

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN VĂN KỶ

**NGHIÊN CỨU PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH CÁC KIM LOẠI:
Bi, Cd, Cu, Ni, Pb, Zn TRONG NƯỚC THẢI MỘT SỐ LÀNG NGHỀ
TRUYỀN THỐNG VÀ KHU CÔNG NGHIỆP
CỦA HUYỆN YÊN PHONG – TỈNH BẮC NINH**

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC

Thái Nguyên - Năm 2012

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN VĂN KỶ

**NGHIÊN CỨU PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH CÁC KIM LOẠI:
Bi, Cd, Cu, Ni, Pb, Zn TRONG NƯỚC THẢI MỘT SỐ LÀNG
NGHỀ TRUYỀN THỐNG VÀ KHU CÔNG NGHIỆP
CỦA HUYỆN YÊN PHONG – TỈNH BẮC NINH**

Chuyên ngành: **Hóa phân tích**

Mã số: **60.44.29**

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC : PGS.TS. LÊ LAN ANH

Thái Nguyên - Năm 2012

LỜI CAM ĐOAN

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

**Xác nhận
của Khoa Chuyên môn**

Tác giả luận văn

Nguyễn Văn Kỹ

LỜI CẢM ƠN

Với lòng kính trọng và biết ơn sâu sắc, tôi xin chân thành cảm ơn PGS. TS. Lê Lan Anh đã trực tiếp hướng dẫn tận tình và giúp đỡ tôi trong suốt quá trình nghiên cứu và thực hiện đề tài.

Tôi xin chân thành cảm ơn TS.Vũ Đức Lợi, thầy Bùi Đức Hưng cùng các cô, chú, anh, chị cán bộ phòng Hoá Phân tích, Viện Hoá học – Viện Khoa học và công nghệ Việt Nam đã động viên, giúp đỡ và tạo mọi điều kiện thuận lợi cho tôi trong quá trình hoàn thành luận văn này.

Tôi xin chân thành cảm ơn Ban chủ nhiệm và các thầy cô Khoa Hoá học, Khoa sau Đại học – Trường Đại học Sư phạm Thái Nguyên đã giúp đỡ và cho tôi những ý kiến đóng góp quý báu.

Và tôi xin cảm ơn các anh, chị, các bạn học viên lớp cao học Hoá K18, gia đình, người thân đã động viên, giúp đỡ tôi để tôi hoàn thành luận văn này.

Thái Nguyên, tháng 8 năm 2012

Tác giả

Nguyễn Văn Kỳ

MỤC LỤC

	Trang
Trang bìa phụ	
Lời cam đoan	i
Lời cảm ơn	ii
Mục lục	iii
Danh mục các ký hiệu, các chữ viết tắt.....	vi
Danh mục các bảng	vii
Danh mục các hình	ix
MỞ ĐẦU.....	1
Chương 1. TỔNG QUAN.....	3
I.1. Nguồn gốc nước thải	3
I.1.1. Nước thải sinh hoạt.....	3
I.1.2. Nước thải công nghiệp.....	3
I.2. Thành phần nước thải	3
I.3. Các chỉ tiêu đánh giá mức độ ô nhiễm nước [16, 26, 33, 37]	7
I.3.1. Độ pH.....	7
I.3.2. Nhiệt độ.....	7
I.3.3. Màu sắc	8
I.3.4. Mùi vị.....	9
I.3.5. Độ đục	9
I.3.6. Độ mặn.....	9
I.3.7. Chất rắn trong nước	10
I.3.8. Chất rắn bay hơi	10
I.3.9. Chất rắn có thể lắng	10
I.3.10. Độ kiềm toàn phần.....	10
I.3.11. Độ axit.....	11
I.3.12. Độ cứng của nước.....	12
I.3.13. Hàm lượng oxi hòa tan trong nước (DO: dissolved oxygen) [16].	14
I.3.14. Nhu cầu oxi sinh hóa (BOD: biochemical oxygen demand)	15

