

## XÁC ĐỊNH LƯỢNG VẾT SẮT (Fe) TRONG MẪU SINH HỌC BẰNG KỸ THUẬT PHÂN TÍCH DÒNG CHẢY (FIA)

PHẠM LUẬN, ĐƯƠNG THANH THỦY

### 1. Đặt vấn đề.

Xác định lượng vết kim loại trong các mẫu sinh học hiện đang là một công việc rất quan trọng của chúng ta. Trên thế giới người ta đã ứng dụng các phương pháp phân tích quang phổ và điện hóa để xác định các nguyên tố đó. [1, 2]. Nhưng trong vòng vài năm lại đây người ta đã và đang sử dụng kỹ thuật FIA (Flow Injection Analysis) cho mục đích này và đã thu được nhiều kết quả tốt [3]. Vì thế để đóng góp thêm vào lĩnh vực này, chúng tôi đã nghiên cứu phát triển và ứng dụng kỹ thuật FIA để xác định lượng vết Fe trong các mẫu sinh học của Việt nam, như serum, máu, rau quả, thực phẩm.

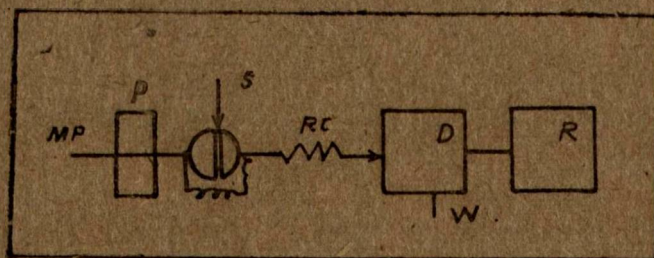
### II. Trang bị và điều kiện thí nghiệm.

Trên cơ sở nghiên cứu, hệ thống FIA được mô tả như trong hình 1. Nó bao gồm: Bình chứa dung môi (pha động) M, bơm dây pha động P, Van bơm mẫu S Vòng phản ứng RC, Detector UV - VIS D, Máy tự ghi R.

Các mẫu nghiên cứu bao gồm:

- Dung dịch Fe nguyên chất 5  $\mu\text{g/ml}$ .
- Các mẫu Fe tiêu chuẩn,
- Các mẫu giả tổng hợp, và
- Các mẫu thực, như serum, máu, rau, rượu bò, dứa hộp, sữa, thịt,...

Các mẫu này đều được xử lý theo phương pháp tro hóa khô và tro hóa ướt để thu được dung dịch mẫu phân tích Fe.



Hình 1. Sơ đồ hệ thống FIA để phân tích Fe

### III. Kết quả và bàn luận.

#### 1. Chọn các điều kiện phân tích.

Từ các kết quả nghiên cứu khảo sát về các tham số của máy đo, detector, các điều kiện tạo phức để đo Fe, kích thước vòng phản ứng, tốc độ bơm pha động.

thành phần pha động, nồng độ axit trong pha động và trong mẫu, vùng tuyến tính của phép đo,... thì các điều kiện phân tích Fe phù hợp nhất đã được chọn và chỉ ra trong bảng 1.

Detector hấp thụ vùng khả kiến: VIS  
Vạch phổ hấp thụ của phức Fe: 480 nm.  
Băng hấp thụ: 0,08 – 0,16 a.u.  
Thế đo tín hiệu của máy tự ghi: 50 – 100 mV.  
Kích thước vòng phản ứng:  $500 \times 0,5 \times 25$  mm.  
Pha động: Dung dịch  $\text{NH}_4\text{CNS}$  0,3M trong HCl 0,1%  
Tốc độ bơm pha động: 2 ml/phút.  
Thể tích vòng mẫu: 20 – 50  $\mu\text{l}$ .  
Nồng độ axit trong mẫu phân tích: 1 – 2% của axit HCl.  
Giới hạn phát hiện: 0,05  $\mu\text{g/ml}$ .  
Vùng tuyến tính của phép đo Fe: 0,1 – 10  $\mu\text{g/ml}$ .

