

PHƯƠNG PHÁP AAS XÁC ĐỊNH, ĐÁNH GIÁ HÀM LƯỢNG SẮT TRONG HÀU Ở KHU VỰC SÔNG NHẬT LỆ THỊ TRẤN QUÁN HÀU - QUẢNG BÌNH

Nguyễn Mậu Thành, Nguyễn Thị Hoàn

Tóm tắt. Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử được áp dụng để xác định hàm lượng sắt trong hàu ở khu vực sông Nhật Lệ thị trấn Quán Hàu - Quảng Bình. Phương pháp này cho độ lặp lại cao với $RSD < 1,07\%$, độ thu hồi $99,3 \div 99,8\%$, giới hạn phát hiện thấp ($0,01 \text{ ppm}$). Kết quả này cho thấy hàm lượng trung bình sắt trong hàu tương đối cao ($35,46 \div 90,94 \mu\text{g/g}$ tươi). Nhưng mức độ an toàn nằm trong giới hạn cho phép theo quy định 867/BYT 1998. Hàm lượng sắt trong hàu đạt với các tiêu chuẩn cho phép của Việt Nam.

Từ khóa: Hàu, phương pháp AAS, sắt

1. MỞ ĐẦU

Quảng Bình có hệ thống sông ngòi khá phát triển với năm con sông chính trong đó có sông Nhật Lệ, là một trong những dòng sông điển hình có giá trị lớn về mặt kinh tế xã hội cho tỉnh, đặc biệt là thị trấn Quán Hàu - Quảng Ninh. Đã từ lâu Quán Hàu nổi tiếng cả nước với nhiều món ăn ngon được chế biến từ thịt hàu.

Thịt hàu được xếp vào loại thực phẩm bổ dưỡng, giàu đạm amino-acide tyrosine. Nhờ chất này mà não bộ có thể tăng cường chuyển hóa năng lực trí tuệ, giảm stress và có tác dụng kích thích, điều tiết tốt tâm trạng. Trong thịt hàu có chứa nhiều vitamin A, B₁, B₂, B₆, ..., sắt, canxi, magie, iot và hơn 16 chất vi dinh dưỡng, đặc biệt là vitamin E và sắt [1, 2]. Sắt là một trong những yếu tố vi lượng rất cần thiết cho cơ thể. Cơ thể được cung cấp đầy đủ sắt sẽ giúp bạn khỏe mạnh và tràn đầy năng lượng. Ngược lại nếu thiếu hụt sắt sẽ gây ra mệt mỏi, cơ thể suy nhược, thiếu máu, sự trao đổi chất cũng chậm lại, ... Đây là khoáng chất thiết yếu cho cuộc sống, đặc biệt là cho người lớn trong thời kỳ thai sản và trẻ em ở những năm tháng đầu đời [3].

Song song với việc khai thác những tiềm năng từ dòng sông Nhật Lệ thì vấn đề môi trường ở đây cũng cần được quan tâm. Một số nghiên cứu đã chỉ ra rằng các loại động vật có thể tích tụ một số chất ô nhiễm, ô nhiễm môi trường được đánh giá thông qua cơ thể sống [6]. Trong đó, nhuyễn thể hai mảnh vỏ thường sống cố định tại một số địa điểm và hô hấp bằng mang, có đời sống lọc nước nên chúng có thể tích lũy nhiều kim loại và các chất khác trong cơ thể. Khả năng tích lũy lâu dài làm giảm chất lượng thủy sản và gây hại cho con người thông qua dây chuyền thực phẩm [2]. Vì vậy trong bài báo này chúng tôi trình bày kết quả nghiên cứu xác định, đánh giá hàm lượng sắt trong hàu ở khu vực sông Nhật Lệ - Quán Hàu bằng phương pháp AAS.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Thiết bị, dụng cụ, hóa chất

Các ống nghiệm thủy tinh chịu nhiệt 30 ml có nắp xoáy; Cốc thủy tinh chịu nhiệt, thể tích 100ml, 250 ml, 1.000ml; Bình định mức thủy tinh, thể tích 25ml, 50ml, 100 ml, 1.000ml. Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử Analyst 400 của hãng Perkin Elmer tích hợp ba kỹ thuật ngọn lửa; Bếp điện, máy xay, bộ dao mổ y tế; Các pipette Eppendorf và đầu hút.

