ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

LỤC THỊ KIM DUNG

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO, PHÂN TÍCH HÌNH THÁI CẤU TRÚC VÀ TÍNH CHẤT ĐẶC TRƯNG CỦA NANO OXIT SẮT TỪ (Fe_3O_4) VÀ NANO OXIT KẼM (ZnO) ỨNG DỤNG CHẾ TẠO BỘT CHỮA CHÁY

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2019

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu và Công nghệ thông tin – ĐHTN http://lrc.tnu.edu.vn

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

LỤC THỊ KIM DUNG

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO, PHÂN TÍCH HÌNH THÁI CẤU TRÚC VÀ TÍNH CHẤT ĐẶC TRƯNG CỦA NANO OXIT SẮT TỪ (Fe_3O_4) VÀ NANO OXIT KẼM (ZnO) ỨNG DỤNG CHẾ TẠO BỘT CHỮA CHÁY

Chuyên ngành: Công nghệ hóa học
Mã ngành: 8 44 01 18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: GS.TS. Nguyễn Văn Tuyến

THÁI NGUYÊN - 2019

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu và Công nghệ thông tin – ĐHTN http://lrc.tnu.edu.vn

LỜI CẢM ƠN

Lời đầu tiên tôi xin được gửi tới thầy giáo GS-TS. Nguyễn Văn Tuyến lời biết ơn sâu sắc nhất Thầy là người trực tiếp giao đề tài và tận tình chỉ bảo, hướng dẫn, giúp đỡ tôi trong quá trình nghiên cứu và hoàn thành luận văn.

Tôi xin cảm ơn thầy chủ nhiệm cùng toàn thể thầy, cô khoa Hóa học các anh, chị ,em và các bạn phòng Vật liệu tiên tiến Viện hóa học đã giúp đỡ tạo điều kiện thuận lợi cho tôi trong suốt quá trình thực hiện đề tài. Và tôi xin trân thành cảm ơn đơn vị cơ quan nơi tôi công tác đã tạo điều kiện cho tôi học tập nghiên cứu hoàn thành tốt bản luận văn.

Cuối cùng tôi cảm ơn những người thân yêu trong gia đình đã luôn động viên cổ vũ tôi hoàn thành tốt luận văn của mình.

Do về mặt kiến thức còn nhiều hạn chế, luận văn còn nhiều khiếm khuyết. Tôi mong được sự đóng góp ý kiến của quý thầy, cô và mọi người để luận văn hoàn thiện hơn.

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu và Công nghệ thông tin – ĐHTN http://lrc.tnu.edu.vn

MỤC LỤC

DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT ..... a
DANH MỤC HÌNH VÀ ĐỒ THỊ ..... b
MỞ ĐẦU 1
CHƯƠNG 1 TỔNG QUAN 2
1. GIỚI THIỆU 2
1.1. Lý do chọn đề tài 2
1.2. Bột chữa cháy vô cơ 3
1.2. Oxit Sắt từ 4
1.3. Oxit Kẽm 5
1.4. Phương pháp chế tạo nano oxit sắt và nano oxit kẽm 5
1.4.1. Phương pháp chế tạo nano oxit sắt 5
1.4.2. Phương pháp chế tạo nano oxit sắt 6
1.5. Ứng dụng của nano oxit sắt và nano oxit zẽm 11
1.5.1. Ứng dụng của nano oxit sắt 11
1.5.2. Ứng dụng của nano oxit kẽm 12
CHƯƠNG 2. MỤC TIÊU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU 17
2.1. Mục tiêu của đề tài 17
2.2. Nội dung nghiên cứu 17
2.3. Hóa chất 17
2.4. Phương pháp luận và phương pháp nghiên cứu 17
2.4.1. Phương pháp chế tạo vật liệu 17
2.4.2. Phương pháp nghiên cứu hình thái, cấu trúc : 19
2.5. Nghiên cứu khả năng hấp phụ khói và khí độc của vật liệu nano oxit sắt và nano oxit kẽm 24
2.5.1. Thử nghiệm khả năng hấp phụ khói và khí độc của vật liệu nano oxit sắt 24
CHƯƠNG 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN 25
3.1. Kết quả nghiên cứu các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình tổng hợp nano oxit sắt 25
3.1.1. Ảnh hưởng của pH 25

