt**

Thay mặt tập thể hướng dẫn

**PGS. TS Nguyễn Phúc Dương**

## LỜI CẢM ƠN

*Tôi xin bày tỏ lòng biết ơn đến PGS. TS Nguyễn Phúc Dương và GS. TSKH Thân Đức Hiền, hai người thầy đã nhiệt tình hướng dẫn và giúp đỡ tôi về mặt chuyên môn trong suốt thời gian học tập và nghiên cứu tại viện ITIMS. Tôi cũng vô cùng biết ơn và cảm động trước những lời động viên kịp thời, những lời góp ý chân thành của hai thầy trong những lúc khó khăn cả về công việc lẫn trong cuộc sống. Với tôi, đây là người anh lớn, người cha lớn mà tôi rất tự hào vì đã được học tập và trưởng thành dưới sự hướng dẫn và giúp đỡ của hai thầy.*

*Tôi xin chân thành cảm ơn ban lãnh đạo Viện ITIMS và các thầy, cô, anh, chị cán bộ nhân viên trong Viện ITIMS, đã tạo điều kiện và giúp đỡ tôi trong thời gian qua.*

*Tôi xin chân thành cảm ơn TS Takuya Satoh, Khoa Vật lý, Trường Đại học Tổng hợp Kyushu, Nhật Bản, người đã giúp tôi thực hiện các phép đo từ ở nhiệt độ thấp.*

*Tôi cũng xin cảm ơn tập thể các anh chị em nghiên cứu sinh, học viên cao học đã cùng tôi học tập và giúp đỡ tôi trong lĩnh vực chuyên môn và cả trong cuộc sống.*

*Tôi xin bày tỏ lòng biết ơn đối với bố mẹ và đại gia đình nội ngoại hai bên, bạn bè – những người luôn ủng hộ và động viên tôi hoàn thành tốt công việc.*

*Cảm ơn chồng và con gái Minh Khuê – món quà bất ngờ, cũng là niềm động viên khích lệ lớn nhất của tôi trong thời gian thực hiện luận án.*

*Tôi mong mọi người hãy nhận lấy từ tôi lòng biết ơn và những tình cảm tốt đẹp nhất. Chúc mọi người luôn mạnh khỏe, vui vẻ và chúng ta sẽ lại cùng nhau bước tiếp những chặng đường mới.*

Hà Nội ngày 26 tháng 9 năm 2014

Tác giả

**Đào Thị Thủy Nguyệt**

# MỤC LỤC

<b>Mở đầu</b>	1
<b>Chương 1. Tổng quan về pherit ganet dạng khối và dạng hạt kích thước nanomet</b>	4
<b>1.1 Pherit ganet dạng khối</b>	4
1.1.1 Cấu trúc tinh thể của pherit ganet	4
1.1.2 Các tính chất từ của pherit ganet	7
1.1.2.1 Mômen từ	7
1.1.2.2 Nhiệt độ bù trừ	13
1.1.2.3 Dị hướng từ tinh thể	13
1.1.2.4 Lực kháng từ ở quanh điểm bù trừ	16
1.1.3 Một số ứng dụng của pherit ganet	22
1.1.3.1 Pherit ganet trong linh kiện cao tần và linh kiện truyền dẫn tín hiệu vô tuyến	22
1.1.3.2 Pherit ganet trong các ứng dụng quang học	23
1.1.3.3 Pherit ganet trong ứng dụng làm lạnh từ	24
1.1.3.4 Pherit ganet trong các ứng dụng y sinh	25
1.1.3.5 Các ứng dụng khác	25
<b>1.2. Pherit ganet dạng hạt kích thước nanomet</b>	26
1.2.1 Các hạt nano YIG	26
1.2.1.1 Ảnh hưởng của công nghệ chế tạo lên cấu trúc và kích thước hạt	26
1.2.1.2 Ảnh hưởng của kích thước hạt lên mômen từ và nhiệt độ Curie	29
1.2.1.3 Ảnh hưởng của kích thước hạt lên lực kháng từ	33
1.2.1.4 Ảnh hưởng của nguyên tố pha tạp lên cấu trúc và tính chất	39
1.2.2 Các hạt nano pherit ganet đất hiếm RIG	43
1.2.2.1 Ảnh hưởng của công nghệ chế tạo lên cấu trúc vật liệu	43
1.2.2.2 Ảnh hưởng của sự biến đổi hóa trị của các ion từ tính lên mômen từ và nhiệt độ Curie	43

