

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

ĐÀO MINH HUÂN

**PHÂN TÍCH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI NẶNG
TRONG CÂY DIỆP MINH CHÂU**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2017

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

ĐÀO MINH HUÂN

**PHÂN TÍCH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI NẶNG
TRONG CÂY DIỆP MINH CHÂU**

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 - 2017

LỜI CẢM ƠN

Trong suốt quá trình học tập và thực hiện đề tài luận văn thạc sĩ, chuyên ngành Hóa phân tích, Khoa Hóa Học - Trường Đại học Khoa Học - Đại học Thái Nguyên, em đã nhận được sự ủng hộ, giúp đỡ của các thầy cô giáo, các đồng nghiệp, bạn bè và gia đình.

Đầu tiên, em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc nhất đến thầy giáo TS. Vương Trường Xuân đã giao đề tài và tận tình hướng dẫn, truyền đạt kiến thức và kinh nghiệm quý báu để em có thể hoàn thành luận văn này.

Em xin bày tỏ lòng biết ơn chân thành đến các thầy giáo, cô giáo Khoa Hóa học, các thầy cô trong Ban Giám hiệu trường Đại học Khoa Học - Đại học Thái Nguyên đã giảng dạy, tạo điều kiện thuận lợi, giúp đỡ em trong quá trình học tập và nghiên cứu .

Em cũng xin gửi lời cảm ơn đến ThS. Trịnh Đức Cường cùng các anh chị trong phòng phân tích môi trường trung tâm quan trắc môi trường tỉnh Thái Nguyên, đã luôn động viên và giúp đỡ em trong suốt quá trình làm thực nghiệm .

Mặc dù đã có nhiều cố gắng, song do thời gian có hạn, khả năng nghiên cứu của bản thân còn hạn chế, nên kết quả nghiên cứu có thể còn nhiều thiếu sót. Em rất mong nhận được sự góp ý, chỉ bảo của các thầy giáo, cô giáo, các bạn đồng nghiệp.

Em xin chân thành cảm ơn!

Thái nguyên, ngày 5 tháng 6 năm 2017

Học viên

Đào Minh Huân

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN	a
MỤC LỤC	b
DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT	e
DANH MỤC BẢNG	f
DANH MỤC HÌNH	g
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN	3
1.1. Giới thiệu chung về cây Diệp Minh Châu	3
1.1.1. Đặc điểm và thành phần	3
1.1.2. Phân bố, sinh thái	4
1.1.3. Công dụng của cây Diệp Minh Châu	4
1.2. Trạng thái tự nhiên, một vài tính chất và vai trò sinh học của Coban, Crom, Cadimi, Mangan, Niken	6
1.2.1. Trạng thái thiên nhiên của các nguyên tố Cadimi, Coban, Crom, Mangan, Niken	6
1.2.2. Một vài tính chất và ứng dụng của Cadimi, Coban, Crom, Mangan, Niken	7
1.2.3. Vai trò sinh học của Cadimi, Coban, Crom, Mangan, Niken	11
1.2.4. Giới hạn tối đa cho phép các kim loại trong thực phẩm	15
1.3. Các phương pháp xác định Cadimi, Coban, Crom, Mangan, Niken	16
1.3.1. Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử AAS	16
1.3.2. Phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử UV-VIS	17
1.3.3. Phương pháp quang phổ phát xạ plasma cảm ứng (ICP-OES)	18
1.3.4. Phương pháp phổ khối plasma cảm ứng (ICP-MS)	18
1.4. Các phương pháp xử lý mẫu	24
1.4.1. Phương pháp vô cơ hóa	25
1.4.2. Phương pháp chiết	27

