

CATEGORY	Page
1- Metal-Organic Framework Cu ₂ (OBA) ₂ (BPY) as efficient catalyst for C–O bond formation via oxidative cross-coupling reaction of benzaldehyde and 1,4-dioxane - Huynh Quoc Thai, Nguyen Thi Ngoc Tran, Ha Thanh My Phuong, Dang Huynh Giao, Doan Hoai Son, Phan Thanh Son Nam	2
2- Well-defined rod coil diblock copolymers based on poly(3-hexylthiophene) and poly(methyl methacrylate) via metal-free atom transfer radical polymerization - Nguyen Huu Tam, Tran Minh Hoan, Truong Thu Thuy, Nguyen Tran Ha	10
3- Study the effects of reaction parameter on degradation of janus green B by using nano zinc oxide loaded on activated carbon - Pham Quang Minh, Nguyen Thi Van, Vu Anh Tuan	16
4- Improved photocatalytic activity of ZnO by modification with CuO - Nguyen Van Kim, Nguyen Thi Viet Nga, Tran Thi Thanh Cam, Pham Thi Trinh, Nguyen Thi Lan, Nguyen Van Nghia, Tran Thi Thu Phuong, Vo Vien	23
5- Study on preparation of TiO ₂ Sol using TiCl ₄ as a Precursor for catalytic applications - Pham Minh Tu, Do Manh Hung, Au Thi Hang, Nguyen Bich Ngoc, Vu Thi Thu Ha	30
6- Synthesis of TiO ₂ -V ₂ O ₅ composites for photocatalytic degradation of methylene blue under visible light irradiation - Le Thi Thanh Thuy, Nguyen Anh Thoang, Le Si	36
7- Synthesis and photocatalytic activity of magnetic Fe ₃ O ₄ -ZnO composite - Tran Thi Phuong Hong, Nguyen Thi Hong Nhung, Nguyen Van Kim, Nguyen Thi Viet Nga, Vo Vien	43
8- Synthesis of Fe-MIL-101 material and evaluation of photocatytic activity under visible light - Huynh Thi Minh Thanh, Tran Ngoc Tuyen, Dinh Quang Khieu	49
9- Study on phenol adsorption onto Fe-MIL101 in aqueous solution - Tran Ngoc Tuyen, Nguyen Duc Vu Quyen, Ha Thi Thu Hoai, Nguyen Thanh Tan, Huynh Thi Minh Thanh	54
10- Study on the preparation of activated carbon from coffee husk toward the adsorption of dye in aqueous solution - Ta Huu Son, Le Van Khu, Luong Thi Thu Thuy	61
11- Study on building Sylop graph of H ₂ S after activated carbon layer - Bui Van Tai, Hoang Trung Hieu	67
12- Research on column adsorption of Pb ²⁺ by hydroxyapatite granules - Le Thi Duyen, Le Thi Phuong Thao, Do Thi Hai, Vo Thi Hanh, Pham Tien Dung, Pham Thi Nam, Nguyen Thi Thom, Cao Thi Hong, Le Thi Sau, Dinh Thi Mai Thanh	71
13- Synthesis, structural characterization and adsorption capacity of H-δ-MnO ₂ - Dang Thi To Nu, Nguyen Thi My Duyen, Cao Van Hoang, Nguyen Thi Lieu, Nguyen Phi Hung	80
14- Study on catalyst based on CuO modified with Boron applied for selective oxidation of propylene to acrolein - Pham Thi Mai Phuong, Vu Quoc Quan, Le Minh Thang	86
15- Immobilization of glucose oxidase onto core-shell structure materials Fe ₃ O ₄ NP@SiO ₂ and testing it's catalytic activity - Hoang Ngoc Anh Nhan, Nguyen Ba Trung	92
16- Preparation of bio-char from Acacia Sawdust and Sugarcane bagasse for Solid acid Catalyst Fabrication - Le Quang Dien, Nguyen Trung Thanh, Nguyen Thanh Long, Nguyen Thi Nhi, Nguyen Minh Chau, Nguyen Hoang Chung	98
17- Synthesis of alkanolamide nonionic surfactant using used cooking oil - Tran Thi Thanh Ngoc, Nguyen Thanh Nhat, Bui Tan Nghia	105
18- Mathematical model and simulation of a heterogeneous catalytic reactor for reforming process of heavy gasoline - Nguyen Huu Duong, Vu Hong Thai	111
19- Synthesis of adsorbed materials from Bentonite Co Dinh – Thanh Hoa, Application for removal of ammonium in water treatment - Truong Quoc Anh, Mai Van Tien, Bui Thi Thu	116
20- Study on preparation of nano-ZIF-67 in ethanol - Le Van Duong, Dinh Quang Toan, Pham Thu Huong, Le Ngoc Duong, Nguyen Thi Xuan, Ninh Thi Phuong, Ta Ngoc Don	122
21- Hydropolymerization of ethylene - A future manufacture of fuel production - Nguyen Quang Minh, Dao Quoc Tuy	128



