

NGHIÊN CỨU SỰ TẠO PHỨC CỦA BITMUT VỚI XILENDACAM VÀ KHẢO SÁT SỰ PHÂN BỐ ĐO MẬT ĐỘ QUANG THEO PHÂN BỐ CHUẨN

Nguyễn Thị Hằng

Khoa Cơ bản, Trường Đại học Giao thông vận tải TP. Hồ Chí Minh

Tóm tắt: Trong báo cáo này tác giả đã nghiên cứu sự tạo phức của Bi^{3+} với Xilendacam và khảo sát sự phân bố đo mật độ quang theo phân bố chuẩn. Việc khảo sát sự đo mật độ quang theo phân bố chuẩn đóng vai trò hết sức quan trọng trong việc xác định độ nhạy trong phương pháp phân tích trắc quang.

Từ khóa: Mật độ quang, độ lệch chuẩn, phân bố chuẩn.

Chỉ số phân loại: 1.5

Abstract: In this report I have studied the complexty of Bi^{3+} with Xilendacam and examine the optical density distribution according to the stanard. Examination of the optical density meaasurement by the standar deviation plays a very important role in determining the sensitivity in photometry.

Keywords: Optical density, standard deviasion, Standard distribution.

Classification number : 1.5

1. Giới thiệu

Bitmut và hợp chất của nó được ứng dụng phổ biến trong mọi lĩnh vực khác nhau. Trong ngành dược người ta biết đến hợp chất của Bimut (colloidal Bitmut subcitratCBS) điều trị bệnh viêm loét đường tiêu hóa, ung thư dạ dày, ghẻ, thực quản, gan, thuốc chữa HIV [1], trong Ampicillin. Phức Bitmut với Iot có trong nước uống thiên nhiên[2]. Phức Bitmut có trong cơ thể người như ở bắp đùi, tay và ảnh hưởng tới hệ thống tế bào của người và động vật [3, 4]. Đặc biệt bởi phức Bitmut có độ cứng cao nên trong ngành công nghiệp, công nghệ cao nó được dùng làm chất bán dẫn, siêu dẫn, vật liệu composit, điện cực, phụ gia bản cực, chế tạo lớp phủ dẫn điện các loại phim [5], dùng làm kính ô tô. Trong y tế thì dùng để mạ dụng cụ y tế chống nhiễm trùng, trong nghiên cứu hạt nhân [6]. Vì vậy việc phát hiện và đánh giá định tính lẫn định lượng Bitmut là rất quan trọng, cần thiết trong thực tiễn. Ngày nay trong sự phát triển mạnh mẽ của nhiều phương pháp hóa học phân tích hiện đại, nhưng phương pháp trắc quang vẫn là phương pháp phổ biến cho phép phân tích với độ chính xác cao, nhanh, đơn giản và phù hợp với điều kiện hiện nay. Đặc biệt phương pháp này cho phép làm việc trong vùng hấp

thụ tối ưu hẹp hoặc có thể dùng để phân tích một chất, một hệ gồm nhiều cấu tử không tương tác hóa học. Bitmut có thể tạo phức màu với nhiều loại thuốc thử vô cơ, hữu cơ khác nhau như 2, 6 đibomo – 4 - ethoxyarsenazo, PAN, EDTA, PAR...Đặc biệt với thuốc thử Xilendacam dùng để xác định bitmut với hàm lượng nhỏ khi có mặt của các ion kim loại hoặc các muối trợ cho kết quả tốt. Chính vì vậy việc nghiên cứu sự tạo phức của Bitmut với Xilendacam và khảo sát sự phân bố kết quả đo mật độ quang theo định luật phân bố chuẩn đóng vai trò quan trọng trong việc xác định Bitmut.

