

# Nghiên cứu điều kiện thích hợp cho quá trình tổng hợp có kiểm soát nano vàng dạng sao với hiệu suất cao bằng phương pháp tạo mầm trung gian

Nguyễn Anh Thu<sup>1</sup>, Lê Thị Việt Hà<sup>1</sup>, Vũ Văn Sỹ<sup>1</sup>, Nguyễn Thị Bích Thảo<sup>2</sup>, Võ Quốc Khương<sup>1</sup>, Quang Thị Ngọc Anh<sup>2,\*</sup>



Use your smartphone to scan this QR code and download this article

## TÓM TẮT

Trong nghiên cứu này, các hạt nano vàng dạng sao (AuNS) được tổng hợp bằng phương pháp tạo mầm trung gian với chất hoạt động bề mặt cetyl trimethyl ammonium bromide (CTAB) và chất khử acid ascorbic. Độ dài nhánh của các hạt AuNS được điều khiển bằng cách điều chỉnh các thành phần có trong hỗn hợp phát triển. Ngoài ra, các yếu tố ảnh hưởng đến sự hình thành của các hạt AuNS như thể tích  $\text{AgNO}_3$  và nồng độ CTAB được khảo sát để làm rõ vai trò của từng yếu tố đến sự hình thành của hạt AuNS, từ đó có thể kiểm soát hình dạng và độ dài nhánh của các hạt nano vàng dạng sao. Kết quả quang phổ UV-Vis và kính hiển vi điện tử quét (SEM) chỉ ra rằng các mẫu được tổng hợp với lượng  $5 \mu\text{L}$   $\text{AgNO}_3$  0,10 M và nồng độ CTAB 0,10 M cho các hạt nano vàng dạng sao với hình dạng và độ dài nhánh mong muốn. Tính chất và hình thái các hạt AuNS sau đó được phân tích thông qua các phương pháp hóa lý như quang phổ hấp thụ tử ngoại và khả kiến (UV-Vis), kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM), quang phổ tán xạ năng lượng tia X (EDS), thế zeta, nhiễu xạ tia X (XRD), và nhiễu xạ điện tử vùng được chọn (SAED). Quang phổ UV-Vis cho thấy sự hình thành các hạt AuNS với đỉnh cộng hưởng plasmon bề mặt cục bộ trong vùng bước sóng từ 650-750 nm. Ảnh hiển vi điện tử (TEM) và (SEM) cho thấy các hạt AuNS hình thành có các nhánh dài và sắc nhọn, kết quả DLS cũng cho thấy kích thước trung bình của hạt là 137 nm. Ngoài ra, các kết quả đo thế zeta, XRD, EDS và SAED có thể làm sáng tỏ hơn về cơ chế hình thành tinh thể nano vàng AuNS với vai trò kiểm soát hình dạng và kích thước của chất hoạt động bề mặt CTAB và tác nhân thụ động bề mặt  $\text{AgNO}_3$ . Bên cạnh đó, hiệu suất của quá trình tổng hợp AuNS được xác định bằng kỹ thuật xử lý mẫu trong môi trường acid có hỗ trợ vi sóng và định lượng vàng với phương pháp ICP-MS cho thấy quá trình này đạt hiệu suất tương đối cao 96,82 %. Vật liệu nano tổng hợp được có tiềm năng ứng dụng trong nhiều lĩnh vực như cảm biến sinh học, xúc tác, và y sinh.

**Từ khoá:** nano vàng, nano dạng sao, tạo mầm trung gian, acid ascorbic

<sup>1</sup>Khoa Hóa, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQG-HCM, Việt Nam

<sup>2</sup>Trường Đại học Thủ Dầu Một, Bình Dương, Việt Nam

## Liên hệ

Quang Thị Ngọc Anh, Trường Đại học Thủ Dầu Một, Bình Dương, Việt Nam

Email: anhqtn@tdmu.edu.vn

## Lịch sử

- Ngày nhận: 04-4-2022
- Ngày chấp nhận: 16-8-2022
- Ngày đăng: 30-9-2022

DOI: 10.32508/stdjns.v6i3.1179



## Bản quyền

© ĐHQG Tp.HCM. Đây là bài báo công bố mở được phát hành theo các điều khoản của the Creative Commons Attribution 4.0 International license.



## MỞ ĐẦU

Hạt nano vàng dạng sao đã và đang thu hút nhiều sự quan tâm nghiên cứu bởi khả năng dễ điều chỉnh dải cộng hưởng plasmon bề mặt (SPR) từ vùng ánh sáng khả kiến sang cận hồng ngoại<sup>1-4</sup>. Trái ngược với hạt nano vàng hình cầu có đỉnh cộng hưởng plasmon nằm trong khoảng bước sóng hấp thụ từ 500 đến 580 nm, nano vàng dạng sao có dải SPR trải dài trong vùng từ 650 đến 800 nm có nhiều ứng dụng trong SERS, cảm biến và y sinh<sup>5,6</sup>. Do sự phụ thuộc của dải cộng hưởng plasmon bề mặt cục bộ (LSPR) vào hình thái, kích thước và độ dài nhánh của các hạt nano vàng dạng sao nên việc tổng hợp có kiểm soát hình thái của các hạt nano là rất quan trọng<sup>7,8</sup>. Các hạt nano với các nhánh dài và sắc nhọn đặc trưng bởi sự chuyển dịch đỏ của đỉnh SPR<sup>1,9</sup>. Nhiều quy trình tổng hợp đã được phát triển để kiểm soát kích thước, hình dạng của hạt nano

vàng dạng sao tuy nhiên vẫn chưa đạt được hiệu suất và độ tái lập cao. Hạt nano vàng dạng sao có thể được tổng hợp kiểm soát bằng cả phương pháp tạo mầm trung gian hoặc khử một giai đoạn<sup>3,4,10-13</sup>. Phương pháp được sử dụng rộng rãi nhất hiện nay là tạo mầm trung gian bởi quy trình đơn giản, hiệu suất cao, dễ điều khiển kích thước và hình dạng<sup>14,15</sup>. Leng và cộng sự<sup>12</sup> đã tổng hợp hạt nano vàng dạng cầu bằng phương pháp tạo mầm trung gian ở điều kiện nhiệt độ phòng với sự tham gia của chất khử citrate. Thông qua quy trình kiểm soát pH, hạt nano thu được có độ đồng đều cao với kích thước trung bình  $17,7 \pm 0,8$  nm. Nhóm nghiên cứu của Mehere và cộng sự<sup>10</sup> sử dụng phương pháp tạo mầm trung gian để tổng hợp hạt nano vàng với sự tham gia của bạc nitrate ( $\text{AgNO}_3$ ), và cetyl trimethyl ammoniumbromide (CTAB). Trong nghiên cứu này, nano vàng dạng sao được tổng hợp có kiểm soát hình dạng sử dụng phương pháp

**Trích dẫn bài báo này:** Thu N A, Hà L T V, Sỹ V V, Thảo N T B, Khương V Q, Anh Q T N. Nghiên cứu điều kiện thích hợp cho quá trình tổng hợp có kiểm soát nano vàng dạng sao với hiệu suất cao bằng phương pháp tạo mầm trung gian. *Sci. Tech. Dev. J. - Nat. Sci.*; 2022, 6(3):2203-2211.

tạo mầm trung gian với CTAB, chất thụ động bề mặt  $\text{AgNO}_3$ , và acid ascorbic. Thông qua thay đổi nồng độ của  $\text{AgNO}_3$ , CTAB có thể điều chỉnh được hình thái, độ dài nhánh, và cải thiện hiệu suất phản ứng (96.82%). Nghiên cứu còn tập trung vào hướng xây dựng điều kiện tăng hiệu suất tạo hạt khi so sánh với các công trình nghiên cứu trong nước và trên thế giới.

## VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

### Hóa chất

Tetrachloroauric (III) acid trihydrate ( $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  99,9%), bạc nitrate ( $\text{AgNO}_3$ , 99,0%), acid L (+)-ascorbic ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ , 99,0%), natri borohydride ( $\text{NaBH}_4$ , 96,0%), trisodium citrate (TSC, 99,0%) được mua từ Sigma-Aldrich. Cetyl trimethyl ammonium bromide (CTAB, 99,0%) được mua từ Himedia (Mumbai, Ấn Độ). Các dung dịch hoá chất chuẩn bị và tiến hành tổng hợp với nước Milipore, Sigma-Aldrich (Darmstadt, Đức), độ dẫn dưới 2,0  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Tất cả các hóa chất và dung môi được sử dụng trực tiếp mà không cần qua bất kỳ quá trình tinh chế nào.

### Quy trình tổng hợp và phát triển mầm tạo hạt nano dạng sao

Nano vàng dạng sao được tổng hợp bằng phương pháp phát triển mầm trung gian dựa trên quy trình của Go Kawamura và cộng sự<sup>16</sup> và được điều chỉnh để phù hợp với điều kiện thí nghiệm. Mầm được tổng hợp bằng cách thêm 30  $\mu\text{L}$   $\text{NaBH}_4$  0,10 M (4 °C) vào hỗn hợp dung dịch gồm 9,90 mL  $\text{HAuCl}_4$  0,25 mM và 25  $\mu\text{L}$  TSC 0,10 M, khuấy đều trong 2 phút. Sau đó mầm được để yên trong 2 giờ để phân hủy hoàn toàn  $\text{NaBH}_4$  và sử dụng trong vòng 6 giờ. Dung dịch phát triển được chuẩn bị bao gồm các thành phần như sau  $\text{HAuCl}_4$  0,25 mM, CTAB 0,10 M và  $\text{AgNO}_3$  0,05 mM và được bảo quản ở nhiệt độ phòng, sử dụng trong vòng 24 giờ.

Tiếp theo, cho 0,8 mL dung dịch mầm vào 10 mL dung dịch phát triển, hỗn hợp trên được khuấy đều trong 20 phút với tốc độ 600 vòng/phút. 50,0  $\mu\text{L}$  acid ascorbic 0,1 M được cho nhanh vào hỗn hợp, dung dịch chuyển từ vàng nhạt sang không màu hoặc hồng rất nhạt. Tiếp tục khuấy đều trong 30 giây và để yên cho các hạt AuNS hình thành, màu dung dịch sẽ chuyển chậm từ không màu, màu xanh dương nhạt và đậm dần. Sau 30 phút, mẫu được ly tâm ở tốc độ 9000 vòng/phút và rửa với nước DI để tách các hạt AuNS ra khỏi dung dịch phát triển, lặp lại 3 lần để loại bỏ sản phẩm phụ. Các yếu tố ảnh hưởng đến sự hình thành của các hạt AuNS như  $\text{AgNO}_3$  và CTAB được mô tả trong Bảng 1.

### Các phương pháp phân tích hóa lý

Quang phổ hấp thụ tử ngoại khả kiến (UV-Vis) được phân tích trên thiết bị UV-Vis NIR-V60 (Jasco, Nhật Bản), quét trong khoảng bước sóng từ 350-850 nm với tốc độ quét 200 nm/phút. Phương pháp phân tích hiển vi điện tử truyền qua (TEM) thực hiện trên thiết bị JEM-1400, Nhật Bản. Hình thái bề mặt hạt nano được quan sát bằng ảnh hiển vi quét phát xạ trường (FE-SEM) trên máy JEOL JSM-7600F (USA) có tích hợp phổ tán sắc năng lượng EDS. Kích thước của các hạt AuNS được xác định bằng kỹ thuật tán xạ ánh sáng động (DLS) (Zetasizer SZ-100, Horiba, Kyoto, Japan). Phần mềm ImageJ cũng được sử dụng để phân tích kích thước hạt thông qua ảnh SEM và TEM, đo ngẫu nhiên 40 hạt và lấy giá trị trung bình. Phân tích nhiễu xạ tia X được sử dụng để xác định cấu trúc tinh thể của các hạt AuNS (D8 Advance, Bruker, Đức) với bức xạ Cu-K $\alpha$ , thực hiện ở thế 40 kV, tốc độ 0,02 °/phút với khoảng góc nhiễu xạ 2 thay đổi từ 25 đến 80°. Quá trình phân tích nhiễu xạ điện tử vùng được chọn (SAED) được thực hiện trên thiết bị FEI Technai G2 F20, USA. Phổ tán xạ năng lượng tia X (EDS) (JEOL JSM 7600F, USA) được tiến hành để phân tích độ tinh khiết của sản phẩm nano vàng dạng sao tạo thành, tại thế hoạt động 30 kV. Thế zeta của mẫu AuNS được xác định ở khoảng nhiệt độ 24,9 °C (Zetasizer SZ-100 (Horiba, Nhật Bản)).

