

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

PHẠM THỊ BÍCH NGỌC

**NGHIÊN CỨU XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHENOL
TRONG CÁ BIỂN**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2016

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

PHẠM THỊ BÍCH NGỌC

**NGHIÊN CỨU XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHENOL
TRONG CÁ BIỂN**

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

LỜI CẢM ƠN

Tôi xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc và chân thành đến với **PGS.TS. Vũ Đức Lợi**. Thầy đã giao đề tài, nhiệt tình hướng dẫn và tạo mọi điều kiện tốt nhất giúp tôi thực hiện và hoàn thành luận văn này.

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 phòng Hóa phân tích của Viện Hóa học - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam đã tạo điều kiện hướng dẫn và giúp đỡ tôi trong thời gian làm thực nghiệm.

Cuối cùng, tôi xin cảm ơn gia đình, các bạn học viên Cao học của Bộ môn Hóa phân tích đã luôn động viên, tận tình giúp đỡ tôi trong thời gian học tập và thực hiện luận văn này.

Quảng Ninh, ngày 15/11/2016

Tác giả luận văn

Phạm Thị Bích Ngọc

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN	a
MỤC LỤC	b
DANH MỤC VIẾT TẮT	d
DANH MỤC CÁC BẢNG.....	e
DANH MỤC CÁC HÌNH.....	f
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN TÀI LIỆU	3
1.1. Giới thiệu về Phenol.....	3
1.1.1. Cấu tạo và tính chất của phenol	3
1.1.2. Một số ứng dụng của Phenol	5
1.1.3. Nguồn gốc và độc tính của Phenol	5
1.1.4. Sự tồn tại và chuyển hóa của phenol trong môi trường.....	8
1.2. Các phương pháp để xác định phenol.....	12
1.2.1. Các phương pháp sắc ký	12
1.2.2. Phương pháp trắc quang	16
1.2.3. Phương pháp phát quang hóa học.....	17
1.2.4. Phương pháp huỳnh quang	18
1.3. Phương pháp phân tích xác định Phenol trong luận văn	19
1.3.1. Hệ thống máy sắc ký khí (GC)	19
1.3.2. Đầu dò khối phổ (MS)	20
1.3.3. Các kỹ thuật xử lý mẫu trước khi phân tích.....	24
Chương 2. THỰC NGHIỆM	29
2.1. Mục tiêu và nội dung nghiên cứu.....	29
2.1.1. Mục tiêu nghiên cứu	29
2.1.2. Nội dung nghiên cứu.....	29
2.2. Phương pháp nghiên cứu.....	29
2.2.1. Phương pháp tổng hợp tài liệu	29
2.2.2. Phương pháp thực nghiệm	29
2.2.3. Phương pháp xử lý số liệu	30

2.3. Các thông số đánh giá độ tin cậy của phương pháp phân tích.....	31
2.3.1. Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ)	31
2.3.2. Độ chụm (độ lặp lại) của phương pháp	32
2.3.3. Độ đúng (độ thu hồi) của thiết bị, của phương pháp	32
2.4. Thực nghiệm	33
2.4.1. Lấy mẫu.....	33
2.4.2. Xử lý mẫu.....	34
2.4.3. Xây dựng đường chuẩn của phenol	35
2.4.4. Trang thiết bị và hóa chất phục vụ nghiên cứu.....	36
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	38
3.1. Điều kiện phân tích xác định phenol trên thiết bị GC/MS.....	38
3.2. Giới hạn phát hiện, giới hạn định lượng của phương pháp GC/MS	38
3.3. Đường ngoại chuẩn định lượng phenol trên GC/MS.....	40
3.4. Kết quả xác định điều kiện chiết tách, làm sạch và và tạo dẫn xuất chất phân tích	41
3.4.1. Kết quả lựa chọn dung môi tách chiết	41
3.4.2. Kết quả khảo sát thể tích dung môi chiết.....	42
3.4.3. Kết quả khảo sát điều kiện tạo dẫn xuất	43
3.4.4. Độ lặp lại và độ thu hồi của phương pháp chuẩn bị mẫu	45
3.5. Kết quả xác định phenol trong các mẫu cá biển	47
KẾT LUẬN	50
TÀI LIỆU THAM KHẢO	51
PHỤ LỤC	

DANH MỤC VIẾT TẮT

ATSDR	:	Agency for Toxic Substances and Disease Registry
CI	:	Chemical Ionization
EI	:	Electron Impact/Ionization
EPA	:	Environmental Protection Agency
ESI	:	Electron Spray Ionization
GC/MS	:	Gas Chromatography Mass Spectrometry
HPLC	:	High Performance Liquid Chromatography
IT	:	Ion Trap
PAP	:	p-aminophenol
p-CBDA	:	p-chlorobenzen đizonium fluoroborat

