

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

PHẠM THU HƯỜNG

NGHIÊN CỨU TỔNG HỢP OXIT NANO KẼM
VÀ BƯỚC ĐẦU THĂM DÒ ỨNG DỤNG

LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC

Thái Nguyên, năm 2013

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

PHẠM THU HƯỜNG

**NGHIÊN CỨU TỔNG HỢP OXIT NANO KẼM
VÀ BƯỚC ĐẦU THĂM DÒ ỨNG DỤNG**

Chuyên ngành : Hoá vô cơ

Mã số: 60. 44.0113

LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC

Người hướng dẫn khoa học: TS. Nguyễn Thị Tố Loan

Thái Nguyên, năm 2013

LỜI CẢM ƠN

Luận văn 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 TS Nguyễn Thị Tố Loan, đã giao đề tài, hướng dẫn tận tình, chu đáo và giúp đỡ em trong suốt quá trình thực hiện đề tài.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy giáo, cô giáo trong ban Giám hiệu, khoa Sau đại học, 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 giúp đỡ, động viên, tạo mọi điều kiện thuận lợi cho tôi trong suốt quá trình thực nghiệm và hoàn thành luận văn.

Thái Nguyên, tháng 05 năm 2013

Tác giả

Phạm Thu Hương

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi, 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

Phạm Thu Hường

Xác nhận của khoa chuyên môn

Người hướng dẫn

T.s. Nguyễn Thị Tố Loan

MỤC LỤC

Trang

Trang bìa phụ	
Lời cảm ơn.....	
Lời cam đoan	
Mục lục	i
Danh mục các ký hiệu, các chữ viết tắt.....	iv
Danh mục các bảng biểu.....	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 gồm truyền thống.....	2
1.1.2. Phương pháp đồng kết tủa.....	2
1.1.3. Phương pháp đồng tạo phức.....	3
1.1.4. Phương pháp thủy nhiệt	3
1.1.5. Phương pháp sol-gel.....	3
1.1.6. Phương pháp tổng hợp đốt cháy	4
1.2. Giới thiệu về oxit nano kẽm, PVA, Xanh metylen	6
1.2.1. Oxit nano ZnO.....	6
1.2.4. Giới thiệu về poli vinyl ancol.....	12
1.2.5. Giới thiệu về xanh metylen	13
1.3. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu.....	13
1.3.1. Phương pháp phân tích nhiệt.....	13
1.3.2. Phương pháp nhiễu xạ Ronghen	14
1.3.3. Phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM) và truyền qua (TEM)	15
1.3.4. Phương pháp đo diện tích bề mặt riêng	17
1.3.5. Phương pháp trắc quang.....	18

1.3.6. Phương pháp nghiên cứu hoạt tính xúc tác của vật liệu	20
Chương 2.THỰC NGHIỆM, KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	22
2.1. Dụng cụ, hóa chất.....	22
2.1.1. Hóa chất.....	22
2.1.2. Dụng cụ, máy móc	22
2.2. Xây dựng đường chuẩn xác định xanh metylen.....	22
2.3. Tổng hợp oxit kẽm bằng phương pháp đốt cháy gel	23
2.4. Nghiên cứu tổng hợp oxit nano ZnO bằng phương pháp đốt cháy gel...	24
2.4.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung	24
2.4.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian nung.....	26
2.4.3. Khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ mol KL/PVA	27
2.4.4. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ tạo gel	27
2.4.5. Các đặc trưng của mẫu ZnO tổng hợp ở điều kiện tối ưu.....	28
2.5. Nghiên cứu tổng hợp oxit nano ZnMnO ₃ bằng phương pháp đốt cháy gel.....	32
2.5.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung	32
2.5.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian nung.....	33
2.5.3. Khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ mol Zn ²⁺ /Mn ²⁺	34
2.5.5. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ tạo gel	36
2.5.6. Xác định các đặc trưng của mẫu ZnMnO ₃ điều chế ở điều kiện tối ưu	36
2.6. Nghiên cứu tổng hợp oxit nano ZnMn ₂ O ₄ bằng phương pháp đốt cháy gel...	41
2.6.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung	41
2.6.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian nung.....	42
2.6.4. Khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ mol KL/PVA	44
2.6.5. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ tạo gel	44
2.6.6. Xác định các đặc trưng của mẫu ZnMn ₂ O ₄ điều chế ở điều kiện tối ưu ..	45
2.7. Khảo sát hoạt tính quang xúc tác của các oxit kẽm	48
2.7.1. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng.....	48

