

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

**NGUYỄN THỊ HỒNG NHUNG**

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG  
CẤU TRÚC VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC  
CỦA NANO SPINEL  $ZnFe_2O_4$  PHA TẠP  $Ni^{2+}$**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC**

**THÁI NGUYÊN - 2020**

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

**NGUYỄN THỊ HỒNG NHUNG**

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG  
CẤU TRÚC VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC  
CỦA NANO SPINEL  $ZnFe_2O_4$  PHA TẠP  $Ni^{2+}$**

**Ngành: Hóa vô cơ**

**Mã số: 8 440 113**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC**

**Người hướng dẫn khoa học: PGS.TS. NGUYỄN THỊ TỐ LOAN**

**THÁI NGUYÊN - 2020**

## **LỜI CAM ĐOAN**

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi dưới sự hướng dẫn của PGS.TS. Nguyễn Thị Tố Loan. Các số liệu, kết quả nêu trong luận văn này là trung thực và chưa từng được ai công bố trong bất kỳ công trình nào khác.

**Tác giả luận văn**

**Nguyễn Thị Hồng Nhung**

## LỜI CẢM ƠN

Luận văn đã được hoàn thành tại khoa Hóa học, trường Đại học Sư phạm, Đại học Thái Nguyên.

Em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới PGS.TS. Nguyễn Thị Tố Loan 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, 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.

Luận văn đã nhận được sự giúp đỡ thực hiện các phép đo của phòng thí nghiệm Hóa vô cơ - trường Đại học sư phạm Thái Nguyên, Khoa Hóa học - trường Đại học Khoa học tự nhiên Hà Nội, Phòng thí nghiệm siêu cấu trúc - Viện Vệ sinh dịch tễ Trung ương, Viện Khoa học Vật liệu. Xin cảm ơn những sự giúp đỡ quý báu này.

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. Xin gửi lời cảm ơn chân thành đến sự giúp đỡ nhiệt tình của NCS Nguyễn Thị Thúy Hằng - trường Đại học Công nghiệp Thái nguyên.

Sau cùng tôi xin dành lời cảm ơn sâu sắc nhất tới gia đình tôi, bố mẹ tôi, anh em và họ hàng đã cho tôi động lực và quyết tâm hoàn thành bản luận văn.

Thái Nguyên, tháng 9 năm 2020

Tác giả luận văn

**Nguyễn Thị Hồng Nhung**

## 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> .....	1
<b>Chương 1. TỔNG QUAN</b> .....	2
1.1. Vật liệu nano.....	2
1.1.1. Định nghĩa và phân loại vật liệu nano .....	2
1.1.2. Tính chất của vật liệu nano.....	3
1.1.3. Ứng dụng của vật liệu nano.....	4
1.2. Một số phương pháp tổng hợp vật liệu nano.....	7
1.2.1. Phương pháp đồng kết tủa .....	9
1.2.2. Phương pháp thủy nhiệt.....	9
1.2.3. Phương pháp sol-gel.....	10
1.2.4. Phương pháp tổng hợp đốt cháy .....	12
1.3. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu .....	14
1.3.1. Phương pháp nhiễu xạ Ronghen.....	14
1.3.2. Phương pháp phổ hồng ngoại.....	16
1.3.3. Phương pháp hiển vi điện tử quét và hiển vi điện tử truyền qua.....	16
1.3.4. Phương pháp phổ tán xạ năng lượng tia X.....	18
1.3.5. Phương pháp phổ hấp thụ tử ngoại- khả kiến.....	18
1.4. Tổng quan về vật liệu nano spinel.....	20
1.4.1. Cấu trúc và phân loại spinel .....	20
1.4.2. Tính chất của spinel.....	22

1.4.3. Một số kết quả nghiên cứu tổng hợp và ứng dụng của nano kẽm ferit ...	23
1.5. Giới thiệu về rhodamin B .....	27
<b>Chương 2. THỰC NGHIỆM .....</b>	<b>29</b>
2.1. Dụng cụ, hóa chất, máy móc .....	29
2.1.1. Dụng cụ, máy móc .....	29
2.1.2. Hóa chất .....	29
2.2. Tổng hợp spinel $Ni_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0 \div 0,1$ ) bằng phương pháp đốt cháy dung dịch .....	29
2.3. Các phương pháp nghiên cứu mẫu .....	30
2.4. Xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ rhodamin B .....	30
2.5. Nghiên cứu hoạt tính quang xúc tác phân hủy rhodamin B của các nano spinel $Ni_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ .....	31
2.5.1. Khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ .....	31
2.5.2. Nghiên cứu hoạt tính quang xúc tác phân hủy rhodamin B của các mẫu .....	32
<b>Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN .....</b>	<b>33</b>
3.1. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp nhiễu xạ Ronghen .....	33
3.2. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp phổ hồng ngoại .....	34
3.3. Kết quả nghiên cứu hình thái học của vật liệu .....	35
3.4. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp phổ tán xạ năng lượng tia X .....	37
3.5. Kết quả nghiên cứu hoạt tính quang xúc tác phân hủy rhodamin B của các mẫu .....	38
3.5.1. Kết quả xác định thời gian đạt cân bằng hấp phụ .....	38
3.5.2. Kết quả nghiên cứu hoạt tính quang xúc tác phân hủy rhodamin B của các mẫu .....	39
3.5.3. Nghiên cứu động học của phản ứng .....	44
<b>KẾT LUẬN .....</b>	<b>46</b>
<b>TÀI LIỆU THAM KHẢO .....</b>	<b>47</b>
<b>PHỤ LỤC</b>	

