

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

**BÁO CÁO TÓM TẮT
ĐỀ TÀI KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ CẤP ĐẠI HỌC**

**CHẾ TẠO VÀ NGHIÊN CỨU KHẢ NĂNG HẤP THỤ SÓNG
VI BA CỦA HỆ HẠT $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$**

Mã số: ĐH2015-TN06-10

Chủ nhiệm đề tài: ThS. Chu Thị Anh Xuân

Thái Nguyên, 3/ 2018

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

BÁO CÁO TÓM TẮT
ĐỀ TÀI KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ CẤP ĐẠI HỌC

**CHẾ TẠO VÀ NGHIÊN CỨU KHẢ NĂNG HẤP THỤ SÓNG
VI BA CỦA HỆ HẠT $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$**

Mã số: ĐH2015-TN06-10

Xác nhận của tổ chức chủ trì
(ký, họ tên, đóng dấu)

Chủ nhiệm đề tài
(ký, họ tên)

Chu Thị Anh Xuân

Thái Nguyên, 3/ 2018

**DANH SÁCH NHỮNG THÀNH VIÊN THAM GIA NGHIÊN CỨU ĐỀ TÀI VÀ ĐƠN
VỊ PHỐI HỢP CHÍNH**

Danh sách những thành viên tham gia nghiên cứu đề tài:

STT	Họ và tên	Cơ quan công tác
1	ThS. Nguyễn Văn Khiển	Trường ĐH Khoa học - ĐHTN
2	ThS. Lê Thị Tuyết Ngân	Trường ĐH Khoa học - ĐHTN

Đơn vị phối hợp chính:

- Phòng Thí nghiệm các Vật liệu Từ và Siêu dẫn – Viện KH Vật liệu – Viện Hàn lâm khoa học & công nghệ Việt Nam.
- Người đại diện: PGS. TS. Đỗ Hùng Mạnh

MỤC LỤC

DANH MỤC BẢNG BIỂU.....	i
DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT.....	i
THÔNG TIN KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU.....	ii
MỞ ĐẦU.....	1
CHƯƠNG 1. TỔNG QUAN.....	3
1.1. Lịch sử hình thành và phát triển của vật liệu hấp thụ sóng vi ba.....	3
1.2. Sự tán xạ và phản xạ sóng điện từ gây bởi vật liệu.....	3
1.3. Các kỹ thuật khử phản xạ.....	3
1.3.1. Khử phản xạ bằng cấu trúc hình dạng.....	3
1.3.2. Kỹ thuật khử phản xạ chủ động.....	3
1.3.3. Kỹ thuật khử phản xạ bị động.....	3
1.3.4. Kỹ thuật khử phản xạ bằng vật liệu hấp thụ.....	3
1.4. Các cơ chế hấp thụ sóng vi ba.....	4
1.4.1. Cơ chế tổn hao điện môi.....	4
1.4.2. Cơ chế tổn hao từ.....	4
1.4.3. Cơ chế tổn hao xoáy.....	4
1.4.4. Ảnh hưởng của hiệu ứng hấp thụ bề mặt.....	4
CHƯƠNG 2. CÁC KỸ THUẬT THỰC NGHIỆM.....	5
2.1. Công nghệ chế tạo mẫu.....	5
2.2. Các phương pháp đo khảo sát tính chất đặc trưng của vật liệu.....	5
2.2.1. Phân tích cấu trúc bằng nhiễu xạ tia X.....	5
2.2.2. Kính hiển vi điện tử quét (SEM).....	6
2.2.3. Từ kế mẫu rung (VSM).....	6
2.2.4. Phép đo phản xạ và truyền qua sóng vi ba.....	6
2.2.4.1. Quy trình chuẩn bị các lớp vật liệu hấp thụ.....	6
2.2.4.2. Phép đo phản xạ và truyền qua trong không gian tự do..	6
CHƯƠNG 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	8
3.1. Các đặc trưng cơ bản và tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano sắt từ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1$).....	8
3.1.1. Kết quả phân tích giản đồ nhiễu xạ tia X và chụp ảnh bề mặt SEM.....	8
3.1.2. Kết quả khảo sát tính chất từ của các hệ hạt nano chế tạo.....	8

3.1.3. Tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1$).....	9
3.2. Các đặc trưng cơ bản và tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano kim loại Fe.....	10
3.2.1. Ảnh hưởng của thời gian nghiền lên cấu trúc của các hạt nano kim loại Fe.....	10
3.2.2. Ảnh hưởng của thời gian nghiền lên tính chất từ của hệ hạt nano Fe.....	11
3.2.3. Tính chất hấp thụ sóng vi ba của hạt nano kim loại Fe.....	12
3.3. Tính chất hấp thụ sóng vi ba của các hệ hạt nano tổ hợp sắt từ/điện môi.....	14
3.3.1. Tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano tổ hợp $(100-x)\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4/x\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$	14
3.3.2. Tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano tổ hợp $(100-x)\text{Fe}/x\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4$	15
KẾT LUẬN.....	17

DANH MỤC BẢNG BIỂU

Bảng 1. Các tham số đặc trưng của các lớp hấp thụ

$\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3/\text{paraffin}$ với $x = 0; 0,1$.

Bảng 2. Kích thước hạt tinh thể trung bình của mẫu bột Fe theo các thời gian nghiền khác nhau.

Bảng 3. Giá trị độ từ hoá bão hoà của các mẫu Fe theo thời gian nghiền khác nhau

Bảng 4. Giá trị độ từ hoá bão hoà của các mẫu Fe theo thời gian bảo quản trong không khí.

Bảng 5. Giá trị f_p tính toán theo mô hình lý thuyết và quan sát thực nghiệm của tất cả các mẫu có tỷ lệ khối lượng khác nhau

Bảng 6. Tổng hợp các tham số đặc trưng hấp thụ sóng vi ba

cho các lớp hấp thụ $(100-x)\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4/x\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$

Bảng 7. Các tham số đặc trưng của tất cả các mẫu $(100-x)\text{Fe}/x\text{LSNO}$ với $x = 3; 6; 9; 12\%$.

DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT

MAM	Vật liệu hấp thụ sóng vi ba (Microwave Absorbing Material)
M_s	Từ độ bão hoà
EDX	Phổ tán sắc năng lượng tia X
RAM	Vật liệu hấp thụ sóng radar (Radar Absorbing Material)
RL	Độ tổn hao phản xạ (Reflection Loss)
SEM	Ảnh hiển vi điện tử quét
VSM	Phương pháp từ kế mẫu rung
XRD	Phương pháp nhiễu xạ tia X
Z	Trở kháng (Impedance)

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN

Đơn vị: Trường Đại học Khoa học

THÔNG TIN KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

1. Thông tin chung:

- Tên đề tài:

Chế tạo và nghiên cứu khả năng hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$.

- Mã số: ĐH2015-TN06-10.

- Chủ nhiệm đề tài: ThS. Chu Thị Anh Xuân.

- Tổ chức chủ trì: Trường Đại học Khoa học – Đại học Thái Nguyên.

- Thời gian thực hiện: 24 tháng (1/2015 – 12/2016).

- Chế tạo thành công các hệ hạt nano sắt từ và vật liệu nano tổ hợp dựa trên nền hệ hạt nano sắt từ.

- Nghiên cứu các tính chất cơ bản của các vật liệu thu được.

- Khảo sát tính chất hấp thụ sóng vi ba của các hệ hạt nano kim loại sắt từ và hệ hạt nano tổ hợp sắt từ/điện môi. Xác định mối tương quan giữa các thông số hấp thụ (vùng tần số hấp thụ cộng hưởng, độ rộng vùng hấp thụ, cường độ hấp thụ) với các thông số vật lý cơ bản của vật liệu (như cấu trúc, thành phần, nồng độ, kích thước, các tham số về tính chất điện và từ).

3. Tính mới và sáng tạo:

- Chế tạo vật liệu nano dạng bột với khối lượng lớn bằng phương pháp nghiền cơ năng lượng cao sử dụng máy nghiền hành tinh.

- Tập trung nghiên cứu các đặc trưng cơ bản và tính chất hấp thụ sóng vi ba của vật liệu nano sắt từ $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$ (với $x = 0; 0,1$), vật liệu nano kim loại Fe và vật liệu nano tổ hợp sắt từ/điện môi thông qua phép đo phản xạ và truyền qua sóng vi ba trong vùng tần số từ 4-18 GHz. Đã khảo sát và chỉ ra rằng hiệu ứng cộng hưởng phù hợp trở kháng được quan sát thấy trong các mẫu $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$ /paraffin ở vùng tần số cao. Tuy nhiên, hiệu ứng này không được quan sát rõ ràng trong vùng tần số cao từ 14-16 GHz cho các lớp hấp thụ Fe/paraffin không có đế kim loại (trừ mẫu có $d = 3$ mm và $r = 4/1$). Thay vào đó, các mẫu có đế kim loại đã cho thấy sự tồn tại của hiệu ứng cộng hưởng phù hợp pha với giá trị rất thấp của RL được quan sát tại tần số cộng hưởng (5.6 GHz) xuống đến dưới -56 dB cho các lớp hấp thụ Fe/paraffin có $r = 4,5/1$, $d = 3$ mm và $r = 4/1$, $d = 1,5$ mm.

- Đã nghiên cứu ảnh hưởng của đế kim loại lên các cơ chế hấp thụ cộng hưởng và chứng tỏ trong khi cả hai hiệu ứng cộng hưởng đều có thể được quan sát trong các mẫu có đế kim loại thì hiệu ứng cộng hưởng phù hợp pha không được thể hiện trong các mẫu không có đế kim loại. Quan sát này cũng có thể được sử dụng như một phương pháp đơn giản để phân biệt hai hiệu ứng cộng hưởng này.

4. Kết quả nghiên cứu:

- Đã chế tạo thành công các hệ hạt nano sắt từ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ (với $x = 0; 0,1$) và kim loại Fe bằng phương pháp nghiền cơ năng lượng cao sử dụng máy nghiền hành tinh.

- Đã khảo sát ảnh hưởng của nồng độ thay thế Ti cho Mn lên tính chất từ của hệ hạt nano $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$. Qua đó thấy rằng tính chất từ tính của vật liệu giảm mạnh theo x.

- Đã khảo sát ảnh hưởng của thời gian nghiền lên cấu trúc và tính chất từ của bột nano kim loại Fe. Qua đó thấy rằng thời gian nghiền có ảnh hưởng mạnh đến kích thước hạt cũng như từ tính của vật liệu. Tuy nhiên, nghiên cứu cũng cho thấy thời gian nghiền bột Fe nguyên liệu ban đầu trong 10h là phù hợp nhất cho các nghiên cứu tính chất hấp thụ sóng vi ba tiếp theo.

- Đã khảo sát tính chất hấp thụ sóng vi ba của các lớp hấp thụ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3/\text{paraffin}$, $\text{Fe}/\text{paraffin}$, $(100-x)\text{Fe}/x\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4$ và $(100-x)\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4/x\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ thông qua phép đo phản xạ và truyền qua sóng vi ba trong dải tần số từ 4 – 18 GHz. Bản chất vật lý của các hiệu ứng và khả năng hấp thụ của vật liệu được nghiên cứu và giải thích.

5. Sản phẩm:

5.1. Sản phẩm khoa học: Có 01 bài báo đăng trên tạp chí Khoa học Quốc tế (ISI), 01 bài báo đăng trên tạp chí Khoa học cấp Quốc gia và 04 bài báo đăng trên tạp chí Khoa học cấp Đại học.

