NGHIÊN CỨU CẢI TIẾN PHƯỜNG PHÁP ĐỒNG KẾT TỦA TRONG TỔNG HỢP VẬT LIỆU NANO SẮT TỪ OXIDE TRÊN CƠ SỞ HỖ TRỢ CỦA SÓNG SIÊU ÂM

Tôn Nữ Cẩm Sương, Mai Xuân Tịnh, Bùi Quang Thành*

Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế

*Email: thanh.qt.bui@gmail.com

TÓM TẮT

Trong bài báo, phương pháp đồng kết tủa truyền thống trong tổng hợp vật liệu nano sắt từ oxide (Fe_3O_4) được cải tiến về quy trình tổng hợp và hỗ trợ của sóng siêu âm. Tác dụng của các giải pháp cải tiến như thêm dung dịch NH₃ vào dung dịch chất phản ứng, sự hỗ trợ của sóng siêu âm được chứng minh thông qua tiến hành các thí nghiệm được thiết kế, nghiên cứu, giải thích các kết quả đạt được. Kết quả phân tích các đặc trưng của vật liệu chứng minh hiệu quả của việc cải tiến với sản phẩm thu được là các hạt nano sắt từ đơn tinh thể có dạng hạt cầu (Magnetite Nano Particles, MNPs) đồng nhất và đồng đều về kích thước trong khoảng 10 nm, có tính thuận từ tốt 57,7 emu·g⁻¹, và thể hiện được tính siêu thuận từ tốt với giá trị từ trễ chỉ 5 Oe.

Từ khóa: Fe₃O₄, MNPs, nano sắt từ oxide, phương pháp đồng kết tủa, sóng siêu âm.

1. MỞ ĐẦU

Vật liệu nano từ tính, đặc biệt là sắt từ oxide có tiềm năng rất lớn để ứng dụng trong nhiều lĩnh vực khác nhau như công nghệ ghi và lưu trữ từ tính, quang xúc tác, sản phẩm thuốc và trong các quá trình xử lý môi trường nhờ vào khả năng tương hợp sinh học tốt, tính thuận từ và siêu thuận từ mạnh, ít độc hại và có thể tổng hợp dễ dàng, hiệu quả về kinh tế với chi phí thấp [6]. Trong lĩnh vực y-sinh hiện đại, có rất nhiều công trình nghiên cứu đang tập trung hướng ứng dụng nano sắt từ oxide dạng cầu như là một loại vật liệu dẫn truyền thuốc, điều trị xạ nhiệt, phân loại tế bào, tăng cường độ phân giải ảnh cộng hưởng từ (Magnetic Resonance Image, MRI), xét nghiệm miễn dịch, và phân tách, tinh chế các sản phẩm y-sinh [3, 9]. Để phù hợp với các ứng dụng y-sinh trên, vật liệu nano Fe₃O₄ ngoài yêu cầu phải đạt được kích thước nhỏ, phù hợp cho quá trình di chuyển và lưu chuyển trong cơ thể sinh học, cần phải thể hiện được các tính chất: Tính thuận từ mạnh, phù hợp với các ứng dụng dẫn truyền và phân tách nhờ từ trường ngoài; và tính siêu thuận từ để dễ dàng hấp thu năng lượng từ trường bên ngoài để chuyển hóa thành năng lượng nhiệt, cho các ứng dụng điều trị từ-xạ nhiệt [2, 4].

Được xem như là một loại vật liệu "cổ điển", nano sắt từ nói chung và nano sắt từ oxide nói riêng đã được quan tâm nghiên cứu và ứng dụng từ rất lâu. Do đó, đã có rất nhiều phương

Nghiên cứu cải tiến phương pháp đồng kết tủa trong tổng hợp vật liệu nano sắt từ oxide ...

pháp tổng hợp loại vật liệu này được rất nhiều tác giả và nhóm nghiên cứu phát triển và công bố; trong đó, phương pháp đồng kết tủa và phương pháp vi nhũ tương được quan tâm nhiều nhất như là những phương pháp đơn giản, dễ dàng ứng dụng vào sản xuất [6]. Tuy nhiên, phương pháp vi nhũ tương lại phải được tiến hành trong các dung môi đắt tiền, độc hại và khó tinh chế sau khi tổng hợp, mặc dù sản phẩm MNPs tổng hợp được lại có hình thái đồng nhất thể hiện được các tính chất từ tốt [8]. Trong khi đó, phương pháp đồng kết tủa có thể được tiến hành trong các điều kiện thiết bị, hóa chất đơn giản, rẻ tiền, ít độc hại, dễ dàng tinh chế, thì lại cho sản phẩm MNPs hình thái không đồng nhất với những tính chất từ không ổn định. Do đó, việc nghiên cứu cải tiến các phương pháp tổng hợp vật liệu nano Fe_3O_4 là rất cần thiết để đạt được những tính chất và yêu cầu phù hợp đặc biệt phù hợp với các ứng dụng trong y-sinh [9].

