

SỬ DỤNG KỸ THUẬT CHIẾT ĐIỂM MÙ KẾT HỢP VỚI PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ PHÂN TỬ ĐỂ XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KẼM TRONG MỘT SỐ MẪU RAU THƯƠNG PHẨM TẠI ĐÀ LẠT

Trần Thị Hoài Linh*, Lê Thị Thanh Trân, Nguyễn Thị Tô Uyên

Trường Đại học Đà Lạt

*Email: linhthh@dlu.edu.vn

Ngày nhận bài: 03/12/2019; Ngày chấp nhận đăng: 12/3/2020

TÓM TẮT

Một kỹ thuật mới trong số các kỹ thuật hóa học xanh - kỹ thuật chiết điểm mù (cloud-point extraction) kết hợp với phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử đã được phát triển để xác định kẽm có trong một số mẫu rau thương phẩm được trồng tại Đà Lạt, sử dụng thuốc thử 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN) trong môi trường Triton X-100. Phức chất màu hồng được tạo ra giữa Zn^{2+} và PAN trong môi trường pH 8,5, với độ hấp thụ cực đại tại bước sóng 545nm. Phương pháp đạt được giới hạn phát hiện 0,12 mg/kg, với độ lặp lại RSD = 0,13% và độ thu hồi 89,3%.

Từ khóa: Chiết điểm mù, phân tích cây trồng, Zn, phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Kẽm (Zn) là một nguyên tố vi lượng cần thiết cho sự phát triển của động thực vật và con người. Đối với thực vật, lượng kẽm đóng vai trò quan trọng như một chất xúc tác trong quá trình quang hóa, xúc tác hoạt động của các enzym trong mô của tế bào. Vi lượng kẽm được cung cấp đầy đủ sẽ kích thích sự tăng trưởng và nâng cao năng suất cây trồng. Đối với con người và động vật, kẽm cũng có vai trò đặc biệt quan trọng, thiếu hụt kẽm có thể gây ra một số bệnh làm cơ thể phát triển không bình thường [1]. Trong những năm gần đây, việc xác định hàm lượng nguyên tố vi lượng, trong đó có kẽm, trong đối tượng phân tích là rau xanh nhận được sự quan tâm của nhiều nhà khoa học trong nước cũng như quốc tế bởi vì rau xanh là một nguồn thực phẩm có vai trò rất quan trọng đối với con người. Tuy nhiên, do thói quen canh tác, lạm dụng phân bón, thuốc bảo vệ thực vật, quy trình chăm bón chưa thật sự khoa học đã để lại một hậu quả đáng lo ngại là không những có sự tồn dư của các hóa chất độc hại (thuốc bảo vệ thực vật) mà hàm lượng các chất có lợi như các nguyên tố cần thiết (đồng, kẽm, sắt,...) đã tăng lên nhiều lần, đôi khi vượt mức cho phép [2, 3]. Bên cạnh đó, do hàm lượng của nguyên tố vi lượng trong thực phẩm nói chung và rau xanh nói riêng nhỏ nên cần có một phương pháp phân tích cũng như thiết bị đi kèm có đủ độ nhạy và độ chính xác cao là điều cần thiết.

Ngày nay, với việc ra đời nhiều kỹ thuật phân tích kim loại đạt độ nhạy cao, lượng mẫu sử dụng nhỏ, phương pháp chuẩn bị mẫu tiên tiến. Tuy nhiên, đi liền theo đó là chi phí cho đầu tư thiết bị đến giá thành phân tích cũng không nhỏ. Song hành với các phương pháp hiện đại, các phòng thí nghiệm nhỏ vẫn trung thành với các phương pháp truyền thống, đặc biệt là phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử và phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử. Bên cạnh đó, các kỹ thuật chuẩn bị mẫu trước đây khi phân tích kẽm thường đi theo hướng chiết

dung môi, với độ nhạy khá cao, chi phí có quy trình tốn kém, nhưng cũng có quy trình ít tốn kém và đặc biệt lượng dung môi hữu cơ thải ra môi trường cũng không phải là nhỏ.

