



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0052758

(51)^{2021.01} B01J 20/22; C08J 9/00

(13) B

(21) 1-2022-07214

(22) 04/11/2022

(45) 27/10/2025 451

(43) 27/01/2023 418A

(73) Viện Công nghệ tiên tiến - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam (VN)
Số 1B đường TL29, khu phố 1, phường Thạnh Lộc, quận 12, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Nguyễn Thị Thùy Vân (VN); Nguyễn Trí (VN); Phạm Thị Thùy Phương (VN);
Nguyễn Phúc Hoàng Duy (VN); Huỳnh Kỳ Phương Hạ (VN); Anh N. Phan (GB).

(54) PHƯƠNG PHÁP TỔNG HỢP NANO OXIT SẮT TỪ MANG TRÊN GEL KHÍ
XENLULOZA TỪ THÂN CÂY CHUỐI

(21) 1-2022-07214

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp tổng hợp vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối, bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị chất mang gel khí xenluloza bằng cách cắt nhỏ gel khí xenluloza và cho vào trong bình phản ứng cùng với nước cất, gia nhiệt bình phản ứng kết hợp sục khí N_2 liên tục;

(ii) tạo oxit sắt từ bằng phương pháp đồng kết tủa trên chất mang gel khí xenluloza bằng cách cho đồng thời tiền chất của muối Fe^{2+} và Fe^{3+} vào trong bình phản ứng trong điều kiện nhiệt độ và sục khí N_2 như nêu trên kết hợp với quá trình khuấy từ, điều chỉnh pH của dung dịch bằng dung dịch NaOH để tạo điều kiện cho phản ứng tổng hợp oxit sắt từ diễn ra, làm nguội hệ phản ứng về nhiệt độ phòng và tiến hành lọc chân không, thu được bã lọc chứa oxit sắt từ có kích thước nano mét, rửa sạch bã lọc bằng nước cất và etanol; và

(iii) sấy chân không bã lọc đã được làm sạch, thu được vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp tổng hợp vật liệu nano oxit sắt từ (Fe_3O_4) mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối. Vật liệu thu được từ phương pháp này có thể được ứng dụng trong xử lý p-nitrophenol trong nước thải. Ngoài ra, vật liệu này còn có thể được ứng dụng trong phản ứng Fenton kết hợp với quá trình oxy hóa nâng cao để xử lý các hợp chất hữu cơ độc hại như thuốc nhuộm, chất kích thích tăng trưởng thực vật.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc sử dụng các hóa chất độc hại trong lĩnh vực diệt nấm, thuốc trừ sâu, chất kích thích tăng trưởng... tại các nước đang phát triển – trong đó có Việt Nam – đang tạo nên những vấn đề nghiêm trọng về ô nhiễm môi trường, suy thoái hệ thống thủy sinh cũng như ảnh hưởng đến sức khỏe con người. Trong nhóm các chất đó có p-nitrophenol, một hợp chất phenolic có mặt trong nhiều ngành công nghiệp hiện nay như dược, thuốc trừ sâu, nhuộm. Để xử lý p-nitrophenol có trong môi trường nước, người ta thường sử dụng quá trình Fenton dị thể (một trong những phương pháp oxy hóa nâng cao). Phương pháp này nhằm tạo ra các gốc tự do $\cdot\text{OH}$ có hoạt tính oxy hóa cao giúp phân hủy các chất hữu cơ bằng xúc tác oxit sắt từ Fe_3O_4 .

Các hạt nano oxit sắt từ tính Fe_3O_4 có thể được tổng hợp thông qua phương pháp đồng kết tủa các muối Fe^{2+} và Fe^{3+} với sự có mặt của khí N_2 (Poedji Loekitowati Hariani và các đồng tác giả, “*Synthesis and Properties of Fe_3O_4 Nanoparticles by Co-precipitation Method to Removal Procion Dye*”, International Journal of Environmental Science and Development 4(3):336-340, June 2013). Quá trình tổng hợp được thực hiện bằng cách: hoà tan các muối FeCl_2 và FeCl_3 trong nước cất đã khử oxy, thêm NaOH vào dung dịch các muối thu được trong