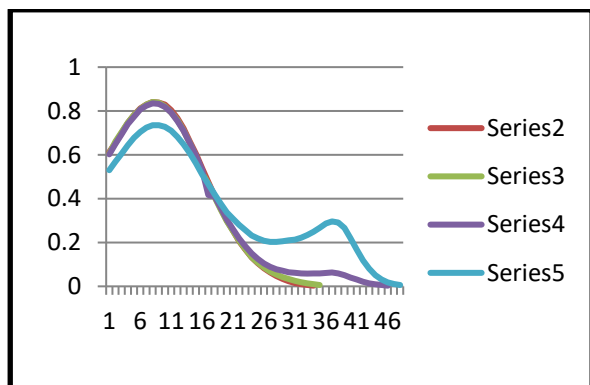
2 Nghiên cứu sự tạo phức của Bitmut với Xilendacam

2.1. Khảo sát điều kiện tối ưu của phổ hấp thụ Xilendacam – phổ hấp thụ của phức Bitmut với xilendacam

- Pha dung dịch Xilen da cam có nồng độ 5.10^{-5} M với $\text{pH} = 1;3;5;6 = \text{PH met}$. Đo và so sánh với mẫu trắng (nước) ta thu được kết quả ở hình 1.

Ở $\text{pH} = 1$ đến 3 thì phổ hấp thụ của Xilendacam có một cực đại ở $\lambda_{\text{max}} = 435 \text{ nm}$

Ở pH =5 đến 6 thì phổ hấp thụ của Xilendacam có hai cực đại ở $\lambda_{\max} = 435nm$ và $\lambda_{\max} = 585nm$

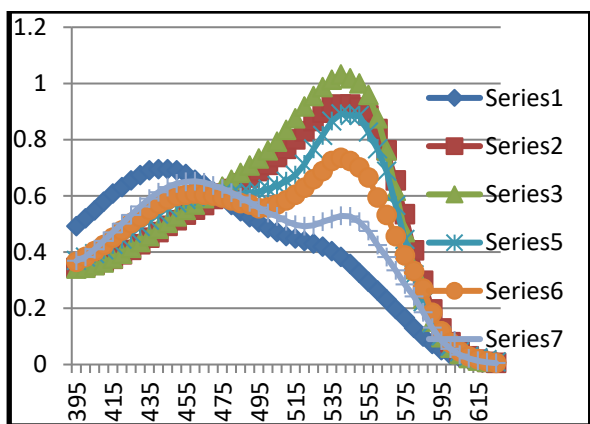


Hình 1. Phổ của Xilendacam và phổ hấp thụ của phức Xilendacam với Bitmut.

- Phổ của dung dịch Bitmut với Xilendacam.

Pha dung dịch Xilen da cam có nồng độ $5.10^{-5}M$, pha dung dịch Bitmut có nồng độ $5.10^{-5}M$. Điều chỉnh PH = 0.8; 1.2; 1.5; 2.0; 3.0; 4.0; 5.0; 6.0. Đo so sánh với mẫu trắng ta thu được kết quả ở hình 1:1:2

Ở pH = 1.2 thì $\lambda_{\max} = 540nm$ và mật độ quang đạt cực đại. chính vì vậy khi nghiên cứu các dung dịch sau này chúng tôi tiến hành đo mật độ ở quang $\lambda_{\max} = 540nm$.

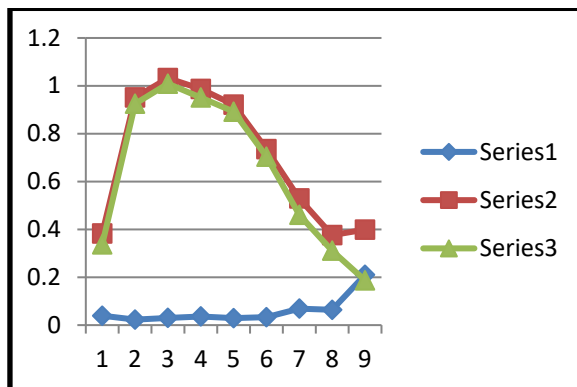


Hình 2. Phổ của Xilendacam với $Bi^{3+} 5.10^{-5}M$ ở PH = 0, 8; 1, 0; 1, 2; 1, 5; 2, 0; 3, 0; 4, 0; 5, 0; 6, 0.

