

BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO
ĐẠI HỌC HUẾ
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

ĐỖ MAI NGUYỄN

TỔNG HỢP VẬT LIỆU CHẤM CARBON TỪ RƠM RẠ VÀ ỨNG DỤNG
TRONG PHƯƠNG PHÁP VON-AMPE XÁC ĐỊNH MỘT SỐ CHẤT
 β -Agonist TRONG NỀN MẪU NƯỚC TIỂU LỢN

TÓM TẮT LUẬN ÁN TIẾN SĨ HÓA HỌC

Thành phố Huế, 2026

BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO
ĐẠI HỌC HUẾ
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

ĐỖ MAI NGUYỄN

TỔNG HỢP VẬT LIỆU CHẤM CARBON TỪ ROM RẠ VÀ ỨNG DỤNG
TRONG PHƯƠNG PHÁP VON-AMPE XÁC ĐỊNH MỘT SỐ CHẤT
 β -Agonist TRONG NỀN MẪU NƯỚC TIỂU LỢN

CHUYÊN NGÀNH: HÓA PHÂN TÍCH

MÃ SỐ: 9440118

TÓM TẮT LUẬN ÁN TIẾN SĨ HÓA HỌC

NGƯỜI ĐỒNG HƯỚNG DẪN KHOA HỌC

GS.TS. ĐINH QUANG KHIẾU

PGS.TS. NGUYỄN VĂN HỢP

Thành phố Huế, 2026

MỞ ĐẦU

Ractopamine (RTP), clenbuterol (CLB) và salbutamol (SBT) đều là các chất tạo nạc tổng hợp thuộc nhóm β -agonist, được khởi xướng sử dụng ở Mỹ những năm 90 của thế kỷ 20 và sau đó được sử dụng ở nhiều quốc gia trên thế giới. Vật liệu chấm carbon (CDs/carbon dots) nổi bật nhờ các tính chất như diện tích bề mặt lớn, khả năng dẫn điện tốt và tính ổn định hóa học cao nên chúng trở thành lựa chọn lý tưởng trong các ứng dụng điện hóa, đặc biệt là dùng CDs để biến tính tạo ra điện cực làm việc (WE/working electrode). Trong nhiều năm qua, đã có nhiều nghiên cứu tổng hợp CDs từ rơm rạ. Tuy nhiên, những công bố về nghiên cứu sử dụng RSCD làm vật liệu biến tính điện cực than thủy tinh (từ đây ký hiệu là GCE/glassy carbon electrode) tạo thành điện cực làm việc (từ đây ký hiệu là WE/working electrode) cho phương pháp von-ampe xác định RTP, CLB, SBT... trong thịt hoặc nước tiểu vật nuôi vẫn còn hạn chế. Dopamine (DPM) - một chất nội sinh (có vai trò dẫn truyền thần kinh và có cấu trúc gần tương tự SBT) thường có mặt trong các mẫu sinh học (thịt, nước tiểu động vật nuôi...).

Xuất phát từ các vấn đề trên, đề tài luận án: “**Tổng hợp vật liệu chấm carbon từ rơm rạ và ứng dụng trong phương pháp von-ampe xác định một số chất β -agonist trong nền mẫu nước tiểu lợn**” được thực hiện nhằm xây dựng được các quy trình phân tích dư lượng một số chất cấm (RTP, CLB, SBT và DPM) trong nước tiểu vật nuôi

bằng phương pháp von-ampe với điện cực biến tính bằng RSCD được tổng hợp từ rom rạ.

CHƯƠNG 1. TỔNG QUAN

1.1. MỘT SỐ CHẤT CẤM TRONG CHĂN NUÔI VÀ DOPAMINE

1.1.1. Ractopamine

1.1.2. Clenbuterol

1.1.3. Salbutamol

1.1.4. Dopamine

1.2. PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH MỘT SỐ CHẤT THUỘC NHÓM β -agonist VÀ DOPAMINE

1.2.1. Phương pháp sắc ký lỏng

1.2.2. Phương pháp miễn dịch

1.2.3. Phương pháp quang phổ

1.2.4. Phương pháp điện hóa

1.2.4.1. Phương pháp von-ampe dùng điện cực biến tính với vật liệu phi nano carbon

1.2.4.2. Phương pháp von-ampe dùng điện cực biến tính với vật liệu nano carbon

1.2.4.3. Phương pháp von-ampe dùng điện cực biến tính với vật liệu tổ hợp kim loại/oxit kim loại - nano carbon

1.3. VẬT LIỆU CHẤM CARBON VÀ PHƯƠNG PHÁP TỔNG HỢP

1.3.1. Vật liệu chấm carbon

1.3.2. Phương pháp tổng hợp vật liệu chấm carbon từ sinh khối

1.4. TÌNH HÌNH NGHIÊN CỨU SỬ DỤNG CARBON LÀM VẬT LIỆU BIẾN TÍNH VÀ PHÂN TÍCH CÁC CHẤT CẤM TRONG CHĂN NUÔI

1.4.1. Tình hình nghiên cứu trên thế giới

1.4.2. Tình hình nghiên cứu trong nước

1.5. NHẬN XÉT CHUNG VÀ ĐỊNH HƯỚNG NGHIÊN CỨU

CHƯƠNG 2. NỘI DUNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. NỘI DUNG NGHIÊN CỨU

2.2. HÓA CHẤT, DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

2.2.1. Hóa chất

2.2.2. Thiết bị và dụng cụ

2.3. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.3.1. Phương pháp chuẩn bị mẫu

2.3.1.1. *Chuẩn bị mẫu để tổng hợp vật liệu chấm carbon và vật liệu tổ hợp*

2.3.1.2. *Chuẩn bị mẫu cho phân tích*

2.3.2. Phương pháp tổng hợp vật liệu chấm carbon từ rơm rạ

2.3.3. Phương pháp tổng hợp vật liệu tổ hợp Fe₂O₃-RSCD

2.3.4. Các phương pháp đặc trưng vật liệu

2.3.4.1. *Phương pháp nhiễu xạ tia X*

2.3.4.2. *Phương pháp quang phổ phát quang*

2.3.4.3. *Quang phổ hồng ngoại biến đổi Fourier*

2.3.4.4. *Phổ tử ngoại khả kiến*

2.3.4.5. *Phổ Raman*

2.3.4.6. *Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua và hiển vi điện tử quét*

2.3.4.7. *Phương pháp tán xạ năng lượng tia X*

2.3.4.8. *Phương pháp đo tổng trở điện hóa*

2.3.5. Phương pháp von-ampe

2.3.5.1. *Phương pháp von-ampe vòng*

2.3.5.2. *Phương pháp von-ampe xung vi phân*

2.3.6. Phương pháp chuẩn bị điện cực biến tính

2.3.7. Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao

2.3.8. Phương pháp đánh giá độ tin cậy của phương pháp phân tích

2.3.8.1. *Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng*

2.3.8.2. *Độ lặp lại*

2.3.8.3. **Độ đúng**

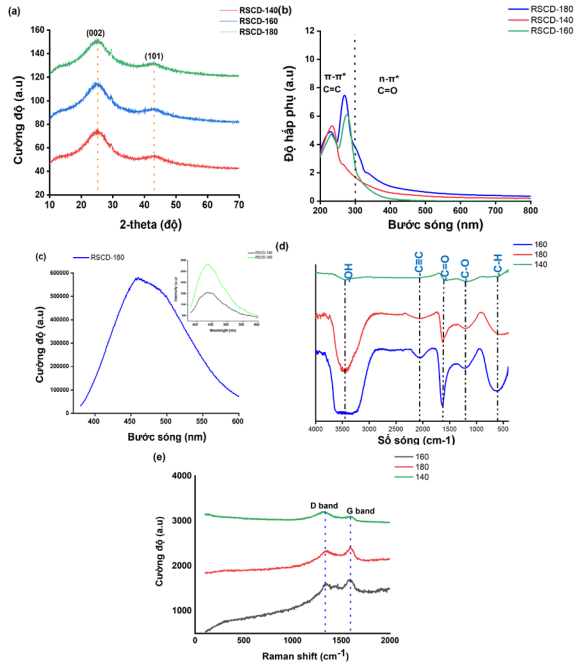
2.3.8.4. *Khoảng tuyến tính*

2.3.8.5. *Phương pháp phân tích thống kê*

CHƯƠNG 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. TỔNG HỢP VẬT LIỆU CHẤM CARBON TỪ RƠM RẠ

Phổ XRD (Hình 3.1a) của ba mẫu RSCD-140, RSCD-160 và RSCD-180 đều cho thấy sự xuất hiện của hai đỉnh nhiễu xạ đặc trưng tại $2\theta = 25,3^\circ$ và $43,1^\circ$ tương ứng với mặt (002) và (004) trong cấu trúc graphite (theo JCPDS Card số 26-1076), cho thấy sự hiện diện của carbon vô định hình có cấu trúc tương tự graphite.

