

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

**ĐINH THỊ MINH HẰNG**

**CHẾ TẠO VẬT LIỆU NỘI ĐIỆN PHÂN Fe-C  
VÀ ĐỊNH HƯỚNG TIỀN XỬ LÝ NHÓM PHENOL  
TRONG NƯỚC THẢI QUÁ TRÌNH LUYỆN CỐC**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC**

**THÁI NGUYÊN - 2020**

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

ĐINH THỊ MINH HẰNG

**CHẾ TẠO VẬT LIỆU NỘI ĐIỆN PHÂN Fe-C  
VÀ ĐỊNH HƯỚNG TIỀN XỬ LÝ NHÓM PHENOL  
TRONG NƯỚC THẢI QUÁ TRÌNH LUYỆN CỐC**

Ngành: HOÁ PHÂN TÍCH

Mã số: 8.44.01.18

**LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC**

*Người hướng dẫn khoa học: PGS.TS Đỗ Trà Hương*

**THÁI NGUYÊN - 2020**

## LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan rằng, số liệu và kết quả nghiên cứu trong luận văn này là trung thực và chưa hề được sử dụng trong bất cứ một công trình nào. Tôi xin cam đoan rằng, mọi sự giúp đỡ cho việc thực hiện luận văn này đã được cảm ơn và các thông tin trích dẫn trong luận văn đều đã được chỉ rõ nguồn gốc.

*Thái Nguyên, tháng 6 năm 2020*

**Tác giả luận văn**

**Đinh Thị Minh Hằng**

## LỜI CẢM ƠN

Lời đầu tiên em xin gửi lời cảm ơn chân thành và sâu sắc tới cô giáo **PGS.TS Đỗ Trà Hương** người đã trực tiếp giao đề tài, tận tình hướng dẫn, giúp đỡ em trong suốt quá trình nghiên cứu thực hiện và hoàn thành đề tài.

Em xin chân thành cảm ơn Ban Giám hiệu trường Đại học Sư phạm - Đại học Thái Nguyên, các thầy, cô giáo Khoa Hóa học đã tạo điều kiện thuận lợi và giúp đỡ em trong quá trình học tập và nghiên cứu. Em xin chân thành cảm ơn Thầy **PGS.TS Phạm Văn Khang**, cô **Lê Thị Phương** đã hướng dẫn chỉ bảo và giúp em đo mẫu trên máy HPLC.

Em xin chân thành cảm ơn Thầy **TS. Nguyễn Văn Tú** Viện Hóa học - Vật liệu, Viện Khoa học và Công nghệ Quân sự đã cố vấn, chia sẻ kinh nghiệm và hướng dẫn em tiến hành thí nghiệm.

Do thời gian có hạn và trình độ còn hạn chế, đề tài này không tránh khỏi những thiếu sót. Chúng em rất mong nhận được sự đóng góp ý kiến của thầy cô để luận văn này được hoàn thiện hơn.

