

**Nghiên cứu điều chế, khảo sát cấu trúc, hoạt tính quang xúc tác của bột titan đioxit kích thước nano từ chất đầu TiCl_4 và Amin : **

**Luận văn ThS. Hóa học: 60 44 25 **

Trần Thị Thu Trang ; Nghd. : PGS.TS. Ngô Sỹ Lương

Titan đioxit (TiO_2) kích thước nano là một trong những vật liệu cơ bản trong ngành công nghệ nano vì nó có các tính chất lý, hóa, quang điện tử khá đặc biệt, có độ bền cao và thân thiện với môi trường. Vì vậy, titan đioxit có rất nhiều ứng dụng trong cuộc sống như hóa mỹ phẩm, chất màu, sơn, chế tạo các loại thủy tinh, men và gốm chịu nhiệt, ... Ở dạng hạt mịn kích thước nano, TiO_2 có nhiều ứng dụng hơn trong các lĩnh vực như chế tạo pin mặt trời, sensor, ứng dụng làm chất quang xúc tác xử lý môi trường, chế tạo vật liệu tự làm sạch, ...

Hiện nay, TiO_2 là xúc tác quang hóa được nghiên cứu rộng rãi nhất với nhiều ứng dụng, đặc biệt TiO_2 được quan tâm trong lĩnh vực làm xúc tác quang hóa phân hủy các hợp chất hữu cơ và xử lý môi trường vì nó không độc hại, bền vững và rẻ tiền. Xúc tác quang TiO_2 do có dải trống rộng (của rutile là 3.05 eV và của anatase là 3.25 eV) nên chỉ có hoạt tính trong vùng UV. Trong khi đó, phần bức xạ tử ngoại trong quang phổ mặt trời đến bề mặt trái đất chỉ chiếm ~ 4% khiến cho việc sử dụng nguồn bức xạ này vào mục đích xử lý môi trường với xúc tác quang TiO_2 bị hạn chế. Để mở rộng khả năng sử dụng năng lượng bức xạ mặt trời cả ở vùng ánh sáng nhìn thấy vào phản ứng quang xúc tác, cần giảm năng lượng vùng cấm của TiO_2 .

Với mục đích trên, trong nhiều nghiên cứu gần đây biến tính bề mặt hoặc vào cấu trúc TiO_2 bằng nhiều phương pháp đã được tiến hành, bằng cách đưa các ion kim loại như Zn, Fe, Cr, Eu, Y, Ag, Ni, ... và các ion không kim loại như N, C, S, F, Cl, Trong số đó, đặc biệt phải kể đến là biến tính bằng nitơ. Sở dĩ biến tính TiO_2 kích thước nano bằng nitơ được nghiên cứu nhiều vì các hợp chất chứa nitơ (NH_3 , urê, các muối amoni, các hợp chất amin) được sử dụng phổ biến trong quá trình điều chế TiO_2 kích thước nano với vai trò điều chỉnh pH, làm chất định hướng cấu trúc... Đồng thời nhiều công trình

nguyên cứu cho thấy N^{3-} có tham gia vào cấu trúc TiO_2 làm thay đổi cấu trúc và tính chất quang xúc tác của vật liệu.

Vì vậy, trong công trình này chúng tôi đặt vấn đề: **“Nghiên cứu điều chế, khảo sát cấu trúc, hoạt tính quang xúc tác của bột titan dioxit kích thước nano từ chất đầu $TiCl_4$ và amin”**.

CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN

1.1 Giới thiệu chung về công nghệ nano.

1.1.1 Công nghệ nano và vật liệu nano

Công nghệ nano nghiên cứu và ứng dụng các hệ bao gồm các cấu tử có kích cỡ nano (10^{-9} m) với cấu trúc phân tử hoàn chỉnh trong việc chuyển hóa vật chất, năng lượng và thông tin.

1.1.2. Ứng dụng của công nghệ nano

a. Lĩnh vực điện tử, công nghệ thông tin và truyền thông.

Công nghệ nano có ảnh hưởng rõ rệt đến lĩnh vực điện tử, công nghệ thông tin và truyền thông. Điều này được phản ánh rõ nhất ở số lượng các transistor kiến tạo nên vi mạch máy tính, số lượng các transistor trên một con chip tăng lên làm tăng tốc độ xử lý của nó, giảm kích thước linh kiện, dẫn tới giảm giá thành, nâng cao hiệu quả kinh tế.

b. Lĩnh vực sinh học và y học.

Ứng dụng công nghệ nano trong lĩnh vực sinh học để tạo ra các thiết bị cực nhỏ có thể đưa vào mọi nơi trong cơ thể con người để tiêu diệt virus và các tế bào ung thư, tạo ra các chip sinh học và tiến tới khả năng tạo ra các máy tính sinh học với tốc độ truyền đạt thông tin như bộ não...

c. Lĩnh vực vật liệu.

