

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

TRẦN BÌNH TRỌNG

**PHÂN TÍCH ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC,
KHẢ NĂNG XÚC TÁC QUANG PHÂN HỦY MỘT
SỐ CHẤT MÀU HỮU CƠ, KHẢ NĂNG KHÁNG
KHUẨN VÀ ỨNG DỤNG LÀM CẢM BIẾN KHÍ
AXETON CỦA VẬT LIỆU TỔ HỢP Ag/ZnO**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Thái Nguyên - 2018

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

TRẦN BÌNH TRỌNG

**PHÂN TÍCH ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC,
KHẢ NĂNG XÚC TÁC QUANG PHÂN HỦY MỘT
SỐ CHẤT MÀU HỮU CƠ, KHẢ NĂNG KHÁNG
KHUẨN VÀ ỨNG DỤNG LÀM CẢM BIẾN KHÍ
AXETON CỦA VẬT LIỆU TỔ HỢP Ag/ZnO**

Chuyên ngành : Hóa phân tích

Mã số : 8 44 01 18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: TS. Trương Thị Thảo

Thái Nguyên - 2018

LỜI CẢM ƠN

Lời đầu tiên em xin được tỏ lòng cảm ơn chân thành nhất tới các thầy cô Khoa Hóa học Trường Đại học Khoa học Thái Nguyên đã trang bị kiến thức cho em trong hai năm học tập và nghiên cứu.

Em cũng xin gửi lời cảm ơn chân thành tới Ban Giám hiệu, Phòng Đào tạo trường Đại học khoa học Thái Nguyên, Ban chủ nhiệm khoa Hóa học và các cán bộ nhân viên phòng thí nghiệm đã tạo mọi điều kiện thuận lợi giúp đỡ em thực hiện luận văn tốt nghiệp này.

Cuối cùng em xin được gửi lời cảm ơn sâu sắc tới người đã hướng dẫn và giúp đỡ em hoàn thành luận văn tốt nghiệp này đó là cô Trương Thị Thảo.

Dù đã rất cố gắng trong quá trình thực hiện luận này văn, nhưng do còn hạn chế về mặt năng lực, thời gian nên chắc chắn không tránh khỏi những thiếu sót cần bổ sung, sửa chữa. Vì vậy em rất mong nhận được sự góp ý, chỉ bảo của quý thầy cô để luận văn tốt nghiệp của em được hoàn thiện hơn.

Em xin chân thành cảm ơn!

Tác giả luận văn

Trần Bình Trọng

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VIẾT TẮT

Kí hiệu	Ý nghĩa
<i>a, b, c</i>	Hằng số mạng tinh thể
<i>h, k, l</i>	Các chỉ số Miler
Ppm	Một phần triệu (parts per million)
PR	Phenol đỏ (Phenol red)
SEM	Kính hiển vi điện tử quét (Scanning Electron Microscope)
TEM	Hiển vi điện tử truyền qua (Transmission Electron Microscopy)
TG - DTA	Phép phân tích nhiệt (Thermal Analysis)
UV - Vis	Tử ngoại khả kiến (Ultraviolet–visible spectroscopy)
XRD	Nhiễu xạ tia X (X - Ray Diffraction)

DANH MỤC BẢNG BIỂU

Bảng 2.1. Bảng pha các dung dịch chuẩn PR xác định khoảng tuyến tính	28
Bảng 3.1. Độ hấp thụ quang các dung dịch PR nồng độ 1 ppm đến 30 ppm	39
Bảng 3.2: Độ hấp thụ, nồng độ dung dịch và hiệu suất quang xúc tác chuyển hóa PR nồng độ 20 ppm dưới ánh sáng mặt trời của ZnO và Ag/ZnO.	40
Bảng 3.3 : Hiệu suất khuyến hóa PR khi dùng xúc tác quang Ag/ZnO và dung dịch PR với nồng độ khác nhau, số lần tái sử dụng vật liệu	41
Bảng 3.4. Số khuẩn lạc của mẫu đối chứng khi pha loãng	45
Bảng 3.5. Số khuẩn lạc của mẫu Ag/ZnO 1:30 - 450°C ở các nồng độ pha loãng	46
Bảng 3.6. Số khuẩn lạc của mẫu đối chứng khi pha loãng	48
Bảng 3.7. Số khuẩn lạc của mẫu Ag/ZnO 1:30 - 450°C ở các nồng độ pha loãng	49