*Em xin chân thành cảm ơn!*

*Thái Nguyên, tháng 6 năm 2020*

**Người thực hiện**

**Đinh Thị Minh Hằng**

# MỤC LỤC

|  |      |
|--|------|
| Lời cam đoan .....   | i    |
| Lời cảm ơn .....   | ii   |
| Mục lục .....  | iii  |
| Danh mục các ký hiệu, các chữ viết tắt .....   | vi   |
| Danh mục các bảng .....  | vii  |
| Danh mục các hình .....  | viii |
| <b>MỞ ĐẦU</b> .....  | 1    |
| <b>Chương 1: TỔNG QUAN</b> .....   | 2    |
| 1.1. Giới thiệu về phenol .....  | 3    |
| 1.1.1. Cấu tạo và tính chất của phenol .....   | 3    |
| 1.1.2. Độc tính của phenol với sinh vật và con người .....                             | 3    |
| 1.2. Công nghệ luyện than cốc và nguồn phát sinh nước thải luyện cốc .....             | 6    |
| 1.2.1. Quy trình luyện than cốc .....  | 6    |
| 1.2.2. Nguồn phát sinh, thành phần nước thải luyện cốc trên thế giới và Việt Nam ..... | 7    |
| 1.3. Các phương pháp xử lý phenol trong nước thải cốc hóa .....                        | 10   |
| 1.3.1. Phương pháp sử dụng vật liệu hấp phụ .....                                      | 11   |
| 1.3.2. Phương pháp xử lý bằng các tác nhân oxy hóa mạnh .....                          | 11   |
| 1.3.3. Phương pháp xử lý bằng vật liệu xúc tác quang .....                             | 11   |
| 1.3.4. Phương pháp Fenton .....  | 11   |
| 1.3.5. Phương pháp xử lý bằng vi sinh vật phân hủy phenol .....                        | 13   |
| 1.4. Giới thiệu về phương pháp nội điện phân .....                                     | 13   |
| 1.4.1. Nguyên lý .....   | 13   |
| 1.4.2. Ứng dụng công nghệ nội điện phân xử lý nước thải .....                          | 16   |
| 1.5. Nhà máy Cốc hóa - Công ty Cổ phần Gang thép Thái Nguyên .....                     | 21   |
| 1.5.1. Giới thiệu chung .....  | 21   |
| 1.5.2. Quy trình công nghệ xử lý nước thải có phenol của nhà máy Cốc hóa .....         | 22   |
| <b>Chương 2: THỰC NGHIỆM VÀ CÁC PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU</b> .....                       | 25   |
| 2.1. Dụng cụ, hóa chất .....   | 25   |

|  |           |
|--|-----------|
| 2.1.1. Dụng cụ.....  | 25        |
| 2.1.2. Hóa chất.....   | 25        |
| 2.2. Chế tạo vật liệu nội điện phân Fe-C.....  | 26        |
| 2.3. Khảo sát đặc điểm bề mặt, cấu trúc, thành phần hóa học của vật liệu nội điện phân Fe-C.....           | 26        |
| 2.4. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng tới hiệu suất xử lý phenol của vật liệu Fe-C.....                       | 26        |
| 2.4.1. Ảnh hưởng của pH.....   | 26        |
| 2.4.2. Ảnh hưởng của thời gian.....  | 26        |
| 2.4.3. Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu.....  | 26        |
| 2.4.4. Ảnh hưởng của tốc độ lắng.....  | 27        |
| 2.4.5. Ảnh hưởng nồng độ đầu của phenol.....   | 27        |
| 2.5. Nghiên cứu phân hủy phenol trong nước thải cốc hóa bằng vật liệu nội điện phân Fe - C.....            | 27        |
| 2.5.1. Phương pháp khảo sát thực địa, lấy mẫu hiện trường.....   | 27        |
| 2.5.2. Phương pháp phân tích.....  | 27        |
| 2.6. Các phương pháp nghiên cứu đặc trưng vật liệu.....  | 28        |
| 2.6.1. Phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD).....   | 28        |
| 2.6.2. Phương pháp chụp ảnh hiển vi điện tử quét (SEM), Phương pháp phổ tán xạ năng lượng tia X (EDS)..... | 30        |
| 2.6.3. Phương pháp đẳng nhiệt hấp phụ- khử hấp phụ N <sub>2</sub> (BET).....                               | 31        |
| 2.6.4. Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HP-LC).....  | 34        |
| <b>Chương 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....</b>   | <b>36</b> |
| 3.1. Khảo sát các điều kiện tối ưu xác định phenol.....  | 36        |
| 3.1.1. Khảo sát bước sóng hấp thụ quang của phenol.....  | 36        |
| 3.1.2. Khảo sát lựa chọn tốc độ dòng chảy.....   | 37        |
| 3.1.3. Khảo sát lựa chọn tỉ lệ pha động.....   | 39        |
| 3.1.4. Khảo sát lựa chọn nhiệt độ cột.....   | 40        |
| 3.2. Lập đường chuẩn xác định nồng độ phenol.....  | 42        |
| 3.3. Đặc trưng cấu trúc, hình thái bề mặt, thành phần của vật liệu Fe-C.....                               | 42        |
| 3.4. Kết quả các yếu tố ảnh hưởng tới hiệu suất xử lý phenol của vật liệu Fe-C.....                        | 47        |

