ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN TRUNG KIÊN

NGHIÊN CỨU TRẮC QUANG SỰ TẠO PHỨC ĐA LIGAN TRONG HỆ 1 - (2 - PYRIDYLAZO) - 2 - NAPHTHOL (PAN-2) - Fe(III) - $CHCl_2COOH$ TRONG HỖN HỢP DUNG MÔI NƯỚC – AXETON VÀ ỨNG DỤNG PHÂN TÍCH

CHUYÊN NGÀNH: HÓA PHÂN TÍCH

MÃ SỐ: 60.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: GS.TS. HỒ VIẾT QUÝ

THÁI NGUYÊN - 2013

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – Đại học Thái Nguyên *http://www.lrc-tnu.edu.vn*

LỜI CẢM ƠN

Các thí nghiệm trong luận văn được hoàn thành tại phòng thí nghiệm Hóa học khoa hoá thuộc *Trường Đại học Sư Phạm Thái Nguyên* - Đại học Thái Nguyên

Để hoàn thành luận văn này:

Tôi xin tỏ lòng biết ơn sâu sắc nhất đến GS.TS. Hồ Viết Quý người đã tận tâm, nhiệt tình hướng dẫn tôi trong suốt quá trình thực hiện luận văn.

Tôi xin chân thành cảm ơn tới Thầy PGS.TS Lê Hữu Thiềng cùng các Thầy giáo, Cô giáo trong Khoa Hóa học Trường ĐHSP Thái Nguyên đã tạo mọi điều kiện thuận lợi, hướng dẫn, giúp đỡ tôi trong suốt quá trình học tập và thực hiện đề tài.

Xin cảm ơn tất cả những người thân trong gia đình, bạn bè, các đồng nghiệp đã động viên, giúp đỡ, tạo mọi điều kiện cho tôi thực hiện và hoàn thành luận văn.

Thái Nguyên, tháng 05 năm 2013

NGUYỄN TRUNG KIÊN

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi. Các số liệu, kết quả nêu trong luận văn là trung thực. Những kết luận của luận văn chưa từng được ai công bố trong bất kỳ công trình nào khác.

Thái Nguyên, tháng 05năm 2013

XÁC NHẬN CỦA GIÁO VIÊN HƯỚNG DẪN **TÁC GIẢ LUẬN VĂN**

NGUYỄN TRUNG KIÊN

XÁC NHẬN CỦA TRƯỞNG KHOA HOÁ HỌC

MỤC LỤC

Trang

MỤC LỤC i
DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU CHỮ VIẾT TẮT ii
DANH MỤC CÁC BẢNG BIỂU iii
DANH MỤC CÁC HÌNH VẼ, ĐỒ THỊ iv
MỞ ĐẦU 1
NHỮNG NHIỆM VỤ ĐẶT RA CHO ĐỀ TÀI 3
CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN TÀI LIỆU 4
1.1. GIỚI THIỆU VỀ NGUYÊN TỐ SẮT 4
1.1.1. Vị trí, cấu tạo và trạng thái oxi hoá của sắt **4**
1.1.2. Tính chất vật lý của sắt 5
1.1.3. Tính chất hóa học của sắt **5**
1.1.4. Một số ứng dụng của sắt **6**
1.1.5. Các phương pháp xác định sắt **7**
1.1.6. Các phản ứng tạo phức của sắt với các thuốc thử **9**
1.2. TÍNH CHẤT VÀ KHẢ NĂNG TẠO PHỨC CỦA THUỐC THỬ PAN-2 16
1.2.1. Cấu tạo, tính chất của PAN-2 ..... **16**
1.2.2. Khả năng tạo phức của PAN-2. ..... **17**
1.3. AXIT ĐICLOAXETIC $CHCl_2COOH$. 18
1.4. SỰ HÌNH THÀNH PHỨC ĐA LIGAN VÀ ỨNG DỤNG CỦA NÓ TRONG HÓA PHÂN TÍCH. 20
1.5. CÁC PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU CHIẾT PHỨC ĐA LIGAN. 20
1.5.1. Một số vấn đề chung về chiết. **20**
1.5.2. Các đặc trưng định lượng của quá trình chiết **22**

