



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11)



2-0002628

(51)⁷ **B22F 9/24**

(13) **Y**

(21) 2-2019-00556

(22) 19/10/2016

(67) 1-2016-03949

(45) 25/05/2021 398

(43) 26/04/2018 361A

(73) Trung tâm Nghiên cứu triển khai Khu Công nghệ cao (VN)

Lô I3 đường N2 khu Công nghệ cao, phường Tân Phú, quận 9, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Huỳnh Trọng Phát (VN); Ngô Võ Kế Thành (VN); Nguyễn Đăng Giang (VN).

(54) QUY TRÌNH TẠO RA NANO VÀNG LƯỠNG THÁP BẰNG VI SÓNG

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp bằng vi sóng, quy trình này bao gồm các bước: i) tạo ra dung dịch mầm trung gian có cỡ hạt nhỏ hơn 10nm từ muối vàng HAuCl_4 , chất hoạt động bề mặt và NaBH_4 ; ii) tạo ra dung dịch nuôi từ muối vàng HAuCl_4 , chất hoạt động bề mặt, và axit ascorbic hoặc hydroquinon; iii) bổ sung bạc nitrat (AgNO_3) vào dung dịch thu được ở bước ii) và điều chỉnh độ pH của dung dịch thu được bằng axit hoặc bazơ; iv) trộn dung dịch mầm trung gian thu được ở bước i) vào dung dịch thu được ở bước iii); v) tạo ra nano vàng lưỡng tháp từ dung dịch thu được ở bước iv) bằng vi sóng; vi) tinh sạch nano vàng lưỡng tháp thu được bằng phương pháp quay ly tâm.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực công nghệ nano, cụ thể là đề cập đến quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp bằng vi sóng (gold nano-bipyramids) theo phương pháp mầm trung gian kết hợp với dùng vi sóng để tăng cường hiệu suất phản ứng, giảm thời gian phản ứng so với các phương pháp khác.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Công nghệ nano đang có những bước phát triển mạnh mẽ trong những năm gần đây. Các nghiên cứu và sáng chế trong lĩnh vực này ngày càng được ứng dụng nhiều hơn trong cuộc sống. Các vật liệu có cỡ nano đang là một hướng nghiên cứu mới chiếm nhiều sự quan tâm của các nhà khoa học. Trong lĩnh vực nghiên cứu các hạt nano kim loại thì nhóm nano kim loại quý gồm vàng, bạc, đồng được quan tâm hơn cả vì tính chất quang của các loại vật liệu này có thể thay đổi tùy thuộc vào hình dạng và kích thước của hạt nano. So với các kim loại bạc và đồng, vàng có độ ổn định cao hơn và có dạng hình cầu hoàn hảo hơn nên được sử dụng trong hầu hết các lĩnh vực của cuộc sống như công nghiệp mỹ phẩm và y sinh học gồm các sản phẩm mặt nạ dưỡng da, các loại gel tẩy vết nám, các tác nhân gắn kết ADN trong cảm biến sinh học, chế phẩm dẫn thuốc thông minh và chế phẩm xử lý nước thải.

Đặc biệt là, vật liệu nano có khả năng ứng dụng trong sinh học vì có kích thước nano tương tự với kích thước của tế bào (10-100 nm), virus (20-450 nm), chất đạm (5-50 nm), gen (có độ rộng 2 nm và độ dài 10-100 nm). Với kích thước cực nhỏ đồng thời với việc “ngụy trang” giống các thực thể sinh học khác và có thể thâm nhập vào các tế bào hoặc virus, các phân tử nano thực sự đang là một hướng nghiên cứu mới của các nhà khoa học. Vì vậy, từ trước đến nay, đã có rất nhiều nhóm nghiên cứu chế tạo nano vàng dạng hạt cầu để ứng dụng rất nhiều ứng dụng trong sinh học, y sinh, cảm biến, v.v.. Gần đây, một loại vật liệu nano vàng mới đang được một số nhóm nghiên cứu trên thế giới chế tạo thử nghiệm, đó là nano vàng dạng lưỡng tháp. Đây là một loại vật liệu nano mới có nhiều tính chất ưu việt hơn so với các loại nano vàng dạng khác.

