

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

NGUYỄN THỊ MINH TÂM

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC VÀ HOẠT TÍNH
QUANG XÚC TÁC CỦA VẬT LIỆU NANO COMPOSIT $ZrO_2.ZnO$
PHA TẠP Ce BẰNG PHƯƠNG PHÁP THỦY NHIỆT**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2020

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

NGUYỄN THỊ MINH TÂM

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC VÀ HOẠT TÍNH
QUANG XÚC TÁC CỦA VẬT LIỆU NANO COMPOSIT $ZrO_2.ZnO$
PHA TẠP Ce BẰNG PHƯƠNG PHÁP THỦY NHIỆT**

Ngành: Hóa phân tích

Mã số: 8.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Giảng viên hướng dẫn khoa học: TS. Chu Mạnh Nhung

THÁI NGUYÊN - 2020

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi dưới sự hướng dẫn của TS. Chu Mạnh Nhung. 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.

Tác giả luận văn

Nguyễn Thị Minh Tâm

LỜI CẢM ƠN

Luận văn này đã được hoàn thành tại các phòng thí nghiệm khoa Hóa học, Trường Đại học Sư phạm, Đại học Thái Nguyên.

Em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới TS. Chu Mạnh Nhung người đã tận tình hướng dẫn, giúp đỡ, để em hoàn thành luận văn.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy, cô giáo trong Ban giám hiệu, Bộ phận Sau đại học, 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 các bạn bè đồng nghiệp đã động viên, giúp đỡ, tạo mọi điều kiện thuận lợi cho tôi trong suốt quá trình thực nghiệm và hoàn thành luận văn.

Thái Nguyên, tháng 06 năm 2020

Tác giả luận văn

Nguyễn Thị Minh Tâm

MỤC LỤC

Trang

Trang phụ bìa	
LỜI CAM ĐOAN	i
LỜI CẢM ƠN.....	ii
MỤC LỤC	iii
DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT	v
DANH MỤC CÁC BẢNG	vi
DANH MỤC CÁC HÌNH	viii
MỞ ĐẦU	1
Chương 1: TỔNG QUAN	2
1.1. Một số phương pháp điều chế vật liệu nano.....	2
1.1.1. Phương pháp đồng kết tủa	2
1.1.2. Phương pháp sol-gel	2
1.1.3. Phương pháp tổng hợp đốt cháy	3
1.1.4. Phương pháp thủy nhiệt.....	3
1.2. Tổng quan về vật liệu nano và ứng dụng của chúng	4
1.2.1. Tổng quan về vật liệu nano	4
1.2.2. Ứng dụng của vật liệu nano.....	6
1.2.3. Một số kết quả nghiên cứu ứng dụng của vật liệu nano	8
1.3. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu	10
1.3.1. Phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD)	10
1.3.2. Phương pháp phổ UV-Vis-DRS	11
1.3.3. Phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM) và truyền qua (TEM).....	12
1.3.4. Phương pháp phổ hồng ngoại (FT-IR)	14
1.3.5. Phương pháp đo diện tích bề mặt riêng	15
1.3.6. Phương pháp phổ hấp thụ quang phân tử UV - Vis	16
1.4. Giới thiệu về ZnO	17
1.5. Giới thiệu về ZrO ₂	18
1.6. Giới thiệu về CeO ₂	20
1.7. Metylen xanh	21

