

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

VŨ HỒNG HẠNH

NGHIÊN CỨU KHẢ NĂNG DIỆT KHUẨN CỦA VẬT
LIỆU QUANG XÚC TÁC ỐNG NANO TiO₂ CHẾ TẠO
BẰNG PHƯƠNG PHÁP THỦY NHIỆT

LUẬN VĂN THẠC SĨ VẬT LÝ

Thái Nguyên - 2018

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

VŨ HỒNG HẠNH

**NGHIÊN CỨU KHẢ NĂNG DIỆT KHUẨN CỦA VẬT
LIỆU QUANG XÚC TÁC ỚNG NANO TiO₂ CHẾ TẠO
BẰNG PHƯƠNG PHÁP THỦY NHIỆT**

Chuyên ngành: Quang học

Mã số: 8440110

LUẬN VĂN THẠC SĨ VẬT LÝ

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: TS. ĐẶNG VĂN THÀNH

Thái Nguyên - 2018

LỜI CẢM ƠN

Với lòng kính trọng và biết ơn sâu sắc, em xin chân thành cảm ơn thầy hướng dẫn TS. Đặng Văn Thành đã tận tình hướng dẫn, giúp đỡ và động viên em trong quá trình thực hiện luận văn. Em cũng gửi lời cảm ơn chân thành tới các thầy, cô giáo Khoa Vật lý và Công nghệ, các thầy cô Phòng Đào tạo, các thầy cô trong Ban Giám hiệu Trường Đại học Khoa học - Đại học Thái Nguyên.

Em xin chân thành cảm ơn Thạc sỹ Nguyễn Thị Khánh Vân đã nhiệt tình giúp đỡ trong quá trình thực hiện các công việc thực nghiệm để hoàn thành luận văn.

Em cũng xin gửi lời cảm ơn chân thành tới Ban giám hiệu Trường Đại học Y- Dược đã cho phép em sử dụng cơ sở vật chất và trang thiết bị của phòng thí nghiệm Lý - Lý sinh y học và Dược trong quá trình thực hiện các công việc thực nghiệm.

Cuối cùng, em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới gia đình đã luôn động viên và ủng hộ tích cực để em thực hiện trọn vẹn khóa học vừa qua.

Mặc dù đã có nhiều cố gắng, song do thời gian có hạn, khả năng nghiên cứu của bản thân còn hạn chế nên kết quả nghiên cứu không thể tránh được các thiếu sót. Em rất mong nhận được sự góp ý, chỉ bảo của các thầy giáo, cô giáo, các bạn đồng nghiệp và những người đang quan tâm đến vấn đề đã trình bày trong luận văn, để luận văn được hoàn thiện hơn.

Em xin trân trọng cảm ơn!

Thái Nguyên, tháng 6 năm 2018

Tác giả

Vũ Hồng Hạnh

LỜI CAM ĐOAN

Tôi tên: Vũ Hồng Hạnh

Sinh ngày 30 tháng 4 năm 1978

Quê quán: Hải Phòng

Hiện công tác tại: Trường THPT Phạm Ngũ Lão- Thủy Nguyên- Hải Phòng

Là học viên cao học khóa 2015 của Trường Đại Học Khoa Học-Đại học Thái Nguyên

Tôi cam đoan: Đề tài “*Nghiên cứu khả năng diệt khuẩn của vật liệu quang xúc tác ống nano TiO₂ chế tạo bằng phương pháp thủy nhiệt*” là công trình nghiên cứu của tôi. Các số liệu trong luận văn được sử dụng trung thực, nguồn trích dẫn có chú thích rõ ràng, minh bạch, có tính kế thừa, phát triển từ các tài liệu, tạp chí, các công trình nghiên cứu đã được công bố, các website. Tôi xin hoàn toàn chịu trách nhiệm về lời cam đoan.

