



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0053638

(51)^{2022.01} G01J 3/44

(13) B

(21) 1-2023-03231

(22) 18/05/2023

(45) 25/11/2025 452

(43) 25/08/2023 425A

(73) VIỆN KHOA HỌC VẬT LIỆU, VIỆN HÀN LÂM KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ
VIỆT NAM (VN)

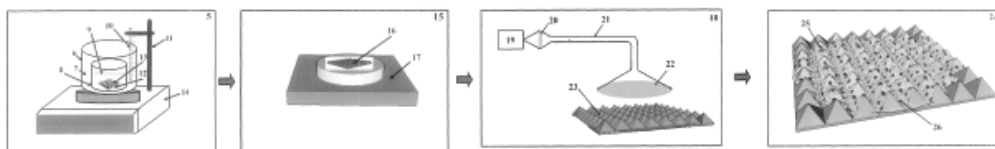
18 Hoàng Quốc Việt, Cầu Giấy, Hà Nội

(72) NGUYỄN THÚY VÂN (VN); Phạm Văn Hội (VN); Bùi Huy (VN); Phạm Thanh
Bình (VN).

(54) PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO CẢM BIẾN SERS TRÊN CƠ SỞ NANO BẠC DẠNG
HOA TRÊN BỀ MẶT SILIC CÓ CẤU TRÚC KIM TỰ THÁP SỬ DỤNG
PHƯƠNG PHÁP QUANG HÓA

(21) 1-2023-03231

(57) Sáng chế này đề xuất phương pháp chế tạo cảm biến quang sử dụng quang phổ Raman tăng cường bề mặt (SERS) trên đế silic định dạng cấu trúc kim tự tháp được lắng đọng nano-Ag dạng hoa bằng phương pháp quang hóa có trợ giúp của chùm sáng laze tạo ra để SERS với nhiều điểm nóng để thu được tín hiệu Raman có hệ số tăng cường cao và có thể phát hiện được các chất phân tích với nồng độ thấp gồm các quy trình công nghệ sau: quy trình (5) sử dụng kỹ thuật ăn mòn hóa học tấm silic đơn tinh thể silic (12) trong dung dịch (9) có chứa thành phần KOH và isopropanol để tạo ra bề mặt silic gồ gề có cấu trúc kim tự tháp (13), qui trình (15) được tiến hành với mục tiêu làm ướt toàn bộ bề mặt của silic để cấu trúc nano-Ag có thể mọc tại vị trí các khe của kim tự tháp làm tăng điểm nóng của đế SERS bằng việc nhỏ dung dịch chứa ion Ag^+ (16) lên trên bề mặt đế silic được định dạng gồ gề và đặt lên bàn quay (17) với tốc độ thấp, qui trình (18) tiến hành chế tạo cấu trúc nano-Ag dạng hoa trên bề mặt silic định dạng cấu trúc kim tự tháp sử dụng phương pháp quang hóa có trợ giúp bằng chùm laze màu xanh (19) truyền qua sợi quang (20) được hội tụ trên đế silic nhờ thấu kính (22) để điện tích phủ nano-Ag dạng hoa (23) chỉ nằm trong vùng ánh sáng của laze chiếu xạ và điều khiển được hình thái học của nano-Ag theo cường độ laze và thời gian chiếu laze, sản phẩm (24) thể hiện đế SERS với các nano-Ag dạng hoa được tạo ra trên bề mặt (25) và ở giữa không gian (26) của các kim tự tháp tạo nên một đế SERS với nhiều điểm nóng để thu được tín hiệu Raman được tăng cường lớn.



