

## XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHÌ TRONG 5 LOẠI RAU XANH Ở THÀNH PHỐ THÁI NGUYÊN BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHIẾT - TRẮC QUANG

Nguyễn Đăng Đức\*, Phan Thanh Phương, Nguyễn Tô Giang  
 Trường Đại học Khoa học – ĐH Thái Nguyên

### TÓM TẮT

Hiện nay, do việc sử dụng phân bón hóa học, thuốc bảo vệ thực vật, thuốc trừ sâu, diệt cỏ, và gia tăng chất thải của các nhà máy, khu công nghiệp đã dẫn đến sự ô nhiễm nguồn đất, nguồn nước và bầu khí quyển. Do đó rau xanh có thể bị nhiễm một số kim loại nặng như As, Hg, Sn, Cd, Pb, Cu, Zn..., tạo ra độc tố và các vi sinh vật gây bệnh. Vì vậy chúng tôi đã chọn đề tài: “**Xác định hàm lượng Chì trong 5 loại rau xanh ở thành phố Thái Nguyên bằng phương pháp chiết - trắc quang**”. Chúng tôi đã nghiên cứu được hiệu ứng tạo phức đaligan Pb-PAN, các điều kiện tối ưu cho sự tạo phức này, xác định thành phần phức Pb-PAN, khảo sát sự ảnh hưởng của một số ion kim loại đến sự tạo phức; xây dựng đường chuẩn khi có mặt các ion với hàm lượng ảnh hưởng của chúng. Từ những kết quả trên, chúng tôi đã ứng dụng để xác định hàm lượng Chì trong 15 mẫu rau xanh, kết quả đều nằm dưới giới hạn cho phép theo tiêu chuẩn Việt Nam, tức là an toàn không độc hại.

**Từ khóa:** Chiết – trắc quang, phức chất,  $Pb^{2+}$  nồng độ, hàm lượng, ảnh hưởng, kim loại, tiêu chuẩn

### ĐẶT VẤN ĐỀ

Hiện nay, do việc sử dụng phân bón hóa học, thuốc bảo vệ thực vật, thuốc trừ sâu, diệt cỏ, và gia tăng chất thải của các nhà máy, khu công nghiệp đã dẫn đến sự ô nhiễm nguồn đất, nguồn nước và bầu khí quyển. Do đó rau xanh có thể bị nhiễm một số kim loại nặng như As, Hg, Sn, Cd, Pb, Cu, Zn..., tạo ra độc tố và các vi sinh vật gây bệnh. Vì vậy chúng tôi đã chọn đề tài: “**Xác định hàm lượng Chì trong 5 loại rau xanh ở thành phố Thái Nguyên bằng phương pháp chiết - trắc quang**”.

### CÁC ĐIỀU KIỆN THÍ NGHIỆM

**Hóa chất:** Thuốc thử PAN tinh khiết (loại PA),  $Pb(NO_3)_2$ ,  $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  (Merk), KSCN,  $KNO_3$ , loại PA. Rượu isoamylic; rượu isobutylic; clorofom (PA) dung dịch  $HNO_3$  65% loại PA, dung dịch  $H_2O_2$  30% PA. Các muối:  $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ ,  $Cr(NO_3)_3 \cdot NiSO_4 \cdot 7H_2O$ ,  $Zn(NO_3)_2$ ,  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ , loại PA. Nước cất 1 lần, 2 lần.

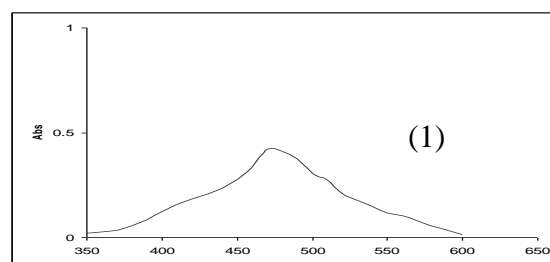
**Dụng cụ:** Các loại pipét : 0,1ml, 0,5ml, 1ml, 2ml, 5ml, 10ml của Đức, buret: 25 ml; phễu chiết 25ml. Các loại bình định mức: từ 10ml đến 1000ml.

**Thiết bị nghiên cứu:** Máy pH met: PREGSA pH 900; máy đo phổ UV-VIS Thermo Evolution 300, tủ sấy, cân phân tích chính xác  $10^{-4}$  g (0, 1 mg).

### KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ BÀN LUẬN

#### Nghiên cứu hiệu ứng tạo phức đơn LIGAN $Pb^{2+}$ PAN [1]

**Nghiên cứu phổ hấp thụ của PAN**, chúng tôi thu được hình 1. Khi nghiên cứu hiệu ứng tạo phức của  $Pb^{2+}$  và PAN, chúng tôi thu được hình 2.