1. Chu Thị Anh Xuân, Tạ Ngọc Bách, Đỗ Hùng Mạnh, Ngô Thị Hồng Lê, Nguyễn Xuân Phúc và Đào Nguyên Hoài Nam (2016), “Tính chất hấp thụ sóng điện từ của hệ hạt nano kim loại Fe trong vùng tần số vi ba”, *Tạp chí Khoa học Đại học Sư phạm 2*, ISSN 1859-2325(44), tr. 16-23.
2. Chu Thị Anh Xuân, Tạ Ngọc Bách, Đỗ Hùng Mạnh, Ngô Thị Hồng Lê, Nguyễn Xuân Phúc và Đào Nguyên Hoài Nam (2016), “Chế tạo và nghiên cứu tính chất hấp thụ sóng Viba của tổ hợp hạt nano $(100-x)\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4/x\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ”, *Tạp chí Khoa học Công nghệ Đại học Thái Nguyên*, ISSN 1859-2171(157), tr. 177-181.
3. Chu Thị Anh Xuân, Phạm Trường Thọ, Nguyễn Văn Đăng (2017), “Crystal structures and magnetic properties of $\text{Bi}_{0,84}\text{La}_{0,16}\text{Fe}_{0,98}\text{Ti}_{0,02}\text{O}_3$ polycrystalline ceramic”, *Tạp chí Khoa học Công nghệ Đại học Thái Nguyên*, ISSN 1859-2171(169), tr. 165-169.
4. Tạ Ngọc Bách, Chu Thị Anh Xuân, Đỗ Hùng Mạnh, Ngô Thị Hồng Lê, Nguyễn Xuân Phúc và Đào Nguyên Hoài Nam, Microwave absorption properties of $\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4/\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ nanocomposite with and without metal backing, *Journal of Science of HNUE-Mathematical and Physical Sci.*, ISSN 2354-1059 (2016), Vol 61(7), pp. 128-137.
5. Chu T.A. Xuân and Tạ N. Bách, Ngô T.H. Lê, Đỗ H. Mạnh, Nguyễn X. Phúc, and Đào N.H. Nam (2016), “Microwave absorption properties of iron nanoparticles prepared by ball-milling”, *Journal of Electronic Materials*, Vol. 45(5), DOI: 10.1007/s11664-015-4248-9.
6. Chu Thị Anh Xuân, Tạ Ngọc Bách, Trần Đăng Thanh, Ngô Thị Hồng Lê, Đỗ Hùng Mạnh, Nguyễn Xuân Phúc, Đào Nguyên Hoài Nam (2016), “High-energy ball milling preparation of $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ and $(\text{Co},\text{Ni})\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticles for microwave absorption applications”, *Vietnam Journal of Chemistry, International Edition*, 54(6), pp. 704-709, DOI: 10.15625/0866-7144.2016-00391.

5.2. Sản phẩm đào tạo:

* Có 02 đề tài NCKH sinh viên:

1. Lê Thị Bình (2015), “Sự tương tác của sóng điện từ với môi trường vật chất”, *Sinh viên lớp CN Vật lý K10, Khoa Vật lý và Công nghệ - Trường ĐHKH*.

2. Diệp Thị Ninh (2016), “Khảo sát khả năng hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano kim loại Fe theo độ dày tấm hấp thụ”, *Sinh viên lớp CN Vật lý K11, Khoa Vật lý và Công nghệ - Trường ĐHKH*.

6. Phương thức chuyển giao, địa chỉ ứng dụng, tác động và lợi ích mang lại của kết quả nghiên cứu:

- *Về giáo dục & đào tạo*: Đề tài đã trực tiếp tổ chức cho các thành viên và sinh viên tham gia thực hiện các nội dung của đề tài. Nâng cao năng lực nghiên cứu của chủ nhiệm đề tài và các thành viên tham gia.

- *Về kinh tế - xã hội*: Kết quả của đề tài có ý nghĩa định hướng ứng dụng trong nghiên cứu cơ bản về vật liệu có khả năng hấp thụ mạnh sóng điện từ trong vùng tần số sóng vi ba định hướng cho các ứng dụng trong công nghiệp điện tử, quốc phòng và an ninh.

Ngày tháng năm 2018

Tổ chức chủ trì

(ký, họ và tên, đóng dấu)

Chủ nhiệm đề tài

(ký, họ và tên)

ThS. Chu Thị Anh Xuân

TNU – UNIVERSITY OF SCIENCE**INFORMATION ON RESEARCH RESULTS****1. General information:**

- Project title: Preparation and study of microwave absorption capability of nanoparticles $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$.

Code number: ĐH2015-TN06-10

Coordinator: Master Chu Thi Anh Xuan

Implementing institution: TNU - University of Science.

Duration: 24 months (from 1/2015 to 12/2016).

2. Objective(s):

- Synthesis the ferromagnetic nanoparticles, iron nanoparticles and ferromagnetic - based composites.

- Characteration the physical properties of prepared samples by X-ray diffraction, scanning electron microscope, electron dispersive X-ray spectroscopy and vibrating sample magnetometer.

- Investigation the microwave absorption of $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1$) nanoparticles, iron nanoparticles and ferromagnetic/dielectric nanocomposites. Study the correlation between the absorption parameters (frequency regions of the resonance absorption, band width of the absorbing frequency ranges, intensity of absorbance peaks) with the basic physical characteristics of the materials (structure, composition, concentration, size, parameters of electrical and magnetic properties).

3. Creativeness and innovativeness:

- Using high-energy planetary ball milling to prepare large amount of sample.

- The relation of physical properties and microwave absorption properties of $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ (with $x = 0; 0,1$) nanoparticles, iron nanoparticles and ferromagnetic/dielectric nanocomposites have been revealed through the transmission/reflection measurement in a wide range frequency of 4-18 GHz. The impedance matching resonance in $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ /paraffin was observed at high frequency. However, the impedance matching resonance was not clearly observed at high frequency region from 14 to 16 GHz for metal unbacked Fe/paraffin layers (except for samples with $d = 3$ mm and $r = 4/1$). On the other hand, metal backed samples with $r = 4.5 / 1$, $d = 3$ mm and $r = 4/1$, $d = 1.5$ mm showed the existence of a phase-matching resonance with small value of RL down to -56 dB at resonant frequency 5.4 GHz.

- We have studied the influence of metal backing on resonance absorption mechanisms and verified that the resonance effects can be observed in metal backed samples, whereas the phase matching effect cannot be detected in unbacked samples. This observation could be used as a method to effectively distinguish these matching effects.

4. Research results:

- Synthesis $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ (with $x = 0; 0,1$) nanoparticles, iron nanoparticles and ferromagnetic-based composites.

- The influence of Ti substitutions for Mn on the magnetic properties of $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ nanoparticles was investigated. It was found that the magnetic properties of the material decreased strongly when x increase.

- The effect of grinding time on the crystal structure and magnetic properties of Fe nanoparticles have been investigated. It was found that the grinding time was strongly influence on the particle size as well as on the magnetic properties of samples. The microwave absorption showed the best performance for 10h of milling time for Fe powder.

- Investigation the microwave absorption properties of the absorption layers $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ /paraffin, Fe/paraffin, $(100-x)\text{Fe}/x\text{La}_{1.5}\text{Sr}_{0.5}\text{NiO}_4$ and $(100-x)\text{La}_{1.5}\text{Sr}_{0.5}\text{NiO}_4/x\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ through the transmissions and reflections measurements in the frequency range from 4 to 18 GHz. The relation of the absorption capability and the physical properties of sample have been investigated.

5. Products:

5.1. Science Products:

1. Ta Ngoc Bach, Chu Thi Anh Xuan, Do Hung Manh, Ngo Thi Hong Le, Nguyen Xuan Phuc and Dao Nguyen Hoai Nam, Microwave absorption properties of $\text{La}_{1.5}\text{Sr}_{0.5}\text{NiO}_4/\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ nanocomposite with and without metal backing, Journal of Science of HNUE-Mathematical and Physical Sci., ISSN 2354-1059 (2016), Vol 61(7), pp. 128-137.
2. Chu Thi Anh Xuan, Ta Ngoc Bach, Do Hung Manh, Ngo Thi Hong Le, Nguyen Xuan Phuc và Dao Nguyen Hoai Nam (2016), "Fabrication and study on microwave absorption properties of $(100-x)\text{La}_{1.5}\text{Sr}_{0.5}\text{NiO}_4/x\text{NiFe}_2\text{O}_4$ nanocomposite", Journal of Science and Technology of Thai Nguyen University, ISSN 1859-2171(157), pp. 177-181.
3. Chu Thi Anh Xuan, Pham Truong Tho, Nguyen Van Đang (2017), "Crystal structures and magnetic properties of $\text{Bi}_{0.84}\text{La}_{0.16}\text{Fe}_{0.98}\text{Ti}_{0.02}\text{O}_3$ polycrystalline ceramic", Journal of Science and Technology of Thai Nguyen University, ISSN 1859-2171(169), pp. 165-169.
4. Chu Thi Anh Xuan, Ta Ngoc Bach, Do Hung Manh, Ngo Thi Hong Le, Nguyen Xuan Phuc và Dao Nguyen Hoai Nam (2016), "Electromagnetic wave absorption properties of Fe nanoparticles in the range of microwave frequencies", Journal of Science of HPU2, ISSN 1859-2325(44), pp. 16-23.
5. Chu T.A. Xuan and Ta N. Bach, Ngo T.H. Le, Do H. Manh, Nguyen X. Phuc, and Dao N.H. Nam (2016), "Microwave absorption properties of iron nanoparticles prepared by ball-milling", Journal of Electronic Materials, Vol. 45(5), DOI: 10.1007/s11664-015-4248-9.
6. Chu Thi Anh Xuan, Ta Ngoc Bach, Tran Dang Thanh, Ngo Thi Hong Le, Do Hung Manh, Nguyen Xuan Phuc, Dao Nguyen Hoai Nam (2016), "High-energy ball milling preparation of $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ and $(\text{Co,Ni})\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticles for microwave absorption applications", Vietnam Journal of Chemistry, International Edition, 54(6), pp. 704-709, DOI: 10.15625/0866-7144.2016-00391.

5.2. Product Training:

* 02 Student research projects:

1. Le Thi Binh (2015), "Interaction of Electromagnetic wave with Materials", Physical student, Department of Physics and Technology, Thai Nguyen University of Sciences.
2. Diep Thi Ninh (2016), "Investigation of Microwave absorption capability of Fe nanoparticles with different thickness of absorption layers", Department of Physics and Technology, Thai Nguyen University of Sciences.

6. Transfer alternatives, application institutions, impacts and benefits of research results:

- Education and Training: The study has directly organized for members and students involved in the implementation of the contents of the subject. It helps project leader and the participants to advance the capacity in study.

- Economy and Society: The results of this project have significant orientations for application in the fundamental research of the materials which is capable of absorbing strongly oriented to the applications in the electronics industry, defense and sensor technology.

Thai Nguyen, April, 2018

Implementing institution

Coordinator

Master. Chu Thị Anh Xuan

MỞ ĐẦU

Trong những năm gần đây, việc ứng dụng sóng điện từ trong dải tần số GHz đã và đang trở nên phổ biến do nhu cầu phát triển ngày càng cao của các thiết bị điện tử trên các phương tiện quân sự và viễn thông. Cùng với đó vấn đề giảm thiểu ảnh hưởng của sóng điện từ đang trở nên cấp thiết hơn bao giờ hết. Vì vậy, vật liệu che chắn và hấp thụ sóng điện từ đã và đang thu hút được sự quan tâm của nhiều nhóm nghiên cứu trên cả hai lĩnh vực khoa học cơ bản và công nghệ. Trong đó, vật liệu hấp thụ sóng vi ba (Microwave Absorption Materials - MAM) và vật liệu hấp thụ sóng radar (Radar Absorption Materials - RAM) được đặc biệt quan tâm và đầu tư nghiên cứu với các ứng dụng đa dạng và hiệu quả trong nhiều lĩnh vực khoa học kỹ thuật khác nhau như: kỹ thuật anten truyền sóng, kỹ thuật chống nhiễu điện từ cho các thiết bị điện tử hoặc tổ hợp các thiết bị điện tử di động, kỹ thuật phòng tối, che chắn sóng điện từ trong an toàn bức xạ và y tế, ... Trong quân sự, vật liệu hấp thụ sóng radar trong dải tần số từ 8-12 GHz là yếu tố cốt lõi của công nghệ tàng hình. Trong số các vật liệu hấp thụ mạnh sóng điện từ, vật liệu kim loại sắt từ là một trong những hệ vật liệu thu hút được sự quan tâm đặc biệt của các nhóm nghiên cứu trên thế giới do các tính chất và cấu trúc điển hình cũng như những tiềm năng ứng dụng to lớn của chúng. Việc tăng dị hướng từ bề mặt và giảm tổn hao dòng xoáy của vật liệu kim loại Fe bằng cách giảm kích thước hạt xuống đến kích thước nanomet đã mở ra nhiều hướng nghiên cứu mới trên các hạt nano kim loại sắt từ sử dụng như một vật liệu hấp thụ sóng điện từ. Chính vì những lý do trên, chúng tôi đã chọn đề tài nghiên cứu là "*Chế tạo và nghiên cứu khả năng hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$* ".

