

# Tổng hợp và phân tích tổ hợp nano bạc thu được bằng phương pháp khử ion bạc trong dịch chiết từ lá dâu tằm

Green Synthesis and Characterization of Silver Nanoparticles using Mulberry Leaves Extract

Nguyễn Ngọc Thăng<sup>1\*</sup>, Phạm Thị Ngọc<sup>1</sup>, Vũ Tiến Hiếu<sup>2</sup>, Bùi Văn Huân<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Trường Đại học Bách khoa Hà Nội - Số 1, Đại Cồ Việt, Hai Bà Trưng, Hà Nội

<sup>2</sup> Trường Cao đẳng Công Thương Tp. HCM - 20 Tầng Nhơn Phú, Phước Long B, Quận 9, Tp.HCM

Đến Tòa soạn: 30-12-2017; chấp nhận đăng: 28-9-2018

## Tóm tắt

Ngày nay, sự tổng hợp nano bạc bằng phương pháp hóa học xanh đã thu hút các nhà khoa học do yêu cầu về môi trường sinh thái. Trong nghiên cứu này, nano bạc được tổng hợp từ dung dịch bạc nitrat bằng việc sử dụng dịch chiết từ lá dâu tằm Việt Nam làm chất khử đồng thời là chất ổn định hạt nano bạc trong quá trình phản ứng. Đặc tính của hạt nano bạc được phân tích bằng các phương pháp phân tích hiện đại bao gồm UV-Vis, HR-TEM, TGA/DTA và FT-IR. Kết quả phân tích UV-Vis cho thấy xuất hiện bước sóng hấp thụ cực đại tại 430 nm chứng tỏ ion bạc đã bị khử thành nano bạc. Ảnh TEM cho biết các hạt nano bạc có dạng hình cầu với đường kính trong khoảng 20 - 35 nm và sự phân bố kích thước khá đồng đều. Từ phân tích TGA/DTA tính được hiệu suất tổng hợp nano bạc là 78,22%. Phân tích FT-IR chứng minh sự có mặt của các nhóm chức có trong các hợp chất chiết từ lá dâu tằm tham gia vào phản ứng tổng hợp nano bạc. Cơ chế phản ứng cũng được đề xuất để giải thích quá trình tổng hợp nano bạc.

Từ khóa: Tổng hợp hóa học xanh, Dịch chiết từ lá dâu tằm, Nano bạc.

## Abstract

Nowadays, green synthesis of silver nanoparticles (AgNP) had gained so much attention due to increased demand of environmentally friendly technology for material synthesis. In this paper, the silver nanoparticles were synthesized by treating an aqueous silver nitrate solution with Vietnam mulberry leaves extracts, which acted as the reductant and stabilizer simultaneously. The synthesized silver nanoparticles were characterized by UV-Vis spectroscopy, high-resolution transmission electron microscope (HR-TEM), thermogravimetric analysis (TGA), differential thermal analysis (DTA) and Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR). The observation of the peak at 430 nm in the UV-Vis spectra for the obtained silver nanoparticles reveals the reduction of silver metal ions into silver nanoparticles. The TEM denoted the presence of spherical silver nanoparticles with diameter about 20-35 nm, and the unique size-distribution. The TGA/DTA analysis confirmed the yield of the synthesized silver nanoparticles is 78.22%. The FT-IR analysis was performed to identify the possible functional groups involved in the green synthesis of silver nanoparticles. A possible mechanism was proposed to explain the formation and stabilization of silver nanoparticles.

Keywords: Green synthesis, Mulberry leaves extract, Silver nanoparticles.

## 1. Tổng quan

Công nghệ nano ngày càng thu hút không chỉ các nhà nghiên cứu khoa học mà còn cả các doanh nghiệp vì tính ứng dụng cao của nó trong đời sống của con người [1-4]. Do có các đặc tính ưu việt nên các vật liệu nano đã được ứng dụng trong các lĩnh vực công nghệ cao như việc chuẩn đoán bệnh, dẫn truyền thuốc trong y học, sử dụng làm các bộ vi xử lý trong lĩnh vực điện tử, những sản phẩm kháng khuẩn trong ngành dệt may và nhiều lĩnh vực khác. Một trong những vật liệu nano được nghiên cứu và ứng dụng rộng rãi nhất là hạt nano bạc (AgNP) [2-4]. Các hạt nano bạc có kích thước trong khoảng 1-100 nm đã

được ứng dụng trong nhiều lĩnh vực như quang điện tử, nhiếp ảnh, xúc tác, mỹ phẩm, dệt may, y học... nhờ vào các đặc tính hóa học, vật lý và sinh học đặc biệt của nó. Các hạt nano bạc có hoạt tính diệt khuẩn lên tới 50.000 lần so với bạc ở dạng khối và có khả năng diệt được hơn 650 loài vi khuẩn khác nhau. Không những thế, hạt nano bạc có diện tích bề mặt riêng lớn, bền hóa học, có khả năng phân tán ổn định trong cả dung môi phân cực và không phân cực, không độc, không kích ứng, không gây hại cho con người, vật nuôi và môi trường sinh thái [5-7].