Các hóa chất sử dụng có độ tinh khiết PA của Merck: Dung dịch chuẩn sắt (1.000 ± 2 ppm) Fe, các loại axit HNO_3 đặc, H_2O_2 đặc, nước cất.

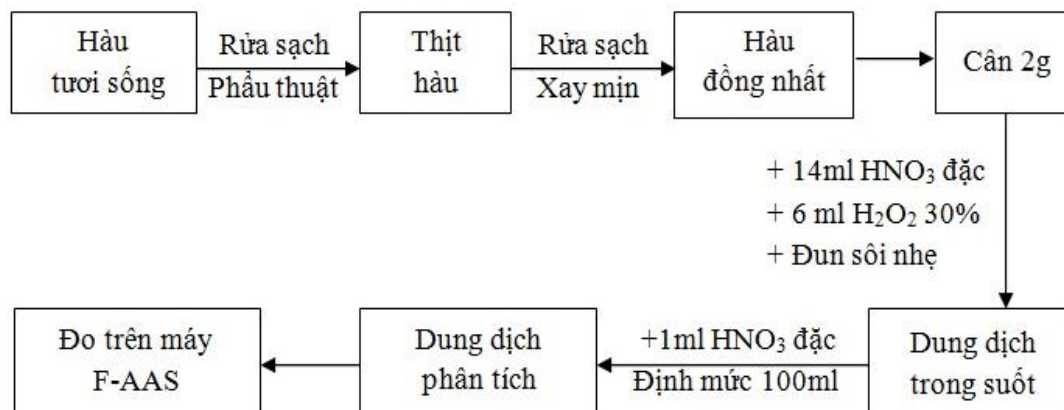
2.2. Nguyên liệu

Mẫu hào thể được lấy tại 4 địa điểm trên sông Nhật Lệ - thị trấn Quán Hàu - Quảng Bình vào 4 đợt (đợt 1: 26/01/2014, đợt 2: 02/3/2014, đợt 3: 05/4/2014 và đợt 4: 03/5/2014) kết hợp cùng với lấy mẫu nước. Mỗi đợt gồm 4 mẫu được phân loại theo kích cỡ từ nhỏ đến lớn theo chiều dài của hào, mỗi mẫu gồm 20 cá thể, lấy theo phương pháp tổ hợp.

Mẫu hào được chuyển ngay về phòng thí nghiệm sau khi lấy mẫu. Mẫu được xử lý sơ bộ trước khi tiến hành phân tích: ngâm trong khoảng thời gian 24 tiếng, rửa sạch phần vỏ và tráng bằng nước cất, sau đó dùng dao inox tách lấy phần thịt. Mẫu được xay nhuyễn, cất trong tủ lạnh sâu nếu chưa tiến hành phân tích ngay [7].

2.3. Tiến hành thực nghiệm

Nghiên cứu tập trung vào xây dựng phương pháp phân tích sắt trên thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử bằng kỹ thuật xử lý mẫu ướt (pha mẫu bằng hỗn hợp HNO_3 và H_2O_2). Quy trình xử lý mẫu và phân tích sắt trong hào được thực hiện theo các bước như Hình 1:



Hình 1. Quy trình xử lý mẫu và phân tích sắt trong hào bằng phương pháp AAS.

2.4. Phương pháp phân tích

Trong nghiên cứu này, áp dụng kỹ thuật phân tích quang phổ hấp thụ nguyên tử với kỹ thuật pha mẫu ướt. Thực hiện tại Trung tâm Kỹ thuật Đo lường Thử nghiệm - Chi cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng Quảng Bình và chấp nhận những điều kiện hoạt động của thiết bị đã được công bố [5], như nêu ở Bảng 1.

