



# Tạp chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ

## Phần A: Khoa học Tự nhiên, Công nghệ và Môi trường

website: sj.ctu.edu.vn



DOI:10.22144/ctu.jvn.2020.048

## TỔNG HỢP SỢI NANO CARBON/ZnO BẰNG KỸ THUẬT QUAY ĐIỆN HÓA

Văn Phạm Đan Thủy<sup>1</sup>, Phạm Văn Toàn<sup>2</sup>, Đặng Huỳnh Giao<sup>1</sup> và Đoàn Văn Hồng Thiện<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Bộ môn Công nghệ Hóa học, Trường Đại học Cần Thơ

<sup>2</sup>Bộ môn Công nghệ Môi trường, Trường Đại học Cần Thơ

\*Người chịu trách nhiệm về bài viết: Đoàn Văn Hồng Thiện (email: dvhthien@ctu.edu.vn)

### Thông tin chung:

Ngày nhận bài: 30/05/2020

Ngày nhận bài sửa: 12/06/2020

Ngày duyệt đăng: 29/06/2020

### Title:

Fabrication of carbon/ZnO nanofibers by an electrospinning technique

### Từ khóa:

Carbon, quay điện hóa, sợi nano, ZnO

### Keywords:

Carbon, electrospinning, nanofibers, zinc oxide

### ABSTRACT

The purpose of this study was to prepare ZnO nanofibers based on carbon with precursors of polyvinyl pyrrolidone (PVP) and zinc nitrate ( $Zn(NO_3)_2$ ) by an electrospinning method. The electrospinning parameters of PVP/ $Zn(NO_3)_2$  were investigated, including the concentration of PVP, amount of  $Zn(NO_3)_2$ , applied voltage, and flow rate. The morphology of electrospun nanofibers was observed under a scanning electron microscope (SEM). At the optimum condition, the electrospun PVP/ $Zn(NO_3)_2$  nanofibers were calcined in nitrogen at 500°C for 1 hour to convert ZnO nanoparticles based on carbon fibers. The morphology and size of ZnO nanoparticles based on carbon nanofibers were determined by a transmission electron microscope (TEM). The formation of ZnO crystals in the ZnO/carbon fibers was determined by Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) and X-ray diffraction (XRD). Thus, ZnO nanoparticles based on carbon fibers were successfully prepared.

### TÓM TẮT

Nghiên cứu này nhằm tổng hợp nano ZnO trên nền sợi carbon từ tiền thân sợi nano PVP/ $Zn(NO_3)_2$  bằng phương pháp quay điện hóa. Các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình tạo sợi nano PVP/ $Zn(NO_3)_2$  bằng electrospinning đã được khảo sát: nồng độ polyvinyl pyrrolidone (PVP), hàm lượng muối  $Zn(NO_3)_2$ , hiệu điện thế và lưu lượng dòng dung dịch. Từ đó, chọn mẫu sợi phù hợp thông qua quan sát bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM) và tiến hành nung sợi trong điều kiện khí  $N_2$  ở 500°C trong 1 giờ tạo hạt nano ZnO trên nền sợi carbon. Kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM) được sử dụng để xác định hình dáng và kích thước hạt nano ZnO trên nền sợi carbon. Sự có mặt của tinh thể ZnO trong cấu trúc sợi carbon được xác định bằng phổ hồng ngoại FT-IR và nhiễu xạ tia X (XRD). Vì vậy, nano ZnO trên nền sợi carbon đã được điều chế thành công.

Trích dẫn: Văn Phạm Đan Thủy, Phạm Văn Toàn, Đặng Huỳnh Giao và Đoàn Văn Hồng Thiện, 2020. Tổng hợp sợi nano carbon/ZnO bằng kỹ thuật quay điện hóa. Tạp chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ. 56(3A): 1-8.

## 1 GIỚI THIỆU

Trong nhiều năm gần đây, sợi nano carbon (CNFs) đã và đang được sử dụng rộng rãi nhờ khả năng dẫn điện và vận chuyển linh hoạt các electron theo chiều dài sợi của nó (Mu *et al.* 2011). Bên cạnh đó, vật liệu nano ZnO cũng thu hút sự chú ý nghiên cứu của nhiều nhà khoa học bởi các tính chất đặc biệt như tính dị hướng về điện và quang, tính di động của các electron cao trong cấu trúc Wurtzite của nó (Park *et al.* 2009; Ren *et al.* 2009; Mu *et al.* 2011). Với độ rộng vùng cấm 3,37 eV và năng lượng liên kết lớn 60 meV, ZnO trở thành một trong những vật liệu dày hứa hẹn có ứng dụng trong quang điện và xúc tác mạnh mẽ (Yi *et al.* 2005; Wu *et al.* 2008; Guo *et al.* 2010; Mu *et al.* 2011; Saidin *et al.* 2017). Người ta đã chứng minh việc kết hợp một oxit kim loại vào sợi nano carbon giúp tăng cường cấu trúc và nâng cao hiệu quả trong xúc tác quang, pin mặt trời, cảm biến khí hay hấp thụ,...(Wu *et al.* 2008; Zhang *et al.* 2009; Guo *et al.* 2010; Mu *et al.* 2011; Li *et al.* 2019). Do đó, việc nghiên cứu tổng hợp sợi nano carbon/ZnO kiểm soát hình thái và kích thước là cần thiết vì nó quyết định tính chất của vật liệu tạo thành.

