

ĐẶC TRƯNG HÓA LÝ CỦA NANOCOMPOZIT $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$

● TRƯƠNG THỊ HẠNH

Viện Tiên tiến Khoa học và công nghệ
Trường Đại học Văn Lang, TP. Hồ Chí Minh

TÓM TẮT:

Nghiên cứu này trình bày việc tổng hợp và khảo sát các đặc trưng hóa lý của nanocompozit $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$. Cấu trúc dị thể dựa trên cặp $\text{Cu}^+/\text{Cu}^{2+}$ được kỳ vọng cải thiện khả năng tách điện tích và các tính chất quang học. Vật liệu được chế tạo qua 2 bước: nung tạo chất nền $\text{Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$ ở 550°C , sau đó kết tủa CuI bằng tác nhân khử NaBH_4 .

Phân tích EDS xác nhận sự hiện diện của các nguyên tố Ti, O, Cu và I. Kết quả XRD và HR-TEM cho thấy sự đồng tồn tại của hai pha tinh thể anatase TiO_2 và $\gamma\text{-CuI}$, chứng tỏ đã hình thành cấu trúc dị thể. Ảnh FE-SEM và TEM cho thấy, các hạt nano gần như hình cầu, phân bố tương đối đồng đều. Kích thước hạt trung bình của chất nền $\text{Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$ được xác định là 119 ± 28 nm và tăng dần theo hàm lượng CuI , đạt khoảng 158 nm đối với mẫu có nồng độ cao nhất. Những kết quả này cung cấp cơ sở quan trọng về cấu trúc và hình thái của vật liệu, làm nền tảng cho các nghiên cứu tiếp theo.

Từ khóa: $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$, nanocompozit, cấu trúc dị thể, quang xúc tác, đặc trưng hóa lý.

1. Tổng quan nghiên cứu

Việc sử dụng rộng rãi thuốc trừ sâu và thuốc diệt nấm hóa học tổng hợp đã gây ra những lo ngại nghiêm trọng về môi trường và sức khỏe, suy giảm đa dạng sinh học, ô nhiễm nguồn nước, thực phẩm và gia tăng nguy cơ gây bệnh mãn tính. Sự tích lũy các hợp chất độc hại như DDT, Carbofuran, Atrazine và Glyphosate cho thấy nhu cầu cấp thiết về các giải pháp kiểm soát dịch hại bền vững hơn (Zhou et al. 2025). Trong bối cảnh đó, biopesticides (nguồn gốc thực vật, vi sinh và nano sinh học) nổi lên như một giải pháp thay thế hiệu quả, giúp giảm thiểu tác động môi trường và hạn chế tích lũy sinh học (Ayilara et al. 2023).

Gần đây, các vật liệu quang xúc tác nano và nanocompozit được quan tâm nhờ khả năng kháng khuẩn và kháng nấm mạnh. Các chất bán dẫn như TiO_2 , WO_3 , BiVO_4 , Fe_2O_3 và $\text{g-C}_3\text{N}_4$ có ưu điểm về độ ổn định, chi phí thấp và tính tương thích môi

trường, nhưng bị hạn chế bởi khả năng hấp thụ quang chủ yếu trong vùng tử ngoại. Để khắc phục, các phương pháp như pha tạp và tạo dị thể đã được phát triển nhằm tăng hoạt tính dưới ánh sáng khả kiến thông qua việc tạo các gốc oxy hoạt hóa (ROS) (Zhao et al. 2020). Ví dụ, khi pha AgNPs và AgI giúp nâng cao hiệu quả quang xúc tác (Hanh et al. 2025), trong khi TiO_2 pha tạp (kim loại/phi kim) thể hiện hoạt tính kháng khuẩn và kháng nấm mạnh (Umar et al. 2019). Đặc biệt, TiO_2 kết hợp với Cu mang lại hiệu quả kép trong bảo vệ cây trồng (Gadi et al. 2009).

Dựa trên hướng tiếp cận này, nghiên cứu hiện tại sử dụng TiO_2 pha tạp Cu^{2+} làm nền để kết hợp với CuI , tạo thành cấu trúc dị thể $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$. Vật liệu được đặc trưng bằng các kỹ thuật EDX, HR-TEM, XRD và FE-SEM. Trên cơ sở này, tính chất quang xúc tác và hoạt tính sinh học sẽ được đánh giá trong nghiên cứu tiếp theo.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu

- Bột titanium dioxide (TiO_2), CAS 13463-67-7, độ tinh khiết $\geq 98\%$ (Xilong, Trung Quốc);
- Đồng(II) sunfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), GRM677-500G, độ tinh khiết $\geq 99,5\%$ (HiMedia, Ấn Độ);
- Kali iodua (KI), độ tinh khiết $\geq 99\%$ (HiMedia, Ấn Độ);
- Natri borohydrua (NaBH_4), GRM10345-100G, độ tinh khiết $\geq 98\%$ (HiMedia, Ấn Độ).