điều kiện khuấy mạnh tại 30°C và với sự có mặt của khí N₂, duy trì hệ phản ứng tại 70°C trong 5 giờ và pH của dung dịch xấp xỉ 12. Sự kết tủa Fe₃O₄ được hoàn toàn dự kiến ở pH nằm trong khoảng 8-14. Sau đó, hệ phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ phòng, các kết tủa được tách ra bằng nam châm vĩnh cửu và được rửa bằng nước cất đã khử oxy cho đến khi pH trung tính. Cuối cùng, Fe₃O₄ được rửa bằng axeton và được sấy khô trong lò tại 60-70°C. Phản ứng tổng hợp Fe₃O₄ theo tài liệu này có thể được thể hiện bởi phương trình: $\text{Fe}^{2+} + 2\text{Fe}^{3+} + 8\text{OH}^- \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 + 4\text{H}_2\text{O}$. Vật liệu nano oxit sắt từ Fe₃O₄ thu được có kích thước 5-20 nm, vật liệu này thích hợp để loại bỏ thuốc nhuộm trong nước và sau đó được loại bỏ hay thu hồi bằng quá trình tách từ đơn giản. Tuy nhiên, vấn đề cố định các hạt oxit sắt từ, đồng thời tạo ra bề mặt tiếp xúc lớn để tăng hiệu quả của quá trình xử lý cũng như thu hồi và tái sử dụng các hạt này là vấn đề đang rất được quan tâm.

Gel khí (aerogel) là vật liệu rắn nhẹ với độ rỗng lên đến 99%. Gel khí có thể được tổng hợp từ nhiều nguồn nguyên liệu khác nhau trong đó việc tổng hợp gel khí từ nguồn nguyên liệu tự nhiên chứa xenluloza hiện đang rất được quan tâm.

Thân cây chuối có thể được chọn làm nguyên liệu chính để sản xuất gel khí xenluloza nhằm tận dụng nguồn phụ phẩm, vừa tạo được giá trị gia tăng cho chuối sản xuất cung ứng sản phẩm nông nghiệp, vừa giải quyết các vấn đề về môi trường. Việc trích xuất xenluloza từ những cây không phải thân gỗ sẽ tốn ít hóa chất và năng lượng hơn vì chúng chứa hàm lượng lignin ít hơn. Ngoài ra, thân cây chuối có độ xốp cao và chứa nhiều nước nên có thể cắt được thành từng mảnh nhỏ mà không cần phải sấy khô trong bước tiền xử lý, điều này giúp giảm được năng lượng tiêu thụ đáng kể trong quá trình tổng hợp. Ngoài hàm lượng xenluloza cao, chuối còn là cây trồng hàng năm tại Việt Nam, nguồn cung cấp dồi dào với chi phí thấp. Vì vậy, thân cây chuối là nguồn nguyên liệu vô cùng tiềm năng trong việc sản xuất vật liệu gel khí xenluloza.

Phương pháp tổng hợp vật liệu gel khí xenluloza từ nguồn nguyên liệu tự nhiên nói chung có thể bao gồm các bước: phân tán xenluloza vào dung môi, tạo gel và sấy khô gel nhưng vẫn đảm bảo cấu trúc rỗng 3D của vật liệu.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp tổng hợp vật liệu nano oxit sắt từ mang trên vật liệu gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối nhằm giải quyết vấn đề nêu trên.

Để đạt được mục đích nêu trên, sáng chế đề xuất:

[1]. Phương pháp tổng hợp vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối, bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị chất mang gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối:

cắt nhỏ gel khí xenluloza đến kích thước nhất định,

cho phần gel khí xenluloza đã cắt nhỏ và nước cất vào trong bình phản ứng theo tỷ lệ gel khí xenluloza : nước nằm trong khoảng (1,2-2,0) g : 100 ml, và

gia nhiệt bình phản ứng ở nhiệt độ 70 – 80°C kết hợp sục khí N₂ liên tục để tạo môi trường trơ cho phản ứng tổng hợp oxit sắt từ ở bước (ii) dưới đây, thu được chất mang gel khí xenluloza;

(ii) tạo oxit sắt từ bằng phương pháp đồng kết tủa trên chất mang gel khí xenluloza:

cho đồng thời tiền chất của muối Fe²⁺ và Fe³⁺ theo tỉ lệ số mol Fe²⁺ : Fe³⁺ nằm trong khoảng (0,8-1,2) : 1 vào trong bình phản ứng trong điều kiện nhiệt độ và sục khí N₂ như nêu trên kết hợp với quá trình khuấy từ,

điều chỉnh pH của dung dịch hỗn hợp phản ứng nằm trong khoảng 11-12 bằng dung dịch NaOH 2-8M để tạo điều kiện cho phản ứng tổng hợp oxit sắt từ diễn ra,

sau thời gian 30-50 phút, làm nguội hệ phản ứng về nhiệt độ phòng và tiến hành lọc chân không, thu được bã lọc chứa oxit sắt từ có kích thước nano mét,

rửa sạch bã lọc bằng nước cất và etanol cho đến khi pH=7;

(iii) sấy tạo sản phẩm:

sấy chân không bã lọc đã được làm sạch ở 60-80°C trong 18-26 giờ để thu được vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối.

