

TỔNG HỢP Ag CÓ CẤU TRÚC NANO SỬ DỤNG TINH BỘT LÀM CHẤT ỔN ĐỊNH KẾT HỢP VI SÓNG

Trương Văn Chương^{1*}, Lê Thị Thu Hương^{1,2}

¹ Khoa Vật lý, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế

² Trường THPT Lê Trung Đình, TP Quảng Ngãi

*Email: truongvanchuong@yahoo.com

TÓM TẮT

Bài báo trình bày kết quả nghiên cứu chế tạo Ag có kích thước nanomet sử dụng α -D-Glucose làm chất khử và một số loại tinh bột làm chất bọc, kết hợp vi sóng. Xử lý nhiệt bằng vi sóng làm giảm thời gian khử ion bạc. Các tinh bột làm chất ổn định là bột gạo, bột lọc sắn và tinh bột nghệ đã được nghiên cứu. Phổ FTIR và UV-Vis đã được sử dụng để nghiên cứu sản phẩm dung dịch bạc chế tạo được. Kết quả cho thấy, dung dịch tinh bột nghệ ngoài khả năng ổn định còn có chức năng khử mạnh. **Dung dịch nano bạc chế tạo được khá đồng nhất, đường kính trung bình nhỏ hơn 10 nm.**

Từ khóa: Vi sóng, chất khử, chất ổn định, tinh bột nghệ.

1. MỞ ĐẦU

Trong những năm gần đây, vật liệu nano đã được sử dụng trong nhiều ứng dụng dân dụng và thương mại. Những vật liệu này có các tính chất hóa học và vật lý vượt trội so với những vật liệu thông thường do kích thước của chúng rất nhỏ và diện tích bề mặt rất lớn. Trong số những vật liệu đó thì Ag nano đã và đang thu hút rất nhiều sự quan tâm nghiên cứu do những ứng dụng tuyệt vời của nó trong các lĩnh vực như: diệt khuẩn, chất khử mùi, mỹ phẩm, dệt, chất xúc tác, cảm biến, vật liệu phức hợp nano.

Có khá nhiều phương pháp khác nhau để sản xuất bạc nano, trong đó chủ yếu là sử dụng các phương pháp hóa học. Nguyên tắc là sử dụng các tác nhân để khử ion Ag^+ thành Ag. Các kim loại Ag này sau đó liên kết với nhau tạo thành hạt nano và các hạt nano này sẽ được bọc bởi các chất ổn định như PVP, PVE, chitosan.v.v...Trong thời gian qua,, các nghiên cứu trong nước cũng chủ yếu tập trung khảo sát ảnh hưởng của tác nhân khử đến quá trình hình thành Ag nano. Các tác nhân thường được sử dụng là Ethylen Glycol, $NaBH_4$, dịch chiết từ cây cỏ,...[1-2]. Sử dụng dịch chiết từ lá, trái thực vật có hạn chế là khó khống chế nồng độ chất khử, chúng thay đổi theo mùa và vùng đất canh tác. Chính vì vậy, sử dụng các vật liệu đã kết tinh từ dịch chiết thực vật, ví dụ là các loại đường làm tác nhân khử sẽ đảm bảo tính ổn định trong chế tạo. Ngoài ra, đường có giá rẻ, vô hại đối với môi trường và loại trừ việc sử dụng các tác nhân thông thường. Để giữ sự ổn định, hạt nano phải được ổn định bởi một tác nhân bọc. Tuy nhiên, rất ít công trình trong nước bàn về tác nhân này. Tinh bột là một ứng cử viên phù hợp vì nó dễ

dàng có sẵn, lành tính và không tốn kém [3-5]. Trong bài này, chúng tôi trình bày kết quả nghiên cứu chế tạo dung dịch chứa Ag nano khi sử dụng α -D-Glucose làm chất khử và một số loại tinh bột làm chất bọc, kết hợp vi sóng.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Nguyên vật liệu

Các vật liệu được sử dụng để tổng hợp các nano bạc bao gồm bạc nitrat (AgNO_3 , 99%, Merck), α -D-Glucose $-\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ của Trung Quốc, các tinh bột gạo, sắn, tinh bột nghệ mua tại chợ Đông Ba -Huế. Lò vi sóng gia đình của hãng Sharp công suất tối đa ...