Các công trình nghiên cứu hay giải pháp liên quan đến quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp đã được bộc lộ trong:

CN105665744 (A) bộc lộ “Phương pháp điều chế vàng lưỡng tháp” (Preparing method for gold nanometer bipyramids) công bố ngày 15/06/2016;

Nghiên cứu về việc tổng hợp, chụp cắt lớp điện tử và tính chất quang của hạt đơn nano vàng lưỡng tháp dạng xoắn của tác giả Julien Navarro và cộng sự năm 2012 với ấn phẩm “Synthesis, electron tomography and single-particle optical response of twisted gold nano-bipyramids”;

Ấn phẩm “DNA induced intense plasmonic circular dichroism of highly purified gold nanobipyramids” của tác giả Liu Wenjing và cộng sự công bố năm 2014;

Ấn phẩm “From gold nanobipyramids to nanojavelins for a precise tuning of the plasmon resonance to the infrared wavelengths: experimental and theoretical aspects” của tác giả Denis Chateau và cộng sự, công bố năm 2015;

Ấn phẩm “Bipyramid-templated synthesis of monodisperse anisotropic gold nanocrystals” của tác giả Lee Jung-Hoon;

Ấn phẩm “Comparison of photoluminescence quantum yield of single gold nanobipyramids and gold nanorods” của tác giả Li Qiang công bố năm 2015.

Các công trình nghiên cứu trên đây bộc lộ quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp theo phương pháp mầm trung gian ở nhiệt độ thường. Nhược điểm của các quy trình này là thời gian chế tạo dài (từ vài giờ đến vài ngày). Ngoài ra, độ đồng đều của cỡ hạt nano vàng và hiệu suất tạo ra hạt lưỡng tháp thấp.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích là đề xuất quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp bằng vi sóng theo phương pháp mầm trung gian kết hợp với vi sóng nhằm rút ngắn thời gian phản ứng, nâng cao hiệu suất tạo hạt lưỡng tháp và cải thiện độ đồng đều về cỡ hạt. Để đạt được mục đích này, giải pháp hữu ích đề xuất quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp bằng vi sóng bao gồm các bước:

i) tạo ra dung dịch mầm trung gian có cỡ hạt nhỏ hơn 10nm từ muối vàng HAuCl_4 , chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm bao gồm xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$, xetyl triamoni clorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}]$, benzyl đimetyl amoni clorua hydrat $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5$ hoặc hỗn hợp của chúng; và natri bohydrua NaBH_4 ,

ii) tạo dung dịch nuôi từ muối vàng HAuCl_4 , chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm bao gồm xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$, xetyl triamoni clorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}]$, benzyl đimetyl amoni clorua hydrat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]$ hoặc hỗn hợp của chúng; và axit ascorbic hoặc hydroquinon,

iii) bổ sung bạc nitrat (AgNO_3) vào dung dịch nuôi thu được ở bước ii) và điều chỉnh độ pH của dung dịch thu được bằng axit hoặc bazơ,

iv) trộn dung dịch mầm trung gian thu được ở bước i) với dung dịch thu được ở bước iii),

v) tạo ra nano vàng dạng lưỡng tháp từ dung dịch thu được ở bước iv) bằng vi sóng, và

vi) tinh sạch nano vàng lưỡng tháp thu được ở bước v) bằng phương pháp quay ly tâm.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là sơ đồ thể hiện quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp bằng vi sóng theo giải pháp hữu ích.

Hình 2 là ảnh TEM (transmission electron microscope) của hạt nano vàng lưỡng tháp thu được bằng quy trình theo giải pháp hữu ích.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp bằng vi sóng theo giải pháp hữu ích được mô tả chi tiết dưới đây.

Bước i) là bước tạo ra dung dịch mầm trung gian có cỡ hạt nhỏ hơn 10nm.

Muối vàng HAuCl_4 được hòa tan vào nước để tạo ra ion Au^{3+} , sau đó bổ sung vào dung dịch chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm bao gồm xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$, xetyl triamoni clorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}]$, benzyl đimetyl amoni clorua hydrat $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5$ hoặc hỗn hợp của chúng. Nhờ đó, các ion Au^{3+} sẽ được bảo vệ bởi các phối tử của chất hoạt động bề mặt xung quanh. Sau đó, cho nhanh một lượng chất khử mạnh NaBH_4 đã được làm lạnh ở 4°C vào dung dịch thu được để tạo ra dung dịch mầm trung gian có màu nâu nhạt. Dung dịch mầm trung gian được bảo quản ở nhiệt độ phòng trước khi sử dụng.

