

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN MẠNH HÀ

NGHIÊN CỨU TỔNG HỢP  $ZnAl_2O_4$  ,  $ZnFe_2O_4$   
BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỐT CHÁY VÀ ĐỊNH HƯỚNG  
ỨNG DỤNG

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC VẬT CHẤT

THÁI NGUYÊN - 2014

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN MẠNH HÀ

NGHIÊN CỨU TỔNG HỢP  $ZnAl_2O_4$  ,  $ZnFe_2O_4$   
BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỐT CHÁY VÀ ĐỊNH HƯỚNG  
ỨNG DỤNG

CHUYÊN NGÀNH: HÓA VÔ CƠ

MÃ SỐ: 60440113

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC VẬT CHẤT

Người hướng dẫn khoa học: TS. NGUYỄN THỊ TỐ LOAN

THÁI NGUYÊN - 2014

Luận văn đã được sửa chữa theo góp ý của hội đồng khoa học

**Xác nhận**  
**của khoa chuyên môn**

**Xác nhận**  
**của người hướng dẫn khoa học**

**TS. NGUYỄN THỊ TỐ LOAN**

## **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.

*Thái Nguyên, tháng 4 năm 2014*

Tác giả luận văn

**NGUYỄN MẠNH HÀ**

## 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 04 năm 2014*

**Tác giả**

**NGUYỄN MẠNH HÀ**

# MỤC LỤC

Trang

Trang phụ bìa	
Lời cảm ơn .....	i
Lời cam đoan.....	ii
Mục lục.....	iii
Danh mục các ký hiệu, chữ viết tắt.....	iv
Danh mục các bảng .....	v
Danh mục các hình.....	vi
<b>MỞ ĐẦU .....</b>	<b>1</b>
<b>Chương 1 TỔNG QUAN .....</b>	<b>2</b>
1.1. Một số phương pháp điều chế oxit kim loại kích thước nanomet.....	2
1.1.1. Phương pháp gốm 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 $ZnAl_2O_4$ , $ZnFe_2O_4$ , PVA, phenol đỏ .....	6
1.2.1. Oxit hỗn hợp kiểu spinel.....	6
1.2.2. $ZnAl_2O_4$ .....	7
1.2.3. $ZnFe_2O_4$ .....	8
1.2.4. Giới thiệu về poli vinyl ancol .....	9
1.2.5. Phenol đỏ .....	10
1.3. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu .....	11
1.3.1. Phương pháp phân tích nhiệt .....	11
1.3.2. Phương pháp nhiễu xạ Ronghen.....	12
1.3.3. Phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM) và truyền qua (TEM).....	13
1.3.4. Phương pháp đo diện tích bề mặt riêng .....	15
1.3.5. Phương pháp trắc quang .....	16
1.3.6. Phương pháp nghiên cứu hoạt tính xúc tác của vật liệu.....	18

<b>Chương 2 THỰC NGHIỆM, KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN .....</b>	<b>20</b>
2.1. Dụng cụ, hóa chất .....	20
2.1.1. Hóa chất .....	20
2.1.2. Dụng cụ, máy móc .....	20
2.2. Xây dựng đường chuẩn xác định phenol đỏ .....	20
2.3. Tổng hợp oxit nano $ZnAl_2O_4$ , $ZnFe_2O_4$ bằng phương pháp đốt cháy gel ....	21
2.4. Nghiên cứu tổng hợp oxit nano $ZnAl_2O_4$ bằng phương pháp đốt cháy	22
2.4.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung .....	22
2.4.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian nung .....	24
2.4.3. Khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ mol KL/PVA.....	26
2.4.4. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ tạo gel.....	27
2.4.5. Khảo sát ảnh hưởng của pH tạo gel .....	29
2.4.6. Các đặc trưng của mẫu $ZnAl_2O_4$ tổng hợp ở điều kiện tối ưu.....	30
2.5. Nghiên cứu tổng hợp oxit nano $ZnFe_2O_4$ bằng phương pháp đốt cháy	31
2.5.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung .....	31
2.5.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian nung .....	34
2.5.3. Khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ mol KL/PVA.....	35
2.5.4. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ tạo gel.....	36
2.5.5. Các đặc trưng của mẫu $ZnFe_2O_4$ tổng hợp ở điều kiện tối ưu.....	37
2.6. Nghiên cứu khả năng xúc tác phân hủy phenol đỏ của oxit nano $ZnFe_2O_4$ và $ZnAl_2O_4$ .....	39
2.6.1. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng .....	39
2.6.2. Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu.....	41
2.6.3. Ảnh hưởng của nồng độ phenol đỏ.....	43
2.6.4. Ảnh hưởng của nhiệt độ.....	45
<b>KẾT LUẬN .....</b>	<b>48</b>
<b>TÀI LIỆU THAM KHẢO .....</b>	<b>50</b>
<b>PHỤ LỤC</b>	