Trong tổng hợp MNPs, phương pháp đồng kết tủa có điều kiện phản ứng dễ dàng, thời gian phản ứng nhanh chóng, hóa chất sử dụng và quy trình tổng hợp đơn giản nhất. Bản chất là sự hình thành Fe₃O₄ trong môi trường base của phản ứng giữa Fe²⁺ và Fe³⁺ trong dung dịch:

$$Fe^{2+} + 2Fe^{3+} + 8OH \rightarrow Fe_3O_4 + 4H_2O$$

Trong đó, OH⁻ được thêm vào một dung dịch phản ứng chứa Fe²⁺ và Fe³⁺ dưới tác dụng của giải pháp khuếch tán và nhiệt độ xác định. Bên cạnh những ưu điểm đó, phương pháp đồng kết tủa còn nhiều hạn chế nhất định trong vấn đề kiểm soát hình thái của sản phẩm [6].

Kỹ thuật hóa siêu âm được phát triển dựa trên hiện tượng "lỗ hổng sóng âm" là các bong bóng khí, được hình thành, phát triển và sụp đổ trong môi trường dung dịch chất lỏng. Nhiệt độ (khoảng 5000 K), áp suất (khoảng 20 MPa) cực cao và tốc độ tăng/giảm nhiệt độ cực lớn (khoảng 10^{10} K·s⁻¹) từ sự sụp đổ của các "lỗ hổng sóng âm" này trong lòng dung dịch tạo nên một môi trường phản ứng với sự phân tán nhiệt và áp suất đồng đều [1]. Bên cạnh đó, sự xuất hiện và sụp đổ liên tục trong thời gian rất ngắn của các "lỗ hổng" tạo nên trong lòng chất lỏng xuất hiện vô số các dòng xoáy do sự đổ ập của dung dịch xung quanh liên tục vào các vị trí của các "lỗ hổng"; điều này tạo nên một môi trường phản ứng có sự khuếch tán cực kỳ mạnh đều ở phạm vi nhỏ trong toàn bộ dung dịch, giúp trạng thái đồng nhất của dung dịch được duy trì suốt quá trình siêu âm. Ngoài ra, trên cơ sở là sóng cơ học, sóng siêu âm còn có tác dụng như là một tác nhân "vi cơ học", có thể tạo các tác động vật lý đến tận bề mặt các vật liệu cả trong phạm vi kích thước đến micron hoặc nanometre, điều mà không một giải pháp cơ học nào có thể đạt được. Với những tính chất rất đặc biệt đã đề cập, sóng siêu âm có nhiều tiềm năng để ứng dụng vào các nghiên cứu ở kích nhỏ nói chung, và vật liệu nano nói riêng.

Trong nghiên cứu này, chúng tôi tiến hành thiết kế các thí nghiệm nhằm cải tiến phương pháp đồng kết tủa trong tổng hợp vật liệu nano Fe_3O_4 với giải pháp chính dựa trên cơ sở tạo môi trường hóa siêu âm trong lòng dung dịch phản ứng. Các nghiên cứu cải tiến nhằm mục đích xây dựng được một quy trình tổng hợp vật liệu nano Fe_3O_4 đơn giản, hóa chất rẻ tiền và sản phẩm phải đạt được kích thước nhỏ, sự phân bố kích thước đồng nhất, có tính thuận từ và tính siêu thuận từ tốt, phù hợp trong các lĩnh vực y-sinh. Các yếu tố ảnh hưởng được nghiên cứu là giải pháp tạo môi trường base để bắt đầu phản ứng, giải pháp khuếch tán dung dịch trong quá trình phản ứng xảy ra và sự hỗ trợ của sóng siêu âm.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Hóa chất

FeCl₃.6H₂O, FeCl₂.4H₂O, dung dịch HCl 37 %, dung dịch NH₃ 28 % (PA, Xilong Chemical, Trung Quốc). Các dung dịch chứa chất phản ứng được khuấy mạnh và sục khí N₂ để loại khí O₂ trong 30 phút trước khi tiến hành phản ứng.