Vietnam Journal of Catalysis and Adsorption

Tạp chí xúc tác và hấp phụ Việt Nam

<http://chemeng.hust.edu.vn/jca/>

Nghiên cứu tổng hợp vật liệu hấp phụ từ Bentonit Cổ Định – Thanh Hóa, Ứng dụng xử lý amoni trong nước

Synthesis of adsorbed materials from Bentonite Co Dinh – Thanh Hoa, Application for removal of ammonium in water treatment

Trương Quốc Anh; Mai Văn Tiến*; Bùi Thị Thư

Trường Đại học Tài nguyên và Môi trường Hà Nội

*Email: maitien175@yahoo.com

ARTICLE INFO

Received: 16/7/2018

Accepted: 27/7/2018

Keywords:

Ammonium, Fe-bentonite, adsorption, isotherm.

ABSTRACT

Adsorber was purified synthesized from Co Dinh Bentonite ore, Thanh Hoa by ultrasound vibration method combines deposition, then be modified with the Fe^{3+} to improve quality and increase the adsorption capacity of ammonium domestic processing. The effect of ultrasonic vibration time, centrifugal velocity and Fe^{3+} ion denitration ratio were investigated. Characteristic properties of the material were determined by IR, EDX, IR spectroscopy, etc. The specific surface area and adsorption properties of the material were evaluated using the BET method. The maximum adsorption capacity for ammonium in the water is 40.65 (mg / g).

Giới thiệu chung

Bentonit là khoáng sét tự nhiên, thuộc nhóm smectit. Thành phần chính của Bentonit là montmorillonit (MMT) với cấu trúc lớp 2:1 tạo nên các lỗ xốp mao quản và diện tích bề mặt riêng lớn, do vậy dung lượng hấp phụ và trao đổi ion cao, bên cạnh đó bentonite cho độ bền cơ học và hóa học tốt... Bentonit được sử dụng nhiều làm vật liệu hấp phụ, vật liệu trao đổi ion, chất mang, vật liệu xúc tác cho nhiều phản ứng hóa học ... [1; 2]. Việt Nam có nguồn Bentonite tự nhiên phong phú được phát hiện ở nhiều nơi với trữ lượng lớn như: Cổ Định - Thanh Hóa, Di Linh - Lâm Đồng, Tuy Phong - Bình Thuận...Tuy nhiên, bentonit ở nước ta mới được khai thác trong phạm vi nhỏ và chủ yếu được sử dụng làm vật liệu xây dựng, sản xuất gốm, vật liệu chống thấm [4]...Do hàm lượng smectit trong Bentonit ở nước ta tương đối thấp nên không thể sử dụng trực tiếp làm vật liệu hấp phụ mà cần phải làm

giàu và biến tính cấu trúc, bề mặt. Mặc dù Bentonit và các sản phẩm biến tính đã được quan tâm nghiên cứu nhiều trên thế giới, nhưng ở Việt Nam việc nghiên cứu biến tính Bentonit một cách có hệ thống và ứng dụng hiệu quả của các loại vật liệu này làm vật liệu hấp phụ thì còn khá khiêm tốn.

Vấn đề ô nhiễm môi trường nước mặt tại các ao, hồ là vấn đề bức xúc hiện nay ở nước ta cũng như nhiều quốc gia trên thế giới. Nhiều nghiên cứu của các nhà khoa học trên thế giới đã chứng minh rằng nguyên nhân chủ yếu ảnh hưởng đến sự ô nhiễm này là do các hợp chất của nitơ và photpho hoà tan. Các hợp chất nitơ và photpho phát sinh từ hoạt động của con người gây ra như nước thải sinh hoạt; phân bón nông nghiệp; hợp chất tẩy rửa chứa photpho, nitơ; xói mòn đất do nạn chặt phá rừng... Để giải quyết vấn đề ô nhiễm này, các nhà khoa học đã sử dụng nhiều phương pháp như: phương pháp vật lý, phương pháp sinh học, phương pháp hoá học...Trong đó phương

pháp hấp phụ là phương pháp đơn giản, dễ áp dụng và cho hiệu quả tốt [3]. Nhiều vật liệu hấp phụ xử lý amoni được các nhà khoa học quan tâm nghiên cứu như khoáng dolomit, vật liệu nano oxit sắt từ, than hoạt tính, sét hữu cơ... Trong nghiên cứu này chúng tôi sử dụng khoáng sét Bentonit tự nhiên tại Cổ Định – Thanh Hóa để tổng hợp vật liệu ứng dụng để hấp phụ xử lý amoni trong môi trường nước.