Ở Việt Nam, kỹ thuật chiết điểm mù cũng chưa được nghiên cứu nhiều mặc dù nó rất phổ biến ở nước ngoài [4-9]. Kỹ thuật chiết điểm mù là kỹ thuật đơn giản, hiệu quả cao, ít tốn kém, sử dụng chất hoạt động bề mặt thay cho dung môi hữu cơ nên ít độc hại, dễ phân hủy ở môi trường. Hơn nữa, với những ưu điểm vượt trội như: khả năng làm giàu chất phân tích cao, hiệu suất thu hồi và hệ số làm giàu cao nhờ thu chất phân tích vào thể tích chất hoạt động bề mặt vào khoảng 0,2-0,4 mL. Ngoài ra, khả năng tách pha phụ thuộc vào bản chất của chất phân tích ở điều kiện nghiên cứu. Yếu tố làm giàu có thể thay đổi bằng cách thay đổi lượng chất hoạt động bề mặt tức thay đổi thể tích pha làm giàu. Điều này cho phép phác họa sơ đồ phân tích với các yếu tố tách phù hợp với lượng chất phân tích cần xác định, thể tích mẫu và kỹ thuật sử dụng.

Với những hướng đi của hóa học xanh trong những năm gần đây, nghiên cứu này nhằm phát triển một kỹ thuật chuẩn bị mẫu thân thiện với môi trường. Phương pháp dựa trên sự tạo phức của Zn^{2+} với 1-(2-pyridylazo)-2-naphtol (PAN) trong sự có mặt của chất hoạt động bề mặt Triton X-100. Nhóm nghiên cứu cũng kỳ vọng một sự phát triển mạnh mẽ của kỹ thuật chuẩn bị mẫu này trong thời gian tới, nhằm đóng góp vào việc bảo vệ môi trường cũng như một phương pháp thân thiện trong hóa học phân tích.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Thiết bị - Dụng cụ

Máy quang phổ 6405/UV-Vis Jenway; máy đo pH Hanna HI 2550 (Hanna, Rumani); cân phân tích (10^{-4} g, Ohaus); máy ly tâm (Hettich, Rotina 35, Đức); bể điều nhiệt (Lauda, Đức); tủ sấy (Mettmert, Đức); lò nung (Nabertherm, Đức); máy nghiền mẫu phân tích (IKA, Đức), micropipette; các dụng cụ thủy tinh,...

2.2. Hóa chất

Tất cả hóa chất sử dụng đều là hóa chất tinh khiết phân tích, P.A - Mecrk: Triton X-100 (polyethylene glycol tert-octylphenylether), 1-(2-pyridylazo)-2-naphtol (PAN), dung dịch chuẩn Zn 1000ppm, HCl, KCl, NaOH, NaCl, Na_2SO_4 , Na_2CO_3 , $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, $MnSO_4 \cdot H_2O$, $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, $Pb(NO_3)_2$, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, H_3BO_3 , $CaCl_2 \cdot 2H_2O$, $NiSO_4 \cdot H_2O$, $CdSO_4 \cdot H_2O$, C_2H_5OH , nước cất.

2.3. Đối tượng nghiên cứu

Các mẫu rau được thu mua tại các chợ khu vực Đà Lạt. Mẫu rau được bỏ phần già, phần bị hỏng, chỉ giữ lại phần ăn được, rửa sạch bằng nước máy, rửa lại bằng nước cất, để ráo nước. Đem cân, xác định trọng lượng tươi. Dùng dao inox và thớt gỗ (tráng nước cất) cắt nhỏ rau, sấy ở nhiệt độ $70^\circ C$ cho đến khối lượng không đổi. Đem cân để xác định trọng lượng khô. Mẫu rau khô được xử lý bằng phương pháp vô cơ hóa ướt (sử dụng hỗn hợp axit HNO_3 và $HClO_4$), sau đó dùng dung dịch này để xác định hàm lượng kẽm trong các mẫu rau.

2.4. Phương pháp nghiên cứu

Nghiên cứu đã sử dụng kỹ thuật chiết điểm mù kết hợp với phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử để xác định hàm lượng kẽm theo các giai đoạn như sau:

Giai đoạn 1: cho vào ống ly tâm dung tích 10 mL một lượng dung dịch chuẩn Zn^{2+} , thêm vào dung dịch đệm pH 8,5, dung dịch PAN $10^{-3}M$, dung dịch Triton X-100 2%, dung dịch NaCl 5%, cuối cùng thêm nước cất (để đạt tổng thể tích bằng 10 mL).

