

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM**

---

**NGUYỄN THỊ THU DUYÊN**

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC VÀ  
HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA VẬT LIỆU NANO  $\text{TiO}_2$   
BIẾN TÍNH BẰNG  $\text{NiO}$  VÀ  $\text{CuO}$**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC**

**Thái Nguyên, năm 2020**

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM**

---

**NGUYỄN THỊ THU DUYÊN**

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC VÀ  
HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA VẬT LIỆU NANO  $\text{TiO}_2$   
BIẾN TÍNH BẰNG  $\text{NiO}$  VÀ  $\text{CuO}$**

**Ngành: HÓA VÔ CƠ**

**Mã số: 8.44.01.13**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC**

**Người hướng dẫn khoa học: PGS.TS. BÙI ĐỨC NGUYỄN**

**Thái Nguyên, năm 2020**

## **LỜI CAM ĐOAN**

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi dưới sự hướng dẫn của PGS.TS. Bùi Đức Nguyên. Các số liệu, kết quả nêu trong luận văn này là trung thực và chưa từng được công bố trong bất kỳ công trình nào khác. Mọi sự giúp đỡ cho việc thực hiện luận văn này đã được cảm ơn và các thông tin trích dẫn trong luận văn đều đã được chỉ rõ nguồn gốc.

*Thái Nguyên, tháng 08 năm 2020*

**Tác giả luận văn**

**NGUYỄN THỊ THU DUYÊN**

## LỜI CẢM ƠN

Luận văn đã được hoàn thành tại khoa Hóa học, trường Đại học Sư phạm, Đại học Thái Nguyên. Trước tiên em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới PGS.TS. Bùi Đức Nguyên người đã tận tình hướng dẫn, giúp đỡ, tạo điều kiện thuận lợi để em hoàn thành luận văn.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy giáo, cô giáo trong ban giám hiệu, phòng đào tạo, khoa Hóa học - trường Đại học Sư phạm, Đại học Thái Nguyên đã tạo mọi điều kiện thuận lợi cho em trong suốt quá trình học tập và nghiên cứu thực hiện đề tài.

Xin chân thành cảm ơn các bạn bè đồng nghiệp đã động viên, giúp đỡ, tạo mọi điều kiện thuận lợi cho tôi trong suốt quá trình thực nghiệm và hoàn thành luận văn.

Với khối lượng công việc lớn, thời gian nghiên cứu có hạn, khả năng nghiên cứu còn hạn chế, chắc chắn luận văn không thể tránh khỏi những thiếu sót. Rất mong nhận được các ý kiến đóng góp từ thầy giáo, cô giáo và bạn đọc.

*Xin chân thành cảm ơn !*

*Thái Nguyên, tháng 08 năm 2020*

Tác giả

**Nguyễn Thị Thu Duyên**

## MỤC LỤC

|   |          |
|---|----------|
| LỜI CAM ĐOAN .....  | i        |
| LỜI CẢM ƠN.....   | ii       |
| MỤC LỤC .....   | iii      |
| DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT .....                            | v        |
| DANH MỤC CÁC BẢNG.....  | vi       |
| DANH MỤC CÁC HÌNH .....   | vii      |
| <b>MỞ ĐẦU.....</b>  | <b>1</b> |
| <b>Chương 1: TỔNG QUAN .....</b>  | <b>2</b> |
| 1.1. VẬT LIỆU NANO TiO <sub>2</sub> .....                               | 2        |
| 1.1.1. Các dạng vật liệu nano TiO <sub>2</sub> .....                    | 2        |
| 1.1.2. Tính chất quang xúc tác của vật liệu nano TiO <sub>2</sub> ..... | 4        |
| 1.1.2.1. Giới thiệu về xúc tác quang bán dẫn .....                      | 4        |
| 1.1.2.2. Cơ chế xúc tác quang trên chất bán dẫn .....                   | 5        |
| 1.1.3. Ứng dụng của vật liệu TiO <sub>2</sub> .....                     | 9        |
| 1.1.3.1. Xử lý chất hữu cơ độc hại ô nhiễm nguồn nước .....             | 9        |
| 1.1.3.2. Xử lý ion kim loại độc hại ô nhiễm nguồn nước.....             | 10       |
| 1.1.3.3. Xử lý các khí độc hại ô nhiễm không khí.....                   | 10       |
| 1.1.3.4. Điều chế hydro từ phân hủy nước .....                          | 11       |
| 1.2. MỘT SỐ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ VẬT LIỆU NANO .....                    | 12       |
| 1.2.1. Phương pháp sol - gel.....                                       | 12       |
| 1.2.2. Phương pháp thủy nhiệt.....                                      | 14       |
| 1.2.3. Phương pháp thủy phân .....                                      | 16       |
| 1.3. MỘT SỐ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU VẬT LIỆU .....                       | 16       |
| 1.3.1. Nguyên lý và ứng dụng của phổ nhiễu xạ tia X (XRD).....          | 16       |
| 1.3.2. Nguyên lý và ứng dụng của các kính hiển vi TEM.....              | 19       |
| 1.3.3. Tán xạ năng lượng tia X (EDX) .....                              | 20       |
| 1.3.4. Phổ phản xạ khuếch tán UV-Vis (DRS).....                         | 21       |