Bảng 1. Điều kiện phân tích Fe theo FIA.

## 2. Nghiên cứu ảnh hưởng của các cation.

Khi xử lý mẫu để phân tích, trong các mẫu sinh học, ngoài nguyên tố Fe còn có các nguyên tố khác như K, Na, Li, Ca, Ba, Mg, Al, Cu, Mn, Pb, Zn... Trong đó Ca, Mg, Al, Na là những nguyên tố phổ biến, và có hàm lượng tương đối lớn, có thể hơn Fe đến 50 lần. Các nguyên tố khác không phổ biến và có hàm lượng bằng hay nhỏ hơn Fe. Như vậy liệu các nguyên tố này có ảnh hưởng đến kết quả phân tích Fe bằng kỹ thuật FIA không? Để trả lời câu hỏi đó, hàng loạt thí nghiệm theo từng nguyên tố, theo từng nhóm và theo tổ hợp tất cả các nguyên tố có thể có trong mẫu đã được nghiên cứu với nồng độ từ bằng Fe cho đến lớn hơn Fe 1000 lần. Những kết quả nghiên cứu đó cho thấy: – Nhóm kim loại kiềm (K, Na, Li,  $\text{NH}_4$ ) không hề ảnh hưởng, ngay cả khi nồng độ của nó trong mẫu hơn Fe đến 500 lần.

– Các kim loại kiềm thổ khi hàm lượng lớn hơn Fe đến 50 lần cũng không ảnh hưởng.

– Các nguyên tố hóa trị ba, Al, Cr trong thực tế cũng không ảnh hưởng đến việc xác định Fe.

– Các nguyên tố hóa trị 2 như Zn, Cd, Mn, Pb, Co, Ni cũng không ảnh hưởng khi nồng độ của nó lớn hơn Fe đến 10 lần. Nhưng trong thực tế thì chúng luôn luôn nhỏ hơn Fe.

– Các nguyên tố Sn, Sb, Si cũng không ảnh hưởng. Nhưng chỉ khi nồng độ Sn, Sb lớn hơn 5  $\mu\text{g/ml}$  thì chúng có thể thủy phân làm đục dung dịch mẫu. Nhưng trong các mẫu sinh học thì các nguyên tố này thường có hàm lượng cỡ ng/ml.

— Chỉ có Cu là có ảnh hưởng khi nồng độ Cu trong mẫu bằng Fe. Do đó để loại trừ ảnh hưởng của Cu chúng ta có thể thực hiện theo cách sau:

+ Nếu hàm lượng Cu không lớn, ta dùng phương pháp thêm để xác định Fe.

+ Nếu hàm lượng Cu lớn, thì chúng ta phải tách Cu ra trước bằng cách kết tủa chúng ở dạng sunfua trong môi trường axit 0,5M (có thể dùng Bi (III) làm chất gộp).

Tóm lại, các ion lạ có mặt thực tế trong mẫu phân tích đều không ảnh hưởng đến việc xác định Fe bằng kỹ thuật FIA. Chỉ có Cu khi hàm lượng lớn hơn 1  $\mu\text{g/ml}$  thì cần phải chú ý loại trừ.

### 3. Nghiên cứu ảnh hưởng của một số anion.

Các anion có trong mẫu sinh học chủ yếu là do quá trình xử lý mẫu đưa vào. Vì thế nó thường là ion  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ , và  $\text{SO}_4^{2-}$ . Nhưng các kết quả thực nghiệm chỉ ra rằng các anion này khi nồng độ gấp Fe đến 500 lần cũng không ảnh hưởng.

### 4. Đánh giá kết quả.

Trên cơ sở những vấn đề đã nghiên cứu, một quy trình phân tích lượng vết Fe trong các mẫu sinh học đã được đề xuất và được đánh giá trên các mặt sau đây:

— Vùng tuyến tính của phép đo: 0,1 — 10  $\mu\text{g Fe/ml}$ .

