

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THỊ HÀ

NGHIÊN CỨU ĐIỀU CHẾ
SÉT HỮU CƠ TỪ BENTONIT ẨM ĐỘ
VỚI PROPYLTRIPHENYLPHOTPHONI BROMUA
VÀ BƯỚC ĐẦU THĂM DÒ ỨNG DỤNG

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC VẬT CHẤT

THÁI NGUYÊN - 2017

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THỊ HÀ

NGHIÊN CỨU ĐIỀU CHẾ
SÉT HỮU CƠ TỪ BENTONIT ẨM ĐỘ
VỚI PROPYLTRIPHENYLPHOTPHONI BROMUA
VÀ BƯỚC ĐẦU THĂM DÒ ỨNG DỤNG

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. PHẠM THỊ HÀ THANH

THÁI NGUYÊN - 2017

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan: Đề tài: "**Nghiên cứu điều chế sét hữu cơ từ bentonit Ấn Độ với propyltriphenylphosphoni bromua và bước đầu thăm dò ứng dụng**" là công trình nghiên cứu của riêng tôi, các số liệu, kết quả nghiên cứu trong luận văn là trung thực và chưa được công bố trong một công trình nào khác.

Thái Nguyên, tháng 04 năm 2017

Tác giả luận văn

Nguyễn Thị Hà

Xác nhận của Trưởng khoa Hóa học

PGS.TS. Nguyễn Thị Hiền Lan

**Xác nhận của giáo viên
hướng dẫn Khoa học**

TS. Phạm Thị Hà Thanh

LỜI CẢM ƠN

Đầu tiên, em xin chân thành cảm ơn cô giáo - TS. Phạm Thị Hà Thanh - người đã tận tình chỉ bảo, giúp đỡ và hướng dẫn em trong suốt quá trình nghiên cứu và hoàn thành luận văn. Em xin chân thành cảm ơn các thầy giáo, cô giáo Khoa Hóa học, các thầy cô Khoa Sau Đại học, các thầy cô trong BGH Trường Đại học Sư phạm, Đại học Thái Nguyên đã giảng dạy, giúp đỡ và tạo điều kiện thuận lợi trong quá trình học tập, nghiên cứu để em hoàn thành luận văn.

Em xin trân trọng cảm ơn các thầy giáo, cô giáo và các cán bộ phòng thí nghiệm Khoa Hóa học, Trường Đại học Sư phạm, Đại học Thái Nguyên; Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội; Viện Khoa học Vật liệu, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam và các bạn học viên đã giúp đỡ và tạo mọi điều kiện thuận lợi để em hoàn thành luận văn.

Vì thời gian có hạn, khả năng nghiên cứu 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 và các bạn đang quan tâm tới vấn đề được trình bày trong luận văn, để luận văn được hoàn thiện hơn.

Em xin trân trọng cảm ơn!

Thái Nguyên, tháng 04 năm 2017

Tác giả

Nguyễn Thị Hà

MỤC LỤC

| | Trang |
|--|--------------|
| Trang bìa phụ | |
| Lời cam đoan | i |
| Lời cảm ơn | ii |
| Mục lục | iii |
| Danh mục các chữ viết tắt..... | iv |
| Danh mục các bảng..... | v |
| Danh mục các hình | vi |
| MỞ ĐẦU | 1 |
| Chương 1. TỔNG QUAN | 2 |
| 1.1. Bentonit | 2 |
| 1.1.1. Thành phần hóa học và cấu trúc của bentonit | 2 |
| 1.1.3. Ứng dụng của bentonit | 6 |
| 1.1.4. Các phương pháp hoạt hóa bentonit..... | 8 |
| 1.1.5. Các nguồn bentonit..... | 10 |
| 1.2. Sét hữu cơ | 13 |
| 1.2.1. Giới thiệu về sét hữu cơ | 13 |
| 1.2.2. Cấu trúc sét hữu cơ..... | 13 |
| 1.2.3. Các hợp chất hữu cơ được sử dụng để điều chế sét hữu cơ | 15 |
| 1.2.4. Tính chất của sét hữu cơ..... | 16 |
| 1.2.5. Ứng dụng của sét hữu cơ..... | 18 |
| 1.2.6. Các phương pháp điều chế sét hữu cơ..... | 19 |
| 1.3. Giới thiệu về xanh metylen | 25 |
| 1.3.1. Tổng quan về xanh metylen | 25 |
| 1.3.2. Một số thành tựu xử lý các hợp chất xanh metylen | 25 |
| 1.4. Giới thiệu về phương pháp hấp phụ | 26 |
| 1.4.1. Khái niệm | 26 |
| 1.4.2. Hấp phụ vật lý và hấp phụ hóa học | 26 |
| 1.4.3. Cân bằng hấp phụ và tải trọng hấp phụ..... | 27 |
| 1.4.4. Các phương trình cơ bản của quá trình hấp phụ | 29 |
| Chương 2. THỰC NGHIỆM | 32 |
| 2.1. Hóa chất, dụng cụ | 32 |
| 2.1.1. Hóa chất..... | 32 |
| 2.1.2. Dụng cụ, máy móc | 32 |