Vật liệu composit gồm các vật liệu khác nhau về cấu trúc và thành phần, sử dụng các hạt nano trong vật liệu nano composit làm tăng tính chất cơ lí, giảm khối lượng, tăng khả năng chịu nhiệt và hóa chất, thay đổi tương tác với ánh sáng nhìn thấy và các bức xạ khác.

d. Ứng dụng trong lĩnh vực xử lý môi trường.

Những năm gần đây, thế giới nói chung và Việt Nam nói riêng ngày càng coi trọng vấn đề xử lý ô nhiễm môi trường đặc biệt là ô nhiễm nguồn nước do chất thải hữu cơ gây ra.

e. Vấn đề năng lượng.

Nhu cầu về năng lượng là một thách thức nghiêm trọng đối với sự tồn tại và phát triển của thế giới. Trước một thực tế là các nguồn năng lượng truyền thống đang ngày một cạn kiệt thì việc tìm ra các nguồn năng lượng khác thay thế là nhiệm vụ cấp bách được đặt ra.

1.2. Giới thiệu về vật liệu titan đioxit kích thước nano.

1.2.1. Cấu trúc của TiO_2

TiO_2 [8, 22] là chất rắn màu trắng, khi đun nóng có màu vàng, khi làm lạnh thì trở lại màu trắng. Tinh thể TiO_2 có độ cứng cao, khó nóng chảy ($t_{nc}^o = 1870^oC$).

TiO_2 có bốn dạng thù hình. Ngoài dạng vô định hình, nó có ba dạng tinh thể là anatase (tetragonal), rutile (tetragonal) và brookite (orthorhombic)

1.2.2. Giải đồ miền năng lượng của anatase và rutile

TiO_2 ở dạng anatase có hoạt tính quang hóa cao hơn hẳn các dạng tinh thể khác, điều này được giải thích dựa vào cấu trúc vùng năng lượng. Như chúng ta đã biết, trong cấu trúc của chất rắn có 3 miền năng lượng là vùng hóa trị, vùng cấm và vùng dẫn. Tất cả các hiện tượng hóa học xảy ra đều là do sự dịch chuyển electron giữa các vùng với nhau.

1.2.3. Sự chuyển pha trong TiO_2

Hầu hết các tài liệu tham khảo đều chỉ ra rằng quá trình thủy phân các muối vô cơ đều tạo ra tiền chất titan đioxit dạng vô định hình hoặc dạng cấu trúc anatase hay rutile. Khi nung axit metatitanic H_2TiO_3 , một sản phẩm trung gian chủ yếu của quá trình sản xuất TiO_2 nhận được khi thủy phân các dung dịch muối titan, thì trước hết tạo thành anatase. Khi nâng nhiệt độ lên thì anatase chuyển thành rutile.

1.2.4. Tính chất hóa học của titan đioxit

TiO₂ bền về mặt hoá học (nhất là dạng đã nung), không phản ứng với nước, dung dịch axit vô cơ loãng, kiềm, amoniac, các axit hữu cơ.

1.2.5. Các ứng dụng của vật liệu TiO₂ kích thước nano

Hiện nay, sản lượng titan đioxit trên thế giới không ngừng tăng lên.

Bảng 1.2: Sản lượng titan đioxit trên thế giới qua một số năm.

Năm	1958	1967	2003
Sản lượng (tấn)	800.000	1.200.000	4.200.000

Gần 58% titan đioxit sản xuất được dùng làm chất màu trắng trong công nghiệp sản xuất sơn. Chất màu trắng titan đioxit cũng đã được sử dụng một lượng lớn trong sản xuất giấy, cao su, vải sơn, chất dẻo, sợi tổng hợp và một lượng nhỏ trong công nghiệp hương liệu. Các yêu cầu đòi hỏi đối với sản phẩm là rất đa dạng phụ thuộc vào công dụng của chúng.

- Ứng dụng trong xúc tác quang hóa xử lý môi trường*
- Ứng dụng làm chất độn trong các lĩnh vực sơn tự làm sạch, chất dẻo.*
- Xử lý các ion kim loại nặng trong nước.*
- Diệt vi khuẩn, vi rút, nấm, tế bào ung thư*
- Bề mặt siêu thấm ướt của vật liệu TiO₂ [9].*
- Các ứng dụng khác của bột titan đioxit kích thước nano.*

1.3. Giới thiệu về titan đioxit kích thước nano được biến tính bằng nitơ.

1.3.1. Các kiểu TiO₂ biến tính

Ngoài titan đioxit tinh khiết, người ta có các kiểu titan đioxit biến tính như sau:

- TiO₂ được biến tính bởi nguyên tố kim loại (Fe, Zn, Cu, ...)
- TiO₂ được biến tính bởi nguyên tố không kim loại [17, 19] (N, B, C, F, S, ...)