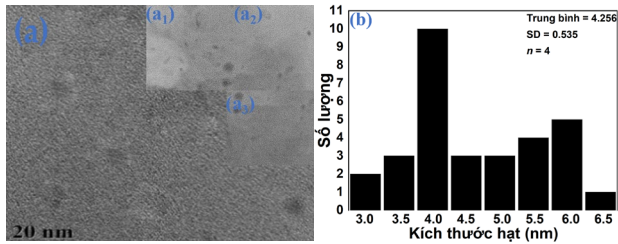


Hình 3.1. Kết quả đặc trưng phổ (a) XRD, (b) UV-Vis, (c) PL, (d) FTIR và (e) Phổ Raman của 3 mẫu RSCD-140, RSCD-160 và RSCD-180.

Trên phổ UV-Vis của ba mẫu RSCD (Hình 3.1b), đều xuất hiện hai đỉnh hấp thụ đặc trưng tại 232 nm và 270 nm, lần lượt liên quan đến chuyển tiếp $\pi-\pi^*$ trong liên kết C=C của khung graphite. Khi kích thích ở bước sóng 365 nm, tất cả các mẫu đều phát quang trong khoảng 380 - 600 nm (Hình 3.1c). Mẫu RSCD-180 cho thấy, cường độ phát quang mạnh nhất với đỉnh phát quang ở 455 nm. Kết quả cho thấy, trên phổ FTIR (Hình 3.1d) của 03 mẫu RSCD, khi nhiệt độ tăng từ 140 °C lên 180 °C, cường độ dải D giảm,

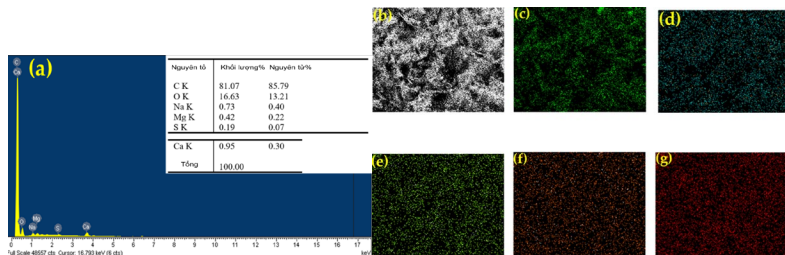
trong khi dải G tăng lên, cho thấy sự tăng cường kết tinh graphite.

Ảnh TEM (Hình 3.2a) cho thấy, vật liệu RSCD-180 có các hạt nano dạng gần như hình cầu, phân bố rời rạc và không có dấu hiệu kết tụ. Hình 3.2b cho thấy, các hạt có kích thước từ 3 nm đến 6,5 nm, trong đó kích thước khoảng 4,3 nm xuất hiện nhiều nhất.



Hình 3.2. (a) Ảnh TEM của vật liệu RSCD-180 ở dạng huyền phù (ảnh nhỏ: a_1 - a_3 là các ảnh TEM ở các điểm đo khác nhau trong cùng 1 mẫu) và (b) Phân bố kích thước hạt thể hiện ở 4 điểm đo khác nhau.

Phổ EDX (Hình 3.3a) cho thấy, thành phần chính của vật liệu RSCD-180 là carbon (81,07% khối lượng) và oxy (16,63% khối lượng). Các ảnh phân bố nguyên tố (Hình 3.3b-g) cho thấy, các nguyên tố chính (C và O) phân bố đồng đều trên các vùng đại diện của vật liệu.



Hình 3.3. (a) Phổ EDX của vật liệu RSCD-180 và (b-g) Phân bố nguyên tố C, O, Na, Mg và S trên bề mặt mẫu vật liệu RSCD-180.

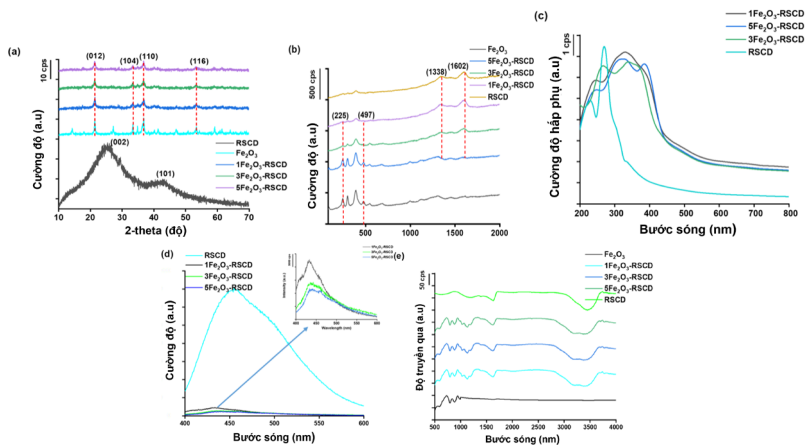
3.2. TỔNG HỢP VẬT LIỆU TỔ HỢP Fe_2O_3 -RSCD

Kết quả ở Hình 3.4a cho thấy, Fe_2O_3 với cấu trúc tinh thể ứng với các đỉnh nhiễu xạ ở các giá trị 2θ tương ứng với các mặt (012), (104), (110) và (116) (theo JCPDS số 33-0664). Phổ XRD của mẫu RSCD-180 chỉ có hai tín hiệu rộng và yếu, đặc trưng cho cấu trúc carbon vô định hình graphite. Mẫu $5\text{Fe}_2\text{O}_3$ -RSCD thể hiện các đỉnh nhiễu xạ sắc nét hơn.

Quang phổ Raman (Hình 3.4b) được ghi nhận trong khoảng $100 - 2000 \text{ cm}^{-1}$, các dải D và G đối với mẫu vật liệu RSCD-180 cho thấy, cấu trúc carbon bị khuyết tật. Tỷ lệ (I_D/I_G) tăng dần từ mẫu tổ hợp $1\text{Fe}_2\text{O}_3$ -RSCD đến $5\text{Fe}_2\text{O}_3$ -RSCD (tương ứng với 0,84; 0,86 và 0,90), chỉ ra mức độ khuyết tật tăng của mẫu tổ hợp khi tỉ lệ mol Fe tăng.

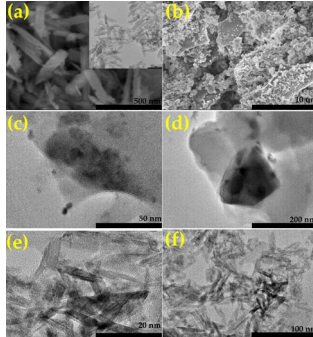
Hình 3.4c thể hiện phổ UV-Vis của 4 mẫu vật liệu (RSCD, $1\text{Fe}_2\text{O}_3$ -RSCD, $3\text{Fe}_2\text{O}_3$ -RSCD và $5\text{Fe}_2\text{O}_3$ -RSCD cho thấy, sự hấp thụ trong vùng tử ngoại và khả kiến tăng lên khi tăng tỉ lệ mol Fe/mol carbon. Hình 3.4d chỉ ra khi giảm tỉ lệ mol Fe/mol carbon, cường độ bức xạ phát quang giảm (mẫu $5\text{Fe}_2\text{O}_3$ -RSCD có cường độ cao hơn so với mẫu $1\text{Fe}_2\text{O}_3$ -RSCD và $3\text{Fe}_2\text{O}_3$ -RSCD), dẫn đến làm tăng sự truyền điện tích của vật liệu. Phổ FTIR (Hình 3.5e) cho thấy, có dao động Fe-O ở khoảng số sóng $550 \text{ cm}^{-1} - 600$

cm^{-1} , dao động này rõ hơn ở mẫu $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$. Kết quả này đã chứng tỏ, Fe được tích hợp vào mạng carbon của RSCD.



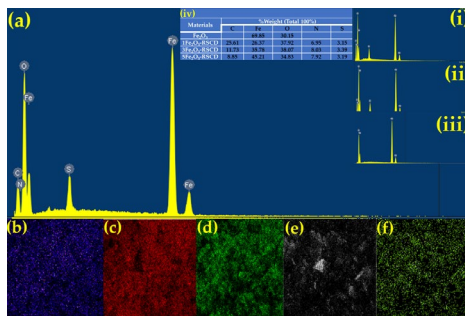
Hình 3.4. (a) Phổ XRD; (b) Phổ Raman; (c) Phổ UV-Vis; (d) Phổ PL của mẫu vật liệu RSCD-180 (viết tắt là RSCD) và 3 vật liệu tổ hợp; và (e) Phổ FTIR của mẫu vật liệu RSCD, Fe_2O_3 và 3 vật liệu tổ hợp.

Ảnh SEM (Hình 3.5a-b) cho thấy vật liệu Fe_2O_3 có cấu trúc dạng hạt với các cạnh rõ ràng, trong khi đó, vật liệu tổ hợp $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$ có cấu trúc không đồng nhất và xấp xỉ với các lớp carbon liên kết với nhau và các hạt Fe_2O_3 được phân bố trong vật liệu.



Hình 3.5. Ảnh SEM: (a) Fe_2O_3 (ảnh nhỏ: ảnh TEM của Fe_2O_3), (b) $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$; Ảnh HR-TEM: (c,d) RSCD, (e, f) $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$.