1.4.3. Phương pháp pha loãng mẫu bằng dung môi thích hợp	28
1.4.4. Phương pháp điện phân.....	28
1.4.5. Phương pháp phân hủy mẫu bằng lò vi sóng.....	28
1.5. Thiết bị phân hủy mẫu và phân tích mẫu.....	30
1.5.1. Thiết bị phân hủy mẫu	30
1.5.2. Thiết bị phân tích mẫu	31
Chương 2. THỰC NGHIỆM.....	33
2.1. Đối tượng nghiên cứu	33
2.2. Nội dung nghiên cứu.....	33
2.3. Phương pháp nghiên cứu.....	33
2.3.1. Phương pháp nghiên cứu tài liệu	33
2.3.2. Phương pháp nghiên cứu xây dựng quy trình phân tích kim loại nặng trong cây Diệp Minh Châu trên thiết bị ICP-MS	33
2.3.3. Phương pháp xử lý số liệu	34
2.4. Hóa chất, dụng cụ.....	34
2.4.1. Hóa chất	34
2.4.2. Dụng cụ	34
2.5. Phương pháp lấy mẫu xử lý mẫu sơ bộ và phá mẫu	34
2.5.1. Lấy mẫu.....	34
2.5.2. Quy trình xử lý mẫu sơ bộ	35
2.5.3. Quy trình phá mẫu bằng lò vi sóng.....	35
2.6. Xây dựng đường chuẩn của các nguyên tố Cd, Co, Cr, Mn, Ni	36
2.6.1. Pha hóa chất	36
2.6.2. Xây dựng đường chuẩn.....	36
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	38
3.1. Các điều kiện đo phổ khối nguyên tử của Cd, Co, Cr, Mn, Ni.....	38
3.2. Khoảng tuyến tính, đường chuẩn, xác định giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) của Cd, Co, Cr, Mn, Ni.....	38

3.2.1. Đường chuẩn, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của Cadimi	39
3.2.2. Đường chuẩn, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của Coban	40
3.2.3. Đường chuẩn, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của Crom.....	40
3.2.4. Đường chuẩn, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của Mangan.....	41
3.2.5. Đường chuẩn, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của Niken	42
3.3. Thực nghiệm đo phổ và tính toán kết quả.....	43
3.3.1. Phương pháp xử lí kết quả phân tích theo phương pháp đường chuẩn	43
3.3.2. Đánh giá độ thu hồi.....	44
3.3.3. Kết quả xác định hàm lượng Cadimi, Coban, Crom, mangan, Niken trong các mẫu lá khô	45
KẾT LUẬN	51
TÀI LIỆU THAM KHẢO	53

DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT

Viết tắt	Nghĩa
AAS	: Phổ hấp thụ nguyên tử
AES	: Phổ phát xạ nguyên tử
F-AAS	: Phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa
GF-AAS	: Phổ hấp thụ nguyên tử lò graphit
ICP	: Nguồn plasma cao tần cảm ứng
ICP-AES	: Phổ phát xạ nguyên tử nguồn plasma cao tần cảm ứng
ICP-MS	: Phổ khối nguyên tử nguồn plasma cao tần cảm ứng
ICP-OES	: Phổ phát xạ quang học nguyên tử nguồn plasma cao tần cảm ứng
LOD	: Giới hạn phát hiện của phương pháp
LOQ	: Giới hạn định lượng của phương pháp
ppb	: Một phần tỉ
ppm	: Một phần triệu
QCVN	: Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia Việt Nam
RSD	: Độ lặp lại tương đối (Relative Standard Deviation)
UV-VIS	: Phương pháp trắc quang (Ultraviolet Visible Spectrometry)
WHO	: Tổ chức Y tế Thế giới (World Health Organization)

DANH MỤC BẢNG

Bảng 1.1.	Một số đặc điểm của các nguyên tố Coban, Crom, Cadimi, Mangan, Niken.....	10
Bảng 1.2.	Giới hạn cho phép của một số kim loại nặng trong thực vật.....	16
Bảng 1.3.	Giới hạn rủi ro đối với một số kim loại nặng	16
Bảng 1.4.	So sánh khả năng phát hiện của các kỹ thuật phân tích.....	23
Bảng 2.1.	Thời gian, địa điểm lấy và kí hiệu các mẫu Diệp Minh Châu....	34
Bảng 2.2.	Thẻ tích các dung dịch cần lấy	36
Bảng 3.1.	Các thông số tối ưu cho máy đo ICP-MS	38
Bảng 3.2.	Khoảng nồng độ khảo sát và kết quả khảo sát tuyến tính các nguyên tố.....	38
Bảng 3.3.	Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) của các nguyên tố.....	42
Bảng 3.4.	Kết quả đo và độ thu hồi của các nguyên tố.....	44
Bảng 3.5.	Kết quả xác định hàm lượng Cadimi trong mẫu lá khô.....	45
Bảng 3.6.	Kết quả xác định hàm lượng Coban trong mẫu lá khô	45
Bảng 3.7.	Kết quả xác định hàm lượng Crom trong mẫu lá khô	45
Bảng 3.8.	Kết quả xác định hàm lượng Mangan trong mẫu lá khô	46
Bảng 3.9.	Kết quả xác định hàm lượng Niken trong mẫu lá khô.....	46
Bảng 3.10.	Kết quả xác định hàm lượng Cadimi trong mẫu dịch chiết.....	46
Bảng 3.11.	Kết quả xác định hàm lượng Coban trong mẫu dịch chiết	47
Bảng 3.12.	Kết quả xác định hàm lượng Crom trong mẫu dịch chiết	47
Bảng 3.13.	Kết quả xác định hàm lượng Mangan trong mẫu dịch chiết	47
Bảng 3.14.	Kết quả xác định hàm lượng Niken trong mẫu dịch chiết.....	48

