

ĐẠI HỌC QUỐC GIA HÀ NỘI
TRƯỜNG ĐẠI HỌC CÔNG NGHỆ

Nguyễn Thị Thu Thủy

**NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO HẠT NANO BẰNG
KỸ THUẬT PLASMA VÀ KHẢO SÁT
TÍNH CHẤT QUANG CỦA CHÚNG**

Chuyên ngành: Vật liệu và linh kiện nano

Mã số: 944012801.QTD

TÓM TẮT LUẬN ÁN TIẾN SĨ KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ NANO

Hà Nội – 2022

Công trình được hoàn thành tại: Trường Đại học Công nghệ, Đại học Quốc gia Hà Nội

Người hướng dẫn khoa học:

1. PGS.TS. NGUYỄN THẾ HIỆN

2. TS. ĐỖ HOÀNG TÙNG

Phản biện:

.....

Phản biện:

.....

Phản biện:

.....

.....

Luận án sẽ được bảo vệ trước Hội đồng cấp Đại học Quốc gia chấm luận án tiến sĩ họp tại
vào hồi giờ ngày tháng năm 2022

Có thể tìm hiểu luận án tại:

- Thư viện Quốc gia Việt Nam

- Trung tâm Thông tin - Thư viện, Đại học Quốc gia

Hà Nội

MỞ ĐẦU

1. Lý do nghiên cứu

Ngày nay các cụm từ “Khoa học và Công nghệ Nano”, “Vật liệu Nano”, “Hạt Nano” đã trở nên quen thuộc và thông dụng trong mọi lĩnh vực của đời sống xã hội loài người ở khắp nơi trên Trái Đất, từ các lĩnh vực công nghệ, công nghiệp như điện, điện tử, năng lượng, giao thông vận tải, xây dựng, chiếu sáng, thông tin truyền thông, vũ trụ, sinh học, y tế, dược phẩm, nông nghiệp cho đến công nghiệp tiêu dùng cung cấp những sản phẩm và dịch vụ trong đời sống hàng ngày như sơn, dầu, làm sạch, làm bóng, chống mốc chống ẩm, sát trùng, mỹ phẩm làm đẹp v.v.... Về mặt học thuật các hoạt động nghiên cứu, đào tạo đã phát triển rất mạnh mẽ chiếm tỷ phần rất lớn trong khối lượng sản phẩm nghiên cứu từ cơ bản đến ứng dụng, phát triển trên tất cả các lĩnh vực học thuật với số lượng công trình xuất bản và bằng phát minh sáng chế cung các doanh nghiệp spin-off và start-ups tăng không ngừng hàng năm. Các hoạt động nghiên cứu, đào tạo, phát triển khoa học và công nghệ chế tạo và ứng dụng các vật liệu nano trong hầu khắp các lĩnh vực của đời sống con người đã trở thành lĩnh vực Khoa học và Công nghệ chuyên biệt. Sự phát triển sâu rộng với các thành tựu to lớn trong việc ứng dụng của Khoa học và Công nghệ Nano (KH&CN Nano) trong vài thập kỷ gần đây đã trở thành cơ sở vững chắc và động lực mạnh mẽ thúc đẩy thế giới loài người đi vào cuộc Cách mạng Công nghiệp Lần thứ tư. Cuộc Cách mạng Công nghiệp này đã nhanh chóng đem lại những biến đổi sâu sắc cùng những cải thiện nâng cao chất lượng đến mức chưa từng có về mọi mặt của đời sống loài người.

Tại Việt Nam, giới nghiên cứu và đào tạo trong ngành Vật lý cũng như một số ngành khác đã nhanh chóng tiếp cận, hội nhập vào

trào lưu và xu thế phát triển của lĩnh vực mới. Ngay từ những năm đầu của thiên niên kỷ mới các hoạt động nghiên cứu và đào tạo về KH&CN Nano đã được đầu tư triển khai với nhiều dự án, đề tài nghiên cứu ở nhiều cơ sở nghiên cứu và đào tạo đại học, sau đại học.

Tại Khoa Vật lý Kỹ thuật và Công nghệ Nano (VLKT&CN), trong hoạt động đào tạo của Chương trình đào tạo Thạc sĩ và Tiến sĩ chuyên ngành Vật liệu và Linh kiện Nano tại Trường Đại học Công nghệ, Đại học Quốc gia Hà Nội trong gần hai thập kỷ qua đã có nhiều công trình nghiên cứu với những vật liệu, linh kiện và thiết bị ứng dụng công nghệ nano đáng khích lệ đồng thời đã đào tạo được một số lượng đáng kể cán bộ khoa học chuyên ngành trình độ cao, chất lượng cao góp phần thúc đẩy mạnh mẽ các hoạt động nghiên cứu và đào tạo, ứng dụng KH&CN Nano ở trong nước.

Tại các viện nghiên cứu và đào tạo đại học, sau đại học trong nước nói chung đã có nhiều nghiên cứu và tại Khoa VLKT&CN, Phòng thí nghiệm Công nghệ Micro-Nano nói riêng các nghiên cứu tập trung trên lĩnh vực các vật liệu từ tính và vật liệu bán dẫn cấu trúc nano đã đạt được những thành tựu rất đáng kể, phát triển các vật liệu tổ hợp có hiệu ứng từ-điện từ các vật liệu kích thước nano và micro, chế tạo các loại cảm biến từ trường độ nhạy cao đo từ trường nhỏ với các ứng dụng trong các thiết bị định vị dẫn đường thế hệ mới, các cảm biến sinh học, cũng như các hạt nano sắt với định hướng ứng dụng y sinh học v.v... Các vật liệu nano dạng hạt cũng được quan tâm đặc biệt và ngày càng nhiều hơn vì những ứng dụng đa dạng của chúng. Công nghệ và kỹ thuật được nghiên cứu và sử dụng chủ yếu là các công nghệ và kỹ thuật quen thuộc trong lĩnh vực Khoa học và Công nghệ Vật liệu như phún xạ ca tốt, thủy phân, nhiệt phân, sol-gel. Một số phương pháp khác sử dụng các hệ thống trang thiết bị tạo

mẫu CVD, PVD đã được đầu tư và khai thác cho nhiều mục đích nghiên cứu khác nhau. Tuy nhiên các nghiên cứu còn tản mát, tài liệu học thuật còn khá hạn chế về số lượng, thiếu tính hệ thống và khái quát nên việc tìm kiếm thông tin, số liệu và tri thức tham khảo gặp khá nhiều khó khăn.

Thời gian gần đây, một số nhóm nghiên cứu trong nước đã triển khai nghiên cứu khai thác công nghệ plasma, đặc biệt là plasma lạnh theo hướng phát triển các ứng dụng trong y học. Đây là một trong những kỹ thuật đang được sử dụng rất rộng rãi với hiệu quả cao trong nghiên cứu chế tạo các loại hạt nano cũng như các vật liệu nano tổ hợp.

