

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN THỊ HẠNH

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CỦA CANXI, SẮT, KẼM
TRONG ĐÀI HOA BỤP GIẤM BẰNG PHƯƠNG PHÁP
QUANG PHỔ HẤP THỤ VÀ PHÁT XẠ NGUYÊN TỬ**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Thái Nguyên - 2017

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN THỊ HẠNH

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CỦA CANXI, SẮT, KẼM
TRONG ĐÀI HOA BỤP GIẤM BẰNG PHƯƠNG PHÁP
QUANG PHỔ HẤP THỤ 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 - 2017

LỜI CẢM ƠN

Em xin chân thành cảm ơn TS.Vương Trường Xuân đã hướng dẫn em tận tình, chu đáo trong suốt quá trình làm luận văn, giúp em hoàn thành luận văn này.

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.

Tôi cũng xin chân thành cảm ơn tới ban Giám đốc, lãnh đạo khoa xét nghiệm trung tâm y tế dự phòng tỉnh Thái Nguyên đã đã tạo điều kiện cho tôi về mặt thời gian cũng như cơ sở vật chất để tôi hoàn thiện đề tài này.

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.

Tôi xin chân thành cảm ơn!

Thái Nguyên, tháng 6 năm 2017

Học viên thực hiện

Nguyễn Thị Hạnh

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN	a
MỤC LỤC.....	b
DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU CHỮ VIẾT TẮT	d
DANH MỤC CÁC BẢNG.....	e
DANH MỤC CÁC HÌNH.....	f
MỞ ĐẦU	1
Chương 1: TỔNG QUAN TÀI LIỆU	2
1.1. Giới thiệu chung về cây bụi giấm	2
1.1.1. Tên gọi và mô tả.....	2
1.1.2. Phân bố.....	2
1.1.3. Thành phần hoá học của đài hoa bụi giấm.....	3
1.1.4. Công dụng đài hoa bụi giấm	3
1.2. Sơ lược về các kim loại Ca, Fe, Zn	4
1.2.1. Canxi	4
1.2.2. Sắt.....	6
1.2.3. Kẽm	7
1.3. Một số phương pháp xác định canxi, sắt, kẽm.....	8
1.3.1. Phương pháp phân tích khối lượng	8
1.3.2. Phương pháp phân tích thể tích.....	9
1.3.3. Phương pháp phổ hấp thụ phân tử UV - VIS.....	9
1.3.4. Phương pháp cực phổ.....	10
1.3.5. Phương pháp Von-Ampe hoà tan.....	10
1.3.6. Phương pháp phổ phát xạ nguyên tử (ICP - OES).....	11
1.3.7. Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử	11
1.4. Tình hình nghiên cứu trong nước và trên thế giới về cây bụi giấm	17
1.4.1. Tình hình nghiên cứu trong nước.....	17
1.4.2. Tình hình nghiên cứu trên thế giới.....	17
Chương 2: THỰC NGHIỆM VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU.....	20

2.1. Thiết bị, hóa chất, dụng cụ	20
2.1.1. Thiết bị	20
2.1.2. Dụng cụ	20
2.1.3. Hoá chất	20
2.2. Phương pháp nghiên cứu.....	21
2.3. Phương pháp lấy mẫu, bảo quản và xử lý mẫu.	21
2.4. Phương pháp xử lý số liệu, tính toán.	26
2.5. Nội dung nghiên cứu.....	26
2.5.1. Chọn nền và môi trường phân tích.....	26
2.5.2. Khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của canxi, sắt, kẽm.	26
2.5.3. Đánh giá sai số, độ lặp, khoảng tin cậy của phép đo, xác định LOD, LOQ.....	26
2.5.4. Xác định hàm lượng canxi, sắt, kẽm các mẫu đất bằng phương pháp đường chuẩn	28
2.5.5. Kiểm tra độ chính xác của kết quả phân tích bằng phương pháp thêm chuẩn	28
Chương 3: KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ BÀN LUẬN	29
3.1. Phương pháp đường chuẩn đối với phép đo AAS	29
3.1.1. Khảo sát khoảng tuyến tính của nồng độ các kim loại	29
3.1.2. Xây dựng đường chuẩn của Fe, Zn, Ca.....	32
3.1.3. Đánh giá sai số và độ lặp và giới hạn phát hiện (LOD), giới hạn định lượng (LOQ) của phương pháp AAS.....	36
3.2. Phân tích mẫu thực tế bằng phương pháp đường chuẩn	39
3.2.1. Kết quả xác định hàm lượng kim loại nặng theo phương pháp đường chuẩn.....	39
3.2.2. Xác định hàm lượng kim loại bằng phương pháp thêm chuẩn	45
KẾT LUẬN	50
TÀI LIỆU THAM KHẢO	51

