

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

NGUYỄN TRÀ MY

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA VẬT LIỆU
NANO ZnO PHA TẠP $ZnFe_2O_4$**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2019

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

NGUYỄN TRÀ MY

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA VẬT LIỆU
NANO ZnO PHA TẠP $ZnFe_2O_4$**

Ngành: HÓA VÔ CƠ

Mã số: 8 440113

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 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.

Thái Nguyên, tháng 05 năm 2019

Tác giả

Nguyễn Trà My

LỜI CẢM ƠN

Tôi xin bày tỏ lòng kính trọng, biết ơn và chân thành gửi lời cảm ơn sâu sắc của mình tới **PGS.TS Nguyễn Thị Tô Loan** - người đã tận tình hướng dẫn, động viên và tạo mọi điều kiện thuận lợi giúp đỡ tôi trong suốt quá trình học tập, nghiên cứu, thực hiện và hoàn thành luận văn. Đồng thời tôi xin gửi lời cảm ơn tới các thầy cô giáo trong tổ hóa Vô cơ – bộ môn Hóa học Ứng dụng, các thầy cô trong khoa Hóa học-trường Đại học Sư phạm Thái Nguyên, các bạn học viên cao học K25 đã giúp đỡ tôi trong suốt quá trình học tập, nghiên cứu tại trường.

Tôi xin cảm ơn các em sinh viên nghiên cứu đề tài khoa học, các em sinh viên thực hiện khóa luận tốt nghiệp tại phòng thí nghiệm Hóa Vô cơ đã tạo môi trường nghiên cứu khoa học thuận lợi giúp đỡ tôi hoàn thành các thí nghiệm trong khuôn khổ luận văn.

Tôi xin chân thành cảm ơn!

Thái Nguyên, tháng 05 năm 2019

Tác giả

Nguyễn Trà My

MỤC LỤC

Lời cam đoan	i
Lời cảm ơn.....	ii
Mục lục	iii
Danh mục từ viết tắt	iv
Danh mục các bảng.....	v
Danh mục các hình	vi
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN	2
1.1. Vật liệu nano.....	2
1.1.1. 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.....	3
1.2. Một số phương pháp tổng hợp vật liệu oxit nano.....	5
1.2.1. Phương pháp đồng kết tủa.....	6
1.2.2. Phương pháp thủy nhiệt.....	7
1.2.3. Phương pháp sol-gel.....	7
1.2.4. Phương pháp tổng hợp đốt cháy.....	8
1.3. Tổng quan về oxit ZnO.....	10
1.3.1. Cấu trúc và tính chất của ZnO.....	10
1.3.2. Tình hình nghiên cứu tổng hợp và ứng dụng của nano oxit ZnO và ZnO pha tạp.....	11
1.4. Tổng quan về ure và Rhodamin B.....	14
1.4.1. Ure.....	14
1.4.2. Rhodamin B.....	15
1.5. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu.....	17
1.5.1. Phương pháp nhiễu xạ Rơnghen.....	17

1.5.2. Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua.....	17
1.5.3. Phương pháp đo phổ tán xạ năng lượng tia X.....	18
1.5.4. Phương pháp đo diện tích bề mặt riêng(BET).....	19
1.5.5. Phương pháp đo phổ phản xạ khuếch tán tử ngoại-khả kiến	19
1.5.6. Phương pháp phôi hấp thụ tử ngoại- khả kiến.....	20
Chương 2. THỰC NGHIỆM	21
2.1. Dụng cụ, hóa chất	21
2.1.1. Dụng cụ, máy móc.....	22
2.1.2. Hóa chất.....	22
2.2. Tổng hợp vật liệu ZnO pha tạp ZnFe ₂ O ₄ bằng phương pháp đốt cháy dung dịch.....	22
2.2.1 Tổng hợp oxit nano ZnO	22
2.2.2 Tổng hợp vật liệu ZnFe ₂ O ₄ tinh khiết.....	22
2.2.3 Tổng hợp vật liệu nano ZnO pha tạp ZnFe ₂ O ₄	22
2.3 Nghiên cứu các đặc trưng của vật liệu	23
2.4. Khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến phản ứng quang xúc tác phân huỷ RhodaminB của các vật liệu	23
2.4.1. Xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ.....	23
2.4.2. Khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ.....	24
2.4.3. Ảnh hưởng của thời gian chiếu sáng	25
2.3.4. Khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu.....	25
2.3.5. Khảo sát ảnh hưởng của H ₂ O ₂	25
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	27
3.1. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp nhiễu xạ Ronghen	27
3.2. Nghiên cứu mẫu bằng phương pháp phổ phản xạ khuếch tán tử ngoại- khả kiến (DRS)	29
3.3. Nghiên cứu mẫu bằng phương pháp phổ tán xạ năng lượng tia X (EDX)	30