2.2. Tổng hợp nanocomposite $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$

Bước 1: Bột TiO_2 (50 g) được phân tán trong 50 mL dung dịch Cu^{2+} (0,02; 0,04; 0,06 mol), khuấy từ để hấp phụ Cu^{2+} lên bề mặt. Huyền phù được sấy ở 70°C , sau đó nung ở 550°C để thu được $\text{Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$ (ký hiệu 1CuT, 2CuT, 3CuT).

Bước 2: Tổng hợp CuI bằng kết tủa từ Cu^{2+} (0,01; 0,02; và 0,03 mol/35 mL) với KI (1:1), khử bằng NaBH_4 . Kết tủa CuI được trộn ngay với $\text{Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$ (25 g mỗi mẫu) để thu các composite 1CuT1, 2CuT2 và 3CuT3 tương ứng với lượng CuI 0,01; 0,02; và 0,03 mol. Hỗn hợp được khuấy, rửa, phân tán trong ethanol, ly tâm và sấy ở 60°C để thu nanocomposite $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$.

2.3. Đặc trưng hóa lý của nanocomposite $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$

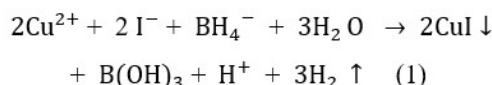
Thành phần nguyên tố được phân tích bằng EDS

trên SEM (JEOL JSM-IT200). Hình thái và cấu trúc mạng được khảo sát bằng HR-TEM (JEM-2100, 120 kV). Việc xác định pha tinh thể được thực hiện bằng phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD) sử dụng bức xạ Cu K α ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) trên thiết bị nhiễu xạ kế Bruker D8 Advance. Hình thái bề mặt được phân tích bằng FE-SEM (10 kV, 30 mA), với mẫu được phủ lớp Pt trước khi đo.

3. Kết quả và thảo luận

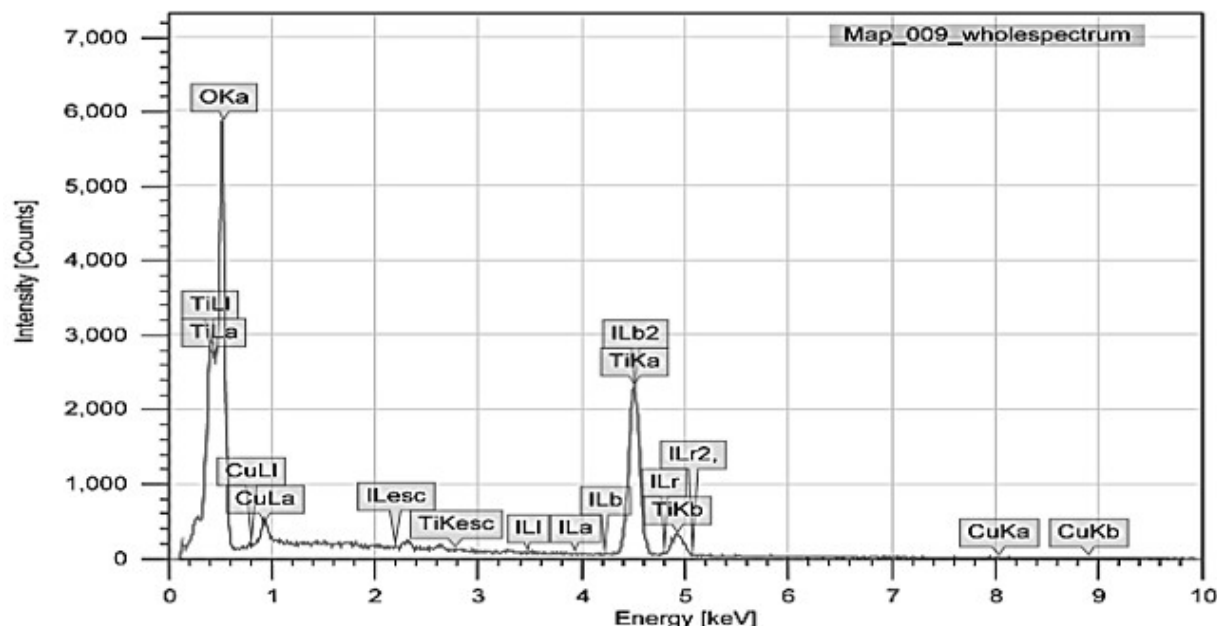
3.1. Chế tạo nanocomposite $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$

