ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN NHƯ LÂM

PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ XÁC ĐỊNH CADIMI VÀ CHÌ TRONG CHÈ XANH Ở THÁI NGUYÊN

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC HÓA HỌC

Thái Nguyên - Năm 2011

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – Đại học Thái Nguyên *http://www.lrc-tnu.edu.vn*

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN NHƯ LÂM

PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ XÁC ĐỊNH CADIMI VÀ CHÌ TRONG CHÈ XANH Ở THÁI NGUYÊN

Chuyên ngành: Hóa phân tích
Mã số: 60.44.29

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC HÓA HỌC

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC
PGS. TS NGUYỄN ĐĂNG ĐỨC

Thái Nguyên - Năm 2011

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – Đại học Thái Nguyên *http://www.lrc-tnu.edu.vn*

Lời cam đoan

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi. Các số liệu, kết quả nêu trong luận văn là trung thực. Những kết luận của luận văn chưa từng được ai công bố trong bất kỳ công trình nào khác.

TÁC GIẢ LUẬN VĂN

Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – Đại học Thái Nguyên *http://www.lrc-tnu.edu.vn*

Lời cảm ơn

Em xin chân thành cảm ơn thầy giáo PGS.TS Nguyễn Đăng Đức đã trực tiếp giao cho em đề tài, tận tình hướng dẫn và tạo mọi điều kiện cho em hoàn thành luận văn.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy cô giáo Khoa Hoá học, Khoa Sau đại học – ĐHSPTN, các thầy cô giáo, các cán bộ nhân viên phòng thí nghiệm Khoa Hoá học – ĐHKH – ĐHTN, Ban lãnh đạo, các cô chú anh (chị) khoa xét nghiệm Trung tâm y tế dự phòng tỉnh Thái Nguyên đã giúp đỡ tạo điều kiện cho em hoàn thành bản luận văn này.

Thái Nguyên, ngày 30 tháng 6 năm 2011

Học viên

Nguyễn Như Lâm

MỤC LỤC

Lời cam đoan ii
Lời cảm ơn iii
MỤC LỤC iv
DANH MỤC CÁC BẢNG viii
DANH MỤC CÁC HÌNH VẼ ĐỒ THỊ x
MỞ ĐẦU 1
Chương 1. TỔNG QUAN 3
1.1. Giới thiệu chung về cây chè 3
1.1.1. Đặc điểm và thành phần 3
1.1.2. Công dụng của cây chè 3
1.2. Giới thiệu chung về nguyên tố Cadimi và Chì [17], [23], [25] 4
1.3. Tính chất của Cadimi và Chì [17], [23], [25] 4
1.3.1. Tính chất vật lí 4
1.3.2. Tính chất hoá học [16], [17] 5
1.4. Vai trò và sự nhiễm độc của Cd và Pb [6], [7] 10
1.4.1. Vai trò và sự nhiễm độc của Cd 10
Cadimi là nguyên tố rất độc. Giới hạn tối đa cho phép của Cadimi: [24] 10
Trong nước: 0,01 mg/l (hay 10ppb), 10
Trong không khí: 0,001 mg/m^3, 10
Trong thực phẩm: 0,001 – 0,5 mg/kg. 10
1.5. Các phương pháp xác định Cadimi và Chì 13
1.5.1. Phương pháp phân tích hoá học [15] 13
1.5.2. Phương pháp phân tích công cụ [4], [15] 15
1.6. Các phương pháp tách và làm giàu hàm lượng vết các kim loại 22
1.6.1. Phương pháp kết tủa, cộng kết 22
1.6.2. Phương pháp chiết lỏng - lỏng 23

1.6.3. Phương pháp tách và làm giàu bằng điện hoá 24
1.6.4. Phương pháp chiết pha rắn (SPE) 24
1.7. Phương pháp xử lý mẫu phân tích xác định Cd và Pb [26], [30] 25
1.7.1. Phương pháp xử lý ướt (bằng axit đặc oxi hóa mạnh) 25
1.7.2. Phương pháp xử lý khô 25
Chương 2: ĐỐI TƯỢNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU 27
2.1. Đối tượng và mục tiêu nghiên cứu 27
2.1.1. Đối tượng và mục tiêu 27
2.1.2. Phương pháp nghiên cứu 27
2.1.3. Nội dung và nhiệm vụ nghiên cứu 28
2.2. Giới thiệu về phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử [13], [27], [29] 28
2.2.1. Nguyên tắc của phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) 28
2.2.2. Hệ trang bị của phép đo AAS 30
2.3. Giới thiệu về phương pháp xử lý ướt mẫu 33
2.3.1. Nguyên tắc và bản chất 33
2.3.2. Cơ chế phân huỷ 33
2.4. Hóa chất và dụng cụ 34
2.4.1. Hóa chất 34
2.4.2. Dụng cụ 34
Chương 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN **35**
3.1. Khảo sát điều kiện đo phổ GF- AAS của Cd và Pb 35
3.1.1. Khảo sát chọn vạch đo 35
3.1.2. Khảo sát khe đo của máy phổ hấp thụ nguyên tử 36
3.1.3. Khảo sát cường độ dòng đèn catot rỗng (HCL) 36
3.1.4. Khảo sát các điều kiện nguyên tử hoá mẫu 38
3.1.5. Các điều kiện khác 43
3.2. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến phép đo GF-AAS 44
3.2.1. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ axit và loại axit 44

