

## Možnosti použitia metódy FIA v potravinárskej analýze

TERÉZIA ŠINKOVÁ – SLÁVKA JEDLIČKOVÁ – MILAN KOVÁČ

**Súhrn.** V príspevku sa opisuje princíp prietokovej injekčnej analýzy (FIA), ktorá je významným prvkom pri automatizácii laboratórnych prác. Uvádzajú sa príklady uplatnenia niektorých typov prístrojov FIA. Na svetový trend v tejto oblasti nadväzuje vývoj československých prietokov analyzátorov.

Rozvoj počítačovej techniky umožnil vznik nového analytického postupu – prietokovej injekčnej analýzy (FIA – flow injection analysis), ktorá sa už viac ako 20 rokov s úspechom využíva v mnohých automatizovaných prístrojoch v klinickej biochémii. Ide zväčša o viackanálové prístroje využívajúce princíp fotometrickej detekcie, s podrobne rozpracovanými zabudovanými systémami umožňujúcimi kontrolu spoľahlivosti výsledkov a vyhodnocovanie zloženia analyzovaných vzoriek, vrátane moderných spôsobov komunikácie pri zdávaní úloh a vypracúvaní výstupných správ.

Značná nehomogenosť potravín v porovnaní s biochemickým materiálom spôsobila, že do tejto sféry začala analýza FIA prenikať neskôr [1]. Odvtedy sa v zahraničí vyvinuli viaceré účelovo zamerané prístroje, urýchľujúce laboratórne analýzy v potravinárstve, umožňujúce zvýšiť analytickú kapacitu kontrolných laboratórií až na stovky stanovení za hodinu pri menšej spotrebe chemikálií v porovnaní s manuálnymi analytickými postupmi.

Spoločnou charakteristikou všetkých postupov FIA sú tieto analytické kroky:

- a) Zavedenie kvapalnej vzorky do kanála s nosným prúdom.
- b) Riadená disperzia zóny vzorky a tok nosného prúdu kvapaliny.
- c) Selektívna reakcia analyzovanej zložky s reagensom privedeným v nosnom prúde.
- d) Selektívna detekcia zložky vzorky alebo analytického produktu v koncentračne rozloženej zóne vzorky.

---

Ing. Terézia Šinková, CSc., Ing. Slávka Jedličková, Ing. Milan Kováč, CSc., Výskumný ústav potravinársky, Trenčianska 53, 825 09 Bratislava.

e) Vyhodnotenie obsahu zložky vo vzorke porovnaním s príslušným štandardom.

Prístrojové vybavenie analyzátorov FIA je principiálne jednoduché. Viakanálové čerpadlo zabezpečuje prietok nosného prúdu kvapaliny a analytického činidla. Vzorky sa dávkujú zo zásobníkovej jednotky a postupne sa môžu zmiešavať s reakčným činidlom. V niektorých prístrojoch býva inštalovaný vodný kúpeľ s ohrievacou špirálou na reguláciu teploty pri reakcii a na dôkladnejšie premiešanie vzorky s činidlom. Vzorka napokon prechádza detektorom, kde vzniká signál úmerný koncentrácii zložky alebo jej analytického produktu. Väčšina analytických systémov FIA umožňuje počítačové spracovanie údajov a počítačové riadenie.

Rovnako dôležitý ako výber reakcie, ktorá sa má uplatniť v postupe FIA, je aj výber detektora. Dôležité je, aby daný detektor bol dostatočne citlivý a selektívny pre určité stanovenie. Na detekciu sa v týchto typoch prístrojov využívajú viaceré možnosti – fotometria, fluorometria, atómová absorpcia, emisná spektroskopia a elektrochémia [2].

Prietoková injekčná analýza má praktický význam ako automatizačný prvok v kontrolnom procese, teda je výhodná najmä na priame analýzy kvapalných vzoriek, ktoré nevyžadujú predchádzajúcu prácnu prípravu vzorky manuálnym spôsobom. Je preto pochopiteľné, že prvé špecializované prístroje mimo oblasti klinickej biochémie sa vyvinuli pre analýzy vody a odpadových vôd. Takým prístrojom je napr. Aquatec (firma Tecator, Švédsko), ktorý v plnoautomatizovanom postupe zabezpečuje analýzy amoniaku, fosforu, dusitanov a dusičnanov [3].

Niektoré prístroje FIA majú predradenú separačnú techniku, umožňujúcu určitú úpravu vzorky pred analytickou reakciou (dialýza, extrakcia v systéme kvapalina-kvapalina a pod.) [4].