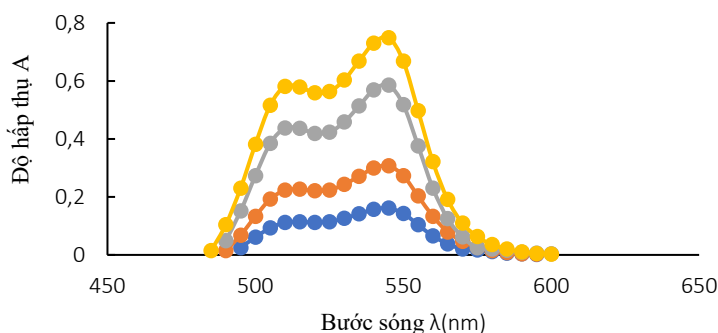
Giai đoạn 2: đem hỗn hợp cho vào bể điều nhiệt được điều chỉnh ở nhiệt độ $50^{\circ}C$ trong 20 phút. Tiếp theo, lấy ra ly tâm 5 phút với tốc độ 3500 vòng/phút.

Giai đoạn 3: tách phần kết tủa chứa chất cần phân tích, làm lạnh phần kết tủa này trong hỗn hợp muối đá 10 phút. Sau đó phần kết tủa được hòa tan bằng C_2H_5OH và tiến hành đo độ hấp thụ của dung dịch ở bước sóng cực đại với cuvet thạch anh có chiều dày 1 cm.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Khảo sát phổ hấp thụ cực đại

Trong nghiên cứu này, dùng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử kết hợp với kỹ thuật chiết điểm mù để xác định hàm lượng kẽm. Phổ hấp thụ của các nồng độ khác nhau của phức Zn(II) và PAN được thể hiện ở Hình 1. Theo đó, các phức màu khảo sát đều có cực đại hấp thụ tại bước sóng 545 nm. Vì vậy, bước sóng cực đại này sẽ được sử dụng trong những nghiên cứu tiếp theo.



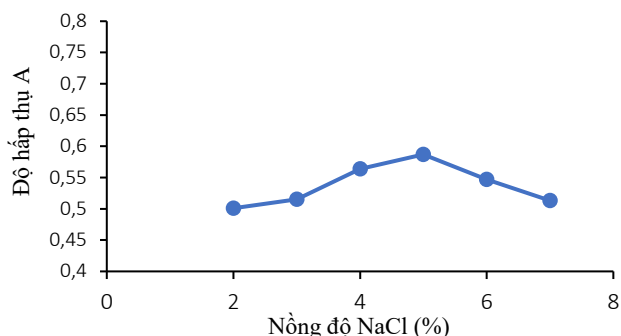
Hình 1. Phổ hấp thụ của các nồng độ khác nhau của phức Zn(II)-PAN

3.2. Ảnh hưởng của chất điện ly

Nhiệt độ điểm mù có thể được hạ xuống bằng cách thêm một lượng muối nhằm giúp cho quá trình tách pha dễ dàng hơn. Do đó trong nghiên cứu này, để đánh giá ảnh hưởng của chất điện ly, các thí nghiệm được thực hiện bằng cách thêm vào nhiều loại muối khác nhau và với nồng độ khác nhau đối với loại muối tối ưu. Kết quả thể hiện ở Bảng 1 và Hình 2. Kết quả trên Hình 2 chỉ ra rằng: khi cho thêm nồng độ NaCl 5% thì thấy khả năng chiết phức là tốt nhất, ứng với độ hấp thụ đạt giá trị cao nhất, những nồng độ cao hơn 5% sẽ làm độ hấp thụ giảm đi. Vì thế, nồng độ tối ưu của NaCl được lựa chọn trong những thí nghiệm tiếp theo là 5% (1,00 mL).

Bảng 1. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của các chất điện ly

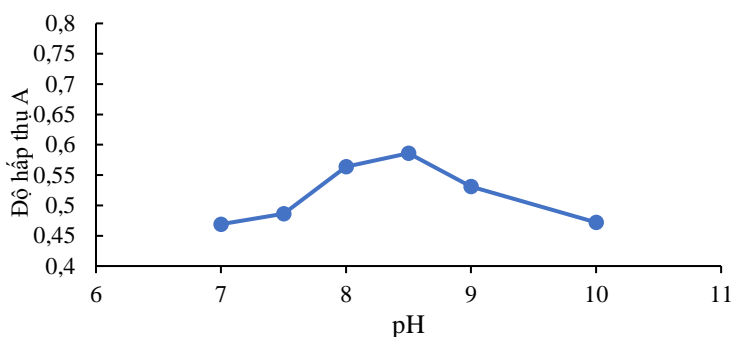
STT	Muối (5%)	Độ hấp thụ (A)
1	Mg_2SO_4	0,507
2	Na_2SO_4	0,481
3	Na_2CO_3	0,447
4	NaCl	0,587