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Chương 2: THỰC NGHIỆM.....</b>  | <b>23</b> |
| 2.1. Hóa chất.....   | 23        |
| 2.2. Dụng cụ và thiết bị.....  | 23        |
| 2.3. Chế tạo vật liệu .....  | 23        |
| 2.4. Các kỹ thuật đo khảo sát tính chất của vật liệu .....               | 24        |
| 2.4.1. Nhiễu xạ tia X.....   | 24        |
| 2.4.2. Hiển vi điện tử truyền qua (TEM).....                             | 24        |
| 2.4.3. Phổ tán xạ tia X (EDX).....                                       | 25        |
| 2.4.4. Phổ phản xạ khuếch tán UV-Vis (DRS).....                          | 25        |
| 2.4.5. Thí nghiệm khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ.....           | 25        |
| 2.4.6. Thí nghiệm khảo sát hoạt tính quang xúc tác của các vật liệu..... | 25        |
| 2.4.7. Hiệu suất quang xúc tác.....                                      | 26        |
| <b>CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN .....</b>                              | <b>27</b> |
| 3.1. Kết quả nhiễu xạ tia X.....   | 27        |
| 3.2. Kết quả nhiễu đo phổ tán xạ năng lượng tia X (EDX).....             | 30        |
| 3.3. Kết quả chụp ảnh TEM.....   | 35        |
| 3.4. Kết quả phản xạ khuếch tán (DRS) .....                              | 35        |
| 3.5. Kết quả khảo sát hoạt tính quang xúc tác của các vật liệu.....      | 37        |
| 3.5.1. Khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ của các vật liệu.....     | 37        |
| 3.5.1. Khảo sát hoạt tính quang xúc tác của các vật liệu.....            | 38        |
| <b>KẾT LUẬN.....</b>   | <b>45</b> |
| <b>TÀI LIỆU THAM KHẢO.....</b>   | <b>46</b> |

## DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

| <b>Tên viết tắt</b> | <b>Tên đầy đủ</b>                |
|---------------------|----------------------------------|
| EDX                 | Energy dispersive X- ray         |
| TEM                 | Transnission Electron Microscope |
| XRD                 | X-Ray Diffraction                |
| DRS                 | Diffuse Reflectance Spectroscopy |
| MB                  | Xanh metylen ban đầu             |

## DANH MỤC CÁC BẢNG

|   |    |
|---|----|
| Bảng 1.1: Một số tính chất vật lý của tinh thể rutile và anatase.....   | 3  |
| Bảng 2.1. Thể tích dung dịch $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 0,1M, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0,1M được lấy<br>tương ứng với % khối lượng của NiO, CuO trong vật liệu..... | 23 |



