

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THỊ HUYỀN

**TỔNG HỢP NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA OXIT NANO
ZnO PHA TẠP ION Ag^+ , La^{3+}**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC

THÁI NGUYÊN - 2018

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THỊ HUYỀN

**TỔNG HỢP NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA OXIT NANO
ZnO PHA TẠP Ag^+ , La^{3+}**

Chuyên ngành: HÓA VÔ CƠ
Mã số: 8 44 01 13

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC VẬT CHẤT

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

THÁI NGUYÊN - 2018

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 05 năm 2018

Tác giả

Nguyễn Thị Huyền

Xác nhận của khoa chuyên môn

Người hướng dẫn khoa học

Trưởng khoa

PGS.TS. Nguyễn Thị Hiền Lan

PGS.TS. Nguyễn Thị Tố Loan

LỜI CẢM ƠN

Luận văn đã được hoàn thành tại khoa Hóa học, trường Đại học Sư phạm, Đại học Thái Nguyên. Trước tiên em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới PGS.TS. Nguyễn Thị Tô 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 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 05 năm 2018

Tác giả

Nguyễn Thị Huyền

MỤC LỤC

Trang

Trang bìa phụ

Lời cam đoan	i
Lời cảm ơn	ii
Danh mục	iii
Danh mục các bảng	vi
Danh các hình	vii
Danh các từ viết tắt.....	ix
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN	2
1.1. Vật liệu nano.....	2
1.1.1. Phân loại vật liệu nano	2
1.1.2. Tính chất của vật liệu nano	3
1.1.3. Ứng dụng của vật liệu nano	3
1.2. Một số phương pháp tổng hợp vật liệu oxit nano.....	5
1.2.1. Phương pháp đồng kết tủa	7
1.2.2. Phương pháp thủy nhiệt	7
1.2.3. Phương pháp sol-gel.....	7
1.2.4. Phương pháp tổng hợp đốt cháy.....	8
1.3. Tổng quan về vật liệu ZnO và ZnO pha tạp kim loại.....	10
1.3.1. Vật liệu ZnO và ZnO pha tạp kim loại	10
1.3.1. Ứng dụng của vật liệu ZnO và ZnO pha tạp ion kim loại trong xúc tác quang hóa phân hủy thuốc nhuộm.....	14
1.4. Tổng quan về poli (vinyl ancol) và metyl da cam.....	16
1.4.1. Poli (vinyl ancol)	16
1.4.2. Metyl da cam	17
1.5. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu	19

1.5.1. Phương pháp phân tích nhiệt	19
1.5.2. Phương pháp nhiễu xạ Ronghen	20
1.5.3. Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua (TEM)	21
1.5.4. Phương pháp đo phổ tán sắc năng lượng tia X.....	22
1.5.5. Phương pháp đo phổ phản xạ khuếch tán tử ngoại - khả kiến.....	23
1.5.6. Phương pháp phổ hấp thụ tử ngoại- khả kiến.....	24
Chương 2. THỰC NGHIỆM.....	25
2.1. Dụng cụ, hóa chất	25
2.1.1. Dụng cụ, máy móc	26
2.1.2. Hóa chất	26
2.2. Tổng hợp oxit ZnO pha tạp Ag^+ , La^{3+} bằng phương pháp đốt cháy gel	26
2.3. Khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến phản ứng quang xúc tác phân huỷ metyl da cam của các vật liệu.....	27
2.3.1. Xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ metyl da cam	27
2.3.2. Khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ	28
2.3.3. Khảo sát ảnh hưởng của %mol Ag^+ , La^{3+} pha tạp.....	28
2.3.4. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng	29
2.3.5. Khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu	29
2.3.6. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ metyl da cam.....	30
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	31
3.1. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp phân tích nhiệt.....	31
3.2. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp nhiễu xạ Ronghen	32
3.2.1. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của tỉ lệ % mol Ag^+ , La^{3+} pha tạp.....	32
3.3. Kết quả xác định hình thái học của các mẫu	35
3.4. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp phổ tán sắc năng lượng tia X	37
3.6. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của một số yếu tố đến phản ứng quang xúc tác.....	40

3.6.1. Kết quả khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ	40
3.6.3. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian chiếu sáng	42
3.6.4. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu	47
3.6.5. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nồng độ methyl da cam	48
KẾT LUẬN	50
TÀI LIỆU THAM KHẢO	51

