

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

LÊ ANH TÚ

**NGHIÊN CỨU HẤP PHỤ KHÁNG SINH CIPROFLOXACIN
TRÊN VẬT LIỆU ĐÁ ONG BIẾN TÍNH BẰNG PLYME
MANG ĐIỆN ÂM**

Ngành: Hóa phân tích

Mã ngành: 8.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2020

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan: Đề tài: “*Nghiên cứu hấp phụ kháng sinh Ciprofloxacin trên vật liệu đá ong biến tính bằng polyme mang điện âm*” là do bản thân tôi thực hiện. Các số liệu, kết quả trong đề tài là trung thực. Nếu sai sự thật tôi xin chịu trách nhiệm.

Thái Nguyên, tháng 09 năm 2020

Tác giả

Lê Anh Tú

**Xác nhận
của trưởng khoa chuyên môn**

**Xác nhận
của giáo viên hướng dẫn**

PGS.TS.Nguyễn Thị Hiền Lan

PGS.TS.Ngô Thị Mai Việt

LỜI CẢM ƠN

Trong suốt quá trình học tập và thực hiện đề tài luận văn thạc sĩ, chuyên ngành Hóa Phân tích tại Khoa Hóa học – Trường Đại học Sư phạm – Đại học Thái Nguyên, em đã nhận được sự ủng hộ, giúp đỡ của các thầy cô giáo, bạn bè và gia đình.

Trước tiên, em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc nhất đến PGS.TS Ngô Thị Mai Việt, người đã hướng dẫn em trong suốt quá trình thực nghiệm cho đến khi hoàn thiện luận văn này.

Em xin bày tỏ lòng biết ơn chân thành đến các thầy giáo, cô giáo Khoa Hóa học, các thầy cô trong Ban Giám hiệu Trường Đại học Sư phạm – Đại học Thái Nguyên đã giảng dạy, tạo điều kiện thuận lợi, giúp đỡ em trong quá trình học tập và nghiên cứu.

Mặc dù đã có nhiều cố gắng, song do nhiều nguyên nhân chủ quan và khách quan nên kết quả nghiên cứu của em có thể còn nhiều thiếu sót. Em rất mong nhận được sự góp ý, chỉ bảo của các thầy giáo, cô giáo và các bạn để luận văn của em được hoàn thiện hơn.

Em xin chân thành cảm ơn!

Thái Nguyên, tháng 09 năm 2020

Tác giả

Lê Anh Tú

MỤC LỤC

Lời cam đoan	i
Lời cảm ơn.....	ii
Mục lục	iii
Danh mục các bảng.....	iv
Danh mục các hình	v
Danh mục các từ viết tắt	vi
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN	3
1.1. Giới thiệu về polyme mang điện tích	3
1.1.1. Giới thiệu chung	3
1.1.2. Giới thiệu về Polystyrene Sulfonate (PSS)	4
1.2. Giới thiệu về kháng sinh họ quinolon	5
1.3. Giới thiệu về đá ong	8
1.4. Phương pháp phân tích quang phổ hấp thụ phân tử UV-Vis	9
1.4.1. Nguyên tắc	9
1.4.2. Độ hấp thụ quang.....	9
1.4.3. Phương pháp đường chuẩn	10
1.4.4. Phương pháp thêm chuẩn	10
1.5. Phương pháp hấp phụ	10
1.5.1. Cơ sở lý thuyết quá trình hấp phụ	Error! Bookmark not defined.
1.5.2. Hấp phụ trong môi trường nước	Error! Bookmark not defined.
1.5.3. Các mô hình đẳng nhiệt hấp phụ	Error! Bookmark not defined.
1.6. Động học hấp phụ	10
1.6.1. Mô hình giả bậc 1	10
1.6.2. Mô hình giả bậc 2	11
1.7. Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao	Error! Bookmark not defined.
1.8. Tổng quan tình hình nghiên cứu hấp phụ kháng sinh trong môi trường nước. .	11