2.2. Các phương pháp xác định đặc trưng vật liệu

Hình thái của vật liệu được phân tích dưới ảnh kính hiển vi điện tử truyền qua (Transmission Electron Micrographs, TEM) đo trên thiết bị JEOEL-1010 (Japan) tại Khoa virus, Viện vệ sinh dịch tễ Trung ương, Hà Nội. Thành phần pha tinh thể được xác định bằng phương pháp nhiễu xạ tia X (X-Rays Diffraction, XRD) đo trên thiết bị D8-ADVANCED-BRUKER (Germany) tại Khoa hóa, Đại học Quốc gia Hà Nội. Thành phần nguyên tố trên bề mặt vật liệu được phân tích bằng phương pháp tán sắc năng lượng tia X (Energy Dispersive X-Ray Spectrocopy, EDX) đo trên thiết bị JEOEL-6490-JED-2000 tại Viện Khoa học vật liệu, Hà Nội. Tính chất từ của vật liệu được xác định thông qua phân tích kết quả đường cong từ tính đo trên thiết bị từ kế mẫu rung (Vibrating Sample Magnetometer, VSM) tại Viện Khoa học vật liệu, Hà Nội.

2.3. Tổng hợp vật liệu nano sắt từ oxide

Vật liệu nano sắt từ oxide được tổng hợp theo 3 quy trình (kí hiệu lần lượt M-01, M-02, M-03), dựa trên cơ sở phương pháp đồng kết tủa: 50 mL dung dịch chứa 30 mM Fe²⁺ và 60 mM Fe³⁺ có pH 2, sau khi được sục khí N₂ trong 30 phút, 5 mL dung dịch NH₃ 28 % được thêm vào theo các cách khác nhau và dưới các giải pháp khuếch tán khác nhau. Dung dịch xuất hiện chất kết tủa màu đen sau khi toàn bộ dung dịch NH₃ được cho vào dung dịch chất phản ứng. Môi trường phản ứng được thực hiện ở 40 °C, khí N₂ vẫn liên tục được sục vào dung dịch trong suốt quá trình phản ứng xảy ra và sau đó 30 phút cho quá trình già hóa tinh thể.

Các cách thêm dung dịch NH_3 28 % và các giải pháp khuếch tán tương ứng với các quy trình M-01, M-02, M-03 được thể hiện như trong bảng 1. Quy trình M-01 được xem như là một quy trình "truyền thống" để tổng hợp MNPs theo phương pháp đồng kết tủa.

Mẫu	Cách thêm dung dịch NH ₃ 28 %	Giải pháp khuếch tán
M-01	Nhỏ giọt	Khuấy từ
M-02	Đổ nhanh	Khuấy từ
M-03	Đổ nhanh	Siêu âm

Bảng 1. Sự khác nhau về quy trình tổng hợp mẫu M-01, M-02, và M-03

Sau khi phản ứng và quá trình già hóa kết thúc, sản phẩm chất rắn kết tủa màu đen được

gạn rửa từ tính (dùng nam châm để gạn) bằng nước cất đã được sục khí N_2 3 lần, sấy khô ở nhiệt độ 70 °C và được đưa đi xác định các đặc trưng vật liệu.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Hình 1 thể hiện giản đồ XRD gốc và hình 4 thể hiện giản đồ XRD đã được khử nhiễu bằng phương pháp lọc nhiễu Savitzky-Golay, thực hiện trong phần mềm OriginLab với cửa sổ điểm lọc nhiễu là 50, của các mẫu vật liệu nano sắt từ oxide theo các quy trình tương ứng M-01 (hình 1a và 2a), M-02 (hình 1b và 2b), và M-03 (hình 1c và 2c). So sánh khoảng cách giữa các mặt mạng tinh thể của các mẫu với cấu trúc spinel đảo của Fe_3O_4 từ số liệu chuẩn (JCPDS 19-0629) được kết quả độ trùng khớp tất cả đều trên 99 % (bảng 1), đã chứng minh được cấu trúc spinel đảo của các mẫu MNPs, với các khoảng cách mặt mạng đặc trưng của vật liệu Fe_3O_4 .