Bước ii) là bước tạo ra dung dịch nuôi.

Dung dịch muối vàng HAuCl_4 được hòa tan vào chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm bao gồm xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$, xetyl triamoni clorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}]$, benzyl dimetyl amoni clorua hydrat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]$ hoặc hỗn hợp của chúng. Sau đó, nước cất được bổ sung vào dung dịch thu được và khuấy đều. Tiếp theo, chất khử yếu là axit ascorbic hoặc hydroquinon 0,1M được bổ sung vào dung dịch thu được cho đến khi dung dịch trở nên trong suốt.

Bước iii) là bước bổ sung bạc nitrat (AgNO_3) vào dung dịch nuôi thu được ở bước ii) và điều chỉnh độ pH của dung dịch thu được bằng axit hoặc bazơ.

Bước iv) là bước trộn dung dịch mầm trung gian thu được ở bước i) vào dung dịch thu được ở bước iii).

Bước v) là bước tạo ra nano vàng dạng lưỡng tháp từ dung dịch thu được ở bước iv) bằng vi sóng.

Dung dịch thu được ở bước iv) được đặt vào bể sinh hàn. Sau đó, dung dịch này được đưa vào lò vi sóng để thực hiện phản ứng tổng hợp nano vàng lưỡng tháp trong khoảng thời gian từ 5 đến 30 phút tùy thuộc vào cường độ vi sóng (thấp, trung bình, cao).

Bước vi) là bước tinh sạch nano vàng lưỡng tháp thu được bằng phương pháp quay ly tâm.

Dung dịch thu được ở bước v) được quay ly tâm với tốc độ quay từ 5000 vòng/phút đến 8000 vòng/phút trong khoảng thời gian từ 5 đến 30 phút. Sau đó, loại bỏ phần dung dịch bên trên để thu lấy phần cặn bên dưới. Cuối cùng, phần cặn này được hòa tan vào nước để tạo ra dung dịch nano vàng lưỡng tháp tinh sạch.

Việc dùng vi sóng có tác dụng làm tốc độ phản ứng giữa các chất phản ứng có trong dung dịch nuôi và dung dịch mầm, nhờ đó giúp làm giảm thời gian tạo ra sản phẩm. Hơn nữa, vi sóng còn có tác dụng làm tăng độ đồng nhất về cỡ hạt nano vàng lưỡng tháp thu được.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Ví dụ 1: Tạo ra dung dịch nano vàng lưỡng tháp trong dung dịch xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$

50 μ l dung dịch muối vàng HAuCl_4 0,01M được cho vào 950 μ l nước cất. Sau đó, bổ sung 1000 μ l dung dịch xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$ 0,2M vào dung dịch muối vàng thu được và khuấy đều. Tiếp theo, bổ sung từ 200 μ l đến 600 μ l chất khử mạnh NaBH_4 0,1M (đã được làm lạnh ở 4°C) vào để tạo ra dung dịch mầm trung gian có màu nâu nhạt.

250 μ l dung dịch muối vàng HAuCl_4 0,01M được hòa tan vào 2500 μ l dung dịch xetyl triamoni bromua $(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}$ 0,2M trong cốc thủy tinh, bổ sung 2250 μ l nước cất vào cốc thủy tinh và khuấy đều. Tiếp tục bổ sung 37,5 μ l axit ascorbic (hoặc hydroquinon) 0,1M vào cốc này, nhờ đó dung dịch sẽ chuyển sang trong suốt. Điều chỉnh độ pH của dung dịch trong cốc thủy tinh bằng khoảng 3 nhờ dung dịch H_2SO_4 . Sau đó, bổ sung 50 μ l dung dịch AgNO_3 0,1M. Tiếp theo, bổ sung 17,5 μ l dung dịch mầm trung gian nêu trên vào cốc thủy tinh chứa dung dịch đã được điều chỉnh độ pH và trộn đều. Đặt cốc thủy tinh này vào bể sinh hàn và đưa vào lò vi sóng để thực hiện phản ứng tạo ra nano vàng lưỡng tháp. Thời gian phản ứng là từ 5 đến 30 phút tùy theo cường độ vi sóng (thấp, trung bình, cao).