- TiO_2 được biến tính bởi hỗn hợp (vật liệu nano đồng biến tính bởi Cl^- hoặc Br^- ...)

Trong bài báo cáo này, chúng tôi quan tâm chủ yếu đến vật liệu TiO_2 được biến tính nitơ.

1.3.2. Tính chất của TiO_2 kích thước nano biến tính bằng nitơ.

a. Các tính chất điện của các vật liệu nano TiO_2 đã được biến tính

Các nghiên cứu lý thuyết và thực nghiệm gần đây [14] đã cho thấy rằng sự thu hẹp dải trống của TiO_2 cũng có thể thu được khi sử dụng các chất thêm là không kim loại. Người ta đã tính toán cấu trúc dải chuyển điện tử của TiO_2 dạng anatase với các chất thay thế khác nhau, gồm C, N, F, P hoặc S. Trong nghiên cứu này, chất thêm C tạo nên các trạng thái ở vị trí thấp trong dải trống.

b. Các tính chất quang học của vật liệu nano TiO_2 đã được biến tính.

TiO_2 được biến tính bởi phi kim [10, 11, 12] có một màu sắc từ trắng tới vàng hoặc thậm chí là màu xám sáng, và bắt đầu của phổ hấp thụ, ánh sáng đỏ dịch chuyển về các bước sóng dài hơn. Ở các vật liệu nano TiO_2 đã được biến tính bởi N, dải trống hấp thụ bắt đầu dịch chuyển từ 380 nano tới 600 nano, đối với TiO_2 không được biến tính, sự hấp thụ mở rộng đến 600 nano. Sự hấp thụ quang của TiO_2 đã được biến tính bởi N trong vùng ánh sáng nhìn thấy

c. Các tính chất quang điện của vật liệu nano TiO_2 đã được biến tính.

1.3.3. Các phương pháp điều chế TiO_2 kích thước nano được biến tính bằng nitơ

a. Một số phương pháp vật lý

- Phương pháp bốc bay hơi nhiệt:
- Phương pháp bắn phá ion (sputtering):
- Phương pháp ăn mòn quang điện

b. Một số phương pháp hóa học điện hình

*** Phương pháp sol-gel**

Quy trình chung của phương pháp sol - gel thực hiện theo sơ đồ trong hình 1.5.

- Vật liệu TiO_2 kích thước nano có hoạt tính quang xúc tác cao, có thể ứng dụng tốt trong các lĩnh vực xử lý môi trường để phân hủy các hợp chất hữu cơ bền trong môi trường nước và khí.

- Vật liệu TiO_2 biến tính nitơ có hoạt tính quang xúc tác cao hơn so với vật liệu không biến tính, cho hiệu suất quang xúc tác cao trong cả vùng ánh sáng nhìn thấy.

- Có thể điều chế TiO_2 dạng bột kích thước nano bằng nhiều phương pháp khác nhau, nhưng phương pháp thủy phân có nhiều ưu việt: điều kiện tổng hợp đơn giản, dễ tiến hành, sản phẩm có độ kết tinh cao và đồng nhất, diện tích bề mặt riêng lớn.

- Chọn hydrazine và hydroxylamine làm tác nhân tăng pH trong quá trình thủy phân và cung cấp nitơ.

Do đó, trong khóa luận này, chúng tôi chọn phương pháp thủy phân trong dung dịch, từ chất đầu là TiCl_4 trong dung môi nước với sự có mặt của hydrazine và hydroxylamine.

CHƯƠNG 2: THỰC NGHIỆM

2.1. Mục tiêu và nội dung nghiên cứu

2.1.1. Mục tiêu

Nghiên cứu điều chế bột titan đioxit kích thước nano biến tính bằng nitor có hoạt tính quang xúc tác cao từ chất đầu TiCl_4 .

2.1.2. Các nội dung nghiên cứu

Để thực hiện được mục đích trên, cần triển khai các nội dung nghiên cứu sau:

- Nghiên cứu ảnh hưởng của nồng độ TiCl_4 đến khả năng quang xúc tác, kích thước và tính chất của bột N- TiO_2 kích thước nano điều chế bằng cách thủy phân TiCl_4 trong dung dịch nước với sự có mặt của hydrazine hoặc hydroxylamine.

