NGHIÊN CỨU TỔNG HỢP CACBON HOẠT TÍNH CÓ KÍCH THƯỚC MAO QUẢN TRUNG BÌNH

La Vũ Thùy Linh
Trường ĐH Tôn Đức Thắng

TÓM TẮT

Vật liệu cacbon có kích thước mao quản trung bình được tổng hợp bằng cách cacbon hóa đường trên nền chất tạo cấu trúc là oxit silic có kích thước mao quản trung bình. Các mẫu tổng hợp được xác định bằng các phương pháp XRD, BET , SEM và thử khả năng hấp phụ thuốc nhuộm.

GIỚI THIỆU

Cacbon hoạt tính là một loại vật liệu mao quản vô cơ đã được sử dụng từ lâu trong đời sống và trong công nghiệp như một chất hấp phụ, chất phân tách, chế tạo điện cực…. Hiện nay có nhiều phương pháp để tổng hợp cacbon hoạt tính với cấu trúc mao quản, kích thước mao quản khác nhau từ vi mao quản đến mao quản lớn. Trong đó cacbon hoạt tính có kích thước mao quản trung bình (MQTB) được sự quan tâm lớn vì tiềm năng ứng dụng trong nhiều lĩnh vực, đặc biệt là khả năng hấp phụ, phân tách các phân tử có kích thước lớn như thuốc nhuộm.

Để tổng hợp cacbon MQTB, chúng tôi tẩm tiền chất cacbon (đường saccaro) lên SiO_2 có kích thước MQTB. Tiến hành cacbon hóa hỗn hợp này ở 600 – 800^{0}C sau đó hòa tan SiO_2 bằng NaOH hay HF. Vật liệu cacbon thu được sẽ là một phiên bản của oxit SiO_2 ban đầu và là vật liệu có cấu trúc MQTB. Vật liệu cacbon đã được sử dụng để hấp phụ một vài loại phân tử thuốc nhuộm.

THỰC NGHIỆM

1.Tổng hợp oxit SiO_2 kích thước mao quản trung bình

Để tổng hợp SiO_2 MQTB cần có chất hoạt động bề mặt không ion BRIJ-56, tiền chất silic thủy tinh lỏng (27%SiO_2, 11%NaOH) và H_2SO_4 98%.

Hỗn hợp chất hoạt động bề mặt và nước được khuấy ở 40^{0}C cho đến khi tạo thành dung dịch trong suốt. Thêm thủy tinh lỏng và khuấy hỗn hợp từ 2-4 giờ. Sau đó cho thêm H_2SO_4 98% vào hỗn hợp trên và khuấy đều khoảng 10 giờ. Đem hỗn hợp đi già hóa trong bể điều nhiệt ở nhiệt độ 80^{0}C trong khoảng 24 giờ. Lọc rửa sản phẩm đến môi trường trung tính, sau đó sấy và nung ở 550^{0}C để loại hết chất hoạt động bề mặt sẽ thu được SiO_2 MQTB.

Tỉ lệ các chất trong thí nghiệm như sau 1 SiO_2: 0,15BRIJ : 3H_2SO_4 : 140H_2O (tỉ lệ mol)

2.Tổng hợp cacbon có kích thước mao quản trung bình

Khi tổng hợp cacbon MQTB chúng tôi sử dụng SiO_2 là chất tạo cấu trúc, đường sucrose $C_{12}H_{22}O_{11}$ là tiền chất cacbon và H_2SO_4 1M là chất xúc tác cho quá trình tẩm đường.

Tỉ lệ các chất như sau 2,0 g $C_{12}H_{22}O_{11}$: 1,0 g SiO_2 : 0,22 g H_2SO_4

Quá trình tẩm đường được thực hiện hai lần. Lần đầu tẩm khoảng 60% đường $C_{12}H_{22}O_{11}$ với lượng axit tương ứng theo tỉ lệ trên vào 1,0 g SiO_2. Hỗn hợp được khuấy đều, sấy khô ở 100^{0}C. Sau đó nâng nhiệt độ từ từ lên đến 160^{0}C lưu khoảng 10 giờ.

Làm nguội mẫu, nghiền mịn và tiến hành tẩm lần 2.

Lần hai tẩm thêm 40% lượng đường và axit tương ứng còn lại trên 1,0 g SiO_2. Quá trình sấy lặp lại như trên.

