

# Phân tích Asen trong quá trình xử lý nước bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

Phạm Thị Thơm

Trường Đại học Khoa học Tự nhiên  
Luận văn Thạc sĩ ngành: Hóa Phân tích; Mã số: 60 44 29  
Người hướng dẫn: PGS.TS. Nguyễn Văn Ri  
Năm bảo vệ: 2012

**Abstract:** Chương 1. Tổng quan: Khái quát chung về Asen; Một số phương pháp phân tích Asen; Các phương pháp nghiên cứu cấu trúc; Giới thiệu chung về chất hấp phụ. Chương 2. Thực nghiệm: Đối tượng và mục tiêu nghiên cứu; Nội dung nghiên cứu; Phương pháp nghiên cứu; Hóa chất, thiết bị và dụng cụ thí nghiệm. Chương 3. Kết quả và thảo luận: Nghiên cứu áp dụng phương pháp GF - AAS để định lượng As(III); Chế tạo vật liệu hấp phụ từ đá ong để xử lý As(III); Đánh giá khả năng hấp phụ As của vật liệu hấp phụ. Chương 4. Kết luận

**Keywords:** Hóa phân tích; Asen; Phương pháp quang phổ hấp thụ; Xử lý nước

## Content

### MỞ ĐẦU

Cùng với sự phát triển nhanh chóng của xã hội hiện đại, vấn đề đảm bảo an toàn cho nguồn nước sinh hoạt đang ngày càng trở thành mối quan tâm chung của nhân loại. Số lượng các độc chất phân tán trong môi trường nước ngày một nhiều hơn do các hoạt động sản xuất đa dạng của con người ngày một tăng. Một trong những nguyên tố gây ô nhiễm và mang độc tính cao nhất là Asen (As). Asen được xem là độc chất bảng A không chỉ do tính độc hại lớn mà còn do nó có khả năng tích lũy cao trong cơ thể và xâm nhập vào cơ thể qua nhiều con đường đặc biệt là qua sử dụng nguồn nước ngầm. Bệnh nhiễm độc Asen mãn tính do người dân sử dụng nguồn nước ngầm bị nhiễm Asen với nồng độ cao quá mức cho phép để ăn uống và sinh hoạt, đã xảy ra ở nhiều nước như Ấn Độ, Bangladesh, Nepal, Mông Cổ, Myanmar, Lào, Campuchia, Đài Loan, Trung Quốc....

Ở Việt Nam, các kết quả nghiên cứu từ những năm 1990 cho thấy nồng độ Asen trong các mẫu nước rất lớn. Điển hình như các mẫu nước ở Sơn La, Phú Thọ, Bắc Giang, Hưng Yên, Hà Nội, Nam Định, Thanh Hóa... có nồng độ Asen vượt nhiều lần so với tiêu chuẩn cho phép đối với nước sinh hoạt. Theo Tổ chức Y tế Thế giới (WHO) tiêu chuẩn cho phép đối với Asen trong nước là 10 µg/l.

Trong những thập kỷ gần đây, vấn đề ô nhiễm As ngày càng trở nên nóng bỏng hơn. Vì vậy, cần nghiên cứu xây dựng quy trình phân tích và xử lý As bằng nguồn vật liệu hấp phụ đơn giản, có nguồn gốc tự nhiên với giá thành rẻ. Đá tổ ong (thường gọi là đá ong, tên tiếng Anh là laterite) là nguồn khoáng liệu rất phổ biến ở Việt Nam có tính hấp phụ tốt do bề mặt tương đối xốp. Việc tận dụng đá ong để chế tạo vật liệu hấp phụ có ý nghĩa cả về mặt khoa học và kinh tế.

Trong vấn đề nghiên cứu xác định lượng vết As trong nước ngầm hiện nay có nhiều phương pháp xác định trên một số thiết bị như: ICP - MS, ICP - OES, GF - AAS, HVG - AAS, UV - VIS.... Trong đó, một số phương pháp đòi hỏi trang thiết bị rất đắt tiền còn một số phương pháp giới hạn phát hiện lại khá cao hoặc rất độc hại với người phân tích.

Vì vậy, với nhu cầu bức thiết về vấn đề xác định hàm lượng As và xử lý As trong nước kết hợp với điều kiện phòng thí nghiệm, chúng tôi đã lựa chọn đề tài ***“Phân tích Asen trong quá trình xử lý nước bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử”*** với mục tiêu xác định khả năng và các điều kiện để chuyển hóa đá ong thành vật liệu hấp phụ nhằm xử lý As trong nước ngầm và ứng dụng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử với kỹ thuật không ngọn lửa (GF - AAS) để định lượng As.

## **CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN**

### **1.1. Khái quát chung về Asen**

#### ***1.1.1. Giới thiệu chung về Asen***

Asen (As) hay còn gọi là thạch tín được nhà bác học Albertus Magnus tìm thấy đầu tiên năm 1250. As là một nguyên tố bán kim loại có mặt ở khắp nơi.

#### ***1.1.2. Nguồn gốc và các dạng tồn tại của Asen trong tự nhiên***

*\* Nguồn gốc tự nhiên:*

\* Nguồn gốc Asen do con người tạo ra:

\* Dạng tồn tại của Asen trong tự nhiên:

### **1.1.3. Tính chất lý, hóa học một số hợp chất của Asen**

#### **1.1.3.1. Các hợp chất Asen vô cơ**

Một số hợp chất quan trọng của Asen:

\* Asin ( $AsH_3$ )

\* Axit orthoaseno ( $H_3AsO_3$ ).

\* Axit asenic ( $H_3AsO_4$ ).

#### **1.1.3.2. Hợp chất hữu cơ của Asen**

Hóa học hữu cơ của As khá rộng do liên kết C-As bền dưới các điều kiện thay đổi của môi trường, của pH và thế oxi hóa khử.

#### **1.1.4. Độc tính của Asen**

Asen là chất độc, chỉ cần uống một lượng nhỏ bằng nửa hạt ngô cũng có thể gây chết người. As có thể đi vào cơ thể con người qua đường ăn uống, hít thở hoặc qua tiếp xúc qua da. Khi đi vào cơ thể nó thường tập trung ở móng tay, móng chân, tóc. As có thể được bài tiết khỏi cơ thể người nhờ tróc vảy da hoặc qua tuyến mồ hôi [5, 7]. Trong đó As vô cơ độc hơn As hữu cơ và trong các hợp chất As vô cơ thì dạng As(III) có độc tính cao hơn As(V).

*Tóm lại:* Ảnh hưởng sinh hóa chính của As là làm đông tụ protein, tạo phức với enzym và phá hủy quá trình photphat tạo ATP.