### Kỹ thuật xác định hiệu suất hình thành của nano vàng dạng sao trong mẫu dung dịch keo.

Quy trình phân tách và xác định hiệu suất dựa trên công bố của Galazzi và cộng sự<sup>17</sup>. Mẫu dung dịch keo được ly tâm với tốc độ 9000 vòng/phút trong 30 phút, tách phần dịch lơ lửng ra khỏi phần rắn lắng dưới eppendoff và phân tán lại phần rắn trong 10,0 mL nước DI. Hiệu suất được xác định dựa trên phân tích hàm lượng Au trong ba phần, trước và sau phân tách của mẫu dung dịch keo AuNS, bao gồm: (i) phần AuNS tổng (trước khi ly tâm, bao gồm của hạt nano vàng tạo thành và ion  $\text{Au}^{3+}$ ,  $\text{Au}^+$  chưa tham gia phản ứng), (ii) phần dịch lơ lửng (chứa các ion  $\text{Au}^{3+}$ ,  $\text{Au}^+$  còn dư, và một số chất hoạt động bề mặt, chất khử còn lại), và (iii) phần rắn, là hạt nano vàng dạng sao có kích thước tương đối lớn. Các phần sau đó được xác định sự hiện diện của AuNS thông qua đỉnh plasmon bề mặt đặc trưng tại bước sóng 600-800 nm bằng phổ hấp thụ UV-Vis. Các phần của mẫu dung dịch keo sau khi được phân tách sẽ được phá hủy trong môi trường acid có hỗ trợ vi sóng dựa trên phương pháp 3052<sup>17</sup> của cơ quan bảo vệ môi trường (EPA) trước khi phân tích với kỹ thuật ICP-MS. Quá trình phân tích được lặp lại 3 lần và được thực hiện trong cùng một ngày.

**Bảng 1:** Ảnh hưởng của các yếu tố đến sự hình thành các hạt AuNS

Yếu tố khảo sát	AgNO <sub>3</sub>	CTAB
TN1: Nồng độ AgNO <sub>3</sub>	0~0,30 mM	0,10 M
TN2: Nồng độ CTAB	0,05 mM	0,05~0,40 M

## KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

### Ảnh hưởng của AgNO<sub>3</sub> và CTAB

Vai trò của ion Ag(I) đã được chứng minh trong sự hình thành của hạt nano vàng bất đối xứng qua các nghiên cứu trước đây<sup>1,13,18,19</sup>. Các mẫu AuNS được tổng hợp với điều kiện như được mô tả trong TN1 với nồng độ AgNO<sub>3</sub> trong dung dịch phát triển tăng lần lượt 0; 0,05; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 mM để khảo sát ảnh hưởng của Ag(I) đến sự hình thành của các hạt AuNS. Kết quả UV-Vis (Hình 1E) cho thấy khi tăng nồng độ ion Ag<sup>+</sup>, có sự chuyển dịch xanh của đỉnh cộng hưởng plasmon. Mẫu 0,05 mM có đỉnh hấp thụ tại 727 nm, giảm dần về 718 nm, 666 nm, 663 nm và 660 nm tương ứng với các mẫu AgNO<sub>3</sub> 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 mM. Ngoài ra, khi tăng nồng độ AgNO<sub>3</sub> từ 0,15 đến 0,30 mM thì cường độ đỉnh hấp thụ tăng, cho thấy hạt nano vàng hình thành nhiều hơn, tuy nhiên kích thước và độ dài nhánh giảm đáng kể<sup>17</sup>. Điều này được minh chứng bởi ảnh SEM của các mẫu 0,05; 0,15; 0,20 mM (Hình 1B, C, D). Mẫu AgNO<sub>3</sub> 0,05 mM cho thấy các hạt AuNS có nhánh dài và sắc nhọn, tăng nồng độ Ag<sup>+</sup> lên 0,10 và 0,20 mM thì nhánh dần trở nên ngắn hơn. Hình 1D, E cho thấy số lượng nhánh hình thành nhiều hơn và chiều dài nhánh giảm đáng kể, điều này cũng phù hợp nghiên cứu trước đây của Kawamura và cộng sự<sup>19</sup>. Trong dung dịch phát triển, các ion Ag<sup>+</sup> liên kết ưu tiên với các mặt tinh thể của mầm Au<sup>1,19,20</sup>. Năng lượng bề mặt của Au tương ứng với các mặt tinh thể (100), (110), (111) lần lượt là 0,83; 0,85 và 0,57 eV. Thế càng cao, quá trình khử chuyển Ag<sup>+</sup> về Ag<sup>0</sup> càng dễ xảy ra, dẫn đến sự lắng đọng của Ag<sup>+</sup> giảm dần trên các mặt (100) > (110) > (111) của tinh thể nano vàng<sup>19</sup>. Ag<sup>+</sup> ưu tiên lắng đọng trên mặt (100), Br<sup>-</sup> liên kết với Ag mạnh hơn và nhanh hơn so với Au, tạo thành phức hợp [CTABr-AgBr] - lắng đọng trên bề mặt vàng làm chậm quá trình hấp phụ của Au<sup>+</sup> do sự cản trở của lập thể. Sau đó là quá trình phân hủy phức [CTABr-AgBr]- phóng thích ion Br<sup>-</sup>, do quá trình che phủ của phức chất hữu cơ chủ yếu trên bề mặt (100), các ion vàng sau đó khuếch tán chậm và hấp phụ với số lượng nhiều hơn ở mặt (111), gây ra sự phát triển bất đẳng hướng, dẫn đến hình thái phân nhánh của hạt nano<sup>19,21</sup> (Hình 1F).

Dung dịch keo AuNS được tổng hợp với các nồng độ CTAB khác nhau (0,10; 0,20; 0,30; và 0,40 M) có

màu xanh dương, cùng với đỉnh SPR trên phổ UV-Vis nằm trong vùng từ 600-700 nm, đặc trưng cho sự hình thành của hạt dạng sao<sup>19,22</sup>. Mẫu CTAB 0,10 M cho đỉnh hấp thụ mạnh ở 700 nm, ảnh SEM (Hình 2B) cũng cho thấy hạt nano vàng dạng sao hình thành với nhánh dài, sắc nhọn. Tương tự Ag<sup>+</sup>, CTAB hấp phụ lên bề mặt và làm chậm sự phát triển của nano vàng tại các vị trí này<sup>23,24</sup>. Kết quả SEM mẫu với CTAB 0,40 M cho thấy nhánh kém sắc nhọn hơn và lớp màng CTAB chưa được loại bỏ hoàn toàn<sup>1,24</sup>.

