

**NGHIÊN CỨU SỬ DỤNG VẬT LIỆU VỎ TRÁU BIẾN TÍNH LÀM VẬT LIỆU
CHIẾT PHA RẮN KẾT HỢP VỚI PHƯƠNG PHÁP F-AAS
ĐỂ XÁC ĐỊNH LƯỢNG VẾT CRÔM**

Đến tòa soạn 25 – 6 – 2015

Đặng Ngọc Định, Trương Thị Hương, Phạm Thị Ngọc Mai, Nguyễn Xuân Trung
Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQG Hà Nội

SUMMARY

**STUDY ON THE USE OF MODIFIED RICE HUSK AS SPE MATERIAL IN
COMBINATION WITH F-AAS METHOD TO DETERMINE TRACES OF CHROMIUM**

In this article we have studied on the modification of rice husk with Diphenyl carbazite (DPC) as solid phase extraction material in combination with F-AAS method to determine traces of Cr. SEM and FTIR results reveal that modified rice husk has small particle size, porous surface, which is attached with DPC molecules. Modified material has high adsorption capacity for both Cr(VI) and Cr(III), and specially high for Cr(VI). Optimum conditions for SPE procedure using this material for Cr enrichment such as pH, sample loading rate, elution solution, elution rate, have been investigated. The combination of this SPE procedure with F-AAS method gives enrichment factor of 20. Analysis of total Cr in the CRM waste water gives high accuracy and precision that satisfy trace analysis requirement. SPE- FAAS method has been applied in determination of total Cr in several industrial waste water samples taken at Hung Yen industrial park.

1. MỞ ĐẦU

Để xác định hàm lượng rất nhỏ các kim loại nặng trong các đối tượng môi trường bằng các thiết bị có sẵn trong phòng thí nghiệm cần một phương pháp tách các kim loại này ra khỏi nền mẫu phức tạp đồng thời làm giàu chúng lên nhiều lần trước khi phân tích. Chiết pha rắn (SPE) là một trong những công cụ cho phép giải quyết được vấn đề này. Yếu tố quan trọng nhất trong

chiết pha rắn là vật liệu pha tĩnh được nhồi trong cột chiết có khả năng hấp phụ các chất phân tích một cách chọn lọc. Các yêu cầu cơ bản đối với một vật liệu hấp phụ rắn bao gồm khả năng hấp phụ một lượng lớn chất phân tích một cách chọn lọc; khả năng hấp phụ và rửa giải nhanh và chọn lọc; dung lượng hấp phụ lớn và khả năng tái sử dụng [1].

Sử dụng các loại phế thải công, nông nghiệp làm vật liệu hấp phụ không những mang lại lợi ích kinh tế mà còn góp phần xử lý các loại phế thải bảo vệ môi trường. Vỏ trấu là một phụ phẩm nông nghiệp rất phổ biến và rẻ tiền ở Việt nam có chứa các nhóm chức như carboxyl, hydroxyl, carbonyl,.. trên bề mặt vỏ trấu. Ngoài ra vỏ trấu còn có diện tích bề mặt riêng tương đối lớn ($438.05\text{m}^2/\text{g}$), độ xốp 0,38, không tan trong nước, và có độ bền hóa học cao. Tuy nhiên vật liệu này ít khi được sử dụng trực tiếp vì dung lượng hấp phụ chưa cao, thường phải qua một quá trình biến đổi hóa lý với các tác nhân khác nhau để tạo khả năng hấp phụ tốt hơn [2,3].

Crom (Cr) là một trong những nguyên tố có vai trò quan trọng đối với sự sống, ở nồng độ thấp Cr là chất dinh dưỡng vi lượng cơ bản đối với con người và động vật, giúp thúc đẩy quá trình chuyển hóa glucid và lipid, nhưng ở nồng độ cao, đặc biệt dạng Cr(VI) là một trong những tác nhân có thể gây ung thư, viêm loét da, viêm kết mạc, ảnh hưởng đến đường hô hấp... Để xác định vết Cr trong các mẫu môi trường bằng các phương pháp phổ biến trong phòng thí nghiệm như UV-VIS, F-AAS cần làm giàu hàm lượng Cr lên nhiều lần trước khi phân tích, trong đó cách tốt nhất là dùng kỹ thuật chiết pha rắn SPE [4,5].

