

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN XUÂN HIỆP

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CADIMI VÀ CHÌ
TRONG CHÈ SHAN TUYẾT BẰNG PHỨC - BẮC KẠN
BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ
VÀ PHÁT XẠ NGUYÊN TỬ**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Thái Nguyên - Năm 2016

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN XUÂN HIỆP

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CADIMI VÀ CHÌ
TRONG CHÈ SHAN TUYẾT BẰNG PHỨC - BẮC KẠN
BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ
VÀ PHÁT XẠ NGUYÊN TỬ**

Chuyên ngành: Hóa phân tích

Mã số: 60440118

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: *TS. Hoàng Lâm*

Thái Nguyên - Năm 2016

Lời cam đoan

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

TÁC GIẢ LUẬN VĂN

NGUYỄN XUÂN HIỆP

Lời cảm ơn

Em xin chân thành cảm ơn thầy giáo TS. Hoàng Lâm đã trực tiếp giao cho em đề tài và tận tình hướng dẫn và tạo mọi điều kiện cho em hoàn thành luận văn.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy cô trong tổ bộ môn Hoá Phân Tích, Ban Chủ nhiệm khoa Hoá học, trường Đại học Khoa học Thái Nguyên đã giúp em hoàn thành luận văn này.

Em xin chân thành cảm ơn Ban lãnh đạo Trung tâm y tế dự phòng tỉnh Thái Nguyên, anh chị Khoa xét nghiệm đã tạo điều kiện giúp đỡ em về cơ sở vật chất, hướng dẫn em trong suốt quá trình làm thực nghiệm. Em xin gửi lời cảm ơn tới các anh chị phòng phân tích của tập đoàn SGS – trụ sở tại Núi Pháo – Thái Nguyên đã giúp đỡ tạo điều kiện giúp em phân thực nghiệm của đề tài.

Tôi xin chân thành cảm ơn tới bạn bè, đồng nghiệp, gia đình đã quan tâm, giúp đỡ và động viên tôi trong suốt quá trình thực hiện luận văn.

Thái Nguyên, ngày tháng năm 2016

Học viên

Nguyễn Xuân Hiệp

MỤC LỤC

LỜI CAM ĐOAN.....	i
LỜI CẢM ƠN	ii
MỤC LỤC.....	iii
DANH MỤC CHỮ KÍ HIỆU CHỮ VIẾT TẮT	v
DANH MỤC CÁC BẢNG.....	vi
DANH MỤC CÁC HÌNH.....	vii
MỞ ĐẦU.....	1
CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN TÀI LIỆU.....	3
1.1. GIỚI THIỆU VỀ NGUYÊN TỐ CADIMI VÀ CHÌ	3
1.1.1. Cadimi	3
1.1.2. Chì	4
1.2. Giới thiệu chung về chè Shan tuyết Bằng Phúc - Chợ Đồn - Bắc Kạn ..8	
1.2.1. Giới thiệu về chè, chè Shan tuyết.....	8
1.2.2. Đặc điểm, vai trò và công dụng của chè xanh	9
1.3. Một số phương pháp xác định cadimi và chì	10
1.3.1. Các phương pháp phân tích.....	10
1.3.2. Phương pháp phân tích công cụ	12
1.4. Phương pháp xử lý mẫu phân tích xác định cadimi và chì	21
1.4. 1. Phương pháp xử lý ướt (bằng axit đặc oxi hóa mạnh).....	21
1.4. 2. Phương pháp xử lý khô	22
CHƯƠNG 2: THỰC NGHIỆM VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU	24
2.1. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT, DỤNG CỤ	24
2.1.1. Thiết bị	24
2.1.2. Dụng cụ	24
2.1.3. Hóa chất.....	24
2.2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU.....	24
2.2.1. Nghiên cứu phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS)	24
2.2.2. Nghiên cứu phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử	29