Từ những nhận thức và thông tin này, chúng tôi đã đề xuất và được chấp thuận thực hiện đề tài nghiên cứu cho luận án tiến sĩ với tiêu đề: “Nghiên cứu chế tạo hạt nano bằng kỹ thuật Plasma và khảo sát tính chất quang của chúng”, cụ thể là các hạt nano của các kim loại quý như vàng, bạc cùng vật liệu tổ hợp của chúng với hạt nano TiO₂ nhằm mục đích ứng dụng cho công nghệ môi trường.

2. Mục đích nghiên cứu

Hoàn thành tổng quan mang tính hệ thống về sự phát triển và hiện trạng của lĩnh vực KH&CN Nano.

Đưa ra tổng quan và có hệ thống các phương pháp vật lý và đặc biệt là kỹ thuật Plasma để làm tài liệu tham khảo phục vụ cho việc chế tạo và biến đổi hạt nano.

Xây dựng quy trình kỹ thuật chế tạo các hạt nano bạc, vàng, nanocomposite Au/TiO₂ bằng phương pháp tương tác Plasma chất lỏng và nghiên cứu tính chất quang của chúng nhằm ứng dụng trong một số ngành kỹ thuật, y học và đời sống.

3. Đối tượng và phạm vi nghiên cứu

Đối tượng nghiên cứu: Phương pháp tương tác Plasma chất lỏng, vật liệu nano kim loại nano (AuNPs và AgNPs), vật liệu nano bán dẫn (TiO_2), vật liệu nanocomposite của hạt nano vàng AuNPs, chất nền TiO_2 .

Phạm vi nghiên cứu: Chế tạo các hạt nano bạc, nano vàng, cải biến bề mặt các hạt nano TiO_2 để chế tạo hạt nanocomposite Au- TiO_2 bằng phương pháp tương tác plasma chất lỏng. Khảo sát, đánh giá đặc trưng các tính chất quang, xúc tác quang của các vật liệu nano đã chế tạo

4. Ý nghĩa khoa học và thực tiễn của đề tài

Về mặt lý luận: Đã tổng quan khá chi tiết và có hệ thống các phương pháp vật lý và đặc biệt là kỹ thuật Plasma, cung cấp một nguồn thông tin và kiến thức tham khảo phục vụ cho việc chế tạo và cải biến các hạt nano - là một phương pháp mới có thể được sử dụng rộng rãi trong các nghiên cứu ở Việt Nam.

Về mặt thực tiễn: Xây dựng được quy trình kỹ thuật chế tạo các hạt nano bạc, vàng, nanocomposite Au/ TiO_2 bằng phương pháp tương tác Plasma chất lỏng với các ưu điểm: đơn giản, thân thiện với môi trường, có hiệu quả kinh tế cao... thỏa mãn các yêu cầu để ứng dụng trong nhiều ngành kỹ thuật, y học và đời sống..

5. Nội dung của luận án

Bản luận án được cấu trúc gồm các chương và nội dung như sau:

Sau phần Mở đầu giới thiệu chung về đề tài nghiên cứu của luận án, Chương 1 sẽ trình bày một tổng quan chung khái quát về lĩnh vực KH&CN Nano, giới thiệu tiến trình phát triển của lĩnh vực nghiên cứu, hiện trạng công nghệ, một số kết quả nghiên cứu và ứng dụng chính của KH&CN Nano và các vật liệu nano. Sau khi đưa ra một số

thông tin về xu hướng phát triển của lĩnh vực này trên thế giới, chương này cũng trình bày một số thông tin về sự phát triển, một số kết quả đã đạt được và hiện trạng các hoạt động nghiên cứu ở trong nước để làm rõ hơn lý do lựa chọn đề tài và giới hạn mục tiêu và nội dung nghiên cứu cho luận án. Chương này cũng bao hàm một phần tổng quan khá chi tiết và toàn diện về các tính chất đặc biệt của vật liệu nano, đồng thời đề cập khái quát một số ứng dụng của KH&CN cũng như Vật liệu nano hiện nay. Chương 2 trình bày tổng quan chung về các phương pháp và công nghệ trên cơ sở các Kỹ thuật Vật lý chế tạo vật liệu nano. Luận án sẽ trình bày chi tiết hơn về kỹ thuật plasma, các kỹ thuật chế tạo vật liệu nano bằng Plasma và đặc biệt là Phương pháp Tương tác Plasma Chất lỏng. Chương 3 sẽ mô tả ngắn gọn các thiết bị thí nghiệm được sử dụng để chế tạo, quy trình chế tạo, đặc trưng các tính chất của vật liệu thu được và đo đạc, đánh giá các tính chất cũng như thử nghiệm các ứng dụng của chúng. Chương 4 trình bày và thảo luận các kết quả nghiên cứu đã đạt lần lượt cho từng vật liệu quan tâm. Cuối cùng, sẽ nêu tóm tắt các kết quả chính của luận án, một vài kết luận và đánh giá về các đóng góp chính của luận án.

Chương 1. TỔNG QUAN VỀ LĨNH VỰC NGHIÊN CỨU

1.1. Tổng quan chung về Khoa học và Công nghệ Nano

Sau hai thập kỷ kể từ khi Sáng kiến Quốc gia về Công nghệ Nano (National Nanotechnology Initiative – NNI) do Tổng thống Mỹ Bill Clinton phát động triển khai thực hiện tại Mỹ và được nghiên cứu hưởng ứng triển khai, phát triển rộng khắp thế giới, lĩnh vực nghiên cứu chế tạo, tính chất và ứng dụng các vật liệu nano đã đạt được những thành tựu vô cùng to lớn về mọi phương diện và trở thành một lĩnh vực Khoa học và Công nghệ chuyên biệt có tính liên

ngành cao nhất, đã thâm nhập sâu sắc vào hầu như tất cả các ngành và lĩnh vực khoa học và công nghệ dưới cái tên Khoa học và Công nghệ Nano (KH&CN Nano).

1.1.1. Sơ lược về phát triển Khoa học và Công nghệ Nano trên thế giới

Như các nghiên cứu [5] đã chỉ ra, từ rất xa xưa, ở các nền văn minh cổ đại người ta đã có các ứng dụng khác nhau của các vật liệu nano trong việc trang trí và tạo men, màu cho các sản phẩm sành, sứ và nhiều vật liệu, vật dụng khác.

1.1.2. Một số thành tựu chính và xu hướng phát triển của KH&CN Nano

Nếu như những năm 1960 là giai đoạn hình thành ý tưởng và mô hình công nghệ nano hiện đại thì thời kỳ 1980 – 1990 là giai đoạn khởi phát mạnh mẽ của một lĩnh vực mới là Khoa học và Công nghệ Vật liệu với sự quan tâm tập trung chủ yếu vào các vật liệu và cấu trúc ở quy mô micromét và đó cũng là sự khởi phát thực sự của KH&CN Nano. Cuối thời kỳ này là sự phát triển công nghệ nano có quản lý, có kế hoạch, chiến lược, được tạo điều kiện thuận lợi bởi cuộc Cách mạng KH&CN từ nửa cuối thế kỷ 20 và đầu Thế kỷ 21.