Mục tiêu của đề tài:

- Chế tạo thành công hệ hạt nano sắt từ $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$ (với $x = 0; 0,1$), hệ hạt nano kim loại sắt và vật liệu nano tổ hợp dựa trên nền hệ hạt nano sắt từ và nghiên cứu các tính chất cơ bản của các vật liệu thu được.

- Khảo sát tính chất hấp thụ sóng vi ba của các hệ hạt nano sắt từ và hệ hạt nano tổ hợp sắt từ/điện môi. Xác định mối tương quan giữa các thông số hấp thụ (vùng tần số hấp thụ cộng hưởng, độ rộng vùng hấp thụ, cường độ hấp thụ) với các thông số vật lý cơ bản của vật liệu (như cấu trúc, thành phần, nồng độ, kích thước, các tham số về tính chất điện và từ).

Đối tượng nghiên cứu: Các hệ hạt nano sắt từ $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$ (với $x = 0; 0,1$), hệ hạt nano kim loại sắt và hệ hạt nano tổ hợp dựa trên nền hệ hạt nano sắt từ.

Phương pháp nghiên cứu: Phương pháp nghiên cứu của đề tài là phương pháp thực nghiệm. Các kết quả thu được chủ yếu dựa trên quá trình phân tích đánh giá các số liệu thực nghiệm từ việc chế tạo vật liệu cho đến đo đạc khảo sát tính chất và xử lý, biện luận kết quả sử dụng các mô hình lý thuyết phù hợp.

Nội dung nghiên cứu gồm: (i) Chế tạo các mẫu vật liệu dạng bột có kích thước hạt cỡ nano mét bằng phương pháp nghiền cơ năng lượng cao sử dụng máy nghiền hành tinh. (ii) Phân tích cấu trúc tinh thể của các mẫu vật liệu bằng giản đồ nhiễu xạ tia X. (iii) Thực hiện các phép đo tính chất từ của vật liệu và (iv) khảo sát khả năng hấp thụ sóng vi ba trong dải tần số từ 4-18 GHz. Do vậy, nội dung của đề tài ngoài phần mở đầu và kết luận được chia thành 3 chương như sau:

Chương 1 trình bày tổng quan các kiến thức cơ bản về: sự tương tác giữa sóng điện từ và môi trường vật chất, các cơ chế hấp thụ chủ yếu xảy ra trong các loại vật liệu điển hình, những nghiên cứu gần đây về cấu trúc và tính chất hấp thụ sóng vi ba của các hệ vật liệu sắt từ, hệ hạt nano kim loại sắt và các hệ hạt nano tổ hợp.

Chương 2 trình bày các kỹ thuật thực nghiệm sử dụng để chế tạo và nghiên cứu cấu trúc tinh thể, tính chất từ và tính chất hấp thụ sóng vi ba của vật liệu.

Chương 3 trình bày các kết quả phân tích cấu trúc, các kết quả đo tính chất từ và chủ yếu là các kết quả khảo sát khả năng hấp thụ sóng vi ba của vật liệu trong dải tần số từ 4-18 GHz.

CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN

1.1. Lịch sử hình thành và phát triển của vật liệu hấp thụ sóng vi ba

Sự ra đời và phát triển của các hệ thống rada trước và trong Chiến tranh Thế giới lần thứ 2 đã dẫn đến sự cần thiết phải nghiên cứu sự tương tác giữa sóng điện từ tại dải tần số rada và một số loại vật liệu. Trong đó, các nghiên cứu được tập trung nhiều nhất nhất là tìm cách làm suy giảm tín hiệu phản xạ trở lại với mục đích không những giảm được nhiễu điện từ mà còn giảm được sự phát hiện của rada đối phương bằng cách sử dụng các vật liệu hấp thụ có thiết kế phù hợp. Ngay sau sự ra đời của radar, vào những năm 1930, vật liệu hấp thụ sóng vi ba, đặc biệt là vật liệu hấp thụ trong dải tần số sóng radar (8 ÷ 12 GHz) đã bắt đầu được nghiên cứu, phát triển và công bố trong một số các công trình khoa học [14, 15]. Các tấm hấp thụ được thiết kế dựa trên sự kết hợp chặt chẽ giữa vật liệu được chọn với các cơ chế tổn hao khác nhau nhằm tối ưu hóa sự hấp thụ trên một dải tần rộng. Do đó, các tấm hấp thụ có thể có nhiều hình dạng và cấu trúc khác nhau trải rộng từ các cấu trúc kim tự tháp dày đến các lớp phủ mỏng dạng đa lớp và đơn lớp.

Nhiều quốc gia trên thế giới đã và đang đầu tư nghiên cứu chế tạo vật liệu hấp thụ sóng điện từ, đặc biệt là vật liệu hấp thụ sóng điện từ trong vùng tần số vi ba nhằm định hướng ứng dụng trong công nghiệp, truyền thông cao tần và trong quân sự, tuy nhiên số các công trình công bố còn rất hạn chế.

Vật liệu hấp thụ sóng điện từ được bắt đầu nghiên cứu từ cuối những năm 1990 trên các polyme dẫn điện. Cho đến nay, đã có nhiều các đề tài nghiên cứu tính chất hấp thụ sóng điện từ của các hệ vật liệu khác nhau và đã thu được các kết quả đáng khích lệ công bố trên các tạp chí khoa học uy tín trong và ngoài nước.

1.2. Sự tán xạ và phản xạ sóng điện từ gây bởi vật liệu

Tán xạ là quá trình làm phân tán năng lượng và phương truyền của sóng điện từ (Electromagnetic - EM) khi truyền tới vật liệu. Đó là kết quả của sự tương tác giữa sóng điện từ với các điện tử và ion trong vật liệu. Sóng điện từ bị phản xạ tại mặt phân cách giữa hai môi trường có trở kháng khác nhau, các thông số của sóng điện từ có thể thu được bằng cách giải các phương trình Maxwell với điều kiện biên tại bề mặt phân cách giữa hai môi trường không khí và vật liệu.

Trở kháng nội của không gian tự do (Z_0) và của vật liệu (Z) được xác định bởi:

$$Z_0 = \frac{\vec{E}}{\vec{H}} = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} \approx 377 \text{ Ohms}; \quad Z = \sqrt{\frac{\epsilon_r}{\mu_r}}$$

Xuất phát từ các phương trình vật lý mô tả quá trình phản xạ của sóng khi gặp mặt phân cách giữa hai môi trường, có 4 điều kiện phản xạ tối thiểu xảy ra khi: (1) $Z = Z_0$ – hiện tượng phù hợp trở kháng; vật liệu có các đại lượng đặc trưng $\epsilon_r = \mu_r$; (3) ϵ_r, μ_r có giá trị rất lớn (cho các lớp hấp thụ có đế kim loại); (4) độ dày lớp hấp thụ $d = (2n + 1)c / (4f \sqrt{|\epsilon_r| |\mu_r|})$; $n = 0, 1, 2, \dots$ để sóng phản xạ từ hai mặt của mẫu tự triệt tiêu lẫn nhau – hiện tượng phù hợp pha hay phù hợp một phần tư bước sóng.

1.3. Các kỹ thuật khử phản xạ

1.3.1. Khử phản xạ bằng cấu trúc hình dạng

1.3.2. Kỹ thuật khử phản xạ chủ động

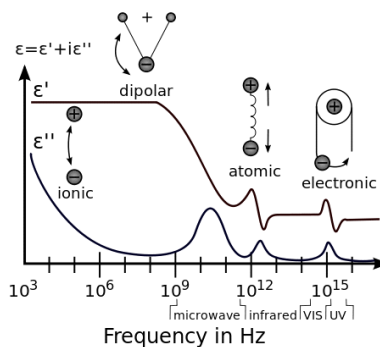
1.3.3. Kỹ thuật khử phản xạ bị động

1.3.4. Kỹ thuật khử phản xạ bằng vật liệu hấp thụ

1.4. Các cơ chế hấp thụ sóng vi ba

1.4.1. Cơ chế tổn hao điện môi

Vật liệu điện môi hấp thụ sóng điện từ thông qua sự phân cực tần số cao của các lưỡng cực điện làm cho các phân tử và ion dao động, gây tổn hao và sinh nhiệt. Hiện tượng này còn gọi là hiện tượng đốt nóng điện môi. Tổn hao điện môi được gây ra bởi sự phân cực điện từ, phân cực nguyên tử, phân cực tự phát (phân cực lưỡng cực) và phân cực bề mặt (ion dẫn).



Hình 1.2. Hằng số điện môi phụ thuộc vào tần số.

Công suất hấp thụ sóng điện từ của một chất điện môi được tính theo công thức:

$$P = 2\pi\varepsilon''(f)\varepsilon_0 fE^2 = 2\pi\varepsilon_0 fE^2\varepsilon_r \tan \delta(f)$$

1.4.2. Cơ chế tổn hao từ

Một chất sắt từ (hay ferri từ) có khả năng hấp thụ và chuyển hóa sóng điện từ thành năng lượng nhiệt theo nhiều cơ chế khác nhau. Tùy thuộc vào bản chất của vật liệu và vùng tần số sóng điện từ mà cơ chế hấp thụ nào sẽ trở nên trội hơn. Các hạt nano từ hấp thụ sóng điện từ và giải phóng nhiệt năng theo các cơ chế cơ bản: (1) Cơ chế tổn hao từ trễ với công suất tổn hao $P = f \int \vec{B} d\vec{H}$; (2) Tổn hao do hiện tượng cộng hưởng sắt từ xảy ra tại tần số cộng hưởng

$$f_{\text{FMR}} = \frac{1}{2\pi} g \frac{e\mu_0}{2m} H_A; \quad (3) \text{ Cơ chế tổn hao hồi phục với công suất tổn hao}$$

$P(f, H) = \mu_0 \pi \chi''(f) H^2 f$ và hấp thụ sẽ đạt cực đại tại tần số $f = 1/\tau_N$.

1.4.3. Cơ chế tổn hao xoáy

Tổn hao xoáy xảy ra khi có sóng điện từ lan truyền trong một vật dẫn với công suất tổn hao $P = \pi^2 B_p^2 d^2 f^2 / 6k\rho D$. Các vật liệu MAM/RAM trên cơ sở tổn hao xoáy thường bao gồm các hạt kim loại hoặc carbon có độ dẫn điện cao. Với kích thước các hạt bé (bé hơn độ thâm sâu skin), ngoài việc làm cho sóng điện từ phản xạ qua lại nhiều lần, các hạt nano kim loại còn hình thành nên vô số các vi tụ điện trong lòng vật liệu, vì thế nâng cao hằng số điện môi ε (đây thực chất là một chất điện môi nhân tạo) và góp phần tăng cường khả năng hấp thụ của vật liệu.

1.4.4. Ảnh hưởng của hiệu ứng hấp thụ bề mặt

Vật liệu từ tính được sử dụng rộng rãi trong các ứng dụng hấp thụ sóng vi ba do nó có khả năng hấp thụ tốt hơn so với các vật liệu điện môi. Tuy nhiên, hiệu suất hấp thụ sóng vi ba của các vật liệu từ tính bị khống chế bởi hai giới hạn, đó là hiệu ứng Snoke và hiệu ứng Skin. Vì vậy, để nâng cao hiệu suất hấp thụ của vật liệu, kích thước hạt phải nhỏ, để sóng điện từ có thể xâm nhập sâu vào bên trong tất cả các hạt.