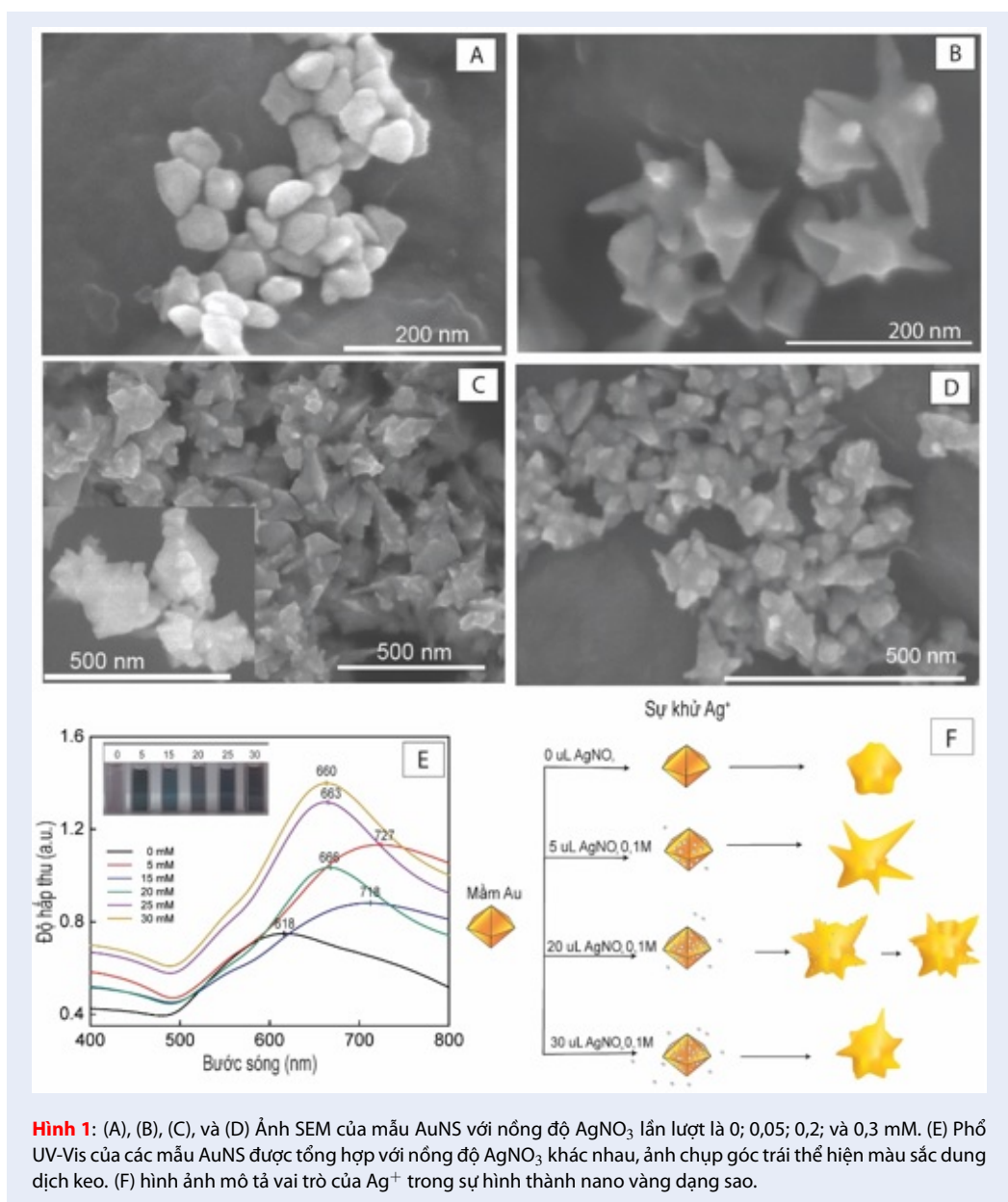
Phổ EDS được thực hiện để đánh giá độ tinh khiết của mẫu AuNS (Hình 3A-B). Đỉnh với cường độ lớn tại 2,1 eV đặc trưng cho nguyên tố Au. Kết quả XRD (Hình 4) cho thấy xuất hiện 4 peak nhiễu xạ Bragg đặc trưng tại góc 2 $\theta$ : 38,2<sup>o</sup>; 44,7<sup>o</sup>; 64,7<sup>o</sup>, và 77,7<sup>o</sup> tương ứng với các mặt phẳng (111), (200), (220), và (311) của tinh thể vàng lập phương tâm diện (fcc) khi so sánh với dữ liệu JCPDS tiêu chuẩn (JCPDS no. 04-0784)<sup>17,23,25</sup>.

Ảnh TEM (Hình 4C) cho thấy hạt nano có dạng đa nhánh, các nhánh dài và sắc nhọn. Kích thước trung bình của các hạt dao động từ 100-190 nm, phần nhánh dài từ 65-96 nm và phần lõi từ 75-90 nm. Kết quả DLS (Hình 4B) cho thấy hạt có kích thước phân bố từ 82 - 247 nm với kích thước trung bình 137 nm. Thế zeta của hạt AuNS khoảng +51,2 mV cho thấy bề mặt của hạt có sự hiện diện của lớp CTA<sup>+</sup>.

Kết quả SAED (Hình 4D) cho thấy các điểm sáng nhiễu xạ xếp chồng lên cấu trúc vòng mờ, hạt có cấu trúc đa tinh thể và kích thước hạt nhỏ<sup>26</sup>. Ảnh TEM (Hình 5) cho thấy hạt nano có kích thước trung bình từ 8-12 nm, cơ chế tạo hạt được đề nghị trong Hình 6.

### Hiệu suất phản ứng tổng hợp AuNS

Phổ UV-Vis được sử dụng để xác định thời gian ly tâm thích hợp cho việc tách hoàn toàn các phần trong dung dịch keo thông qua sự thay đổi đỉnh cộng hưởng plasmon của các phần sau khi ly tâm 30 phút ở tốc độ 9000 vòng/phút. Bao gồm: (i) Phần tổng, (ii) dung dịch, (iii) phần rắn. Kết quả quang phổ UV-Vis (Hình 7) của phần tổng (i) cho đỉnh cộng hưởng tại bước sóng 702 nm với cường độ 0,498 (a.u.). Phổ UV của mẫu (iii) vẫn cho đỉnh SPR tại 702 nm, tuy nhiên có sự giảm nhẹ về cường độ xuống 0,461 (a.u.). Có thể dự đoán rằng hình dạng các hạt AuNS được bảo toàn và hầu hết đều lắng xuống sau khi ly tâm. Mặt