Nanocomposite $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$ được tổng hợp thông qua phản ứng kết tủa giữa ion Cu^{2+} và I^- trong dung dịch, sử dụng NaBH_4 làm chất khử, sau đó trộn với $\text{Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$ đã được nung trước. Phương trình phản ứng tổng quát như sau:



Thành phần của nanocomposite $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$ được xác nhận bằng phổ tán sắc năng lượng tia X (EDS) (Hình 1). Phổ EDS xuất hiện các đỉnh đặc trưng của Ti (0,5 và 4–5 keV), Cu (1 và 8–9 keV), I (2–5 keV) và O (đỉnh mạnh gần 0,5 keV). Kết quả này phù hợp với các công bố trước đây về hệ TiO_2 biến tính bởi Cu và CuO (Ahmadiasl et al. 2022). (Hình 1)

Hình 1. Phổ EDS của nanocomposite $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$



3.2. Những đặc trưng hóa lý của nanocompozit CuI/Cu²⁺-TiO₂

Ảnh TEM (Hình 2a) cho thấy nanocompozit CuI/Cu²⁺-TiO₂ được cấu thành từ các hạt nano gần hình cầu, phân bố khá đồng đều trên bề mặt. Ảnh HR-TEM tương ứng (Hình 2b) thể hiện rõ các vân mạng tinh thể sắc nét, với khoảng cách mặt phẳng 0,353 nm đặc trưng cho mặt (101) của TiO₂ pha anatase. Bên cạnh đó, khoảng cách mạng 0,214 nm được xác định thuộc về mặt (220) của γ -CuI.

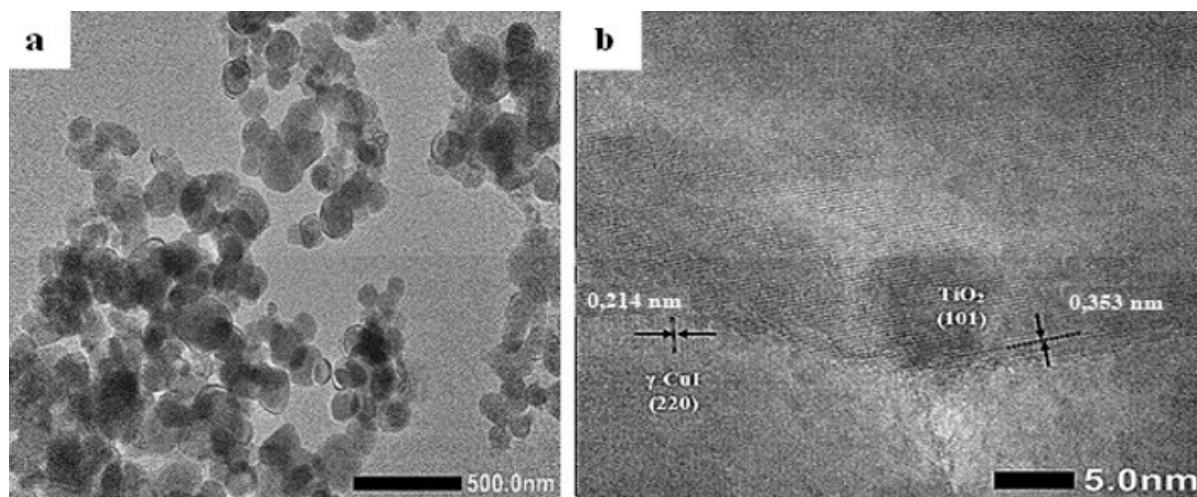
Những kết quả này, khẳng định sự đồng tồn tại của hai pha tinh thể trong cấu trúc nanocompozit đã tổng hợp. Kết quả này cũng phù hợp với các báo cáo

trước đây về việc xác định khoảng cách mạng trong các hệ cấu trúc nano dị thể trên nền TiO₂ (Zhao et al. 2020, Alam et al. 2023).

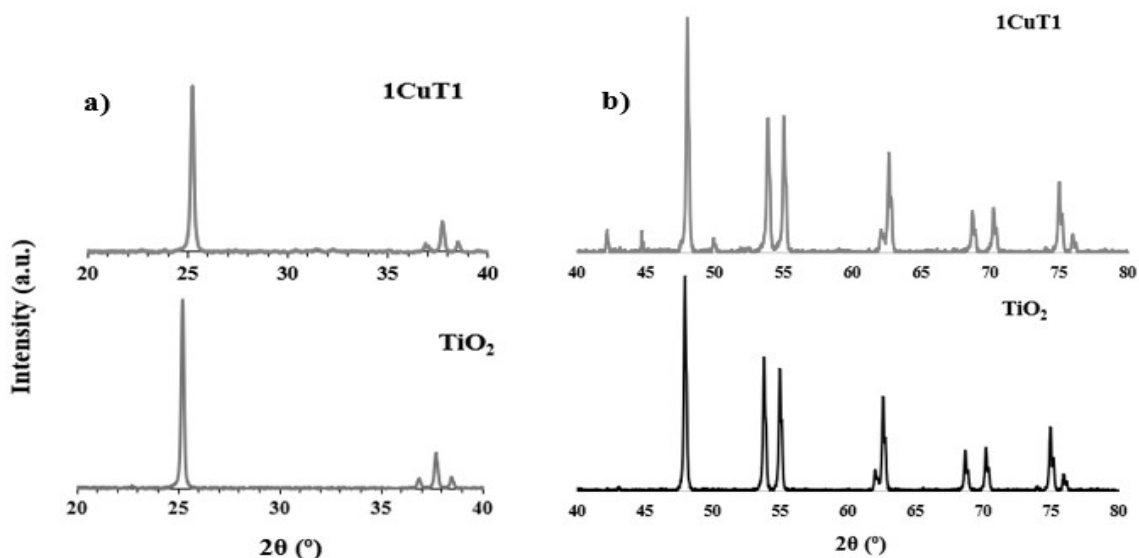
Giản đồ XRD của Cu²⁺-TiO₂ (550°C, 3 giờ) và CuI/Cu²⁺-TiO₂ (1CuT1) được thể hiện trong Hình 3a (20–40°) và Hình 3b (40–80°). Đỉnh mạnh tại 25,21° ứng với mặt (101) của TiO₂ pha anatase; các đỉnh tại 37,69°, 47,93°, 53,82°, 54,96°, 62,59°, 68,67°, 70,16° và 74,96° lần lượt thuộc các mặt (004), (200), (105), (211), (204), (116), (220) và (215), phù hợp dữ liệu chuẩn (JCPDS 00-021-1272) (Umar et al. 2016, Gu et al. 2010).

Đối với CuI/Cu²⁺-TiO₂, các đỉnh nhiễu xạ phần

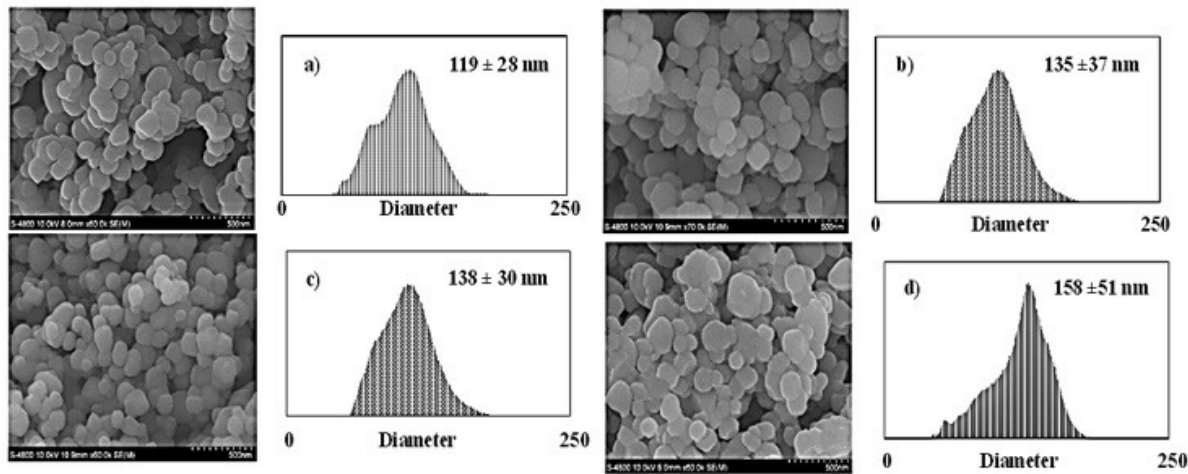
Hình 2. Ảnh TEM (a) và HRTEM (b) của nanocompozit CuI/Cu-TiO₂ (2CuT2)