3.4. Nghiên cứu hình thái học và diện tích bề mặt riêng của mẫu	31
3.5. Kết quả nghiên cứu hoạt tính quang xúc tác phân hủy Rhodamin B của mẫu	33
3.5.1. Thời gian đạt cân bằng hấp phụ.....	33
3.5.2. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng	33
3.5.3.Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu	38
3.5.4. Ảnh hưởng của H ₂ O ₂	39
KẾT LUẬN	41
TÀI LIỆU THAM KHẢO	42

DANH CÁC TỪ VIẾT TẮT

BET	:	Brunauer- Emmett-Teller
CS	:	Combustion Synthesis
CTAB	:	Cetyl trimetyl amoni bromua
DTA	:	Differential Thermal Analysis (phân tích nhiệt vi sai)
EDA	:	Etylen diamin
EDX	:	Energy dispersive X- ray (phổ tán sắc năng lượng tia X)
GPC	:	Gas Phase Combustion
KL	:	Kim loại
PAA	:	Poli acrylic axit
PEG	:	Poli etylen glicol
PGC	:	Polimer Gel Combustion
PVA	:	Poli vinyl ancol
SC	:	Solution Combustion
SDS	:	Natri dodecyl sunfat
SEM	:	Scanning Electron Microscopy (Hiển vi điện tử quét)
SHS	:	Self Propagating High Temperature Synthesis Process
SSC	:	Solid State Combustion
TEM	:	Transmission Electron Microscopy (Hiển vi điện tử truyền qua)
TFTs	:	Thin film transitors
TGA	:	Thermo Gravimetric Analysis-TGA (Phân tích nhiệt trọng lượng)
XRD	:	X-Ray Diffraction (Nhiễu xạ Ronghen)

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 2.1. Khối lượng $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$, $ZnFe_2O_4$, Ure trong các mẫu	23
Bảng 2.2. Số liệu xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ RhB.....	24
Bảng 3.1. Thành phần pha và kích thước tinh thể của các vật liệu ZnO, ZF10 ÷ ZF50	28
Bảng 3.2. Giá trị bước sóng hấp thụ λ và năng lượng vùng cấm E_g của các mẫu.....	29
Bảng 3.4. Bảng giá trị $\ln(C_0/C_t)$ theo thời gian khi có mặt các vật liệu	36

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Một số ví dụ về vật liệu nano: (a) hạt nano, (b) ống nano, (c) màng nano và (d) vật liệu có cấu trúc nano	2
Hình 1.2. Hai nguyên lý cơ bản của công nghệ nano	6
Hình 1.3. Công đoạn sol-gel và các sản phẩm từ quá trình sol-gel	8
Hình 1.4. Cấu trúc lục phương của ZnO.....	10
Hình 1.5. Cấu trúc lập phương giả kim và cấu trúc lập phương kiểu NaCl của ZnO.....	11
Hình 1.6. Minh họa cơ chế quang xúc tác trên chất bán dẫn.....	12
Hình 1.7. Minh họa cơ chế quang xúc tác trên ZnO khi pha tạp $ZnFe_2O_4$	14
Hình 1.8. Công thức cấu tạo của ure.....	15
Hình 1.9. Công thức cấu tạo (a) và phổ UV-Vis (b) của RhB.....	16
Hình 1.10. Sơ đồ nguyên lý hoạt động của máy đo phổ EDX	19
Hình 2.1. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB ở các nồng độ khác nhau (a) và đường chuẩn xác định nồng độ của RhB (b)	24
Hình 3.1. Giải đồ XRD của mẫu ZnO khi nung ở 500°C	27
Hình 3.2. Giải đồ XRD của mẫu $ZnFe_2O_4$ khi nung ở 500°C	27
Hình 3.3. Giải đồ XRD của các mẫu ZF10(1), ZF20(2), ZF30(3), ZF40(4), ZF50(5) khi nung ở 500°C.....	28
Hình 3.4. Phổ DRS của các mẫu ZnO (1), ZF10(2), ZF20(3), ZF30(4), ZF40(5) và ZF50(6) khi nung ở 500°C.....	29
Hình 3.5. Phổ EDX của mẫu mẫu ZnO (a), ZF50 (b) khi nung ở 500°C	30
Hình 3.6. Ảnh TEM của các mẫu ZnO(a), ZF50(b)	31
Hình 3.7a. Đường đẳng nhiệt hấp phụ - khử hấp phụ N_2 của ZnO.....	32
Hình 3.7b. Đường đẳng nhiệt hấp phụ - khử hấp phụ N_2 của ZF50	32
Hình 3.8. Phổ UV-Vis (a) và hiệu suất (b) của dung dịch RhB theo thời gian khi có mặt vật liệu ZF50.....	33
Hình 3.9. Phổ UV-Vis (a) và hiệu suất của sản phẩm phân hủy RhB khi có mặt H_2O_2	34
Hình 3.10. Phổ UV-Vis của dung dịch RhB theo thời gian với sự có mặt của ZnO (a) và của $ZnO + H_2O_2$ (b).....	34