

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

VI XUÂN KHÁNH

**PHÂN TÍCH ASEN VÀ BƯỚC ĐẦU NGHIÊN CỨU
PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ BẰNG VẬT LIỆU
ĐÁ ONG BIẾN TÍNH**

Chuyên ngành: Hoá phân tích

Mã số: 60.44.0118

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC HOÁ HỌC

Người hướng dẫn khoa học: PGS. TS. Nguyễn Văn Ri

Thái Nguyên, năm 2013

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan nội dung của luận văn là công trình nghiên cứu của tôi dưới sự hướng dẫn của PGS.TS Nguyễn Văn Ri. Các số liệu và kết quả nêu trong luận văn là hoàn toàn trung thực và chưa từng được công bố.

Tác giả luận văn

Vi Xuân Khánh

Xác nhận của trưởng khoa

**Xác nhận
của Chủ tịch HĐ chấm luận văn**

TS Nguyễn Thị Hiền Lan

PGS. TS. Lê Hữu Thiềng

LỜI CẢM ƠN

Với lòng biết ơn sâu sắc em xin chân thành cảm ơn PGS.TS Nguyễn Văn Ri đã giao đề tài và tận tình hướng dẫn em trong suốt quá trình làm đề tài luận văn này.

Em cũng xin chân thành cảm ơn Ban chủ nhiệm Khoa Hóa Học , các thầy cô giáo, anh chị , bạn bè trong tổ bộ môn hóa phân tích – Trường Đại Học Khoa Học Tự Nhiên đã tạo mọi điều kiện thuận lợi và giúp đỡ em trong quá trình làm khóa luận.

Tôi cũng xin chân thành cảm ơn gia đình, bạn bè, người thân và đồng nghiệp đã quan tâm, động viên, giúp đỡ tôi trong suốt quá trình nghiên cứu và hoàn thành luận văn.

Em xin chân thành cảm ơn !

Thái Nguyên, ngày 26 tháng 05 năm 2013

Vi Xuân Khánh

MỤC LỤC

Trang

Trang bìa phụ	
Lời cam đoan	
Lời cảm ơn	
MỤC LỤC	i
DANH MỤC CÁC BẢNG TRONG LUẬN VĂN	ii
DANH MỤC CÁC HÌNH TRONG LUẬN VĂN.....	iii
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN.....	2
1.2. Tính chất vật lý của asen	3
1.3. Tính chất hóa học của asen và các hợp chất của asen.....	5
1.3.1 Tính chất hóa học của nguyên tố asen [12].....	5
1.3.2. Tính chất hóa học của các hợp chất asen	6
1.4 Các dạng tồn tại của asen trong tự nhiên.....	9
1.4.1 Asen trong vỏ trái đất [10]	9
1.4.2. Asen trong đất và trầm tích [28].....	9
1.4.3. Asen trong nước [29].....	9
1.4.4. Asen trong cơ thể người và động vật	10
1.5. Độc tính của asen.....	11
1.5.1. Sự chuyển hóa asen trong cơ thể.....	11
1.5.2. Độc tính của asen.....	12
1.6. Tình trạng ô nhiễm asen	15
1.6.1. Tình trạng ô nhiễm asen trên thế giới.....	15
1.6.2. Tình trạng ô nhiễm asen ở Việt Nam	17