2.2. Tổng hợp dung dịch chứa nano bạc

Bảng 1. Khối lượng tinh bột, đường và AgNO_3 cho 100 mL

	Tinh bột (g/100 mL)	Glucose (M)	Lượng đường (g/100 mL)	AgNO_3 (M)	Lượng AgNO_3 (g/100 mL)
1	0,17	0,003	0,03	0,002	0,0034
2	0,17	0,006	0,06	0,004	0,0068
3	0,17	0,009	0,09	0,006	0,0120
4	0,17	0,012	0,12	0,008	0,0136
5	0,17	0,015	0,15	0,010	0,0170

Hòa tan 0,17 g các loại tinh bột trong 100 mL nước và đun sôi, dung dịch chứa tinh bột có màu trong suốt. Các lượng đường, AgNO_3 tương ứng ở bảng trên cũng được hòa tan trong 100 mL nước cất và đựng trong các bình chứa khác nhau.

Trộn 50 mL dung dịch tinh bột, 30 mL dung dịch đường và 20 mL dung dịch AgNO_3 tương ứng. Để đảm bảo nồng độ bạc trong dung dịch đạt từ 20 ppm đến 100 ppm, khối lượng AgNO_3 và đường ở bảng trên phải nhân gấp hai lần. Tất cả các dung dịch nêu trên được cho vào cốc thủy tinh 200 mL, khuấy đều và sau đó đặt vào lò vi sóng. Lò vi sóng cấp nhiệt ở chế độ Med High. Thời gian chiếu vi sóng thay đổi tùy thuộc vào mục đích nghiên cứu.

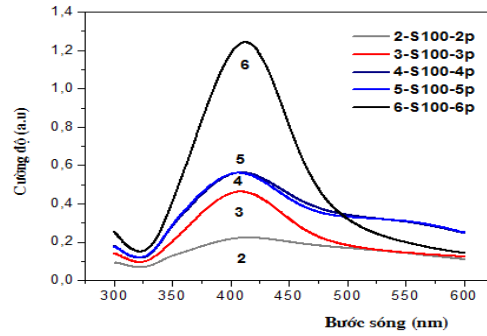
2.4. Nghiên cứu tính chất

Ảnh SEM được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM, Nova NanoSEM 450-FEI) hoạt động ở điện áp tăng tốc 10-20 kV. Phổ UV-Vis của vật liệu được nghiên cứu trên máy quang phổ UV/Vis LAMBDA 950. Phổ hồng ngoại FTIR của dung dịch nano bạc, dung dịch tinh bột được ghi trên thiết bị Shimadzu FTIR-8400S - Nhật Bản trong dải từ 500-4000 cm^{-1} .

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Ảnh hưởng của thời gian chiếu vi sóng

Trộn 50 mL dung dịch tinh bột sắn nồng độ 0,17 g/L, 30 mL dung dịch đường nồng độ 3,0 g/L và 20 mL dung dịch AgNO_3 nồng độ 0,34 g/L để được dung dịch bạc 100 ppm. Dung dịch này được cho vào cốc thủy tinh 200 mL, khuấy đều và sau đó đặt vào lò vi sóng. Lò vi sóng cấp nhiệt ở chế độ Med High. Thời gian chiếu vi sóng thay đổi từ 2 đến 6 phút.