Một trong những kỹ thuật tạo thành công sợi nano carbon (CNFs) có ứng dụng rộng rãi là kỹ thuật electrospinning. Electrospinning là kỹ thuật đơn giản sử dụng lực điện trường để kéo dung dịch polymer có độ nhớt nhất định thành sợi và linh hoạt điều chỉnh các yếu tố ảnh hưởng (Greiner *et al.* 2007; Sill *et al.* 2008; Bhardwaj *et al.* 2010; Pascariu *et al.* 2019). Sợi tạo thành từ kỹ thuật electrospinning kiểm soát được chiều hướng sợi và đường kính sợi có thể giảm tối kích thước nanomet (Li *et al.* 2004; Sill and von Recum 2008; Ren *et al.* 2009; Guo *et al.* 2010; Pakravan *et al.* 2011). Cấu tạo của thiết bị electrospinning gồm ba bộ phận chính: nguồn cung cấp điện thế cao, bộ thu sợi và bơm ống tiêm. Kỹ thuật này sử dụng hiệu điện thế một chiều trong khoảng từ 5-30 kV. Ống tiêm chứa dung dịch polymer được gắn cố định với khoảng cách phù hợp từ đầu kim đến bộ thu sợi (Li and Xia 2004). Cực dương của nguồn được nối với đầu kim và đầu trung tính được nối với tấm nhôm đóng vai trò là bộ phận thu sợi. Dòng dung dịch polymer tại đầu kim ống tiêm sẽ chịu tác dụng của ba lực: lực điện trường, lực đẩy Coulomb của các điện tích trong dòng polymer, sức căng bề mặt. Kết quả tương tác giữa các lực này sẽ hình thành nón Taylor (Taylor cone). Nón Taylor có tác dụng ổn định dòng và tạo sợi polymer sau khi dung môi bay hơi (Li and Xia 2004). Quá trình electrospinning

phụ thuộc vào các yếu tố chính: lực điện trường (hiệu điện thế), lưu lượng dòng dung dịch, nồng độ polymer, lượng muối thêm vào.

Nhiều nghiên cứu trước đây sử dụng kỹ thuật electrospinning tạo thành công sợi nano bằng việc kết hợp một polymer với một muối, oxit kim loại hay kim loại để tăng đặc tính sợi của vật liệu composite (Wu *et al.* 2008; Park *et al.* 2009; Ren *et al.* 2009; Guo *et al.* 2010; Mali *et al.* 2013; Saidin *et al.* 2017; Li *et al.* 2019; Selvaraj *et al.* 2020). Đa số các nghiên cứu về vật liệu nano ZnO thường sử dụng polymer là PVP, polyvinyl alcohol (PVA) hoặc polyacrylonitril (PAN) kết hợp với muối hữu cơ kẽm acetate để tạo sợi nano ZnO bằng phương pháp electrospinning và kết hợp nhiệt phân để tạo sợi carbon/ZnO với đường kính trung bình khoảng 180 - 200 nm (Wu *et al.* 2008; Guo *et al.* 2010; Saidin *et al.* 2017). Trong nghiên cứu này, việc kết hợp PVP với muối Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> để tạo sợi nano PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> bằng kỹ thuật electrospinning. Sợi nano PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> sẽ được carbon hóa và xử lý nhiệt trong điều kiện khí N<sub>2</sub> tạo hạt ZnO trên nền sợi carbon. Nano ZnO trên nền sợi carbon đã được điều chế thành công.

## 2 HÓA CHẤT VÀ PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM

### 2.1 Hóa chất

Polyvinyl pyrrolidone (PVP, M<sub>w</sub> = 40 kDa) được mua từ công ty Sigma Aldrich (Mỹ). Zincnitrat hexahydrat (Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6.H<sub>2</sub>O) và ethanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH; 99,5%) mua từ công ty Xilong Scientific (Trung Quốc).

### 2.2 Phương pháp thí nghiệm

#### 2.2.1 Khảo sát các yếu ảnh hưởng đến quá trình tạo sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> bằng phương pháp quay điện hóa

##### Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ PVP

Hòa tan 30%, 40% và 50% (nồng độ % khói lượng trên thể tích) PVP trong ethanol ở nhiệt độ phòng rồi khuấy trong 30 phút để tạo thành dung dịch PVP. Thêm 0,2 g muối Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> vào dung dịch PVP và tiếp tục khuấy trong 5 giờ để dung dịch đồng nhất. Hỗn hợp dung dịch sau khi khuấy được để yên trong 1 giờ để loại bỏ khí trước khi tiến hành thí nghiệm tạo sợi bằng kỹ thuật electrospinning. Các yếu tố khác của kỹ thuật electrospinning được giữ cố định: lưu lượng dung dịch polymer là 0,3 mL/h, hiệu điện thế giữa hai điện cực là 16 kV, khoảng cách 2 điện cực là 12 cm.

