

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHÌ TRONG SƠN BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA

DETERMINATION OF LEAD CONTENT IN PAINTS USING FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY

Nguyễn Thị Thu Phương*, Trần Quang Hải,
Nguyễn Mạnh Hà, Nguyễn Thị Thoa, Đào Thu Hà,
Ngô Thúy Vân, Cao Văn Hiếu, Nguyễn Hoàng Yến

TÓM TẮT

Bài báo công bố kết quả nghiên cứu quy trình phân tích hàm lượng chì (Pb) trong sơn bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (F-AAS). Kết quả cho thấy phương pháp có độ lặp lại tốt ($RSD = 4,74\%$), giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng thấp ($LOD = 0,2157\text{mg/l}$, $LOQ = 0,718\text{mg/l}$), khoảng tuyến tính từ 0 - 20mg/l, với đường chuẩn là $y = 0,0211x + 0,0145$ ($R^2 = 0,9961$), độ thu hồi là 98,672%. Phương pháp đã được ứng dụng để phân tích hàm lượng chì trong một số mẫu sơn trên thị trường cho kết quả tốt.

Từ khóa: Chì, sơn, F-AAS.

ABSTRACT

The article published the results of the analysis of lead content in paint by flame atomic absorption spectrophotometry (F-AAS). Results showed that the method has good repeatability ($RSD = 4.74\%$), low detection limit and quantitative limits ($LOD = 0.2157\text{mg/l}$, $LOQ = 0.718\text{mg/l}$), linear range from 0 - 20 mg/l with linear calibration curve is $y = 0.0211x + 0.0145$ ($R^2 = 0.9961$), the recovery is 98.672%. The method has been applied to the analysis of lead content in some paint samples on the market for good results.

Keywords: Lead, paint, F-AAS.

Khoa Công nghệ Hóa, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

*Email: thuphuongdhcn@yahoo.com

Ngày nhận bài: 06/01/2020

Ngày nhận bài sửa sau phản biện: 18/6/2020

Ngày chấp nhận đăng: 25/4/2021

1. MỞ ĐẦU

Sơn được xem là sản phẩm quen thuộc trong xây dựng. Chì được thêm vào sơn để tăng cường màu sắc, giảm ăn mòn trên bề mặt kim loại hoặc rút ngắn thời gian khô. Sau khi sơn chứa chì bị bong tróc hoặc sút mẻ, chì trong sơn sẽ phân tán vào bụi, đất, nước... gây nguy hiểm cho môi trường và con người. Theo Tổ chức Y tế Thế giới (WHO), chậm phát triển trí tuệ do phơi nhiễm chì nằm trong danh sách 10 loại bệnh gây ảnh hưởng nặng nề nhất cho trẻ em gây ra bởi các tác nhân môi trường. Nghiên cứu về hàm lượng chì trong sơn tại Việt Nam được thực hiện bởi IPEN với 26 hộp sơn dung môi sử dụng cho sơn nhà ở được bán

rộng rãi ở nhiều cửa hàng tại Hà Nội cho thấy có tới 54% mẫu có chứa tổng nồng độ chì vượt quá 600ppm. Trong khi đó hiện không có bất kỳ thông tin nào về nồng độ chì được cung cấp trên nhãn bao bì. Tính đến đầu năm 2016, trong số 196 quốc gia trên toàn thế giới có 36% quốc gia đã thiết lập các giới hạn ràng buộc về mặt pháp lý đối với chì trong sơn, có khoảng 14% quốc gia quy định giới hạn tổng hàm lượng chì trong sơn dưới 600ppm hoặc thấp hơn, khoảng 3% quốc gia quy định giới hạn tổng hàm lượng chì trong sơn 1000ppm hoặc cao hơn. Hầu hết các quốc gia phát triển quy định giới hạn tổng hàm lượng chì trong sơn dưới 90ppm [1, 2]. Ở Việt Nam hiện nay đã có yêu cầu đối với chì trong sơn đồ trang sức của trẻ em (TCVN 10065:2013), chì trong sơn dùng cho tín hiệu giao thông (TCVN 8786:2018) nhưng chưa có quy định về nồng độ chì được sử dụng cho mỗi loại sơn cũng như quy trình phân tích chì trong sơn [1,3,4].

Có nhiều phương pháp phân tích chì trong sơn như sử dụng bộ kiểm tra nhanh, phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (F-AAS), quang phổ phát xạ plasma cao tần cảm ứng (ICP-AES), phổ huỳnh quang tia X (XRF), phổ khối plasma cao tần cảm ứng (ICP-MS) [1,5-9]. Trong đó phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (F-AAS) là phương pháp phân tích hiện đại, có độ chính xác cao, nhiều phòng thí nghiệm ở Việt Nam có thể trang bị được. Vì vậy việc xác định hàm lượng chì trong sơn dung môi sử dụng cho sơn tường bằng phương pháp F-AAS với độ đúng, độ chính xác cao là hết sức cần thiết.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Nội dung thực nghiệm

- Lấy mẫu 10 mẫu sơn dung môi sử dụng cho sơn tường tại một số cơ sở bán sơn trên địa bàn thành phố Hà Nội và địa bàn Thành phố Thanh Hóa.
- Bảo quản mẫu sơn, mã hóa tên mẫu sơn (MS 1, MS 2, ..., MS 10).
- Tiến hành xử lý mẫu.
- Tiến hành đo mẫu bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (F-AAS).
- Xử lý, đánh giá kết quả.