Hình 2. Ảnh hưởng nồng độ NaCl thêm vào

3.3. Ảnh hưởng của pH

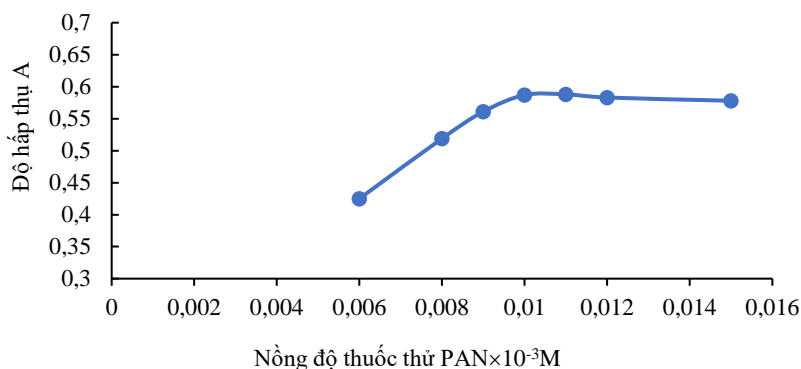
Trong quá trình chiết điếm mù, pH đóng vai trò quan trọng trong việc hình thành phức kim loại với thuốc thử và độ hấp thụ phụ thuộc vào pH. Phức của Zn(II) và PAN được hình thành trong môi trường kiềm, do đó việc khảo sát sự ảnh hưởng của pH đến độ hấp thụ của phức ở một nồng độ xác định trong pha giàu chất hoạt động bề mặt được nghiên cứu trong khoảng pH 7-10. Kết quả trên Hình 3 cho thấy pH có ảnh hưởng tới độ hấp thụ quang. Độ hấp thụ quang cao nhất ở hệ đệm có pH 8,5 hay ở pH 8,5 phức giữa Zn^{2+} và PAN tạo thành là tốt nhất.



Hình 3. Ảnh hưởng của pH đến độ hấp thụ

3.4. Ảnh hưởng của nồng độ thuốc thử PAN

Ảnh hưởng của thuốc thử PAN đến quá trình chiết được khảo sát từ khoảng nồng độ $0,006 \times 10^{-3} M$ đến $0,015 \times 10^{-3} M$. Kết quả thu được như sau:

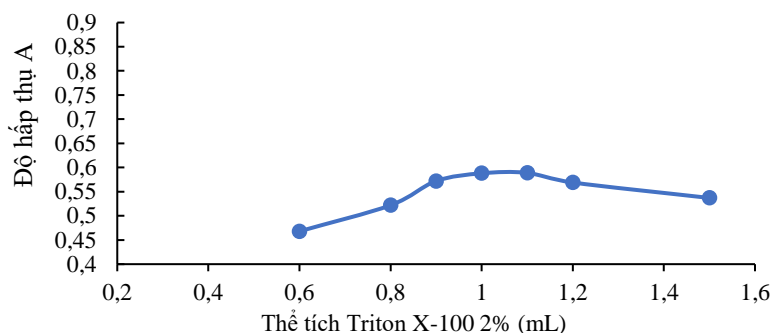


Hình 4. Ảnh hưởng của nồng độ PAN

Kết quả trên Hình 4 cho thấy, độ nhạy của phương pháp gia tăng với sự tăng của nồng độ thuốc thử và độ nhạy đó sẽ giảm dần ở nồng độ thuốc thử cao hơn. Khi tăng nồng độ PAN làm tăng nồng độ của phức, nhưng ở nồng độ cao hơn thì nồng độ thuốc thử không tạo phức trong pha giàu chất hoạt động bề mặt sẽ tăng lên. Chính vì vậy, có khả năng làm giảm độ hấp thụ ở nồng độ cao hơn vì xảy ra hiện tượng cạnh tranh giữa phức và thuốc thử chưa tạo phức (thuốc thử dư). Với lượng dung dịch PAN có nồng độ từ $0,006 \times 10^{-3} \text{M}$ đến $0,009 \times 10^{-3} \text{M}$ thì độ hấp thụ tăng tương đối nhiều. Với nồng độ lớn hơn từ $0,010 \times 10^{-3} \text{M}$ tới nồng độ $0,011 \times 10^{-3} \text{M}$ thì độ hấp thụ tương đối ổn. Từ nồng độ lớn hơn $0,012 \times 10^{-3} \text{M}$ thì độ hấp thụ có xu hướng giảm, độ hấp thụ quang đạt giá trị cực đại tại nồng độ $0,010 \times 10^{-3} \text{M}$. Do vậy nồng độ $0,010 \times 10^{-3} \text{M}$ được chọn cho những thí nghiệm tiếp theo.

