

ĐẠI HỌC QUỐC GIA HÀ NỘI
TRƯỜNG ĐẠI HỌC CÔNG NGHỆ

Phạm Anh Đức

**CHẾ TẠO VÀ NGHIÊN CỨU VẬT LIỆU TỔ HỢP TỪ-ĐIỆN
VỚI LỚP TỪ GIẢO CÓ CẤU TRÚC NANO VÀ VÔ ĐỊNH HÌNH
DÙNG CHO CẢM BIẾN TỪ TRƯỜNG MICRO-TESLA**

Chuyên ngành: Vật liệu và linh kiện nano

Mã số: Chuyên ngành đào tạo thí điểm

TÓM TẮT LUẬN ÁN TIẾN SĨ VẬT LIỆU VÀ LINH KIỆN NANO

Hà Nội - 2017

Công trình được hoàn thành tại: Trường Đại học Công nghệ,
Đại học Quốc gia Hà Nội

Người hướng dẫn khoa học: PGS. TS Đỗ Thị Hương Giang
GS. TS Nguyễn Hữu Đức

Phản biện: GS.TS Lưu Tuấn Tài

Phản biện: PGS.TS Nguyễn Huy Dân

Phản biện: PGS.TS Lê Anh Tuấn

Luận án sẽ được bảo vệ trước Hội đồng cấp Đại học Quốc gia
chấm luận án tiến sĩ họp tại Trường Đại học Công nghệ, Đại học Quốc
gia Hà Nội

vào hồi 9 giờ 00 ngày 03 tháng 10 năm 2017

Có thể tìm hiểu luận án tại:

- Thư viện Quốc gia Việt Nam
- Trung tâm Thông tin - Thư viện, Đại học Quốc gia Hà Nội

MỞ ĐẦU

Hiệu ứng từ-điện đã được phỏng đoán lần đầu tiên vào năm 1894, được gọi tên chính thức vào năm 1926. Các nghiên cứu đã cho thấy hiệu ứng từ-điện có khả năng ứng dụng thực tiễn vào rất nhiều lĩnh vực như: thiết bị chuyển đổi tín hiệu (transducer), thiết bị lọc tín hiệu (filter), thiết bị lưu trữ thông tin thế hệ mới (MeRAM) và đặc biệt là cảm biến từ trường có độ nhạy và độ phân giải cao.

Về cơ bản thì hiệu ứng từ-điện xuất hiện trên các vật liệu multiferroic. Các vật liệu multiferroic đã có quá trình phát triển từ vật liệu đơn pha đến vật liệu đa pha dạng khối và đến vật liệu đa lớp. Vật liệu đa lớp cho thấy nhiều ưu điểm so với các dạng vật liệu khác bởi hiệu ứng từ-điện đủ lớn cho các ứng dụng thực tiễn như cảm biến từ trường. Các nghiên cứu ứng dụng trên cảm biến từ trường trong luận án hướng đến mục tiêu chế tạo cảm biến từ trường yếu.

Với các lý do trên, luận án đã lựa chọn vật liệu multiferroic cùng với hiệu ứng từ-điện và cảm biến từ trường yếu là đối tượng nghiên cứu. Hiệu ứng từ-điện được tăng cường thông qua các quá trình tối ưu hóa vật liệu để đạt được hiệu ứng từ-điện đủ lớn cho các ứng dụng chế tạo cảm biến từ trường có độ nhạy cao và độ phân giải cao. Luận án có tên gọi là: ***Chế tạo và nghiên cứu vật liệu tổ hợp từ-điện với lớp từ giao có cấu trúc nano và vô định hình dùng cho cảm biến từ trường micro – tesla.***

Mục tiêu nghiên cứu của luận án là chế tạo và nghiên cứu thành công vật liệu tổ hợp từ-điện hai pha từ giao và áp điện có vật liệu được lựa chọn với cấu hình, hình dạng và kích thước tối ưu, cho hiệu ứng từ điện cao trong từ trường thấp ứng dụng trong lĩnh vực cảm biến nhạy từ trường thấp cỡ từ trường trái đất với độ nhạy, độ

phân giải cao và có giá thành rẻ, phù hợp với điều kiện chế tạo trong nước.

Nội dung nghiên cứu của luận án tập trung vào nghiên cứu và chế tạo hệ vật liệu tổ hợp từ-điện dạng màng và dạng tấm với pha từ giảo là hợp kim dạng màng $Tb_{0,4}(Fe_{0,55}Co_{0,45})_{0,6}$ (TerfecoHan) và băng từ mềm $Fe_{76,8}Ni_{1,2}B_{13,2}Si_{8,8}$ (Metglas) với pha áp điện PZT dạng tấm theo các cấu hình, hình dạng, kích thước khác nhau. Các đo đạc tính chất từ, từ giảo, từ-điện cũng như các đặc trưng cấu trúc vi cấu trúc sẽ được thực hiện một cách hệ thống và lập luận có căn cứ khoa học để tối ưu cho các ứng dụng chế tạo cảm biến nhạy từ trường theo mục tiêu luận án.

Phương pháp nghiên cứu chủ yếu được thực hiện trong luận án là phương pháp chế tạo, nghiên cứu thực nghiệm trên các thiết bị hiện đại, đồng bộ, tin cậy có kết hợp mô phỏng, tính toán lý thuyết dựa trên phương trình truyền sóng, hiệu ứng shear lag, hiệu ứng trường khử từ cũng được sử dụng để giải thích cho các kết quả thu được từ thực nghiệm.

Ý nghĩa khoa học và thực tiễn của luận án: Đề tài đặt cả 2 nội dung nghiên cứu cơ bản trên vật liệu tổ hợp và hiệu ứng từ điện kết hợp nghiên cứu ứng dụng chế tạo cảm biến nhạy từ trường độ phân giải cao hướng đến các ứng dụng thực tiễn.

Đóng góp mới của luận án: Đã chế tạo và khảo sát các tính chất từ, từ giảo, từ-điện của các hệ vật liệu tổ hợp dạng màng và dạng tấm. Xác định được cấu hình phù hợp để ứng dụng chế tạo cảm biến từ trường yếu có độ nhạy và độ phân giải cao. Đã thiết kế và chế tạo thành công các cảm biến từ trường 1D, 2D, 3D trên cơ sở sử dụng vật liệu tổ hợp Metglas/PZT dạng tấm với cấu trúc kiểu xen kẽ

có độ nhạy cao (từ 200 đến 653 mV/Oe) và độ phân giải tốt (3×10^{-4} Oe).

CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN

1.1 Vật liệu sắt từ, sắt điện và multiferroic

Vật liệu multiferroic là vật liệu có hai hoặc nhiều hơn các tính chất sắt cơ bản trong cùng một pha vật liệu. Các tính chất sắt cơ bản bao gồm: tính chất sắt điện, tính chất sắt từ, tính chất đàn hồi.

1.1.1 Vật liệu sắt điện và hiệu ứng áp điện

Sắt điện được định nghĩa là vật liệu có cấu trúc tinh thể với độ phân cực điện tự phát. Hiệu ứng áp điện được định nghĩa là hiện tượng vật liệu áp điện khi chịu tác dụng của ứng suất vật liệu sẽ xuất hiện sự phân cực điện cảm ứng hoặc ngược lại khi vật liệu áp điện chịu tác dụng của điện trường thì vật liệu sẽ bị biến dạng.