**Hình 1:** Phổ hấp thụ của PAN trong dung môi  $CHCl_3$

Kết quả cho thấy tại pH = 7,00 phổ hấp thụ electron của PAN có 1 pic tại  $\lambda = 470$  nm. Như vậy thuốc thử PAN hấp thụ cực đại tại  $\lambda_{max} = 470$  nm.

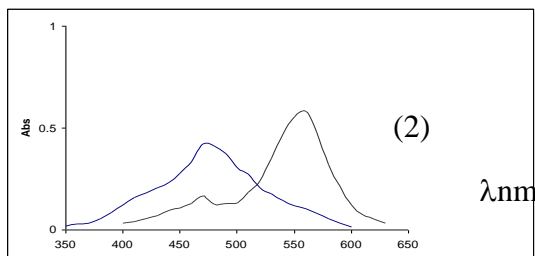
(1): Phổ hấp thụ electron của thuốc thử PAN.

(2): Phổ hấp thụ electron của phức  $Pb^{2+}$ -PAN.

Kết quả cho thấy ở pH = 7,00 thuốc thử PAN hấp thụ cực đại ở bước sóng 470 nm. Khi cho

\* Tel: 0912 477836, Email: honghanhtg80@gmail.com

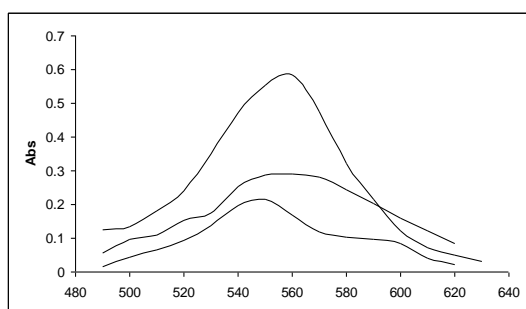
Pb<sup>2+</sup> vào thuốc thử PAN thì có hiện tượng chuyển bước sóng cực đại từ 470 nm đến 560 nm, do đó chúng tôi chọn λ<sub>max</sub> = 560nm.



**Hình 2:** Phổ hấp thụ electron của phức Pb<sup>2+</sup>-PAN và thuốc thử PAN trong dung môi clorofom

Nghiên cứu các điều kiện tối ưu cho sự tạo phức Pb<sup>2+</sup>-PAN.

Khi nghiên cứu dung môi chiết phức Pb<sup>2+</sup>-PAN, thu được kết quả dẫn ra hình 3.



**Hình 3:** Phổ hấp thụ electron của phức Pb<sup>2+</sup>-PAN trong các dung môi khác nhau

- (1): Dung môi clorofom
- (2): Dung môi isoamylic
- (3): Dung môi isobutylic

Từ kết quả thu được ở hình 3 chúng tôi thấy: phức Pb<sup>2+</sup>-PAN chiết tốt trong dung môi ít phân cực là clorofom, mật độ quang của phức có giá trị lớn nhất. Vì vậy, chúng tôi sử dụng dung môi clorofom để chiết phức Pb<sup>2+</sup>-PAN.

\* Khi khảo sát pH tối ưu, chúng tôi chọn từ pH = 6.9 -7.1 thu được mật độ quang lớn nhất. Do đó chúng tôi lấy pH =7.0 cho những nghiên cứu tiếp theo.

\* Khi nghiên cứu sự phụ thuộc phần trăm chiết của phức Pb<sup>2+</sup>-PAN vào thể tích dung môi chiết (λ = 560nm, l = 1,001cm, μ = 0,1, pH=7,0, chúng tôi chọn được thể tích tối ưu của Cloroform là 5,0 ml.

\* Khi khảo sát ảnh hưởng của lượng dư thuốc thử PAN trong dung dịch so sánh, chúng tôi

thấy: với lượng dư thuốc thử, mật độ quang vẫn phụ thuộc tuyến tính với nồng độ Pb<sup>2+</sup>.

**Xác định thành phần phức Pb<sup>2+</sup>-PAN**

\* Dùng phương pháp tỉ số mol xác định thành phần phức Pb<sup>2+</sup>- PAN, chúng tôi xác định được tỉ lệ Pb<sup>2+</sup>:PAN = 1:2.

\* Với phương pháp hệ đồng phân tử xác định thành phần phức Pb<sup>2+</sup> - PAN cho kết quả thu được X<sub>max</sub> = C<sub>PAN</sub>/C<sub>PAN</sub>+C<sub>Pb<sup>2+</sup></sub> = n/m+n = 0.667 ⇒ m:n = 1:2 hay tỉ lệ Pb<sup>2+</sup>:PAN = 1:2.