### *Khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng muối Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>*

Hòa tan PVP trong ethanol (nồng độ phù hợp đã khảo sát) trong 30 phút tạo thành dung dịch PVP. Tiếp đó, hàm lượng muối Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> được khảo sát lần lượt là 0,2 g; 0,24 g; 0,28 g thêm vào dung dịch PVP và khuấy trong 5 giờ để dung dịch đồng nhất. Hỗn hợp dung dịch sau khuấy để yên 1 giờ để loại bỏ khí. Các yếu tố của quá trình electrospinning vẫn được giữ cố định với lưu lượng dung dịch polymer là 0,3 mL/h, hiệu điện thế giữa hai điện cực là 16 kV, khoảng cách 2 điện cực là 12 cm.

### *Khảo sát ảnh hưởng của hiệu điện thế (điện trường)*

Sau khi đã xác định được yếu tố dung dịch thích hợp cho tạo sợi bằng electrospinning, tiến hành khảo sát yếu tố về thiết bị tạo sợi. Điện trường với các giá trị 1 kV/cm, 1,33 kV/cm và 1,67 kV/cm được tạo sợi bằng kỹ thuật electrospinning. Lưu lượng dung dịch vẫn giữ cố định ở 0,3 mL/h.

### *Khảo sát ảnh hưởng của lưu lượng dòng dung dịch:*

Lưu lượng dung dịch với các giá trị 0,2 mL/h; 0,3 mL/h và 0,4 mL/h được sử dụng để tạo sợi bằng kỹ thuật electrospinning. Các yếu tố ảnh hưởng khác được giữ cố định: hiệu điện thế giữa hai điện cực là 16 kV, khoảng cách 2 điện cực là 12 cm.

### *2.2.2 Điều chế sợi nano carbon/ZnO bằng phương pháp carbon hóa và nhiệt phân*

Sợi nano PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> điều chế ở điều kiện thích hợp được carbon hóa và nhiệt phân bằng nhiệt để tạo nano ZnO trên nền sợi carbon. Thiết bị nhiệt phân Yamada Denki, Nhật Bản (Model VMF165) được sử dụng dưới điều kiện khí N<sub>2</sub> và gia nhiệt ở 500°C trong 1 giờ.

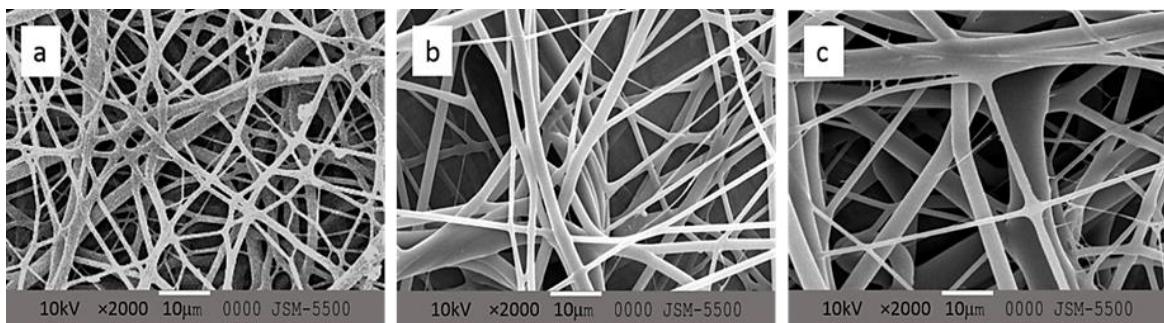
### *2.2.3 Phân tích tính chất đặc trưng của sợi*

Sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> tạo thành bằng phương pháp electrospinning được đem đi phân tích đặc tính về hình dáng và kích thước sợi dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM, JSM 5500) để chọn điều kiện thích hợp. Thành phần nhóm chức và liên kết của sợi sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> và sợi ZnO/carbon được xác định bằng phổ hồng ngoại (FT-IR, NICOLET 6700). Vật liệu nano ZnO trên nền sợi carbon tạo thành sau khi nung tiếp tục tiến hành quan sát dưới ánh hiển vi điện tử truyền qua (TEM, JEM 1400) để xác định đặc tính bên trong vật liệu. Phân tích nhiễu xạ X với góc 2θ từ 10° – 80° (XRD, Burker D8 Advance, Cu Kα λ = 0,15406 nm hoạt động ở 40 kV/40 mA) để xác định cấu trúc pha cũng như sự hình thành ZnO của vật liệu sợi nano carbon/ZnO.