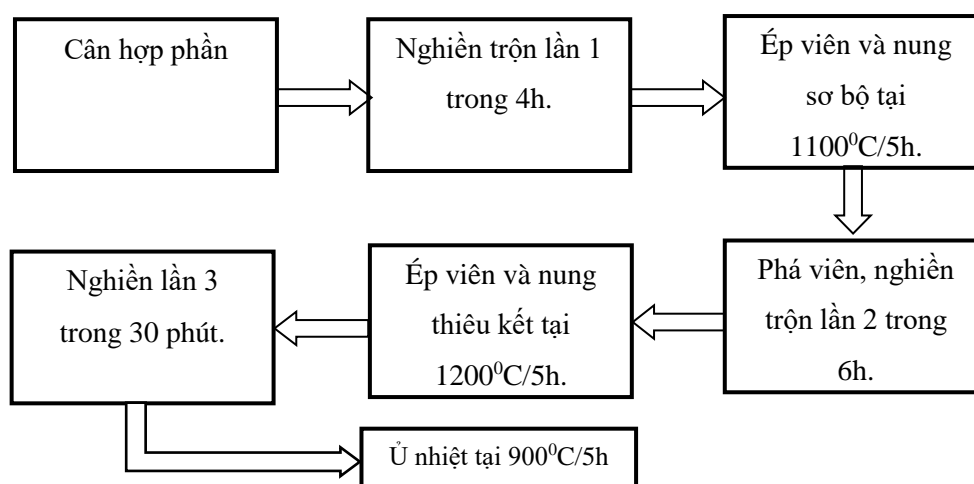
CHƯƠNG 2: CÁC KỸ THUẬT THỰC NGHIỆM

Trong chương này, phương pháp chế tạo mẫu vật liệu nghiên cứu, các phương pháp đo đạc để khảo sát thành phần hóa học, cấu trúc tinh thể và nghiên cứu các đặc trưng quang học của vật liệu đã chế tạo được sẽ được giới thiệu.

2.1. Công nghệ chế tạo mẫu

Các hệ hạt nano được chúng tôi chế tạo sử dụng phương pháp nghiền cơ năng lượng cao sử dụng máy nghiền hành tinh. Đây là một phương pháp này đơn giản, dễ thực hiện, có tính lặp lại cao và phù hợp cho việc sản xuất một lượng lớn các hạt nano đáp ứng được yêu cầu của các phép đo phân xạ và truyền qua sóng vi ba. Mặt khác, các sai hỏng không mong muốn do quá trình nghiền hoàn toàn có thể được khống chế tối đa bằng một quá trình xử lý nhiệt phù hợp.

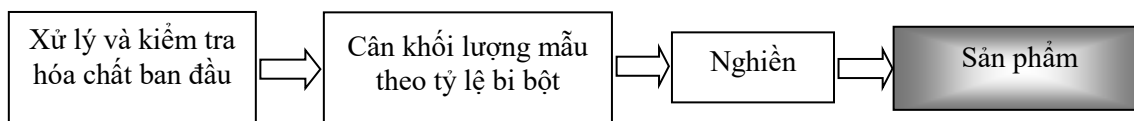
* Quy trình chế tạo các hệ hạt nano sắt từ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ (LMTO):



Hình 2.2. Quy trình chế tạo hạt nano sắt từ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1$).

Vật liệu ban đầu được sử dụng là các muối cacbonat (SrCO_3) hoặc các oxit (La_2O_3 , TiO_2 , MnO_2) có độ sạch trên 96%. Sản phẩm thu được là vật liệu sắt từ dạng bột có kích thước hạt nanomet $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1$).

* Quy trình chế tạo hệ hạt nano kim loại Fe được mô tả như sơ đồ:



Hình 2.3. Quy trình chế tạo hạt nano Fe

Vật liệu ban đầu được sử dụng là kim loại Fe dạng bột, có kích thước $< 150 \mu\text{m}$ với độ sạch đạt trên 98%.

Bột nguyên liệu ban đầu được cân theo tỉ lệ bi/bột là 3/1, sau đó được nạp vào bình cùng với bi và nghiền với tốc độ và thời gian phù hợp. Môi trường nghiền là không khí, nhiệt độ tổng hợp mẫu là nhiệt độ phòng. Trong quá trình nghiền, bình nghiền được thay đổi vị trí để tránh sự kết đám của bột.

2.2. Các phương pháp khảo sát tính chất đặc trưng của vật liệu

2.2.1. Phân tích cấu trúc bằng nhiễu xạ tia X

Các phép đo XRD của các mẫu chế tạo trong đề tài được thực hiện trên hệ nhiễu xạ kế tia X Siemens D-5000 sử dụng bức xạ CuK_α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) được đặt tại Viện Khoa học Vật liệu - Viện Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

2.2.2. Kính hiển vi điện tử quét (SEM)

Trong đề tài này, vi cấu trúc của vật liệu được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét Hitachi S-4800 tại Viện Khoa học vật liệu - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

2.2.3. Từ kế mẫu rung (VSM)

Các phép đo đường cong từ hoá được tiến hành nhằm xác định trạng thái từ, giá trị mômen từ bão hoà M_s , lực kháng từ H_c và trong một vài trường hợp được tính toán để xác định giá trị tuyệt đối của từ thẩm $|\mu_r|$.

2.2.4. Phép đo phản xạ và truyền qua sóng vi ba

2.2.4.1. Quy trình chuẩn bị các lớp vật liệu hấp thụ



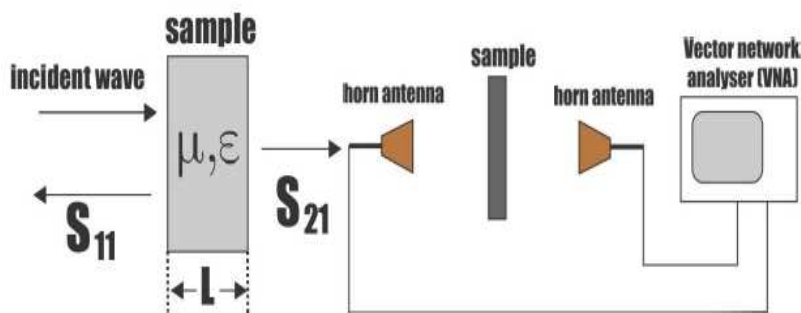
Hình 2.7. Ảnh chụp một tấm hấp thụ kích thước

$100 \text{ mm} \times 100 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ trải trên khuôn mica thiết kế sẵn.

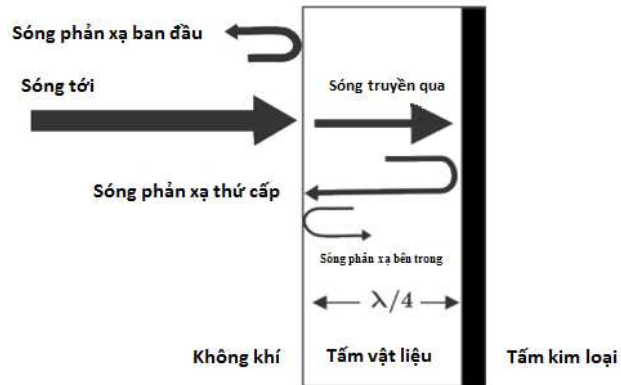
Để chuẩn bị mẫu cho phép đo phản xạ và truyền qua sóng vi ba, hỗn hợp được tạo thành từ bột nano (chất nhồi) và paraffin (chất mang) được trải thành các lớp mỏng, phẳng với các độ dày hoặc tỷ lệ khác nhau) trên một khuôn mica thiết kế sẵn có kích thước $100 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ và độ dày khác nhau.

2.2.4.2. Phép đo phản xạ và truyền qua sóng vi ba trong không gian tự do

Phép đo tính chất hấp thụ sóng vi ba trong dải tần số từ 4 – 18 GHz được thực hiện thông qua các phép đo phản xạ và truyền qua trong không gian tự do sử dụng thiết bị phân tích Vector Network Analyzer (Anritsu MS2028B VNA Master), với điều kiện đo đặc có sẵn tại phòng khử vọng (phòng tối) thuộc Viện Rada - Viện Khoa học và Kỹ thuật Quân sự.



Hình 2.8. Sơ đồ lắp đặt phép đo phản xạ và truyền qua sóng vi ba với hệ đo VNA.



Hình 2.9. Mô hình sóng tới và sóng phản xạ tại các bề mặt của một mẫu hấp thụ.

Từ các số liệu đo đạc được, trở kháng của vật liệu, Z , và độ tổn hao phản xạ, RL được xác định thông qua thuật toán Nicolson-Ross-Weir bằng chương trình tính toán dựa trên ngôn ngữ macro của chương trình xử lý số liệu KaleidaGraph.:

$$Z = \sqrt{\mu_r / \epsilon_r} \tanh[-i(2\pi d / \lambda) \sqrt{\mu_r \epsilon_r}]$$

$$RL(\text{dB}) = 20 \log |(Z-1) / (Z+1)|$$

Đối với trường hợp các lớp hấp thụ được trải trên đế kim loại, Z và RL có thể thu được trực tiếp từ hệ số phản xạ phức S_{11} :

$$Z = Z_0(1 + S_{11}) / (1 - S_{11})$$

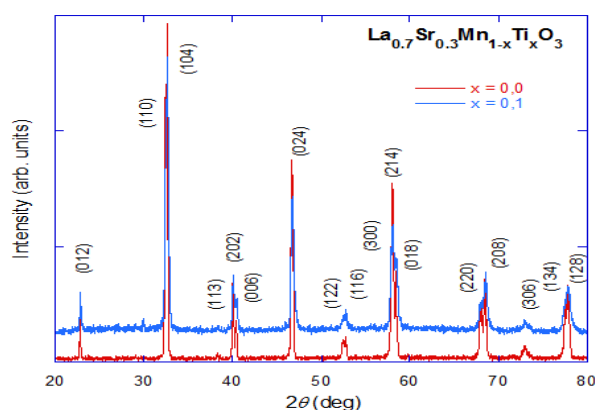
$$RL = 20 \log_{10} |S_{11}|$$

CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

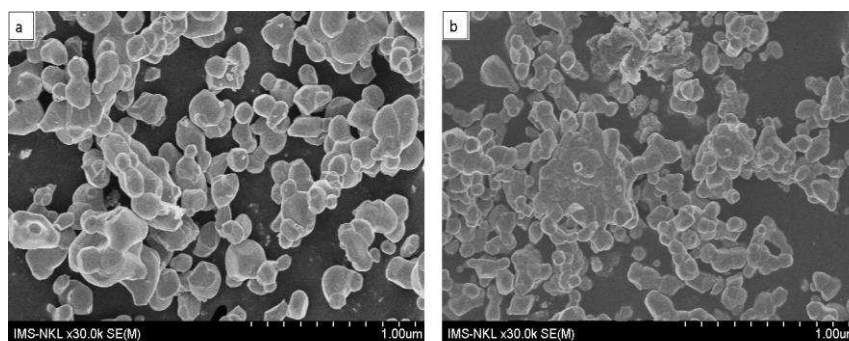
Trong chương này trình bày kết quả nghiên cứu đặc trưng cấu trúc, hình thái, kích thước hạt, tính chất từ và đặc biệt là tính chất hấp thụ sóng vi ba trong dải tần số từ 4 – 18 GHz của các hệ hạt nano sắt từ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1$), hệ hạt nano kim loại Fe và hệ hạt nano tổ hợp $(100-x)\text{Fe}/x\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4$ ($x = 3; 6; 9; 12\%$); $(100-x)\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4/x\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ ($x = 0; 2; 4; 6; 8; 10\%$).

3.1. Các đặc trưng cơ bản và tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano sắt từ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1$)

3.1.1. Kết quả phân tích giản đồ nhiễu xạ tia X và chụp ảnh bề mặt SEM



Hình 3.1. Giản đồ nhiễu xạ tia X của $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ tại 300K.