- Nghiên cứu ảnh hưởng của nồng độ hydrazine và hydroxylamine đến khả năng quang xúc tác, kích thước và tính chất của bột N- TiO_2 kích thước nano điều chế bằng cách thủy phân TiCl_4 trong dung dịch nước với sự có mặt của hydrazine hoặc hydroxylamine.

- Xác định điều kiện thích hợp (nhiệt độ nung, thời gian nung, nhiệt độ thủy phân, thời gian thủy phân, thời gian lưu mẫu trước li tâm, điều kiện rửa ...) cho quá trình điều chế được bột titan đioxit biến tính N có hoạt tính quang xúc tác cao theo phương pháp thủy phân TiCl_4 trong dung dịch nước với sự có mặt của hydrazine hoặc hydroxylamine..

2.2. Hóa chất và thiết bị

2.2.1. Hóa chất

- + TiCl_4 99% (Trung Quốc) loại P
- + Etanol tuyệt đối (Trung Quốc) loại P

- + Xanh metylen ($C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$) (Trung Quốc) loại P
- + Hydrazine (Trung Quốc) loại P
- + Hydroxylamine (Trung Quốc) loại P
- + Nước cất hai lần.

2.2.2. Dụng cụ và thiết bị

- + Cốc thủy tinh 100ml, 150ml, 250ml
- + Đũa thủy tinh
- + Pipet 0,5ml, 1ml, 5ml, 10ml, 25ml
- + Buret 25 ml
- + Nhiệt kế
- + Bình tia nước cất
- + Ống li tâm $V=50ml$
- + Chén nung
- + Máy khuấy từ gia nhiệt Bibby Sterilin HC 502 (Anh)
- + Máy ly tâm Hettich Zentrifugen D78532 Tuttlingen (Đức)
- + Tủ sấy chân không SheLab 1425-2 (Mỹ)
- + Bơm lọc hút chân không Neuberger (Đức)
- + Lò nung Lenton (Anh).

2.3. Phương pháp thực nghiệm điều chế bột titan đioxit kích thước nano biến tính nitơ theo phương pháp thủy phân từ chất đầu là $TiCl_4$ với sự có mặt của hydrazine hoặc hydroxylamine.

Quá trình điều chế TiO_2 biến tính nitơ được tiến hành theo hình 2.1.

Pha chế dung dịch đầu ($TiCl_4$ 3M):

+ Làm lạnh nước cất và chai $TiCl_4$ bằng hỗn hợp nước đá muối đến gần $0^\circ C$, tỉ lệ thể tích $H_2O/TiCl_4$ là 2/1.

+ Dùng pypet thật khô lấy một lượng chính xác $TiCl_4$ sau đó nhỏ từ từ từng giọt vào cốc nước lạnh đang khuấy trộn để hạn chế thủy phân và thu

được dịch trong suốt. Quá trình khuấy và làm lạnh được thực hiện tiếp tục cho đến khi thu được dung dịch trong suốt. Ta thu được dung dịch TiCl_4 3M là chất đầu trong quá trình điều chế N-TiO₂.

2.4. Phương pháp nghiên cứu

2.4.1. Phương pháp XRD

Phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD) được sử dụng để xác định thành phần pha và kích thước hạt trung bình của các hạt sơ cấp trong sản phẩm điều chế được.

2.4.2. Phổ tán xạ tia X (EDX hoặc EDS)

Sự có mặt của nitơ trong mẫu sản phẩm TiO₂ biến tính xác định theo pic đặc trưng trên phổ EDX

2.4.3. Kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM)

2.4.4. Phương pháp khảo sát khả năng quang xúc tác của titan dioxit

Thử hoạt tính quang xúc tác của bột N-TiO₂ kích thước nano với tiền chất cung cấp N là hydrazine và hydroxylamine

Hiệu suất phản ứng quang xúc tác được tính theo công thức:

$$H(\%) = \frac{C_d - C_c}{C_d} \cdot 100 \quad (2.5)$$

Trong đó C_d và C_c lần lượt là nồng độ xanh metylen trước và sau phản ứng.

2.4.5. Phương pháp tính hiệu suất quá trình điều chế.

CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung

3.1.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến mẫu N-TiO₂ khi sử dụng chất đầu cung cấp N là hydrazine

Vì vậy, chúng tôi chọn 600°C là nhiệt độ nung thích hợp cho quá trình điều chế.

3.1.2. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến mẫu N-TiO₂ khi sử dụng chất đầu cung cấp N là hydroxylamine

Vì vậy, chúng tôi chọn 600°C là nhiệt độ nung thích hợp cho quá trình điều chế.

3.2. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ TiCl₄

3.2.1. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ TiCl₄ đến mẫu N-TiO₂ khi sử dụng chất đầu cung cấp N là hydrazine.