| | |
|--|-----------|
| 2.2. Thực nghiệm..... | 32 |
| 2.2.1. Khảo sát quá trình điều chế sét hữu cơ | 32 |
| 2.2.2. Khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến khả năng hấp phụ xanh metylen của bent-A và sét hữu cơ điều chế..... | 33 |
| 2.3. Các phương pháp nghiên cứu | 34 |
| 2.3.1. Phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD)..... | 34 |
| 2.3.2. Phương pháp phân tích nhiệt..... | 34 |
| 2.3.3. Phương pháp phổ hấp thụ hồng ngoại (IR) | 35 |
| 2.3.4. Phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM)..... | 35 |
| 2.3.5. Phương pháp xác định hàm lượng (%) cation hữu cơ trong sét hữu cơ..... | 35 |
| 2.3.6. Phương pháp trắc quang..... | 36 |
| Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN | 37 |
| 3.1. Điều chế sét hữu cơ | 37 |
| 3.1.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng | 37 |
| 3.1.2. Khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ khối lượng PTPB/bent-A | 39 |
| 3.1.3. Khảo sát ảnh hưởng của pH dung dịch | 41 |
| 3.1.4. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng..... | 43 |
| 3.2. Đánh giá cấu trúc và đặc điểm của sét hữu cơ điều chế ở điều kiện tối ưu | 45 |
| 3.2.1. Nghiên cứu bằng phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD) | 45 |
| 3.2.2. Nghiên cứu bằng phương pháp phổ hồng ngoại | 47 |
| 3.2.3. Nghiên cứu bằng phương pháp phân tích nhiệt | 49 |
| 3.2.4. Nghiên cứu bằng phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM) | 51 |
| 3.3. Khảo sát khả năng hấp phụ xanh metylen của sét hữu cơ điều chế | 51 |
| 3.3.1. Xây dựng đường chuẩn của xanh metylen | 51 |
| 3.3.2. Khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ | 53 |
| 3.3.3. Khảo sát ảnh hưởng của khối lượng bent-A, sét hữu cơ điều chế | 54 |
| 3.3.4. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ xanh metylen | 55 |
| 3.3.5. Khảo sát dung lượng hấp phụ xanh metylen theo mô hình đẳng nhiệt hấp phụ Langmuir | 57 |
| KẾT LUẬN | 60 |
| TÀI LIỆU THAM KHẢO | 61 |
| PHỤ LỤC | |

DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT

| Chữ viết tắt, kí hiệu | Nội dung |
|------------------------------|------------------------------------|
| PTPB | Propyltriphenylphotphoni bromua |
| Bent | Bentonit |
| C_f | Nồng độ dung dịch sau khi hấp phụ |
| H | Hiệu suất quá trình hấp phụ |
| meq | Mili đương lượng gam(Tiếng Anh) |
| mgđl | Mili đương lượng gam(Tiếng Việt) |
| Bent-A | Bentonit Ấn Độ |
| MMT | Montmorillonit |
| Sét HC | Sét hữu cơ |
| XRD | X-ray diffraction - Nhiễu xạ tia X |
| SEM | Phương pháp hiển vi điện tử quét |

DANH MỤC CÁC BẢNG

| | Trang |
|---|--------------|
| Bảng 1.1 Thành phần bentonit Ấn Độ | 12 |
| Bảng 1.2: Ảnh hưởng của độ dài mạch ankyl đến khoảng cách lớp d_{001} và diện tích sét bị che phủ | 15 |
| Bảng 3.1: Ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng đến giá trị d_{001} và hàm lượng (%) cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ | 38 |
| Bảng 3.2: Ảnh hưởng của tỉ lệ khối lượng PTPB/ bent-A đến giá trị d_{001} và hàm lượng (%) cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ điều chế | 40 |
| Bảng 3.3: Ảnh hưởng của pH dung dịch đến giá trị d_{001} và hàm lượng (%) cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ | 42 |
| Bảng 3.4: Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến giá trị d_{001} và hàm lượng (%) cation hữu cơ xâm nhập của các mẫu sét hữu cơ | 44 |
| Bảng 3.5: Kết quả phân tích giản đồ nhiệt của bent-A và sét hữu cơ điều chế ở điều kiện tối ưu | 50 |
| Bảng 3.6: Kết quả đo độ hấp thụ quang của dung dịch metylen xanh ở các bước sóng khác nhau | 52 |
| Bảng 3.7: Số liệu xây dựng đường chuẩn của xanh metylen | 52 |
| Bảng 3.8: Sự phụ thuộc của dung lượng và hiệu suất hấp phụ vào thời gian | 53 |
| Bảng 3.9: Ảnh hưởng của khối lượng bent-A, sét hữu cơ đến dung lượng và hiệu suất hấp phụ xanh metylen | 54 |
| Bảng 3.10: Ảnh hưởng nồng độ đầu của xanh metylen đến dung lượng và hiệu suất hấp phụ của sét hữu cơ | 56 |
| Bảng 3.11: Giá trị dung lượng hấp phụ cực đại và hằng số Langmuir b của bent-A và sét hữu cơ điều chế..... | 59 |

