

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

HÀ MINH VIỆT

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VẬT LIỆU TỔ HỢP CẤU TRÚC  
NANO  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  – THAN SINH HỌC ĐỂ XỬ LÝ HẤP PHỤ  
THUỐC NHUỘM MÀU

LUẬN VĂN THẠC SĨ VẬT LÝ

THÁI NGUYÊN – 2019

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

HÀ MINH VIỆT

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VẬT LIỆU TỔ HỢP CẤU TRÚC  
NANO  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  – THAN SINH HỌC ĐỂ XỬ LÝ HẤP PHỤ  
THUỐC NHUỘM MÀU

*Chuyên ngành:* Quang học

*Mã số:* 60 44 01 09

LUẬN VĂN THẠC SĨ VẬT LÝ

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: TS. NGUYỄN THỊ LUYẾN

THÁI NGUYÊN - 2019

## LỜI CẢM ƠN

Lời đầu tiên, tôi xin gửi lời cảm ơn chân thành đến quý Thầy Cô tham gia giảng dạy lớp Cao học Quang học khóa 11, quý Thầy Cô công tác tại Phòng Sau Đại học Trường Đại học Khoa học - Đại học Thái Nguyên. Tôi cũng xin chân thành cảm ơn Ban Giám hiệu Trường THPT Ngô Sĩ Liên tỉnh Bắc Giang đã tạo điều kiện để tôi tham gia học tập và hoàn thành khóa học theo kế hoạch.

Đặc biệt, tôi xin gửi lời cảm ơn chân thành và sâu sắc tới TS. Nguyễn Thị Luyên đã tận tình hướng dẫn và tạo mọi điều kiện cho tôi hoàn thành luận văn.

Tôi xin chân thành cảm ơn bạn bè, đồng nghiệp đã giúp đỡ, tạo điều kiện thuận lợi để tôi hoàn thành luận văn. Mặc dù đã có rất nhiều cố gắng song chắc chắn luận văn không thể tránh khỏi những thiếu sót. Tôi rất mong nhận được sự góp ý, chỉ bảo của các thầy giáo, cô giáo, các bạn đồng nghiệp và những người đang quan tâm đến vấn đề đã trình bày trong luận văn, để luận văn được hoàn thiện hơn.

*Xin trân trọng cảm ơn!*

*Thái Nguyên, tháng 10 năm 2019*

**Tác giả**

**Hà Minh Việt**

## MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN .....	i
MỤC LỤC .....	ii
DANH MỤC CÁC KÍ HIỆU VÀ CÁC CHỮ VIẾT TẮT .....	iv
DANH MỤC CÁC HÌNH VẼ.....	v
DANH MỤC CÁC BẢNG.....	vii
MỞ ĐẦU .....	1
CHƯƠNG 1. TỔNG QUAN.....	3
1.1. Tình trạng ô nhiễm môi trường nước hiện nay .....	3
1.2. Sơ lược về thuốc nhuộm màu.....	4
1.2.1. Định nghĩa thuốc nhuộm màu .....	4
1.2.2. Phân loại thuốc nhuộm.....	5
1.3. Than sinh học và vật liệu nano sắt từ.....	8
1.3.1. Giới thiệu về than sinh học.....	8
1.3.2. Giới thiệu về vật liệu nano oxit sắt từ.....	9
1.3.3. Một số kết quả nghiên cứu sử dụng vật liệu tổ hợp nano oxit sắt từ - than sinh học làm vật liệu hấp phụ.....	12
1.4. Phương pháp hấp phụ.....	19
1.4.1. Các khái niệm.....	19
1.4.2. Cân bằng hấp phụ.....	20
1.4.3. Dung lượng hấp phụ cân bằng .....	20
1.4.4. Hiệu suất hấp phụ.....	20
1.4.5. Nghiên cứu động nhiệt học hấp phụ .....	21
CHƯƠNG 2. CÁC KỸ THUẬT THỰC NGHIỆM.....	26
2.1. Công nghệ chế tạo vật liệu .....	26
2.1.1. Nguyên liệu ban đầu.....	26
2.1.2. Dụng cụ và thiết bị .....	26
2.1.3. Công nghệ chế tạo .....	27