Chương 2: THỰC NGHIỆM	22
2.1. Thiết bị, dụng cụ, hóa chất	22
2.1.1. Thiết bị, dụng cụ.....	22
2.1.2. Hóa chất.....	23
2.2. Tổng hợp, nghiên cứu cấu trúc vật liệu bằng phương pháp thủy nhiệt.....	23
2.2.1. Tổng hợp vật liệu $ZrO_2/ZnO/x\%Ce$	23
2.2.2. Nghiên cứu cấu trúc của vật liệu $ZrO_2/ZnO/x\%Ce$	25
2.3. Khảo sát hoạt tính quang xúc tác phân hủy chất màu của vật liệu nano $ZrO_2/ZnO/x\%Ce$	25
2.3.1. Xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ MB	25
2.3.2. Khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến phản ứng phân hủy MB trên xúc tác $ZrO_2/ZnO/x\%Ce$	26
Chương 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	28
3.1. Giảm độ nhiễu xạ tia X của các vật liệu.....	28
3.2. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) và truyền qua (TEM)	29
3.3. Nghiên cứu phổ FT-IR	31
3.4. Diện tích bề mặt của các vật liệu.....	32
3.5. Nghiên cứu phổ UV-Vis-DRS của các vật liệu.....	33
3.6. Khảo sát hoạt tính quang xúc tác phân hủy MB của các mẫu vật liệu.....	35
3.6.1. Xác định bước sóng tối ưu và xây dựng đường chuẩn xác định MB.....	35
3.6.2. Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu.....	36
3.6.3. Ảnh hưởng của nồng độ MB	42
3.6.4. Ảnh hưởng của nhiệt độ phân hủy MB.	48
3.6.5. Ảnh hưởng của thời gian phân hủy MB.	52
3.7. Giải thích cơ chế quang xúc tác của vật liệu	58
3.8. Nghiên cứu động học của quá trình phân hủy MB.....	59
KẾT LUẬN	62
TÀI LIỆU THAM KHẢO	63
DANH MỤC CÔNG TRÌNH ĐÃ CÔNG BỐ	67
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

Chữ viết tắt	Tiếng Anh	Tiếng Việt
BET	Brunauer - Emmett - Teller	Phổ đo diện tích bề mặt
Ce	Cerium	Xeri
E _g	Energy band gap	Năng lượng vùng cấm
FT-IR	Fourrier Transformation InfraRed	Phổ hồng ngoại
MB	Methylene Blue	Xanh metylen
min	Minute	Phút
SEM	Scanning Electron Microscope	Kính hiển vi điện tử quét
TEM	Transmission Electron Microscopy	Kính hiển vi điện tử truyền qua
UV - Vis	UltraViolet - Visble	Phổ tử ngoại - khả kiến
XRD	X-Ray powder Diffraction	Nhiễu xạ tia X
Zr	Zirconium	Zirconi
Zn	Zinc	Kẽm
CCS	Have lighting	Có chiếu sáng đèn Led 30W
KCS	No lighting	Không chiếu sáng

DANH MỤC CÁC BẢNG

Trang

Bảng 1.1.	Số sóng dao động hóa trị (cm^{-1}) của các nhóm nguyên tử thường gặp	15
Bảng 3.1.	Các thông số BET của các mẫu nano composit	33
Bảng 3.2.	Giá trị độ hấp thụ quang của các dung dịch đường chuẩn MB ..	36
Bảng 3.3.	Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu ZrO_2/ZnO đến hiệu suất xử lý MB khi không và có chiếu đèn Led trong 180 phút.....	38
Bảng 3.4.	Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu $\text{ZrO}_2/\text{ZnO}/5\%\text{Ce}$ đến hiệu suất xử lý MB khi không và có chiếu đèn Led trong 180 phút	40
Bảng 3.5.	Ảnh hưởng khối lượng các vật liệu $\text{ZrO}_2/\text{ZnO}/3\%\text{Ce}$ và $\text{ZrO}_2/\text{ZnO}/7\%\text{Ce}$ đến hiệu suất xử lý MB	41
Bảng 3.6.	Ảnh hưởng của nồng độ MB đến hiệu suất xử lý MB bằng vật liệu ZrO_2/ZnO khi không và có chiếu đèn Led trong 180 phút	43
Bảng 3.7.	Ảnh hưởng của nồng độ MB đến hiệu suất xử lý MB bằng vật liệu $\text{ZrO}_2/\text{ZnO}/5\%\text{Ce}$ khi không và có chiếu đèn Led trong 180 phút	45
Bảng 3.8.	Ảnh hưởng của nồng độ MB đến hiệu suất xử lý MB bằng các vật liệu $\text{ZrO}_2/\text{ZnO}/3\%\text{Ce}$ và $\text{ZrO}_2/\text{ZnO}/7\%\text{Ce}$	46
Bảng 3.9.	Ảnh hưởng nhiệt độ đến hiệu suất xử lý MB bằng vật liệu ZrO_2/ZnO khi không và có chiếu đèn Led, trong 180 phút.....	49
Bảng 3.10.	Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất xử lý MB bằng vật liệu $\text{ZrO}_2/\text{ZnO}/5\%\text{Ce}$ khi không và có chiếu đèn Led trong 180 phút	51
Bảng 3.11.	Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất xử lý MB bằng vật liệu ZrO_2/ZnO khi không và có chiếu đèn Led, trong 180 phút	53

