

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VẬT LIỆU HẤP PHỤ XỬ LÝ ASENI TRÊN NỀN NANO Fe₃O₄

Nguyễn Văn Tiến, Bùi Công Trình, Lương Mạnh Hùng, Lê Quang Thái, Lê Thị Hồng Hà, Trần
Thế Định, Dương Văn Sự, Lê Thị Mai Hương

Viện Công nghệ Xạ Hiếm, 48 Láng Hạ - Đống Đa - Hà Nội

buictr@gmail.com

Tóm tắt

Nano Fe₃O₄ chế tạo theo phương pháp kết tủa - oxi hóa đồng thời khi cho dung dịch FeCl₂ (1,71M) tác dụng với nước vôi trong có khuấy trộn (300 vòng/phút) trong môi trường không khí. Hạt nano phân bố khá đồng đều với kích thước hạt cơ sở từ 20÷40 nm. Quá trình vê viên (kích thước viên 0,5 – 2 mm) phối liệu được thực hiện với Bentonite và các chất độn cho hai mẫu: M1 (% khối lượng Fe₃O₄: Bentonite: MnO₂:Nước là 40:40:10:10) và M2 (% khối lượng Fe₃O₄: Bentonite: MnO₂: C hoạt tính : Nước là: 20:40:5:20:15). Sau khi nung trong 1 giờ tại 600°C với M1 và 300°C với M2, cường độ chịu nén của M1 và M2 tương ứng là 0,58 và 0,35 Mpa/cm³ tương ứng. Quá trình hấp phụ 0,5 gram chất trong 100 ml mẫu pha giả định (với hàm lượng ion As(III) 100 mg/l) chỉ ra rằng M1 có khả năng hấp phụ cao hơn M2 khi cho dung lượng hấp phụ là 18,15 ± 0,71 mg/g so với 14,81 ± 0,53 mg/g của M2.

Từ khóa: Nano Fe₃O₄, phụ gia bentonite, hấp phụ Asen, dung lượng hấp phụ.

1. Đặt vấn đề

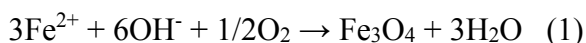
Theo tổ chức y tế thế giới WHO cứ 10.000 người thì có 6 người bị ung thư do sử dụng nước ăn có nồng độ asen lớn hơn 0,01 mg/l nước [1]. Nhiễm độc Asen cấp của con người chủ yếu phụ thuộc vào nhịp độ đào thải khỏi cơ thể của các hợp chất. Arsine được coi là dạng độc nhất sau đó đến Arsenite (Arsenic (III)), Arsenate (Arsenat (V)) và hợp chất thạch tín hữu cơ. Asen có thể gây bệnh cấp tính hay mãn tính. Các hiệu ứng bao gồm sự thay đổi màu da, sự hình thành của các vết cứng trên da, ung thư da, ung thư phổi, ung thư thận và bàng quang cũng như có thể dẫn tới hoại tử.

Việc ứng dụng công nghệ vật liệu nano vào trong quy trình xử lý nước với hiệu quả xử lý vượt trội hơn ngày càng được áp dụng rộng rãi. Vật liệu nano sắt từ có nhiều ưu điểm về đặc tính hóa lý, tính chất từ của vật liệu và có tính chất hấp phụ tốt các kim loại nặng độc hại và các nguyên tố có tính phóng xạ. Phương pháp phổ biến nhất dùng trong chế tạo nano sắt từ chủ yếu là phương pháp đồng kết tủa muối sắt (II và III) trong môi trường khí trơ với các thiết bị và chế độ phức tạp [2]. Tuy nhiên để tăng khả năng hấp phụ của vật liệu tổng hợp, cần phối trộn thêm các phụ gia.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Chế tạo vật liệu nano Fe₃O₄

Quy trình chế tạo nano Fe₃O₄ theo phương pháp đồng kết tủa được thực hiện khi khuấy trộn những lượng xác định của dung dịch FeCl₂ 1,72M và tác nhân kết tủa Ca(OH)₂ 0,03M với tốc độ khuấy 300 vòng/phút trong môi trường không khí. Phản ứng xảy ra theo:



Mẫu sản phẩm được lọc rửa bởi nước cất 3 lần và cho sấy khô tại 60°C trong 20 giờ. Sau khi đánh giá cường độ từ, mẫu được đem tiến hành các thí nghiệm hấp phụ cũng như biến tính vật liệu.

