CAN		ruye
-	Photocatalytic degradation of Rhodamine-B under visible light region by ZnO nanoparticles loaded on activated carbon made from longan seed biomass	1
	– Nguyen Van Hung, Bui Thi Minh Nguyet, Bui Thi Thuy Linh, Nguyen Huu Nghi, Nguyen Thanh Tuoi, Nguyen Anh Tien, Le Lam Son	
-	Effect of synthesis conditions on methylene blue adsorption capacity of electrochemically preparated graphene - Pham Van Hao, Ha Xuan Linh, Phung Thi Oanh, Phan Ngoc Hong, Nguyen Nhat Huy, Dang Van Thanh, Nguyen Van Dang	0
-	Study on the preparation of TiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub> and the treatment capacity of 2-chloroethyl ethyl sulfide on the surface of sensitive equipment and components	15
	- Hoang Kim Hue, Le Van Long, Hoang Thanh Thai, Le Minh Thao	
-	Synthesis of TiO <sub>2</sub> /g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> material for visble light driven photocatalytic degradation of methylene blue	2
	- Dang Thi Ngoc Hoa, Nguyen Thi Thanh Tu	
-	Multiwalled carbon nanotubes synthesis from methane using a stainless steel foils as a catalyst	27
	- Huynh Minh Thuan, Nguyen Sura, Nguyen Thi Kim Ngan, Nguyen Manh Huan, Do Pham Noa Uy, Nguyen Anh Thu Hang, Nguyen Cong Danh, Nguyen Huu Luong, Nguyen Cat Tien	
-	Sorption of Pb(II) and Cd(II) ions from aqueous solutions by activated biomass of common reed	3
	- Nguyen Van Hung, Bui Thi Minh Nguyet, Nguyen Kim Nuong, Nguyen Huu Nghi, Nguyen Thanh Tuoi, Nguyen Anh Tien, Le Lam Son	
-	Synthesis of Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /MIL-101 material and evaluation of photocatytic activity	40
	- Nauven Van Kim, Huynh Thi Minh Thanh	
-	Preparation and optimization of the composition of novel nZVI/(Fe-Mn) binary oxide/bentonite adsorbent for	45
	removal of reactive yellow 145 dye (RY-145) from aqueous solution	
	- Pham Thi Thanh Huyen, Nguyen Binh Duong, Quan Thi Thu Trang, Phan Thi Ngoc Bich, Pham Van Lam	
-	Photocatalytic activities of NiFe₂O₄/nitrogen-doping graphene oxide synthesized by hydrothermal method	52
	- Nguyen Ngoc Minh, Le Thi Cam Nhung, Truong Cong Duc, Nguyen Thi Lieu, Nguyen Van Thang, Dinh Quang Khieu, Nguyen Thi Vuong Hoan	
)-	Synthesis of ZnMn <sub>2</sub> O <sub>4</sub> nanostructure via hydrothermal method	58
	- Nguyen Le My Linh, Do Mai Nguyen	
-	Synthesis and application of Fe-BTC nanocomposites as highly efficient photocatalysts in the dye degradation	63
	- Nguyen Ba Manh, Vu Anh Tuan, Le Ha Giang	
2-	A theoretical study on the influence of non-metal (B, C, N, O, F) doping on the electronic and optical properties of graphitic carbon nitride (g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> )	69
	- Nguyen Thi Thu Ha, Nguyen Ngoc Ha	
3-	Synthesis, characterization and photocatalytic application of CNTs/ZnO composite	75
	- Nguyen Duc Vu Quyen, Tran Ngoc Tuyen, Dang Xuan Tin, Ho Van Minh Hai, Bui Thi Hoang Diem, Dang Do, Ho Thi Thuy Dung	
1-	Adsorption PO4 <sup>3-</sup> ion in aqueous solution using ZnO nanomaterials fabricated by electrochemical method	82
	- Pham Huong Quynh, Luong Thi Anh, Luu Thi Liu, Ha Nam Phuong, Nguyen Phuong Chi, Nguyen Thanh Trung, Phung Thi Oanh	
<u>)</u> -	Fischer-Tropsch synthesis over Co/ $\gamma$ -Al $_2O_3$ catalyst loaded on ceramic monolith-structured substrate	88
	- Do Pham Noa Uy, Nguyen Manh Huan, Hoang Van Loc, Luc Minh Chien, Nguyen Thi Chau Giang, Truong Van Nhan, Phan Minh Quoc Bonh, Nguyen Huu Luong, Huynh Minh Thuan	
5-	Synthesis and photocatalytic activity of ZnO/CuO composite for the degradation of methyl blue under vilsible light iradiation	94
	- - Nguyen Van Kim, Nguyen Thi Viet Nga, Vu Thi Thanh Tuyen, Vu Vien	
7_	Synthesis nanocompsite TiO <sub>2</sub> -ZrO <sub>2</sub> for photocatalic degration of phenol and methylene blue (MB)	101
	- Nguyen Thi Hai Yen, Le Thi Hong Hai, Pham Thi Minh Thao	
}-	Study on the synthesis of porphyrin-modified copper ferrite as photocatalyst for treatment of MB organic dye in aqueous media	107
	- Tran Van Chinh, Nguyen Tuan Anh, Nguyen Thi Hoai Phuong, Mai Huu Thuan, Tran Van Khanh, Dinh The Dung, Nguyen Thi Hong Phuong, Tran Dai Lam, Lo Duc Duong	
9-	Study on Fabrication and investigation of the effects of copper salt precursor with different anions $SO_4^{2-}$ , Cl <sup>-</sup> , CH <sub>3</sub> COO <sup>-</sup> and NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> on the structure and photocatalytic properties for decomposition of methyl orange dye of octahedral Cu <sub>2</sub> O nanoparticles	112
	- Nguyen Thi Tuyet Mai, Dang Thi Minh Hue, Nguyen Thi Lan, Tran Thi Thu Huyen, Nguyen Kim Nga, Huynh Dang Chinh, Ta Ngoc Dung, Nguyen Cong Tu, Trinh Xuan Anh, Truong Thi May, Luu Thi Lan Anh	
0-	Studying effect of temperature on to formation and red congo absorption ability of cupper oxide	118
	Nauvon Thi Lan Nauvon Thi Tuvot Mai, Dham Van Thana, Huwoh Dana, Chinh Ta Naoc Duna, Luu Thi Lan Anh	



