



Original Article

# Synthesis of Magnetic Biochar and Their Application for the Treatment of Methylene Blue in Water

Tran Dinh Trinh\*, Nguyen Thi Hoai Phuong

*Faculty of Chemistry, VNU University of Science, Vietnam National University, Hanoi  
19 Le Thanh Tong, Hoan Kiem, Hanoi, Vietnam*

Received 13 August 2019

Revised 22 December 2019; Accepted 13 January 2020

**Abstract:** Magnetic biochar materials were synthesized by heating rice husk at 500°C under nitrogen environment, then fixing iron oxides on biochar surface using hydrothermal method applied to  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  and  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  which were generated from respective precursors  $\text{Fe}^{2+}$  and  $\text{Fe}^{3+}$  in alkaline environment. The presence of iron oxides on the surface of biochar and the surface characteristics of iron-composite materials were studied with the aid of modern physicochemical analysis techniques (SEM/EDX, BET, FT-IR, XRD). Magnetic biochar materials were relatively porous, with an average specific surface area of 62.1  $\text{m}^2$ , an average capillary size of about 17.2 nm. The mixture of iron oxide particles were revealed within the nano scale (about 15 nm). The methylene blue adsorption efficiency depended upon the amount of adsorbent, adsorption time, pH of solution and pollutant concentrations. Specifically, the optimal conditions for maximum adsorption efficiency were as follows: 0.02 g/L of magnetic biochar, the adsorption equilibrium time was 3 hours at room temperature, in a solution of pH7; The efficiency of methylene blue adsorption in optimal conditions reached over 98.82%. The Langmuir and Freundlich isotherm adsorption models all described well the methylene blue adsorption process at room temperature, with the regression coefficients  $R^2$  of 95.0 and 90.0, respectively. The maximum adsorption capacity of methylene blue calculated by Langmuir model was 22.4 mg/g.

**Keywords:** Biochar, magnetic composite, methylene blue, adsorption.

\*Corresponding author.

Email address: [trinhtd@vnu.edu.vn](mailto:trinhtd@vnu.edu.vn)

<https://doi.org/10.25073/2588-1140/vnunst.4939>



# Nghiên cứu tổng hợp vật liệu biochar từ tính và ứng dụng để xử lý xanh methylen trong nước

Trần Đình Trinh\*, Nguyễn Thị Hoài Phương

*Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQGHN, 19 Lê Thánh Tông, Hà Nội, Việt Nam*

Nhận ngày 13 tháng 8 năm 2019

Chỉnh sửa ngày 22 tháng 12 năm 2019; Chấp nhận đăng ngày 31 tháng 01 năm 2020

**Tóm tắt:** Vật liệu biochar từ tính được tổng hợp bằng phương pháp nung vỏ trấu ở 500°C trong môi trường nitơ, sau đó cố định các oxit sắt lên bề mặt biochar sử dụng phương pháp thủy nhiệt hỗn hợp  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  và  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  được tạo ra từ tiền chất  $\text{Fe}^{2+}$  và  $\text{Fe}^{3+}$  trong môi trường kiềm. Sự có mặt của các oxit sắt trên bề mặt biochar và các đặc trưng bề mặt của vật liệu composite biochar-oxit sắt được nghiên cứu bằng các phương pháp SEM/EDX, BET, FT-IR, XRD. Vật liệu biochar từ tính có nhiều lỗ xốp, diện tích bề mặt đạt 62,1 m<sup>2</sup>, kích thước mao quản trung bình khoảng 17,2 nm, với các hạt oxit sắt có kích thước khoảng 15 nm phủ trên bề mặt vật liệu. Hiệu suất hấp phụ xanh methylen phụ thuộc vào khối lượng chất hấp phụ, thời gian hấp phụ, pH của dung dịch và nồng độ chất ô nhiễm. Cụ thể, các điều kiện thích hợp cho quá trình hấp phụ xanh methylen đạt hiệu suất trên 98,82% như sau: 80 mg/L vật liệu biochar từ tính, thời gian đạt cân bằng hấp phụ là 3 giờ tại nhiệt độ phòng, trong dung dịch có pH = 7;. Các mô hình hấp phụ đẳng nhiệt Langmuir và Freundlich đều mô tả tốt quá trình hấp phụ xanh methylen trong nước tại nhiệt độ phòng với các hệ số hồi quy R<sup>2</sup> lần lượt là 95,0 và 90,0. Tải trọng cực đại của quá trình hấp phụ xanh methylen tính theo mô hình Langmuir là  $q_{\text{max}} = 22,4$  mg/g.