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu và Công nghệ thông tin – ĐHTN http://lrc.tnu.edu.vn

3.1.2. Ảnh hưởng của tỷ lệ Fe^{2+}/Fe^{3+} 26
3.1.3. Ảnh hưởng của việc dùng chất hoạt động bề mặt PEG 27
3.1.4. Kết quả phân tích hình thái cấu trúc của nano oxit sắt 28
3.1.5. Kết quả nghiên cứu diện tích bề mặt riêng của nano oxit sắt (Fe_3O_4) 33
3.2. Kết quả phân tích hình thái cấu trúc của nano oxit kẽm 34
3.2.1. Kết quả phân tích hình thái cấu trúc của nano oxit kẽm 34
3.2.2. Kết quả nghiên cứu diện tích bề mặt riêng của nano oxit kẽm 40
3.3. Kết quả nghiên cứu khả năng hấp phụ của vật liệu chống cháy nano 41
3.3.1. Khả năng hấp phụ khói và khí độc của vật liệu nano oxit sắt.....41
3.3.2. Khả năng hấp phụ khói và khí độc của vật liệu nano oxit kẽm 48
KẾT LUẬN 56
TÀI LIỆU THAM KHẢO 57

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu và Công nghệ thông tin – ĐHTN http://lrc.tnu.edu.vn

DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT

Fe_3O_4	Na no Oxit sắt từ
ZnO	*Na no Oxit kẽm*
CO_2	khí cacbonic
PCCC	*Phòng cháy chữa cháy*

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu và Công nghệ thông tin – ĐHTN http://lrc.tnu.edu.vn

DANH MỤC HÌNH VÀ SƠ ĐỒ

Hình:

Hình 1: Nano oxit kẽm được tổng hợp bằng phương pháp sol-gel: (a) màng mỏng nano oxit kẽm; (b) bột nano oxit kẽm. 9

Hình 2: Tiêu thụ kẽm oxit trên toàn thế giới 12

Hình 3: Sơ đồ biểu diễn tất cả các ứng dụng của ZnO đã được đề cập. 13

Hình 4: Ảnh hưởng của giá trị pH đối với kích thước hạt nano oxit sắt từ. 25

Hình 5: Ảnh hưởng của tỷ lệ Fe^{2+}/Fe^{3+} đối với kích thước hạt nano oxit sắt từ 26

Hình 6: Phổ XRD của mẫu Fe_3O_4 không dùng chất hoạt động bề mặt (Fe_3O_4) và sử dụng chất hoạt động bề mặt (Fe_3O_4/PEG 2% và Fe_3O_4/PEG 4%). 28

Hình 7: Ảnh chụp hình thái bề mặt (SEM) của các mẫu (a) Fe_3O_4; (b) Fe_3O_4/PEG 2%; (c) Fe_3O_4/PEG 4%; (d) phân bố kích thước hạt của mẫu Fe_3O_4/PEG 2%. 29

Hình 8: Phổ hồng ngoại (FTIR) (a) của các mẫu oxit Fe_3O_4;(b) phổ hồng ngoại của Fe_3O_4/PEG 4% từ bước sóng 1000 – 1500 cm^{-1}, được phóng đại tương ứng với hình (a). 31

Hình 9: Đường thay đổi khối lượng bởi nhiệt độ của các mẫu (a) Fe_3O_4/PEG 2% và (b) Fe_3O_4/PEG 4%. 33

Hình 10: a) Ảnh chụp hình thái bề mặt của Fe_3O_4; b) Đường đẳng nhiệt hấp phụ và giải hấp phụ N_2 của Fe_3O_4. 34

Hình 11: Phổ XRD của mẫu ZnO không dùng chất hoạt động bề mặt (ZnO) và sử dụng chất hoạt động bề mặt (ZnO/PEG 400:1, ZnO/PEG 300:1, và ZnO/PEG 200:1) 35

Hình 12: Phổ hồng ngoại (FTIR); (a) mẫu oxit kẽm không sử dụng PEG (ZnO); và các mẫu có sử dụng PEG, (b) mẫu ZnO/PEG 400:1, (c) ZnO/PEG 300:1, và (d) ZnO/PEG 200:1. 36

