

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN**  
**TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM**

**ĐẶNG ĐỨC TOÀN**

**NGHIÊN CỨU PHÁT HIỆN ION KIM LOẠI TRONG NƯỚC**  
**BẰNG CẤU TRÚC SILIC XỐP**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ VẬT LÝ**

**THÁI NGUYÊN - 2020**

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN**  
**TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM**

**ĐẶNG ĐỨC TOÀN**

**NGHIÊN CỨU PHÁT HIỆN ION KIM LOẠI TRONG NƯỚC**  
**BẰNG CẤU TRÚC SILIC XỐP**

**Ngành: Vật lý Chất rắn**  
**Mã số: 8440104**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ VẬT LÝ**

**Người hướng dẫn khoa học: TS. Đỗ Thùy Chi**  
**PGS.TS. Bùi Huy**

**THÁI NGUYÊN - 2020**

## **LỜI CAM ĐOAN**

Tôi xin cam đoan: Luận văn này là công trình nghiên cứu của cá nhân tôi. Số liệu và kết quả nghiên cứu trong luận văn này hoàn toàn trung thực và chưa từng được công bố, sử dụng trong bất kỳ công trình nghiên cứu nào.

*Thái Nguyên, tháng 11 năm 2020*

**Tác giả**

**Đặng Đức Toàn**

## LỜI CẢM ƠN

Tôi xin bày tỏ lòng biết ơn tới TS. Đỗ Thùy Chi và PGS.TS. Bùi Huy đã tận tình hướng dẫn và chỉ bảo tôi trong suốt thời gian học tập và quá trình làm luận văn.

Tôi xin chân thành cảm ơn các thầy, các anh chị đang công tác tại Phòng Vật liệu và Ứng dụng Quang sợi, Viện Khoa học Vật liệu, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam đã tạo điều kiện tốt nhất giúp tôi thực hiện các thực nghiệm trong quá trình làm luận văn này.

Tôi xin chân thành cảm ơn Trường Đại học Sư phạm - Đại học Thái Nguyên, Khoa Vật lý và Phòng Đào tạo (Sau đại học) của trường đã tạo mọi điều kiện cho tôi hoàn thành luận văn này.

Tôi xin chân thành cảm ơn tới các thầy giáo, cô giáo giảng dạy khoa Vật lý Trường Đại học Sư phạm - Đại học Thái Nguyên đã giúp đỡ tôi trong quá trình học tập và nghiên cứu làm luận văn.

Tôi xin chân thành cảm ơn gia đình, bạn bè đồng nghiệp đã động viên, cổ vũ tinh thần giúp đỡ để tôi trong quá trình học tập và thực hiện luận văn tốt nghiệp.

Mặc dù đã có nhiều cố gắng, song luận văn khó tránh khỏi những thiếu sót, rất mong nhận được sự góp ý và giúp đỡ của Hội đồng và quý thầy cô, anh chị em đồng nghiệp và bạn bè.

Xin trân trọng cảm ơn./.

*Thái Nguyên, tháng 11 năm 2020*

**Tác giả**

**Đặng Đức Toàn**

## MỤC LỤC

LỜI CAM ĐOAN .....	i
LỜI CẢM ƠN.....	ii
MỤC LỤC .....	iii
DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT.....	v
DANH MỤC CÁC BẢNG.....	vi
DANH MỤC CÁC HÌNH .....	vii
<b>MỞ ĐẦU.....</b>	<b>1</b>
1. Lí do chọn đề tài .....	1
2. Mục tiêu nghiên cứu .....	2
3. Phương pháp nghiên cứu .....	3
4. Nội dung của đề tài nghiên cứu.....	3
<b>Chương 1: TỔNG QUAN VỀ VẬT LIỆU SILIC XỐP VÀ TÁC ĐỘNG</b>	<b>4</b>
<b>CỦA ION KIM LOẠI NẶNG TRONG DUNG DỊCH TRÊN THỰC TẾ</b>	<b>4</b>
1.1. Vật liệu silic xốp.....	4
1.1.1. Lịch sử của silic xốp.....	4
1.1.2. Cơ sở quá trình hình thành silic xốp.....	5
1.2. Silic xốp trong các ứng dụng cảm biến .....	14
1.2.1. Cấu trúc cảm biến và nguyên lý hoạt động .....	14
1.2.2. Cảm biến hóa học .....	14
1.3. Ảnh hưởng của ion kim loại đến con người.....	18
1.3.1. Natri .....	18
1.3.2. Kali .....	19
1.3.3. Niken.....	20
1.4. Các kỹ thuật, mô hình lý thuyết xử lý số liệu.....	21
1.4.1. Phương pháp biến đổi Fourier transform (FFT).....	21
1.4.2. Phương pháp tính giá trị trung bình theo bước sóng (IAW) .....	23