DANH MỤC CÁC BẢNG BIỂU

Trang

Bảng 2.1. Khối lượng $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$, $AgNO_3$, $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$	27
Bảng 2.2. Số liệu xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ metyl da cam	27
Bảng 3.1: Kích thước tinh thể r (nm) của các mẫu A1÷A10 và L1÷L10 khi nung ở 500°C.....	33
Bảng 3.2: Kích thước tinh thể (nm) của mẫu A1 và L1 nung ở 500÷700°C.....	35
Bảng 3.3. Giá trị bước sóng hấp thụ λ và năng lượng vùng cấm E_g của Các mẫu ZnO, A1 ÷A10 và L1÷ L10	40
Bảng 3.4. Ảnh hưởng của hiệu suất vào phần trăm pha tạp A1 ÷ A10 và L1 ÷ L10.....	41
Bảng 3.5. Ảnh hưởng của thời gian chiếu sáng đến hiệu suất phân huỷ MO khi có mặt chất xúc tác A1÷A10	43
Bảng 3.6. Ảnh hưởng của của thời gian chiếu sáng đến hiệu suất phân huỷ MO khi có mặt chất xúc tác L1÷L10.....	43
Bảng 3.7. Ảnh hưởng thời gian phản ứng đến giá trị $\ln C_0/C_t$ khi có mặt vật liệu A1÷A10.....	45
Bảng 3.8. Ảnh hưởng thời gian phản ứng đến giá trị $\ln C_0/C_t$ khi có mặt vật liệu L1÷L10	45
Bảng 3.9. Ảnh hưởng khối lượng vật liệu đến hiệu suất phân huỷ MO	47
Bảng 3.10. Ảnh hưởng của nồng độ MO đến hiệu suất phân huỷ MO khi có mặt A10 và L10	48

DANH CÁC HÌNH VẼ

Trang

Hình 1.1. Một số ví dụ về vật liệu nano: (a) hạt nano, (b) ống nano, (c) màng nano và (d) vật liệu có cấu trúc nano.....	2
Hình 1.2. Hai nguyên lí cơ bản của công nghệ nano.....	6
Hình 1.3. Cấu trúc wurtzite của ZnO.....	11
Hình 1.4. Cấu trúc lập phương giả kẽm và cấu trúc lập phương kiểu NaCl của ZnO.....	11
Hình 1.5. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của dây nano ZnO (a); ZnO dạng lò xo (b); ZnO dạng lá kim (c).....	12
Hình 1.6. Cơ chế quang xúc tác trên chất bán dẫn.....	14
Hình 1.7. Phổ Uv-Vis của dung dịch methyl da cam.....	19
Hình 1.8. Sơ đồ nguyên lý hoạt động của máy đo phổ EDX.....	23
Hình 2.1. Đường chuẩn xác định nồng độ methyl da cam.....	28
Hình 3.1. Giải đồ phân tích nhiệt của mẫu A1.....	31
Hình 3.2. Giải đồ phân tích nhiệt của mẫu L1.....	31
Hình 3.3: Giải đồ XRD của các mẫu A1÷A10 khi nung ở 500°C.....	32
Hình 3.4: Giải đồ XRD của các mẫu L1÷L10 khi nung ở 500°C.....	33
Hình 3.5. Giải đồ XRD của mẫu A1 khi nung ở 500 ÷ 700°C.....	34
Hình 3.6. Giải đồ XRD của mẫu L1 khi nung ở 500 ÷ 700°C.....	35
Hình 3.7. Ảnh TEM của mẫu ZnO khi nung ở 500°C.....	36
Hình 3.8. Ảnh TEM của mẫu A1 khi nung ở 500°C.....	36
Hình 3.9. Ảnh TEM của mẫu A5 khi nung ở 500°C.....	36
Hình 3.10. Ảnh TEM của mẫu A10 khi nung ở 500°C.....	37
Hình 3.11. Ảnh TEM của L1 khi nung ở 500°C.....	37
Hình 3.12. Ảnh TEM của mẫu L10 khi nung ở 500°C.....	37
Hình 3.13. Phổ EDX của mẫu A10 khi nung ở 500°C.....	38
Hình 3.14. Phổ EDX của mẫu L10 khi nung ở 500°C.....	38

Hình 3.15. Phổ phản xạ khuếch tán tử ngoại - khả kiến của mẫu ZnO, A1 ÷ A10.....	39
Hình 3.16. Phổ phản xạ khuếch tán tử ngoại- khả kiến của mẫu ZnO, L1 ÷ L10.....	39
Hình 3.17. Sự phụ thuộc của hiệu suất hấp phụ MO vào thời gian phản ứng khi có mặt vật liệu A10 (a) và L10 (b)	41
Hình 3.18. Sự phụ thuộc của hiệu suất phân hủy MO vào tỉ lệ % mol Ag⁺ (a), La³⁺ (b) pha tạp	42
Hình 3.19. Sự phụ thuộc của hiệu suất phân hủy MO vào thời gian khi có mặt chất xúc tác A1 ÷ A10	44
Hình 3.20. Sự phụ thuộc của hiệu suất phân hủy MO vào thời gian khi có mặt chất xúc tác L1 ÷ L10.....	44
Hình 3.21. Sự phụ thuộc của ln(C_o/C_t) vào thời gian khi có mặt vật liệu A1 ÷ A10	46
Hình 3.22. Sự phụ thuộc của ln(C_o/C_t) vào thời gian khi có mặt vật liệu L1 ÷ L10.....	46
Hình 3.23. Sự phụ thuộc của hiệu suất phân hủy MO vào khối lượng vật liệu A10 (a) và L10 (b).....	47
Hình 3.24. Sự phụ thuộc của hiệu suất phản ứng vào nồng độ MO khi có mặt A10 (a) và L10 (b).....	48