3.5. Ảnh hưởng của lượng chất hoạt động bề mặt Triton X-100

Triton X-100 là một trong những chất hoạt động bề mặt không ion được sử dụng nhiều trong kỹ thuật chiết điểm mù vì có độc tính thấp, giá thành rẻ và hiệu quả sử dụng tốt. Do đó, nghiên cứu này đã khảo sát sự ảnh hưởng của lượng Triton X-100 2% (v/v) đến quá trình chiết điểm mù được nghiên cứu trong khoảng thể tích 0,60-1,50 mL và giữ nguyên các điều kiện khác. Kết quả thể hiện ở Hình 5.

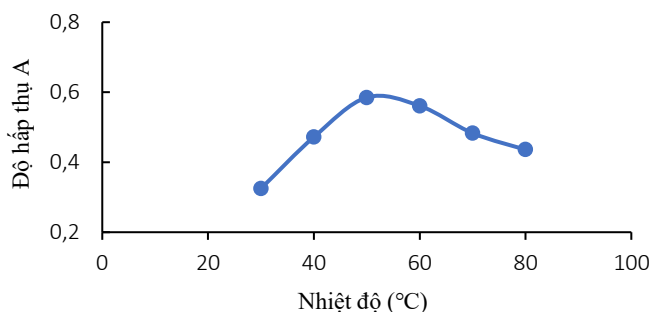


Hình 5. Ảnh hưởng của lượng chất hoạt động bề mặt đến độ hấp thụ

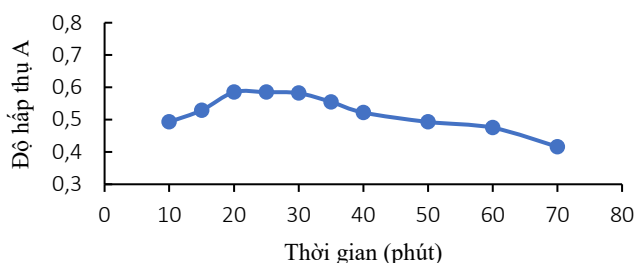
Kết quả trên Hình 5 cho thấy, ứng với lượng 1,00 mL Triton X-100 2% (v/v) thì độ hấp thụ quang đạt giá trị cao nhất. Vì vậy, lượng Triton X-100 2% (1,00 mL) được lựa chọn cho các khảo sát tiếp theo.

3.6. Ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian gia nhiệt

Nhiệt độ và thời gian gia nhiệt là hai yếu tố cần thiết để phản ứng xảy ra hoàn toàn và sự phân tách pha dễ dàng, hoàn toàn và hiệu quả làm giàu cao. Để lựa chọn được điều kiện tối ưu với thời gian gia nhiệt ngắn nhất và nhiệt độ thấp nhất. Hai yếu tố ảnh hưởng trên được khảo sát trong khoảng từ nhiệt độ 30°C đến 80°C và từ 5 đến 70 phút.



Hình 6. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến độ hấp thụ



Hình 7. Ảnh hưởng của thời gian gia nhiệt

Kết quả ở Hình 6 và Hình 7 cho thấy, ứng với nhiệt độ 50°C và thời gian gia nhiệt từ 20 phút đến 30 phút sẽ cho kết quả giá trị độ hấp thụ tương đối ổn định. Do vậy, ở nhiệt độ 50°C và thời gian gia nhiệt là 20 phút được chọn cho thí nghiệm tiếp theo.

3.7. Ảnh hưởng nguyên tố cản

Thuốc thử PAN là một thuốc thử không chọn lọc, phản ứng hầu hết với các ion kim loại. Một cách phổ quát, thành phần các nguyên tố đa lượng và vi lượng có trong các mẫu rau khảo sát gồm có Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , Cd^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{3+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} . Do vậy, phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử khi xác định kẽm bằng thuốc thử PAN sẽ bị cản trở bởi những nguyên tố trên. Kết quả khảo sát như sau:

Bảng 2. Khảo sát ion cản

STT	Ion cản	[ion cản]:[Zn ²⁺]
1	Ca ²⁺	750
2	Mg ²⁺	1000
3	K ⁺	1000
4	Na ⁺	1000
5	Cd ²⁺	7,5
6	Mn ²⁺	50
7	Fe ³⁺	3
8	Pb ²⁺	10
9	Cu ²⁺	8
10	Ni ²⁺	7,5

