

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
KHOA KHOA HỌC TỰ NHIÊN & XÃ HỘI

.....**.*.....

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG Pb TRONG
NƯỚC NGẦM BẰNG PHƯƠNG PHÁP
QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

KHOÁ LUẬN TỐT NGHIỆP HỆ ĐẠI HỌC CHÍNH QUY
Chuyên ngành: Hoá phân tích

Giáo viên hướng dẫn: TS. NGUYỄN ĐĂNG ĐỨC
Sinh viên thực hiện : NGUYỄN THỊ THU THUY
Lớp : CN HOÁ K₁



Thái Nguyên tháng 5- 2007

LỜI CẢM ƠN

Em xin cảm ơn các thầy giáo, cô giáo trong bộ môn Hoá Khoa Khoa Học Tự Nhiên & Xã Hội - Đại học Thái Nguyên cùng toàn thể các bạn sinh viên Lớp cn hoá K₁ đã tạo điều kiện giúp đỡ em hoàn thành đề tài này.

Đặc biệt, em xin gửi lời cảm ơn chân thành nhất tới thầy giáo - TS. Nguyễn Đăng Đức đã trực tiếp tận tình hướng dẫn, giúp đỡ em trong suốt quá trình nghiên cứu và hoàn thành bản luận văn này.

Em cũng xin gửi lời cảm ơn tới chị Nguyễn Thị Hạnh phòng xét nghiệm trung tâm y tế dự phòng Thái Nguyên đã nhiệt tình giúp đỡ, và chỉ bảo cho em trong quá trình làm khoá luận.

Thái Nguyên tháng 5 – 2007

Pr: Nguyễn Thị Thu Thủy

MỤC LỤC

	Trang
MỞ ĐẦU	01
PHẦN THỨ NHẤT: TỔNG QUAN LÝ THUYẾT	
Chương I: MỘT SỐ TÍNH CHẤT VÀ HỢP CHẤT CỦA CHÌ	02
I.1. Tính chất hoá học củachì	02
I.2. Một số hợp chất quan trọng của chì	03
I.2.1. Ôxít chì.....	03
I.2.2. Hidroxyt chì.....	04
I.2.3. Muối của Pb^{2+}	04
Chương II. TÁC ĐỘNG CỦA KIM LOẠI CHÌ ĐỐI VỚI CON NGƯỜI VÀ MÔI TRƯỜNG	
II.1. Ứng dụng của kim loại chì	06
II.2. Vai trò sinh học của chì đối với con người và sinh vật	06
II.3. Tác hại của ô nhiễm nước đối với con người	07
II.4. Tiêu chuẩn Việt Nam về chất lượng nước	07
Chương III. CÁC PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CHÌ	09
III.1. Phương pháp hoá học	09
III.1.1. Phương pháp thể tích.....	09
III.2. Các phương pháp phân tích công cụ	10
III.2.1. Các phương pháp điện hoá.....	10
III.2.1.1. Phương pháp cực phổ cổ điển.....	10
III.2.1.2. Phương pháp Von – Ampe hoà tan.....	11
III.2.2. Các phương pháp phổ.....	12
III.2.2.1. Phương pháp phân tích trắc quang.....	12
III.2.2.2. Phương pháp phổ phát xạ.....	13

III.2.2.3. Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử	13
PHẦN THỨ HAI: THỰC NGHIỆM VÀ BÀN LUẬN KẾT QUẢ	
Chương I: PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU – THIẾT BỊ, DỤNG CỤ VÀ HOÁ CHẤT	21
I.1. Phương pháp nghiên cứu	21
I.2. Thiết bị dụng cụ và hoá chất	21
I.2.1. Máy móc thiết bị và dụng cụ.....	21
I.2.2. Hoá chất	22
Chương II: THỰC NGHIỆM – KẾT QUẢ	23
II.1. Khảo sát các điều kiện đo phổ GF-AAS của chì	23
II.1.1. Chọn vạch đo	23
II.1.2. Khe đo của máy phổ hấp thụ nguyên tử	24
II.1.3. Khảo sát cường độ dòng đèn catốt rỗng	24
II.1.4. Điều kiện nguyên tử hoá mẫu.....	26
II.1.5. Chọn các điều kiện đo khác	28
II.2. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến phép đo GF-AAS	28
II.2.1. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ axit và loại axit.....	28
II.2.2. Ảnh hưởng của chất nền	30
II.2.3. Khảo sát ảnh hưởng của các cation và anion	31
II.3. Phương pháp đường chuẩn đối với phép đo GF-AAS	33
II.3.1. Khảo sát khoảng tuyến tính	33
II.3.2. Xây dựng đồ thị đường chuẩn, giới hạn phát hiện, giới hạn định lượng	35
II.3.3. Đánh giá sai số và độ lặp lại của phép đo.....	36
II.4. Tổng kết các điều kiện đo phổ GF-AAS của Pb	37