1.1.2 Vật liệu sắt từ và hiệu ứng từ giảo

Vật liệu sắt từ được định nghĩa là vật liệu có từ độ tự phát, từ độ này ổn định theo thời gian và có thể có hiện tượng trễ dưới tác động của từ trường ngoài. Từ giảo là hiện tượng hình dạng và kích thước của vật liệu từ thay đổi khi chịu tác dụng của từ trường ngoài (từ giảo thuận) hoặc ngược lại, tính chất từ của vật liệu bị thay đổi khi có sự thay đổi về hình dạng và kích thước (từ giảo nghịch).

1.1.3 Vật liệu multiferroic

Các tính chất sắt cơ bản bao gồm: tính chất sắt điện, tính chất sắt từ và tính chất sắt đàn hồi. Từ ba tính chất sắt cơ bản này sẽ dẫn đến sáu tính chất sắt thứ cấp bao gồm: ferroelectrics, ferrobimagnetics, ferrobielastics, điện–đàn hồi, từ–đàn hồi và từ–điện.

Tương ứng với các tính chất sắt điện thứ cấp này là các thông số đặc trưng bao gồm: độ cảm điện, độ cảm từ, hệ số đàn hồi, hệ số áp điện, hệ số từ đàn hồi và hệ số từ-điện.

1.2 Hiệu ứng từ-điện

1.2.1 Tổng quan về hiệu ứng từ-điện

Các nghiên cứu về mối tương quan giữa các tính chất điện, tính chất cơ học và tính chất từ của vật liệu từ điện chủ yếu sử dụng các lý thuyết về nhiệt động lực học. Các tính chất cơ học được thể hiện thông qua ứng suất và độ biến dạng tỷ đối. Các tính chất điện được thể hiện thông qua độ phân cực và cường độ điện trường. Các tính chất từ được thể hiện thông qua từ độ và cường độ từ trường.

1.2.2 Hệ số từ-điện

Một tham số đặc trưng rất quan trọng của hiệu ứng từ-điện chính là hệ số từ-điện và được ký hiệu là α . Về cơ bản thì hệ số từ-điện được phân thành hai loại chính là hệ số từ-điện thuận và hệ số từ-điện ngược. Có hai phương pháp thực nghiệm để xác định hệ số từ-điện thuận đó là đo độ phân cực của vật liệu dưới tác dụng của từ trường ngoài và đo hiệu điện thế của vật liệu dưới tác dụng của từ trường ngoài và một từ trường xoay chiều kích thích.

1.2.3 Liên kết ứng suất bề mặt trong hiệu ứng từ-điện thuận

Cơ chế cơ bản và quan trọng nhất của hiệu ứng từ-điện đó là sự liên kết ứng suất giữa các thành phần trong vật liệu tổ hợp. Đối với trường hợp hiệu ứng từ-điện thuận, khi vật liệu tổ hợp từ-điện chịu tác dụng của từ trường ngoài thì vật liệu sẽ sinh ra một ứng suất tuân theo hiện tượng từ giảo của tính chất sắt từ. Nếu các thành phần sắt điện và sắt từ liên kết trực tiếp với nhau thì ứng suất này sẽ được

truyền một phần sang thành phần sắt điện. Thành phần sắt điện khi đó sẽ sinh ra một độ phân cực điện tuân theo hiện tượng áp điện.

1.3 Vật liệu từ-điện

1.3.1 Vật liệu từ-điện đơn pha

Các vật liệu từ-điện đơn pha khác nhau đã được tìm thấy nhưng với số lượng nhỏ và hiệu ứng từ-điện rất thấp. Các nhược điểm trên là do cơ chế hoạt động của sắt điện và sắt từ là khác nhau.

1.3.2 Vật liệu tổ hợp đa pha

Vật liệu tổ hợp từ-điện đa pha về cơ bản là sự kết hợp của hai pha gồm pha sắt điện và pha sắt từ. Vật liệu tổ hợp đa pha rất đa dạng về số lượng cũng như phương pháp chế tạo.

1.3.3 Vật liệu tổ hợp đa pha có cấu trúc nano

Bên cạnh các phương pháp nghiên cứu và chế tạo vật liệu truyền thống, sự phát triển của khoa học công nghệ cho phép chế tạo các vật liệu với cấu trúc mong muốn với độ chính xác đến nanomet.

1.4 Tổng quan cảm biến từ trường

1.4.1 Cảm biến từ trường dựa trên hiệu ứng Hall

Cảm biến Hall là cảm biến từ trường phổ biến nhất trên thị trường hiện nay dùng để đo từ trường lớn hơn 1 mT và hoạt động tốt trong dải nhiệt độ từ -100 đến 100°C. Tuy nhiên, nhược điểm của các cảm biến Hall là bị giới hạn theo khoảng cách và sự có mặt của tín hiệu nền (offset).

1.4.2 Cảm biến từ trường giao thoa lượng tử siêu dẫn.

Các cảm biến SQUID có thể xác định được từ trường nhỏ nhất tới 5 aT ($5 \cdot 10^{-18}$ T) trong thời gian lên tới vài ngày và độ nhiễu

là $3 \text{ fT} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$. Tuy nhiên một số nhược điểm của nó là giá thành rất cao, công nghệ chế tạo phức tạp và nhiệt độ làm việc thấp (nhiệt độ siêu dẫn).

1.4.3 Cảm biến từ trường Flux-gate.

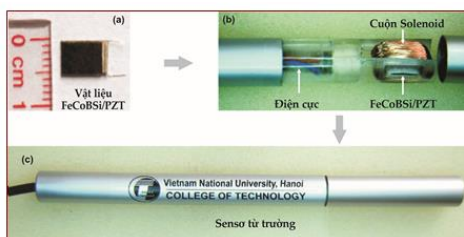
Cảm biến flux-gate có hạn chế là khá cồng kềnh, không bền và có thời gian đáp ứng chậm (khoảng 2-3 giây).

1.4.4 Cảm biến từ trường dựa trên hiệu ứng từ trở

Cảm biến loại này hoạt động dựa trên hiệu ứng từ-điện trở. Chúng có giá thành cao, công nghệ chế tạo phức tạp do đó hạn chế nhiều đến khả năng ứng dụng trong điều kiện công nghệ ở Việt Nam.

1.4.5 Cảm biến từ trường dựa trên hiệu ứng từ-điện.

Các nghiên cứu ứng dụng chế tạo cảm biến từ trường dựa trên hiệu ứng từ-điện với cơ sở là vật liệu tổ hợp từ-điện Terfecohan/PZT đã cho thấy cảm biến từ



H 1.18: Cảm biến đã được nghiên cứu

trường có thể đạt được độ nhạy là 130 mV/mT và độ phân giải là 10^{-3} mT . Tuy nhiên các nghiên cứu trên vật liệu từ-điện này vẫn còn khả năng tối ưu hóa về mặt vật liệu, cấu hình để có thể nâng cao hơn nữa khả năng ứng dụng của cảm biến từ trường loại này. Các nghiên cứu tiếp theo của luận án tập trung vào các ứng dụng của vật liệu tổ hợp từ-điện đa lớp Metglas/PZT cho cảm biến từ trường và đặc biệt là cảm biến từ trường trái đất.

1.5 Đối tượng, mục tiêu và nội dung nghiên cứu.

1.5.1 Đối tượng nghiên cứu.

