

NGHIÊN CỨU XÁC ĐỊNH IOT TRONG RONG BIỂN BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHIẾT-TRẮC QUANG

• TS. Đặng Kim Tại (*)

Tóm tắt

Bài báo xác định hàm lượng iot trong rong biển bằng phương pháp chiết-trắc quang và sử dụng dung môi không phân cực (CCl_4) để chiết hợp chất liên hợp ion (Fucsin bazơ-iot) khỏi thuốc thử dư (Fucsin bazơ). Các điều kiện tối ưu của quy trình chiết hợp chất Fucsin bazơ-iot đã được xác định: pH từ 3 đến 6; bước sóng cực đại của hợp chất Fucsin bazơ-iot là 520 nm ($\lambda_{\max} = 520 \text{ nm}$); độ hấp thụ quang của dung dịch tuân theo định luật Bougher-Lambert-Beer trong khoảng khá rộng từ 0,5-60 mg/l.

Từ khóa: Iot; chiết-trắc quang; Fucsin bazơ; độ hấp thụ quang; CCl_4 .

1. Mở đầu

Iot là một nguyên tố vi lượng rất cần cho sự phát triển của cơ thể như quá trình tổng hợp hoocmon tuyến giáp, duy trì thân nhiệt, phát triển của não cũng như hệ thần kinh của bào thai... thiếu iot sẽ gây hiện tượng rối loạn gọi là “rối loạn thiếu iot”, tuyến giáp không đủ lượng hoocmon cần thiết, dẫn đến nồng độ hoocmon trong máu thấp, não bị hư hại [4] làm con người trở nên đần độn, chậm chạp, có thể điếc, câm, lùn. Thiếu iot còn gây ra bệnh bướu cổ và hàng loạt các rối loạn khác, đặc biệt nguy hiểm đối với bà mẹ và trẻ em.

Theo báo cáo hiện nay, trên thế giới có một phần tư dân số bị thiếu iot trong cơ thể, hiện có 40 nước thiếu muối iot ở mức nhẹ, 14 nước thiếu muối iot ở mức nặng. Theo số dân ở các nước này thì có hơn 2 tỷ người vẫn thiếu muối iot trên toàn thế giới, kể cả châu Âu. Việt Nam là một nước nằm trong vùng thiếu iot [1]. Tỷ lệ thiếu iot rất cao và phổ biến trên toàn quốc từ miền núi đến đồng bằng. Biết được tầm quan trọng của iot, con người đã tìm cách đưa iot vào thực đơn cho bữa ăn hàng ngày. Để làm được điều đó người ta cần lựa chọn những loại thực phẩm giàu iot và tốt cho sức khỏe con người.

Để xác định hàm lượng iot ta có thể dùng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử, phương pháp kích hoạt nơtron. Tuy nhiên, với các phương pháp trên đòi hỏi phải có các máy móc hiện đại chuyên dụng. Trong nghiên cứu này, chúng tôi tiến hành xác định hàm lượng iot trong một số mẫu rong biển

bằng phương pháp trắc quang UV-VIS kết hợp với chiết để tách và làm giàu iot đồng thời loại trừ thuốc thử dư để tăng độ chọn lọc và độ nhạy.

2. Thực nghiệm

2.1. Thiết bị, hóa chất

2.1.1. Thiết bị

- Máy quang phổ kế Thermal Evolution 300, Đức;
- Cân phân tích có độ chính xác $\pm 10^{-4}$ g, model AB 204, Mettler Toledo, Thụy sĩ;
- Bếp điện, bếp cách cát;
- Lò sấy Memmert;
- Máy đo pH, pH 212 Microprocessor, Roman;
- Lò nung Nabertherm, Controller B170;
- Phễu chiết (125 ml; 250 ml);
- Các loại bình định mức, bình tam giác, pipet và dụng cụ thủy tinh khác;

2.1.2. Hóa chất

Tất cả các hóa chất sử dụng đều thuộc loại tinh khiết phân tích (PA) hoặc tinh khiết thuốc thử (P.R.) và siêu tinh khiết Merck.