2.2.3. Lấy mẫu và bảo quản	31
2.2.4. Xử lý mẫu.....	33
2.2.5. Xác định hàm lượng kim loại trong chè Shan tuyết	33
CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ BÀN LUẬN	34
3.1. PHƯƠNG PHÁP ĐƯỜNG CHUẨN ĐỐI VỚI PHÉP ĐO GF-AAS	34
Điều kiện đo phổ GF-AAS của cadimi, chì.	34
3.1.1. Khảo sát khoảng tuyến tính của nồng độ các kim loại	36
3.1.2. Xây dựng đường chuẩn của cadimi và chì	38
3.1.3. ĐÁNH GIÁ SAI SỐ VÀ ĐỘ LẬP VÀ GIỚI HẠN PHÁT HIỆN (LOD), GIỚI HẠN ĐỊNH LƯỢNG (LOQ) CỦA PHƯƠNG PHÁP GF-AAS	41
3.2. PHƯƠNG PHÁP ĐƯỜNG CHUẨN ĐỐI VỚI PHÉP ĐO ICP – OES	45
3.3. PHÂN TÍCH MẪU THỰC TẾ BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐƯỜNG CHUẨN VÀ PHƯƠNG PHÁP THÊM CHUẨN	47
3.3.1. Kết quả xác định hàm lượng kim loại trong chè Shan tuyết bằng phương pháp đường chuẩn	47
3.3.2. Kết quả xác định hàm lượng kim loại nặng trong chè Shan tuyết bằng phương pháp thêm chuẩn	48
3.3.3. So sánh kết quả xác định hàm lượng sắt, kẽm và chì trong mẫu đất và nước bằng hai phương pháp AAS và phương pháp ICP – OES	50
KẾT LUẬN	55
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	56

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU CHỮ VIẾT TẮT

STT	Từ viết tắt	Tên đầy đủ
1	AAS	Atomic Absorption Spectrometry (Phổ hấp thụ nguyên tử)
2	Abs	Absorbance (Độ hấp thụ)
3	AES	Atomic Emission Spectrometry (Phổ phát xạ nguyên tử)
4	F-AAS	Flame- Atomic Absorption Spectrometry (Phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa)
5	GF-AAS	Graphite Furnace- Atomic Absorption Spectrometry (Phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa)
6	HCL	Hollow Cathode Lamp (Đèn catot rỗng)
7	HPLC	High Performance Liquid Chromatography (Sắc kí lỏng hiệu năng cao)
8	ICP-OES	Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy (Quang phổ phát xạ quy nạp plasma)
9	UV – Vis	Ultra Violet – Visible
10	LOD	Limit of detection (Giới hạn xác định)
11	LOQ	Limit of quantitation (Giới hạn định lượng)
12	ppb	Part per billion Phần tỷ
13	ppm	Part per million Phần triệu

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1. Một số hằng số vật lý quan trọng của cadimi.....	3
Bảng 1.2. Một số hằng số vật lý quan trọng của chì.....	5
Bảng 2.1. Địa điểm lấy mẫu chè khô Shan tuyết tại Bắc Kạn.....	31
Bảng 3.1. Tổng kết các điều kiện đo phổ của cadimi, chì.....	35
Bảng 3.2. Kết quả khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của cadimi.....	36
Bảng 3.3. Kết quả khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của chì.....	37
Bảng 3.4. Kết quả xác định sai số của phương pháp với phép đo cadimi.....	42
Bảng 3.5. Kết quả xác định sai số của phương pháp với phép đo chì.....	43
Bảng 3.6. Sự tương quan giữa nồng độ và độ phát xạ của cadimi.....	45
Bảng 3.7. Sự tương quan giữa nồng độ và độ phát xạ của chì.....	46
Bảng 3.8. Kết quả xác định nồng độ kim loại trong chè bằng 2 phương pháp: GF-AAS và ICP-OES.....	47
Bảng 3.9. Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia đối với giới hạn ô nhiễm kim loại nặng có trong thực phẩm theo QCVN 8-2-2011/BYT.....	48
Bảng 3.10. Kết quả phân tích cadimi bằng phương pháp thêm chuẩn.....	49
Bảng 3.11. Kết quả phân tích chì bằng phương pháp thêm chuẩn.....	49
Bảng 3.12. Kết quả mẫu đo cadimi trong mẫu chè.....	50
Bảng 3.13. Kết quả mẫu đo chì trong mẫu chè.....	52