1.1.3. Về Khoa học và Công nghệ Nano ở Việt Nam

Theo hiểu biết của chúng tôi, ở Việt Nam, các hoạt động nghiên cứu, nhất là nghiên cứu đỉnh cao, đặc biệt là các nghiên cứu thực nghiệm có nhiều hạn chế trong một thời gian dài vì rất nhiều lý do khác nhau. Chỉ sau khởi đầu thời kỳ đổi mới vào những năm nửa cuối của thập kỷ 1980 và đặc biệt là sau khi sự cấm vận quốc tế bị dỡ bỏ vào năm 1995 thì các hoạt động nghiên cứu KH&CN nói chung mới khởi phát và đạt được những bước phát triển đáng khích lệ.

1.2. Tổng quan chung về Vật liệu Nano

1.2.1. Vật liệu Nano và Phân loại Vật liệu Nano

Có rất nhiều quan điểm và cách tiếp cận để phân loại các vật liệu nano khác nhau và hiện tại các vật liệu này có thể được phân loại dựa trên kích thước của chúng, chứa cấu trúc với hình thái các chiều không gian của chúng 0D, 1D, 2D và 3D.

1.2.2. Một số tính chất nổi bật của vật liệu nano

Vì có kích thước nhỏ nên các hạt nano có độ linh động rất cao, có thể chuyển động theo mọi hướng, qua mọi khe kẽ. Chúng có độ thâm sâu, lấp đầy các chỗ trống và có thể dễ dàng tạo tổ hợp, kết hợp với hầu hết các vật liệu trong các loại cấu trúc khác nhau để tạo nên những hỗn hợp hay dung dịch đồng nhất. Những vật liệu như vậy có thể phù hợp tốt cho nhiều loại ứng dụng khác nhau.

1.2.2.1 Một số tính chất Vật lý, Hóa học chung của Vật liệu Nano

Các vật liệu nano cho thấy nhiều tính chất Vật lý và Hóa học lý thú nổi bật, mà các tính chất này phụ thuộc mạnh vào kích thước, hình thái và cấu trúc của chúng. Những cải thiện chủ yếu được quan sát thấy ở các tính chất Hóa học và Vật lý như hoạt tính xúc tác, hoạt tính hóa học, các tính chất điện, tính chất từ và tính chất quang.

1.2.2.3. Tính chất quang của Vật liệu Nano

Người ta đã quan sát thấy rằng sự giảm kích thước trong vật liệu nano làm dịch chuyển cực đại phát xạ của một số kim loại về phía bước sóng ngắn hơn. Đây là hiệu ứng dịch chuyển xanh lam – blue shift), như được minh họa trong Hình 1.22. Hiệu ứng này được phát hiện trên rất nhiều vật liệu với cấu trúc chấm lượng tử. Các hạt nano kim loại khác nhau ở các kích thước và hình dạng khác nhau khi được phơi chiếu ánh sáng sẽ cho thấy các màu sắc đặc trưng do một hiệu ứng từng được gọi là Tán sắc Mie mà ngày nay cũng được gọi là Cộng hưởng Plasmon Bề mặt (Surface Plasmon Resonance – SPR).

1.2.2.4. Tính chất từ của Vật liệu Nano

Vật liệu nano sắt từ được đặc trưng qua kích thước tới hạn d_c , thường là nhỏ hơn 20 nm, tức là khi hạt được tạo thành là các đômen từ đơn lẻ. Dưới ngưỡng này, các tính chất từ phụ thuộc vào kích thước vật liệu khác hẳn so với ở các vật liệu khối cho thấy sơ đồ mô hình biểu diễn định tính sự biến thiên của lực kháng từ H_C theo đường kính của hạt nano sắt từ. Ở dưới giới hạn kích thước d_{SP} , hạt ở trạng thái siêu thuận từ hoàn hảo.

1.3. Một số ứng dụng của Khoa học và Công nghệ Nano, Vật liệu Nano

Ở nước ta, như đã đề cập ở phần 1.1.2, KH&CN Nano đã được nghiên cứu tà khoảng một phần tư thế kỷ vừa qua. Đã đạt được một số thành tựu về học thuật nhưng các ứng dụng trong sản xuất và các lĩnh vực khác còn tản mát và lẻ tẻ. Đã có một số sản phẩm của công nghệ nano như sơn, hạt nano bạc cùng một số sản phẩm vệ sinh răng miệng, thân thể chứa nano bạc... và đặc biệt là thực phẩm chức năng curcumin và một số vật liệu khác. Một số cảm biến môi trường như cảm biến khí, cảm biến chất lượng nước đã được nghiên cứu thực nghiệm và ứng dụng tại hiện trường nuôi trồng thủy sản.

Chương 2.

CÁC PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO VẬT LIỆU NANO

2.1. Nguyên lý chung của Phương pháp Chế tạo Vật liệu Nano

Trong luận án này, sau khi khái quát về nguyên lý cơ bản của các phương pháp công nghệ thường được sử dụng để chế tạo và tổng hợp các loại vật liệu nano nói chung, sẽ trình bày một tổng quan tương đối chi tiết về các phương pháp tổng hợp và biến đổi các hạt nano và vật liệu tổ hợp của chúng, với hướng đến các vật liệu cụ thể

là các hạt kim loại nano (vàng, bạc, Ti), các hạt nano oxit kim loại (như TiO_2) liên quan bằng plasma là phương pháp được sử dụng trong luận án.

2.2. Các Phương pháp và Kỹ thuật Vật lý cho chế tạo Vật liệu Nano

2.2.1. Tổng hợp từ Pha hơi (khí)

Tổng hợp từ Pha khí hay hơi (Vapour Synthesis –VS) là phương pháp chế tạo vật liệu và hạt nano thông qua quá trình ngưng tụ và lắng đọng pha khí hay hơi của vật liệu tiền chất. Việc tạo pha hơi của vật liệu tiền chất có thể được thực hiện bằng cả con đường hóa học lẫn vật lý.

2.2.2. Lắng đọng Pha hơi Hóa học

Lắng đọng hơi hóa học (CVD) trong thực tế là một kỹ thuật công nghiệp đã được sử dụng rộng rãi, cho phép có thể phủ màng vật liệu lên các bề mặt rộng lớn trong một khoảng thời gian ngắn. Trong quy trình CVD điển hình, vật liệu để tiếp xúc với các tiền chất dễ bay hơi, các tiền chất này sẽ phản ứng và/hoặc bị phân hủy trên bề mặt để tạo ra màng mong muốn.

2.2.3. Cắt bóc bằng laser (Laser Ablation)

Trong các nghiên cứu và công nghệ vật liệu nano, phương pháp cắt bóc bằng chùm laser được sử dụng rộng rãi như là một phương án thay thế cho phương pháp cắt bóc chùm phân tử (Molecular Beam Ablation) thông dụng trong kỹ thuật màng mỏng trước đây.

2.2.4. Lắng đọng với Laser xung

Lắng đọng laser xung (Pulsed Laser Deposition – PLD) là một loại hình PVD trong đó laser có mật độ công suất cao và dải tần số hẹp được sử dụng làm nguồn để hóa hơi vật liệu mong muốn. Đặc biệt, kỹ thuật này được sử dụng khi các kỹ thuật khác gặp vấn đề

hoặc không thể tạo ra sự lắng đọng.