## 3 KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

### 3.1 Các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình tạo sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

Ảnh hưởng của nồng độ PVP đến quá trình tạo sợi



**Hình 1: Ảnh SEM của sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> với nồng độ PVP khác nhau: a) 30%; b) 40%; c) 50%**

Hình 1 là ảnh SEM của sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> với hàm lượng PVP khác nhau được điều chế bằng phương pháp electrospinning. Khi tăng dần nồng độ PVP từ 30% đến 50%, đường kính sợi tạo thành cũng tăng theo và xuất hiện các liên kết chéo tạo mảng tại các vị trí tiếp xúc nhau. Đặc biệt, Hình 1b với nồng độ PVP 40% đã cho kết quả tạo sợi khá đồng đều với đường kính trung bình là 1,3 μm.

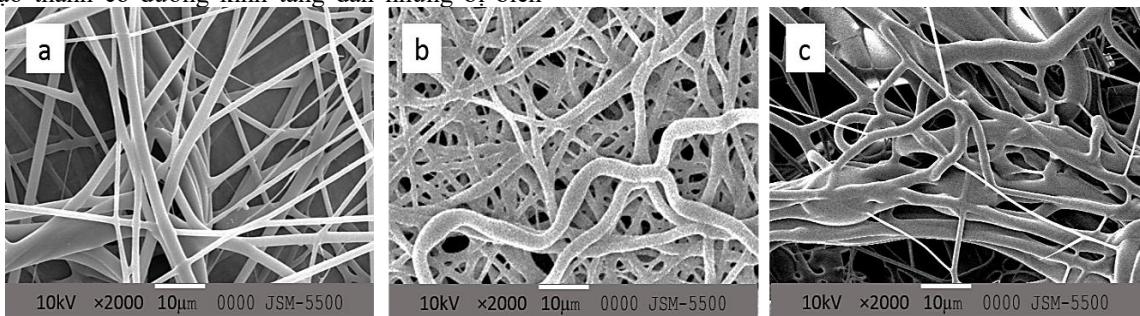
Ngoài ra, ở hàm lượng PVP thấp và cao cho sợi có xu hướng tạo mảng và nhiều giọt đính trên sợi. Điều đó có thể giải thích do độ nhớt của dung dịch polymer có ảnh hưởng đến đường kính sợi tạo thành. Ở nồng độ polymer thấp, độ nhớt của dung dịch thấp và khả năng liên kết yếu. Do đó, sợi tạo thành dễ bị đứt quãng và hạt nhỏ cũng được hình thành. Ở nồng độ polymer cao, độ nhớt của dung

dịch cao nên làm tăng đường kính sợi và tạo sợi có đường kính không đồng nhất. Vì vậy, nồng độ PVP được chọn là 40% phù hợp với dung dịch kéo sợi.

### 3.1.1 Ảnh hưởng của hàm lượng $Zn(NO_3)_2$ đến quá trình tạo sợi

Hình 2 là ảnh SEM của sợi PVP/ $Zn(NO_3)_2$  với hàm lượng muối  $Zn(NO_3)_2$  khác nhau được điều chế bằng phương pháp electrospinning. Khi tăng hàm lượng muối  $Zn(NO_3)_2$  từ 0,2 g đến 0,28 g, sợi tạo thành có đường kính tăng dần nhưng bị biến

dạng về hình thái. Với hàm lượng muối 0,2 g (Hình 2a), sợi thu được là khá rõ nét và liên tục. Khi tăng hàm lượng muối trong dung dịch polymer, tính chất thay đổi dẫn đến hình thái sợi cũng đã thay đổi. Trong nghiên cứu này, hàm lượng muối  $Zn(NO_3)_2$  tăng thì kích thước sợi cũng tăng theo. Vì vậy, hàm lượng 0,2 g muối  $Zn(NO_3)_2$  là tốt nhất với dung dịch tạo sợi bằng kỹ thuật electrospinning.

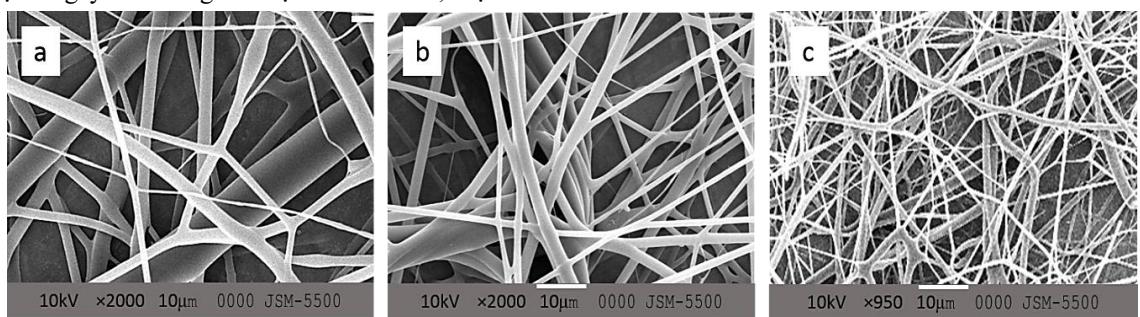


**Hình 2:** Ảnh SEM của sợi PVP/ $Zn(NO_3)_2$  với hàm lượng muối  $Zn(NO_3)_2$  khác nhau: a) 0,2 g; b) 0,24 g; c) 0,28 g