**Từ khóa:** Xanh methylen, biochar, composite, oxit sắt từ, hấp phụ.

## 1. Mở đầu

Thuốc nhuộm tổng hợp được sử dụng trong công nghiệp dệt, giấy, cao su, da, nhựa, và ngành công nghiệp mỹ phẩm tạo đã phát thải các chất màu, gây ô nhiễm nguồn nước. Xanh methylen là một loại thuốc nhuộm có ý nghĩa quan trọng trong công nghiệp dệt nhưng lại có những tác

động độc hại đối với con người, động vật và các hệ thực vật. Những người tiếp xúc với nước thải dệt nhuộm thường mắc các bệnh về da, xanh methylen ngăn cản sự hấp thụ oxy và ánh sáng mặt trời, gây cản trở hô hấp và sự phát triển của các sinh vật dưới nước [1,2].

Đặc điểm nước thải trong ngành dệt và nhuộm

\*Tác giả liên hệ.

Địa chỉ email: [trinhtd@vnu.edu.vn](mailto:trinhtd@vnu.edu.vn)

<https://doi.org/10.25073/2588-1140/vnunst.4939>

là chất rắn lơ lửng, màu, BOD và COD cao. Nước thải loại này thường được xử lý bằng tổ hợp các phương pháp như: Cơ học, hóa lý (trung hòa chất thải có tính kiềm hoặc axit mạnh; đông tụ để loại bỏ màu, tạp chất lơ lửng), phương pháp oxy hóa hóa học, điện hóa, sinh học, hấp phụ,... Phương pháp hấp phụ để xử lý phẩm nhuộm thường được sử dụng ở giai đoạn cuối nhằm xử lý triệt để.

Biochar (than sinh học) là than có độ xốp cao được tạo ra từ quá trình nhiệt phân nguyên liệu thô có nguồn gốc từ sinh khối thực vật hoặc phụ phẩm nông nghiệp (thân cây ngô, vỏ đậu phộng, vỏ gỗ, trấu, phân gia súc và phân gia cầm) trong môi trường yếm khí. Các yếu tố chính quyết định đặc tính của biochar là: thành phần vật liệu ban đầu; các yếu tố của quá trình nhiệt phân (nhiệt độ, khí, thời gian phản ứng, chất xúc tác).

Trong quá trình nhiệt phân, ở nhiệt độ thấp xenlulozơ và hemi-xenlulozơ bị mất do bay hơi dẫn tới sự suy giảm về khối lượng. Chất khoáng và bộ khung cacbon vẫn giữ được Hình dạng cấu trúc của vật liệu ban đầu, làm cho than có trạng thái xốp và có diện tích bề mặt lớn [3]. Các nhóm chức bề mặt không những được Hình thành từ phản ứng với oxi trong quá trình nhiệt phân mà còn là kết quả từ phản ứng với các oxit dạng khí như khí nitơ oxit, khí cacbonic,... hay với các dung dịch như axit  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , ... Với các tính chất đã nêu, biochar được sử dụng rộng rãi trong nhiều lĩnh vực khác nhau như canh tác nông nghiệp (cải tạo đất, giữ ẩm), xử lý ô nhiễm môi trường (chất hấp phụ, xúc tác, chất mang xúc tác) [3-5].