2. Một số phương pháp phân tích và xử lý arsen.....	18
2.1. Một số phương pháp xác định Asen [5],[6],[12],[18],[19],[21].....	18
2.1.1. Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử AAS.....	18
2.1.3. Phương pháp xác định Asen với chất nhuộm thủy ngân Bromua.....	20
2.1.4. Phương pháp phát xạ nguyên tử cảm ứng cộng hưởng plasma (ICP – ASE)	20
2.1.5. Phương pháp kích hoạt neutron	20
2.1.6. Phương pháp von-ampe hòa tan.....	21
2.1.8. Phương pháp trắc quang [14]	21
2.2. Một số phương pháp xử lý Asen trong nước ngầm.....	24
2.2.1. Một số phương pháp xử lý Asen trong nước ngầm ở Việt Nam.....	24
2.2.1.1. Xử lý bằng hệ thống lọc cát.....	24
2.2.1.2. Hệ thống lọc với vật liệu MF-97	24
2.2.1.3. Xử lý bằng hệ thống lọc hấp thụ sử dụng quặng MnO ₂	24
2.2.2. Các phương pháp xử lý Asen trong nước ngầm trên thế giới	25
2.2.2.1. Phương pháp đồng kết tủa với các hợp chất chứa sắt (Fe)	25
2.2.2.2. Xử lý arsen trong nước bằng oxit sắt phủ trên các vật liệu cấu trúc hạt	26
2.2.2.3. Xử lý arsen bằng cacbon hoạt động.....	26
2.2.2.4. Xử lý arsen bằng màng lọc	26
3. Các phương pháp đánh giá thành phần và cấu trúc của vật liệu	27
3.1. Phương pháp kính hiển vi điện tử quét SEM [8],[9].....	27
3.2. Phương pháp phổ tán xạ năng lượng tia X (EDX).....	28
4. Xử lý ô nhiễm arsen trong nước ngầm bằng phương pháp hấp phụ	29
4.1. Cơ sở lý thuyết của quá trình hấp phụ [13]	29
4.2. Phân loại quá trình hấp phụ.....	30

4.3.Các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình hấp phụ từ dung dịch lên bề mặt chất rắn.....	30
4.4.Phương trình hấp phụ đẳng nhiệt Langmuir[22].....	31
4.5.Giới thiệu về vật liệu hấp phụ đá ong và khả năng hấp phụ đá ong với Asen.....	32
Chương 2. THỰC NGHIỆM VÀ PHƯƠNG PHÁP	34
1.Thiết bị, dụng cụ và hóa chất	34
1.1.Thiết bị và dụng cụ.....	34
1.3. Chuẩn bị hóa chất và dung dịch chuẩn.....	35
2. Phương pháp nghiên cứu.....	37
2.1.Mục đích nghiên cứu	37
2.2.Nội dung nghiên cứu	37
2.3.2. Phương pháp xử lý mẫu.....	38
2.3.2.1. Dụng cụ lấy mẫu.....	38
2.3.2.2. Lấy mẫu	39
2.3.2.3.Xử lý, bảo quản mẫu	39
3.3. Nghiên cứu các điều kiện tối ưu để xác định asen bằng phương pháp trắc quang.	40
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	41
1.Khảo sát các điều kiện tối ưu để xác định asen.....	41
1.1.Khảo sát phổ hấp thụ của thuốc thử	41
1.2. Khảo sát phổ hấp thụ của hợp chất màu.....	41
1.3. Khảo sát thời gian tối ưu cho việc tạo hợp chất màu	42
1.4.Ảnh hưởng của pH đến quá trình khử Asen (III) thành Asin	44
1.5. Ảnh hưởng của các yếu tố cản đến sự tạo hợp chất màu	44
1.7. Ảnh hưởng của chất khử Zn tới độ hấp thụ quang A của hợp chất màu	45