Trong bài báo này, chúng tôi đã nghiên cứu biến tính vỏ trấu với thuốc thử diphenyl cacbazit (DPC), ứng dụng làm vật liệu chiết pha rắn kết hợp với phương pháp quang phổ nguyên tử hấp thụ ngọn lửa (F-AAS) để xác định lượng vết Cr và áp dụng qui trình phân tích này xác định hàm lượng Cr trong một số mẫu nước thải công nghiệp.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Thiết bị

- Hệ thống máy quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật ngọn lửa (F-AAS) AA-6800 Shimadzu, Nhật Bản.

- Máy đo UV- VIS UV-1601) của Shimadzu Nhật Bản

- Cân phân tích độ chính xác $\pm 10^{-4}\text{g}$, model AB 204 của hãng Mettler Toledo. Thụy Sĩ

2.2. Hóa chất

- Các hoá chất dùng để phân tích đều thuộc loại tinh khiết phân tích của Merck (Đức): $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$; Dung dịch gốc $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ 1000ppm; H_2SO_4 99%; HCl 37%; HNO_3 65%; NaOH, Diphenyl cacbazit (Merck, Đức).

- Hóa chất dùng để điều chế vật liệu: n-hexane, etanol, axit axetic, aceton của Trung Quốc.

- Tất cả các dung dịch đều được pha bằng nước cất 2 lần, các dung dịch loãng được pha hàng ngày trước khi dùng.

2.3. Điều chế vật liệu

Nguyên liệu để chế tạo vật liệu hấp phụ là vỏ trấu tự nhiên được lấy ở Phú Thọ. Vỏ trấu sau khi rửa sạch, sấy khô, nghiền nhỏ, cho vào cốc thủy tinh có dung lượng 500 ml, thêm vào đó 100 ml dung dịch axit sunfuric 13M, đun nóng ở nhiệt độ 175-180 $^{\circ}\text{C}$ trong 20 phút (có khuấy). Để nguội hỗn hợp thu được, lọc bằng máy hút chân không, rửa nhiều lần bằng nước cất. Sấy khô vật liệu ở 120 $^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi, để nguội trong bình hút ẩm, dùng sàng (kích cỡ lỗ lớn hơn 16 mm và nhỏ hơn 60 mm) để thu được hạt vật liệu có kích thước nhỏ và lưu giữ trong bình kín sạch (VL1).

Cân 50g vật liệu (VL₁) vừa điều chế cho vào bình tam giác 500ml thêm vào đó dung dịch diphenylcacbazit (DPC) pha trong acetone có nồng độ 0,001 mol/l đã điều chỉnh pH về 9, lắc trên máy lắc với tốc độ 200 vòng/phút. Sau 3 giờ, lọc lấy phần chất rắn đem sấy khô ở khoảng 65⁰C. Thu và bảo quản VL trong bình kín, ta được vật liệu đã biến tính với Diphenyl cacbazit (VL₂).

2.4. Phương pháp phân tích

2.4.1 Quy trình chiết pha rắn SPE

Nhồi 0,5 g VL₂ vào cột chiết pha rắn có đường kính 0.5cm, chiều dài cột 10 cm , rửa cột bằng nước cất 2 lần đến khi hết lượng vết kim loại. Nghiên cứu tối ưu hóa các điều kiện chiết pha rắn để tìm ra điều kiện hấp phụ/rửa giải Cr tốt nhất trên cột. Các yếu tố ảnh hưởng như pH, tốc độ nạp mẫu, dung dịch rửa giải, nồng độ và thể tích dung dịch rửa giải được nghiên cứu và đánh giá thông qua hệ số thu hồi H%, được tính bằng tỉ số giữa lượng chất thu hồi trên lượng chất ban đầu. Ngoài ra, chúng tôi cũng đã tiến hành khảo sát ảnh hưởng của một số ion có thể có mặt trong thành phần mẫu và có thể ảnh hưởng đến khả năng hấp phụ của Cr (VI) và Cr (III) lên vật liệu. như Na⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Zn²⁺, Al³⁺, Fe³⁺, Cu²⁺.

Cho 50 mL dung dịch chứa Cr(VI) và Cr (III) nồng độ 5 ppm; pH tương ứng là 0,5 ÷ 7,0 chảy qua cột chiết với tốc độ thay đổi từ 0,5ml/phút đến 3,0 ml/phút. Rửa giải Cr khỏi cột bằng các dung dịch rửa giải HCl, HNO₃, H₂SO₄ với nồng độ thay đổi từ 0,5M ÷ 4M; tốc độ rửa giải 0,5 ÷ 4ml/phút. Xác định hàm lượng Cr trong dung dịch rửa giải bằng F-AAS .