Biochar là vật liệu hấp phụ tiềm năng vì có các tính chất giống than hoạt tính, đặc biệt việc chế tạo biochar đơn giản hơn than hoạt tính và có thể tạo biochar từ các chất thải có nguồn gốc sinh khối. Điều này đã thúc đẩy các nghiên cứu trong nước và quốc tế về chuyển hóa chất thải thành biochar và ứng dụng trong xử lý môi trường hoặc canh tác nông nghiệp, để đạt đồng thời hai mục tiêu: xử lý chất thải từ sinh khối và xử lý ô nhiễm môi trường, tạo vật liệu cải tạo đất. Tuy nhiên, biochar có kích thước hạt nhỏ, thường khó tách khỏi dung dịch nước sau khi xử

lý, do đó đòi hỏi các quá trình lọc, ly tâm để phân tách. Điều này hạn chế việc ứng dụng của chúng trong xử lý nước thải.

Do vậy, để khắc phục những khó khăn trên, trong nghiên cứu này, chúng tôi tập trung nghiên cứu đưa tính chất từ lên vật liệu biochar để nghiên cứu xử lý xanh methylen trong nước. Vật liệu biochar từ tính có thể dễ dàng được tách ra bằng cách sử dụng nam châm hoặc từ trường bên ngoài sau qua trình xử lý nước ô nhiễm.

## 2. Thực nghiệm

### 2.1. Hóa chất

Các hóa chất được sử dụng trong nghiên cứu bao gồm: axit clohidric ( $\text{HCl}$ ), sắt (II) clorua ( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), sắt (III) clorua ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ), xanh methylen ( $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$ ) là các hóa chất tinh khiết phân tích của Merck, Đức; natri hidroxit ( $\text{NaOH}$ ), natri nitrat ( $\text{NaNO}_3$ ) là các hóa chất tinh khiết phân tích của Xilong, Trung Quốc. Vỏ trấu được rửa sạch và sấy khô ở  $105^\circ\text{C}$  trong 24 giờ trước khi sử dụng trong các thí nghiệm biến tính.

### 2.2. Tổng hợp vật liệu

Biochar chưa biến tính được chế tạo từ vỏ trấu bằng cách sấy vỏ trấu ở  $105^\circ\text{C}$  trong 24 giờ. Tiếp theo, vỏ trấu được nung trong lò nung ống hãng Carbolite (Anh) trong môi trường nitơ tại  $500^\circ\text{C}$  trong 1 giờ. Dung dịch  $\text{HCl}$  0,1M được thêm vào và khuấy trên máy khuấy từ trong 24 giờ để loại bỏ các thành phần tạp chất. Hỗn hợp được rửa sạch bằng nước cất đến  $\text{pH} = 7$ , sau đó, sấy biochar ở  $70^\circ\text{C}$  trong 12 giờ, thu được vật liệu biochar chưa biến tính.

Vật liệu biochar từ tính được điều chế bằng cách lấy 11,8 g  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  + 27g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  hòa tan vào 100 mL nước de ion. Thêm  $\text{NaOH}$  5M và khuấy trộn bằng máy khuấy từ ở  $80^\circ\text{C}$ . Thêm 5g biochar chưa biến tính và cho từ từ dung dịch  $\text{NaOH}$  5M vào hỗn hợp đến  $\text{pH}=7$ . Tiếp theo, hỗn hợp được quay ly tâm với tốc độ 3000 vòng/phút trong 10 phút để tách lấy chất

rắn. Phần chất rắn được sấy ở 70°C trong 24 giờ để thu được biochar từ tính (biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>).

### 2.3. Đặc trưng cấu trúc vật liệu

Các phương pháp phân tích hóa lý hiện đại được sử dụng để nghiên cứu đặc trưng bề mặt vật liệu như: Phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD- D8 Advance, hãng Bruker); phương pháp hiển vi điện tử quét SEM (S4700, Hitachi); phương pháp tán xạ năng lượng tia X – EDX (Hitachi S-4700 SEM tích hợp phổ tán xạ năng lượng tia X); phương pháp FT-IR (IR Affinity-1S, Shimadzu) và phương pháp Brunauer–Emmett–Teller (BET) trên máy TriStar II Plus, hãng Micromeritics Instrument Corporation, Mỹ.