2.2. Biến tính vật liệu

Quá trình vê viên với các vật liệu khác nhau được thực hiện trên thiết bị vê viên (hiệu CALEVA MBS) với tổng khối lượng mẫu và phụ gia là 300g/mẻ. Thành phần (% khối lượng) các chất phụ trợ được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1. Thành phần các chất trong các mẫu được phối trộn

Mẫu	Fe ₃ O ₄ , %	Bentonite, %	MnO ₂ , %	Choạt tính, %	H ₂ O, %
M1	40	40	10	0	10
M2	20	40	5	20	15

Mẫu có kích thước viên 0,5 -2 mm được tiến hành sấy khô trong tủ sấy trước khi tiến hành quá trình nung biến tính vật liệu. Mẫu M1 được tiến hành nung tại nhiệt độ 600 °C trong thời gian 1 giờ. Mẫu M2 được nung ở điều kiện nhiệt độ thấp hơn - 300 °C trong 1 giờ. Trước khi tiến hành đánh giá khả năng hấp phụ của vật liệu sau tạo hạt, vật liệu được tiến hành đo các thông số vật lý cơ bản.

2.3. Nghiên cứu khả năng hấp phụ As (III) của các mẫu Fe₃O₄ và Fe₃O₄ biến tính

Thí nghiệm hấp phụ As được tiến hành với lượng 0,5g mỗi mẫu. Thể tích dung dịch được sử dụng là 100 ml với hàm lượng As (III) đạt 100 mg/l. Điều kiện của phản ứng được khống chế tại pH 6,4, thời gian 3 giờ và tại nhiệt độ phòng (30°C).

Dung lượng hấp phụ Q (mg/g) của các mẫu được xác định theo:

$$Q = \left(\frac{C_0 - C}{m} \right) * V \quad (2)$$

Trong đó: C₀ và C là nồng độ ban đầu và nồng độ ở trạng thái cân bằng, mg/l.

m là khối lượng chất hấp phụ trên một đơn vị thể tích, g/l.

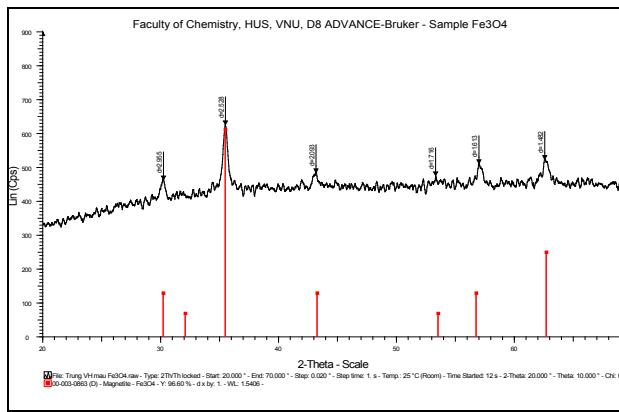
V – thể tích dung dịch As, l.

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Thông số kết hóa lý của vật liệu Fe₃O₄

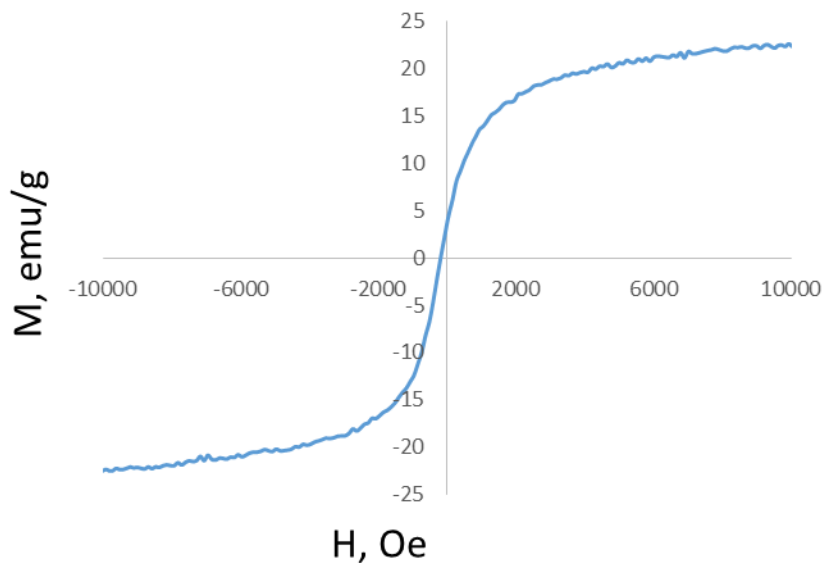
Kết quả phép đo tán xạ Laser đã chỉ ra rằng, kích thước hạt cơ sở của vật liệu nằm trong vùng 20- 40 nm.

Giải đồ X-ray của mẫu Fe₃O₄ (Hình 1) cho thấy thành phần pha là Magnetit.

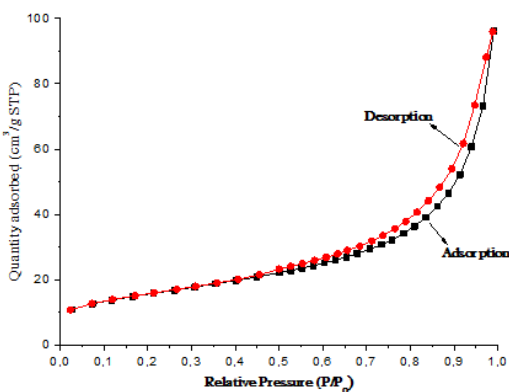


Hình 1. Giải đồ nhiễu xạ tia X mẫu vật liệu nano Fe_3O_4

Đường cong từ trễ của các mẫu (**Hình 2**) được xây dựng nhờ sử dụng từ kế VSM dưới từ trường từ -10 cho tới 10 kOe tại nhiệt độ phòng. Các đường cong này thể hiện độ từ hóa bão hòa của các mẫu. Trên các đường cong không quan sát thấy đường của lực kháng từ hay từ dư do đó mẫu có tính chất thuận từ và cường độ từ trường đạt $M = 22,83$ (emu/g)



Hình 2. Đường cong từ hóa của mẫu Fe_3O_4



Hình 3. Giảm đồ hấp phụ và giải hấp phụ N₂ của vật liệu Fe₃O₄

Kết quả phép đo xác định diện tích bề mặt riêng của mẫu cho thấy vật liệu sau tổng hợp có diện tích bề mặt riêng lớn và đạt 46,266 m²/g.

3.2. Thông số vật lý của các mẫu vật liệu sau biến tính

Kết quả các phép đo xác định thông số vật lý của vật liệu sau biến tính được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2. Một số thông số vật lý cơ bản của vật liệu sau quá trình biến tính

Tên chỉ tiêu	Tỷ trọng đồ đồng (g/cm ³)	Cường độ chịu nén (Mpa/cm ³)	Khả năng rửa trong nước (10 ngày)	Độ thổi rửa trong nước (30 ngày)
M1	0,78-0,80	0,58	Không phát hiện	Không phát hiện
M2	0,62-0,65	0,35	Không phát hiện	Không phát hiện

Dựa vào thông số như tỷ trọng đồ đồng và cường độ chịu nén, có thể thấy rằng vật liệu M1 cho kết quả tốt hơn với giá trị 0,78 – 0,80 g/cm³ và 0,58 Mpa/cm³ so với 0,62-0,65 g/cm³ và 0,35 Mpa/cm³ của mẫu M2.

