

XÁC ĐỊNH NHANH CANXI VÀ MAGIE TRONG TRÁI CÂY ĐẶC SẢN VIỆT NAM TRÊN Lò PHẢN ỨNG HẠT NHÂN ĐÀ LẠT

Đến tòa soạn 15 - 10 - 2008

Nguyễn Văn Minh

Viện nghiên cứu Hạt nhân, 01 Nguyễn Tử Lực, TP. Đà Lạt

SUMMARY

THE RAPID DETERMINATION OF Ca AND Mg IN THE SPECIAL FRUITS OF VIETNAM AT THE DALAT NUCLEAR REACTOR

Neutron Activation Analysis (NAA) at the DaLat nuclear reactor for determination of Ca and Mg in some special fruits of Vietnam was studied. The collected samples were dried in the deepfreezer (Alpha 2) at -40°C for 24 hours and were ground in an electric blender.

About 150 – 200mg for an analytical sample was packaged in PE small – clean bags and was irradiated at channel 7-1 for 2-3 minutes. After cooling time about 5 minutes, the radioactivity of Ca and Mg in the studying samples and referent material (NIST-SRM-1547) was measured on a HPGe detector (GMX-30190) for 150 seconds.

The analytical results were show in the tables III.1, III.2, III.3 and III.4.

I. MỞ ĐẦU

Trong những năm gần đây, ở Việt Nam việc trồng cây ăn trái đặc sản được phát triển khá mạnh. Nó đã vượt qua ý nghĩa kinh tế vườn, kinh tế hộ gia đình mà phát triển thành kinh tế trang trại do nhu cầu tiêu thụ trong nước và xuất khẩu ngày càng tăng. Tuy nhiên, các nghiên cứu áp dụng kỹ thuật hạt nhân cho thâm canh, chuyên canh còn hạn chế, chưa đưa lại hiệu quả kinh tế cho nông dân, trong khi khả năng và triển vọng của kỹ thuật hiện đại này đóng góp là khá lớn cho sự phát triển nông nghiệp nói chung và cho cây ăn trái đặc sản nói riêng [4, 5, 6, 7]. Trong đó, việc đánh giá chất lượng các sản phẩm này là khâu hết sức quan trọng và cấp bách [1, 4].

Trong công trình này các từ khóa của phép phân tích kích hoạt đã sử dụng được chú giải cụ thể như sau [2, 3]:

ϕ_n : Thông lượng neutron nhiệt, đơn vị đo là $n/cm^2.s$

$FWHM$: Độ phân giải của detector, đơn vị đo là KeV.

$T_{1/2}$: Chu kỳ bán rã/bán hủy của đồng vị quan tâm, đơn vị đo là thời gian.

σ_{th} : Tiết diện bắt neutron nhiệt, đơn vị đo là barn (b).

θ_{th} : Độ phổ biến trong tự nhiên của đồng vị quan tâm, đơn vị đo là %.

E_{γ} : Năng lượng gamma của đỉnh đặc trưng, đơn vị đo là KeV.

γ : Hiệu suất phát bức xạ γ tại đỉnh đặc trưng, đơn vị đo là %.

II. THÍ NGHIỆM

1. Chuẩn bị dụng cụ, hoá chất

- Lò phản ứng hạt nhân Đà Lạt IVV-9, hoạt động ở công suất 500kW.

- Hệ phổ kế gamma đa kênh sử dụng detector HPGe GMX-30190 do hãng ORTEC sản xuất (hiệu suất tương đối là 30%; độ phân giải FWHM tại đỉnh 1332 keV của ^{60}Co là cỡ 2,0keV); Cao thế HV = -2,5kV; Khuyếch đại 2026 (Cannberra); Đo và xử lý phổ bằng phần mềm Gamma Vision 32 (ORTEC) chạy trên môi trường Windows đã được chuẩn bị năng lượng và hiệu suất ghi.

- Container chiếu mẫu bằng nhựa PE sạch, mới.

- Giấy nylon được lau sạch bằng cồn (alcohol), dùng kéo cắt và mở hàn dán bao nylon với giấy lọc có dạng bốt hình tròn đường kính khoảng 2cm, dùng bút chì ghi ký nhân hiệu mẫu lên giấy bên trong và cân trọng lượng bì.

2. Chuẩn bị mẫu phân tích và mẫu so sánh

- Các mẫu thu thập được rửa sạch và dùng dao inox cắt loại bỏ những phần không ăn được như: vỏ, hạt, cùi...

- Làm khô mẫu ở -40°C trong máy đông cô Alpha 2 trong thời gian 24 giờ. Nghiền mịn bằng máy xay sinh tố, rây qua rây 100mesh. Lấy mẫu để phân tích theo quy tắc đại diện và bảo quản mẫu trong lọ PE, ghi ký mã hiệu.