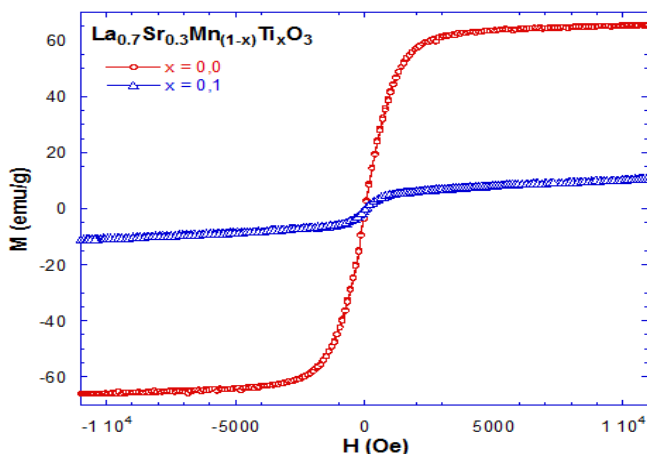


Hình 3.2. Ảnh hiển vi điện tử quét của mẫu $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ với $x = 0$ (a) và $x = 0,1$ (b).

Kết quả phân tích giản đồ nhiễu xạ tia X của các mẫu $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1$) cho thấy các mẫu đều thể hiện cấu trúc mặt thoi kiểu perovskite với nhóm không gian R-3c. Mặt khác, khi so sánh với phổ chuẩn không thấy xuất hiện các đỉnh lạ nào cho thấy sự tồn tại của tạp chất hoặc các pha thứ cấp, chứng tỏ mẫu chế tạo kết tinh tốt và sạch pha tinh thể. Kích thước hạt nano tinh thể trung bình vào khoảng 40-50 nm và nhỏ hơn khá nhiều so với kích thước hạt thực quan sát được trên ảnh kính hiển vi điện tử quét SEM (100-300 nm).

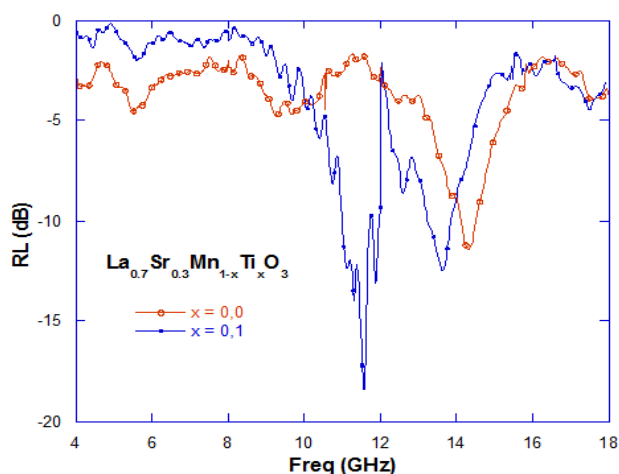
3.1.2. Kết quả khảo sát tính chất từ của các hệ hạt nano chế tạo

Kết quả cho thấy khi $x = 0,0$, vật liệu $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ có đặc tính của một vật liệu từ mềm với giá trị $M_s \sim 56$ emu/g và H_c nhỏ không đáng kể (~ 15 Oe). Tuy nhiên, khi thay thế Ti vào vị trí của Mn với nồng độ $x = 0,1$, từ tính của vật liệu giảm mạnh xuống đến ~ 15 emu/g. Điều này được giải thích là do sự suy giảm của độ dài các liên sắt từ (ferromagnetic - FM) và tương tác trao đổi kép (double-exchange- DE) đặc trưng cho tính sắt từ của vật liệu khi thay thế một phần ion phi từ Ti^{4+} vào vị trí của ion từ tính Mn^{4+} .



Hình 3.1. Đường cong từ trễ của vật liệu $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$ với $x = 0$ và $x = 0,1$ đo tại nhiệt độ phòng.

3.1.3. Tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$ ($x = 0; 0,1$)



Bảng 1. Các tham số đặc trưng của các lớp hấp thụ $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$ /paraffin.

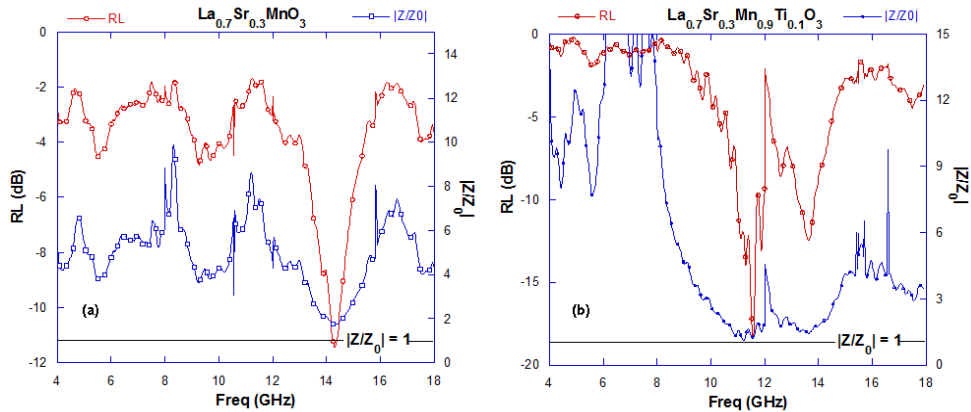
x	0		0,1	
f_p (GHz) ($n = 2$)	5,5	15	5,6	13,2
f_{r1} (GHz)	-	14,3	11,5	13,6
f_{r2} (GHz)	5,6	-	5,7	-
RL (f_{r1}) (dB)	-	-11,5	-18,3	-12,4
RL (f_{r2}) (dB)	-5	-	-3	-

Hình 3.4. Sự phụ thuộc của RL vào tần số của các tấm vật liệu $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$ /paraffin với $x = 0; 0,1$.

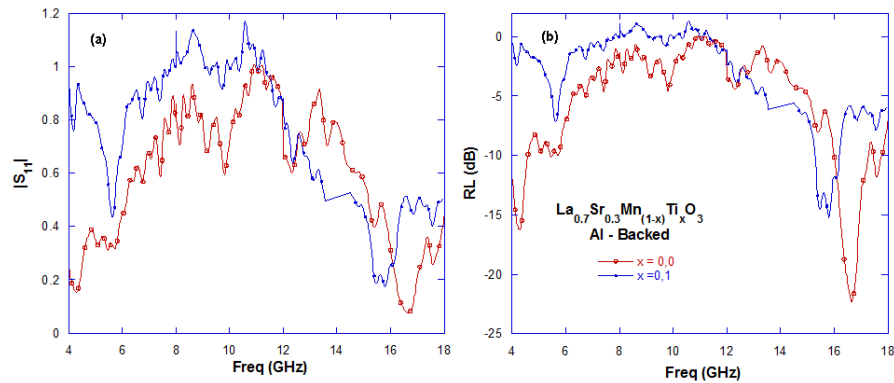
Quan sát trên đường cong $RL(f)$ của mẫu $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$ ($x = 0$) ta thấy có xuất hiện đỉnh hấp thụ cộng hưởng khá rõ với giá trị RL đạt cực tiểu bằng -11,5 dB tại tần số cộng hưởng $f_{r1} \sim 14,3$ GHz. Đối với mẫu $La_{0,7}Sr_{0,3}Mn_{0,9}Ti_{0,1}O_3$ ($x = 0,1$), hiệu ứng hấp thụ cộng hưởng trong vùng tần số cao xảy ra tại hai tần số cộng hưởng $f_{r1} \sim 11,66$ GHz và $f_{r1}' \sim 13,6$ GHz tương ứng với giá trị cực tiểu của độ tổn hao phản xạ RL đạt -18,3 dB và -12,4 dB. Theo hình 3.5, với cả hai mẫu giá trị trở kháng tại tần số cộng hưởng f_{r1} đều rất gần với điều kiện $|Z/Z_0| = 1$. Điều này chứng tỏ sự hấp thụ mạnh sóng vi ba tại đây là do cơ chế phù hợp trở kháng quyết định.

Ngoài ra, trong vùng tần số thấp gần 5,6 GHz (f_{r2}) còn xuất hiện một đỉnh hấp thụ yếu cho cả hai mẫu $x = 0$ và $x = 0,1$. Để quan sát rõ hơn các hiệu ứng cộng hưởng xảy ra tại các khe cực tiểu hấp thụ, chúng tôi tiến hành phép đo phản xạ sóng vi ba cho các tấm LMTO/paraffin với một đế kim loại phẳng (Al) gắn chặt phía sau. Theo đó, ta thấy giá trị của RL giảm đáng kể tương ứng với sự giảm về gần giá trị không của tín hiệu phản xạ $|S_{11}|$ tại các khe hấp thụ cực tiểu. Độ tổn hao phản xạ cực tiểu đạt xuống tới gần -22 dB tại tần số cộng hưởng 16,7 GHz ($x = 0,0$). Chứng tỏ khi có đế Al phẳng

gắn sau các tấm hấp thụ, cơ chế hấp thụ phối hợp pha được thể hiện tại tần số cộng hưởng pha trong tất cả các tấm vật liệu LMTO/paraffin chế tạo được.



Hình 3.5. Sự phụ thuộc của RL và $|Z/Z_0|$ vào tần số của các tấm vật liệu $La_{0.7}Sr_{0.3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$ /paraffin với (a) $x = 0$; (b) $x = 0,1$.



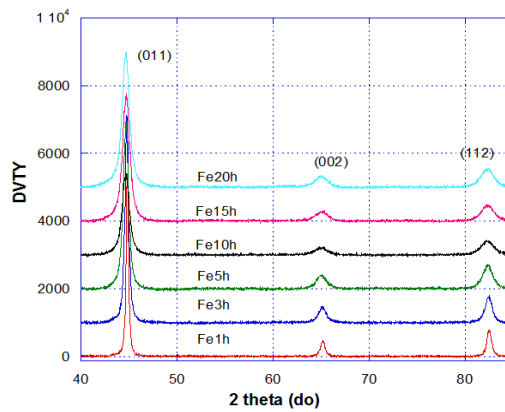
Hình 3.6. Sự phụ thuộc của RL và $|S_{11}|$ vào tần số của các tấm vật liệu $La_{0.7}Sr_{0.3}Mn_{1-x}Ti_xO_3$ /paraffin khi có đế Al phẳng phía sau.

3.2. Các đặc trưng cơ bản và tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano kim loại Fe

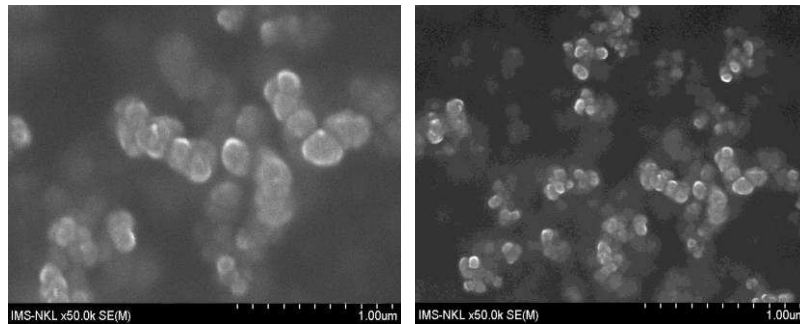
3.2.1. Ảnh hưởng của thời gian nghiền lên cấu trúc của các hạt nano kim loại Fe

Từ kết quả phân tích giản đồ XRD (hình 3.7), ta thấy xuất hiện các vạch nhiễu xạ tương ứng với cấu trúc lập phương tâm khối (BCC) của pha tinh thể α -Fe tại các vị trí 45° , 65° và 85° . Các vạch này có vị trí gần như không thay đổi với tất cả các mẫu, đồng thời không thấy xuất hiện các vạch nhiễu xạ mới cho thấy pha α -Fe là khá bền và ổn định trong suốt quá trình nghiền cơ năng lượng cao. Tuy nhiên, ta có thể quan sát thấy các vạch nhiễu xạ đặc trưng cho pha α -Fe mở rộng ra và có cường độ giảm đi khi thời gian nghiền tăng lên, chứng tỏ rằng kích thước hạt tinh thể của vật liệu giảm và ứng suất nội tăng trong quá trình nghiền. Kết quả cũng cho thấy, kích thước hạt tinh thể trung bình giảm khá nhanh khi thời gian nghiền tăng lên từ 1h đến 10h và gần như không thay đổi khi thời gian nghiền tiếp tục tăng trên 10h.