2.2.5. Phương pháp Tổng hợp Vật liệu Nano bằng Plasma

2.2.5.1. Plasma và Ứng dụng Chế tạo Vật liệu Nano

2.2.5.2. Lắng đọng Phún xạ Plasma

2.2.5.3. Lắng đọng Plasma Hồ quang

2.2.5.4. Phương pháp Tương tác Plasma – Chất lỏng (PLI – Plasma-Liquid Interaction)

Trong kỹ thuật tương tác plasma – chất lỏng (PLI), plasma được tạo ra trong quá trình phóng điện ở hai điện cực âm và dương, cả chế độ phóng điện phát sáng (glow discharge) lẫn chế độ phóng điện hồ quang (arc discharge) mà sự liên tục của quá trình này được đảm bảo bằng điện thế và dòng điện một chiều (dc) hoặc xoay chiều (ac), tần số cao RF, tần số ghép nối điện dung hoặc cảm ứng và vi sóng...

Chương 3. THỰC NGHIỆM

3.1. Xây dựng hệ thiết bị tương tác plasma chất lỏng

3.1.1. Hệ tương tác plasma chất lỏng chế tạo nano bạc

Hệ gồm có catot làm bằng Molyden và anot là thanh bạc nguyên chất dạng hình tròn có đường kính 6 mm nhúng trong một cốc đồng Bomex 50 ml chứa nước cất. Hai điện cực được nối với nguồn điện cao áp một chiều biến thiên với tần số 25Hz, hiệu điện thế hồ là 5,9kV, plasma hình thành giữa hai điện cực, phát ánh sáng màu xanh dương (màu đặc trưng của phổ phát xạ nguyên tử bạc). Dung dịch ban đầu không màu như nước thường. Dung dịch dần chuyển sang màu vàng do sự tạo thành các hạt nano bạc hấp thụ ánh sáng ở vùng 400 nm. Thời gian plasma càng dài, dung dịch càng trở nên vàng đậm hơn do nồng độ nano bạc tăng dần theo thời gian plasma.

3.1.2. Hệ thiết bị tương tác plasma chất lỏng chế tạo nano vàng, biến tính TiO₂ và chế tạo nano composite Au/TiO₂

Phương pháp chế tạo này dựa trên sự tương tác giữa chất lỏng hóa học và tia microplasma trên bề mặt tiếp xúc. Tia microplasma được tạo ra trong dòng khí Argon dưới tác dụng của điện thế cao áp một chiều. Hệ thực nghiệm được thiết kế bao gồm một bộ nguồn cao áp một chiều, hệ thống dẫn khí, hệ các điện cực và một cốc thủy tinh có dung tích 30 ml đựng dung dịch tiền chất.

3.2. Chế tạo hạt nano

3.2.1. Chế tạo hạt nano bạc

3.2.1.1. Cơ chế hình thành nano bạc trong hệ tương tác plasma chất lỏng

Nguyên lý hình thành nano bạc trong hệ plasma điện hoá có thể được mô tả với 3 giai đoạn như sau: **Giai đoạn 1:** Điện phân; **Giai đoạn 2:** Plasma; **Giai đoạn 3:** Dập tắt và điện phân

3.2.2.2. Quy trình chế tạo nano bạc

Quy trình chế tạo nano bạc bằng phương pháp plasma điện hoá gồm 5 bước như sau: Bước 1: Đong 0ml dung dịch chế tạo vào cốc đong 50 ml; Bước 2: Kẹp cốc vào giá sao cho cốc nằm trong bình ổn nhiệt; Bước 3: Điều chỉnh với 6 giá trị khoảng cách điện cực 0,5 mm; 1 mm; 2 mm; 4 mm; 8 mm và 16 mm; Bước 4: Kẹp hệ điện cực vào giá cho ngập trong nước; Bước 5: Bật plasma và theo dõi sự biến đổi màu sắc của dung dịch, khi đủ thời gian thì dừng lại.

3.2.2.3. Vật liệu và hóa chất

Điện cực bạc có độ tinh khiết 99,99% dùng để nghiên cứu, ở dạng thanh tròn với đường kính 6 mm để làm điện cực anot. Thanh bạc được đặt cố định trong thanh nhựa chịu nhiệt. Chất điện môi được dùng là nước cất.

3.2.2. Chế tạo hạt nano vàng

3.2.2.1 Cơ chế hình thành AuNPs trong hệ tương tác plasma

chất lỏng

Vai trò chính của plasma trong quá trình tổng hợp các hạt AuNPs bao gồm sản sinh gốc tự do H trong pha khí plasma, các gốc này cần thiết để khử ion vàng Au^{3+} thành nguyên tử Au^0 trong pha lỏng.

Những kết quả này là bằng chứng mạnh mẽ hỗ trợ cho các giả thuyết của chúng tôi giải thích sự tổng hợp các AuNP không chứa chất hoạt động bề mặt bằng cách sử dụng một phương pháp mới, plasma tương tác chất lỏng. Chúng cũng có ý nghĩa đối với một loạt các ứng dụng hóa học lỏng do plasma tạo ra.

3.2.2.2. Quy trình chế tạo nano vàng

Bước 1: Lấy 20 ml dung dịch HAuCl_4 ở các nồng độ lần lượt là 0,015; 0,03; 0,06; 0,09; 0,12 và 0,15 mM cho vào cốc đong; Bước 2: Kẹp cốc vào giá đỡ; Bước 3: Kẹp đầu phát plasma theo hướng vuông góc với bề mặt dung dịch cách bề mặt dung dịch 5 mm; Bước 4: Nhúng điện cực đất xuống dung dịch và cách đầu phát plasma khoảng 2 cm; Bước 5: Nối hệ điện cực vào nguồn cao áp; Bước 6: Nối khí Argon vào đầu phát plasma, điều chỉnh lưu lượng Argon ở mức 0,1 lít/phút; Bước 7: Bật cao áp, chiếu plasma trong 15 phút; Bước 8: Kiểm tra màu sắc dung dịch và đo phổ hấp thụ.