Thực nghiệm và phương pháp nghiên cứu

2.1. Nguyên liệu hóa chất, thiết bị dụng cụ

2.1.1. Hóa chất sử dụng

Quặng bentonit thô lấy từ mỏ quặng tại Cổ Định Thanh Hóa; NaOH dạng hạt, độ tinh khiết $\geq 98\%$, hãng sản xuất Guang zhou, Trung Quốc; $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, độ tinh khiết $\geq 98\%$ hãng sản xuất Trung Quốc; H_2SO_4 , độ tinh khiết $\geq 98\%$, hãng sản xuất Merck - Đức; Phenol, độ tinh khiết $\geq 99,5\%$, Tây Ban Nha; Dung dịch NH_4^+ chuẩn gốc 1000ppm, hãng sản Alrich- Đức.

2.1.2. Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị phân tích phổ hồng ngoại FTIR Affinity -1S, Shimadzu; Máy trắc quang UV – Vis- Lambda- Perkin Elmer -12; Thiết bị phân tích X-ray, EDX- D8 Advance-Bruker; Thiết bị phân tích xác định diện tích bề mặt riêng Micromeritics Tristar 3000, Hệ máy khuấy cơ học Edibon Floctester Model FLFC; Thiết bị siêu âm Elma S30 D-78224; Thiết bị ly tâm Hettich EBA 21; Tủ sấy Memmert, Cân phân tích và các loại dụng cụ thiết bị phòng thí nghiệm khác.

2.2. Tổng hợp và biến tính vật liệu hấp phụ từ Bentonit tự nhiên

2.2.1. Tinh chế Bentonit Cổ Định

Khoáng Bentonit Cổ Định sau khi thu thập cần tiến hành tinh chế và làm sạch. Để tinh chế, làm sạch loại bỏ các tạp chất trong khoáng sét Bentonit, chúng tôi sử dụng kết hợp hai phương pháp là sa lắng và rung siêu âm, cách tiến hành như sau:

Cân 20g Bentonit cho vào 1 lít nước cất. Tiến hành khuấy dung dịch bằng thiết bị Jatest trong 20 phút với tốc độ 150 vòng/phút thu được dung dịch đồng nhất.

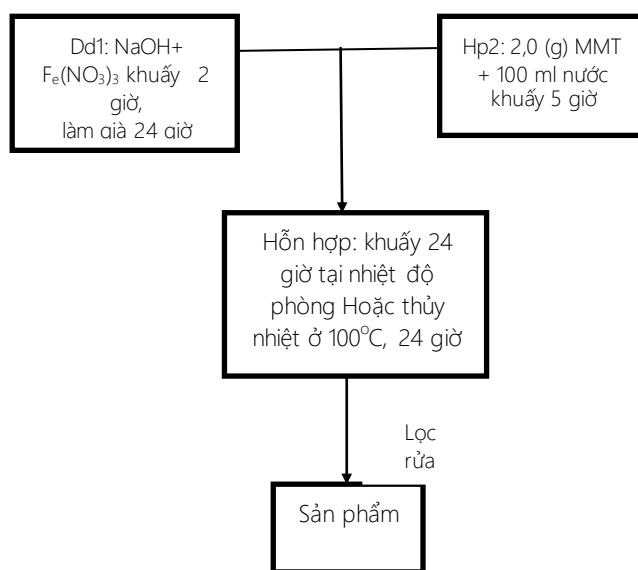
Tiếp theo tiến hành rung siêu âm dung dịch trên trong thời gian 20 phút. Gạn thu lấy phần nước huyền phù ở trên, gạn bỏ phần lắng ở dưới.

Tiếp tục khuấy phần huyền phù ở trên thu được trong 24 giờ. Dịch lỏng để sa lắng tự nhiên trong 36 giờ, gạn lấy phần lỏng huyền phù ở trên đi ly tâm với vận tốc 5600 vòng/phút trong 10 phút. Lấy phần cặn ở phía dưới đem lọc thu sản phẩm, sấy sản phẩm ở 100°C trong 24 giờ. Bentonit tinh chế ký hiệu là MMT được nghiền mịn và bảo quản trong lọ kín.

2.2.2. Biến tính tổng hợp vật liệu Fe-bentonit [3]

Lấy 30 ml dung dịch NaOH 0,1M và 100 ml dung dịch $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ có nồng độ khác nhau theo tỉ lệ mol $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ ($x = 0,3 ; 0,4; 0,8; 1,5; 2,0$) khuấy trong 2 giờ, làm già 24 giờ ở nhiệt độ phòng thu được dung dịch 1. Cho 2g Bentonit đã tinh chế vào 100ml H_2O khuấy trong 5 giờ thu được huyền phù 2.