2.2. Tiến hành thực nghiệm

2.2.1. Xây dựng đường chuẩn

Hút chính xác các thể tích của dung dịch Pb²⁺ tiêu chuẩn 100ppm cho vào các bình định mức 25ml đã đánh số thứ tự tương ứng, sau đó định mức bằng dung dịch HNO₃ 10% tới vạch để được các nồng độ Pb²⁺ tương ứng là 0, 2, 5, 8, 12, 15, 20ppm [6]. Đo quang các dung dịch thu được bằng thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử AA7000, hãng Shimadzu, Nhật Bản ở các điều kiện ghi đo: Cường độ dòng đèn catot rỗng: 8mA; Bước sóng: 283,3nm [8]; Khe sóng: 0,7nm; Khí sử dụng: C₂H₂/Không khí; Tốc độ khí C₂H₂: 1,8 lít/phút; Tốc độ không khí: 15 lít/phút; Thời gian đo: 5 giây; Chiều cao Burner: 7mm.

Từ đó xây dựng được đường chuẩn sự phụ thuộc của mật độ quang A theo nồng độ C.

2.2.2. Xử lý mẫu và phân tích mẫu

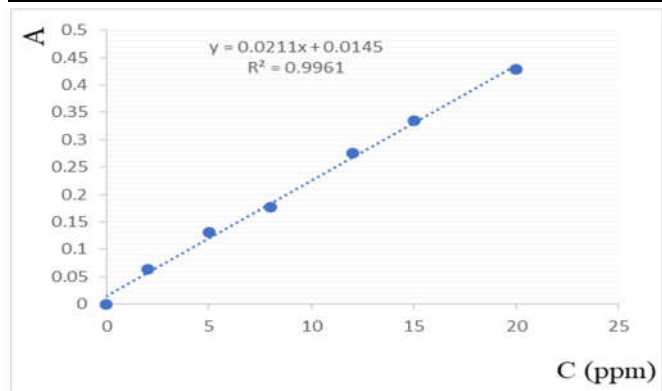
Cân chính xác khoảng 5,0000(g) mẫu sơn cho vào các cốc phá mẫu đánh số tương ứng. Tiến hành xử lý mẫu và phân tích mẫu theo quy trình được đề xuất bởi [8]: Thêm 5ml HNO₃ đặc và 2ml H₂O₂ đặc 30% vào cốc. Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ. Đun trên bếp cách cát ở 140°C đến khi dung dịch cạn còn khoảng 0,5ml. Thêm tiếp 2ml HNO₃ đặc và 2ml H₂O₂ đặc 30% và tiến hành đun lặp lại 2 lần nữa đến khi mẫu khô. Rửa mặt kính, thành cốc bằng 5ml HNO₃ 10%. Để nguội, chuyển vào bình định mức 25ml và định mức đến vạch. Đo quang các dung dịch thu được bằng thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử AA7000, hãng Shimadzu, Nhật Bản ở các điều kiện ghi đo như 2.2.1.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Kết quả xây dựng đường chuẩn

Bảng 1. Kết quả xây dựng đường chuẩn

TT	Nồng độ Pb ²⁺ (ppm)	Mật độ quang A
1	0	0,0000
2	2	0,0631
3	5	0,1309
4	8	0,1778
5	12	0,2758
6	15	0,3347
7	20	0,4282



Hình 1. Đồ thị xây dựng đường chuẩn

Kết quả xây dựng đường chuẩn của chì thể hiện ở bảng 1, hình 1.

Kết quả xây dựng đường chuẩn chì cho thấy có sự phụ thuộc tuyến tính của mật độ quang theo nồng độ với phương trình đường chuẩn là $y = 0,0211x + 0,0145$ với $R^2 = 0,9961$. Đối chiếu với yêu cầu của AOAC thì $0,995 \leq R^2 \leq 1$ [10] thì phương trình có hệ số tương quan đạt yêu cầu định lượng.

3.2. Kết quả xác định giới hạn phát hiện (LOD), giới hạn định lượng (LOQ), độ lặp lại

Xác định LOD, LOQ: Phân tích mẫu lặp 10 lần song song với quy trình như mục 2.3.2, tính độ lệch chuẩn của mẫu thử. Từ độ lệch chuẩn tính được LOD. Kết quả xác định LOD, LOQ thu được: LOD = 0,2157 (ppm), LOQ = 0,718 (ppm). Theo yêu cầu của AOAC, LOD và LOQ đạt yêu cầu khi $4 < R < 10$ [10]. Kết quả tính được $R = 7,75$, vậy LOD, LOQ đạt yêu cầu.