2.2. Ảnh hưởng của pH

Hút 0.5 ml Xilendacam $10^{-3}M$ và V ml dung dịch $Bi^{3+} 10^{-3}M$. Chính pH đến các giá trị: 0.8; 1.0; 1.2; 1.5; 2.0; 3.0; 4.0; 5.0; 6.0. Đo dung dịch phức với mẫu trắng ở

$\lambda_{\max} = 540nm$. Đo dung dịch phức với Dung dịch so sánh ta thu được kết quả ở hình 3.

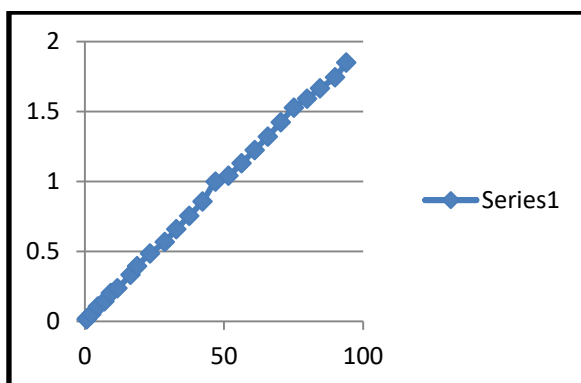


Hình 3. Sự phụ thuộc mật độ quang của phức $Bi^{3+} 5.10^{-5}M$ với Xilendacam $5.10^{-5}M$ vào PH.

Ở pH =1.2 thì mật độ quang đạt cực đại. Khoảng pH tối ưu từ 1 đến 2. Vì vậy trong các dung dịch nghiên cứu sau này chúng tôi duy trì pH = 1.2 bằng dung dịch HNO_3 .

2.3. Khảo sát khoảng tuân theo định luật Beer

Chuẩn bị dung dịch xilendacam với nồng độ $2.25. 10^{-4}M$, thay đổi nồng độ bitmut từ $0.7. 10^{-6}M$ đến $95. 10^{-6}M$ trong bình định mức 10 ml. Điều chỉnh pH = 1.2, tiến hành đo mật độ quang của dung dịch phức ở $\lambda_{\max} = 540nm$ so với mẫu trắng, kết quả thu được trình bày ở hình 4.

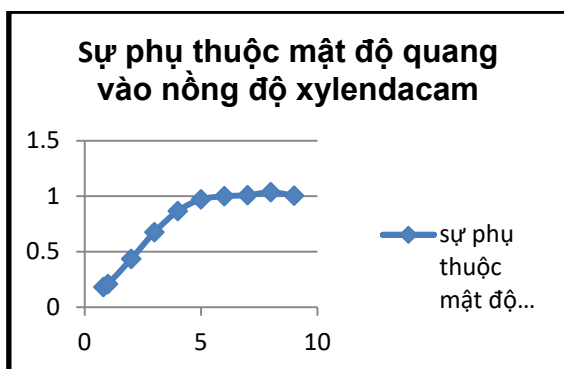


Hình 4. Sự phụ thuộc của mật độ quang vào nồng độ Bitmut.

Dung dịch phức Bitmut với Xilendacam tuân theo định luật Beer với nồng độ Bitmut trong khoảng $7.04.10^{-7}M$ đến $93.93.10^{-7}M$.

2.4. Ảnh hưởng của thuốc thử dư

Pha dung dịch phức Bitmut với nồng độ $5.10^{-5}M$, nồng độ Xilendacam thay đổi từ $0.8.10^{-5}M$ đến $9.10^{-5}M$ trong bình định mức 10ml. Điều chỉnh pH = 1.2 và tiến hành đo mật độ quang ở $\lambda_{\max} = 540nm$, $l = 1cm$ ta thu được kết quả ở hình 5.

