

# Nghiên cứu chế tạo vật liệu hấp phụ từ bột thân đay biến tính để loại bỏ kim loại nặng trong nước Phần I. Đặc tính của vật liệu bột thân đay biến tính

Lê Văn Trọng<sup>1,\*</sup>, Đỗ Thị Việt Hương<sup>2</sup>, Phạm Thị Dinh<sup>2</sup>, Phạm Văn Quang<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Viện Công nghiệp thực phẩm, Bộ Công thương*

<sup>2</sup>*Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc Gia Hà Nội*

Nhận ngày 24 tháng 7 năm 2016

Chỉnh sửa ngày 23 tháng 8 năm 2016; chấp nhận đăng ngày 1 tháng 9 năm 2016

**Tóm tắt:** Đã tiến hành biến tính bột thân đay bằng phương pháp đồng trùng hợp ghép acrylonitril với hệ khơi mào oxi hóa khử natribisunphit/amonipesunphat và thực hiện amidoxim hóa sản phẩm thu được bằng hydroxylamin hydroclorua trong môi trường kiềm. Ảnh hưởng của nồng độ các chất phản ứng, thời gian và nhiệt độ đã được nghiên cứu để xác định điều kiện tối ưu biến tính vật liệu. Đặc tính của vật liệu đã được xác định thông qua các phương pháp kính hiển vi điện tử quét, quang phổ hồng ngoại, thế điện động zeta và khả năng hấp phụ ion  $Zn^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  và  $Cu^{2+}$ . Kết quả nghiên cứu cho thấy, bột thân đay sau biến tính có bề mặt dày và xốp hơn so với bột thân đay trước khi biến tính; trong phổ hồng ngoại xuất hiện các đỉnh ở vị trí 2.260, 1.660 và 910  $cm^{-1}$  tương ứng với các liên kết -CN, -C=N và -N-OH trong nhóm chức amidoxim; bề mặt vật liệu có độ âm điện khá lớn.

*Từ khoá:* Bột thân đay, acrylonitril, amidoxim.

## 1. Tổng quan

Việt Nam là nước nông nghiệp, có diện tích trồng đay lớn. Các vật liệu tự nhiên thu được từ nền nông nghiệp trồng đay là sợi tự nhiên (polime tự nhiên) và các phụ phẩm khác. Những vật liệu phụ phẩm từ chế biến đay thường được sử dụng làm chất đốt. Trên thế giới, để tận dụng nguồn vật liệu phụ phẩm này, các nhà khoa học đã nghiên cứu sử dụng nó để xử lý nước ô nhiễm màu, kim loại nặng (KLN) và phenol [1]; tuy vậy, thường làm tăng chỉ số COD, BOD và TOC trong nước [2]. Để khắc phục điều này và làm tăng hiệu quả xử lý nước

thì cần phải biến tính các phế thải trước khi sử dụng. Các phương pháp thường được sử dụng để biến tính phế thải là axit hóa, bazơ hóa, oxi hóa, đồng trùng hợp ghép. Trong đó, phương pháp đồng trùng hợp ghép các nhóm hoạt động là phương pháp khắc phục được các nhược điểm của vật liệu tự nhiên và cho hiệu quả hấp thu chất lớn [3].

Bằng cách đồng trùng hợp ghép nối các monome lên xenlulozơ sẽ tạo ra các nhóm chức mới hoạt động trên bề mặt vật liệu tự nhiên. Phương pháp biến tính đồng trùng hợp ghép nhằm tạo ra các nhóm chức hoạt động như cacboxyl, amin, nitril, amidoxim, GMA-imidazol. Vật liệu ghép nhóm chức amidoxim được xem là vật liệu hứa hẹn nhất cho việc hấp phụ KLN [4]. Theo đó bề mặt polyme tự nhiên

\*Tác giả liên hệ. ĐT.: 84-4-38582752  
Email: tronglv.firi@gmail.com

gắn các nhóm chức amidoxim có hai cặp electron của nguyên tử oxy và một cặp electron của nitơ nên có khả năng tạo phức dễ dàng với ion KLN. Đó là định hướng trong nghiên cứu này nhằm biến tính bột thân đay làm vật liệu hấp phụ KLN.