- Fucsin bazơ; tetraclorua (CCl_4);
- Axit và bazơ: HCl, HNO_3 , H_2SO_4 , axit xitric, NaOH;

- Các loại muối: KI, NaNO_2 , KCl, NaH_2PO_4 , Na_2HPO_4 , CH_3COONa ;

- Một số hóa chất khác: H_2O_2 , hồ tinh bột.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Lấy mẫu và xử lý mẫu

- Mẫu rong biển khô của Công ty TNHH XD TM & DV Trúc Khanh (73/900B1 Phan Huy Ích, phường 12, quận Gò Vấp, TP. Hồ Chí Minh).

- Mẫu rong biển Gim Bab Gim của công ty TNHH Green World (Lô D15-3, Khu công nghiệp Long Biên, Biên Hòa, Đồng Nai, Việt Nam).

(*) Khoa Sư phạm Hóa – Sinh – Kỹ thuật Nông nghiệp, Trường Đại học Đồng Tháp.

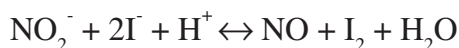
Mẫu rong biển được rửa sạch và tráng bằng nước cất 2 lần. Sau đó, mẫu rong biển được cắt nhỏ, sấy khô ở 60°C trong vòng 2 ngày, nghiền nhỏ bằng cối sứ (cối sứ đã được rửa sạch bằng axit HNO₃, tráng bằng nước cất 2 lần, sấy khô) và cho vào túi nylon sạch có miệng kín, bảo quản nơi thoáng mát [5].

Cân 2 gram mẫu rong biển (đã được sấy khô, nghiền mịn) cho vào cối sứ có nắp đậy, cho vào lò nung ở nhiệt độ khoảng 500-600°C trong 6 giờ. Sau khi tro hóa xong, lấy mẫu ra và để nguội, cho vào 0,5ml dung dịch axit HNO₃ đặc và 5ml dung dịch HCl 18%, đun nhẹ cho tro tan hết, axit bay hơi và hỗn hợp còn lại là muối ẩm. Sau đó, cho khoảng 10 ml nước cất, đun nhẹ cho muối ẩm tan. Lấy mẫu ra để nguội, lọc bằng giấy lọc, định mức thành 25ml bằng nước cất.

2.2.2. Phương pháp chiết hợp chất của iot với Fucsin bazơ

Chất màu bazơ hữu cơ (Fucsin bazơ) là chất phân cực mạnh [2] khi tương tác với I₂ làm cho I₂ cũng phân cực. Fucsin bazơ và iot bị phân cực sẽ liên kết với nhau theo cơ chế hấp phụ lực hút tĩnh điện tạo thành liên hợp ion. Hợp chất liên hợp ion này dễ dàng bị chiết bởi các dung môi không phân cực, trong khi đó thuốc thử Fucsin không bị chiết bởi các dung môi này. Hơn nữa, để I₂ chuyển hoàn toàn sang hợp chất liên hợp ion Fucsin bazơ-iot ta phải dùng dư thuốc thử Fucsin bazơ. Do vậy, ta có thể dùng các dung môi không phân cực để chiết các hợp chất liên hợp ion giữa Fucsin bazơ với iot khỏi thuốc thử dư Fucsin bazơ [4].

Phản ứng oxi hóa I⁻ thành I₂ bằng NO₂⁻ xảy ra trong môi trường axit (dùng HCl), chúng tôi chọn pH = 1. Sau khi thực hiện phản ứng oxi hóa, tiếp tục thực hiện phản ứng tạo phức màu với thuốc thử Fucsin bazơ.



Để phản ứng oxi hóa I⁻ được hoàn toàn phải dùng lượng dư

NO₂⁻. Lượng dư NO₂⁻ không ảnh hưởng đến quá trình thực nghiệm tiếp theo [4].