DANH MỤC CÁC HÌNH

| | Trang |
|---|--------------|
| Hình 1.1: Cấu trúc tinh thể 2:1 của MMT | 2 |
| Hình 1.2: Cấu trúc tứ diện SiO ₂ | 3 |
| Hình 1.3: Cấu trúc bát diện MeO ₆ | 3 |
| Hình 1.4: Sơ đồ mô hình hữu cơ hóa khoáng sét..... | 10 |
| Hình 1.5: Sự định hướng của các ion ankylamoni trong các lớp silicat..... | 14 |
| Hình 1.6: Sự sắp xếp các cation hữu cơ kiểu đơn lớp, hai lớp và giả ba lớp | 14 |
| Hình 1.7: Công thức cấu tạo của xanh metylen..... | 25 |
| Hình 1.8: Đường hấp phụ đẳng nhiệt Langmuir..... | 31 |
| Hình 1.9: Sự phụ thuộc của Cf/q vào Cf | 31 |
| Hình 2.12: Quy trình tổng hợp sét hữu cơ | 32 |
| Hình 3.13: Giảm đồ XRD của bent-A và các mẫu sét hữu cơ điều chế lần lượt ở các nhiệt độ 30°C, 40°C, 50°C, 60°C, 70°C, 80°C..... | 37 |
| Hình 3.2: Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của giá trị d ₀₀₁ theo nhiệt độ phản ứng của các mẫu sét hữu cơ điều chế | 38 |
| Hình 3.3: Giảm đồ XRD của bent-A và các mẫu sét hữu cơ được điều chế ở các tỉ lệ khối lượng PTPB/bent-A lần lượt là 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7..... | 39 |
| Hình 3.4: Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của giá trị d ₀₀₁ theo tỉ lệ khối lượng PTPB/bent-A của các mẫu sét hữu cơ điều chế | 40 |
| Hình 3.5: Giảm đồ XRD của bent-A và các mẫu sét hữu cơ điều chế trong dung dịch có pH lần lượt là 6, 7, 8, 9, 10, 11 | 41 |
| Hình 3.6: Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của giá trị d ₀₀₁ theo pH dung dịch..... | 42 |
| Hình 3.7: Giảm đồ XRD của bent-A và các mẫu sét hữu cơ phản ứng trong thời gian 2 giờ, 3 giờ, 4 giờ, 5 giờ, 6 giờ, 7 giờ | 43 |
| Hình 3.8: Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của giá trị d ₀₀₁ theo thời gian phản ứng.... | 44 |
| Hình 3.9: Giảm đồ XRD của mẫu bent-A | 46 |
| Hình 3.10: Giảm đồ XRD của sét hữu cơ điều chế ở điều kiện tối ưu | 46 |
| Hình 3.11: Phổ hồng ngoại của bent-A..... | 47 |
| Hình 3.12: Phổ hồng ngoại của PTPB | 47 |

| | |
|---|----|
| Hình 3.13: Phổ hồng ngoại của sét hữu cơ điều chế ở điều kiện tối ưu | 48 |
| Hình 3.14: Giảm đồ phân tích nhiệt của bent-A | 49 |
| Hình 3.15: Giảm đồ phân tích nhiệt của sét hữu cơ điều chế ở điều kiện tối ưu..... | 49 |
| Hình 3.16: Ảnh SEM của bent-A (a); sét hữu cơ điều chế (b) | 51 |
| Hình 3.17: Đường chuẩn của xanh metylen | 52 |
| Hình 3.18: Đồ thị biểu diễn ảnh hưởng của thời gian đến dung lượng hấp phụ xanh metylen của bent-A và sét hữu cơ điều chế | 53 |
| Hình 3.19: Đồ thị biểu diễn ảnh hưởng của khối lượng bent-A, sét hữu cơ điều chế đến dung lượng hấp phụ xanh metylen | 55 |
| Hình 3.20: Đồ thị biểu diễn ảnh hưởng của nồng độ ban đầu của xanh metylen đến khả năng hấp phụ xanh metylen của bent-A và sét hữu cơ điều chế..... | 56 |
| Hình 3.21: Đường đẳng nhiệt hấp phụ Langmuir của bent-A đối với xanh metylen | 57 |
| Hình 3.22: Sự phụ thuộc của C_f/q vào C_f đối với sự hấp phụ xanh metylen của bent-A | 57 |
| Hình 3.23: Đường đẳng nhiệt hấp phụ Langmuir của sét hữu cơ điều chế đối với xanh metylen | 58 |
| Hình 3.24: Sự phụ thuộc của C_f/q vào C_f đối với sự hấp phụ xanh metylen của sét hữu cơ điều chế | 58 |