Để tổng hợp hạt nano bạc có thể sử dụng phương pháp đi từ trên xuống (top-down) như nổ điện, tia năng lượng cao, ăn mòn laze, nghiền cơ học, phương pháp khắc hóa học...; hoặc đi từ dưới lên (bottom-up) như phương pháp lắng đọng hơi hóa học, sol-gel, ngưng tụ nguyên tử, dung dịch lỏng siêu tới

\* Địa chỉ liên hệ: (+84) 904 309930

Email: thang.nguyennngoc@hust.edu.vn

hạn, kéo sợi, tổng hợp xanh... [1-8]. Trong đó, phương pháp hóa học hiện vẫn đang được sử dụng nhiều vì khả năng tổng hợp nhanh, dễ kiểm soát kích thước hạt và chi phí tương đối thấp. Tuy nhiên, các sản phẩm phụ và tồn dư hóa chất của phương pháp này có thể gây độc và ảnh hưởng không tốt đến môi trường. Do vậy, các phương pháp tổng hợp xanh, sử dụng các hoạt chất có trong dịch chiết từ tảo, vi khuẩn, nấm, men, thực vật..., để tổng hợp hạt nano bạc được cho là có thể thay thế các phương pháp tổng hợp trên vì chi phí thấp, thân thiện với môi trường, không sử dụng nguồn năng lượng cao, không sử dụng các hóa chất độc hại và có thể tổng hợp quy mô lớn [2-4]. Các hoạt chất có trong dịch chiết từ thực vật thường chứa các hợp chất polyphenol, alkaloid, axit béo, protein... đóng vai trò là chất khử và chất ổn định bao bọc các hạt nano bạc, ngăn không cho chúng kết tụ tạo thành hạt kích thước lớn, làm tăng hiệu quả của quá trình chế tạo [3-7].

Trên thế giới và trong nước đã có nhiều công trình nghiên cứu sử dụng dịch chiết từ lá thực vật để tổng hợp nano bạc [3-7]. Trong nước, các nhóm nghiên cứu đã sử dụng dịch chiết từ lá bàng, lá chè, lá ổi, lá bồ ngót... để tổng hợp hạt nano bạc, nhưng chưa có công bố nào sử dụng lá dâu tằm làm đối tượng nghiên cứu [9, 11]. Trong nghiên cứu này, tác giả sử dụng dịch chiết từ lá dâu tằm Việt Nam để tổng hợp hạt nano bạc.

Theo màu sắc quả dâu, cây dâu tằm chia làm ba loại chính bao gồm *Morus alba* L. (dâu trắng), *Morus nigra* L. (dâu đen) và *Morus rubra* L. (dâu đỏ) [12]. Cây dâu trắng mọc chủ yếu ở Châu Á, đặc biệt vùng Đông Nam Á, có quả màu trắng hoặc xung quanh có màu đỏ, lá dùng để nuôi tằm. Cây dâu đen mọc chủ yếu ở Châu Âu, quả có màu đen và cây dâu đỏ mọc ở Bắc Mỹ, quả màu đỏ tím. Trong lá dâu tằm chứa các hợp chất flavon, flavon glycozit, steroid, alkaloid, carotenoid, axit amin, protein... [6, 12, 13]. Các hợp chất hữu cơ này có thể đóng vai trò là chất khử và chất ổn định trong phản ứng tổng hợp AgNP từ muối bạc nitrat. Trong nghiên cứu này, các đặc tính quang phổ, cấu trúc, hình dạng, kích thước và phân bố kích thước của hạt AgNP được phân tích để xác định điều kiện tổng hợp thích hợp.

## 2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

### 2.1. Đối tượng nghiên cứu

Lá dâu tằm thuộc giống dâu Hà Bắc, được thu hoạch ở tỉnh Hưng Yên vào tháng 8 năm 2017. Bạc nitrat ( $AgNO_3$ ) được cung cấp bởi Công ty hóa chất vật tư khoa học thiết bị y tế T & T, Hà Nội. Dung môi sử dụng trong các thí nghiệm là nước cất hai lần. Các thí nghiệm và phân tích được thực hiện tại Trung tâm thí nghiệm Vật liệu Dệt may - Da giày, Trung tâm Khoa học và Công nghệ cao su, Viện Tiên tiến Khoa

học và Công nghệ, PTN Công nghệ lọc hóa dầu và xúc tác, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