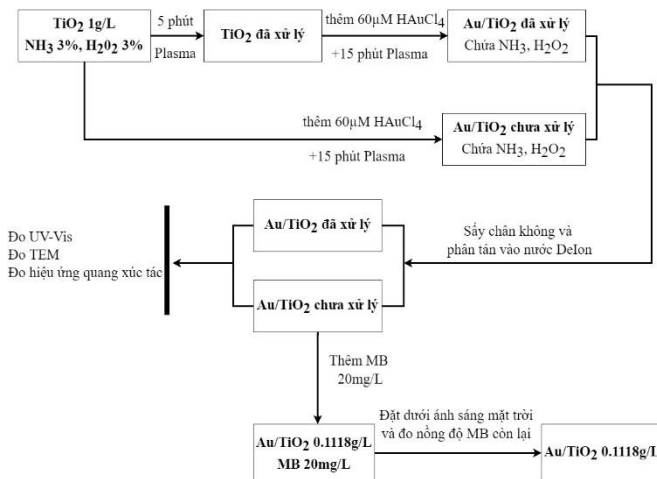
3.2.3. Biến tính TiO_2 và chế tạo nano composite Au/ TiO_2

3.2.3.1. Biến tính TiO_2

Để biến tính TiO_2 chúng tôi dùng hỗn hợp nồng độ thấp NH_3 3% và H_2O_2 3% dưới sự hoạt hóa của plasma. Dung dịch TiO_2 1g/l, NH_3 3% và H_2O_2 3% được chiếu bởi plasma anode với các thời gian khác nhau 5, 10, 20, 40, 60 và 80 phút. Dung dịch sau thời gian xử lý được đem sấy chân không ở nhiệt độ phòng và rửa bằng nước cất nhiều lần để loại bỏ hết amonia và hydrogen peroxy còn dư. TiO_2 rắn sau biến

tính sẽ được pha lại thành dung dịch để tiến hành các bước phân tích và thí nghiệm tiếp theo.

3.2.3.2. Quy trình chế tạo nano Au/TiO₂



Hình 3.1. Sơ đồ biến tính TiO₂ bằng plasma và chế tạo Au/TiO₂ bằng phương pháp plasma tương tác dung dịch.

3.2.3.3. Vật liệu và hóa chất

Để chế tạo nano vàng, biến tính TiO₂ và chế tạo Au/TiO₂ bằng phương pháp plasma tương tác dung dịch, chúng tôi sử dụng hóa chất sau: Titandioxit độ sạch 100%, xuất xứ viện nghiên cứu Quang tử tiên tiến, GIST, Hàn Quốc; Dung dịch HAuCl₄ với các nồng độ khác nhau, xuất xứ của Sigma – Aldrich; Methylene blue tinh thể, xuất xứ Trung Quốc; NH₃ 30 % dung dịch, xuất xứ Trung Quốc; H₂O₂ 30% dung dịch, xuất xứ Trung Quốc; Nước cất loại bỏ ion.

3.3. Nghiên cứu ảnh hưởng của các yếu tố đến quá trình hình thành hạt nano trong dung dịch

3.3.1. Đo độ dẫn của dung dịch

3.3.2. Khoảng cách điện cực

3.3.3. Điện thế đỉnh

3.3.4. Ảnh hưởng của dòng điện

3.3.5. Ảnh hưởng của nồng độ tiền chất lên kích thước hạt

3.4. Các phương pháp khảo sát vật liệu

3.4.1. Phân tích thành phần của vật liệu

3.4.1.1. Phương pháp Phổ Tán sắc Tia X

3.4.1.2. Phương pháp phổ quang điện tử tia X

3.4.1.3. Phương pháp Phổ Phát xạ Quang học

3.4.2. Các phương pháp phân tích hình ảnh

3.4.2.1. Ảnh hiển vi Điện tử Quét (SEM)

3.4.2.2. Ảnh hiển vi Điện tử Truyền qua (TEM)

3.4.3. Khảo sát tính chất quang

3.4.3.1. Phương pháp Quang phổ Hấp thụ UV-vis

3.4.3.2. Đo thế Zeta

3.4.4. Khảo sát Hiệu ứng Quang hoá Xúc tác

3.4.5. Khảo sát Khả năng Diệt khuẩn của Hạt Nano

Chương 4. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

4.1. Khảo sát tính chất của nano bạc

4.1.1. Ảnh hưởng của độ dẫn dung dịch

Dễ thấy độ phù hợp trở kháng của hệ rất thấp khi điện dung của nguồn bé ($0,5\mu\text{F}$ và $0,75\mu\text{F}$), giá trị này cao hơn với điện dung nguồn vào cỡ $1\mu\text{F}$ và đặc biệt tăng dần theo nồng độ NaOH, đạt đến gần 0,9 khi nồng độ NaOH vào cỡ $0,16\text{g/l}$.

Trong vùng nồng độ từ $0,06\text{g/l}$ trở lên, với giá trị điện dung $0,75\mu\text{F}$ hệ hoạt động ổn định trong một khoảng nồng độ lớn từ $0,06\text{g/l}$ đến trên $0,16\text{g/l}$. Với điều kiện plasma này cả cường độ dòng phóng điện, hệ số công suất và công suất hầu như không thay đổi. Chúng ta có thể thấy, với hệ thí nghiệm này, ban đầu kích thước hạt nano bạc có biến đổi nhẹ, lớn dần theo thời gian. Tuy nhiên càng về

sau hệ càng ổn định, kích thước hạt cũng duy trì ở vùng xung quanh 20nm (**Lỗi! Không tìm thấy nguồn tham chiếu.**)

4.1.2. Ảnh hưởng của khoảng cách điện cực

Chúng tôi khảo sát sự hình thành plasma và nano bạc với 6 khoảng cách điện cực khác nhau: 0,5 mm; 1 mm; 2 mm; 4 mm; 8 mm và 16 mm với hiệu điện thế đỉnh ở mức 5,9 kV. Trên Hình 4.9 so sánh khối lượng điện cực bị hoà tan, tốc độ hình thành hạt nano và tỷ lệ nano hoá của hệ plasma điện hoá theo khoảng cách điện cực.

4.1.3. Ảnh hưởng của cường độ dòng điện

Để khảo sát ảnh hưởng của cường độ dòng điện đỉnh (khi phóng điện) lên tốc độ và tính chất của nano bạc plasma điện hoá. Giá trị điện trở (Hình 3.1) lần lượt được thay đổi là 100 Ω ; 200 Ω ; 400 Ω ; 800 Ω ; 1600 Ω và 3200 Ω , tương ứng với giá trị cường độ dòng plasma là 2 A; 1,1 A; 0,6 A; 0,3 A; 0,2 A và 0,05 A. Sau khi đánh thủng, thế duy trì plasma của hệ plasma điện hoá này ở mức từ 300 V đến 500 V, điện trở càng lớn hiệu điện thế duy trì càng lớn và dòng plasma càng nhỏ, với điện trở 3200 Ω dòng plasma rất bé và không ổn định.

4.1.4. Ảnh hưởng của hiệu điện thế đỉnh

Phổ hấp thụ UV-vis của các dung dịch thu được thể hiện khá rõ những hiện tượng được quan sát ở trên. Ở vùng điện áp thấp, đỉnh phổ hấp thụ dịch về vùng bước sóng dài, bờ phía đỏ mở rộng rất lớn và xuất hiện đỉnh hấp thụ thứ hai chứng tỏ trong hệ phản ứng điện phân chiếm ưu thế nên ion Ag^+ sinh ra nhiều và không bị khử hoàn toàn khiến cho hạt nano bạc sinh ra có kích thước lớn, kết đám nhiều và tỉ lệ nano hoá thấp 56% với 1 kV và 75% với 2 kV.

