

Câu	Lời giải	Điểm
1	<p><b>Nguyên lý hoạt động</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM) là một thiết bị nghiên cứu vi cấu trúc vật rắn, sử dụng chùm điện tử có năng lượng cao chiếu xuyên qua mẫu vật rắn mỏng và sử dụng các thấu kính từ để tạo ảnh với độ phóng đại lớn (có thể tới hàng triệu lần), ảnh có thể tạo ra trên màn huỳnh quang, hay trên phim quang học, hay ghi nhận bằng các máy chụp kỹ thuật số.</li> <li>- Trong TEM, điện tử được sử dụng thay cho ánh sáng. Điện tử phát ra từ cathode nhờ một điện thế lớn đặt vào, cường độ chùm điện tử lớn và độ đơn sắc rất cao, nhưng có nhược điểm là rất đắt tiền và đòi hỏi môi trường chân không siêu cao. Vì trong TEM sử dụng chùm tia điện tử thay cho ánh sáng khả kiến nên việc điều khiển sự tạo ảnh không còn là thấu kính thủy tinh nữa mà thay vào đó là các thấu kính từ.</li> <li>- Thấu kính từ thực chất là một nam châm điện có cấu trúc là một cuộn dây cuốn trên lõi làm bằng vật liệu từ mềm. Từ trường sinh ra ở khe từ sẽ được tính toán để có sự phân bố sao cho chùm tia điện tử truyền qua sẽ có độ lệch thích hợp với từng loại thấu kính. Tiêu cự của thấu kính được điều chỉnh thông qua từ trường ở khe từ, có nghĩa là điều khiển cường độ dòng điện chạy qua cuộn dây. Vì có dòng điện chạy qua, cuộn dây sẽ bị nóng lên do đó cần được làm lạnh bằng nước hoặc nitrogen lỏng.</li> <li>- Xét trên nguyên lý, ảnh của TEM vẫn được tạo theo các cơ chế quang học, nhưng tính chất ảnh tùy thuộc vào từng chế độ ghi ảnh. Điểm khác cơ bản của ảnh TEM so với ảnh quang học là độ tương phản khác so với ảnh trong kính hiển vi quang học và các loại kính hiển vi khác. Nếu như ảnh trong kính hiển vi quang học có độ tương phản chủ yếu đem lại do hiệu ứng hấp thụ ánh sáng thì độ tương phản của ảnh TEM lại chủ yếu xuất phát từ khả năng tán xạ điện tử.</li> <li>- Các chế độ tương phản trong TEM.                         <ul style="list-style-type: none"> <li>+ Tương phản biên độ: Đem lại do hiệu ứng hấp thụ điện tử (do độ dày, do thành phần hóa học) của mẫu vật.</li> <li>+ Tương phản pha: Có nguồn gốc từ việc các điện tử bị tán xạ dưới các</li> </ul> </li> </ul>	<p>0,5</p> <p>0,5</p> <p>0,5</p>

góc khác nhau.

- + Tương phản nhiễu xạ: Liên quan đến việc các điện tử bị tán xạ theo các hướng khác nhau do tính chất của vật rắn tinh thể.

**Ưu điểm của TEM:**

Tạo ra ảnh thật với khả năng phân giải siêu đẳng (tới cấp độ nguyên tử), với chất lượng cao đặc biệt. TEM cho ta hình ảnh về cấu trúc vi mô bên trong mẫu vật rắn, khác hẳn với các kiểu kính hiển vi khác. STM có thể cho bạn những hình ảnh phân giải cao không kém so với TEM nhưng nó chỉ có khả năng chụp ra ảnh cấu trúc bề mặt. Mà trong thế giới nano, bạn hãy nhớ đôi khi vi cấu trúc bề mặt không hoàn toàn giống với vi cấu trúc bên trong. Hay như một người anh em của TEM trong thế giới kính hiển vi điện tử là SEM (Scanning Electron Microscopy – Kính hiển vi điện tử quét) cũng có khả năng chụp ảnh rất nhanh và đơn giản. Nhưng độ phân giải của SEM còn thua xa so với TEM, đồng thời SEM chỉ có khả năng nhìn bên ngoài mà thôi. Tốc độ ghi ảnh của TEM rất cao, cho phép thực hiện các phép chụp ảnh động, quay video các quá trình động trong chất rắn.