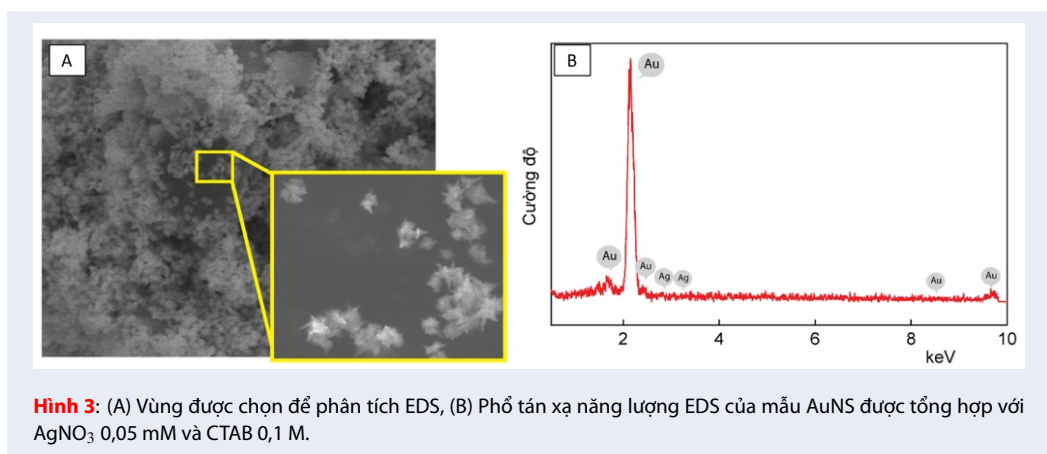
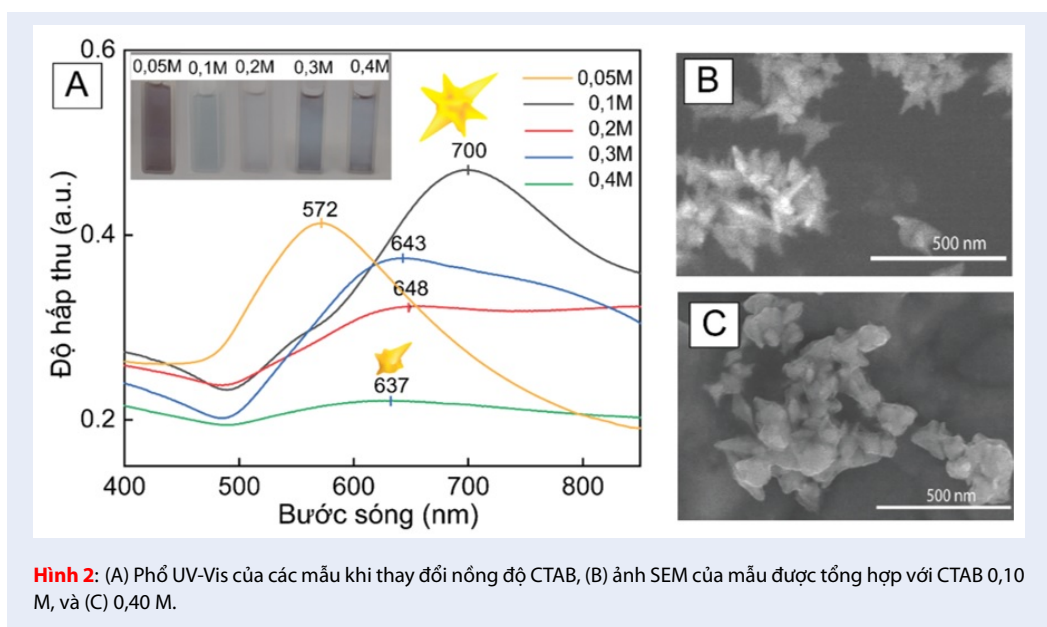
**Hình 1:** (A), (B), (C), và (D) Ảnh SEM của mẫu AuNS với nồng độ  $\text{AgNO}_3$  lần lượt là 0; 0,05; 0,2; và 0,3 mM. (E) Phổ UV-Vis của các mẫu AuNS được tổng hợp với nồng độ  $\text{AgNO}_3$  khác nhau, ảnh chụp góc trái thể hiện màu sắc dung dịch keo. (F) hình ảnh mô tả vai trò của  $\text{Ag}^+$  trong sự hình thành nano vàng dạng sao.

khác, phần dịch lơ lửng (ii) không còn màu xanh đặc trưng và không xuất hiện đỉnh cộng hưởng trong vùng 350-850 nm, dự đoán phần dịch lơ lửng sau khi ly tâm không chứa hạt nano vàng. Kết quả này cho thấy sự phân tách hoàn toàn các phân và có thể được sử dụng để định lượng Au thông qua phương pháp ICP-MS. Mẫu được phân hủy trong môi trường acid có sự hỗ trợ vi sóng trước khi phân tích định lượng vàng bằng kỹ thuật ICP-MS. Hàm lượng phần AuNS lắng xuống sau khi ly tâm (iii) là  $68,65 \text{ mg.L}^{-1}$ . So với hàm lượng AuNS tổng, lượng AuNS lắng xuống sau khi ly tâm trong phần (iii) cho thấy hiệu suất tổng hợp AuNS đạt khoảng 96,82%. Ngoài ra, nồng độ vàng của phần

dịch lơ lửng xác định được là  $2,25 \text{ mg.L}^{-1}$ , chiếm 3,17% mẫu AuNS tổng.

### KẾT LUẬN

Các hạt AuNS được tổng hợp thành công với nhánh dài, sắc nhọn bằng phương pháp tạo mầm trung gian. Đồng thời, sự ảnh hưởng của yếu tố  $\text{AgNO}_3$  và CTAB đến sự hình thành của hạt nano vàng dạng sao cũng được làm sáng tỏ. Kết quả chỉ ra rằng mẫu AuNS được tổng hợp ở điều kiện thích hợp gồm  $\text{AgNO}_3$  0,05 mM và CTAB 0,10 M. Các đặc tính quang học, hình thái hạt nano vàng dạng sao đã được hạt AuNS đã được chỉ ra thông qua các phương pháp phân tích UV-



Vis, SEM, TEM. Ngoài ra, kết quả giản đồ XRD, EDS, SAED xác nhận rằng các hạt AuNS hình thành với cấu trúc tinh thể nano tinh khiết và có cấu trúc tinh thể lập phương tâm diện. Hiệu suất của quá trình tổng hợp AuNS được xác định thông qua phương pháp ICP-MS là 96,82 %.

### LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu được tài trợ bởi Đại học Thủ Dầu Một trong khuôn khổ Đề tài mã số DT.21.2-054.

### DANH MỤC CÁC TỪ VIẾT TẮT

AuNS (Au nanostars): Nano vàng dạng sao  
 LSPR (Localized surface plasmon resonance): Cộng hưởng plasmon bề mặt cục bộ