Thái Nguyên, tháng 6 năm 2018

Tác giả

Vũ Hồng Hạnh

MỤC LỤC

MỞ ĐẦU.....	1
CHƯƠNG 1 : TỔNG QUAN VỀ VẬT LIỆU NANO.....	4
1.1.Vật liệu ống nanoTiO ₂	4
1.1.1. Vật liệu nanoTiO ₂	4
1.1.2.Tính chất quang xúc tác của vật liệu TiO ₂	6
1.1.3.Cơ chế diệt khuẩn của vật liệu TiO ₂	9
1.1.4. Các phương pháp chế tạo vật liệu ống nano TiO ₂	13
1.1.4.1.Phương pháp điện hóa điện cực anot.....	14
1.1.4.2. Phương pháp tạo khuôn	17
1.1.4.3. Phương pháp thủy nhiệt	18
1.2.Phương pháp tạo màng bằng kỹ thuật lắng đọng điện di.....	21
1.3. Tình hình nghiên cứu thuộc lĩnh vực của đề tài.....	23
CHƯƠNG 2: CÁC PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU VÀ THỰC NGHIỆM	..28
2.1.Quy trình chế tạo mẫu.....	28
2.1.1. Các dụng cụ và hóa chất sử dụng.....	28
2.1.1.1. Dụng cụ thí nghiệm.....	28
2.1.1.2. Hóa chất.....	28
2.1.2.Chế tạo vật liệu ống nano TiO ₂ bằng phương pháp thủy nhiệt.....	28
2.2.Các phương pháp khảo sát cấu trúc và tính chất vật liệu.....	30
2.2.1. Phương pháp nhiễu xạ tia X.....	30
2.2.2. Phương pháp tán xạ Raman.....	31
2.2.3.Phương pháp chụp hiển vi điện tử quét (SEM)	32
2.2.4. Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua (TEM).....	32
2.2.5. Phương pháp đo diện tích bề mặt riêng.....	32
2.2.6. Phương pháp phổ hấp thụ UV-Vis.....	33
2.2.7. Nghiên cứu khả năng diệt khuẩn của vật liệu ống nanoTiO ₂	34
2.2.7.1. Đánh giá khả năng quang xúc tác của vật liệu TNT -500.....	35

2.2.7.2. Nghiên cứu khả năng diệt khuẩn của vật liệu ống nano TiO ₂	38
2.2.7.3. Đánh giá khả năng diệt khuẩn của vật liệu ống nano TiO ₂ dạng màng trên vi khuẩn đại diện là <i>E. Coli</i>	39
CHƯƠNG 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	41
3.1. Đặc trưng vật liệu.....	41
3.2. Phổ Raman của vật liệu TiO ₂	42
3.3. Diện tích bề mặt của mẫu bột.....	43
3.4. Hình thái học của vật liệu của TiO ₂	45
3.5. Đánh giá khả năng quang xúc tác của vật liệu thông qua khả năng phân hủy màu của MB.....	51
3.6. Kết quả nghiên cứu khả năng diệt khuẩn của vật liệu TNT-500.....	52
KẾT LUẬN VÀ KHUYẾN NGHỊ.....	54
CÁC CÔNG TRÌNH KHOA HỌC ĐÃ CÔNG BỐ.....	55
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	56

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU VÀ CHỮ VIẾT TẮT

STT	Kí hiệu viết tắt	Nội dung
1	TNT	Titan nanotube (ống TiO ₂)
2	BET	Brunauer Emmet and Teller
3	<i>E.coli</i>	<i>Escherichia coli</i>
4	DSSC	Dye – sensitized solar cells (Pin mặt trời sử dụng chất nhạy màu)
5	MB	Xanh methylen
6	SEM	Scanning Electron Microscopy (hiển vi điện tử quét)
7	TEM	Transmission electron microscopy (hiển vi điện tử truyền qua)
8	XRD	X-ray Diffraction (nhiễu xạ tia X)
9	UVA	Ultraviolet radiation A
10	UV	Ultraviolet radiation

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1. Các số vật lý của TiO ₂ pha anatase, rutile và brookite [10].	5
Bảng 2. Tổng hợp một số nghiên cứu tiêu biểu trong nước liên quan đến hướng sử dụng vật liệu quang xúc tác TiO ₂ .	26
Bảng 3.1. Kết quả đo độ hấp thụ quang của MB với các nồng độ khác nhau.	36