Kích thước thực của các hạt nano Fe sau khi nghiền được quan sát trực tiếp trên thiết bị kính hiển vi điện tử quét SEM. Hình 3.8 đưa ra ảnh kính hiển vi điện tử quét SEM cho mẫu Fe_10h. Các hạt Fe có hình dạng và kích thước khá đồng đều và có giá trị khoảng 70-80 nm. Kích thước hạt xác định được bằng cách quan sát trực tiếp trên ảnh chụp kính hiển vi điện tử quét SEM lớn hơn đáng kể so giá trị tính theo phổ XRD.



Hình 3.7. Giảm đồ nhiễu xạ tia X của hệ hạt nano kim loại Fe với các thời gian nghiền khác nhau.



Hình 3.8. Ảnh hiển vi điện tử quét của mẫu Fe_3h và mẫu Fe_10h.

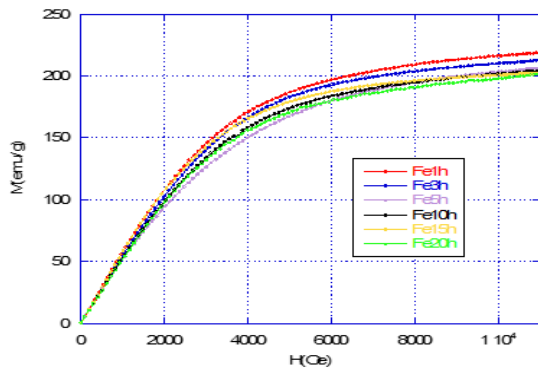
Bảng 2. Kích thước hạt tinh thể trung bình của mẫu bột Fe theo các thời gian nghiền khác nhau.

Tên mẫu	Fe(1h)	Fe(3h)	Fe(5h)	Fe(10h)	Fe(15h)	Fe(20h)
D (nm)	76	42	28	21	20	19

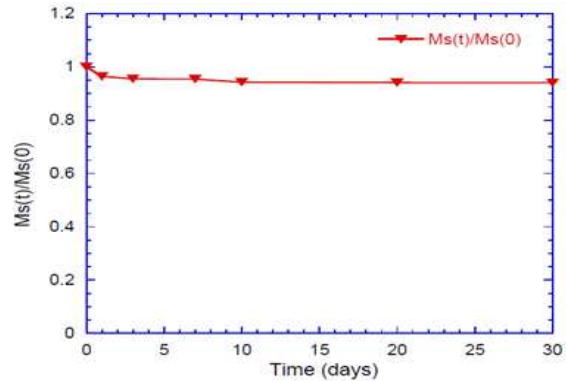
3.2.2. Ảnh hưởng của thời gian nghiền lên tính chất từ của hệ hạt nano Fe

Do mẫu được nghiền trong môi trường không khí, vì thế làm cho các hạt nano Fe có thể bị oxy hóa, hình thành một lớp oxit sắt bao quanh lớp ngoài của hạt và lượng tạp chất cũng như lớp vỏ oxit sẽ tăng theo thời gian nghiền. Mặc dù các pha oxit thứ cấp không được phát hiện thấy trên các phổ XRD, nhưng sự hình thành của chúng sẽ ảnh hưởng trực tiếp lên tính chất từ của các hạt nano Fe. Theo kết quả các phép đo đường cong từ hoá ban đầu $M(H)$ ở nhiệt độ phòng của các mẫu (Hình 3.9), giá trị độ từ hoá bão hoà M_S giảm dần một cách hệ thống khi thời gian nghiền tăng nhưng trở nên gần như bão hòa khi thời gian nghiền lớn hơn 10h (Bảng 3). Hiện tượng này có thể được giải thích là do một số nguyên nhân như sự mất trật tự bề mặt khi hạt có kích thước bé, việc nhiễm các tạp chất phi từ hoặc có từ tính yếu từ bi và cối nghiền, hoặc quá trình oxy hóa bề mặt,...

Mặt khác, toàn bộ quá trình bảo quản vật liệu chế tạo và các đo đạc tính chất của hệ hạt nano kim loại Fe đều được thực hiện trong môi trường không khí. Do đó, quá trình oxy hóa vẫn có thể tiếp diễn sau quá trình nghiền và gây ảnh hưởng trực tiếp lên tính chất cũng như độ ổn định của vật liệu. Để kiểm chứng điều này, chúng tôi đã tiến hành các phép đo $M(H)$ và theo dõi sự biến đổi của từ độ bão hòa $M_S(t)$ theo thời gian của mẫu Fe_10h khi được bảo quản trong môi trường không khí (bảng 4, hình 3.10). Theo đó, chính sự suy giảm liên tục theo thời gian của M_S , chứng tỏ quá trình oxy hóa tiếp tục tiếp diễn sau khi nghiền của các hạt nano Fe.



Hình 3.9. Đường cong từ hóa $M(H)$ cho các mẫu tại nhiệt độ phòng.



Hình 3.10. Sự phụ thuộc của M_s theo thời gian bảo quản của mẫu Fe_10h

Bảng 3. Giá trị độ từ hoá bão hoà của các mẫu Fe theo thời gian nghiền khác nhau.

Tên mẫu	Fe(1h)	Fe(3h)	Fe(5h)	Fe(10h)	Fe(15h)	Fe(20h)
M_s (emu/g)	219	213	206	203	202	201

Bảng 4. Giá trị độ từ hoá bão hoà của các mẫu Fe theo thời gian bảo quản trong không khí.

Thời gian bảo quản (ngày)	0	1	3	7	10	20	30
M_s (emu/g)	203	196	192	191	189	188	188

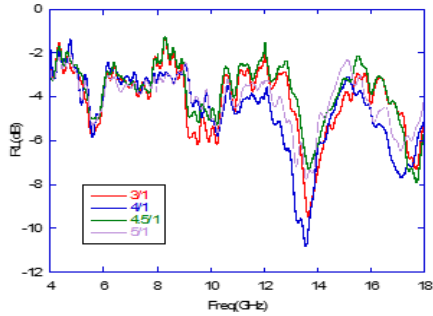
Để khẳng định một cách rõ ràng hơn quá trình oxy hoá trong không khí của các hạt nano kim loại Fe sau khi nghiền, chúng tôi tiến hành đo phổ tán sắc năng lượng EDX của mẫu Fe_10h sau khi nghiền một ngày, ba ngày, năm ngày và 30 ngày. Theo đó, trong ba ngày đầu, tỷ phần của nguyên tố Fe giảm từ 100% xuống 94,96% trong khi đó tỉ phần của Oxi tăng từ 0% đến 5,04%, sau đó tỉ phần Oxy tiếp tục tăng nhưng chậm lại rất nhiều và không đáng kể sau 30 ngày.

3.2.3. Tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano kim loại Fe

Để giảm thiểu tối đa lớp vỏ oxit hình thành quanh các hạt nano, việc trải các lớp hấp thụ sóng vi ba Fe/paraffin được tiến hành ngay trong vòng 24h sau khi nghiền. Các lớp hấp thụ được sử dụng trong khảo sát khả năng hấp thụ của hệ hạt nano kim loại Fe được trải từ hỗn hợp bột nano Fe_10h (“chất nhồi”) trộn đều trong paraffin (“chất mang”) gần như trong suốt đối với sóng điện từ.

Với hi vọng hiệu ứng hấp thụ có thể sẽ được tối ưu thông qua sự thay đổi của tỷ lệ khối lượng Fe/paraffin, chúng tôi chọn độ dày tấm hấp thụ $d = 3\text{mm}$ và thay đổi tỷ lệ khối lượng (r) giữa bột nano Fe và paraffin. Hình 3.11 biểu diễn đường phụ thuộc vào tần số f trong dải tần số 4 – 18GHz của hệ số tổn hao phản xạ RL của các lớp hấp thụ Fe/paraffin khi không có đế Al với các tỉ lệ $r = 3/1; 4/1; 4.5/1$ và $5/1$ trong dải tần số 4 – 18GHz. Mặc dù trên đường cong RL(f) của tất cả các mẫu đều thể hiện một khe cực tiểu hấp thụ với độ tổn hao phản xạ đạt thấp nhất xuống đến -11 dB ($r = 4/1$) trong vùng tần số cao gần 14 GHz, nhưng cường độ đỉnh hấp thụ yếu và thay đổi không đáng kể theo tỷ lệ khối lượng từ 3/1 đến 5/1 cho thấy không có bằng chứng rõ ràng về việc có thể quan sát được hiệu ứng hấp thụ cộng hưởng trong toàn bộ dải tần số đo. Điều này cũng được chỉ ra trên đường Z(f) (hình 3.12a-d) khi mà điều kiện $|Z| = Z_0$ không được thỏa mãn tại bất kỳ tần số f_z nào trong toàn bộ dải tần số thực nghiệm. Chúng tôi cho rằng, có thể do khoảng thay đổi của tỉ

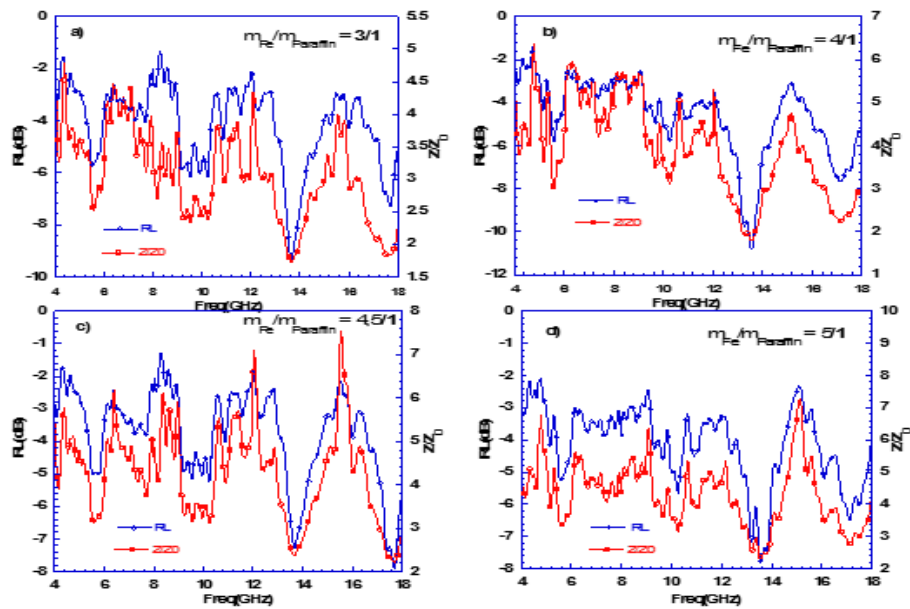
lệ khối lượng bột nano Fe/paraffin còn khá hẹp để có thể ảnh hưởng mạnh đến khả năng hấp thụ của mẫu.



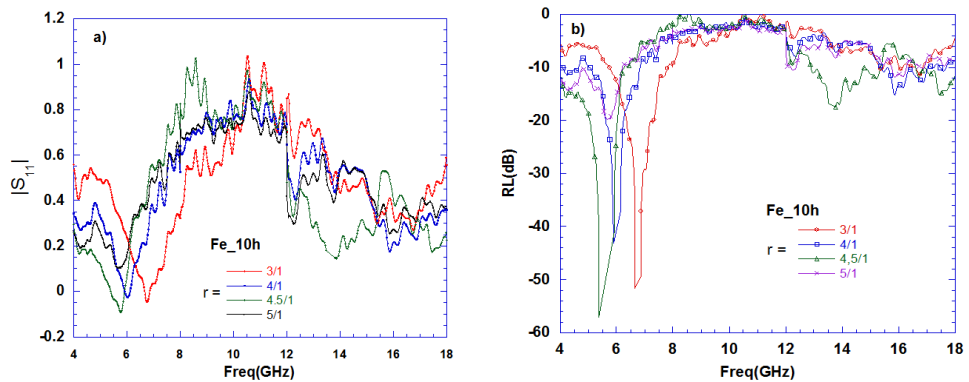
Hình 3.11. Sự phụ thuộc của RL vào tần số của các mẫu có độ dày $d=3\text{mm}$ khi không có đế Al và với tỉ lệ khối lượng bột/paraffin khác nhau.