I.3.15. Nhu cầu oxi hóa học (COD: chemical oxygen demand).....	15
I.3.16. Hàm lượng sắt và mangan trong nước	16
I.3.17. Hàm lượng photpho [16]	16
I.3.18. Hàm lượng sunfat [26].....	16
I.3.19. Hàm lượng nitơ [16]	17
I.3.20. Hàm lượng kim loại nặng: Pb, Cu, Ni, Cd... [16, 26]	17
I.3.21. Hàm lượng chất dầu mỡ [26]	17
I.3.22. Các chỉ tiêu vi sinh [37].....	17
I.4. Tác động của nước thải chưa được xử lý [16, 26, 37].....	17
I.5. Sự ô nhiễm trong nước thải khu công nghiệp và làng nghề ở huyện Yên Phong – tỉnh Bắc Ninh [24].....	19
I.6. Kim loại nặng và tình trạng ô nhiễm kim loại nặng trong môi trường..	20
I.6.1. Giới thiệu về kim loại nặng [19, 25]	20
I.6.2. Vai trò, chức năng của một số kim loại nặng	21
I.7. Phương pháp cực phổ và von-ampe hoà tan, Von-Ampe hoà tan hấp phụ [5, 6, 31, 32]	28
I.7.1. Cơ sở lý thuyết của phương pháp cực phổ	28
I.7.2. Nguyên tắc chung của phương pháp von-ampe hoà tan [6, 10].....	32
I.7.3. Phương pháp Von-Ampe hoà tan hấp phụ (AdSV) [36,37]	33
I.7.4. Một số kỹ thuật ghi đường von-ampe hòa tan	35
I.7.5. Ưu điểm của phương pháp Von-ampe hòa tan	35
I.7.6. Giới thiệu về điện cực dùng trong phương pháp von-ampe hòa tan	36
I.7.7. Ưu điểm của phương pháp Von-ampe hòa tan	38
Chương 2. THỰC NGHIỆM VÀ PHƯƠNG PHÁP	39
II.1. Thiết bị, dụng cụ và hoá chất	39
II.1.1. Thiết bị và dụng cụ.....	39
II.1.2. Hóa chất.....	40
II.2. Phương pháp nghiên cứu.....	40
II.2.1. Khảo sát xây dựng quy trình phân tích theo phương pháp von – ampe hòa tan.....	40

II.2.2. Khảo sát tìm các điều kiện tối ưu.....	41
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	42
III.1. Khảo sát các điều kiện tối ưu	42
III.1.1. Khảo sát ảnh hưởng của môi trường phân tích cho các ion: Bi ³⁺ , Cd ²⁺ , Cu ²⁺ , Ni ²⁺ , Pb ²⁺ , Zn ²⁺	42
III.1.2. Khảo sát điều kiện phân tích cho ion Ni ²⁺ [35, 38]	53
III.1.3 Khảo sát điều kiện phân tích cho ion Bi ³⁺ [34].....	61
III.2. Xây dựng đường chuẩn.....	68
III.2.1. Đường chuẩn xác định Zn ²⁺ [5], [12]	68
III.2.2. Đường chuẩn xác định hàm lượng Cd ²⁺ [5], [16]	71
III.2.4. Đường chuẩn xác định hàm lượng Cu ²⁺ [5, 11, 12]	76
III.2.5. Đường chuẩn xác định hàm lượng Ni ²⁺	78
III.2.6. Đường chuẩn xác định hàm lượng Bi ³⁺ [5, 34].....	81
III.3. Khảo sát độ lặp lại, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng.....	82
III.3.1. Khảo sát độ lặp lại [5, 11, 12]	82
III.3.2. Khảo sát giới hạn phát hiện (LOD), giới hạn định lượng (LOQ) [5, 7, 9, 11, 12, 18].....	85
III.4. Xác định hàm lượng các kim loại Zn, Cd, Pb, Ni, Bi trong mẫu nước thải	87
III.4.1. Chuẩn bị mẫu phân tích và quy trình xử lý mẫu [15, 16, 20, 26, 27]...	87
III.4.2. Ứng dụng phương pháp thêm chuẩn xác định hàm lượng Zn, Cd, Pb, Cu, Ni, Bi trong mẫu nước thải	88
III.5. Kết quả đo quang phổ phát xạ plasma (ICP – AES) của một số mẫu nước thải.....	100
III.6. Tổng hợp kết quả phân tích xác định hàm lượng (Zn, Cd, Pb, Cu, Ni, Bi) của một số mẫu nước thải ở Yên Phong và so sánh với TCVN. ...	101
KẾT LUẬN.....	103
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	106
PHỤ LỤC.....	110