UV-Vis (Ultraviolet visible): Quang phổ hấp thụ tử ngoại và khả kiến

XRD (X-ray diffraction): Nhiễu xạ tia X

TEM (Transmission electron microscopy): Kính hiển vi điện tử truyền qua

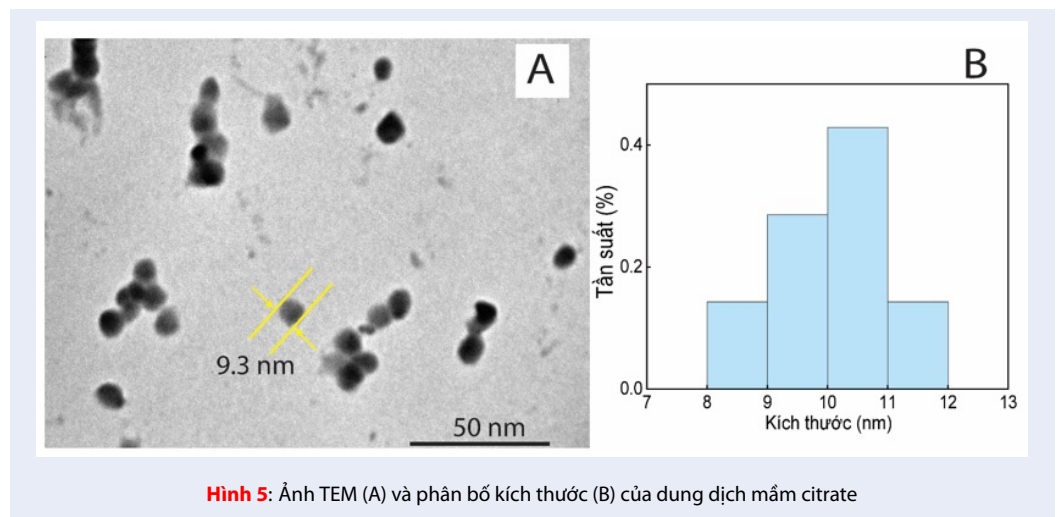
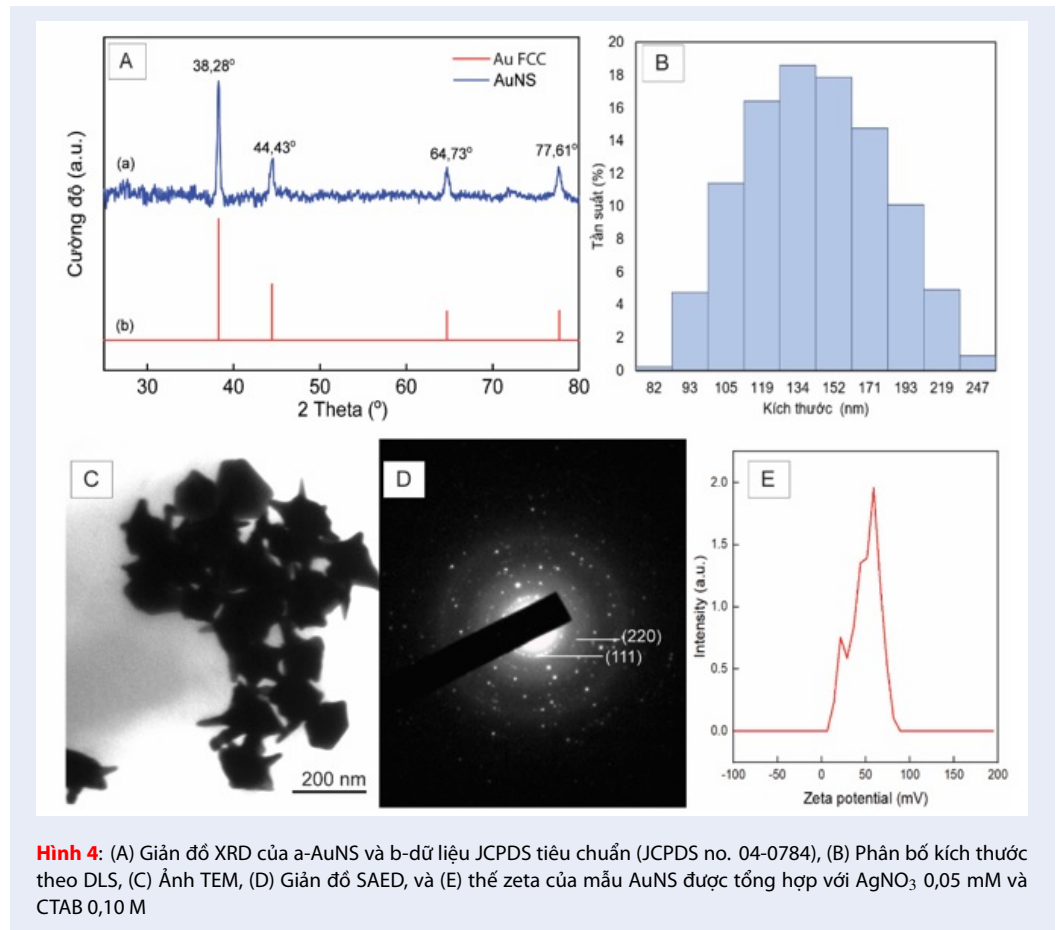
SEM (Scanning Electron Microscope): Kính hiển vi điện tử quét

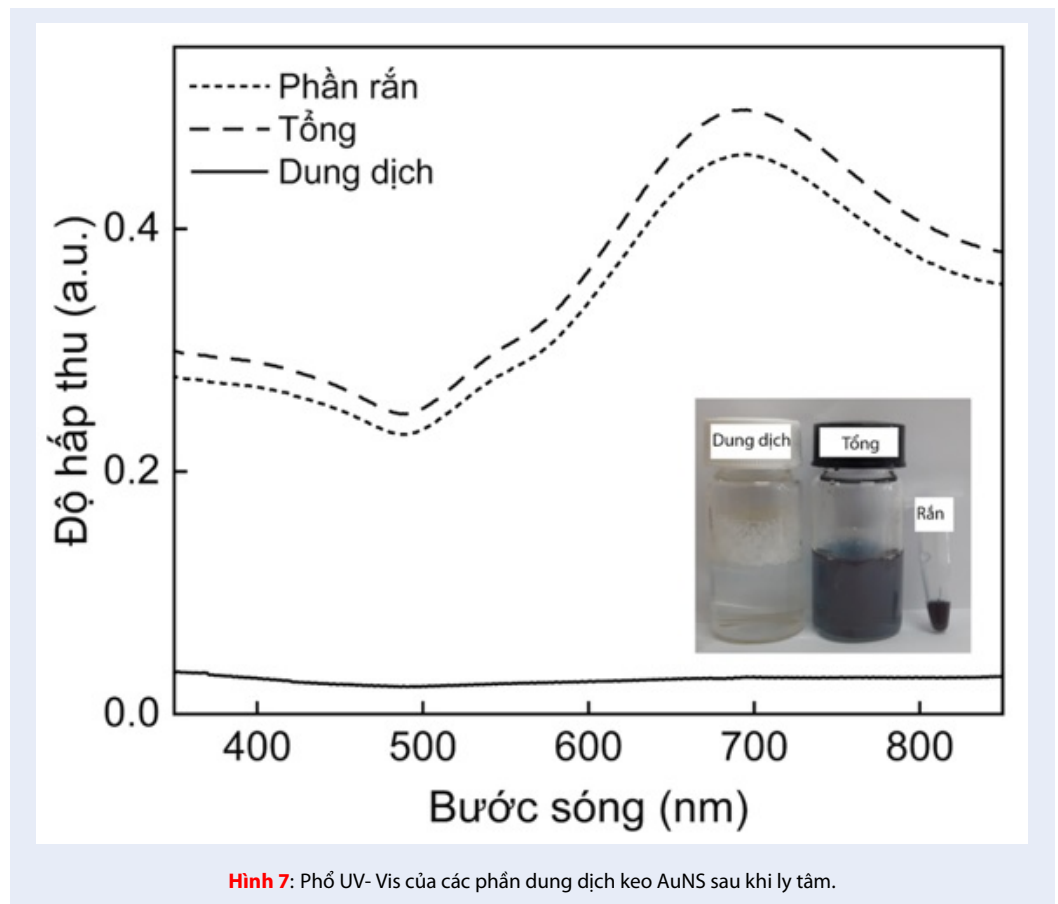
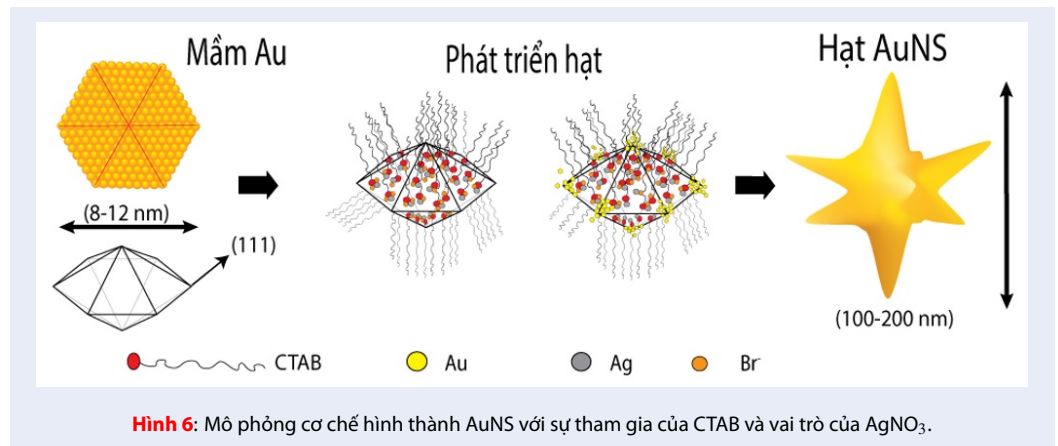
EDS (Energy-dispersive X-ray spectroscopy): Quang phổ tán xạ năng lượng tia X

