

NGHIÊN CỨU XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐỒNG, CHÌ TRONG MÔI TRƯỜNG ĐẤT VÀ NƯỚC Ở LÀNG NGHỀ ĐÚC ĐỒNG PHƯỜNG ĐÚC THÀNH PHỐ HUẾ BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

NGÔ VĂN TỬ - LÊ THỊ THANH NGÂN
Trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế
ĐT: 0983 826 803

Tóm tắt: Trong bài báo này chúng tôi thông báo kết quả phân tích xác định hàm lượng đồng, chì trong môi trường đất và nước ở làng nghề đúc đồng Phường Đúc thành phố Huế bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử. Kết quả phân tích đồng, chì trong một số mẫu đất và nước ở làng nghề đúc đồng Phường Đúc, thành phố Huế cho thấy hàm lượng các kim loại nằm trong giới hạn cho phép của Bộ Tài nguyên và Môi trường.

Từ khóa: đất, nước, quang phổ hấp thụ nguyên tử

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Hiện nay, tỉnh Thừa Thiên Huế có 27 nghề và nhóm nghề, với 110 làng nghề trong đó có làng nghề đúc đồng Phường Đúc có nhiều loại hình sản phẩm phong phú, đa dạng, với hình thức sản xuất linh hoạt đã tạo ra một lượng lớn hàng hóa, giải quyết công ăn việc làm và mang lại thu nhập cho người dân, góp phần phát triển kinh tế xã hội của làng nghề đúc đồng Phường Đúc nói riêng và của tỉnh Thừa Thiên Huế nói chung. Làng nghề đúc đồng Phường Đúc cũng có những đặc trưng chung đối với các làng nghề khác như sự phát triển của làng nghề còn mang tính tự phát, không có quy hoạch, trình độ công nghệ còn thấp, lao động giản đơn, chưa được đào tạo đầy đủ cơ bản, chủ yếu dựa vào kinh nghiệm. Ý thức bảo vệ môi trường của dân làng nghề chưa cao, sản xuất chạy theo lợi nhuận và kinh tế, bất chấp độc hại, nguy hiểm gây ô nhiễm môi trường, thiếu các chính sách đồng bộ từ các cơ quan quản lý Trung ương tới địa phương về hỗ trợ sản xuất và quản lý môi trường tại làng nghề. [5]

Tất cả các mặt hạn chế nêu trên đã tác động không chỉ tới sự phát triển chung của làng nghề mà còn ảnh hưởng nghiêm trọng tới chất lượng môi trường và sức khỏe cộng đồng. Mặt khác, do sản xuất quy mô nhỏ nằm rải rác trên khắp địa bàn đã tạo nên những nguồn thải nhỏ, khó tập trung và hầu như chưa được xử lý nên đã tác động tới môi trường đất và nước toàn vùng. Vì vậy, để góp thêm tư liệu phân tích đánh giá hiện trạng môi trường đất và nước ở các làng nghề tại tỉnh Thừa Thiên Huế, chúng tôi tiến hành đề tài: ***“Nghiên cứu xác định hàm lượng kim loại Đồng, Chì trong môi trường đất và nước ở làng nghề đúc đồng Phường Đúc thành phố Huế bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử”***.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Hóa chất, thiết bị và dụng cụ

- Dung dịch chuẩn của các kim loại (Cu^{II} , Pb^{II}) được pha hàng ngày từ dung dịch chuẩn tương ứng có nồng độ 1000 mg/L dùng cho AAS của hãng Merck. Axit HNO_3 65%, axit H_2SO_4 96%, HClO_4 70% đều thuộc loại PA của hãng Merck.
- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử hiệu AA-7000 của hãng Shimadzu (Nhật Bản) cùng với hệ ghép nối thiết bị tự động bơm mẫu (ASC-6100) vào lò GFA-EX7.
- Các dụng cụ thủy tinh như bình Kendan, ống nghiệm, bình định mức, pipet vạch, pipet bầu các loại, micropipet các loại, ống đong được sử dụng khi nghiên cứu.

2.2. Chuẩn bị mẫu và xử lý mẫu

a. Mẫu nước [3]

Bình lấy mẫu là chai nhựa polyetylen sạch có dung tích 0,5 lít được tráng lại vài lần bằng chính mẫu đó trước khi lấy. Nước được lấy ở vùng tâm giếng, ở gần đáy.