## 2. Thục nghiệm

### 2.1. Vật liệu và hóa chất

Các phụ phẩm thân đay sau khi tách sợi thu nhận tại xã Nam Thắng, huyện Tiền Hải, tỉnh Thái Bình được chọn làm vật liệu nghiên cứu. Thân đay được rửa sạch với nước, sấy khô đến khối lượng không đổi và được nghiền thành dạng bột đến kích thước 0,5 mm. Các hóa chất sử dụng trong nghiên cứu là của Merck có độ tinh khiết phân tích gồm natribisunphit ( $\text{NaHSO}_3$ ), amonipesunphat ( $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ), hydroxylamin hydroclorit ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ), acrylonitril (AN), NN-dimetylfoamamit, etanol, NaOH.

### 2.2. Phương pháp nghiên cứu

Các phương pháp sử dụng để xác định một số tính chất vật lý, hóa học của vật liệu và sản phẩm gồm phương pháp kính hiển vi điện tử quét, nhiễu xạ tia X, phân tích thể điện động zeta và quang phổ hấp thụ hồng ngoại.

### 2.3. Các bước thực nghiệm

Bột thân đay được xử lý bằng dung dịch NaOH (5-25%) theo tỷ lệ bột đay và dung dịch NaOH là 1/50 (g/ml), trong 60 phút ở nhiệt độ phòng. Lọc và rửa phần bột rắn với nước cất đến pH trung tính và sấy ở  $60^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi. Chỉ số tinh thể được tính toán theo phương pháp Segal [5].

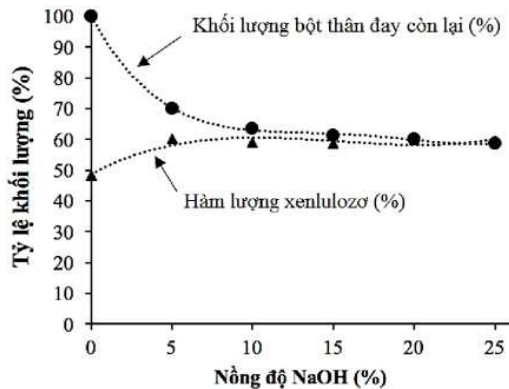
Lấy 1g bột thân đay đã xử lý NaOH vào bình cầu đáy tròn lắp sinh hàn hồi lưu. Thêm 100 mL hệ khơi mào oxy hóa khử  $\text{NaHSO}_3/(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  (SB/APS), sục khí  $\text{N}_2$  và khuấy trong 30 phút. Phản ứng được giữ cố định ở nhiệt độ nhất định. Cho từ từ acrylonitril (AN) 99,9% và khuấy đều. Để nguội dung dịch khi kết thúc phản ứng. Thêm vào dung dịch phản ứng 100 mL etanol để loại bỏ AN dư, kết tủa sản phẩm, loại bỏ các muối. Lọc hỗn hợp phản ứng qua giấy lọc băng xanh, rửa sản phẩm bột rắn 3 lần bằng etanol và nước cất, sau đó rửa vài lần với N,N-dimetylfoamamit. Sản phẩm thu được sau khi lọc được làm khô đến khối lượng không đổi và ghi lại khối lượng sản phẩm.

Lấy 1g sản phẩm đã ghép AN cho phản ứng với  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  ở nồng độ khác nhau trong hỗn hợp metanol : nước (v/v, 1/1), tổng thể tích cuối là 50 mL; dùng  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  điều chỉnh pH đến khoảng từ 9 đến 10. Phản ứng thực hiện ở nhiệt độ  $40-80^\circ\text{C}$  trong thời gian 30-360 phút, khuấy đều. Kết thúc phản ứng, lọc lấy phần bột rắn, rửa 3 lần bằng nước cất đến pH trung tính, sấy khô sản phẩm đến khối lượng không đổi. Đây được gọi là vật liệu amidoxim hóa.

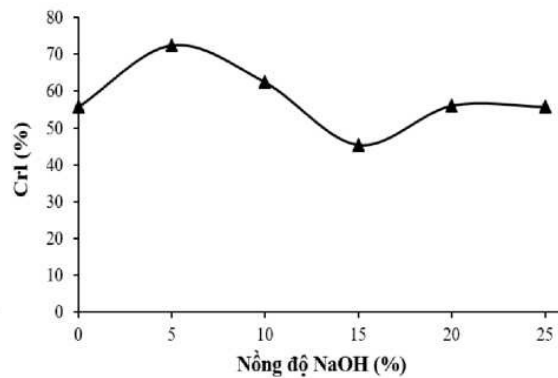
## 3. Kết quả và thảo luận

### 3.1. Ảnh hưởng của nồng độ dung dịch NaOH đến hàm lượng xenlulozơ trong bột thân đay

Xử lý bột thân đay bằng dung dịch NaOH để loại bỏ hemicellulozơ, lignin, axit béo,... và làm giàu xenlulozơ. Trong quá trình xử lý kiềm, khối lượng bột thân đay giảm nhanh khi tăng nồng độ NaOH từ 5 đến 10%; khi tiếp tục tăng nồng độ NaOH trên 10% thì khối lượng bột thân đay giảm không nhiều và ổn định (hình 1), điều đó có nghĩa là hàm lượng xenlulozơ đạt mức cao, ổn định.



