

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

ĐÀO THỊ THU HOÀI

TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA VẬT LIỆU NANO
 CoFe_2O_4 PHA TẠP La^{3+}

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2020

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

ĐÀO THỊ THU HOÀI

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA VẬT LIỆU NANO
CoFe₂O₄ PHA TẠP La³⁺**

Ngành: HÓA VÔ CƠ

Mã số: 8 440113

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: PGS.TS. NGUYỄN THỊ TÓ LOAN

THÁI NGUYÊN – 2020

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 06 năm 2020

Tác giả

Đào Thị Thu Hoài

**Xác nhận của khoa chuyên môn
Trưởng khoa**

Người hướng dẫn khoa học

PGS.TS. Nguyễn Thị Hiền Lan

PGS.TS. Nguyễn Thị Tố Loan

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 Tố 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 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 06 năm 2020

Tác giả

Đào Thị Thu Hoài

MỤC LỤC

	Trang
TRANG BÌA PHỤ	i
LỜI CAM ĐOAN	ii
LỜI CẢM ƠN	iii
MỤC LỤC.....	iv
DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT	v
DANH MỤC CÁC BẢNG	vi
DANH MỤC CÁC HÌNH.....	vii
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN	2
1.1. Vật liệu nano.....	2
1.1.1. Khái niệm vật liệu nano.....	2
1.1.2. Phân loại vật liệu nano.....	2
1.1.3. Tính chất của vật liệu nano.....	2
1.2. Một số phương pháp tổng hợp vật liệu nano.....	3
1.2.1. Phương pháp đồng kết tủa	3
1.2.2. Phương pháp sol-gel.....	3
1.2.3. Phương pháp thủy nhiệt.....	4
1.2.4. Phương pháp tổng hợp đốt cháy	5
1.3. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu nano	6
1.3.1. Phương pháp nhiễu xạ Ronghen.....	6
1.3.2. Phương pháp hiển vi điện tử quét và hiển vi điện tử truyền qua.....	8
1.3.3. Phương pháp phổ tán xạ năng lượng tia X.....	9
1.3.4. Phương pháp phổ hồng ngoại.....	10
1.3.5. Phương pháp phổ phản xạ khuếch tán tử ngoại-khả kiến	11
1.3.6. Phương pháp nghiên cứu tính chất từ của mẫu	11
1.3.7. Phương pháp phổ hấp thụ tử ngoại- khả kiến.....	12

1.4. Giới thiệu về oxit phức hợp kiểu spinel	14
1.4.1. Oxit hỗn hợp kiểu spinel.....	14
1.4.2. Tính chất và ứng dụng của spinel.....	15
1.4.3. Một số kết quả nghiên cứu tổng hợp và ứng dụng nano spinel ferit.....	16
1.5. Giới thiệu về metylen xanh	20
Chương 2. THỰC NGHIỆM.....	23
2.1. Dụng cụ, hóa chất	23
2.1.1. Dụng cụ, máy móc.....	23
2.1.2. Hóa chất.....	23
2.2. Tổng hợp vật liệu nano $\text{CoLa}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ($x=0\div 0,1$) bằng phương pháp đốt cháy dung dịch.....	23
2.2.1. Tổng hợp nano spinel CoFe_2O_4	23
2.2.2. Tổng hợp các mẫu nano $\text{CoLa}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ($x=0\div 0,1$).....	24
2.3. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu	24
2.4. Khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến phản ứng quang xúc tác phân hủy metylen xanh của các nano spinel $\text{CoLa}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ($x = 0 \div 0,1$).....	25
2.4.1. Xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ metylen xanh	25
2.4.2. Khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ.....	26
2.4.3. Khảo sát hoạt tính quang xúc tác phân hủy metylen xanh của các mẫu.	26
2.4.4. Khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu.....	27
2.4.5. Khảo sát ảnh hưởng của lượng H_2O_2	28
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	29
3.1. Kết quả nghiên cứu mẫu bằng phương pháp nhiễu xạ Ronghen.....	29
3.2. Kết quả nghiên cứu mẫu bằng phương pháp phổ hồng ngoại.....	32
3.3. Kết quả nghiên cứu mẫu bằng phương pháp phổ phản xạ khuếch tán từ ngoại-khả kiến (DRS).....	33
3.4. Kết quả nghiên cứu mẫu bằng phương pháp phổ tán xạ năng lượng tia X....	35
3.5. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) và truyền qua (TEM) của các mẫu	36

3.6. Kết quả nghiên cứu tính chất từ của mẫu	39
3.7. Kết quả nghiên cứu hoạt tính quang xúc tác phân hủy metylen xanh của các mẫu	39
3.7.1. Kết quả khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ	39
3.7.2. Kết quả khảo sát hoạt tính quang xúc tác của các mẫu vật liệu	40
3.7.3. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu	43
3.7.4. Khảo sát ảnh hưởng của lượng H ₂ O ₂	45
KẾT LUẬN.....	49
TÀI LIỆU THAM KHẢO	51
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