Các ảnh TEM của vật liệu $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$ (Hình 3.5e-f) so với ảnh TEM của vật liệu RSCD (Hình 3.5c-d) chứng tỏ thêm về sự tích hợp của Fe trong mạng carbon của RSCD. Thành phần nguyên tố của mẫu $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$ được xác định qua phổ EDX (Hình 3.6a). Kết quả cho thấy, trong mẫu vật liệu có mặt của carbon (C), oxy (O), sắt (Fe), lưu huỳnh (S) và nitơ (N).



Hình 3.6. (a) Phổ EDX $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$ (ảnh nhỏ: phổ EDX: (i) $1\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$, (ii) $3\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$, (iii) Fe_2O_3 , (iv) Thành phần nguyên tố trong mẫu vật liệu Fe_2O_3 và

Fe₂O₃-RSCD); (b-f) Phân bố nguyên tố S, Fe, O, C, và N trong mẫu vật liệu tổ hợp.

Hình 3.6b-f cho thấy sự phân bố khá đồng đều các nguyên tố S, Fe, O, C và N trong vật liệu tổ hợp 5Fe₂O₃-RSCD, nghĩa là chúng không bị kết tụ.

3.3. XÁC ĐỊNH ĐỒNG THỜI RACTOPAMINE VÀ CLENBUTEROL BẰNG PHƯƠNG PHÁP DPV DÙNG ĐIỆN CỰC BIẾN TÍNH RSCD/GCE

3.3.1. Đặc tính điện hóa của RTP và CLB

Kết quả Hình 3.7a cho thấy có thể phân tích đồng thời RTP và CLB trên điện cực biến tính RSCD/GCE. Các kết quả I_p và E_p của RTP và CLB được nêu ở Bảng 3.1.

Hình 3.7b và Bảng 3.1 cho thấy ảnh hưởng của pH dung dịch đến tín hiệu CV của RTP và CLB. Ở pH 7,0; dòng đỉnh I_p của cả 2 chất RTP và CLB là cao hơn cả (Hình 3.7d). Do vậy, pH 7,0 là thích hợp và được chọn cho các thí nghiệm tiếp theo.

Hình 3.7c và Bảng 3.1 cho thấy, đối với cả hai chất (RTP và CLB), giữa E_p và pH có tương quan tuyến tính. Hình 3.7e là đồ thị Nyquist đối với điện cực GCE và điện cực biến tính RSCD/GCE. Giá trị R_{ct} (điện trở chuyển điện tích) của điện cực GCE và RSCD/GCE lần lượt là 0,119 kΩ và 0,108 kΩ. Như vậy, điện cực biến tính RSCD/GCE có khả năng truyền điện tích tốt hơn so với điện cực GCE.

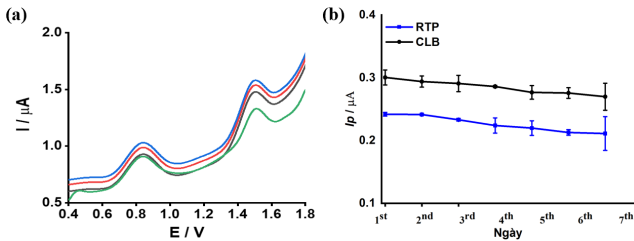
3.3.2. Ảnh hưởng của các chất cản trở

3.3.3. Độ tin cậy của phương pháp DPV dùng điện cực biến tính RSCD/GCE

3.3.3.1. Độ lặp lại, độ tái lập và độ tái lập

Kết quả ở Bảng 3.3 cho thấy phương pháp DPV sử dụng điện cực RSCD/GCE để xác định RTP và CLB có độ lặp lại tốt.

Kết quả được trình bày ở Hình 3.9a cho thấy phương pháp DPV sử dụng điện cực RSCD/GCE xác định RTP và CLB có độ tái lập tốt.



Hình 3.9. (a) Đường DPV của RTP và CLB với 04 lần biến tính điện cực GCE bằng RSCD, (b) Cường độ dòng đỉnh của RTP và CLB trong bảy (07) ngày liên tục trên cùng 1 điện cực RSCD/GCE.

Kết quả được trình bày ở Hình 3.9b và Bảng 3.4 cho thấy phương pháp DPV sử dụng điện cực RSCD/GCE có độ tái lập tốt.

3.3.3.2. Khoảng tuyến tính và giới hạn phát hiện

Diễn tiến tăng I_p theo nồng độ của RTP và CLB ở Hình 3.10a, b cho thấy, mối quan hệ I_p - $C_{RTP,CLB}$ có thể tuyến tính trong khoảng từ 0,1 - 92 μ M. Như vậy, khoảng tuyến tính của phương pháp là 0,1 - 92 μ M.

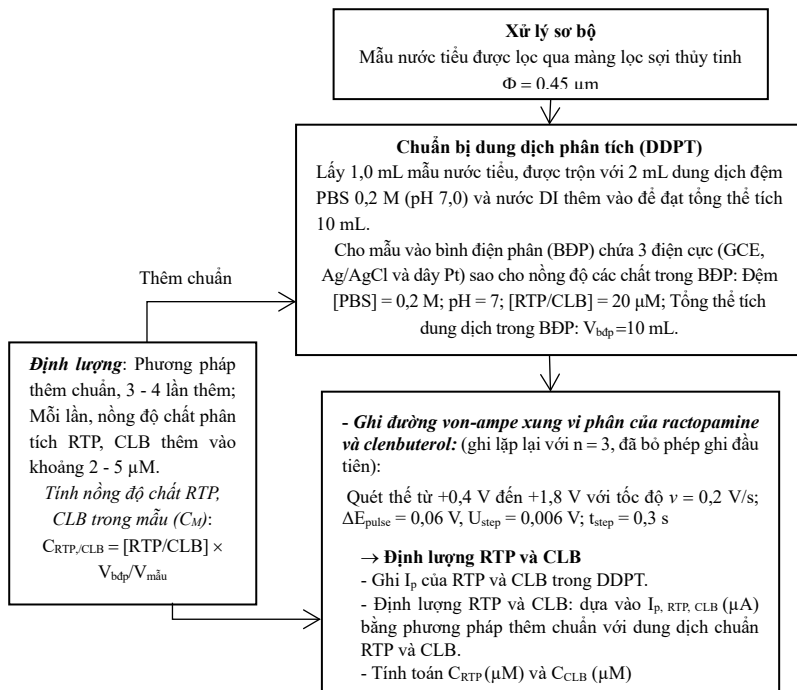
Dựa vào kết quả Bảng 3.5, giá trị LOD (theo “Quy tắc 3σ ”) của RTP và CLB xác định được là $0,09 \mu\text{M}$ và $0,05 \mu\text{M}$.

Hình 3.11a mô tả các đường DPV thu được khi tăng đồng thời nồng độ RTP và CLB trong phạm vi nồng độ $0,1 - 92 \mu\text{M}$. Hình 3.11b và Bảng 3.6 thể hiện sự phụ thuộc của $I_{p, \text{RTP}}$ và $I_{p, \text{CLB}}$ vào các nồng độ của RTP và CLB.

Giới hạn phát hiện (LOD) xác định được của RTP và CLB lần lượt là $0,09 \mu\text{M}$ và $0,03 \mu\text{M}$. Giá trị LOD của RTP và CLB trong trường hợp 1 và 2 khá tương đồng, điều này cho thấy điện cực RSCD/GCE cho thấy có thể phân tích đồng thời RTP và CLB.

3.3.4. Quy trình phân tích đồng thời RTP và CLB theo phương pháp DPV dùng điện cực biến tính RSCD/GCE

Quy trình phân tích trực tiếp RTP và CLB trong nước tiêu lộn bằng phương pháp DPV trên RSCD/GCE được đề xuất như ở Hình 3.12.



Hình 3.12. Quy trình phân tích đồng thời RTP và CLB trong mẫu thực tế bằng phương pháp DPV trên RSCD/GCE.

3.3.5. Phân tích mẫu thực tế

3.3.5.2. Phân tích mẫu thực tế được thêm chuẩn

Kết quả ở Bảng 3.8 cho thấy độ thu hồi của phương pháp DPV cho xác định RTP và CLB trong mẫu nước tiểu động vật có thêm chất chuẩn đều nằm trong giới hạn cho phép theo AOAC (Công thức 2.5).

3.3.5.3. Phân tích mẫu thực tế bằng phương pháp chuẩn

Kết quả phân tích mẫu bằng hai (02) phương pháp được trình bày trong Bảng 3.8.

Sử dụng kiểm định pair-t-test để so sánh kết quả phân tích cho thấy không khác nhau có ý nghĩa thống kê. Điều này cho thấy, phương pháp DPV đạt được độ đúng tốt khi so với phương pháp HPLC.

3.4. XÁC ĐỊNH ĐỒNG THỜI SALBUTAMOL VÀ DOPAMINE

3.4.1. Đặc tính điện hoá của salbutamol và dopamine

Kết quả cho thấy (Hình 3.13a) có thể phân tích đồng thời SBT và DPM trên điện cực biến tính $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD/GCE}$. Các kết quả I_p và E_p của SBT và DPM được nêu ở Bảng 3.9.

Hình 3.13b và Bảng 3.9 cho thấy tại pH 5,0; dòng đỉnh I_p của cả 2 chất SBT và DPM là cao hơn cả (Hình 3.13c). Do vậy, pH 5,0 là thích hợp và được chọn cho các thí nghiệm tiếp theo.