2.1.4. Đánh giá khả năng hấp phụ của vật liệu than sinh học và vật liệu tổ hợp nano oxit sắt từ Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -than sinh học.....	29
2.1.5. Khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến khả năng hấp phụ CV của vật liệu hấp phụ MBC theo phương pháp hấp phụ tĩnh.....	30
2.2. Các phương pháp khảo sát các đặc trưng của vật liệu.....	31
2.2.1. Phương pháp phân tích trắc quang.....	31
2.2.2 Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua (TEM).....	33
2.2.3. Phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD).....	35
2.2.4. Phương pháp tán xạ Raman (RS).....	36
2.2.5. Phương pháp đo VSM.....	37
CHƯƠNG 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	39
3.1. Khảo sát đặc trưng hình thái, cấu trúc của IONPs.....	39
3.2. Khảo sát các đặc trưng của vật liệu tổ hợp nano oxit sắt từ-than sinh học.....	43
3.3. Khảo sát khả năng hấp phụ thuốc nhuộm màu.....	45
3.3.1. Xây dựng đường chuẩn thuốc nhuộm màu.....	45
3.3.2. So sánh khả năng hấp phụ thuốc nhuộm màu của than sinh học, Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> - than sinh học.....	46
3.4. Khảo sát ảnh hưởng của một số yếu tố đến khả năng hấp phụ thuốc nhuộm màu của Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -than sinh học theo phương pháp hấp phụ tĩnh.....	49
3.4.1. Ảnh hưởng của độ pH.....	49
3.4.2. Ảnh hưởng của thời gian rung lắc.....	51
3.4.3. Ảnh hưởng của khối lượng chất hấp phụ.....	53
3.4.4. Ảnh hưởng của nồng độ CV ban đầu.....	54
3.5. Nghiên cứu cơ chế và quá trình hấp phụ thuốc nhuộm màu theo các mô hình khác nhau.....	56
KẾT LUẬN.....	59
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	60

## DANH MỤC CÁC KÍ HIỆU VÀ CÁC CHỮ VIẾT TẮT

CV	Thuốc nhuộm màu
MB	Xanh methylenne
BO	Than sinh học
MBC	Oxit sắt từ - than sinh học
IONPs	Nano oxit sắt từ
VLHP	Vật liệu hấp phụ
q	Dung lượng hấp phụ
H	Hiệu suất hấp phụ
Abs	Độ hấp thụ
TEM	Hiển vi điện tử truyền qua
XRD	Nhiều xạ tia X
RS	Tán xạ Raman
VSM	Phổ kế từ rung

## DANH MỤC CÁC HÌNH VẼ

Hình 1.1. Công thức cấu tạo và phổ hấp thụ của CV.....	7
Hình 1.2. Mô hình chế tạo các hạt nano $Fe_3O_4$ bằng phương pháp đồng kết tủa... 11	11
Hình 1.3. Mô hình minh họa công nghệ chế tạo vật liệu tổ hợp cấu trúc nano $Fe_3O_4$ – than sinh học.....	12
Hình 1.4. Mô hình minh họa công nghệ chế tạo MBC, với nguồn than sinh học được sử dụng từ lá bạch đàn; Mô hình tách MBC từ dung dịch nước lọc.....	12
Hình 1.5. Ảnh hưởng của pH và thời gian rung lắc và nhiệt độ đến hiệu suất hấp phụ CV của than sinh học được làm từ vỏ trấu .....	13
Hình 1.6. Ảnh hưởng của khối lượng chất hấp phụ, thời gian rung lắc và pH đến khả năng hấp phụ MB của $Fe_3O_4$ - than sinh học từ bèo hoa dâu và $Fe_3O_4$ - than sinh học từ lá vả.....	15
Hình 1.7. Ảnh hưởng của độ pH và nồng độ ban đầu CV và nhiệt độ đến dung lượng hấp phụ CV của MBC với than sinh học được làm từ lõi ngô .....	16
Hình 1.8. Sơ đồ minh họa cơ chế hấp phụ chất màu hữu cơ của than sinh học.....	17
Hình 1.9. Mô hình quá trình và cơ chế hấp phụ CV từ vật liệu tổ hợp cấu trúc nano $Fe_3O_4$ - graphene .....	17
Hình 1.10. Mô hình hấp phụ CV từ cấu trúc nano $Fe_3O_4/SiO_2$ /chitosan xử lý với axit Ethylenediaminetetraacetic (EDCMS).....	18
Hình 1.11. Sơ đồ quá trình hấp phụ và giải hấp phụ .....	19
Hình 2.1. Một số thiết bị phục vụ nghiên cứu.....	27
Hình 2.2. Quy trình công nghệ chế tạo hạt nano oxit sắt từ $Fe_3O_4$ .....	27
Hình 2.3. Sơ đồ quy trình chế tạo than sinh học từ phế phẩm nông nghiệp.....	28
Hình 2.4. Mô hình hệ chế tạo vật liệu tổ hợp nano oxit sắt từ-than sinh học bằng phương pháp biến đổi đồng kết tủa.....	29
Hình 2.5. Sơ đồ khối của máy đo UV-Vis Jasco V770... ..	31
Hình 2.6. Sơ đồ nguyên tắc hệ đo hấp thụ quang hai chùm tia.....	32
Hình 2.7. Kính hiển vi điện tử truyền qua .....	34