[2]. Phương pháp theo điểm [1], trong đó ở bước (i), tỷ lệ gel khí xenluloza: nước tốt hơn là nằm trong khoảng (1,4-1,8) g : 100 ml, tốt hơn nữa là (1,6-1,8) g : 100 ml.

[3]. Phương pháp theo điểm [2], trong đó ở bước (i), tỷ lệ gel khí xenluloza : nước là 1,6 g : 100 ml.

[4]. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước (ii), các tiền chất của muối Fe^{2+} và Fe^{3+} là $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ và $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

[5]. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước (ii), các tiền chất của muối Fe^{2+} và Fe^{3+} là các dung dịch FeSO_4 và FeCl_3 trong nước, tốt hơn là các dung dịch này được điều chế bằng cách hoà tan các tiền chất $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ và $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ tương ứng trong nước đã khử oxy, tốt hơn là bằng cách sục khí N_2 .

[6]. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước (ii), tỉ lệ số mol $\text{Fe}^{2+} : \text{Fe}^{3+}$ nằm trong khoảng (0,9-1,1) : 1.

[7]. Phương pháp theo điểm 6, trong đó ở bước (ii), tỉ lệ số mol $\text{Fe}^{2+} : \text{Fe}^{3+}$ bằng 1 : 1.

[8]. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước (ii), pH của dung dịch hỗn hợp phản ứng được điều chỉnh về 11,5 bằng dung dịch NaOH 2-8M, tốt hơn là bằng dung dịch NaOH 6M.

[9]. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước (ii), thời gian diễn ra phản ứng tổng hợp oxit sắt từ là 40 phút.

[10]. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước (iii), bã lọc đã được làm sạch được sấy chân không ở 60°C trong 24 giờ để

thu được vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối.

Bản chất kỹ thuật của phương pháp theo sáng chế là sự tổng hợp trực tiếp vật liệu nano oxit sắt từ bằng phương pháp đồng kết tủa từ các tiền chất của sắt (II) và sắt (III) trong dung dịch nước có mặt chất mang gel khí xenluloza được tổng hợp từ thân cây chuối. Điểm mới của phương pháp theo sáng chế nằm ở quy trình tổng hợp, sự phân bố và gắn kết trực tiếp các hạt nano oxit sắt từ trên chất mang là gel khí xenluloza, mà không qua công đoạn gắn kết trung gian. Các hạt nano oxit sắt từ tạo thành có độ phân tán đồng đều và khả năng gắn chặt trên chất mang gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối, vật liệu này chưa được công bố trên các công trình trước đây. Việc điều chỉnh tỷ lệ các chất tham gia phản ứng, gia nhiệt hỗn hợp phản ứng và điều chỉnh pH hỗn hợp bằng NaOH trong điều kiện sục khí nitơ đảm bảo sản phẩm tạo thành là oxit sắt từ, đồng thời các hạt sản phẩm nano oxit sắt từ sau khi được tạo thành ở trạng thái dung dịch được phân bố trực tiếp vào cấu trúc 3D của vật liệu gel khí xenluloza. Điều này làm tăng hiệu quả xúc tác của các hạt trong dung dịch cần xử lý nhờ có bề mặt tiếp xúc cao; làm tăng khả năng dính chặt các hạt mà nhờ đó làm giảm sự rơi rớt của các hạt trong quá trình ứng dụng, dễ dàng thu hồi và tái sử dụng hiệu quả các hạt.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất:

[11]. Vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối thu được từ phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là sơ đồ thể hiện phương pháp tổng hợp vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối theo sáng chế.

Hình 2 là giản đồ XRD của vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza (M₃) thu được từ phương pháp theo sáng chế, của gel khí xenluloza, và của Fe₃O₄ theo sự tính toán mô phỏng.

Hình 3a)-3d) lần lượt là ảnh SEM của xenluloza thô từ thân cây chuối, xenluloza từ thân cây chuối sau xử lý hóa học, gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối chưa mang vật liệu nano oxit sắt từ Fe_3O_4 , và vật liệu nano oxit sắt từ Fe_3O_4 mang trên gel khí xenluloza.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, các phương án thực hiện ưu tiên của quy trình theo sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết hơn. Tuy nhiên, lưu ý rằng phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án thực hiện ưu tiên được mô tả dưới đây dưới dạng ví dụ minh họa cho sáng chế và cần hiểu rằng phạm vi của sáng chế bao gồm tất cả các cải biến, các thay đổi tương đương khác của chúng.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất phương pháp tổng hợp vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza (cellulose aerogel) tổng hợp từ thân cây chuối, như được thể hiện trên Hình 1, bao gồm các bước:

(i) Chuẩn bị chất mang gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối:

cắt nhỏ gel khí xenluloza được tổng hợp từ thân cây chuối đến kích thước nhất định, tốt hơn là khoảng 1-5 mm.