Cuối cùng, dung dịch thu được được lấy ra khỏi lò vi sóng, sau đó được quay ly tâm ở tốc độ 5000 vòng/phút trong vòng 10 phút để loại tạp chất dạng hạt cầu.

Ví dụ 2: Tạo ra dung dịch nano vàng lưỡng tháp trong dung dịch xetyl triamoni clorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}]$

50 μ l dung dịch muối vàng HAuCl_4 0,01M được cho vào 950 μ l nước cất. Sau đó, bổ sung 1000 μ l dung dịch xetyl triamoni clorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$ 0,2M vào dung dịch muối vàng thu được và khuấy đều. Tiếp theo, bổ sung từ 200 μ l đến 600 μ l chất khử mạnh NaBH_4 0,1M (đã được làm lạnh ở 4°C) vào để tạo ra dung dịch mầm trung gian có màu nâu nhạt.

250 μ l dung dịch muối vàng HAuCl_4 0,01M được hòa tan vào 2500 μ l dung dịch xetyl triamoni clorua $(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}$ 0,2M trong cốc thủy tinh, bổ sung 2250 μ l nước cất vào cốc thủy tinh và khuấy đều. Tiếp tục bổ sung 37,5 μ l axit ascorbic (hoặc hydroquinon) 0,1M vào cốc này, nhờ đó dung dịch sẽ chuyển sang trong suốt. Điều chỉnh độ pH của dung dịch trong cốc thủy tinh bằng khoảng 3 nhờ dung dịch H_2SO_4 . Sau đó, bổ sung 50 μ l dung dịch AgNO_3 0,1M. Tiếp theo, bổ sung 17,5 μ l dung dịch mầm trung gian nêu trên vào cốc thủy tinh chứa dung dịch đã được điều chỉnh độ pH và trộn đều. Đặt cốc thủy tinh này vào bể sinh hàn và đưa vào lò vi sóng để thực hiện

phản ứng tạo ra nano vàng lưỡng thấp. Thời gian phản ứng là từ 5 đến 30 phút tùy theo cường độ vi sóng (thấp, trung bình, cao).

Cuối cùng, dung dịch thu được được lấy ra khỏi lò vi sóng, sau đó được quay ly tâm ở tốc độ 5000 vòng/phút trong vòng 10 phút để loại tạp chất dạng hạt cầu.

Ví dụ 3: Tạo ra dung dịch nano vàng lưỡng thấp trong dung dịch benzyl dimetyl amoni clorua hydrat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]$

50 μl dung dịch muối vàng HAuCl_4 0,01M được cho vào 950 μl nước cất. Sau đó, bổ sung 1000 μl dung dịch benzyl dimetyl amoni clorua hydrat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]$ 0,2M vào dung dịch muối vàng thu được và khuấy đều. Tiếp theo, bổ sung từ 200 μl đến 600 μl chất khử mạnh NaBH_4 0,1M (đã được làm lạnh ở 4°C) vào để tạo ra dung dịch mầm trung gian có màu nâu nhạt.

250 μl dung dịch muối vàng HAuCl_4 0,01M được hòa tan vào 2500 μl dung dịch benzyl dimetyl amoni clorua hydrat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]$ 0,2M trong cốc thủy tinh, bổ sung 2250 μl nước cất vào cốc thủy tinh và khuấy đều. Tiếp tục bổ sung 37,5 μl axit ascorbic (hoặc hydroquinon) 0,1M vào cốc này, nhờ đó dung dịch sẽ chuyển sang trong suốt. Điều chỉnh độ pH của dung dịch trong cốc thủy tinh bằng khoảng 3 nhờ dung dịch H_2SO_4 . Sau đó, bổ sung 50 μl dung dịch AgNO_3 0,1M. Tiếp theo, bổ sung 17,5 μl dung dịch mầm trung gian nêu trên vào cốc thủy tinh chứa dung dịch đã được điều chỉnh độ pH và trộn đều. Đặt cốc thủy tinh này vào bể sinh hàn và đưa vào lò vi sóng để thực hiện phản ứng tạo ra nano vàng lưỡng thấp. Thời gian phản ứng là từ 5 đến 30 phút tùy theo cường độ vi sóng (thấp, trung bình, cao).