2.4.2 Xác định Cr bằng phương pháp F-AAS

Để xác định hàm lượng crom tổng có trong mẫu phân tích sử dụng phương pháp hấp thụ nguyên tử - kĩ thuật ngọn lửa (F-AAS), dung dịch được đưa về nền HNO₃ 2% và đo ở điều kiện thông số chuẩn của máy đã khảo sát và tổng hợp trong Bảng 1.

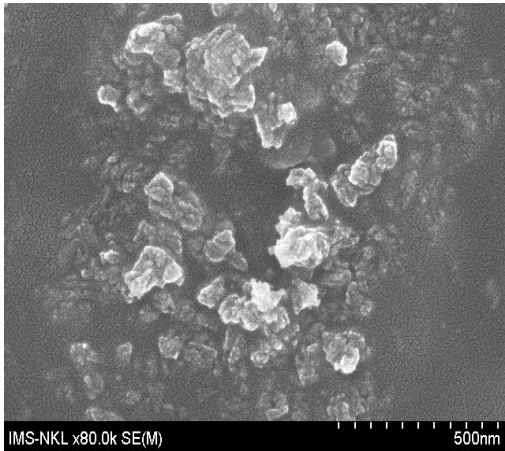
Bảng 1. Tổng hợp các điều kiện đo Cr bằng phương pháp F-AAS

Điều kiện đo	Thông số
Vạch đo (nm)	357,9 nm
Khe đo (nm)	0,2 nm
Cường độ dòng đèn HCL (mA)	14 mA
Chiều cao Burner (mm)	8,0 mm
Tốc độ dòng khí (lít /phút)	2,8 lít /phút

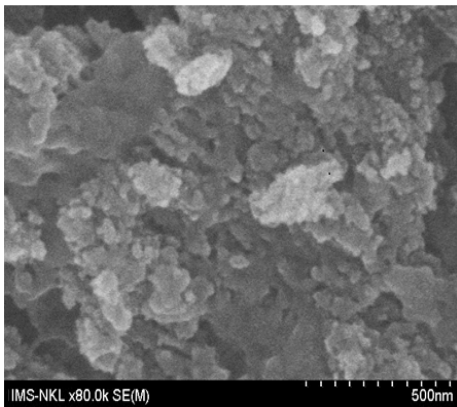
3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Hình thái cấu trúc của vật liệu

Bề mặt của vật liệu hấp phụ được quan sát bằng phương pháp hiển vi điện tử quét (SEM) và được đưa ra trong Hình 1. Từ Hình 1 ta thấy bề mặt của vật liệu không biến tính thô, các hạt có kích thước lớn, rời rạc còn bề mặt của vật liệu sau khi biến tính với DPC mịn hơn, các hạt có kích thước rất nhỏ và liên kết với nhau. Bề mặt vật liệu sau khi biến tính có độ xốp cao, với nhiều lỗ trống chứng tỏ DPC phủ lên bao bọc các mảnh than trấu và tạo ra nhiều mao quản ăn sâu vào bên trong vật liệu. Nhờ vậy đã làm tăng diện tích tiếp xúc của bề mặt vật liệu lên rất nhiều, tạo điều kiện tốt hơn cho việc hấp phụ các ion kim loại.



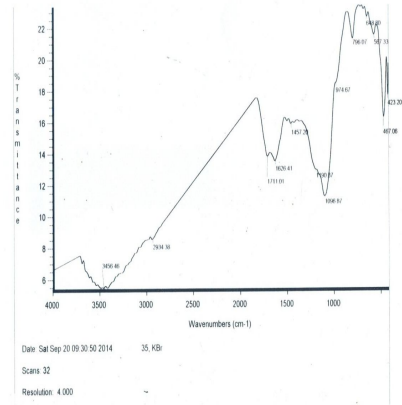
(a) Bề mặt VL trước khi biến tính.