Hình 3.13e là đồ thị Nyquist đối với điện cực GCE và điện cực biến tính RSCD/GCE, $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GCE}$, $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD/GCE}$.

Kết quả xác định diện tích bề mặt hoạt động điện hóa của các điện cực được trình bày trong Bảng 3.10 cho thấy, khi biến tính điện cực GCE bằng RSCD, Fe_2O_3 , $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$ đã làm tăng diện tích bề mặt hoạt động điện cực. Từ kết quả được nêu ở Bảng 3.11 cho thấy, việc sử dụng điện cực GCE biến tính bằng vật liệu tổ hợp $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$ có thể tăng được diện tích bề mặt hoạt động điện cực và khả năng truyền điện tích giúp định lượng các chất phân tích (SBT và DPM) bằng phương pháp DPV tốt hơn.

3.4.2. Ảnh hưởng của một số yếu tố cản trở

3.4.3. Độ tin cậy của phương pháp DPV dùng điện cực biến tính Fe₂O₃-RSCD/GCE

3.4.3.1. Độ lặp lại, độ tái lặp và độ tái lập

Kết quả được trình bày ở Hình 3.14a-c và Bảng 3.13 cho thấy phương pháp DPV sử dụng điện cực Fe₂O₃-RSCD/GCE có độ lặp lại tốt.

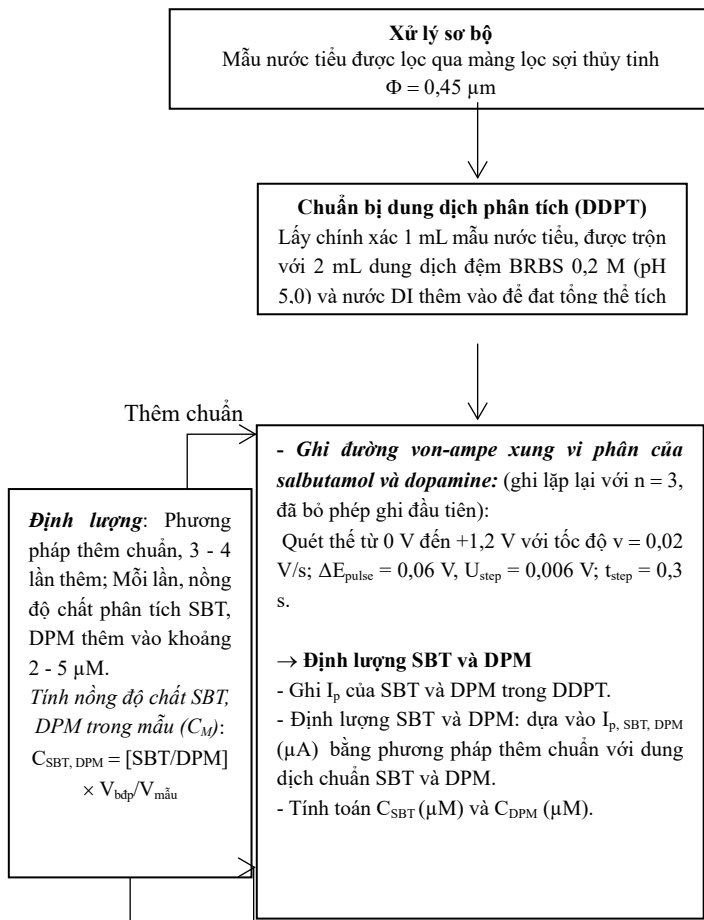
Kết quả được trình bày ở Hình 3.14d và Bảng 3.14 cho thấy phương pháp DPV sử dụng điện cực Fe₂O₃-RSCD/GCE với ĐKTN đã nêu để xác định SBT và DPM có độ tái lập tốt.

3.4.3.2. Khoảng tuyến tính và giới hạn phát hiện

- Đối với trường hợp 1: giá trị LOD (theo “Quy tắc 3 σ ”) của SBT và DPM xác định được là 0,07 μ M và 0,06 μ M.

- Đối với trường hợp 2: LOD được xác định cho SBT và DPM lần lượt là 0,03 μ M và 0,02 μ M (theo “quy tắc 3 σ ”). Các kết quả so sánh LOD và khoảng tuyến tính của phương pháp DPV với Fe₂O₃-RSCD/GCE phương pháp này đạt được giá trị LOD và khoảng tuyến tính không thua kém các phương pháp khác.

3.4.4. Quy trình phân tích đồng thời SBT và DPM theo phương pháp DPV



Hình 3.17. Quy trình phân tích đồng thời SBT và DPM trong mẫu thực tế trên

Fe_2O_3 -RSCD/GCE bằng phương pháp DPV.

3.4.5. Phân tích mẫu thực tế

3.4.5.2. Phân tích mẫu thực tế được thêm chuẩn (spiked sample)

3.4.5.3. Phân tích mẫu thực tế bằng phương pháp chuẩn

KẾT LUẬN

Luận án đã hoàn thành việc nghiên cứu, tổng hợp và đánh giá đặc trưng hai hệ vật liệu là chấm carbon từ rơm rạ (RSCD) và vật liệu tổ hợp Fe_2O_3 -RSCD, đồng thời ứng dụng trong chế tạo điện cực biến tính để phân tích điện hóa một số hợp chất thuộc nhóm β -agonist (ractopamine, clenbuterol, salbutamol) và hợp chất sinh học dopamine ở nồng độ vết. Từ các kết quả thu được, luận án đi đến các kết luận chính sau:

1. Đã tổng hợp được vật liệu chấm carbon (RSCD) từ rơm rạ - một loại phụ phẩm nông nghiệp bằng phương pháp thủy nhiệt. Các đặc trưng của vật liệu RSCD đã được xác định: hình thái và kích thước hạt vật liệu RSCD (khoảng 4,3 nm); thành phần của mẫu vật liệu RSCD chủ yếu là carbon (hơn 80%); bề mặt vật liệu RSCD có các nhóm chức OH^- , $\text{C}=\text{O}$, $\text{C}-\text{O}$. Trên cơ sở vật liệu RSCD và sử dụng phương pháp thủy nhiệt, vật liệu tổ hợp Fe_2O_3 -RSCD được tổng hợp thành công. Đặc trưng của vật liệu cũng được xác định: cấu trúc, hình thái, mức độ phân tán các pha và thành phần nguyên tố trong vật liệu tổ hợp Fe_2O_3 -RSCD.

2. Đã xây dựng được quy trình phân tích đồng thời ractopamine (RTP) và clenbuterol (CLB) bằng kỹ thuật von-ampe xung vi phân (DPV), dùng điện cực biến tính bằng vật liệu RSCD trên bề mặt điện cực than thủy tinh (GCE). Ở điều kiện thí nghiệm đã nêu, phương pháp DPV có khoảng tuyến tính 0,1 - 92 μM , giới hạn phát hiện lần lượt là 0,09 μM và 0,03 μM cho RTP và CLB và đạt được

độ tin cậy tốt. Phương pháp này đã được áp dụng thành công để phân tích một số mẫu nước tiểu lợn. Độ đúng của phương pháp DPV trên điện cực RSCD/GCE đã được đánh giá bằng cách so sánh kết quả phân tích RTP và CLB thu được với kết quả khi phân tích RTP và CLB bằng phương pháp HPLC (phương pháp chuẩn).

3. Đã xây dựng được phương pháp phân tích đồng thời salbutamol (SBT) và dopamine (DPM) bằng kỹ thuật von-ampe xung vi phân (DPV), dùng điện cực biến tính bằng vật liệu tổ hợp Fe_2O_3 -RSCD trên bề mặt điện cực than thủy tinh (GCE). Ở điều kiện thí nghiệm đã nêu, phương pháp DPV có khoảng tuyến tính 0,1 - 92 μM , giới hạn phát hiện (LOD) xác định được là 0,02 μM và 0,03 μM , tương ứng cho SBT và DPM và đạt được độ tin cậy tốt. Phương pháp này đã được áp dụng thành công để phân tích một số mẫu nước tiểu lợn. Độ đúng của phương pháp DPV đã được đánh giá bằng cách so sánh kết quả phân tích SBT và DPM (trên Fe_2O_3 -RSCD/GCE) thu được với kết quả khi phân tích SBT và DPM bằng phương pháp HPLC (phương pháp chuẩn).

4. Những điểm mới thu được của nghiên cứu luận án bao gồm: Đã xây dựng được hai quy trình phân tích dư lượng một số chất cấm trong chăn nuôi: (i) xác định đồng thời RTP và CLB trong nước tiểu động vật nuôi (lợn) bằng kỹ thuật DPV dùng điện cực biến tính RSCD/GCE; (ii) xác định đồng thời SBT và DPM trong nước tiểu lợn bằng kỹ thuật DPV dùng điện cực biến tính Fe_2O_3 -RSCD/GCE. Hai

quy trình này không chỉ góp phần phát triển các phương pháp phân tích điện hóa các chất hữu cơ, mà còn đóng góp vào tích cực vào công tác kiểm soát an toàn và vệ sinh thực phẩm ở nước ta.