	M-01		M-02		M-03		Số liệu
hkl	d (Å)	Độ trùng khớn (%)	d (Å)	Độ trùng khớn (%)	d (Å)	Độ trùng khớp (%)	chuẩn d (Å)
	(Л)	мюр (70)		мюр (70)		Kilop (70)	<i>a</i> (11)
200	2,954	99,56	2,958	99,70	-	-	2,967
311	2,519	99,49	2,524	99,68	2,521	99,57	2,532
400	2,089	99,52	2,089	99,52	2,096	99,86	2,099
511	1,610	99,69	1,611	99,75	-	-	1,615
440	1,476	99,80	1,477	99,85	1,478	99,93	1,479
Cuộng độ XRD (cps)	$\begin{array}{c} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 $	1900 1901 = p (0) 1901 = p (Cường đồ XRD (cps)	Croud dô XRD (cps) (a) = 1, 1, 2 (b) = 1, 1, 2 (c) = 2, 2, 2, 3, 3, 4 (c) = 2, 2, 3, 4, 4 (c) = 2,			
20				20			

Bảng 2. Độ trùng khóp khoảng cách mặt mạng tinh thể các mẫu M-01, M-02, và M-03 so với số liệu chuẩn JCPDS 19-0629



Hình 2. Giản đồ XRD đã khử nhiễu của (a) mẫuM-01, (b) mẫu M-02, và (c) mẫu M-03

Tất cả các giản đồ XRD đều có độ nhiễu lớn cho biết các hạt tinh thể có kích thước rất nhỏ, nằm trong kích thước nanometre. Trong khi đó, độ rộng chân các peak của các mẫu M-02 và M-03 lớn hơn và cường độ XRD thấp hơn mẫu M-01 cho biết sơ bộ hạt tinh thể MNPs tổng hợp được theo cách nhỏ giọt dung dịch NH₃ có kích thước lớn hơn so với các quy trình tổng hợp MNPs bằng cách đổ nhanh dung dịch NH₃ vào dung dịch phản ứng, do các hạt với kích thước tinh thể nhỏ tán xạ các tia X chiếu đến nhiều hơn. Tính toán gần đúng kích thước tinh thể trung bình theo phương trình Scherrer [7] bằng số liệu độ rộng nửa chiều cao peak từ các peak có cường độ XRD lớn nhất (331) trong hình 2, kết quả thu được kết quả so sánh tương đối các đường kính 25,6 nm, 7,6 nm, và 7,7 nm lần lượt tương ứng cho các mẫu M-01, M-02, và M-03.



Hình 3. Ảnh TEM của (a, b) mẫu M-01, (c, d) mẫu M-02, và (e, f) mẫu M-03

Hình thái và sự phân bố kích thước của các mẫu MNPs được đặc trưng bằng ảnh TEM, thể hiện trong hình 3. Ảnh TEM của mẫu M-01 (hình 3a và 3b) cho thấy sản phẩm là các hạt có

Nghiên cứu cải tiến phương pháp đồng kết tủa trong tổng hợp vật liệu nano sắt từ oxide ...

kích thước và hình thái không đồng nhất; kích thước các hạt phân bố từ vài nanometre đến vài chục nanometre và các hạt có hình dạng không đồng nhất. Mẫu M-02 (hình 3c và 3d) và mẫu M-03 (hình 3e và 3f) đều được thể hiện trên ảnh TEM là các hạt nano có kích thước nhỏ và rất đồng đều với đường kính hạt trung bình khoảng 10 nm, lớn hơn so với số liệu có được từ phân tích XRD và có thể được giải thích do sự tồn tại của một lớp tinh thể chưa hoàn chỉnh bên ngoài các hạt nano; và cả hai mẫu đều cho sản phẩm là các hạt nano có dạng hình cầu đồng nhất. Bên cạnh đó, thì các ảnh TEM đều cho thấy tính kết tụ lớn, nguyên nhân do kích thước nhỏ và cấu trúc tinh thể tạo nên bề mặt với năng lượng bề mặt lớn, đặc trưng của loại vật liệu nano oxide sắt từ dẫn đến các hạt nano kết khối lại với nhau thành các khối hạt tinh thể lớn hơn thay vì tồn tại một cách riêng rẽ tách biệt nhau [10].