2.7.2. Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu	50
2.7.3. Ảnh hưởng của nồng độ xanh metylen	51
KẾT LUẬN.....	53
DANH MỤC CÁC CÔNG TRÌNH CÓ LIÊN QUAN ĐẾN LUẬN VĂN.....	54
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	55

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

Tên viết tắt	Tên đầy đủ
NTC	Hệ số nhiệt điện trở âm
CTAB	Cetyl trimetyl amoni bromua
SDS	Natri dodecyl sunfat
PEG	Poli etylen glicol
EDA	Etylen diamin
CS	Combustion Synthesis
SHS	Self Propagating High Temperature Synthesis Process
SSC	Solid State Combustion
SC	Solution Combustion
PGC	Polimer Gel Combustion
GPC	Gas Phase Combustion
PVA	Poli vinyl ancol
PAA	Poli acrylic axit
TFTs	Thin film transitors
DTA	Differential Thermal Analysis (phân tích nhiệt vi sai)
TGA	Thermo Gravimetric Analysis-TGA (Phân tích nhiệt trọng lượng)
XRD	X-Ray Diffraction (Nhiều xạ Ronghen)
SEM	Scanning Electron Microscopy (Hiển vi điện tử quét)
KL	Kim loại
TEM	Transnission Electron Microscopy (Hiển vi điện tử truyền qua)
BET	Brunauer- Emmett-Teller

DANH MỤC CÁC BẢNG BIỂU

Bảng 2.1: Số liệu dụng đường chuẩn xác định xanh metylen.....	22
Bảng 2.2. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến hiệu suất phân hủy xanh metylen.	49
Bảng 2.3: Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu đến hiệu suất phân hủy xanh metylen	50
Bảng 2.4: Ảnh hưởng của nồng độ xanh metylen đến hiệu suất phân hủy	52

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1 Cấu trúc wurtzite của ZnO	6
Hình 1.2 Cấu trúc Rocksalt và Blende của ZnO	7
Hình 1.3: Một số dạng hình học của ZnO cấu trúc nano	8
Hình 1.4: Các ứng dụng chính của ZnO.....	8
Hình 1.5. Cấu trúc tinh thể của họ perovskite ABO_3	9
Hình 1.6. Cấu trúc tinh thể $ZnMn_2O_4$	10
Hình 1.7: Ảnh SEM của oxit $ZnMn_2O_4$ tổng hợp bằng phương pháp thủy nhiệt ..	11
Hình 1.8: Sơ đồ nguyên lý của phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM).....	16
Hình 2.1: Đường chuẩn xác định xanh metylen.....	23
Hình 2.2. Sơ đồ tổng hợp oxit bằng phương pháp đốt cháy gel PVA.....	24
Hình 2.3: Giảm đồ phân tích nhiệt của gel PVA và $Zn(NO_3)_2$	25
Hình 2.4: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu nung ở các nhiệt độ khác nhau	25
Hình 2.5: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu nung ở các thời gian khác nhau.....	26
Hình 2.6: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu có tỉ lệ mol KL/PVA khác nhau.....	27
Hình 2.7: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu tạo gel ở nhiệt độ khác nhau	28
Hình 2.8: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của ZnO điều chế ở điều kiện tối ưu	28
Hình 2.9: Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của ZnO điều chế ở điều kiện tối ưu	29
Hình 2.10: Ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của ZnO điều chế ở điều kiện tối ưu	30
Hình 2.11: Kết quả đo diện tích bề mặt riêng của ZnO điều chế ở điều kiện tối ưu	31
Hình 2.12: Giảm đồ phân tích nhiệt giữa PVA với $Zn(NO_3)_2$ và $Mn(NO_3)_2$ (tỉ lệ mol $Zn^{2+}/Mn^{2+} = 1/1$).....	32
Hình 2.13: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của các mẫu gel có nhiệt độ nung khác nhau	33