4.1.5. Đánh giá khả năng diệt khuẩn của dung dịch nano bạc plasma

Kết quả cho thấy dung dịch nano bạc plasma điện hoá và dung dịch AgNO_3 đều có khả năng diệt E-coli thường, kể cả với nồng độ thấp 20 ppm. Tuy nhiên, với E-coli kháng kháng sinh phải nồng độ cao hơn 80 ppm, vòng vô khuẩn mới thể hiện rõ ràng. Từ bảng so sánh 4.1, chúng ta có thể thấy vòng vô khuẩn do nano bạc plasma điện hoá tạo ra phần lớn đều lớn hơn vòng vô khuẩn do dung dịch AgNO_3 có cùng nồng độ tạo ra. Đặc biệt, với vi khuẩn kháng kháng sinh sự khác biệt này càng rõ rệt, thể hiện tính năng diệt khuẩn vượt trội của nano bạc do phương pháp plasma điện hoá tạo ra.

4.1.6. Kết luận

Nano bạc chất lượng cao có thể được chế tạo với công suất lớn bằng phương pháp plasma điện hoá. Điều kiện khoảng cách điện cực, độ dẫn của dung dịch, hiệu điện thế và cường độ dòng điện cũng như điện dung của nguồn cao áp có thể ảnh hưởng đến tốc độ hình thành hạt nano bạc, kích thước hạt, độ đồng đều của hạt nano được tạo ra.

Điều kiện tối ưu để chế tạo hạt nano bạc bằng phương pháp này là điện dung nguồn 0,75 μF , dung dịch được pha NaOH 0,02 g/l, với khoảng cách điện cực 2 mm đến 3 mm, hiệu điện thế 5 kV và dòng phóng điện vào cỡ 2 A.

Nano bạc được chế tạo bằng phương pháp plasma điện hoá có tác dụng diệt khuẩn ưu việt, kể cả với vi khuẩn kháng kháng sinh.

4.2. Khảo sát tính chất của nano vàng

4.2.1. Quang phổ phát xạ của AuNPs

Ở điều kiện plasma tương tác dung dịch này, plasma hoạt động ở áp suất khí quyển và nhiệt độ phòng. Các vạch phổ hydro được mở rộng không chỉ do điện trường của các điện tử xung quanh mà còn do va chạm với các nguyên tử và phân tử khác (mở rộng Van der Waals), do nhiệt độ khí (Hiệu ứng Doppler) và do độ phân giải của

máy quang phổ. Sự mở rộng đường tự nhiên đã được bỏ qua và nhiệt độ khí được coi là khoảng 1600K. Để tính n_e , một quy trình phân tích quang phổ đã được áp dụng cho đường H_β . Như vậy độ dẫn của dung dịch càng tăng thì mật độ điện tử trong plasma tương tác dung dịch càng tăng.

4.2.2. Ảnh hưởng của nồng độ tiền chất đến kích thước hạt

Ở đây, chúng tôi so sánh sự tổng hợp AuNP bằng cách thay đổi nồng độ tiền chất vàng trong khi vẫn giữ dòng xử lý không đổi ở 5 mA. Sau đó so sánh màu sắc của các dung dịch sau 10 phút xử lý đối với các nồng độ $H AuCl_4$ ban đầu khác nhau (0,015; 0,03; 0,06; 0,09; 0,12 và 0,15 mM). Có thể quan sát thấy rõ ràng các nồng độ tiền chất khác nhau tạo thành dung dịch nano với các đặc tính quang học khác nhau.

Ta có thể kết luận sơ bộ ở nồng độ tiền chất loãng (0,06 mM), khi cường độ dòng tăng kích thước hạt giảm, độ đồng đều tăng lên. Chúng ta hoàn toàn có thể điều khiển kích thước hạt của dung dịch thu được bằng cách thay đổi cường độ dòng phóng điện. Tuy nhiên, việc kiểm soát tốc độ phản ứng cũng được xác định và bị giới hạn bởi nồng độ của nồng độ tiền chất vàng ban đầu [49].

4.2.4. Kết luận

Như vậy AuNPs với nhiều kích cỡ khác nhau được tổng hợp thành công bằng hóa học lỏng không cân bằng do plasma tạo ra, mà không sử dụng bất kỳ chất hoạt động bề mặt hoặc chất ổn định nào, chúng tỏ tính linh hoạt của kỹ thuật này. Nồng độ tiền chất thấp hơn tạo thành AuNPs nhỏ hơn. Tăng dòng xử lý plasma đẩy nhanh quá trình hình thành hạt và do đó mật độ số lượng AuNPs trong dung dịch. Các cơ chế phản ứng để tổng hợp AuNP được thảo luận và đưa ra một mô tả thú vị về hóa chất lỏng do plasma tạo ra. Hydrogen

peroxide đóng vai trò chất khử trong hệ micro plasma tương tác dung dịch để tổng hợp AuNP và cho phép hình thành các hạt nano vàng bền tĩnh điện mà không cần bất kỳ chất hoạt động bề mặt nào. Kết quả cũng nhấn mạnh rằng phản ứng tại giao diện plasma – chất lỏng là cần thiết để thúc đẩy quá trình tổng hợp theo hướng động học này đưa đến một loạt các ứng dụng tiềm năng.

4.3. Biến tính TiO₂, chế tạo nanocomposite Au/TiO₂ và khảo sát tính chất.

Biến tính TiO₂ giúp cho việc gắn các hạt nano Au tốt hơn, phương pháp tương tác plasma chất lỏng tăng tốc độ xử lý bề mặt của TiO₂ trong dung dịch H₂O₂ 3% và NH₃ 3%. Sau đây là các kết quả khảo sát, đánh giá hoạt tính của dung dịch H₂O₂, TiO₂ biến tính và chế tạo Au/tiO₂ bằng plasma tương tác dung dịch.

4.3.1. Nâng cao hoạt tính của dung dịch H₂O₂ bằng Plasma tương tác dung dịch

H₂O₂ khi được hoạt hoá bằng plasma có khả năng phản ứng rất mạnh với MB, chỉ sau 50 phút hơn 98% MB đã phản ứng. Trong đồ thị Hình 4.25, có thể hình dung được sự khác biệt rất rõ ràng, nếu chỉ trộn MB và H₂O₂ vào với nhau đạt nồng độ như ở trên thì phản ứng giữa chúng diễn ra rất chậm, kể cả sau 100 phút hầu như cường độ đỉnh 665 nm vẫn giữ nguyên (xấp xỉ 99% so với cường độ đỉnh ban đầu).

4.3.2. Khảo sát khả năng quang hoá của TiO₂ biến tính

Quan sát có thể thấy TiO₂ thể hiện khả năng quang hoá dưới ánh sáng mặt trời. Với TiO₂ gốc sau 40 phút phơi nắng màu MB đã nhạt đi. Tốc độ làm mất màu MB do quang hoá tăng lên rõ rệt khi TiO₂ đã được biến tính. Với TiO₂ đã được biến tính 16 phút bằng plasma chỉ sau 30 phút MB đã mất màu hoàn toàn. Hoạt tính quang hoá của TiO₂

cũng tăng lên khi thời gian biến tính tăng lên.