### 2.2. Phương pháp nghiên cứu

#### a. Phương pháp chiết tách hoạt chất từ lá dâu tằm

Sử dụng phương pháp ninh chiết để chiết tách hoạt chất từ lá dâu tằm. Lá dâu tằm được rửa sạch, sấy khô ở  $60^\circ C$ , cắt nhỏ thành những mẫu kích thước khoảng  $5 \times 5$  mm và bảo quản trong túi nilon kín. Mẫu lá dâu tằm được chiết tách trong nước cất với dung tỷ 1:20 (g lá khô/ml nước cất), ở nhiệt độ sôi, trong 10 phút. Sau khi để nguội, lọc qua lưới để thu lấy dịch chiết. Dịch chiết sau đó được lọc tiếp 2 lần bằng giấy lọc Whatman #1 để loại hết chất rắn lơ lửng trong dịch chiết. Một phần dịch chiết được sấy khô để phân tích FT-IR. Phần còn lại dùng để tổng hợp nano bạc.

#### b. Phương pháp tổng hợp nano bạc

Để tổng hợp nano bạc, dung dịch chiết từ lá dâu tằm được pha loãng 10 lần trước khi phản ứng với dung dịch bạc nitrat theo các phương án thí nghiệm bao gồm:

\* *Phương án 1 - cố định thời gian phản ứng*: Lấy 10 ml dịch chiết đã pha loãng cho phản ứng với 5, 25, 50 và 75  $\mu l$   $AgNO_3$  1M ở nhiệt độ phòng ( $25^\circ C$ ), trong thời gian 6 giờ.

\* *Phương án 2 - cố định nồng độ  $AgNO_3$* : Lấy 10 ml dịch chiết đã pha loãng cho phản ứng với 50  $\mu l$   $AgNO_3$  1M ở nhiệt độ phòng, trong thời gian 1, 2, 4, 6, và 24 giờ.

Sau khi hết thời gian phản ứng, các mẫu ngay lập tức được ly tâm và siêu âm hai lần để loại bỏ các chất phản ứng còn dư và thu được AgNP. Điều kiện ly tâm bao gồm tốc độ 15000 vòng/phút, trong thời gian 30 phút, ở nhiệt độ  $5^\circ C$ , trên máy ly tâm R112805 Tomy MX-305, Nhật Bản. Điều kiện siêu âm ở tần số 37 kHz, nhiệt độ phòng, thời gian 30 phút trên máy siêu âm UT-106H của hãng Sharp, Nhật Bản.



**Hình 1.** Sơ đồ quy trình chiết tách hợp chất trong lá dâu tằm và tổng hợp nano bạc.

Sơ đồ quy trình chiết tách các hoạt chất trong lá dâu tằm và tổng hợp nano bạc được trình bày trong Hình 1.

*c. Phương pháp phân tích*

Khảo sát và tìm điều kiện tổng hợp nano bạc thích hợp sử dụng phương pháp đo phổ hấp thụ phân tử UV-Vis trên thiết bị đo UV 1800 của hãng Shimadzu.

Dùng kính hiển vi điện tử truyền qua độ phân giải cao (HR-TEM) để phân tích đặc tính kỹ thuật của hạt nano bạc bao gồm hình dạng, kích thước và sự phân bố kích thước hạt.

Sử dụng phương pháp phân tích nhiệt trọng lượng TGA để xác định hiệu suất của quá trình tổng hợp nano bạc theo công thức (1):

$$H = \frac{\%m_{TG} \times m_{AgNP}}{m_{Ag}} \times 100\% \tag{1}$$

trong đó:

- $m_{AgNP}$ : Khối lượng ống ly tâm, mg
- $m_{Ag} = 10^3 \times n_{Ag} \times M_{Ag} = 10^3 \times C_M \times V \times M_{Ag}$
- $\%m_{TG}$ : % khối lượng nano bạc theo TGA, %
- $m_{AgNP}$ : Lượng nano bạc tổng hợp được, mg
- $m_t$ : Khối lượng ống ly tâm, mg
- $m_s$ : Khối lượng ống ly tâm chứa AgNP, mg
- $m_{Ag}$ : Lượng bạc trong dung dịch trước phản ứng, mg
- $M_{Ag}$ : Khối lượng phân tử bạc, g/mol
- $C_M$ : Nồng độ dung dịch  $AgNO_3$ , M
- $n_{Ag}$ : Số mol bạc trong dung dịch tổng hợp, mol
- $V$ : Thể tích dung dịch phản ứng, lít

Sử dụng phương pháp phân tích FT-IR trên máy FT-IR 6700 RX Raman Module ThermoNicolet-ThermoElectro để xác định các nhóm chức có trong dịch chiết lá dâu tằm.