Như vậy, tại nồng độ TiCl₄ là 0,19 M thì sản phẩm thu được có hiệu suất phân hủy quang xúc tác tốt nhất nên chúng tôi chọn.

3.2.2. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ TiCl₄ đến mẫu N-TiO₂ khi sử dụng chất đầu cung cấp N là hydroxylamine

Như vậy, tại nồng độ TiCl₄ là 0,31 M thì hiệu suất phân hủy quang là tốt nhất nên chúng tôi chọn.

3.3. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ hydrazine và hydroxylamine.

3.3.1. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ hydrazine.

Như vậy, tại nồng độ hydrazine là $7,5 \cdot 10^{-3}$ M thì sản phẩm thu được có hiệu suất quang xúc tác tốt nhất nên chúng tôi chọn.

3.3.2. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ hydroxylamine.

Như vậy, tại nồng độ hydroxylamine là 0.125M thì sản phẩm thu được có hiệu suất quang xúc tác tốt nhất nên chúng tôi chọn.

3.4. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian nung.

3.4.1. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian nung với mẫu N-TiO₂ khi dùng chất đầu cung cấp N là hydrazine.

Như vậy, tại thời gian nung là 1.5h thì sản phẩm thu được có hiệu suất quang xúc tác tốt nhất nên chúng tôi chọn.

3.4.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian nung với mẫu N-TiO₂ khi dùng chất đầu cung cấp N là hydroxylamine.

Như vậy, tại thời gian nung là 2h thì sản phẩm thu được có hiệu suất quang xúc tác tốt nhất nên chúng tôi chọn.

3.5. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian thủy phân.

3.5.1. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian thủy phân với mẫu N-TiO₂ khi dùng chất đầu cung cấp N là hydrazine.

Như vậy, tại thời gian thủy phân là 2h thì sản phẩm thu được có hiệu suất quang xúc tác tốt nhất nên chúng tôi chọn.

3.5.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian thủy phân với mẫu N-TiO₂ khi dùng chất đầu cung cấp N là hydroxylamine.

Như vậy, tại thời gian thủy phân là 2h thì sản phẩm thu được có hiệu suất quang xúc tác tốt nhất nên chúng tôi chọn.

3.6. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ thủy phân.

3.6.1. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ thủy phân với mẫu N-TiO₂ khi dùng chất đầu cung cấp N là hydrazine.

Tại nhiệt độ 50°C và 90°C thì hiệu suất phân hủy quang là tốt nhất, nhưng tại nhiệt độ 50°C hiệu suất quá trình điều chế thấp hơn nên chúng tôi chọn nhiệt độ thủy phân là 90°C.

3.6.2. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ thủy phân với mẫu N-TiO₂ khi dùng chất đầu cung cấp N là hydroxylamine.

Tại nhiệt độ 60°C và 90°C thì hiệu suất phân hủy quang là tốt nhất, nhưng tại nhiệt độ 60°C hiệu suất quá trình điều chế thấp hơn nên chúng tôi chọn nhiệt độ thủy phân là 90°C.

3.7. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian lưu mẫu trước li tâm.

3.7.1. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian lưu mẫu trước li tâm với mẫu N-TiO₂ khi dùng chất đầu cung cấp N là hydrazine.

Từ kết quả đo quang cho thấy khi tăng thời gian lưu mẫu trước li tâm không ảnh hưởng nhiều đến hiệu suất phân hủy quang của sản phẩm.

3.7.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian lưu mẫu trước li tâm với mẫu N-TiO₂ khi dùng chất đầu cung cấp N là hydroxylamine.

Từ kết quả đo quang cho thấy khi tăng thời gian lưu mẫu trước li tâm không ảnh hưởng nhiều đến hiệu suất phân hủy quang của sản phẩm.