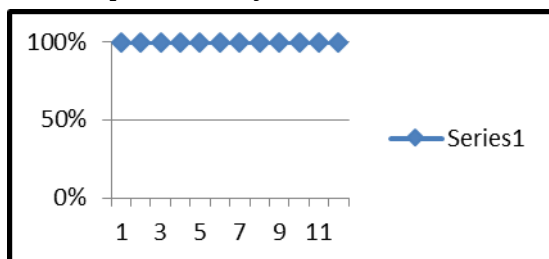


Hình 5. Sự phụ thuộc của mật độ quang vào nồng độ của Xilendacam.

Lượng thuốc thử đem dùng ảnh hưởng lớn đến mật độ quang của hệ. Khi lượng thuốc thử vừa đủ sẽ cho mật độ quang đạt cực đại. Khi lượng thuốc thử dư từ 0.8 đến 2.0 lần so với nồng độ Bitmut thì mật độ quang khá ổn định. Chính vì vậy các thí nghiệm sau này chúng tôi nghiên cứu phức Bitmut với Xilendacam với lượng thuốc thử dư gấp 2 lần so với nồng độ Bitmut.

2.5. Nghiên cứu độ bền của phức Bi^{3+} $5.10^{-5}M$ với xilendacam $5.10^{-5}M$ vào thời gian.

Kết quả trình bày ở hình 6.



Hình 6. Sự phụ thuộc (ΔA) vào thời gian.

Ta thấy phức Bitmut với Xiendacam tương đối bền với thời gian.

Đã nghiên cứu điều kiện tối ưu của phản ứng Bi^{3+} với Xilendacam.

Khoảng PH tối ưu từ 1 đến 2. Chúng tôi chọn pH tối ưu cho các dung dịch nghiên cứu là pH=1.2. Bước sóng cực đại của phức $\lambda_{\max} = 540nm$. Phức tương đối ổn định theo thời gian.

2.6. Khảo sát thành phần của phức

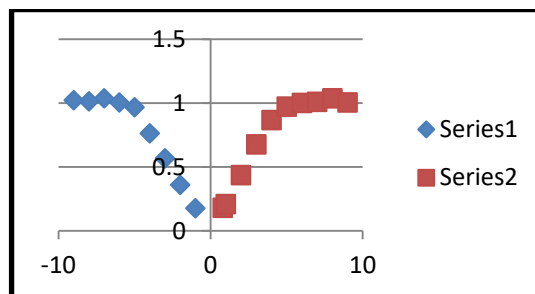
2.6.1. Theo phương pháp tỷ số mol

Pha 2 dãy thí nghiệm.

Dãy 1: 0.5 ml dung dịch $Bi^{3+} 10^{-3}M$ tương ứng với nồng độ $5.10^{-5}M = \text{const}$

V của Xilendacam = 0.8; 0.1; 0.2; 0.9 ml. Dãy 2: 0.5 ml Xilendacam $10^{-3}M$ tương ứng với nồng độ $5.10^{-5}M = \text{const}$.

Thay đổi nồng độ Bi^{3+} từ $10^{-5}M$ đến $9.10^{-5}M$. Chính PH đến 1.2 định mức tới vạch 10 ml sau đó tiến hành đo mật độ quang. Xây dựng đường cong phụ thuộc giữa A (ΔA) với C_R/C_M , kết quả thu được ở hình 7.

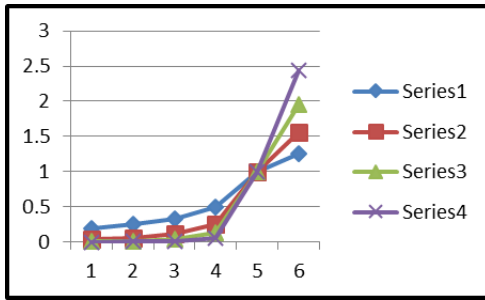


Hình 7. Sự phụ thuộc (ΔA) vào $C_{Xilendacam}/C_{Bitmut}$

Từ kết quả ở hình 7 ta thấy thành phần của phức Bi^{3+} với Xilendacam là 1:1. Kết quả này sẽ được kiểm chứng bằng phương pháp đường thẳng ASMUS.