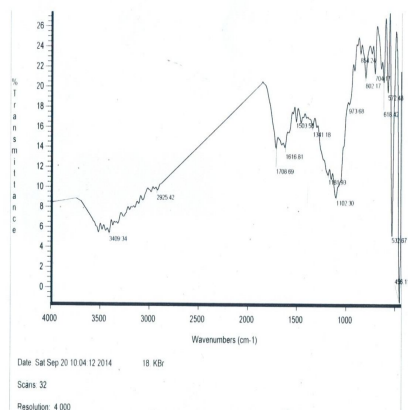
(b). Bề mặt VL sau khi biến tính với DPC.

Hình 1: Ảnh SEM của bề mặt vật liệu trước và sau khi biến tính với DPC

Phổ hồng ngoại của VL không biến tính và VL biến tính được ghi trong Hình 2. So sánh kết quả thu được giữa hai vật liệu không biến tính và VL biến tính thấy trên phổ hồng ngoại của vật liệu biến tính xuất hiện các pic ở bước sóng $1708,69\text{ cm}^{-1}$; $704,17\text{ cm}^{-1}$; $854,24\text{ cm}^{-1}$; $1503,56\text{ cm}^{-1}$ tương ứng với các nhóm cacbonyl, nhóm -CO-NH , các nhóm C_6H_5 , nhóm NH- trong cấu trúc phân tử DPC, chứng tỏ phân tử DPC đã gắn được vào mạng lưới vỏ trấu.



(a)



(b)

Hình 2: Phổ hồng ngoại của vật liệu trước và sau khi biến tính với DPC

3.2. Xác định dung lượng hấp phụ cực đại của vật liệu đối với Cr(VI) và Cr(III)

Để xác định dung lượng hấp phụ cực đại của VL với Cr(VI) và Cr(III) chúng tôi tiến hành khảo sát ảnh hưởng nồng độ đầu của các ion Cr từ 5-200 ppm, tại $\text{pH} = 7$. Kết quả cho thấy sự hấp phụ tuân theo phương trình Langmuir. Trong Bảng 2 là các phương trình Langmuir và dung lượng hấp phụ cực đại (q_{max}) của các VL tương ứng với Cr(VI) và Cr(III).

Bảng 2. Phương trình đường đẳng nhiệt Langmuir và dung lượng

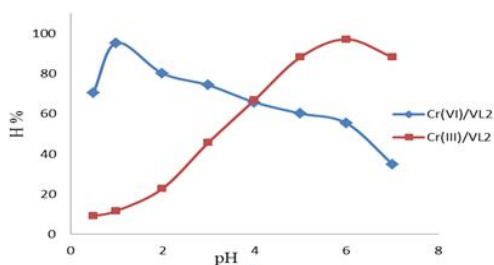
Phương trình đường Langmuir		q_{\max} (mg/g)
$Cr(VI/VL_1)$	$y = (4,51799 \pm 0,31995) + (0,1736 \pm 0,00389) \times x$	5,76
$Cr(VI/VL_2)$	$y = (4,20041 \pm 0,44438) + (0,12245 \pm 0,00567) \times x$	17,03
$Cr(III/VL_2)$	$y = (1,2722 \pm 0,00534) + (0,1624 \pm 0,2878)X$	6,16
$Cr(III/VL_2)$	$y = (1,12353 \pm 0,29623) + (0,05871 \pm 0,00557) \times x$	8,16

Qua thực nghiệm chúng tôi thấy khả năng hấp phụ của VL₂ tốt hơn nhiều so với VL₁, nguyên nhân là do bề mặt VL₂ có độ xốp cao, làm tăng diện tích tiếp xúc giữa VL₂ với các ion kim loại và làm tăng sự hấp phụ vật lý, kèm theo sự hấp phụ hóa học chọn lọc giữa Cr(VI) với DPC gắn trên bề mặt vật liệu. Do vậy trong các nghiên cứu tiếp theo chúng tôi đã quyết định chọn VL₂ để làm vật liệu chiết pha rắn để tách và làm giàu Cr.

3.3. Tối ưu hóa điều kiện chiết pha rắn sử dụng vật liệu vỏ trấu biến tính

3.3.1. Khảo sát ảnh hưởng của pH tới hiệu suất hấp phụ Cr

Kết quả khảo sát ảnh hưởng của pH tới hiệu suất hấp phụ của 2 dạng Cr (VI) và Cr(III) trên cột chiết pha rắn sử dụng vật liệu VL₂ được biểu diễn trên Hình 3. Có thể thấy, khi pH của dung dịch tăng, hiệu suất hấp phụ Cr(VI) giảm còn hiệu suất hấp phụ Cr(III) lại tăng. Hiệu suất hấp phụ Cr(VI) đạt cực đại ở pH = 1 còn hiệu suất hấp phụ của Cr(III) đạt cực đại ở khoảng pH = 6-7.