Chương III: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CỦA Pb TRONG MỘT SỐ MẪU NƯỚC NGẦM Ở THÀNH PHỐ THÁI NGUYÊN BẰNG PHƯƠNG PHÁP GF-AAS	39
III.1. Đối tượng và thời gian nghiên cứu	39
III.1.1. Đối tượng nghiên cứu	39
III.1.2. Thời gian nghiên cứu.....	39
III.1.3. Cách lấy và bảo quản mẫu.....	39
III.2. Kết quả phân tích	40
Kết luận	43
Tài liệu tham khảo	44

DANH MỤC CÁC BẢNG VÀ HÌNH

Trang

I. DANH MỤC CÁC BẢNG (GỒM 15 BẢNG).

Bảng 1: Mức chất lượng nước bảo vệ đời sống thuỷ sinh.....	07
Bảng 2: Vạch phổ đặc trưng của Pb.....	23
Bảng 3: Khảo sát cường độ dòng đèn đối với Pb.....	25
Bảng 4.1: Khảo sát ảnh hưởng của axit HCl.....	29
Bảng 4.2: Khảo sát ảnh hưởng của axit HNO ₃	29
Bảng 5: Ảnh hưởng của cation Cu ²⁺	31
Bảng 6: Ảnh hưởng của cation Ni ²⁺	31
Bảng 7: Ảnh hưởng của cation Zn ²⁺	32
Bảng 8: Ảnh hưởng của cation Mn ²⁺	32
Bảng 9: Ảnh hưởng của tổng cation	32
Bảng 10: Ảnh hưởng của các anion.....	33
Bảng 11: Các nồng độ xây dựng đường chuẩn	35
Bảng 12: Kết quả sai số và độ lặp lại của phép đo Pb	37
Bảng 13: Tổng kết các điều kiện đo phổ GF-AAS của Pb	38
Bảng 14: Địa điểm và vị trí các mẫu nước.....	40
Bảng 15: Hàm lượng chì trong các mẫu nước	41

II. DANH MỤC CÁC HÌNH (GỒM 7 HÌNH)

Hình 1: Hệ thống máy quang phổ hấp thụ AAS-6300	19
Hình 2: Hệ thống lò - cuvet Graphit để nguyên tử hoá mẫu.....	19
Hình 3a: Sơ đồ nguyên tắc cấu tạo hệ thống máy AAS	20

Hình 3b: Quá trình hấp thụ của nguyên tử	20
Hình 3c: Đồ thị chuẩn của phương pháp đường chuẩn.....	20
Hình 4: Pic của vạch phổ Pb ở 283,3 nm.....	24
Hình 5: Ảnh hưởng của cường độ dòng đèn đến độ hấp	25
Hình 6: Ảnh hưởng của axit HCl và HNO ₃ đến độ hấp thụ.....	29
Hình 7: Đồ thị đường chuẩn của Pb.....	35

MỞ ĐẦU

Nước đóng vai trò rất quan trọng đối với con người trong sinh hoạt cũng như trong sản xuất. Mặc dù nước chiếm trữ lượng lớn và là nguồn tài nguyên vô tận trên trái đất, nhưng nước có thể sử dụng cho sản xuất và đặc biệt là nước sinh hoạt của con người thì có hạn. Ở Việt Nam nói riêng và trên thế giới nói chung, cùng với sự phát triển của các ngành công nghiệp, nông nghiệp, các phương tiện giao thông vận tải thì tại các khu đô thị, khu dân cư nguồn nước ngầm lại bị khai thác ngày càng cạn kiệt. Hiện nay, các nguồn nước ngầm có nguy cơ ô nhiễm rất cao bởi các chất hữu cơ, vô cơ được thải ra từ nhiều nguồn khác nhau, nhất là các kim loại nặng là những nguyên tố có tính độc hại cao như: Pb, Hg, As, Cd... Khi xâm nhập vào cơ thể gây ảnh hưởng xấu đến sức khỏe của con người. Mặt khác, dân số thế giới ngày càng tăng, nhu cầu về nước đòi hỏi ngày càng nhiều. Vì thế vấn đề nước sạch ngày càng trở nên quan trọng và cấp thiết đối với mọi quốc gia [21,22].