Chương 2. THỰC NGHIỆM VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU	17
2. 1. Hóa chất, pha chế.....	17
2. 1.1. Hóa chất.....	17
2. 1.2. Cách pha chế dung dịch kháng sinh	17
2. 1.3. Dụng cụ.....	17
2. 1.4. Thiết bị.....	18
2.2. Chuẩn bị đá ong.....	18
2.3. Xác định một số đặc trưng hóa lý của vật liệu	18
2.4. Biên tính đá ong.....	18
2.5. Xây dựng và đánh giá đường chuẩn xác định kháng sinh ciprofloxacin theo phương pháp UV – Vis.....	18
2.6. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến khả năng hấp phụ kháng sinh của vật liệu	19
2.6.1. Khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu hấp phụ	19
2.6.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc	19
2.6.3. Khảo sát ảnh hưởng của pH.....	19
2.6.4. Khảo sát ảnh hưởng của lực ion đến khả năng hấp phụ.....	20
2.6.5. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ đến khả năng hấp phụ	21
2.6.6. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ đầu đến khả năng hấp phụ	21
2.6.7. Khảo sát ảnh hưởng của chất lạ đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của các vật liệu	21
2.7. Khảo sát sự tương tác giữa CFX và PSS.....	22
2.8. Động học quá trình hấp phụ CFX trên ĐOBT	23
2.9. Tái sử dụng vật liệu đá ong biến tính bằng PSS.....	23
2.9.1. Hấp phụ CFX trên ĐOBT.....	23
2.9.2. Tái sử dụng vật liệu lần thứ nhất.....	24
2.9.3. Tái sử dụng vật liệu lần thứ hai	24
2.9.4. Tái sử dụng vật liệu lần thứ ba	24
2.9.5. Tái sử dụng vật liệu lần thứ tư.....	24

2.10. Xác định một số đặc trưng hóa lý của ĐOBT sau khi hấp phụ CFX.....	24
2.11. Xử lý mẫu nước thải	Error! Bookmark not defined.
Chương 3. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ THẢO LUẬN.....	25
3.1. Xác định Ciprofloxacin bằng phương pháp UV-Vis.....	25
3.1.1. Xác định bước sóng.....	25
3.1.2. Xây dựng đường chuẩn.....	25
3.2. Kết quả khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu.....	26
3.2.1. Ảnh hưởng khối lượng vật liệu.....	26
3.2.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc	28
3.2.3. Khảo sát ảnh hưởng của pH.....	31
3.2.4. Ảnh hưởng của lực ion	34
3.2.5. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến khả năng hấp phụ	37
3.2.6. Ảnh hưởng của nồng độ đầu của dung dịch nghiên cứu	39
3.2.7. Ảnh hưởng của chất lạ đến khả năng hấp phụ.....	47
3.3. Khảo sát sự tương tác giữa CFX và PSS.....	53
3.4. Động học quá trình hấp phụ CFX trên ĐOBT	55
3.5. Tái sử dụng.	62
3.6. Kết quả xác định một số đặc trưng hóa lý của đá ong tự nhiên và đá ong biến tính trước và sau khi hấp phụ các chất màu	65
3.6.1. Quang phổ hồng ngoại	65
3.6.2. Thế zeta của vật liệu.....	66
KẾT LUẬN.....	69
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	70

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1. Các thể hệ kháng sinh nhóm quinolon và phổ tác dụng	6
Bảng 1.2. Thành phần khoáng vật kết tinh trong đá ong tự nhiên	8
Bảng 3.1. Kết quả khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của CFX.....	25
Bảng 3.2. Ảnh hưởng của tỉ lệ khối lượng vật liệu đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin.....	27
Bảng 3.3. Ảnh hưởng của thời gian đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu	29
Bảng 3.4. Ảnh hưởng của pH đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu	32
Bảng 3.5. Ảnh hưởng của lực ion đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu	35
Bảng 3.6. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu	38
Bảng 3.7. Ảnh hưởng của nồng độ đầu đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu trong nền là NaCl 1mM.....	40
Bảng 3.8. Ảnh hưởng của nồng độ đầu đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu trong nền là NaCl 10mM.....	41
Bảng 3.9. Ảnh hưởng của nồng độ đầu đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu trong nền là NaCl 50 mM.....	42
Bảng 3.10. Các thông số hấp phụ của Ciprofloxacin	46
Bảng 3.11. Ảnh hưởng của Cu^{2+} đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu	48
Bảng 3.12. Ảnh hưởng của Zn^{2+} đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu	49
Bảng 3.13. Ảnh hưởng của Al^{3+} đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của vật liệu	50