Cho dung dịch 1 vào huyền phù 2 khuấy trong 24 giờ (biến tính ở điều kiện thường). Sản phẩm thu được bằng cách rửa lọc nhiều lần và sấy ở 100°C trong 10 giờ. Các mẫu Fe-bentonit tổng hợp ở điều kiện thường được ký hiệu là xFeN (với x là tỉ lệ mol của $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$). Sơ đồ quy trình biến tính tổng hợp Fe – bentonit được mô tả trên hình 1.



Hình 1: Sơ đồ quy trình biến tính tổng hợp vật liệu Fe-bentonit

2.3. Phân tích đặc trưng cấu trúc tính chất của vật liệu

Phổ IR trong nghiên cứu được chụp trên máy FTIR Affinity -1S, Shimadzu (Nhật) tại Khoa Hóa học – Trường Đại học khoa học tự nhiên.

Giản đồ nhiễu xạ tia X, EDX được phân tích trên thiết bị D8 Advance-Bruker (Đức) tại trung tâm Khoa học Vật liệu, ĐH Khoa học Tự nhiên, ĐH Quốc gia Hà Nội.

Diện tích bề mặt riêng của vật liệu Bentonit và Fe-bentonit được đo trên thiết bị Micromeritics Tristar 3000 tại phòng phân tích Khoa Hóa - Đại học Sư phạm Hà Nội.

3.4. Thử nghiệm đánh giá khả năng hấp phụ xử lý amoni trong nước của vật liệu

Đánh giá khả năng hấp phụ của vật liệu đối với việc xử lý amoni trong nước được thực hiện trên mô hình tĩnh với mẫu nước giả định nồng độ amoni từ 10-100 ppm được thực hiện như sau: cân chính xác 0,5 ± 0,01g vật liệu vào cốc 500ml, dán nhãn và kí hiệu mẫu thử theo các dãy thí nghiệm khảo sát ảnh hưởng của các điều kiện tới quá trình xử lý amoni. Tiếp đó cho vào mỗi cốc 200ml dung dịch amoni đã pha để thực hiện hấp phụ, quá trình thực hiện có sử dụng khuấy. Kết thúc hấp phụ tiến hành lọc thu dung dịch. Từ dịch lọc hút chính xác 10 ml cho vào bình định mức 25ml, thêm các thuốc thử và dung dịch đệm cần thiết rồi định mức tới vạch bằng nước cất, để ổn định rồi đem đo quang ở bước sóng 640nm. Từ kết quả Abs đo được tính nồng độ amoni còn lại sau quá trình hấp phụ theo phương trình đường chuẩn. Amoni trong nước được phân tích xác định bằng phương pháp trắc quang (4500 NH₃ -F, SMWW, 1999) tại khoa Môi trường, Trường Đại học Tài nguyên và Môi trường Hà Nội.

Kết quả và thảo luận

3.1. Kết quả nghiên cứu tinh chế tổng hợp vật liệu bentonit (MMT)

3.1.1. Ảnh hưởng của thời gian rung siêu âm tới quá trình tinh chế tổng hợp MMT

Tiến hành thực hiện rung siêu âm tổng hợp tinh chế vật liệu bentonit tại 5 khoảng thời gian khác nhau là: 10 phút, 20 phút, 30 phút, 40 phút, 60 phút. Kết quả khảo sát thời gian rung siêu âm tới quá trình tinh chế tổng hợp vật liệu MMT được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1: Khối lượng vật liệu thu được đối với các khoảng thời gian siêu âm khác nhau

STT	Thời gian siêu âm (phút)	Khối lượng vật liệu MMT thu được (g)	Hiệu suất tổng hợp MMT (%)
1	10	4,897	24,49
2	20	5,454	27,27
3	30	5,457	27,29
4	40	5,460	27,30
5	60	5,458	27,29

Kết quả ở bảng 1 nhận thấy khi tăng thời gian rung siêu âm khối lượng vật liệu MMT thu được tăng lên. Cụ thể khi tăng thời gian rung siêu âm từ 10 phút lên 20 phút, khối lượng vật liệu MMT thu được tăng từ 4,897 g lên 5,454g và hiệu suất tổng hợp MMT tăng từ 24,49% lên 27,27%. Tuy vậy, khi tiếp tục tăng thời gian rung siêu âm lên trên 20 phút thì khối lượng MMT thu được hầu như ít có sự thay đổi. Giải thích cho hiện tượng này là do rung siêu âm có tác dụng đẩy nhanh quá trình phân tách MMT ra khỏi hỗn hợp quặng bentonite, do vậy khi tăng thời gian rung siêu âm quá trình phân tách thu hồi MMT sẽ đạt hiệu quả cao hơn. Khi thời gian rung siêu âm trên 20 phút vật liệu MMT thu được không thay đổi có thể là do MMT đã được phân tách hết ra khỏi quặng ban đầu. Từ kết quả trên đề tài nhận thấy thời gian rung siêu âm tinh chế tổng hợp vật liệu MMT tốt nhất là với thời gian là 20 phút.