*Xác định điểm đẳng điện của vật liệu:* Chuẩn bị 25 mL dung dịch NaNO<sub>3</sub> 0,1M, điều chỉnh pH của dung dịch NaNO<sub>3</sub> từ pH = 2 đến pH = 12 bằng các dung dịch HNO<sub>3</sub> 0,1M và NaOH 0,1M. Thêm 0,025 g biochar từ tính vào 25mL dung dịch NaNO<sub>3</sub> ở các pH khác nhau, lắc với tốc độ 150 vòng/phút trong 3 giờ và lọc lấy dung dịch để đo lại giá trị pH của dung dịch (pH<sub>i</sub>). Chênh lệch giữa pH ban đầu (pH<sub>i</sub>) và pH cân bằng (pH<sub>f</sub>) là pH<sub>i</sub> – pH<sub>f</sub> = ΔpH, vẽ đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của ΔpH vào pH, giao điểm giữa ΔpH và trục pH cho điểm đẳng điện (pH<sub>pzc</sub>) của vật liệu.

### 2.4. Nghiên cứu ảnh hưởng của các điều kiện phản ứng đến hiệu suất xử lý phẩm nhuộm xanh methylen

#### *Ảnh hưởng của thời gian phản ứng*

Cân 0,02 g vật liệu biochar từ tính vào 25 mL dung dịch xanh methylen nồng độ 20 mg/L. Tiếp theo, hỗn hợp được lắc liên tục với tốc độ 150 vòng/phút trên máy lắc IKA model KS 260 basic với các khoảng thời gian 30, 60, 90, 120, 150, 180, 210, 240 phút ở điều kiện nhiệt độ phòng và pH khoảng 7. Lọc lấy dung dịch và xác định nồng độ xanh methylen còn lại trong dung dịch bằng phương pháp quang, trên máy UV – Vis, model Carry 100, hãng Agilent, Mỹ.

#### *Ảnh hưởng của pH*

Cân 0,02 g vật liệu biochar từ tính vào 25 mL dung dịch xanh methylen nồng độ 20 mg/L, lắc với tốc độ 150 vòng/phút sử dụng máy lắc với thời gian là thời gian đạt cân bằng hấp phụ đã xác định ở trên tại nhiệt độ phòng và pH của dung dịch được điều chỉnh từ 3 đến 10. Lọc lấy dung dịch và xác định nồng độ xanh methylen còn lại.

#### *Ảnh hưởng của khối lượng chất hấp phụ*

Thực hiện các thí nghiệm tương tự như các phần trên với thời gian là thời gian đạt cân bằng hấp phụ, pH tối ưu đã xác định được ở phần trên và điều chỉnh khối lượng biochar từ tính bằng 0,01; 0,02; 0,03; 0,05 và 0,1g.

#### *Ảnh hưởng của nồng độ chất ô nhiễm*

Các thí nghiệm được tiến hành tương tự như phần nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian, pH, khối lượng chất hấp phụ; tuy nhiên nồng độ của dung dịch xanh methylen được thay đổi từ 5 đến 40 mg/L và quá trình hấp phụ được thực hiện đến thời gian đạt cân bằng hấp phụ, pH tối ưu và lượng chất hấp phụ tối ưu đã xác định được ở các phần nghiên cứu trước.

### 2.5. Xác định nồng độ xanh methylen trong nước và tính hiệu suất xử lý

*Xây dựng đường chuẩn xác định nồng độ xanh methylen trong nước:* Pha các dung dịch xanh methylen với khoảng nồng độ trong khoảng 1 đến 25 mg/L. Đo mật độ quang các dung dịch xanh methylen trên máy UV – VIS (model Carry 100, hãng Agilent, Mỹ) tại bước sóng 665 nm.

Kết quả cho thấy sự phụ thuộc của nồng độ xanh methylen vào độ hấp thụ quang trong dung dịch tuân theo phương trình đường thẳng  $y = 0,1803x + 0,364$ , với hệ số hồi quy  $R^2 = 0,9995$ .