Thao tác đổ nhanh dung dịch NH_3 vào dung dịch chất phản ứng, mục đích đưa dung dịch vượt nhanh qua trạng thái siêu bão hòa dẫn đến hiện tượng kết tinh hàng loạt mầm tinh thể đạt sự đơn phân bố về kích thước, nếu không có một biện pháp bảo vệ bề mặt thích hợp, các hạt nano riêng rẽ sau khi hình thành rất có thể bị kết tụ tinh thể với nhau, thay vì chỉ bị kết tụ vật lý đơn thuần do năng lượng bề mặt lớn. Sự kết tụ tinh thể này hình thành nên sự liên kết tinh thể giữa các hạt nano và ảnh hưởng đến tính siêu thuận từ của vật liệu. Tuy nhiên, điều này không thể được quan sát và chứng minh bằng các phương pháp phân tích ảnh TEM hay giản đồ XRD.

Từ tính tại nhiệt độ phòng của các mẫu MNPs đã tổng hợp được thể hiện trên đường cong từ hóa và giá trị từ trễ (hình 4). Kết quả cho thấy tất cả các mẫu đạt được giá trị từ độ bão hòa cao; giá trị từ độ bão hòa đo được của các mẫu M-01, M-02, và M-03 lần lượt tương ứng 72,5 emu \cdot g⁻¹, 67,7 emu \cdot g⁻¹, và 57,7 emu \cdot g⁻¹. Trong khi đó, giá trị từ trễ của các mẫu có sự chênh lệch tương đối lớn, 75 Oe, 25 Oe, và 5 Oe tương ứng với các mẫu M-01, M-02, và M-03. Giá trị từ trễ lớn nhất của mẫu M-01 có thể được giải thích do kích thước hạt nano vượt ngưỡng kích thước thể hiện tính chất siêu thuận từ của loại vật liệu Fe₃O₄ (khoảng 25 nm [5]). Mẫu M-03 với tính kháng từ rất yếu, thể hiện được khả năng phản ứng với từ trường (tính siêu thuận từ) cực tốt với giá trị từ trễ chỉ 5 Oe; điều này có thể được giải thích do các hạt nano với kích thước nhỏ và tách rời nhau nên mỗi hạt nano được xem như chỉ có một moment từ, sẽ phản ứng gần như ngay tức thời với từ trường bên ngoài áp lên. Giá trị từ trễ trung bình của mẫu M-02 có thể được giải thíchbởi sự kết tụ tinh thể của các hạt nano thành các khối tinh thể lớn hơn, được xem như một domain từ trong đó có nhiều moment từ bị gắn kết với nhau dẫn đến sự phản ứng với từ trường của từng khối domain trên trở nên khó kăn hơn [10].

Nguyên nhân sự khác nhau về giá trị từ trễ của mẫu M-02 và M-03 có thể được giải thích bằng tác dụng của sóng siêu âm với những tính chất độc đáo của nó. Mẫu M-02 chỉ được tổng hợp trong môi trường phân tán bằng khuấy trộn cơ học, giải pháp chỉ có ảnh hưởng đáng kể ở mức độ khối dung dịch. Trong khi đó, với tác dụng khuếch tán mạnh trong phạm vi nhỏ của mình, dung dịch phản ứng luôn giữ được sự đồng nhất trong toàn bộ khối dung dịch suốt thời gian thực hiện phản ứng; bên cạnh đó, bản chất là một sóng cơ học giúp sóng siêu âm đóng vai trò như là một tác nhân bảo vệ bề mặt, tương tác cơ học đến tận kích thước nanometre, ngăn cản các hạt nano kết tụ lại gần nhau và kết nối tinh thể lên nhau.



Hình 4. Đường cong từ hóa M-H của (chấm đứt) mẫu M-01, (nét đứt) mẫu M-02, và (nét liền) mẫu M-03



Hình 5. Phổ và số liệu phân tích EDX của mẫu M-03

Phương pháp phân tích nguyên tố của mẫu M-03 (hình 6) đã cho biết trong mẫu chỉ xuất hiện 2 thành phần nguyên tố hóa học là Fe và O, chứng minh được sự tổng hợp thành công loại hợp chất sắt oxide trong sản phẩm.

