

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

LĂNG VĂN QUANG

**NGHIÊN CỨU ĐIỀU CHẾ BỘT CANXI CACBONAT
KÍCH THƯỚC NANOMET BẰNG PHƯƠNG PHÁP SỤC KHÍ
CACBONIC QUA HUYỀN PHÙ CANXI HIDROXIT
TRONG MÔI TRƯỜNG NƯỚC**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC

THÁI NGUYÊN - 2012

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

LÃNG VĂN QUANG

**NGHIÊN CỨU ĐIỀU CHẾ BỘT CANXI CACBONAT
KÍCH THƯỚC NANOMET BẰNG PHƯƠNG PHÁP SỤC KHÍ
CACBONIC QUA HUYỀN PHÙ CANXI HIDROXIT
TRONG MÔI TRƯỜNG NƯỚC**

CHUYÊN NGÀNH : HOÁ VÔ CƠ

MÃ SỐ: 60.44.25

LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC

HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: PGS. TS NGÔ SỸ LƯƠNG

THÁI NGUYÊN - 2012

LỜI CẢM ƠN

Với lòng biết ơn sâu sắc, em xin chân thành cảm ơn **PGS.TS Ngô Sỹ Lương** đã tận tình hướng dẫn và giúp đỡ em trong suốt quá trình nghiên cứu để hoàn thành luận văn này.

Em cũng xin cảm ơn các thầy, cô giáo trong khoa Hóa học trường Đại học Sư phạm Thái Nguyên đã tạo mọi điều kiện thuận lợi để em được học tập và nghiên cứu.

Cuối cùng em xin cảm ơn gia đình và các bạn trong phòng Vật liệu mới, bộ môn Hóa Vô cơ trường Đại học KHTN, ĐHQG Hà Nội đã giúp đỡ em trong suốt quá trình làm luận văn.

Thái Nguyên, tháng 5 năm 2012

Học viên

Lăng Văn Quang

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi, các số liệu và kết quả nghiên cứu nêu trong luận văn là trung thực, được các đồng tác giả cho phép sử dụng và chưa từng được công bố trong bất kỳ một công trình nào khác.

Tác giả

Lăng Văn Quang

MỤC LỤC

Trang

Trang bìa phụ	
Lời cảm ơn	
Lời cam đoan	
Mục lục.....	i
Danh mục từ viết tắt.....	iv
Danh mục các bảng.....	v
Danh mục các hình.....	vi
MỞ ĐẦU	1
Chương 1 TỔNG QUAN	3
1.1. TÍNH CHẤT CỦA MỘT SỐ HỢP CHẤT CANXI LIÊN QUAN ĐẾN NỘI DUNG NGHIÊN CỨU.....	3
1.1.1. Caxi oxit - CaO	3
1.1.2. Canxi hydroxit - Ca(OH) ₂	3
1.1.3. Canxi cacbonat - CaCO ₃	4
1.2. GIỚI THIỆU VỀ CANXI CACBONAT KẾT TỦA.....	5
1.2.1. Các dạng tinh thể của canxi cacbonat kết tủa (PCC).....	5
1.2.2. Các yêu cầu đối với sản phẩm PCC.....	6
1.2.3. Tiêu chuẩn của Việt Nam và thế giới về sản phẩm PCC.....	6
1.2.4. Ứng dụng của PCC	8
1.3. PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ PCC	9
1.3.1. Phương pháp xử lý natri cacbonat và amoni cacbonat có trong nước thải của công nghệ sản xuất xô đa	9
1.3.2. Phương pháp sản xuất bột nhẹ dựa trên quy trình xử lý nước cứng.....	9
1.3.3. Phương pháp cacbonat hóa sữa vôi bằng khí CO ₂	10
1.3.3.1. Lựa chọn đá vôi và nung vôi	11
1.3.3.2. Tới vôi.....	14
1.3.3.3. Làm sạch sữa vôi	16
1.3.3.4. Làm sạch khí lò.....	17