<b>1.3 Kết luận chương 1</b>	45
<b>Chương 2. Công nghệ chế tạo và các phương pháp nghiên cứu</b>	47
<b>2.1 Các phương pháp chế tạo hạt nano perit ganet</b>	47
2.1.1 Phương pháp nghiền bi	48
2.1.2 Phương pháp đồng kết tủa từ dung dịch	49
2.1.3 Phương pháp sol-gel	50
2.1.4 Các phương pháp khác	53
<b>2.2 Các phương pháp nghiên cứu cấu trúc và tính chất từ</b>	53
2.2.1 Phương pháp phân tích nhiệt DTA-TGA	53
2.2.2 Phương pháp nhiễu xạ tia X	54
2.2.3 Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua	55
2.2.4 Phân tích thành phần hóa học bằng phổ tán sắc năng lượng	56
2.2.5 Phương pháp hiển vi điện tử quét	56
2.2.6 Phương pháp nghiên cứu tính chất từ bằng thiết bị giao thoa kế lượng tử siêu dẫn SQUID	57
2.2.7 Phương pháp nghiên cứu tính chất từ bằng thiết bị từ kế mẫu rung VSM	58
<b>2.3 Kết luận chương 2</b>	58
<b>Chương 3. Cấu trúc và tính chất từ các hạt <math>Y_3Fe_5O_{12}</math> kích thước nanomet</b>	60
<b>3.1 Giảm độ phân tích nhiệt của mẫu gel YIG</b>	61
<b>3.2 Cấu trúc, kích thước và thành phần của các hạt nano YIG</b>	62
<b>3.3 Tính chất từ của các hạt nano YIG</b>	65
3.3.1 Mômen từ	65
3.3.2 Nhiệt độ Curie	71
3.3.3 Lực kháng từ	73
3.3.4 Hằng số dị hướng và tương tác giữa các hạt	74
<b>3.4 Kết luận chương 3</b>	76
<b>Chương 4. Cấu trúc và tính chất từ các hạt <math>Gd_3Fe_5O_{12}</math> kích thước</b>	

<b>nanomet</b>	78
<b>4.1 Cấu trúc, kích thước và thành phần của các hạt nano GdIG</b>	79
<b>4.2 Tính chất từ của các hạt nano GdIG</b>	81
4.2.1 Mômen từ, nhiệt độ bù trừ và nhiệt độ Curie	81
4.2.2 Độ cảm từ ở từ trường cao	88
4.2.3 Lực kháng từ và dị hướng từ tinh thể	91
<b>4.3 Kết luận chương 4</b>	94
<b>Chương 5. Cấu trúc và tính chất từ các hạt <math>R_3Fe_5O_{12}</math> (<math>R = Tb, Dy, Ho</math>) kích thước nanomet</b>	95
<b>5.1 Cấu trúc, kích thước và thành phần các hạt nano RIG (<math>R = Tb, Dy, Ho</math>)</b>	96
<b>5.2 Tính chất từ của các hạt nano RIG (<math>R = Tb, Dy, Ho</math>)</b>	99
5.2.1 Mômen từ tự phát, nhiệt độ Curie và nhiệt độ bù trừ	100
5.2.2 Độ cảm từ ở từ trường cao	109
5.2.3 Lực kháng từ và dị hướng từ tinh thể	111
<b>5.3 Kết luận chương 5</b>	113
<b>Kết luận và kiến nghị</b>	114
<b>Tài liệu tham khảo</b>	

# DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VÀ CHỮ VIẾT TẮT

## 1. Chữ viết tắt

RIG:	$R_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ( $R = \text{Y, Gd, Dy, Ho, Tb}$ ) Pherit ganet đất hiếm
YIG:	$\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$
GdIG:	$\text{Gd}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$
DyIG:	$\text{Dy}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$
HoIG:	$\text{Ho}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$
TbIG:	$\text{Tb}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$
DTA:	Phân tích nhiệt vi sai (Differential Thermal Analysis)
EDX:	Phổ tán sắc năng lượng tia X (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)
FC:	Làm lạnh có từ trường (Field Cooled)
FESEM:	Hiển vi điện tử quét phát xạ trường (Field Emission Scanning Electron Microscope)
FMR	Phổ cộng hưởng sắt từ (Ferromagnetic Resonance)
MFA:	Phương pháp gần đúng trường phân tử (Molecular Field Approximation)
SQUID:	Thiết bị giao thoa kế lượng tử siêu dẫn (Superconducting Quantum Interference Device)
SEM:	Hiển vi điện tử quét (Scanning Electron Microscope)
TEM:	Kính hiển vi điện tử truyền qua (Transmission Electron Microscope)
TGA:	Phân tích nhiệt khối lượng (Thermogravimetry Analysis)
VSM:	Từ kế mẫu rung (Vibrating Sample Magnetometer)
XRD:	Nhiễu xạ tia X (X-ray Diffraction)
XPS:	Phổ huỳnh quang tia X (X-ray Photoelectron Spectroscopy)
ZFC:	Làm lạnh không có từ trường (Zero Field Cooled)



## 2. Các kí hiệu

$\mu$  : Mômen từ riêng của một hạt

$\alpha$  : Số mũ tới hạn trong hàm Bloch

$\nu$  : Số mũ độ dài tương quan

$\tau$  : Thời gian hồi phục siêu thuận từ

$\mu_B$  : Manheton-Bo

$a$  : Hằng số mạng

$\rho$  : Mật độ khối lượng

$M$  : Phân tử lượng

$N_A$  : Số Avogadro

$[a], \{c\}, (d)$  : Ba phân mạng trong pherit ganet

$D_s, D_c$  : Kích thước giới hạn siêu thuận từ và kích thước giới hạn đơn đômen

$D$  : Kích thước trung bình của hạt

$d_{TEM}$  : Kích thước hạt xác định theo ảnh TEM

$d_{SEM}$  : Kích thước hạt xác định theo ảnh SEM

$d_{XRD}$  : Kích thước tinh thể xác định từ nhiễu xạ tia X

$H$  : Từ trường

$H_c$  : Lực kháng từ

$I$  : Từ độ

$J$  : Tích phân tương tác trao đổi

$K$  : Hằng số dị hướng

$K_{eff}$  : Hằng số dị hướng từ hiệu dụng

$K_S$  : Hằng số dị hướng bề mặt

$L(a)$  : Hàm Langevin

$M_s$  : Mômen từ tự phát

$S$  : Mômen spin

$L$  : Mômen từ quỹ đạo

$t$  : Độ dày lớp vỏ phi từ

$T$  : Nhiệt độ

$T_B$  : Nhiệt độ khóa (blocking)

$T_C$  : Nhiệt độ Curie

$T_{\text{comp}}$  : Nhiệt độ bù trừ

$T_0$  : Thông số đặc trưng cho tương tác giữa các hạt

$T_{\text{tk}}$  : Nhiệt độ thiêu kết

$t_{\text{tk}}$  : Thời gian thiêu kết

$V$  : Thể tích hạt

$\chi$  : Độ cảm từ

$k_B$  : hằng số Boltzman

$A$  : hệ số phụ thuộc góc giữa từ trường đặt vào và trục tinh thể