

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THU HƯƠNG

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CADIMI (Cd) VÀ CHÌ (Pb)
TRONG MỘT SỐ ĐỒ UỐNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG
PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ (F - AAS)**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC

Thái Nguyên - năm 2010

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THU HƯƠNG

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CADIMI (Cd) VÀ CHÌ (Pb)
TRONG MỘT SỐ ĐỒ UỐNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG
PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ (F - AAS)**

Chuyên ngành: Hoá phân tích

Mã số: 60.44.29

LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: PGS.TS NGUYỄN VĂN RI

Thái Nguyên - năm 2010

LỜI CẢM ƠN

Lời đầu tiên em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc đến PGS.TS Nguyễn Văn Ri - người đã giao đề tài, tận tình hướng dẫn và tạo mọi điều kiện giúp đỡ em trong suốt quá trình thực hiện khóa luận.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy cô giáo cùng các anh chị trong phòng thí nghiệm phân tích – Khoa Hoá – ĐHKHTN đã tạo điều kiện giúp đỡ em hoàn thành khoá luận này.

Em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới các thầy cô đã giảng dạy và truyền thụ cho em những kiến thức quý báu trong suốt những năm qua.

Cuối cùng em xin cảm ơn gia đình, đồng nghiệp, bạn bè - những người đã luôn động viên, quan tâm giúp đỡ và tạo mọi điều kiện cho em hoàn thành khoá luận này.

Học viên

Nguyễn Thu Hương

BẢNG CÁC CHỮ VIẾT TẮT

AAS	<u>A</u> tom <u>i</u> c <u>a</u> bsorption <u>s</u> pectrophotometry
CV	<u>C</u> oefficient <u>v</u> ariation
EDTA	<u>E</u> thylene <u>d</u> iamine <u>t</u> etra <u>a</u> cetic acid
ETA-AAS	<u>E</u> lectro- <u>t</u> hermal <u>a</u> tomiation <u>a</u> tom <u>i</u> c <u>a</u> bsorption <u>s</u> pectrophotometry
F-AAS	<u>F</u> lame <u>a</u> tom <u>i</u> c <u>a</u> bsorption <u>s</u> pectrophotometry
H (%)	Hiệu suất thu hồi
LOD	<u>L</u> imit <u>o</u> f <u>d</u> etection
LOQ	<u>L</u> imit <u>o</u> f <u>q</u> uantity
MeOH	Metanol
MIBK	Metyl isobutyl xeton
NH ₄ Ac	Amoni Axetat
ppm	parts per <u>m</u> illion
RSD	<u>R</u> elative <u>s</u> tandard <u>d</u> eviation
SD	<u>S</u> tandard <u>d</u> eviation
SPE	<u>S</u> olid phase <u>e</u> xtraction
UV – VIS	<u>U</u> ltra <u>v</u> iolet <u>v</u> isible

MỤC LỤC

	Trang
MỞ ĐẦU	1
CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN TÀI LIỆU	3
1.1. Tổng quan về nguyên tố cadimi (Cd) [12]	3
1.1.1. Tính chất vật lí	3
1.1.2. Tính chất hoá học của nguyên tố cadimi (Cd)	3
1.1.3. Tính chất hoá học của hợp chất	4
1.1.4. Trạng thái tự nhiên của cadimi	5
1.1.5. Một số ứng dụng của cadimi	5
1.1.6. Độc tính của cadimi [17]	7
1.2. Tổng quan về nguyên tố chì (Pb).	7
1.2.1. Tính chất vật lí	7
1.2.2. Tính chất hoá học của nguyên tố chì (Pb)	8
1.2.3. Tính chất hoá học của hợp chất chì (Pb)	9
1.2.4. Trạng thái tự nhiên	10
1.2.5. Một số ứng dụng của chì	10
1.2.6. Độc tính của chì và hợp chất [17]	11
1.3. Các phương pháp xác định cadimi và chì	12
1.3.1. Các phương pháp hoá học [1]	12
1.3.2. Phương pháp phân tích công cụ	14
1.4. Các phương pháp tách và làm giàu hàm lượng vết các kim loại	17
1.4.1. Phương pháp kết tủa, cộng kết [1]	17
1.4.2. Phương pháp chiết lỏng - lỏng [1,21]	18
1.4.3. Phương pháp tách và làm giàu bằng điện hoá	19
1.4.4. Phương pháp chiết pha rắn (SPE) [18]	19
CHƯƠNG 2: ĐỐI TƯỢNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU	19
2.1. Đối tượng, mục tiêu và nội dung nghiên cứu	20