1.3.3.5. Cacbonat hoá sữa vôi.....	17
1.3.3.6. Lọc và sấy sản phẩm.....	20
1.4. PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ NPCC	20
1.4.1. Nguyên tắc điều chế NPCC	21
1.4.2. Các yếu tố ảnh hưởng đến diện tích bề mặt riêng và kích thước hạt của sản phẩm NPCC.....	21
1.4.2.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ cacbonat hóa.....	21
1.4.2.2. Ảnh hưởng của hàm lượng Mg trong nguyên liệu đá vôi	22
1.4.2.3. Ảnh hưởng của nhiệt độ nung đá vôi.....	22
1.4.2.4. Ảnh hưởng của nhiệt độ nước dùng để tôi vôi	22
1.4.2.5. Ảnh hưởng của nồng độ của sữa vôi	22
1.4.2.6. Ảnh hưởng của tốc độ khuấy trộn	22
1.4.2.7. Ảnh hưởng của sự có mặt của mầm kết tinh	23
1.4.2.8. Ảnh hưởng của nồng độ CO ₂ trong pha khí và áp suất khí	23
1.4.2.9. Ảnh hưởng của nồng độ chất phụ gia	24
1.5. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CẤU TRÚC VÀ ĐẶC TÍNH CỦA NPCC	24
1.5.1. Ghi giản đồ nhiễu xạ XRD	24
1.5.2. Chụp ảnh trên kính hiển vi điện tử quét (Scanning Electron Microscopy - SEM)..	27
1.5.3. Phương pháp Hiển vi điện tử truyền qua (TEM).....	28
1.5.4. Đo diện tích bề mặt riêng (the Brunauer-Emmett-Teller method-BET)	29
1.5.5. Phân tích chuẩn độ xác định độ kiềm dư của sản phẩm	30
1.5.6. Phân tích xác định nồng độ Ca(OH) ₂ trong huyền phù Ca(OH) ₂	30
1.6. MỤC TIÊU NGHIÊN CỨU	31
Chương 2. THỰC NGHIỆM.....	32
2.1 HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ	32
2.1.1. Hóa chất	32
2.1.2. Dụng cụ và thiết bị.....	32
2.2. CHUẨN BỊ DUNG DỊCH.....	33
2.2.1. Pha dung dịch trilon B (EDTA) 0.02 M tiêu chuẩn.....	33
2.2.2. Pha dung dịch axit HCl 1:1.....	34

2.2.3. Pha dung dịch NaOH có nồng độ ~ 2M	34
2.2.4. Pha dung dịch chỉ thị phenol phtalein 1% trong cồn	34
2.2.5. Chuẩn bị chỉ thị murexit 1% trong muối NaCl.....	34
2.2.6. Pha huyền phù Ca(OH) ₂	34
2.2.7. Pha dung dịch chuẩn HCl 0.01M từ ống fixxanan	36
2.3. PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ NPCC	36
2.4. CÁC PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN, CẤU TRÚC VÀ TÍNH CHẤT CỦA SẢN PHẨM.....	38
2.4.1. Phân tích độ kiềm dư	38
2.4.2. Xác định thành phần pha và kích thước hạt trung bình của sản phẩm NPCC theo phương pháp XRD	38
2.4.3. Chụp ảnh sản phẩm trên kính hiển vi điện tử quét (SEM)	39
2.4.4. Phương pháp Hiển vi điện tử truyền qua (TEM).....	39
2.4.5. Phương pháp đẳng nhiệt hấp phụ - giải hấp phụ nitơ (BET)	40
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	41
3.1. KHẢO SÁT CÁC YẾU TỐ ẢNH HƯỞNG ĐẾN KÍCH THƯỚC HẠT CỦA SẢN PHẨM.....	41
3.1.1. Ảnh hưởng của nồng độ Ca(OH) ₂	41
3.1.2. Ảnh hưởng của tốc độ sục khí CO ₂	46
3.1.3. Ảnh hưởng của nồng độ sacarose	49
3.1.4. Ảnh hưởng của nồng độ glucose	54
3.1.5. Ảnh hưởng của nhiệt độ ban đầu của huyền phù Ca(OH) ₂	59
3.1.6. Ảnh hưởng của tốc độ khuấy trộn	63
3.2. XÂY DỰNG QUI TRÌNH ĐIỀU CHẾ NPCC	66
KẾT LUẬN	69
TÀI LIỆU THAM KHẢO	70

