ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

ĐINH THỊ THU HUYỀN

NGHIÊN CỨU PHÂN TÍCH DẠNG THỦY NGÂN HỮU CƠ, VÔ CƠ TRONG MẪU TRẦM TÍCH BẰNG KỸ THUẬT CHIẾT CHỌN LỌC VÀ PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2016

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN http://www.lrc.tnu.edu.vn

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

ĐINH THỊ THU HUYỀN

NGHIÊN CỨU PHÂN TÍCH DẠNG THỦY NGÂN HỮU CƠ, VÔ CƠ TRONG MẪU TRẦM TÍCH BẰNG KỸ THUẬT CHIẾT CHỌN LỌC VÀ PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

Chuyên ngành: **Hóa phân tích**
Mã số: **60.44.01.18**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: PGS.TS VŨ ĐỨC LỢI

THÁI NGUYÊN - 2016

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN http://www.lrc.tnu.edu.vn

LỜI CẢM ƠN

Với lòng biết ơn sâu sắc, tôi xin chân thành cảm ơn đến PGS.TS. Vũ Đức Lợi, trưởng phòng Hóa phân tích, phó viện trưởng Viện Hóa học - Viện Hàn lâm khoa học và Công nghệ Việt Nam đã tận tình hướng dẫn và giúp đỡ tôi trong suốt quá trình thực hiện luận văn.

Tôi xin chân thành cảm ơn các thầy cô trong bộ môn Hóa phân tích nói riêng và trong khoa Hóa học nói chung đã dạy dỗ, chỉ bảo và động viên tôi trong thời gian tôi học tập tại trường Đại học Khoa Học - Đại Học Thái Nguyên.

Tôi xin chân thành cảm ơn các cán bộ trong phòng Hóa phân tích, viện Hóa học - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam đã hướng dẫn và tạo điều kiện tốt nhất để tôi được làm việc, nghiên cứu hoàn thành luận văn của mình.

Tôi xin chân thành cảm ơn!

Thái Nguyên, ngày tháng 11 năm 2016

Tác giả luận văn

Đinh Thị Thu Huyền

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN http://www.lrc.tnu.edu.vn

MỤC LỤC

Trang

LỜI CẢM ƠN ..... a
MỤC LỤC ..... b
DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT ..... d
DANH MỤC SƠ ĐỒ ..... e
DANH MỤC HÌNH ..... f
DANH MỤC BẢNG BIỂU ..... g
DANH MỤC PHỤ LỤC ..... h
MỞ ĐẦU 1
Chương 1. TỔNG QUAN 4
1.1. Giới thiệu về nguyên tố thuỷ ngân 4
1.1.1. Tính chất vật lý 4
1.1.2. Tính chất hoá học 5
1.1.3. Trạng thái tự nhiên 6
1.1.4. Ứng dụng của thủy ngân 7
1.1.5. Độc tính của thuỷ ngân 8
1.1.6. Quá trình tích lũy sinh học của thuỷ ngân 10
1.2. Các phương pháp phân tích thuỷ ngân trong trầm tích 12
1.2.1. Các phương pháp phân tích tổng thuỷ ngân và thuỷ ngân vô cơ 12
1.2.2. Các phương pháp phân tích định dạng thuỷ ngân 19
1.3. Phân tích hàm lượng tổng thuỷ ngân, thuỷ ngân vô cơ và thuỷ ngân hữu cơ 25
1.3.1. Nguyên tắc của phép đo phổ hấp thụ nguyên tử 27
1.3.2. Trang bị của phép đo 29
1.3.3. Nguyên lý của kỹ thuật hoá hơi lạnh 31
Chương 2. THỰC NGHIỆM 36
2.1. Mục tiêu và nội dung nghiên cứu 36
2.1.1. Mục tiêu nghiên cứu 36
2.1.2. Nội dung nghiên cứu 36