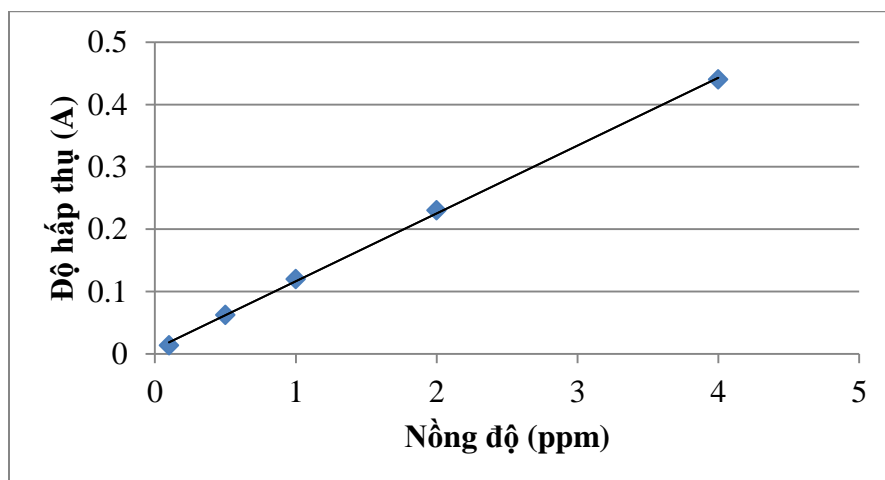
Bảng 1. Điều kiện đo F-AAS xác định Fe trong hào

Thông số	Fe
λ (nm)	248,33
Khe đo (mm)	2,7/1,8
Hỗn hợp khí đốt	KK-C ₂ H ₂
Kiểu đèn	Catot rỗng sắt
Đèn bổ chính nền	D2

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Xây dựng đường chuẩn, khảo sát giới hạn phát hiện, giới hạn định lượng

Đường chuẩn xác định hàm lượng sắt trong hào được thể hiện trên Hình 2, phương trình có dạng: $A = 0,109 C + 0,007$ (với hệ số tương quan $R = 0,9997$). Nồng độ của sắt có sự tương quan tuyến tính tốt trong khoảng nồng độ $0,04 \div 4$ ppm. Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) của phép đo F-AAS trong phép đo xác định sắt đã được xác định cụ thể: LOD xác định sắt là 0,01 ppm và LOQ xác định sắt là 0,03 ppm.



Hình 2. Đường chuẩn xác định sắt trong hào.

3.2. Đánh giá độ lặp lại và độ đúng của phép đo

Các kết quả ở Bảng 2 cho thấy, phương pháp F-AAS khi phân tích mẫu hào đạt độ lặp lại tương đối tốt $RSD < 1,07\%$. Theo Horwitz [5] khi phân tích những nồng độ khoảng 80 ppm, thì sai số (RSD) = $2^{(1 - 0,5 \lg C)}$ (C là nồng độ chất phân tích được biểu diễn dưới dạng phân số) trong nội bộ phòng thí nghiệm nhỏ hơn $\frac{1}{2}$ RSD tính theo hàm Horwitz thì đạt yêu cầu.

$$\text{Ta có: } RSD_{\text{Horwitz}} = 2^{(1 - 0,5 \lg C)} = 2^{(1 - 0,5 \lg 80 \cdot 10^{-6})} = 8,27 > 1,07 \cdot 2$$