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

Chữ viết tắt	Chữ viết đầy đủ tiếng Anh	Chữ viết đầy đủ tiếng Việt
BET	The Brunauer-Emmett-Teller method	Phương pháp xác định bề mặt riêng
EDTA	Diethylene diammine tetraacetic acid	Đietylen điamin tetraaxetic axit
ET	Eriochrom T black (ET 00)	Eriocrom T đen
PCC	Precipitated calcium carbonate	Canxi cacbonat kết tủa
NPCC	Nanosized Precipitated calcium carbonate	Canxi cacbonat kết tủa kích thước nano mét
SEM	Scanning Electron Microscopoe	Kính hiển vi điện tử quét
TEM	Transsmision Electronic Microscope	Hiển vi điện tử truyền qua
XRD	X-ray diffraction	Nhiễu xạ tia X

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1: Tiêu chuẩn Việt Nam đối với canxi cacbonat nhẹ xuất khẩu TCVN 3728 – 82.7	
Bảng 1. 2. Tiêu chuẩn ngành đối với canxicacbonat kỹ thuật-64TCN 13-86.....	7
Bảng 1.3. Tiêu chuẩn Liên Xô (cũ) ГOCT 8253-79 về canxi cacbonat kết tủa.....	8
Bảng 1.4. Thành phần hoá học chi tiết của một số mỏ đá ở Việt Nam.....	12
Bảng 1.5: Độ tan của Ca(OH)_2 , trong nước (tính theo số gam Ca(OH)_2 , khan trong 100 gam nước) ở các nhiệt độ khác nhau	18
Bảng 3.1: Ảnh hưởng của nồng độ Ca(OH)_2 đến \bar{r} của NPCC.....	45
Bảng 3.2: Ảnh hưởng của tốc độ sục khí CO_2 đến \bar{r} của NPCC.....	48
Bảng 3.3: Ảnh hưởng của nồng độ sục sacarose đến \bar{r} của NPCC.....	52
Bảng 3.5: Ảnh hưởng của nhiệt độ ban đầu của huyền phù đến \bar{r} của NPCC	62
Bảng 3.6: Ảnh hưởng của tốc độ khuấy trộn đến \bar{r} của NPCC	65

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1: Khoáng vật canxit	5
Hình 1.2: Khoáng vật aragonit.....	5
Hình 1.3: Mô tả hiện tượng nhiễu xạ tia X trên các mặt phẳng tinh thể chất rắn.....	25
Hình 1.4: Sơ đồ mô tả hoạt động nhiễu xạ kế bột	26
Hình 1.5: Sơ đồ khối kính hiển vi điện tử quét.....	28
Hình 1.6. Kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM).....	29
Hình 2.1: Sơ đồ điều chế NPCC	37
Hình 3.1: Giảm đồ XRD mẫu NPCC điều chế được khi nồng độ Ca(OH)_2 trong huyền phù là 10%	42
Hình 3.2: Ảnh SEM với thang đo 200 nm (hình 3.2a) và 5 μm (hình 3.2b) của mẫu NPCC điều chế được khi nồng độ Ca(OH)_2 trong huyền phù là 10% ..	42
Hình 3.4: Đồ thị biểu diễn sự thay đổi pH của dung dịch theo thời gian phản ứng của các mẫu ở các nồng độ khác nhau của Ca(OH)_2	43
Hình 3.5: Đồ thị biểu diễn sự thay đổi nhiệt độ phản ứng theo thời gian của các mẫu được cacbonat hóa ở các nồng độ khác nhau của Ca(OH)_2	44
Hình 3.6: Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của \bar{r} của NPCC vào nồng độ Ca(OH)_2 ...	45
Hình 3.7: Giảm đồ XRD của các mẫu sản phẩm NPCC được cacbonat hóa ở các tốc độ sục khí CO_2 được thay đổi từ 1 (l/p) đến 2.5 (l/p)	46
Hình 3.8: Đồ thị biểu diễn sự thay đổi pH của dung dịch theo thời gian phản ứng của các mẫu ở các tốc độ sục khí khác nhau:	47
Hình 3.9: Đồ thị biểu diễn sự thay đổi nhiệt độ phản ứng theo thời gian của các mẫu được cacbonat hóa ở các tốc độ sục khí khác nhau:	47
Hình 3.10: Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của kích thước hạt tinh thể NPCC vào tốc độ sục khí CO_2	48
Hình 3.11: Giảm đồ XRD của các mẫu sản phẩm được cacbonat hoá ở các nồng độ sacarose từ 0% đến 5%.....	49