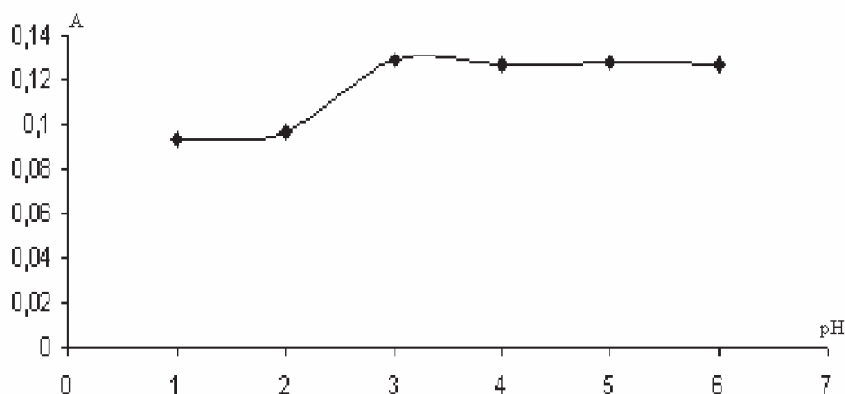
3. Kết quả và thảo luận

3.1. Khảo sát ảnh hưởng của pH đến sự chiết thuốc thử Fucsin bazơ bằng CCl₄

Trong khoảng pH axit, Fucsin bazơ là phân tử phân cực nên không bị chiết bởi các dung môi không phân cực. Chúng tôi tiến hành chiết Fucsin bazơ ở các giá trị pH 1, 2, 3, 4, 5, 6 bằng dung môi tetraclorua (CCl₄). Kết quả cho thấy Fucsin bazơ không bị chiết ở các giá trị pH từ 2 đến 6. Như vậy, khi chiết hợp chất liên hợp ion Fucsin bazơ-iot ở các giá trị pH > 2 có thể loại trừ được ảnh hưởng khi dùng dư thuốc thử Fucsin bazơ.

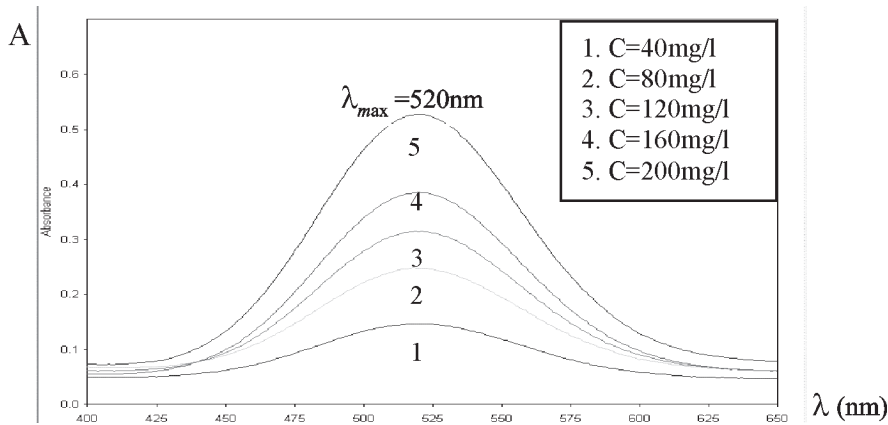
3.2. Khảo sát ảnh hưởng của pH đến sự chiết hợp chất liên hợp ion Fucsin bazơ và iot bằng CCl₄