#### **1.1.5. Tình trạng ô nhiễm Asen**

1.1.5.1. Tình trạng ô nhiễm Asen trên thế giới

1.1.5.2. Tình trạng ô nhiễm Asen ở Việt Nam

## **1.2. Một số phương pháp phân tích Asen**

### **1.2.1. Phương pháp điện hoá [1, 3, 8]**

1.2.1.1. Phương pháp cực phổ

1.2.1.2. Phương pháp von - ampe hòa tan

### ***1.2.2. Phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử UV-Vis (phương pháp trắc quang)***

Phân tích trắc quang là phương pháp được sử dụng phổ biến nhất trong các phương pháp phân tích hóa lý. Phương pháp này giúp định lượng nhanh chóng với độ nhạy và độ chính xác khá cao, đồng thời là một phương pháp đơn giản, thông dụng. Một số phương pháp trắc quang xác định As như sau:

*1.2.2.1. Phương pháp đo quang xác định Asen sau khi hấp thụ asin bằng hỗn hợp  $AgNO_3$  - PVA -  $C_2H_5OH$*

*1.2.2.2. Phương pháp Xanh molipden*

*1.2.2.3. Phương pháp dùng thuốc thử bạc Dietyl đithiocacamat (AgDDC)*

*Nguyên tắc:* Dùng hiđro mới sinh (Zn hạt trong HCl hoặc  $NaBH_4$ ) khử các hợp chất của Asen trong dung dịch thành  $AsH_3$ , tiếp tục dẫn  $AsH_3$  vào ống hấp thụ chứa bạc dietyl đithiocacamat trong pyridin hay clorofom để tạo phức màu đỏ, sau đó tiến hành đo độ hấp thụ quang ở bước sóng ở  $\lambda = 535nm$ .

### ***1.2.3. Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử AAS***

*Nguyên tắc:* Phương pháp phân tích dựa trên cơ sở đo phổ hấp thụ nguyên tử của một nguyên tố được gọi là phép đo phổ hấp thụ nguyên tử (phép đo AAS).

*1.2.3.1. Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử sử dụng kỹ thuật hydrua hoá (HVG - AAS) [2, 8]*

*Nguyên tắc:* Khử As(V) về As(III) bằng KI, axit ascorbic sau đó phản ứng với  $NaBH_4$  trong môi trường axit để tạo thành hợp chất  $AsH_3$  và được dẫn tới cuvet chữ T để nguyên tử hóa và đo phổ hấp thụ của Asen.

*1.2.3.2. Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa (GF - AAS).*

## **1.3. Các phương pháp nghiên cứu cấu trúc**

### ***1.3.1. Phương pháp kính hiển vi điện tử quét SEM***

#### ***1.3.2. Phương pháp nhiễu xạ tia X (X-ray) [1, 17].***

Nhiễu xạ tia X là hiện tượng các chùm tia X nhiễu xạ trên các mặt tinh thể của chất rắn do tính tuần hoàn của cấu trúc tinh thể tạo nên các cực đại và cực tiểu nhiễu xạ.

## **1.4. Giới thiệu chung về chất hấp phụ**

### ***1.4.1. Chất hấp phụ. Cơ sở và ứng dụng***

### ***1.4.2. Giới thiệu một số vật liệu có nguồn gốc tự nhiên***

### ***1.4.3. Giới thiệu về vật liệu đá ong***

## **CHƯƠNG 2: THỰC NGHIỆM**

### **2.1. Đối tượng và mục tiêu nghiên cứu**

#### ***2.1.1. Đối tượng nghiên cứu***

#### ***2.1.2. Mục tiêu nghiên cứu***

Mục tiêu của đề tài là ứng dụng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử với kỹ thuật không ngọn lửa (GF - AAS) để nghiên cứu khả năng xử lý As trong nước ngầm của vật liệu hấp phụ được chế tạo từ đá ong biến tính.

### **2.2. Nội dung nghiên cứu**

1. Nghiên cứu áp dụng phương pháp GF - AAS để định lượng As(III).
2. Chế tạo vật liệu hấp phụ từ đá ong để xử lý As(III).
3. Đánh giá khả năng hấp phụ As(III) của vật liệu hấp phụ.

## **2.3. Phương pháp nghiên cứu**

### **2.3.1. Phương pháp nghiên cứu khả năng hấp phụ**

### **2.3.2. Các phương pháp nghiên cứu cấu trúc**

## **2.4. Hóa chất, thiết bị và dụng cụ thí nghiệm**

### **2.4.1. Hóa chất**

### **2.4.2. Thiết bị thí nghiệm**

### **2.4.3. Dụng cụ thí nghiệm.**

## **CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN**

### **3.1. Nghiên cứu áp dụng phương pháp GF - AAS để định lượng As(III)**

Để quá trình phân tích đạt được kết quả tốt thì việc chọn các thông số đo phù hợp với phép phân tích định lượng một nguyên tố hóa học là một công việc hết sức cần thiết và quan trọng đối với phép đo AAS. Vì thế, chúng tôi lần lượt tiến hành nghiên cứu các điều kiện thực nghiệm đo phổ.

#### **3.1.1. Khảo sát chọn vạch đo phổ**

#### **3.1.3. Khảo sát độ rộng khe đo**

#### **3.1.4. Khảo sát ảnh hưởng của loại axit và nồng độ axit**

#### **3.1.5. Khảo sát chất cải biến nền**

#### **3.1.6. Khảo sát ảnh hưởng của các ion khác đến phép đo**

#### **3.1.6.2. Khảo sát ảnh hưởng của các anion**

#### **3.1.7. Các thông số đo phổ As của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử GF - AAS (AA - 6800)**

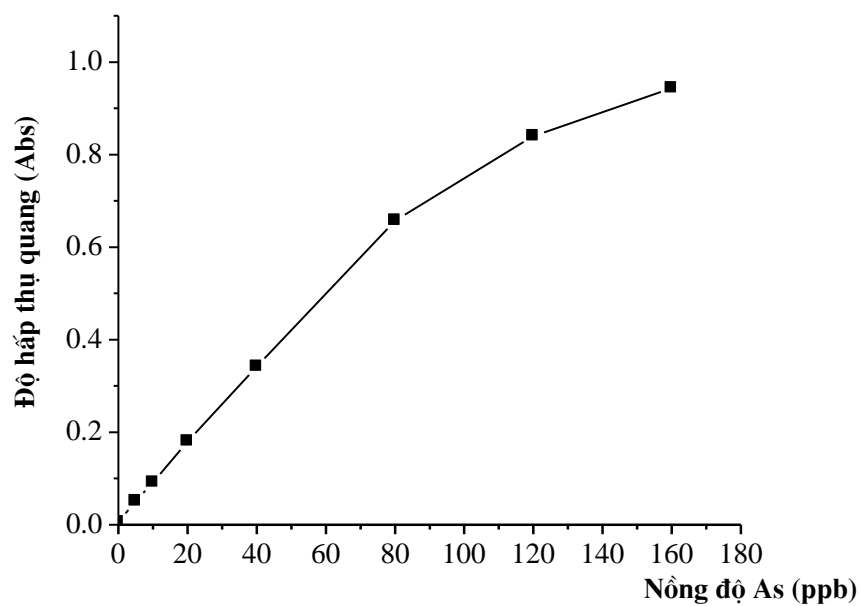
Qua quá trình khảo sát, các thông số đo As được lựa chọn ở máy quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa AA - 6800 của hãng Shimadzu - Japan và các điều kiện thực nghiệm của phòng thí nghiệm được chỉ ra ở bảng 3.8.