Hình 1. Sự thay đổi hàm lượng xenlulozơ trong bột thân đay theo nồng độ NaOH.



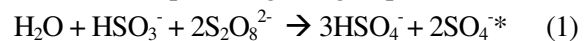
Hình 2. Sự thay đổi chỉ số CrI của bột thân đay theo nồng độ NaOH.

Khi xử lý bằng dung dịch NaOH 5%, chỉ số CrI của xenlulozơ trong bột thân đay tăng thêm 16,72% (hình 2). Tuy nhiên, khi nồng độ NaOH tăng thì chỉ số CrI lại giảm dần và đạt giá trị tối thiểu là 45,45% tại nồng độ NaOH là 15%. Sau đó, chỉ số CrI tăng nhẹ khi nồng độ NaOH tăng đến 20% và đạt giá trị ổn định. Điều này có thể do, khi nồng độ dung dịch NaOH thấp thì chỉ vùng vô định hình và vùng tinh thể bề mặt trong cấu trúc xenlulozơ phản ứng với kiềm và sắp xếp lại cấu trúc dẫn đến làm tăng chỉ số tinh thể [6]; còn khi tăng nồng độ NaOH đến 15%, dung dịch NaOH dễ dàng tiếp xúc với các vùng tinh thể của xenlulozơ và phá vỡ cấu trúc tinh thể dẫn đến chỉ số tinh thể giảm đáng kể. Tuy nhiên, khi dung dịch NaOH nồng độ cao thì độ nhớt dung dịch lớn đã làm giảm khả năng tiếp xúc giữa xenlulozơ với dung dịch, nên chỉ số CrI vẫn lớn [6]. Như vậy, có thể thấy nồng độ NaOH 15% là nồng độ thích hợp nhất để giảm các vùng kết tinh trên xenlulozơ.

### 3.2. Ảnh hưởng điều kiện phản ứng đến hiệu suất đồng trùng hợp ghép AN lên bột thân đay

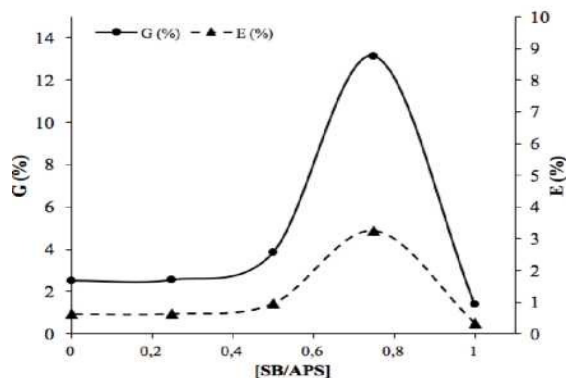
Các yếu tố ảnh hưởng đến phản ứng ghép AN lên bột thân đay được đánh giá bằng tỷ lệ ghép (G - phần trăm khối lượng AN được ghép so với khối lượng bột thân đay) và hiệu suất ghép (E - phần trăm khối lượng AN được ghép so với khối lượng AN phản ứng).

Phản ứng đồng trùng hợp ghép AN lên bề mặt bột thân đay sử dụng hệ khơi mào SB/APS xảy ra theo cơ chế gốc tự do. Các gốc tự do được hình thành từ phản ứng của các chất trong hệ khơi mào (phản ứng 1) khởi xướng cho phản ứng đồng trùng hợp ghép AN lên mạch xenlulozơ và phản ứng trùng hợp AN.