\* Ngoài hai phương pháp trên chúng tôi dùng phương pháp Staric-Bacbanel để xác định giá trị tuyệt đối của hệ số tỷ lượng đối với Pb<sup>2+</sup> và PAN. Như vậy xác định thành phần của phức bằng 3 phương pháp độc lập khác nhau đều cho tỉ lệ Pb<sup>2+</sup>:PAN = 1:2 và phức tạo thành là đơn nhân hay công thức có dạng Pb(PAN)<sub>2</sub>.

**Khi khảo sát khoảng tuân theo định luật Beer**, chúng tôi thấy phức Pb(PAN)<sub>2</sub> tuân theo định luật Beer là (0,3÷3,2) × 10<sup>-5</sup>M

**Khảo sát ảnh hưởng của một số ion kim loại đến sự tạo phức Pb<sup>2+</sup>-PAN.**

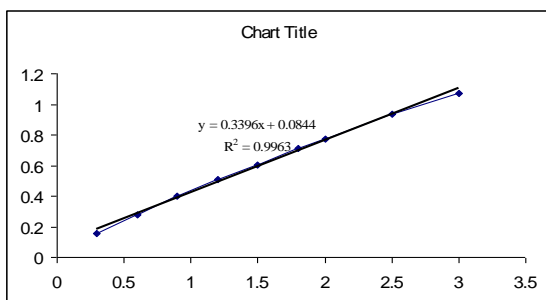
Khi nghiên cứu chúng tôi thấy nồng độ không cản của Cd<sup>2+</sup> là C<sub>Cd<sup>2+</sup></sub>/C<sub>Pb<sup>2+</sup></sub> = 0,27; giới hạn không cản của Cu<sup>2+</sup> là C<sub>Cu<sup>2+</sup></sub>/C<sub>Pb<sup>2+</sup></sub> = 2,7, và giới hạn không cản của Zn<sup>2+</sup> là C<sub>Zn<sup>2+</sup></sub>/C<sub>Pb<sup>2+</sup></sub> = 12,67.

Khi khảo sát ion Fe<sup>3+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup> cho thấy ảnh hưởng không đáng kể đến sự tạo phức giữa Pb<sup>2+</sup> và PAN.

**Xây dựng đường chuẩn khi có mặt các ion dưới ngưỡng gây cản của phức Pb<sup>2+</sup>-PAN** kết quả dẫn ra ở bảng 1, hình 4.

**Bảng 1:** Kết quả xây dựng đường chuẩn của phức Pb<sup>2+</sup>-PAN khi có mặt các ion dưới hàm lượng không cản

C <sub>Pb<sup>2+</sup></sub> · 10 <sup>5</sup>	ΔAi
0,3	0,159
0,6	0,277
0,9	0,398
1,2	0,511
1,5	0,605
1,8	0,714
2,0	0,774
2,5	0,934
3,0	1,074



**Hình 4:** Đường chuẩn của phức  $Pb^{2+}$ -PAN khi có mặt các ion dưới nồng độ không cản

Vẽ đồ thị đường chuẩn của phức  $Pb(PAN)_2$  khi có mặt các ion dưới nồng độ không cản (hình 4), sau đó xử lý bằng phần mềm Excel ta thu được phương trình đường chuẩn có dạng:

$$A = 3,396.10^4.C + 0,0844$$

**Xác định hàm lượng kim loại Chì trong các mẫu giả và mẫu thực tế**

*Xác định hàm lượng Chì trong mẫu giả bằng phương pháp đường chuẩn [2]*

Chuẩn bị 2 dãy thí nghiệm mỗi dãy pha 3 dung dịch có thành phần giống nhau.

Dãy 1: Hút 0,6 ml dung dịch  $Pb^{2+}$  (có nồng độ  $C^0$  biết trước)

Dãy 2: Hút 0,15 ml dung dịch  $Pb^{2+}$  (có nồng độ  $C^0$  biết trước) Cả hai dãy cho thêm các ion dưới ngưỡng gây cản. Sau đó thêm 0,6 ml dung dịch  $PAN.10^{-3} M$ , 1 ml dung dịch  $KNO_3 1M$ , điều chỉnh pH tới 7,0; định mức trong bình 10,0 ml. Chiết bằng 5 ml dung dịch chloroform sau đó tiến hành đo mật độ quang dịch chiết ở điều kiện tối ưu. Kết quả cho ở bảng 2.