*Hiệu suất xử lý của quá trình được xác định theo công thức:*

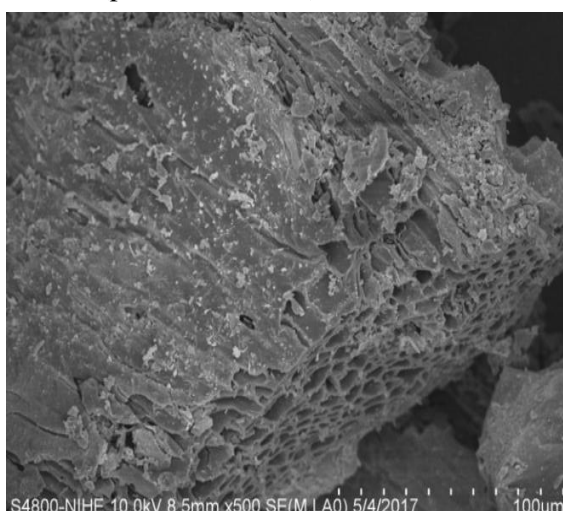
$$H(\%) = \frac{C_o - C_t}{C_o} \times 100\%$$

trong đó: **H** là hiệu suất xử lý (%); **C<sub>o</sub>** là nồng độ xanh methylen ban đầu (mg/L); **C<sub>t</sub>** là nồng độ xanh methylen tại thời gian phản ứng t (mg/L).

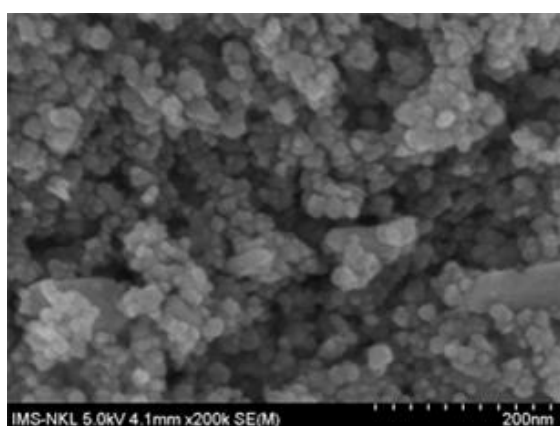
### 3. Kết quả và thảo luận

#### 3.1. Đặc trưng cấu trúc vật liệu

Kết quả chụp ảnh SEM bề mặt của vật liệu biochar được thể hiện trên Hình 1. Các kết quả thu được cho thấy vật liệu biochar chưa biến tính tương đối xốp, các mao quản nằm song song và xếp sát nhau với đường kính các mao quản khá đồng đều. Trên bề mặt của biochar có xuất hiện tập hợp các hạt nhỏ được xác định là  $\text{SiO}_2$  từ vỏ trấu thô (phổ EDX Hình 3).



Hình 1a. Ảnh SEM của biochar chưa biến tính.



Hình 1b. Ảnh SEM của vật liệu biochar- $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

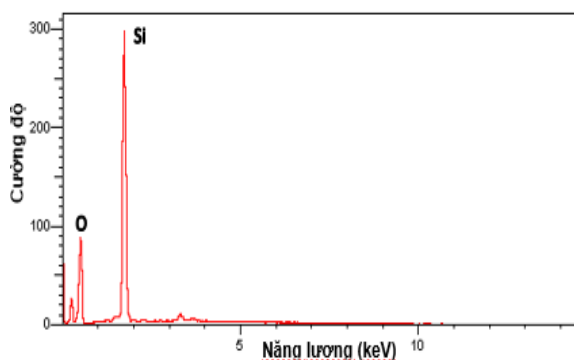
Kết quả chụp ảnh SEM bề mặt của vật liệu biochar từ tính cho thấy hầu như không có sự thay đổi về cấu trúc lỗ xốp của biochar, tuy nhiên

đã xuất hiện nhiều tập hạt nano trên bề mặt hơn (Hình 1b). Các hạt này được xác định chủ yếu là  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Hình 2b).

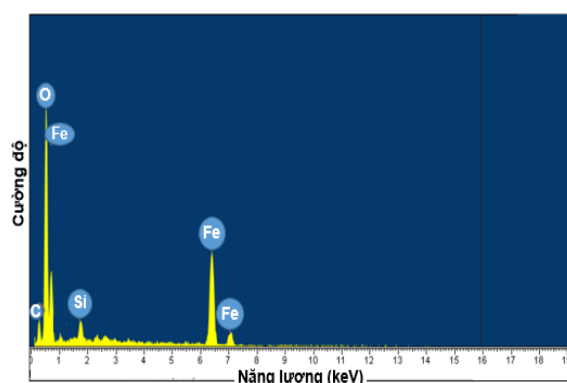
Kích thước của các hạt oxit kim loại này cùng thành phần hóa học của chúng sẽ được làm rõ trong các phần tiếp theo của bài báo sử dụng các phương pháp phân tích bề mặt như EDX, XRD và IR.