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN http://www.lrc.tnu.edu.vn

2.2. Phương pháp nghiên cứu 36
2.2.1. Phương pháp tổng hợp tài liệu 36
2.2.2. Phương pháp thực nghiệm 37
2.2.3. Phương pháp xử lý số liệu 37
2.3. Các thông số đánh giá độ tin cậy của phương pháp phân tích 37
2.3.1. Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) 37
2.3.2. Độ chụm (độ lặp lại) của phương pháp 38
2.3.3. Độ đúng (độ thu hồi) của thiết bị, của phương pháp 38
2.4. Lấy mẫu và bảo quản mẫu 38
2.5. Trang thiết bị và hóa chất phục vụ nghiên cứu 39
2.5.1. Trang thiết bị 39
2.5.2. Hóa chất 39
2.5.3. Chuẩn bị hoá chất và dung dịch chuẩn 40
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN 41
3.1. Các điều kiện đo phổ hấp thụ nguyên tử của thủy ngân 41
3.2. Quy trình phân tích tổng thủy ngân 41
3.2.1. Xây dựng đường chuẩn thủy ngân tổng số 42
3.2.2. Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) 44
3.2.3. Độ lặp lại 46
3.2.4. Độ chính xác 47
3.2.5. Độ thu hồi 47
3.3. Quy trình phân tích thủy ngân hữu cơ, vô cơ 48
3.3.1. Khảo sát quy trình tách chiết để xác định tổng thuỷ ngân hữu cơ 48
3.3.2. Đánh giá phương pháp phân tích thuỷ ngân hữu cơ 52
3.4. Phân tích dạng thuỷ ngân hữu cơ và vô cơ trong trầm tích biển 52
KẾT LUẬN 59
TÀI LIỆU THAM KHẢO 62
PHỤ LỤC

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN http://www.lrc.tnu.edu.vn

DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT

AAS	: Atomic Absorption Spectroscopy
AES	: Atomic Emission Spectroscopy
AFS	: Atomic Fluorescence Spectrometry
CV	: Cold Vapor
CV-AAS	: Cold Vapor-Atomic Absorption Spectroscopy
DCP-AES	: Direct Current Plasma-Atomic Emission Spectroscopy
ECD	: Electron Capture Detector
EPMA	: Electron Probe Micro Analysis
ICP-AES	: Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy
ICP-MS	: Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry
MIP-AES	: Microwawe Induced Plasma-Atomic Emission Spectrometry
MS	: Mass Spectrometry

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN http://www.lrc.tnu.edu.vn

DANH MỤC SƠ ĐỒ

Trang

Sơ đồ 1.1. Quy trình phân tích hàm lượng thuỷ ngân tổng số trong trầm tích 26
Sơ đồ 1.2. Quy trình phân tích dạng thuỷ ngân hữu cơ 27
Sơ đồ 1.3. Sơ đồ nguyên tắc của phép đo phổ hấp thụ nguyên tử 29
Sơ đồ 1.4. Sơ đồ nguyên tắc cấu tạo của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử 31
Sơ đồ 3.1. Quy trình phân tích tổng thủy ngân trong trầm tích 42
Sơ đồ 3.2. Quy trình phân tích thuỷ ngân hữu cơ 49