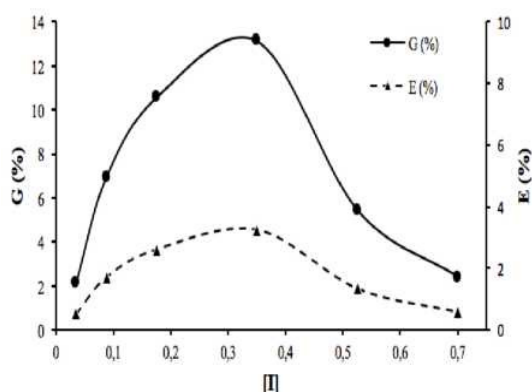
Các điều kiện phản ứng bao gồm tỉ lệ nồng độ các chất của hệ khơi mào SB/APS, tỷ lệ khối lượng AN/bột thân đay, nhiệt độ và thời gian phản ứng ảnh hưởng đến hiệu suất phản ứng đồng trùng hợp ghép AN lên bột thân đay.

Tỷ lệ nồng độ các chất SB/APS và nồng độ [I] của hệ khơi mào ( $[I] = [SB] + [APS]$ ) được khảo sát với nồng độ APS cố định là 0,2 mol/L còn nồng độ SB thay đổi từ 0 đến 0,2 mol/L cho thấy, tỷ lệ ghép (G) đạt 2,51% khi hệ khơi mào chỉ có APS và tăng lên 2,55% khi tỷ lệ SB/APS là 0,25. Điều này chứng tỏ, khi nồng độ SB thấp, phản ứng khơi mào do APS đóng vai trò chính. Khi tỷ lệ SB/APS tăng lên 0,5 thì phản ứng khơi mào tạo thành nhiều gốc tự do hơn, dẫn đến G tăng lên 3,83% và khi tỷ lệ này là 0,75 thì G đạt giá trị cao nhất là 13,13%. Tỷ lệ SB/APS tiếp tục tăng lên 1 thì G và E giảm do các gốc tự do khơi mào tạo ra lớn dẫn đến phản ứng trùng hợp tạo poly-AN cạnh tranh với phản ứng đồng trùng hợp ghép, các gốc tự do của AN phản ứng với nhau làm giảm hiệu quả ghép AN lên bề mặt bột thân đay.



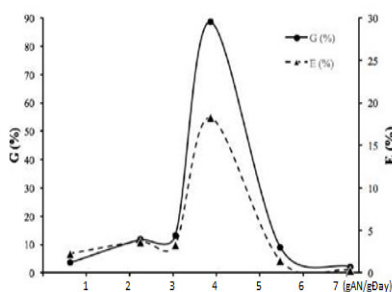
Hình 3. Ảnh hưởng của tỷ lệ SB/APS đến hiệu suất đồng trùng hợp ghép AN lên bột thân đay.

Từ kết quả nêu ở hình 3, tỷ lệ SB/APS = 0,75 được lựa chọn để nghiên cứu ảnh hưởng của tổng nồng độ hệ khơi mào [I] đến khả năng ghép. Ban đầu, khi tăng nồng độ hệ khơi mào, tỷ lệ ghép và hiệu suất ghép tăng, sau đó giảm dần (hình 4). Khả năng ghép tốt nhất đạt được khi nồng độ chất khơi mào [I] là 0,35 mol/L, khi đó G là 13,13% và E là 3,24%. Nồng độ chất khơi mào tăng dẫn đến các vị trí gốc tự do trên mạch xenlulozơ trong bột thân đay tăng lên, làm cho tỷ lệ ghép và hiệu suất ghép tăng lên. Nhưng khi nồng độ vượt quá 0,35 mol/L, các gốc tự do của AN tạo ra nhiều sẽ gây ra phản ứng trùng hợp AN chiếm ưu thế. Xu hướng này cũng được quan sát thấy trong các nghiên cứu đã công bố đối với các hệ khơi mào oxi hóa khử khác [7].

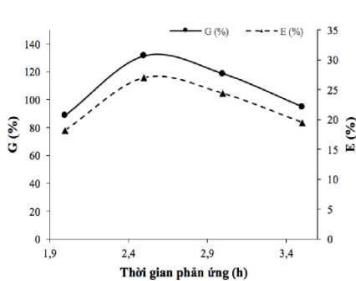


Hình 4. Ảnh hưởng nồng độ hệ khơi mào SB/APS đến hiệu suất đồng trùng hợp ghép AN lên bột thân đay.

