

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

---

VƯƠNG THỊ THÚY HỒNG

**TỔNG HỢP OXIT NANO CeO<sub>2</sub> BẰNG  
PHƯƠNG PHÁP ĐỐT CHÁY**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC**

**Thái Nguyên, năm 2012**

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

---

**VƯƠNG THỊ THÚY HỒNG**

**TỔNG HỢP OXIT NANO CeO<sub>2</sub> BẰNG  
PHƯƠNG PHÁP ĐỐT CHÁY**

**Chuyên ngành: Hoá vô cơ**

**Mã số: 60.44.25**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC**

**Người hướng dẫn khoa học: PGS.TS Lê Hữu Thiềng**

**Thái Nguyên, năm 2012**

## LỜI CẢM ƠN

Em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới PGS.TS Lê Hữu Thiêng đã giao đề tài và tận tình hướng dẫn, giúp đỡ tôi trong suốt quá trình thực hiện đề tài.

Xin chân thành cảm ơn Ban Giám hiệu, Khoa sau Đại học, Khoa Hóa học Trường ĐHSP Thái Nguyên đã tạo điều kiện thuận lợi cho em trong suốt quá trình học tập và nghiên cứu đề tài.

Xin chân thành cảm ơn các Thầy, Cô giáo và các cán bộ phòng thí nghiệm Khoa Hóa học Trường Đại học Sư phạm- Đại học Thái Nguyên đã giúp đỡ, tạo điều kiện cho em trong suốt quá trình thực nghiệm.

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 có thể còn nhiều 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 5 năm 2012*

**Tác giả**

***Vương Thị Thúy Hồng***

## LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan: đề tài "*Tổng hợp oxit nano CeO<sub>2</sub> bằng phương pháp đốt cháy*" là do bản thân tôi thực hiện. Các số liệu, kết quả trong đề tài là trung thực và chưa từng được công bố trong bất kì các công trình nào khác . Nếu sai sự thật tôi xin chịu trách nhiệm.

**Tác giả**

*Wương Thị Thúy Hồng*

## MỤC LỤC

	<i>Trang</i>
Trang bìa phụ	
Lời cảm ơn	
Lời cam đoan	
Mục lục.....	i
Danh mục các hình.....	iii
<b>MỞ ĐẦU .....</b>	<b>1</b>
<b>NỘI DUNG LUẬN VĂN .....</b>	<b>4</b>
<b>Chương 1. TỔNG QUAN .....</b>	<b>4</b>
1.1. Một số khái niệm trong lĩnh vực khoa học nano .....	4
1.1.1. Công nghệ nano .....	4
1.1.2. Vật liệu nano .....	4
1.1.3. Hóa học nano .....	5
1.2. Oxit nano CeO <sub>2</sub> .....	14
1.2.1. Nghiên cứu về đặc điểm của CeO <sub>2</sub> .....	14
1.2.2. Một số phương pháp tổng hợp CeO <sub>2</sub> kích thước nano .....	16
1.2.3. Ứng dụng của CeO <sub>2</sub> nano .....	21
<b>Chương 2. CÁC PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU VÀ THỰC NGHIỆM...24</b>	
2.1. Thiết bị, hóa chất.....	24
2.1.1. Thiết bị .....	24
2.1.2. Hóa chất .....	24
2.2. Phương pháp thực nghiệm .....	25
2.3. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu.....	27
2.3.1. Phương pháp phân tích nhiệt .....	27
2.3.2. Nhiễu xạ tia Ronghen ( X-ray Diffraction – XRD).....	28
2.3.3. Phương pháp hiển vi điện tử quét và hiển vi điện tử truyền qua....	31

