ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

LÊ THỊ HUẾ

TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA VẬT LIỆU NANO $CuFe_2O_4$ PHA TẠP Ag

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2019

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

LÊ THỊ HUẾ

TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA VẬT LIỆU NANO $CuFe_2O_4$ PHA TẠP Ag

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 18 tháng 8 năm 2019

Người thực hiện

Lê Thị Huế

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 18 tháng 10 năm 2019

Người thực hiện

Lê Thi Huế

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 4
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 phân tích nhiệt 6
1.2.2. Phương pháp nhiễu xạ Rơnghen 7
1.2.3. Phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM) 8
1.2.4. Phương pháp đo phổ hồng ngoại(IR) 9
1.2.5. Phương pháp đo phổ tán sắc năng lượng tia X (EDX) 10
1.2.6. Phương pháp phổ phản xạ khuếch tán tử ngoại - khả kiến 11
1.2.7. Phương pháp phổ hấp thụ tử ngoại- khả kiến 11
1.3. Tổng quan về spinel 13
1.3.1. Cấu trúc của spinel 13
1.3.2. Tính chất và ứng dụng của spinel 15
1.3.3. Một số kết quả nghiên cứu tổng hợp và ứng dụng các nano ferit 17
1.4. Tổng quan về metylen xanh 19

Chương 2. THỰC NGHIỆM, KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN 21
2.1. Dụng cụ, hóa chất 21
2.1.1. Dụng cụ, máy móc 21
2.1.2. Hóa chất 21
2.2. Tổng hợp vật liệu nano CuFe2O4 pha tạp Ag bằng phương pháp đốt cháy dung dịch 21
2.2.1. Tổng hợp oxit nano CuFe2O4 pha tạp Ag 21
2.2.2. Nghiên cứu một số đặc trưng của các vật liệu tổng hợp được 22
2.3. Kết quả nghiên cứu vật liệu băng phương pháp phân tích nhiệt 23
2.4. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp nhiễu xạ Rơnghen 24
2.5. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp phổ tán sắc năng lượng tia X 26
2.6. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp phổ phản xạ khuếch tán UV-Vis (DRS) 27
2.7. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp hồng ngoại (IR) 30
2.8. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM)...31
2.9. Nghiên cứu hoạt tính quang xúc tác phân hủy metylen xanh của vật liệu.....32
2.9.1. Xây dựng đường chuẩn xác định metylen xanh 32
2.9.2. Khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ 32
2.9.3. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng 33
2.9.4. Khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu 39
2.9.5. Khảo sát ảnh hưởng của H2O2 41
KẾT LUẬN 43
TÀI LIỆU THAM KHẢO 44
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
MB	:	Methylene blue
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 1.1. Tính chất của một số spinel 16

Bảng 2.1. Khối lượng các chất ban đầu có trong mẫu CFA0÷CFA5 22

Bảng 2.2. Kích thước tinh thể của các vật liệu CFA0 ÷ CFA5 25

Bảng 2.3. Thành phần % nguyên tố có trong mẫu CFA0 và CFA2 27

Bảng 2.4. Năng lượng vùng cấm E_g của các mẫu CFA0÷CFA5. 28

Bảng 2.5. Giá trị số sóng (cm^{-1}) trong lỗ trống tứ diện ($\overline{\nu_1}$) và bát diện ($\overline{\nu_2}$) của các mẫu CFA0 ÷CFA5 30

Bảng 2.6. Số liệu xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ metylen xanh .. 32

Bảng 2.7. Hiệu suất phân hủy MB khi có mặt H_2O_2 và các vật liệu CFA0÷CFA5 sau 240 phút chiếu sáng 37

Bảng 2.8. Bảng giá trị $\ln(C_o/C_t)$ theo thời gian khi có mặt các vật liệu CFA0÷CFA5 38

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Sơ đồ nguyên lý hoạt động của máy đo phổ EDX 11
Hình 1.2. Cấu trúc tinh thể của spinel 14
Hình 1.3. Cấu trúc ô mạng spinel thuận 14
Hình 1.4. Công thức cấu tạo của metylen xanh 19
Hình 1.5. Phổ Uv-Vis của dung dịch metylen xanh 20
Hình 2.1. Giản đồ phân tích nhiệt của gel gồm $Cu(NO_3)_2$-$Fe(NO_3)_3$-$(NH_2)_2CO$ .. 23
Hình 2.2. Giản đồ XRD của mẫu $CuFe_2O_4$ ở các nhiệt độ nung khác nhau 24
Hình 2.3. Giản đồ nhiễu xạ Rơnghen của các vật liệu CFA0 ÷CFA5 25
Hình 2.4. Phổ EDX của mẫu CFA0 26
Hình 2.5. Phổ EDX của mẫu CFA2 26
Hình 2.6. Phổ DRS của các mẫu CFA0÷CFA5 28
Hình 2.7. Sự phụ thuộc của giá trị $(\alpha h\nu)^2$ vào năng lượng photon ánh sáng hấp thụ hν của các mẫu CFA0 ÷CFA5 29
Hình 2.8. Phổ IR của các mẫu CFA0÷CFA5 30
Hình 2.9. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu CFA0 31
Hình 2.10. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu CFA2 31
Hình 2.11. Đường chuẩn xác định nồng độ metylen xanh 32
Hình 2.12. Phổ UV-Vis của dung dịch MB theo thời gian khi có mặt vật liệu CFA2 và hiệu suất hấp phụ MB 33
Hình 2.13. Phổ UV-Vis của dung dịch MB theo thời gian khi có mặt của H_2O_2 (1) và của CFA0 (2) 35
Hình 2.14. Phổ UV-Vis của dung dịch MB theo thời gian khi có mặt H_2O_2 và vật liệu CFA0; CFA1 36
Hình 2.15. Phổ UV-Vis của dung dịch MB theo thời gian khi có mặt H_2O_2 và vật liệu CFA2; CFA3 36

Hình 2.16. Phổ UV-Vis của dung dịch MB theo thời gian khi có mặt H_2O_2 và vật liệu CFA4; CFA5 37
Hình 2.17. Sự phụ thuộc $\ln(C_o/C_t)$ vào thời gian khi có mặt vật liệu CFA0 (a) và CFA1 (b) 38
Hình 2.18. Sự phụ thuộc $\ln(C_o/C_t)$ vào thời gian khi có mặt vật liệu CFA2 (c) và CFA3 (d) 39
Hình 2.19. Sự phụ thuộc $\ln(C_o/C_t)$ vào thời gian khi có mặt vật liệu CFA4 (e) và CFA5 (f) 39
Hình 2.20. Phổ UV-Vis của dung dịch MB theo thời gian khi có mặt H_2O_2 và vật liệu CFA2 với khối lượng từ 0,05 ÷ 0,15 gam và biểu đồ hiệu suất phân hủy MB 40
Hình 2.21. Phổ UV-Vis của dung dịch MB theo thời gian khi có mặt vật liệu CFA2 và H_2O_2 30% với thể tích 1,0 ÷ 3,0 mL 42
Hình 2.22. Hiệu suất phân hủy MB sau 120 phút khi có mặt vật liệu CFA2 và H_2O_2 với thể tích khác nhau 42