Cuối cùng, dung dịch thu được được lấy ra khỏi lò vi sóng, sau đó được quay ly tâm ở tốc độ 5000 vòng/phút trong vòng 10 phút để loại tạp chất dạng hạt cầu.

Ví dụ 4: Tạo ra dung dịch nano vàng lưỡng thấp trong dung dịch gồm xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$ và benzyl dimetyl amoni clorua hydrat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]$

50 μl dung dịch muối vàng HAuCl_4 0,01M được cho vào 950 μl nước cất. Sau đó, bổ sung 1000 μl dung dịch gồm xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$ và benzyl dimetyl amoni clorua hydrat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]$ 0,2M (tỷ lệ thể tích 1:1) vào dung dịch muối vàng thu được và khuấy đều. Tiếp theo, bổ sung từ 200 μl đến 600 μl chất khử mạnh NaBH_4 0,1M (đã được làm lạnh ở 4°C) vào để tạo ra dung dịch mầm trung gian có màu nâu nhạt.

250 μ l dung dịch muối vàng HAuCl_4 0,01M được hòa tan vào 2500 μ l dung dịch gồm xetyl triamoni bromua $(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}$ và benzyl dimetyl amoni clorua hydrat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]$ 0,2M (tỷ lệ thể tích 1:1) trong cốc thủy tinh, bổ sung 2250 μ l nước cất vào cốc thủy tinh và khuấy đều. Tiếp tục bổ sung 37,5 μ l axit ascorbic (hoặc hydroquinon) 0,1M vào cốc này, nhờ đó dung dịch sẽ chuyển sang trong suốt. Điều chỉnh độ pH của dung dịch trong cốc thủy tinh bằng khoảng 3 nhờ dung dịch H_2SO_4 . Sau đó, bổ sung 50 μ l dung dịch AgNO_3 0,1M. Tiếp theo, bổ sung 17,5 μ l dung dịch mầm trung gian nêu trên vào cốc thủy tinh chứa dung dịch đã được điều chỉnh độ pH và trộn đều. Đặt cốc thủy tinh này vào bể sinh hàn và đưa vào lò vi sóng để thực hiện phản ứng tạo ra nano vàng lưỡng tháp. Thời gian phản ứng là từ 5 đến 30 phút tùy theo cường độ vi sóng (thấp, trung bình, cao).

Cuối cùng, dung dịch thu được được lấy ra khỏi lò vi sóng, sau đó được quay ly tâm ở tốc độ 5000 vòng/phút trong vòng 10 phút để loại tạp chất dạng hạt cầu.

Ví dụ 5: Tạo ra dung dịch nano vàng lưỡng tháp trong dung dịch gồm xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$ và xetyl triamoni clorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}]$

50 μ l dung dịch muối vàng HAuCl_4 0,01M được cho vào 950 μ l nước cất. Sau đó, bổ sung 1000 μ l dung dịch gồm xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$ và xetyl triamoniclorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}]$ 0,2M (tỷ lệ thể tích 1:1) vào dung dịch muối vàng thu được và khuấy đều. Tiếp theo, bổ sung từ 200 μ l đến 600 μ l chất khử mạnh NaBH_4 0,1M (đã được làm lạnh ở 4°C) vào để tạo ra dung dịch mầm trung gian có màu nâu nhạt.

250 μ l dung dịch muối vàng HAuCl_4 0,01M được hòa tan vào 2500 μ l dung dịch gồm xetyl triamoni bromua $(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}$ và xetyl triamoni clorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}]$ 0,2M (tỷ lệ thể tích 1:1) trong cốc thủy tinh, bổ sung 2250 μ l nước cất vào cốc thủy tinh và khuấy đều. Tiếp tục bổ sung 37,5 μ l axit ascorbic (hoặc hydroquinon) 0,1M vào cốc này, nhờ đó dung dịch sẽ chuyển sang trong suốt. Điều chỉnh độ pH của dung dịch trong cốc thủy tinh bằng khoảng 3 nhờ dung dịch H_2SO_4 . Sau đó, bổ sung 50 μ l dung dịch AgNO_3 0,1M. Tiếp theo, bổ sung 17,5 μ l dung dịch mầm trung gian nêu trên vào cốc thủy tinh chứa dung dịch đã được điều chỉnh độ pH và trộn đều. Đặt cốc thủy tinh này vào bể sinh hàn và đưa vào lò vi sóng để thực hiện phản ứng tạo ra nano vàng lưỡng tháp. Thời gian phản ứng là từ 5 đến 30 phút tùy theo cường độ vi sóng (thấp, trung bình, cao).