### 3.1.2 Ảnh hưởng của điện thế (điện trường) đến quá trình tạo sợi

Hình 3 là ảnh SEM của sợi PVP/ $Zn(NO_3)_2$  khi thay đổi các giá trị điện thế trong kỹ thuật electrospinning. Khi tăng điện thế (điện trường), đường kính sợi thu được có xu hướng giảm đi, sợi bị đứt gãy và không liên tục. Ở Hình 3b, điện thế

sử dụng là 1,33 kV/cm, hình thái sợi được thể hiện rõ rệt có kích thước đồng nhất và đường kính tương đối nhỏ. Khi tăng hiệu điện thế sử dụng lên, lực điện trường và lực Coulomb tăng lên làm sợi bị đứt quãng. Vì vậy, điện thế sử dụng là 1,33 kV/cm được chọn để khảo sát ảnh hưởng của các yếu tố khác nhau.

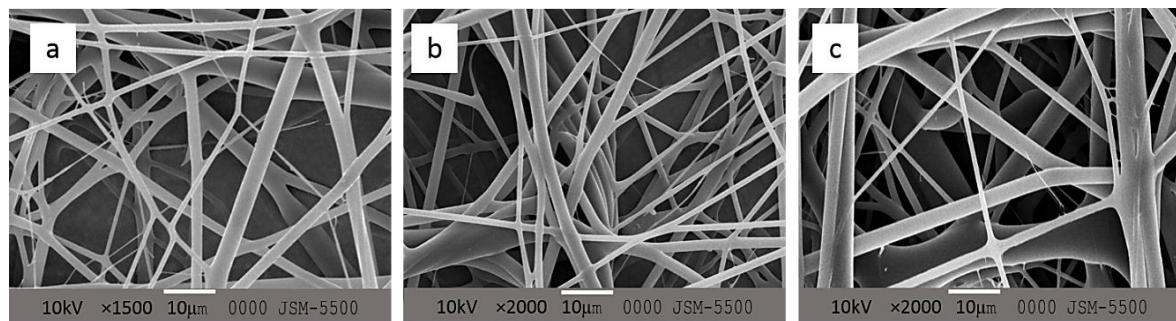


**Hình 3:** Ảnh SEM của sợi PVP/ $Zn(NO_3)_2$  với hiệu điện thế thay đổi: a) 1 kV/cm; b) 1,33 kV/cm; c) 1,67 kV/cm

### 3.1.3 Ảnh hưởng của lưu lượng dòng dung dịch

Hình 4 là ảnh SEM của sợi PVP/ $Zn(NO_3)_2$  với lưu lượng dòng dung dịch khác nhau được điều chế bằng phương pháp electrospinning. Khi tăng lưu lượng dòng dung dịch từ 0,2 - 0,4 mL/h, đường kính sợi cũng tăng lên đáng kể. Quan sát thấy, sợi thu được ở Hình 4a và 4c có sự chênh lệch kích thước rõ rệt và sợi không đồng đều. Đặc biệt, mẫu

sợi ở Hình 4b cho thấy sợi liên tục và đường kính sợi trung bình vào khoảng 1,3  $\mu m$  được thu nhận. Lưu lượng dòng có ảnh hưởng trực tiếp đến sự hình thành Taylor cone. Lưu lượng dòng nhỏ hoặc cao sẽ tạo Taylor cone không ổn định làm cho sợi thu được không đồng đều. Vì vậy, lưu lượng dòng dung dịch 0,3 mL/h là phù hợp với dung dịch tạo sợi bằng kỹ thuật electrospinning.



**Hình 4:** Ảnh SEM của sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> với lưu lượng dòng dung dịch thay đổi: a) 0,2 mL/h; b) 0,3 mL/h; c) 0,4 mL/h