cho phần gel khí xenluloza đã cắt nhỏ và nước cất vào trong bình phản ứng theo tỷ lệ gel khí xenluloza : nước nằm trong khoảng (1,2-2,0) g : 100 ml, và

gia nhiệt bình phản ứng ở nhiệt độ $70 - 80^\circ\text{C}$ kết hợp sục khí N_2 liên tục, ví dụ trong khoảng 25-40 phút, để tạo môi trường trơ cho phản ứng tổng hợp oxit sắt từ ở bước (ii) dưới đây,

Theo một phương án thực hiện của bước (i), trong đó tỷ lệ gel khí xenluloza : nước tốt hơn là nằm trong khoảng (1,4-1,8) g : 100 ml, tốt hơn nữa là (1,6-1,8) g : 100 ml, tối ưu là 1,6 g : 100 ml.

Theo một phương án thực hiện, trong đó gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối được sử dụng trong bước (i) là loại được tổng hợp sẵn theo quy trình

thích hợp bất kỳ. Quy trình tổng hợp không phải là một khía cạnh của sáng chế, nên không được đề cập ở đây.

(ii) Tạo oxit sắt từ bằng phương pháp đồng kết tủa trên chất mang gel khí xenluloza:

sau khi gia nhiệt và sục khí N_2 đủ để đuổi hết oxy trong dung dịch hỗn hợp, cho đồng thời tiền chất của muối Fe^{2+} và Fe^{3+} theo tỉ lệ số mol $Fe^{2+} : Fe^{3+}$ nằm trong khoảng (0,8-1,2) : 1 vào trong bình phản ứng trong điều kiện nhiệt độ và sục khí N_2 như nêu trên kết hợp với quá trình khuấy từ,

điều chỉnh pH của dung dịch hỗn hợp phản ứng nằm trong khoảng 11-12 bằng dung dịch NaOH 2-8M để tạo điều kiện cho phản ứng tổng hợp oxit sắt từ diễn ra,

sau thời gian 30-50 phút diễn ra phản ứng, làm nguội hệ phản ứng về nhiệt độ phòng và tiến hành lọc chân không, thu được bã lọc chứa oxit sắt từ có kích thước nano mét,

rửa sạch bã lọc bằng nước cất và etanol cho đến khi pH=7 (đến khi trung hòa).

Theo một phương án thực hiện của bước (ii), trong đó các tiền chất của muối Fe^{2+} và Fe^{3+} là $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ và $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, và sau khi hai muối sắt này tan hoàn toàn, nhanh chóng điều chỉnh pH bằng dung dịch NaOH để tạo điều kiện cho phản ứng diễn ra.

Theo một phương án thực hiện khác của bước (ii), trong đó các tiền chất của muối Fe^{2+} và Fe^{3+} là các dung dịch $FeSO_4$ và $FeCl_3$ trong nước, tốt hơn là các dung dịch này được điều chế bằng cách hoà tan các tiền chất $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ và $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ tương ứng trong nước đã khử oxy, tốt hơn là bằng cách sục khí N_2 .

Theo một phương án thực hiện của bước (ii), trong đó tỉ lệ số mol $Fe^{2+} : Fe^{3+}$ nằm trong khoảng (0,9-1,1) : 1, tối ưu là 1 : 1.

Theo một phương án thực hiện của bước (ii), trong đó, ngoài cách cho đồng thời, các tiền chất của muối Fe^{2+} và Fe^{3+} có thể được cho lần lượt theo thứ tự này hoặc ngược lại vào trong bình phản ứng chứa gel khí xenluloza.

Theo một phương án thực hiện của bước (ii), trong đó pH của dung dịch hỗn hợp phản ứng được điều chỉnh về 11-12, tốt nhất là 11,5, bằng dung dịch NaOH 2-8M, tốt hơn là bằng dung dịch NaOH 6M.

Theo một phương án thực hiện của bước (ii), trong đó thời gian diễn ra phản ứng tổng hợp oxit sắt từ là 40 phút.

(iii) Sấy tạo sản phẩm:

sấy chân không bã lọc đã được làm sạch thu được trong bước (ii) ở 60-80°C trong 18-26 giờ để thu được vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối.

Theo một phương án thực hiện của bước (iii), trong đó bã lọc đã được làm sạch được sấy chân không ở 60°C trong 24 giờ để thu được vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối.

Theo một khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối thu được từ phương án bất kỳ trong số các phương án nêu trên của phương pháp theo khía cạnh thứ nhất.

Các hạt nano oxit sắt từ thu được phương pháp theo sáng chế nêu trên có kích thước bằng 5-20 nano mét.