# Vietnam Journal of Catalysis and Adsorption Tạp chí xúc tác và hấp phụ Việt Nam

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

Nghiên cứu chế tạo  $TiO_2/SiO_2$  và khảo sát khả năng xử lý 2-cloetyl etyl sulfit trên bề mặt trang thiết bị và linh kiện nhạy cảm

Study on the preparation of  $TiO_2/SiO_2$  and the treatment capacity of 2-chloroethyl ethyl sulfide on the surface of sensitive equipment and components

Hoàng Kim Huế<sup>\*</sup>, Lê Văn Long, Hoàng Thanh Thái, Lê Minh Thảo

Viện Hóa học Môi trường quân sự \*Email: huehus@gmail.com

#### ARTICLE INFO

Received: 18/8/2020 Accepted: 20/9/2020

Keywords: TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>, 2-chloroethyl ethyl sulfide, Treatment, The surface of sensitive equipment and components.

#### ABSTRACT

The treatment of the surface of sensitive equipment and components, cotaminated by chemical agents is an important issue for the safety of population and security of structures. Material TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> prepared and dispersed in a solvent system of ethanol/iso propanol/diethoxy methane has the good treatment with chloroethyl ethyl sulfide (2-CEES) on the surface of sensitive equipment and components. Treatment capacity depends on the tested surface and the number of treatments. Treatment capacity decreases from flat glass surface> sensitive component surface> pular rubber surface> chlorobutyl rubber surface. The treatment does not affect the performance of sensitive components.

## Giới thiệu chung

Bis(2-chloroethyl) sulfide (mù tạt lưu huỳnh) có độc tính rất mạnh gây phổng rộp da, được quân đội Đức sử dụng trong chiến tranh thế giới thứ nhất [1]. Hiện nay, mù tạc lưu huỳnh được xếp vào danh mục hóa chất trong "Công ước về cấm nghiên cứu, sản xuất, tích trữ và sử dụng vũ khí hóa học và về tiêu hủy vũ khí hóa học" có 192 nước thành viên của Tổ chức Cấm Vũ khí Hóa học tham gia. Nhưng nguy cơ xảy ra khủng bố, bạo loạn, chiến tranh có sử dụng mù tạc lưu huỳnh vẫn còn hiện hữu. Tác nhân mù tạc lưu huỳnh khi được phát tán ở dạng lỏng, sol khí và hơi, các phân tử mù tạc lưu huỳnh có thể bám dính, lạn rộng trên bề mặt và xâm nhập vào các vết nứt, kẽ hở, khớp và ren vít của thiết bị hoặc xâm nhập vào bên trong thiết bị. Nếu bề mặt thiết bị được làm bằng cao su, nhựa hoặc sơn, các phân tử mù tạc lưu huỳnh có thể hấp thụ trên bề