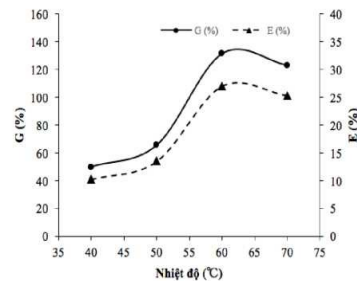
Tỷ lệ khối lượng AN và bột thân đay là yếu tố ảnh hưởng quyết định đến hiệu suất của quá trình ghép AN, hình 5. Khi tăng tỷ lệ AN và bột thân đay từ 1,62 lên 4,05 thì G tăng tương đối ít từ 3,59 đến 13,13%. Khi tỷ lệ AN và bột thân đay tăng lên đến 4,86 thì khả năng ghép tăng lên rất nhanh, G đạt cao nhất là 88,63% và E là 18,24%. Điều này xảy ra có thể do nồng độ AN cao đã làm tăng khả năng tiếp xúc của AN với mạch xenlulozơ, đồng thời sự khuếch tán các monome AN thâm sâu vào bề mặt trương nở của bột thân đay dẫn đến hiệu suất ghép tăng. Tuy nhiên, tỷ lệ và hiệu suất ghép lại có xu hướng giảm nhanh khi tiếp tục tăng tỷ lệ AN và bột thân đay vượt quá 4,86 do xảy ra sự cạnh tranh giữa phản ứng trùng hợp AN và phản ứng đồng trùng hợp ghép.



Hình 5. Ảnh hưởng của tỷ lệ AN và bột thân đay đến hiệu suất ghép AN.



Hình 6. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến hiệu suất ghép AN.



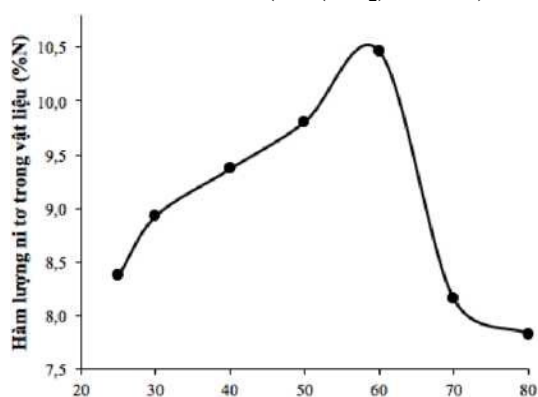
Hình 7. Ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng đến hiệu suất ghép AN.

Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian và nhiệt độ phản ứng tới hiệu suất ghép AN trên bột thân đay cho thấy, hiệu suất ghép AN tăng nhanh khi thời gian phản ứng tăng từ 2 giờ đến 2,5 giờ và đạt giá trị tỷ lệ ghép và hiệu suất ghép tối đa tương ứng là 131,36% và 27,03% ở 2,5 giờ (hình 6). Tuy nhiên, sau 2,5 giờ thì khả năng ghép có xu hướng giảm có thể là do sự hòa tan một phần sản phẩm ghép khi tiếp xúc trong thời gian dài nhiệt độ 60°C. Trong khi đó, nhiệt độ phản ứng quyết định động học của quá trình ghép. Tỷ lệ ghép và hiệu suất ghép cao nhất đạt được khi nhiệt độ phản ứng ở 60°C lần lượt bằng 131,36% và 27,03% (hình 7). Nhưng khi nhiệt độ vượt quá 60°C thì phản ứng khơi mào sinh ra một lượng lớn các gốc tự do trong một đơn vị thời gian. Mặt khác, khi nhiệt độ tăng, độ linh động của các gốc tự do sẽ tăng và các phản ứng triệt tiêu gốc tự do lẫn nhau tăng dẫn đến làm giảm hiệu suất phản ứng ghép.

### 3.3. Ảnh hưởng điều kiện phản ứng đến phản ứng amidoxim hóa

Sự hình thành nhóm amidoxim chịu ảnh hưởng của nồng độ  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ . Sản phẩm ghép AN có hàm lượng nitơ cao 3,18% được sử dụng để thực hiện phản ứng với  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ .

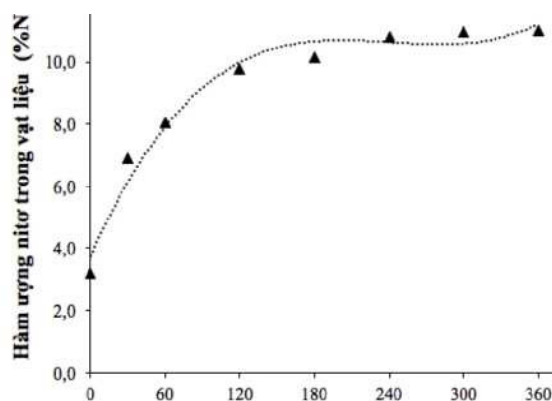
Khi nồng độ  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  tăng từ 2,5 lên 10%, hàm lượng nitơ trong vật liệu tăng lên đáng kể, điều này minh chứng cho sự hình thành nhóm amidoxim ( $-\text{C}(\text{NH}_2)=\text{N}-\text{OH}$ ) trên