Bảng 3.12. Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất xử lý MB bằng vật liệu $ZrO_2/ZnO/5\%Ce$ khi không và có chiếu đèn Led trong 180 phút	56
Bảng 3.13. Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất phân hủy MB bằng các vật liệu $ZrO_2/ZnO/3\%Ce$ và $ZrO_2/ZnO/7\%Ce$	57
Bảng 3.14. Giá trị $\ln(C_0/C)$ theo thời gian khi có mặt ZrO_2/ZnO và $ZrO_2/ZnO/5\%Ce$	61

DANH MỤC CÁC HÌNH

Trang

Hình 1.1.	Một số cấu trúc vật liệu nano: (a) hạt nano; (b) ống nano; (c) màng nano và (d) vật liệu có cấu trúc nano.....	5
Hình 1.2.	Công thức cấu tạo của metylen xanh.....	21
Hình 1.3.	Phổ UV-Vis của dung dịch metylen xan	21
Hình 2.1.	Sơ đồ các bước tổng hợp nano ZnO/ZrO ₂ /x%Ce	24
Hình 3.1.	Giản đồ nhiễu xạ tia X của các vật liệu ZrO ₂ /ZnO/x%Ce (x = 0 - 9) (a) và phóng to đỉnh nhiễu xạ ở góc 28,2° (b)	28
Hình 3.2.	Ảnh SEM của ZrO ₂ /ZnO (a), ZrO ₂ /ZnO/5%Ce (b) và Ảnh TEM của ZrO ₂ /ZnO (c), ZrO ₂ /ZnO/5%Ce (d).....	30
Hình 3.3.	Phổ FT-IR các mẫu ZrO ₂ /ZnO (a) và ZrO ₂ /ZnO/5%Ce (b)	31
Hình 3.4.	Đường đẳng nhiệt tuyến tính (Isotherm Linear) của ZrO ₂ /ZnO (a) và ZrO ₂ /ZnO/5%Ce (b).....	32
Hình 3.5.	Phổ UV-Vis-DRS của các vật liệu ZrO ₂ /ZnO/x%Ce	34
Hình 3.6.	Phổ UV-Vis của các dung dịch MB (0,0 - 9,0 ppm)	35
Hình 3.7.	Đường chuẩn xác định MB ở bước sóng 663 nm.....	36
Hình 3.8.	Phổ UV-Vis khi xử lý MB 1,910 ppm bằng vật liệu ZrO ₂ /ZnO khi không chiếu sáng trong 180 phút.....	37
Hình 3.9.	Phổ UV-Vis khi xử lý MB 1,910 ppm bằng vật liệu ZrO ₂ /ZnO khi chiếu đèn Led 30 W trong 180 phút	37
Hình 3.10.	Hiệu suất xử lý MB 1,910 ppm theo khối lượng vật liệu ZrO ₂ /ZnO khi không và có chiếu đèn Led 30 W.....	38
Hình 3.11.	Phổ UV-Vis khi xử lý MB 1,910 ppm bằng ZrO ₂ /ZnO/5%Ce khi không chiếu sáng trong 180 phút.....	39
Hình 3.12.	Phổ UV-Vis khi xử lý MB 1,910 ppm bằng ZrO ₂ /ZnO/5%Ce khi chiếu đèn Led 30 W trong 180 phút	39
Hình 3.13.	Hiệu suất xử lý MB 1,910 ppm theo khối lượng vật liệu ZrO ₂ /ZnO/5%Ce khi không và có chiếu đèn Led 30 W.....	40