Cuối cùng, dung dịch thu được được lấy ra khỏi lò vi sóng, sau đó được quay ly tâm ở tốc độ 5000 vòng/phút trong vòng 10 phút để loại tạp chất dạng hạt cầu.

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp bằng vi sóng theo phương pháp mầm trung gian kết hợp với dùng vi sóng giúp rút ngắn thời gian tạo sản phẩm xuống còn khoảng 15 phút, hiệu suất tạo hạt nano vàng dạng lưỡng tháp cao (mật độ quang đo bằng thiết bị phổ tử ngoại-khả kiến có giá trị từ 2-7), cải thiện độ đồng đều về cỡ hạt trung bình là 80 ± 10 nm (dài) và 30 ± 3 nm (rộng). Hạt nano vàng lưỡng tháp được ứng dụng nhiều trong các sản phẩm làm đẹp, thẩm mỹ và giúp mang lại giá trị cao về kinh tế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp bằng vi sóng, quy trình này bao gồm các bước:

i) tạo ra dung dịch mầm trung gian có cỡ hạt nhỏ hơn 10nm từ muối vàng HAuCl_4 ; chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm bao gồm xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$, xetyl triamoni clorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}]$, benzyl đimetyl amoni clorua hydrat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]$ hoặc hỗn hợp của chúng; và natri bohydrua NaBH_4 ,

ii) tạo ra dung dịch nuôi từ muối vàng HAuCl_4 , chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm bao gồm xetyl triamoni bromua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}]$, xetyl triamoni clorua $[(\text{C}_{16}\text{H}_{33})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}]$, benzyl đimetyl amoni clorua hydrat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Cl})(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]$ hoặc hỗn hợp của chúng; và axit ascorbic hoặc hydroquinon,

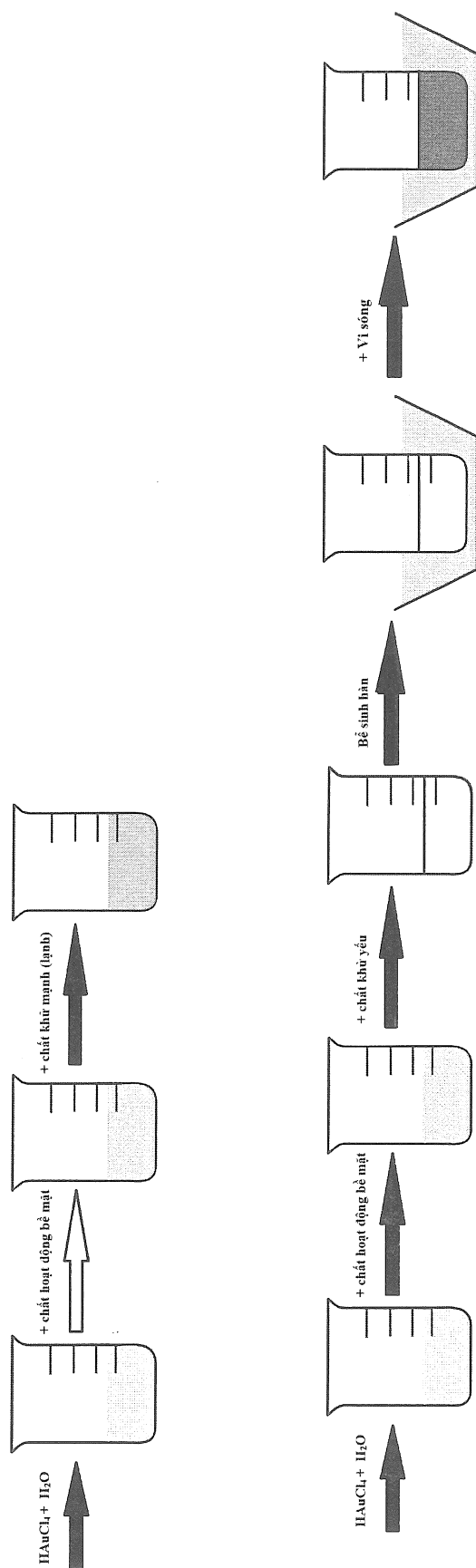
iii) bổ sung bạc nitrat (AgNO_3) vào dung dịch nuôi thu được ở bước ii) và điều chỉnh độ pH của dung dịch thu được bằng axit hoặc bazơ,

iv) trộn dung dịch mầm trung gian thu được ở bước i) với dung dịch thu được ở bước iii),