|  |    |
|--|----|
| 3.4.1. Ảnh hưởng của pH.....                                     | 47 |
| 3.4.2. Ảnh hưởng của thời gian.....                              | 49 |
| 3.4.3. Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu.....                    | 51 |
| 3.4.4. Ảnh hưởng của tốc độ lắc .....                            | 52 |
| 3.4.5. Ảnh hưởng nồng độ đầu của phenol .....                    | 54 |
| 3.4.6. Phân tích nồng độ phenol bằng HPLC .....                  | 55 |
| 3.5. Mức độ hình thành kết tủa.....                              | 56 |
| 3.6. Động học quá trình phân hủy phenol bằng vật liệu Fe-C ..... | 57 |
| <b>KẾT LUẬN</b> .....  | 62 |
| <b>TÀI LIỆU THAM KHẢO</b> .....                                  | 63 |
| <b>DANH MỤC CÁC CÔNG TRÌNH CÓ LIÊN QUAN ĐẾN ĐỀ TÀI</b> .....     | 72 |
| <b>PHỤ LỤC</b>   |    |

## DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

| STT | Chữ viết tắt | Tiếng Anh                              | Tiếng Việt                            |
|-----|--------------|--|---------------------------------------|
| 1   | BOD          | Biochemical Oxygen Demand              | Nhu cầu oxy sinh hóa                  |
| 2   | COD          | Chemical Oxygen Demand                 | Nhu cầu oxy hóa học                   |
| 3   | HPLC         | High Performance Liquid Chromatography | Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao |
| 4   | PDA          | Photometric Diode Array                | Dãy diod quang                        |
| 5   | SEM          | Scanning Electron Microscopy           | Kính hiển vi điện tử quét             |
| 6   | TOC          | Total Organic Carbon                   | Tổng cacbon hữu cơ                    |
| 7   | TSS          | Total Suspended Solids                 | Tổng chất rắn lơ lửng                 |



## DANH MỤC CÁC BẢNG

|                   |  |           |
|-------------------|--|-----------|
| Bảng 1.1.         | Ảnh hưởng của phenol tới một số loài nguyên sinh, tảo .....  | 4         |
| Bảng 1.2.         | Các triệu chứng bệnh lý khi tiếp xúc với phenol.....   | 5         |
| Bảng 1.3.         | Nồng độ gây độc tính cấp do phơi nhiễm phenol đối với động vật .....   | 5         |
| Bảng 1.4.         | Đặc trưng nước thải luyện cốc một số nước trên thế giới .....  | 9         |
| Bảng 1.5.         | Đặc trưng nước thải luyện cốc một số nhà máy ở Trung Quốc.....   | 9         |
| Bảng 1.6.         | Tổng hợp kết quả ứng dụng nội điện phân trong xử lý nước thải .....  | 19        |
| Bảng 2.1.         | Các phương pháp phân tích và giá trị của các thông số ô nhiễm trong nước<br>thải công nghiệp sản xuất thép (QCVN52:2017/BTNMT) ..... | 28        |
| Bảng 3.1.         | Kết quả đo diện tích pic dung dịch phenol với các nồng độ khác nhau.....   | 42        |
| Bảng 3.2.         | Kết quả phân tích các nguyên tố.....   | 45        |
| Bảng 3.3.         | Kết quả phân tích các nguyên tố.....   | 46        |
| Bảng 3.4.         | Ảnh hưởng của pH đến hiệu suất phân hủy phenol .....   | 48        |
| Bảng 3.5.         | Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất phân hủy phenol .....  | 50        |
| Bảng 3.6.         | Ảnh hưởng của khối lượng đến hiệu suất phân hủy phenol.....  | 51        |
| Bảng 3.7.         | Ảnh hưởng của tốc độ lắc đến hiệu suất phân hủy phenol.....  | 53        |
| Bảng 3.8.         | Ảnh hưởng của nồng độ phenol đến hiệu suất phân hủy phenol.....  | 54        |
| Bảng 3.9.         | Kết quả tính toán mô hình động học bậc 1, 2, 3.....  | 57        |
| <b>Bảng 3.10.</b> | <b>Thông số nước thải Nhà máy Cốc hóa trước và sau khi xử lý bằng vật<br/>liệu Fe-C .....</b>  | <b>60</b> |