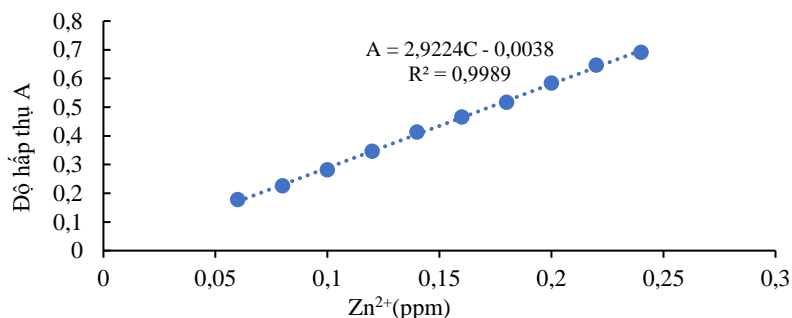
Từ kết quả ở Bảng 2 cho thấy: tất cả các ion kim loại trên đều ít nhiều tạo phức với thuốc thử PAN trong điều kiện phản ứng của kẽm. Tuy nhiên, so sánh với hàm lượng thực tế của các ion trên trong mẫu rau, nhóm tác giả nhận thấy quá trình xác định hàm lượng kẽm bằng thuốc thử PAN trong các mẫu rau, củ sẽ không bị cản trở bởi những ion này.

3.8. Xây dựng đường chuẩn, xác định giới hạn phát hiện của phương pháp

Đường chuẩn xác định hàm lượng kẽm được thể hiện ở Hình 8, phương trình có dạng $A = 2,9224C - 0,0038$, trong đó C là hàm lượng (ppm).

Giới hạn phát hiện của phương pháp (LOD) được xác định dựa vào cơ sở của tỉ số giữa tín hiệu chất phân tích và tín hiệu nhiễu nền (tỉ số S/N) và tính toán bởi phương pháp dựa vào hệ số góc (a) và độ lệch chuẩn (SD) của giá trị số dư trên đường hồi quy tuyến tính $y = ax + b$. Theo

đó, $LOD = 3 \times SD/a$. Giá trị số dư được tính toán dựa vào công cụ Regression của phần mềm Excel. Từ đó, LOD được xác định là 0,12 ($\mu\text{g/g}$).



Hình 8. Xây dựng đường chuẩn

Giới hạn phát hiện của phương pháp (LOD) được xác định dựa vào cơ sở của tỷ số giữa tín hiệu chất phân tích và tín hiệu nhiễu nền (tỷ số S/N) và tính toán bởi phương pháp dựa vào hệ số góc (a) và độ lệch chuẩn (SD) của giá trị số dư trên đường hồi quy tuyến tính $y = ax + b$. Theo đó, $LOD = 3 \times SD/a$. Giá trị số dư được tính toán dựa vào công cụ Regression của phần mềm Excel. Từ đó, LOD được xác định là 0,12 ($\mu\text{g/g}$).

3.9. Xác định độ lặp lại, độ đúng của phương pháp

Độ lặp lại được tính toán dựa vào giá trị độ lệch chuẩn tương đối (RSD). Theo Horwitz, khi phân tích những nồng độ nhỏ, thì sai số trong nội bộ phòng thí nghiệm nhỏ hơn 1/2 giá trị RSD được tính theo hàm Horwitz: $RSD_{Horwitz} = 2^{1-0,5 \lg C}$ thì đạt yêu cầu [10]. Kết quả ở Bảng 3 cho thấy, phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử kết hợp với kỹ thuật chiết điểm mù khi phân tích mẫu rau đạt độ lặp lại tốt.

Độ đúng của phương pháp phân tích được đánh giá qua độ thu hồi. Kết quả xác định hàm lượng kẽm thông qua 5 lần phân tích mẫu chuẩn cho độ thu hồi đạt 89,3%. Vậy phương pháp đạt được độ đúng tương đối tốt nên có thể áp dụng để phân tích hàm lượng kẽm trong mẫu thực tế.