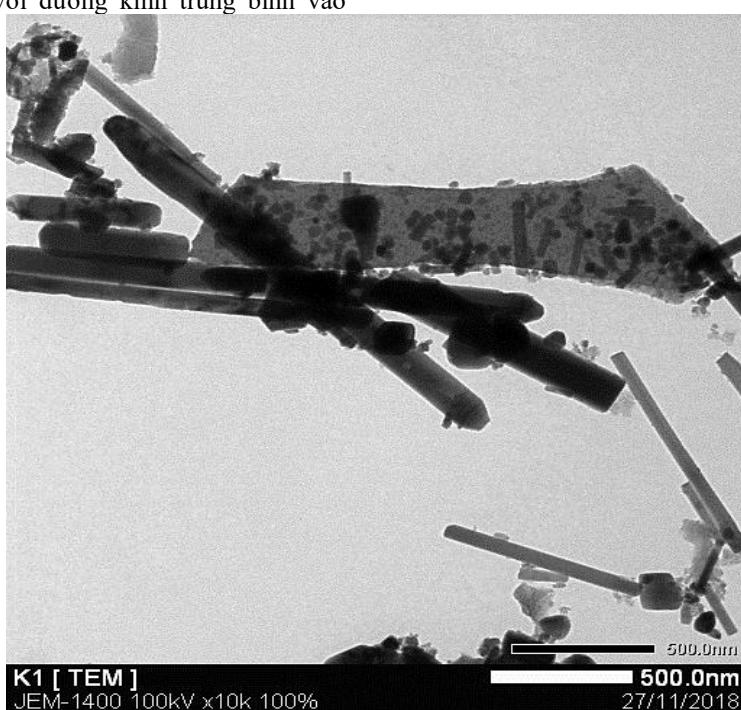
Qua kết quả khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến hình thái sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> được điều chế bằng phương pháp electrospinning, điều kiện thích hợp cho mẫu sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> phù hợp nhất là: nồng độ PVP là 40%, hàm lượng muối Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> là 0,2 g ứng với 40% hàm lượng polymer sử dụng, hiệu điện thế là 1,33 kV/cm và lưu lượng dòng dung dịch tương ứng 0,3 mL/h.

### 3.2 Đặc tính sợi nano carbon/ZnO

#### 3.2.1 Hình dáng và kích thước sợi nano carbon/ZnO

Hình 5 là ảnh TEM của nano ZnO trên nền sợi carbon được điều chế bằng phương pháp carbon hóa. Ảnh TEM cho thấy sợi nano carbon có dạng ống hình trụ dài với đường kính trung bình vào

khoảng 120 nm. Các hạt nano ZnO phân tán khắp nơi trên bề mặt sợi carbon với các hình thái lớn nhỏ khác nhau, có đường kính trung bình khoảng 20 - 30 nm. Kết quả này tương tự với nghiên cứu trước đây về việc tạo sợi bằng kỹ thuật electrospinning với các tiền chất polymer PVP và muối zinc acetate. Sợi tạo thành được carbon hóa ở 520°C trong 1 giờ cho sợi có đường kính 180 nm (Guo, et al. 2010). Hơn nữa, kết quả cũng tương thích với nghiên cứu trước đây về việc sử dụng tiền chất PVA và zinc acetate. Đường kính sợi sau nung ở 700°C trong 6 giờ là 232 nm (Ren, et al. 2009). Vì vậy, sợi nano carbon/ZnO đã được điều chế với hình dáng và kích thước tương tự với các nghiên cứu trước đây.

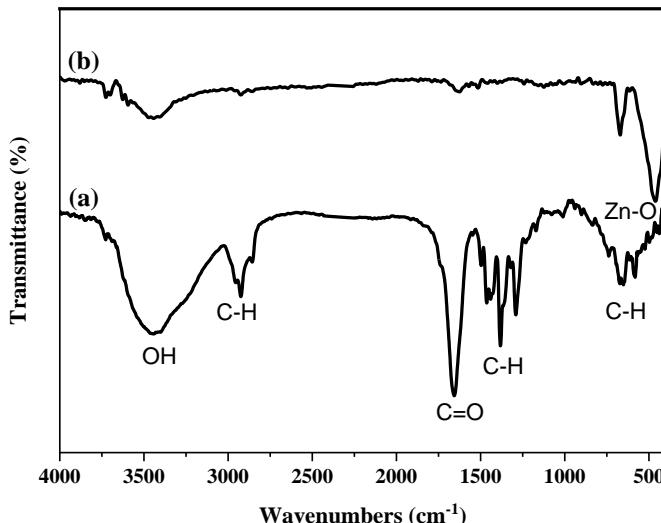


**Hình 5:** Ảnh TEM của nano ZnO trên nền sợi carbon

### 3.2.2 Liên kết hóa học và nhóm chức của sợi

Liên kết hóa học và nhóm chức đặc trưng của sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> và sợi carbon/ZnO được xác định bằng máy quang phổ hồng ngoại FT-IR. Hình 6 là ảnh phổ FT-IR của sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> và sợi nano carbon/ZnO. Các nhóm chức đặc trưng C=O, C-H, O-H, C-C, và Zn-O được hình thành. Ở Hình 6A, đỉnh rộng 3447 cm<sup>-1</sup> là dao động đặc trưng của

nhóm hydroxyl (-OH) do sự hấp thụ mạnh nước và ethanol của PVP, đỉnh ở 1657 cm<sup>-1</sup> ứng với liên kết đôi phân cực C=O. Ngoài ra, còn các đỉnh hấp thụ của nhóm các liên kết như C-N ở 1291 cm<sup>-1</sup>, CH<sub>2</sub> ở khoảng 654 cm<sup>-1</sup>, ở dao động trong khoảng từ 1380-1500 cm<sup>-1</sup> và 2924 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho liên kết C-H của các góc (-CH- và -CH<sub>2</sub>-) (Yi *et al.* 2005; Wu *et al.* 2008; Zhang *et al.* 2009).