Hình 13: Ảnh chụp hình thái bề mặt (SEM) của các mẫu oxit kẽm (a) không sử dụng PEG (ZnO); và các mẫu có sử dụng PEG, (b) mẫu ZnO/PEG 400:1, (c) ZnO/PEG 300:1, và (d) ZnO/PEG 200:1. 38

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu và Công nghệ thông tin – ĐHTN http://lrc.tnu.edu.vn

Hình 14: Đường thay đổi khối lượng bởi nhiệt độ của các mẫu (a) ZnO/PEG 400:1 và (b) ZnO/PEG 300:1 39
Hình 15: a) Ảnh chụp hình thái bề mặt của ZnO; b) Đường đẳng nhiệt hấp phụ và giải hấp phụ N_2 của ZnO. 40
Hình 16: Phổ nhiễu xạ tia X trước và sau khi hấp phụ 120 phút khí NOx của Fe_3O_4....42
Hình 17: Phổ IR của các mẫu Fe_3O_4 trước và sau khi hấp phụ khí độc NOx 43
Hình 18: Lượng khí NOx hấp phụ lên trên bề mặt Fe_3O_4 ở mỗi thời điểm xác định.....44
Hình 19: Phổ nhiễu xạ tia X trước và sau khi hấp phụ khí SO_2 của Fe_3O_4.....45
Hình 20: Phổ IR của các mẫu Fe_3O_4 trước và sau khi hấp phụ khí độc SO_2 46
Hình 21: Lượng khí SO_2 hấp phụ lên trên bề mặt Fe_3O_4 ở mỗi thời điểm xác định. 46
Hình 22: Phổ nhiễu xạ tia X trước và sau khi hấp phụ khí HCN của Fe_3O_4.....47
Hình 23: Phổ IR của các mẫu Fe_3O_4 trước và sau khi hấp phụ.....48
Hình 24: Phổ nhiễu xạ tia X trước và sau khi hấp phụ 120 phút khí NOx của ZnO.....49
Hình 25: Phổ IR của các mẫu ZnO trước và sau khi hấp phụ khí độc NOx 50
Hình 26: Lượng khí NOx hấp phụ lên trên bề mặt ZnO ở mỗi thời điểm xác định.....51
Hình 27: Phổ nhiễu xạ tia X trước và sau khi hấp phụ khí SO_2 của ZnO.....51
Hình 28: Phổ IR của các mẫu ZnO trước và sau khi hấp phụ khí độc SO_2 52
Hình 29: Lượng khí SO_2 hấp phụ lên trên bề mặt ZnO ở mỗi thời điểm xác định. 53
Hình 30: Phổ nhiễu xạ tia X trước và sau khi hấp phụ khí HCN của ZnO.....54
Hình 31: Phổ IR của các mẫu ZnO trước và sau khi hấp phụ khí độc HCN.....55
Hình 32: Lượng khí HCN hấp phụ bởi ZnO ở mỗi thời điểm xác định.....55

Sơ đồ:

Sơ đồ 2.1. Quy trình tổng hợp nano oxit sắt 18
Sơ đồ 2.2. Quy trình tổng hợp nano oxit kẽm 19

MỞ ĐẦU

Trong những năm gần đây, công nghệ Nano là một bước đột phá trong các ngành Khoa học kỹ thuật. Đối tượng của ngành công nghệ này là vật liệu nano, là vật liệu có kích thước rất nhỏ (từ 1 -100nm). Với kích thước nhỏ như vậy, các vật liệu nano thể hiện nhiều đặc tính thú vị, ưu việt so với các các vật liệu thông thường khác.

Với sự phát triển của khoa học và kinh tế cũng như sự phát triển dân số nhanh chóng của đất nước, các công trình xây dựng ngày càng càng nhiều để đáp ứng nhu cầu dân sinh của xã hội. Tuy nhiên, vấn đề đặt ra là làm sao đảm bảo được công tác phòng cháy, chữa cháy và đảm bảo công tác cứu nạn, cứu hộ.

Bột chữa cháy thân thiện với môi trường và hiệu quả cao trong ngăn chặn đám cháy. Một số kết quả được chỉ ra như sau: Hiệu quả ức chế cháy của bột chữa cháy cao hơn 40 lần so với nước, bọt, 4 lần so với CO_2 và 2,5 lần so với alkyl halogenua. Bột chữa cháy có ứng dụng rộng rãi và bình bột chữa cháy là sản phẩm bắt buộc trong các nhà máy, cơ quan và khu dân cư.