Hình 3: Ảnh hưởng của pH đến hiệu suất hấp phụ Cr(VI) và Cr(III)

3.3.2. Khảo sát ảnh hưởng của tốc độ nạp mẫu đến hiệu suất hấp phụ

Tốc độ nạp mẫu có thể ảnh hưởng đến hiệu suất hấp phụ của VL, khi nạp mẫu với tốc độ quá nhanh thì lượng ion hấp phụ lên VL sẽ không được hấp phụ triệt để còn khi tốc độ nạp mẫu quá chậm thì sẽ tiêu tốn nhiều thời gian. Từ kết quả sự phụ thuộc hiệu suất hấp phụ vào tốc độ nạp mẫu được thay đổi từ 0,5-3 ml/phút cho trong Bảng 3 có thể thấy duy trì tốc độ nạp mẫu từ 0,5 – 1 ml/phút là thích hợp. Chúng tôi chọn tốc độ nạp mẫu 1,0ml/phút cho các thí nghiệm sau

Tốc độ nạp mẫu(ml/phút)		0,5	1,0	1,5	2,0
H (%)	Cr(VI)	96,3	96,2	91,3	90,7
	Cr(III)	95,0	94,8	92,6	89,5

3.3.3. Khảo sát ảnh hưởng của các dung dịch rửa giải

Có nhiều tác nhân để rửa giải Cr(VI) và Cr(III) ra khỏi cột hấp phụ, trong thí nghiệm này chúng tôi tiến hành khảo sát các tác nhân rửa giải là : HCl, HNO₃, H₂SO₄ ở các nồng độ 0,5 - 4M. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của tác nhân rửa giải đến hiệu suất

rửa giải được trình bày ở Bảng 4. Từ kết quả thu được, chúng tôi thấy tác nhân rửa giải HNO₃ 3M là tốt và phù hợp với cả

Cr(III) và Cr(VI) vì hiệu suất rửa giải đạt trên 80% và tiêu tốn lượng axit ít hơn so với HNO₃ 4M.

Bảng 4. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của các dung dịch rửa giải axit đến hiệu suất rửa giải (H%)

Dung dịch rửa giải axit	Nồng độ axit (mol/l)	Hiệu suất rửa giải (%)		
		HCl	H ₂ SO ₄	HNO ₃
Cr(VI)	0,5	46,78	29,18	67,45
	1,0	48,83	34,66	70,24
	2,0	52,91	48,35	77,88
	3,0	59,50	56,91	81,04
	4,0	67,06	68,89	83,25
Cr(III)	0,5	32,67	29,15	54,89
	1,0	33,93	36,95	62,63
	2,0	41,78	42,76	71,89
	3,0	62,67	55,57	80,08
	4,0	63,58	62,63	82,87

3.3.4. Khảo sát ảnh hưởng của tốc độ rửa giải đến hiệu suất rửa giải

Khi tiến hành rửa giải ion kim loại Cr ra khỏi VL, ta cần khảo sát tốc độ rửa giải để chọn được tốc độ rửa giải tốt và phù hợp nhất đảm bảo cho lượng ion kim loại bị rửa trôi ra khỏi VL cao nhất và tiết kiệm được thời gian làm thực nghiệm. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của tốc độ rửa giải từ 0,5 ÷ 3 ml/phút được trình bày ở Bảng 5. Từ kết quả khảo sát trên ta thấy khi rửa giải Cr hấp phụ bằng dung dịch HNO₃ 3M với tốc độ rửa giải từ 0,5 ÷ 3 ml/phút, hiệu suất rửa giải giảm dần do khi tăng tốc độ rửa giải dẫn đến lượng Cr rửa giải ra khỏi VL không triệt để. Chúng tôi chọn tốc độ rửa giải là 0,5 ml/phút là tốc độ hiệu suất rửa giải cao nhất.