3.1.2. Ảnh hưởng của tốc độ ly tâm tới quá trình tinh chế tổng hợp MMT

Khảo sát tốc độ ly tâm tinh chế tổng hợp vật liệu MMT được thực hiện tại 5 dải tốc độ: 3000 vòng/phút, 4000 vòng/phút, 4500 vòng/phút, 5000 vòng/phút và 5600 vòng/phút. Duy trì nồng độ dung dịch huyền phù 2%, thời gian ly tâm 30 phút theo nghiên cứu [2]. Lý do chọn dải tốc độ ly tâm trên là do thiết bị ly tâm có dải tốc độ 0-6000 vòng/ phút.

Bảng 2: Khối lượng vật liệu MMT thu được ứng với các tốc độ ly tâm khác nhau

STT	Tốc độ ly tâm (vòng/phút)	Khối lượng vật liệu MMT thu được (g)	Hiệu suất tổng hợp MMT (%)
1	3000	3,234	16,17
2	4000	4,452	22,26
3	4500	4,988	24,94
4	5000	5,263	26,32
5	5600	5,521	27,61

Kết quả ở bảng 2 chỉ ra khi tăng tốc độ ly tâm khối lượng vật MMT thu được tăng lên. Cụ thể khi tăng tốc độ ly tâm từ 3000 vòng/ phút lên 5600 vòng/ phút khối lượng vật liệu MMT thu được tăng từ 3,234g lên 5,521g. Hiệu suất tổng hợp MMT tăng từ 16,17% lên 27,61%. Tuy nhiên, do dải tốc độ của thiết bị ly tâm tối đa chỉ đạt 6000 vòng/ phút nên nghiên cứu chọn tốc độ ly tâm tổng hợp vật liệu MMT là 5600 vòng/ phút để đảm bảo thiết bị hoạt động ổn định, an toàn cũng như thu được khối lượng vật liệu MMT là cao nhất.

3.1.3. Ảnh hưởng của tỷ lệ $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ tới quá trình biến tính và tính chất của vật liệu Fe-bentonit

Thực hiện quá trình biến tính vật liệu MMT như đã mô tả theo mục 2.1.2 chương 2. Với các điều kiện thí nghiệm: tại nhiệt độ phòng, pH = 6, khối lượng MMT đưa vào biến tính cho mỗi thí nghiệm là 2g. Tiến hành khảo sát với 5 tỉ lệ $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ ($x = 0; 0,3; 0,4; 0,8; 1,5$ và $2,0$), các mẫu vật biến tính thu được được ký hiệu tương ứng với các mẫu: MMT, 0,3FeB; 0,4FeB; 0,8FeB; 1,5FeB; 2,0FeB.

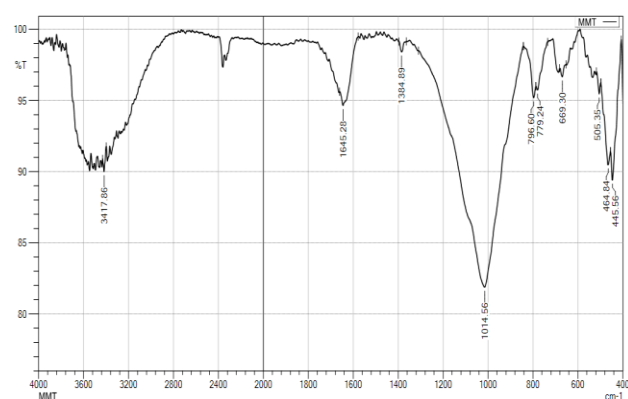
Bảng 3: Ảnh hưởng của tỉ lệ $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ tới quá trình biến tính của vật liệu Fe-Bentonit

Tỉ lệ biến tính mol $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ thực hiện biến tính	Khối lượng vật liệu Fe-Bentonit biến tính thu được (g)	Dung lượng hấp phụ đối với NH_4^+ (mg/g)
MMT (0,0FeB)	2,0	11,42
0,3FeB	2,68	22,32
0,4FeB	2,24	31,76
0,8FeB	2,48	39,32
1,5FeB	2,65	37,64
2,0FeB	2,83	36,50