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Cây chè Shan tuyết	8
Hình 1.2. Sự phụ thuộc tuyệt tính của IgR theo IgC	19
Hình 1.3. Đường cong đặc trưng kính ảnh	20
Hình 2.1. Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử Shimadzu AAS-6300	25
Hình 2.2. Nguyên tắc cấu tạo của máy đo AAS	26
Hình 2.3. Đồ thị của phương pháp đường chuẩn	27
Hình 2.4. Đồ thị của phương pháp thêm chuẩn	28
Hình 2.5. Máy quang phổ phát xạ nguyên tử Agilent ICP- OES 5100	30
Hình 3.1. Đồ thị kết quả khảo sát nồng độ tuyến tính của cadimi	37
Hình 3.2. Đồ thị kết quả khảo sát nồng độ tuyến tính của chì	38
Hình 3.3. Đường chuẩn của cadimi (phương pháp GF-ASS)	39
Hình 3.4. Đường chuẩn của chì (phương pháp GF-ASS)	40
Hình 3.5. Đường chuẩn của cadimi (phương pháp ICP-OES)	46
Hình 3.6. Đường chuẩn của cadimi (phương pháp ICP-OES)	46
Hình 3.7. Đường hồi qui so sánh hai phương pháp đối với cadimi trong mẫu chè ..	51
Hình 3.8. Đường hồi qui so sánh hai phương pháp đối với chì trong mẫu chè ..	53

MỞ ĐẦU

Cây trà (miền Bắc gọi là chè) dùng để lấy búp non pha nước uống, còn có tên khoa học là trà Trung Quốc hay trà tàu (*Camellia sinensis*). Chè tuyết là một biến thể hiếm của loài trà tàu, tên khoa học là *Camellia sinensis sanon*, được trồng nhiều ở miền Bắc Ấn Độ và Tây Tạng (Trung Quốc).

Chè tuyết (còn gọi là chè *Shan tuyết*) là tên thông dụng nhất, vì búp non của chè phủ đầy lông tơ trắng như tuyết. Chè tuyết là cây rừng thân gỗ, đường kính 30-40 cm, cao đến 10m. Chúng ưa vùng núi có độ cao từ 1000 đến 1700m, khí hậu lạnh ẩm, nhiều sương gió. Ở xứ Bắc nước ta, chè tuyết gặp ở một số vùng thuộc các tỉnh Hà Giang, Bắc Kạn, phía tây dãy Hoàng Liên Sơn thuộc các tỉnh Lai Châu, Nghĩa Lộ, Sơn La và phần lớn là mọc hoang, tạo thành những thảm cây cổ thụ hàng trăm năm tuổi.

Chè Shan tuyết nếu được sử dụng mỗi ngày sẽ đem lại rất nhiều lợi ích cho sức khỏe con người như: Xua tan cảm giác mệt mỏi, giúp tinh thần sáng khoái, tỉnh táo; giảm lượng cholesterol trong máu, giúp ngăn ngừa bệnh tim mạch, đặc biệt tốt cho sức khỏe của người già, người mắc bệnh tim mạch; giúp làm giảm nguy cơ mắc bệnh tiểu đường bởi nó làm giảm lượng đường trong máu; hạn chế nguy cơ mắc các bệnh về gan; tốt cho răng miệng, phòng chống dị ứng [1].

Nhưng cùng với sự phát triển của khoa học kỹ thuật thì vấn đề ô nhiễm môi trường ảnh hưởng có hại đến chất lượng chè là một vấn đề cần kiểm tra và xem xét. Do việc sử dụng các loại hoá chất như thuốc bảo vệ thực vật, thuốc trừ sâu... cùng với các chất thải của nền công nghiệp, đã dẫn đến các nguồn đất, nước và không khí bị ô nhiễm, đặc biệt do ngành công nghiệp đang ngày càng phát triển thì sự ô nhiễm môi trường bởi các kim loại nặng như As, Pb, Cd, Hg ngày càng nghiêm trọng. Chè có thể bị nhiễm một số kim loại nặng từ đất, nước, và không khí. Vì vậy chúng ta không chỉ quan tâm nghiên cứu các chất có tác dụng sinh lý tốt với sức khỏe con người mà cần