Với các nội dung cơ bản về hiệu ứng từ-điện, vật liệu tổ hợp từ-điện và cảm biến từ trường đã được trình bày ở trên, luận án xác định đối tượng nghiên cứu gồm có: lý thuyết về hiệu ứng từ-điện và các lý thuyết liên quan, vật liệu tổ hợp từ-điện.

1.5.2 Mục tiêu nghiên cứu.

Hướng đến ứng dụng các nghiên cứu cơ bản cho việc chế tạo cảm biến từ trường có độ nhạy, độ phân giải cao và giá thành thấp.

1.5.3 Nội dung nghiên cứu.

Qua việc xác định đối tượng và mục tiêu nghiên cứu, luận án đã đề ra các nội dung nghiên cứu bao gồm:

- * Nghiên cứu chế tạo các vật liệu tổ hợp từ-điện khác nhau.
- * Nghiên cứu các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu ứng từ-điện.
- * Khảo sát tính chất từ, từ giảo, từ-điện của vật liệu đã được chế tạo, kết hợp với nghiên cứu lý thuyết để xác định cấu hình tối ưu.
- * Chế tạo cảm biến từ trường với vật liệu từ-điện đã được chế tạo. Khảo sát khả năng làm việc trong từ trường yếu và cải tiến thiết kế của cảm biến. Đề xuất một số khả năng ứng dụng.

CHƯƠNG 2: PHƯƠNG PHÁP THỰC NGHIỆM

2.1 Chế tạo vật liệu dạng màng TbFeCo/PZT bằng phương pháp phún xạ

Màng mỏng Terfecohan được phún xạ trực tiếp lên bề mặt của vật liệu áp điện PZT thông qua thiết bị phún xạ 6 bia của PTN micro – nano, Trường Đại học Công Nghệ (ĐHCN) - ĐHQGHN. (ATC – 2000F, AJA international, Inc. (Mỹ).

2.2 Chế tạo vật liệu tổ hợp Metglas/PZT dạng tấm

Lớp băng từ Metglas được kết dính cơ học với lớp áp điện *PZT*. Cấu hình vật liệu được chế tạo gồm có: bilayer đơn, bilayer kép và sandwich.

2.3 Khảo sát tính chất từ bằng hệ từ kế mẫu rung

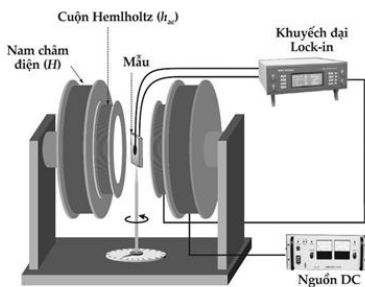
Trong các thực nghiệm khảo sát tính chất từ của vật liệu đã được tiến hành trên thiết bị từ kế mẫu rung Lakeshore 7404 (Lakeshore, PTN micro – nano, ĐHCN, ĐHQGHN)

2.4 Hệ đo từ giảo

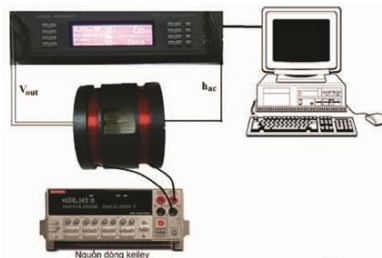
Để thực hiện đo từ giảo của màng mỏng Terfecohan và băng từ Metglas, hệ đo từ giảo phản xạ quang học được thiết kế và sử dụng tại PTN micro – nano, ĐHCN.

2.5 Đo hệ số từ-điện

Hiệu ứng từ-điện được đặc trưng bởi hệ số từ-điện α_E và được xác định thông qua thế áp điện V_{ME} được sinh ra trên hai mặt của tấm áp điện dưới tác dụng của từ trường ngoài. Thế áp điện V_{ME} là thế hiệu xoay chiều sinh ra do cảm ứng bởi từ trường xoay chiều $h_{AC} = h_0 \cdot \sin(2\pi ft)$ được đặt trong từ trường một chiều H_{DC} . Từ trường một chiều DC được tạo ra nhờ một nam châm điện lên tới hơn 1 T (10 kOe) và được đo bằng đầu đo Hall. Hệ số từ-điện được xác định bằng công thức: $\alpha_E = V_{ME}/t/h_0$.



H 2.12: Hệ đo từ-điện



H 2.13: Hệ đo từ-điện từ trường thấp

2.6 Khảo sát hình thái bề mặt bằng hiển vi điện tử

Cấu trúc bề mặt và chiều dày của các lớp vật liệu và của lớp kết dính đã được thực hiện trên thiết bị hiển vi điện tử SEM (S – 3400N, Hitachi, PTN micro – nano, ĐHCN, ĐHQGHN).

2.7 Khảo sát hình thái bề mặt bằng hiển vi lực nguyên tử

Hình thái học bề mặt được khảo sát trên kính hiển vi lực nguyên tử/lực từ (ND-MTD, Nga, ĐHCN).

2.8 Kết luận chương 2

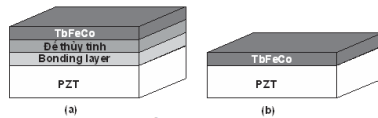
Phương pháp chế tạo vật liệu vừa hiện đại (phún xạ) vừa đơn giản (kết dính cơ học) là phù hợp với điều kiện tại Việt Nam

Các phương pháp nghiên cứu vật liệu dựa trên thiết bị hiện đại, độ chính xác cao, đảm bảo độ tin cậy của các nghiên cứu.

CHƯƠNG 3: VẬT LIỆU TỔ HỢP TỪ-ĐIỆN Terfecohan/PZT DẠNG MÀNG VỚI LỚP VẬT LIỆU TỪ GIẢO CÓ CẤU TRÚC NANO

3.1 Vật liệu tổ hợp với lớp từ giảo ở trạng thái vô định hình

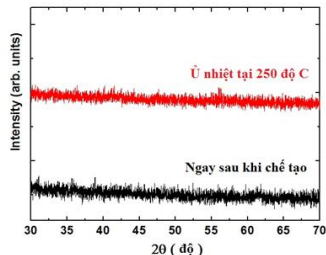
Vật liệu tổ hợp từ-điện dạng màng được chế tạo theo hai cấu hình (H 3.1).



H 3.1: Hai cấu hình vật liệu

3.1.1 Cấu trúc tinh thể của lớp từ giảo

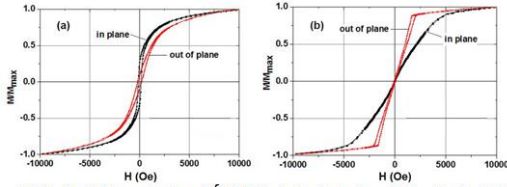
Màng mỏng Terfecohan sau khi chế tạo và sau khi ủ nhiệt cho thấy cấu trúc vô định hình (H 3.3).