Hình 1

Lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế này thuộc lĩnh vực kỹ thuật cảm biến quang, đề cập đến phương pháp chế tạo cảm biến tăng cường tán xạ Raman bề mặt (SERS) trên đế silic có cấu trúc kim tự tháp phân bố đồng đều phủ nano bạc dạng hoa (nano-Ag dạng hoa) có hiệu suất tăng cường tín hiệu Raman cao. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến cảm biến SERS sử dụng đế silic được tạo cấu trúc kim tự tháp phân bố một cách đồng đều trên bề mặt bằng kỹ thuật ăn mòn hóa học, và bề mặt silic cấu trúc kim tự tháp này được phủ lớp nano-Ag dạng hoa chế tạo bằng phương pháp quang hóa có trợ giúp bằng chùm sáng của laze. Cảm biến SERS đề xuất có hệ số tăng cường tín hiệu Raman rất cao nhờ cấu trúc nano-Ag dạng hoa và sự gồ ghề của cấu trúc kim tự tháp cung cấp một số lượng lớn các điểm nóng (hotspot) tạo ra tín hiệu SERS mạnh nhất, được ứng dụng trong các cảm biến sinh hóa với độ nhạy cao và giới hạn phát hiện cực thấp.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Cảm biến dựa trên kỹ thuật SERS có thể đạt được khả năng phát hiện siêu nhạy các phân tử mục tiêu và nó đã được sử dụng trong các lĩnh vực chuyên môn khác nhau như an toàn thực phẩm, giám sát môi trường, y sinh, nông nghiệp, quân sự và thử nghiệm chất nổ [Bonora, S.; Di Foggia, M.; Tugnoli, V.; Righi, V.; Benassi, E.; Maris, A. Raman and SERS study on cimetidine-metal complexes with biomedical interest. J. Raman Spectrosc. 2011, 42, 612–620; Hillenkamp, M.; Di Domenicantonio, G.; Eugster, O.; Felix, C. Instability of Ag nanoparticles in

SiO₂ at ambient conditions. Nanotechnology 2007, 18, 015702]. Sự tăng cường tán xạ Raman được giải thích qua hai cơ chế: tăng cường điện từ và tăng cường hóa học [Lasse Jensen, Christine M. Aikens and George C. Schatz, Electronic structure methods for studying surface-enhanced Raman scattering, Chem. Soc. Rev., 37, 1061-1073, 2008; John R. Lombardi and Ronald L. Birke, A Unified View of Surface-Enhanced Raman Scattering, Acc. Chem. Res., 42, 6, 734–742, 2009]. Đối với tăng cường điện từ, sự tăng cường trường điện từ cục bộ gây ra bởi cộng hưởng plasmon bề mặt được coi là đóng góp quan trọng nhất. Plasmon bề mặt là hiệu ứng dao động tập thể của các electron tự do trong kim loại dưới trường quang điện, làm tăng đáng kể cường độ của trường điện từ. Sự tăng cường hóa học là kết quả của sự truyền điện tích giữa chất nền nano-kim loại và phân tử bị hấp thụ trên bề mặt của chúng. Việc chế tạo các đế SERS có nhiều điểm nóng như các mũi kim loại sắc nhọn [Patent No.: US 9,001,322 B2, Apr. 7, 2015] tạo ra cường độ điện từ trường mạnh xung quanh các phân tử để tăng cường tín hiệu Raman, do vậy có thể phát hiện các đơn phân tử được hấp thụ trên bề mặt kim loại. Thiết kế các đế SERS có tối ưu hóa sự tăng cường trường điện từ là mối quan tâm nghiên cứu chính trong thời gian vừa qua, điều này có thể thực hiện được nhờ sự phát triển của các phương pháp chế tạo nano kim loại và được thúc đẩy bởi nhu cầu sử dụng các đế SERS có sự kiểm soát tốt về độ lặp lại kết quả đo và độ nhạy cao. Các kết quả nghiên cứu về SERS đã chỉ ra rằng các đế SERS có bề mặt gồ ghề cao sẽ thu được tín hiệu SERS cao hơn các đế có bề mặt nhẵn [H. Dridi, L. Haji, A. Moadhen, Rough SERS substrate based on gold coated porous silicon layer prepared on the silicon backside surface, 2017, 104, 266-270] và các cấu trúc sắc nhọn của các nano kim loại có cấu trúc hình hoa [L. Zhao, X. Ji, X. Sun, J. Li, W. Yang, and X. Peng, Formation and Stability of Gold Nanoflowers by the Seeding Approach: The Effect of Intraparticle Ripening, J. Phys. Chem. C 2009, 113, 16645–16651], cấu trúc

hình sao [C. G. Khoury, T. Vo-Dinh, Gold Nanostars For Surface-Enhanced Raman Scattering: Synthesis, Characterization and Optimization, J. Phys. Chem. C Nanomater Interfaces. 2008; 112, 18849–18859] và cấu trúc dạng cành lá [T. B. Pham, T. H. C. Hoang, V. H. Pham, V. C. Nguyen, T. V. Nguyen, D. C. Vu, V. H. Pham and B. Huy, Detection of Permethrin pesticide using silver nano-dendrites SERS on optical fibre fabricated by laser-assisted photochemical method, Sci. Rep. 2019, 9, 12590] sẽ tạo ra nhiều điểm nóng hơn các cấu trúc nano kim loại hình cầu hoặc đĩa.