DANH MỤC CÁC KÍ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

Viết tắt	Tiếng Anh	Tiếng Việt
AE	Auxiliary Electrode	Điện cực phụ trợ
ASV	Anodic Stripping Voltammetry	Von – Ampe hòa tan anot
CSV	Cathodic Stripping Voltammetry	Von – Ampe hòa tan catot
CV	Cyclic Voltammetry	Von – Ampe vòng
DP	Differential Pulse	Xung vi phân
DPASV	Differential Pulse Anodic Stripping Voltammetry	Von – Ampe hòa tan anot xung vi phân
DPP	Differential Pulse Polarography	Phương pháp cực phổ xung vi phân
E_p	Peak potential	Thế đỉnh pic
GHDL	Limit of quantification	Giới hạn định lượng
GHPH	Limit of detection	Giới hạn phát hiện
HMDE	Hanging Mercury Drop Electrode	Điện cực giọt thủy ngân treo
ICP-AES	Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry	quang phổ phát xạ nguyên tử plasma
I_p	Peak current	Dòng đỉnh pic
KDLĐ	Not Quantitative	Không định lượng được
KPHĐ	Not Detected	Không phát hiện được
MFE	Mercury Film Electrode	Điện cực màng thủy ngân
NPP	Normal Pulse Polarography	Phương pháp cực phổ xung biến đổi đều
LOD	limit of detection	Giới hạn phát hiện
LOQ	limit of quantitation	Giới hạn định lượng
ppb	Part per billion	Phần tỷ
ppm	Part per million	Phần triệu
R	Coefficient of correlation	Hệ số tương quan
RDE	Rotating Disk Electrode	Điện cực đĩa quay
RE	Reference Electrode	Điện cực so sánh
SSE	Solid State Electrode	Điện cực rắn
WE	Working Electrode	Điện cực làm việc

DANH MỤC CÁC BẢNG

	Trang
Bảng 1.1. Phân bố và dạng của nước trên Trái đất	4
Bảng 1.2. Các đặc điểm lý học, h/học và sinh học của nước thải và nguồn sinh ra nó ..	5
Bảng 1.3. Các chất ô nhiễm quan trọng cần chú ý đến trong quá trình xử lý nước thải..	6
Bảng 1.4. Các loại chất thải và các nguồn thải chính	7
Bảng 1.5. Độ cứng của nước biểu thị bằng hàm lượng CaCO_3	14
Bảng 1.6. Chỉ số DO trong nước ở áp suất 1atm và các nhiệt độ khác nhau.....	15
Bảng 1.7. Ảnh hưởng của nước thải đến môi trường	19
Bảng 1.8. Thế bán sóng của Cu^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Ni^{2+} , Bi^{3+} trong một số nền.....	30
Bảng 3.1. Các thông số kỹ thuật ghi đo nền HCl.....	43
Bảng 3.2. Các thông số kỹ thuật ghi đo nền NaAc + HAc	44
Bảng 3.3. Kết quả đo khảo sát chọn nền điện li tối ưu	45
Bảng 3.4. các thông số kỹ thuật ghi đo nền NaAc + HAc	46
Bảng 3.5. Kết quả đo khảo sát nồng độ nền điện li tối ưu	49
Bảng 3.6. Các thông số kỹ thuật ghi đo khảo sát thời gian điện phân.	50
Bảng 3.7. Kết quả đo khảo sát thời gian điện phân làm giàu.....	51
Bảng 3.8. Các thông số kỹ thuật ghi đo Khảo sát thế điện phân làm giàu.....	52
Bảng 3.9. Kết quả đo khảo sát thế điện phân làm giàu.....	53
Bảng 3.10. các thông số kỹ thuật ghi đo nền HCl + pyridin.....	54
Bảng 3.11. Kết quả đo khảo sát tìm nồng độ nền HCl tối ưu	55
Bảng 3.12. Kết quả đo khảo sát tìm nồng độ nền Pyridin tối ưu	57
Bảng 3.13. các thông số kỹ thuật ghi đo khảo sát thế điện phân làm giàu	58
Bảng 3.14. Kết quả ghi đo khảo sát thế điện phân làm giàu.....	59
Bảng 3.15. Các thông số kỹ thuật ghi đo khảo sát thời gian điện phân.	60
Bảng 3.16. Kết quả đo khảo sát thời gian điện phân làm giàu.....	61
Bảng 3.17. Các thông số kỹ thuật ghi đo khảo sát nồng độ nền.	62
Bảng 3.18. Kết quả đo khảo sát tìm nồng độ nền (NaAc + HAc) tối ưu	63
Bảng 3.19. Kết quả đo khảo sát tìm nồng độ nền Pyrogalic tối ưu	64
Bảng 3.20. Các thông số kỹ thuật ghi đo khảo sát thế điện phân làm giàu	65
Bảng 3.21. Kết quả ghi đo khảo sát thế điện phân làm giàu.....	66
Bảng 3.22. Các thông số kỹ thuật ghi đo khảo sát thời gian điện phân.	67
Bảng 3.23. Kết quả đo khảo sát thời gian điện phân làm giàu.....	68