- Cân khối lượng mẫu phù hợp cho chiếu ngắn là từ 150 – 200mg/mẫu và được đóng trong bốt polyethylene PE (đã làm sạch bằng cồn) có dạng hình tròn với đường kính mẫu $d = 2\text{cm}$ (độ dày mẫu $< 1\text{mm}$), dùng mở hàn dán kín mép bốt.

- Chất chuẩn tham khảo sử dụng trong phép phân tích tương đối có mã hiệu: NIST-SRM-1547, Peach leave (lá đào).

3. Chiếu mẫu trong lò phản ứng

- Sử dụng hệ chuyển mẫu khí nén 7-1 và thực hiện chiếu mẫu trong thời gian 3 phút.

- Áp dụng quy trình INAA cho mẫu trái cây đã được xây dựng tại phòng thí nghiệm INAA, các chế độ chiếu - rã - đo được đưa ra trong bảng 1.

Bảng 1. Bảng chế độ thời gian chiếu - rã - đo cho mẫu trái cây sấy khô

Loại nhân	Thời gian chiếu (t_i)	Thời gian rã (t_d)	Thời gian đo (t_c)	Nhân được đo
Mg, Ca	3phút	5phút	150giây	Mg và Ca

4. Đo và xử lý phổ gamma

- Sau thời gian để rã (td 5phút), mẫu đã chiếu xạ được đo trên hệ phổ kế gamma dùng detector bán dẫn siêu tinh khiết HPGe GMX-30190.

- Đo và xử lý phổ gamma bằng phần mềm Gamma Vision 32 (ORTEC) chạy trên môi trường Windows đã được chuẩn bị năng lượng và hiệu suất ghi.

5. Tính toán kết quả bằng phương pháp tương đối

Trong phương pháp chuẩn hoá tương đối, mẫu phân tích được chiếu cùng với chất chuẩn (hay mẫu chuẩn tham khảo) chứa một lượng đã biết của nguyên tố phân tích. Chất chuẩn này được chiếu - đo trong cùng điều kiện như mẫu phân tích. Tỷ số diện tích của đỉnh năng lượng tương ứng với nguyên tố phân tích trong hai phổ đo được dùng để tính hàm lượng. Trong quy trình này, tất cả các số liệu hạt nhân (ngoại trừ chu kỳ bán rã) của nhân phóng xạ cần phân tích đều được giản lược, do đó không còn ảnh hưởng đến kết quả của quy trình. Công thức tính hàm lượng dùng phương pháp tương đối như sau:

$$\rho = \left(\frac{N_p / t_c}{D.C.W} \right)_x \bigg/ \left(\frac{N_p / t_c}{D.C.W} \right)_s$$

Trong công thức trên:

N_p : là diện tích đỉnh gamma từ chương trình xử lý phổ;

D: là hệ số rã = $e^{-\lambda t}$ với t_c thời gian rã

$$\lambda = \frac{\ln 2}{T_{1/2}} \text{ với } T_{1/2} - \text{chu kỳ bán hủy,}$$

C: là hệ số đo = $(1 - e^{-\lambda t_c}) / \lambda t_c$;

W_s : là khối lượng nguyên tố phân tích trong chất chuẩn = hàm lượng \times khối lượng mẫu chuẩn (g);

W_x : là khối lượng mẫu phân tích (g);

Ký hiệu x và s là chỉ "mẫu" và "chuẩn", tương ứng.

Trên thực tế, thời gian đo của từng loạt mẫu được xác định tối ưu trên nguyên tắc sao cho diện tích đỉnh năng lượng của chất phân tích phải đủ lớn, với sai số thống kê của phép đo đạt khoảng 10%.

Bảng 2. So sánh giá trị xác định bằng quy trình INAA với giá trị đã được phê chuẩn của chất chuẩn NIST-SRM-1547

	Ca (ppm)	Mg (ppm)
GT xác định	15500	4378
GT chuẩn	15600	4320
Tỷ số	0,99	1,01

III. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ TRAO ĐỔI

Các kết quả phân tích của 2 nguyên tố trong 5 loại trái cây tươi được chỉ ra trong các bảng từ III.1 đến III.4 dưới đây [4].

Bảng III.1. Hàm lượng và độ lệch (ppm) trong trái cây tươi ở Đà Lạt

	Cam	Xoài	Nhãn	Thanh long	Chuối
Ca	298±14	110±6	249±12	181±9	141±7
Ma	82±8	70±6	48±5	84±9	47±5

Bảng III. 2. Hàm lượng và độ lệch (ppm) trong trái cây tươi ở Nha Trang

	Cam	Xoài	Nhãn	Thanh long	Chuối
Ca	284±14	120±6	247±13	188±9	134±7
Ma	78±8	75±6	54±5	92±9	42±4

Bảng III. 3. Hàm lượng và độ lệch (ppm) trong trái cây tươi ở Tp. Hồ Chí Minh

	Cam	Xoài	Nhãn	Thanh long	Chuối
Ca	283±14	117±6	248±12	192±9	144±7
Ma	77±8	73±7	54±5	88±9	42±4