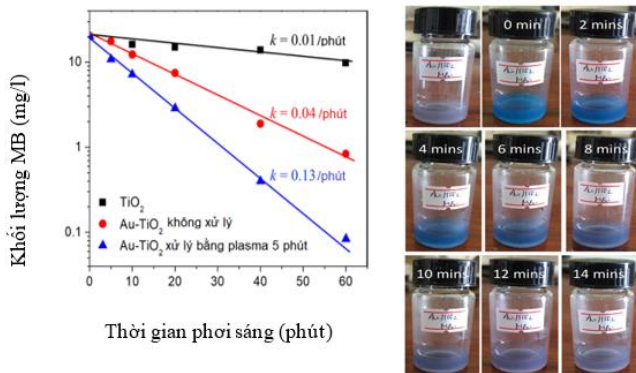
Không những thế, dễ thấy phản ứng quang hoá làm mất màu MB của TiO_2 được biến tính bằng 16 phút plasma, diễn ra nhanh hơn cỡ 2 lần tốc độ phản ứng phân huỷ MB của TiO_2 gốc. Và so sánh với tốc độ phản ứng phối hợp giữa plasma âm và H_2O_2 cũng diễn ra nhanh hơn.

4.3.3. Ảnh hưởng của thời gian biến tính TiO_2 lên khả năng gắn nano vàng khi chế tạo nanocomposite Au/ TiO_2

Khi TiO_2 được xử lý 5 phút sự kết đám của hạt nano vàng giảm, kích thước cũng bớt phân tán với kích thước hạt nano vàng vào cỡ 30 nm. Với thời gian biến tính dài hơn, sự kết đám càng giảm, kích thước hạt nano vàng càng đều và nhỏ dần xuống vào cỡ 10 nm với TiO_2 được xử lý 60 phút. Do màu dung dịch lại chuyển thành màu xanh xám, chứng tỏ liên kết giữa hạt nano vàng và bề mặt TiO_2 càng mạnh khi thời gian biến tính tăng lên khiến cho hiệu ứng ảnh hưởng của TiO_2 lên plasmonic bề mặt của hạt nano vàng tăng lên kéo theo sự dịch xanh mạnh hơn hiệu ứng dịch đỏ do kích thước hạt nano vàng giảm.

Hoạt độ quang của các hạt nanocomposite Au/ TiO_2 được khảo sát bằng cách đo phổ phản xạ khuếch tán UV-vis. Mặc dù sự hấp thụ mạnh đối với ánh sáng UV ở bước sóng nhỏ hơn 400 nm bắt nguồn từ dải tần của TiO_2 , nhưng đỉnh hấp thụ quan sát được rõ ràng ở bước sóng 546 nm phải đến từ hiệu ứng Cộng hưởng Plasmon bề mặt cục bộ (LSPR) của AuNPs. Kết quả này khẳng định thêm sự tổng hợp thành công các hạt nanocomposite Au/ TiO_2 và hoạt động của chúng đối với ánh sáng khả kiến.

4.3.4. Ảnh hưởng của biến tính TiO₂ đến khả năng quang xúc tác của Au/TiO₂ được chế tạo.



Hình 4.1. So sánh động học hiệu ứng quang hoá của TiO₂, nano composite Au/TiO₂ với TiO₂ không biến tính và TiO₂ được biến tính 5 phút.

Kết quả đó cũng phù hợp với kết quả so sánh động học phản ứng quang hoá của Au/TiO₂ chế tạo bằng TiO₂ không biến tính và TiO₂ biến tính. Chúng ta có thể thấy hiệu ứng quang hoá của Au/TiO₂ với TiO₂ biến tính mạnh hơn rõ rệt so với không biến tính và mạnh gấp ít nhất 13 lần so với TiO₂ gốc. Chỉ cần sử dụng TiO₂ biến tính 5 phút chúng ta đã có sự tăng cường rất mạnh hiệu ứng quang hoá.

4.4. Một số ứng dụng của vật liệu nanocomposite Au/TiO₂

4.4.1. Sự phân hủy quang xúc tác của MB bởi nano TiO₂ và nanocomposite Au/TiO₂

Đối với các thí nghiệm với ánh sáng, các hạt nano TiO₂ cho thấy khả năng phân hủy quang xúc tác MB cao dưới tia UV và không phân hủy MB dưới ánh sáng nhìn thấy. Kết quả này được mong đợi vì năng lượng dải tần lớn của TiO₂ không cho phép hấp thụ ánh sáng

nhìn thấy.

4.4.2. Sự phân hủy quang xúc tác của MB bởi nanocomposite Au/TiO₂ khi có mặt EDTA

Trong trường hợp chiếu xạ ánh sáng nhìn thấy bằng EDTA, MB hoàn toàn không bị suy giảm. Điều này chỉ ra rằng con đường khử điện tử không thể tạo ra các gốc hydroxyl dưới ánh sáng nhìn thấy. Bởi vì quá trình quang phân của H₂O₂ đòi hỏi ánh sáng UV năng lượng cao, ánh sáng nhìn thấy không thể tạo ra hiệu quả phân ly H₂O₂ thành OH[•] mặc dù H₂O₂ có thể được tạo ra từ sự khử electron của oxy. Do đó, có thể hiểu OH[•] chủ yếu được tạo ra thông qua con đường oxy hóa lỗ trống hơn là con đường khử điện tử đối với các hạt nano composite Au/TiO₂ dưới ánh sáng nhìn thấy.

4.4.3. Sự phân hủy quang xúc tác của MB bởi nanocomposite Au/TiO₂ khi có mặt H₂O₂

Để kiểm tra tính đúng đắn của cơ chế này, chúng tôi đã khảo sát ảnh hưởng của việc bổ sung thêm H₂O₂ đến sự phân hủy MB bởi hạt nanocomposite Au/TiO₂. Chỉ riêng H₂O₂ không gây ra sự phân hủy MB trong bóng tối. Tuy nhiên, H₂O₂ với tia UV gây ra sự phân hủy MB, chứng tỏ sự quang phân của H₂O₂ thành các gốc OH[•] phản ứng mạnh với nguồn ánh sáng UV. Trái ngược với ánh sáng UV, nguồn ánh sáng nhìn thấy không thể gây ra hiện tượng quang phân tử H₂O₂ thành OH[•].

4.4.4. Ảnh hưởng của pH đến sự phân hủy quang xúc tác của MB bởi nanocomposite Au/TiO₂

Để chứng minh điều này, tốc độ phân hủy MB ở các giá trị pH khác nhau đã được so sánh. Khi pH dung dịch tăng từ điều kiện axit ở pH = 3 đến điều kiện kiềm ở pH = 10, thế zeta của các hạt nanocomposite Au/TiO₂ sẽ thay đổi từ dương sang âm. Dưới ánh

sáng UV, tốc độ phân hủy MB không khác biệt nhiều giữa điều kiện axit và bazơ. Hơn nữa, ở pH trung tính lớn hơn ở các giá trị pH khác.