Đi kèm với khả năng chụp ảnh siêu hạng, TEM đem đến cho ta nhiều phép phân tích với độ chính xác cũng như độ phân giải siêu cao, liên quan đến đặc tính, cấu trúc hóa học, hay cấu trúc điện tử của mẫu chất rắn. Ví dụ như EELS đặc biệt mạnh trong phân tích hóa học, hay chế độ Lorentz microscopy có khả năng chụp ảnh cấu trúc từ với độ phân giải cực cao và tốc độ nhanh.

**Nhược điểm của TEM:**

TEM là một thiết bị rất đắt tiền do sự đòi hỏi của nhiều hệ thống chính xác cao: chân không, cao áp, thấu kính điện tử, nguồn phát, CCD camera... Một TEM bình thường có giá thường từ 1-2 triệu đô la Mỹ, một cái giá không mềm chút nào. Nhưng nếu bạn chỉ rước về một chiếc TEM không thì cũng coi như không có gì. TEM còn đòi hỏi những trang bị cho nó đắt tiền không kém chút nào: một phòng thí nghiệm tiêu chuẩn về độ ẩm, độ sạch không khí, sự ổn định cao của nhiệt độ và điện áp, cách ly mọi tiếng ồn, mọi sự rung chuyển nhỏ nhất, hệ thống nuôi TEM chạy như nito lỏng hay sự tiêu tốn điện nhiều của TEM do hệ thống chân không, điện áp của TEM không được phép ngắt mạch, các trang thiết bị khác.

TEM hoạt động bằng chùm điện tử xuyên qua mẫu, và đây chính là điểm kém của nó, khiến cho mẫu muốn quan sát được phải đủ mỏng cho

0,5

0,5



3	<p><b>❖ Cấu tạo của FT-IR bao gồm:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Nguồn phát tia hồng ngoại: là đèn Nernst, đèn global, phát ra bức xạ hồng ngoại liên tục.</li> </ul> <p>Thường dùng trong thiết bị IR là đèn Nernst chứa oxit kim loại đất hiếm hoặc cacbua silic có khả năng đốt nóng đến nhiệt độ cao và phát ra tia hồng ngoại. Chùm tia này từ nguồn sáng thường là tia đa sắc cho nên phải qua bộ phận lọc tách ánh sáng đơn sắc gồm những lăng kính được chế tạo từ các tinh thể muối làm vật liệu như LiF, CaF<sub>2</sub>, NaCl, KBr (được dùng trong máy Tenser 37),... Các cách tử này chỉ cho ánh sáng với khoảng bước sóng nhất định đi qua. Cấu tạo của đèn Nernst gồm một ống thủy tinh có đường kính khoảng 1- 2mm, dài khoảng 20-50mm. Trong ống đựng oxit ZrO<sub>2</sub> và Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> có các sợi platin gắn vào hai đầu ống để nối với mạch điện. Nhiệt độ đốt nóng khoảng 1200-2200°K</p> <p>Đèn Global: Đèn này cũng phát bức xạ hồng ngoại liên tục và cũng thuộc loại đèn đốt nóng vật đen. Cấu tạo của đèn là một thanh silicacbua dài 40-60mm và có đường kính khoảng 4-6mm, nhiệt độ đốt nóng khoảng 1300-1500°K.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Bộ tạo giao thoa: gồm một gương cố định (M2), một gương di động (M1) có thể di chuyển tịnh tiến trên một đường thẳng nằm ngang, hai gương được đặt vuông góc với nhau và bộ phận phân chia chùm sáng</li> </ul> <p>Bộ phận phân chia chùm sáng được chế tạo từ một số vật liệu khác nhau tùy thuộc vào vùng hồng ngoại xa hay gần, mỗi loại vật liệu được sử dụng cho một vùng giới hạn bước sóng.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Detector (Bộ phận phân tích): Nguyên tắc cơ bản của detector là khi một photon đập vào mặt của một chất rắn sẽ làm bật ra các electron, sau đó các electron này chuyển động và đập vào bề mặt chất rắn và lại làm bật ra nhiều electron hơn. Chất rắn đó phải là những chất bán dẫn và mỗi chất tương ứng với một vùng bức xạ hồng ngoại khác nhau</li> </ul> <p><b>Nguyên lý hoạt động của FT-IR</b></p> <p>Nguồn sáng đi qua giao thoa kế Michelson gồm gương phẳng di động M1, một gương cố định M2 và một tấm kính phân tách ánh sáng S. Ánh sáng từ nguồn chiếu vào tấm kính S tách làm hai phần bằng nhau, một phần chiếu vào gương M1 và một phần khác chiếu vào gương M2, sau đó phản xạ trở</p>	1,5
		1

