

SỬ DỤNG VỎ TRÁU BIẾN TÍNH LÀM GIÀU VÀ XÁC ĐỊNH CHÌ TRONG MẪU THỰC PHẨM Ở KHU VỰC LÂM THAO – PHÚ THỌ

Đến tòa soạn 25 - 5- 2015

Nguyễn Minh Quý, Đặng Ngọc Định

Khoa Kỹ thuật phân tích - Trường Đại Học Công Nghiệp Việt Trì

SUMMARY

USING MODIFIED RICE HUSK FOR THE PRE-CONCENTRATION AND DETERMINATION OF LEAD IN FOOD SAMPLE IN LAM THAO - PHU THO

The risk of lead poisoning in food is increasing. So the determination of lead content in food should be considered to protect health and the environment. The adsorption of lead ion by material prepared from rice husk was surveyed in former study. In this paper we present the results of determination of lead in food after using adsorber. Evaluation results for synthetic and real samples containing Pb indicate that it is possible to use this material to separate and remove lead in food samples.

1. MỞ ĐẦU

Trong nghiên cứu trước [1], chúng tôi đã biến tính vật liệu, sau đó khảo sát khả năng hấp phụ một vài kim loại nặng trên vỏ trấu biến tính và áp dụng thử nghiệm xử lý và phân tích một số mẫu.

Trong bài báo này, chúng tôi trình bày kết quả nghiên cứu ứng dụng vỏ trấu biến tính để làm giàu và xác định hàm lượng chì trong mẫu thực phẩm ở khu vực Lâm Thao – Phú Thọ.

2. THỰC NGHIỆM

2.1 Thiết bị

- Hệ thống máy phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật ngọn lửa (F-AAS) AA-6800 Simadzu, Nhật Bản được trang bị đèn nguyên tử hóa không khí-axetylen

- Cân phân tích Scientech SA 210 độ chính xác $\pm 0,001g$.

- Máy rung siêu âm, máy lắc...

2.2 Hóa chất

- Dung dịch Pb^{2+} 1000 ppm được chuẩn bị từ muối $Pb(NO_3)_2$ (Merck). Dung dịch Pb^{2+} có nồng độ nhỏ hơn được pha từ dung dịch chuẩn gốc.

- Acetic anhydrit và diethylene đều là hóa chất chuẩn (Merck).

- H_2SO_4 98%, NaOH, n-hexan; etanol, axit axetic, acetone, cồn, pyridin, acetic anhydrit và diethylene (Merck)

- EDTA: Ethylene diamine tetra acetic (Merck)

- EDTAD: Ethylenediamine tetraacetic dianhydride được điều chế từ EDTA.

2.3 Quá trình hấp phụ

- *Cột hấp phụ*: Dùng buret thủy tinh có đường kính 0,5cm, chiều dài 15cm. Nhồi vào cột 1.00gam vật liệu vỏ trấu đã được biến tính [1], làm sạch và ngâm bằng nước cất 2 lần, sau đó dùng làm cột hấp phụ.

- *Các điều kiện khảo sát động*

Hấp phụ tốt nhất ở pH = 5

Tốc độ nạp mẫu : 1ml/phút

Dung lượng hấp phụ cực đại 28mg/gam VL

Rửa giải bằng 25 ml HNO₃ 0,2 M với tốc độ 0,5 ml/phút

- *Tiến hành hấp phụ động*: Dung dịch mẫu đã qua xử lý, cho chảy qua cột hấp phụ đã chuẩn bị ở trên, sau đó rửa giải và xác định Pb bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử để xác định hàm lượng và tính hiệu suất thu hồi.