H 3.3: XRD của màng Terfecohan

3.1.2 Tính chất từ và từ giảo của màng Terfecohan

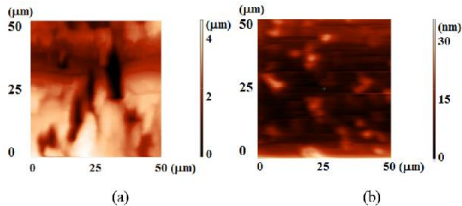
Màng mỏng trên đế PZT có tính chất từ là dị hướng mặt phẳng nhưng lại có lực kháng từ lớn (H 3.4) đã được giải thích là do sự



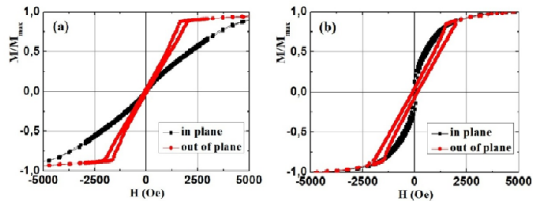
H 3.4: Màng trên đế PZT (a) và trên thủy tinh (b)

khác nhau về hình thái học bề mặt của đế PZT (độ nhám 4,5 μm) và thủy tinh (độ nhám 35 nm) (H 3.6).

So sánh tính chất từ của màng trước và sau khi ủ nhiệt cho thấy màng chuyển từ dị hướng vuông góc sang dị hướng mặt phẳng và độ cảm từ tại từ trường thấp đã tăng lên khoảng 2 lần (H 3.7) là do sự giải phóng ứng suất nội của quá trình ủ nhiệt.



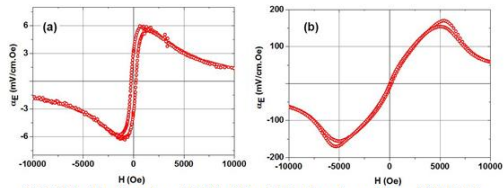
H 3.6: PZT (a) và thủy tinh (b)



H 3.7: Màng sau khi chế tạo (a) và sau khi ủ (b)

3.1.3 Tính chất từ-điện của vật liệu tổ hợp

Terfecohan/PZT có hệ số thế từ-điện cực đại nhỏ hơn nhưng lại đạt được giá trị này ở từ trường thấp hơn so với vật



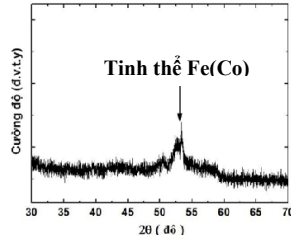
H 3.11: Terfecohan/PZT (a) và Terfecohan/glass/PZT (b)

liệu Terfecohan/glass/PZT (H 3.11) là do sự suy giảm ứng suất bởi độ nhám của hai đế là khác nhau.

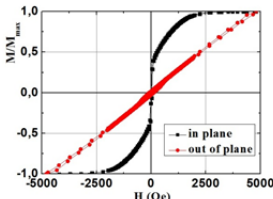
3.2 Vật liệu tổ hợp với lớp từ giảo ở trạng thái nano tinh thể

3.2.1 Nhiệt độ ủ 350°C

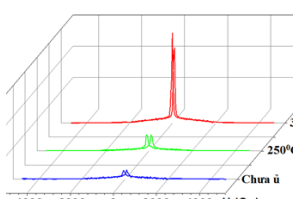
Màng mỏng Terfecohan sau khi ủ nhiệt tại 350°C đã xuất hiện cấu trúc nano tinh thể đồng đều với kích thước hạt ~ 20 nm (H 3.14). Tính chất từ của màng mỏng sau khi ủ nhiệt tại 350°C đã được cải thiện đáng kể (tăng cường tính chất dị hướng mặt phẳng, giảm lực kháng từ, tăng độ cảm từ tại từ trường thấp lên một bậc độ lớn) (H 3.15). Tính chất từ giảo cũng vì vậy mà được tăng cường thông qua độ cảm từ



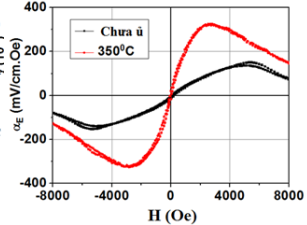
H 3.14: Màng ủ tại 350 độ C



H 3.15: Màng sau khi ủ



H 3.16: So sánh độ cảm từ

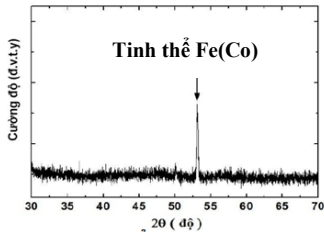


H 3.18: Đường cong từ-điện

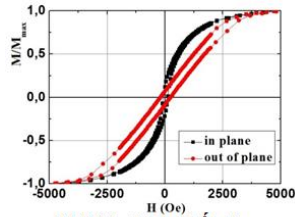
giảo được tăng lên đáng kể trong từ trường thấp. Nguyên nhân là do cấu trúc nano tinh thể đồng thời với sự giải phóng ứng suất nội.

Tính chất từ-điện của vật liệu sau khi ủ tại 350°C cũng tương ứng được tăng cường thông qua hệ số thể từ-điện cực đại tăng, từ trường tương ứng giảm so với vật liệu trước khi ủ nhiệt.

3.2.2 Nhiệt độ ủ 450°C



H 3.20: Ủ tại 450 độ C



H 3.21: Tinh chất từ

Các tinh thể đã phát triển kích thước lên giá trị ~ 40 nm (H 3.20). Tinh chất từ đã suy giảm so với khi ủ tại 350°C do tinh thể phát triển đã đồng thời tăng dị hướng từ tinh thể (H 3.21).

3.3 Kết luận chương 3

-Chế tạo thành công vật liệu tổ hợp từ-điện dạng màng Terfecohan/PZT và Terfecohan/Glass/PZT.

-Màng Terfecohan/PZT có dị hướng mặt phẳng nhưng lại có lực kháng từ lớn. Nguyên nhân là do độ nhám bề mặt để lớn.

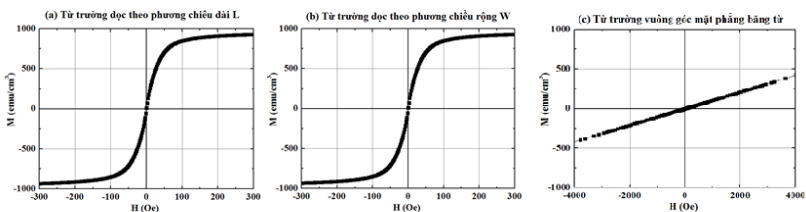
-Nhiệt độ ủ 350°C là tối ưu để tăng cường tính chất từ, từ giảo và từ điện. Nguyên nhân là do xuất hiện cấu trúc nano tinh thể kích thước ~ 20 nm.

CHƯƠNG 4: VẬT LIỆU TỔ HỢP TỪ-ĐIỆN Metglas/PZT DẠNG TẤM VỚI LỚP TỪ GIẢO CÓ CẤU TRÚC VÔ ĐỊNH HÌNH

4.1 Tính chất từ của băng từ Metglas

4.1.1 Tính chất từ siêu mềm

Tính chất từ của băng từ Metglas có pha Ni đã được nghiên

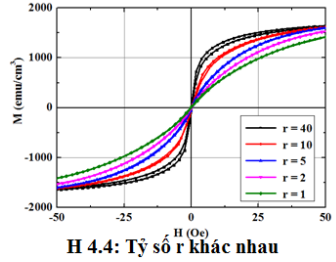


H 4.3: VSM theo 3 phương

cứu thông qua việc đo đường cong từ hóa cho thấy tính chất từ siêu mềm được thể hiện với từ trường bão hòa rất thấp ($H_S \sim 70$ Oe), từ độ bão hòa cao ($M_S \sim 1216$ emu/cm³) và hầu như không có độ từ dư, lực kháng từ ($M_r, H_C \sim 0$ Oe) (H 4.3).

