

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

VÕ HÒ THỦY

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHÌ VÀ ASEN TRONG MỘT SỐ
MẪU ĐẤT VÀ NƯỚC KHU VỰC MỎ SẮT TRẠI CAU
BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỖ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ VÀ
PHÁT XẠ NGUYÊN TỬ**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Thái Nguyên-2016

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

VÕ HỒ THỦY

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHÌ VÀ ASEN TRONG MỘT SỐ
MẪU ĐẤT VÀ NƯỚC KHU VỰC MỎ SẮT TRẠI CAU
BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ VÀ
PHÁT XẠ NGUYÊN TỬ**

Chuyên ngành: Hóa phân tích

Mã số: 60.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: TS. Vương Trường Xuân

Thái Nguyên-2016

LỜI CẢM ƠN

Tôi xin tỏ lòng cảm ơn sâu sắc tới TS.Vương Trường Xuân – Thầy đã tận tình hướng dẫn , truyền đạt kiến thức và kinh nghiệm quý báu để tôi có thể hoàn thành được luận văn này.

Tôi xin cảm ơn các thầy, cô giáo, cán bộ Khoa Hoá học – trường Đại học Khoa học – Đại học Thái Nguyên đã giúp đỡ, tạo điều kiện cho tôi trong thời gian học tập và nghiên cứu khoa học tại trường.

Tôi xin cảm ơn các cán bộ, viên chức công tác tại Trung tâm Quan trắc tỉnh Thái Nguyên và các anh chị ở phòng phân tích thuộc tập đoàn SGS – trụ sở Núi Pháo – Thái Nguyên đã hỗ trợ máy móc cũng như trang thiết bị làm thực nghiệm và tài liệu liên quan trong quá trình tôi làm luận văn.

Tôi xin bày tỏ lòng biết ơn tới toàn thể gia đình, bạn bè đồng nghiệp đã luôn cổ vũ, động viên tôi trong suốt thời gian qua.

Trong quá trình thực hiện luận văn do còn hạn chế về mặt thời gian, kinh phí cũng như trình độ chuyên môn nên không tránh khỏi những thiếu sót. Rất mong nhận được những ý kiến đóng góp quý báu của các thầy cô, bạn bè và đồng nghiệp.

Tôi xin chân thành cảm ơn!

Tác giả luận văn

Võ Hồ Thủy

MỤC LỤC

MỞ ĐẦU	01
CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN	03
1.1. Nguyên tố Chì (Pb) và Asen (As)	03
1.1.1. Giới thiệu về nguyên tố Chì (Pb)	03
1.1.1.1. <i>Trạng thái tự nhiên</i>	03
1.1.1.2. <i>Tính chất vật lí</i>	03
1.1.1.3. <i>Tính chất hóa học</i>	03
1.1.1.4. <i>Độc tính của Chì</i> ..	04
1.1.2. Giới thiệu về nguyên tố Asen	05
1.1.2.1. <i>Trạng thái tự nhiên của Asen</i>	05
1.1.2.2. <i>Tính chất vật lí</i>	05
1.1.2.3. <i>Tính chất hóa học</i>	06
1.1.2.4. <i>Độc tính của Asen</i>	07
1.2. Một số phương pháp xác định Chì và Asen	07
1.2.1. Các phương pháp hoá học	07
1.2.1.1. <i>Phương pháp phân tích khối lượng</i>	07
1.2.1.2. <i>Phương pháp phân tích thể tích</i>	08
1.2.2. Phương pháp phân tích công cụ	09
1.2.2.1. <i>Các phương pháp quang phổ</i>	09
1.2.2.2. <i>Phương pháp điện hoá</i>	10
1.2.2.3. <i>Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử</i>	12
1.3. Giới thiệu một số vấn đề cơ bản về phổ hấp thụ nguyên tử (AAS)	14
1.3.1. <i>Nguyên tắc của phép đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS)</i>	14
1.3.2. <i>Những ưu, nhược điểm của phép đo AAS</i>	15
1.3.3. <i>Đối tượng và phạm vi ứng dụng của AAS</i>	17
1.4. Giới thiệu một số vấn đề cơ bản về phương pháp phổ phát xạ nguyên tử	18
1.4.1. <i>Nguyên tắc của phép đo phổ phát xạ nguyên tử</i>	18