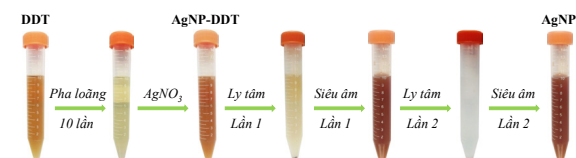
**3. Kết quả và thảo luận**

**3.1. Sự biến đổi màu của dung dịch trong quá trình tổng hợp nano bạc**

Màu sắc của dung dịch trong quá trình tổng hợp AgNP thay đổi rõ ràng qua mỗi công đoạn xử lý, được trình bày trên Hình 2.

Dung dịch chiết lá dâu tằm có màu vàng nhạt phản ứng với dung dịch bạc nitrat không màu chuyển thành màu vàng nâu sau một thời gian phản ứng. Sau thời gian phản ứng nghiên cứu kết thúc, tiến hành ly tâm và rung siêu âm nhiều lần để loại bỏ các chất

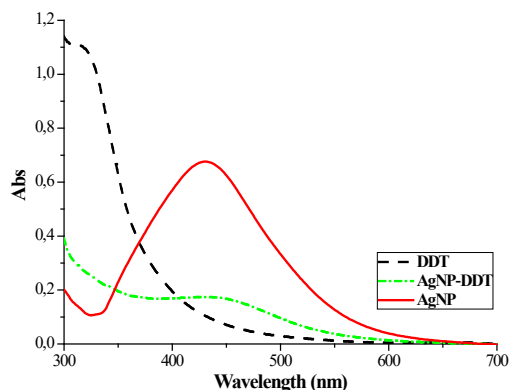
phản ứng còn dư. Khi ly tâm, các hạt nano bạc có tỷ trọng lớn lắng xuống dưới ống ly tâm, phần dung dịch có màu vàng nhạt. Loại bỏ phần dung dịch này và bổ sung lượng nước cất tương ứng, rung siêu âm để phân tán phần rắn chứa AgNP kết tụ, dung dịch có màu nâu sậm. Tiếp tục lặp lại quá trình ly tâm và rung siêu âm cho đến khi phần dung dịch sau ly tâm trong suốt, không màu. Trong nghiên cứu này, quá trình ly tâm và rung siêu âm hai lần là đạt yêu cầu. Để chứng minh dung dịch chứa AgNP và không chứa các chất phản ứng dư, phương pháp đo phổ hấp thụ phân tử được thực hiện.



**Hình 2.** Sự biến đổi màu sắc của dung dịch trong quá trình tổng hợp nano bạc.

**3.2. Phổ hấp thụ phân tử UV-Vis**

Phổ hấp thụ phân tử UV-Vis của dịch chiết từ lá dâu tằm (DDT), dung dịch sau phản ứng chưa làm sạch với điều kiện nồng độ  $AgNO_3$  ban đầu 5,0 mM và thời gian phản ứng 6 giờ và (AgNP-DDT), và dung dịch nano bạc đã tinh chế (AgNP) được biểu diễn trên Hình 3.



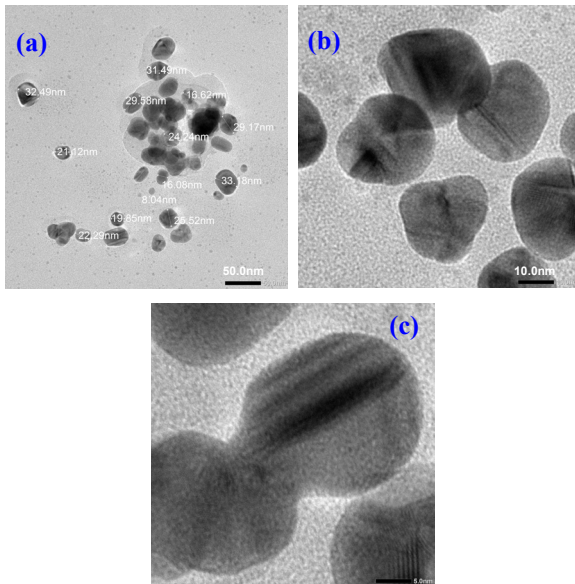
**Hình 3.** Phổ UV-Vis của dịch chiết từ lá dâu tằm (DDT), dung dịch sau phản ứng chưa làm sạch (AgNP-DDT) và dung dịch nano bạc đã tinh chế (AgNP).