2.1.1. Đối tượng	20
2.1.2. Mục tiêu nghiên cứu	20
2.1.3. Nội dung nghiên cứu.....	20
2.2. Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử F-AAS [7]	20
2.2.1. Giới thiệu chung về phương pháp	20
2.2.2. Nguyên tắc của phép đo	21
2.3. Giới thiệu chiết pha rắn SPE [18]	23
2.3.1. Chiết pha rắn	23
2.3.2. Quy trình chung của chiết pha rắn.....	24
2.3.3. Các cơ chế chiết pha rắn	25
2.4. Dụng cụ và hoá chất	26
2.4.1. Dụng cụ	26
2.4.2. Hoá chất	26
CHƯƠNG 3: THỰC NGHIỆM VÀ KẾT QUẢ THẢO LUẬN	27
3.1. Khảo sát các điều kiện thực nghiệm để đo phổ của cadimi và chì.	27
3.1.1. Chọn vạch đo	27
3.1.2. Chọn khe đo.....	28
3.1.3. Khảo sát cường độ đèn catot rỗng (HCL).....	29
3.1.4. Khảo sát điều kiện tối ưu hoá ngọn lửa (chiều cao Burner và thành phần hỗn hợp khí cháy).....	30
3.2. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến phép đo	31
3.2.1. Ảnh hưởng của các loại axit và nồng độ axit.....	32
3.2.2. Khảo sát chọn nền.....	33
3.2.3. Khảo sát ảnh hưởng của các ion khác.	35
3.3. Đánh giá chung về phép đo F – AAS xác định Cd và Pb	41
3.3.1. Khảo sát xác định khoảng tuyến tính của Cd và Pb (LOI).....	41

3.3.2. Xây dựng đường chuẩn, xác định giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) của Cd và Pb.	43
3.3.3. Đánh giá sai số và độ lặp của phép đo :.....	45
3.4. Khảo sát các điều kiện làm giàu và tách chiết pha rắn với nhựa Chelex-100	48
3.4.1. Khảo sát ảnh hưởng của pH	50
3.4.2. Ảnh hưởng của tốc độ nạp mẫu vào cột:	51
3.4.3. Khảo sát khả năng rửa giải :.....	52
3.4.4. Khảo sát ảnh hưởng của tốc độ rửa giải :	54
3.4.5. Tổng kết điều kiện chiết pha rắn :	55
3.5. Xác định hàm lượng Cd và Pb trong một số đồ uống	55
KẾT LUẬN	58
TÀI LIỆU THAM KHẢO	60

DANH MỤC BẢNG

Trang

Bảng 3.1. Ảnh hưởng của bước sóng đến cường độ vạch phổ nguyên tố Cd....	27
Bảng 3.2. Ảnh hưởng của bước sóng đến cường độ vạch phổ nguyên tố Pb	27
Bảng 3.3. Ảnh hưởng của khe đo đến cường độ vạch phổ	28
Bảng 3.4. Khảo sát cường độ đèn đến cường độ vạch phổ	29
Bảng 3.5. Điều kiện tối ưu hoá ngọn lửa	30
Bảng 3.6. Tổng hợp các điều kiện tối ưu của phép đo	31
Bảng 3.7. Ảnh hưởng của nồng độ HNO ₃ đến cường độ vạch phổ	32
Bảng 3.8. Ảnh hưởng của nồng độ HCl đến cường độ vạch phổ.....	33
Bảng 3.9. Ảnh hưởng của nồng độ NH ₄ Cl đến cường độ vạch phổ	34
Bảng 3.10. Ảnh hưởng của nồng độ NH ₄ Ac đến cường độ vạch phổ.....	34
Bảng 3.11. Ảnh hưởng của nồng độ NaAc đến cường độ vạch phổ	35
Bảng 3.12. Ảnh hưởng của nhóm kim loại kiềm.....	36
Bảng 3.13. Ảnh hưởng của nhóm kim loại kiềm thổ.....	36
Bảng 3.14. Ảnh hưởng của nhóm cation kim loại nặng hóa trị II.....	37
Bảng 3.15. Ảnh hưởng của nhóm cation hóa trị III.....	37
Bảng 3.16. Ảnh hưởng của tổng cation.....	38
Bảng 3.17. Ảnh hưởng của anion SO ₄ ²⁻ , H ₂ PO ₄ ⁻ , F ⁻	39
Bảng 3.18. Ảnh hưởng của tổng các ion	40
Bảng 3.19. Dây đường chuẩn	41
Bảng 3.20. Kết quả sai số và độ lặp lại của phép đo Cd.....	46
Bảng 3.21. Kết quả sai số và độ lặp lại của phép đo Pb	47
Bảng 3.22. Hiệu suất thu hồi phụ thuộc vào pH.....	50
Bảng 3.23. Hiệu suất thu hồi phụ thuộc vào tốc độ nạp mẫu	52
Bảng 3.24. Khảo sát nồng độ HNO ₃ trong dung dịch rửa giải.....	53
Bảng 3.25. Ảnh hưởng của tốc độ rửa giải tới hiệu suất thu hồi.....	54
Bảng 3.26. Hàm lượng Cd và Pb trong một số đồ uống.....	56
Bảng 3.27. Bảng so sánh kết quả phân tích mẫu bằng phương pháp F-AAS và ICP –MS	57