Hòa tan hỗn hợp gồm 5 ml dung dịch KI 20 mg/l, 1 ml dung dịch NaNO₂ 0,1M, 1 ml dung dịch HCl 2M (pH ≈ 1) và 3 ml dung dịch Fucsin bazơ (40 mg/l), sau đó cho 1 ml NaOH 2M để trung hòa và 5 ml dung dịch đệm có pH lần lượt là 1, 2, 3, 4, 5, 6 vào phễu chiết được đánh số từ 1, 2, 3, 4, 5, 6. Thêm nước cất tới thể tích 25 ml và lắc trộn. Tiến hành chiết hợp chất liên hợp Fucsin bazơ-iot. Chiết 3 lần, mỗi lần bằng 5 ml CCl₄. Dung dịch chiết thu được cho vào bình định mức và cho tiếp CCl₄ đến vạch 25 ml. Đo mật độ quang (A) của dịch chiết. Kết quả nghiên cứu cho thấy giá trị pH tốt nhất cho quá trình chiết là pH từ 3 đến 6. Để thuận lợi cho quá trình chiết chúng tôi chọn pH = 4 trong các thí nghiệm tiếp theo.



Hình 1. Sự phụ thuộc mật độ quang của hợp chất Fucsin bazơ-iot vào pH khi chiết bằng CCl₄

3.3. Phổ hấp thụ của hợp chất Fucsin bazơ-iot

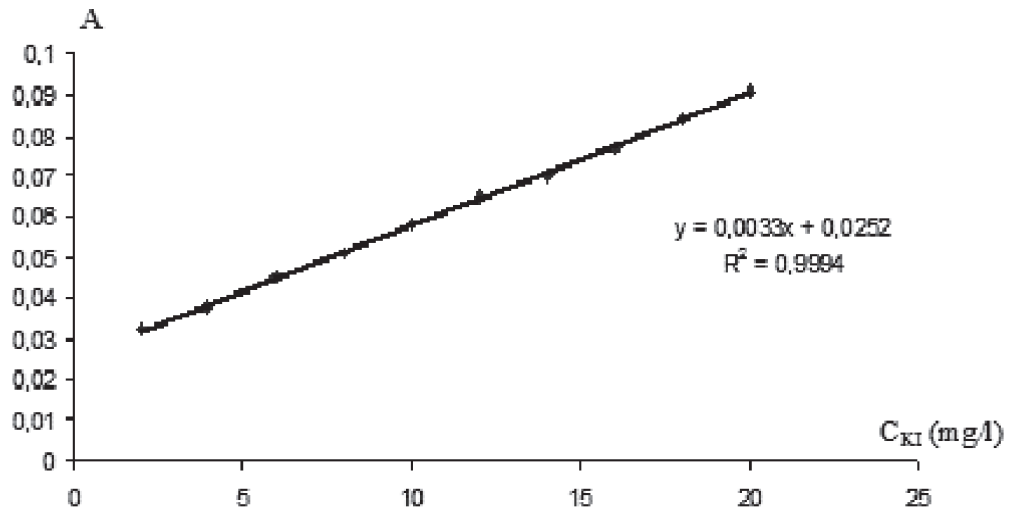


Hình 2. Phổ hấp thụ của hợp chất Fucsin bazơ-iot khi chiết

Khi chiết hợp chất Fucsin bazơ-iot bằng dung môi CCl_4 có cực đại hấp thụ ở $\lambda_{\max} = 520 \text{ nm}$ (Hình 2).

3.4. Khảo sát sự phụ thuộc độ hấp thụ quang của hợp chất màu Fucsin bazơ và iot theo thời gian

Kết quả khảo sát cho thấy mật độ quang của hợp chất màu liên hợp tạo bởi Fucsin bazơ và iot không đổi trong thời gian 30 phút sau khi chiết, sau đó mật độ quang giảm dần. Như vậy, phải tiến hành đo mật độ quang trong vòng 30 phút sau khi chiết hợp chất màu.



Hình 3. Đường chuẩn xác định iot bằng phương pháp chiết-trắc quang

Sau khi nghiên cứu tìm các điều kiện tối ưu cho phản ứng giữa Fucsin bazơ và iot, chúng tôi áp dụng phản ứng này để xây dựng đường chuẩn biểu diễn mối liên hệ giữa nồng độ iot và mật độ quang (A) (Hình 3). Dãy dung dịch chuẩn iot có nồng độ từ 2 mg/l đến 20 mg/l. Độ hấp thụ quang

của dung dịch tuân theo định luật Bougher-Lambert-Beer trong khoảng khá rộng từ 0,5-60 mg/l.