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	Optical Emission Spectroscopy (Quang phổ phát xạ)
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 2.1. Các mẫu thu thập được	22
Bảng 3.1. Các điều kiện đo phổ của Ca, Fe, Zn.....	29
Bảng 3.2. Kết quả khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của Ca	30
Bảng 3.3. Kết quả khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của Fe	31
Bảng 3.4. Kết quả khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của Zn	32
Bảng 3.5. Kết quả xác định sai số của phương pháp với phép đo Ca.....	37
Bảng 3.6. Kết quả xác định sai số của phương pháp với phép đo Fe	37
Bảng 3.7. Kết quả xác định sai số của phương pháp với phép đo Zn.....	38
Bảng 3.8. Kết quả xác định nồng độ Ca trong mẫu theo đường chuẩn	40
Bảng 3.9. Kết quả xác định nồng độ Fe trong mẫu theo đường chuẩn.....	42
Bảng 3.10. Kết quả xác định nồng độ Zn trong mẫu theo đường chuẩn	43
Bảng 3.11. Kết quả tính toán nồng độ kim loại trong 100g mẫu khô	44
Bảng 3.12. Kết quả phân tích Ca bằng phương pháp thêm chuẩn	45
Bảng 3.13. Kết quả phân tích Fe bằng phương pháp thêm chuẩn	45
Bảng 3.14. Kết quả phân tích Zn bằng phương pháp thêm chuẩn.....	46
Bảng 3.15. Kết quả phân tích phương sai hàm lượng Ca trong đài hoa bụp giấm	47
Bảng 3.16. Kết quả phân tích phương sai hàm lượng Fe trong đài hoa búp giấm.....	47
Bảng 3.17. Kết quả phân tích phương sai hàm lượng Zn trong đài hoa bụp giấm	48

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1. Hình ảnh cây và đài hoa búp giấm	2
Hình 1.2. Một số sản phẩm làm từ đài hoa búp giấm	3
Hình 1.3. Hình ảnh đài hoa búp giấm sấy khô	3
Hình 1.4. Đồ thị của phương pháp đường chuẩn	15
Hình 1.5. Đồ thị của phương pháp thêm chuẩn	16
Hình 2.1. Thiết bị phá mẫu của Italia Velp - DK6.....	20
Hình 2.2. Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử Shimadzu AA -6300	21
Hình 2.4. Sơ đồ quy trình xử lý mẫu xác định hàm lượng sắt và kẽm	24
Hình 2.5. Sơ đồ quy trình xử lý mẫu xác định hàm lượng canxi	25
Hình 3.1. Đồ thị khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của Ca	30
Hình 3.2. Đồ thị khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của Fe.....	31
Hình 3.3. Đồ thị khảo sát khoảng nồng độ tuyến tính của Zn	32
Hình 3.4. Đường chuẩn của Ca	34
Hình 3.5. Đường chuẩn của Fe	35
Hình 3.6. Đường chuẩn của Zn.....	36
Hình 3.7. Đồ thị biểu diễn nồng độ các chất trong đài hoa theo tháng.....	46

