

Nguyễn Việt Huyền, Nguyễn Văn Dục

VẤN ĐỀ ĐỊNH LƯỢNG TRỰC TIẾP CHÌ TRONG SỮA BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

MỞ ĐẦU

Thời gian qua, nhiều phòng thí nghiệm ở nước ta đã định lượng chì trực tiếp trong sữa bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử. Nhìn chung, kết quả phân tích trên cùng một số mẫu chênh lệch khá nhiều giữa các phòng thí nghiệm và hàm lượng chì tìm thấy là qua cao so với phương pháp khác. Phương pháp trắc quang dùng dithison và phương pháp von-ampe là thích hợp cho các kết quả gần trùng nhau và phản ánh đúng hàm lượng chì trong sữa. Điều đó đã được minh chứng bằng phương pháp thêm, thực hiện tại Bộ môn Hóa Phân tích - Trường ĐHTH Hà Nội.

Ở đây chúng tôi muốn thông báo vì sao phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử đo chì trực tiếp trong sữa lại mắc sai số lớn như vậy.

PHẦN THỰC NGHIỆM

Chúng tôi điều chế các dung dịch giả có thành phần tương tự như dung dịch mẫu, dùng phương pháp cô lập để nghiên cứu ảnh hưởng của từng nguyên tố. Mẫu sữa sau khi hóa chỉ còn lại các hợp chất vô cơ. Thành phần vô cơ chủ yếu trong các loại sữa đang thịnh hành trên thị trường nước ta là:

| | |
|----------------------------|---------------------------|
| Na 140-175 mg/100g sữa khô | Cl 315-380mg/100g sữa khô |
| K 525-607 - | Fe 1-4 - |
| Ca 420-425 - | Cu 0,3-0,4 - |
| Mg 31-40 - | Mn 0,5-26 - |
| P 210-310 - | Zn 0,3-0,8 - |

Các kết quả được đo trên máy phổ hấp thụ nguyên tử "Nippon Jarrell Ash AA-1 M" nhân quang điện giải hẹp, dòng đốt đèn catot rỗng 10mA, ngọn lửa không khí axetylen tỷ bước sóng đo 283,3 nm. Các hóa chất dùng đều là loại tinh khiết phân tích, nước cất hai lần.

KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Trong phân tích sữa, nồng độ chì thông thường trong dung dịch đo là vào khoảng 0,1 $\mu\text{g/ml}$. Thực tế phân tích không cho phép tăng lượng mẫu lên quá lớn. Nồng độ chì này để phát hiện bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử với điều kiện có thiết bị tốt và độ nhạy tối đa. Tuy nhiên, nồng độ chì nhỏ như vậy mà phổ hấp thụ nguyên tử vẫn đo được rất lớn. Đó là do ảnh hưởng của các nguyên tố có mặt trong hỗn hợp.

Sau khi đã nghiên cứu nhiều dãy dung dịch của chì với từng nguyên tố kể trên và tổ hợp của chúng, bốn, năm v.v.. nguyên tố, chúng tôi thấy các nguyên tố Na, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn, Cl nồng độ tương đương như trong dung dịch mẫu hầu như không gây ảnh hưởng đến tín hiệu hấp thụ chì; các nguyên tố Ca, P, K với nồng độ tương đương như trong dung dịch mẫu cho tín hiệu hấp thụ lớn (Ca, P) và khá lớn ở bước sóng 283,3nm, và do đó làm hàm lượng chì tăng lên một giá trị giả tạo. Nếu lấy tín hiệu hấp thụ của dung dịch chì 0,1 μ g/ml làm đơn vị thì tín hiệu đo được của các hỗn hợp Pb, Ca, P, K được trình bày trong bảng sau:

| N ^o | Pb[μ g/ml] | Ca[μ g/ml] | P[μ g/ml] | K[μ g/ml] | tín hiệu đo được |
|----------------|-----------------|-----------------|----------------|----------------|------------------|
| 1 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 1 |
| 2 | 0,1 | 2,1 | 0 | 0 | 5 |
| 3 | 0,1 | 0 | 1,55 | 0 | 3 |
| 4 | 0,1 | 0 | 0 | 3,0 | 1,3 |
| 5 | 0,1 | 2,1 | 1,55 | 0 | 7 |
| 6 | 0,1 | 2,1 | 1,55 | 3,0 | 7,2 |

Rõ ràng là những tín hiệu hấp thụ giả làm sai lệch kết quả phân tích rất lớn. Khi dùng đường chuẩn, lượng chì tìm thấy tăng từ 5 đến 10 lần hàm lượng thực.