	<p>lại qua kính S, một nửa trở về nguồn, còn một nửa chiếu qua mẫu đi đến detector. Do gương M1 di động làm cho đoạn đường của tia sáng đi đến gương M1 rồi quay trở lại có độ dài lớn hơn đoạn đường tia sáng đi đến gương M2 rồi quay trở lại và được gọi là sự trễ. Do sự trễ này đã làm ánh sáng sau khi qua giao thoa kế biến đổi từ tần số cao xuống tần số thấp. Sau đó ánh sáng qua mẫu bị hấp thụ một phần rồi đi đến detector. Detector sẽ so sánh cường độ hai chùm tia và chuyển thành tín hiệu điện có cường độ tỉ lệ với phần bức xạ đã bị hấp thụ bởi mẫu. Dòng điện này có cường độ rất nhỏ nên phải nhờ bộ khuếch đại tăng lên nhiều lần trước khi chuyển sang bộ phận tự ghi vẽ lên bản phỏ hoặc đưa vào máy tính xử lý rồi in ra phỏ.</p>	
4	<p>Kết hợp các kết quả phỏ UV-vis và ảnh TEM, cho thấy với mẫu S1 (không dùng TSC), hạt nano bạc là những hạt hình cầu, có đỉnh hấp thụ tại 423 nm. Đường kính của hạt nằm trong khoảng từ 4 đến 16 nm, đường kính trung bình dưới 10 nm. Theo thuyết Mie cho rằng hạt nano hình cầu chỉ có một đỉnh cộng hưởng plasmon như mẫu S1. Hạt không đẳng hướng có thể làm phát sinh hai hoặc nhiều đỉnh cộng hưởng plasmon điều này liên quan đến hình dạng của hạt. Tỷ lệ <math>[TSC]/[Ag^+]</math> khác nhau dẫn đến sự thay đổi màu sắc và các đỉnh quang phỏ khác nhau của các nano bạc dạng phiến như trong bảng. Vị trí đỉnh hấp thụ của cộng hưởng plasmon đã được chứng minh có liên quan đến hình dạng của nano bạc dạng phiến. Tất cả các mẫu từ S2-S6 cho thấy có 3 dải hấp thụ, một đỉnh hấp thụ nhỏ trong khoảng 335-340 nm, một đỉnh hấp thụ yếu trong khoảng 360-370 nm và đỉnh hấp thụ chính ở bước sóng dài hơn. Khi nồng độ <math>[TSC]</math> tăng lên, đỉnh hấp thụ cộng hưởng plasmon mạnh có vị trí tương ứng dịch chuyển từ 571 nm đến 565 nm và 553 nm. Điều này phù hợp với sự thay đổi màu sắc từ màu xanh nhạt cho tỷ lệ 3,6; màu tím nhạt cho tỷ lệ 5,4 và màu tím đậm cho tỷ lệ 7,2. Hình dạng, kích thước và sự phân bố của các tỷ lệ khác nhau được thể hiện qua ảnh TEM</p> <p>Ảnh TEM được sử dụng để xác định kích thước, hình dạng và sự phân bố của các hạt, các mẫu ở các tỷ lệ khác nhau <math>[TSC]/[Ag^+]</math>. Qua đó, chúng minh rằng tỷ lệ <math>[TSC]/[Ag^+]</math> ảnh hưởng mạnh mẽ đến hình dạng và kích thước hạt nano tổng hợp. Kết quả ảnh TEM cho thấy có 3 hình dạng chính của nano bạc dạng phiến là: đĩa, tam giác, lục giác.</p> <p>Số lượng nano bạc dạng phiến tam giác tăng từ 40% đến gần 100% và chiều dài cạnh giảm từ 100 đến 65 nm khi tỷ lệ <math>[TSC]/[Ag^+]</math> thay đổi từ 3,6 đến 7,2, tương ứng với các màu sắc khác nhau của dung dịch. Khi tỷ lệ <math>[TSC]/[Ag^+]</math> tăng đến 9,0 và 22,5, sự hấp thụ cộng hưởng plasmon mạnh ở bước sóng dài hơn tại 607 và 629 nm do đó màu sắc của dung dịch cũng thay đổi dần từ xanh đậm đến màu xanh. Ngoài ra, phỏ UV-Vis cho các mẫu còn xuất hiện các đỉnh hấp thụ trong khoảng 430 đến 450 nm điều này chứng tỏ vẫn còn một phần các hạt nano hình cầu.</p> <p>-</p>	<p>1,5</p> <p>0,5</p> <p>0,5</p>