MỞ ĐẦU

Từ năm 1992, cây búp giấm đã du nhập vào Việt Nam và được đỡ đầu bởi nhà khoa học Mai Thị Tấn. Bà đã nhân giống loại cây này trên toàn quốc và đã điều chế từ búp giấm như trà, mứt, rượu, nước cốt quả... Những sản phẩm này vừa là thực phẩm vừa có nhiều tác dụng dược lí được công nhận bởi chính người sử dụng nó nên búp giấm ngày càng được ưa chuộng và trở nên gần gũi hơn trong đời sống .

Đài hoa búp giấm là một loại dược liệu rất có lợi cho sức khỏe. Tính theo hàm lượng chất khô đài hoa búp giấm chứa khoảng 15% anthocyanin, axit hữu cơ khoảng 15-30%, các vitamin A, B1, B2, C, E, F và nhiều loại khoáng chất như sắt, đồng, canxi, magie, kẽm [1]. Ngoài ra Búp giấm còn có tác dụng phòng trị nhiều bệnh: tim mạch, cao huyết áp, tiểu đường, suy thận, suy tim, hạn chế cholesterol trong máu, ngăn ngừa một số bệnh ung thư, hạn chế béo phì, chống lão hóa,... [2].

Để đa dạng hơn về nghiên cứu thành phần hóa học của loại cây này nên chúng tôi thực hiện đề tài nghiên cứu ***“Xác định hàm lượng của Canxi, Sắt, Kẽm trong đài hoa búp giấm bằng phương pháp phổ hấp thụ và phát xạ nguyên tử”***

Đề tài thực hiện nhằm phân tích xác định hàm lượng canxi, sắt, kẽm trong đài hoa búp giấm với những mẫu thu thập được tại tỉnh Thái Nguyên.

Chương 1

TỔNG QUAN TÀI LIỆU

1.1. Giới thiệu chung về cây búp giấm

1.1.1. Tên gọi và mô tả

Tên khoa học là *Hibiscus sabdariffa* Linn. Tên thường gọi là atiso đỏ, búp giấm, hoa vô thường, hoa lạc thần, cây đay Nhật....

Cây búp giấm có tên khoa học là *Hibiscus sabdariffa* Linn, thuộc họ bông. Cây cao từ 1,5-2m, thân màu lục hoặc đỏ tía, phân nhánh gần gốc, cành nhẵn hoặc hơi có lông. Lá mọc so le, lá ở gốc nguyên, lá phía trên chia 3-5 thùy hình chân vịt, mép có răng cưa. Hoa đơn độc, mọc ở nách, gần như không có cuống, đường kính từ 8-10cm. Tràng hoa màu vàng hồng hay tía, có khi trắng. Quả nang hình trứng, có lông thô mang đài màu đỏ sáng tồn tại bao quanh quả. Cây ra hoa đúng vụ và tháng 9 đến tháng 11, đài hoa búp giấm chín rất nhanh và chỉ được thu hái trong vòng 15-20 ngày sau khi hoa nở, khi chúng còn mềm, không nhăn héo và có màu đỏ sẫm. [1]



Hình 1.1. Hình ảnh cây và đài hoa búp giấm

1.1.2. Phân bố

Cây búp giấm có nguồn gốc ở Trung Mỹ và Bắc Phi, sau lan sang Ấn Độ, Malaysia, Philippin, Indonexia, Thái Lan.

Ở nước ta, cây được trồng thử nghiệm để phủ đất trống, đòi trợ cho kết quả ở Hà Tây, Hoà Bình, Bắc Giang, Thái Nguyên, Ba Vì và một số tỉnh khác. Tuy nhiên, cây được trồng thành công ở Việt Nam chủ yếu thuộc các tỉnh miền trung, thích hợp với đất đồi núi và trung du.[1]