Hình 2.8. Sơ đồ nguyên tắc của phép đo nhiễu xạ tia X.....	35
Hình 2.9. Giải đồ năng lượng tán xạ Rayleigh và tán xạ Raman.....	36
Hình 2.10. Máy đo từ kế mẫu rung (VSM).....	367
Hình 3.1. Ảnh TEM và phân bố kích thước hạt tương ứng của IONPs được chế tạo tại các nhiệt độ khác nhau.....	39
Hình 3.2. Giải đồ nhiễu xạ tia X của IONPs .....	40
Hình 3.3. Phổ tán xạ Raman của IONPs.....	42
Hình 3.4. Sự thay đổi phổ Raman của IONPs trong vùng tần số từ 100 cm <sup>-1</sup> đến 900 cm <sup>-1</sup> .....	43
Hình 3.5. Ảnh TEM của than sinh học; các hạt nano oxit sắt từ Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ; nano oxit sắt từ Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -than sinh học và đường cong từ trễ của các hạt nano oxit sắt từ Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> và hạt nano oxit sắt từ Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -than sinh học.....	44
Hình 3.6. Giải đồ nhiễu xạ tia X của các hạt nano oxit sắt từ Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> và MBC. ....	45
Hình 3.7. Phổ hấp thụ của dung dịch CV tại các nồng độ khác nhau; đường chuẩn của dung dịch CV.....	46
Hình 3.8. So sánh hiệu suất hấp phụ và dung lượng hấp phụ CV của RHB, ATB và MBC vào thời gian rung lắc.....	49
Hình 3.9 Ảnh hưởng của pH đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV của MBC.....	51
Hình 3.10. Ảnh hưởng của thời gian rung lắc đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV của MBC.....	53
Hình 3.11. Ảnh hưởng của khối lượng chất hấp phụ MBC đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV .....	54
Hình 3.12. Ảnh hưởng của nồng độ CV ban đầu đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV của MBC.....	55
Hình 3.13. Nhiệt học hấp phụ CV của MBC. ....	56
Hình 3.14. Mô hình động học hấp phụ CV của MBC .....	57



## DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1. So sánh ưu nhược điểm của các phương pháp chế tạo các hạt nano oxit sắt từ bằng các phương pháp khác nhau .....	10
Bảng 1.2. So sánh dung lượng hấp phụ CV của các vật liệu hấp phụ khác nhau. ..	18
Bảng 3.1. Tần số Raman ( $\text{cm}^{-1}$ ) của các hạt nano oxit sắt từ .....	43
Bảng 3.2. Kết quả đo độ hấp thụ quang của dung dịch CV với các nồng độ khác nhau. ....	46
Bảng 3.3. Ảnh hưởng của thời gian rung lắc đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV của RHB sử dụng nồng độ ban đầu CV = 50 mg/L, nhiệt độ 30°C, khối lượng chất hấp phụ 25 mg/25 mL.....	47
Bảng 3.4. Ảnh hưởng của thời gian rung lắc đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV của ATB sử dụng nồng độ ban đầu CV = 50 mg/L, nhiệt độ 30°C, khối lượng chất hấp phụ 25 mg/25 mL.....	47
Bảng 3.5. Ảnh hưởng của thời gian rung lắc đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV của MBC sử dụng nồng độ ban đầu CV = 50 mg/L, nhiệt độ 30°C, khối lượng chất hấp phụ 25 mg/25 mL.....	48
Bảng 3.6. Ảnh hưởng pH của dung dịch CV đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV của MBC sử dụng nồng độ ban đầu CV = 25 mg/L, nhiệt độ 30°C, khối lượng chất hấp phụ 25 mg/25 mL, thời gian rung lắc 60 phút. ....	50
Bảng 3.7. Ảnh hưởng của thời gian rung lắc đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV của MBC sử dụng nồng độ ban đầu CV = 25 mg/L, nhiệt độ 30°C, khối lượng chất hấp phụ 25 mg/25 mL, pH = 10. ....	52
Bảng 3.8. Ảnh hưởng của khối lượng chất hấp phụ đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV của MBC, sử dụng nồng độ ban đầu CV = 50 mg/L, pH = 10, nhiệt độ 30°C, thời gian rung lắc 60 phút.....	53
Bảng 3.9. Ảnh hưởng của nồng độ CV ban đầu đến hiệu suất và dung lượng hấp phụ CV của MBC tại nhiệt độ 30°C, khối lượng chất hấp phụ 25 mg/25 mL, thời gian rung lắc 60 phút, pH = 10.....	55

Bảng 3.10. Các thông số nhiệt học hấp phụ và các hệ số tương quan của các mô hình Langmuir, Freundlich và Temkin. ....	57
Bảng 3.11. Các thông số động học hấp phụ và các hệ số tương quan của các mô hình giả bậc 1, giả bậc 2 và mô hình Elovich. ....	58