Các mẫu nước sau khi lấy đầy vào chai, tiến hành thêm 1mL axit HNO_3 65% (Merck, Đức) vào 0,5 lít mỗi mẫu, đậy kín nắp, bảo quản nơi thoáng mát và ở nhiệt độ thường.

Các mẫu nước có hàm lượng Cu và Pb thấp nên tiến hành làm giàu mẫu bằng cách cô đặc bay hơi (cô làm giàu 10 lần). Phương pháp này dễ thực hiện, phù hợp với điều kiện phòng thí nghiệm.

Lấy chính xác 200 mL mẫu cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, cô cạn trên bếp điện (từ 300 – 1000W) đến khi còn khoảng 10 mL, để nguội. Sau đó tiến hành lọc mẫu vào bình định mức 20 mL, pha thêm nước cất hai lần đến vạch 20 mL (các dụng cụ phải được tráng qua mẫu trước khi tiến hành thực nghiệm).

b. Mẫu đất [5]

Đất được lấy bằng thùng nhựa ở độ sâu 30 cm. Mẫu được lấy khoảng 500 g cho vào túi nilong

Các mẫu đất được nhặt sạch rễ, lá, đất đá... rồi nghiền trong cối sứ, sau đó đem phơi nơi không có nắng, thoáng gió trong 72 giờ và trộn đều lại với nhau. Mẫu sau khi khô được nghiền và rây lại vài lần để đạt đến $< 0,16$ mm.

Sau khi đất nghiền đến $< 0,16$ mm, đất được đem trộn đều và chia nhỏ bằng tay, để lấy mẫu đại diện dùng làm thí nghiệm

2.3. Kỹ thuật đo cường độ vạch phổ

Các thông số kỹ thuật của lò graphit được trình bày ở bảng 1 và đo cường độ vạch phổ của Cu, Pb được trình bày ở bảng 2. [3], [5], [6]

Bảng 1. Các thông số của lò graphit

Giai đoạn	Nhiệt độ (t °C)	Thời gian (giây)
Sấy khô	150 - 250	30
Tro hóa	800	10
Nguyên tử hóa	2300 - 2400	2
Làm sạch cuvet	2500	2

Bảng 2. Các thông số kỹ thuật đo cường độ vạch phổ của hai nguyên tố Cu, Pb

Nguyên tố	Cu	Pb
Dòng HCL (mA)	6	10
Bước sóng (nm)	324,8	283,3
Độ rộng khe đo (nm)	0,5	1,0
Kiểu đo	BGC – D2	BGC – D2

Loại Cuvet Graphit: High – density graphite tube\

Thể tích mẫu phân tích bơm vào cuvet để đo: 20 µL

Dung dịch hiệu chỉnh nền NH₄H₂PO₄ (2%) 10 µL / lần bơm

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Xây dựng đường chuẩn xác định Cu và Pb

a. Xây dựng đường chuẩn của Cu

Đường chuẩn được xây dựng với nồng độ Cu từ 5,0 ÷ 100,0 ppb; đường tuyến tính trong vùng nồng độ khảo sát. Kết quả được trình bày ở hình 1a. Sau khi xử lý thống kê, phương trình đường chuẩn có dạng:

$$A = 0,00642. C + 0,0815$$

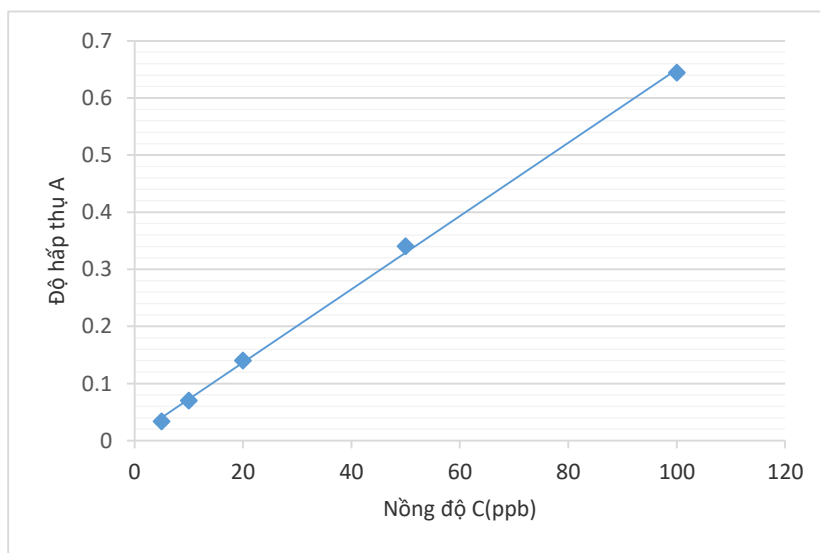
với hệ số tương quan R = 0,9996

b. Xây dựng đường chuẩn của Pb

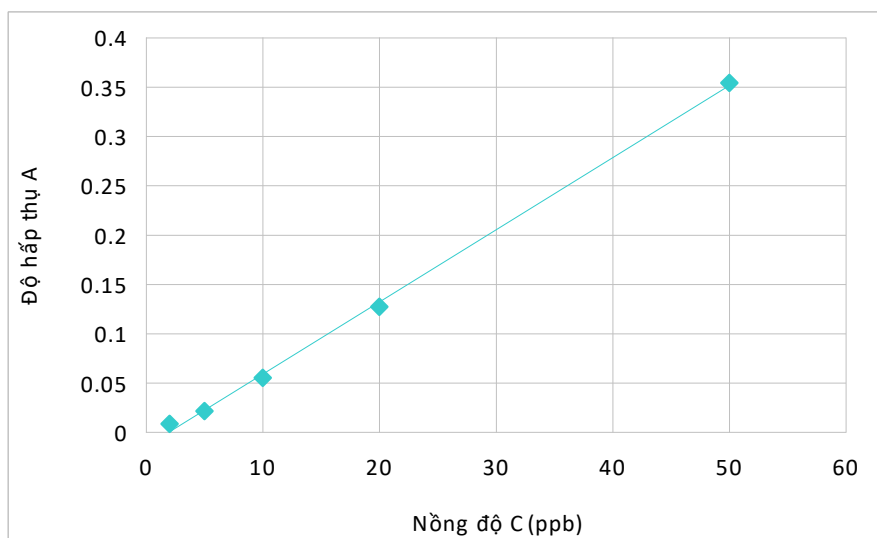
Đường chuẩn được xây dựng với nồng độ Pb từ 2,0 ÷ 50,0 ppb, đường tuyến tính trong vùng nồng độ khảo sát. Kết quả được trình bày ở hình 1b. Sau khi xử lý thống kê, phương trình đường chuẩn có dạng:

$$A = 0,00731. C - 0,014$$

với hệ số tương quan R = 0,9993



(a)



(b)

Hình 1a. Đường chuẩn xác định Cu
1b. Đường chuẩn xác định Pb

3.2. Đánh giá phương pháp định lượng[8]

Phương pháp định lượng được đánh giá qua giới hạn phát hiện LOD và giới hạn định lượng LOQ. Để tính toán hai giá trị này, chúng tôi sử dụng công thức:

$$\text{LOD} = 3S_y/b \text{ và } \text{LOQ} = 10S_y/b$$

Kết quả nhận được:

$$\text{LOD}_{\text{Cu}} = 4,0503 \text{ ppb}$$

$$\text{LOQ}_{\text{Cu}} = 13,501 \text{ ppb}$$

$$LOD_{Pb} = 2,5379 \text{ ppb}$$

$$LOQ_{Pb} = 8,4596 \text{ ppb}$$

3.3. Độ lặp lại và độ đúng của phương pháp [8]

Để đánh giá độ lặp lại và độ đúng, chúng tôi chọn mẫu N2, N5 để nghiên cứu.

Lấy mẫu N2, N5 thêm chuẩn vào mẫu với mức nồng độ của Cu và Pb 20 ppb, mỗi mức đo 3 lần. Từ kết quả đo được, sau khi xử lý thống kê độ lặp lại và độ đúng của phương pháp trên trình bày ở Bảng 3.

Bảng 3. Kết quả độ lặp lại và độ thu hồi của Cu và Pb

Nguyên tố	Độ lặp lại (RSD%)	Độ thu hồi (%)
Cu	0,0518 ÷ 0,9410	92,29 ÷ 99,34
Pb	0,1919 ÷ 1,2059	96,12 ÷ 97,28

Trong nội bộ phòng thí nghiệm, RSD chấp nhận được là những RSD nhỏ hơn một nửa RSD_H . Kết quả tính RSD theo phương trình hàm Horwitz đối với mẫu N2, N5 được đưa ra ở Bảng 4.