Bảng 2. Kết quả xác định độ lặp lại sắt trong các mẫu hào

Ký hiệu	Hàm lượng sắt trong Hào, $\mu\text{g/g}$ tươi
---------	---

mẫu	Lần 1	Lần 2	Lần 3	Lần 4	Trung bình	RSD (%)
H ₁₋₁	54.17	53.70	54.17	54.64	54.17 ± 2,44	0.71
H ₁₋₂	38.15	38.62	39.09	38.62	38,62 ± 2,45	1.00
H ₁₋₃	35.41	35.23	35.28	35.77	35,42 ± 1,53	0.68
H ₁₋₄	75.11	75.37	76.92	76.03	75,86 ± 5,15	1.07

Độ đúng của phương pháp được đánh giá thông qua độ thu hồi. Kết quả phương pháp xác định hàm lượng sắt có độ thu hồi đạt từ 99,3 ÷ 99,8%. Như vậy, phương pháp F-AAS đạt được độ đúng tốt.

Vậy phương pháp F-AAS đạt được độ đúng và độ lặp lại tốt, nên có thể áp dụng để phân tích sắt trong hào.

3.3. Xác định hàm lượng sắt trong hào

Kết quả phân tích hàm lượng sắt trong hào ở sông Nhật Lệ - thị trấn Quán Hàu - Quảng Bình sau 4 đợt với 16 mẫu được ghi ở bảng 3 .

Bảng 3. Kết quả xác định hàm lượng sắt trong hào ở sông Nhật Lệ

Ký hiệu mẫu	Hàm lượng sắt trong hào, µg/g tươi					
	Đợt 1	Đợt 2	Đợt 3	Đợt 4	Trung bình	%RSD, n=16
H _{VT-1}	54,17	60,85	59,21	60,80	57,76	31,50
H _{VT-2}	40,25	44,17	47,00	50,58		
H _{VT-3}	35,46	40,75	41,72	48,95		
H _{VT-4}	77,31	83,45	88,50	90,94		

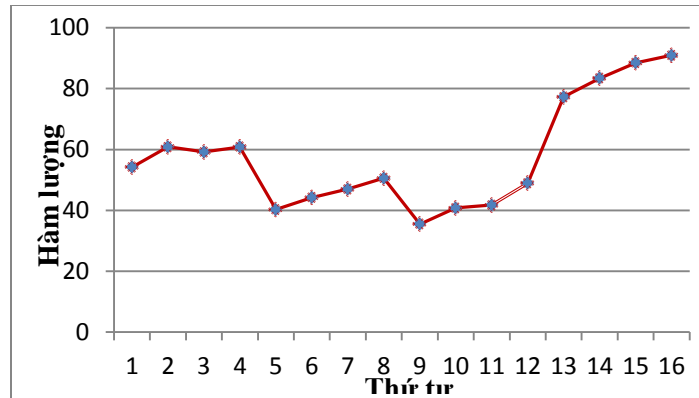
* H_{VT-i}: Hàu vị trí thứ i

Từ kết quả trên Bảng 3 cho thấy hàm lượng sắt trung bình tương đối cao (57,76 µg/g tươi) và nằm trong phạm vi các tiêu chuẩn cho phép an toàn thực phẩm của Bộ Y Tế - 867/BYT 1998 [7]. Đặc điểm này cho thấy, hào ở sông Nhật Lệ thị trấn Quán Hàu có giá trị dinh dưỡng cao về sắt vì vậy thịt hào rất tốt cho sức khỏe.

3.4. Đánh giá hàm lượng sắt trong hào

3.4.1. Đánh giá hàm lượng sắt trong hào năm 2014

Để đánh giá hàm lượng sắt theo vị trí và thời gian lấy mẫu chúng tôi áp dụng phương pháp thống kê vào xử lý số liệu hàm lượng sắt. Từ kết quả ở Bảng 3 trên, chúng tôi biểu diễn qua Hình 3, áp dụng phương pháp phân tích phương sai 2 yếu tố (ANOVA 2 chiều) để đánh giá tác động của yếu tố tháng (thời gian lấy mẫu) và yếu tố vị trí lấy mẫu đến giá trị hàm lượng sắt, thu được các kết quả ở Bảng 4.