#### Kết quả EDX

Kết quả phân tích thành phần nguyên tố cho thấy biochar chưa biến tính chứa chủ yếu ba nguyên tố Si, O, C từ  $\text{SiO}_2$ , các nhóm chức (CO, HO-, COO-) và khung cacbon của vật liệu biochar trong khi vật liệu biochar biến tính cho thấy sự xuất hiện của nguyên tố Fe trong hỗn hợp oxit sắt bên cạnh các nguyên tố C, O trên khung biochar và Si trong  $\text{SiO}_2$  vẫn tồn tại do khó bị hòa tan bởi các axit thông thường (Hình 2).



Hình 2a. Phổ EDX của vật liệu biochar chưa biến tính.



Hình 2b. Phổ EDX của vật liệu biochar- $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

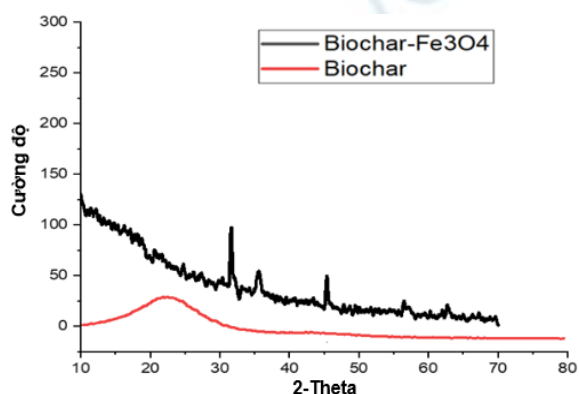
Cụ thể, vật liệu biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> có tỷ lệ phần trăm khối lượng O, C, Na, Si, Fe lần lượt là 38,6; 9,4; 1,6; 1,8; và 48,6% (Bảng 1).

Bảng 1. Kết quả phân tích phần trăm nguyên tố trong các vật liệu tính theo EDX.

STT	Nguyên tố	% Khối lượng		% Nguyên tố	
		Biochar	B-Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Biochar	B-Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
1	O	43,3	38,6	45,2	57,0
2	C	18,2	9,4	20,1	18,5
3	Na	0,89	1,6	1,01	1,5
4	Si	36,4	1,8	32,4	1,6
5	Fe	1,21	48,6	1,29	20,7
	Tổng	100	100	100	100

\* B-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>: Biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

### Kết quả nhiễu xạ tia X (XRD)

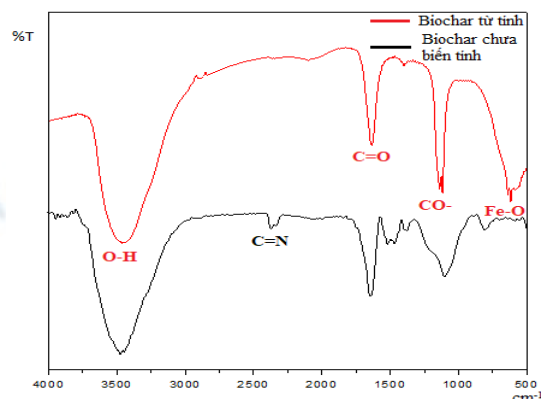


Hình 3. Giảm đồ XRD của vật liệu composite biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Hình 3 biểu diễn kết quả phân tích nhiễu xạ tia X của vật liệu biochar từ tính. Vật liệu biochar từ tính cho các pic nhiễu xạ đặc trưng tại các góc 2θ = 21,1; 30,3; 35,6; 45,1, 56,9 và 63 (JCPDS Card No. 19-629). Các pic này lần lượt tương ứng với các mặt phẳng (1 1 1), (2 2 0), (3 1 1), (4 0 0), (4 2 2), (5 1 1), và (4 4 0). Pic có cường độ thấp tại góc 2θ = 26,2, tương ứng với mặt phẳng (0 0 2) được cho là của các vi tinh thể của cacbon cấu trúc graphite có trong biochar [6]. Kích thước trung bình của các hạt oxit sắt tính theo công thức Debye-Scherrer là khoảng 15 nm.