Thực nghiệm cũng cho thấy rằng ngay khi không có chì trong dung dịch các nguyên tố Ca, Mg đều cho tín hiệu hấp thụ ở bước sóng 283,3nm mặc dầu bức xạ cộng hưởng của các nguyên tố này cách xa 283,3nm. Magiê có bước sóng hấp thụ (285,2nm) khá gần với bước sóng hấp thụ chì nhưng Mg không gây hiện tượng hấp thụ giả. Điều đó chứng tỏ không có nhiễu loạn về bước sóng mà nguyên nhân là ở ngay trong ngọn lửa nguyên tử hóa. Chúng tôi cho rằng sự tán xạ ở bước sóng này đóng vai trò quan trọng. Sự tán xạ gây ảnh hưởng mạnh tới các nguyên tố hấp thụ ở bước sóng thấp, đặc biệt là Asen, Selen, Kẽm, Cadmi, Chì [1]. Canxi và Photpho có thể tạo ra những hạt vô cùng nhỏ, chúng có thể là những phân tử không phân li hoặc những gốc tự do. Những hạt này gây tán xạ giống như các dung dịch đục trong trắc quang.

Thêm LaO_3 như một chất "giải tỏa" vào dung dịch tới nồng độ 1% không làm giảm ảnh hưởng của hấp thụ giả.

Người ta có nhiều cách để hiệu chỉnh hấp thụ giả [2] nhưng đòi hỏi phải có thiết bị tốt và khi phân tích phải giàu kinh nghiệm.

Để loại trừ ảnh hưởng của các nguyên tố khác người ta thường chiết chì dưới dạng phức với Dithionit (Amoni Pyroolidin Dithiocacbammat) bằng MIBK (Metyl iso Butyl Xeton) hoặc HCl_3 [3,4,5]

Chúng tôi đề nghị dùng phương pháp von-ampe hòa tan dùng cực rỗng đĩa quay bằng than hoạt tính hoặc cực giọt Hg tĩnh để phân tích chì trong sữa. Phương pháp này có độ nhạy đối với chì cao hơn phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử. Độ nhạy của phương pháp von-ampe hòa tan là sai số tương đối cỡ 10% và độ lặp lại cao [6]. Đặc biệt là phương pháp von-ampe hòa tan không đòi hỏi phải tách chì khỏi các nguyên tố vô cơ trong sữa. Về mặt này phương pháp von-ampe hòa tan tiện lợi hơn và nhanh hơn phương pháp trắc quang dùng dithionit.

KẾT LUẬN

Không thể dùng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử để định lượng chì trong sữa mà phải chiết chì trước. Lý do:

- 1) Phổ hấp thụ nguyên tử không đủ độ nhạy đối với Pb.
- 2) Các nguyên tố Ca, P, K trong sữa có hàm lượng rất lớn, chúng gây hiện tượng hấp thụ nền và làm sai lệch kết quả phân tích Pb.

Đề nghị dùng phương pháp von-ampe hòa tan để định lượng trực tiếp Pb trong sữa.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. W. J. Price. Spectrochemical Analysis by atomic absorption. Heyden, London., 1979. tr. 11
2. R. A. Newstead, W. J. Price, P. J. Whiteside. Progress in Analytical Atomic Absorption (1978), tr. 267.
3. Osberghaus. Z. Anal. Chem., **332** (1985), tr. 739
4. Burguera. Anal. Chim. Acta. **186** (1986), tr. 273.
5. M. Knowles. Varian instruments at work, No AA-76, August 1987.
6. Tài liệu lưu trữ của bộ môn Hóa Phân tích, ĐHTH Hà nội.

Nguyen Viet Huyen, Nguyen Van Duc

THE DETERMINATION OF LEAD IN THE MILK BY ATOMIC ABSORPTION

The determination of lead in the milk by atomic absorption method without extraction was not possible. This determination is impossible because of the low sensitivity of the method to lead, and background absorption and scatter caused by the presence of Ca, P, K in the solution being analyzed. Application of the stripping voltammetry for direct determination of lead in the milk is suggested.

Bộ môn HVC -ĐHTH Hà Nội

Nhận ngày 1-12-1985