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN http://www.lrc.tnu.edu.vn

DANH MỤC CÁC HÌNH

Trang

Hình 1.1. Chu trình biến đổi thuỷ ngân trong môi trường 11
Hình 1.2. Mô hình hệ thống hóa hơi lạnh cải tiến..... 32
Hình 1.3. Phổ hấp thụ của thủy ngân trước và sau khi cải tiến thiết bị..... 33
Hình 1.4. Phổ hấp thụ của thủy ngân nồng độ 2 µg/l..... 33
Hình 1.5. Phổ hấp thụ của thủy ngân nồng độ từ 0,1 đến 2,0 µg/l..... 34
Hình 1.6. Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật hóa hơi lạnh phân tích thủy ngân bán tự động Model HG - 201..... 34
Hình 3.1. Phổ AAS của thủy ngân khi xây dựng đường chuẩn 43
Hình 3.2. Đường chuẩn xác định tổng thủy ngân..... 44
Hình 3.3: Ảnh hưởng của thể tích clorofom đến độ thu hồi của thuỷ ngân hữu cơ 50
Hình 3.4. Hiệu suất giải chiết CH_3HgCl bằng natrithiosunfat 52
Hình 3.5. Bản đồ các vị trí lấy mẫu tại các tỉnh miền Trung từ Hà Tĩnh đến Thừa Thiên Huế 53
Hình 3.6. Bản đồ vị trí lấy mẫu tại vịnh Vũng Áng và vịnh Sơn Dương, Hà Tĩnh..... 54
Hình 3.7. Hàm lượng tổng thủy ngân trong các mẫu trầm tích tại Quảng Trị.... 56
Hình 3.8. Hàm lượng tổng thủy ngân trong các mẫu trầm tích tại Vũng Áng, Kỳ Anh, Hà Tĩnh 57
Hình 3.9. Hàm lượng tổng thủy ngân trong các mẫu trầm tích tại Vịnh Sơn Dương, Kỳ Anh, Hà Tĩnh..... 57
Hình 3.10. Hàm lượng tổng thủy ngân trong các mẫu trầm tích tại Thừa Thiên Huế, Quảng Bình, Hà Tĩnh 58
Hình 3.11. Sự phân bố các dạng thủy ngân trong trầm tích..... 59

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN http://www.lrc.tnu.edu.vn

DANH MỤC CÁC BẢNG BIỂU

Trang

Bảng 3.1. Các điều kiện đo phổ hấp thụ nguyên tử của thủy ngân 41

Bảng 3.2. Xây dựng đường chuẩn xác định tổng thủy ngân..... 43

Bảng 3.3. Kết quả phân tích mẫu chuẩn thủy ngân nồng độ 0,1 µg/l..... 45

Bảng 3.4. Kết quả đánh giá độ lặp lại của phương pháp phân tích tổng thủy ngân 46

Bảng 3.5. Kết quả phân tích mẫu chuẩn MESS-3, CMR 580 47

Bảng 3.6. Độ thu hồi của thủy ngân trong mẫu 48

Bảng 3.7. Kết quả chiết thủy ngân hữu cơ theo thể tích clorofom 50

Bảng 3.8. Kết quả giải chiết Hg hữu cơ bằng $Na_2S_2O_3$ 51

Bảng 3.9. Kết quả phân tích thuỷ ngân hữu cơ mẫu chuẩn CMR 580 52

Bảng 3.10. Kết quả hàm lượng tổng thủy ngân trong trầm tích 54

Bảng 3.11. Kết quả phân tích các dạng thủy ngân trong trầm tích..... 58

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN http://www.lrc.tnu.edu.vn

DANH MỤC CÁC PHỤ LỤC

Phụ lục 1. Phổ AAS xác định hàm lượng tổng thủy ngân trong các mẫu trầm tích tại Quảng Trị 1-PL
Phụ lục 2. Phổ AAS xác định hàm lượng tổng thủy ngân trong các mẫu trầm tích tại Vũng Áng, Kỳ Anh, Hà Tĩnh.....2-PL
Phụ lục 3. Phổ AAS xác định hàm lượng tổng thủy ngân trong các mẫu trầm tích tại Vịnh Sơn Dương, Kỳ Anh, Hà Tĩnh 3-PL
Phụ lục 4. Phổ AAS xác định hàm lượng tổng thủy ngân trong các mẫu trầm tích tại Thừa Thiên Huế, Quảng Bình, Hà Tĩnh 6-PL
Phụ lục 5. Phổ AAS xác định hàm lượng thủy ngân hữu cơ trong các mẫu trầm tích.....7-PL

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN http://www.lrc.tnu.edu.vn