Najvyužívanejšou metódou detekcie v prístrojoch FIA je fotometria vo viditeľnej oblasti, čo predpokladá uplatnenie chemických reakcií so vznikom farebných reakčných produktov. Takými sú napr. navrhované metódy FIA na stanovenie vápnika [5] alebo kyseliny vínnej [6]. Niektoré potravinárske aplikácie fotometrického systému detekcie vypracúva Státní inspekce jakosti zemědělských a potravinářských výrobků, Praha, na analyzátoch FIA Star (firma Tecator) [7].

Pomerne dobré možnosti pre potravinársku analýzu poskytuje elektrochemická detekcia, výhodná najmä z hľadiska selektivity, ktorá sa však zatiaľ v prístrojoch FIA využíva v menšej miere. Elektrochemická detekcia je využiteľná pri stanovení alkoholov [8], amínov [9], aminokyselín [9, 10], kyseliny askorbovej [11–13], kyseliny mravčej [8], bielkovín [14], sacharidov [15–17], dusitanov [18, 19], dusičnanov [18, 20, 21], arzénu [22], kadmia [23, 24], meďi

[25–27], olova [28], zinku [26] a ďalších prírodných a cudzorodých zložiek potravín.

Laboratórne prístroje, Praha, ktoré vyvinuli asi pred 20 rokmi stavebnicovou súpravu Chiratic na účely klinickej biochémie, vyvíjajú v súčasnosti prístroj na FIA. Prietokový analyzátor FIA 05 je stolový stavebnicový systém, pozostávajúci z niekoľkých samostatných prvkov: zásobník vzoriek, do ktorého možno vsadiť až 89 skúmaviek s objemom 2 až 5 ml, dve peristaltické 3-kanálové čerpadlá, automatický dávkovač, vyhodnocovacie zariadenie, fotometrický detektor pre oblasť vlnových dĺžok od 254 do 546 nm a zapisovač. Na prístroj možno napojiť tlačiareň. Ovládanie je manuálne alebo automatické, pričom čas jednej analýzy je ľubovoľne nastaviteľný od 10 sekúnd do 100 minút [29].

V súčasnosti prevládajú vo svete v oblasti analýzy FIA plnoautomatizované počítačovo riadené analyzátory s fotometrickou detekciou, flexibilne využiteľné v klinickej biochémii alebo v priemysle. Výrobcovia dodávajú prístroje vrátane sád chemikálií pre zvolené analytické konfigurácie. Takým prístrojom je napr. dvojkanálový Flowcomp 1500 (fa Carlo Erba Strumentazione), vhodný na stanovenie amoniaku, oxidu siričitého, alkaloidov, fosfátov, dusitanov, dusičnanov, redukujúcich sacharidov a na ďalšie stanovenia [30], analyzátor Breda Scientific v 1-, 2- a 3-kanálovej konfigurácii s rozličným uplatnením [31] a ďalšie prístroje.

Firmy zaoberajúce sa počítačovou technikou optimalizujú softwarové časti prístrojov tak, aby vyhovovali špeciálnym požiadavkám, čo je vlastne podmienkou skutočnej automatizácie laboratórnych prác. Takým riešením je napr. CFAS/3350, kontinuálny prietokový analytický systém určený pre LAS (laboratórne automatizačné systémy) Hewlett-Packard 3356 a 3357, ktorý umožňuje celkom automatické spracovanie údajov od identifikácie vzoriek až po vyhotovenie výstupných správ, zohľadňujúcich spoľahlivosť výsledkov [32].

Vývoj prístrojov na analýzu FIA u nás znamená pokrok v porovnaní s doterajším stavom, ktorý je v súlade so svetovým trendom. Pri porovnaní publikovaných informácií z tejto oblasti si však treba uvedomiť, že využitie FIA v reálnych podmienkach potravinárskeho priemyslu si vyžiada ešte veľa výskumného úsilia.