Bảng 3.8. Các thông số đo As tối ưu

Thông số	Giá trị
Bước sóng (nm)	193,7
Cường độ dòng đèn HCL (mA)	12
Khe đo	0,5
Axit	HNO <sub>3</sub> 0,5%
Chất cải biến nền	Pd(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 50ppm
Nhiệt tro hóa	1300 <sup>0</sup> C
Nhiệt nguyên tử hóa	2400 <sup>0</sup> C
Thể tích mẫu đo	20 μl

**3.1.8. Khảo sát khoảng tuyến tính và dựng đường chuẩn xác định As.**

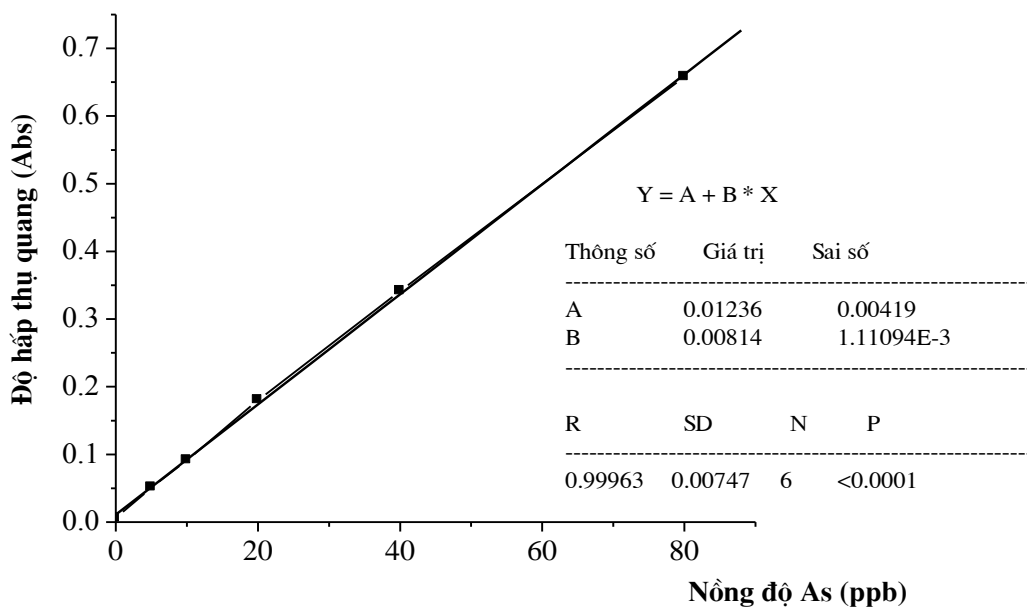
**3.1.8.1. Khảo sát khoảng tuyến tính của As.**



Hình 3.1. Đồ thị xác định khoảng tuyến tính của As

3.1.8.2. Xây dựng đường chuẩn, xác định giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) của As.

a, Đường chuẩn của As



Hình 3.2. Đường chuẩn xác định As



Phương trình hồi quy đầy đủ của đường chuẩn có dạng:

$$A_i = (0,01236 \pm 0,1163) + (0,00814 \pm 3,0839.10^{-3}). C_{As}$$

b, Xác định giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ)

- Giới hạn phát hiện (LOD) của As:  $LOD = \frac{3 * S_y}{B} = 0,416$  (ppb)

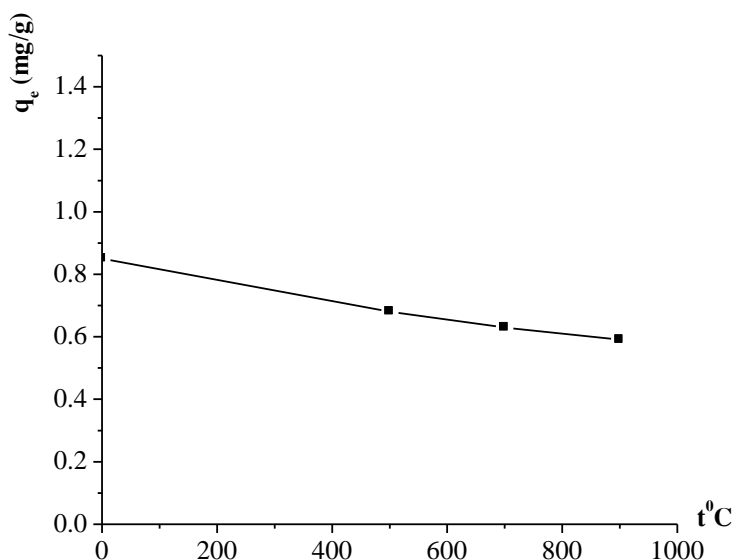
- Giới hạn định lượng (LOQ) của As:  $LOQ = \frac{10 * S_y}{B} = 1,39$  (ppb)

### 3.2. Chế tạo vật liệu hấp phụ từ đá ong để xử lý As(III)

**3.2.1. Chế tạo vật liệu hấp phụ tự nhiên từ đá ong và khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến khả năng hấp phụ arsen của đá ong**

