

TRÍCH YẾU LUẬN ÁN TIẾN SĨ

Tên tác giả: Nguyễn Phạm Hà

Tên luận án:

“Nghiên cứu sự tạo phức giữa sắt(III) với thuốc thử 4-(pyridyl-2-azo)-rezocxin (PAR) bằng phương pháp trắc quang và khả năng ứng dụng vào phân tích”.

Thuộc chuyên ngành : Hóa phân tích Mã số chuyên ngành: 1.04.03

Cơ sở đào tạo : Trường Đại học Khoa học Tự nhiên-Đại học Quốc gia Hà nội

1. Mục tiêu và nội dung nghiên cứu của luận án

Mục tiêu nghiên cứu:

- Tìm ra phức mới cho phép xác định sắt với độ nhạy, độ chính xác cao. Nghiên cứu một số đặc tính của phức sắt(III)-PAR.
- Làm giàu và xác định vi lượng sắt thông qua việc sử dụng phức Fe(III)-PAR
- Xây dựng qui trình phân tích sắt hợp lý, phù hợp với điều kiện Việt nam và áp dụng thực tiễn để xác định sắt trong nước tại một số khu vực ở Hà nội.

Với mục tiêu trên, các nội dung nghiên cứu của luận án như sau:

- Nghiên cứu các điều kiện tối ưu cho sự tạo phức (bước sóng, pH, thành phần phức, ảnh hưởng của thời gian đến sự tạo phức...)
- Nghiên cứu cơ chế phản ứng tạo phức giữa sắt(III) và PAR (đề nghị công thức có khả năng nhất của phức, xác định hằng số không bền, xác định hệ số hấp thụ phân tử gam của phức...)
- Xây dựng qui trình phân tích sắt (khảo sát các ion cản, độ nhạy, giới hạn phát hiện, giới hạn định lượng của phép phân tích xác định sắt(III), đánh giá qui trình phân tích)
- Nghiên cứu sử dụng phức sắt(III)-PAR để làm giàu và xác định sắt bằng hai phương pháp là sắc ký trao đổi ion-trắc quang và phương pháp chiết trắc quang
- Khảo sát khả năng xác định đồng thời hàm lượng sắt(II) và sắt(III) bằng thuốc thử PAR
- Áp dụng kết quả nghiên cứu để xác định sắt trong các loại nước (nước cất 1 lần, nước ngầm, nước mưa, nước máy)

2. Phương pháp nghiên cứu

Trong bản luận án này, các phương pháp sau đã được sử dụng:

- Phương pháp xác định thành phần phức
- Phương pháp tính hệ số hấp thụ phân tử gam
- Nghiên cứu cơ chế tạo phức giữa thuốc thử hữu cơ với ion vô cơ
- Phương pháp làm giàu chất phân tích trong phân tích trắc quang

3. Các kết quả chính và kết luận

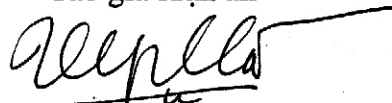
Kết quả nghiên cứu đã đạt được là:

- Phức sắt(III)-PAR có thành phần 1:3, phức tạo thành tốt nhất trong môi trường pH 7-9,5 và bền màu theo thời gian. Phức màu đỏ da cam có cực đại hấp thụ ở 493 nm, cũng trong điều kiện này, thuốc thử có cực đại hấp thụ ở 414 nm.

- Hàm lượng sắt(III) tuân theo định luật Bie từ 2,8 µg/l đến 112 µg/l. Độ nhạy của phức cao (cỡ 0,8 µg/l với cuvet 1 cm và nếu sử dụng cuvet 5 cm, độ nhạy cỡ 0,16 µg/l). Hệ số hấp thụ phân tử gam của phức lớn, cỡ $7,0 \times 10^4$. Giới hạn phát hiện sắt(III) khá thấp 3 µg/l và có giới hạn xác định là 9 µg/l.
- Đã thiết lập được phương trình xác định cơ chế tạo phức giữa sắt(III) và thuốc thử PAR. Những dữ kiện thu được từ phương trình cơ chế chỉ rõ rằng sắt(III) là ion tạo phức, phối tử PAR tham gia tạo phức dưới dạng anion một điện tích HR^- . Từ các dữ kiện thực nghiệm trên đây có thể chấp nhận $[Fe(R)_3]^{3-}$ là công thức phân tử của phức tạo thành, từ đó đã đề nghị công thức cấu tạo có khả năng nhất của phức.
- Đã tính được hằng số không bền điều kiện của phức là: $K_{kb} = (4,9 \pm 0,1) \times 10^{-23}$, điều này chứng tỏ rằng phức tạo bởi sắt(III) với PAR là phức bền.
- Đã sử dụng phức của sắt(III)-PAR để xác định sắt(III) trong các mẫu tự tạo khi có mặt các ion ở dưới ngưỡng gây cản. Dựa vào đường chuẩn, có thể xác định được hàm lượng sắt cỡ 40 µg/l với sai số là 4,5%, độ lệch chuẩn tương đối 5,9% và ở hàm lượng sắt cỡ 150 µg/l với sai số 1,7%, độ lệch chuẩn tương đối 1,9%.
- Có thể chiết phức sắt(III)-PAR bằng số dung môi hữu cơ có chứa oxi khi có mặt chất trung hoà điện tích, dung môi chiết tốt nhất là rượu iso amylic.
- Phức sắt(III)-PAR hấp thụ định lượng trên cột nhựa trao đổi anionit đã mở ra hướng sử dụng phức tạo thành vào mục đích làm giàu và xác định vi lượng sắt. Phương pháp đã được sử dụng để xác định sắt trong mẫu giả và có thể xác định được sắt(III) ở hàm lượng 1,68 µg/l với sai số là 3,5 % và độ lệch chuẩn tương đối là 3,6%. Phương pháp này đã được thử nghiệm để xác định hàm lượng sắt trong nước cất 1 lần (của Trung tâm Nghiên cứu Công nghệ Môi trường và Phát triển bền vững và Xí nghiệp dược phẩm trung ương II).
- Dựa vào khả năng tạo phức của cả ion sắt(II) và sắt(III) ở các điều kiện tối ưu tương tự nhau. Chúng tôi đã đề xuất phương pháp xác định đồng thời sắt(II) và sắt(III) bằng thuốc thử PAR và đã được áp dụng trong thực tế để phân tích một số mẫu. Phương pháp này đã được so sánh với phương pháp xác định sắt bằng thuốc thử o-phenantrolin và đã được chứng minh là không có sự khác biệt.
- Đã sử dụng phức của sắt(III)-PAR để xác định sắt tổng trong một số mẫu khu vực quanh Hà nội. Các kết quả phân tích đã được kiểm tra bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử và phương pháp xác định sắt bằng thuốc thử o-phenantrolin. Kết quả của cả ba phương pháp này đều cho các kết quả giống nhau.

Hà nội, ngày 12 tháng 12 năm 2001

Tác giả luận án

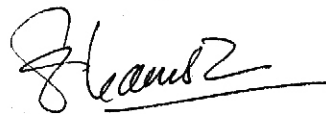


Nguyễn Phạm Hà

XÁC NHẬN CỦA NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC



GS. TSKH. Lâm Ngọc Thu



PGS. TS. Phạm Hùng Việt