Sau đó đem mẫu đi cacbon hóa ở 800^0C trong môi trường khí N_2 với tốc độ nâng nhiệt 5^0C/phút, lưu mẫu khoảng 5 giờ.

Để nguội mẫu trong môi trường khí N_2, sau đó lấy mẫu ra hòa tan SiO_2 bằng cách dùng dung dịch HF 20% ở nhiệt độ phòng.

Lọc, rửa sản phẩm cho hết môi trường axit, rồi sấy khô ở 100^0C .

3.Xác định các đặc trưng của vật liệu mao quản trung bình

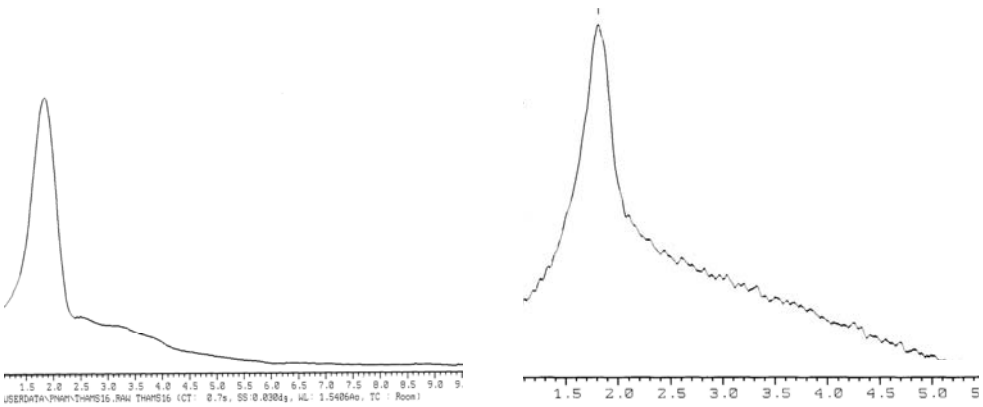
- Xác định bằng phương pháp nhiễu xạ XRD . Phương pháp nhiễu xạ XRD góc hẹp dùng để nhận diện vật liệu có cấu trúc MQTB bằng pic ở vùng giá trị 2θ thấp (0-10^0C)
- Xác định diện tích bề mặt riêng BET
- Chụp ảnh kính hiển vi điện tử quét SEM
- Xác định đường kính trung bình của kích thước mao quản

4.Ứng dụng để hấp phụ thuốc nhuộm

Dùng 0,02 g vật liệu cacbon vừa tổng hợp cho hấp phụ thuốc nhuộm hoạt tính axit blue 56 ($C_{14}H_8O_2N_2(SO_3Na)_2$) với nồng độ 1g/lít.

KẾT QUẢ

Phổ XRD của mẫu vật liệu



a. b.

Hình 3.1. Phổ XRD của các mẫu vật liệu a. SiO_2 b. Cacbon MQTB

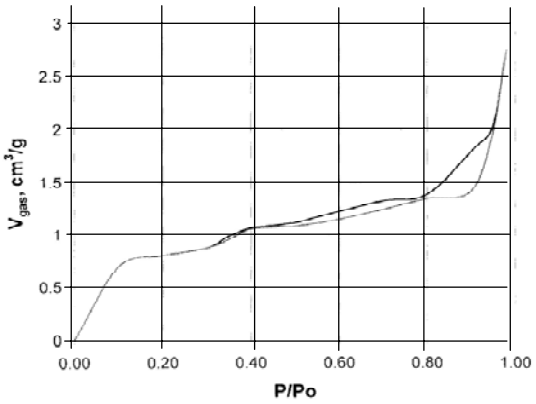
Bảng 3.1. Kết quả đo diện tích bề mặt BET của SiO_2 và của cacbon MQTB