4.1.2 Ảnh hưởng của dị hướng hình dạng đến tính chất từ mềm

Băng từ có chiều dày $t_{Metglas} = 18 \mu m$ và các kích thước L và W thay đổi từ 0,25 mm đến 10 mm tương ứng với tỉ số $r = L/W$ từ 1 đến 40. Từ trường ngoài luôn hướng dọc theo chiều dài (L) của băng. Mẫu hình vuông, $n = 1$, từ trường $H_S \sim 70$ Oe. $n = 40$, $H_S \sim$ vài Oe. Tỉ lệ r càng thì càng dễ bão hòa dọc theo phương chiều dài (H 4.4).

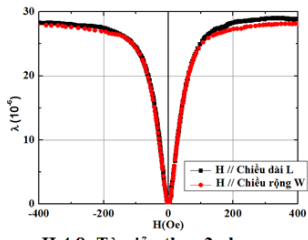


H 4.4: Tỷ số r khác nhau

4.2 Tính chất từ giảo của băng từ Metglas

4.2.1 Nghiên cứu tính chất từ giảo tĩnh

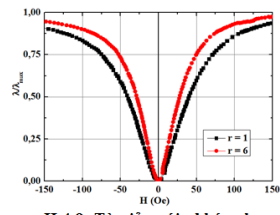
Đường cong từ giảo của băng từ Metglas cũng được khảo sát trong từ trường một chiều DC, đường cong từ giảo đo theo hai phương trong mặt phẳng băng trùng khít nhau (mẫu hình vuông) khẳng định tính đẳng hướng.



H 4.8: Từ giảo theo 2 phương

4.2.2 Ảnh hưởng của dị hướng hình dạng đến tính chất từ giảo.

Với $n = 1$, $H_S \sim 100$ Oe, khi $n = 6$ thì $H_S \sim 70$ Oe. Độ dốc cũng tăng tương ứng khi r tăng chứng tỏ sự ảnh hưởng của tỉ số kích thước đến tính mềm của băng từ.

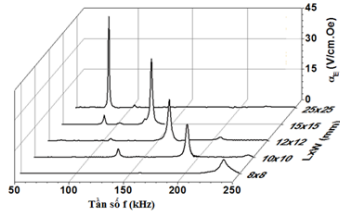


H 4.9: Từ giảo với r khác nhau

4.3 Sự phụ thuộc của hiệu ứng từ-điện vào tần số kích thích.

4.3.1 Mẫu hình vuông

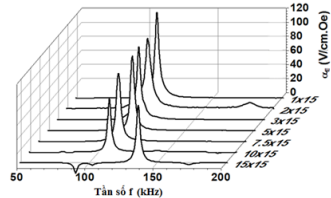
Sự phụ thuộc của hệ số từ-điện vào tần số của từ trường xoay chiều được thực hiện đối với mẫu hình vuông đều quan sát thấy xuất hiện một đỉnh có hệ số từ-điện đạt được lớn nhất và có xu hướng dịch chuyển về tần số thấp đối với mẫu có kích thước càng lớn.



H 4.10: Mẫu hình vuông

4.3.2 Mẫu hình chữ nhật

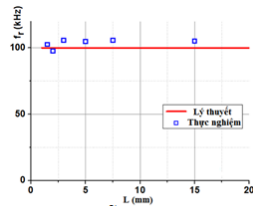
Kết quả cho thấy tần số cộng hưởng của các mẫu hình chữ nhật ($L > W$) có giá trị là 105,2 kHz, 105,8 kHz, 104,8 kHz, 105,8 kHz, 97,6 kHz, 102,6 kHz tương ứng với các mẫu có chiều rộng là 1, 2, 3, 5, 7,5 và 10 mm. Các tần số này là tương đương nhau.



H 4.11: Mẫu hình chữ nhật

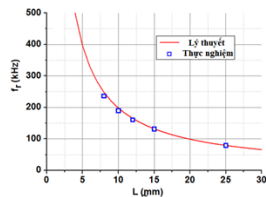
4.3.3 Tính toán lý thuyết quy luật phụ thuộc tần số

Xét và giải bài toán dao động một chiều trên sợi dây đàn hồi với điều kiện là các biên gắn chặt. Kết quả cho thấy sóng trên dây là sự chồng chập của vô số các sóng hình sin với các tần số là bội của tần số cơ bản $f = v/2L$. Với các mẫu hình chữ nhật ta có thể coi đó như một sợi dây với chiều dài L là chiều dài của hình chữ nhật. Khi đó ta



H 4.13: Mẫu hình chữ nhật

có thể coi đó như một sợi dây với chiều dài L là chiều dài của hình chữ nhật. Khi đó ta



H 4.18: Mẫu hình vuông

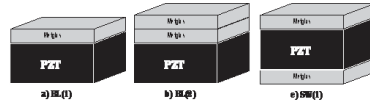
có thể bỏ qua dao động theo phương dọc theo chiều rộng.

Xét và giải bài toán dao động của màng mỏng hình chữ nhật có kích thước L, W , có biên được gắn chặt. Có thể thấy rằng sóng trên màng mỏng là sự chồng chập của vô số các sóng hình sin với các tần số: $f_{mn} = v\sqrt{m^2 / L^2 + n^2 / W^2} / 2$

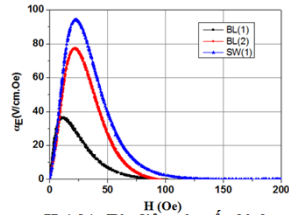
Trong trường hợp mẫu hình vuông ($L = W$) thì tần số cơ bản ứng với đỉnh cộng hưởng lớn nhất là $f_{11} = v\sqrt{2} / 2L$ gấp $\sqrt{2}$ lần mẫu hình chữ nhật.

4.4 Ảnh hưởng của cấu hình (bilayer và sandwich)

Kết quả thực nghiệm cho thấy hệ số từ-điện cực đại của cấu hình bilayer kép lớn gấp hai lần so với hệ số từ-điện cực đại của cấu hình bilayer đơn. Tuy nhiên khi so sánh hệ số từ-điện cực đại của cấu hình bilayer kép với cấu hình sandwich thì thấy rằng hệ số từ-điện cực đại của cấu hình sandwich lại lớn hơn so với của cấu hình bilayer kép. Các nghiên cứu tiếp theo, cấu hình sandwich được sử dụng như là cấu hình mặc định.



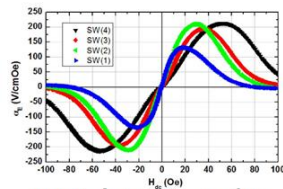
H 4.19: Cấu hình vật liệu



H 4.21: Từ-điện các cấu hình

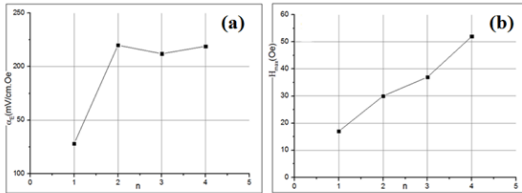
4.5 Ảnh hưởng của chiều dày lớp từ giả Metglas

Các nghiên cứu khảo sát sự ảnh hưởng của chiều dày lớp băng từ (số lớp băng từ) đã được thực hiện để tối ưu hóa số lớp băng từ của vật liệu tổ hợp từ-điện. Hiệu ứng từ-điện được tăng thêm 1,5 lần khi tăng chiều dày lớp băng từ từ 1 lớp



H 4.23: Ảnh hưởng của số lớp

lên 2 lớp. Tiếp tục tăng chiều dày lên ta thấy hiệu ứng từ-điện không tăng thêm nữa.