3.2.1.1. Chế tạo vật liệu hấp phụ tự nhiên

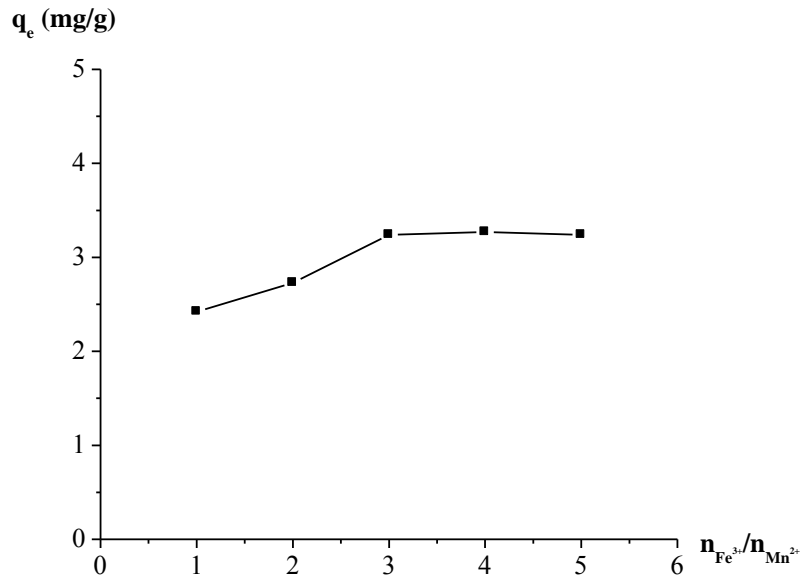
3.2.1.2. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến khả năng hấp phụ Arsen của đá ong



Hình 3.3: Khả năng hấp phụ As của đá ong ở những nhiệt độ khác nhau.

**3.2.2. Chế tạo vật liệu hấp phụ (VLHP) từ đá ong biến tính**

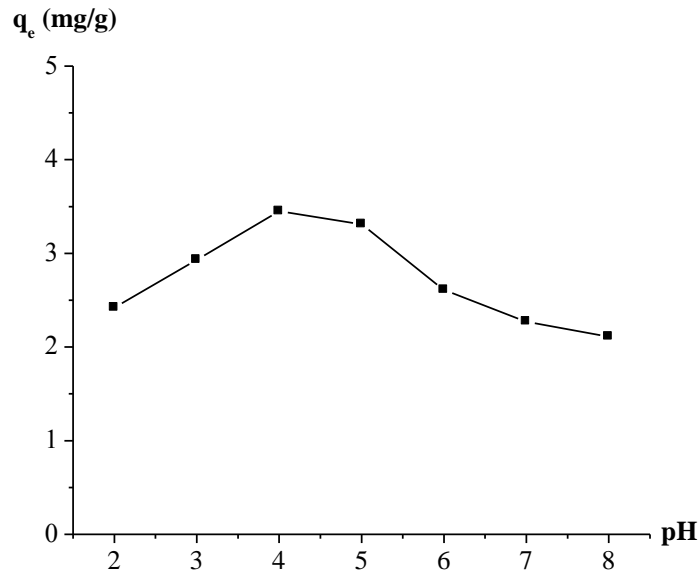
3.2.2.1. Khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ số mol  $Fe^{3+} : Mn^{2+}$  đến khả năng hấp phụ Asen của đá ong



Hình 3.4: Ảnh hưởng của tỷ lệ mol  $Fe^{3+} : Mn^{2+}$  đến dung lượng hấp phụ As

Từ kết quả chỉ ra ở hình 3.11 và đồ thị hình 3.4, chúng tôi nhận thấy khi tỷ lệ số mol  $Fe^{3+} : Mn^{2+}$  tăng thì dung lượng hấp phụ tăng, tuy nhiên khi tỷ lệ mol tăng từ 3:1 lên 5:1 thì dung lượng hấp phụ tăng lên không nhiều. Vì vậy chúng tôi chọn tỷ lệ mol của  $Fe^{3+} : Mn^{2+}$  là 3:1 cho quá trình tạo vật liệu hấp phụ.

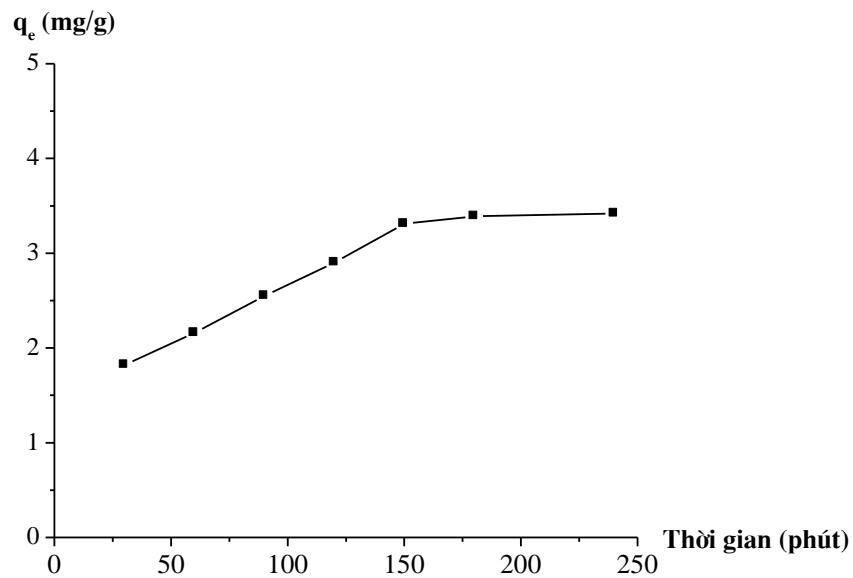
3.2.2.2. Khảo sát pH cuối của quá trình điều chế vật liệu hấp phụ



Hình 3.5: Sự phụ thuộc của  $q_e$  vào pH cuối của quá trình điều chế vật liệu hấp phụ

Từ kết quả chỉ ra ở hình 3.12 và đồ thị hình 3.5, chúng tôi nhận thấy tại pH cuối của quá trình điều chế vật liệu bằng 4 thì dung lượng hấp phụ đạt cực đại, vì thế chúng tôi chọn pH cuối bằng 4 cho quá trình điều chế vật liệu hấp phụ.

### 3.2.2.3. Khảo sát thời gian đạt cân bằng hấp phụ của $Fe^{3+}$ và $Mn^{2+}$ lên vật liệu hấp phụ



*Hình 3.6: Phụ thuộc của  $q_e$  vào thời gian đạt cân bằng hấp phụ của  $Fe^{3+}$  và  $Mn^{2+}$*

Từ kết quả chỉ ra ở hình 3.13 và đồ thị hình 3.6, chúng tôi nhận thấy khi thời gian đạt cân bằng hấp phụ của  $Fe^{3+}$  và  $Mn^{2+}$  lên vật liệu hấp phụ tăng, thì dung lượng hấp phụ tăng. Thời gian để đạt cân bằng hấp phụ của  $Fe^{3+}$  và  $Mn^{2+}$  lên vật liệu là 150 phút. Vì vậy, trong thí nghiệm điều chế vật liệu hấp phụ, chúng tôi tiến hành lắc bình với tốc độ 150 vòng/phút trên máy lắc trong thời gian 150 phút.