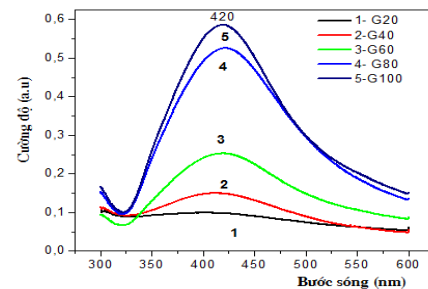


Hình 1. Ảnh (trái) và phổ hấp thụ UV-Vis (phải) của dung dịch bạc 100 ppm sử dụng tinh bột sắn làm chất bọc, được chiếu vi sóng ở các thời gian khác nhau

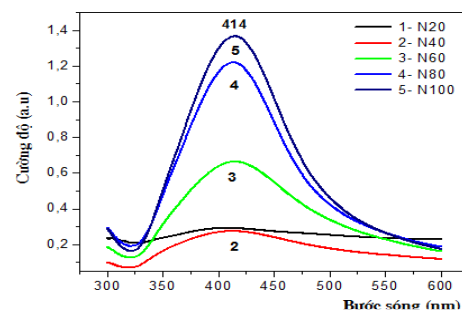
Từ kết quả trên hình 1 cho thấy, dung dịch chuyển màu từ vàng nhạt sang vàng đậm khi tăng thời gian chiếu vi sóng. Điều này cho thấy, mức độ khử ion Ag^+ tăng dần. Màu vàng và đỉnh phổ hấp thụ tại lân cận bước sóng 400 nm đặc trưng cho nano bạc đã hình thành. Mặc dù tăng thời gian chiếu vi sóng lên 6 phút, cường độ hấp thụ tăng cao nhất. Tuy nhiên, dung dịch này sau khi lưu trong thời gian ngắn đã bị kết tủa. Trong khi, dung dịch chiếu ở thời gian vi sóng từ 3 đến 5 phút đều không xảy ra hiện tượng này. Chính vì vậy, chúng tôi chọn thời gian chiếu vi sóng cho tất cả các thí nghiệm sau này là 4 phút.

3.2. Ảnh hưởng của các loại chất bọc

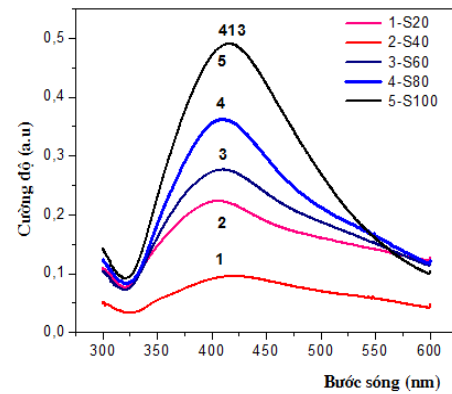
Trong thí nghiệm này, chúng tôi sử dụng 3 loại tinh bột là sắn, gạo và nghệ.



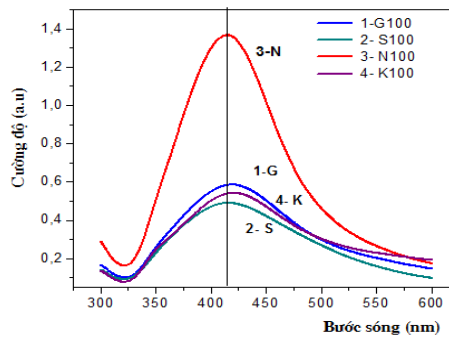
Hình 2. Ảnh (trái) và phổ hấp thụ UV-Vis (phải) của dung dịch bạc có nồng độ khác nhau sử dụng tinh bột gạo làm chất bọc



Hình 3. Ảnh (trái) và phổ hấp thụ UV-Vis (phải) của dung dịch bạc có nồng độ khác nhau sử dụng tinh bột nghệ làm chất bọc



Hình 4. Ảnh (trái) và phổ hấp thụ UV-Vis (phải) của dung dịch bạc có nồng độ khác nhau sử dụng tinh bột sắn làm chất bọc