**Bảng 2:** Xác định Chì trong mẫu giả bằng đường chuẩn

Lần TN	Dãy 1		Dãy 2		A
	A	$\bar{A}$	Lần TN	A	
1	0,287	0,287	1	0,606	0,608
2	0,285		2	0,607	
3	0,289		3	0,611	

Dựa vào đường chuẩn đã xây dựng ở trên tính hàm lượng  $Pb^{2+}$  theo phương trình chúng tôi thu được kết quả như sau: sai số  $q_1 = 0,57\%$ , sai số  $q_2 = 2,8\%$ . Như vậy kết quả xác định Pb là chính xác.

*Xác định hàm lượng Chì trong các mẫu thật*

\* Xử lý mẫu [3]

Cân 10,00g mẫu khô đã nghiền mịn và trộn đều vào bình Kendan, thêm 120ml  $HNO_3 65\%$ , 10ml  $H_2O_2 30\%$ , cắm phễu nhỏ vào bình Kendan, lắc đều và đun sôi nhẹ cho mẫu phân hủy, đến khi được dung dịch trong không màu (6 - 8 giờ tùy loại mẫu). Chuyển mẫu sang cốc 250ml, làm bay hơi hết axit đến còn lại muối ẩm, để nguội, định mức bằng HCl 2% thành 10 ml (Che các ion đã nghiên cứu bằng KCN và  $Na_3PO_4$ ).

\* Đo xác định nồng độ ion nghiên cứu trong mẫu thật [4,5]

Chuẩn bị dãy thí nghiệm gồm 3 dung dịch.

Hút 2,5ml dung dịch mẫu, thêm 0,5ml dung dịch PAN  $10^{-3}M$ , 1ml dung dịch  $KNO_3 1M$ . Điều chỉnh dung dịch tới pH = 7,00, định mức vào bình 10ml, chiết bằng 5ml dung môi Clorofom. Sau đó đo mật độ quang của các dịch chiết với dung dịch so sánh là dung dịch thuốc thử không có ion kim loại, ta thu được bảng 3.

Kết quả bảng 3 cho thấy hàm lượng Chì trong các mẫu rau được xác định đều nằm dưới giới hạn cho phép đối với hàm lượng các kim loại nặng trong rau xanh được quy định tại tiêu chuẩn VN46/2007. Hàm lượng Chì trong các mẫu rau nằm trong khoảng từ: 0,0193mg/kg đến 0,0815mg/kg.

**KẾT LUẬN**

Bằng phương pháp chiết trắc quang chúng tôi đã nghiên cứu các điều kiện tạo phức trong hệ  $Pb^{2+}$ -PAN và ứng dụng để xác định hàm lượng  $Pb^{2+}$  trong một số loại rau xanh tại một số địa phương của thành phố Thái Nguyên, các kết quả nghiên cứu đã được so sánh với phép đo F= AAS xác định  $Pb^{2+}$ , cho thấy phương pháp chiết trắc quang có độ chính xác cao và hàm lượng chì trong 15 mẫu rau xanh đều nằm dưới giới hạn cho phép theo TCVN46/2007.

**Bảng 3:** Xác định hàm lượng Chì trong các mẫu rau xanh

TT	Tên rau	Địa chỉ lấy mẫu	Ký hiệu	$\Delta A_i$	$\Delta \bar{A}$	$C_x \cdot 10^5$ (mol/l)	X (mg/kg) mẫu tươi	TCVN 46/2007 ML (mg/kg)
1	Rau muống cạn	Tổ Quang Vinh II, phường Quang Vinh, tp TN	M1	0,101 0,102 0,103	0,102	0,0518	0,0195	0,1
		Tổ 12, phường Quan Triều, tp TN	M2	0,112 0,115 0,115	0,114	0,0872	0,0335	
		Xóm Bến Đò, xã Linh Sơn, huyện Đông Hỷ	M3	0,101 0,102 0,104	0,102	0,0518	0,0193	
2	Rau muống nước	Tổ Quang Vinh II, phường Quang Vinh, tp TN	M4	0,102 0,103 0,104	0,103	0,0553	0,0203	0,1
		Tổ 12, phường Quan Triều, tp TN	M5	0,116 0,118 0,119	0,118	0,0990	0,0362	
		Xóm Bến Đò, xã Linh Sơn, huyện Đông Hỷ	M6	0,103 0,103 0,106	0,104	0,0577	0,0212	
3	Bắp cải	Tổ Quang Vinh II, phường Quang Vinh, tp TN	M7	0,105 0,106 0,107	0,106	0,0636	0,0203	0,3
		Tổ 12, phường Quan Triều, tp TN	M8	0,170 0,170 0,173	0,171	0,2550	0,0804	
		Xóm Bến Đò, xã Linh Sơn, huyện Đông Hỷ	M9	0,104 0,107 0,107	0,106	0,0636	0,0198	
4	Cải thìa	Tổ Quang Vinh II, phường Quang Vinh, tp TN	M10	0,153 0,154 0,154	0,154	0,2049	0,0550	0,3
		Tổ 12, phường Quan Triều, tp TN	M11	0,186 0,187 0,188	0,187	0,3021	0,0815	
		Xóm Bến Đò, xã Linh Sơn, huyện Đông Hỷ	M12	0,137 0,137 0,139	0,138	0,1578	0,0424	
5	Xúp lơ	Tổ Quang Vinh II, phường Quang Vinh, tp TN	M13	0,101 0,102 0,103	0,102	0,0518	0,0197	0,1
		Tổ 12, phường Quan Triều, tp TN	M14	0,103 0,103 0,104	0,103	0,0548	0,0215	
		Xóm Bến Đò, xã Linh Sơn, huyện Đông Hỷ	M15	0,100 0,103 0,104	0,102	0,0518	0,0198	

## TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. (a) Poonam P. Kaur\* and Usha Gupta, (2012, volume 47, 401-412) "H-point Standard Addition Method for Determination of Cadmium and Mercury".  
(b) Shawket .K.Jawad and Jihan .R . Muslim\*, *Eurasian J Anal Chem* (2013, 8(1): 28-37) "Cloud Point Extraction Methodology for Separation and Microamounts Determination of Lead(II) and Cadmium(II)", *Iraqi National Journal of Chemistry*, .
2. (a) Chen, Jiansong, Teo, Khay Chuan (2002, 450, 215-22). "Determination of cadmium, copper, lead and zinc in water sample by flame atomic absorption spectrometry after cloud point extraction", *Analytical Chemical Acta*, (b) Blasco-Gomez F, Bosch-Reig F, Campins-Falco P and Molins-Legua C (2012, 72: 25-59) "H-point curve isolation method for coupled liquid chromatography and UV-Visible spectrophotometry", *Anal Chem*.
3. Phạm Luận (2001 – 2004), Giáo trình cơ sở của các kỹ thuật xử lý mẫu phân tích - Phần 1, 2, Đại học Khoa học tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội.
4. [Szymczak J<sup>1</sup>](#), [Ilow R](#), [Regulska-Ilow B](#) (1993;44(4):331-46), "Level of cadmium and lead in vegetables, fruit, cereal and soil from areas differing in the degree of industrial pollution and from greenhouses", *Rocz Panstw Zakl Hig.*, .
5. Phạm Luận, (1988/1990) tuyển tập: Quy trình xác định các nguyên tố kim loại trong lá cây và thuốc Đông Y ở Việt Nam, đại học Tổng hợp Hà Nội.

## SUMMARY

**ANALYSING CONTENT OF LEAD IN VEGETABLES IN THAI NGUYEN CITY BY PHOTOMETRIC – EXTRACTIVE METHOD**

**Nguyen Dang Duc\* , Phan Thanh Phuong, Nguyen To Giang**  
*College of Sciences - TNU*

The present, because of poor knowledge and the aim of profit, the use of chemical fertilizers, plant protection chemicals, pesticides, and herbicides and the wastes of manufactories, industrial zones have caused the pollution of soil, water, and air. Thus, vegetables may be contaminated by some heavy metals such as As, Hg, Sn, Cd, Cu, Zn..., which produce toxic substances and harmful bacteria. Hence, we select the research: "Analysing content of lead in vegetables in Thai Nguyen city by photometric-extractive method". We have studied the effect complexing single LIGAN Pb-PAN, optimal condition for the complexation Pb<sup>2+</sup>-PAN, determine the composition of complex Pb-PAN, Examined the effect of some metal ion to the chelating, building a standard curve with the presence of ion under the influence of their content. From these results, we have determined the amount Lead content in the 15 samples of vegetables are lower than Vietnamese standard (TCVN 46/2007), ie safe non-toxic.

**Keywords:** Photometric – extractive , complex, Pb<sup>2+</sup>, concentration, content, effect, metal, standard

Ngày nhận bài: 17/8/2014; Ngày phản biện: 28/9/2014; Ngày duyệt đăng: 31/5/2015

**Phản biên khoa học:** PGS.TS Nguyễn Duy Lương – Liên Hiệp hội Khoa học Kỹ thuật tỉnh Thái Nguyên

\* Tel: 0912 477836, Email: honghanhtg80@gmail.com