1.4.2. Các ứng dụng của phép đo phổ phát xạ nguyên tử.....	19
1.4.2.1. Phân tích định tính và bán định lượng.....	19
1.4.2.2. Phân tích định lượng.....	20
1.5. Hiện trạng chức năng môi trường mỏ Trại Cau - Thái Nguyên	23
1.5.1. Khái quát về mỏ sắt Trại Cau.....	23
1.5.2. Hiện trạng môi trường khu vực mỏ sắt Trại Cau.....	24
1.5.2.1. Tác động của hoạt động khai thác sắt tới môi trường nước mặt và nước ngầm tại khu vực Mỏ sắt Trại Cau - Đông Hỷ - Thái Nguyên.....	25
1.5.2.2. Tác động của hoạt động khai thác sắt tới môi trường nước đất tại khu vực Mỏ sắt Trại Cau - Đông Hỷ - Thái Nguyên.....	26
CHƯƠNG 2: ĐỐI TƯỢNG, NỘI DUNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU.....	27
2.1. Đối tượng nghiên cứu.....	27
2.2. Phạm vi nghiên cứu.....	27
2.3. Phương pháp nghiên cứu.....	27
2.3.1. Phương pháp thu thập thông tin	27
2.3.2. Phương pháp điều tra khảo sát thực địa.....	27
2.3.3. Các phương pháp quan trắc và phân tích kim loại nặng.....	27
2.3.3.1. Phương pháp hóa học.....	27
2.3.3.2. Các phương pháp hóa lý.....	28
2.3.4. Phương pháp lấy và bảo quản mẫu.....	28
2.3.4.1. Lấy mẫu và bảo quản mẫu.....	29
2.3.4.2. Xử lý mẫu.....	31
2.4. Nội dung nghiên cứu.....	33
2.4.1. Khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của Asen, Chì.....	33
2.4.2. Đánh giá sai số, độ lặp, khoảng tin cậy của phép đo, xác định LOD, LOQ.....	33
2.4.3. Xác định hàm lượng As, Pb trong các mẫu nước và mẫu đất	

<i>bằng phương pháp đường chuẩn.....</i>	33
2.5. Thiết bị, hóa chất, dụng cụ.....	33
2.5.1. <i>Thiết bị.....</i>	33
2.5.2. <i>Dụng cụ.....</i>	33
2.5.3. <i>Hoá chất.....</i>	34
CHƯƠNG 3 : KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ BÀN LUẬN.....	35
3.1. XÁC ĐỊNH CÁC NGUYÊN TỐ ASEN, CHÌ BẰNG PHƯƠNG PHÁP GF-AAS.....	35
3.1.1. <i>Các điều kiện thực nghiệm xác định các nguyên tố Asen, chì bằng phương pháp GF - AAS.....</i>	35
3.1.2. <i>Phương pháp đường chuẩn đối với phép đo GF– AAS.....</i>	36
3.1.2.1. <i>Khảo sát khoảng tuyến tính của nồng độ các kim loại.....</i>	36
3.1.2.2. <i>Xây dựng đường chuẩn của As, Pb.....</i>	39
3.1.2.2.1. <i>Đường chuẩn của Asen.....</i>	39
3.1.2.2.2. <i>Đường chuẩn của Chì.....</i>	40
3.1.3. <i>Đánh giá sai số, độ lặp và giới hạn phát hiện (LOD), giới hạn định lượng (LOQ) của phương pháp.....</i>	41
3.1.3.1. <i>Đánh giá sai số và độ lặp lại của phương pháp.....</i>	41
3.1.3.2. <i>Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của phép đo GF-AAS.....</i>	45
3.1.3.2.1. <i>Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của Asen</i>	45
3.1.3.2.2. <i>Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của Chì.....</i>	45
3.2. XÁC ĐỊNH CÁC NGUYÊN TỐ ASEN, CHÌ BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ PHÁT XẠ NGUYÊN TỬ ICP-OES.....	46
3.3. PHÂN TÍCH MẪU THỰC TẾ BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐƯỜNG CHUẨN.....	48
3.3.1. <i>Kết quả xác định hàm lượng kim loại trong mẫu nước.....</i>	48
3.3.2. <i>Kết quả xác định hàm lượng kim loại nặng trong mẫu đất.....</i>	49
3.4. So sánh kết quả của hai phương pháp hấp thụ nguyên tử AAS	

và quang phổ phát xạ ICP-OES	51
KẾT LUẬN.....	58
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	59

DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT

STT	Từ viết tắt	Tên đầy đủ
1	AAS	Atomic Absorption Spectroscopy
2	F - AAS	Flame Atomic Absorption Spectroscopy
3	GF - AAS	Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy
4	ETA - AAS	Electro – Thermal Atomization Atomic Absorption Spectroscopy
5	ICP-OES	Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectroscopy
6	ICP	Inductively Coupled Plasma
7	LOD	Limit of Detection
8	LOQ	Limit of Quantity
9	UV - VIS	Ultra Violet - Visible

DANH MỤC CÁC BẢNG

<i>Bảng 1.1: Độ nhạy của các nguyên tố theo phép đo AAS.....</i>	16
<i>Bảng 1.2: Tổng sản lượng khai thác quặng sắt Trại Cau.....</i>	24
<i>Bảng 2.1: Các mẫu nước lấy tại khu vực mỏ sắt Trại Cau và lân cận.....</i>	30
<i>Bảng 2.2: Các mẫu đất tại khu vực mỏ sắt Trại Cau và lân cận.</i>	30
<i>Bảng 3.1: Tổng kết các điều kiện đo phổ của As, Pb.....</i>	35
<i>Bảng 3.2: Kết quả khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của As.....</i>	36
<i>Bảng 3.3: Kết quả khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của Pb.....</i>	37
<i>Bảng 3.4: Kết quả xác định sai số của phương pháp với phép đo As.....</i>	43
<i>Bảng 3.5: Kết quả xác định sai số của phương pháp với phép đo Pb.....</i>	44
<i>Bảng 3.6: Sự tương quan giữa nồng độ và độ phát xạ của Pb.....</i>	46
<i>Bảng 3.7: Sự tương quan giữa nồng độ và độ phát xạ của As.....</i>	47
<i>Bảng 3.8: Kết quả xác định nồng độ kim loại trong mẫu nước.....</i>	48
<i>Bảng 3.9: Giá trị giới hạn tối đa cho phép nồng độ của một số kim loại nặng trong nước bề mặt, theo QCVN 08:2008/BTNMT.....</i>	49
<i>Bảng 3.10: Kết quả xác định nồng độ kim loại trong mẫu đất.....</i>	50
<i>Bảng 3.11: Giá trị giới hạn tối đa cho phép hàm lượng tổng số của kim loại nặng trong tầng đất mặt, theo QCVN 03-MT:2015/BTNMT.....</i>	51
<i>Bảng 3.12: Kết quả đo Asen trong mẫu nước</i>	52
<i>Bảng 3.13: Kết quả đo Chì trong mẫu nước</i>	53
<i>Bảng 3.14: Kết quả đo Asen trong mẫu đất.....</i>	55
<i>Bảng 3.15: Kết quả đo Chì trong mẫu đất</i>	56

DANH MỤC CÁC HÌNH

<i>Hình 1.1 : Máy Quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS).....</i>	14
<i>Hình 1.2: Sơ đồ khối thiết bị AAS.....</i>	15
<i>Hình 1.3: Máy quang phổ phát xạ nguyên tử Agilent ICP- OES 5100.....</i>	19
<i>Hình 1. 4: Sự phụ thuộc tuyến tính của lgR theo lgC.....</i>	22
<i>Hình 1.5: Đường cong đặc trưng kính ảnh.....</i>	23
<i>Hình 2.1: Đồ thị của phương pháp đường chuẩn.....</i>	30
<i>Hình 3.1: Đồ thị khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của Asen.....</i>	37
<i>Hình 3.2: Đồ thị khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của Chì.....</i>	38
<i>Hình 3.3: Đường chuẩn của Asen.....</i>	39
<i>Hình 3.4: Đường chuẩn của Chì.....</i>	40
<i>Hình 3.5: Đường chuẩn của Pb.....</i>	46
<i>Hình 3.6: Đường chuẩn của As.....</i>	47
<i>Hình 3.7: Đường hồi quy so sánh hai phương pháp đối với Asen trong mẫu nước.....</i>	53
<i>Hình 3.8: Đường hồi quy so sánh hai phương pháp đối với Chì trong mẫu nước.....</i>	54
<i>Hình 3.9: Đường hồi quy so sánh hai phương pháp đối với Asen trong mẫu đất.....</i>	55
<i>Hình 3.10: Đường hồi quy so sánh hai phương pháp đối với Chì trong mẫu đất.....</i>	57