DLS (Dynamic light scattering): Tán xạ ánh sáng động

### XUNG ĐỘT LỢI ÍCH TÁC GIẢ

Các tác giả tuyên bố rằng không có xung đột lợi ích.





## ĐÓNG GÓP CỦA TÁC GIẢ

*Nguyễn Anh Thu*: Tác giả chính.

*Quang Thị Ngọc Anh và Võ Quốc Khương*: Tác giả liên hệ và chịu trách nhiệm nội dung bài báo.

*Quang Thị Ngọc Anh, Võ Quốc Khương, Nguyễn Anh Thu, Lê Thị Việt Hà, Vũ Văn Sỹ, và Nguyễn Thị Bích Thảo*: Tiến hành thiết kế thí nghiệm, thu thập số liệu, xử lý kết quả, và tham gia viết bài.

*Nguyễn Anh Thu, Quang Thị Ngọc Anh, Võ Quốc Khương*: Thực hiện kiểm tra đánh giá nội dung bài viết.

## TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Atta S, Beetz M, Fabris L. Understanding the role of AgNO<sub>3</sub> concentration and seed morphology in the achievement of tunable shape control in gold nanostars. *Nanoscale*. 2019;11(6):2946-58; Available from: <https://doi.org/10.1039/c8nr07615d>.
- Huang X, El-Sayed MAJJoar. Gold nanoparticles: Optical properties and implementations in cancer diagnosis and photothermal therapy. 2010;1(1):13-28; Available from: <https://doi.org/10.1016/j.jare.2010.02.002>.
- Vo QK, Nguyen Thi MN, Nguyen Thi PP, Nguyen DT. Green and Facile Synthesis of Dendritic and Branched Gold Nanoparticles by Gelatin and Investigation of Their Biocompatibility on Fibroblast Cells. 2019;7(9):631; Available from: <https://doi.org/10.3390/pr7090631>.
- Minh Ngo H, Drobnyh E, Sukharev M, Khuong Vo Q, Zyss J, Ledoux-Rak I. High Yield Synthesis and Quadratic Nonlinearities of Gold Nanoprisms in Solution: the Role of Corner Sharpness. *ACS Nano*. 2022;16(1):1000-1009; Available from: <https://doi.org/10.1021/acsnano.1c03515>.
- Hao E, Bailey RC, Schatz GC, Hupp JT, Li SJNL. Synthesis and optical properties of "branched" gold nanocrystals. 2004;4(2):327-30; Available from: <https://doi.org/10.1021/nl0351542>.
- Mayer KM, Hafner JH. Localized surface plasmon resonance sensors. *Chemical reviews*. 2011;111(6):3828-57; Available from: <https://doi.org/10.1021/cr100313v>.
- Trigari S, Rindi A, Margheri G, Sottini S, Dellepiane G, Giorgetti E. Synthesis and modelling of gold nanostars with tunable morphology and extinction spectrum. *Journal of Materials Chemistry*. 2011;21(18):6531-40; Available from: <https://doi.org/10.1039/C0JM04519E>.
- Wall MA, Harmsen S, Pal S, Zhang L, Arianna G, Lombardi JR, et al. Surfactant-Free Shape Control of Gold Nanoparticles Enabled by Unified Theoretical Framework of Nanocrystal Synthesis. *Advanced materials (Deerfield Beach, Fla)*. 2017;29(21); Available from: <https://doi.org/10.1002/adma.201605622>.
- Atta S, Tsoulos TV, Fabris LJJoPCC. Shaping gold nanostar electric fields for surface-enhanced Raman spectroscopy enhancement via silica coating and selective etching. 2016;120(37):20749-58; Available from: <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.6b01949>.
- Mehere A, Chauré NB. Precisely controlled shape and size of gold nanostructures by seed-mediated reduction reaction method. *Applied Physics A*. 2020;126(8):662; Available from: <https://doi.org/10.1007/s00339-020-03837-3>.
- Leng W, Pati P, Vikesland PJ. Room temperature seed mediated growth of gold nanoparticles: mechanistic investigations and life cycle assessment. *Environmental Science: Nano*. 2015;2(5):440-53; Available from: <https://doi.org/10.1039/C5EN00026B>.
- Maiorano G, Rizzello L, Malvindi MA, Shankar SS, Martiradonna L, Falqui A, et al. Monodispersed and size-controlled multibranching gold nanoparticles with nanoscale tuning of surface morphology. *Nanoscale*. 2011;3(5):2227-32; Available from: <https://doi.org/10.1039/c1nr10107b>.
- o QK, Nguyen AT, Ho HT, Huynh LTN, Nguyen TPP, Nguyen TH-T. Environmentally Friendly Controlled Synthesis of Gold Nanostars with Collagen by One-Step Reduction Method. *Journal of Nanomaterials*. 2022;2022:4046389; Available from: <https://doi.org/10.1155/2022/4046389>.
- Monsefi M, Tajerian T, Rowan A. Size-Controlled Synthesis of Gold Nanostars and Their Characterizations and Plasmon Resonances. *Journal of Nanostructures*. 2020;10(2):198-205; Available from: <https://doi.org/10.22052/jns.2020.02.001>.
- Liu M, Guyot-Sionnest PJJoPCB. Mechanism of silver (I)-assisted growth of gold nanorods and bipyramids. 2005;109(47):22192-200; PMID: 16853888. Available from: <https://doi.org/10.1021/jp054808n>.
- Kawamura G, Nogami MJJoCg. Application of a disproportionation reaction to a synthesis of shape-controlled gold nanoparticles. 2009;311(19):4462-6; Available from: <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2009.08.002>.
- Galazzi RM, Santos Ede B, Caurin T, Pessôa Gde S, Mazali IO, Arruda MA. The importance of evaluating the real metal concentration in nanoparticles post-synthesis for their applications: A case-study using silver nanoparticles. *Talanta*. 2016;146:795-800; Available from: <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2015.06.016>.
- Langille MR, Personick ML, Zhang J, Mirkin CA. Defining rules for the shape evolution of gold nanoparticles. *Journal of the American Chemical Society*. 2012;134(35):14542-54; Available from: <https://doi.org/10.1021/ja305245g>.
- Kawamura G, Yang Y, Fukuda K, Nogami MJMC, Physics. Shape control synthesis of multi-branched gold nanoparticles. 2009;115(1):229-34; Available from: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2008.11.064>.
- Park K, Drummy LF, Wadams RC, Koerner H, Nepal D, Fabris L, et al. Growth Mechanism of Gold Nanorods. *Chemistry of Materials*. 2013;25(4):555-63; Available from: <https://doi.org/10.1021/cm303659q>.
- Day HA, Bartczak D, Fairbairn N, McGuire E, Ardakani M, Porter AE, et al. Controlling the three-dimensional morphology of nanocrystals. *CrystEngComm*. 2010;12(12):4312-6; Available from: <https://doi.org/10.1039/C0CE00264J>.
- Amendola V, Meneghetti M. Size Evaluation of Gold Nanoparticles by UV-vis Spectroscopy. *The Journal of Physical Chemistry C*. 2009;113(11):4277-85; Available from: <https://doi.org/10.1021/jp8082425>.
- He S, Kang MWC, Khan FJ, Tan EKM, Reyes MA, Kah JCYJoO. Optimizing gold nanostars as a colloid-based surface-enhanced Raman scattering (SERS) substrate. 2015;17(11):114013; Available from: <https://doi.org/10.1088/2040-8978/17/11/114013>.
- Roach L, Coletta PL, Critchley K, Evans SD. Controlling the Optical Properties of Gold Nanorods in One-Pot Syntheses. *The journal of physical chemistry C, Nanomaterials and interfaces*. 2022;126(6):3235-43; Available from: <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.1c10447>.
- Langille MR, Personick ML, Zhang J, Mirkin CA. Defining Rules for the Shape Evolution of Gold Nanoparticles. *Journal of the American Chemical Society*. 2012;134(35):14542-54; Available from: <https://doi.org/10.1021/ja305245g>.
- Goswami AM, Ghosh S. Biological synthesis of colloidal gold nanoprisms using Penicillium citrinum MTCC9999. 2013;