DANH MỤC BẢNG

	Trang
Hình 1. Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của độ hấp thụ quang vào nồng độ Cd^{2+} ...	42
Hình 2. Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của độ hấp thụ quang vào nồng độ Pb^{2+}	42
Hình 3. Đường chuẩn của Cd	43
Hình 4. Đường chuẩn của Pb.....	44
Hình 5. Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc H (%) vào pH	51
Hình 6. Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc H(%) vào tốc độ nạp mẫu	52
Hình 7. Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc H(%) vào nồng độ HNO_3	53
Hình 8. Đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc H(%) vào tốc độ rửa giải	55

MỞ ĐẦU

Cadimi (Cd) và chì (Pb) được biết là những kim loại nặng có độc tính cao đối với con người và động thực vật. Khi hàm lượng Cd và Pb trong cơ thể cao có thể gây rối loạn chức năng thận, phá huỷ các mô, hồng cầu, não và gây ung thư. Vì vậy việc xác định Cd và Pb trong các mẫu thực phẩm, đồ uống trở nên rất quan trọng.

Cd và Pb được xác định bằng các phương pháp như: quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa (ETA-AAS), khối phổ cặp cảm ứng plasma (ICP-MS), von-ampe hoà tan anot (ASV), quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (F-AAS)... Trong đó phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (F-AAS) có nhiều ưu điểm như: có độ nhạy và độ chọn lọc cao, giới hạn phát hiện thấp, quy trình phân tích đơn giản và đặc biệt là có chi phí rẻ nên ngày càng được ứng dụng rộng rãi trong phân tích lượng vết.

Song hàm lượng Cd, Pb trong đồ uống thường tồn tại dưới dạng vết và siêu vết nên việc xác định trực tiếp Cd, Pb bằng các phương pháp phân tích công cụ hiện đại vẫn gặp nhiều khó khăn. Do đó việc tách và làm giàu Cd, Pb là rất cần thiết và đáng được quan tâm. Chiết lỏng - lỏng, chiết pha rắn, điện hoá, cộng kết và kết tủa là các kỹ thuật được sử dụng chủ yếu hiện nay để tách và làm giàu lượng vết và siêu vết Cd, Pb. Trong đó chiết pha rắn (solid phase extraction - SPE) là một trong những kỹ thuật được dùng rộng rãi để tách và làm giàu cả các hợp chất hữu cơ lẫn vô cơ, đặc biệt là các kim loại nặng. SPE có nhiều ưu điểm so với các kỹ thuật khác như có độ chọn lọc và hệ số làm giàu cao, sử dụng ít dung môi, thao tác đơn giản, dễ tự động hoá và rẻ tiền. Nhựa có khả năng tạo phức vòng càng (chelating resin) có tên thương mại là Chelex-100 và Muroac - A1 chứa nhóm chức iminodiacetate (IDA) được sử dụng phổ biến trong SPE để tách và làm giàu trực tiếp các kim loại nặng.