2.3.4. Phương pháp đo diện tích bề mặt riêng .....	32
2.4. Khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến sự tạo pha tinh thể của oxit $\text{CeO}_2$ .....	33
2.4.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung.....	33
2.4.2. Khảo sát ảnh hưởng pH của hỗn hợp ban đầu .....	33
2.4.3. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng.....	34
2.4.4. Khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ mol $\text{Ce}^{+4}$ /glyxin.....	34
2.4.5. Khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ mol $\text{Ce}^{+4}/\text{NH}_4\text{NO}_3$ .....	34
<b>Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN .....</b>	<b>35</b>
3.1. Tổng hợp oxit nano $\text{CeO}_2$ bằng phương pháp đốt cháy.....	35
3.2. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của một số yếu tố đến sự tạo pha tinh thể của oxit $\text{CeO}_2$ .....	36
3.2.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ nung.....	36
3.2.2. Ảnh hưởng pH của hỗn hợp ban đầu .....	40
3.2.3. Ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng.....	42
3.2.4. Ảnh hưởng của tỉ lệ mol $\text{Ce}^{+4}$ /glyxin.....	44
3.2.5. Ảnh hưởng của tỉ lệ mol $\text{Ce}^{+4}/\text{NH}_4\text{NO}_3$ .....	46
3.3. Hình thái học, diện tích bề mặt riêng của mẫu tối ưu .....	48
<b>KẾT LUẬN .....</b>	<b>51</b>
<b>TÀI LIỆU THAM KHẢO .....</b>	<b>52</b>
<b>PHỤ LỤC .....</b>	<b>56</b>

## DANH MỤC CÁC HÌNH

	Trang
Hình 1.1. Cấu trúc tinh thể CeO <sub>2</sub> .....	15
Hình 2.1. Sơ đồ tổng hợp oxit CeO <sub>2</sub> bằng phương pháp đốt cháy .....	26
Hình 2.2. Sự phản xạ trên bề mặt tinh thể .....	29
Hình 3.1. Giải đồ DTA và TGA.....	37
Hình 3.2. Giải đồ XRD của mẫu khi nung ở 300 <sup>0</sup> C, 400 <sup>0</sup> C và 500 <sup>0</sup> C.....	39
Hình 3.3. Giải đồ XRD của mẫu ở pH 2÷5.....	41
Hình 3.4. Giải đồ XRD của mẫu ở 40 <sup>0</sup> C, 60 <sup>0</sup> C, 80 <sup>0</sup> C, 100 <sup>0</sup> C.....	43
Hình 3.5. Giải đồ XRD của mẫu có tỉ lệ mol Ce <sup>+4</sup> /glyxin khác nhau.....	45
Hình 3.6. Giải đồ XRD của mẫu có tỉ lệ mol Ce <sup>+4</sup> /NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub> khác nhau.....	47
Hình 3.7. Ảnh SEM của oxit CeO <sub>2</sub> .....	48
Hình 3.8. Ảnh TEM của oxit CeO <sub>2</sub> .....	49

## MỞ ĐẦU

Khoa học và công nghệ nano là một trong những thuật ngữ được sử dụng rộng rãi nhất trong khoa học vật liệu ngày nay. Nó đóng vai trò hết sức quan trọng trong hầu hết các lĩnh vực của khoa học - kỹ thuật và trở thành một trong những hướng nghiên cứu nổi bật nhất trong lĩnh vực vật lý chất rắn và hóa học của thế giới. Sở dĩ như vậy là do đối tượng nghiên cứu của chúng là vật liệu nano có những tính chất kì lạ khác hẳn với các tính chất của vật liệu khối mà người ta nghiên cứu trước đó. Sự khác biệt về tính chất của vật liệu nano so với vật liệu khối bắt nguồn từ hai hiện tượng là: hiệu ứng bề mặt và hiệu ứng kích thước.

Vật liệu nano đóng vai trò quan trọng trong hầu hết các lĩnh vực như: vật lý, hoá học, sinh học và y học. Ngoài ra các nhà khoa học còn tìm cách đưa công nghệ nano vào việc giải quyết các vấn đề mang tính toàn cầu như thực trạng ô nhiễm môi trường ngày càng gia tăng, việc cải tiến các thiết bị quân sự... Ngày nay, người ta rất quan tâm đến việc chế tạo các vật liệu nano xúc tác vì loại vật liệu này có thể làm cho phản ứng đạt được tốc độ lớn nhất và hiệu quả sản phẩm cao nhất.