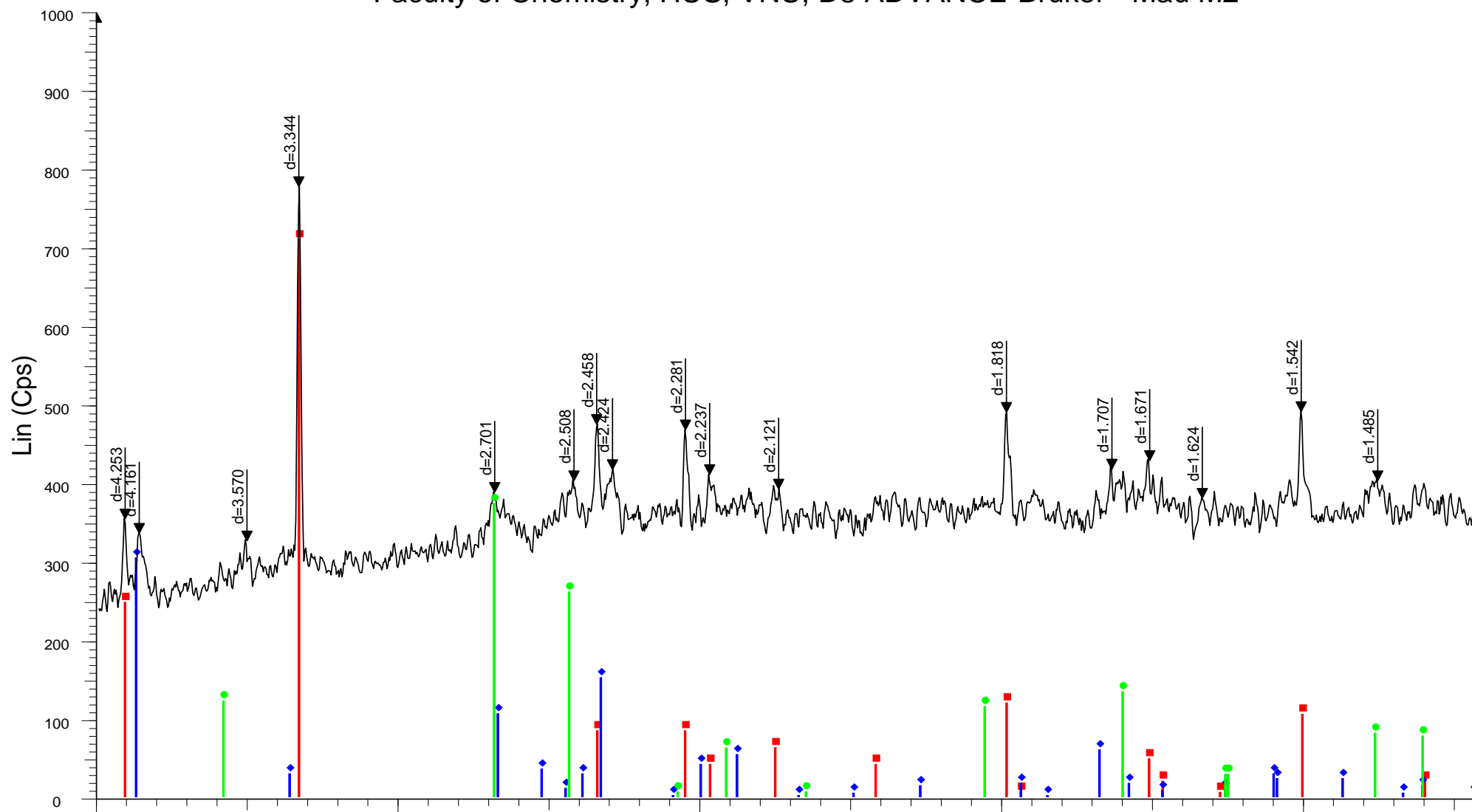
*3.2.2.4. Quy trình điều chế vật liệu hấp phụ ( $M_2$ )*

***3.2.3. Phân tích hình dạng và cấu trúc của vật liệu hấp phụ***

*3.2.3.1. Hình dạng SEM của vật liệu hấp phụ ( $M_1$ ) và ( $M_2$ )*

*3.2.3.2. Phân tích cấu trúc của vật liệu hấp phụ chế tạo từ đá ong biến tính*

# Faculty of Chemistry, HUS, VNU, D8 ADVANCE-Bruker - Mau M2

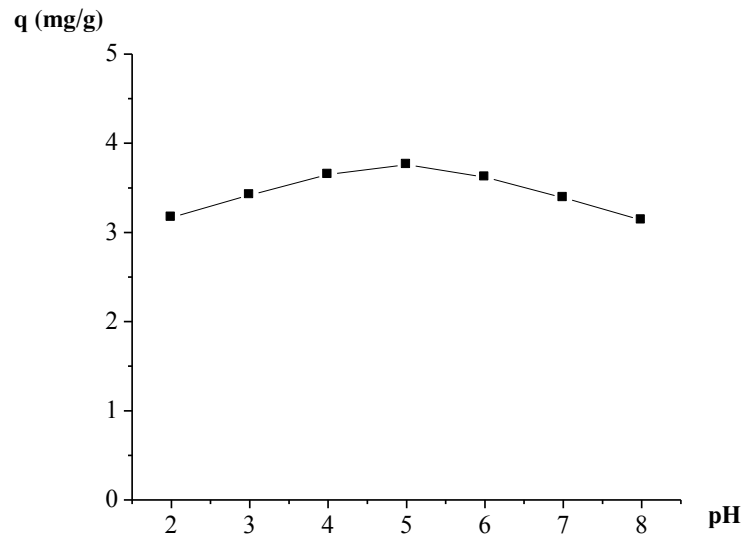


20  
 00-005-0490 (D) - Quartz, low - alpha-SiO<sub>2</sub> - Y: 91,34% - dx by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 4.91300 - b 4.91300 - c 5.40500 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - P3121 (152) - 3  
 01 -089 -4837 (C) - Hausmannite, syn - Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> - Y: 28,16% - dx by: 1. - WL: 1.5406 - Tetragonal - a 5.76300 - b 5.76300 - c 9.45600 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - body-centered - 141/amd  
 00-029-0713 (I) - Goethite - Fe+3O(OH) - Y: 49,30% - dx by: 1. - WL: 1.5406 - Orthorhombic - a 4.60800 - b 9.95600 - c 3.02150 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - Pbnm (62) - 4 - 13  
 File: I:\hom K21 mau M2.raw - Type: Locked Coupled - Start: 20.000 ~ - End: 40.010 ~ - Step: 0.030 ~ - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 11 s - 2-Theta: 20.000 ~ - Theta: 10  
 00-005-0490 (D) - Quartz, low - alpha-SiO<sub>2</sub> - Y: 91,34% - dx by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 4.91300 - b 4.91300 - c 5.40500 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - P3121 (152) - 3