Theo một khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý nước thải bằng cách sử dụng vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối theo khía cạnh thứ hai.

Theo một phương án thực hiện của khía cạnh thứ ba, trong đó nước thải chứa p-Nitrophenol.

Theo một phương án thực hiện của khía cạnh thứ ba, trong đó nước thải chứa các hợp chất hữu cơ độc hại như thuốc nhuộm, chất kích thích tăng trưởng thực vật, và vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối được sử dụng trong phản ứng Fenton kết hợp với quá trình oxy hóa nâng cao để xử lý các hợp chất hữu cơ này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, phương pháp tổng hợp vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối theo sáng chế tiếp tục được minh họa thông qua ví dụ thực hiện cụ thể.

(i) Chuẩn bị chất mang gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối:

1,6 g gel khí xenluloza được tổng hợp từ thân cây chuối được cắt nhỏ khoảng 1 mm được cho vào 100 mL H₂O trong cốc thủy tinh 250 mL, gia nhiệt hỗn hợp đến 75°C với dòng khí N₂ được sục liên tục trong 30 phút để tạo môi trường tro cho phản ứng tổng hợp oxit sắt từ ở bước (ii) dưới đây, thu được chất mang gel khí xenluloza.

(ii) Tạo oxit sắt từ bằng phương pháp đồng kết tủa trên chất mang gel khí xenluloza:

Sau khi gia nhiệt đến 75°C và sục khí N₂ 30 phút, cho đồng thời FeSO₄.7H₂O và FeCl₃.6H₂O theo tỉ lệ số mol 1 : 1 vào cốc thủy tinh trong điều kiện nhiệt độ và sục khí N₂ như nêu trên kết hợp với quá trình khuấy từ.

Sau khi hai muối sắt tan hoàn toàn, điều chỉnh pH của dung dịch hỗn hợp về 11,5 bằng dung dịch NaOH 6M.

Sau thời gian 40 phút phản ứng, làm nguội hệ phản ứng về nhiệt độ phòng và tiến hành lọc chân không, thu được bã lọc chứa oxit sắt từ có kích thước nano mét.

Rửa sạch bã lọc bằng nước cất và etanol cho đến khi pH=7.

(iii) Sấy tạo sản phẩm:

Sấy chân không bã lọc đã được làm sạch ở 60°C trong 24 giờ để thu được vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối.

Hình 2 thể hiện các giản đồ XRD của mẫu thu được từ phương pháp theo ví dụ 1 (mẫu M₃). Hình 2 còn thể hiện cả giản đồ XRD từ sự tính toán mô phỏng đối với hạt nano oxit sắt từ tiêu chuẩn. Các giản đồ XRD cho thấy mẫu thu được từ ví dụ này trùng khớp cả về vị trí và tỷ lệ cường độ giữa các đỉnh so với sự tính toán mô phỏng, chứng tỏ mẫu chế tạo được là hạt nano oxit sắt từ Fe₃O₄.

Hình 2 còn thể hiện cả giản đồ XRD của mẫu gel thu được, kết quả cho thấy mẫu từ ví dụ này có các đỉnh trùng khớp với và theo đó được khẳng định là gel khí xenluloza.

Các Hình 3a)-3d) lần lượt là ảnh SEM của xenluloza thô tổng hợp từ thân cây chuối, xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối sau xử lý hóa học, gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối chưa mang vật liệu nano oxit sắt từ Fe_3O_4 , và vật liệu nano oxit sắt từ Fe_3O_4 mang trên gel khí xenluloza. Cụ thể hơn:

Hình 3a) là ảnh SEM của xenluloza thô thu được từ thân cây chuối ban đầu nhẵn, ít bị đứt gãy do có lớp sáp bao phủ, và do trong thành phần còn chứa lignin và hemi xenluloza.

Hình 3b) là ảnh SEM của xenluloza thô sau khi xử lý hóa học, trong đó bề mặt sợi của xenluloza được ghi nhận có nhiều vết nứt hơn cũng như độ xốp cao hơn do đã loại bỏ sáp, lignin và hemi xenluloza.

Hình 3c) là ảnh SEM của gel khí xenluloza được tổng hợp từ xenluloza sau khi xử lý hóa học nêu trên, trong đó khi gel chưa mang oxit sắt từ, vật liệu có cấu trúc sắp xếp trật tự hơn, đồng nhất và có độ xốp cao hơn.

Hình 3d) là ảnh SEM của vật liệu gel khí xenluloza đã mang các hạt nano oxit sắt từ, cho thấy các hạt này có kích thước nhỏ và phân bố khá đồng đều trên bề mặt vật liệu gel khí xenluloza.