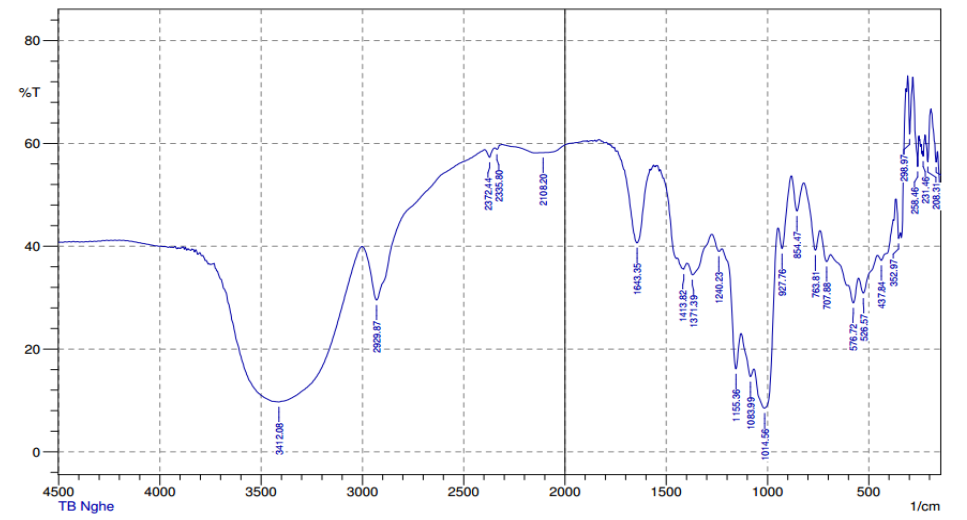


Hình 5. So sánh phổ hấp thụ UV-Vis của dung dịch bạc có cùng nồng độ 100 ppm sử dụng tinh bột khác nhau làm chất bọc

Từ kết quả phân tích ở các hình 2 đến 5 cho thấy, các loại tinh bột nêu trên đều có khả năng ổn định tốt các dung dịch bạc nano. So sánh với mẫu 4-K (ký hiệu của mẫu chỉ sử dụng chất khử là Glucose), có thể thấy dung dịch tinh bột nghệ ngoài tác nhân bọc còn có khả năng là tác nhân khử mạnh. Chúng tôi đã tiến hành đo phổ hấp thụ hồng ngoại của các loại dung dịch tinh bột và đường. Hình 6 là phổ hấp thụ hồng ngoại đại diện của tinh bột nghệ. Chúng có các nhóm đặc trưng: 3412; 2929; 2372; 2335; 2108; 1643; 1371, 1240, 1155, 1084, 1015 (cm^{-1}). Có thể quy các vùng hấp thụ này ứng với các mod dao động cho ở bảng 1 [2-5].

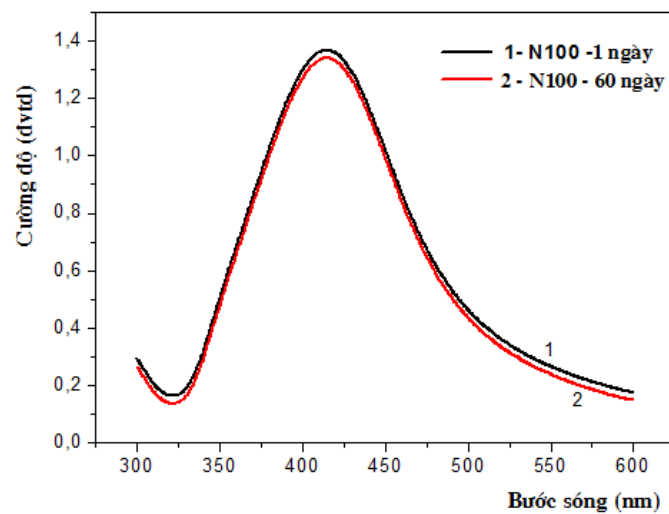
Bảng 1. Các nhóm chức cơ bản trong dung dịch tinh bột và đường

Vị trí hấp thụ (cm^{-1})	Các mod dao động
3412	Dao động O-H của nhóm hydroxyl
2929	Dao động O-H của carboxylic axit
1894	Dao động $\nu\text{C}=\text{O}$ của nhóm chức carbonyl có trong ketone, aldehyde, và carboxylic axit (tác nhân khử và ổn định)
1240	carboxylic axit



Hình 6. Phổ hấp thụ hồng ngoại FTIR của dụng tinh bột nghệ

Kết quả này cho thấy, trong thành phần của các dung dịch tinh bột có đầy đủ các nhóm chức quan trọng có chức năng khử và ổn định (carboxylic axit, nhóm hydroxyl). Cường độ của các nhóm chức đóng vai trò khử của bột nghệ gần giống như đường và mạnh hơn các loại tinh bột khác. Chính vì vậy, tinh bột nghệ có chức năng khử mạnh.



