

TỔNG HỢP V_2O_5 KÍCH THƯỚC NANOMET BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỐT CHÁY GEL

Đến Tòa soạn 14-01-2008

LƯU MINH ĐẠI, ĐÀO NGỌC NHIỆM, VŨ THẾ NINH, PHẠM NGỌC CHỨC

Viện Khoa học Vật liệu, Viện Khoa học và Công nghệ Việt Nam

ABSTRACT

Vanadium pentoxide powder has been synthesised at low temperature (550°C) by the combustion of gel prepared from polyvinyl alcohol (PVA) and vanadium chlorid. The characterization of V_2O_5 powder is examined by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and BET (Brunaure-Emmet-Teller) measurements. Further thermal treatment at 400 - 600°C in 1.5h yields the single phase V_2O_5 with average size < 50 nm. Its specific surface area is 23.50 m²/g for V_2O_5 .

I - MỞ ĐẦU

V_2O_5 là một oxit lưỡng tính, tinh thể màu da cam hay là những tinh thể hình kim màu nâu đỏ, trọng lượng riêng 3,36 g/cm³ nhiệt độ nóng chảy 685°C rất ít tan trong nước; tan trong axit đặc, nóng. Là tác nhân oxi hoá mạnh được sử dụng trong rất nhiều phản ứng oxi hóa, xúc tác oxi hóa trong hóa học hữu cơ cho nhiều hợp chất như toluen và các dẫn xuất của nó [1, 2]. V_2O_5 trên một số chất mang được dùng làm xúc tác xử lý các khí thải độc hại như NO_x, SO_x, đioxin, furan [3 - 5]. Trong bài báo này chúng tôi sử dụng phương pháp bốc cháy gel ở nhiệt độ thấp để tổng hợp oxit V_2O_5 kích thước nanomet.

II - THỰC NGHIỆM

Trộn dung dịch VCl₅ với PVA theo tỉ lệ mol tương ứng, hòa tan trong nước rồi làm bay hơi ở nhiệt độ thích hợp cho đến khi tạo gel đồng nhất, màu xanh lá mạ. Sấy khô gel sau đó xử lý nhiệt thu được bột xốp màu vàng da cam.

Giản đồ nhiễu xạ Ronghen được thực hiện trên máy Siemens D-5000 (CHLB Đức) với bức xạ CuK_α bước sóng $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$.

Ảnh vi cấu trúc và hình thái học của bột oxit được chụp bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM) JEOL- 5300 (Nhật Bản).

Diện tích bề mặt được đo bằng phương pháp BET (Brunaure-Emmet-Teller) trên máy SA của hãng COULTER (Mỹ).

III - KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

1. Lựa chọn nhiệt độ nung

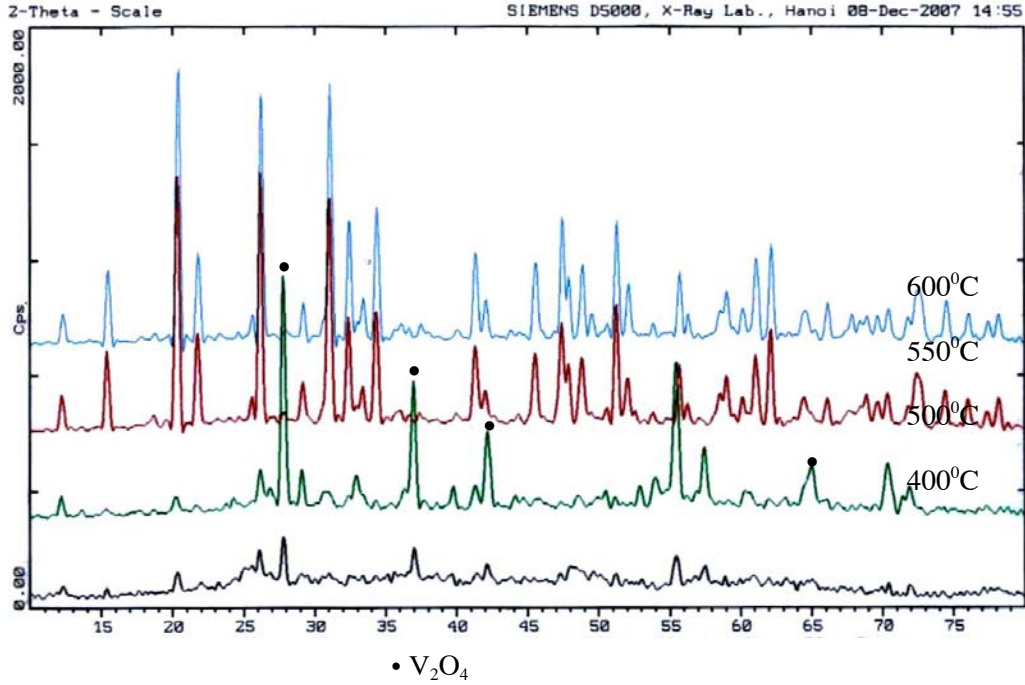
Các mẫu được điều chế ở pH = 4, tỷ lệ V⁵⁺/PVA = 1/3, nhiệt độ tạo gel 80°C trong thời gian 4 h, rồi được sấy khô và được xử lý nhiệt ở các nhiệt độ 400°C, 500°C, 550°C, 600°C trong 1,5 h. Giản đồ X — Ray của các mẫu được chỉ ra ở hình 1.