Bảng 4. Kết quả tính RSD theo phương trình hàm Horwitz

Nguyên tố	Nồng độ trung bình	1/2RSD _H
Cu	1,852	20,623
Pb	0,634	24,232

Nhận xét: Kết quả tính toán cho thấy, phương pháp có độ lặp lại cao $RSD\% = 0,0518 \div 0,9410$ đối với Cu và $0,1919 \div 1,2059$ đối với Pb, nhỏ hơn một nửa RSD_H , nên phương pháp cho độ đúng tốt. Độ thu hồi của Cu (92,29% ÷ 99,34%), độ thu hồi của Pb (96,12% ÷ 97,28%), đáp ứng yêu cầu phân tích lượng vết và siêu vết.

3.4. Kết quả xác định hàm lượng Cu, Pb trong các mẫu đất và nước

Từ những kết quả nghiên cứu ở trên, chúng tôi đã áp dụng để xác định hàm lượng Cu, Pb trong mẫu đất và nước. Thông tin về 15 mẫu đất và 15 mẫu nước được nêu ở Bảng 5, kết quả xác định hàm lượng Cu, Pb được dẫn ở Bảng 6 và giới hạn cho phép của Cu, Pb trong các mẫu đất và nước được trình bày ở Bảng 5.

Bảng 5. Tên mẫu và địa điểm lấy mẫu

STT	Loại mẫu	Kí hiệu mẫu	Địa điểm lấy mẫu	STT	Loại mẫu	Kí hiệu mẫu	Địa điểm lấy mẫu
1	Mẫu đất	Đ1	Võ Văn Tòng	16	Nước giếng	N1	Nguyễn Thị Diệu Liên
2	Mẫu đất	Đ2	Nguyễn Hữu Trục	17	Nước giếng	N2	Hồ Trọng Thủy
3	Mẫu đất	Đ3	Nguyễn Thuận	18	Nước giếng	N3	Trần Ngọc Mẫn
4	Mẫu đất	Đ4	Nguyễn Thanh Minh	19	Nước giếng	N4	Hồ Thị Hương Giang
5	Mẫu đất	Đ5	Nguyễn Văn Tùng	20	Nước giếng	N5	Nguyễn Văn Minh
6	Mẫu đất	Đ6	Nguyễn Văn Sinh	21	Nước giếng	N6	Huỳnh Thị Lành
7	Mẫu đất	Đ7	Nguyễn Văn Sờ	22	Nước giếng	N7	Võ Văn Tòng
8	Mẫu đất	Đ8	Đỗ Thị Vũ	23	Nước giếng	N8	Nguyễn Ngọc Tân
9	Mẫu đất	Đ9	Nguyễn Đăng Tuấn	24	Nước hồ	N9	Phường Phường Đức

10	Mẫu đất	Đ10	Lê Văn Mão	25	Nước hồ	N10	Phường Phường Đúc
11	Mẫu đất	Đ11	Lê Văn Sơn	26	Nước hồ	N11	Phường Phường Đúc
12	Mẫu đất	Đ12	Nguyễn Ngọc Tân	27	Nước giếng	N12	Nguyễn Hoàng
13	Mẫu đất	Đ13	Nguyễn Thị Thắm	28	Nước suối	N13	Phường Thủy Xuân
14	Mẫu đất	Đ14	Nguyễn Thuận	29	Nước giếng	N14	Nguyễn Thăng Tú
15	Mẫu đất	Đ15	Võ Văn Hòa	30	Nước suối	N15	Phường Thủy Xuân

Bảng 6. Hàm lượng Cu, Pb trong 30 mẫu đất và nước

STT	Kí hiệu mẫu	C _{Cu} (ppb)	C _{Pb} (ppb)	STT	Kí hiệu mẫu	C _{Cu} (ppb)	C _{Pb} (ppb)
1	Đ1	83,076	14,985	16	N1	1,434	0,470
2	Đ2	66,325	30,135	17	N2	1,852	0,533
3	Đ3	92,285	18,855	18	N3	2,338	0,842
4	Đ4	54,156	25,596	19	N4	3,625	0,428
5	Đ5	75,706	44,847	20	N5	2,913	0,634
6	Đ6	32,279	43,110	21	N6	1,815	0,365
7	Đ7	37,421	33,580	22	N7	3,457	0,833
8	Đ8	51,149	19,839	23	N8	1,643	0,976
9	Đ9	38,371	32,309	24	N9	3,588	0,904
10	Đ10	22,633	20,003	25	N10	3,304	0,775
11	Đ11	84,089	45,735	26	N11	0,803	0,529
12	Đ12	77,108	17,528	27	N12	0,500	0,513
13	Đ13	96,150	39,692	28	N13	2,001	0,922
14	Đ14	70,642	30,135	29	N14	1,503	0,509
15	Đ15	66,138	21,781	30	N15	0,855	0,417