Việc chế tạo các đế SERS có nhiều điểm nóng trên nano kim loại được thực hiện bằng nhiều kỹ thuật khác nhau như tạo sự gồ ghề ngẫu nhiên của các hạt nano kim loại trên mặt để sử dụng phương pháp từ trên xuống (top-down), kỹ thuật này có thể tạo kích thước qui mô nano-mét của vật liệu plasmon. Các kỹ thuật tương đối đơn giản như sự bốc bay nhiệt của kim loại trên bề mặt đế thủy tinh có thể tạo ra độ nhám ở cấp độ nano-mét ngẫu nhiên, tuy nhiên việc kiểm soát vị trí, hình thái học và mật độ của các điểm nóng trên thực tế là không thể thực hiện một cách chính xác. Phương pháp từ dưới lên (bottom-up) chế tạo các điểm nóng chứa cấu trúc nano bao gồm quá trình tổng hợp các hạt nano với các điểm nóng tích hợp được tạo ra từ các kẽ hở giữa các nhánh hoặc phần nhô ra trên bề mặt hạt ví dụ như các hạt nano cấu trúc lõi-vỏ [M. Yang, R. Alvarez-Puebla, H.-S. Kim, P. Aldeanueva-Potel, L. M. Liz-Marzán, and N. A. Kotov, SERS-Active Gold Lace Nanoshells with Built-in Hotspots, Nano Lett., 2010, 10, 4013–4019] hoặc các phần nhô ra dạng nhánh trên các hạt nano kim loại đơn lẻ [L. Rodríguez-Lorenzo, R. A. Álvarez-Puebla, F. J. G. de Abajo, and L. M. Liz-Marzán, Surface Enhanced Raman Scattering Using Star-Shaped Gold Colloidal Nanoparticles, J. Phys. Chem. C, 2010, 114, 7336–7340; L. Rodríguez-Lorenzo, R. A. Álvarez-Puebla, I. Pastoriza-Santos, S. Mazzucco, O. Stéphan, M. Kociak, L. M. Liz-Marzán, and F.

J. García de Abajo, Zeptomol Detection Through Controlled Ultrasensitive Surface-Enhanced Raman Scattering, *J. Am. Chem. Soc.*, 2009, 131, 4616–4618]. Mặc dù đây là những cấu trúc linh hoạt với sự tổng hợp tương đối dễ dàng, nhưng khả năng kiểm soát độ đồng đều của phân bố nano kim loại bị hạn chế.

Các đế SERS được chế tạo trên nền vật liệu silic đang phát triển rất mạnh bởi vật liệu silic tương đối rẻ tiền và công nghệ gia công bề mặt silic đã hoàn thiện và được sử dụng phổ biến. Những đế SERS trên nền vật liệu silic xốp đã được nghiên cứu khá nhiều cho ứng dụng cảm biến do vật liệu silic xốp có độ nhám cao, diện tích bề mặt lớn, khi được phủ lớp nano-kim loại sẽ có hiệu ứng plasmonic định xứ bề mặt cao và có khả năng tăng cường tín hiệu Raman khi tương tác với chất lỏng có chứa các phân tử cần xác định [Patent No.: US 9,255,843 B2, Feb.9, 2016]. Các phương pháp chế tạo đế SERS trên vật liệu silic xốp có thể thực hiện bằng nhiều kỹ thuật khác nhau như kỹ thuật ngâm tẩm [Nguyen Thuy Van, Vu Duc Chinh, Pham Thanh Binh, Pham Van Hoi, Bui Huy, Pham Thu Nga, Select and Rapid detection of Methylene blue on Porous silicon photonic crystal covered with silver nanoparticles by SERS, *J. of Electron. Mater.* 2022, DOI:10.1007/s11664-022-09505-x], phương pháp mạ điện-hóa, phương pháp bốc hơi chân không, phương pháp bắn phá ion kim loại, phương pháp ăn mòn a-nốt, phương pháp pha trộn nano-kim loại kích thước thích hợp có sẵn vào trong vật liệu silic xốp [Patent No.: US 6970239 B2, 2005, Patent No.: US 9593981 B2, 2017, Patent No.: US 2003/0231304 A1, Dec.18, 2003]. Đế SERS sử dụng silic xốp chế tạo theo các phương pháp nêu trên có diện tích bề mặt lớn, tuy nhiên sự gồ ghề của bề mặt chưa cao và vẫn chưa kiểm soát được vùng lắng đọng của kim loại trên bề mặt đế. Những đế SERS có độ lặp lại cao và kiểm soát tốt sự gồ ghề trên bề mặt đế và sự đồng đều của các hạt nano kim loại đã được chế tạo bằng các phương pháp tinh vi như quang khắc chùm tia điện tử (EBL) hoặc quang khắc sử dụng tia cực tím bước