DANH MỤC CÁC CÔNG TRÌNH KHOA HỌC

I. Tạp chí trong nước

1. **Đỗ Mai Nguyễn**, Nguyễn Văn Hợp, Nguyễn Lê Mỹ Linh, Trần Thanh Tâm Toàn (2024), Tín hiệu von-ampe xung vi phân của Ractopamine trên điện cực than thủy tinh biến tính bằng chấm carbon lượng tử, *Tạp chí Khoa học và Công nghệ, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế, chuyên san Hóa – Sinh – Khoa học Trái đất*, Tập 24, Số 2, tr. 1–12.

2. **Do Mai Nguyen**, Nguyen Van Hop, Nguyen Le My Linh, Tran Thanh Tam Toan (2024), Electrochemical determination of clenbuterol with differential pulse voltammetry technique at carbon dots-based rice straw-modified electrode, *Tạp chí Khoa học Đại học Huế: Khoa học Tự nhiên*, Tập 133, Số 1D, tr. 37–44. DOI: 10.26459/hueunijns.v133i1D.7308

II. Tạp chí quốc tế

1. Nguyen Van Hop, Nguyen Le My Linh, Tran Thanh Tam Toan, **Do Mai Nguyen*** (2025), Simultaneous Electrochemical Examination of Ractopamine and Clenbuterol Employing Carbon Dots Derived from Rice Straw, *Journal of The Electrochemical Society*, 172(2), 027509. DOI:10.1149/1945-7111/adb4a6 (SCIE, Q1, IF = 3,3).

2. Nguyen Van Hop, Nguyen Le My Linh, Vo Chau Ngoc Anh, Tran Thanh Tam Toan, **Do Mai Nguyen*** (2025), Fe₂O₃–rice straw carbon dot composite for simultaneous

electrochemical detection of dopamine and salbutamol,
Nanoscale Advances, 7(9), 2554-2567.
DOI:10.1039/d5na00065c (SCIE, Q1, IF = 4,6).

INTRODUCTION

Ractopamine (RTP), clenbuterol (CLB), and salbutamol (SBT) are synthetic β -agonists commonly used as growth promoters. Their use was introduced in the United States in the 1990s and subsequently adopted in numerous countries worldwide.

Carbon dots (CDs) are distinguished by their properties, including a large surface area, excellent electrical conductivity, and high chemical stability. These characteristics make them ideal candidates for electrochemical applications, particularly for modifying Glassy Carbon Electrodes (GCE) to serve as working electrodes (WE).

In recent years, numerous studies have focused on the synthesis of CDs from rice straw. However, published research regarding the application of Rice Straw Carbon Dots (RSCD) as modifiers for GCEs to fabricate working electrodes for the voltammetric determination of RTP, CLB, and SBT in meat or animal urine matrices remains limited. Furthermore, Dopamine (DPM) is an endogenous substance frequently present in biological samples such as meat and animal urine.

Addressing these issues, the thesis titled **“Synthesis of Carbon Dots from Rice Straw and Their Application in Voltammetric Determination of Selected β -Agonists in Porcine Urine Matrices”** was conducted. The primary objective is to establish analytical procedures for

determining residues of selected β -agonists (RTP, CLB, SBT) and DPM in animal urine using voltammetry with electrodes modified by RSCD synthesized from rice straw.

CHAPTER 1. LITERATURE REVIEW

1.1. SEVERAL MEDICATIONS OF β -AGONIST AND DOPAMINE

1.1.1. Ractopamine

1.1.2. Clenbuterol

1.1.3. Salbutamol

1.1.4. Dopamine

1.2. THE ANALYTICAL METHODS OF THE β -AGONIST SUBSTANCES AND DOPAMINE

1.2.1. Chromatography methods

1.2.2. Immuno methods

1.2.3. Spectroscopy methods

1.2.4. Electrochemical methods

1.2.4.1. The volt-ampere method using the electrode modified by non-carbon materials

1.2.4.2. The volt-ampere method using the electrode modified by carbon material

1.2.4.3. The volt-ampere method using the electrode modified by the metal/metal oxide composite material

1.3. CARBON DOTS AND THE SYNTHETIC METHOD

1.3.1. Carbon dots

1.3.2. The synthetic method for carbon dots derived from biomass

1.4. THE STATUS OF EMPLOYING CARBON FOR THE MODIFICATION MATERIAL AND THE ANALYSIS OF SEVERAL β -AGONIST MEDICATIONS

1.4.1. The international status

1.4.2. The national status

1.5. THE GENERAL DISCUSSION AND THE RESEARCH DIRECTION

CHAPTER 2. RESEARCH CONTENT AND METHOD

2.1. RESEARCH CONTENT

2.2. CHEMICALS, APPARATUS AND INSTRUMENT

2.2.1. Chemicals

2.2.2. Apparatus and instrument

2.3. RESEARCH METHOD

2.3.1. The sample preparation method

2.3.1.1. The sample preparation for synthesizing carbon dots and composite materials

2.3.1.2. The sample preparation for the analysis tests

2.3.2. The synthetic method for carbon dots from rice straw

2.3.3. The synthetic method of Fe_2O_3 -RSCD

2.3.4. Characteristic methods

2.3.4.1. *XRD*

2.3.4.2. *PL*

2.3.4.3. *FTIR*

2.3.4.4. *UV Vis*

2.3.4.5. *Raman*

2.3.4.6. *TEM and SEM*

2.3.4.7. *EDX*

2.3.4.8. *EIS*

2.3.5. *Volt-ampere methods*

2.3.5.1. *Cyclic voltammetry*

2.3.5.2. *Differential pulse voltammetry*

2.3.6. *The preparation method of the modified electrode*

2.3.7. *High-performance liquid chromatography*

2.3.8. *The evaluation of the proposed method's reliability*

2.3.8.1. *LOD and LOQ*

2.3.8.2. *Repeatability and reproducibility*

2.3.9. *The precision evaluation*

2.3.10. *The statistical method*

CHAPTER 3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. THE PREPARATION OF CARBON DOTS FROM RICE STRAW

In Figure 1a, two notable peaks for one RSCD sample synthesized from one selected rice straw are detected at roughly $2\theta = 25.3^\circ$ and 43.1° , corresponding to the (002) and (004) planes, respectively (according to JCPDS Card No: 26-1076), as previously reported in structural analyses

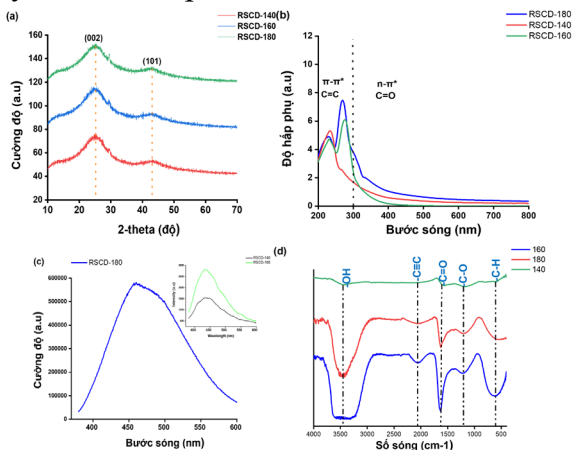
of disordered amorphous graphitic CDs. Figure 1b shows two peaks at 232 nm and 270 nm, attributed to C=C bonds because of π - π^* transitions within the graphitic core, detected in all three samples synthesized at the temperatures. Additionally, a weak peak at 332 nm, linked to C=O bonds due to n - π^* transitions, was observed in the RSCD at 180 °C (RSCD-180) ³⁵⁻³⁷. These findings align with previous reports ^{38,39}.

The photoluminescence properties of all RSCD samples at various temperatures were further investigated, as depicted in Figure 1c, utilizing an excitation wavelength of 365 nm and a range of 380-600 nm for the emission wavelength. As shown in the inset Figures, the PL intensity increased with rising synthesis temperature, reaching a maximum peak at 455 nm. This outcome is similar to the published report ⁴⁰.

The typical FTIR spectra of the RSCD acquired through the hydrothermal technique at various temperatures are illustrated in Figure 1d. The IR spectra indicated the existence of C=O stretching vibrations at 1631 cm^{-1} , which are considered characteristic features of carbon dots ^{41,42}. The defined peak at 3456 cm^{-1} is attributed to the OH group in RSCD ⁴³. Peaks at 2061 cm^{-1} , 1209 cm^{-1} , and 603 cm^{-1} in the spectrum of the RSCD are attributed to C \equiv N, C-O, and C-H functional groups, respectively ^{44,45}. These confirm the appearance of functional groups like C=O, OH⁻, C-H, and C-O,

consistent with previous findings^{46,47}. Notably, the FTIR peak intensity sharpens with increasing synthesis temperature.

Figure 1e shows the Raman spectra of three RSCD samples synthesized at 140 °C, 160 °C, and 180 °C. As the hydrothermal synthesis temperature was increased, a reduction in the intensity of the *D*-band peak ($\sim 1350\text{ cm}^{-1}$), indicative of disordered graphitic structures, and an upturn in the intensity of the *G*-band peak ($\sim 1593\text{ cm}^{-1}$), indicative of crystalline graphite carbon, were observed. These changes are associated with enhancements in specific electrical, optical, and physicochemical properties. The presence of graphitic carbon phases is indicated by an I_D/I_G ratio of less than 1, which is consistent with the XRD spectra as well as the published report⁴⁸. Therefore, from all the above-characterized results, 180 °C is selected as the suitable synthesis temperature for RSCD.