1.6. CÁC PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU THÀNH PHẦN PHỨC ĐA LIGAN TRONG DUNG MÔI HỮU CƠ 24
1.6.1. Phương pháp tỷ số mol (phương pháp đường cong bão hoà). 24
1.6.2. Phương pháp hệ đồng phân tử mol (phương pháp biến đổi liên tục - phương pháp Oxtromuxlenko - Job) **25**
1.6.3. Phương pháp Staric - Bacbanel (phương pháp hiệu suất tương đối) **26**
1.6.4. Phương pháp chuyển dịch cân bằng. **29**
1.7. CƠ CHẾ TẠO PHỨC ĐA LIGAN 31
1.8. CÁC PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HỆ SỐ HẤP THỤ PHÂN TỬ CỦA PHỨC 33
1.8.1. Phương pháp Komar xác định hệ số hấp thụ phân tử của phức. 33
1.8.2. Phương pháp xử lý thống kê đường chuẩn. **35**
1. 9. ĐÁNH GIÁ KẾT QUẢ PHÂN TÍCH 35
CHƯƠNG 2 : KỸ THUẬT THỰC NGHIỆM 40
2.1. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ NGHIÊN CỨU. 40
2.1.1. Hóa chất……
2.1.2. Dụng cụ. **40**
2.1.3. Thiết bị nghiên cứu. **41**
2.2. PHA CHẾ HOÁ CHẤT. 41
2.2.1. Dung dịch Fe^{3+} (10^{-3}M) **41**
2.2.2. Dung dịch PAN-2 (10^{-3}M). **41**
2.2.3. Dung dịch $CHCl_2COOH$: 1M **41**
2.2.4. Các dung môi: **41**
2.2.5. Các dung dịch khác: **42**

2.3. CÁCH TIẾN HÀNH THÍ NGHIỆM. 42
2.3.1. Chuẩn bị dung dịch so sánh PAN-2 ..... **42**
2.3.2. Chuẩn bị dung dịch phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ **42**
2.3.3. Phương pháp nghiên cứu **43**
2.4. XỬ LÝ KẾT QUẢ THỰC NGHIỆM. 43
CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ THỰC NGHIỆM VÀ THẢO LUẬN 44
3.1. NGHIÊN CỨU SỰ TẠO PHỨC ĐA LIGAN PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ TRONG DUNG MÔI NƯỚC-AXETON. 44
3.1.1. Nghiên cứu hiệu ứng tạo phức đa ligan. **44**
3.1.2. Các điều kiện tạo phức đa ligan PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ **44**
3.2. XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN CỦA PHỨC. 55
3.2.1. Phương pháp tỷ số mol xác định tỷ lệ Fe^{3+}: PAN-2 55
3.2.2. Phương pháp hệ đồng phân tử xác định tỷ lệ Fe^{3+}:PAN-2 58
3.2.3. Phương pháp Staric - Bacbanel. 58
3.2.4. Phương pháp chuyển dịch cân bằng xác định tỷ số Fe^{3+}: $CHCl_2COO^-$. 64
3.3. NGHIÊN CỨU CƠ CHẾ TẠO PHỨC PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COO^-$ 65
3.3.1. Giản đồ phân bố các dạng tồn tại của Fe^{3+} và các ligan theo pH 68
3.3.2. Cơ chế tạo phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ **73**
3.4. TÍNH CÁC THAM SỐ ĐỊNH LƯỢNG CỦA PHỨC PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COO^-$ THEO PHƯƠNG PHÁP KOMAR. 76
3.4.1. Tính hệ số hấp thụ ε của phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COO^-$ theo phương pháp Komar. 76
3.4.2. Tính các hằng số K_{cb}, K_{kb}, β của phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COO^-$ theo phương pháp Komar. 77

3.5. XÂY DỰNG PHƯƠNG TRÌNH ĐƯỜNG CHUẨN PHỤ THUỘC MẬT ĐỘ QUANG VÀO NỒNG ĐỘ CỦA PHỨC. 79
3.6. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮT TRONG MẪU NHÂN TẠO BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRẮC QUANG. 80
3.7. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG Fe(III) TRONG MẪU NƯỚC THẢI Ở NHÀ MÁY GANG THÉP THÁI NGUYÊN VÀ ĐÁNH GIÁ MỨC ĐỘ Ô NHIỄM BỞI Fe(III) TRONG CÁC MẪU NƯỚC THẢI 81
3.7.1. Lấy mẫu **81**
3.7.2. Xử lý mẫu 81
3.7.3. Phương pháp phân tích 82
3.7.4. Cách tiến hành **82**
3.7.5. Xác định hamg lượng Fe^{3+} bằng phương pháp thêm nhiều mẫu chuẩn trong phân tích trắc quang. 83
KẾT LUẬN 90
TÀI LIỆU THAM KHẢO 91
Tiếng việt 92
Tiếng Anh 93
Tiếng Nga 94