DANH MỤC HÌNH

Hình 1.1.	Cây Diệp Minh Châu	6
Hình 1.2.	Ứng dụng phương pháp phân tích ICP-MS trong các lĩnh vực..	21
Hình 1.3.	Dụng cụ phân hủy mẫu	30
Hình 1.4.	Thiết bị lò vi sóng	30
Hình 1.5.	Hình ảnh máy ICP - MS (ELAN 9000).....	31
Hình 1.6.	Hệ trang bị ICP-MS	31
Hình 3.1.	Đường chuẩn của Cd	39
Hình 3.2.	Đường chuẩn của Co	40
Hình 3.3.	Đường chuẩn của Cr	40
Hình 3.4.	Đường chuẩn của Mn.....	41
Hình 3.5.	Đường chuẩn của Ni	42
Hình 3.6.	Biểu đồ thể hiện hàm lượng các kim loại trong các mẫu phân tích	49

MỞ ĐẦU

Trong những năm gần đây việc sử dụng dược liệu vào mục đích bảo vệ sức khỏe con người đang ngày một gia tăng, trong đó sử dụng cây thuốc nam đang được nhiều người quan tâm sử dụng vì thuốc nam có nguồn gốc tự nhiên, sử dụng theo kinh nghiệm dân gian, an toàn, ít có tác dụng phụ

Hiện nay việc sử dụng cây Diệp Minh Châu (*Phyllanthus amarus* Schum.et) vào việc chữa trị các bệnh về gan, bệnh về thận, bệnh về đường tiết niệu, đường ruột... được nhiều người sử dụng và có hiệu quả. Cây Diệp Minh Châu được dùng trong y học cổ truyền Thái Lan trị bệnh vàng da. Ở Ấn Độ dùng để sát khuẩn, lợi tiểu, vàng da, lỵ, phù, đái tháo đường. Ở Peru nhân dân sắc nước, làm thuốc lợi tiểu, trị sỏi mật, sỏi thận. Ở một số nước Nam Mỹ dùng trị sốt rét, sỏi niệu, sỏi bàng quang. Ở Haiti sắc lá làm nước uống trị sốt. Từ đảo Hải Nam đến Indonesia nhân dân dùng để sắc nước chữa bệnh về gan, thận, trị bệnh hoa liễu, long đờm cho trẻ em, hạ sốt....Song ngày nay môi trường đang chịu ảnh hưởng nghiêm trọng bởi sự gia tăng phế thải chưa được xử lý đều đưa trực tiếp vào môi trường đất, nước, không khí làm cho môi trường ngày càng bị ô nhiễm. Cây Diệp Minh Châu có thể bị nhiễm một số kim loại nặng từ môi trường đó. Vì vậy chúng ta không chỉ quan tâm nghiên cứu các chất có hoạt tính sinh học sử dụng làm thuốc mà cần phải quan tâm nghiên cứu và kiểm tra không chế các chất có hại đặc biệt là các kim loại nặng (Cd, Co, Cr, Mn, Ni,...) ảnh hưởng trực tiếp đến sức khỏe của con người trong khi sử dụng sản phẩm.

Xuất phát từ yêu cầu thực tế và tính cấp thiết đó nhằm góp phần vào công tác đảm bảo chất lượng cây thuốc nam em chọn và thực hiện đề tài: “Xác định hàm lượng kim loại nặng trong cây Diệp Minh Châu bằng phương pháp ICP- MS”

Dựa trên những kết quả thu được bước đầu nhận xét đánh giá về sự phân bố khả năng gây độc của kim loại nặng (Cd, Co, Cr, Mn, Ni...) trong cây Diệp Minh Châu từ đó có thể đề xuất biện pháp làm giảm thiểu ô nhiễm.

Nội dung chính của luận văn gồm những phần sau:

- Nghiên cứu và lựa chọn các điều kiện tối ưu trong quá trình xử lý mẫu để định lượng các kim loại nặng trong cây Diệp Minh Châu.