

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THỊ KIỀU TRANG

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA OXIT NANO ZnO
CÓ PHA TẠP Cu^{2+} , Sr^{2+}**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN – NĂM 2018

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THỊ KIỀU TRANG

**TỔNG HỢP, NGHIÊN CỨU ĐẶC TRƯNG CẤU TRÚC
VÀ HOẠT TÍNH QUANG XÚC TÁC CỦA OXIT NANO ZnO
CÓ PHA TẠP Cu^{2+} , Sr^{2+}**

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 – NĂM 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.

Tác giả luận văn

Nguyễn Thị Kiều Trang

Xác nhận của Trưởng khoa

Người hướng dẫn

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.

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, 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 đồng 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 4 năm 2018

Tác giả luận văn

Nguyễn Thị Kiều Trang

MỤC LỤC

	Trang
Lời cam đoan.....	i
Lời cảm ơn.....	ii
Mục lục.....	iii
Danh mục các ký hiệu, 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. Một số phương pháp điều chế oxit kim loại kích thước nanomet	2
1.1.1. Phương pháp đồng kết tủa.....	2
1.1.2. Phương pháp thủy nhiệt	2
1.1.3. Phương pháp sol-gel.....	3
1.1.4. Phương pháp tổng hợp đốt cháy.....	4
1.2. Tổng quan về ZnO và ZnO pha tạp kim loại	5
1.2.1. Vật liệu ZnO.....	5
1.2.2. Vật liệu ZnO pha tạp kim loại.....	6
1.2.3. Ứng dụng của ZnO và ZnO pha tạp trong xúc tác quang hóa phân hủy thuốc nhuộm.....	8
1.3. Giới thiệu về poli (vinyl ancol) và metylen xanh	10
1.3.1. Giới thiệu về poli (vinyl ancol).....	10
1.3.2. Metylen xanh.....	11
1.4. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu.....	12
1.4.1. Phương pháp phân tích nhiệt.....	12
1.4.2. Phương pháp nhiễu xạ Ronghen	13
1.4.3. Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua	14
1.4.4. Phương pháp đo phổ tán sắc năng lượng tia X	15
1.4.5. Phương pháp phổ phản xạ khuếch tán tử ngoại-khả kiến (DRS).....	16

1.4.6. Phương pháp phổ hấp thụ tử ngoại- khả kiến	18
Chương 2. THỰC NGHIỆM	20
2.1. Dụng cụ, hoá chất.....	20
2.1.1. Dụng cụ, máy móc	20
2.1.2. Hoá chất.....	20
2.2. Tổng hợp oxit nano ZnO pha tạp Cu ²⁺ , Sr ²⁺ bằng phương pháp đốt cháy gel...	20
2.3. Khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến phản ứng quang xúc tác phân hủy metylen xanh của các vật liệu	21
2.3.1. Xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ metylen xanh.....	21
2.3.2. Khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ	22
2.3.3. Khảo sát ảnh hưởng của phần trăm mol Cu ²⁺ , Sr ²⁺ pha tạp	23
2.3.4. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng.....	23
2.3.5. Khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu	23
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	25
3.1. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp phân tích nhiệt.....	25
3.2. Kết quả nghiên cứu vật liệu bằng phương pháp nhiễu xạ Ronghen	26
3.2.1. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của tỷ lệ % mol Cu ²⁺ , Sr ²⁺ pha tạp	26
3.2.2. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ nung.....	28
3.3. Kết quả đo phổ tán sắc năng lượng tia X của các mẫu	29
3.4. Kết quả nghiên cứu mẫu bằng phương pháp hiển vi điện tử truyền qua	30
3.5. Kết quả đo phổ phản xạ khuếch tán tử ngoại- khả kiến.....	32
3.6. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của một số yếu tố đến phản ứng quang xúc tác .	33
3.6.1. Kết quả khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ.....	33
3.6.2. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ %mol Cu ²⁺ , Sr ²⁺ pha tạp trong các mẫu.....	34
3.6.3. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng	35
3.6.4. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu.....	38
KẾT LUẬN	40
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

Tên viết tắt	Tên đầy đủ
CS	Combustion Synthesis
CTAB	Cetyl trimetyl amoni bromua
DSC	Differential Scanning Calorimetry
DTA	Differential Thermal Analysis
DRS	UV-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy
EDA	Etylen diamin
EDX	Energy dispersive X- ray
GPC	Gas Phase Combustion
MB	Metylen xanh
PEG	Poly (etylen glicol)
PAA	Poly (acrylic axit)
PGC	Polimer Gel Combustion
PVA	Poly (vinyl ancol)
SC	Solution Combustion
SDS	Natri dodecyl sunfat
SHS	Self Propagating High Temperature Synthesis Process
SSC	Solid State Combustion
TEM	Transnission Electron Microscope
TGA	Thermo Gravimetric Analysis
XRD	X-Ray Diffraction