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU CHỮ VIẾT TẮT

AAS : Atomic Absorption Spectrometry (Phổ hấp thụ nguyên tử)

Abs : Absorbance (Độ hấp thụ)

AES : Atomic Emission Spectrometry (Phổ phát xạ nguyên tử)

PA : Pure chemical analysis (Hoá chất sạch tinh khiết phân tích)

DANH MỤC CÁC BẢNG BIỂU

Trang

Bảng 1.1: Một số hằng số vật lí quan trọng của Fe 5
Bảng 1.2: Xác định sắt bằng phương pháp trắc quang 8
Bảng 1.3: Các tham số định lượng phức sắt(III) - PAR 9
Bảng 1.4: Xây dựng đường cong sự phụ thuộc - lgB = f(pH) 32
Bảng 3.1: Số liệu phổ hấp thụ phân tử của phức đaligan PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ 44
Bảng 3.2: Bước sóng hấp thụ cực đại của PAN-2 và phức đa ligan 48
Bảng 3.3: Mật độ quang của phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ vào tỉ lệ hỗn hợp dung môi nước -axeton 49
Bảng 3.4: Sự phụ thuộc mật độ quang của phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ trong dung môi nước hữu cơ vào pH 50
Bảng 3.5: Sự phụ thuộc mật độ quang của phức PAN-2 - Fe^{3+} -$CHCl_2COOH$ trong hỗn hợp dung môi nước – axeton vào nồng độ $CHCl_2COOH$ 52
Bảng 3.6: Sự phụ thuộc mật độ quang của phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ vào thời gian trong dung môi nước – axeton 54
Bảng 3.7: Sự phụ thuộc mật độ quang của phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ vào $\frac{C_{PAN-2}}{C_{Fe^{3+}}}$ 51
Bảng 3.8: Sự phụ thuộc mật độ quang của phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COO^-$ vào $\frac{C_{Fe^{3+}}}{C_{PAN-2}}$ 56
Bảng 3.9: Sự phụ thuộc mật độ quang của phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COO^-$ vào $\frac{C_{PAN-2}}{C_{Fe^{3+}}}$ 59
Bảng 3.10: Sự phụ thuộc mật độ quang vào C_{PAN-2} và $C_{Fe^{3+}}$ 60

Bảng 3.11: Kết quả xác định thành phần phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ 60

Bảng 3.12: Sự phụ thuộc $\lg\frac{\Delta A_i}{\Delta A_{gh} - \Delta A_i}$ vào $\lg(C_{CHCl_2COO^-})$ 63

Bảng 3.13: Phần trăm các dạng tồn tại của Fe^{3+} theo pH…….....66

Bảng 3.14: Phần trăm các dạng tồn tại thuốc thử PAN (HR) theo pH 69

Bảng 3.15: Phần trăm các dạng tồn tại của $CHCl_2COOH$ theo pH 72

Bảng 3.16: Kết quả tính nồng độ các dạng tồn tại của ion Fe^{3+} 74

Bảng 3.17: Kết quả tính - lgB 74

Bảng 3.18: Kết quả xác định $\varepsilon_{PAN\text{-}2 - Fe^{3+} - CHCl_2COO^-}$ bằng phương pháp Komar ……...75

Bảng 3.19: Kết quả tính $\lg K_{cb}$ 77

Bảng 3.20: Kết quả tính lgβ 77

Bảng 3.21: Sự phụ thuộc mật độ quang của phức PAN-2 - Fe^{3+} - $CHCl_2COOH$ vào nồng độ của phức ……78

Bảng 3.22: Kết quả xác định hàm lượng sắt trong mẫu nhân tạo bằng phương pháp trắc quang 80

Bảng 3.23: Các giá trị đặc trưng của tập số liệu thực nghiệm 81

Bảng 3.24: Giá trị độ hấp thụ quang của các dung dịch(có thêm Fe^{3+} chuẩn) 84

Bảng 3.25: Phương trình sự phụ thuộc độ hấp thụ quang dung dịch đo vào nồng độ Fe^{3+} chuẩn cho thêm vào dung dịch và kết quả tính được hàm lượng Fe^{3+} trong các mẫu……...87

Bảng 3.26: Sai số của phép đo quang so với phép đo HTNT……....87

Bảng 3.27: So sánh kết quả phân tích so với tiêu chuẩn…….88