DANH MỤC CÁC HÌNH ẢNH

Hình 1.1.Cấu trúc tinh thể của các pha TiO ₂ rutile(a), anatase(b) và brookite(c) (Ti(màu trắng);O(màu đỏ))[9].....	4
Hình 1.2.Cấu trúc vùng năng lượng của TiO ₂ cho pha rutile(trái), anatase(giữa) và brookite(phải) [9].....	7
Hình 1.3. Cơ chế quang xúc tác của vật liệu TiO ₂ [15].....	8
Hình 1.4. Cấu trúc màng tế bào.....	10
Hình 1.5. Sơ đồ minh họa cơ chế tạo gốc hoạt động của TiO ₂ khi được kích thích bởi ánh sáng.....	12
Hình 1.6 .Cơ chế diệt khuẩn của TiO ₂ khi tiếp xúc với màng tế bào ; (a) màng tế bào ở trạng thái bình thường , (b) màng tế bào tiếp xúc với TiO ₂ , (c) các tổn thương không thể phục hồi , (d) màng tế bào bị phá hủy ,(e) các thành phần bên trong của tế bào bị phân hủy và quá trình khoáng hóa [19].....	12
Hình 1.7. Sơ đồ minh họa các phương pháp chế tạo ống nano TiO ₂ : (a) phương pháp thủy nhiệt, (c) tạo khuôn, (e) anốt hóa, (b), (d), (f) ảnh TEM và SEM của vật liệu chế tạo[8]	13
Hình 1.8. Sơ đồ minh họa kỹ thuật anốt hóa chế tạo ống nano TiO ₂ sử dụng cấu hình 2 điện cực[21].....	14
Hình 1.9. Sơ đồ minh họa kỹ thuật anodization chế tạo ống nano TiO ₂ sử dụng cấu hình 3 điện cực[6].....	15
Hình 1.10: Sự ảnh hưởng của dung dịch điện phân tới sự hình thành các ống TiO ₂ (a) sự suy giảm của cường độ dòng điện điện phân theo thời gian ứng với các trường hợp không có (-----) và có (——) ion F ⁻ trong dung dịch điện phân, b và c là quá trình di chuyển của các ion linh động trong dung dịch điện phân khi có ion F ⁻ và không có ion F ⁻ [8].....	16

Hình 1.11. Sơ đồ minh họa quá trình chế tạo ống nano tube TiO ₂ : (a) tạo khuôn (b) lắng đọng chế tạo lớp màng thụ động , (c) lắng đọng chọn lọc các lỗ phía trong khuôn , (d) ăn mòn hóa học lớp màng PC với dung môi chloroform tại 60 ⁰ C để nhận được cấu trúc ống nano tube TiO ₂	17
Hình 1.12: Ảnh SEM (trên) và TEM (dưới) của (a) vật liệu TiO ₂ pha rutile ban đầu (b) xử lý với NaOH và HCl tạo ra cấu trúc hạt hoặc mảng dây, (c) xử lý với NaOH, HCl và nước cất tạo cấu trúc ống nano[28].....	19
Hình 1.13 Cơ chế tạo thành cấu trúc ống nano TiO ₂ anatase sử dụng vật liệu ban đầu là bột TiO ₂ anatase[29].....	20
Hình 1.14. Sơ đồ minh họa quá trình lắng điện di: (a) EPD catốt, (b) EPD anốt	22
Hình 2.1. Các giai đoạn chế tạo vật liệu ống nano TiO ₂ bằng phương pháp thủy nhiệt.....	29
Hình 2.2. Ảnh chụp hệ thủy nhiệt dùng để chế tạo mẫu.....	30
Hình 2.3. Phản xạ của tia X trên họ mặt mạng tinh thể.....	30
Hình 2.4. Đồ thị đường chuẩn xác định nồng độ MB.....	36
Hình 2.5. Ảnh chụp hệ quang xúc tác xử lý MB.....	36
Hình 2.6. Ảnh chụp hệ quang xúc tác xử lý MB khi làm việc	37
Hình 2.7. Sơ đồ minh họa quá trình lắng đọng điện di tạo màng TNT, ảnh nhỏ là màng sau khi chế tạo.....	39
Hình 2.8. Sơ đồ quy trình nghiên cứu khả năng diệt khuẩn của màng TNT....	40
Hình 3.1.a. Giảm độ nhiễu xạ của vật liệu TiO ₂ thương mại(P25).....	41
Hình 3.1.b. Giảm độ XRD của TNT không ủ.....	42
Hình 3.1.c. Giảm độ XRD của TNT ủ 500 ⁰ C.....	42
Hình 3.2. Phổ Raman của vật liệu TiO ₂ P25 và TNT khi không ủ và ủ ở 500 ⁰ C.....	43
Hình 3.3.a. Đường đẳng nhiệt hấp phụ và khử hấp phụ N ₂ của mẫu TiO ₂ P25.....	44