Hình 3. Giản đồ XRD của TiO₂ và CuI/Cu²⁺-TiO₂ tại (a) 2θ = 20–40° và (b) 40–80°



Hình 4. Ảnh FE-SEM và phân bố kích thước hạt của TiO_2 (a), 1CuT1 (b), 2CuT2 (c) và 3CuT3 (d)



lớn trùng với TiO_2 do sự chồng lấp với $\gamma\text{-CuI}$. Các đỉnh tại $25,24^\circ$, $53,94^\circ$, $62,70^\circ$, $68,81^\circ$ và $75,08^\circ$ được quy cho các mặt (100), (222), (400), (420) và (422) của $\gamma\text{-CuI}$; trong khi các đỉnh mới tại $42,21^\circ$ và $50,07^\circ$ tương ứng với (220) và (311). Kết quả này xác nhận sự đồng tồn tại của 2 pha tinh thể.

Kích thước hạt trung bình của nanocomposit $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$ được xác định từ ảnh FE-SEM bằng cách đo 100 hạt ngẫu nhiên bằng phần mềm ImageJ, nhằm đảm bảo tính đại diện.

Mẫu $\text{Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$ sau nung có dạng gần hình cầu, kết tụ nhẹ, với kích thước trung bình 119 ± 28 nm (Hình 4a). Khi CuI hình thành thông qua phản ứng kết tủa giữa ion Cu^{2+} và I^- , kích thước hạt tăng dần theo hàm lượng CuI ; xu hướng này liên quan trực tiếp đến sự gia tăng nồng độ Cu^{2+} và I^- trong quá trình tổng hợp. Cụ thể, các mẫu 1CuT1 và 2CuT2 có kích thước trung bình khoảng 140 nm (Hình 4b, 4c), trong khi mẫu 3CuT3 (hàm lượng CuI cao nhất) đạt 158 ± 51 nm (Hình 4d) và phân bố kích thước kém đồng đều hơn. Mặc dù vậy, các mẫu vẫn thể hiện độ phân bố kích thước tương đối hẹp, cho thấy độ đồng

đều tốt của hệ hạt. Xu hướng này phù hợp với các báo cáo trước đây về nanocomposit oxit kim loại kết hợp với pha kim loại hoặc oxit kim loại khác (Li et al. 2023, Tang et al. 2021).

4. Kết luận

Nghiên cứu đã tổng hợp thành công nanocomposite $\text{CuI/Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$ với cấu trúc dị thể thông qua quy trình 2 bước gồm nung và kết tủa hóa học. Sự hình thành cặp $\text{Cu}^+/\text{Cu}^{2+}$ góp phần cải thiện khả năng tách điện tích và định hướng thu hẹp vùng cấm. Kết quả EDS xác nhận sự hiện diện của các nguyên tố Ti, O, Cu và I, trong khi XRD và HR-TEM chứng minh sự đồng tồn tại của 2 pha tinh thể anatase TiO_2 (mặt phẳng (101)) và $\gamma\text{-CuI}$ (mặt phẳng (220)).

Ảnh FE-SEM và TEM cho thấy, vật liệu gồm các hạt nano gần hình cầu, phân bố tương đối đồng đều. Kích thước hạt tăng từ khoảng 119 nm ($\text{Cu}^{2+}\text{-TiO}_2$) lên 140–158 nm khi hàm lượng CuI tăng. Những đặc trưng cấu trúc và hình thái này tạo nền tảng quan trọng cho khả năng hình thành các gốc oxy hoạt hóa (ROS), mở ra tiềm năng ứng dụng trong quang xúc tác và kháng nấm ở các nghiên cứu tiếp theo■

TÀI LIỆU THAM KHẢO:

- Ahmadiasl R., Moussavi G., Shekoohiyan S. and Razavian F. (2022). Synthesis of Cu-Doped TiO_2 Nanocatalyst for the Enhanced Photocatalytic Degradation and Mineralization of Gabapentin under UVA/LED Irradiation: Characterization and Photocatalytic Activity. *Catalysts*. 12(11), 1310.
- Alam J., Su X., Kuan H. C., Vahid S. A., Zuber K. and Meng Q. (2023). Preparation, morphology and thermoelectric performance of PEDOT/CuI nanocomposites. *Funct. Compos. Mater.* 4, 9.
- Ayilara M. S., Adeleke B.S. and Akinola S.A., Fayose C.A., Adeyemi U.T., Gbadegesin L.A., et al. (2023). Biopesticides as a promising alternative to synthetic pesticides: A case for microbial pesticides, phytopesticides, and nanobiopesticides. *Front. Microbiol.* 14,1040901.