Từ giản đồ X-ray ta thấy ở 400°C, 500°C tạo pha V_2O_5 có lẫn V_2O_4 . Ở nhiệt độ 550°C, 600°C thì thu được V_2O_5 đơn pha. Do vậy, chúng tôi chọn 550°C trong các nghiên cứu tiếp theo.

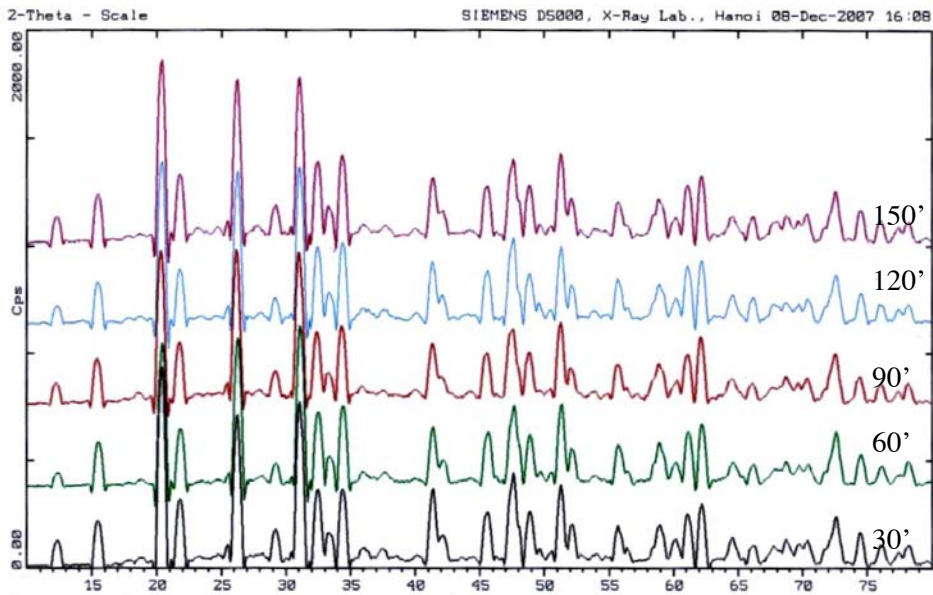
2. Ảnh hưởng của thời gian nung

Các mẫu được điều chế ở pH = 4, tỷ lệ V⁵⁺/PVA = 1/3 nhiệt độ tạo gel 80°C trong thời gian 4 h, được sấy khô sau đó được xử lý nhiệt ở

550°C, thời gian nung 30, 60, 90, 120, 150 phút. Kết quả phân tích pha được đưa ra ở hình 2.



Hình 1: Giải đồ X-ray của mẫu nung ở các nhiệt độ khác nhau



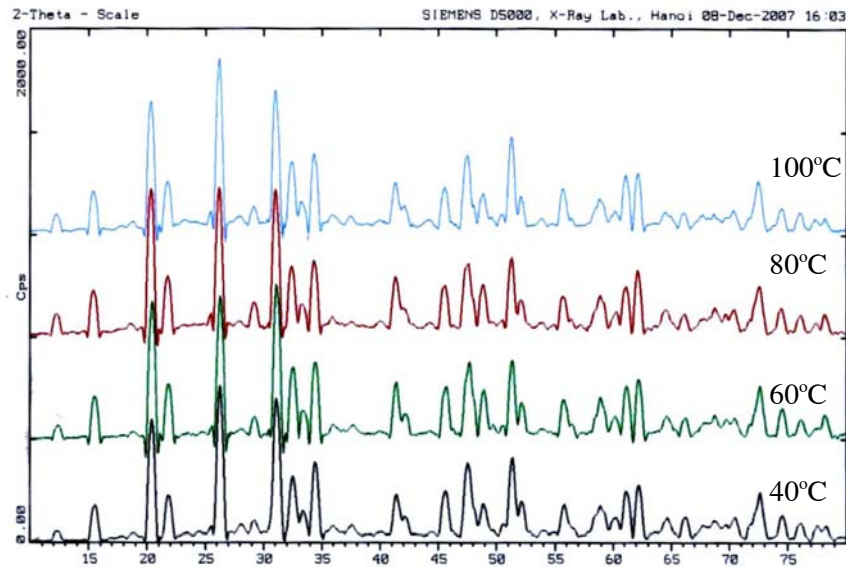
Hình 2: Giải đồ X-ray của mẫu nung ở thời gian khác nhau

Qua giải đồ X-ray ta thấy sự tạo thành V₂O₅ không phụ thuộc vào thời gian nung. Chúng tôi chọn thời gian nung 1,5 h cho các nghiên cứu tiếp theo (ở 1,5 h đủ thời gian đủ để tạo thành V₂O₅ và phân hủy hết bã cacbon dư của PVA).