Bảng 5. Giá trị f_p tính toán theo mô hình lý thuyết và quan sát thực nghiệm của tất cả các mẫu có tỷ lệ khối lượng khác nhau

$r = m_{\text{Fe}}/m_{\text{paraffin}}$	3/1	4/1	4,5/1	5/1
$f_p(n=2)(\text{GHz})$ (tính toán)	5,3	5,3	5,2	5,1
$f_p(\text{GHz})$ (quan sát)	6,6	6,1	5,8	5,9



Hình 3.12. Sự phụ thuộc của RL và $|Z/Z_0|$ vào tần số của các tấm vật liệu Fe/paraffin với: (a) $r = 3/1$; (b) $r = 4/1$; (c) $r = 4,5/1$ và (d) $r = 5/1$.

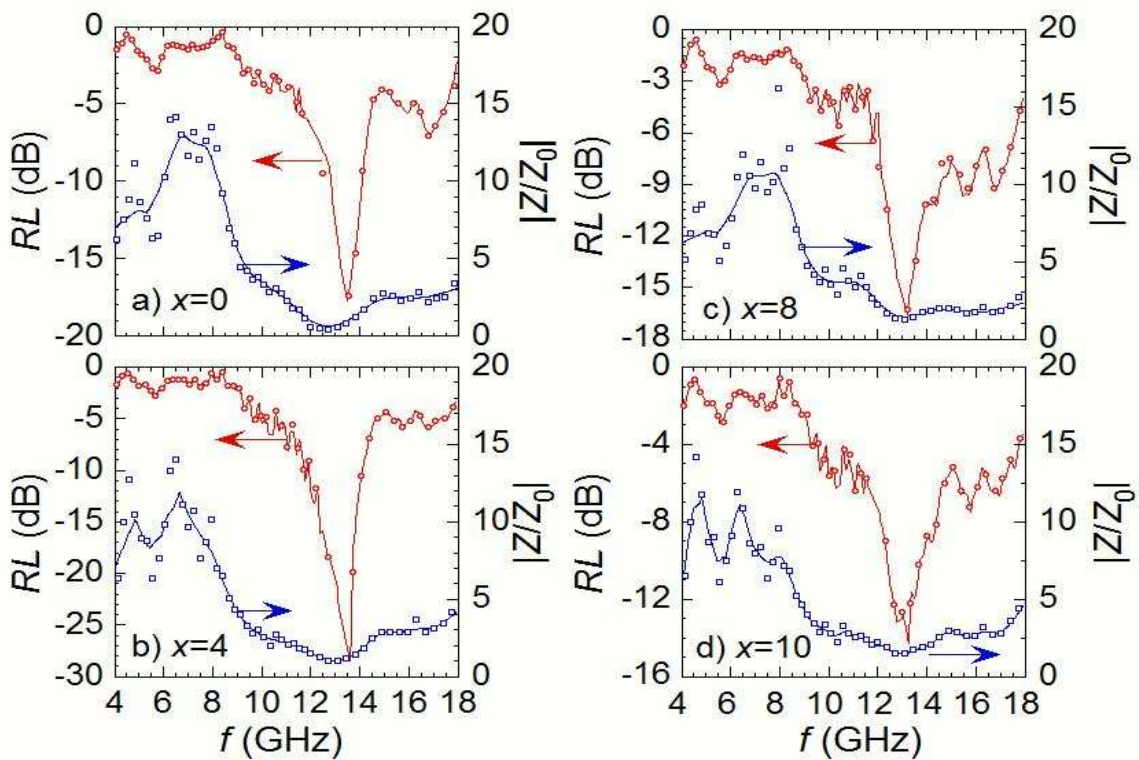


Hình 3.13. Sự phụ thuộc của $|S_{11}|$ và RL vào tần số của các tấm vật liệu Fe/paraffin với tỷ lệ khối lượng khác nhau được gắn đế Al phản xạ toàn phần phía sau.

Với các mẫu có đế kim loại, tín hiệu $|S_{11}|$ giảm mạnh tới gần giá trị 0 trong khoảng tần số gần $\sim 6\text{GHz}$ tương ứng với sự xuất hiện của một đỉnh hấp thụ cực tiểu ($RL \sim -56,7\text{dB}$ ở $5,4\text{GHz}$) cho hầu hết các mẫu (trừ mẫu có tỷ lệ khối lượng 5/1) (hình 3.13), tần số này rất gần với các giá trị tần số f_p tính toán được (bảng 5). Điều này chứng tỏ rằng tại vùng tần số này hiện tượng phản xạ đã gần như không xảy ra trong các mẫu có đế Al và là một minh chứng rõ ràng cho sự xuất hiện của hiệu ứng cộng hưởng phù hợp pha. Nghiên cứu cũng chỉ ra rằng sự cộng hưởng phù hợp trở kháng Z không được quan sát trong tất cả các mẫu có và không có đế Al, thay vào đó chúng ta chỉ thấy một đỉnh cộng hưởng yếu xung quanh vùng tần số cao cho mẫu không có đế Al và một sự giảm mạnh, thậm chí bị triệt tiêu hoàn toàn của hệ số phản xạ $|S_{11}|$ trong vùng tần số thấp tương ứng với sự xuất hiện đỉnh cộng hưởng phù hợp pha đối với các mẫu có đế Al phía.

3.3. Tính chất hấp thụ sóng vi ba của các hệ hạt nano tổ hợp sắt từ/ điện môi

3.3.1. Tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano tổ hợp $(100-x)\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4/x\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$



Hình 3.14. Đường cong $RL(f)$ và $|Z/Z_0|(f)$ của tất cả các mẫu trong vùng tần số 4-18 GHz, (a) $x = 0$; (b) $x = 4$; (c) $x = 8$ và (d) $x = 10$.

Khi pha trộn dần dần các hạt nano sắt từ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ (LSMO) với các hạt nano điện môi $\text{La}_{1,5}\text{Sr}_{0,5}\text{NiO}_4$ (LSNO) theo các tỷ lệ về thể tích x khác nhau ($x = 0; 4; 8; 10\%$), tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano tổ hợp $(100-x)\text{LSNO}/x\text{LSMO}$ được tăng cường khi phần trăm thể tích thay thế LSMO lên đến $x < 4\%$. Tuy nhiên, khi x tiếp tục tăng thì khả năng hấp thụ của vật liệu giảm trở lại. Giá trị nhỏ nhất của độ tổn hao phản xạ RL đạt xuống đến $-28,5\text{dB}$ tại tần số cộng hưởng $f_{r1} \sim 13,6\text{GHz}$ cho tám hấp thụ chứa 4% thể tích LSMO. Như được chỉ ra trên hình 3.14-a-d, điều kiện phù hợp trở kháng được thỏa mãn ở tần số $f_z \sim f_{r1}$ cho mẫu $x = 0$ và $x = 4$ chứng tỏ hiệu ứng hấp thụ xảy ra tại tần số này là do hiệu ứng phù hợp trở kháng quyết định. Với các mẫu có $x > 0$, giá trị trở kháng Z là khá gần với Z_0 tại tần số cộng hưởng nhưng điều kiện phù hợp trở kháng không được thỏa mãn trong toàn bộ dải tần số đo. Mặt khác, chúng tôi cũng quan sát thấy có sự dịch chuyển tần số hấp thụ về phía tần số thấp hơn khi gia tăng nồng độ LSMO

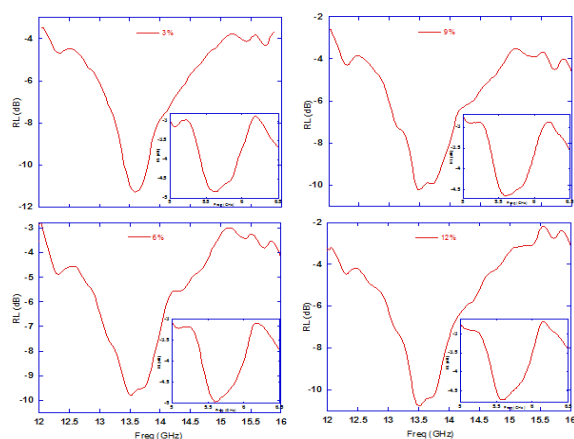
Bảng 6. Tổng hợp các tham số đặc trưng hấp thụ sóng vi ba cho các lớp hấp thụ $(100-x)\text{La}_{1.5}\text{Sr}_{0.5}\text{NiO}_4/x\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$

x	0	4	8	10
a. Mẫu không có đế kim loại				
f_p (n=2)	5.3	5.27	5.26	5.16
f_{r1} (GHz)	13.6	13.5	13.2	13.1
f_{r2} (GHz)	5.7	5.57	5.8	5.53
RL(f_{r1})(dB)	-18.2	-28.5	-16.9	-14.5
RL(f_{r2})(dB)	-2.9	-2.7	-3.3	-2.9
b. Mẫu có đế kim loại (Al) gắn phía sau				
f_{r1} (GHz)	-	15.9	15.4	16.6
f_{r2} (GHz)	6.0	5.4	6.3	5.5
RL(f_{r1})(dB)	-	-17.8	-8.7	-22.5
RL(f_{r2})(dB)	-8.6	-30.7	-22	-53.8

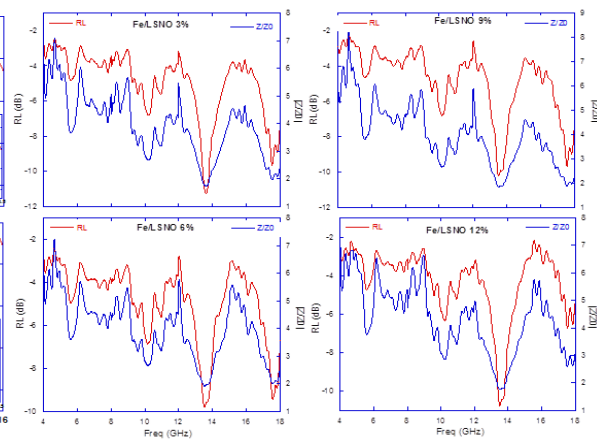
Trên hình 3.14, bên cạnh khe cộng hưởng tại tần số f_{r1} , còn xuất hiện một khe cộng hưởng tại tần số f_{r2} trong vùng tần số thấp ~ 6 GHz. Đỉnh cộng hưởng thứ hai này có cường độ yếu và rõ ràng không thỏa mãn điều kiện phù hợp trở kháng. Tuy nhiên, theo bảng 6 các giá trị f_{r2} là khá trùng khớp với giá trị f_p tính toán được cho thấy hiệu ứng cộng hưởng ở đây là theo cơ chế phù hợp pha. Cường độ rất yếu của đỉnh cộng hưởng này có thể được giải thích là do sự triệt tiêu không hiệu quả của các tín hiệu phản xạ từ hai mặt của các tấm vật liệu. Để xác minh điều này, chúng tôi tiến hành phép đo phản xạ sóng vi ba trên các tấm hấp thụ $(100-x)\text{La}_{1.5}\text{Sr}_{0.5}\text{NiO}_4/x\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ khi có đế kim loại phẳng gắn phía sau (hình 3.15). Kết quả cho thấy tín hiệu $|S_{11}|$ giảm mạnh gần về không (hình 3.15a) tương ứng với một sự hấp thụ mạnh với RL đạt xuống đến -53,8 dB tại 5,5 GHz cho $x = 10$. Điều này một lần nữa đã chứng minh được bản chất của hiệu ứng cộng hưởng pha xuất hiện tại tần số cộng hưởng f_{r2} và khẳng định lại giả thuyết hiệu ứng cộng hưởng pha chỉ xuất hiện trong các lớp hấp thụ trải trên đế kim loại.