DANH MỤC HÌNH VẼ

Hình 1.1. Cấu trúc Wurtzite và Blende của ZnO.....	3
Hình 1.2. Phổ huỳnh quang của ZnO khối loại n.....	5
Hình 1.3. Quá trình chế tạo vật liệu bằng phương pháp sol - gel	8
Hình 1.4. Quá trình ngưng tụ	9
Hình 1.5. Vùng năng lượng của chất dẫn điện, bán dẫn, chất dẫn điện.....	10
Hình 1.6. Electron và lỗ trống quang sinh khi chất bán dẫn bị kích thích.....	11
Hình 1.7. Cơ chế xúc tác quang của chất bán dẫn	12
Hình 1.8. Công thức cấu tạo của phenol đỏ	13
Hình 1.9. Cân bằng phản ứng của phenol vàng và phenol đỏ	14
Hình 1.10. Vi khuẩn trực khuẩn mũ xanh.....	15
Hình 1.11. Tụ cầu vàng	16
Hình 1.12. Sơ đồ để mẫu và cặp nhiệt điện cho TGA - DTA.....	18
Hình 1.13. Minh họa sự nhiễu xạ của tia X	19
Hình 1.14. Minh họa độ rộng nửa chiều cao peak, FWHM.....	20
Hình 1.15. Nguyên tắc phát xạ tia X dùng trong phổ	22
Hình 2.1. Pha loãng mẫu	32
Hình 2.2. Kỹ thuật cấy chang.....	33
Hình 3.1. Giảm đồ phân tích nhiệt mẫu Ag/ZnO.....	34
Hình 3.2. Giảm đồ nhiễu xạ tia X của mẫu ZnO và Ag/ZnO	35
Hình 3.3. Phổ SEM - EDX của mẫu Ag/ZnO.....	36
Hình 3.4. Ảnh SEM của ZnO và Ag/ZnO	36
Hình 3.5. Phổ UV – Vis của mẫu bột ZnO và Ag/ZnO.....	37
Hình 3.6. Sự phụ thuộc của độ hấp thụ quang dung dịch phenol đỏ pH = 7 vào bước sóng trong phép xác định phenol đỏ	38
Hình 3.7. Đường chuẩn để xác định nồng độ PR bằng phương pháp UV – Vis	39
Hình 3.8. Hiệu suất phân hủy PR của vật liệu Ag/ZnO.....	41
Hình 3.9. Hoạt tính xúc tác của vật liệu tổ hợp Ag/ZnO	42

Hình 3.10. Hiệu quả xử lý PR của vật liệu tổ hợp Ag/ZnO khi có mặt chất một số tác nhân cản trở phản ứng.....	42
Hình 3.11. Hình ảnh kết quả khử khuẩn Pseu của mẫu Ag/ZnO nồng độ khác nhau	44
Hình 3.12. Khuẩn lạc của mẫu đối chứng khi pha loãng.....	45
Hình 3.13. Khuẩn lạc của mẫu vật liệu Ag/ZnO 1:30 nung ở 450°C nồng độ 0,01g/ml khi pha loãng.....	45
Hình 3.14. Khuẩn lạc của mẫu vật liệu Ag/ZnO 1:30 nung ở 450°C nồng độ 0,02g/ml khi pha loãng.....	45
Hình 3.15. Khuẩn lạc của mẫu vật liệu Ag/ZnO 1:30 nung ở 450°C nồng độ 0,05g/ml khi pha loãng.....	46
Hình 3.16. Khuẩn lạc của mẫu vật liệu Ag/ZnO 1:30 nung ở 450°C nồng độ 0,1g/ml khi pha loãng.....	46
Hình 3.17. Hình ảnh kết quả khử khuẩn tụ cầu vàng của mẫu Ag/ZnO tỉ lệ 1:30 nung ở 450°C nồng độ khác nhau	47
Hình 3.18. Khuẩn lạc của mẫu đối chứng khi pha loãng.....	48
Hình 3.19. Khuẩn lạc của mẫu vật liệu Ag/ZnO 1:30 nung ở 450°C nồng độ 0,01g/ml khi pha loãng.....	48
Hình 3.20. Khuẩn lạc của mẫu vật liệu Ag/ZnO 1:30 nung ở 450°C nồng độ 0,02g/ml khi pha loãng.....	48
Hình 3.21. Khuẩn lạc của mẫu vật liệu Ag/ZnO 1:30 nung ở 450°C nồng độ 0,05g/ml khi pha loãng.....	49
Hình 3.22. Khuẩn lạc của mẫu vật liệu Ag/ZnO 1:30 nung ở 450°C nồng độ 0,1g/ml khi pha loãng.....	49

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN	i
DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VIẾT TẮT	ii
DANH MỤC BẢNG BIỂU	iii
DANH MỤC HÌNH VẼ.....	iv
MỞ ĐẦU.....	1
CHƯƠNG 1. TỔNG QUAN.....	3
1.1. TỔNG QUAN VỀ VẬT LIỆU ZnO.....	3
1.1.1. Cấu trúc vật liệu	3
1.1.2. Tính chất hóa lý.....	4
1.1.3. Tính chất điện.....	4
1.1.4. Tính chất quang.....	4
1.1.5. Vật liệu tổ hợp của ZnO.....	5
1.2. PHƯƠNG PHÁP TỔNG HỢP VẬT LIỆU	6
1.2.1. Các phương pháp tổng hợp vật liệu nano	6
1.2.2. Phương pháp sol - gel.....	8
1.3. HOẠT TÍNH CỦA VẬT LIỆU Ag/ZnO.....	10
1.3.1. Hoạt tính quang xúc tác một số hợp chất màu hữu cơ.....	10
1.3.2. Hoạt tính kháng khuẩn	15
1.4. MỘT SỐ PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HÓA LÝ	17
1.4.1. Phương pháp phân tích nhiệt TGA - DTA.....	17
1.4.2. Phương pháp nhiễu xạ tia X.....	18
1.4.3. Hiển vi điện tử quét.....	21
1.4.4. Phương pháp phổ tán sắc năng lượng tia X	21
1.4.5. Phổ hấp thụ tử ngoại - khả kiến	23
CHƯƠNG 2. THỰC NGHIỆM	24
2.1. NỘI DUNG NGHIÊN CỨU	24
2.2. NGUYÊN LIỆU, HÓA CHẤT VÀ THIẾT BỊ.....	24