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 2.1. Khối lượng $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$, $Cu(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ và $Sr(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ trong các mẫu.....	21
Bảng 2.2. Số liệu xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ metylen xanh.....	21
Bảng 3.1. Kích thước tinh thể và giá trị d_{101} của mẫu ZnO, C1, C5, C10 và S1, S5, S10 nung ở $500^\circ C$	27
Bảng 3.2. Kích thước tinh thể của các mẫu C1, S1 khi nung ở các nhiệt độ khác nhau.....	29
Bảng 3.3. Giá trị bước sóng hấp thụ λ và năng lượng vùng cấm E_g của oxit ZnO, C1, C5, C10, S1, S5, S10.....	33
Bảng 3.4. Ảnh hưởng của tỉ lệ % mol Cu^{2+} , Sr^{2+} pha tạp trong các mẫu C1, C5, C10 (a) và S1, S5, S10 (b) đến hiệu suất phân hủy metylen xanh.....	34
Bảng 3.5. Ảnh hưởng của thời gian chiếu sáng đến hiệu suất phân hủy MB khi có mặt vật liệu C10.....	37
Bảng 3.6. Ảnh hưởng của thời gian chiếu sáng đến hiệu suất phân hủy MB khi có mặt vật liệu S10.....	37
Bảng 3.7. Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu C10, S10 đến hiệu suất phân hủy MB.....	39

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Cấu trúc lục phương của ZnO.....	5
Hình 1.2. Minh họa cơ chế quang xúc tác trên chất bán dẫn.....	8
Hình 1.3. Công thức cấu tạo của metylen xanh.....	11
Hình 1.4. Phổ UV-Vis của dung dịch metylen xanh.....	12
Hình 1.5. Sơ đồ nguyên lý hoạt động của máy đo phổ EDX.....	16
Hình 1.6. Phản xạ gương và phản xạ khuếch tán từ bề mặt nhám.....	16
Hình 2.1. Đường chuẩn xác định nồng độ metylen xanh.....	22
Hình 3.1. Giải đồ phân tích nhiệt của mẫu C1.....	25
Hình 3.2. Giải đồ phân tích nhiệt của mẫu S1.....	25
Hình 3.3. Giải đồ XRD của các mẫu ZnO, C1, C5, C10 khi nung ở 500°C.....	26
Hình 3.4. Giải đồ XRD của các mẫu ZnO, S1, S5, S10 khi nung ở 500°C.....	26
Hình 3.5. Giải đồ XRD của mẫu C1 khi nung ở 500÷700°C.....	28
Hình 3.6. Giải đồ XRD của mẫu S1 khi nung ở 500÷700°C.....	28
Hình 3.7. Phổ EDX của mẫu C10 khi nung ở 500°C.....	29
Hình 3.8. Phổ EDX của mẫu S10 khi nung ở 500°C.....	29
Hình 3.9. Ảnh TEM của mẫu ZnO khi nung ở 500°C.....	30
Hình 3.10. Ảnh TEM của mẫu C1 khi nung ở 500°C.....	30
Hình 3.11. Ảnh TEM của mẫu C5 khi nung ở 500°C.....	31
Hình 3.12. Ảnh TEM của mẫu C10 khi nung ở 500°C.....	31
Hình 3.13. Ảnh TEM của mẫu S10 khi nung ở 500°C.....	31
Hình 3.14. Phổ DRS của mẫu ZnO và C1, C5, C10.....	32
Hình 3.15. Phổ DRS của mẫu ZnO và S1, S5, S10.....	32
Hình 3.16. Phổ UV-Vis của metylen xanh ở nhiệt độ phòng khi có mặt vật liệu C10 (a) và S10 (b).....	33
Hình 3.17. Phổ UV-Vis của sản phẩm phân hủy MB khi cho ZnO, C1, C5, C10 (a) và S1, S5, S10 (b) vào dung dịch MB và chiếu đèn UV trong 240 phút	

.....	34
Hình 3.18. Phổ UV-Vis của sản phẩm phân hủy metylen xanh khi có mặt vật liệu C10 (a) và S10 (b) và được chiếu sáng bằng đèn UV	36
Hình 3.19. Sự phụ thuộc của $\ln(C_0/C_t)$ vào thời gian phản ứng khi có mặt vật liệu C10 (a) và S10 (b).....	38
Hình 3.20. Sự phụ thuộc của hiệu suất phân hủy MB vào khối lượng vật liệu C10 (a) và S10 (b)	39