3.8. Khảo sát ảnh hưởng của điều kiện rửa.

3.8.1. Khảo sát ảnh hưởng của điều kiện rửa với mẫu N-TiO₂ khi dùng chất đầu cung cấp N là hydrazine.

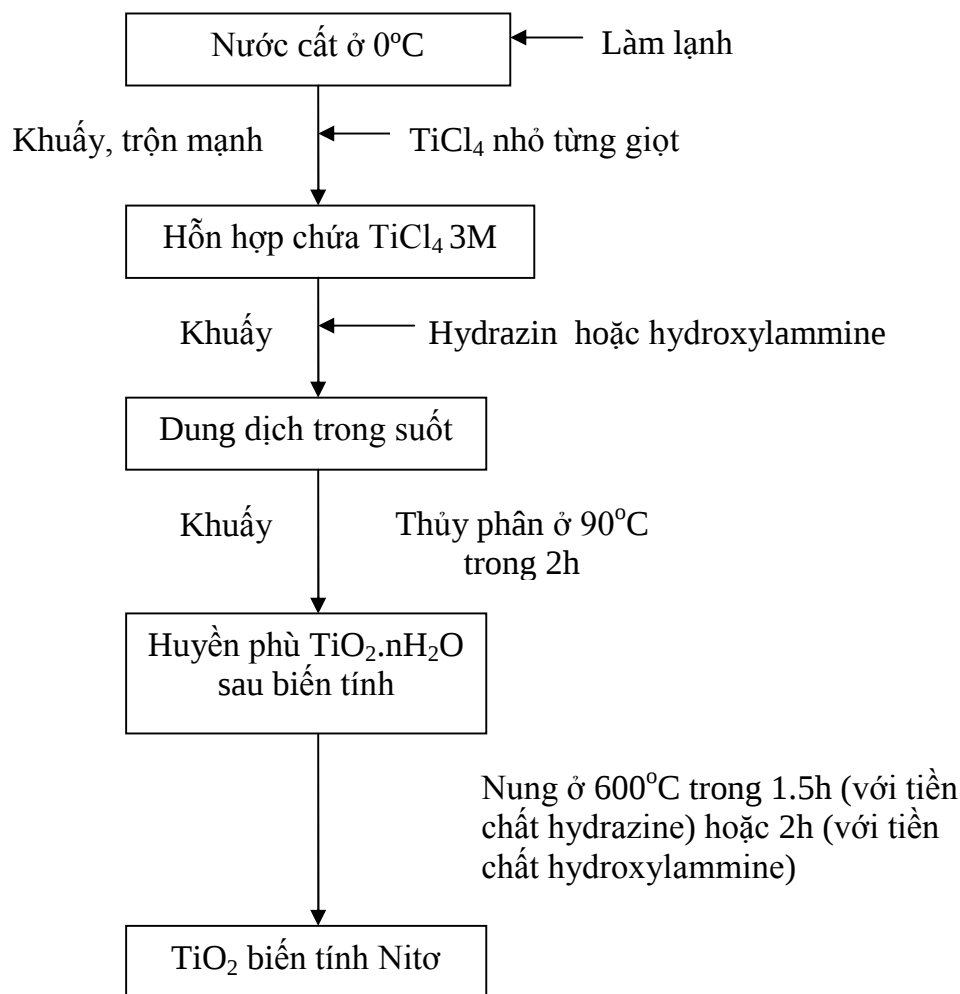
Vì thế chúng tôi rửa bằng 2 lần nước và 2 lần cồn.

3.8.2. Khảo sát ảnh hưởng của điều kiện rửa với mẫu N-TiO₂ khi dùng chất đầu cung cấp N là hydroxylamine.

Vì thế chúng tôi rửa bằng 2 lần nước và 2 lần cồn (xen kẽ nhau).

3.9. Điều chế bột N-TiO₂ kích thước nano với tiền chất cung cấp N là hydrazine và hydroxylamin.