3.3. Đặc tính hấp phụ As(III) của vật liệu

Kết quả thí nghiệm hấp phụ As (III) của các mẫu vật liệu được thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3. Kết quả quá trình hấp phụ As(III) của các mẫu vật liệu

Mẫu	C ₀ , mg/l	C, mg/l	Q, mg/g
Fe ₃ O ₄ chưa biến tính	98,20	56,23	8,39
M1	99,10	8,35	18,15
M2	98,60	24,56	14,81

Qua bảng 3 thấy rằng quá trình vê viên và thêm phụ gia đã làm gia tăng khả năng hấp phụ As (III) của vật liệu. Dung lượng hấp phụ được tăng lên 2,2 lần khi thêm MnO₂ với hàm lượng 10% khối lượng.

4. Kết luận

Phương pháp oxi hóa đồng kết tủa cho sản phẩm có kích thước hạt cơ sở trong vùng 20-40 nm, và cường độ từ đạt 22,83 (emu/g). Vật liệu thu được có kích thước tương đối đồng đều và có diện tích bề mặt riêng lớn - 46.266 m²/g. Dung lượng hấp phụ As tại pH 6.4, ở nhiệt độ phòng trong 3 giờ đạt 8,39 mg/g.

Quá trình thêm phụ gia MnO₂ và C hoạt tính đã nâng khả năng hấp phụ của vật liệu lên 18,15 mg/g (với mẫu chứa 10% kl MnO₂) và 14,81 mg/g (với mẫu chứa 5%kl MnO₂, 20% C hoạt tính).

Tài liệu tham khảo

[1] Van Anh Nguyen, Sunbaek Bang, Pham Hung Viet , Kyoung-Woong Kim (2009), Contamination of groundwater and risk assessment for arsenic exposure in Ha Nam province, Vietnam, Environment International.

[2] Sivia Liong, A Multifunctional approach to development, fabrication, and characterization of Fe₃O₄ composite, PhD thesis, Georgia institute of technology, 2005.

STUDY OF FABRICATION OF MATERIAL FOR ADSORPTION ASEN BASED ON NANO Fe₃O₄

Nguyen Van Tien, Bui Cong Trinh, Luong Manh Hung, Le Quang Thai, Le Thi Hong Ha, Tran
The Dinh, Duong Van Su, Le Thi Mai Huong

Institute for Technology of Radioactive and Rare Elements

buictr@gmail.com

Abstract

Nano Fe₃O₄ was produced by the method of simultaneous precipitation-oxidation with the addition of a FeCl₂ solution (1.71 M) with lime water with stirring (300 rpm) in the atmosphere. The nanoparticles were distributed fairly evenly with a particle size of 20–40 nm. The granulation process (granules with a size of 0.5 – 2.0 mm) was carried out with bentonite and fillers for two samples: M1 (weight content of Fe₃O₄: bentonite: MnO₂: water is 40: 40: 10: 10) and M2 (weight content of Fe₃O₄: bentonite: MnO₂: activated C: water is: 20: 40: 5: 20: 15). After heating for 1 hour at 600°C with M1 and 300°C with M2, the compressive strength of M1 and M2 is 0.58 and 0.35 MPa/cm³, respectively. The adsorption process of 0.5 gram of substance in 100 ml of a hypothetical solution (with a content of arsenic ions (III) of 100 mg/l) indicated that M1 has a higher adsorption capacity than M2, when its maximum adsorption capacity is 18.15 mg/g compared to 14.81 mg/g for M2.

Keywords: Nano Fe₃O₄, bentonite additives, Arsenic adsorption, adsorption capacity