3.2.2. Khảo sát ảnh hưởng của chất cải biến nền 45
3.2.3. Khảo sát sơ bộ thành phần mẫu 47
3.2.4. Khảo sát ảnh hưởng của các cation và anion 48
3.3. Phương pháp đường chuẩn đối với phép đo GF - AAS 54
3.3.1. Khảo sát xác định khoảng tuyến tính 54
3.3.2. Xây dựng đường chuẩn 56
3.3.3. Đánh giá sai số, độ lặp lại, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của phép đo 60
3.4. Tóm tắt các điều kiện đo phổ GF - AAS của Cd và Pb 63
3.5. Xác định Cd và Pb trong chè xanh 64
3.5.1. Địa điểm lấy mẫu thời gian lấy mẫu và ký hiệu mẫu 64
3.5.2. Chuẩn bị mẫu phân tích 66
3.5.3. Kết quả phân tích các mẫu chè xanh 66
3.5.4. Kiểm tra quá trình xử lý mẫu 67
KẾT LUẬN **73**
TÀI LIỆU THAM KHẢO **74**

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU CHỮ VIẾT TẮT

AAS : Atomic Absorption Spectrometry (Phổ hấp thụ nguyên tử)

Abs : Absorbance (Độ hấp thụ)

AES : Atomic Emission Spectrometry (Phổ phát xạ nguyên tử)

ETA-AAS : Electro Thermal Atomization – Atomic Absortion spectrometry (Phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa)

F-AAS : Flame- Atomic Absorption Spectrometry (Phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa)

GC-MS : Gas Chromatography Mas Spectroscopy (Sắc kí khí ghép khối phổ)

GF-AAS : Graphite Furnace- Atomic Absorption Spectrometry (Phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa)

HCL : Hollow Cathode Lamp (Đèn catot rỗng)

HG-AAS : Hyđrie Generation- Atomic Absorption Spectrometry (Phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật Hidrua hóa)

HPLC : High Performance Liquid Chromatography (Sắc kí lỏng hiệu năng cao)

ICP-AES : Inductively Coupled Plasma Mass- Atomic Emission Spectrometry (Phổ phát xạ nguyên tử dùng năng lượng plasma cao tần cảm ứng)

ICP-MS : Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (Phổ khối lượng dùng năng lượng Plasma cao tần cảm ứng)

LOD : Limit of detection (Giới hạn xác định)

LOQ : Limit of quantitation (Giới hạn định lượng)

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 1.1. Một số hằng số vật lý quan trọng của Cadimi và Chì 5
Bảng 1.2. Tiêu chuẩn Việt Nam về hàm lượng Cd, Pb trong chè xanh (Tiêu chuẩn Việt Nam 2007) 12
Bảng 3.1. Khảo sát vạch đo của Cd 35
Bảng 3.2. Khảo sát vạch đo của Pb 36
Bảng 3.3. Khảo sát cường độ dòng đèn đối với Cd 37
Bảng 3.4. Khảo sát cường độ dòng đèn đối với Pb 38
Bảng 3.5. Kết quả khảo sát nhiệt độ tro hoá của Cd 40
Bảng 3.6. Kết quả khảo sát nhiệt độ nguyên tử hoá mẫu 42
Bảng 3.7. Ảnh hưởng của nồng độ axit đối với Cd 44
Bảng 3.8. Ảnh hưởng của nồng độ axit đối với Pb 45
Bảng 3.9. Khảo sát ảnh hưởng của chất cải biến hóa học 46
Bảng 3.10. Khảo sát nồng độ $Mg(NO_3)_2$ 47
Bảng 3.11. Kết quả khảo sát sơ bộ thành phần mẫu 48
Bảng 3.12. Ảnh hưởng của kim loại kiềm 49
Bảng 3.13. Ảnh hưởng kim loại kiềm thổ 49
Bảng 3.14. Ảnh hưởng của kim loại nhóm III 49
Bảng 3.15. Ảnh hưởng của nhóm kim loại nặng 50
Bảng 3.16. Ảnh hưởng của nhóm kim loại màu 50
Bảng 3.17. Ảnh hưởng của tổng cation 51
Bảng 3.18. Ảnh hưởng của nhóm anion 52
Bảng 3.19. Ảnh hưởng của tổng cation và anion đến phép đo phổ hấp thụ của Cd và Pb 53
Bảng 3.20. Khảo sát khoảng tuyến tính của Cd 54
Bảng 3.21. Kết quả khảo sát tuyến tính của Pb 55
Bảng 3.22. Xác định đường chuẩn của Cd 59

Bảng 3.23. Xác định đường chuẩn của Pb.....60
Bảng 3.24. Kết quả sai số và độ lặp lại của phép đo Cd.....61
Bảng 3.25. Kết quả sai số và độ lặp lại của phép đo Pb.....62
Bảng 3.26. Tổng kết các điều kiện đo phổ GF - AAS của Cd và Pb.....64
Bảng 3.27. Địa điểm lấy mẫu thời gian lấy mẫu và kí hiệu mẫu.....65
Bảng 3.28. Hàm lượng kim loại Cd, Pb tính theo mg/kg.....66
Bảng 3.29. Kết quả phân tích đối với các mẫu lặp.....68
Bảng 3.30. Mẫu thêm chuẩn.....69
Bảng 3.31. Kết quả phân tích mẫu thêm chuẩn Cd.....69
Bảng 3.32. Kết quả phân tích mẫu thêm chuẩn Pb.....70
Bảng 3.33. Kết quả xác định Cd bằng hai phương pháp GF – AAS và ICP - MS .. 71
Bảng 3.34. Kết quả xác định Pb bằng hai phương pháp GF – AAS và ICP – MS.... 72