sóng cực ngắn (DUV) để tạo bề mặt gồ ghề được định dạng một cách đồng đều trong vùng kích thước nano-mét. Tuy nhiên, những phương pháp này đòi hỏi chi phí cao cho thiết bị và những kỹ thuật viên có tay nghề cao trong việc chế tạo, vì vậy giá thành của đế SERS rất cao.

Vấn đề đang được quan tâm nghiên cứu và phát triển công nghệ chế tạo cảm biến quang sử dụng SERS hiện nay là: tìm kiếm các phương pháp chế tạo mới thân thiện với môi trường hay còn gọi là phương pháp xanh với chi phí thấp cho các đế SERS phủ nano-kim loại có độ gồ ghề kích thước nano-mét với sự tập trung cao các điểm nóng trên bề mặt, kiểm soát vùng hình thành các hạt nano kim loại trong vùng nano-mét để tăng hệ số tăng cường của tín hiệu SERS đồng đều trên toàn bề mặt cảm biến để phát hiện nồng độ thấp cỡ đơn phân tử của các chất cần phân tích với kết quả đo lặp lại cao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế này đề xuất phương pháp chế tạo cảm biến quang trên cơ sở hiệu ứng tăng cường tán xạ Raman bề mặt (SERS) sử dụng kỹ thuật quang hóa có trợ giúp laze để lắng đọng nano-Ag dạng hoa trên bề mặt silic gồ ghề cấu trúc kim tự tháp để tạo nhiều điểm nóng nhằm thu được đế SERS có hệ số tăng cường tín hiệu Raman cao, độ tin cậy và độ lặp lại kết quả đo tốt, phù hợp với công tác kiểm định các chất hóa học có nồng độ cực thấp trong môi trường nước.

Có thể tạo ra được đế SERS với các đặc trưng nêu trên bằng cách định dạng các điểm nóng trên bề mặt đế silic sử dụng phương pháp ăn mòn hóa học tạo cấu trúc kim tự tháp với kích thước nano-mét và phủ nano bạc (nano-Ag) dạng hoa bằng phương pháp quang hóa có trợ giúp của chùm laze bước sóng ngắn (532 nm) với mật độ công suất cao. Cấu trúc nano -Ag dạng hoa có nhiều mũi nhọn tạo ra nhiều điểm nóng trên mặt đế SERS giúp thu được hệ số tăng cường Raman cao và

giới hạn phát hiện (LOD) của các chất cần phân tích thấp. Cụ thể, phương pháp chế tạo cảm biến gồm các bước như sau: đế silic loại p có định hướng (100) được ăn mòn dị hướng sử dụng dung dịch KOH có sự tham gia của isopropanol. Tốc độ ăn mòn trên các hướng tinh thể (100), (110) và (111) là khác nhau do số lượng liên kết của Si trên bề mặt là khác nhau. Mỗi nguyên tử Si trên bề mặt của một tấm silic (100) có hai liên kết back-bond kết nối với các nguyên tử Si bên dưới và hai liên kết lơ lửng; trong khi đó tấm silic định hướng (110) và (111) có ba liên kết back-bond và một liên kết lơ lửng. Do đó, việc loại bỏ một nguyên tử Si khỏi mặt phẳng (100) dễ dàng hơn so với từ mặt phẳng (110) hoặc (111) kết quả là quá trình ăn mòn utor diễn ra nhanh hơn nhiều dọc theo hướng (100) so với các hướng khác. Chính vì vậy, silic loại p định hướng (100) được sử dụng cho quá trình ăn mòn dị hướng để thu được sự hình thành các kim tự tháp trên bề mặt. Các tấm Si chỉ được ăn mòn bởi gốc OH^- , do đó vai trò của isopropanol giúp giảm tốc độ ăn mòn, tạo ra quá trình ăn mòn dị hướng và dẫn đến sự hình thành các hình dạng kim tự tháp dễ dàng và ổn định. Trong quá trình ăn mòn, dung dịch ăn mòn cần được giữ ở nhiệt độ $60\text{-}80^\circ\text{C}$ để thu được cấu trúc kim tự tháp một cách đồng đều trên bề mặt silic. Bằng kỹ thuật ăn mòn hóa học này, bề mặt silic đã được tạo gồ ghề có hình kim tự tháp đồng đều với chi phí thấp so với các phương pháp sử dụng khác như quang khắc bằng tia UV hoặc quang khắc chùm điện tử. Quy trình chế tạo nano-Ag dạng hoa trên bề mặt silic gồ ghề được tiến hành theo các bước sau: i) nhỏ giọt dung dịch chứa ion Ag lên trên bề mặt đế silic có cấu trúc kim tự tháp và để sẽ được đặt lên trên bàn quay với tốc độ $30\div 40$ vòng/phút để cho dung dịch mầm Ag thẩm thấu toàn bộ bề mặt của cấu trúc kim tự tháp giúp hình thành các nano-Ag ngay cả ở đáy của kim tự tháp và ở khoảng không gian giữa các kim tự tháp, ii) sau khi làm ướt toàn bộ bề mặt của đế silic, chùm sáng laze màu xanh bước sóng 532 nm được sử dụng chiếu sáng bề mặt đế silic để thực hiện phản ứng quang hóa khử các ion