### 3.3. Đánh giá khả năng hấp phụ As của vật liệu hấp phụ

#### 3.3.1. Khảo sát quá trình hấp phụ As trên VLHP ( $M_2$ ) ở điều kiện tĩnh

##### 3.3.1.1. Khảo sát ảnh hưởng của pH đến khả năng hấp phụ As của VLHP

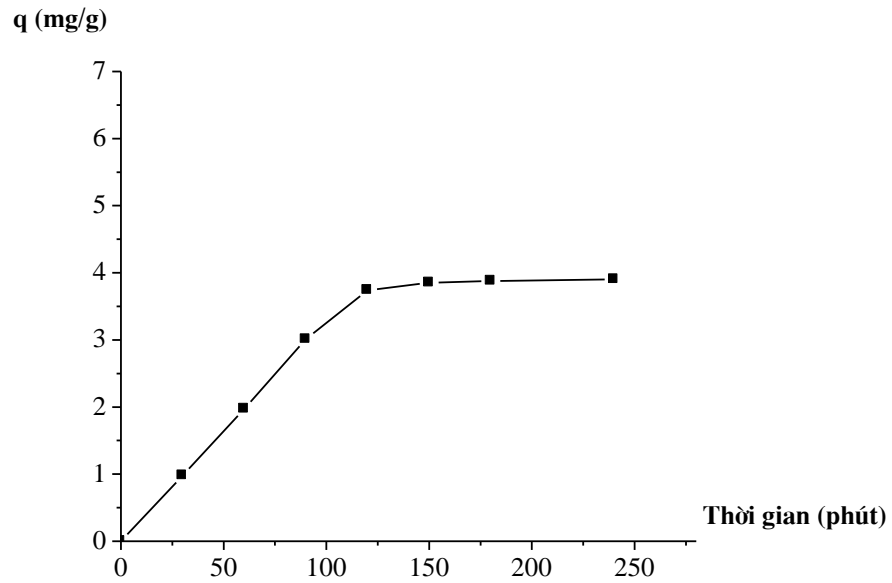


Hình 3.10: Đồ thị biểu diễn

ảnh hưởng của pH đến khả năng hấp phụ As của VLHP

Kết quả chỉ ra ở bảng 3.14 và hình 3.10, cho thấy tại giá trị pH bằng 5 thì khả năng hấp phụ As lên vật liệu là tốt hơn. Vì vậy, chúng tôi chọn pH = 5 là giá trị pH tối ưu để tiến hành các thí nghiệm tiếp theo.

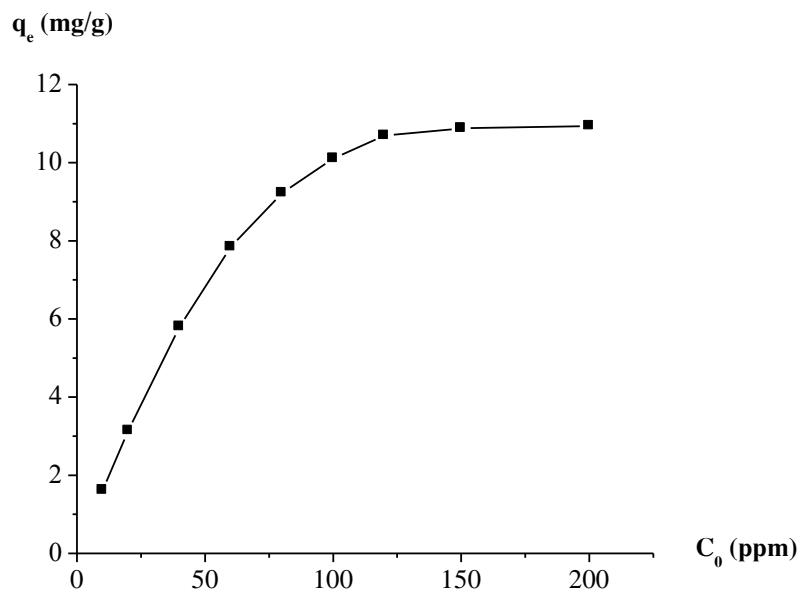
3.3.1.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian đạt cân bằng hấp phụ đến khả năng hấp phụ As trên VLHP



Hình 3.11: Đồ thị biểu diễn ảnh hưởng của thời gian đến dung lượng hấp phụ As của VLHP

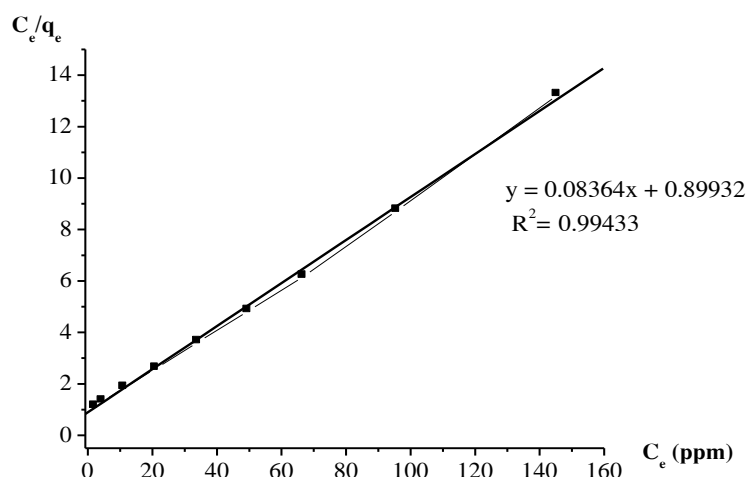
Kết quả chỉ ra ở bảng 3.15 và đồ thị hình 3.11 cho thấy, thời gian đạt cân bằng hấp phụ của As lên VLHP là 120 phút.

3.3.1.3. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ Asen ban đầu đến khả năng hấp phụ của vật liệu



Hình 3.12: Đồ thị biểu diễn ảnh hưởng nồng độ As ban đầu đến khả năng hấp phụ

### 3.3.1.4. Xác định mô hình của quá trình hấp phụ



Hình 3.13: Đường hấp phụ

đẳng nhiệt Langmuir đối với vật liệu hấp phụ  $M_2$

Từ đồ thị hình 3.13, ta có dung lượng hấp phụ cực đại của vật liệu với As là:

$$q_{\max} = \frac{1}{a} = \frac{1}{0,08} = 12,0(\text{mg/g})$$

### 3.3.2. Xây dựng quy trình xử lý As trong mẫu thực

#### 3.3.2.1. Lấy mẫu và bảo quản mẫu

#### 3.3.2.2. Đánh giá phương pháp GF - AAS xác định As

a, Đánh giá độ đúng của phương pháp GF - AAS

b. Đánh giá độ lặp lại của phương pháp GF - AAS xác định As.

c. Đánh giá hiệu suất thu hồi của quy trình phân tích.