1.8. Ảnh hưởng của thể tích thuốc thử	47
1.10. Xây dựng đường chuẩn xác định Asen	50
1.11. Giới hạn phát hiện của phương pháp	51
2. Kết quả phân tích mẫu nước ngầm thực tế.....	52
3. Khảo sát khả năng hấp phụ của đá ong tự nhiên.....	53
3.1. Chuẩn bị vật liệu.....	53
3.2. Phân tích thành phần hóa học của đá ong tự nhiên	53
4. Khảo sát khả năng hấp phụ của đá ong biến tính bằng FeCl ₂	55
4.1. Tiến hành biến tính đá ong tự nhiên bằng FeCl ₂ thành vật liệu hấp phụ	55
4.3. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ FeCl ₂ đến khả năng hấp phụ của đá ong biến tính	57
4.4. Một số đặc trưng của đá ong tự nhiên và đá ong biến tính bằng FeCl ₂ ..	59
4.4.1. So sánh cấu trúc bề mặt của đá ong tự nhiên và đá ong biến tính bằng FeCl ₂	59
4.4.2. So sánh thành phần các nguyên tố hóa học của đá ong tự nhiên và đá ong biến tính bằng FeCl ₂	61
4.5. Nghiên cứu khả năng hấp phụ asen của đá ong biến tính ở điều kiện tĩnh và xây dựng đường đẳng nhiệt hấp phụ Langmuir	62
4.5.1. Khảo sát thời gian cân bằng hấp phụ	62
4.5.2. Đường đẳng nhiệt hấp phụ Langmuir	63
5. Khảo sát khả năng hấp phụ của đá ong biến tính bằng MnO ₂	65
5.1. Tiến hành chế tạo vật liệu ôxit hỗn hợp Fe-Mn mang trên đá ong tự nhiên	65
5.3. Khảo sát sự hấp phụ tĩnh của vật liệu đá ong có phủ MnO ₂ đối với As(III)	67
5.3.1. Ảnh hưởng của pH đến khả năng hấp phụ As(III) của vật liệu	67
5.3.2. Xác định thời gian đạt cân bằng hấp phụ As(III) của vật liệu	68

5.3.3. Khảo sát tải trọng hấp phụ As(III) của vật liệu theo mô hình hấp phụ đẳng nhiệt Langmuir.....	69
KẾT LUẬN.....	71
TÀI LIỆU THAM KHẢO	72

DANH MỤC CÁC BẢNG TRONG LUẬN VĂN

Bảng 1.1: Một số tính chất vật lý của arsen.	4
Bảng 1.2 .Một số dạng arsen vô cơ và arsen hữu cơ.....	6
Bảng 1.3. Ô nhiễm arsen trong nước ngầm và số người dân bị phơi nhiễm.....	15
ở các nước trên thế giới.....	15
Bảng 3.1 : Sự phụ thuộc của mật độ quang vào thời gian.	43
Bảng 3.2. Ảnh hưởng của nồng độ chất khử Zn tới độ hấp thụ quang của hợp chất.....	46
màu.	46
Bảng 3.3 : Ảnh hưởng của thể tích thuốc thử tới độ hấp thụ quang của hợp chất màu.	47
Bảng 3.4 .Ảnh hưởng của thể tích mẫu tới độ hấp thụ quang của hợp chất màu.	49
Bảng 3.5 : Sự phụ thuộc giữa độ hấp thụ quang của hợp chất màu với nồng độ Asen.....	50
Bảng 3.6. Khảo sát độ thu hồi Asen.....	52
Bảng 3.7. Nồng độ Asen trong một số mẫu nước thuộc huyện Lục Ngạn – Bắc Giang.....	53
Bảng 3.9. Khả năng hấp phụ arsen của đá ong tự nhiên ở các nhiệt độ khác nhau.	54
Bảng 3.10 .Khả năng hấp phụ arsen của đá ong biến tính ở các nhiệt độ khác nhau.	56
Bảng 3.11. Ảnh hưởng của nồng độ $FeCl_2$ đến khả năng hấp phụ của đá ong biến tính.....	58
Bảng 3.12. So sánh thành phần các nguyên tố của đá ong tự nhiên và đá ong biến tính.....	61

Bảng 3.13. Ảnh hưởng của thời gian đến khả năng hấp phụ arsen của đá ong biến tính.....	62
Bảng 3.14. Số liệu xây dựng đường đẳng nhiệt langmuir.	64
Bảng 3.15 .Khả năng hấp phụ arsen của đá ong biến tính ở các nhiệt độ khác nhau.	66
Bảng 3.16: Ảnh hưởng của pH đến khả năng hấp phụ As(III) của vật liệu.....	67
Bảng 3.17: Khả năng hấp phụ As(III) của vật liệu phụ thuộc vào thời gian	68
Bảng 3.18. Kết quả khảo sát tải trọng hấp phụ As(III) của vật liệu.	69