+ Công thức tính hiệu suất: $H = \frac{(C_0 - C_{cb})}{C_0} \cdot 100(1)$

Trong đó: H : Hiệu suất hấp phụ

Co: Nồng độ dung dịch ban đầu

C_{cb} : Nồng độ dung dịch khi đạt cân bằng

+ Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng tính từ đường chuẩn

Giới hạn phát hiện (LOD) $LOD = \frac{3 \cdot S_y}{B}$

Giới hạn định lượng (LOQ) $LOQ = \frac{10 \cdot S_y}{B}$

Trong đó: S_y: Sai số của giá trị y trong phương trình hồi quy của đường chuẩn

B: Hệ số hồi quy tuyến tính theo phương trình đường chuẩn

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Các điều kiện xác định chì trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

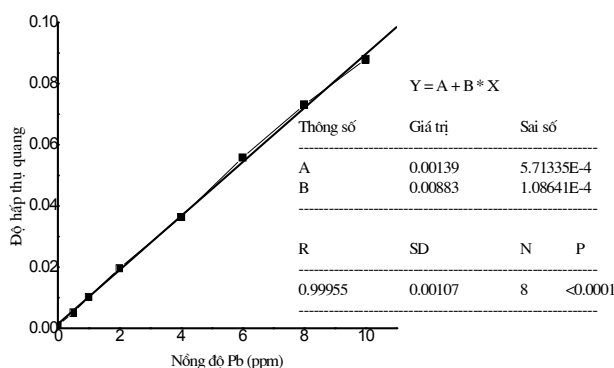
- *Các thông số và điều kiện ghi phổ*

Bảng 1. Các thông số và điều kiện ghi phổ xác định Pb

Điều kiện đo	
Bước sóng λ (nm)	217,0
Cường độ I (mA)	13
Khe đo (nm)	0,5
Burner (mm)	6
Tốc độ khí (l/phút)	1,8
Nền axit	HNO ₃ 2%
Chất cải biến	NH ₄ Ac 1%

- *Đường chuẩn của phép đo F-AAS xác định Pb*

Sau khi tìm được các điều kiện tối ưu, tiến hành xác định khoảng tuyến tính và xây dựng đường chuẩn xác định Pb



Hình 1. Đường chuẩn xác định Pb

* Giới hạn phát hiện (LOD)

Giới hạn phát hiện Pb bằng phép đo F-AAS theo đường chuẩn là:

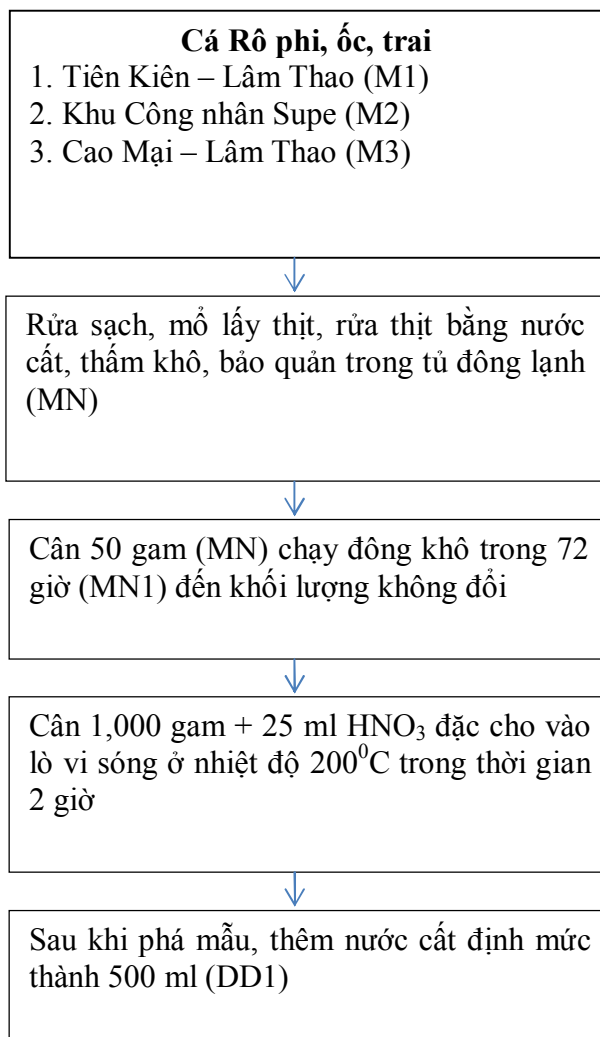
$$LOD = \frac{3 \cdot S_y}{B} = \frac{3 \cdot 0,0011}{0,0088} = 0,38 \text{ (ppm)}$$