Theo TCVN 7209: 2002. Chất lượng đất và TCVN 6193 – 1996 Chất lượng nước thì hàm lượng Cu và Pb trong các mẫu đất và nước đều nằm ở mức cho phép[1,2]

4. KẾT LUẬN

Từ các kết quả nghiên cứu trên cho thấy:

- Đã khảo sát được khoảng tuyến tính, xây dựng đường chuẩn, khảo sát giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng, đối với các phép đo Cu, Pb trong các mẫu đất và nước. Kết quả cho thấy, phương pháp GF-AAS dùng để xác định hàm lượng Cu, Pb trong các mẫu đất và nước đạt giới hạn phát hiện thấp (4,0503 ppb đối với Cu và 2,5379 ppb đối với Pb). Với giới hạn phát hiện này, có thể xác định lượng vết Cu và Pb trong các mẫu đất và nước.

Phương pháp này cũng cho độ lặp lại và độ đúng tốt, độ lặp lại RSD = 0,0518 ÷ 0,9410% đối với Cu và 0,1919 ÷ 1,2059% đối với Pb; độ thu hồi Rev = 92,29 ÷ 99,34% đối với Cu; Rev = 96,12 ÷ 97,28% đối với Pb. Độ lặp lại này hoàn toàn chấp nhận được khi so sánh RSD theo yêu cầu (RSD tính theo hàm Horwitz).

- Áp dụng quy trình phân tích Cu, Pb trong 30 mẫu đất và nước ở làng nghề đúc đồng Phường Đúc ở TP Huế. Qua nghiên cứu, hàm lượng trung bình của Cu, Pb ở dưới ngưỡng khuyến cáo của Bộ Tài nguyên và Môi trường.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Bộ Tài nguyên và Môi trường, TCVN 7209: 2002. *Chất lượng đất - Giới hạn tối đa cho phép của kim loại nặng trong đất.*
- [2] Bộ Tài nguyên và Môi trường, TCVN 6193 - 1996. *Chất lượng nước – Xác định coban, niken, đồng, kẽm, cadimi và chì. Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.*
- [3] Hoàng Thị Hoài Phương (2014). *Xác định hàm lượng Ni(II), Cu(II), Cd(II), Pb(II) trong các nguồn nước sinh hoạt ở huyện Triệu Phong - tỉnh Quảng Trị bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử*, Luận văn Thạc sỹ Hóa học, Trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế.
- [4] Trịnh Thị Thanh (2003). *Độc học môi trường và sức khỏe con người*, Đại học Quốc gia Hà Nội.
- [5] Nguyễn Anh Thư (2013). *Phân tích và đánh giá hàm lượng chì trong đất và rau xanh tại phường Đức - Thành phố Huế bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử*, Luận văn thạc sỹ Hóa học, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.
- [6] Ngô Văn Tứ, Bùi Thị Nhung, Nguyễn Duy Lưu (2012). *Xác định thiếc và chì trong thịt và thủy sản đông hộp bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử AAS. Tạp chí Khoa học và Giáo dục*, Đại học Sư phạm, Đại học Huế, số 4, trang 42.
- [7] McNeill, A. and Olley, S., *The Effects of Motorway Runoff on Watercourses in Sorth – West Scotland. Water and Environmental Management*, Volume 12, No 6, December 1998.
- [8] Miller, J.C. and Miller, J.N. (1998). *Statistics for Analytical Chemistry*, Ellis Horwood Limited. New York, Brisbane, Toronto.

Title: DETERMINATION OF COPPER AND LEAD CONTENTS IN SOIL AND WATER ENVIRONMENT BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY (AAS)

Abstract: In this paper, we report of analysis results of Copper (Cu) and Lead (Pb) contents in soil and water environment by atomic absorption spectrometry. The results showed that the contents of Cu, Pb in soil and water environment were within the limits allowed by Vietnam Natural resources and Environment Ministry.

Keywords: soil, water, atomic absorption spectrometry