Xác định độ lặp lại: Phân tích lặp 10 lần một mẫu phân tích với quy trình như mục 2.3.2. Kết quả xác định độ lặp lại cho RSD = 4,74%. Theo quy định về độ lệch chuẩn phương pháp phân tích theo AOAC thì RSD = 4,74% là đạt yêu cầu [10]. Vì vậy phương pháp có độ lặp lại tốt.

3.3. Kết quả xác định độ đúng

Xác định độ đúng của phương pháp bằng cách thêm một lượng chất chuẩn xác định vào mẫu thử, phân tích các mẫu thêm chuẩn đó và tính độ thu hồi [9]. Kết quả thu được độ thu hồi là 98,672% đạt yêu cầu theo quy định của AOAC [10] (khi nồng độ chất phân tích nhỏ hơn 10ppb thì độ thu hồi đạt yêu cầu nếu R% nằm trong khoảng từ 80% đến 110%), phương pháp có độ đúng tốt.

Như vậy quy trình xử lý mẫu và phân tích hàm lượng chì trong sơn theo phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử có độ lặp lại, độ đúng tốt, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng thấp nên hoàn toàn phù hợp để áp dụng phân tích với các mẫu thực.

3.4. Kết quả phân tích mẫu thực

Tiến hành phân tích mẫu thực với quy trình mục 2.3.2. Kết quả phân tích hàm lượng chì trong các mẫu sơn được thể hiện ở bảng 2.

Theo kết quả ở bảng 2 cho thấy, các mẫu MS5, MS6 có hàm lượng chì thấp nhất, mẫu MS9 có hàm lượng chì cao nhất. Điểm chung của 3 mẫu sơn có hàm lượng chì cao hơn các mẫu còn lại (mẫu MS7, MS8; MS9) đều là các mẫu sơn có màu sắc đỏ, vàng.

Bảng 2. Hàm lượng chì trong các mẫu phân tích

Mẫu sơn	Màu sắc	Nồng độ Pb ²⁺ (ppm)
MS1	Trắng	0,7962 ± 0,0701
MS2	Trắng	0,7441 ± 0,0623
MS3	Xám	0,7251 ± 0,0719
MS4	Xám	1,1991 ± 0,0724
MS5	Trắng	< LOQ

MS6	Trắng	< LOQ
MS7	Đỏ	1109,48 ± 0,1685
MS8	Vàng	21,3271 ± 0,1825
MS9	Đỏ	178,5783 ± 0,1918
MS10	Xám	1,0237 ± 0,0712

4. KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

Đã xác định được hàm lượng chì trong sơn bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa với LOD = 0,2157ppm, LOQ = 0,718ppm, độ lặp lại tốt và độ đúng cao. Đã tiến hành phân tích hàm lượng chì trong sơn dung môi dùng cho sơn tường, kết quả cho thấy chì có mặt trong hầu hết các mẫu sơn nghiên cứu, đặc biệt sơn có màu đỏ là sơn có hàm lượng chì cao nhất. Vì vậy việc ban hành các quy định về nồng độ chì được sử dụng cho mỗi loại sơn cũng như quy trình phân tích chì trong sơn để quản lý ngưỡng chì cho phép trong sơn là rất cần thiết nhằm bảo vệ môi trường và bảo vệ sức khỏe của con người.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. *National Report: Lead in Solvent-based Paints for Home Use in Vietnam*. Research Centre for Gender, Family and Environment in Development (CGFED), 2016.
- [2]. *Global Report on the Status of Legal Limits on Lead in Paint*. United Nations Environment Programme, 2016
- [3]. Ministry of Science & Technology. *TCVN 10065:2013, ASTM F2923:2011, Standard Specification for Consumer Product Safety for Children's Jewelry*.
- [4]. Ministry of Science & Technology. *TCVN 8786:2018, Traffic Paints - Road marking materials: Water-borne paint - Specifications and test methods*
- [5]. *I. Brief guide to analytical methods for measuring lead in paint*. World Health Organization, 2011
- [6]. Clark C.S., et al., 2014. *Examination of lead concentrations in new decorative enamel paints in four countries with different histories of activity in lead paint regulation*. Environmental Research, 132: p. 233-243.
- [7]. Clark C.S., et al., 2015. *Total lead concentration in new decorative enamel paints in Lebanon, Paraguay and Russia*. Environmental Research, 138(0): p. 432-438, 2015.
- [8]. Lead by Flame AAS: NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fifth Edition, Method 7082, Issue 3, 2017.
- [9]. Peter G. Markow, 1996. *Determining the Lead Content of Paint Chips: An Introduction to AAS*. J. Chem. Educ, 73, 2, 178, 1996.
- [10]. Tran Cao Son, 2010. *Tham dinh phuong phap phan tich hoa hoc va vi sinh vat*. Science and Technics Publising House, Hanoi.

AUTHORS INFORMATION

**Nguyen Thi Thu Phuong, Tran Quang Hai, Nguyen Manh Ha,
Nguyen Thi Thoa, Dao Thu Ha, Ngo Thuy Van,
Cao Van Hieu, Nguyen Hoang Yen**

Faculty of Chemical Technology, Hanoi University of Industry