* Giới hạn định lượng (LOQ)

Giới hạn định lượng Pb bằng phép đo F-AAS theo đường chuẩn là:

$$LOQ = \frac{10 \cdot S_y}{B} = \frac{10 \cdot 0,0011}{0,0088} = 1,25 \text{ (ppm)}$$

3.2. Quy trình xử lý mẫu



3.3. Kết quả xử lý và phân tích mẫu

Các DD1 (mục 3.2) một phần nhỏ được đem đi phân tích hàm lượng chì trực tiếp bằng phương pháp F-AAS, còn lại cho chạy qua các cột hấp phụ chứa 1,00gam VL2 để làm giàu chì, điều chỉnh pH phù hợp (làm 3

thí nghiệm tương ứng N1, N2 và N3), N1 không thêm chất chuẩn, N2 thêm 0,05 ppm còn N3 thêm 0,1 ppm hàm lượng chì chuẩn, rửa giải bằng 20 ml HNO₃ và xác định bằng F-AAS. Kết quả cho ở bảng 2 và 3 sau:

Bảng 2 : Kết quả phân tích mẫu ốc

Mẫu Khu vực	Thí nghiệm		Ốc vụn				Ốc nhồi			
			Xác định bằng F-AAS (ppm)	Giá trị trung bình (ppm)	Thu hồi lượng thêm (%)	Lượng Chì trong ốc vụn (µg/g)	Xác định bằng F-AAS (ppm)	Giá trị trung bình (ppm)	Thu hồi lượng thêm (%)	Lượng Chì trong ốc nhồi (µg/g)
	Trực tiếp		-	-	-	-	Trực tiếp	-	-	-
M1	N1	1	0,005	0,005	-	2,5	0,009	0,009	-	4,5
		2	0,006				0,008			
		3	0,004				0,010			
	N2	1	0,054	0,054	98	-	0,062	0,057	96	-
		2	0,053				0,050			
		3	0,056				0,059			
	N3	1	0,103	0,104	99	-	0,110	0, 4	105	-
		2	0,104				0,108			
		3	0,105				0,124			
M2	Trực tiếp		-	-	-	-		-	-	-
	N1	1	0,019	0,019	-	9,5	0,011	0,013	-	6,5
		2	0,021				0,016			
		3	0,018				0,012			
	N2	1	0,070	0,069	101	-	0,055	0,062	98	-
		2	0,071				0,064			
		3	0,067				0,057			
	N3	1	0,118	0,120	102	-	0,090	0,110	97	-
		2	0,121				0,120			
		3	0,123				0,120			
M3	Trực tiếp									
	N1	1	0,043	0,044	-	22	0,060	0,052	-	26
		2	0,046				0,050			
		3	0,042				0,046			

Mẫu Khu vực	Thí nghiệm		Ốc vặn				Ốc nhồi			
			Xác định bằng F-AAS (ppm)	Giá trị trung bình (ppm)	Thu hồi lượng thêm (%)	Lượng Chi trong ốc vặn (µg/g)	Xác định bằng F-AAS (ppm)	Giá trị trung bình (ppm)	Thu hồi lượng thêm (%)	Lượng Chi trong ốc nhồi (µg/g)
	N2	1	0,091	0,092	97	-	0,102	0,103	102	-
		2	0,092				0,101			
		3	0,094				0,106			
	N3	1	0,151	0,147	102	-	0,170	0,150	98	-
		2	0,148				0,130			
		3	0,142				0,150			