## DANH MỤC CÁC HÌNH

|   |    |
|---|----|
| Hình 1.1: Các dạng thù hình khác nhau của $\text{TiO}_2$ ruti(B) anatase, (C) brookite.....     | 3  |
| Hình 1.2: Khối bát diện của $\text{TiO}_2$ .....  | 4  |
| Hình 1.3: Các quá trình diễn ra trong hạt bán dẫn khi bị chiếu xạ với bước sóng thích hợp ..... | 6  |
| Hình 1.6: Sự hình thành gốc $\text{HO}^\bullet$ và $\text{O}_2^-$ .....                         | 8  |
| Hình 1.7: Cơ chế quang xúc tác $\text{TiO}_2$ tách nước cho sản xuất hydro .....                | 11 |
| Hình 1.8: Mô tả hiện tượng nhiễu xạ tia X trên các mặt phẳng tinh thể chất rắn.....             | 17 |
| Hình 1.9: Sơ đồ mô tả hoạt động nhiễu xạ kế bột .....   | 18 |
| Hình 1.10: Kính hiển vi điện tử truyền qua.....   | 19 |
| Hình 1.11: Nguyên lý phép phân tích EDX .....   | 20 |
| Hình 1.12: Sơ đồ nguyên lý của hệ ghi nhận tín hiệu phổ EDX trong TEM. ....                     | 21 |
| Hình 2.1. Sơ đồ tổng hợp vật liệu x% (NiO, CuO)/ $\text{TiO}_2$ .....                           | 24 |
| Hình 3.1. Giản đồ nhiễu xạ tia X của vật liệu $\text{TiO}_2$ .....                              | 27 |
| Hình 3.2. Giản đồ nhiễu xạ tia X của vật liệu 0,5% (NiO, CuO)/ $\text{TiO}_2$ .....             | 27 |
| Hình 3.3. Giản đồ nhiễu xạ tia X của vật liệu 1,0% (NiO, CuO)/ $\text{TiO}_2$ .....             | 28 |
| Hình 3.4. Giản đồ nhiễu xạ tia X của vật liệu 1,5% (NiO, CuO)/ $\text{TiO}_2$ .....             | 28 |
| Hình 3.5. Giản đồ nhiễu xạ tia X của vật liệu 3% (NiO, CuO)/ $\text{TiO}_2$ .....               | 29 |
| Hình 3.6. Giản đồ nhiễu xạ tia X của vật liệu 5% (NiO, CuO)/ $\text{TiO}_2$ .....               | 29 |
| Hình 3.7. Phổ EDX của mẫu $\text{TiO}_2$ .....  | 31 |
| Hình 3.8. Phổ EDX của của vật liệu 1% (NiO, CuO)/ $\text{TiO}_2$ .....                          | 32 |
| Hình 3.9. Phổ EDX của của vật liệu 3% (NiO, CuO)/ $\text{TiO}_2$ .....                          | 33 |
| Hình 3.10. Phổ EDX của của vật liệu 5% (NiO, CuO)/ $\text{TiO}_2$ .....                         | 34 |
| Hình 3.11. Ảnh TEM của vật liệu nano $\text{TiO}_2$ .....                                       | 35 |

|   |    |
|---|----|
| Hình 3.12. Ảnh TEM của vật liệu nano 5% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> .....   | 35 |
| Hình 3.13. Phổ DRS của TiO <sub>2</sub> và x% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> .....   | 36 |
| Hình 3.14. Phổ hấp phụ phân tử của xanh metylen sau khi được hấp phụ bởi vật liệu 5% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> sau những khoảng thời gian khác nhau.....                                | 37 |
| Hình 3.15. Phổ hấp phụ phân tử của xanh metylen ban đầu (MB) và sau khi được xử lý quang xúc tác bởi vật liệu 0,5% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> sau những khoảng thời gian khác nhau ..... | 38 |
| Hình 3.16. Hiệu suất quang xúc tác (H%) phân hủy xanh metylen của vật liệu 0,5% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> sau những khoảng thời gian khác nhau .....                                    | 39 |
| Hình 3.17. Phổ hấp phụ phân tử của xanh metylen ban đầu (MB) và sau khi được xử lý quang xúc tác bởi vật liệu 1% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> sau những khoảng thời gian khác nhau .....   | 39 |
| Hình 3.18. Hiệu suất quang xúc tác (H%) phân hủy xanh metylen của vật liệu 1% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> sau những khoảng thời gian khác nhau ....                                       | 39 |
| Hình 3.19. Phổ hấp phụ phân tử của xanh metylen ban đầu (MB) và sau khi được xử lý quang xúc tác bởi vật liệu 1,5% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> sau những khoảng thời gian khác nhau ..... | 40 |
| Hình 3.20. Hiệu suất quang xúc tác (H%) phân hủy xanh metylen của vật liệu 1,5% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> sau những khoảng thời gian khác nhau .....                                    | 40 |
| Hình 3.21. Phổ hấp phụ phân tử của xanh metylen ban đầu (MB) và sau khi được xử lý quang xúc tác bởi vật liệu 3% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> sau những khoảng thời gian khác nhau.....    | 41 |
| Hình 3.22. Hiệu suất quang xúc tác (H%) phân hủy xanh metylen của vật liệu 3% (NiO, CuO)/TiO <sub>2</sub> sau những khoảng thời gian khác nhau ....                                       | 41 |