Ag^+ thành nano-Ag trong thời gian chiếu sáng nhất định. Vùng bề mặt đế silic được chiếu sáng sẽ xảy ra phản ứng quang hóa mạnh, tạo thành các mầm nano-Ag trong thời gian vài phút và phát triển thành các nano-Ag dạng hoa trong thời gian vài chục phút. Cấu trúc hình thái học của các nano-Ag phụ thuộc vào thời gian chiếu laser, cường độ chùm laser và nồng độ dung dịch muối AgNO_3 . Các vùng bề mặt đế không được chiếu laser sẽ không tạo thành nano-Ag, do đó phương pháp này có thể điều khiển chính xác diện tích phủ nano-Ag trên bề mặt của đế. Để SERS thu được có độ gồ ghề bề mặt cao tạo ra nhiều điểm nóng của nano-Ag dạng hoa do vậy tín hiệu Raman thu được sẽ được tăng lên rất nhiều lần so với những bề mặt nhẵn.

Các kết quả thực nghiệm với cảm biến SERS silic có cấu trúc kim tự tháp phủ nano-Ag cho thấy tính ưu việt của cảm biến SERS mới là: nano-Ag dạng hoa được phủ đồng đều trên bề mặt silic có cấu trúc kim tự tháp đã tạo ra rất nhiều điểm nóng giúp tăng cường tín hiệu tán xạ Raman và thu được tín hiệu SERS có cường độ lớn. Bên cạnh đó, phương pháp tổng hợp nano-Ag dạng hoa là một phương pháp xanh không dùng các chất khử hóa học độc hại nào mà chỉ sử dụng phương pháp quang hóa có trợ giúp của chùm sáng laser. Để SERS được đề xuất mới này có khả năng phát hiện nồng độ rất thấp của các phân tử cần phân tích bằng kỹ thuật tán xạ Raman và có thể sử dụng chúng làm công cụ phát hiện cho các thiết bị tích hợp trên một chip.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là sơ đồ khối thể hiện các quy trình trong phương pháp chế tạo cảm biến SERS trên đế silic định dạng cấu trúc kim tự tháp được thực hiện bằng phương pháp ăn mòn hóa học kết hợp với phương pháp quang hóa để tạo cấu trúc nano-Ag dạng hoa.

Hình 2a và hình 2b là các hình ảnh thể hiện cấu trúc bề mặt silic được định dạng cấu trúc kim tự tháp với các độ phóng đại khác nhau.

Hình 3a và hình 3b là các hình ảnh thể hiện đế silic định dạng cấu trúc kim tự tháp được phủ các nano-Ag dạng hoa sử dụng phương pháp quang hóa có trợ giúp bằng chùm laze; hình 3c thể hiện phổ tán sắc năng lượng (EDX) của bề mặt cấu trúc của cảm biến SERS.

Hình 4a và hình 4b là các hình ảnh thể hiện phổ Raman của Rhodamine 6G và đường tuyến tính giữa cường độ Raman với các nồng độ khác nhau từ 10^{-4}M đến 10^{-12}M đo bằng cảm biến SERS silic định dạng cấu trúc kim tự tháp được lắng đọng nano-Ag dạng hoa.