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Các hạt nano oxit sắt từ được tổng hợp bằng phương pháp đồng kết tủa trực tiếp trên vật liệu gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối, trong đó với sự điều chỉnh pH dung dịch hỗn hợp bằng dung dịch NaOH sẽ làm cho các hạt oxit sắt từ phân tán đồng đều, đồng thời được mang chặt trên cấu trúc vật liệu gel khí xenluloza. Nhờ đó, các hạt thu được có hiệu quả cao trong quá trình xử lý chuyển hóa p-nitrophenol nhờ có bề mặt tiếp xúc lớn; các hạt được cố định tốt vào vật liệu mang dẫn đến khó bị rơi rớt trong quá trình ứng dụng, khả năng thu hồi các hạt dễ dàng và quá trình tái sử dụng các hạt có hiệu quả cao hơn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tổng hợp vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối, bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị chất mang gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối:

cắt nhỏ gel khí xenluloza đến kích thước nhất định khoảng 1-5 mm,

cho phần gel khí xenluloza đã cắt nhỏ và nước cất vào trong bình phản ứng theo tỷ lệ gel khí xenluloza: nước bằng 1,6 g : 100 ml, và

gia nhiệt bình phản ứng ở nhiệt độ 70 – 80°C kết hợp sục khí N₂ liên tục để tạo môi trường trơ cho phản ứng tổng hợp oxit sắt từ ở bước (ii) dưới đây, thu được chất mang gel khí xenluloza;

(ii) tạo oxit sắt từ bằng phương pháp đồng kết tủa trên chất mang gel khí xenluloza nêu trên:

cho đồng thời tiền chất của muối Fe²⁺ là FeSO₄.7H₂O và Fe³⁺ là FeCl₃.6H₂O theo tỉ lệ số mol Fe²⁺ : Fe³⁺ bằng 1 : 1 vào trong bình phản ứng trong điều kiện nhiệt độ và sục khí N₂ như nêu trên kết hợp với quá trình khuấy từ,

điều chỉnh pH của dung dịch hỗn hợp phản ứng bằng 11,5 bằng dung dịch NaOH 2-8M để tạo điều kiện cho phản ứng tổng hợp oxit sắt từ diễn ra,

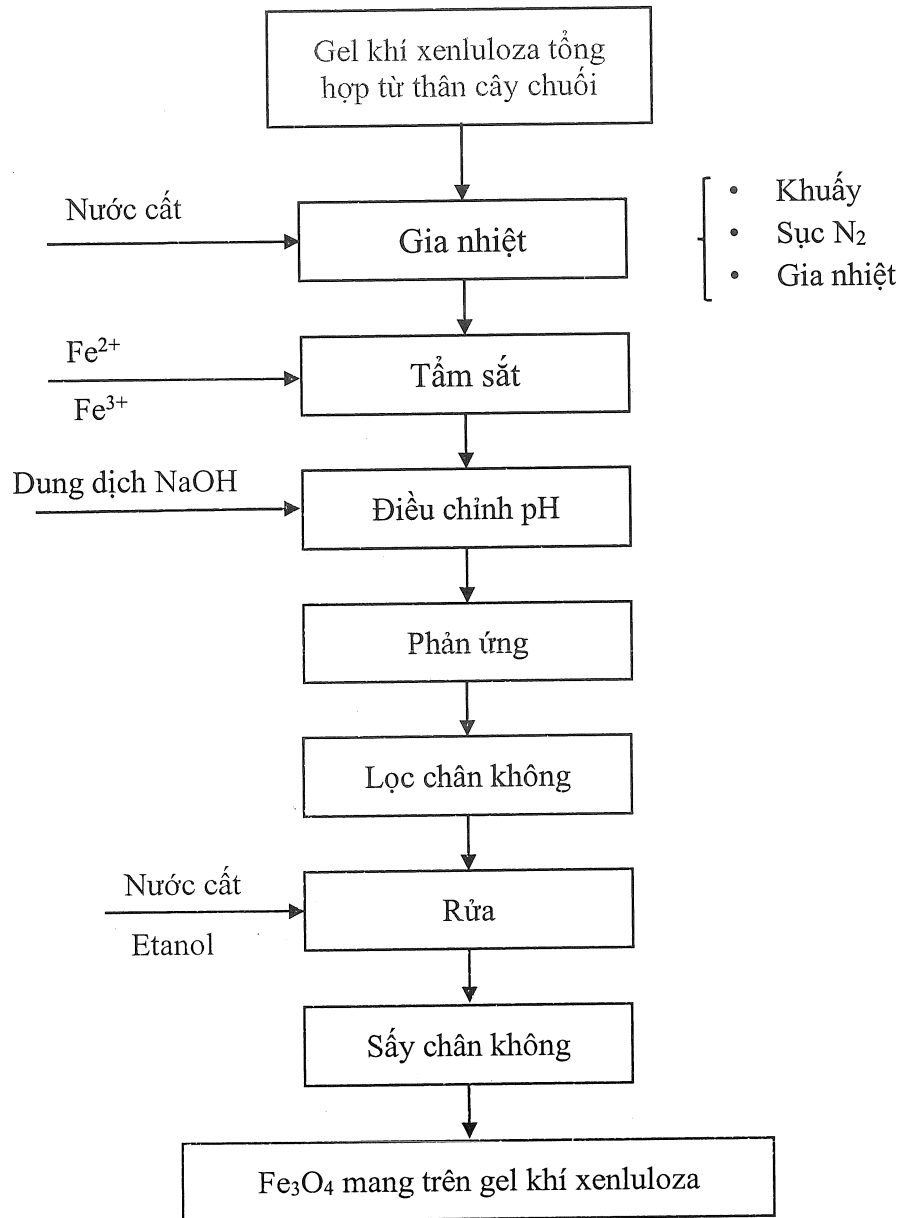
sau thời gian 30-50 phút, làm nguội hệ phản ứng về nhiệt độ phòng và tiến hành lọc chân không, thu được bã lọc chứa oxit sắt từ có kích thước bằng 5-20 nano mét, trong đó các hạt nano oxit sắt từ được phân bố và gắn kết trực tiếp trên chất mang gel khí xenluloza mà không qua công đoạn gắn kết trung gian,