3.3.2. Tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano tổ hợp $(100-x)\text{Fe}/x\text{La}_{1.5}\text{Sr}_{0.5}\text{NiO}_4$

Với mục đích tăng cường khả năng hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano kim loại Fe thông qua việc giảm sự bất cân bằng giữa hằng số điện môi và độ từ thẩm, chúng tôi tiến hành khảo sát tính chất hấp thụ sóng vi ba trong dải tần số từ 4 – 18 GHz của hệ hạt nano composite $(100-x)\text{Fe}/x\text{LSNO}$ với $x = 3; 6; 9; 12\%$. Đường cong RL(f) (hình 3.16) cho thấy sự xuất hiện của hai khe cực tiểu hấp thụ tại tần số $f_{z1} \sim 5.6$ GHz và $f_{z2} \sim 13.6$ GHz với RL đạt thấp nhất ~ 11 dB tại tần số f_{z2} và giá trị này gần như không thay đổi cho tất cả các mẫu. Điều này có thể được giải thích là do tỷ lệ chất điện môi thay thế còn quá thấp, thành phần tổn hao điện môi đóng góp vào tổn hao toàn phần là không đáng kể, vì thế không làm thay đổi khả năng hấp thụ của chất nền sắt từ ban đầu. Mặt khác, do sự chênh lệch khá lớn giữa trở kháng của vật liệu Z và trở kháng của không gian tự do Z_0 (hình 3.17), đồng thời phần ảo $|Z''|$ nhận giá trị khá lớn (bảng 7) đã chứng tỏ không có sự xuất hiện của cộng hưởng phù hợp trở kháng tại các đỉnh hấp thụ quan sát được. Chúng tôi hi vọng rằng trong các nghiên cứu tiếp theo trên các lớp hấp thụ của hệ hạt nano tổ hợp $(100-x)\text{Fe}/x\text{LSNO}$ khi có đế kim loại phẳng phía sau, sự xuất hiện của các khe cực tiểu hấp thụ theo cơ chế phù hợp pha sẽ được quan sát và giải thích rõ ràng hơn.



Hình 3.16. Đường cong $RL(f)$ tại vùng tần số cao ~ 14 GHz và tại vùng tần số thấp ~ 6 GHz (hình nhỏ đính kèm) của các mẫu có độ dày $d=3$ mm khi không có để Al.



Hình 3.17. Sự phụ thuộc của RL và $|Z/Z_0|$ vào tần số của các tấm vật liệu $(100-x)\text{Fe}/x\text{LSNO}$ với $x = 3; 6; 9; 12\%$.

Bảng 7. Các tham số đặc trưng của tất cả các mẫu $(100-x)\text{Fe}/x\text{LSNO}$ với $x = 3; 6; 9; 12\%$.

x (%)	3		6		9		12	
$ Z'' $ (Ohm)	377	45	218	104	296	109	188	117
f_{z1} (GHz)	5,5	-	5,6	-	5,6	-	5,6	-
f_{z2} (GHz)	-	13,6	-	13,5	-	13,5	-	13,5

KẾT LUẬN

Sau hai năm nghiên cứu, đề tài đã đạt được một số kết quả như sau:

1. Bằng phương pháp nghiền cơ năng lượng cao, chúng tôi đã chế tạo thành công các hệ hạt nano sắt từ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ($x = 0,0; 0,1$), hệ hạt nano kim loại Fe và hệ hạt nano tổ hợp nền sắt từ. Kết quả phân tích tính chất cho thấy, hệ hạt nano $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ có cấu trúc mặt thoi kiểu perovskite với kích thước hạt tinh thể trung bình vào khoảng 50nm, đồng thời từ tính của vật liệu giảm mạnh khi thay thế một phần nguyên tố Ti vào vị trí của Mn. Đối với hệ hạt nano kim loại Fe, khi thời gian nghiền tăng lên đến 10h, kích thước hạt giảm mạnh xuống đến cỡ 70-80 nm, đồng thời từ tính của vật liệu cũng giảm và gần như không thay đổi khi thời gian nghiền lớn hơn 10h. Quá trình oxi hóa tự nhiên do mẫu được bảo quản không môi trường không khí tiếp tục làm từ độ bão hòa giảm mạnh trong 3 ngày đầu (72h) và gần như đạt giá trị bão hòa sau đó khi có sự xuất hiện của lớp vỏ oxit bảo vệ.

2. Đã khảo sát khả năng hấp thụ sóng vi ba trong dải tần số 4-18 GHz cho các lớp hấp thụ bột nano $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ phân tán trong paraffin. Kết quả khảo sát trên hệ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3/\text{paraffin}$ chỉ ra rằng khi không có đế kim loại gắn phía sau, các khe hấp thụ cộng hưởng theo cơ chế phù hợp trở kháng xuất hiện trong vùng tần số cao với giá trị RL đạt thấp nhất bằng -18,3 dB tại tần số 11,7 GHz cho mẫu $x = 0,1$. Mặt khác, khi có đế kim loại khả năng hấp thụ sóng vi ba trong dải tần số đo của vật liệu tăng lên đáng kể với RL đạt xuống -22 dB tại tần số cộng hưởng phù hợp pha cho mẫu $x = 0,0$.

3. Kết quả đo tính chất hấp thụ sóng vi ba trong dải tần số 4-18 GHz cho các lớp vật liệu Fe/paraffin chỉ ra rằng hiệu ứng cộng hưởng phù hợp trở kháng không được quan sát rõ ràng trong vùng tần số cao từ 14-16 GHz ngoại trừ trường hợp của mẫu có $d = 3$ mm và 80% thể tích bột Fe. Tuy nhiên, khi có một tấm kim loại phẳng gắn phía sau, các lớp hấp thụ thể hiện rất rõ đỉnh cộng hưởng phù hợp pha tại vùng tần số thấp ~ 6 GHz với tín hiệu phản xạ $|S_{11}|$ giảm về rất gần giá trị không và giá trị độ tổn hao phản xạ tại đỉnh cộng hưởng đạt đến -56 dB cho mẫu có $r = 4,5/1$; $d = 3$ mm và $r = 4/1$; $d = 1,5$ mm. Nghiên cứu này của chúng tôi cũng đưa ra một phương pháp hiệu quả để phân biệt hai hiệu ứng cộng hưởng chính xảy ra trong các chất hấp thụ bằng việc ngắn mạch trong phép đo phản xạ sử dụng một tấm kim loại phẳng.

4. Khi thay thế một phần các hạt nano sắt từ $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnTiO}_3$ vào hệ hạt nano điện môi (LSNO), với phần trăm thể tích $x < 4\%$ tính chất hấp thụ của hệ hạt nano tổ hợp $(100-x)\text{LSNO}/x\text{LSMO}$ được tăng cường. Tuy nhiên, khi nồng độ x tiếp tục tăng thì tính chất hấp thụ lại giảm đi. Giá trị nhỏ nhất của độ tổn hao phản xạ RL đạt xuống đến -28,5 dB tại tần số cộng hưởng $f_{r1} \sim 13,6$ GHz cho tấm hấp thụ chứa 4% thể tích LSMO. Mặt khác, chúng tôi cũng quan sát thấy có sự dịch chuyển tần số hấp thụ về phía tần số thấp hơn khi gia tăng nồng độ LSMO, chứng tỏ cơ chế cộng hưởng sắt từ với tần số cộng hưởng f_{FMR} chiếm ưu thế tại đây. Khi các lớp hấp thụ được ngắn mạch bởi một tấm kim loại Al, tín hiệu phản xạ $|S_{11}|$ giảm mạnh gần về không tương ứng với một sự hấp thụ mạnh theo cơ chế phù hợp pha với RL đạt xuống đến -53,8 dB tại 5,5 GHz cho $x = 10$.

5. Đã nghiên cứu ảnh hưởng của sự thay thế một phần chất điện môi (LSNO) lên tính chất hấp thụ sóng vi ba của các lớp hấp thụ Fe/paraffin. Mặc dù kết quả không được như dự đoán ban đầu là sẽ có thể giảm được sự bất cân bằng giữa các đại lượng độ điện thẩm và từ thẩm nhằm cải thiện khả năng hấp thụ của hệ hạt nano kim loại Fe, nghiên cứu của chúng tôi đã tạo tiền đề và mở ra hướng nghiên cứu tiếp theo trong lĩnh vực nghiên cứu tính chất hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano tổ hợp sắt từ/điện môi.

6. Sản phẩm đào tạo:

- Đào tạo các em sinh viên tham gia nghiên cứu khoa học.

- Giúp nâng cao năng lực nghiên cứu của chủ nhiệm đề tài và các thành viên. Giúp cho các thành viên tiếp cận với một hướng nghiên cứu mới về vật liệu hấp thụ sóng điện từ trong vùng tần số vi ba.

7. Giá trị khoa học và ứng dụng của kết quả nghiên cứu:

- *Về giá trị khoa học:* Trong quá trình nghiên cứu tính chất hấp thụ sóng vi ba của các lớp hấp thụ có gắn đế kim loại phẳng, chúng tôi đã chứng minh được giả định về sự xuất hiện của các đỉnh cộng hưởng phù hợp pha chỉ có thể quan sát được trong các mẫu có đế kim loại và đây cũng là phương pháp hiệu quả để phân biệt hai cơ chế cộng hưởng chính xảy ra tại các đỉnh hấp thụ là cơ chế phù hợp pha và cơ chế phù hợp trở kháng.

- *Về giá trị ứng dụng:* Đề tài có ý nghĩa định hướng ứng dụng trong nghiên cứu cơ bản về vật liệu có khả năng hấp thụ mạnh sóng vi ba, đặc biệt trong dải tần số radar, định hướng cho các ứng dụng trong công nghiệp điện tử, quốc phòng và chống nhiễu điện từ.

8. Hiệu quả nghiên cứu:

- *Về giáo dục & đào tạo:* Đề tài đã trực tiếp tổ chức cho các thành viên và sinh viên tham gia thực hiện các nội dung của đề tài. Nâng cao năng lực nghiên cứu của chủ nhiệm đề tài và các thành viên tham gia.

- *Về kinh tế - xã hội:* Kết quả của đề tài có ý nghĩa định hướng ứng dụng trong nghiên cứu cơ bản.

Tóm lại, các kết quả trên cho thấy đề tài đã hoàn thành mục tiêu đề ra.

HƯỚNG PHÁT TRIỂN TIẾP THEO CỦA ĐỀ TÀI

Trên cơ sở các kết quả thu được của đề tài, chúng tôi sẽ tiếp tục nghiên cứu và phát triển một số công việc như sau:

1. Tiến hành khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng Fe/paraffin và độ dày của các lớp hấp thụ trên một khoảng thay đổi rộng hơn nhằm tìm ra tỷ lệ khối lượng cũng như độ dày lớp hấp thụ tối ưu cho khả năng hấp thụ mạnh năng lượng sóng vi ba trong khoảng tần số khảo sát.

2. Nghiên cứu và hoàn thiện công nghệ chế tạo vật liệu với mục đích không những nâng cao khả năng hấp thụ mà còn mở rộng vùng tần số hấp thụ của vật liệu. Để từ đó định hướng cho các ứng dụng trong công nghiệp điện tử, quốc phòng và chống nhiễu điện từ.

3. Tiếp tục khảo sát khả năng hấp thụ sóng vi ba của hệ hạt nano tổ hợp Fe/LSNO ở các tỷ phần thể tích LSNO lớn hơn với hi vọng cải thiện đáng kể sự bất cân bằng giữa các tham số độ điện thẩm và từ thẩm của vật liệu và do đó tăng cường khả năng hấp thụ của chúng.

Các kiến nghị

Đây là một hướng nghiên cứu mới và có ứng dụng hữu ích trong nghiên cứu và đào tạo, do đó chúng tôi mong muốn kiến nghị với Quý phòng KHCN & HTQT – ĐH Khoa Học và Ban Khoa học – Công nghệ và Môi trường, ĐHTN một số vấn đề như sau:

- Tiếp tục tạo điều kiện cho cán bộ trẻ trường ĐH Khoa học được nghiên cứu và tiếp cận với các hướng nghiên cứu mới có tiềm năng ứng dụng trong đời sống.

- Tạo điều kiện và ủng hộ để chúng tôi có thể tiếp tục được thực hiện các hướng nghiên cứu trên nhằm nâng cao được năng lực nghiên cứu và khả năng phát triển hướng nghiên cứu mới hứa hẹn định hướng ứng dụng trong kỹ thuật che chắn sóng điện từ trong công nghiệp cũng như trong đời sống.