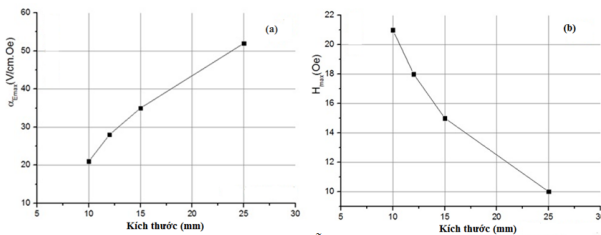


H 4.24: Các thông số thay đổi theo số lớp băng từ

Với mục đích hướng đến ứng dụng chế tạo các cảm biến từ trường trong vùng từ trường thấp có độ nhạy cao, luận án đã lựa chọn cấu hình sandwich với số lớp băng từ mỗi bên là 1. Đây là cấu hình cho hệ số từ-điện trong vùng từ trường thấp là lớn nhất.

4.6 Ảnh hưởng của kích thước (mẫu vuông)

4.6.1 Kết quả thực nghiệm khảo sát hiệu ứng từ-điện

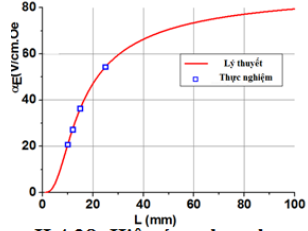


H 4.25: Mẫu hình vuông

Kết quả rút ra từ thực nghiệm cho thấy rằng hệ số từ-điện cực đại tăng dần theo kích thước của mẫu và từ trường ứng với hệ số từ-điện cực đại giảm dần theo kích thước mẫu. Tuy nhiên, một trong số các yêu cầu thực tiễn đặt ra cho các thiết bị cảm biến là kích thước càng nhỏ càng tốt. Do đó để đảm bảo yêu cầu chế tạo được các cảm biến có độ nhạy cao và kích thước nhỏ, chúng tôi lựa chọn kích thước tối ưu trong khoảng từ 10 đến 20 mm.

4.6.2 Lý thuyết hiệu ứng “shear lag”

Hiệu ứng “Shear lag” là hiệu ứng mô tả sự phân bố biến dạng trên bề mặt của mẫu có dạng màng mỏng. Bề mặt mẫu được chia thành hai phần là phần lõi và phần biên. Biến dạng trên bề mặt mẫu sẽ tăng dần từ biên vào lõi và đạt giá trị

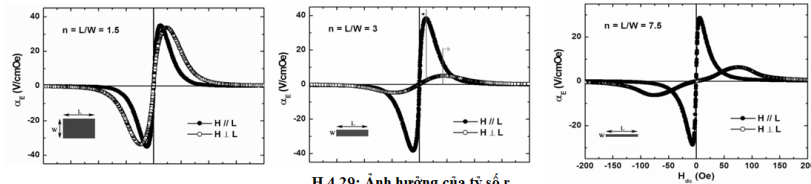


H 4.28: Hiệu ứng shear lag

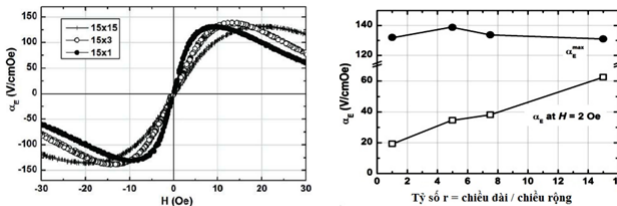
cực đại khi ở tâm mẫu. Tính giá trị hệ số từ-điện trung bình trong toàn bộ mẫu thu được: $\alpha_E = K \cdot (1 - \tanh(k.L) / k.L)^2$

4.7 Ảnh hưởng của tỷ lệ kích thước dài/rộng

4.7.1 Kết quả đo thực nghiệm khảo sát hệ số từ-điện



H 4.29: Ảnh hưởng của tỷ số r

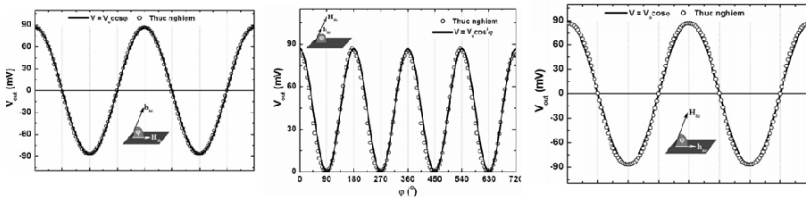


H 4.30: Các thông số thay đổi theo tỷ số r

Thực nghiệm cho thấy tỷ lệ L/W cho giá trị hiệu ứng từ-điện cực đại vào khoảng L/W = 3, nhưng để có độ nhạy cao hơn ở từ trường thấp thì tỷ số này cần cao hơn (L/W = 7,5).

Trong khi α_E cực đại hầu như không đổi (và có giá trị khoảng 150 V/cm.Oe) thì giá trị α_E ở từ trường H = 2 Oe tăng mạnh theo tỷ số L/W. Kết quả thu được như mong đợi về sự thay đổi của điện áp

từ-điện một cách tuần hoàn theo chu kỳ π hoặc 2π tùy thuộc vào cấu hình đo và định hướng tiếp theo cho các nghiên cứu thiết kế cảm biến đo góc là tích hợp nhiều vật liệu có dị hướng đơn trục bố trí theo các phương trục giao với nhau.



H 4.32: Biến đổi tín hiệu theo góc từ trường

4.7.2 Lý thuyết trường khử từ giải thích quy luật phụ thuộc kích thước.

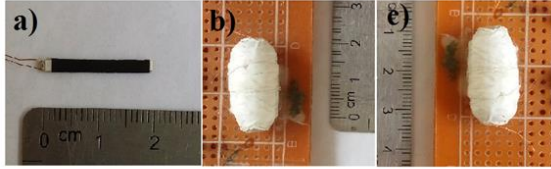
Hệ số trường khử từ N trong các thực nghiệm này được tính toán theo công thức: $N = 1/\chi_0 - 1/\chi_M$. Sự biến đổi của hệ số từ-điện tỷ đối này là tương đối phù hợp so với các kết quả thu được khi tính toán theo giá trị N_{exp} . Kết quả đã chỉ ra rằng hình dạng của Metglas đóng một vai trò quan trọng trong việc làm tăng mật độ từ thông bên trong vật liệu tổ hợp từ-điện. Kết quả thực nghiệm và lý thuyết đều cho thấy kích thước 15×1 mm thì cho độ nhạy đối với từ trường thấp là lớn nhất.

4.8 Kết luận chương 4

Các nghiên cứu tính chất của vật liệu tổ hợp từ-điện dạng tấm Metglas/PZT đã thu được tối ưu về cấu hình, hình dạng, kích thước, thông số làm việc phục vụ cho mục đích chế tạo cảm biến từ trường yếu có độ nhạy và độ phân giải cao. Vật liệu tối ưu thu được có cấu hình sandwich với 1 lớp băng từ mỗi bên tấm PZT, kích thước là 1×15 mm. Các nghiên cứu mô phỏng về phương trình truyền sóng, hiệu ứng Shear lag và hệ số trường khử từ đã giải thích được các hiện tượng thu được trong các nghiên cứu thực nghiệm.