Ta thấy phổ hấp thụ phân tử UV-Vis của dịch chiết từ lá dâu tằm không xuất hiện peak nào trong khoảng bước sóng 400-700 nm, trong khi dung dịch AgNP-DDT xuất hiện peak tại bước sóng 430 nm. Sau khi loại bỏ các chất phản ứng còn dư trong dung dịch AgNP-DDT bằng quá trình ly tâm và rung siêu âm, peak của dung dịch AgNP đã tinh chế trở nên rõ ràng với đỉnh nhọn hơn. Theo các tài liệu đã công bố khi nghiên cứu về tổng hợp AgNP, peak xuất hiện tại bước sóng 430 nm là sự cộng hưởng bề mặt plasmon

của các hạt nano bạc hình cầu, có kích thước trong khoảng 20-40 nm [8]. Đỉnh hấp thụ cực đại trong phổ UV-Vis càng nhọn thì sự phân bố kích thước hạt càng tập trung, tức là các hạt AgNP càng đồng đều về kích thước. Để minh chứng cho nhận định này, phương pháp đo HR-TEM được thực hiện tiếp theo với mẫu AgNP đã tinh chế sẽ cho biết hình dạng và kích thước của các hạt AgNP được tổng hợp bằng dịch chiết từ lá dâu tằm.

**3.3. Phân tích TEM**

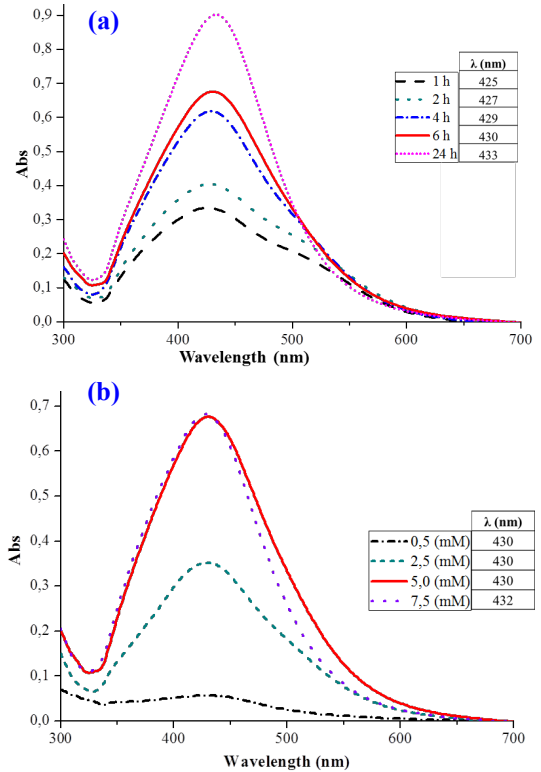
Kết quả chụp HR-TEM của mẫu AgNP được tổng hợp được ở điều kiện nồng độ AgNO<sub>3</sub> 5,0 mM và thời gian phản ứng 6 giờ, đã tinh chế được trình bày trên hình 4. Ta thấy các hạt AgNP đều có dạng hình cầu với đường kính hạt dao động trong khoảng tương đối hẹp 20-35 nm. Kết quả này phù hợp với nhận định trong phân tích UV-Vis và với các công bố trước đây [6, 8]. Như vậy, các hợp chất hữu cơ có trong dịch chiết từ lá dâu tằm không những đóng vai trò chất khử trong phản ứng tổng hợp AgNP mà còn đóng vai trò là chất ổn định, ngăn cản sự kết tụ của các hạt AgNP. Nếu không có chất ổn định, các hạt AgNP năng lượng cao có xu hướng kết tụ với nhau để hình thành các hạt có kích thước lớn, năng lượng thấp, ổn định hơn. Quan sát ảnh với độ phóng đại lớn ×400.000 lần (hình 4b) và ×800.000 lần (hình 4c) cho thấy rõ cấu trúc các lớp mạng tinh thể đặc trưng của kim loại. Trong một hạt AgNP, các lớp mạng tinh thể này có định hướng khác nhau chứng tỏ AgNP tổng hợp được có cấu trúc đa tinh thể [8].



**Hình 4.** Ảnh HR-TEM của AgNP với độ phóng đại (a) ×80.000 lần, (b) ×400.000 lần và (c) ×800.000 lần.

**3.4. Ảnh hưởng của các điều kiện phản ứng**

Ảnh hưởng của nồng độ muối AgNO<sub>3</sub> trong dung dịch phản ứng ban đầu và của thời gian phản ứng đến quá trình tổng hợp AgNP được nghiên cứu thông qua phổ hấp thụ UV-Vis của dung dịch AgNP sau tinh chế. Kết quả được trình bày trên hình 5.



**Hình 5.** (a) Phổ UV-Vis của AgNP thu được sau các thời gian phản ứng khác nhau; (b) Phổ UV-Vis của AgNP thu được với các nồng độ AgNO<sub>3</sub> khác nhau.