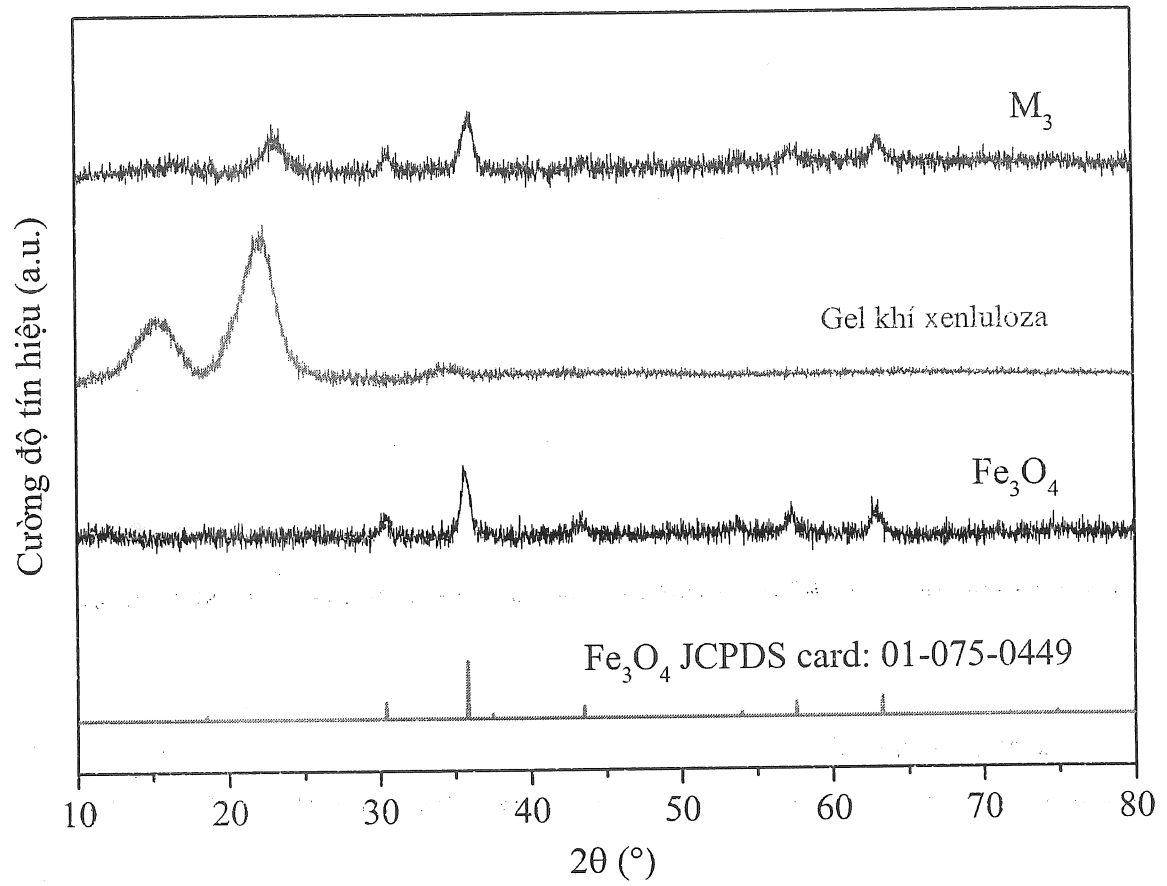
rửa sạch bã lọc bằng nước cất và etanol cho đến khi pH=7; và