# Studying the appropriate reaction conditions for the high yield controlled synthesis of gold nanostars by the seed-mediated method

Anh Thu Nguyen<sup>1</sup>, Viet Ha Le Thi<sup>1</sup>, Sy Vu Van<sup>1</sup>, Thao Nguyen Thi Bich<sup>2</sup>, Quoc Khuong Vo<sup>1</sup>,  
Ngoc Anh Quang Thi<sup>2,\*</sup>



Use your smartphone to scan this QR code and download this article

<sup>1</sup>Faculty of Chemistry, Ho Chi Minh City University of Science, Vietnam National University Ho Chi Minh City, 227 Nguyen Van Cu Street, Dist 5, Ho Chi Minh City 70000, Vietnam

<sup>2</sup>Institute of Applied Technology, Thu Dau Mot University, No. 6, Tran Van On Street, Phu Hoa Ward, Thu Dau Mot City, Binh Duong Province, Vietnam.

## Correspondence

**Ngoc Anh Quang Thi**, Institute of Applied Technology, Thu Dau Mot University, No. 6, Tran Van On Street, Phu Hoa Ward, Thu Dau Mot City, Binh Duong Province, Vietnam.

Email: anhqtn@tdmu.edu.vn

## History

- Received: 04-4-2022
- Accepted: 16-8-2022
- Published: 30-9-2022

DOI : 10.32508/stdjns.v6i3.1179



## Copyright

© VNUHCM Press. This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution 4.0 International license.



## ABSTRACT

In this work, the gold nanostars (AuNS) were highly efficient in synthesis through the seed-mediate method using the surfactant cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) and the reductant ascorbic acid. Significantly, the length of branches on the AuNS was controlled by governing the reaction composition. The effects of AgNO<sub>3</sub> volume and CTAB concentration on the formation of AuNS were systematically investigated for clarifying their role in the growth of gold nanocrystal; thereby controlling the shape, number, and length of branches on the star-like nanoparticles. The UV-Vis analysis and scanning electron microscopic images exhibited that the AuNS were formed with the prepared condition with 0.05 mM AgNO<sub>3</sub>, 0.10 M CTAB; and the desired lengths of branches on AuNS were successfully adjusted. The physical chemistry properties of formed AuNS were further characterized through Ultraviolet-visible spectroscopy (UV-Vis), transmission electron microscopy (TEM), Energy dispersive spectroscopy (EDS), and zeta potential (ZP), X-Ray diffraction, and selected area electron diffraction (SAED). The UV-Vis results show the surface plasmon resonance (SPR) peaks around the wavelength of 700-750 nm, indicating the formation of AuNS. The TEM and SEM images further clarify the prediction of the formation of AuNS with long and shaped branches. DLS results were performed that the synthesized AuNSs have an average size of 13 nm. In addition, the XRD, EDS, and zeta potential also provide a more understanding insight into the formation mechanism of AuNSs. The yield of the synthesized process of AuNS was significantly improved to 96.82 %, based on ICP-MS methods. This nanomaterial is feasible for many application fields, including biosensors, catalysts, and drug delivery.

**Key words:** Gold nanostars, multi-branched gold nanoparticles, seed-mediated method, gold nanoparticles

**Cite this article :** Nguyen A T, Thi V H L, Van S V, Bich T N T, Vo Q K, Thi N A Q. Studying the appropriate reaction conditions for the high yield controlled synthesis of gold nanostars by the seed-mediated method. *Sci. Tech. Dev. J. - Nat. Sci.*; 2022, 6(3):2203-2211.