#### 3.3.2.3. Ứng dụng phân tích mẫu thực tế

Áp dụng quy trình phân tích As và với mục tiêu chung nhằm xử lý lượng As trong nước ngầm bằng vật liệu hấp phụ là đá ong biến tính bằng  $\text{Fe}^{3+}$  và  $\text{Mn}^{2+}$ , chúng tôi tiến hành xác định tổng hàm lượng As vô cơ trong một số mẫu nước giếng khoan được lấy tại một số



xóm thuộc xã Cổ Nhuế - Huyện Từ Liêm - Thành phố Hà Nội trước và sau khi hấp phụ đá ong. Cách tiến hành như sau:

\* *Các mẫu nước hấp phụ bằng đá ong biến tính*: Lấy 50ml các mẫu nước cho vào bình tam giác, điều chỉnh cho pH =5 bằng các dung dịch NaOH 0,1M và HNO<sub>3</sub> 0,1M. Cân 0,5g đá ong biến tính (M<sub>2</sub>) cho vào mỗi bình trên, đậy kín nắp bình rồi đem lắc trên máy lắc với tốc độ 150 vòng/phút trong thời gian 120 phút.

Sau khi lắc xong để lắng dung dịch trong 5 đến 10 phút. Tiếp tục đem gạn và lọc lấy phần dung dịch trong suốt bằng giấy lọc băng xanh. Bổ sung thêm nền axit HNO<sub>3</sub> 0,5% và chất cải biến nền Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 50ppm.

\* *Các mẫu nước không xử lý bằng đá ong biến tính*: Thêm nền axit HNO<sub>3</sub> 0,5% và chất cải biến nền Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 50ppm.

Tiến hành kiểm tra nồng độ As trong các mẫu nước trước và sau khi xử lý bằng đá ong biến tính bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa (GF - AAS). Kết quả thu được chỉ ra ở bảng 3.21

*Bảng 3.21: Kết quả phân tích mẫu thực*

STT	Tên mẫu nước	Nồng độ As trước xử lý (ppb)	Nồng độ As sau xử lý (ppb)	Hiệu suất xử lý (%)
1	Xóm 2	47,8	2,2	95,4
2	Xóm 6	55,7	2,5	95,5
3	Xóm 9	9,8	---	---
4	Xóm 13	65,0	3,8	94,2
5	Xóm 17	27,5	1,7	93,8

Qua phân tích một số mẫu thực ở khu vực một số xóm trong xã Cổ Nhuế - Huyện Từ Liêm - Thành phố Hà Nội, chúng tôi nhận thấy hầu hết các mẫu nước lấy đều nhiễm As trong nước ngầm nhưng ở hàm lượng nhỏ, sau khi xử lý bằng vật liệu hấp phụ đá ong biến tính (M<sub>2</sub>) đã loại bỏ được lượng As trong nước ngầm với hiệu suất xử lý khá cao (đạt từ 93,8% đến 95,5%). Hàm lượng As sau khi xử lý nằm trong giới hạn cho phép là < 10ppb.

## CHƯƠNG 4: KẾT LUẬN

Với mục đích phân tích As trong quá trình xử lý nước ngầm bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (GF - AAS), chúng tôi đã đạt được một số các kết quả sau:

- Đã tối ưu được một số các điều kiện thực nghiệm đo phổ As bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử trong đó: Bước sóng = 193,7nm, cường độ dòng đèn I = 12mA, khe đo 0,5nm, nhiệt tro hóa là 1300<sup>0</sup>C, nhiệt nguyên tử hóa là 2400<sup>0</sup>C, nền axit HNO<sub>3</sub> 0,5%, chất cải biến nền là Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 50ppm, ảnh hưởng của các cation là không đáng kể, anion PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> làm giảm cường độ vạch phổ khi nồng độ cao gấp 500 lần nồng độ As, anion SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup> làm tăng cường độ vạch phổ khi nồng độ cao gấp 500 lần nồng độ As.
- Đã xây dựng được quy trình điều chế vật liệu bằng cách biến tính đá ong tự nhiên với dung dịch Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> và Mn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, trong đó: Tỷ lệ số mol Fe<sup>3+</sup>/Mn<sup>2+</sup> là 3:1, pH cuối của quá trình điều chế vật liệu là pH = 4, thời gian đạt cân bằng hấp phụ của Fe<sup>3+</sup> và Mn<sup>2+</sup> lên vật liệu hấp phụ là 150 phút.
- Xác định được một số tính chất vật lý của vật liệu đá ong chưa biến tính (M<sub>1</sub>) và vật liệu đá ong biến tính (M<sub>2</sub>) cho thấy: Vật liệu biến tính có độ xốp và kích thước lỗ xốp đồng đều hơn vật liệu chưa biến tính; Xác định được hợp chất Goethite - Fe<sup>+3</sup>O(OH) dạng  $\alpha$  sau khi biến tính là 49,30% với mật độ pic khá dày, có khả năng hấp phụ rất tốt nhất với As. Thành phần Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sau khi biến tính là 28,16%
- Khảo sát được khả năng hấp phụ As trên vật liệu biến tính (M<sub>2</sub>) ở điều kiện tĩnh cụ thể là: Tại pH = 5 thì khả năng hấp phụ As lên vật liệu biến tính là tốt nhất, thời gian đạt cân bằng hấp phụ của As lên vật liệu biến tính là 120 phút, khi nồng độ đầu của As là 120 ppm thì dung lượng hấp phụ As lên vật liệu tăng không đáng kể.
- Xác định được mô hình hấp phụ As lên vật liệu hấp phụ phù hợp với phương trình tuyến tính Langmuir với độ tin cậy cao, dung lượng hấp phụ cực đại khá tốt  $q_{\max} = 12$  (mg/g)
- Đánh giá phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử GF - AAS để xác định hàm lượng vết As trong nước và phân tích được hàm lượng As trong mẫu thực trước và sau khi xử lý, kết quả cho thấy: Phương pháp có độ chính xác cao, phép đo As có sai số tương đối từ -3,2% đến +4%, phép đo có độ lặp lại tốt, độ lệch chuẩn tương đối nhỏ từ 0,995% đến 3,95%, hiệu suất thu hồi As của phương pháp này đạt từ 98% đến 99%, sau khi xử lý bằng vật liệu hấp phụ đá

ong biến tính ( $M_2$ ) đã loại bỏ được lượng As trong nước ngầm với hiệu suất xử lý khá cao (đạt từ 90,8% đến 95,5%). Hàm lượng As sau khi xử lý nằm trong giới hạn cho phép.