Bảng 5 Kết quả khảo sát ảnh hưởng của tốc độ rửa giải đến hiệu suất rửa giải

Tốc độ rửa giải (ml/phút)		0,5	1,0	1,5	2,0
Hiệu suất rửa giải (%)	Cr(VI)	84,34	82,21	80,36	78,76
	Cr(III)	84,08	81,88	80,62	76,57

3.3.5. Khảo sát ảnh hưởng của thể tích rửa giải

Khi tiến hành rửa giải, cần xác định thể tích dung dịch rửa giải phù hợp nhất để thu được hiệu suất rửa giải tốt nhất và tránh được sự lãng phí hóa chất. Kết quả khảo sát ảnh hưởng thể tích dung dịch HNO₃ 3M lên hiệu suất rửa giải được ghi trong Bảng 6.

Từ bảng kết quả này có thể kết luận thể tích HNO₃ 3M để rửa giải phù hợp nhất là 50 ml vì lúc này hiệu suất đạt trên 80% và gần như không tăng thêm khi sử dụng lượng axit rửa giải lớn hơn. Vì vậy chúng tôi chọn thể tích này cho những nghiên cứu tiếp theo.

Bảng 6 Ảnh hưởng của thể tích dung dịch rửa giải lên hiệu suất rửa giải

H%	V _{HNO₃} (mL)			
	10	20	30	40
Cr(VI)	21,89	48,13	63,49	77,56
Cr(III)	19,67	54,94	62,88	75,93
H%	V _{HNO₃} (mL)			
	50	60	80	100
Cr(VI)	82,35	82,56	83,73	84,12
Cr(III)	83,16	83,22	83,43	84,22

3.3.6. Khảo sát ảnh hưởng của một số ion cạnh tranh đến hiệu suất thu hồi Cr(VI) và Cr(III) trên VL₂

Trong thực tế ngoài ion cần khảo sát có thể gặp một số các ion kim loại khác cũng có mặt trong thành phần mẫu và có thể ảnh hưởng đến hiệu suất thu hồi của Cr lên vật liệu. Chúng tôi đã tiến hành khảo sát ảnh hưởng của một số ion như: Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Zn²⁺, Cu²⁺, Pb²⁺, Fe³⁺, Cd²⁺ và kết quả cho thấy, kim loại kiềm và kim loại kiềm thổ với nồng độ khảo sát có gây ảnh hưởng đến khả năng thu hồi Cr, tuy nhiên ảnh hưởng không quá mạnh vì các kim loại này dễ dàng bị rửa trôi khi tiến hành rửa giải Cr. Nhưng đối với nồng độ lớn các ion kim loại nặng Zn²⁺, Cu²⁺, Pb²⁺, Fe³⁺, Cd²⁺ sẽ gây ảnh hưởng mạnh tới hiệu suất thu hồi của crom, đặc biệt khi nồng độ của các ion này lớn gấp nồng độ Cr từ trên 10 lần, nguyên nhân là do các ion này khó bị rửa

giải nên gây sự cạnh tranh và cản trở quá trình rửa giải Cr ra khỏi VL.

3.4. Xác định hàm lượng Cr bằng phương pháp chiết pha rắn (SPE) kết hợp phương pháp F-AAS

3.4.1. Đường chuẩn xác định Cr bằng phương pháp F-AAS, LOD, LOQ

Xây dựng đường chuẩn cho Cr trong khoảng nồng độ từ 0 ÷ 15,0 ppm trong môi trường HNO₃ 2%, kết quả thu được cho thấy đường chuẩn có độ tuyến tính cao, R² = 0,99992. Phương trình hồi quy của đường chuẩn xác định crom là: Abs = (0,00409 ± 6,35478 × 10⁻⁴) + (0,03206 ± 1,40116 × 10⁻⁴) × C_{Cr}; trong đó Abs : độ hấp thụ quang A tại nồng độ C_{Cr}; C_{Cr} : nồng độ của crom

Giới hạn phát hiện (LOD) : LOD = 24 ppb

Giới hạn định lượng (LOQ): LOQ = 80 ppb.

3.4.2 Đánh giá độ tin cậy của qui trình phân tích sử dụng SPE kết hợp F-AAS.

Dựa trên các điều kiện tối ưu xác định ở trên, chúng tôi xây dựng quy trình xác định Cr tổng bằng phương pháp F-AAS kết hợp với SPE như sau. Cho 1000ml dung dịch mẫu phân tích có chứa đồng thời Cr(VI) và Cr(III), tiến hành oxi hóa hoàn toàn Cr(III) lên Cr₂O₇²⁻ bằng amonpersunphat S₂O₈²⁻ trong môi trường axit có mặt Ag⁺ làm xúc tác, điều chỉnh để pH của dung dịch bằng 1 rồi cho nạp vào các cột hấp phụ chứa VL₂ với tốc độ 1ml/phút. Cuối cùng rửa giải các cột chiết bằng 50ml dung dịch HNO₃ 3M với tốc độ rửa giải 0,5ml/phút. Hàm lượng Cr trong dung dịch rửa giải được xác định bằng phương pháp F-AAS.