3.9.1. Sơ đồ điều chế.



3.9.2. Thuyết minh quy trình:

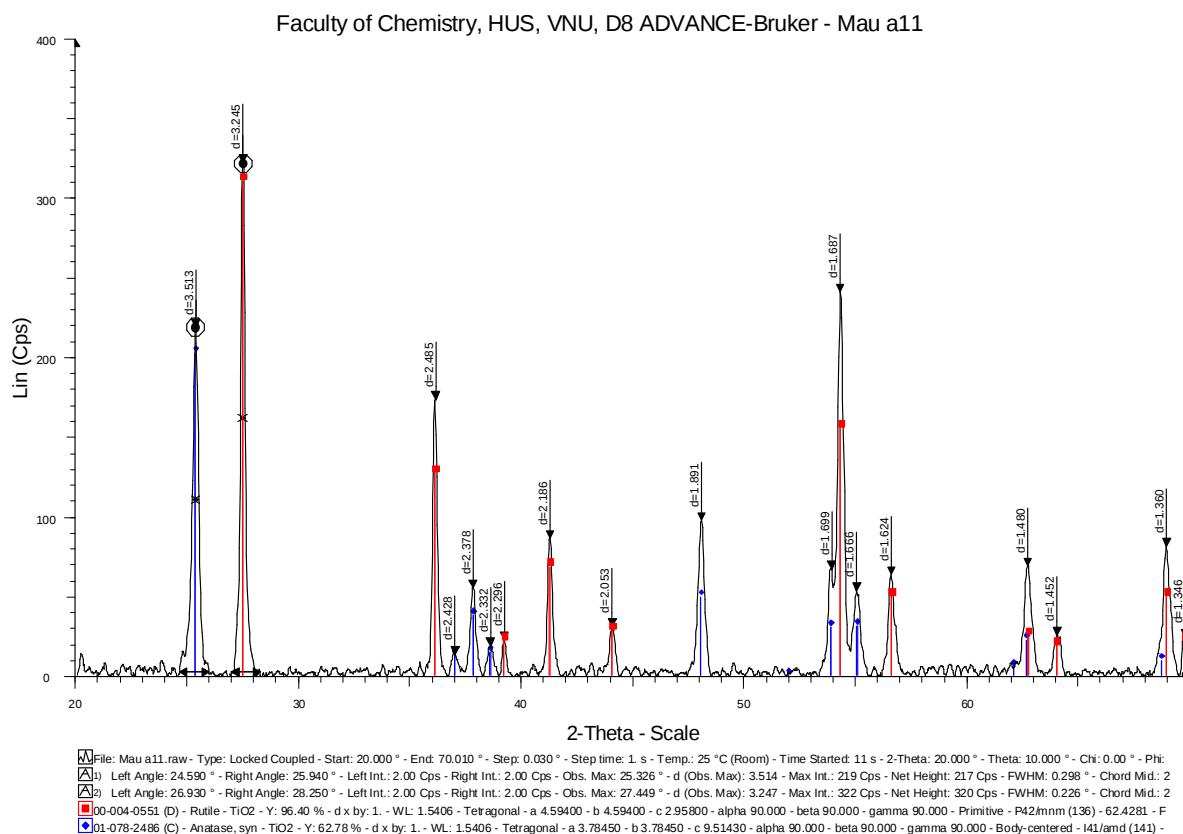
+ Tiến hành pha loãng dung dịch TiCl_4 3M đến nồng độ xác định, thêm vào hỗn hợp dung dịch một lượng nhỏ xác định hydrazine hoặc hydroxylamine trong điều kiện khuấy trộn. Quá trình khuấy trộn tiếp tục cho đến khi thu được dung dịch trong suốt.

+ Nâng nhiệt độ của dung dịch đến 90°C để quá trình thủy phân xảy ra. Quá trình thủy phân được thực hiện ở điều kiện khuấy trộn mạnh trong 2h, để lắng dung dịch trong 24h. Sau đó li tâm tách pha rắn ra khỏi pha lỏng, rửa chất rắn thu được bằng 2 lần nước và 2 lần cồn (xen kẽ nhau), ly tâm. Sau đó đem sấy khô trong tủ sấy ở nhiệt độ và thời gian xác định, sau đó đem nung trong lò nung ở 600°C trong 1.5h (với mẫu N- TiO_2 khi dùng tiền chất cung cấp N là hydrazine), 2h (với mẫu N- TiO_2 khi dùng tiền chất cung cấp N là

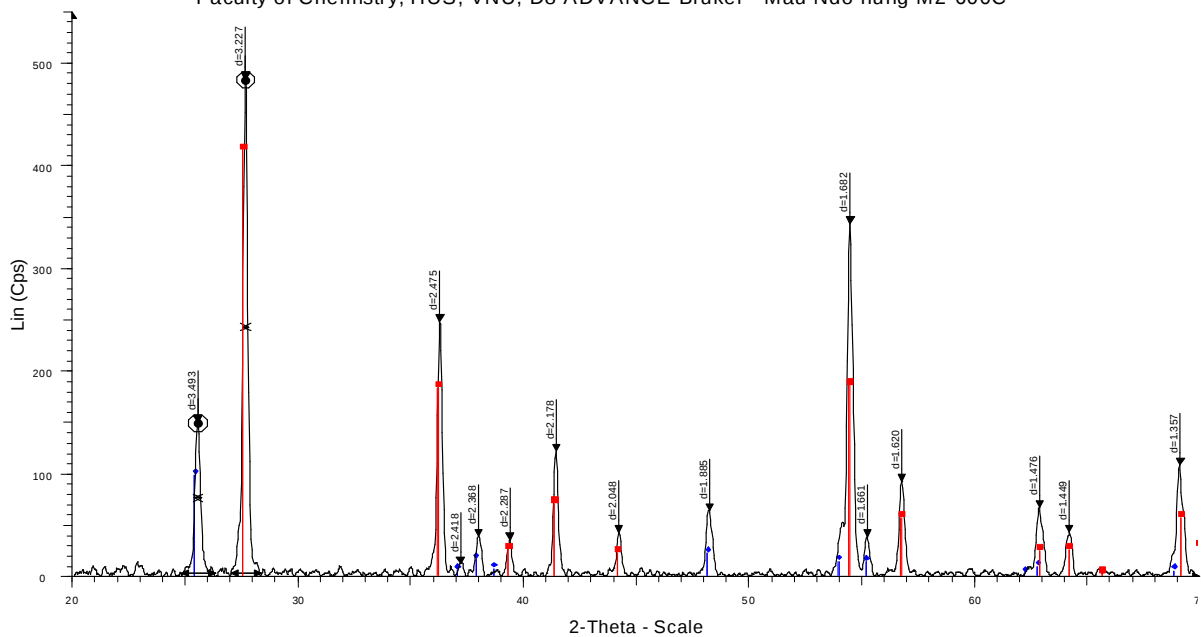
hydroxylamine) để thu sản phẩm. Sản phẩm được mang đi chụp XRD để xác định thành phần pha và kích thước hạt trung bình, thử quang xúc tác để xác định hiệu suất phân hủy xanh metylen.