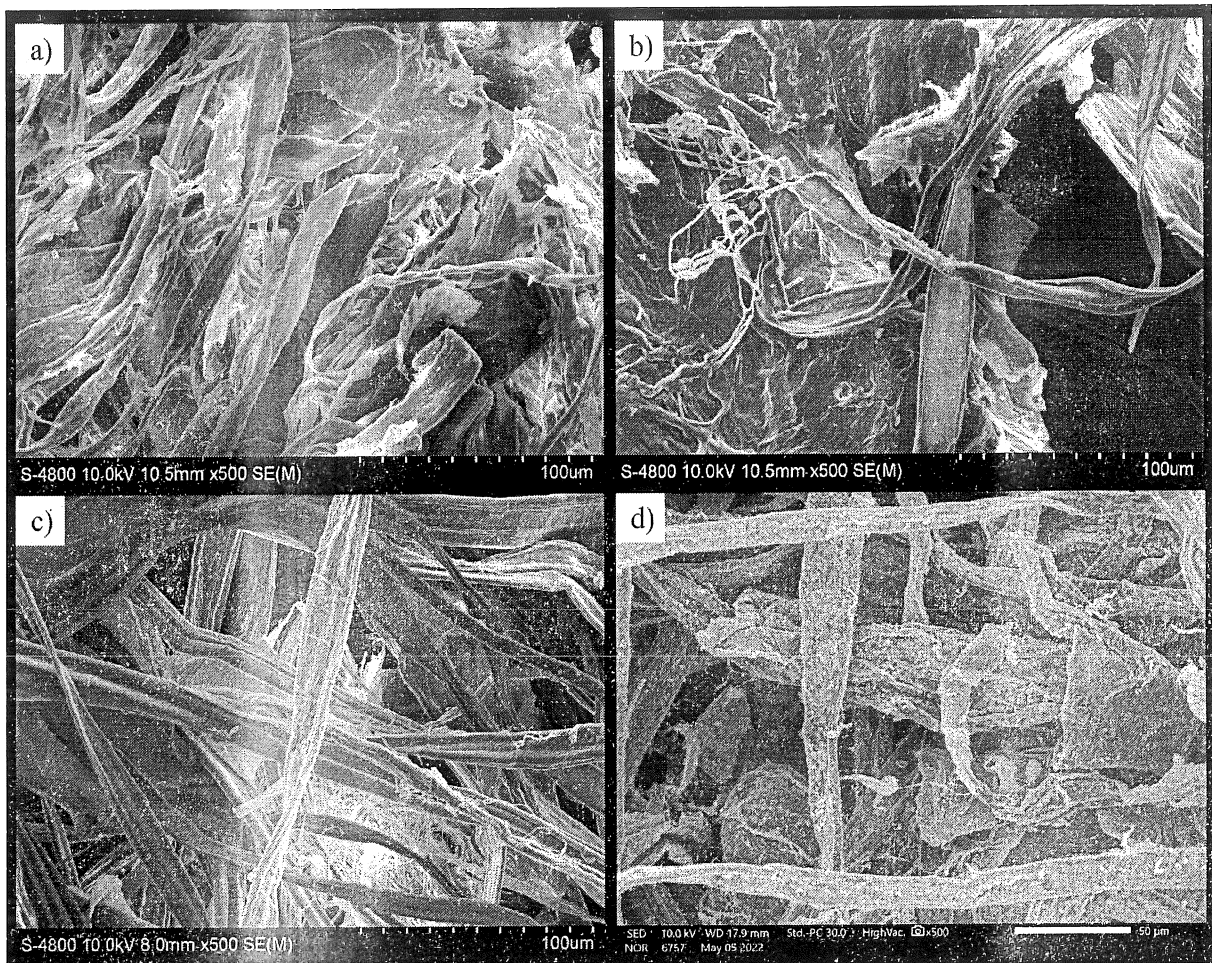
(iii) sấy tạo sản phẩm:

sấy chân không bã lọc đã được làm sạch ở 60-80°C trong 18-26 giờ để thu được vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó ở bước (ii), pH của dung dịch hỗn hợp phản ứng được điều chỉnh về 11,5 bằng dung dịch NaOH 6M.
3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó ở bước (ii), thời gian diễn ra phản ứng tổng hợp oxit sắt từ là 40 phút.
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước (iii), bã lọc đã được làm sạch được sấy chân không ở 60°C trong 24 giờ để thu được vật liệu nano oxit sắt từ mang trên gel khí xenluloza tổng hợp từ thân cây chuối.

**Hình 1**

**Hình 2**

**Hình 3**