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

Tên viết tắt	Tên đầy đủ
CH	Cacbohydrazin
CS	Combustion Synthesis
EDX	Energy dispersive X-ray Spectroscopy
GPC	Gas Phase Combustion
IR	Infrared spectra
MB	Methylene xanh
MDH	Malonic dihydrazin axit
ODH	Oxalyl dihydrazin
PGC	Polimer Gel Combustion
RhB	Rhodamine B
SEM	Scanning Electron Microscopy
SHS	Self Propagating High Temperature Synthesis Process
SSC	Solid State Combustion
TC	Tetracycline
TEM	Transmission Electron Microscope
TFTA	Tetra formal trisazine
UV-Vis	Ultraviolet-Visible
XRD	X-Ray Diffraction

## DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 2.1. Lượng chất ban đầu có trong các mẫu NZF0 ÷ NZF10 .....	30
Bảng 2.2. Số liệu xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ RhB .....	31
Bảng 3.1. Kích thước tinh thể (r), hằng số mạng (a) và thể tích ô mạng cơ sở (V) của các mẫu NZF0 ÷ NZF10 .....	34
Bảng 3.2. Số sóng của các dao động đặc trưng cho liên kết M-O ở hóc tứ diện ( $\nu_1$ ) và bát diện ( $\nu_2$ ) trong các mẫu NZF0 ÷ NZF10 .....	35
Bảng 3.3. Thành phần % khối lượng có trong mẫu NZF0 và NZF4 .....	38
Bảng 3.4. Hiệu suất phân hủy RhB khi có mặt H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> và các vật liệu NZF0 ÷ NZF10, sau 300 phút chiếu sáng .....	42
Bảng 3.5. Bảng giá trị $\ln(C_0/C_t)$ theo thời gian chiếu sáng khi có mặt H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> và các vật liệu NZF0 ÷ NZF10 .....	44
Bảng 3.6. Giá trị hằng số tốc độ phản ứng phân hủy RhB khi có mặt H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> và vật liệu NZF0 ÷ NZF10 .....	45



## DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Một số ví dụ về vật liệu nano: hạt nano (a), ống nano (b), màng nano (c) và vật liệu có cấu trúc nano (d) .....	2
Hình 1.2. Hai phương pháp cơ bản để điều chế vật liệu nano.....	8
Hình 1.3. Sơ đồ minh họa tam giác cháy.....	13
Hình 1.4. Minh họa cấu trúc tinh thể của spinel.....	21
Hình 1.5. Minh họa cơ chế quang xúc tác trong hệ $ZnFe_2O_4/H_2O_2$ /ánh sáng.....	25
Hình 1.6. Mẫu $ZnFe_2O_4$ trước và sau khi có tác dụng của từ trường .....	26
Hình 1.7. Công thức cấu tạo (a) và phổ hấp thụ UV- Vis của dung dịch RhB (b) .....	28
Hình 2.1. Phương trình đường chuẩn xác định nồng độ RhB .....	31
Hình 3.1. Biểu đồ XRD của mẫu NZF0÷NZF10 khi nung ở $500^\circ C$ .....	33
Hình 3.2. Phổ IR của mẫu NZF0 ÷ NZF10 khi nung ở $500^\circ C$ .....	35
Hình 3.3. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu NZF0 .....	36
Hình 3.4. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu NZF4 .....	36
Hình 3.5. Ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của mẫu NZF0.....	36
Hình 3.6. Ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của mẫu NZF4.....	37
Hình 3.7. Phổ EDX của vật liệu NZF0.....	37
Hình 3.8. Phổ EDX của vật liệu NZF4.....	38
Hình 3.9. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian khi có mặt vật liệu NZF0, ở trong bóng tối.....	39
Hình 3.10. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian khi chỉ có mặt $H_2O_2$ (a), NZF0 + chiếu sáng (b).....	40
Hình 3.11. Phổ UV-Vis của dung dịch MB theo thời gian chiếu sáng khi có mặt đồng thời $H_2O_2$ và vật liệu NZF0; NZF2.....	40
Hình 3.12. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian khi chiếu sáng có mặt đồng thời $H_2O_2$ và vật liệu NZF4; NZF6.....	41

Hình 3.13. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian chiếu sáng khi có mặt đồng thời H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> và vật liệu NZF8; NZF10.....	41
Hình 3.14. Minh họa cơ chế quang xúc tác phân hủy RhB trên chất xúc tác ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> .....	43
Hình 3.15. Sự phụ thuộc ln(C <sub>0</sub> /C <sub>t</sub> ) vào thời gian chiếu sáng khi có mặt H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> và vật liệu NZF0 ÷NZF10.....	45