Hình 8. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến phản ứng amidoxim hóa.

bột thân đay khi xảy ra phản ứng giữa nhóm nitril ( $-\text{CN}$ ) với  $\text{NH}_2\text{OH}$ . Khi nồng độ  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  tăng lên từ 10 đến 15% thì hàm lượng nitơ tăng không đáng kể do sự bão hòa của các vị trí có chứa nhóm nitril, theo đó hàm lượng nitơ đạt 8,35% ở 10%, 8,43% ở 12,5% và 8,54% ở 15%.

Nhiệt độ và thời gian phản ứng có ảnh hưởng mạnh đến sự hình thành nhóm amidoxim trên bề mặt bột thân đay. Kết quả nghiên cứu nhận được cho thấy, hàm lượng nhóm amidoxim, thể hiện qua hàm lượng nitơ trong vật liệu tăng nhanh khi nhiệt độ phản ứng tăng từ 25°C đến 60°C và đạt tối đa là 10,47% ở 60°C. Khi tăng nhiệt độ lên trên 60°C thì hàm lượng nitơ trong vật liệu giảm mạnh, hình 8; có thể ở nhiệt độ này đã xúc tiến quá trình tách nhóm nitril ra khỏi bề mặt bột thân đay, dẫn đến làm giảm các vị trí hoạt động trên bề mặt vật liệu. Trong khi đó, nếu duy trì nhiệt độ phản ứng ở 60°C, nồng độ  $\text{NH}_2\text{OH}$  10% và thay đổi thời gian phản ứng amidoxim hóa từ 60 đến 360 phút thì thấy lượng nhóm amidoxim trong vật liệu tăng ở giai đoạn đầu và đạt ổn định sau thời gian phản ứng là 240 phút, hình 9. Ở giai đoạn đầu của phản ứng, số lượng nhóm nitril có sẵn trên bề mặt bột thân đay tham gia vào việc hình thành nhóm amidoxim; khi tăng thời gian phản ứng, số lượng các nhóm nitril đã giảm mạnh tới một lượng nhất định, dẫn đến hiệu suất phản ứng thay đổi không nhiều.

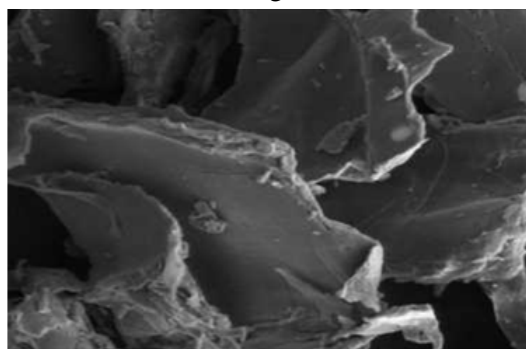


Hình 9. Ảnh hưởng của thời gian đến phản ứng amidoxim hóa.

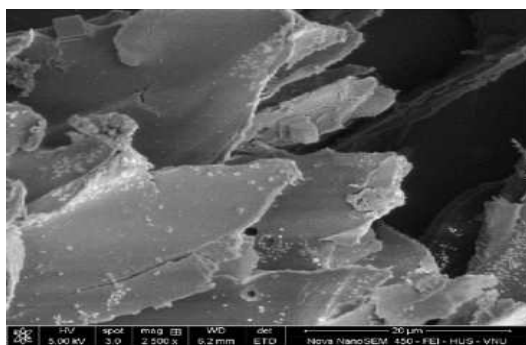
### 3.4. Đặc tính của vật liệu amidoxim hóa

Khi nghiên cứu phổ nhiễu xạ tia X của bột thân đay trước khi biến tính cho thấy, vật liệu này có chứa xenlulozơ ở dạng xenlulozơ I với các đỉnh nhiễu xạ đặc trưng xuất hiện ở vị trí góc  $2\theta$  là  $22,52^\circ$  (002);  $16,01^\circ$  (101) và  $15,11^\circ$  (101). Theo đó, chỉ số tinh thể của xenlulozơ (CrI) trong vật liệu được tính toán theo phương pháp Segal [5] bằng 55,76%. Điều đó có nghĩa là 55,76% xenlulozơ trong bột thân đay tồn tại ở dạng tinh thể.