## Literatúra

- [1] RŮŽIČKA, J. – HANSEN, E.H., *Anal. Chim. Acta*, 78, 1975, s. 145.
- [2] HANSEN, E.H., *Int. Lab.*, 1985, č. 4, s. 14.
- [3] JOHANSSON, O., *In Focus*, 10, 1987, č. 1, s. 12.
- [4] CANHAM, J.S. – PACEY, G.E., *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 64, 1987, č. 7, s. 1004.
- [5] UCHIDA, K. – TOMODA, M. – SAITO, S., *Bunseki Kagaku*, 34, 1985, č. 9, s. 568.
- [6] LAZARO, F. – CASTRO, M.D. – VALCARCEL, M., *Analyst*, 111, 1986, č. 7, s. 729.
- [7] KRAUSOVÁ, J. – KOCÍKOVÁ, Z., *In: XIV. symposium o nových směrech výroby a hodnocení potravin, Skalský Dvůr*, 1988.
- [8] HUGHES, S. – MESCHI, P.L. – JOHNSON, D.C., *Anal. Chim. Acta*, 132, 1981, s. 1.
- [9] HUI, B.S. – HUBER, C.O., *Anal. Chim. Acta*, 134, 1982, s. 211.
- [10] POLTA, J.A. – JOHNSON, D.C., *J. Liq. Chromatogr.*, 6, 1983, s. 1727.
- [11] CURRAN, D.J. – TOUGAS, T.P., *Anal. Chem.*, 56, 1984, s. 672.
- [12] FOGG, A.G. – SUMMAN, A.M. – FERNANDEZ-ARCINIEGA, M.A., *Analyst*, 110, 1985, s. 341.
- [13] IKEDA, S. – SATAKE, H. – KOHRI, Y., *Chem. Lett.*, 6, 1984, s. 873.
- [14] YUAN, C.J. – HUBER, C.U., *Anal. Chem.*, 57, 1985, s. 180.
- [15] LUNDBACK, H. – OLSSON, B., *Anal. Lett.*, 18, 1985, s. 871.
- [16] NIKOLELIS, D.P. – MOTTOLA, H.A., *Anal. Chem.*, 50, 1978, s. 1665.
- [17] HUGNES, S. – JOHNSON, D.D., *Anal. Chim. Acta*, 132, 1981, s. 11.
- [18] LUNDBACK, H., *Anal. Chim. Acta*, 145, 1983, s. 189.
- [19] SCHOTHORST, R.C. – VAN SON, M. – DEN BEOFF, G., *Anal. Chim. Acta*, 162, 1984, s. 1.
- [20] PRATT, K.W. – JOHNSON, D.C., *Anal. Chim. Acta*, 148, 1983, s. 87.
- [21] HANSEN, E.H. – GHOSE, A.K. – RŮŽIČKA, J., *Analyst*, 102, 1977, s. 705.
- [22] LOWN, J.A. – JOHNSON, D.C., *Anal. Chim. Acta*, 116, 1980, s. 41.
- [23] ALEXANDER, P.W. – AKAPONGKUL, U., *Anal. Chim. Acta*, 148, 1983, s. 103.
- [24] SLANINA, J. – LINGERAK, W.A. – BAKKER, F., *Anal. Chim. Acta*, 117, 1980, s. 91.
- [25] LINDEN, Van DER, W.E. – OOSTERVINK, R., *Anal. Chim. Acta*, 101, 1978, s. 419.
- [26] HANEKAMP, H.B. – BOS, P. – VITTORI, O., *Anal. Chim. Acta*, 131, 1981, s. 149.
- [27] DIEKER, J.W. – LINDEN, Van DER, W. E., *Anal. Chim. Acta*, 114, 1980, s. 267.
- [28] MAITOZA, P. – JOHNSON, D.C., *Anal. Chim. Acta*, 118, 1980, s. 233.
- [29] HORÁLEK, J., *Inform Servis*, 1987, č. 9, s. 2.
- [30] Carlo Erba Strumentazione: Microcomputerized Colorimetric Analyzer Flowcomp 1500 Series, ST ACF 1500 a-E (firemný materiál), 1983, 14 s.
- [31] Breda Scientific: Flow Analysis (firemný materiál), 1980, 10 s.
- [32] Hewlett-Packard: CFAS/3350 Continuous Flow Analysis System, (firemný materiál), b.r., 8 s.

**Резюме**

Работа описывает принцип проточного шприцевого анализа (FIA), который считается значительным элементом при автоматизации лабораторных работ. В докладе приведены в качестве примеров применения некоторых типов FIA приборов. В мировом развитии в этой области исходит развитие чехословацкого проточного анализатора FIA 05 в Лабораторных приборах, Прага.

**Possibilities of employing FIA method in food analysis**

**Summary**

The contribution describes a principle of flow injection analysis (FIA) which is an important element in laboratory work automatization. Examples of employing of some types of FIA devices are given. Current world trend in this field is followed by development of Czechoslovak flow analyser FIA 05 in Laboratorní přístroje, Praha.