Mô tả chi tiết sáng chế

Hình 1 là sơ đồ khối thể hiện các quy trình trong phương pháp chế tạo cảm biến SERS sử dụng nano-Ag dạng hoa được lắng đọng trên bề mặt silic định dạng cấu trúc kim tự tháp tạo ra để SERS với nhiều điểm nóng để thu được tín hiệu Raman có hệ số tăng cường cao và có thể phát hiện được các chất phân tích với nồng độ thấp. Cụ thể quy trình 5 thể hiện quá trình ăn mòn hóa học tạo cấu trúc kim tự tháp trên bề mặt silic với cốc thủy tinh 6 chứa nước 7 để giữ nhiệt ổn định cho cốc nhựa 8 chứa dung dịch ăn mòn 9 là hỗn hợp của KOH và Isopropanol với nồng độ thích hợp. Nhiệt độ của dung dịch ăn mòn được kiểm soát liên tục nhờ nhiệt kế 10 được gắn trên giá đỡ 11. Tấm silic đơn tinh thể loại p 12 có định hướng tinh thể (100) được ngâm trong dung dịch ăn mòn với thời gian từ 5 đến 15 phút để tạo cấu trúc kim tự tháp 13 trên bề mặt. Bộ ổn định nhiệt 14 được điều khiển nhiệt độ trong khoảng từ $80-100^{\circ}\text{C}$ để giữ nhiệt độ dung dịch ăn mòn ổn định trong suốt quá trình ăn mòn diễn ra. Quy trình 15 được tiến hành để làm ướt toàn bộ bề mặt silic có cấu

trúc kim tự tháp bằng dung dịch chứa ion bạc 16 nhờ bàn quay 17 có tốc độ quay chậm 30÷40 vòng/phút, với tốc độ quay chậm này dung dịch chứa ion Ag^+ có thể thẩm thấu và phân bố đều trên toàn bộ các khe của kim tự tháp giúp hình thành các nano-Ag tại vị trí đáy và khoảng không gian giữa các kim tự tháp. Quy trình 18 tiến hành chế tạo các nano-Ag dạng hoa lên bề mặt silic định dạng kim tự tháp bằng phương pháp quang hóa cụ thể như sau: chùm laze màu xanh phát xạ từ laze 19 được hội tụ qua thấu kính 20 vào sợi quang 21 được kết nối với thấu kính 22 để hội tụ chùm tia laze chiếu lên đế silic đã làm ướt bằng dung dịch chứa ion bạc (hợp chất gồm AgNO_3 , $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ và NaBH_4 với tỷ lệ mol thích hợp); sau khoảng vài chục phút cấu trúc nano-Ag dạng hoa đã được hình thành trên bề mặt đế silic có định dạng kim tự tháp. Chỉ những vùng được chiếu sáng 23 thì cấu trúc nano-Ag dạng hoa mới được hình thành. Sản phẩm 24 thể hiện để SERS với cấu trúc phủ nano-Ag dạng hoa được tạo thành trên đế silic định dạng kim tự tháp với những hoa nano-Ag được mọc trên sườn kim tự tháp 25 và ở không gian giữa các kim tự tháp 26.

Hình 2a là hình ảnh thể hiện bề mặt của silic được định dạng cấu trúc kim tự tháp được phân bố đồng đều sau khi ăn mòn. Hình 2b là hình ảnh thể hiện ảnh kim tự tháp có hình dạng rõ ràng với khoảng cách giữa các kim tự tháp từ 1÷3 μm và khoảng cách các khe từ 50-100 nm.

Hình 3a là hình ảnh thể hiện cấu trúc nano-Ag đã được hình thành tại các khe của kim tự tháp. Hình 3b là hình ảnh thể hiện cấu trúc nano-Ag được hình thành một cách đồng đều và dày đặc trên bề mặt của silic định dạng kim tự tháp. Hình 3c là hình ảnh thể hiện phổ EDX chứng minh các thành phần vật chất có trên bề mặt để SERS bao gồm silic và bạc.