Hình 3.19. Ảnh hưởng của các chất lạ đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin đối với DOBT.....	52
Hình 3.20. Ảnh hưởng của các chất lạ đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin đối với DOTN.....	52
Bảng 3.14 . Sự ảnh hưởng tương tác của CFX và PSS	54
Bảng 3.15. CFX nồng độ 20ppm.....	56
Bảng 3.16. CFX nồng độ 50ppm.....	57
Bảng 3.17. CFX nồng độ 100ppm.....	58
Bảng 3.18. Số liệu khảo sát động học hấp phụ CFX (“-”: không xác định)	59
Bảng 3.19. Thông số động học bậc 1	61
Bảng 3.20. Thông số động học bậc 2	62
Bảng 3.21. Khả năng tái sử dụng của vật liệu	64
Hình 3.31. Thế zeta của đá ong biến tính sau hấp phụ Ciprofloxacin.	68

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Công thức cấu tạo của PSS.....	4
Hình 1.2. Công thức cấu tạo Ciprofloxacin.....	7
Hình 1.3. Mô hình phân tử Ciprofloxacin	7
Hình 1.4. Mặt lớp cắt bề mặt đá ong	8
Hình 3.1 . Phổ của CFX trong khoảng bước sóng 200 đến 400 nm.....	25
Hình 3.2. Đường chuẩn xác định nồng độ CFX.....	26
Hình 3.3. Ảnh hưởng của tỉ lệ khối lượng ĐOTN đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin	28
Hình 3.4. Ảnh hưởng của tỉ lệ khối lượng ĐOBT đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin	28
Hình 3.5. Ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của ĐOTN	30
Hình 3.6. Ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của ĐOBT	30
Hình 3.7. Ảnh hưởng của pH đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của ĐOTN	33
Hình 3.8. Ảnh hưởng của pH đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin của ĐOBT	33
Hình 3.9. Ảnh hưởng của lực ion đến khả năng hấp phụ CFX của ĐOTN	36
Hình 3.10. Ảnh hưởng của lực ion đến khả năng hấp phụ CFX của ĐOBT.....	36
Hình 3.11. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến khả năng hấp phụ CFX của ĐOTN ..	39
Hình 3.12. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến khả năng hấp phụ CFX của ĐOBT...	39
Hình 3.13. Đường đẳng nhiệt hấp phụ Langmuir trên ĐOBT	44
Hình 3.14. Sự phụ thuộc của $C_{cb/q}$ vào C_{cb} của CFX trên ĐOBT.....	44
Hình 3.15. Đường đẳng nhiệt hấp phụ Freundlich của ĐOBT	44
Hình 3.16. Đường đẳng nhiệt hấp phụ Langmuir trên ĐOTN	45

Hình 3.17. Sự phụ thuộc của $C_{cb/q}$ vào C_{cb} của CFX trên ĐOTN	45
Hình 3.18. Đường đẳng nhiệt hấp phụ Freundlich của ĐOTN	46
Hình 3.19. Ảnh hưởng của các chất lạ đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin đối với ĐOBT	52
Hình 3.20. Ảnh hưởng của các chất lạ đến khả năng hấp phụ Ciprofloxacin đối với ĐOTN.....	52
Hình 3.21. Sự dịch chuyển bước sóng của CFX khi có mặt ion kim loại.....	53
Hình 3.22. Sự ảnh hưởng tương tác của CFX và PSS.....	54
Hình 3.23. Mô hình động học bậc 1 – ĐOBT	60
Hình 3.24. Mô hình động học bậc 2- ĐOBT	60
Hình 3.25. Mô hình động học bậc 1 – ĐOTN.....	61
Hình 3.26. Mô hình động học bậc 2- ĐOTN.....	61
Hình 3.27. Khả năng tái sử dụng của vật liệu ĐOBT	65
Hình 3.28. Phổ hồng ngoại của đá ong biến tính	65
Hình 3.29. Phổ hồng ngoại của đá ong biến tính sau hấp phụ CFX	66
Hình 3.30. Thế zeta của đá ong biến tính	67
Hình 3.31. Thế zeta của đá ong biến tính sau hấp phụ Ciprofloxacin.	68