

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

HOÀNG THỊ CHÂM

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC
CỦA VẬT LIỆU NANO ZnO PHA TẠP NiFe₂O₄**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2019

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

HOÀNG THỊ CHÂM

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC
CỦA VẬT LIỆU NANO ZnO PHA TẠP NiFe₂O₄**

Ngành: Hóa vô cơ

Mã số: 8 44 01 13

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: PGS.TS Nguyễn Thị Tố Loan

THÁI NGUYÊN - 2019

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 kết quả, số liệu nêu trong luận văn này là trung thực và chưa từng được ai công bố trong bất kì công trình nào khác.

Thái Nguyên, ngày 5 tháng 5 năm 2019

Người thực hiện

Hoàng Thị Châm

LỜI CẢM ƠN

Luận văn này đã được hoàn thành tại khoa Hóa Học, trường Đại học Sư phạm, Đại học Thái Nguyên. Trước hết, 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 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 cán bộ các phòng máy của Viện Khoa học Vật liệu, Viện Hóa học - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam, Viện Vệ sinh Dịch tễ Trung ương, Khoa Hóa học Trường Đại học Khoa học tự nhiên, Khoa Hóa học Trường Đại học Sư phạm Hà Nội, các bạn bè đồng nghiệp đã giúp đỡ động viên, tạo mọi điều kiện thuận lợi cho tôi trong suốt quá trình thực nghiệm và hoàn thành luận văn.

Xin bày tỏ lòng biết ơn chân thành đến gia đình, những người đã không ngừng động viên, hỗ trợ và tạo mọi điều kiện tốt nhất cho tôi trong suốt thời gian học tập và thực hiện luận văn.

Mặc dù đã có rất nhiều cố gắng, song do thời gian có hạn, khả năng nghiên cứu của bản thân còn hạn chế nên luận văn của em có thể còn thiếu sót. Em rất mong nhận được sự góp ý, chỉ bảo của thầy cô, bạn bè đồng nghiệp và những người đang quan tâm đến vấn đề đã trình bày trong luận văn để bản luận văn được hoàn thiện hơn.

Thái Nguyên, ngày 5 tháng 5 năm 2019

Người thực hiện

Hoàng Thị Châm

MỤC LỤC

	Trang
LỜI CAM ĐOAN	i
LỜI CẢM ƠN	ii
MỤC LỤC	iii
DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT.....	iv
DANH MỤC CÁC BẢNG.....	v
DANH MỤC CÁC HÌNH.....	vi
MỞ ĐẦU	1
Chương 1: TỔNG QUAN	2
1.1. Các phương pháp điều chế vật liệu nano.....	2
1.1.1. Phương pháp thủy nhiệt.....	3
1.1.2. Phương pháp đồng kết tủa	3
1.1.3. Phương pháp sol-gel	3
1.1.4. Phương pháp tổng hợp đốt cháy	4
1.2. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu	6
1.2.1. Phương pháp nhiễu xạ Ronghen.....	6
1.2.2. Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua (TEM).....	7
1.2.3. Phương pháp đo diện tích bề mặt riêng (BET).....	7
1.2.4. Phương pháp đo phổ tán xạ năng lượng tia X (EDX)	8
1.2.5. Phương pháp phổ phản xạ khuếch tán tử ngoại - khả kiến (DRS).....	9
1.2.6. Phương pháp phổ hấp thụ tử ngoại- khả kiến (UV-Vis).....	9
1.3. Tổng quan về vật liệu oxit kẽm	11
1.3.1. Cấu tạo và tính chất của oxit kẽm	11
1.3.2. Tình hình nghiên cứu tổng hợp, ứng dụng của oxit kẽm và oxit kẽm pha tạp.....	11
1.4. Giới thiệu về Rhodamin B	15
Chương 2: THỰC NGHIỆM	17
2.1. Dụng cụ, hóa chất	17
2.1.1. Dụng cụ, máy móc	17
2.1.2. Hóa chất	17

2.2. Tổng hợp vật liệu nano ZnO pha tạp NiFe ₂ O ₄ bằng phương pháp đốt cháy dung dịch.....	17
2.2.1. Tổng hợp oxit nano ZnO	17
2.2.2. Tổng hợp nano spinel NiFe ₂ O ₄	18
2.2.3. Tổng hợp vật liệu nano ZnO pha tạp NiFe ₂ O ₄	18
2.3. Nghiên cứu một số đặc trưng của các vật liệu.....	18
2.4. Nghiên cứu hoạt tính quang xúc tác phân hủy Rhodamin B của các vật liệu.....	19
2.4.1. Xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ Rhodamin B.....	19
2.4.2. Khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ.....	19
2.4.3. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng	20
2.4.4. Khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu	20
2.4.5. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ H ₂ O ₂	21
Chương 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	22
3.1. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp nhiễu xạ Ronghen.....	22
3.2. Kết quả nghiên cứu hình thái học và diện tích bề mặt riêng của mẫu.....	24
3.3. Kết quả nghiên cứu mẫu bằng phương pháp phổ tán xạ năng lượng tia X	25
3.4. Kết quả nghiên cứu mẫu bằng phương pháp phổ phản xạ khuếch tán UV-Vis (DRS).....	27
3.5. Kết quả nghiên cứu hoạt tính quang xúc tác phân hủy Rhodamin B của mẫu.....	28
3.5.1. Xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ Rhodamin B (RHB).....	28
3.5.2. Thời gian đạt cân bằng hấp phụ.....	29
3.5.3. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng	33
3.5.4. Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu	34
3.5.5. Ảnh hưởng của lượng H ₂ O ₂	34
KẾT LUẬN	36
TÀI LIỆU THAM KHẢO	37
DANH MỤC CÁC CÔNG TRÌNH KHOA HỌC ĐÃ CÔNG BỐ	
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT

BET	:	Brunauer-Emmett-Teller
CS	:	Combustion Synthesis
CTAB	:	Cetyl Trimetyl Amoni Bromua
DTA	:	Differential Thermal Analysis
EDA	:	Etylen Diamin
EDX	:	Energy Dispersive X-ray
GPC	:	Gas Phase Combustion
PAA	:	Poli Acrylic Axit
PEG	:	Poli Etylen Glicol
PGC	:	Polimer Gel Combustion
PVA	:	Poli Vinyl Ancol
SC	:	Solution Combustion
SEM	:	Scanning Electron Microscopy
SHS	:	Self Propagating High Temperature
SSC	:	Solid State Combustion
TEM	:	Transmission Electron Microscopy
XRD	:	X-Ray Difraction

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 2.1. Khối lượng các chất ban đầu có trong mẫu NF10 ÷ NF50.....	18
Bảng 2.2. Số liệu xây dựng đường chuẩn Rhodamin B	19
Bảng 3.1. Kích thước tinh thể của các vật liệu ZnO, NF10 ÷ NF40	24
Bảng 3.2. Thành phần % nguyên tố có trong các vật liệu ZnO và NF40.....	26
Bảng 3.3. Giá trị bước sóng hấp thụ λ và năng lượng vùng cấm E_g của các mẫu ZnO và NF10÷NF50.....	28
Bảng 3.4. Hiệu suất phân hủy RhB khi có mặt H_2O_2 và các vật liệu ZnO, NF10÷50 sau 300 phút chiếu sáng	31
Bảng 3.5. Bảng giá trị $\ln(C_0/C_t)$ theo thời gian khi có mặt các vật liệu	32

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Sơ đồ nguyên lý hoạt động của máy đo phổ EDX	9
Hình 1.2. Cấu trúc lục phương của ZnO.....	11
Hình 1.3. Hình ảnh minh họa cơ chế quang xúc tác trên chất bán dẫn	13
Hình 1.4. Sơ đồ phân hủy metylen xanh trên chất xúc tác NiFe ₂ O ₄ /ZnO	14
Hình 1.5. Sơ đồ phân hủy metyl da cam trên chất xúc tác ZnFe ₂ O ₄ /ZnO.....	14
Hình 1.6. Công thức cấu tạo (a) và phổ UV-Vis (b) của Rhodamin B.....	15
Hình 21. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB ở các nồng độ khác nhau (a) và đường chuẩn xác định nồng độ của RhB(b)	15
Hình 3.1. Giải đồ XRD của mẫu ZnO khi nung ở 500°C	15
Hình 3.2. Giải đồ XRD của mẫu NiFe ₂ O ₄ khi nung ở 500°C.....	15
Hình 3.3. Giải đồ nhiễu xạ Ronghen của các vật liệu ZnO (1), NF10 (2), NF20(3), NF30 (4), NF40 (5) và NF50 (6)	23
Hình 3.4. Ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của mẫu ZnO	24
Hình 3.5. Ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của mẫu NF10.....	25
Hình 3.6. Ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của mẫu NF40.....	25
Hình 3.7. Phổ EDX của mẫu ZnO	26
Hình 3.8. Phổ EDX của mẫu NF40	26
Hình 3.9. Phổ DRS của các mẫu ZnO, NF10÷NF50.....	27
Hình 3.10. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian khi có mặt vật liệu NF40 (a) và hiệu suất hấp phụ RhB (b).....	29
Hình 3.11. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian khi có mặt H ₂ O ₂ (a) và hiệu suất phân hủy RhB (b).....	29
Hình 3.12. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian với sự có mặt ZnO (a) và của ZnO + H ₂ O ₂ (b)	29
Hình 3.13. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian với sự có mặt của NF10 (a) và của NF10 + H ₂ O ₂ (b).....	30
Hình 3.14. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian khi có mặt H ₂ O ₂ và vật liệu NF20 (a), NF30 (b).....	31

Hình 3.15. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian khi có mặt H ₂ O ₂ và vật liệu NF40 (c), NF50 (d).....	31
Hình 3.16. Sự phụ thuộc ln(C ₀ /C _t) vào thời gian khi có mặt vật liệu ZnO (a) và NF10 (b)	32
Hình 3.17. Sự phụ thuộc ln(C ₀ /C _t) vào thời gian khi có mặt vật liệu NF20 (c) và NF30 (d)	33
Hình 3.18. Sự phụ thuộc ln(C ₀ /C _t) vào thời gian khi có mặt vật liệu NF40 (e) và NF50 (f)	33
Hình 3.19. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian khi có mặt H ₂ O ₂ và vật liệu NF40 với khối lượng 25 mg (a), 50 mg (b), 75 mg (c), 100 mg (d).....	34
Hình 3.20. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian khi có mặt vật liệu NF40 và H ₂ O ₂ 30% với thể tích 1,0 ÷ 2,0 mL và hiệu suất phân hủy Rh sau 300 phút	35