3.5. Hiệu suất quá trình chiết

Theo các điều kiện tối ưu đã chọn, chúng tôi tiến hành chiết xác định iot và tính hiệu suất của quá trình chiết, kết quả thu được ở Bảng 1.

Bảng 1. Hiệu suất của quá trình chiết

STT	Lượng iot ban đầu (mg)	Lượng iot sau khi chiết (mg)	Hiệu suất chiết (%)
1	0,05	0,050	100,0
2	0,10	0,094	94,10
3	0,15	0,1498	99,87
4	0,20	0,1955	97,80
5	0,25	0,2485	99,40
6	0,30	0,3000	100,0

7	0,35	0,3390	96,86
8	0,40	0,3925	98,13
9	0,45	0,4455	99,0
10	0,5	0,4985	99,70

Từ kết quả phân tích ở Bảng 1 cho thấy, hiệu suất chiết tương đối cao ($R = 98,43 \pm 1,302\%$). Như vậy, ta có thể áp dụng quy trình chiết trên để xác định hàm lượng iot trong mẫu thực (mẫu rong biển).

3.6. Hiệu suất thu hồi của quy trình xử lý mẫu

Để đánh giá hiệu suất thu hồi của quy trình xử lý mẫu rong biển, tiến hành như sau:

Mẫu thực: Mẫu rong biển Gim Bab Gim được xử lý như mục 2.2.1 và xác định iot theo những điều kiện tối ưu đã khảo sát.

Mẫu thêm: Cho 5 ml dung dịch chuẩn KI (nồng độ 10 mg/l; 15 mg/l; 20 mg/l; 25 mg/l; 30 mg/l) vào mẫu rong biển Gim Bab Gim, trước khi xử lý mẫu. Sau đó tiến hành xử lý mẫu như mẫu thực, xác định iot theo những điều kiện tối ưu đã khảo sát. Kết quả tính hiệu suất thu hồi được trình bày ở Bảng 2.

Bảng 2. Hiệu suất thu hồi iot trong quy trình xử lý mẫu rong biển

STT	Lượng I ⁻ trong mẫu thực (mg/kg)	Lượng I ⁻ thêm vào (mg/kg)	Lượng I ⁻ trong mẫu thêm	Hiệu suất thu hồi (%)
1	132,5	25,0	156,0	94,20
2	132,5	37,5	168,2	95,20
3	132,5	50,0	180,0	95,00
4	132,5	62,5	193,6	97,81
5	132,5	75,0	205,2	96,92

Kết quả xác định hiệu suất thu iot ở Bảng 2 cho thấy, hiệu suất thu hồi iot khá cao, đạt từ 94,20% đến 97,81%. Do đó có thể áp dụng quy trình này để xử lý mẫu rong biển.

3.7. Áp dụng quy trình phân tích xác định hàm lượng iot trong mẫu rong biển

Áp dụng quy trình phân tích ở trên vào việc xác định iot trong mẫu rong biển. Kết quả xác định hàm lượng iot trong 2 mẫu rong biển (mẫu rong biển khô của Công ty TNHH XD TM & DV Trúc Khanh và mẫu rong biển Gim Bab Gim) được trình bày ở Bảng 3 [3].