Để đánh giá độ chính xác, độ đúng và sai số hệ thống khi sử dụng phương pháp chiết pha rắn kết hợp phương pháp F-AAS để

phân tích hàm lượng Cr tổng trong mẫu nước, chúng tôi áp dụng qui trình phân tích này với mẫu chuẩn nước thải được chứng nhận (CRM) có hàm lượng Cr là 421 ppb. Kết quả thu được như sau:

Bảng 7 Kết quả phân tích mẫu CRM bằng phương pháp F-AAS kết hợp SPE

Hàm lượng Cr (ppb)	Mẫu CRM	Đo được	Sai số CV (%)
Lần 1	421	415	2,53
Lần 2	421	426	
Lần 3	421	417	

Theo Bảng 3.28 các giá trị phần trăm sai số tương đối E_r ở các nồng độ trên đều nằm trong khoảng giá trị chấp nhận được theo ISO là từ - 20% đến 10 % chứng tỏ phương pháp phân tích là đáng tin cậy, hệ số biến thiên CV % là 2,53 nhỏ hơn 10 % chứng tỏ phép đo có độ lặp lại nằm trong khoảng chấp nhận được theo tiêu chuẩn của ISO. Hệ số làm giàu đạt được khi sử dụng cột chiết SPE có thể lên tới 20 lần. Như vậy, phương pháp phân tích là đáng tin cậy và có thể áp dụng để phân tích các mẫu thật với hàm lượng Cr ở nồng độ ppb.

3.4.3. Ứng dụng phân tích mẫu thật

Lấy các mẫu nước thải bề mặt của các công ty TNHH Thép không gỉ Hà Anh (HA), công ty Nhà thép tiền chế Tuấn Lâm (TL), công ty Cổ phần sơn HT-sơn Nice (SN), Mỹ Hào –Hưng Yên. Mẫu được lấy và xử lý theo qui định trong QCVN. Mẫu nước được axit hóa bằng HNO_3 65% (Merck) đến pH =1. Để lắng, lọc bỏ phần lơ lửng, thu lấy phần nước trong (2,0 lít). Sau đó xác định

hàm lượng Cr tổng theo qui trình phân tích ở trên. Kết quả phân tích mẫu được cho trong Bảng 9. Kết quả cho thấy trong các mẫu nước thải này đều phát hiện thấy Cr ở hàm lượng từ 28 đến 77 ppb, và đều trong ngưỡng cho phép của QCVN cho nước thải công nghiệp

Bảng 8. Giá trị giới hạn hàm lượng của các nguyên tố trong nước thải công nghiệp

TT	Nguyên tố	Đơn vị	Giá trị giới hạn	
			A	B
1	Crom III (Cr^{3+})	mg/l	0,2	1,0
2	Crom VI (Cr^{6+})	mg/l	0,05	0,1

Bảng 9. Kết quả phân tích Cr trong các mẫu nước thải bề mặt

Tên mẫu	Địa điểm lấy mẫu	Hàm lượng Cr tổng (ppb)
HA1	Công ty TNHH	$61,0 \pm 0,2$
HA2	Thép không gỉ Hà Anh	$61,2 \pm 0,1$
TL1	Công ty Nhà thép tiền chế Tuấn Lâm	$28,6 \pm 0,3$
TL2		$28,8 \pm 0,2$
SN1	Công ty Cổ phần	$77,5 \pm 0,4$
SN2	sơn HT-sơn Nice	$77,2 \pm 0,3$

4. KẾT LUẬN

Kết quả nghiên cứu thu được chứng tỏ khả năng ứng dụng vật liệu vỏ trấu biến tính với DPC làm vật liệu chiết pha rắn kết hợp với phương pháp F-AAS để xác định Crom. Vật liệu có dung lượng hấp phụ cao với Cr, đặc biệt là dạng Cr (VI), do có kích thước hạt nhỏ bề mặt xốp và phản ứng hóa học chọn lọc giữa DPC và Cr(VI). Phương pháp

(Xem tiếp trang 48)