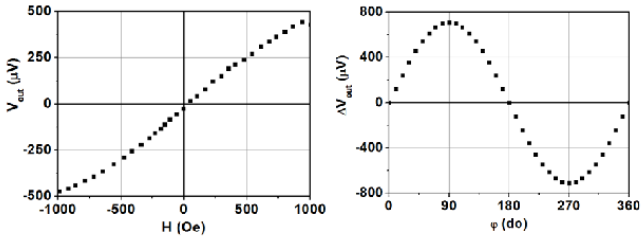
CHƯƠNG 5: ỨNG DỤNG

5.1 Cảm biến từ trường dựa trên màng mỏng Terfecohan có cấu trúc nano



H 5.1: Vật liệu dạng màng và cảm biến

Vật liệu tổ hợp từ-điện Terfecohan/glass/PZT (sau khi ủ nhiệt tại 350°C) kích thước 17×1 mm được sử dụng để chế tạo cảm

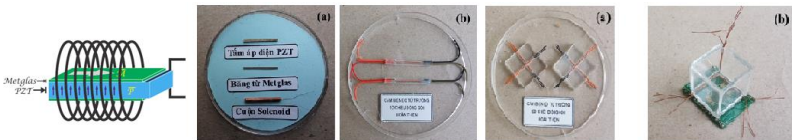


H 5.3: khảo sát cảm biến

biến từ trường. Khảo sát thông số làm việc của cảm biến này cho thấy nó có dải đo từ trường $< 1\text{kOe}$ với độ nhạy là $0,49 \mu\text{V/Oe}$. Cảm biến cho thấy khả năng xác định góc định hướng của từ trường. Tuy nhiên cảm biến này vẫn cần được nghiên cứu thêm để có thể tăng cường hơn nữa hiệu ứng từ-điện cho các ứng dụng thực tiễn.

5.2 Cảm biến từ trường dựa trên băng từ Metglas có cấu trúc vô định hình

5.2.1 Thiết kế và chế tạo hệ thống cảm biến đo từ trường



H 5.6: Thiết kế và chế tạo cảm biến

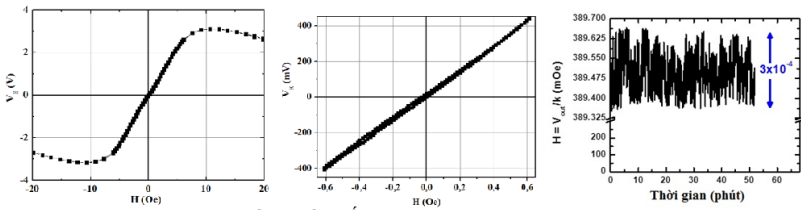
5.2.2 Khảo sát các thông số làm việc của cảm biến

5.2.2.a Tần số cộng hưởng

Các cảm biến 1D có hệ số phẩm chất khoảng 67, tần số cộng hưởng là 99,55, 100,13 và 100,18 kHz tương ứng cho cảm biến S_1 , S_2 và S_3 .

5.2.2.b Tín hiệu của cảm biến phụ thuộc vào cường độ từ trường

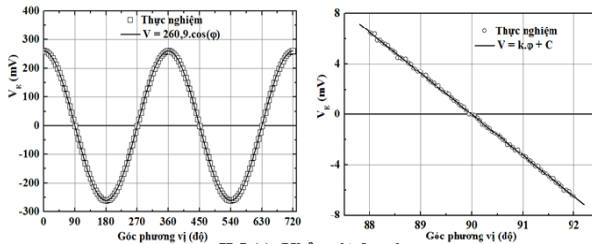
Kết quả cho thấy đường cong tín hiệu thay đổi theo quy luật tuyến tính $V = k \times H_{DC}$ với độ dốc $k = 653,215 \text{ mV/Oe}$. Độ phân giải của cảm biến từ trường 1D có giá trị là $3 \cdot 10^{-4} \text{ Oe}$.



H 5.8: Khảo sát cảm biến 1D

5.2.2.c Tín hiệu của cảm biến phụ thuộc vào góc định hướng

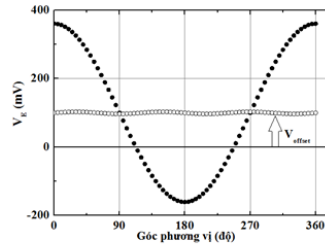
Tín hiệu phụ thuộc tuần hoàn theo quy luật hàm $V = V_0 \cdot \cos\varphi$, $V_0 = 260,9 \text{ mV}$. Sử dụng $k = 653,215 \text{ mV/Oe}$, cường độ từ trường Trái đất nằm trong mặt phẳng nằm ngang có giá trị $0,3994 \text{ Oe}$.



H 5.11: Khảo sát đo góc

5.2.3 Tín hiệu nền (zero offset) và cách khắc phục

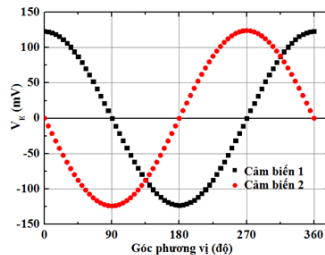
Đường cong tín hiệu của cảm biến cho thấy sự không đối xứng xung quanh trục hoành mà bị dịch đi một giá trị khoảng 100 mV. Thế nền offset có thể được bù trừ bằng cách đảo cực nguồn nuôi từ trường xoay chiều kích thích.



H 5.12: Dạng nền

5.2.4 Cảm biến đo góc dựa trên cảm biến đo từ trường 2D

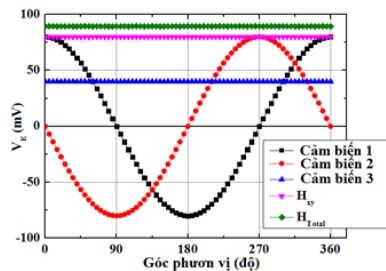
Để xác định hai thành phần từ trường vuông góc trong mặt phẳng, luận án sử dụng hai cảm biến đơn được bố trí vuông góc với nhau. Cấu hình này cho phép xác định đồng thời góc định hướng và độ lớn của từ trường trái đất độ nhạy cao trong toàn dải đo.



H 5.16: Khảo sát cảm biến 2D

5.2.5 Cảm biến đo từ trường trái đất 3D dựa trên hiệu ứng từ-điện.

Nếu như cảm biến 2D chế tạo được ở phần trên cho các mục đích đo độ lớn và định hướng từ trường Trái đất trong một mặt phẳng thì với các ứng



H 5.17: Khảo sát cảm biến 3D

dụng trong không gian đòi hỏi việc nghiên cứu và chế tạo ra các cảm biến 3D. Cảm biến loại này được chế tạo bằng cách tổ hợp ba cảm biến đơn S_1 , S_2 và S_3 . Hệ cảm biến cho phép xác định đồng thời cả ba thành phần của từ trường Trái đất trong một hệ tọa độ từ đó xác định

được đồng thời cường độ từ trường Trái đất và định hướng của nó trong không gian.