Bảng 3 : Kết quả phân tích mẫu trai trai và cá rô phi

Mẫu Khu vực	Thí nghiệm		Trai trai				Cá rô phi			
			Xác định bằng F-AAS (ppm)	Giá trị trung bình (ppm)	Thu hồi lượng thêm (%)	Lượng Chi trong trai (µg/g)	Xác định bằng F-AAS (ppm)	Giá trị trung bình (ppm)	Thu hồi lượng thêm (%)	Lượng Chi Trong cá (µg/g)
	Trực tiếp		-	-	-	-	-	-	-	-
M1	TN1	1	0,02	0,017	-	8,5	0,021	0,018	-	9,0
		2	0,015				0,019			
		3	0,016				0,014			
	N2	1	0,070	0,068	102	-	0,073	0,070	104	-
		2	0,065				0,068			
		3	0,069				0,069			
	N3	1	0,120	0,115	98	-	0,115	0,119	101	-
		2	0,112				0,122			
		3	0,113				0,120			
M2	Trực tiếp		-	-	-	-	-	-	-	-
	N1	1	0,025	0,020	-	10,0	0,032	0,028	-	14,0
		2	0,018				0,029			
		3	0,017				0,023			
	N2	1	0,072	0,068	96	-	0,078	0,078	96	-
		2	0,067				0,079			
		3	0,065				0,077			

Khu vực	Mẫu		Trai trai				Cá rô phi			
			Xác định bằng F-AAS (ppm)	Giá trị trung bình (ppm)	Thu hồi lượng thêm (%)	Lượng Chi trong trai (µg/g)	Xác định bằng F-AAS (ppm)	Giá trị trung bình (ppm)	Thu hồi lượng thêm (%)	Lượng Chi Trong cá (µg/g)
	N3	1	0,115	0,121	101	-	0,134	0,130	102	-
		2	0,123				0,129			
		3	0,125				0,127			
M3	Trực tiếp		-	-	-	-	-	-	-	-
	N1	1	0,061	0,056	-	28	0,049	0,048	-	24,0
		2	0,057				0,051			
		3	0,050				0,044			
	N2	1	0,109	0,105	98	-	0,095	0,097	98	-
		2	0,102				0,094			
		3	0,104				0,102			
	N3	1	0,162	0,158	102	-	0,170	0,15	102	-
		2	0,159				0,135			
		3	0,153				0,145			

Kết quả phân tích mẫu cá, ốc vặn, ốc nhồi, trai trai chứa chì cho thấy khả năng làm giàu các kim loại có hàm lượng nhỏ dưới giới hạn phát hiện của phương pháp F-AAS bằng vỏ trấu biến tính là rất tốt, hiệu suất thu hồi lượng chất chuẩn thêm vào đạt trên 95%, so sánh với kết quả phân tích đối chứng bằng ICP-MS không chênh lệch nhiều.

4. KẾT LUẬN

Từ kết quả phân tích các mẫu ứng dụng khả năng hấp phụ động Pb (II) lên vỏ trấu biến tính bằng EDTA, với các điều kiện hấp phụ và điều kiện phân tích đã được nghiên cứu, chúng tôi thấy rằng có thể kết luận về triển vọng ứng dụng vật liệu vỏ trấu biến tính trong việc làm giàu, tách loại kim loại khỏi các đối tượng mẫu.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Nguyễn Xuân Trung và cộng sự (2013) “Nghiên cứu khả năng hấp phụ một số kim loại nặng của vỏ trấu biến tính bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử”. Tạp chí Hóa học, T.51, số 2C, 763-770.
2. Nguyễn Văn Nội, (2005) *Nghiên cứu chế tạo vật liệu hấp phụ từ vỏ trấu và ứng dụng để tách loại chì từ dung dịch nước*, Tạp chí phân tích Hóa Lý và sinh học, tập 10.
3. E.Clave.J. Francois.L. Billon., B. De Jeso., M.F.Guimon, (2004) *CrudandModifiedCorncobsascomplexingAgentsforwater decontamination*, JournalofAppliedPolymerScience,91,820-826.

(xem tiếp tr. 276)