

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THỊ YẾN

NGHIÊN CỨU TỔNG HỢP OXIT NANO ZnO
CÓ PHA TẠP Ni²⁺, Co²⁺ BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỐT
CHÁY VÀ BƯỚC ĐẦU ỨNG DỤNG ĐỂ HẤP PHỤ ION Fe³⁺

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC VẬT CHẤT

Thái Nguyên, năm 2015

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

NGUYỄN THỊ YẾN

**NGHIÊN CỨU TỔNG HỢP OXIT NANO ZnO
CÓ PHA TẠP Ni²⁺, Co²⁺ BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỐT
CHÁY VÀ BƯỚC ĐẦU ỨNG DỤNG ĐỂ HẤP PHỤ ION Fe³⁺**

Chuyên ngành: HÓA VÔ CƠ

Mã số: 60 44 01 13

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC VẬT CHẤT

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

Thái Nguyên, năm 2015

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi dưới sự hướng dẫn của TS. Nguyễn Thị Tố Loan 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

Nguyễn Thị Yên

LỜI CẢM ƠN

Luận văn đã được hoàn thành tại khoa Hóa học, trường Đại học Sư phạm, Đại học Thái Nguyên. Trước tiên em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới TS. Nguyễn Thị Tố Loan người đã tận tình hướng dẫn, giúp đỡ, tạo điều kiện thuận lợi để em hoàn thành luận văn.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy giáo, cô giáo trong Ban giám hiệu, phòng Đào tạo, 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 động viên, giúp đỡ, tạo mọi điều kiện thuận lợi cho tôi trong suốt quá trình thực nghiệm và hoàn thành luận văn.

Thái Nguyên, tháng 05 năm 2015

Tác giả

Nguyễn Thị Yên

MỤC LỤC

Trang

Trang phụ bìa	
Lời cam đoan.....	i
Lời cảm ơn	ii
Mục lục.....	iii
Danh mục các ký hiệu, các chữ viết tắt.....	iv
Danh mục các bảng	v
Danh mục các hình.....	vii
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 đồng kết tủa	2
1.1.2. Phương pháp thủy nhiệt.....	2
1.1.3. Phương pháp sol-gel.....	3
1.1.4. Phương pháp tổng hợp đốt cháy.....	3
1.2. Giới thiệu về oxit kẽm, poli (vinyl ancol) và sắt.....	5
1.2.1. Oxit kẽm (ZnO)	5
1.2.2. Poli (vinyl ancol)	9
1.2.3. Sắt	10
1.3. Các phương pháp nghiên cứu vật liệu	10
1.3.1. Phương pháp phân tích nhiệt	10
1.3.2. Phương pháp nhiễu xạ Ronghen	11
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.....	15
1.3.6. Phương pháp đo phổ tán sắc năng lượng tia X (EDX).....	18
1.4. Phương pháp hấp phụ kim loại nặng trong nước.....	19
1.4.1. Quá trình hấp phụ	19
1.4.2. Cân bằng hấp phụ, một số phương trình đẳng nhiệt hấp phụ	20
1.4.3. Đặc điểm chung của quá trình hấp phụ trong môi trường nước	22

Chương 2. THỰC NGHIỆM.....	23
2.1. Dụng cụ, hóa chất	23
2.1.1. Dụng cụ, máy móc.....	23
2.1.2. Hóa chất.....	23
2.2. Khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến sự tạo pha và kích thước hạt của oxit ZnO có pha tạp Ni ²⁺ , Co ²⁺	24
2.2.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ nung	24
2.2.2. Ảnh hưởng của thời gian nung	24
2.2.3. Ảnh hưởng của pH tạo gel.....	24
2.2.4. Ảnh hưởng của tỉ lệ KL/PVA.....	24
2.2.5. Ảnh hưởng của nhiệt độ tạo gel	25
2.3. Xây dựng đường chuẩn xác định Fe ³⁺ theo phương pháp trắc quang	25
2.4. Khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến khả năng hấp phụ ion Fe ³⁺ của các vật liệu	26
2.4.1. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian	26
2.4.2. Khảo sát ảnh hưởng của khối lượng.....	27
2.4.3. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ đầu của ion Fe ³⁺	27
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	28
3.1. Kết quả khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến sự tạo pha và kích thước hạt của oxit ZnO có pha tạp Ni ²⁺ , Co ²⁺	28
3.1.1. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung	28
3.1.2. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian nung	30
3.1.3. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của pH tạo gel.....	32
3.1.4. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ mol KL/PVA.....	33
3.1.5. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ tạo gel.....	35
3.2. Xác định một số đặc trưng của các mẫu ZnO-1%Ni ²⁺ và ZnO-1%Co ²⁺ ở điều kiện tối ưu	37
3.2.1. Xác định thành phần pha và thành phần phần trăm các nguyên tố trong mẫu ở điều kiện tối ưu	37
3.2.2. Xác định hình thái học và diện tích bề mặt riêng của các mẫu.....	39