Bảng 4.1. Các giá trị thế Zeta được đo của các hạt nanocomposite Au/TiO₂ ở các giá trị pH khác nhau

Thế Zeta	pH = 3	pH = 6,5	pH = 10
TiO ₂	35,4 ± 9,78 mV	0,47 ± 3,58 mV	- 38,0 ± 4,48 mV
Au/TiO ₂	31,4 ± 10,8 mV	4,10 ± 4,17 mV	- 42,6 ± 3,99 mV

4.4.5. Đánh giá khả năng tái sử dụng

Để xác minh khả năng tái chế của chất xúc tác quang hạt nanocomposite Au/TiO₂, hiệu suất quang xúc tác của nó dưới chiếu xạ UV đã được theo dõi trong năm chu kỳ. Các hạt nanocomposite Au/TiO₂ được rửa bằng nước khử ion bằng quá trình ly tâm và thu hồi giữa mỗi chu kỳ. Sự giống nhau về tốc độ phân hủy MB trong cả năm chu kỳ chứng tỏ rằng các hạt nanocomposite Au/TiO₂ của chúng tôi ổn định và có thể tái sử dụng cho phản ứng quang xúc tác trong ít nhất năm chu kỳ.

4.4.6. Kết luận

Tốc độ phản ứng phân hủy MB khi phối hợp plasma với H₂O₂ tăng lên rõ rệt. Hiệu ứng phối hợp này còn thể hiện mạnh mẽ hơn khi phối hợp H₂O₂ với plasma âm so với chỉ riêng plasma, tốc độ phản ứng tăng cỡ 5 lần.

Đặc biệt TiO₂ được biến tính bằng plasma tương tác dung dịch thể hiện khả năng quang hoá mạnh dưới ánh sáng mặt trời. Với TiO₂ gốc sau 40 phút phơi nắng màu MB mới nhạt đi. Tốc độ làm mất màu MB do quang hoá tăng lên rõ rệt khi TiO₂ đã được biến tính. Với MB đã được biến tính bằng 16 phút plasma chỉ sau 30 phút MB đã mất màu hoàn toàn. Hoạt tính quang hoá của TiO₂ cũng tăng lên khi thời gian biến tính tăng lên.

Chất xúc tác quang hoá hiệu suất cao nanocomposite Au/TiO₂ đã được tổng hợp thành công bằng cách kết hợp các hạt nano vàng lên bề mặt TiO₂ bằng phương pháp tương tác plasma chất lỏng. Phương pháp này được chứng minh là hiệu quả và sạch với môi trường về việc giảm thiểu thời gian xử lý và việc sử dụng các chất xử lý.

Sự tăng cường hoạt hóa bề mặt hạt nano TiO₂ bằng plasma đã mang lại sự cải thiện mạnh mẽ có khả năng ghép hạt nano Au lên bề mặt TiO₂. Hạt nano Au và TiO₂ trong mẫu Au/TiO₂ được xử lý tiếp xúc rất chặt chẽ, dẫn đến sự chuyển dịch đỏ rất mạnh của đỉnh cộng hưởng plasmonic. Hệ số phân hủy MB dưới ánh sáng mặt trời của Au/TiO₂ được xử lý đã tăng 3,25 lần so với Au/TiO₂ không được xử lý và thậm chí bằng hệ số 13 so với TiO₂ nguyên bản..

KẾT LUẬN

Đề tài đã nghiên cứu một khối lượng lớn các tài liệu tham khảo, hoàn thành tổng quan mang tính hệ thống về sự phát triển và hiện trạng của lĩnh vực KH&CN Nano trên thế giới. Phân tích chỉ ra sự gắn kết và thúc đẩy lẫn nhau phát triển giữa tri thức khoa học và sáng tạo, đổi mới kỹ thuật công nghệ đã là động lực của sự tiến hóa của KH&CN Nano cũng như vai trò của nó trong việc thúc đẩy cuộc Cách mạng Công nghiệp lần thứ tư. Với việc giới thiệu các số liệu thống kê cập nhật đáng tin cậy đã chỉ ra đóng góp to lớn của một số quốc gia tiêu biểu có nền kinh tế và KH&CN tiên tiến vào những thành tựu nghiên cứu trên những lĩnh vực khác nhau của KH&CN Nano mà qua đó cũng cho thấy những xu hướng chính trong sự phát triển và ứng dụng KH&CN Nano trong những năm tới đây.

Đã tổng quan khá chi tiết và có hệ thống các phương pháp Vật lý và đặc biệt là Kỹ thuật Plasma, các kỹ thuật đo đạc mới như tán xạ

ánh sáng động, thế Zeta v.v... cung cấp một nguồn thông tin và kiến thức tham khảo phục vụ cho việc chế tạo và biến đổi, cải biến các hạt nano là một phương pháp mới có thể được sử dụng rộng rãi hơn trong nghiên cứu ở Việt Nam.

Đã khái quát sự phát triển và các thành tựu về nghiên cứu, đào tạo và ứng dụng KH&CN Nano tại nước ta với những số liệu tin cậy đồng thời cũng chỉ ra những hạn chế như thiếu tập trung, còn tản mạn, thiếu sự phối hợp có tính định hướng, và thiếu tính hệ thống của các hoạt động nghiên cứu, thiếu các tài liệu tham khảo với hàm lượng học thuật cao.

Đã áp dụng phương pháp Tương tác Plasma – Chất lỏng, xây dựng được quy trình kỹ thuật chế tạo thành công các hạt nano vàng, bạc, cải biến bề mặt các hạt nano TiO_2 để chế tạo thành công hạt nanocomposite Au- TiO_2 . Các đo đạc khảo sát thực nghiệm về hình thái, cấu trúc, tính chất quang, tác dụng xúc tác và khử khuẩn v.v... cho thấy các vật liệu thu được có chất lượng cao. Các vật liệu này cũng đã được thử nghiệm thành công với kết quả tốt trong ứng dụng khử khuẩn (Nano bạc) và xử lý chất thải gây ô nhiễm trong môi trường dưới tác dụng của ánh sáng khả kiến (Au- TiO_2 nanocomposite). Các kết quả được công bố bằng 03 bài báo trên các tạp chí chuyên ngành quốc tế có uy tín cao./

DANH MỤC BÀI BÁO CÓ LIÊN QUAN ĐẾN LUẬN ÁN

Tạp chí SCIE

1. Nguyen Thi Thu Thuy, Do Hoang Tung, Le Hong Manh, Joon Heon Kim, Sergey Ivanovich Kudryashov, Pham Hong Minh and Nguyen The Hien, *Plasma Enhanced Wet Chemical Surface Activation of TiO₂ for the Synthesis of High Performance Photocatalytic Au/TiO₂ Nanocomposites*, Applied Sciences 10(10):3345

2. Nguyen Thi Thu Thuy, Nguyen Thi Thanh Bao, Do Hoang Tung, *Green plasma electronchemical synthesized colloidal silver nanoparticles and their antibacterial activity*, Journal of nanomaterials 2022:1-5

Tạp chí nước ngoài uy tín

3. Nguyen Thi Thu Thuy, Do Hoang Tung, Le Hong Manh, Pham Hong Minh, Nguyen The Hien, *Improvement of the Photocatalytic Activity of Au/TiO₂ Nanocomposites by Microplasma in an NH₃ and H₂O₂ Solution*, J Multidisciplinary Scientific Journal, 5(2), 277-286