Hình 3. Biểu đồ kết quả hàm lượng sắt trong 16 mẫu hào.

Bảng 4. Kết quả phân tích ANOVA 2 chiều của sự biến động hàm lượng sắt trong hào

Nguồn phương sai	Tổng bình phương	Bậc tự do (f)	Phương sai	$F_{tính}$	$F_{l\grave{i} \text{ thuy\^e}t}$ ($p=0,05$, $f_1=3$, $f_2=9$)
Giữa các vị trí (S^2_A)	252.57	3	84.19	$F_1 = 21.04$	3,863
Giữa các đợt (S^2_B)	4613.23	3	1537.74	$F_2 = 384.25$	3,863
Sai số thí nghiệm (S^2_{TN})	36.02	9	4.00		
Phương sai tổng	4901.82	15			

Từ các kết quả phân tích phương sai 2 yếu tố (ANOVA 2 chiều) ở Bảng 4 cho thấy:

+ $F_1 > F_{l\grave{i} \text{ thuy\^e}t}$ tương ứng với mức ý nghĩa $p = 0,05$. Như vậy, yếu tố vị trí lấy mẫu ảnh hưởng đến hàm lượng sắt trong hào ở khu vực khảo sát với $p < 0,05$. Hay nói cách khác, hàm lượng sắt trong hào giữa các vị trí lấy mẫu khác nhau có kết quả khác nhau về mặt thống kê.

+ Mặt khác, $F_2 > F_{l\grave{i} \text{ thuy\^e}t}$ tương ứng với mức ý nghĩa $p = 0,05$. Như vậy, thời gian lấy mẫu khác nhau có hàm lượng sắt trong hào ở vùng khảo sát khác nhau có ý nghĩa về mặt thống kê với $p < 0,05$. Hay nói cách khác, thời gian lấy mẫu có ảnh hưởng đến kết quả phân tích hàm lượng sắt trong hào.

3.4.2 Mức tích lũy của sắt đối với hào thông qua hệ số nồng độ sinh học (BCF)

Hệ số hàm lượng sinh học [8] (Bioconcentration factor -BCF): là con số thể hiện BC (nồng độ sinh học) được tính bằng tỷ lệ của chất ô nhiễm trong cơ thể sinh vật (BC) trên nồng độ chất ô nhiễm trong môi trường xung quanh (EC). BCF thường được xác định từ các phép thử của phòng thí nghiệm tiêu chuẩn. Như vậy hệ số hàm lượng sinh học được tính: $BCF = [BC]/[EClab]$

*

Để đánh giá mức tích lũy của sắt đối với hào thông qua hệ số sinh học, chúng tôi đã tiến hành phân tích 8 mẫu nước được lấy vào các tháng 1 và 4 tương ứng ở 4 vị trí lấy mẫu hào (4 mẫu/đợt). Kết quả phân tích sắt trong 8 mẫu nước được trình bày ở Bảng 5.

Bảng 5. Kết quả phân tích sắt trong nước ở sông Nhật Lệ

Vị trí Đợt	Hàm lượng sắt trong mẫu nước, µg/mL			
	H _{VT-1}	H _{VT-2}	H _{VT-3}	H _{VT-4}
Đợt 1	0,7	0,6	0,9	0,6
Đợt 3	0,8	0,5	0,6	0,9

Áp dụng công thức (*) chúng tôi thu được kết quả là: $BCF(Fe) = 60,18 \div 98,33$. Từ hệ số tích tụ nồng độ sinh học của sắt, cho thấy khả năng tích tụ sắt trong hào vào mùa mưa cao hơn mùa khô. Nhìn chung, giữa hàm lượng sắt trong hào và trong nước có sự tương quan.

4. KẾT LUẬN

1. Đã áp dụng thành công phương pháp AAS xác định hàm lượng sắt trong 16 mẫu hào. Kết quả có độ lặp lại, độ chính xác cao và giới hạn phát hiện thấp.