Bảng 3. Hàm lượng iot trong mẫu rong biển

Rong biển	Số thứ tự	Hàm lượng I ⁻ (mg/kg)	Hàm lượng I ⁻ trung bình (mg/kg)	$\mu = \bar{x} \pm \varepsilon$
Rong biển khô của Công ty TNHH XD TM & DV Trúc Khanh	1	165,500	166,150	0,0686
	2	165,750		
	3	166,500		
	4	166,875		
	5	166,125		
Rong biển Gim Bab Gim	1	147,375	146,475	146,475 ± 0,0688
	2	145,625		
	3	146,000		
	4	146,500		
	5	146,875		

Kết quả xác định hàm lượng iot ở Bảng 3 cho thấy, rong biển khô của Công ty TNHH XD TM & DV Trúc Khanh có hàm lượng iot cao hơn rong biển Gim Bab Gim. Tuy nhiên, hàm lượng iot trong hai loại rong biển này có sự chênh lệch không nhiều. Rong biển của Công ty TNHH XD TM & DV Trúc Khanh có hàm lượng iot (\bar{I}) trung bình là 166,150 mg/kg. Rong biển Gim Bab Gim có hàm lượng iot (\bar{I}) trung bình là 146,475 mg/kg.

4. Kết luận

Nghiên cứu đã xây dựng quy trình phân tích xác định iot bằng phương pháp trắc quang (UV-VIS) kết hợp với chiết để làm giàu iot đồng thời loại trừ thuốc thử dư để tăng tính chọn lọc và độ nhạy dựa trên phản ứng tạo hợp chất màu giữa

Fucsin bazơ và iot và khảo sát điều kiện tối ưu cho phản ứng. Quy trình phân tích đơn giản, đảm bảo độ nhạy và độ tin cậy, có thể áp dụng rộng rãi trong nhiều phòng thí nghiệm chưa có các trang thiết bị hiện đại.

Đồng thời nghiên cứu đã xây dựng quy trình xử lý mẫu rong biển cho độ thu hồi iot cao và áp dụng quy trình nghiên cứu để phân tích hàm lượng iot trong 2 loại rong biển, kết quả cho thấy hàm lượng iot trong hai mẫu rong biển tương đối cao. Rong biển của Công ty TNHH XD TM & DV Trúc Khanh có hàm lượng iot cao hơn một ít so với rong biển Gim Bab Gim. Từ kết quả nghiên cứu cho thấy, rong biển là nguồn thực phẩm chứa nhiều iot. Vì vậy việc lựa chọn những loại thực phẩm có chứa nhiều iot là cần thiết cho con người./.

Tài liệu tham khảo

- [1]. Bộ Y tế (1996-2000), *Đề án mục tiêu phòng chống rối loạn thiếu iot*.
- [2]. Nguyễn Trọng Biểu, Từ Văn Mạc (1978), *Thuốc thử hữu cơ*, NXB Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội.
- [3]. Doerffel (1983), *Thống kê trong Hoá học Phân tích*, NXB Đại học và Trung học chuyên nghiệp, Hà Nội.
- [4]. Trần Thị Thu Quỳnh, Phạm Thị Hồng Thái (2010), “Phương pháp UV-Vis xác định lượng iot trong môi trường”, *Tạp chí Phân tích Hóa, Lý và Sinh học*, 15 (3), tr. 244 – 248.
- [5]. Tạ Thị Thảo, Nguyễn Văn Thuấn (2010), “Ứng dụng phương pháp khối phổ cao tần cảm ứng (ICP-MS) để phân tích đánh giá hàm lượng kim loại nặng trong một số cây thuốc nam và đất trồng cây thuốc”, *Tạp chí Phân tích Hóa, Lý và Sinh học*, 15 (4), tr. 223 – 229.

Summary

Iodine content in seaweed was determined by the photometric-extraction method of using a non-polar solvent (CCl_4) to extract ionic conjugated compound (Basic fuchsine-iodine) from residual reagent (Basic fuchsine). The optimum conditions of Basic fuchsine-iodine extraction process have been determined: pH from 3 to 6; the maximum wavelength of Basic fuchsine-iodine compound is 520nm ($\lambda_{\text{max}}=520\text{nm}$); solution absorbance in conformity to the Bougher-Lambert-Beer law of quite a wide range from 0.5 to 60 mg/l.

Keywords: Iodine; photometric-extraction; Basis fuchsine; absorbance; CCl_4 .

Ngày nhận bài: 08/01/2014; ngày nhận đăng: 03/7/2014.