Ceri là nguyên tố chiếm 50% tổng hàm lượng các nguyên tố đất hiếm trong các khoáng vật đất hiếm. Ceri và các hợp chất của nó đã được nghiên cứu và ứng dụng trong nhiều lĩnh vực như luyện kim, gốm, thủy tinh, xúc tác, vật liệu phát quang.  $\text{CeO}_2$  là oxit quan trọng nhất của các nguyên tố đất hiếm với vai trò là chất xúc tác trong công nghiệp.  $\text{CeO}_2$  đã được nghiên cứu và sử dụng rộng rãi như một chất hoạt hóa điện tử làm tăng khả năng hoạt động, tính chọn lọc và ổn định nhiệt độ của các chất xúc tác [13].

Ngoài ra,  $\text{CeO}_2$  kích thước nano còn có nhiều đặc tính ưu việt như: diện tích bề mặt lớn nên có nhiều ứng dụng phong phú trong nhiều lĩnh vực như



phản ứng nhiên liệu rắn, xúc tác xử lý khí thải ô tô và xe máy, làm vật liệu hấp thụ tia UV, làm phụ gia cho vật liệu gốm, chế tạo vật liệu phát quang, các thiết bị quang học và đánh bóng vật liệu... Gần đây nhất, các hạt oxit nano  $\text{CeO}_2$  đã được sử dụng như gốc tự do mạnh để bảo vệ thân kính, chống phóng xạ và đặc tính kháng viêm. Những tính chất của oxit nano  $\text{CeO}_2$  có thể mở ra triển vọng mới trong y học và công nghệ sinh học [28], [34].

Do đó việc nghiên cứu tổng hợp và ứng dụng  $\text{CeO}_2$  nano đã thu hút sự quan tâm của nhiều nhà khoa học. Có một số phương pháp hay được dùng để điều chế  $\text{CeO}_2$  nano như: phương pháp thủy nhiệt, phương pháp sol-gel, phương pháp kết tủa đồng thể, phương pháp vi nhũ tương... Các phương pháp này kỹ thuật khó, thiết bị đắt nên rất khó có thể sản xuất một lượng lớn  $\text{CeO}_2$  kích thước nano trong công nghiệp. Phương pháp tổng hợp  $\text{CeO}_2$  nano bằng phương pháp tổng hợp đốt cháy là một trong những phương pháp có thể khắc phục được các nhược điểm của các phương pháp trên. Tổng hợp đốt cháy có kỹ thuật đơn giản, ít chi phí, tiết kiệm thời gian và tiêu thụ ít năng lượng, có thể sản xuất khối lượng lớn, tạo ra bột  $\text{CeO}_2$  nano siêu nhỏ, đồng thể và có hoạt tính cao [28], [34].

Tổng hợp đốt cháy được xem như là một kỹ thuật quan trọng trong điều chế các vật liệu nano. Tổng hợp đốt cháy được đặc trưng bởi nhiệt độ cao, diễn ra trong một thời gian ngắn, là phương pháp hữu hiệu để tạo ra nhiều loại bột nano với cấu trúc và thành phần như mong muốn, dễ điều khiển kích thước hạt, các hạt tạo thành có kích thước đồng đều và giá thành lại rẻ rất thích hợp cho việc điều chế với quy mô công nghiệp. Chính vì vậy, chúng tôi tiến hành thực hiện đề tài luận văn “*Tổng hợp oxit nano  $\text{CeO}_2$  bằng phương pháp đốt cháy*”.

Nội dung chính của luận văn là tổng hợp oxit  $\text{CeO}_2$  kích thước nano bằng phương pháp đốt cháy gel. Quá trình tổng hợp đi từ chất đầu là muối  $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$  đóng vai trò như nguồn cung cấp ion ceri và chất oxi hóa, glyxin đóng vai trò là nhiên liệu.

Bố cục của luận văn gồm các phần:

- Mở đầu
- Chương 1: Tổng quan
- Chương 2: Các phương pháp nghiên cứu và thực nghiệm
- Chương 3: Kết quả và thảo luận
- Kết luận
- Tài liệu tham khảo