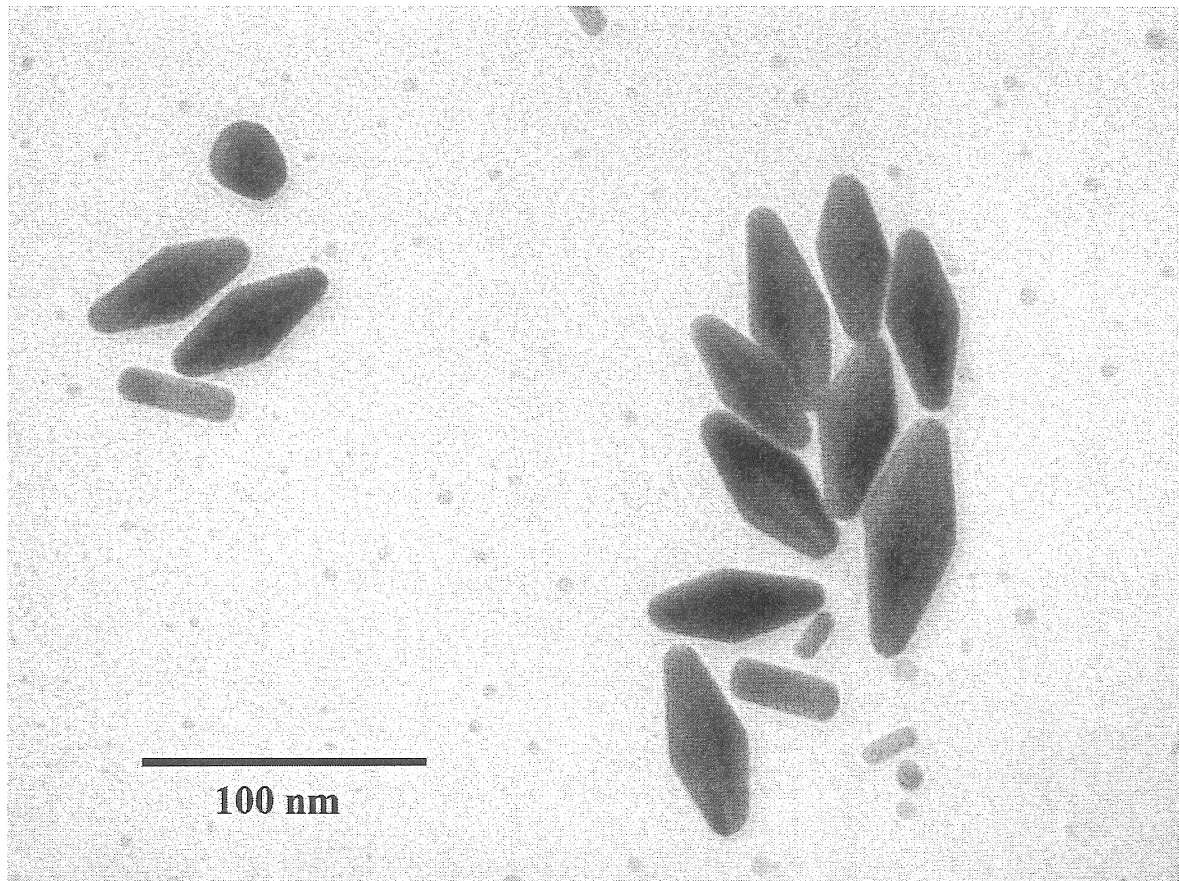
v) tạo ra nano vàng dạng lưỡng tháp từ dung dịch thu được ở bước iv) bằng vi sóng, và

vi) tinh sạch nano vàng lưỡng tháp thu được ở bước v) bằng phương pháp quay ly tâm.

2. Quy trình tạo ra nano vàng lưỡng tháp bằng vi sóng theo điểm 1, trong đó ở bước v), dung dịch thu được ở bước iv) được đặt trong bể sinh hàn để làm giảm nhiệt được tạo ra do tác dụng của vi sóng.



Hình 1



Hình 2