Bảng 3.24. Các thông số kỹ thuật ghi đo xây dựng đường chuẩn của Zn^{2+}	69
Bảng 3.25. Kết quả đo khảo sát đường chuẩn của Zn^{2+} Ip theo C(mg/l)	70
Bảng 3.26. Các thông số kỹ thuật ghi đo xây dựng đường chuẩn của Cd^{2+}	71
Bảng 3.27. Kết quả đo khảo sát đường chuẩn của Cd^{2+} Ip theo C(mg/l).....	72
Bảng 3.28. Các thông số kỹ thuật ghi đo xây dựng đường chuẩn của Pb.....	73
Bảng 3.29. Kết quả đo khảo sát đường chuẩn của Pb^{2+} Ip theo C(mg/l)	74
Bảng 3.30. Các thông số kỹ thuật ghi đo xây dựng đường chuẩn của Cu^{2+}	76
Bảng 3.31. Kết quả đo khảo sát đường chuẩn của Cu^{2+} Ip theo C(mg/l).....	77
Bảng 3.32. Các thông số kỹ thuật ghi đo xây dựng đường chuẩn của Ni.....	78
Bảng 3.33. Kết quả đo khảo sát đường chuẩn của Ni^{2+} Ip theo C(mg/l)	79
Bảng 3.34. Các thông số kỹ thuật ghi đo xây dựng đường chuẩn của Bi	81
Bảng 3.35. Kết quả đo khảo sát đường chuẩn của Bi^{3+} Ip theo C(mg/l).....	82
Bảng 3.36. Kết quả đo khảo sát độ lặp lại	84
Bảng 3.37. Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ)	86
Bảng 3.38. Bảng miêu tả vị trí lấy mẫu	87
Bảng 3.39. Các thông số ghi đo xác định đồng thời hàm lượng Zn, Cd, Pb, Cu.....	89
Bảng 3.40. Kết quả thêm chuẩn trung bình đối với Zn, Pb, Cu.....	91
Bảng 3.41. Hàm lượng Zn, Pb, Cu trong nước thải	93
Bảng 3.42. Các thông số kỹ thuật ghi đo	94
Bảng 3.43. Kết quả thêm chuẩn trung bình đối với Cd	94
Bảng 3.44. Hàm lượng Cd trong nước thải.....	95
Bảng 3.45. Các thông số kỹ thuật ghi đo xác định hàm lượng Ni.....	96
Bảng 3.46. Kết quả thêm chuẩn trung bình đối với Ni	97
Bảng 3.47. Hàm lượng Ni trong mẫu nước thải.....	97
Bảng 3.48. Các thông số kỹ thuật ghi đo xác định hàm lượng Bi.....	98
Bảng 3.49. Kết quả thêm chuẩn trung bình đối với Bi	99
Bảng 3.50. Hàm lượng Bi trong mẫu nước thải.....	99
Bảng 3.51. K/quả đo ICP-AES xác định Zn, Cd của một số mẫu so với DP-ASV	100
Bảng 3.52. K/quả đo ICP-AES xác định Pb,Cu,Ni của một số mẫu so với DP-ASV .	101
Bảng 3.53. Kết quả hàm lượng Zn, Cd, Pb, Cu, Ni, Bi trong 6 mẫu nước	101
Bảng 3.54. Giá trị giới hạn các thông số và nồng độ một số kim loại trong nước thải công nghiệp.....	102