### Kết quả phổ FT – IR

Kết quả phổ FT-IR của biochar từ tính cho thấy có sự tồn tại của các nhóm chức trên bề mặt biochar và của Fe-O. Cụ thể, dao động ở quanh vị trí 586cm<sup>-1</sup> là do liên kết Fe-O [7], trong khi dao động tại bước sóng 3434 cm<sup>-1</sup> là dao động của nhóm O-H trên bề mặt biochar và hơi nước hấp phụ trên bề mặt vật liệu.



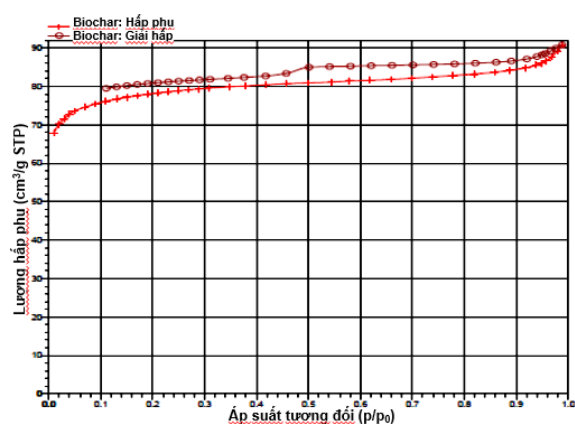
Hình 4. Phổ FT – IR của vật liệu biochar từ tính và biochar chưa biến tính.

Liên kết este C=O, vòng thơm CO- có đặc trưng dao động tại bước sóng 1635 cm<sup>-1</sup> và 1101 cm<sup>-1</sup>, liên kết C=N có đặc trưng dao động tại bước sóng 2360 cm<sup>-1</sup> [8,9].

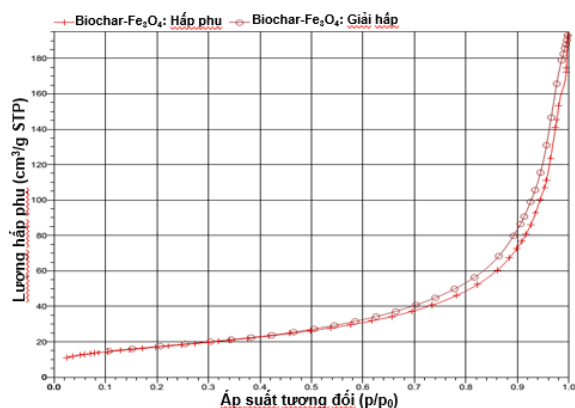
Việc hình thành oxit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> và liên kết của nó với bề mặt biochar đã được nghiên cứu và thảo luận trong một số nghiên cứu trước [10,11]. Trước tiên, bề mặt biochar sẽ tạo các tâm giúp hình thành các oxit trong quá trình xử lý hỗ trợ Fe<sup>2+</sup> và Fe<sup>3+</sup> bằng dung dịch NaOH. Trong quá trình này có sự hình thành các liên kết giữa các oxit sắt và bề mặt biochar thông qua các nhóm chức –OH và –COOH thông qua cầu nối oxo, sau đó các oxit FeO và Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bị giữ lại trên bề mặt của biochar. Liên kết giữa biochar và oxit sắt từ có thể được biểu diễn như sau biochar-O-FeO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Liên kết giữa oxo trên bề mặt của biochar với các oxit sắt kết hợp với hiệu ứng coulomb và hiệu ứng khóa cơ học giữa các pha và liên kết hydro (ví dụ giữa Fe-OH trên bề mặt các oxit sắt và C-OH trên bề mặt biochar) càng làm bền liên kết giữa oxit sắt từ và biochar [11].