Bảng 3. Kết quả thẩm định phương pháp phân tích

Nền mẫu ($\mu\text{g/g}$)	Giá trị tìm thấy ($\mu\text{g/g}$)	Độ thu hồi	Độ lặp lại	$\frac{1}{2} RSD_{Horwitz}$	Giới hạn phát hiện ($\mu\text{g/g}$)
30,94	27,68	89,5	0,13	4,85	0,12
30,94	27,63	89,3			
30,94	27,61	89,2			
30,94	27,58	89,1			
30,94	27,63	89,3			
Trung bình	27,63	89,3			

3.10. Phân tích mẫu thực tế

Kết quả xác định hàm lượng kẽm trong các mẫu rau như sau:

Bảng 4. Kết quả hàm lượng kẽm trong một số mẫu rau

STT	Mẫu rau	Hàm lượng mẫu khô (mg/kg)	Hàm lượng mẫu tươi (mg/kg)	Phần trăm chất khô
1	Lơ xanh	49,45 ± 0,93	5,38 ± 0,10	10,88
2	Lơ trắng	34,22 ± 0,72	3,25 ± 0,07	9,49
3	Khổ qua	30,96 ± 0,66	1,72 ± 0,04	5,55
4	Cải thảo	55,99 ± 0,85	2,94 ± 0,04	5,25
5	Bó xôi	54,15 ± 0,17	3,57 ± 0,01	6,60
6	Khoai tây	20,52 ± 0,39	3,93 ± 0,08	19,13
7	Cà rốt	16,08 ± 0,42	1,75 ± 0,05	10,90
8	Đậu Còve	45,33 ± 0,45	3,98 ± 0,04	8,78
9	Đậu Hà Lan	54,17 ± 0,28	6,23 ± 0,03	11,50
10	Củ dền	19,08 ± 0,26	2,33 ± 0,03	12,21
11	Xà lách	49,28 ± 0,51	2,63 ± 0,03	5,33
12	Côrôn	35,10 ± 0,46	1,76 ± 0,02	5,00

Bảng 5. So sánh kết quả xác định hàm lượng kẽm bằng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử (UV – VIS) với phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS)

STT	Mẫu rau	Hàm lượng mẫu khô (mg/kg), UV- VIS	Hàm lượng mẫu khô (mg/kg), AAS
1	Lơ xanh	49,45	55,56
2	Lơ trắng	34,22	39,33
3	Khổ qua	30,96	34,4
4	Cải thảo	55,99	63,62
5	Bó xôi	54,15	62,24
6	Khoai tây	20,52	22,55
7	Carốt	16,08	18,07
8	Đậu còve	45,33	49,81
9	Hà lan	54,17	60,87
10	Củ dền	19,08	21,68
11	Xà lách	49,28	54,76
12	Côrôn	35,10	39,89

Kết quả ở Bảng 4 cho thấy rằng: với mỗi loại rau khác nhau thì hàm lượng kẽm khác nhau (thấp nhất là hàm lượng kẽm trong khổ qua 1,72 mg/kg, cao nhất là hàm lượng kẽm trong đậu Hà Lan 6,23 mg/kg). So sánh kết quả phân tích với kết quả nghiên cứu của các tác giả Nguyễn Thị Ngọc Ân, Dương Thị Bích Huệ [3] có thể thấy một số mẫu rau trồng tại thành phố Đà Lạt có hàm lượng kẽm nhỏ hơn nhiều so với một số mẫu rau trồng ở ngoại ô thành phố Hồ Chí Minh như khổ qua: 1,72/3,28 mg/kg, xà lách: 2,63/3,42 mg/kg; bên cạnh đó có mẫu rau có hàm lượng gần như nhau như đậu còve: 3,98/3,76 mg/kg,... Sự khác biệt này có thể là do điều kiện thổ nhưỡng mỗi vùng miền là khác nhau, hơn nữa hàm lượng các nguyên tố vi

lượng trong rau, củ khác nhau thì khác nhau. Thêm vào đó, lượng kẽm mà cây hấp thụ được còn phụ thuộc vào việc sử dụng các hóa chất bảo vệ thực vật có nhân kẽm và loại đất canh tác, ngoài ra cây hấp thụ lượng kẽm còn phụ thuộc vào hàm lượng sắt và mangan có trong đất, vì lúc này sẽ xảy ra sự cạnh tranh của các nguyên tố này khi đi vào bộ rễ của cây. Khi hàm lượng sắt và mangan trong đất quá lớn sẽ làm giảm đáng kể việc hấp thụ kẽm của cây.

Kết quả ở Bảng 5 cho thấy rằng, hàm lượng kẽm khi phân tích bằng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử so với phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử là có thể chấp nhận được. Do đó, việc sử dụng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử kết hợp với kỹ thuật chiết điểm mù để tách và làm giàu ion kim loại trong mẫu rau là phù hợp, có thể ứng dụng vào phân tích hàm lượng kim loại khác trong mẫu rau.

4. KẾT LUẬN

Đã khảo sát và tìm các điều kiện tối ưu để xác định Zn^{2+} bằng sử dụng kỹ thuật chiết điểm mù kết hợp với phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử.