Hình 7. Phổ hấp thụ UV-Vis của dung dịch bạc được bọc bằng tinh bột nghệ theo thời gian lưu trữ

Hình 7 là kết quả đo phổ hấp thụ của dung dịch bạc 100 ppm được bọc bằng tinh bột nghệ, sau thời gian chế tạo 1 ngày và 60 ngày. Chúng ta thấy rằng, độ suy giảm về cường độ là không đáng kể. Điều này một lần nữa khẳng định tính ổn định của dung dịch bạc chế tạo được

khi có sử dụng chất bọc. Chúng tôi đang gửi chụp ảnh TEM các dung dịch bạc chế tạo được để có đánh giá chính xác hơn về kích thước và phân bố các hạt nano bạc.

4. KẾT LUẬN

Bài báo đã trình bày một phương pháp chế tạo dung dịch nano bạc đơn giản, an toàn, hiệu quả, bằng cách sử dụng tinh bột và glucose, không sử dụng bất kỳ chất khử hóa học nào. Với sự có mặt của tinh bột, chúng thể hiện vừa là tác nhân bọc ổn định vừa là tác nhân khử. Việc sử dụng vật liệu có sẵn, giá rẻ đã tạo ra nhiều lợi ích khác nhau, từ thân thiện với môi trường đến sự tích hợp sẵn sàng của vật liệu nano này đến các hệ thống liên quan đến sinh học. Dung dịch nano bạc thu được với nồng độ 100 ppm ổn định và vẫn không có sự kết tập sau hơn hai tháng chế tạo. Giải pháp chế tạo dung dịch nano bạc với các đặc tính độc đáo như vậy chắc chắn sẽ khả thi cho các ứng dụng công nghiệp.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Xianghua Gao, Liqiao Wei , Jing Wang, Bingshe Xu (2011). Green synthesis of starch-stabilized silver nanoparticles and antibacterial properties, *Advanced Materials Research*, Vols. 236-238, pp 1945-1948, doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.236-238.1945
- [2]. M.H. El-Rafie, M.E. El-Naggar, M.A. Ramadan, Moustafa M.G. Fouda, Salem S. Al-Deyab, A. Hebeish (2011). Environmental synthesis of silver nanoparticles using hydroxypropyl starch and their characterization. *Carbohydrate Polymers*, 86, 630–635, doi:10.1016/j.carbpol.2011.04.088.
- [3]. Sobhy M Yakout, Ashraf A Mostafa (2015). A novel green synthesis of silver nanoparticles using soluble starch and its antibacterial activity. *Int J Clin Exp Med*; 8(3):3538-3544, www.ijcem.com /ISSN:1940-5901/IJCEM0003909.
- [4]. S.V.Kumar, A. P. Bafana, P.Pawar, A. Rahman, S. A.Dahoumane & C. S. Jefryes (2018). High conversion synthesis of <10 nm starch- stabilized silver nanoparticles using microwave technology. *Scientific Reports*, 8:5106 | DOI:10.1038/s41598-018-23480-6.
- [5]. H. I Salaheldin (2018). Optimizing the synthesis conditions of silver nanoparticles using corn starch and their catalytic reduction of 4-nitrophenol, *Adv. Nat. Sci: Nanosci. Nanotechnol*, 9, 025013, doi.org/10.1088/2043-6254

Họ tên tác giả chính: Trương Văn Chương

Cơ quan công tác: Khoa Vật lý, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế

Địa chỉ email: truongvanchuong@yahoo.com

Số điện thoại liên hệ: 0914089703