Trong khi đó, bột thân đay đã được amidoxim hóa có những đặc tính khá khác biệt



a)



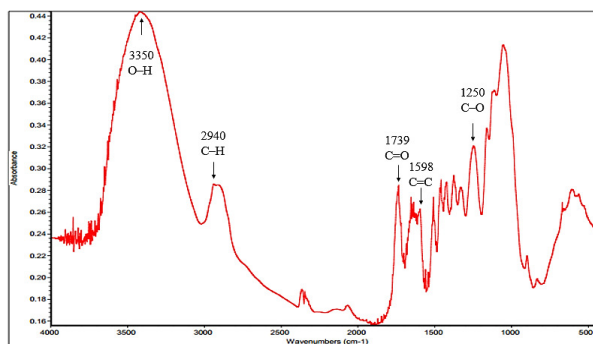
b)

Hình 10. Bề mặt vật liệu trước (a) và sau (b) xử lý.

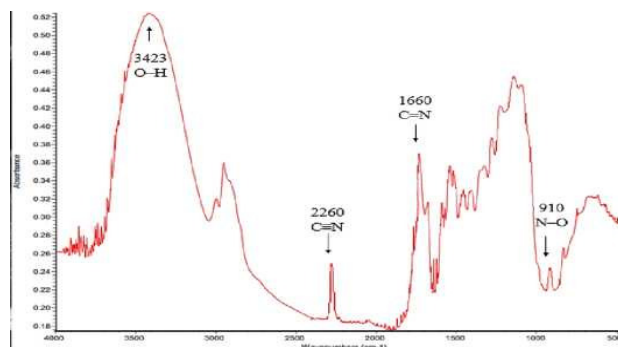
Phổ hấp thụ hồng ngoại của vật liệu amidoxim hóa xuất hiện ba đỉnh pic ở các vị trí có bước sóng 2.260, 1.660 và 910  $\text{cm}^{-1}$  tương ứng với các liên kết  $-\text{CN}$ ,  $-\text{C}=\text{N}$  và  $-\text{N}-\text{OH}$ , hình 11b. Các nhóm này xuất hiện trên bề mặt vật liệu do phản ứng của hydroxylamin trong phân

so với bột thân đay trước khi biến tính. Về đặc điểm hình thái, bề mặt bột thân đay trước biến tính có các mảng bám nhỏ dạng vảy, hình 10a; vật liệu đã amidoxim hóa có bề mặt dày và xốp hơn so với thân đay ban đầu, hình 10b.

Phổ hấp thụ hồng ngoại của bột thân đay trước biến tính cho thấy, bột thân đay có chứa các nhóm hydroxyl ( $-\text{OH}$ ) ( $3.350 \text{ cm}^{-1}$ ) tồn tại trong liên kết hydro liên phân tử, nội phân tử của xenlulozơ, hemixenlulozơ, lignin, cacboxyl; nhóm cacboxyl  $\text{C}=\text{O}$  ( $1.739 \text{ cm}^{-1}$ ); liên kết  $\text{C}=\text{C}$  ( $1.598 \text{ cm}^{-1}$ ) của axit béo; liên kết  $\text{C}-\text{O}$  ( $1.250 \text{ cm}^{-1}$ ) ở vòng thơm của lignin và liên kết  $\text{C}-\text{H}$ , hình 11a.



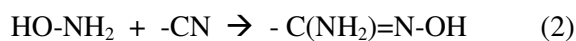
a)



b)

Hình 11. Phổ IR của vật liệu trước (a) và sau (b) xử lý.

tử  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  với nhóm nitril nhóm amidoxim ( $-\text{C}(\text{NH}_2)=\text{N}-\text{OH}$ ) trên bột thân đay, phản ứng 2. So với bột thân đay trước khi biến tính, cho thấy đã gắn được các nhóm hoạt động amidoxim lên trên bột thân đay.



Vật liệu amidoxim hóa đã được khảo sát đánh giá thể điện động bề mặt. Kết quả nhận cho thấy, thể điện động bề mặt giảm theo chiều pH tăng và vật liệu amidoxim hóa có bề mặt âm điện hơn so với ban đầu. Điều đó có nghĩa là trên bề mặt vật liệu amidoxim hóa có khả năng phân ly proton mạnh. Đây là ưu điểm của vật liệu bột thân đay biến tính bằng phương pháp amidoxim hóa. Ứng dụng của loại vật liệu này sẽ được nêu trong các nghiên cứu tiếp theo.