- Gadi B. and Jeffrey G. (2009). Copper, an ancient remedy returning to fight microbial, fungal and viral infections. *Curr Chem Biol.* 3, 272-278.
- Gu M., Gao .P, Liu X. L., Huang S. M., Liu B., Ni C. et al. (2010). Crystal growth and characterization of CuI single crystals by the solvent evaporation technique. *Mater. Res. Bull.* 45(5), 636-639.
- Hanh T. T., Tho T. P., Nhi D.B., Ha T. L. and Thuan C.N. (2025). Design of AgI/BiVO₄ heterostructures for photocatalytic antibiotic removal and antimicrobial action. *Mater. Res. Express* 12, 085003.
- Li L., Chen X., Quan X., Qiu F. and Zhang X. (2023). Synthesis of CuOx/TiO₂ photocatalysts with enhanced photocatalytic performance. *ACS Omega* 8, 2723-2732.
- Tang M., Yang D., Wang J., Zhou Q. and Zhu X. (2021). Effects of Cu doping on the phase transition and photocatalytic activity of anatase/rutile mixed crystal TiO₂ nanocomposites. *Mater. Res. Express* 8, 085007.
- Umar K., Aris A., Ahmad H., Parveen T., Jaafar J., Majid Z. A., Reddy A. V. B. and Talib J. (2016). Synthesis of visible light active doped TiO₂ for the degradation of organic pollutants - methylene blue and glyphosate. *J. Anal. Sci. Technol.* 7, 29.
- Umar K., Parveen T., Khan M. A., Ibrahim M. N. M., Ahmad A., Rafatullah M. (2019). Degradation of organic pollutants using metal-doped TiO₂ photocatalysts under visible light: A comparative study. *Desalin. Water Treat.* 161, 275-282.
- Zhao W and Liu C. (2020). Mesoporous Cu-Cu₂O@TiO₂ heterojunction photocatalysts derived from metal-organic frameworks. *RSC Adv.* 10, 14550.
- Zhou W., Li M. and Achal V. (2025). A comprehensive review on environmental and human health impacts of chemical pesticide usage. *Emerg. Contam.* 11(1):100410.

Ngày nhận bài: 15/01/2026

Ngày phản biện đánh giá và sửa chữa: 6/02/2026

Ngày chấp nhận đăng bài: 25/02/2026

PHYSICOCHEMICAL CHARACTERIZATION OF CuI/Cu²⁺-TiO₂ NANOCOMPOSITES

● TRUONG THI HANH

Science and Technology Advanced Institute, Van Lang University

ABSTRACT:

This study reports the synthesis and comprehensive physicochemical characterization of CuI/Cu²⁺-TiO₂ nanocomposites. The engineered heterostructure, exploiting the Cu⁺/Cu²⁺ redox pair, is designed to enhance charge separation efficiency and modulate optical properties. The materials were prepared via a two-step route comprising calcination of Cu²⁺-TiO₂ at 550 °C, followed by CuI deposition using NaBH₄ as a reducing agent. Energy-dispersive spectroscopy (EDS) confirmed the presence of Ti, O, Cu, and I. X-ray diffraction (XRD) and high-resolution transmission electron microscopy (HR-TEM) analyses demonstrated the coexistence of anatase TiO₂ and γ-CuI phases, evidencing successful heterostructure formation. Field-emission scanning electron microscopy (FE-SEM) and transmission electron microscopy (TEM) revealed near-spherical nanoparticles with relatively uniform dispersion. The average particle size of the Cu²⁺-TiO₂ precursor was 119 ± 28 nm and increased progressively with higher CuI loading, reaching approximately 158 nm at the highest concentration. These results elucidate the structural and morphological evolution of the composites, providing a robust basis for subsequent investigations into their functional performance.

Keywords: CuI/Cu²⁺-TiO₂, nanocomposite, heterostructure, photocatalysis, physico-chemical characterization.