<b>Chương 2: THỰC NGHIỆM CHẾ TẠO CÁC MÀNG SILIC XÓP DÙNG LÀM CẢM BIẾN ĐỂ XÁC ĐỊNH ION KIM LOẠI TRONG MÔI TRƯỜNG LỎNG .....</b>	<b>28</b>
2.1. Quá trình chế tạo cấu trúc quang tử.....	28
2.1.1. Chuẩn bị.....	28
2.1.2. Chế tạo cấu trúc silic xóp .....	30
2.2. Kiểm tra độ nhạy của cảm biến silic xóp .....	37
2.3. Quá trình phát hiện ion kim loại trong dung dịch. ....	38
2.4. Các kỹ thuật thực nghiệm.....	39
2.4.1. Máy quét điện tử hiển vi SEM .....	39
2.4.2. Máy phân tích phổ USB-4000 .....	40
<b>Chương 3: KẾT QUẢ VỀ CHẾ TẠO CẢM BIẾN VÀ XÁC ĐỊNH ION KIM LOẠI TRONG NƯỚC.....</b>	<b>43</b>
3.1. Kết quả chế tạo và tính chất quang buồng vi cộng hưởng dựa trên màng silic xóp đa lớp và màng silic xóp đơn lớp.....	43
3.1.1. Hình thái và cấu trúc của buồng vi cộng hưởng dựa trên màng silic xóp đa lớp và màng silic xóp đơn lớp .....	43
3.1.2. Các tính chất quang của buồng vi cộng hưởng dựa trên màng silic xóp đa lớp và màng silic xóp đơn lớp .....	46
3.2. Xác định độ nhạy của cảm biến bằng dung môi hữu cơ .....	49
3.3. Xác định nồng độ ion kim loại trong nước.....	53
<b>KẾT LUẬN.....</b>	<b>63</b>
<b>TÀI LIỆU THAM KHẢO.....</b>	<b>64</b>
<b>PHỤ LỤC .....</b>	<b>67</b>

## DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT

Viết tắt	Viết đầy đủ	Ý nghĩa
DBR	Distributed Bragg Reflector	Gương phản xạ Bragg phân bố
DIW	Deionized water	Nước khử ion
EOT	Effective optical thickness	Độ dày quang học hiệu dụng
FFT	Fourier transform	Phương pháp biến đổi số liệu từ dạng thời gian sang tần số
IAW	Interferogram Average over Wavelength	Giá trị trung bình của bước sóng cộng hưởng
PBG	Photonic Bandgap	Vùng cấm quang
RIU	Refractive index unit	Đơn vị chỉ số chiết suất
SEM	Scanning Electron Microscope	Kính hiển vi điện tử quét
TMM	Transfer Matrix Method	Phương pháp ma trận chuyển

## DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1 Ảnh hưởng của các thông số anot hóa đến sự hình thành silic xốp. Tăng các thông số trong cột đầu tiên dẫn đến sự thay đổi các thành phần còn lại.....	13
Bảng 2.1. Các điều kiện ăn mòn để chế tạo buồng vi cộng hưởng 1D.....	34
Bảng 3.1: Một số dung môi thường dùng với chiết suất đã biết và bước sóng cộng hưởng của cảm biến khi nhúng trong dung môi.....	51
Bảng 3.2: Giá trị trung bình của phổ phản xạ khi đặt cảm biến trong dung dịch muối NaCl với các nồng độ khác nhau. ....	57
Bảng 3.3: Giá trị trung bình của phổ phản xạ khi đặt cảm biến trong dung dịch muối KCl với các nồng độ khác nhau .....	60
Bảng 3.4: Giá trị trung bình của phổ phản xạ khi đặt cảm biến trong dung dịch muối NiSO <sub>4</sub> với các nồng độ khác nhau.....	61



## DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Sơ đồ ăn mòn điện hóa chế tạo đế Silic xốp.....	6
Hình 1.2. Đường cong liên hệ giữa dòng điện - điện áp cho silic pha tạp loại n và p trong dung dịch HF và nước .....	7
Hình 1.3. Mối quan hệ giữa độ xốp và chiết suất của silic xốp. ....	8
Hình 1.4. Quá trình hòa tan silic trong dung dịch axit HF. ....	9
Hình 1.5. Giảm đồ mối liên hệ giữa tốc độ ăn mòn với mật độ dòng điện của loại silic P <sup>+</sup> (0,01 Ωcm) với dung dịch axit HF 15% trong ethanol .....	10
Hình 1.6. Giảm đồ minh họa khái niệm chiết suất hiệu dụng của silic xốp . ....	11
Hình 1.7. Các mode cảm biến phản xạ sử dụng silic xốp. ....	15
Hình 1.8. Nguyên lý của cảm biến quang tử silic xốp.....	17
Hình 1.9. Cấu trúc mạng tinh thể Natri clorua (NaCl).....	19
Hình 1.10: Kali nguyên chất nổi trong dầu parafin .....	20
Hình 1.11: Sơ đồ cấu trúc và phổ tương ứng của buồng giao thoa đơn lớp silic xốp được dùng trong các ứng dụng cảm biến quang sinh học .....	21
Hình 1.12: Quy trình tính toán phổ phản xạ giao thoa lấy trung bình theo bước sóng (IAW).....	26
Hình 2.1. Phiến Silic loại p <sup>+</sup> đã được bốc bay Al .....	28
Hình 2.2. Phiến Silic thành các miếng có kích thước 1,6 x 1,6 cm.....	29
Hình 2.3. Bình điện hóa chế tạo cấu trúc quang tử.....	29
Hình 2.4. Hệ thống ăn mòn điện hóa.....	30
Hình 2.5. (a) Sơ đồ minh họa cấu trúc silic xốp đa lớp dựa trên cấu trúc tinh thể quang tử 1D thể hiện bởi lớp khuyết tật có độ dài quang học λ/2 xen giữa hai DBR gồm các lớp có chiết suất cao và thấp có độ dài quang học λ/4 xen kẽ lẫn nhau; (b) Phổ phản xạ tương ứng của khe cộng hưởng cho thấy một bước sóng cộng hưởng hẹp ở giữa đỉnh phản xạ cực đại.....	32
Hình 2.6. Sơ đồ của quy trình tạo ra các lớp silic xốp.....	33
Hình 2.7 (a) Sơ đồ minh họa cấu trúc đơn lớp; (b) Phổ phản xạ mô phỏng cấu trúc đơn lớp.....	35

Hình 2.8. Sơ đồ minh họa quá trình ăn mòn tạo ra silic xốp. ....	36
Hình 2.9. Sơ đồ của quy trình tạo ra cấu trúc quang tử đơn lớp silic xốp. ....	36
Hình 2.10. Bộ thí nghiệm thực tế đo độ nhạy cảm biến cấu trúc quang tử đơn lớp silic xốp.....	38
Hình 2.11. Dung dịch NaCl với các nồng độ khác nhau ghi trên nhãn lọ.....	39
Hình 2.12: Thiết bị hiển vi điện tử quét SEM .....	39
Hình 2.13: Sơ đồ khối của kính hiển vi điện tử quét (SEM) .....	40
Hình 2.14. (a) USB 4000; (b) các thành phần trong USB 4000 .....	41
Hình 2.15. Sơ đồ đo phổ phản xạ sử dụng USB 4000 .....	42
Hình 3.1: Ảnh SEM của bề mặt mẫu silic xốp với các mật độ dòng là 50mA/cm <sup>2</sup> (a) và 75mA/cm <sup>2</sup> (b) .....	44
Hình 3.2: Ảnh SEM tiết diện ngang của các cấu trúc silic xốp đa lớp và đơn lớp tương ứng với các mật độ dòng điện cấp vào bình điện hóa là 50mA/cm <sup>2</sup> (a); 75mA/cm <sup>2</sup> (b) .....	45
Hình 3.3: Phổ phản xạ của các cấu trúc silic xốp đa lớp (a) và cấu trúc đơn lớp đã chế tạo tương ứng với mật độ dòng 50mA/cm <sup>2</sup> (b) và 75mA/cm <sup>2</sup> (c)....	47
Hình 3.4: Phổ phản xạ của các mẫu đã chế tạo tương ứng với mật độ dòng 50mA/cm <sup>2</sup> (a) và 75mA/cm <sup>2</sup> (b) sử dụng phương pháp biến đổi FT.....	48
Hình 3.5: Độ phản xạ của các mẫu silic xốp đa lớp (a) và đơn lớp đã chế tạo tương ứng với mật độ dòng 50mA/cm <sup>2</sup> (b) và 75mA/cm <sup>2</sup> (c).....	49
Hình 3.6: Các đường phổ phản xạ cảm biến silic xốp đa lớp (a-c) và đơn lớp chế tạo với mật độ dòng 50mA/cm <sup>2</sup> (d) và 75mA/cm <sup>2</sup> (e) khi đặt trong trong không khí (màu đen) các dung môi methanol 99.5% (màu đỏ), ethanol 99.7% (màu xanh) và isopropanol 99.7% (màu đỏ đỏ).....	50
Hình 3.7. Sự phụ thuộc của độ dịch chuyển bước sóng vào chiết suất tương ứng với các mẫu silic xốp đa lớp (a) và đơn lớp được chế tạo với mật độ dòng 50mA/cm <sup>2</sup> (a) và 75mA/cm <sup>2</sup> (b).....	52
Hình 3.8. Phổ phản xạ của cảm biến silic xốp đa lớp và đơn lớp khi đặt trong dung dịch nước muối NaCl với nồng độ 0% (màu đen); 1% (màu đỏ); 3% (màu xanh da trời); 5% (màu xanh lá cây) và 7% (màu đỏ đỏ).....	53