Hiện nay, việc sử dụng các chất nano trong các loại bột chữa cháy đang được nghiên cứu phát triển do độ trơn chảy của bột chữa cháy sử dụng các hạt nano cao hơn hẳn so với các bột chữa cháy thông thường. Ngoài ra, diện tích bề mặt cao giúp tăng khả năng hấp thu khói độc, khả năng dập tắt các đám cháy nhanh chóng và hấp thụ lượng nhiệt lớn. Trong đó, nano oxit sắt từ (Fe_3O_4), nano oxit kẽm (ZnO) đã thu hút được nhiều sự chú ý do phương pháp chế tạo đơn giản, rẻ tiền và có nhiều ứng dụng trong khoa học và đời sống.

Do vậy, trong luận văn này, chúng tôi thực hiện đề tài: "***Nghiên cứu chế tạo, phân tích hình thái, cấu trúc và các tính chất đặc trưng của nano oxit sắt từ (Fe_3O_4) và nano oxit kẽm (ZnO) ứng dụng chế tạo bột chữa cháy***"

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu và Công nghệ thông tin – ĐHTN http://lrc.tnu.edu.vn

CHƯƠNG 1 TỔNG QUAN

1. GIỚI THIỆU

1.1. Lý do chọn đề tài

Theo số liệu thống kê của Tổng cục Cảnh sát quản lý hành chính về trật tự, an toàn xã hội: Năm 2017, tình hình cháy, nổ trên cả nước có nhiều diễn biến phức tạp, khó lường. Theo thống kê, trên cả nước đã xảy ra 4.114 vụ cháy nổ, làm chết 119 người, bị thương 270 người, thiệt hại về tài sản trị giá ước tính trên 2000 tỷ đồng. Qua phân tích, tình hình cháy, nổ gây thiệt hại nghiêm trọng về người và tài sản chủ yếu là cháy nhà dân, nhà liền kề và một số loại hình cơ sở kinh doanh như khu công nghiệp, cây xăng, các cơ sở kinh doanh dịch vụ vui chơi giải trí như karaoke, vũ trường, quán bar [1-3].

Theo số liệu thống kê thì hơn 80% người bị nạn do hỏa hoạn bị tử vong không phải do sức nóng của lửa làm bỏng và bị thương mà đa phần do nhiễm khói độc hoặc ngạt khói [4,5]. Thành phần chính của khói lửa gây hại tới sức khỏe là khí CO; gần đây, khí hydrogen cyanide (HCN) đã được liệt vào danh sách các khí độc trong khói của các vụ hỏa hoạn. Ngoài ra, khói trong các vụ hỏa hoạn còn có thể chứa các hợp chất độc hại khác như: các hạt khói cacbon, khí CO_2, HCl, NOx, SO_x, H_2S…[6,7]

Khả năng loại bỏ khói và khí độc của các bột chữa cháy hóa học truyền thống rất kém và không thể giải quyết các mối nguy hiểm do các hợp chất độc hại gây ra. Do đó, cần phải có một yêu cầu thực tế về các phương pháp làm sạch khói, chữa cháy và hấp thụ khói và khí độc trong các vụ hỏa hoạn.

Trong thời gian gần đây, việc sử dụng các vật liệu cấu trúc nano trong các loại bột chữa cháy đang được nghiên cứu phát triển do nhiều tính năng ưu việt của loại vật liệu này. Các vật liệu nano được sử dụng không chỉ để nâng cao độ trơn chảy mà còn mang lại khả năng hấp phụ khói và khí độc của bột chữa cháy. [8]. Trong đó, các hạt nano tinh thể có diện tích bề mặt riêng lớn như oxit sắt từ (Fe_3O_4) và nano oxit kẽm (ZnO) đã thu hút được nhiều sự chú ý do phương pháp chế tạo đơn giản, rẻ tiền, thân thiện với môi trường và có nhiều ứng dụng trong đời sống và nghiên cứu.

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu và Công nghệ thông tin – ĐHTN http://lrc.tnu.edu.vn