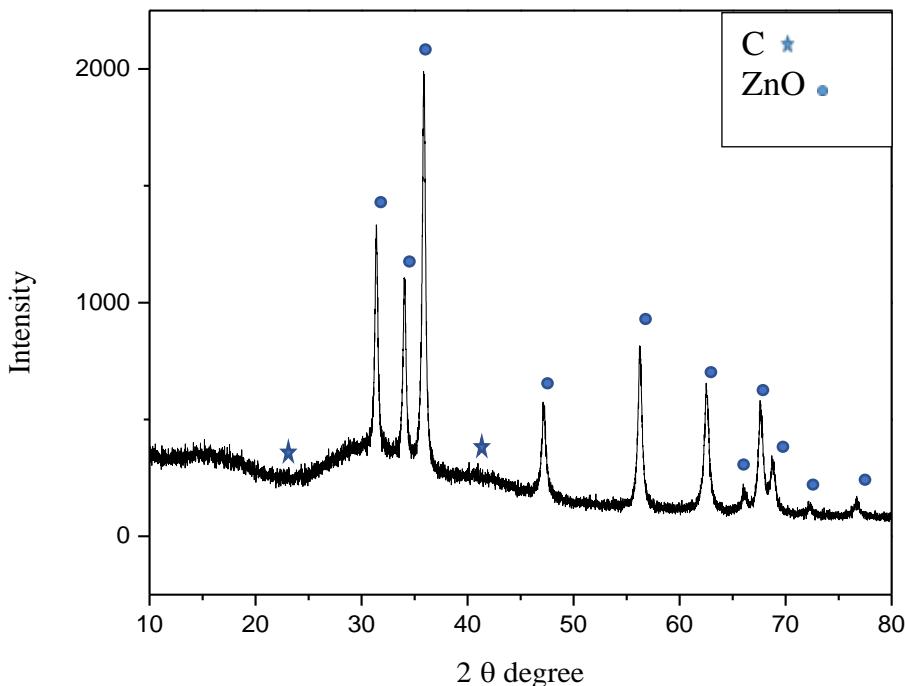
**Hình 6: Phổ FT-IR của (a) sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; (b) sợi nano carbon/ZnO**

So với phổ Hình 6A, phổ IR của sợi sau khi nung ở 500°C có một số mũi C-H, C-N bị dịch chuyển và yếu đi hoặc không xuất hiện. Đặc biệt, nếu ở phổ Hình 6A vùng hấp thụ từ 400-600 cm<sup>-1</sup> là sự rung động của liên kết Zn-O chưa rõ nét thì ở phổ Hình 6B các mũi đặc trưng của dao động ZnO xuất hiện rõ rệt và đỉnh hấp thụ mạnh ở 460 cm<sup>-1</sup> và dao động này kéo dài ở 670 cm<sup>-1</sup> (Yi *et al.* 2005; Lu *et al.* 2006; Wu *et al.* 2008; Zhang *et al.* 2009). Qua kết quả đo phổ FT-IR cho thấy sự xuất hiện của thành phần ZnO trong cấu trúc sợi nano carbon/ZnO.

### 3.2.3 Cấu trúc pha và sự hình thành sợi nano carbon/ZnO

Hình 7 là giản đồ nhiễu xạ tia X của nano ZnO trên nền sợi carbon với góc quét 2θ từ 10° – 80°.

Gian đồ cho thấy khá rõ các đỉnh nhiễu xạ đặc trưng cho bản chất của tinh thể ZnO thể hiện khá sắc nét các đỉnh nhiễu xạ tại góc 2θ là 31,60°; 34,18°; 36,08°; 47,38°; 56,48°; 62,74°; 66,47°; 67,90°; 69,04°; 77,07° và 89,8°. Các góc 2θ tương ứng với mặt tinh thể (110), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), (202) và (203) của cấu trúc mạng tinh thể bền vững wurtzite. Đỉnh nhiễu xạ ở góc 2θ là 42° tương ứng với mặt tinh thể (101) của carbon. Các đỉnh đặc trưng của carbon không thể hiện là do các mũi đặc trưng của ZnO che phủ. Tóm lại, sợi carbon/ZnO đã được điều chế thành công bằng kỹ thuật electrospinning kết hợp với nhiệt phân trong môi trường khí N<sub>2</sub>.



**Hình 7: Giản đồ nhiễu xạ tia X của sợi nano carbon/ZnO sau nung 500°C dưới điều kiện khí N<sub>2</sub>**

#### 4 KẾT LUẬN

Sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> được điều chế thành công bằng phương pháp electrospinning với các yếu tố ảnh hưởng đã được khảo sát. Điều kiện thích hợp để tạo sợi bằng kỹ thuật electrospinning là nồng độ PVP 40%, hàm lượng muối Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> là 0,2 g, hiệu điện thế sử dụng là 16 kV cùng với lưu lượng dòng dung dịch là 0,3 mL/h. Sợi nano carbon/ZnO được thu nhận bằng cách nhiệt phân sợi PVP/Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> bằng phương pháp nhiệt phân 1 giờ trong môi trường khí N<sub>2</sub> ở 500°C. Kết quả phân tích ảnh TEM đã cho thấy sự tạo thành của các hạt nano ZnO với kích thước trung bình khoảng 20 - 30 nm đính trên bề mặt sợi carbon có đường kính trung bình 120 nm. Giản đồ nhiễu xạ tia X và phổ hồng ngoại FT-IR đã chứng minh cấu trúc bền vững Wurtzite của ZnO trong sợi nano carbon/ZnO. Vì vậy, sợi nano carbon/ZnO đã được điều chế thành công và sẽ rất có tiềm năng ứng dụng trong thực tiễn.