Phổ UV-Vis của AgNP được tổng hợp với nồng độ AgNO<sub>3</sub> 5,0 mM, thời gian phản ứng lần lượt là 1, 2, 4, 6 và 24 giờ, trình bày trên hình 5a, cho thấy giá trị hấp thụ cực đại tăng dần khi kéo dài thời gian phản ứng, tức là lượng AgNP tạo thành tăng dần. Tuy nhiên sau 4 giờ phản ứng, sự tăng giá trị hấp thụ cực đại có xu hướng chậm lại. Mặt khác, càng kéo dài thời gian phản ứng thì bước sóng tại đỉnh hấp thụ cực đại (λ<sub>max</sub>) cũng tăng dần. Bước sóng tăng được giải thích là do kích thước hạt AgNP tăng lên [8]. Đây là điều không mong muốn khi sử dụng AgNP như là chất kháng khuẩn. Thực nghiệm cho thấy, dung dịch AgNP được tổng hợp trong 24 giờ, đã tinh chế, có hiện tượng lắng khi lưu trữ trong vài ngày. Hiện tượng này có thể được giải thích do kích thước hạt AgNP lớn hơn làm giảm sự ổn định của hệ phân tán, các hạt AgNP dễ lắng hơn.

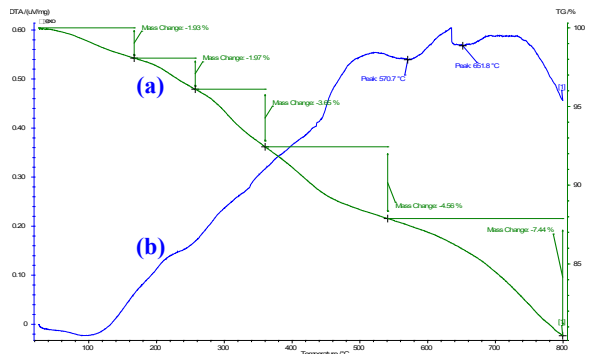
Hình 5b biểu diễn phổ UV-Vis của AgNP được tổng hợp trong 6 giờ với các nồng độ AgNO<sub>3</sub> ban đầu lần lượt là 0,5 ; 2,5 ; 5,0 và 7,5 mM. Ta thấy giá trị

hấp thụ cực đại tăng dần theo sự tăng của nồng độ dung dịch AgNO<sub>3</sub> phản ứng, chứng tỏ lượng AgNP hình thành tăng. Tuy nhiên, giá trị hấp thụ cực đại tăng không đáng kể khi nồng độ AgNO<sub>3</sub> tăng từ 5,0 mM lên 7,5 mM, cho thấy lượng chất khử có trong dung dịch phản ứng chỉ đủ phản ứng với AgNO<sub>3</sub> nồng độ 5,0 mM. Ngoài ra, khi tăng nồng độ AgNO<sub>3</sub> lên 7,5 mM sẽ làm kích thước hạt AgNP tăng lên, thể hiện qua sự tăng của bước sóng hấp thụ cực đại λ<sub>max</sub>.

Qua các phân tích trên, tác giả chọn điều kiện tổng hợp AgNP bằng dịch chiết từ lá dâu tằm là ở nhiệt độ phòng, nồng độ AgNO<sub>3</sub> 5,0 mM và thời gian phản ứng 6 giờ.

**3.5. Phân tích TGA/DTA và hiệu suất tổng hợp nano bạc**

Để xác định hiệu suất quá trình tổng hợp AgNP tại điều kiện phản ứng đã chọn lựa, tác giả sử dụng phương pháp phân tích nhiệt trọng lượng (TGA) và phân tích nhiệt vi sai (DTA), hình 6. Quan sát sự giảm khối lượng mẫu theo nhiệt độ thiêu kết trên đường TGA (hình 6a) cho thấy sự giảm khối lượng trước 200°C là do sự hóa hơi của nước, trong khoảng 200-500°C có thể là do sự phân hủy các chất phản ứng còn dư, và trên 500°C có thể là do sự bốc bay của AgNP. Theo các tài liệu đã công bố, hạt AgNP có nhiệt độ nóng chảy khoảng 200°C và bắt đầu bốc bay ở khoảng 600°C [14]. Đường phân tích nhiệt vi sai DTA (hình 6b) cho thấy có sự thay đổi lớn về sự giảm khối lượng tại 570,7°C tương ứng với giá trị TGA là 88%. Do đó, hiệu suất quá trình tổng hợp AgNP được tính theo công thức (1) là 78,22 %.



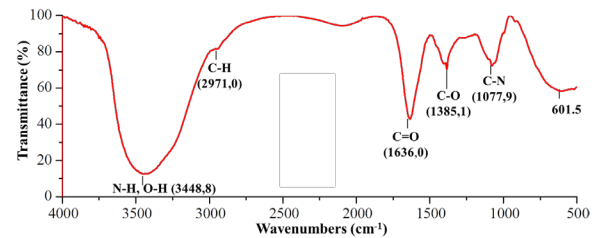
**Hình 6.** Phân tích nhiệt TGA/DTA của AgNP: (a) đường TGA và (b) DTA.