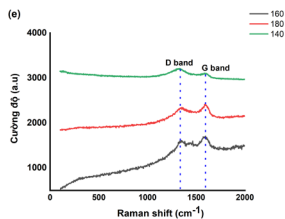


Figure 3.1. The spectrum of (a) XRD, (b) UV-Vis, (c) PL (inset 140 °C, 160 °C), (d) FTIR, (e) Raman of RSCD synthesized at 140 °C, 160 °C and 180 °C.

The micro-sized structure and the size distribution of RSCD synthesized at 180 °C were examined through TEM results (Figure 3.2a). The particles are indicated to be spherical in structure and the mean diameter of approximately 4.256 nm (Figure 3.2b), commonly observed in RSCD derived from natural sources and confirmed by previous reports^{49–52}.

EDX and mapping were utilized to analyze the elemental composition of the synthesized RSCD, as shown in Figure 3. The elemental analysis in Figure 3.3a indicates that RSCD-180 consists primarily of carbon (85.79%) and oxygen (13.21%), the latter likely associated with –OH and C=O groups⁵³. The uniform distribution of elements is depicted in the mapping images (Figure 3b-g). These results align with previous studies^{54,55}.

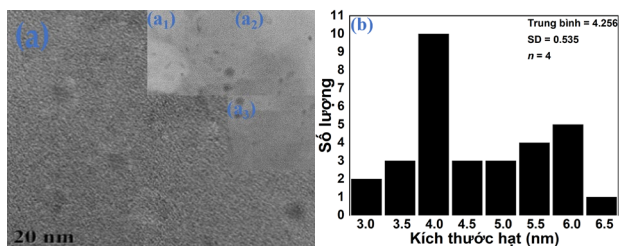


Figure 3.2. (a) The TEM result of RSCD at 180 °C, (b) The size distribution of RSCD.

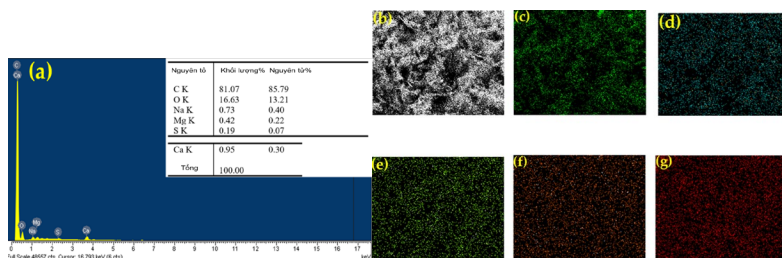


Figure 3.3. (a) EDX spectrum of RSCD-180, (b-g) element mapping images of C, O, Na, Mg, S and Ca.

3.2. THE SYNTHESIS OF Fe₂O₃-RSCD COMPOSITE MATERIAL

The X-ray diffraction (XRD) patterns (Figure 3.4a) confirm the crystalline structure of Fe₂O₃, with diffraction peaks observed at 2θ values corresponding to the (012), (104), (110), and (116) planes, in agreement with JCPDS card no. 33-0664³⁰⁻³². Notably, the 5Fe₂O₃-RSCD composite exhibits sharper diffraction peaks with enhanced intensity (*I*).

Raman spectra (Figure 3.4b) reveal *D*- and *G*-bands for RSCD, characteristic of defective and graphitic carbon structures³⁵. The intensity ratio (*I_D*/*I_G*) increases

systematically from 1Fe₂O₃-RSCD to 5Fe₂O₃-RSCD (corresponding to 0.84, 0.86 and 0.90), indicating a growing degree of defects with higher Fe loading. Figure 3.4c presents the absorption spectra of RSCD, 1Fe₂O₃-RSCD, 3Fe₂O₃-RSCD, and 5Fe₂O₃-RSCD composites across the 200–800 nm wavelength range. Strong absorption in the ultraviolet and visible regions is observed, with intensity increasing as Fe content rises. This increase is attributed to the carbon dots (RSCD), known for their light-harvesting efficiency. A peak around 300 nm, typical of π - π^* transitions in RSCD, is detected^{40,41}. Enhanced absorption in the visible region (400–600 nm) is caused by incorporating Fe₂O₃, indicating successful composite formation^{42,43}. In Figure 3.4d, the PL spectra reveal the emission characteristics in the 400–600 nm range. For RSCD, a relatively high emission intensity is observed, indicating efficient recombination of photo-excited electrons and holes. As Fe₂O₃ is introduced into the composites, significant quenching of PL intensity is observed for 5Fe₂O₃-RSCD compared to 1Fe₂O₃-RSCD and 3Fe₂O₃-RSCD. The quenching is caused by charge separation facilitated by carbon dots, which is further enhanced by Fe₂O₃, thereby suppressing electron-hole recombination. FTIR spectra (Figure 3.4e) identify functional groups in RSCD, including O-H (3200–3400 cm⁻¹), C=O (1700 cm⁻¹), and C-O-C (1100 cm⁻¹)⁴⁶⁻⁴⁸. The incorporation of Fe introduces Fe-O vibrational modes

(confirming the presence of Fe_2O_3) at $550\text{--}600\text{ cm}^{-1}$, which are most prominent in $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$. These Fe-O stretching bands align with previously reported spectra for Fe_2O_3 , further validating the successful integration of iron oxide within the composite structure⁴⁹.

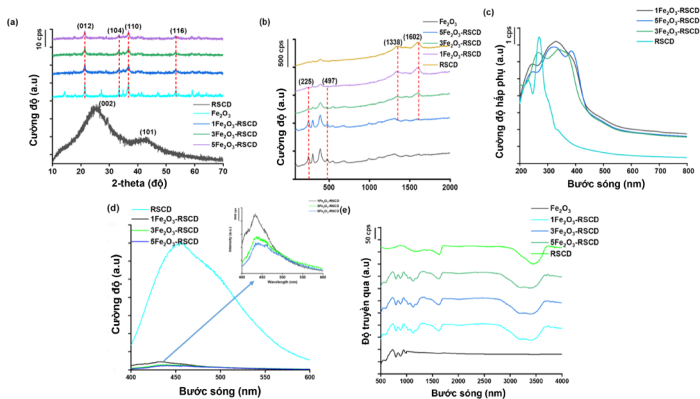


Figure 3.4. (a) The XRD pattern of RSCD, Fe_2O_3 , 3 synthesized composites; (b) The Raman spectra of RSCD, Fe_2O_3 and 3 synthesized composites; (c) The UV-Vis spectra of RSCD and the 3 synthesized composites; (d) The PL spectra of RSCD and the 3 synthesized composites (inset: the PL spectra of three composites); (e) The FTIR spectra of Fe_2O_3 , RSCD and the 3 synthesized composites.

The SEM images (Figure 3.5a, b) reveal the distinct morphologies of Fe_2O_3 powder and $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$. Fe_2O_3 -powder exhibits a particle-like structure with well-defined edges, reflecting the crystalline nature of Fe_2O_3 . In contrast, the $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$ composite presents a heterogeneous and porous morphology with interconnected carbon matrices

decorated by Fe_2O_3 particles. This porous architecture increases the specific surface area, providing more active sites for electrochemical reactions. Additionally, the uniform dispersion of Fe_2O_3 particles ensures better contact with the carbon matrix, enhancing electron transport and ionic diffusion during electrochemical processes.

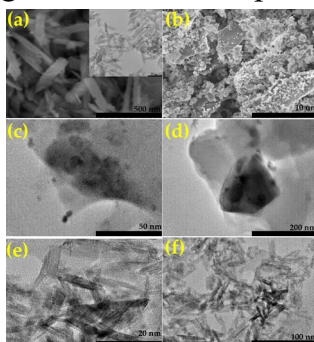


Figure 3.5. The SEM images of (a) Fe_2O_3 -powder (*inset: the TEM image of Fe_2O_3*), (b) 5 Fe_2O_3 -RSCD; The HRTEM of (c,d) RSCD, (e, f) 5 Fe_2O_3 -RSCD.

The TEM images (Figure 2c, d) of RSCD confirm the amorphous structure of the carbon dots, appearing as thin, irregular sheets with negligible lattice fringes^{54,55}. When modified to form 5 Fe_2O_3 -RSCD (Figure 2e, f), clear lattice fringes corresponding to Fe_2O_3 are observed, confirming successful integration. The elemental composition of the 5 Fe_2O_3 -RSCD composite is further confirmed by the EDX spectrum (Figure 3.6a), which demonstrates a homogeneous distribution of carbon (C), oxygen (O), iron (Fe), sulfur (S), and nitrogen (N). The dominant peaks

corresponding to carbon and oxygen highlight the carbon-rich and oxygen-containing groups derived from the RSCD base. The pronounced Fe peaks confirm the successful incorporation of Fe_2O_3 into the composite.