3. Ảnh hưởng của nhiệt độ tạo gel

Các mẫu được điều chế ở pH = 4, tỷ lệ $V^{5+}/PVA = 1/3$, nhiệt độ tạo gel (40, 60, 80,

100°C) trong thời gian 4 h, rồi sấy khô sau đó xử lý nhiệt ở 550°C trong 1,5 h. Kết quả chụp X-ray của các mẫu được trình bày ở hình 3.

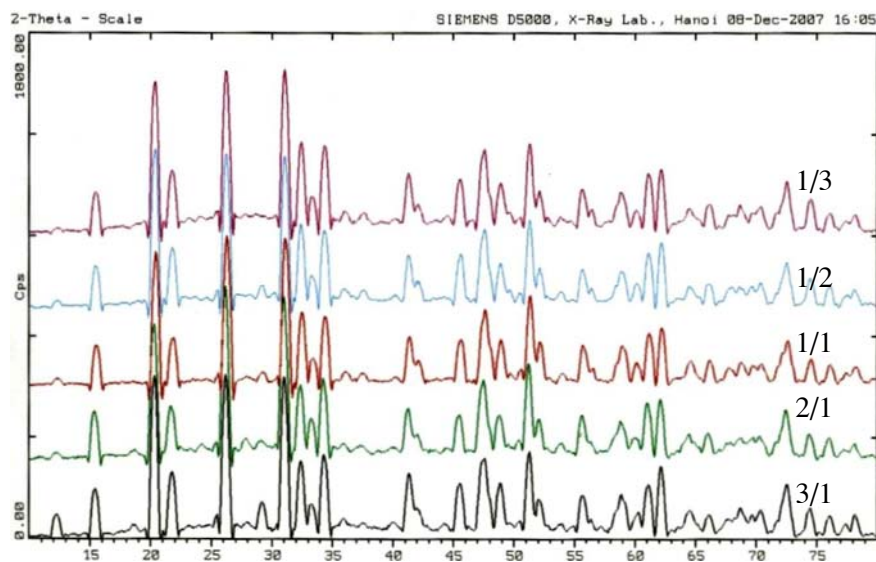


Hình 3: Giảm đồ X-ray của mẫu ở các nhiệt độ tạo gel khác nhau

Qua giảm đồ X-ray ở các nhiệt độ tạo gel khác nhau đều thu được V_2O_5 đơn pha. Chúng tôi chọn 80°C là nhiệt độ tạo gel cho các nghiên cứu tiếp theo.

4. Ảnh hưởng của tỷ lệ V^{5+}/PVA

Các mẫu được điều chế ở pH = 4, tỷ lệ $V^{5+}/PVA = (1/3, 1/2, 1/1, 2/1, 3/1)$, nhiệt độ tạo gel 80°C trong thời gian 4 h, rồi sấy khô, sau đó xử lý nhiệt ở 550°C trong 1,5 h. Giảm đồ X-ray của các mẫu được trình bày ở hình 4.

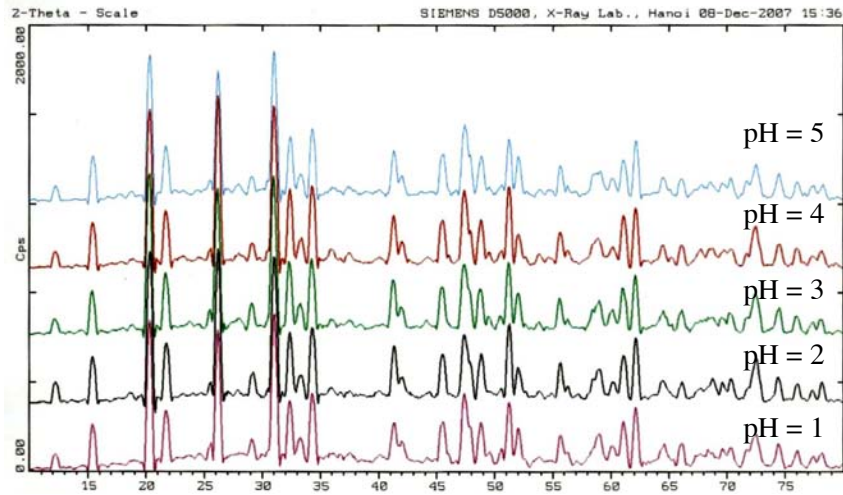


Hình 4: Giảm đồ X-ray của mẫu ở các tỷ lệ khác nhau

Giải đồ X-ray cho thấy, V_2O_5 đơn pha được hình thành ở các tỷ lệ V^{5+}/PVA . Tỷ lệ $V^{5+}/PVA = 1/3$ đã được chọn cho các nghiên cứu tiếp theo (các nghiên cứu trước đây cho thấy ở tỷ lệ $V^{5+}/PVA = 1/3$ thuận lợi nhất cho quá trình đốt cháy gel).

5. Ảnh hưởng của pH tạo gel

Các mẫu được điều chế ở pH = 1, 2, 3, 4, 5 tỷ lệ $V^{5+}/PVA = 1/3$ nhiệt độ tạo gel $80^\circ C$ trong thời gian 4 h, rồi sấy khô, sau đó xử lý nhiệt ở $550^\circ C$ trong 1,5 h. Kết quả chụp X-ray của các mẫu được chỉ ra ở hình 5.

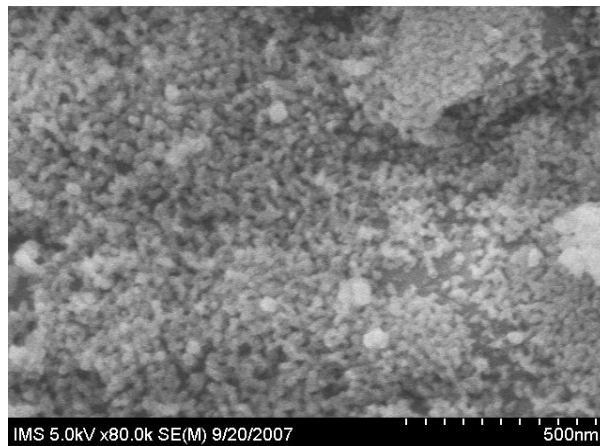


Hình 5: Giải đồ X-ray của mẫu ở các pH khác nhau

Từ hình 5 ta nhận thấy ở vùng pH 1 ÷ 5 chỉ thu được V_2O_5 đơn pha. Giá trị pH = 4 được lựa chọn cho các nghiên cứu tiếp theo (vì ở pH = 4 không phải điều chỉnh pH).

Ảnh vi cấu trúc và hình thái học bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM) JEOL- 5300 (Nhật

Bản) của mẫu điều chế ở pH = 4, tỉ lệ mol $V^{5+}/PVA = 1/3$; nhiệt độ tạo gel $80^\circ C$, nung ở $550^\circ C$ trong 1,5 h cho thấy hạt thu được có kích thước nanomet (≤ 50 nm) (hình 6). Bằng phương pháp BET trên máy SA 3100 (Mỹ), diện tích bề mặt riêng của V_2O_5 tổng hợp có giá trị $23,50$ m^2/g .



Hình 6: Ảnh vi cấu trúc và hình thái học của V_2O_5

IV - KẾT LUẬN

Đã tìm được các điều kiện tối ưu để chế tạo V_2O_5 có kích thước ≤ 50 nm, diện tích bề mặt 23,50 m^2/g : pH = 4, tỉ lệ mol $V^{5+}/PVA = 1/3$, nhiệt độ tạo gel 80°C, nhiệt độ nung 550°C trong 1,5h.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Ngô Thị Thuận, Trần Thị Văn Thi. Tuyển tập công trình Hội nghị Khoa học và công nghệ Hóa Hữu cơ toàn quốc lần thứ 2, 470 (2001).
2. H. Sarkas, P. G. Murray et al. Technical Proceedings of Nanotechnology Conference — Nanotech 2004, Vol. 3, 496 - 498 (2004).
3. X. Gu, J. Ge, H. Zhang, A. Auroux, J. Shen. *Thermochimica Acta*, 451, 84 - 93 (2006).
4. Ngô Thị Thuận, Trần Thị Văn Thi. *Tạp chí Hoá học*, T. 40(4), 32 - 34 (2002).
5. Phạm Thanh Huyền, Đào Văn Tường, Hoàng Trọng Yên. *Tạp chí Hoá học*, T. 41(3), 101 - 104 (2003).
6. Phan Văn Tường. Các phương pháp tổng hợp vật liệu gốm, ĐHKHTN, ĐHQG HN (2004).
7. Nano Materials. Edited by D. Chakavorty Indian National Science Academy 47, Bahadur Shah Zafar Marg, New Delhi - 47 - 68 (2001).
8. Lưu Minh Đại, Nguyễn Gia Hưng, Đào Ngọc Nhiệm, Nguyễn Thị Tố Loan. *Tạp chí Hoá học*, T. 44(4), 471 - 474 (2006).