mặt. Sự xâm nhập như vậy có thể làm hỏng thiết bị nếu có tính ăn mòn cao hoặc làm thay đổi tính chất của vật liệu, có thể ảnh hưởng đến tính năng của thiết bị. Nguy hiểm nhất là sự tồn tại của các phân tử mù tạc lưu huỳnh trong các trang thiết bị, linh kiện nhạy cảm sẽ tiềm tàng các nguy cơ ảnh hưởng đến sức khỏe và tính mạng của con người [2]. Chính vì thế, để sẵn sàng ứng phó và hạn chế đến mức thấp nhất hậu quả do mù tạc lưu huỳnh gây ra cần thực hiện các nghiên cứu loại bỏ mù tạc lưu huỳnh trên bề mặt trang bị và linh kiện nhạy cảm.

Trong vài thập kỷ gần đây, trên thế giới có nhiều công trình nghiên cứu chế tạo TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub> ứng dụng xử lý mù tạc lưu huỳnh [3,4,5]. Ngoài ra, để giảm thiểu nguy cơ nhiễm độc mù tạc lưu huỳnh, nhiều nghiên cứu đã dựa trên việc đánh giá đối tượng chất giả độc mù tạc lưu huỳnh 2-CEES có công thức cấu tạo CH<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>-S-CH<sub>2</sub>-

CH<sub>2</sub>-Cl, tương tự công thực cấu tạo của mù tạc lưu huỳnh Cl-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-S-CH<sub>2</sub>-Cl [5,6,7]. Tuy nhiên, chưa có nghiên cứu chế tạo TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> kết hợp với việc đánh giá hiệu quả xử lý 2-CEES trên bề mặt thiết bị và linh kiện nhạy cảm. Vì thế, bài báo này sẽ công bố kết quả nghiên cứu chế tạo TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> và đánh giá khả năng xử lý 2-CEES trên bề mặt thiết bị và linh kiện nhạy cảm.

# Thực nghiệm và phương pháp nghiên cứu

## Hóa chất

Chất hoạt động bề mặt cetyl trimetyl amoni bromua (CTAB), tetraetyl orthosilicat, tetrabutyl titanat (TBOT), axeton, n-heptan, iso propanol, diethoxy metan (Merck), etanol, NH<sub>4</sub>OH, HCI loại PA, Trung Quốc. Chất chuẩn 2-CEES của hãng Macklin, loại PA, Trung Quốc, độ tinh khiết 97 %.

## Phương pháp chế tạo vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>

Vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> được chế tạo theo hai giai đoạn [8]:

Giai đoạn 1 : Hòa tan 1,30 g CTAB vào 45 mL nước khử ion, khuấy mạnh trong 2 h ở nhiệt độ phòng, điều chỉnh pH đến 12 bằng dung dịch NH<sub>4</sub>OH 28 %, thêm tiếp 6,0 mL tetraetyl orthosilicat vào dung dịch, khuấy mạnh trong 2 h. Sau đó, hỗn hợp được gia nhiệt ở 100 °C trong 48 h, lọc, rửa sản phẩm về môi trường trung tính bằng nước khử ion, sây khô qua đêm, nung ở 550 °C trong 6 h thu được SiO<sub>2</sub>.

Giai đoạn 2: Thêm 0,4 g SiO<sub>2</sub> vào dung dịch 0,9 mL TBOT pha trong 5 mL etanol, khuấy đều, thêm tiếp 5 mL HCl 0,5 M và 10 mL nước cất vào hỗn hợp, khuất đều, để qua đêm. Lọc, rửa hỗn hợp về môi trường trung tính bằng nước cất, sấy khô, nung ở 550 °C trong 4 h thu được TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>.

# Phương pháp đánh giá khả năng xử lý 2-CEES của $TiO_2/SiO_2$ trên bề mặt thiết bị và linh kiện nhạy cảm

Dùng micropipet hút 2,5 mL dung dịch 2-CEES nồng độ 400 mg/L nhỏ đều lên các bề mặt nhạy cảm như bề mặt thủy tinh, bề mặt cao su pular, bề mặt cao su clobutyl và bề mặt linh kiện có diện tích 25 cm<sup>2</sup>. Phun hỗn hợp chất TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> phân tán trong hệ dung môi etanol/iso propanol/diethoxy metan (6/30/64 (v /v/v)) theo tỷ lệ rắn/lỏng là 1/10 lên bề mặt thử nghiệm. Để mẫu thử nghiệm dưới ánh sáng mặt trời (l<sub>uv</sub> = 205  $\mu$ w/cm<sup>3</sup>; E<sub>ánh sáng</sub> = 14000 Lux). Sau 30 phút, TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> được thu gom bằng chổi lông và máy hút bụi. Lượng chất 2-CEES trên bề mặt thử nghiệm được chiết tách và phân tích trên thiết bị sắc ký khí khối phổ (GC-MS).

# Các phương pháp phân tích

#### Phương pháp đặc trưng

Giản đồ nhiễu xạ tia X (XRD) được ghi trên máy D5005 (SIEMENS), sử dụng ống tia X bằng Cu với bước sóng K<sub>a</sub> = 1,54056 Å, nhiệt độ 25 °C, tốc độ quét 0,03 °/s, góc quét 2 $\theta$  = 10 ÷ 80°. Phổ FTIR được đo trên thiết bị phổ hồng ngoại GX-PerkinElmer-USA trong vùng từ 400 ÷4000 cm<sup>-1</sup>. Phổ tán sắc năng lượng (EDX) được đo trên thiết bị Oxfor Isis 300 gắn trên kính hiển vi điện tử Jeol 5410 LV. Diện tích bề mặt và đặc trưng mao quản của vật liệu được đo trên máy TRI START 3000 -Micromeritics.

# Phương pháp phân tích 2-CEES trên bề mặt thiết bị và linh kiện nhạy cảm

Lượng chất 2-CEES bám trên bề mặt thử nghiệm được chiết với hệ dung môi n-heptan/axeton tỷ lệ 1/9 (v/v), siêu âm 40 phút ở 25 °C, cất loại dung môi bằng máy chưng cất quay, đuổi dung môi bằng khi nitơ về 0,2 mL, phân tích trên thiết bị GC - 6890 và bộ ghị nhận tín hiệu MS 5975 của hàng Agilent.

#### Phương pháp đánh giá hoạt động của linh kiện

Hoạt động của linh kiện được đánh giá thông qua giá trị điện áp đo được bằng đồng hồ vạn năng trước và sau khi thử nghiệm.

## Tính toán độ chuyển hóa

Độ chuyển hóa (η, %) được tính theo công thức sau:

$$\eta = \frac{C_o - C_t}{C_o}.100$$

Trong đó, C<sub>o</sub>, C<sub>t</sub> (mg) là lượng 2-CEES trên bề mặt trước và sau khi xử lý.

# Kết quả và thảo luận

## Đặc trưng cấu trúc của vật liệu

Quan sát phổ XRD của SiO<sub>2</sub> được điều chế theo giai đoạn 1 và TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> được điều chế theo cả hai giai đoạn ở hình 1 cho thấy, cả hai vật liệu đều có nền phổ XRD tương tự nhau, chỉ khác phổ XRD của TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> có xuất hiện cường độ mạnh nhất tại góc  $2\theta = 25,3^{\circ}$ ; cường độ trung bình tại 38,6°; 48,1°; 54,3°; 55,4°; cường độ yếu tại 62,8°; 68,9°; 70,4 ° và 75,6 °. Các pic này lần lượt đặc trưng cho các mặt phẳng phản xạ (101), (103), (200), (105), (213), (116) và (107) của tinh thể TiO<sub>2</sub>. Đặc biệt là sự có mặt của góc  $2\theta = 25,3^{\circ}$  và 48,1° đặc trưng cho TiO<sub>2</sub> có cấu trúc tinh thể dạng anatase [9]. Kết quả này cho thấy đã gắn kết được các tinh thể TiO<sub>2</sub> lên chất nền SiO<sub>2</sub>.



Hình 1: Giản đồ XRD của SiO<sub>2</sub> và TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>





Quan sát phổ FTIR ở hình 2 được ghi ở 4.000 - 400 cm<sup>-1</sup> cho thấy, có các pic tai 3444,87 cm<sup>-1</sup>; 1635,64 cm<sup>-1</sup>; 1230,58 cm<sup>-1</sup>; 1083,99 cm<sup>-1</sup>; 964,41 cm<sup>-1</sup>; 794,67 cm<sup>-1</sup> và 459,06 cm<sup>-1</sup>. Trong đó, đỉnh hấp thụ ở 3448,47 cm<sup>-1</sup> là do dao động kéo dãn của phân tử H<sub>2</sub>O; đỉnh hấp thụ ở 1635,64 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động uốn phân tử nước và được cho là của nước hấp phụ lên nhóm SiOH; đỉnh hấp thụ rộng và mạnh tại 1083,99 cm<sup>-1</sup> kèm theo có vai ở 1230,58 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho liên kết Si-O-Si và dao động giãn đối xứng của liên kết Si-O-Si. Dao động của nhóm Si-O-Ti được đặc trưng bởi đỉnh quan sát được ở 964,41 cm<sup>-1</sup>. Dải phổ quan sát thấy từ 459,06 cm<sup>-1</sup> đến 794,60 cm<sup>-1</sup> là do sự kéo dãn liên kết Ti-O-Ti. Như vậy, phổ FTIR của vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> đã cung cấp các thông tin cho thấy xúc tác TiO<sub>2</sub> đã được gắn kết thành công trên chất nền SiO<sub>2</sub> [10].

Bên cạnh đó, giản đồ EDX ở hình 3 cho thấy, vật liệu TiO\_2/SiO\_2 thu được chủ yếu với sự có mặt của silic và

titan. Kết quả này một lần nữa khẳng định quá trình điều chế SiO<sub>2</sub> theo phương pháp thủy nhiệt và phương pháp gắn kết thành phần sol titan lên vật liệu SiO<sub>2</sub> đã diễn ra thành công.



Hình 3: Giản đồ EDX của mẫu vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>

Kết quả xác định diện tích bề mặt riêng BET, thể tích mao quản và đường kính mao quản trung bình của vật liệu  $SiO_2$  và  $TiO_2/SiO_2$  được trình bày ở bảng 1.

Bảng 1: Các thông số đặc trưng cho cấu trúc xốp của SiO\_2 và TiO\_2/SiO\_2

		Thông số			
Vật liệu	Kí hiệu	S <sub>bet</sub> (m²/g)	V <sub>cum</sub> (cm³/g)	D (nm)	
SiO <sub>2</sub>	M1	1078,20	0,66	2,55	
TiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	M4	889,55	0,55	2,67	

Kết quả ở bảng 1 cho thấy, vật liệu SiO<sub>2</sub> có diện tích bề mặt riêng khá lớn đạt 1078,20 m<sup>2</sup>/g, chứng tỏ tính hiệu quả của phương pháp chế tạo SiO<sub>2</sub> sử dụng CTAB làm chất tạo cấu trúc. Tuy nhiên, quá trình chế tạo vật liệu phức hợp TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> đã đưa các hạt TiO<sub>2</sub> vào hệ mao quản của vật liệu SiO<sub>2</sub> làm diện tích bề mặt riêng của vật liệu giảm xuống còn 889,55 m<sup>2</sup>/g. Thể tích mao quản và đường kính mao quản trung bình của vật liệu được tính theo phương pháp BJH trên nhánh khử hấp phụ của TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> lần lượt là 0,55 cm<sup>3</sup>/g và 2,67 nm.

#### Các yếu tố ảnh hưởng đến khả năng xử lý 2-CEES trên bề mặt thiết bị và linh kiện nhạy cảm của TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>

## Ảnh hưởng của hàm lượng TBOT

Để khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng TBOT trong quá trình điều chế TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> đến khả năng xử lý 2-CEES trên bề mặt linh kiện, lượng TBOT được thay đổi lần lượt là 0; 0,3; 0,6; 0,9 và 1,2 mL. Các mẫu vật liệu được ký hiệu lần lượt là M1 ; M2 ; M3 ; M4 và M5. Các thí nghiệm đánh giá hiệu quả xử lý của các vật liệu được tiến hành theo «Phương pháp đánh giá khả năng xử lý 2-CEES của TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> trên bề mặt thiết bị và linh kiện nhạy cảm». Kết quả được trình bày ở bảng 2.

Bảng 2: Ảnh hưởng của lượng TBOT đến khả năng	
xử lý 2-CEES trên bề mặt linh kiện	

Thông	Vật liệu						
số	M1	M2	M3	M4	M5		
C <sub>o</sub> (mg)	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000		
C <sub>t</sub> (mg)	0,0517	0,0354	0,0256	0,0113	0,0195		
η (%)	94,83	96,46	97,44	98,87	98,05		

Kết quả ở bảng 2 cho thấy, khi lượng TBOT tăng từ 0 đến 0,9 mL thì độ chuyển hóa 2-CEES trên bề mặt linh kiện tăng từ 94,86 % lên 98,73 %, sau đó giảm xuống còn 98,15 % nếu lượng TBOT tăng lên 1,2 mL. Vì thế, lượng TBOT phù hợp được lựa chọn cho quá trình điều chế vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> là 0,9 mL.

Mặt khác, quan sát thông số đặc trưng cho cấu trúc mao quản của M1 và M4 nêu ra ở bảng 1 cho thấy, mặc dù M1 và M4 có đường kính mao quản tương đương nhau, M1 có diện tích bề mặt riêng lớn hơn M4, nhưng độ chuyển hóa của M1 chỉ đạt 94,86 %, trong khi M4 đạt 98,73 %. Nếu chỉ có sự hấp phụ đơn thuần thì về mặt lý thuyết độ chuyển hóa của M4 phải nhỏ hơn M1. Điều này chứng tỏ vai trò của xúc tác quang của TiO<sub>2</sub> đã thúc đẩy quá trình phân hủy 2-CEES, làm tăng hiệu quả xử lý 2-CEES trên bề mặt linh kiện.

#### Ảnh hưởng của tỷ lệ rắn/lỏng

Để khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ rắn/lỏng đến khả năng xử lý 2-CEES trên các bề mặt bề mặt linh kiện, các thí nghiệm được tiến hành theo «Phương pháp đánh giá khả năng xử lý 2-CEES của TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> trên bề mặt thiết bị và linh kiện nhạy cảm», chỉ khác tỷ lệ (TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>)/hệ dung môi được khảo sát lần lượt là 0/100; 2/100 ; 5/100 ; 10/100; 15/100 và 100/0. Kết quả được trình bày ở bảng 3.

Thông số	Tỷ lệ rắn/lỏng (g/L)						
5	0/100	2/100	5/100	10/100	15/100	100/0	
C₀ (mg)	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	
C <sub>t</sub> (mg)	0,895	0,3954	0,1345	0,0113	0,0114	0,5611	
η (%)	10,49	60,46	86,55	98,87	98,86	43,89	

Bảng 3: Ảnh hưởng của tỷ lệ rắn/lỏng đến khả năng xử lý 2-CEES trên bề mặt linh kiện

Thông cố	Thời gian tiếp xúc (phút)						
mong so	10	15	20	30	40	60	
C <sub>o</sub> (mg)	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	
C <sub>t</sub> (mg)	0,0983	0,0315	0,0183	0,0113	0,0109	0,0115	
η (%)	90,17	96,85	98,17	98,87	98,94	99,05	

Bảng 4: Ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc đến khả năng xử lý 2-CEES trên bề mặt linh kiện nhạy cảm

Từ kết quả ở bảng 3 cho thấy, khi tỷ lệ rắn/lỏng là 0/100, tức là không sử dụng TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> mà chỉ sử dụng dung môi phun lên bề mặt linh kiện thì khả năng xử lý 2-CEES rất thấp chỉ khoảng 10,49 %. Giá trị này cũng có thể chỉ là sai số trong quá trình tách chiết 2-CEES trên bề mặt linh kiện và quá trình làm giầu trong phân tích. Nhưng nếu tăng tỷ lệ rắn/lỏng từ 02/100 lên 5/100 thì khả năng xử lý 2-CEES trên bề mặt linh kiện tăng mạnh từ 60,46 % lên 86,55 %. Sau đó, khả năng xử lý 2-CEES tăng chậm lại và hầu như không thay đổi nếu tỷ lệ rắn/lỏng tăng từ 10/100 lên 15/100. Như vậy, có thể nhận định TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> đóng góp vai trò quan trọng đến khả năng xử lý 2-CEES và tỷ lệ rắn/lỏng đạt 10/100 là phù hợp để độ chuyển hóa 2-CEES trên bề mặt linh kiện đạt 98,90 %. Tuy nhiên, nếu không sử dụng dung môi mà chỉ sử dụng TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> rắc đều lên bề mặt thử nghiệm thì độ chuyển hóa chỉ đạt 43,89 %. Như vây, dung môi hữu cơ có vai trò xâm nhập vào các khe kẽ, hòa tan 2-CEES khỏi bề mặt thử nghiệm và đưa các phân tử 2-CEES tiếp cận bề mặt vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> đế xảy ra quá trình hấp phụ 2-CEES lên bề mặt chất nên SiO<sub>2</sub>, sau đó là quá trình phân hủy 2-CEES bằng xúc tác quang TiO2. Tóm lại, tỷ lệ rắn/lỏng được lựa chọn để độ chuyển hóa đạt 98,90 % là 10/100.

## Ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc

Để khảo sát ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc đến khả năng xử lý 2-CEES trên các bề mặt bề mặt linh kiện, các thí nghiệm được tiến hành theo «Phương pháp đánh giá khả năng xử lý 2-CEES của TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> trên bề mặt thiết bị và linh kiện nhạy cảm», chỉ khác các thí nghiệm được khảo sát lần lượt ở 10; 15; 20; 30 ; 40 và 60 phút. Kết quả được trình bày ở bảng 4.

Kết quả ở bảng 4 cho thấy, khi thời gian tiếp xúc giữa 2-CEES với TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> tăng từ 10 đến 20 phút, độ chuyển hóa tăng mạnh từ 90,17 % lên 96,85 %. Sau đó, độ chuyển hóa tăng chậm dần và đạt trạng thái cân bằng ở 30 phút đạt 98,87 %. Từ trạng thái cân bằng trở đi giá trị độ chuyển hóa hầu như không thay đổi theo thời gian. Vì thế, thời gian thử nghiệm được lựa chọn là 30 phút.

Ảnh hưởng của bề mặt thử nghiệm và số lần thử nghiệm

Để khảo sát ảnh hưởng bề mặt thử nghiệm đến khả năng xử lý 2-CEES, các thí nghiệm được tiến hành theo «Phương pháp đánh giá khả năng xử lý 2-CEES của TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> trên bề mặt thiết bị và linh kiện nhạy cảm», chỉ khác bề mặt thử nghiệm được tiến hành lần lượt với bề mặt thủy tinh, bề mặt linh kiện, bề mặt cao su pular và bề mặt cao su clobutyl. Kết quả được trình bày ở bảng 5.

Bảng 5: Ảnh hưởng của bề mặt thử nghiệm và số lần thử nghiệm đến khả năng xử lý 2-CEES

Bề mặt thử nghiêm	Độ chuyển hóa (η, %)				
be mật thủ nghiệm	Lần 1	Lần 2	Lần 3		
Thủy tinh phẳng	99,5	-	-		
Linh kiện nhạy cảm	98,87	99,7	-		
Cao su pular	78,23	91,93	99,21		
Cao su clobutyl	75,23	91,25	99,04		

Ghi chú: "-" là không thực hiện

Kết quả ở bảng 5 cho thấy, khả năng xử lý 2-CEES của vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> phụ thuộc vào chất liệu của bề mặt nhiễm. Với bốn loại chất liệu bề mặt nhiễm được khảo sát thì bề mặt thủy tinh phẳng là dễ dàng xử lý nhất, độ chuyển hóa 2-CEES cao nhất đạt 99,53 % trong lần xử lý đầu tiên bằng vật liệu TiO2/SiO2. Bề mặt làm bằng chất liệu cao su sẽ khó xử lý hơn cả, độ chuyển hóa 2-CEES lần lượt đạt 78,23 % và 75,23 % sau lần xử lý đầu tiên bằng TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>, hiệu quả xử lý tăng dần khi tăng số lần xử lý, lần lượt đạt 99,21 % và 75,23 % sau 3 lần xử lý bằng TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>. Đối với bề mặt linh kiện nhạy cảm được phủ một lớp sơn nhưng cũng cần phải qua hai lần xử lý bằng TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> để độ chuyển hóa 2-CEES đạt 99,70 %, do bề mặt linh kiện nhạy cảm có nhiều khe kẽ sẽ làm quá trình lôi kéo các phân tử 2-CEES của dung môi đến tiếp xúc với bề mặt vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> xảy khó khăn hơn trên bề mặt thủy tinh phẳng.

#### Đánh giá hoạt động của linh kiện

Kết quả đo hiệu điện thế của linh kiện trước và sau khi thử nghiệm xử lý 2-CEES nhiễm trên bề mặt bằng  $TiO_2/SiO_2$  phân tán trong hệ dung môi etanol/iso

propanol/diethoxy metan có tỷ lệ 6/30/64 theo thể tích được trình bày trên đồ thị trên hình 4.





Kết quả cho thấy, hiệu điện thế giữa hai điểm đo cố định trên linh kiện nhạy cảm không thay đổi đáng kể trước và sau mỗi lần thử nghiệm. Điều này chứng tỏ vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> không gây ra mất cách điện trên linh kiện nhạy cảm (hình 5).



Hình 5: Linh kiện nhạy cảm được xử lý bằng vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>

## Kết luận

Vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> đã chế tạo có khả năng xử lý tốt 2-CEES trên bề mặt thiết bị và linh kiện nhạy cảm nếu được phân tán trong hệ dung môi etanol/iso propanol/diethoxy metan có tỷ lệ 6/30/64 (v /v/v), ở điều kiện lượng TBOT sử dụng là 0,9 mL tương ứng với lượng SiO<sub>2</sub> là 0,4 g; tỷ lệ rắn/lỏng là 1/10; thời gian tiếp xúc là 30 phút. Quá trình xử lý 2-CEES bằng vật liệu TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> phụ thuộc vào chất liệu bề mặt nhiễm và số lần thử nghiệm. Khả năng xử lý giảm dần từ bề mặt thủy tinh phẳng> bề mặt linh kiện nhạy cảm> bề mặt cao su pular> bề mặt cao su clobutyl.

Quá trình xử lý không làm ảnh hưởng đến hoạt động của linh kiện nhạy cảm.

#### Tài liệu tham khảo

- 1. Pitschmann Vladimir, Toxins 6 (2014) 1761–1784. https://doi.org/10.3390/toxins6061761
- North atlantic treaty organization, Sensitive Equipment Decontamination, Science and Technology organization, Nato otan (2017) 4. https://apps.dtic.mil/sti/pdfs/ AD1043159.pdf
- S,tefan Neat,u, Vasile I. Pa<sup>^</sup>rvulescu, Gabriel Epure, Nicoleta Petrea, Vasile S,omoghi, Gabriele Ricchiardi, Silvia Bordiga, Adriano Zecchina, Applied Catalysis B: Environmental 91 (2009) 546–553. https://doi.org/ 10.1016/j.apcatb.2009.06.026
- P.V.R.K. Ramacharyulu, G.K. Prasad, K. Ganesan, Beer Singh, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical 353-354 (2012) 132–137. https://doi.org/10.1016/j.molcata. 2011.11.016
- Saxena Amit, Srivastava Avanish K., Singh Beer, Goyal Anshu, Journal of Hazardous Material 211–212 (2012) 226– 232. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.07.117
- Shen Zhong, Zhong Jin-Yi, Han Xiao Yuan, Chemical Engineering Journal 302 (2016) 111–119. https://doi.org/ 10.1016/j.cej.2016.04.153
- D. Panayotov, P. Kondratyuk, and J. T. Yates, Jr., Langmuir 20 (2004) 3674–3678. https://doi.org/10.1021/la0303815
- Lihua Tian, Huitao Liu, and Yuan Gao, Kinetics and Catalysis 53 (2012) 554–559. https://doi.org/10.1134/ S0023158412050175
- Zhang Saisai, Zhang Zhenggi, Pei Jianzhong, Li Rui, Zhang Jiupeng, Cai Jun, Cui Jiexue, Materials Research Express 5 (2018) 025036. https://doi.org/10.1088/2053-1591/aaaf10
- Shen Zhong, Zhong Jin-Yi, Han Xiao Yuan, Chemical Engineering Journal 302 (2016) 111–119. https://doi.org/ 10.1016/j.cej.2016.04.153