#### LỜI CẢM ƠN

Đề tài này được tài trợ bởi Dự án Nâng cấp Trường Đại học Cần Thơ VN14-P6 bằng nguồn vốn vay ODA từ Chính phủ Nhật Bản. Mã số đề tài: E6

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Bhardwaj, N. and Kundu, S. C., 2010. Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology Advances*, 28 (3): 325-347.
- Greiner, A. and Wendorff, J. H., 2007. Electrospinning: A fascinating method for the preparation of ultrathin fibers. *Angewandte Chemie International Edition*, 46 (30): 5670-5703.
- Guo, J., Song, Y., Chen, D. and Jiao, X., 2010. Fabrication of ZnO nanofibers by electrospinning and electrical properties of a single nanofiber. *Journal of dispersion science and technology*, 31 (5): 684-689.
- Li, D. and Xia, Y., 2004. Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel? *Advanced Materials*, 16 (14): 1151-1170.
- Li, X. B., Ma, S. Y., Li, F. R., Zhao, Y. X., Liu, X. B. and Lu, F. P., 2019. Method for synthesizing ZnO of different nanostructures by electrospinning and study of their gas sensing properties. *Modern Physics Letters B*, 33 (25): 1950297.
- Lu, X., Zhang, W., Zhao, Q., Wang, L. and Wang, C., 2006. Luminescent polyvinylpyrrolidone/ZnO hybrid nanofibers membrane prepared by electrospinning. *e-Polymers*, 6 (1): 033.

- Mali, S. S., Kim, H., Jang, W. Y., Park, H. S., Patil, P. S. and Hong, C. K., 2013. Novel synthesis and characterization of mesoporous ZnO nanofibers by electrospinning Technique. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 1 (9): 1207-1213.
- Mu, J., Shao, C., Guo, Z., Zhang, Z., Zhang, M., Zhang, P., Chen, B. and Liu, Y., 2011. High photocatalytic activity of ZnO–carbon nanofiber heteroarchitectures. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 3 (2): 590-596.
- Pakravan, M., Heuzey, M. C. and Ajji, A., 2011. A fundamental study of chitosan/PEO electrospinning. *Polymer*, 52 (21): 4813-4824.
- Park, J. A., Moon, J., Lee, S. J., Lim, S. C. and Zyung, T., 2009. Fabrication and characterization of ZnO nanofibers by electrospinning. *Current Applied Physics*, 9 (3, Supplement): S210-S212.
- Pascariu, P., Homocianu, M., Cojocaru, C., Samoilă, P., Airinei, A. and Suciu, M., 2019. Preparation of La doped ZnO ceramic nanostructures by electrospinning–calcination method: Effect of La<sup>3+</sup> doping on optical and photocatalytic properties. *Applied Surface Science*, 476 16-27.
- Ren, H., Ding, Y., Jiang, Y., Xu, F., Long, Z. and Zhang, P., 2009. Synthesis and properties of ZnO nanofibers prepared by electrospinning. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 52 (2): 287-290.
- Saidin, N. U., Choo, T. F., Kok, K. Y., Yusof, M. R. and Ng, I. K., 2017. Fabrication and characterization of ZnO nanofibers by electrospinning. *Trans Tech Publ.*
- Selvaraj, B., Balaguru Rayappan, J. B. and Jayanth Babu, K., 2020. Influence of calcination temperature on the growth of electrospun multi-junction ZnO nanowires: A room temperature ammonia sensor. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 112 105006.
- Sill, T. J. and von Recum, H. A., 2008. Electrospinning: Applications in drug delivery and tissue engineering. *Biomaterials*, 29 (13): 1989-2006.
- Wu, H., Lin, D., Zhang, R. and Pan, W., 2008. ZnO nanofiber field-effect transistor assembled by electrospinning. *Journal of the American Ceramic Society*, 91 (2): 656-659.
- Yi, G. C., Wang, C. and Park, W. I., 2005. ZnO nanorods: synthesis, characterization and applications. *Semiconductor Science and Technology*, 20 (4): S22-S34.
- Zhang, Z., Li, X., Wang, C., Wei, L., Liu, Y. and Shao, C., 2009. ZnO hollow nanofibers: fabrication from facile single capillary electrospinning and applications in gas sensors. *The Journal of Physical Chemistry C*, 113 (45): 19397-19403.