Thái Nguyên là một thành phố công nghiệp của cả nước, có rất nhiều các nhà máy, xí nghiệp, bệnh viện, trường học... Vì thế các nguồn nước ngầm rất dễ bị ô nhiễm bởi các kim loại nặng, các chất tẩy rửa hữu cơ và các chất dư lượng thực vật.

Vì những lí do trên, chúng tôi đã quyết định chọn đề tài "**Xác định hàm lượng chì trong nước ngầm ở thành phố Thái Nguyên bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử**". Mục tiêu nghiên cứu của đề tài như sau:

1. Nghiên cứu phương pháp xác định GF-AAS định Pb trong nước
2. Khảo sát chọn các điều kiện phù hợp để đo phổ GF-AAS của Pb
3. Nghiên cứu các yếu tố ảnh hưởng và xây dựng đường chuẩn trong đo xác định Pb.
4. Ứng dụng phương pháp xác định hàm lượng Pb trong một số mẫu nước.

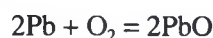
PHẦN THỨ NHẤT TỔNG QUAN LÝ THUYẾT

Chương I: MỘT SỐ TÍNH CHẤT CỦA CHÌ VÀ HỢP CHẤT CỦA CHÌ

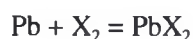
I.1. TÍNH CHẤT HOÁ HỌC CỦA CHÌ [9].

Ở điều kiện thường, Pb bị oxi hóa tạo thành lớp oxi màu xám xanh bao bọc trên mặt, bảo vệ cho Pb không tiếp tục bị oxi hoá nữa.

Khi đun nóng Pb tương tác với oxi theo phản ứng:



Kim loại Pb tương tác với halogen và nhiều kim loại khác:



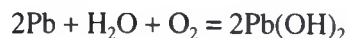
Chì có thế điện cực âm, nên về nguyên tắc nó tan được trong các axit. Nhưng thực tế Pb chỉ tương tác trên bề mặt với dung dịch HCl và H₂SO₄ dưới 80% vì bị bao bọc bởi lớp muối khó tan (PbCl₂ và PbSO₄) nhưng với dung dịch đậm đặc hơn của các axit đó, Pb có thể tan vì muối khó tan là lớp bảo vệ đã chuyển thành hợp chất dễ tan:



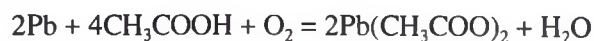
Với axit nitric, ở bất kì nồng độ nào Pb tương tác như một kim loại:



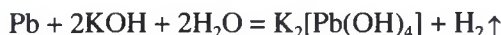
Khi có mặt oxi, Pb có thể tương tác với nước:



Và có thể tan trong axit axetic và các chất hữu cơ khác:



Với dung dịch kiềm, Pb có tương tác khi đun nóng, giải phóng hidro:



Ion Pb^{2+} có khả năng tạo phức với một số thuốc thử hữu cơ như Đithizon Điphênyl Cacbazit; 1- (2- Pyridylazo) - Naphtol; Amoni pyrilodyn đithiocacamat (APDC)..., nhưng điển hình là với Đithizon ở pH = 8,5 – 9,5 tạo phức đặc trưng màu đỏ gạch. Còn với EDTA, Pb^{2+} tạo phức bền ở pH = 10:



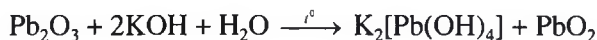
I.2. MỘT SỐ HỢP CHẤT QUAN TRỌNG CỦA CHÌ [9].

I.2.1. Ôxit chì

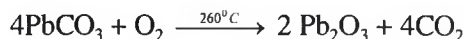
PbO là chất rắn tồn tại dưới hai dạng: PbO - α màu đỏ và PbO - β màu vàng.

PbO tan trong axit và kiềm mạnh, được điều chế bằng cách đốt Pb trong trong không khí.

Các oxit Pb_2O_3 và Pb_3O_4 đều chứa Pb(II), Pb(IV), nên là oxit hỗn hợp. Pb_2O_3 tồn tại ở hai dạng tinh thể: dạng lập phương màu vàng - đỏ và dạng đơn tà màu đen. Ở nhiệt độ $390 \div 420^\circ\text{C}$ nó mất bớt oxi biến thành Pb_3O_4 . Nó không tan trong nước. Nó tác dụng với dung dịch kiềm nóng tạo nên PbO_2 :



- Pb_2O_3 được tạo ra khi nhiệt phân PbO_2 ở khoảng 300°C hoặc đun nóng một số muối Pb(II) trong không khí:



- Pb_3O_4 tồn tại ở dạng bột màu da cam, khi phản ứng với dung dịch loãng HNO_3 hay H_2SO_4 :