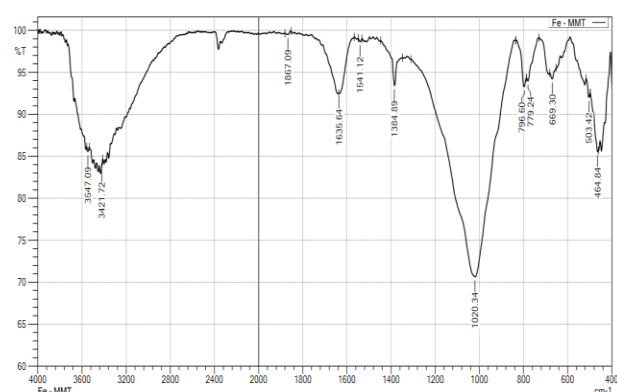
Từ bảng 3: cho thấy khi thay đổi tỉ lệ nồng độ $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ đưa vào biến tính vật liệu MMT, vật liệu Fe-bentonit biến tính thu cũng như dung lượng hấp phụ của vật liệu đối với ion NH_4^+ thay đổi. Cụ thể khi thay đổi tỉ lệ nồng độ $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ từ 0 lên 2. Khối lượng vật liệu Fe-bentonit thu được tăng từ 2,0 gam lên 2,83 gam. Trong khi dung lượng hấp phụ của vật liệu Fe-Bentonit đối với NH_4^+ tăng từ 11,42 mg/g lên 39,32 mg/g khi thay đổi tỉ lệ nồng độ $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ từ 0 lên 0,8. Khi tỉ lệ $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ thay đổi từ 0,8 lên 2 dung lượng hấp phụ của vật Fe-bentonit đối với NH_4^+ lại có xu hướng giảm nhẹ từ 39,32 mg/g xuống 36,5 mg/g. Giải thích cho hiện tượng trên là do khi thay đổi tỉ lệ $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ tức là tỉ lệ ion Fe^{3+} thay thế các ion Na^+ và các ion khác thay đổi làm cho khối lượng vật liệu Fe-bentonit thay đổi. Khối lượng vật liệu thu được tăng lên là do khối lượng nguyên tử Fe lớn hơn so với Na. Về dung lượng hấp phụ có sự thay đổi là do khi biến tính MMT

với Fe^{3+} đã làm thay đổi thành phần cấu trúc của vật liệu dẫn tới sự thay đổi về diện tích bề mặt riêng, cũng như đường kính và sự phân bố kích cỡ xốp của vật liệu (xem thêm kết quả bảng 4). Dung lượng hấp phụ của vật liệu Fe-bentonit đạt giá trị cao nhất đạt 39,32 mg/g ứng với tỉ lệ $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ biến tính tại 0,8, kết quả này khá tương đồng so với kết quả nghiên cứu [2].

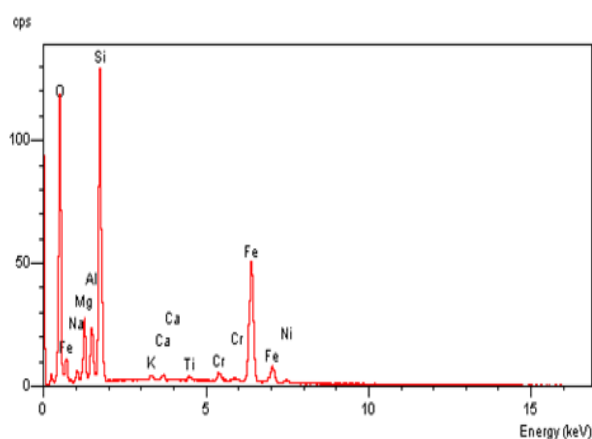
3.2. Kết quả phân tích đặc trưng cấu trúc, tính chất của vật liệu Bentonit và vật liệu Bentonit biến tính