3.3. Kết quả khảo sát khả năng hấp phụ ion Fe^{3+} của các vật liệu.....	41
3.3.1. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng	41
3.3.2. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của khối lượng vật liệu	43
3.3.3. Kết quả khảo sát ảnh hưởng nồng độ đầu của ion Fe^{3+}	44
KẾT LUẬN	48
DANH MỤC CÁC CÔNG TRÌNH CÓ LIÊN QUAN ĐẾN LUẬN VĂN	49
TÀI LIỆU THAM KHẢO	50
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

Tên viết tắt	Tên đầy đủ
CTAB	Cetyl trimetyl amoni bromua
SDS	Natri dodecyl sunfat
PEG	Poli etylen glicol
EDA	Etylen diamin
EDX	Energy dispersive X- ray (phổ tán sắc năng lượng tia X)
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 (Nhiễu 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. Tỷ lệ KL/PVA trong các mẫu.....	25
Bảng 2.2. Số liệu xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ Fe^{3+}	26
Bảng 3.1. Kích thước hạt của $ZnO-1\%Ni^{2+}$ và $ZnO-1\%Co^{2+}$ ở các nhiệt độ nung khác nhau.....	30
Bảng 3.2. Kích thước hạt của $ZnO-1\%Ni^{2+}$ và $ZnO-1\%Co^{2+}$ nung ở $500^{\circ}C$ trong thời gian khác nhau	32
Bảng 3.3. Kích thước hạt của $ZnO-1\%Ni^{2+}$ và $ZnO-1\%Co^{2+}$ ở các pH tạo gel khác nhau	33
Bảng 3.4. Kích thước hạt của $ZnO-1\%Ni^{2+}$ và $ZnO-1\%Co^{2+}$ ở các tỷ lệ mol KL/PVA khác nhau	35
Bảng 3.5. Kích thước hạt của $ZnO-1\%Ni^{2+}$ và $ZnO-1\%Co^{2+}$ ở các nhiệt độ tạo gel khác nhau	36
Bảng 3.6. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến dung lượng hấp phụ ion Fe^{3+} của các vật liệu.....	42
Bảng 3.7. Ảnh hưởng của khối lượng vật liệu đến dung lượng hấp phụ ion Fe^{3+}	43
Bảng 3.8. Ảnh hưởng của nồng độ đầu ion Fe^{3+} đến dung lượng hấp phụ trên các vật liệu.....	45
Bảng 3.9. Các thông số cân bằng hấp phụ theo mô hình đẳng nhiệt Langmuir	47

DANH MỤC CÁC HÌNH

	Trang
Hình 1.1. Cấu trúc wurtzite của ZnO	5
Hình 1.2. Cấu trúc Rocksalt và Blende của ZnO	6
Hình 1.3. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của dây nano ZnO (a); ZnO dạng lò xo (b); ZnO dạng lá kim (c).....	6
Hình 1.4. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của oxit nano ZnO tinh khiết (a) ZnO pha tạp 5% Ni (b), ZnO pha tạp 10% Ni (c), ZnO pha tạp 15% Ni (d).....	7
Hình 1.5. Ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của oxit nano ZnO tinh khiết (a); ZnO pha tạp Ni (c); ZnO pha tạp Co (d)	8
Hình 1.6. Sơ đồ nguyên lý của thiết bị hiển vi điện tử quét (SEM)	13
Hình 1.7. Sơ đồ nguyên lý hoạt động của máy đo phổ EDX.....	19
Hình 1.8. Đường hấp phụ đẳng nhiệt Langmuir $tq_{\alpha} = 1/q_{\max}$	21
Hình 1.9. Sự phụ thuộc của C_f/q vào C_f $ON = 1/b.q_{\max}$	21
Hình 2.1. Đường chuẩn xác định nồng độ ion Fe^{3+}	26
Hình 3.1. Giảm đồ phân tích nhiệt của gel PVA- Zn^{2+} - Ni^{2+}	28
Hình 3.2. Giảm đồ phân tích nhiệt của gel PVA- Zn^{2+} - Co^{2+}	28
Hình 3.3. Giảm đồ XRD của các mẫu ZnO-1% Ni^{2+} nung ở nhiệt độ khác nhau	29
Hình 3.4. Giảm đồ XRD của các mẫu ZnO-1% Co^{2+} nung ở nhiệt độ khác nhau.....	30
Hình 3.5. Giảm đồ XRD của các mẫu ZnO-1% Ni^{2+} nung ở 500 ⁰ C trong các thời gian khác nhau	31
Hình 3.6. Giảm đồ XRD của các mẫu ZnO-1% Co^{2+} nung ở 500 ⁰ C trong các thời gian khác nhau	31
Hình 3.7. Giảm đồ XRD của các mẫu ZnO-1% Ni^{2+} ở pH tạo gel khác nhau	32
Hình 3.8. Giảm đồ XRD của các mẫu ZnO-1% Co^{2+} ở pH tạo gel khác nhau	33