5.3 Kết luận chương 5

- Cảm biến 1D được chế tạo cho phép xác định cường độ từ trường trái đất với độ nhạy là 653,215 mV/Oe, độ phân giải là $\sim 3 \cdot 10^{-4}$ Oe.

- Cảm biến 2D được chế tạo cho phép xác định cả cường độ và góc định hướng của từ trường trái đất với độ phân giải góc $\sim 10^{-2}$ độ.

Cảm biến 3D được chế tạo cho phép xác định cả cường độ và góc định hướng trong không gian của từ trường trái đất.

KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

Kết luận:

1. Chế tạo thành công vật liệu tổ hợp từ-điện dạng màng Terfecohan/PZT bằng phương pháp phun xạ và dạng tấm Meglas/PZT bằng phương pháp kết dính cơ học.

2. Vật liệu Terfecohan/PZT có hệ số thế từ-điện lớn nhất $\alpha_E = 6,3$ mV/cm.Oe tại từ trường một chiều $H_{dc} = 1$ kG. Vật liệu này có hệ số thế từ-điện nhỏ hơn 27 lần nhưng từ trường làm việc giảm 5 lần so với vật liệu Terfecohan/Glass/PZT. Nguyên nhân được đề xuất là do khác biệt về hình thái bề mặt đế và một số phương án thay đổi hình thái bề mặt của vật liệu áp điện đã được đưa ra.

3. Màng Terfecohan ủ nhiệt trong chân không tại nhiệt độ 350°C trong 1 giờ cho thấy đã xuất hiện cấu trúc nano tinh thể và do đó làm tăng cường tính chất từ-điện của vật liệu tổ hợp (hệ số thế từ-điện tăng 1,9 lần, từ trường một chiều tương ứng giảm 2 lần). Tuy nhiên vật liệu này vẫn cần nghiên cứu tiếp theo để có thể ứng dụng thực tiễn.

4. Các nghiên cứu chỉ ra cấu hình tối ưu của vật liệu tổ hợp từ-điện đa lớp dạng tấm Metglas/PZT để ứng dụng chế tạo cảm biến từ trường trái đất là dạng sandwich (Metglas/PZT/Metglas) với kích thước $15 \times 1 \text{ mm}^2$. Với cấu hình này thì hệ số thế từ-điện cực đại đạt được là $\alpha_E = 131 \text{ V/cm.Oe}$ tại từ trường $H_{dc} = 7 \text{ Oe}$.

5. Các nghiên cứu ứng dụng lý thuyết và mô phỏng về hiện tượng cộng hưởng tần số, hiệu ứng shear lag và hiệu ứng trường khử từ đã giúp giải thích các hiện tượng thực nghiệm, dự đoán trước các kết quả thực nghiệm tiếp theo và góp phần trong quá trình tối ưu hóa cấu hình vật liệu.

6. Vật liệu tổ hợp từ-điện dạng màng Terfecohan/PZT được ứng dụng để chế tạo cảm biến từ trường và cho thấy cảm biến không chỉ có khả năng xác định cường độ từ trường (độ nhạy $k = 0,49 \mu\text{V/Oe}$, dải đo từ -1 kOe đến 1 kOe) mà còn có khả năng xác định góc định hướng của từ trường.

7. Vật liệu tổ hợp từ-điện đa lớp dạng tấm Metglas/PZT được ứng dụng chế tạo thành công các cảm biến 1D, 2D và 3D. Cảm biến 1D có độ nhạy từ trường đạt tới $k = 653,215 \text{ mV/Oe}$ và độ phân giải lên đến $3 \cdot 10^{-4} \text{ Oe}$. Cảm biến 1D không chỉ cho phép xác định chính xác cường độ từ trường trái đất mà còn có thể xác định được các góc định hướng của nó với độ phân giải góc $\sim 10^{-2}$ độ. Các cảm biến từ trường trái đất 2D và 3D đã được chế tạo thành công dựa vào việc kết hợp các cảm biến 1D. Các cảm biến từ trường trái đất 2D và 3D cho phép xác định cường độ từ trường trái đất và các góc định hướng của nó theo thời gian thực và có độ phân giải ổn định trong toàn dải

đo. Các cảm biến 2D cho độ nhạy là 308,2 và 310,7 mV/Oe tương ứng với độ nhạy của hai cảm biến 1D, độ phân giải từ trường là $3 \cdot 10^{-4}$ Oe và độ phân giải góc là 10^{-2} độ. Các cảm biến 3D cho độ nhạy là 192,6 mV/Oe, 200,8 mV/Oe và 205,5 mV/Oe tương ứng với độ nhạy của ba cảm biến đơn.

8. Các kết quả thu được từ thực nghiệm khảo sát khả năng làm việc của cảm biến từ trường trái đất 1D, 2D và 3D cho thấy chúng hoàn toàn có thể sử dụng như một la bàn điện tử thế hệ mới với độ chính xác và độ nhạy cao.

Kiến nghị:

Ngoài các ứng dụng đã được thực hiện và triển khai trong luận án, một số ứng dụng khác có thể sử dụng cảm biến từ trường dựa vật liệu tổ hợp đa lớp dạng tấm Metglas/PZT nhờ các ưu điểm nổi bật của nó như: sử dụng trong các thiết bị định vị, thiết bị dò tìm vệ tinh và điều khiển trạm thu phát tín hiệu mặt đất di động hoặc cố định, cảm biến cường độ dòng điện dạng kim, thiết bị đo nhịp tim, cảm biến phát hiện hạt nano từ trong lĩnh vực sinh học hay các cảm biến y – sinh khác.

DANH MỤC CÔNG TRÌNH KHOA HỌC CỦA TÁC GIẢ LIÊN QUAN ĐẾN LUẬN ÁN

1. D.T. Huong Giang, P.A. Duc, N.T. Ngoc, N.T. Hien and N.H. Duc (2012), “*Enhancement of the Magnetic Flux in Metglas/PZT – Magnetolectric Integrated 2D Geomagnetic Device*”, Journal of Magnetics, 17(4), 308 – 315.
2. D.T. Huong Giang, P.A. Duc, N.T. Ngoc, N.T. Hien and N.H. Duc (2012), “*Spatial angular positioning device with three – dimensional magnetolectric sensors*”, Review of scientific instruments, 83, 095006.
3. D.T. Huong Giang, P.A. Duc, N.T. Ngoc and N.H. Duc (2012), “*Geomagnetic sensors based on Metglas/PZT laminates*”, Sensors and Actuators A, A179, 78 – 82.
4. Phạm Anh Đức, Đỗ Thị Hương Giang, Nguyễn Thị Ngọc, Nguyễn Hữu Đức (2013), “*Nghiên cứu, tối ưu cấu hình và mô phỏng lý thuyết hiệu ứng từ điện trên các vật liệu tổ hợp Metglas/PZT*”, Kỹ yếu hội nghị vật lý chất rắn và khoa học vật liệu toàn quốc lần thứ 8, trang 119-123.
5. Phạm Anh Đức, Nguyễn Thị Ngọc, Lê Khắc Quỳnh, Nguyễn Hữu Đức, Đỗ Thị Hương Giang (2015), “*Chế tạo và nghiên cứu màng mỏng từ - điện Terfercohan/PZT cấu trúc nano*”, Kỹ yếu hội nghị vật lý chất rắn và khoa học vật liệu toàn quốc lần thứ 9, trang 16-19.

Danh mục này gồm 05 công trình.