STT	Mẫu	S_{BET} (m^2/g)
1	SiO_2	891,24
2	Cacbon MQTB	1160

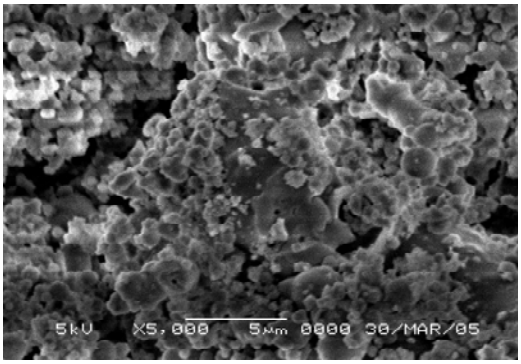
Từ kết quả nhiễu xạ XRD cho thấy mẫu SiO_2 và mẫu cacbon MQTB tổng hợp được đều có pic đặc trưng nằm trong vùng góc nhiễu xạ yếu $2\theta<10^0$. Điều này cho thấy SiO_2 và cacbon tổng hợp được đều là các loại vật liệu có cấu trúc MQTB

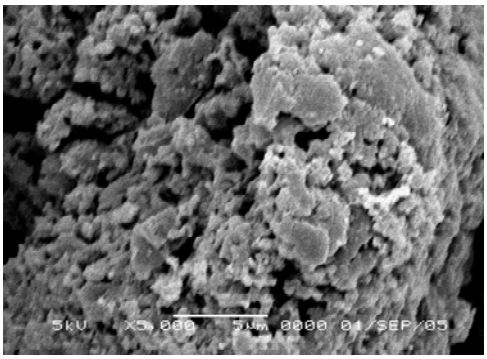
Các vật liệu SiO_2 và cacbon tổng hợp đều có diện tích bề mặt rất lớn.

Đường đẳng nhiệt hấp phụ và giải N_2 của mẫu cacbon cho thấy có "hiện tượng trễ" điều này là hoàn toàn phù hợp với vật liệu có kích thước mao quản trung bình.



Hình 3.2. Đường đẳng nhiệt hấp phụ của vật liệu cacbon MQTB





a. SEM của SiO_2 b.SEM của cacbon

Hình 3.3. Ảnh SEM của SiO_2 và cacbon MQTB

Kết quả hấp phụ thuốc nhuộm của mẫu cacbon MQTB:

Khi dùng cacbon MQTB hấp phụ thuốc nhuộm blue 56, trong thời gian 30 phút cacbon MQTB có thể hấp phụ 96,95% thuốc nhuộm. So với các loại cacbon hoạt tính sản xuất bằng phương pháp truyền thống chỉ hấp phụ được khoảng 20% thuốc nhuộm. Điều này cho thấy kích thước mao quản của vật liệu cacbon tổng hợp lớn hơn so với mao quản của cacbon hoạt tính thường do đó có khả năng hấp phụ chọn lọc phân tử thuốc nhuộm với kích thước khá lớn.

KẾT LUẬN

Tổng hợp được SiO_2 có kích thước mao quản trung bình

Tổng hợp được cacbon có kích thước mao quản là bản sao âm bản của SiO_2

Cacbon MQTB với diện tích bề mặt lớn, kích thước mao quản trung bình có khả năng hấp phụ các phân tử có kích thước lớn như thuốc nhuộm có thể ứng dụng trong xử lý môi trường.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] Antonio B.Fuertes, Dasha M. Nevskaia, "Control of mesoporous structure of carbons synthesised using a mesostructured silica as template", *Microporous and Mesoporous Materials 62* (2003)

[2] Benedicte Lebeau, Julien Parmentier, Michel Soulard, Christobel Fowler, Raoul Zana, Cathie vix-Guterl, Joel Patarin, "Organized mesoporous solids: mechanism of formation and use as host materials to prepare carbon and oxide replicas"

[3] John W.Hassler (1974), *Actived carbon,* Chemical Publishing Co,Inc, America xide replicas", *Elsevier* (2005)

[4] Zhi-Guo Shi, Yu-Qi Feng, LiXu, Shi-Lu Da, Min Zhang, "A template method to control the shape and porosity of carbon materials",Carbon 42 (2004)

[5] Xiu S.Zhao, G.Q (Max) Lu, and Graeme J.Millar, "Advances in Mesoporous Molecular Sieve MCM-41", *Ind.Eng.Chem.Res.1996*,

SYNTHESIS OF MESOPOROUS CARBON

La Vu Thuy Linh
Ton Duc Thang University

ABSTRACT

Synthesis of mesoporous carbon by carbonization of sugar used mesoporous silica as templates. The synthesize samples were characterized by XRD, BET, SEM and adsorbent ability of dyes.