Bảng III. 4. Hàm lượng và độ lệch (ppm) trong trái cây tươi ở Bình Dương

	Cam	Xoài	Nhãn	Thanh long	Chuối
Ca	283±14	115±6	247±12	178±9	146±7
Ma	88±9	75±7	54±5	91±9	41±4

Thảo luận:

a. Từ bảng 2 ta thấy rằng độ lệch giữa giá trị xác định và giá trị phê chuẩn của Ca và Mg trong mẫu NIST-SRM-1547 là xấp xỉ 1, sự sai lệch này là rất bé. Nghĩa là quy trình phân tích đã xây dựng có độ lặp lại rất tốt do đó chúng ta có thể nhận được những kết quả phân tích có độ chính xác cao và đáng tin cậy.

b. Hàm lượng của Ca và Mg trong cùng một loại mẫu được thu thập ở 4 địa điểm có giá trị gần nhau. Điều này có thể giải thích: việc phổ biến kỹ thuật cho chuyên canh, thâm canh và cũng như quá trình lưu thông hàng hoá giữa các vùng lãnh thổ với nhau ngày một tốt hơn đã làm cho sản phẩm có chất lượng ngày càng gần nhau hơn.

c. Quy trình này cho phép áp dụng phân tích Ca, Mg trong các mẫu sinh học khác mà không có sự thay đổi đáng kể nào.

(Xem tiếp tr.81)

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Osvaldo Karnitz Jr, L.V.A. Gurgel, J.C.P. de Melo, V.R. Botaro, T.M.S. Melo, R.P.de Freitas Gil and L.F. Gil, "Adsorption of heavy metal ion from aqueous single metal solution by chemically modified sugarcane bagasse", *Bioresource Technology*, 98, 1291-1297, (2007).
2. Umesh K. Garg and Dhiraj Sud, "Optimization of process parameters for removal of Cr(VI) from aqueous solutions using modified sugarcane bagasse", *Electronic Journal of Environmental, Agricultural and Food Chemistry*, 4(6), 1150-1160, (2005).

3. Yong-Jae Lee, "Oxidation of sugarcane bagasse using a combination of hypochlorite and peroxide", B.Sc., Chonnam National University, (2005).
4. Trivette Vaghan, Chung W.Seo, Wayne E.Marshall, *Removal of selected metal ions from aqueous solution using modified corncobs*, *Bioresource Technology*, vol.78, 133-139, (2001).

LỜI CAM KẾT

Chúng tôi xin cam đoan công trình của chúng tôi là công trình lần đầu tiên được công bố.

XÁC ĐỊNH.... (tiếp theo tr. 76)

IV. KẾT LUẬN:

Quy trình phân tích đã xây dựng có độ chính xác tốt, giới hạn phát hiện cao, thực hiện không phức tạp, có thể áp dụng rộng rãi để phân tích đại trà hàng loạt mẫu cùng lúc. Đồng thời, quy trình này cũng thích hợp cho phân tích các mẫu sinh học có nền cellulose mà không có sự thay đổi đáng kể nào về chế độ chiếu, đo và xử lý số liệu, ngoại trừ cách chuẩn bị mẫu.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. P. Bedregal, E. Montoya, B. Toreres, P. Olivera. *Determination of Trace Elements and heavy metals in agricultural products cultivated at the river RIMAC in the city of Lima*, Report on the first Research Co-ordination Meeting. Viena, Austria, 18-22 March (2002).
2. Gerd Prepper, Wolf Goner, Siegfried Niese: *Spurenelementbestimmung durch neutronaktivierung - Moderne Spurenanalytik*. Ban 6. Leipzig (1981).

3. Nguyen Van Minh: *Neutron Activation Analysis at the Dalat Nuclear Research Reactor. Report on the Workshop on the Utilization of Research Reactors*, Taejon, Korea, Nov. 20-24, (2000).
4. Nguyễn Văn Minh: *Nghiên cứu áp dụng các phương pháp phân tích kích hoạt neutron và hỗ trợ để khảo sát hàm lượng vi khoáng (Na, K, Cu, Co, Mn, Ca, Mg, Fe, P và Zn) trong một số loài trái cây đặc sản Việt Nam (chuối, cam, thanh long, nhãn, xoài)*. Báo cáo tổng kết đề tài nghiên cứu khoa học, (2006).
5. Vũ Công Hậu: *Trồng cây ăn quả ở Việt Nam*, NXB Nông nghiệp, Hà Nội, (1996).
6. Trần Thế Tục (chủ biên). *Giáo trình cây ăn quả*. NXB Nông nghiệp, (1996).
7. Viện Thổ nhưỡng Nông hóa: *Sổ tay phân tích đất, nước, phân bón và cây trồng*. NXB Nông nghiệp, (1998).