**3.6. Phân tích FT-IR và đề xuất cơ chế phản ứng**

Như đã trình bày trong phần tổng quan, trong lá dâu tằm chứa nhiều hợp chất hữu cơ có thể đóng vai trò là chất khử và chất ổn định trong phản ứng tổng hợp AgNP từ muối bạc nitrat. Trong đó các hợp chất hữu cơ chứa các nhóm chức amin, cacboxyl, cacbonyl, hydroxyl có tác dụng khử ion bạc có trong

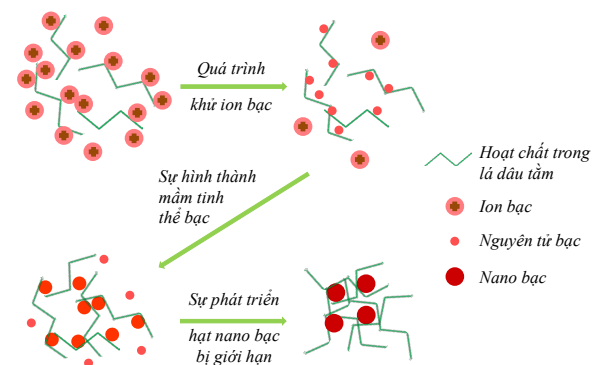
dung dịch bạc nitrat về dạng nano bạc. Các hợp chất steroid, carotenoid... đóng vai trò như chất ổn định AgNP do có cấu tạo như chất hoạt động bề mặt.

Phương pháp phân tích FT-IR với mẫu dịch chiết từ lá dâu tằm cho biết các nhóm chức của các chất có trong dung dịch. Phổ FT-IR của dịch chiết lá dâu tằm trong nghiên cứu này được trình bày trên hình 7. Quan sát phổ cho thấy sự xuất hiện của các peak tại số sóng 3448,8 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho các nhóm chức hydroxyl (OH) và amin (N-H); tại 2971,0 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho nhóm anky (C-H) trong mạch hydrocarbon; tại 1636,0 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho liên kết cacbonyl (C=O) trong nhóm chức este hoặc xeton. Các peak tại số sóng 1385 cm<sup>-1</sup> và 1077,9 cm<sup>-1</sup> tương ứng với các liên kết C-O và C-N trong các nhóm peptit, axit amin... Điều này phù hợp với các tài liệu đã công bố về phân tích FTIR của dịch chiết từ lá dâu tằm [3].



**Hình 7.** Phổ FT-IR của dịch chiết lá dâu tằm.

Như vậy, trong dịch chiết lá dâu tằm thuộc giống dâu Hà Bắc, dùng trong nghiên cứu này, chứa các hợp chất có các nhóm chức có thể đóng vai trò là chất khử và chất ổn định trong phản ứng tổng hợp AgNP. Dựa trên các nghiên cứu đã công bố, tác giả đề xuất cơ chế phản ứng tổng hợp AgNP bằng dịch chiết từ lá dâu tằm, hình 8 [2-6].



**Hình 8.** Cơ chế phản ứng tổng hợp nano bạc.

Bản chất cơ chế tổng hợp AgNP là phản ứng oxi hóa khử của các ion bạc trong dung dịch bạc nitrat (đóng vai trò chất oxi hóa) với các hợp chất trong dịch chiết lá dâu tằm (đóng vai trò chất khử). Cơ chế của phản ứng này gồm quá trình nhận electron của các ion bạc để trở thành nguyên tử bạc và quá trình nhường electron của các chất khử trong dịch chiết.

Các nguyên tử bạc sinh ra liên kết với nhau tạo nên các hạt nhân, tâm mầm kết tinh, để phát triển thành các hạt nano bạc. Do số lượng lớn các chất khử trong hỗn hợp phản ứng và sự liên kết linh động của chúng với các mầm tinh thể bạc dẫn đến sự phát triển đồng hướng và hình thành các hạt AgNP có dạng hình cầu ổn định. Như vậy, các hợp chất trong dịch chiết lá dâu tằm vừa là chất khử, đồng thời là chất ổn định để hạn chế sự phát triển của hạt nano bạc và ngăn cản sự kết tụ của chúng tạo ra các hạt kích thước lớn, làm giảm sự ổn định của hệ phân tán và ảnh hưởng không tốt tới khả năng kháng khuẩn của AgNP.