Tên viết tắt	Tên nguyên gốc
CH	Cacbohydrazide
CTAB	Cetyl trimetyl amoni bromua
DTA	Differential Thermal Analysis (phân tích nhiệt vi sai)
EDA	Etylen điamin
EDX	Energy Dispersive X- ray Spectroscopy (Phổ tán xạ năng lượng tia X)
GPC	Gas Phase Combustion
MB	Methylene blue
MDH	Malonic acid dihydrazide
ODH	Oxalyl dihydrazide
PEG	Poli etylen glycol
PGC	Polimer Gel Combustion
PVA	Poli vinyl ancol
SC	Solution Combustion
SDS	Natri dodecyl sunfat
SDS	Sodium dodecyl sulfate
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)
TFTA	Tetra formal tris azine
TGA	Thermo Gravimetric Analysis-TGA (Phân tích nhiệt trọng lượng)
UV	Ultraviolet (Tử ngoại)
XRD	X-Ray Diffraction (Nhiễu xạ Ronghen)

DANH MỤC CÁC BẢNG

	Trang
Bảng 2.1. Lượng chất trong các mẫu LCF0÷LCF10.....	24
Bảng 2.2. Số liệu xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ metylen xanh.....	25
Bảng 3.1. Kích thước tinh thể (r) của mẫu CoFe ₂ O ₄ nung ở 500÷800°C	30
Bảng 3.2. Kích thước tinh thể trung bình (r) và hằng số mạng (a) của các mẫu LCF0÷LCF10 nung ở 600°C.....	31
Bảng 3.3. Giá trị số sóng (cm ⁻¹) đặc trưng cho dao động của liên kết M-O trong hóc tứ diện ($\bar{\nu}_1$) và bát diện ($\bar{\nu}_2$) của các mẫu LCF0÷LCF10	33
Bảng 3.4. Giá trị năng lượng vùng cấm (E _g) của các mẫu LCF0 ÷LCF10	35
Bảng 3.5. Phần trăm về khối lượng các nguyên tố trong mẫu LCF0, LCF7	36
Bảng 3.6. Độ bão hòa từ (M _s), độ từ dư (M _r) và lực kháng từ (H _c) của mẫu LCF0 và LCF7	39
Bảng 3.7. Bảng giá trị ln(C _o /C _i) theo thời gian khi có mặt LCF0÷LCF10	47
Bảng 3.8. Giá trị hằng số tốc độ phản ứng phân hủy MB khi có mặt H ₂ O ₂ và các vật liệu LCF0 ÷LCF10, sau 300 phút chiếu sáng.....	48

DANH MỤC CÁC HÌNH

	Trang
Hình 1.1. Đường cong từ trễ của vật sắt từ	11
Hình 1.2. Các hốc tứ diện và bát diện trong ferit spinel.....	15
Hình 1.3. Minh họa cơ chế phân hủy quang xúc tác phân hủy RhB trên chất xúc tác $ZnFe_2O_4$ [39].....	17
Hình 1.4. Dạng oxi hóa và dạng khử của metylen xanh	21
Hình 1.5. Phổ Uv-Vis của dung dịch metylen xanh.....	22
Hình 2.1. Đường chuẩn xác định nồng độ metylen xanh.....	26
Hình 3.1. Giảm đồ XRD của mẫu $CoFe_2O_4$ nung ở các nhiệt độ khác nhau	29
Hình 3.2. Giảm đồ XRD của mẫu LCF0÷LCF10 nung ở 600°C	30
Hình 3.3. Phổ IR của các mẫu LCF0÷LCF10	32
Hình 3.4. Phổ DRS của các mẫu LCF0÷LCF10	33
Hình 3.5. Sự phụ thuộc của giá trị $(\alpha hv)^2$ vào năng lượng photon ánh sáng hấp thụ $h\nu$ của mẫu LCF0 ÷ LCF10.....	34
Hình 3.6. Phổ EDX của mẫu LCF0.....	35
Hình 3.7. Phổ EDX của mẫu LCF7	36
Hình 3.8. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu LCF0	37
Hình 3.9. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu LCF1	37
Hình 3.10. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu LCF7	37
Hình 3.11. Ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của mẫu LCF0.....	38
Hình 3.12. Ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của mẫu LCF1	38
Hình 3.13. Ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của mẫu LCF7	38
Hình 3.14. Đường cong từ trễ của mẫu LCF0 và LCF7.....	39
Hình 3.15. Phổ UV-Vis của dung dịch MB theo thời gian khi có mặt vật liệu LCF0.....	40
Hình 3.16. Phổ UV-Vis của dung dịch MB theo thời gian khi chỉ có mặt H_2O_2 (a) ; LCF0 (b)	40