2.6.2. Theo phương pháp đường thẳng ASMUS

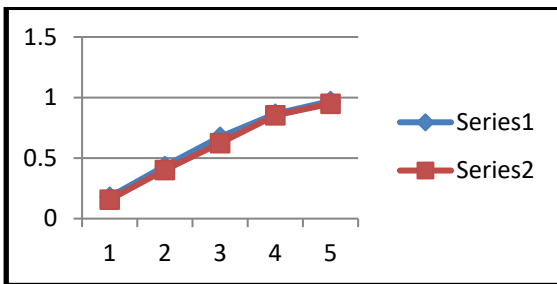
Pha dãy dung dịch với 0.5 ml dung dịch $Bi^{3+} 10^{-3}M$ tương ứng với nồng độ $5.10^{-5}M = \text{const}$. V của Xilendacam = 0, $0.8.10^{-3}M$ đến 0, $5.10^{-3}M$, điều chỉnh PH đến 1, 2 và định mức tới vạch 10 ml. Tiến hành đo mật độ quang với dung dịch so sánh có thành phần dung dịch tương tự với dãy trên nhưng không có Bi^{3+} . Xây dựng đồ thị sự phụ thuộc giữa $10^{-n}/V_{-nR}$ với $1/A$ là 1:1 kết quả thu được ở hình 8.



Hình 8. Sự phụ thuộc giữa $\frac{10^{-n}}{V_R^n}$ với $l/\Delta A$. l là chiều dài cuvet. ΔA là giá trị mật độ quang đo được của dung dịch nghiên cứu so với mẫu trắng.

2.6.3. Sự phụ thuộc giá trị của mật độ quang của dung dịch với các dung dịch khác nhau ở pH=1, 2

Đo dung dịch phức Xilendacam ($C_{\text{xilendacam}} = 5.10^{-5}M$) với Bi^{3+} nồng độ khác nhau so với dung dịch mẫu trắng hoặc so với nước. kết quả thu được ở hình 9.



Hình 9. Sự phụ thuộc mật độ quang của dung dịch phức với các dung dịch so sánh khác nhau. đường 1 so sánh với nước. Đường 2 so sánh với mẫu trắng. Kết quả cả hai giá trị phụ thuộc $A = F(C)$ và $\Delta A = F(C)$ đều có sự phụ thuộc tuyến tính giữa mật độ quang đo được với nồng độ của Bi^{3+} .

3. Khảo sát sự phân bố kết quả đo mật độ quang theo định luật phân bố chuẩn

Pha dung dịch phức với nồng độ xilendacam là $2.25.10^{-4}M$, thay đổi nồng độ Bi^{3+} từ $0.7.10^{-6}M$ đến $95.10^{-6}M$ trong môi trường KNO_3 , $Mg(NO_3)_2$, $NaClO_4$. Sau đó tiến hành đo mật độ quang ở $l = 1 \text{ cm}$; $PH = 1.2$; $\lambda_{\text{max}} = 540nm$

- Đã tiến hành đo mật độ quang của dung dịch phức Bi^{3+} với xilendacam ở $\lambda = 450nm$; $l = 1cm$; $pH = 1, 2$ khi có mặt của KNO_3 0, 02M; 0, 04M; 0, 1M; 0, 2M; 0, 3M; 0, 4M; 0, 5M; 0, 6M; 0, 7M; 0, 8M. Với mỗi nồng độ KNO_3 chúng tôi tiến hành đo 25 mẫu có nồng độ dung dịch Bi^{3+} khác nhau

sao cho giá trị mật độ quang trải khắp thang đo từ 0, 01 đến 2. Mỗi nồng độ tiến hành từ 25 đến 30 phép đo. Kết quả xử lý thống kê theo χ^2 cho ta thấy $P(\chi^2 > \chi^2_{A_i}) \geq 0, 05$ và

$P(\chi^2 > \chi^2_{\lg A_i}) \geq 0, 05$ (độ tin cậy 0, 95). Điều

này cho thấy kết quả đo mật độ quang tuân theo định luật phân bố chuẩn cũng như phân bố logarit chuẩn.