2.2.1. Nguyên liệu, hóa chất.....	24
2.2.2. Thiết bị	25
2.3. QUY TRÌNH THỰC NGHIỆM.....	26
2.3.1. Quy trình tổng hợp hệ vật liệu Ag/ZnO.....	26
2.3.2. Phương pháp đánh giá khả năng quang xúc tác của vật liệu ZnO.....	26
2.3.3. Đánh giá hoạt tính diệt khuẩn của vật liệu Ag/ZnO	31
CHƯƠNG 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	34
3.1. Xác định nhiệt độ đốt cháy gel.....	34
3.3. Đặc tính quang xúc tác của vật liệu	38
3.3.1. Khảo sát bước sóng hấp thụ cực đại của PR.....	38
3.3.2. Khảo sát khoảng tuyến tính giữa nồng độ PR và mật độ quang.....	38
3.3.3. Các yếu tố ảnh hưởng đến khả năng quang xúc tác chuyển hóa PR của vật liệu tổng hợp.....	40
3.3.4. Phân tích xác định cơ chế quang xúc tác chuyển hóa PR của vật liệu tổng hợp Ag/ZnO	42
3.4. Khả năng kháng khuẩn.....	44
3.4.1. Khả năng kháng khuẩn của vật liệu tổng hợp Ag/ZnO trên vi khuẩn Gram âm (Đại diện là Pseu)	44
3.4.2. Khả năng kháng khuẩn của vật liệu tổng hợp trên vi khuẩn gram dương - Đại diện là tụ cầu vàng.....	47
KẾT LUẬN	51
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	52

MỞ ĐẦU

Kẽm oxit (ZnO) là một loại hợp chất bán dẫn II - VI (II - VI compound semiconductor) với năng lượng vùng cấm trực tiếp rộng (3,1 - 3,2 eV) và năng lượng liên kết kích thích lớn (60 meV) ở nhiệt độ phòng; vật liệu này đã và đang hấp dẫn sự chú ý của nhiều nhà nghiên cứu, do tính chất điện và quang điện độc đáo cũng như tiềm năng ứng dụng của nó trong lĩnh vực huỳnh quang, quang xúc tác, hoá điện, cảm biến khí, điện hoá và tế bào mặt trời [10-12]. ZnO có các hình thái vô cùng phong phú tùy thuộc vào phương pháp tổng hợp khác nhau: dạng nano cầu, nano que, cấu trúc nano đa chiều hình zigzag, hình bông hoa, v.v... ZnO cũng được xem có tiềm năng thay thế TiO_2 do có năng lượng vùng cấm tương tự và giá thành thấp.

Các nghiên cứu cho thấy, cách hiệu quả nhất để tăng hoạt tính quang xúc tác của ZnO trong vùng khả kiến bằng cách làm giảm độ rộng vùng cấm của nó là làm giảm kích thước của vật liệu hoặc biến tính ZnO bằng một số kim loại hay á kim nhằm thay đổi cấu trúc điện tử, làm ngăn cản sự tái kết hợp của cặp điện tử - lỗ trống sinh ra do sự kích thích của ánh sáng tử ngoại - khả kiến. Kết quả này tạo ra các vật liệu xúc tác có hoạt tính xúc tác quang hóa tốt [10, 12, 18]. Ag được biết có hiệu ứng đặc biệt khi tồn tại ở kích thước nanomet là “Cộng hưởng Plasmon bề mặt”. Kích thước, khoảng cách giữa các hạt nano Ag có thể hấp thụ các bước sóng khác nhau trong vùng nhìn thấy. Điều này giúp cải thiện hoạt tính quang học của ZnO trong vùng ánh sáng nhìn thấy [14,15,18,19,22].

Các ứng dụng của hoạt tính quang xúc tác của ZnO thường được ứng dụng phủ lên kính dùng làm cửa, cửa sổ,..., do đó khả năng diệt khuẩn làm trong lành không khí là rất cần thiết, đặc tính được cải thiện rõ rệt khi dùng Ag [14,19,22].

Trên cơ sở đó và căn cứ vào điều kiện nghiên cứu của phòng thí nghiệm, chúng tôi chọn đề tài “*Phân tích đặc trưng cấu trúc và tính chất của vật liệu tổ*”