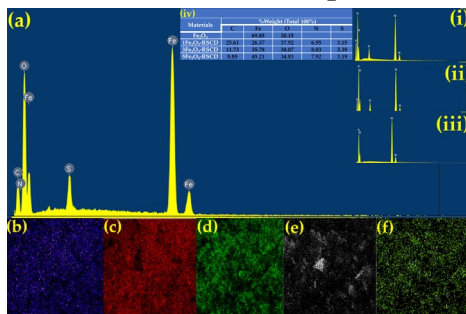


Figure 3.6. (a) The EDX spectrum of $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$ (inset: EDX spectra of (i) $1\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$, (ii) $3\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$, (iii) Fe_2O_3 ; (iv) Elemental composition of Fe_2O_3 and $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$ composites); (b-f) element mapping images of S, Fe, O, C, and N.

The elemental mapping images (Figure 3b-f) illustrate the spatial distribution of S, Fe, O, C, and N in $5\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD}$. The carbon and oxygen elements are distributed uniformly throughout the matrix, reflecting the homogeneous dispersion of RSCD. The Fe mapping reveals evenly distributed iron species without noticeable agglomeration, ensuring consistent interaction between Fe_2O_3 and the carbon framework.

3.3. SIMULTANEOUS DETERMINATION OF RACTOPAMINE AND CLENBUTEROL USING DPV METHOD BY RSCD/GCE

3.3.1. The electrochemical behavior of RTP and CLB

The results from Figure 3.7a demonstrate the feasibility of simultaneously analyzing RTP and CLB on the RSCD/GCE modified electrode. The peak current (I_p) and peak potential (E_p) values for RTP and CLB are presented in Table 3.1.

Figure 3.7b and Table 3.1 illustrate the influence of solution pH on the CV signals of RTP and CLB. At pH 7.0, the peak currents (I_p) for both RTP and CLB reached their maximum values (Figure 3.7d). Consequently, pH 7.0 was deemed optimal and selected for subsequent experiments.

Figure 3.7c and Table 3.1 indicate a linear correlation between E_p and pH for both analytes (RTP and CLB).

Figure 3.7e displays the Nyquist plots for the bare GCE and the RSCD/GCE modified electrode. The charge transfer resistance (R_{ct}) values for the GCE and RSCD/GCE were 0.119Ω and 0.108Ω , respectively. This indicates that the RSCD/GCE modified electrode exhibits superior charge transfer capability compared to the bare GCE.

3.3.2. Interferent impact

3.3.3. The reliability of the DPV method using RSCD/GCE

3.3.3.1. Repeatability and reproducibility

The results presented in Table 3.3 indicate that the DPV method employing the RSCD/GCE for the determination of RTP and CLB exhibits good repeatability.

Furthermore, the results shown in Figure 3.9a demonstrate that the DPV method, utilizing the RSCD/GCE, for determining RTP and CLB exhibits good reproducibility.

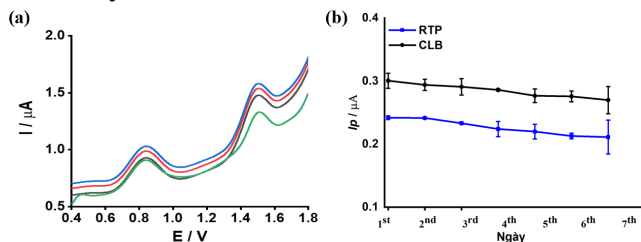


Figure 3.9. (a) The DPV responses of RTP and CLB at the four time periods of modifying RSCD onto a bare GCE are shown in (A). The DPV concentrations for RTP and CLB were $1 \mu\text{M}$ and $1.0 \mu\text{M}$, respectively, and were modified continuously for a week with RSCD/GCE.

The results presented in Figure 3.9b and Table 3.4 demonstrate that the DPV method employing the RSCD/GCE electrode exhibits good reproducibility.

3.3.3.2. Linear range and limit of detection

The dependence of peak current (I_p) on the concentrations of RTP and CLB, as illustrated in Figures 3.10a and 3.10b, demonstrates a linear relationship within the concentration range of $0.1\text{-}92 \mu\text{M}$. Consequently, the linear range of the method is established as $0.1\text{-}92 \mu\text{M}$.

Based on the results in Table 3.5, the Limit of Detection (LOD) values for RTP and CLB, calculated

according to the 3σ formula, were determined to be 0.09 μM and 0.05 μM , respectively.

Figure 3.11a illustrates the DPV voltammograms obtained upon the simultaneous increase of RTP and CLB concentrations within the range of 0.1-92 μM . Figure 3.11b and Table 3.6 present the dependence of the peak currents (I_p , RTP and I_p , CLB) on the respective concentrations of RTP and CLB.

The determined Limits of Detection (LOD) for RTP and CLB were 0.09 μM and 0.03 μM , respectively. The LOD values for RTP and CLB in cases 1 and 2 are comparable, indicating that the RSCD/GCE electrode is capable of simultaneously analyzing RTP and CLB.

3.3.4. The procedure of simultaneously detecting RTP and CLB using DPV by RSCD/GCE

The procedure for the direct analysis of RTP and CLB in porcine urine using the DPV method on the RSCD/GCE is proposed as depicted in Figure 3.12.

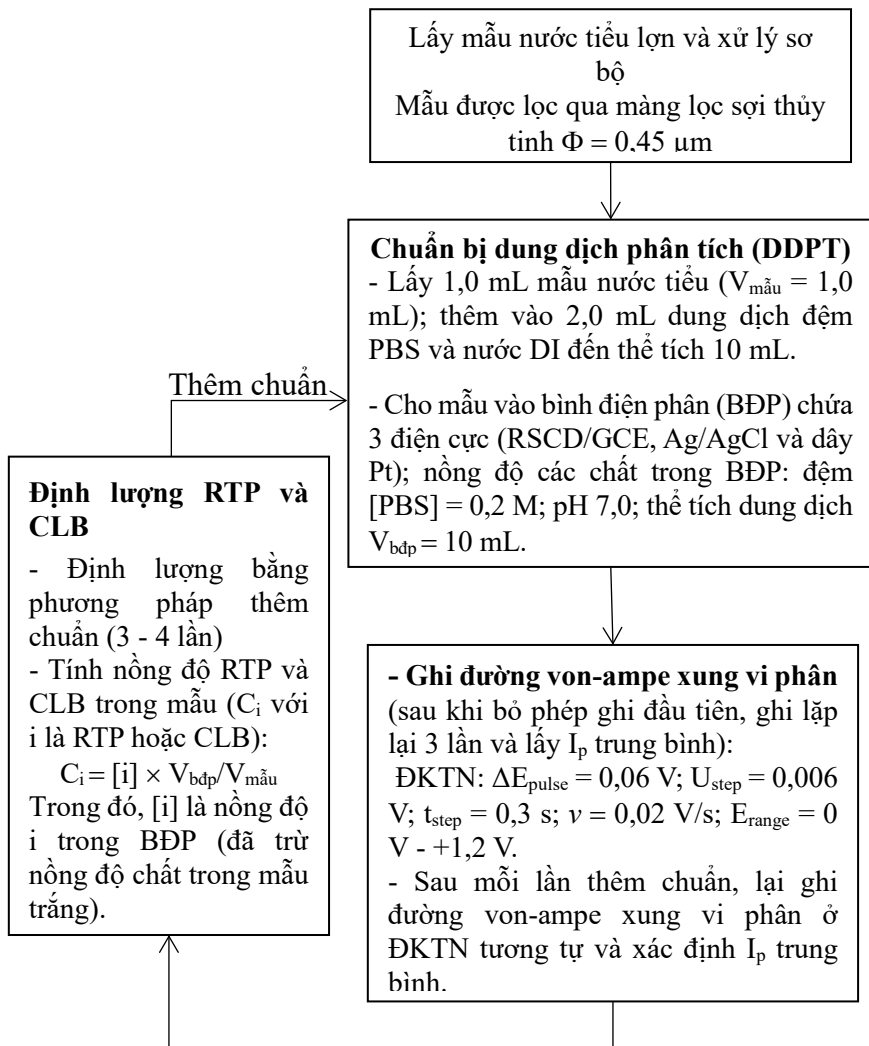


Figure 3.12. The procedure for the direct analysis of RTP and CLB in porcine urine using the DPV method on the RSCD/GCE.

3.3.5. Real sample tests

3.3.5.1. With the spiked real samples

The results presented in Table 3.8 indicate that the recoveries of the DPV method for determining RTP and CLB in spiked animal urine samples fall within the acceptable limits according to AOAC guidelines (Equation 2.5).

3.3.5.2. With the standard method

The analytical results obtained from the two methods are presented in Table 3.8.

A paired sample *t*-test was employed to compare the analytical results, revealing no statistically significant difference. This indicates that the DPV method achieves good accuracy relative to the HPLC method.

3.4. SIMULTANEOUS DETERMINATION OF SALBUTAMOL AND DOPAMINE USING DPV METHOD BY Fe₂O₃-RSCD/GCE

3.4.1. The electrochemical behavior of salbutamol and dopamine

The results presented in Figure 3.13a demonstrate the feasibility of simultaneously analyzing SBT and DPM on the Fe₂O₃-RSCD/GCE modified electrode. The peak current (*I*_p) and peak potential (*E*_p) values for SBT and DPM are detailed in Table 3.9.