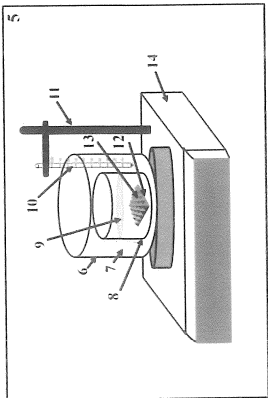
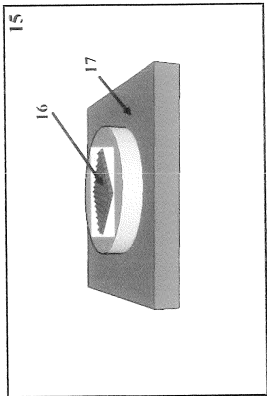
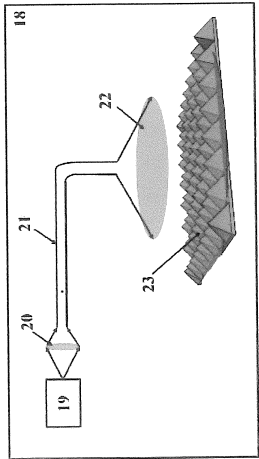
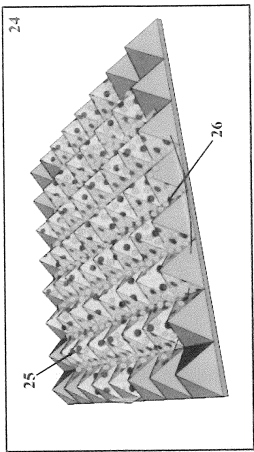
Hình 4a là hình vẽ thể hiện phổ Raman của rhodamine 6G với các nồng độ khác nhau từ 10^{-12}M đến 10^{-4}M được đo trên đế SERS trên cơ sở silic định dạng kim tự

tháp bề mặt được phủ nano-Ag dạng hoa với nồng độ thấp đến 10^{-12}M vẫn phân biệt được các đỉnh tán xạ Raman trong phổ.

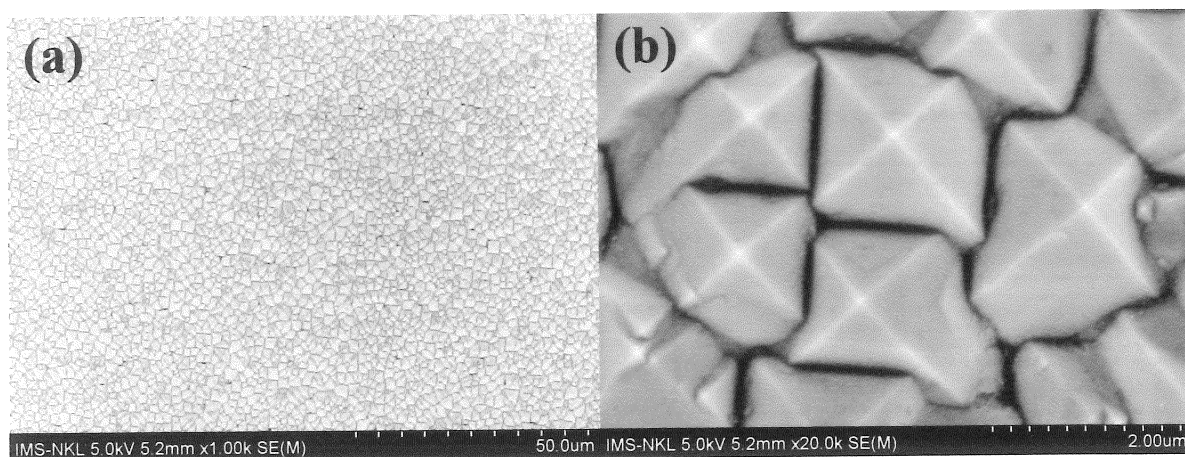
Hình 4b là hình ảnh thể hiện đường chuẩn tuyến tính của cường độ Raman phụ thuộc vào nồng độ của rodamine 6G và giới hạn phát hiện các phân tử Rh 6G khi sử dụng để SERS đề xuất đạt dưới 10^{-10}M là giới hạn phát hiện rất thấp của kỹ thuật Raman có sử dụng để SERS so với các phương pháp truyền thống khác.

Yêu cầu bảo hộ

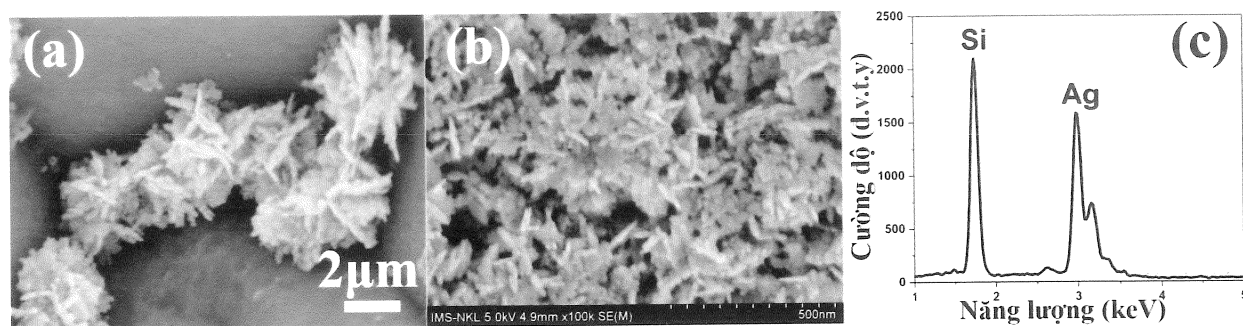
1. Phương pháp chế tạo cảm biến quang sử dụng quang phổ Raman tăng cường bề mặt (SERS) trên đế silic định dạng cấu trúc kim tự tháp được lắng đọng nano-Ag dạng hoa gồm: quy trình (5) sử dụng kỹ thuật ăn mòn hóa học tấm silic đơn tinh thể silic (12) trong dung dịch (9) có chứa thành phần KOH và isopropanol để tạo ra bề mặt silic gồ ghề có cấu trúc kim tự tháp (13), sau đó nhỏ dung dịch chứa ion Ag^+ (16) lên trên bề mặt đế silic được định dạng gồ ghề và đặt lên bàn quay (17) với tốc độ thấp theo qui trình (15) với mục tiêu làm ướt toàn bộ bề mặt của silic để cấu trúc nano-Ag có thể mọc tại vị trí các khe của kim tự tháp làm tăng điểm nóng của đế SERS, cấu trúc nano-Ag được lắng đọng trên bề mặt silic có cấu trúc kim tự tháp sử dụng phương pháp quang hóa có trợ giúp bằng chùm laze màu xanh (19) truyền qua sợi quang (20) được hội tụ trên đế silic nhờ thấu kính (22) để diện tích phủ nano-Ag (23) chỉ nằm trong vùng ánh sáng của laze chiếu xạ và điều khiển được hình thái học của nano-Ag theo cường độ laze và thời gian chiếu laze, cảm biến SERS với các nano-Ag dạng hoa được tạo ra trên bề mặt (25) và ở giữa không gian (26) của các kim tự tháp tạo nên một đế SERS với nhiều điểm nóng để thu được tín hiệu Raman được tăng cường lớn.



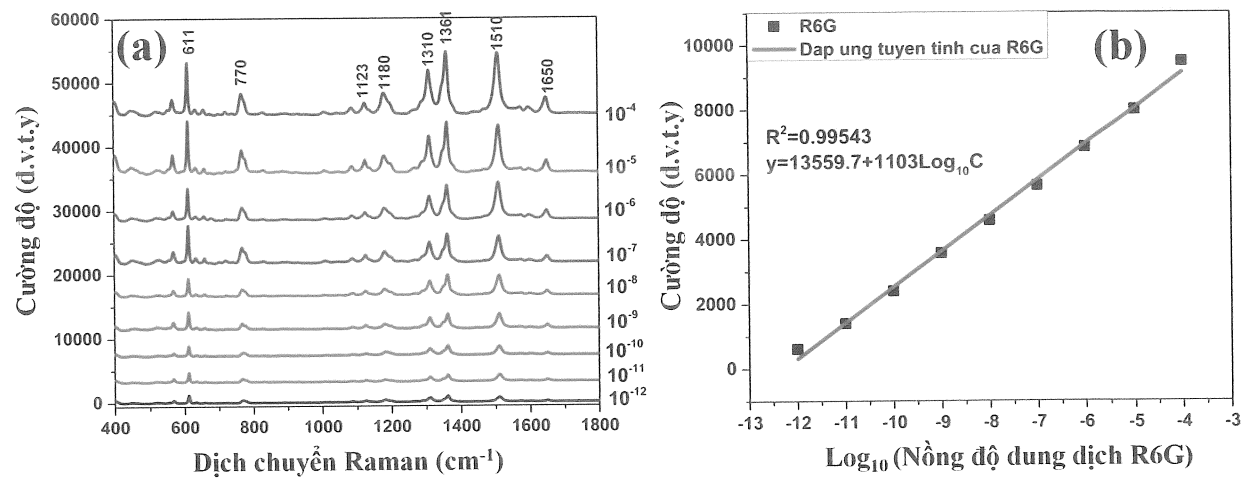
Hình 1



Hình 2



Hình 3



Hình 4