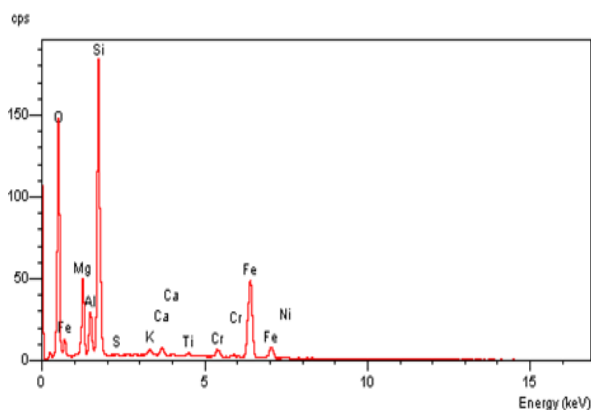
Hình 2: Phổ hồng ngoại IR của MMT



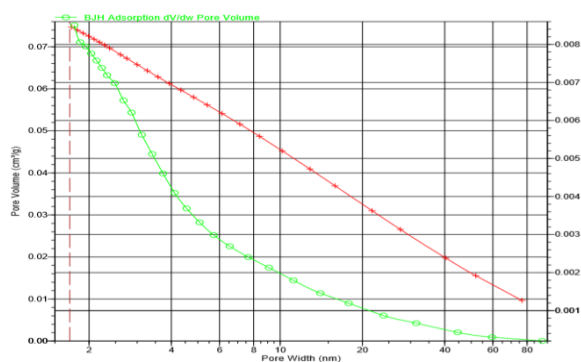
Hình 3: Phổ hồng ngoại IR của Fe-bentonit



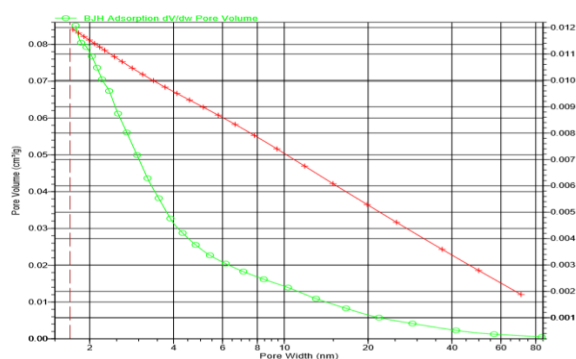
Hình 4: Giản đồ kết quả EDX của MMT



Hình 5: Giải đồ kết quả EDX của Fe- bentonit



Hình 6: Phân bố kích thước lỗ mao quản của vật liệu MMT



Hình 7: Phân bố kích thước lỗ mao quản của vật liệu Fe-bentonit

Hình 2 và hình 3 là phổ IR của mẫu vật liệu MMT và Bentonit biến tính Fe. Từ hình 2 và hình 3 nhận thấy rằng, pic 3417-3421 cm^{-1} đặc trưng cho dao động của nhóm OH (ν_3) của các nhóm OH cấu trúc nói chung và nước có mặt trong cấu trúc của bentonit, pic 1653-1645 cm^{-1} đặc trưng cho dao động biến dạng $\delta\text{H-O-H}$ của nước hấp phụ trên các tâm Fe-Fe và Al-Fe. Pic 1014-1020 cm^{-1} đặc trưng cho dao động Si-O trong cấu trúc tứ diện lớp silicat của montmorillonit. Pic này có số sóng càng thấp thì trong vật liệu có hàm lượng

sắt càng cao. Pic ở 779-796 cm^{-1} đặc trưng cho giao động Si-O của tạp chất SiO_2 lẫn trong bentonite. So sánh kết quả phổ hồng ngoại IR của vật liệu MMT và vật liệu sau biến tính Fe-Bentonit không có pic mới so với MMT ban đầu, pic đặc trưng của Si-O trong tứ diện dịch chuyển nhẹ và cường độ pic tăng chứng tỏ Fe đã được biến tính vào vật liệu nhưng không làm thay đổi cấu trúc của MMT, kết quả thu được khá tương đồng so với tài liệu [5].

Kết quả phân tích thành phần hóa học đối với mẫu vật liệu MMT tinh chế và vật liệu 0,8FeB hình 4 và hình 5 bằng phương pháp EDX cho thấy thành phần hóa học các nguyên tố có sự thay đổi giữa hai mẫu vật liệu. Đối với mẫu vật liệu MMT cho hàm lượng sắt là 8,72%, còn đối với mẫu vật liệu Fe-bentonit biến tính hàm lượng Fe chiếm 11,66%, chứng tỏ quá trình biến tính đã làm thay đổi hàm lượng Fe trong thành phần cấu trúc của vật liệu.

Kết quả phân tích xác định diện tích bề mặt riêng và sự phân bố kích thước lỗ xốp của MMT và Fe-bentonit hình 6 và hình 7 thu được bằng phương pháp BET được thể hiện trong bảng 4.