- Đã tiến hành đo mật độ quang của dung dịch phức Bi^{3+} với xilendacam ở $\lambda = 450nm$; $l = 1cm$; $pH = 1, 2$ khi có mặt của $Mg(NO_3)_2$ 0, 1M; 0, 125M; 0, 15M; 0, 175M; 0, 2M; 0, 25M; 0, 3M; 0, 35M; 0, 4M; 0, 45M; 0, 5M. Với mỗi nồng độ $Mg(NO_3)_2$ chúng tôi tiến hành đo 25 mẫu có nồng độ dung dịch Bi^{3+} khác nhau sao cho giá trị mật độ quang trải khắp thang đo từ 0, 01 đến 2. Mỗi nồng độ tiến hành từ 25 đến 30 phép đo. Kết quả xử lý thống kê theo χ^2 cho ta thấy $P(\chi^2 > \chi^2_{A_i}) \geq 0, 05$ và $P(\chi^2 > \chi^2_{\lg A_i}) \geq 0, 05$ (độ tin cậy 0, 95). Điều này cho thấy kết quả đo mật độ quang tuân theo định luật phân bố chuẩn cũng như phân bố logarit chuẩn.

- Đã tiến hành đo mật độ quang của dung dịch phức Bi^{3+} với xilendacam ở $\lambda = 450nm$; $l = 1cm$; $pH = 1, 2$ khi có mặt của $NaClO_4$ 0, 1M; 0, 2M; 0, 3M; 0, 4M; 0, 6M; 1, 0M; 1, 2M; 1, 5M; 1, 8M. Với mỗi nồng độ $NaClO_4$ chúng tôi tiến hành đo 25 mẫu có nồng độ dung dịch Bi^{3+} khác nhau sao cho giá trị mật độ quang trải khắp thang đo từ 0, 01 đến 2. Mỗi nồng độ tiến hành từ 25 đến 30 phép đo. Kết quả xử lý thống kê theo χ^2 cho ta thấy $P(\chi^2 > \chi^2_{A_i}) \geq 0, 05$ và $P(\chi^2 > \chi^2_{\lg A_i}) \geq 0, 05$ (độ tin cậy 0, 95). Điều

này cho thấy kết quả đo mật độ quang tuân theo định luật phân bố chuẩn cũng như phân bố logarit chuẩn □

Tài liệu tham khảo.

- [1] Nguyễn Tinh Dung, Đặng Xuân Thư: Kiểm tra việc áp dụng định luật phân bố chuẩn dựa trên việc nghiên cứu phân bố mật độ quang trên phổ quang kế spekol, Tạp chí phân tích hóa sinh lý tập 1 năm 1996, 38-42.

- [2] Phạm Văn Hoan, *Tìm hiểu một số phương pháp đánh giá độ nhạy của các phương pháp phân tích*, luận văn tốt nghiệp sau đại học Hà Nội 1994.
- [3] Trần thị Tuyết Hạnh, *Xác định độ nhạy trắc quang của chỉ thị Metyldacam trên máy spekol*, luận văn tốt nghiệp sau đại học –HàNội 1994
- [4] Baran, EnriqueJ. Acta pharm Bonaerense 1995 14 (2);133. Chem. Abs. Vol 124, 1996.
- [5] Zhu.Zhigoucheng, zinghua, lin, Weiming dong Shunfu Wang, Guixian.Guang DongWailiang Yuansu Hexue 1997, 4(2), 48-52.Chem.Abs.Vol h127, 1997.
- [6] Zhang Hua Shan Huexue Shiji, 1995, 17(5) 257 – 6. Chem. Abs. Vol 124, 1996.
- [7] Sinonenko.V.IUKr.Khim.Zh.1993, 59(12) 1306-7.

Ngày nhận bài:

Ngày chuyển phản biện:

Ngày hoàn thành sửa bài:

Ngày chấp nhận đăng: