

Nghiên cứu tận thu hạt từ tính từ băng từ (cassette) phế thải

Lê Thị Hồng Nhan, Nguyễn Thái Anh, Phan Nguyễn Quỳnh Anh

Đại học Bách khoa- Đại học Quốc gia Tp.HCM
pnqanh@hcmut.edu.vn

Tóm tắt

Trong nghiên cứu này, quá trình tận thu bột từ tính từ nguồn nguyên liệu là băng cassette phế thải bằng cách sử dụng dung môi hữu cơ thông dụng rẻ tiền đã được thực hiện. Nghiên cứu đã khảo sát nhiều thông số để tìm ra điều kiện thuận lợi cho quá trình tận thu bột từ tính như: các loại dung môi khác nhau, thời gian ngâm dung môi, nhiệt độ. Kết quả tốt nhất có thể đạt được là 1,5312g bột từ tính trên 3,3000g nguyên liệu, khi khuấy nguyên liệu trong dung môi acetone ở điều kiện đun sôi hoàn lưu trong thời gian 4 giờ. Ngoài ra, nghiên cứu còn tiến hành phân tích một số đặc tính cơ bản của bột từ thu được bằng các phương pháp hiện đại như: phương pháp phổ nhiễu xạ tia X (XRD), phân tích nhiệt trọng lượng (TGA), kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM), khảo sát đường cong từ trễ bằng phương pháp từ kế mẫu rung (VSM-Vibrating Sample Magnetometer).

Nhận 08.01.2018
Được duyệt 06.05.2018
Công bố 19.06.2018

Từ khóa
băng cassette, bột từ tính

© 2018 Journal of Science and Technology - NTTU

1. Mở đầu

Vật liệu từ là loại vật liệu mà dưới tác dụng của từ trường ngoài có thể bị từ hóa. Vật liệu từ thường được sử dụng trong đời sống có hai dạng chính là Fe_3O_4 và $\gamma-Fe_2O_3$ [1-3].

Vật liệu từ tính thường được ứng dụng làm xúc tác vì có một số tính chất thuận lợi như diện tích bề mặt lớn, khả năng biến tính bề mặt, độ bền nhiệt cao và dễ dàng thu hồi từ dung dịch. Chất xúc tác cố định bởi các hạt từ tính có thể dễ dàng thu hồi và tái sử dụng khi có sự hiện diện của từ trường ngoài. Bề mặt các hạt từ tính có thể được biến tính để tạo ra nhiều loại chất xúc tác hữu cơ và cơ kim. Các loại kim loại chuyển tiếp cố định trên vật liệu từ tính xúc tác phản ứng, nó xúc tác cho nhiều loại phản ứng như phản ứng ghép mạch carbon-carbon, hydro hóa, hydro formyl hóa, amin hóa, phản ứng polyme hóa [4].

Ngoài ra, oxit sắt từ được ứng dụng rộng rãi trong nhiều lĩnh vực như ghi băng từ, sơn phủ, làm chất màu, sensor khí, làm tác nhân hấp phụ xử lý kim loại nặng: asen [5], coban, phục vụ cho lĩnh vực y học như: tác nhân làm tăng độ tương phản cho ảnh cộng hưởng từ, làm phương tiện dẫn truyền thuốc.

Có thể thấy rằng vật liệu từ tính có nhiều ứng dụng trong thực tế, song quá trình tổng hợp nên những vật liệu này gặp ít nhiều khó khăn cũng như tiêu tốn thời gian và kinh phí. Từ đó chúng tôi đề nghị một nguồn cung cấp vật liệu này mà không cần trải qua quá trình tổng hợp phức tạp, bằng cách tận thu các loại phế thải băng từ hiện nay đã lỗi thời, không

còn được ưa chuộng khi công nghệ số phát triển như hiện nay. Qua đó nghiên cứu muốn đóng góp cho việc thu hồi các vật liệu có giá trị từ các nguồn phế thải.

2. Thực nghiệm

Đối tượng nghiên cứu là quá trình tận thu bột oxit sắt từ nguồn băngcassette bằng các dung môi hữu cơ thông dụng rẻ tiền. Bên cạnh đó chúng tôi còn khảo sát lại việc thu hồi dung môi để tái sử dụng nhằm giúp quá trình tiết kiệm hơn.

Quy trình: Cân 3,3000g băng vào bình cầu 250ml chứa 150ml dung môi có trang bị thiết bị khuấy từ (cá từ).Tiến hành vừa khuấy trộn vừa gia nhiệt ở từng điều kiện khảo sát. Bột từ thu được (nếu có) trong các khảo sát sẽ được rửa lại với dung môi rồi sấy khô ở trong tủ sấy ở 60°C sau 12 giờ và cuối cùng được cân khối lượng. Các yếu tố được khảo sát là: dung môi, thời gian, nhiệt độ. Sau khi tận thu dùng nam châm để thu bột từ (nếu có), sau đó dùng 20ml dung môi sạch rửa lại bột thu được (rửa 3 lần).

Quá trình tận thu bột từ lần lượt được tiến hành với các thông số thay đổi như sau:

- Dung môi: methanol, ethanol, acetone, hexane, toluene
- Thời gian: 2 giờ, 4 giờ, 6 giờ, 8 giờ, 10 giờ
- Nhiệt độ: nhiệt độ phòng, 50°C, nhiệt độ sôi

Thành phần của hạt từ tính được phân tích nhiễu xạ tia X (XRD) bằng máy D8, advance (Bruker)-Đức. Kính hiển vi truyền qua (TEM), JEOL JEM được sử dụng để phân tích cấu trúc hạt tại Phòng Thí nghiệm Trọng điểm Vật liệu



polyme và Composit, ĐH Bách khoa Tp.HCM. Từ tính của vật liệu được xác định bằng phương pháp đo đường cong từ trễ (VSM) EC11. Thiết bị phân tích nhiệt trọng lượng (TGA), máy TGA Q500 tốc độ gia nhiệt 10°C/phút từ nhiệt độ phòng lên 800°C trong môi trường khí nitơ thực hiện tại Trung tâm Manar Đại học Quốc gia Tp.HCM.

3. Kết quả và bàn luận

Sử dụng hai loại vật liệu băng từ (băng cassette, băng video) để thử nghiệm tách bằng cách ngâm nhanh với các dung môi khác nhau.

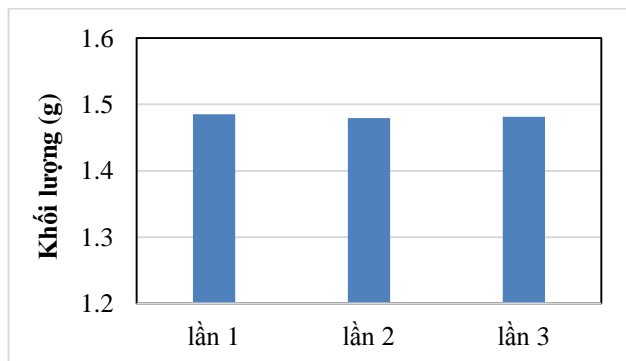
Bảng 1: Thử nghiệm với các dạng nguyên liệu băng từ

Dung môi	Băng cassette	Băng video
Acetone	Có dấu hiệu bong	Không xảy ra
Methanol	Không xảy ra	Không xảy ra
Ethanol	Không xảy ra	Không xảy ra
Toluene	Không xảy ra	Không xảy ra
Hexane	Không xảy ra	Không xảy ra

Qua thử nghiệm cho thấy băng video khó tách ra được vì không có dấu hiệu bong hạt từ tính khi thử ở các dung môi với các độ phân cực khác nhau. Bên cạnh đó, băng cassette có khả năng tách ra dễ dàng hơn và có dấu hiệu tốt với dung môi acetone. Như vậy, băng cassette được chọn làm đối tượng nguyên liệu cho nghiên cứu này. Trong giai đoạn sau, quá trình tách hạt từ tính được tiến hành ở nhiệt độ cao và điều kiện khuấy để nâng cao hiệu quả tách.

Tiến hành thao tác như vừa nêu ở phần thực nghiệm trong các điều kiện như sau: dung môi sử dụng là methanol, ethanol, acetone, hexane và toluene ở điều kiện đun sôi hoàn lưu và thời gian khảo sát là 10 giờ.

Kết quả cho thấy dung môi methanol, ethanol, hexane và toluene không thích hợp tách bột từ ra khỏi băng từ. Thật vậy, ngoại quan sau quá trình xử lý với dung môi không có gì khác biệt so với ban đầu, phần dung môi quan sát thấy vẫn trong suốt như ban đầu và không có bột từ xuất hiện khi thử tách bằng nam châm.



Hình 1. Quá trình tách khi sử dụng dung môi acetone (10 giờ)

Riêng đối với dung môi acetone, kết quả có sự khác biệt đáng

kể. Khi xử lý bằng acetone ở điều kiện đun sôi hoàn lưu trong 10 giờ thì kết quả thu được tốt hơn hẳn các dung môi còn lại, có thể thu được lượng bột từ trung bình: 1,4820g bột từ/3,3000g băng. Thật vậy, Hình 2 cho thấy phần dây bị mất màu mạnh, chỉ còn phần dây polymer trong suốt dính một ít bột oxit sắt màu nâu đỏ. Trong khi đó, phần dung môi thu được có màu nâu đỏ của oxit sắt và có một lượng lớn bột sắt lắng ở thành cốc sau khi áp đặt nam châm vĩnh cửu vào thành cốc. Như vậy, kết quả thực nghiệm đã cho thấy acetone là dung môi thích hợp nhất để tận thu bột từ từ băng cassette.



Hình 2. Thí nghiệm quá trình tách khi sử dụng dung môi acetone (10 giờ)

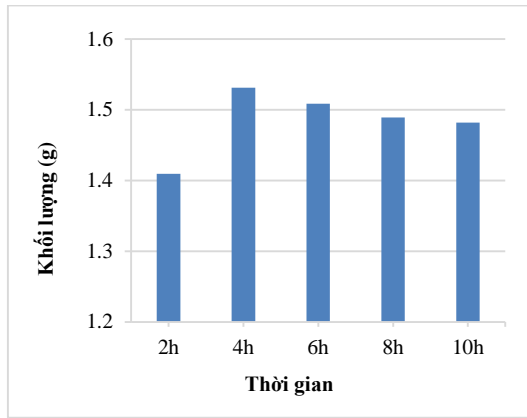
Tiến hành khảo sát khả năng tận thu bột từ từ băng cassette của dung môi acetone ở các mốc thời gian 2 giờ, 4 giờ, 6 giờ, 8 giờ, 10 giờ tại điều kiện đun sôi và hoàn lưu. Kết quả trình bày trong Bảng 2.

Bảng 2. Quá trình tách khi sử dụng dung môi acetone tại các thời gian khác nhau

Thời gian	2 giờ	4 giờ	6 giờ	8 giờ	10 giờ
Lần 1	1,4003g	1,5534g	1,5254g	1,4961g	1,4852g
Lần 2	1,3822g	1,5112g	1,4805g	1,4819g	1,4796g
Lần 3	1,4464g	1,5291g	1,5194g	1,4898g	1,4813g
Khối lượng trung bình	1,4096g	1,5312g	1,5084g	1,4893g	1,4820g



Hình 3. Thí nghiệm quá trình thu bột từ bằng nam châm



Hình 4. Quá trình tách khí sử dụng dung môi acetone tại các thời gian khác nhau



Hình 5. Dây băng đun với acetone trong 4 giờ

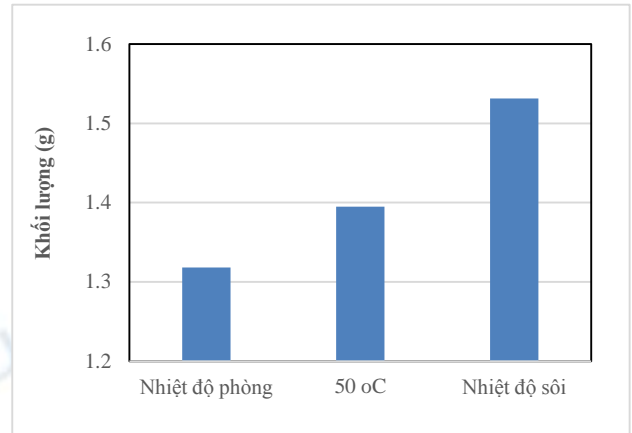


Hình 6. Dây băng đun với acetone trong 6 giờ

Từ bảng số liệu trên cho thấy quá trình tận thu thực hiện trong 4 giờ là tốt nhất, thu được lượng bột từ nhiều nhất. Đun sau 4 giờ quá trình tận thu càng lâu thì khối lượng bột từ thu được không tăng nữa. Hình 5 và 6 cho thấy màu đỏ nâu của dung môi đậm hơn và dây băng không còn trong suốt mà nó có

màu đỏ nâu đậm giống màu dung môi, kết quả ghi nhận khối lượng cũng giảm nhẹ.

Tiến hành thao tác tương tự như đã nêu ở các điều kiện: sử dụng dung môi acetone ở điều kiện nhiệt độ phòng, nhiệt độ 50°C và nhiệt độ sôi trong 4 giờ. và ghi nhận kết quả như Bảng 2 và Bảng 3.



Hình 7. Quá trình tách khí sử dụng dung môi acetone tại các nhiệt độ khác nhau trong 4 giờ

Như vậy, theo kết quả ghi nhận được ở hình 7 cho thấy khi khảo sát ở nhiệt độ sôi thì khối lượng bột thu được lớn hơn rất nhiều so với nhiệt độ phòng và ở 50°C. Từ đó cho thấy điều kiện sôi có ảnh hưởng đến quá trình tận thu.

Sau khi xử lý bằng cassette với acetone, tiến hành thu hồi và chưng cất acetone để tái sử dụng. Ở mỗi thí nghiệm lượng acetone thu hồi lại khoảng 70-80ml/150ml. Sau đó tiến hành tận thu bột từ như điều kiện ban đầu nhưng sử dụng acetone thu hồi thay vì acetone mới và thu được kết quả tương tự được thể hiện ở Bảng 3 và Bảng 4.

Bảng 3. Khảo sát acetone thu hồi

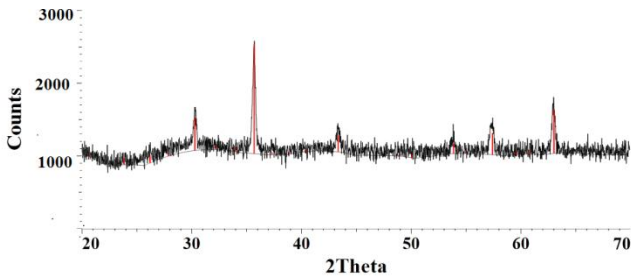
Lần 1	Lần 2	Lần 3
1,5371g	1,5278g	1,5265g

Bảng 4. So sánh khả năng thu bột từ của acetone mới và acetone thu hồi

Acetone mới	Acetone thu hồi
1,5312g	1,5304g

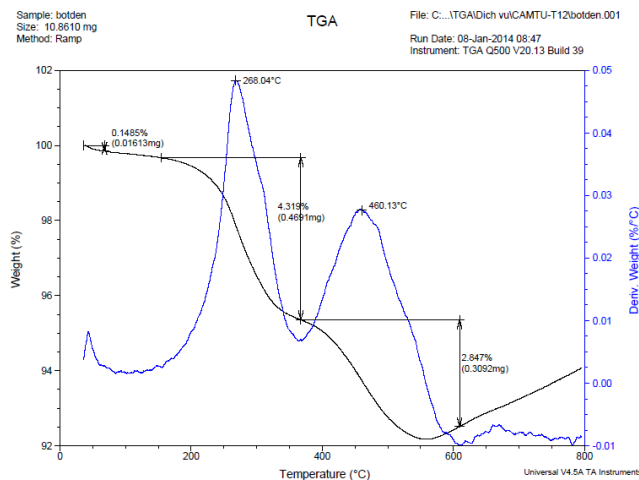
Với kết quả thu được cho thấy hiệu quả thu sản phẩm tương đương nhau. Như vậy, dung môi sử dụng có thể tái sử dụng và điều này có ý nghĩa về kinh tế, tiết kiệm chi phí.

Các hạt từ tính thu được sau khi được rửa với acetone và sấy khô thì được phân tích bằng phương pháp nhiễu xạ tia X và thu được kết quả như Hình 8.



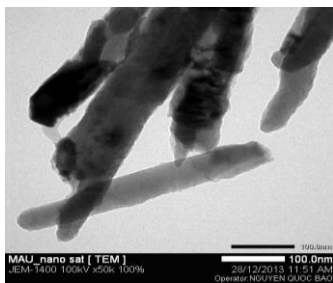
Hình 8. Kết quả nhiễu xạ tia X

Kết quả nhiễu xạ tia X cho thấy bột từ tính thu được chủ yếu là Fe_2O_3 (trùng khớp với kết quả trong cơ sở dữ liệu). Ngoài ra cũng không còn pha nào khác xuất hiện trên kết quả nhiễu xạ. Các peak xuất hiện trên kết quả sắc nhọn, điều này cho thấy vật liệu có độ tinh thể khá tốt.

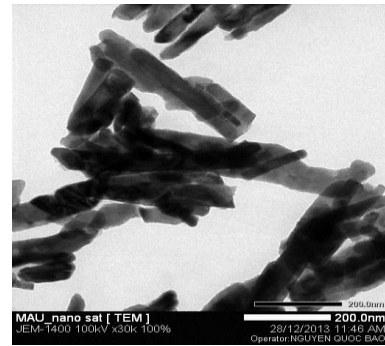


Hình 9. Kết quả TGA

Độ bền nhiệt của hạt từ tính thu được khảo sát bằng phương pháp phân tích trọng lượng (TGA) và kết quả được thể hiện ở Hình 9. Trong khoảng nhiệt độ 70- 150°C kết quả cho thấy vật liệu mất khoảng chiếm 0,1485% phần khối lượng có thể tương ứng với các dung môi dễ hấp phụ trên vật liệu. Trong khoảng nhiệt độ từ 150- 600°C vật liệu tiếp tục giảm chiếm 7,166% khối lượng phần khối lượng này có thể tương ứng với những chất khó bay hơi hay phân hủy, một số hợp chất hữu cơ còn dính trên vật liệu. Từ 600°C hầu như không có cấu tử nào bị phân hủy, đây chính là cấu phần của Fe_2O_3 .



Hình 10. Mẫu bột từ chụp TEM scale 100nm

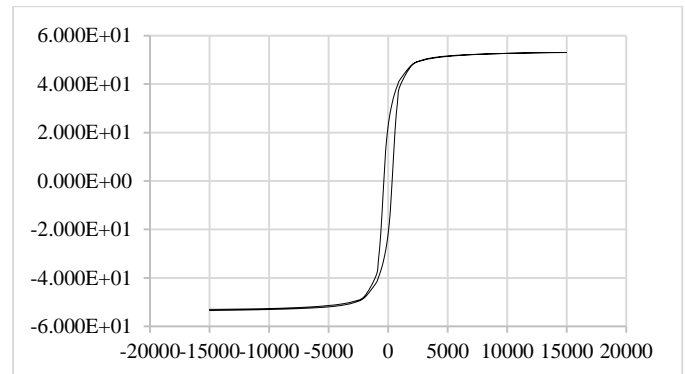


Hình 11. Mẫu bột từ chụp TEM scale 200nm

Từ hình chụp kính hiển vi điện tử truyền qua cho thấy vật liệu có dạng hình que nhìn thấy ở Hình 10 và 11, hạt có chiều rộng khoảng 40-50nm, chiều dài khoảng 300-450nm. Do hạt thu được từ tận thu nên kích thước các hạt khá lớn và kích thước không đồng đều.

Để kiểm tra khả năng giữ lại từ tính của vật liệu từ thông qua hiện tượng từ trễ bằng kết quả phân tích đường cong từ trễ được thực hiện ở nhiệt độ phòng trong từ trường có cường độ tối đa -15 kOe.

► Kết quả phân tích đường cong từ trễ ở dạng bột khô:

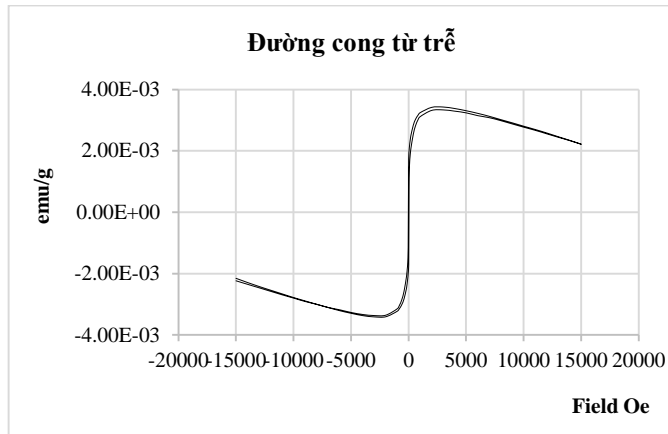


Hình 12. Đường cong từ trễ mẫu bột khô

Hạt từ tính thu được sau tận thu được phân tích tính chất từ bằng phương pháp đo đường cong từ trễ (VMS) ở nhiệt độ phòng trong từ trường có cường độ tối đa 15 kOe. Theo hình 12 cho thấy đường cong từ tăng từ -15 kOe lên 15 kOe nhưng khi đảo từ từ 15 kOe giảm xuống -15 kOe thì đường cong từ không hoàn toàn quay về theo đường cũ mà theo một đường mới tạo thành đường cong khép kín, có tồn tại một từ dư khá nhỏ khi từ trường biến mất và thể hiện độ bão hòa khá cao. Như vậy, ở dạng khô mẫu bột từ thể hiện phù hợp tính sắt từ.

► Khảo sát từ tính của hạt từ khi phân tán vào nước

Hạt từ tính thu được cho vào trong nước thêm chất hoạt động bề mặt sodium dodecyl sulfate (SDS) theo tỉ lệ : 0,02g bột từ + 8g SDS +40ml H_2O tạo thành nhũ bèn sau đó hút lấy 5ml dung dịch nhũ đem đi phân tích đường cong từ trễ, thu được kết quả như Hình 13.



Hình 13. Đường cong từ trễ mẫu bột từ phân tán vào nước

Tương tự như trên kiểm tra tính chất từ của hạt từ tinh thu được khi phân tán mẫu bột từ vào nước. Kết quả Hình 13 cho thấy hai phần của đường cong từ trễ tăng từ -15 kOe lên 15 kOe và đường cong đảo từ 15 kOe xuống -15 kOe gần như trùng nhau nhưng không trùng nhau hoàn toàn. Đường cong từ khép kín có diện tích gần bằng 0.

Tài liệu tham khảo

1. Elazab, H.A., et al., Highly efficient and magnetically recyclable graphene-supported Pd/Fe₃O₄ nanoparticle catalysts for Suzuki and Heck cross-coupling reactions. *Applied Catalysis A: General*, 2015. **491**: p. 58-69.
2. Qi, Z., et al., Synthesis of Ce(III)-doped Fe₃O₄ magnetic particles for efficient removal of antimony from aqueous solution. *Journal of Hazardous Materials*, 2017. **329**: p. 193-204.
3. He, X.-r., et al., Different surface functionalized nano-Fe₃O₄ particles for EVA composite adhesives. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 2014. **50**: p. 128-135.
4. Philippe Knauth, J.S., *Nanostructured materials selected synthesis methods, properties and applications*. 2002
5. Rosensweig, R.E (1985), *Ferrohydrodynamics*, Cambridge University Press. P. 146-148

Recycling of magnetic particles with cassette tapes

Le Thi Hong Nhan, Nguyen Thai Anh, Phan Nguyen Quynh Anh

University of Technology - VNUHCM
pnqanh@hcmut.edu.vn

Abstract This study has showed a stage of recycling of magnetic particles with old cassette tapes by extracted in cheap solution. The best results may be possible with a 1,5312 g magnetic powder on 3,3000 g raw material, when the material stirring in the acetone, heating under reflux for 4 hours. X-ray diffraction technology (XRD), Thermogravimetric Analysis (TGA), Transmission Electron Microscopy (TEM), and Vibrating Sample Magnetometer (VSM) is used as a basic characterization tool for different materials

Keywords cassette tapes, magnetic particles.

Kết quả cho thấy ở cùng điều kiện phân tích VMS nhưng mẫu bột phân tán vào nước không có hiện tượng trễ từ, lực kháng từ gần bằng 0 còn mẫu bột khô lại tồn tại một từ dư như Hình 12 thể hiện.

4. Kết luận

Nghiên cứu với mục tiêu khảo sát các thông số ảnh hưởng đến quá trình tận thu bột oxit sắt từ nguồn băng cassette bằng các dung môi hữu cơ thông dụng rẻ tiền và lựa chọn được dung môi phù hợp có khả năng tái sử dụng nhằm giúp quá trình tiết kiệm hơn. Kết quả thu được 1,5312g bột từ/3,3000g băng ở điều kiện tối ưu nhất khi sử dụng dung môi acetone đun sôi hoàn lưu trong 4 giờ. Hạt từ tinh thu được khá bền với nhiệt, các cấu phần bị phân hủy rất thấp và phù hợp tính chất của một vật liệu sắt từ.

Lời cảm ơn

Nhóm tác giả xin chân thành cảm ơn sinh viên Trần Thị Thanh Nhân đã giúp đỡ trong quá trình thu thập số liệu thực nghiệm.