Bảng 4: Diện tích bề mặt riêng và sự phân bố kích thước lỗ xốp theo BET của vật liệu MMT và vật liệu biến tính Fe-bentonit

	Vật liệu bentonit tinh chế (MMT)	Vật liệu biến tính Fe-bentonit
Diện tích xác định theo BET (m^2/g)	49,3124	61,7037
Diện tích xác định theo phương trình Langmuir (m^2/g)	$71,52 \pm 1,6729$	$89,47 \pm 1,9674$
Kích thước lỗ xốp trung bình theo hấp phụ (nm)	7,79	7,42
Kích thước lỗ xốp trung bình theo giải hấp (nm)	6,75	6,64

So sánh xác định bề mặt riêng của vật liệu MMT và vật liệu biến tính Fe-bentonit cho thấy vật liệu Fe-bentonit có diện tích bề mặt riêng lớn hơn ($89,47 \text{ m}^2/\text{g}$) so với vật liệu MMT chưa biến tính ($71,52 \text{ m}^2/\text{g}$). Về kích thước lỗ xốp trung bình có sự thay đổi nhẹ, kích thước lỗ xốp trung bình theo đường hấp phụ của MMT là 7,79nm, đường giải hấp là 6,75nm, còn đối với Fe-bentonit là 7,42 nm đối với đường hấp phụ và 6,64nm đối với đường giải hấp, chính điều này dẫn tới sự thay đổi về dung lượng hấp phụ đối với ion NH_4^+ của 2 mẫu vật liệu.

3.3. Xác định dung lượng hấp phụ cực đại của vật liệu đối với ion NH_4^+ trong nước

Tiến hành đánh giá xác định dung lượng hấp phụ cực đại của vật liệu đối với amoni trong nước trong bài viết này chúng tôi không đi sâu vào việc khảo sát ảnh hưởng của các điều kiện tới quá trình hấp phụ xử lý amoni. Ở đây chúng tôi tiến hành thử nghiệm khảo sát khả năng hấp phụ xử lý amoni trong nước của vật liệu như mô tả trong mục 2.4. Xây dựng mối quan hệ giữa C_t và C_t/Q thu được phương trình Langmuir có dạng: $Q = Q_{\max} \times C_t / (1 + b \times C_t)$ [2]. Trong đó: Q , $Q_{\max}$: dung lượng trao đổi và dung lượng trao đổi cực đại, C_t : nồng độ dung dịch amoni tại thời điểm cân bằng. Dung lượng hấp phụ cực đại của vật liệu đối với amoni được xác định từ hệ số gốc của phương trình Langmuir thu được là $y = 0,0246x + 0,0384$ với $R^2 = 1$ từ đó dung lượng hấp phụ cực đại $Q_{\max}$ của vật liệu Fe-bentonit đối với amoni xác định được là:

$$Q_{\max} = 1/0,0246 = 40,65 \text{ (mg/g)}.$$

Kết luận

Đã nghiên cứu xây dựng được quy trình tinh chế tổng hợp MMT từ Bentonit Cổ Định, Thanh Hóa, đồng thời biến tính thành công vật liệu MMT với ion Fe^{3+} để tạo ra vật liệu Fe-bentonit. MMT được tinh chế tổng hợp với thời gian rung siêu âm là 20 phút, tốc độ ly tâm 5600 vòng/phút. Tỷ lệ nồng độ $\text{OH}^-/\text{Fe}^{3+}$ thực hiện biến tính MMT tối ưu là 0,8.

Phân tích đánh giá đặc trưng cấu trúc tính chất của vật liệu bằng các phương pháp phân tích phổ hồng ngoại IR, EDX, xác định diện tích bề mặt riêng của vật liệu bằng phương pháp BET. Vật MMT thu được có diện tích bề mặt riêng theo BET đạt $71,52 \text{ m}^2/\text{g}$, kích thước mao quản trung $7,79 \text{ nm}$. Đối với vật liệu Fe-bentonit diện tích bề mặt riêng đạt $89,47 \text{ m}^2/\text{g}$ và kích thước mao quản trung bình là $7,42 \text{ nm}$.

Đã thử nghiệm đánh giá khả năng hấp phụ xử lý của vật liệu Fe-bentonit đối với amoni và xác định được dung lượng hấp phụ cực đại của vật liệu đối với amoni đạt $40,65 \text{ mg/g}$.

Tài liệu tham khảo

1. Önal M. (2006), "Physicochemical properties of bentonites: an overview", Commun. Fac. Sci. Univ. Ank. Series B, Vol. 52, pp. 7 – 21
2. A. Ozcan, C. Omeroglu, Y. Erdogan, A. S. Ozcan (2007), Modification of bentonite with a cation surfactant: An adsorption study of textile dye Reactive Blue 19, Journal of Hazardous Materials, 140, 173-179.
3. L. Borgnino, M. J. Avena, C. P. De Pauli (2009), Synthesis and characterization of Fe(III)-montmorillonites for phosphate adsorption, Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 341, 46-52.
4. Phạm Thị Hà Thanh và Nghiêm Xuân Thung (2010), "Bentonite: Tài nguyên, công nghệ chế biến và ứng dụng ở Việt Nam" Tạp chí Khoa học & công nghệ 65(03): 159 – 164.
5. Ravindra Reddy et al (2017), J Laser Opt Photonics, 4:3