4. KÉT LUÂN

Công trình nghiên cứu này đã đề xuất được một giải pháp đơn giản nhưng hiệu quả trên cơ sở sử dụng sóng siêu âm như là tác nhân phân tán và bảo vệ bề mặt để cải tiến phương pháp đồng kết tủa trong tổng hợp vật liệu nano sắt từ oxide. Sản phẩm MNPs tổng hợp từ quy trình cải tiến có kích thước nhỏ, đồng đều về sự phân bố kích thước hạt, thể hiện như là các đơn moment từ, có khả năng phản ứng cực nhạy với từ trường, rất phù hợp với yêu cầu ứng dụng trong các giải pháp điều trị từ-xạ nhiệt nói riêng, và các ứng dụng y-sinh khác nói chung. Sự chứng minh cho các tác dụng đặc biệt của sóng siêu âm trong dung dịch lỏng cũng mở ra cho các nghiên cứu trong tương lai để lợi dụng những tính chất này.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được tài trợ bởi Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế trong Đề tài nghiên cứu Khoa học cấp cơ sở.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Dang F, Enomoto N, Hojo J, Enpuku K. (2010). Sonochemical coating of magnetite nanoparticles with silica, *Ultrason. Sonochem.*, Vol. 17(1), pp. 193–99
- [2] DeNardo GL, DeNardo SJ. (2008). Turning the heat on cancer, *Cancer Biother Radiopharm.*, Vol. 23(6):671–80

Nghiên cứu cải tiến phương pháp đồng kết tủa trong tổng hợp vật liệu nano sắt từ oxide ...

- [3] Giustini AJ, Petryk AA, Cassim SM, Tate JA, Baker I, Hoopes PJ. (2013). Magnetic nanoparticle hyperthermia in cancer treatment, *Nano Life*, Vol. 1, pp. 1–23
- [4] Huang HS, Hainfeld JF. (2013). Intravenous magnetic nanoparticle cancer hyperthermia, *Int. J. Nanomedicine*, Vol. 8, pp. 2521–32
- [5] Jiang W, Lai KL, Hu H, Zeng XB, Lan F, et al. (2011). The effect of [Fe³⁺]/[Fe²⁺] molar ratio and iron salts concentration on the properties of superparamagnetic iron oxide nanoparticles in the water/ethanol/toluene system, *J. Nanoparticle Res.*, Vol. 13(10), pp. 5135–45
- [6] Li X, Xu G, Liu Y, He T. (2011). Magnetic Fe₃O₄ nanoparticles : synthesis and application in water treatment, *Nanosci. Nanotechnology-Asia*, pp. 14–24
- [7] Patterson AL. (1939). The scherrer formula for x-ray particle size determination, *Phys. Rev.*, Vol. 56(10), pp. 978
- [8] Ravikumar C, Kumar S, Bandyopadhyaya R. (2012). Aggregation of dextran coated magnetic nanoparticles in aqueous medium: experiments and monte carlo simulation, *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, Vol. 403, pp. 1–6
- [9] Revia RA, Zhang M. (2016). Magnetite nanoparticles for cancer diagnosis, treatment, and treatment monitoring: recent advances, *Mater. Today*, Vol.19(3), pp. 157–68
- [10] Rivas-Sánchez ML, Alva-Valdivia LM, Arenas-Alatorre J, Urrutia-Fucugauchi J, Perrin M, et al. (2009). Natural magnetite nanoparticles from an iron-ore deposit: size dependence on magnetic properties, *Earth, Planets Sp.*, Vol.61(1), pp. 151–60

STUDY OF ENHANCING CO-PRECIPITATION METHOD IN SYNTHESIS OF MAGNETITE NANOPARTICLES WITH ULTRASONICAL-BASED ASSISTANCE

Ton Nu Cam Suong, Mai Xuan Tinh, Bui Quang Thanh^{*}

Department of Chemistry, Hue University College of Sciences

*Email: thanh.qt.bui@gmail.com

ABSTRACT

In the present paper, the traditional co-precipitation method in synthesis of magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles has been procedurally and ultrasonically altered. The effects of NH_3 solution adding paths to reactant solution, and ultrasonic assistance were indicated and demonstrated through specific experiments, and the suggested explanations for phenomena observation. The characterization has proved the improvement of the alternative procedure, illustrated by the achievement of magnetite nano particles (MNPs) as the product with spherical uniform nano-crystallized morphology, narrow small-size distribution (10 nm), high magnetization (57.7 emu·g⁻¹), and low coercive (5 Oe).

Keywords: co-precipitation method, Fe_3O_4 , MNPs, magnetite nano particles, co-precipitation method, ultrasonic.