3.9.3. Kết quả điều chế theo quy trình.

a. Kết quả điều chế $N\text{-TiO}_2$ khi dùng tiền chất cung cấp N là hydrazine.



b. Kết quả điều chế $N\text{-TiO}_2$ khi dùng tiền chất cung cấp N là hydroxylamine.



File: Mau Ndo nung M2-600.raw - Type: Locked Coupled - Start: 20.000 ° - End: 70.010 ° - Step: 0.030 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 11 s - 2-Theta: 20.000 ° - Theta: 10.000 ° - Ch
 Left Angle: 24.760 ° - Right Angle: 26.290 ° - Left Int.: 2.00 Cps - Right Int.: 2.00 Cps - Obs. Max: 25.495 ° - d (Obs. Max): 3.491 - Max Int.: 149 Cps - Net Height: 147 Cps - FWHM: 0.277 ° - Chord Mid: 2
 Left Angle: 26.950 ° - Right Angle: 28.330 ° - Left Int.: 2.00 Cps - Right Int.: 2.00 Cps - Obs. Max: 27.618 ° - d (Obs. Max): 3.227 - Max Int.: 484 Cps - Net Height: 482 Cps - FWHM: 0.235 ° - Chord Mid: 2
 01-089-4920 (C) - Rutile, syn - TiO₂ - Y: 85.59 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Tetragonal - a 4.58400 - b 4.58400 - c 2.95300 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - P4₂/mmn (136) - 2 - 62.
 01-089-4921 (C) - Anatase, syn - TiO₂ - Y: 20.09 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Tetragonal - a 3.77700 - b 3.77700 - c 9.50100 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Body-centered - I4₁/amd (141) -

KẾT LUẬN

1. Đã khảo sát quá trình điều chế bột TiO_2 được biến tính bởi nito bằng cách thủy phân TiCl_4 trong dung môi nước với sự có mặt của hydrazine hoặc hydroxylamine. Kết quả khảo sát cho thấy, điều kiện thích hợp cho quá trình biến tính là:

1.1. Điều chế bột TiO_2 được biến tính bởi nito bằng cách thủy phân TiCl_4 trong dung môi nước với sự có mặt của hydrazine.

- + Nồng độ TiCl_4 trong dung dịch khi thủy phân là 0.19M
- + Nồng độ hydrazine là 0.0075M
- + Thời gian thủy phân là 2h ở 90°C
- + Nung ở 600°C trong 1.5h.

Hiệu suất phân hủy quang: 97.39

1.2. Điều chế bột TiO_2 được biến tính bởi nito bằng cách thủy phân TiCl_4 trong dung môi nước với sự có mặt của hydroxylamine

- + Nồng độ TiCl_4 trong dung dịch khi thủy phân là 0.31M
- + Nồng độ hydroxylamine là 0.125M
- + Thời gian thủy phân là 2h ở 90°C
- + Nung ở 600°C trong 2h.

Hiệu suất phân hủy quang: 97.73

2. Với điều kiện biến tính trên, nito đã có mặt trong thành phần cấu trúc của bột TiO_2 , hoạt tính quang xúc tác của sản phẩm dịch chuyển về vùng ánh sáng nhìn thấy và có hiệu suất phân hủy xanh metylen cao. Bột TiO_2 được biến tính bởi nito bằng cách thủy phân TiCl_4 trong dung môi nước với sự có mặt của hydrazine và hydroxylamine, có hiệu suất phân hủy xanh metylen (lớn hơn 95%) cao hơn hẳn so với mẫu sản phẩm không biến tính (lớn hơn 80%).

3. Phương pháp điều chế có ưu điểm là điều kiện tổng hợp đơn giản, dễ tiến hành, cho hiệu suất cao và đi từ các chất đầu có giá thành rẻ.