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1.	Tính chất hóa lý của phenol	4
Bảng 2.1.	Vị trí và thời gian lấy mẫu	33
Bảng 2.2.	Pha dung dịch chuẩn phenol	36
Bảng 3.1.	Sự phụ thuộc của diện tích pic vào hàm lượng phenol	40
Bảng 3.2.	Kết quả khảo sát và lựa chọn dung môi chiết	41
Bảng 3.3.	Kết quả khảo sát thể tích dung môi dùng để chiết mẫu	42
Bảng 3.4.	Kết quả khảo sát thể tích anhydride axetic để tạo dẫn xuất đến hiệu suất thu hồi phenol.....	43
Bảng 3.5.	Ảnh hưởng của nồng độ K_2CO_3 đến hiệu suất thu hồi phenol....	44
Bảng 3.6.	Kết quả khảo sát độ thu hồi mẫu và độ lặp lại	45
Bảng 3.7.	Kết quả phân tích hàm lượng phenol trong mẫu cá biển tại Hà Tĩnh	47
Bảng 3.8.	Kết quả phân tích hàm lượng phenol trong mẫu cá biển tại Hạ Long.....	47

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1.	Một số hình ảnh về phenol.....	3
Hình 1.2.	Mô hình phân tử phenol.....	3
Hình 1.3.	Minh họa sơ đồ hệ thống máy GC Model 6980N, HP	19
Hình 1.4.	Sơ đồ hệ thống máy sắc ký khí.....	20
Hình 3.1.	Quy trình phân tích phenol trong mẫu cá	35
Hình 3.2.	Sắc đồ phân tích phenol trong mẫu cá có thêm chuẩn nồng độ 0,01 µg/g trên GC/MS	40
Hình 3.3.	Đường chuẩn phenol xác định trên GC/MS	40
Hình 3.4.	Hiệu suất thu hồi phenol khi sử dụng các loại dung môi chiết khác nhau	41
Hình 3.5.	Ảnh hưởng của hóa chất tạo dẫn xuất anhydrit axetic đến hiệu suất thu hồi phenol.....	44
Hình 3.6.	Ảnh hưởng của nồng độ K ₂ CO ₃ đến hiệu suất thu hồi phenol	45
Hình 3.7.	Sắc đồ phân tích phenol trong cá có thêm chuẩn nồng độ 0,10 mg/kg.....	47
Hình 3.8.	Hàm lượng Phenol trong các loài cá sống ở tầng mặt.....	49
Hình 3.9.	Hàm lượng Phenol trong các loài cá sống ở tầng đáy	49

MỞ ĐẦU

Trong thời đại hội nhập và phát triển hiện nay, xu hướng công nghiệp hóa và hiện đại hóa đã và đang được phổ biến ở nhiều quốc gia trên thế giới. Nhiều cuộc cách mạng khoa học kỹ thuật được tiến hành, nhiều ngành công nghiệp mới ra đời đã góp phần tăng trưởng kinh tế và nâng cao mức sống của người dân. Tuy nhiên, bên cạnh những thành tựu đã đạt được lại là một vấn đề lớn về ô nhiễm môi trường.

Các chất ô nhiễm thải vào môi trường mỗi năm ngày càng tăng, đặc biệt là nước thải không qua xử lý từ các khu công nghiệp xả thải vào môi trường gây ra những thiệt hại không nhỏ tới hệ sinh thái.

Phenol là chất thải trong quá trình luyện cốc để sản xuất gang thép, trong công nghiệp hóa chất và hóa dầu, phenol sẽ là nguồn ô nhiễm môi trường nghiêm trọng, nếu không có phương pháp xử lý phù hợp. Phenol và các dẫn xuất của phenol là các chất độc hại gây nguy hiểm cho sức khỏe con người và hệ sinh thái. Chúng có khả năng tích lũy trong cơ thể sinh vật và có khả năng gây nhiễm độc cấp tính, mãn tính cho con người.

Khi xâm nhập vào cơ thể phenol và các hợp chất của phenol gây ra nhiều tổn thương cho hệ thần kinh, hệ tiêu hóa, hệ hô hấp và tim mạch.

Sự cố môi trường gây hải sản chết hàng loạt tại bốn tỉnh miền Trung từ Hà Tĩnh đến Thừa Thiên Huế vào tháng 4 năm 2016 đã được Chính phủ công bố nguyên nhân là do phenol và xyanua. Những hệ lụy của sự cố môi trường này còn ảnh hưởng lớn tới hệ sinh thái biển và chuỗi thức ăn từ hải sản tại bốn tỉnh ven biển miền Trung.

Do đó, việc nghiên cứu xác định chính xác hàm lượng phenol trong thực phẩm là điều quan trọng và đặc biệt cần thiết để đảm bảo chất lượng và an toàn vệ sinh thực phẩm. Chính vì vậy mà tôi lựa chọn đề tài: ***“Nghiên cứu xác định hàm lượng phenol trong cá biển”***

Mục tiêu của luận văn được đặt ra là:

- Nghiên cứu xây dựng phương pháp phân tích hàm lượng phenol trong mẫu cá biển bằng phương pháp sắc ký khí khối phổ.

- Ứng dụng quy trình phân tích vừa xây dựng xác định và đánh giá hàm lượng phenol trong các mẫu cá biển thu được tại Quảng Ninh và Hà Tĩnh.

Luận văn được thực hiện bằng phương pháp thực nghiệm. Các nội dung chính của luận văn được thực hiện tại Viện Hoá học - Viện Hàn Lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.