Đã ứng dụng quy trình xây dựng được để xác định hàm lượng kẽm trong một số mẫu rau với hiệu suất thu hồi tương đối tốt. Kết quả thu được cho thấy hàm lượng kẽm trong các mẫu rau khảo sát có hàm lượng kẽm đều nằm dưới ngưỡng tối đa trong rau theo quy định của Bộ Y tế (40 mg/kg) [11].

Với những kết quả ban đầu thu được đã mở ra hướng nghiên cứu mới và phạm vi ứng dụng của các phương pháp chiết hiện đại. Đồng thời, góp phần phát triển và hoàn thiện kỹ thuật chiết điểm mù trong thời gian sắp tới.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Phạm Luận - Vai trò của muối khoáng và các nguyên tố vi lượng đối với sự sống của con người, Trường Đại học Tổng hợp Hà Nội (2004).
2. Nguyễn Xuân Cự - Nghiên cứu sự hút thu Cu, Pb, Zn và tìm hiểu khả năng sử dụng phân bón để giảm thiểu sự tích lũy chúng trong rau cải xanh và rau xà lách, Báo cáo đề tài nghiên cứu khoa học, Đại học Quốc gia Hà Nội (2008).
3. Nguyễn Thị Ngọc Ân, Dương Thị Bích Huệ - Hiện trạng ô nhiễm kim loại nặng trong rau xanh ở ngoại ô Thành phố Hồ Chí Minh, Tạp chí Phát triển Khoa học và Công nghệ **10** (1) (2007) 53-62.
4. Nguyễn Xuân Trung và Lê Thị Hạnh - Nghiên cứu ứng dụng kỹ thuật chiết điểm mù (Cloud point extraction) và phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) xác định lượng vết ion kim loại, Tạp chí Phân tích Hóa, Lý và Sinh học **1** (21) (2016) 14-22.
5. Chen J., Teo K.C. - Determination of cadmium, copper, lead and zinc in water samples by flame atomic absorption spectrometry after cloud point extraction, Analytical Chimica Acta **450** (1-2) (2001) 215-222.
6. Alaa S. Amin, Ali M. Shams Eldin - Cold-induced aggregation microextraction technique based on ionic liquid for preconcentration and determination of zinc in environmental samples, Canadian Chemical Transactions **3** (4) (2015) 446-460.
7. Shawket K. Jawad, Faris H. Hayder - Determination and extraction of zinc (II) via cloud point methodology, International Journal of Applied Chemical Sciences Research **3** (1) (2015) 1-12.

8. Shawket K. Jawad, Faris H. Hayder - Optimization cloud point extraction methodology for separation, extraction and spectrophotometric determination of Zn(II), *Chemistry and Materials Research* **7** (3) (2015) 63-72.
9. Hadla S. Ferreira, Ana C.N. Santos, Lindomar A. Portugal, Antonio C.S. Costa, Manuel Miró, Sérgio L.C. Ferreira - Pre-concentration procedure for determination of copper and zinc in food samples by sequential multi-element flame atomic absorption spectrometry, *Talanta* **77** (1) (2008) 73-76.
10. James N Miller, Jane C Miller - *Statistics and chemometrics for analytical chemistry*, Pearson Education Limited (2005) 107-112.
11. Bộ Y tế - Quyết định số 46/2007/QĐ-BYT về việc ban hành “Quy định giới hạn tối đa ô nhiễm sinh học và hóa học trong thực phẩm”.

ABSTRACT

UTILIZATION OF CLOUD-POINT EXTRACTION COMBINED WITH MOLECULAR ABSORPTION SPECTROSCOPY FOR DETERMINATION OF ZINC FROM VEGETABLES TAKEN AT DALAT MARKETS

Tran Thi Hoai Linh*, Le Thi Thanh Tran, Ngyen Thi To Uyen
Dalat University

*Email: *linhthh@dlu.edu.vn*

A cloud-point extraction technique combined with atomic absorption spectroscopy was applied to determine amount of zinc ion from the selected commercial vegetables in Dalat. In this work, 1-(2-pyridylazo)-2- naphthol (PAN) and Triton X-100 were used as main chemical reagents. A pink-complexation was obtained via a reaction of Zn(II) and PAN at pH 8.5. This solution posed the maximum absorption wavelength of 545nm. Under the optimum conditions, the limit of detection (LOD) and relative standard deviation (RSD) of this method were 0.12 mg/kg and 0.13% respectively, while the recovery is 89.3%.

Keywords: Cloud-point extraction, plant analysis, zinc, spectrophotometry.