#### 4. Kết luận

Trong bài báo này, nano bạc đã được tổng hợp từ muối bạc nitrat với tác nhân khử là các hợp chất có trong dịch chiết từ lá dâu tằm Việt Nam. Điều kiện phản ứng thích hợp để tổng hợp nano bạc bao gồm: dung tỷ chiết lá dâu tằm 1:20 và dịch chiết sau đó được pha loãng 10 lần, nồng độ bạc nitrat trong dung dịch phản ứng ban đầu 5,0 mM, thời gian 6 giờ, ở nhiệt độ phòng (25°C) và trong môi trường trung tính. Các kết quả phân tích cho thấy hạt nano bạc tổng hợp được có dạng hình cầu, đường kính hạt khoảng 20-35 nm và phân bố kích thước hạt trong khoảng hẹp. Hiệu suất của quá trình tổng hợp nano bạc đạt 78,22% và cơ chế phản ứng đã được đề xuất. Nano bạc tổng hợp trong nghiên cứu này sẽ tiếp tục được nghiên cứu khả năng kháng khuẩn và ứng dụng trên một số vật liệu dệt trong các nghiên cứu tiếp theo.

#### Lời cảm ơn

Nhóm tác giả cảm ơn Trung tâm thí nghiệm Vật liệu Dệt may - Da giày, Trung tâm Khoa học và Công nghệ cao su, Viện Tiên tiến Khoa học và Công nghệ, PTN Công nghệ lọc hóa dầu và xúc tác, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam đã hỗ trợ trong việc thực hiện nghiên cứu này.

#### Tài liệu tham khảo

- [1] Shukla, A.K. and Iravani, S. *Metallic nanoparticles: green synthesis and spectroscopic characterization*. Environ Chem Lett, 15(2), (2017), 223-231.
- [2] Abdelghany, T.M., Al-Rajhi, A.M., Al Abboud, M.A., Alawlaqi, M.M., Magdah, A.G., Helmy, E.A. and Mabrouk, A.S. Recent Advances in Green Synthesis of Silver Nanoparticles and Their Applications: About Future Directions. A Review. BioNanoScience, (2017), 1-12.
- [3] Ahmed, S., Ahmad, M., Swami, B.L. and Ikram, S. A review on plants extract mediated synthesis of silver nanoparticles for antimicrobial applications: a green expertise. J Adv Res, 7(1), (2016), 17-28.
- [4] Singh, J., Kaur, G., Kaur, P., Bajaj, R. and Rawat, M. A review on green synthesis and characterization of silver nanoparticles and their applications: A green nanoworld. World J Pharm Pharm Sci, 5(7), (2016), 730-762.
- [5] Pandiarajan, J. and Krishnan, M. Properties, synthesis and toxicity of silver nanoparticles. Environ Chem Lett, 15(3), (2017), 387-397.
- [6] Akl M. Awwad, N. M. Green synthesis of silver nanoparticles by Mulberry leaves extract. Nanosci Nanotechnol, 2(4), (2012), 125-128.
- [7] Iravani, S. Green synthesis of metal nanoparticles using plants. Green Chem, 13(10), (2011), 2638-2650.
- [8] Xia, Y., Xiong, Y., Lim, B. and Skrabalak, S.E. Shape-controlled synthesis of metal nanocrystals: Simple chemistry meets complex physics? Angewandte Chemie, 48(1), (2009), 60-103.
- [9] Huỳnh Thị Mỹ Linh. Nghiên cứu tổng hợp hạt nano bạc từ dung dịch bạc nitrat bằng tác nhân khử dịch chiết nước lá bàng, Luận văn thạc sỹ khoa học, Đại Học Đà Nẵng, 2013.
- [10] Hồ Thị Trâm. Nghiên cứu tổng hợp hạt nano bạc từ dung dịch bạc nitrat ở những nồng độ khác nhau bằng tác nhân khử dịch chiết nước lá bàng và lá chè. Luận văn tốt nghiệp. Đại học Đà Nẵng, 2016.
- [11] Hoàng Như Trang. Nghiên cứu tổng hợp nano bạc từ dung dịch AgNO<sub>3</sub> bằng tác nhân khử dịch chiết nước lá bồ ngót và ứng dụng của chúng. Luận văn tốt nghiệp. Đại học Đà Nẵng, 2016.
- [12] Shoaib Zafar, M., Muhammad, F., Javed, I., Akhtar, M., Khaliq, T., Aslam, B., Waheed, A., Yasmin, R. and Zafar, H. White Mulberry (Morus alba): A Brief Phytochemical and Pharmacological Evaluations Account. Int. J. Agric. Biol. 15(3), (2013), 612-620.
- [13] Đỗ Thị Nghĩa Tình. Nghiên cứu đặc điểm thực vật và thành phần hóa học của lá cây dâu tằm (Morus alba L.). Khóa luận tốt nghiệp. Đại học Quốc gia Hà Nội, 2017.
- [14] Asoro, M., Damiano, J. and Ferreira, P.J. Size effects on the melting temperature of silver nanoparticles: In-situ TEM observations. Microsc Microanal, 15(S2), (2009), 706-707.