## 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

Trang

Bảng 2.1: Số liệu xây dựng đường chuẩn xác định phenol đỏ .....	21
Bảng 2.2 Kích thước hạt tinh thể $ZnAl_2O_4$ ở các nhiệt độ nung khác nhau. ....	24
Bảng 2.3 Kích thước hạt tinh thể $ZnAl_2O_4$ ở các thời gian nung khác nhau. ...	26
Bảng 2.4 Kích thước hạt tinh thể $ZnAl_2O_4$ ở các tỉ lệ mol KL/PVA khác nhau.....	27
Bảng 2.5 Kích thước hạt tinh thể $ZnAl_2O_4$ ở các nhiệt độ tạo gel khác nhau. .	28
Bảng 2.6: Kích thước hạt tinh thể $ZnFe_2O_4$ ở các nhiệt độ nung khác nhau. ...	33
Bảng 2.7: Kích thước hạt tinh thể $ZnFe_2O_4$ ở các thời gian nung khác nhau. .	34
Bảng 2.8: Kích thước hạt tinh thể $ZnFe_2O_4$ ở các tỉ lệ mol KL/PVA khác nhau....	36
Bảng 2.9: Kích thước hạt tinh thể $ZnAl_2O_4$ ở các nhiệt độ tạo gel khác nhau. .	37
Bảng 2.10: Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến hiệu suất phân hủy phenol đỏ của vật liệu $ZnFe_2O_4$ và vật liệu $ZnAl_2O_4$ .....	40
Bảng 2.11a: Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu $ZnFe_2O_4$ đến hiệu suất phân hủy phenol đỏ. ....	41
Bảng 2.11b: Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu $ZnAl_2O_4$ đến hiệu suất phân hủy phenol đỏ.....	42
Bảng 2.12: Ảnh hưởng của nồng độ đến hiệu suất phân hủy phenol đỏ của vật liệu $ZnFe_2O_4$ và vật liệu $ZnAl_2O_4$ .....	44
Bảng 2.13: Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất phân hủy phenol đỏ của vật liệu $ZnFe_2O_4$ .....	45
Bảng 2.14. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất phân hủy phenol đỏ của vật liệu $ZnAl_2O_4$ .....	46

## DANH MỤC CÁC HÌNH

	Trang
Hình 1.1: Các lỗ trống tứ diện và bát diện trong ferit spinel .....	7
Hình 1.2. Cấu tạo phân tử, cấu trúc không gian của phenol đỏ .....	10
Hình 1.4: Sơ đồ nguyên lý của thiết bị hiển vi điện tử quét (SEM) .....	14
Hình 2.1: Đường chuẩn xác định nồng độ phenol đỏ .....	21
Hình 2.2. Sơ đồ tổng hợp oxit bằng phương pháp đốt cháy gel PVA .....	22
Hình 2.3: Giảm đồ phân tích nhiệt của gel $Zn^{2+}$ - $Al^{3+}$ -PVA.....	23
Hình 2.4: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu $ZnAl_2O_4$ nung ở các nhiệt độ khác nhau .....	24
Hình 2.5: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu $ZnAl_2O_4$ nung ở các thời gian khác nhau .....	25
Hình 2.6: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu $ZnAl_2O_4$ với các tỉ lệ mol KL/PVA khác nhau.....	26
Hình 2.7: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu $ZnAl_2O_4$ ở các nhiệt độ tạo gel khác nhau .....	28
Hình 2.8: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu $ZnAl_2O_4$ ở các pH tạo gel khác nhau .....	29
Hình 2.10: Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của mẫu $ZnAl_2O_4$ được điều chế ở điều kiện tối ưu.....	31
Hình 2.11: Ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của $ZnAl_2O_4$ điều chế ở điều kiện tối ưu .....	31
Hình 2.12: Giảm đồ phân tích nhiệt của gel $Zn^{2+}$ - $Fe^{3+}$ -PVA.....	32
Hình 2.13: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu $ZnFe_2O_4$ nung ở các nhiệt độ khác nhau .....	33
Hình 2.14: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu $ZnFe_2O_4$ nung ở các thời gian khác nhau .....	34
Hình 2.16: Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen của mẫu $ZnFe_2O_4$ ở các nhiệt độ tạo gel khác nhau .....	36