## DANH MỤC CÁC HÌNH

|            |   |    |
|------------|---|----|
| Hình 1.1.  | Công thức cấu tạo và mô hình phân tử phenol .....   | 3  |
| Hình 1.2.  | Sơ đồ công nghệ sản xuất than cốc và nguồn phát sinh nước thải chứa phenol của Công ty TNHH Gang thép Hưng nghiệp Fomosa Hà Tĩnh..... | 7  |
| Hình 1.3.  | Mô tả quá trình Fenton điện hóa .....   | 12 |
| Hình 1.4.  | Sơ đồ vị trí nhà máy Cốc hóa .....  | 22 |
| Hình 1.5.  | Sơ đồ công nghệ xử lý nước thải chứa phenol của nhà máy Cốc hóa.....  | 23 |
| Hình 2.1.  | Phản xạ của tia X trên họ mặt mạng tinh thể .....   | 29 |
| Hình 2.2.  | Thiết bị kính hiển vi điện tử quét Jeol - 6610LA.....   | 31 |
| Hình 2.3.  | Đồ thị biểu diễn sự biến thiên của $P/[V(P_o - P)]$ theo $P/P_o$ .....  | 32 |
| Hình 2.4.  | Các dạng đường đẳng nhiệt hấp phụ-khử hấp phụ theo phân loại IUPAC.....   | 33 |
| Hình 2.5.  | Thiết bị đo diện tích bề mặt riêng Tri Start 3000, Micromeritics(Mỹ).....   | 34 |
| Hình 2.6.  | Thiết bị sắc ký lỏng siêu hiệu năng cao Waters Acquity Arc .....  | 35 |
| Hình 3.1.  | Phổ UV-Vis của phenol trong dung dịch .....   | 37 |
| Hình 3.2.  | Sắc ký đồ của phenol trong dung dịch tại bước sóng 272 nm.....  | 37 |
| Hình 3.3.  | Sắc ký đồ của phenol ở tốc độ dòng 0,6 mL/phút .....  | 38 |
| Hình 3.4.  | Sắc ký đồ của phenol ở tốc độ dòng 0,8 mL/phút .....  | 38 |
| Hình 3.5.  | Sắc ký đồ của phenol ở tốc độ dòng 1,0 mL/phút .....  | 38 |
| Hình 3.6.  | Sắc ký đồ của phenol ở tốc độ dòng 1,2 mL/phút .....  | 39 |
| Hình 3.7.  | Sắc ký đồ của phenol với tỉ lệ pha động 50:50 .....   | 39 |
| Hình 3.8.  | Sắc ký đồ của phenol với tỉ lệ pha động 60:40 .....   | 40 |
| Hình 3.9.  | Sắc ký đồ của phenol với tỉ lệ pha động 70:30 .....   | 40 |
| Hình 3.10. | Sắc ký đồ của phenol với tỉ lệ pha động 80:20 .....   | 40 |
| Hình 3.11. | Sắc ký đồ của phenol với tỉ lệ pha động 90:10 .....   | 40 |
| Hình 3.12. | Sắc ký đồ của phenol ở nhiệt độ cột 25°C.....   | 41 |
| Hình 3.13. | Sắc ký đồ của phenol ở nhiệt độ cột 30°C.....   | 41 |
| Hình 3.14. | Sắc ký đồ của phenol ở nhiệt độ cột 35°C.....   | 41 |
| Hình 3.15. | Đồ thị đường chuẩn xác định nồng độ phenol.....   | 42 |
| Hình 3.16. | Ảnh SEM của Fe.....   | 43 |