## References

### Tiếng việt

1. Trần Tứ Hiếu, Từ Vọng Nghi, Nguyễn Văn Ri, Nguyễn Xuân Trung (2007), *Hóa học phân tích phần II: Các phương pháp phân tích công cụ*, Nhà xuất bản Khoa học kỹ thuật, Hà Nội.
2. Phạm Luận (2003), *Phương pháp phân tích phổ nguyên tử*, Nhà xuất bản Đại học Quốc Gia Hà Nội.
3. Từ Vọng Nghi, Trần Cương Luyến, Phạm Luận (1990), *Một số phương pháp phân tích điện hóa hiện đại*, ĐHKHTN, ĐHQGHN.
4. Trần Văn Nhân (1999), *Hóa Lý tập 3*, NXB Giáo dục, Hà Nội.
5. Hoàng Nhâm (2000), *Hóa học vô cơ 2, 3*, Nhà xuất bản Giáo Dục, Hà Nội.
6. Mai Trọng Nhuận, Đỗ Văn Ái, Nguyễn Khắc Vinh (2000), *Một số đặc điểm phân bố Asen trong tự nhiên và vấn đề ô nhiễm Asen trong môi trường ở Việt Nam*, Báo cáo hội thảo quốc tế ô nhiễm Asen, Hà Nội.
7. Trần Thị Phương (2012), *Nghiên cứu sử dụng đá ong biến tính để xử lý Asen*, Khóa luận tốt nghiệp, Bộ môn công nghệ hóa học, ĐHKHTN, ĐH Quốc Gia Hà Nội.
8. Nguyễn Văn Ri, Tạ Thị Thảo (2006), *Thực tập hóa học phân tích*, ĐHKHTN, ĐHQGHN
9. Tạ Thị Thảo (2012), *Giáo trình thống kê trong hóa phân tích*, ĐHKHTN, ĐHQGHN
10. Tạ Thị Thảo, Chu Xuân Anh, Đỗ Quang Trung, Trần Văn Cường (2005), *Đo quang xác định As sau khi hấp thụ Asin bằng hỗn hợp  $AgNO_3$  - PVA -  $C_2H_5OH$* , *Tạp chí Phân tích Hóa, Lý và Sinh học*, 10( 4), tr. 46 - 53.
11. Tạ Thị Thảo, Chu Xuân Anh, Đỗ Quang Trung, Nguyễn Văn Phúc, Nguyễn Thị Hoa (2006), *Nghiên cứu các điều kiện trắc quang xác định Asen dưới dạng dị đa Asenomolipdic*, Luận văn thạc sỹ khoa học, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc Gia Hà Nội.
12. Tiêu chuẩn Việt Nam TCVN 5993 - 1995, *Chất lượng nước lấy mẫu hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu*, Hà Nội.
13. Nguyễn Xuân Trung, Phạm Hồng Quân, Tạ Thị Thảo, Nguyễn Tiến Luyến, (2010), “Nghiên cứu khả năng tách và xác định lượng vết As(III), As(V) trong mẫu nước bằng kỹ thuật chiết pha rắn và phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử hiđrua hóa (HVG - AAS)”, *Tạp chí Phân tích Hóa, Lý và Sinh học*, 15(3), tr. 21 - 23.

14. Nguyễn Xuân Trung, Tạ Thị Thảo, Phạm Hồng Quyên, Nguyễn Thị Thu Hằng (2009), “Phân tích tổng hàm lượng As vô cơ trong mẫu nước ngầm ở Nam Tân, Nam Sách, Hải Dương bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử dùng kỹ thuật hidrua hóa (HVG - AAS)”, *Tạp chí Hóa học*, 47 (2), tr. 308 - 313.
15. Hoàng Vân (2006), Nhiễm độc Asen đang đe dọa sức khỏe hàng trăm triệu người dân trên thế giới, *Tạp chí công nghệ hóa chất*, 9 (16), tr. 24.
16. Viện vệ sinh - Y tế công cộng (2006), *Ô nhiễm asen tại 4 tỉnh đồng bằng sông Cửu Long: Long An, Đồng Tháp, An Giang, Kiên Giang*, Báo cáo tổng kết dự hợp tác với UNICEP
17. Ngô Thị Mai Việt (2009), *Ứng dụng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử để nghiên cứu tính chất hấp phụ các kim loại nặng của đá tổ ong và khả năng ứng dụng trong phân tích*, Luận án tiến sĩ, ĐHKHTN, ĐH Quốc Gia Hà Nội.
18. Viện Y học lao động và vệ sinh môi trường - Bộ Y tế (2005), *Điều tra sơ bộ về các ảnh hưởng độc hại của arsenic tới sức khỏe cộng đồng dân cư hai tỉnh Hà Nam và Hưng Yên*, Hà Nội.

#### **Tiếng anh**

19. Foster Dee Snell and Leslie S.Ettre (1970), “Encyclopedia of inditrustrial” *Chemical analysis*, 75(21), pp. 43 - 45.
20. M.Luisa Cervera, Patriccia Cava - Montesino, Agustin pastor, Miguel de la Guardia (2003), “Determination of arsenic and antimony in milk by hydride generation atomic fluorescence spectrometry”, *Talanta*, 60(17), pp. 797-799. “ ”
21. M.Kopanica, L.Novotny (1998), “Determination of traces of arsenic(III) by anodic stripping voltammetry in solutions, natural waters and biological material”, *Analyca chimica Acta*, 368(2), pp. 211-218.
22. Jérôme Michon, Véronique Deluchat, Raad Al Shukry, Christophe Dagot, Jean-haude Bollinger (2007), “optimization of GF - AAS method for determination of total inorganic arsenic in drinking water”, *Talanta*, 71(3), pp. 479 - 484.
23. T.Ferri, R.Morabito, B.M.Petronio and E.Pitti (1989), “Differential pulse polarographic determination of Arsenic, Selenium and Tellurium at levels”, *Talanta*, 36(12), pp. 1259 - 1263.s
24. Thusutha Rupasinghe, Terence J.Cardwell, Robert W.Cattrall, Maria D.Lugue de Castro, Spas D.Kolev, “Pervaporation - flow injection determition of Arsenic based on hydride eneration and the Molybdenum blue reaction”, *Analytica Chimica Acta*, 445(8), pp. 229 - 238