2. Kết quả phân tích các mẫu hào ở khu vực sông Nhật Lệ thị trấn Quán Hàu - Quảng Bình, cho thấy hàm lượng sắt tương đối tốt ($35,46 \div 90,94 \mu\text{g/g}$ tươi), đạt tiêu chuẩn cho phép về an toàn thực phẩm. Có thể nói rằng không có sự bất an về sắt cho người tiêu dùng hào ở các địa điểm khảo sát.

3. Đã tiến hành đánh giá sự biến động hàm lượng sắt theo thời gian và vị trí lấy mẫu. Thông qua hệ số nồng độ sinh học cho thấy sự tích lũy của sắt trong hào và nước có sự tương quan.

LỜI CẢM ƠN:

Xin chân thành cảm ơn Hội đồng tuyển chọn nhiệm vụ KHCN cơ sở năm học 2013-2014 Trường Đại học Quảng Bình đã xét, tuyển chọn, tài trợ kinh phí để thực hiện nghiên cứu này (mã số: CS.01.2014).

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Đặng Thúy Bình, Nguyễn Thanh Sơn, Nguyễn Thị Thu Nga (2006), *Nghiên cứu sự tích lũy kim loại nặng trong Ốc Hương và một số đối tượng thủy sản (Vẹm, Hải Sâm, Rong Sụn) tại đảo Điệp Sơn, vịnh Vân Phong, Khánh Hòa*, Tạp chí Khoa học - Công nghệ Thủy sản, số 03-04, Trường Đại học Nha Trang.
- [2] Nguyễn Chính (1996), *Một số loài động vật Nhuyễn Thê (Mollusca) có giá trị kinh tế ở biển Việt Nam*, Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội.
- [3] Lê Lan Hương, Lê Hoài Hương, Võ Hải Thi (2006), *Đánh giá chất lượng vi sinh an toàn thực phẩm trong Hào (Crassostrea lugubris) nuôi ở đầm Nha Phu*, Tuyển tập nghiên cứu biển XV, Viện hải dương học, Nha Trang.
- [4] Nguyễn Văn Khánh, Phạm Văn Hiệp (2009), *Nghiên cứu sự tích lũy kim loại nặng Cadmium (Cd) và Chì (Pb) của loại Hến (Corbicula SP.) vùng của sông ở Thành phố Đà Nẵng*, Tạp chí Khoa học và Công nghệ, Đại học Đà Nẵng, số 1(30), tr.83-89.
- [5] Phạm Luận (2006), *Phương pháp phân tích phổ nguyên tử*, Nhà xuất bản Đại học Quốc gia, Hà Nội.
- [6] Lê Thị Mùi (2008), *Sự tích tụ Chì và Đồng trong một số loài nhuyễn thể hai mảnh vỏ vùng ven*

- biển Đà Nẵng*, Tạp chí Khoa học và Công nghệ, Đại học Đà Nẵng, số (4(27)), tr. 49-54.
- [7] Ngô Văn Tứ, Nguyễn Kim Quốc Việt (2009), *Phương pháp von-ampe hoà tan anot xác định Pb^{II}, Cd^{II}, Zn^{II} trong Vẹm xanh ở đầm Lăng Cô - Thừa Thiên Huế*, Tạp chí Khoa học, Đại học Huế, (số 50), tr. 155-163.
- [8] Nguyễn Thị Vinh (2010), *Xác định hàm lượng một số kim loại nặng trong động vật nhuyễn thể ở khu vực Hồ Tây*, Luận văn Thạc sĩ Khoa học, Trường ĐHKHTN, Đại học Quốc gia, Hà Nội.
- [9] Bộ Y Tế, *Danh mục tiêu chuẩn vệ sinh đối với lương thực thực phẩm*. Ban hành kèm theo quyết định số 867/1988/QĐ-BYT của Bộ trưởng BYT 4/6/1998.