#### 4. Kết luận

Đã xác định được một số đặc tính của bột thân đay. Xenlulozơ tồn tại trong bột thân đay ở dạng cellulose I với chỉ số tinh thể CrI là 55,76%. Quá trình xử lý bột thân đay bằng dung dịch NaOH làm phá vỡ cấu trúc xenlulozơ tạo thành xenlulozơ. Nồng độ NaOH 15% là phù hợp để làm giảm chỉ số tinh thể của bột thân đay. Đã chọn được điều kiện tối ưu cho phản ứng đồng trùng hợp ghép AN lên bột thân đay sau xử lý NaOH, theo đó nồng độ SB và APS trong hệ khơi mào phản ứng tương ứng là 0,15 và 0,2 mol/L, tỷ lệ AN/bột thân đay là 4,86/1 (g/g), nhiệt độ phản ứng 60°C, thời gian phản ứng 2,5 giờ. Sản phẩm ghép AN được amidoxim hóa bằng NH<sub>2</sub>OH.HCl. Đã chọn được điều kiện tối ưu của phản ứng amidoxim hóa đối với 1g vật liệu ghép AN, theo đó nồng độ NH<sub>2</sub>OH.HCl là 10%, nhiệt độ phản ứng 60°C, thời gian phản ứng 4 giờ. Vật liệu amidoxim hóa đã được đánh giá thông qua phổ hấp thụ hồng ngoại và thể điện động bề mặt.

#### Lời cảm ơn

Các tác giả xin chân thành cảm ơn PGS.TS Đỗ Quang Huy, cán bộ giảng dạy Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội đã có những ý kiến đóng góp quý báu định hướng cho nghiên cứu này.

#### Tài liệu tham khảo

- [1] Souvik Banerjee, Dastidar M.G. (2005), "Use of jute processing wastes for treatment of wastewater contaminated with dye and other organics", *Bioresource Technology*, 96, pp. 1919-1928.
- [2] Wan Ngah W.S., Hanafiah M.A.K.M. (2008), "Removal of heavy metal ions from wastewater by chemically modified plant wastes as adsorbents: A review", *Bioresource Technology*, 99, pp. 3935-3948.
- [3] Kamarul Izhan Bin Soh (2010), "Graft copolymerization of methyl methacrylate onto rice husk", Bachelor of Chemical Engineering thesis, Universiti Malaysia Pahang.
- [4] Sanna Hokkanen (2014), "Modified nano and microcellulose based adsorption materials in water treatment", Thesis of Doctor of Science, Lappeenranta University of Technology.
- [5] Segal L., Creely J. J., Martin A. E., Jr., Conrad C. M. (1959), "An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer", *Textile Research Journal*, pp. 786-793.
- [6] Yanping Liu, Hong Hu (2008), "X-ray Diffraction Study of Bamboo Fibers Treated with NaOH", *Fibers and Polymers*, 9 (6), pp. 735-739.
- [7] Román-Aguirre M., Márquez-Lucero A., Zaragoza-Contreras E.A. (2004), "Elucidating the graft copolymerization of methyl methacrylate onto wood-fiber", *Carbohydrate Polymers*, 55, pp. 201-210.

# Study on Manufacturing of Absorption Material by Modifying Jute Tree Powder to Remove Heavy Metal Ions from Water Part I: Characterisation of Modified Jute Tree Powder Material

Le Van Trong<sup>1</sup>, Do Thi Viet Huong<sup>2</sup>, Pham Thi Dinh<sup>2</sup>, Pham Van Quang<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Food Industries Research Institute, Ministry of Industry and Trade*

<sup>2</sup>*VNU University of Science*

**Abstract:** The jute tree powder was modified by graft polymerization method acrylonitrile with redox initiator system of sodium bisulphite / amonium persulphate and performed the amidoximization of obtained products by hydroxylamine hydrochloride in alkaline environment. The influence of the concentration of the reactants, time and temperature were studied to determine the optimal conditions for modifying materials. Properties of the materials were characterised by scanning electron microscope, infrared absorption spectroscopy, zeta potential and adsorption capacity  $Zn^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  and  $Cu^{2+}$ . The study results showed that modified jute tree powder has thicker and more porous surface compared to the same materials before modification. In infrared absorption spectrum showed peaks at 2260, 1660 and 910  $cm^{-1}$ , characterized for respectively -CN, -C=N and -N-OH bonds of the amidoxime surface group.

**Keywords:** Modified jute tree powder, remove heavy metal ions from water.