Figure 3.13b and Table 3.9 indicate that at pH 5.0, the peak currents (*I*_p) for both SBT and DPM reach their maximum values (Figure 3.13c). Consequently, pH 5.0 was deemed optimal and selected for subsequent experiments.

Figure 3.13e displays the Nyquist plots for the bare GCE and the RSCD/GCE, Fe₂O₃/GCE, and Fe₂O₃-RSCD/GCE modified electrodes.

The determination of the electroactive surface area of these electrodes is presented in Table 3.10. The results indicate that modifying the GCE with RSCD, Fe₂O₃, or Fe₂O₃-RSCD resulted in an increased electroactive surface area.

Furthermore, the results summarized in Table 3.11 demonstrate that utilizing the GCE modified with the Fe₂O₃-RSCD composite material enhances both the electroactive surface area and the charge transfer capability. This facilitates the improved quantification of the analytes (SBT and DPM) via the DPV method.

3.4.2. The impact of inferents

3.4.3. Reliability of the DPV method employing the Fe₂O₃-RSCD/GCE modified electrode

3.4.3.1. Repeatability and reproducibility

The results illustrated in Figures 3.14a–c and Table 3.13 indicate that the DPV method employing the Fe₂O₃-RSCD/GCE electrode exhibits good repeatability.

Furthermore, the results presented in Figure 3.14d and Table 3.14 demonstrate that the DPV method, utilizing the Fe₂O₃-RSCD/GCE under the specified experimental conditions for the determination of SBT and DPM, possesses good reproducibility.

3.4.3.2. Linear range and limit of detection

– For case 1: The Limit of Detection (LOD) values for SBT and DPM, calculated according to the 3σ rule, were determined to be $0.07\ \mu\text{M}$ and $0.06\ \mu\text{M}$, respectively.

– For case 2: The determined LODs for SBT and DPM were $0.03\ \mu\text{M}$ and $0.02\ \mu\text{M}$, respectively (based on the 3σ rule).

A comparison of the LOD and linear range results obtained using the DPV method on the Fe_2O_3 -RSCD/GCE indicates that this method achieves performance metrics that are comparable to those of other reported methods.

3.4.4. The procedure of simultaneously analyzing SBT and DPM using the DPV method

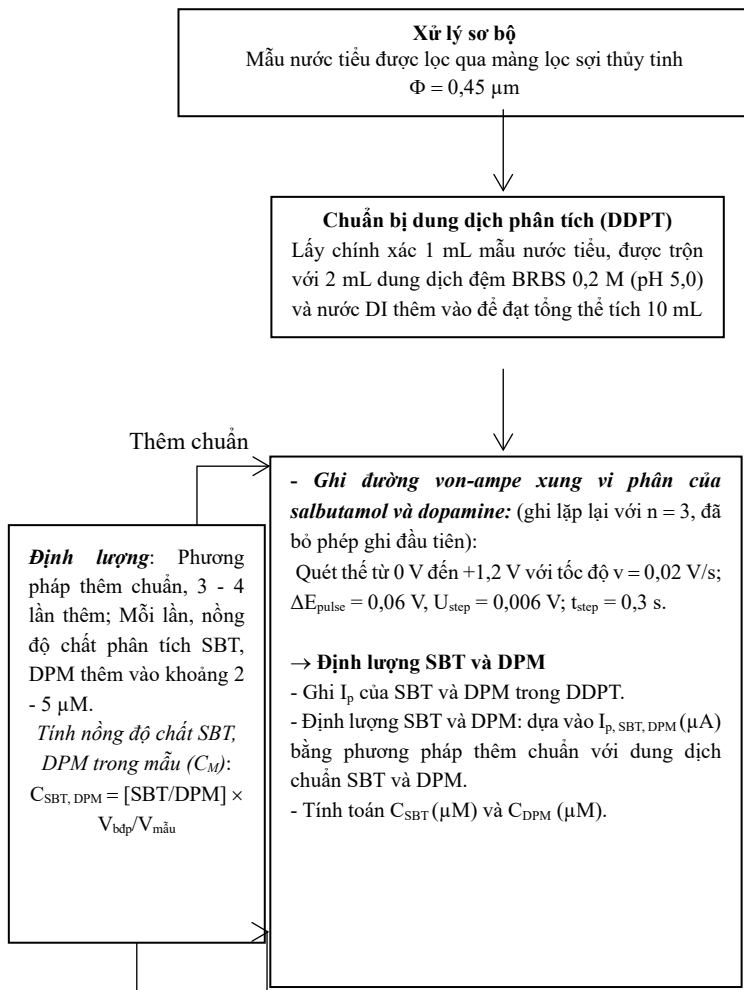


Figure 3.17. The procedure of simultaneously analyzing SBT and DPM in real samples using $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-RSCD/GCE}$ by the DPV method.

3.4.5. Real sample tests

3.4.5.1. For spiked samples

3.4.5.2. For the standard method

CONCLUSIONS

The thesis has successfully completed the investigation, synthesis, and characterization of two material systems: Rice Straw Carbon Dots (RSCD) and the Fe_2O_3 -RSCD composite. Furthermore, it has applied these materials in the fabrication of modified electrodes for the electrochemical analysis of selected β -agonist compounds (ractopamine, clenbuterol, salbutamol) and the biological compound dopamine at trace levels. Based on the obtained results, the following main conclusions are drawn:

- RSCD was successfully synthesized from rice straw, an agricultural by-product, via the hydrothermal method. The characteristics of the RSCD material were determined, including its morphology and a particle size of approximately 4.3 nm. The composition is predominantly carbon (80%), and the surface contains functional groups such as $-\text{OH}$, $\text{C}=\text{O}$, and $\text{C}-\text{O}$. Building upon the RSCD material and employing the hydrothermal method, the Fe_2O_3 -RSCD composite was successfully synthesized. This composite was also characterized in terms of structure, morphology, phase dispersion, and elemental composition.
- An analytical procedure for the simultaneous determination of ractopamine (RTP) and clenbuterol (CLB) was established using Differential Pulse Voltammetry (DPV) on a Glassy Carbon Electrode modified with RSCD (RSCD/GCE). Under the specified experimental conditions, the DPV method exhibited a linear range of 0.1

-92 μM , with limits of detection (LOD) of 0.09 μM and 0.03 μM for RTP and CLB, respectively, achieving high reliability. This method was successfully applied to the analysis of selected porcine urine samples. The accuracy of the DPV method on the RSCD/GCE was validated by comparing the analytical results for RTP and CLB with those obtained via High-Performance Liquid Chromatography (HPLC), the standard reference method.

- An analytical method for the simultaneous determination of salbutamol (SBT) and dopamine (DPM) was established using DPV with a GCE modified by an Fe_2O_3 -RSCD composite. Under the specified experimental conditions, the DPV method exhibited a linear range of 0.1-92 μM . The LODs were determined to be 0.02 μM and 0.03 μM for SBT and DPM, respectively, achieving high reliability. This method was successfully applied to the analysis of selected porcine urine samples. The accuracy of the DPV method was validated by comparing the analytical results for SBT and DPM (obtained using Fe_2O_3 -RSCD/GCE) with those obtained using HPLC (the standard reference method).

THE PUBLICATION LIST

I. National papers

1. **Đỗ Mai Nguyễn**, Nguyễn Văn Hợp, Nguyễn Lê Mỹ Linh, Trần Thanh Tâm Toàn (2024), Tín hiệu von-ampe xung vi phân của Ractopamine trên điện cực than thủy tinh biến tính bằng chấm carbon lượng tử, *Tạp chí Khoa học và Công nghệ, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế, chuyên san Hóa – Sinh – Khoa học Trái đất*, Tập 24, Số 2, tr. 1–12.

2. **Do Mai Nguyen**, Nguyen Van Hop, Nguyen Le My Linh, Tran Thanh Tam Toan (2024), Electrochemical determination of clenbuterol with differential pulse voltammetry technique at carbon dots-based rice straw-modified electrode, *Tạp chí Khoa học Đại học Huế: Khoa học Tự nhiên*, Tập 133, Số 1D, tr. 37–44. DOI: 10.26459/hueunijns.v133i1D.7308

II. International papers

1. Nguyen Van Hop, Nguyen Le My Linh, Tran Thanh Tam Toan, **Do Mai Nguyen*** (2025), Simultaneous Electrochemical Examination of Ractopamine and Clenbuterol Employing Carbon Dots Derived from Rice Straw, *Journal of The Electrochemical Society*, 172(2), 027509. DOI:10.1149/1945-7111/adb4a6 (SCIE, Q1, IF = 3,3).

2. Nguyen Van Hop, Nguyen Le My Linh, Vo Chau Ngoc Anh, Tran Thanh Tam Toan, **Do Mai Nguyen*** (2025), Fe₂O₃–rice straw carbon dot composite for simultaneous

electrochemical detection of dopamine and salbutamol,
Nanoscale Advances, 7(9), 2554-2567.
DOI:10.1039/d5na00065c (SCIE, Q1, IF = 4,6).