### 3.2. Kết quả đo diện tích bề mặt riêng theo BET

Kết quả nghiên cứu diện tích bề mặt riêng của vật liệu biochar và biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> theo phương pháp BET cho thấy, đường đẳng nhiệt hấp phụ-khử hấp phụ nitơ của hai loại vật liệu này thuộc kiểu thứ V. Vật liệu biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> có vòng trễ dạng H3 (theo phân loại của IUPAC), đặc trưng cho vật liệu có mao quản trung bình và tương ứng với sự phân bố kích thước mao quản Barret-Joyner-Halenda (BJH). Vật liệu biochar có vòng trễ, đặc trưng cho vật liệu mao quản Hình khe (Hình 5a).



Hình 5a. Đường cong hấp phụ-giải hấp phụ N<sub>2</sub> tại 77K của vật liệu biochar chưa biến tính.



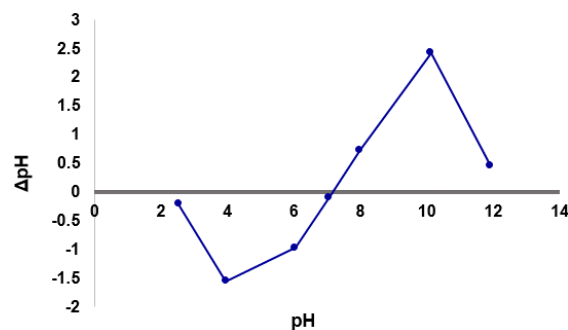
Hình 5b. Đường cong hấp phụ-giải hấp phụ N<sub>2</sub> tại 77K của vật liệu biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Hình 5b cũng cho thấy, đường giải hấp của biochar chưa biến tính và biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tương đối mịn, trong đó, đặc biệt vật liệu biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> có đường cong giải hấp phụ- khử hấp phụ đẳng

nhệt bắt đầu ngưng tụ ở áp suất tương đối P/P<sub>0</sub> trong khoảng rộng (0,1-1,0), chứng tỏ vật liệu có đường kính mao quản tương đối lớn. Trong khi đó vật liệu biochar chưa biến tính có đường giải hấp không có sự đóng vòng kín tại áp suất tương đối P/P<sub>0</sub> trong khoảng < 0,1 điều này cho thấy ngoài hạt có đường kính mao quản lớn trong vật liệu còn có xuất hiện các đường kính mao quản nhỏ (vi mao quản). Kết quả đo diện tích bề mặt riêng và kích thước mao quản của hai vật liệu như sau: biochar chưa biến tính có diện tích bề mặt riêng là 138 m<sup>2</sup>/g; kích thước mao quản từ 1,7 nm đến 300 nm; thể tích mao quản: 0,20 cm<sup>3</sup>/g, đường kính mao quản trung bình: 5,5 nm. Vật liệu biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> có diện tích bề mặt riêng đạt 62,1 m<sup>2</sup>/g; kích thước mao quản từ 1,7 nm đến 300 nm; thể tích mao quản: 0,024 cm<sup>3</sup>/g, đường kính mao quản trung bình đạt 17,2 nm.

### 3.3. Kết quả xác định điểm đẳng điện

Kết quả thu được chỉ ra rằng, điểm đẳng điện của vật liệu biochar từ tính là tại pH7. Như vậy, bề mặt vật liệu sẽ tích điện dương trong các dung dịch có pH nhỏ hơn 7 và tích điện âm trong các dung dịch có pH lớn hơn 7.



Hình 6. Đồ thị xác định điểm đẳng điện của vật liệu biochar-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Việc xác định điểm đẳng điện của vật liệu composite đã tổng hợp cho phép giải thích ảnh hưởng của pH đến hiệu quả xử lý xanh methylen trong phần tiếp theo của bài báo.

Do hạn chế về điều kiện thực nghiệm, trong nghiên cứu này các thông số về Độ từ hóa (magnetization) như Lực kháng từ H<sub>c</sub> (coercivity), Từ trễ (magnetic hysteresis) của vật liệu biochar từ tính không được xác định. Tuy