— Sai số mắc phải khi phân tích các mẫu chuẩn: nhỏ hơn 12%. Cụ thể là:

+ Vùng nồng độ 0,5  $\mu\text{g/ml}$ : 12%.

+ Vùng nồng độ 5  $\mu\text{g/ml}$ : 8%.

+ Vùng nồng độ 10  $\mu\text{g/ml}$ : 10%.

— Phương pháp có độ lặp lại cao (hệ số dao động của cách làm đo khác nhau là nhỏ hơn 5%).

Loại mẫu	Kết quả phân tích theo 3 phương pháp		
	FIA	F - AAS	AES
Mẫu chuẩn A4 (125 $\mu\text{g/g}$ )	128	124	126
Mẫu chuẩn A6 (46 $\mu\text{g/g}$ )	45	47	44
Nước dừa hộp VN	44,4	44	43,1
Dừa chuột hộp VN	160	158	162
Mứt cam hộp VN	26	24	27
Cây thuốc đông y VN (dừa)	550	545,8	560
Rượu bổ đông y	82	84	81
Đường vàng VN	28,5	27	31

Bảng 3. Kết quả phân tích một số mẫu theo ba phương pháp: ( $\mu\text{g/g}$ ).

— FIA: Phương pháp phân tích dòng chảy.

— F - AAS: Phương pháp hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

— AES: Phương pháp phổ phát xạ nguyên tử.

— Các kết quả phân tích đều được so sánh với hai phương pháp khác (bảng 3) và rất phù hợp nhau.

— Phương pháp FIA này so với phương pháp AAS là đơn giản hơn, nhưng độ nhạy và tốc độ phân tích lại tương đương nhau.

#### 4. Kết luận.

Từ những kết quả nghiên cứu thực nghiệm trên các mẫu giả, mẫu chuẩn và mẫu thực khi ứng dụng kỹ thuật FIA để xác định lượng vết Fe, một phương pháp phân tích mới đã được đề xuất. Phương pháp này có độ nhạy cao ( $0,1\mu\text{g/ml}$ ), độ lặp lại và độ ổn định cao, sai số nhỏ hơn 12%. Tốc độ phân tích từ 40 — 60 mẫu trong một giờ. Đồng thời các điều kiện xử lý mẫu cũng được nghiên cứu. Phương pháp này có thể được sử dụng để phân tích Fe trong các loại mẫu serum, máu, nước khoáng, rượu bia, nước quả, đồ hộp rau quả, thực phẩm.

### TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. G.D. Christian, F.J. Feldman  
Atomic Absorption Spectroscopy. (Application in Agriculture, Biology and Medicine).  
Company Huntington. New York, 1979.
2. G.H. Morrison.  
Element trace Analysis of Biology.  
CRC. Critical Review in Anal. Chem. Nov. 1979, p-287.
3. J. Ruzicka and E.H. Hansen.  
Flow Injection Analysis (FIA).  
John Wiley and Sons. New York 1981.
4. Company Tecachers.  
Determination of iron by FIA.  
ASTN 6/84. 1984. 06. 21.

PHIAM LUAN, DUONG THANH THUY

#### THE DETERMINATION OF TRACE AMOUNTS OF IRON (Fe) IN BIOLOGICAL MEDICAL SAMPLES BY FLOW INJECTION ANALYSIS (FIA)

To contribute to the determination of trace amounts of iron in biological — medical samples the analytical FIA — technique was used and all of the experimental conditions were investigated. The suitable analytical parameters were selected and then a new analytical procedure for this object was found. The effects of cations and anions were also studied and the suitable way was given for elimination of this effect.

The given analytical method is suitable for the determination of trace of Fe in some biological — medical samples with the error less than 12% and the detection limit until  $0.05\mu\text{g/g}$ .

Địa chỉ tác giả : Khoa Hóa, Đại học Tổng hợp Hà Nội.