



DOI: <https://doi.org/10.52714/dthu.14.8.2025.1554>

SO SÁNH CÁC PHƯƠNG PHÁP CHUẨN BỊ MẪU XÁC ĐỊNH ĐỒNG THỜI MỘT SỐ KIM LOẠI NẶNG VÀ VI KHOÁNG TRONG THỰC PHẨM BỔ SUNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP ICP-MS

Trần Hoàng Giang

Khoa Kim loại và Vi khoáng, Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm Quốc gia, Việt Nam

*Tác giả liên hệ, Email: thg93pt@gmail.com

Lịch sử bài báo

Ngày nhận: 02/01/2025; Ngày nhận chỉnh sửa: 17/3/2025; Ngày duyệt đăng: 11/4/2025

Tóm tắt

Nghiên cứu so sánh ba phương pháp phân hủy mẫu thực phẩm bổ sung để xác định đồng thời 11 nguyên tố bằng phương pháp ICP-MS. Các phương pháp bao gồm: tro hóa mẫu trong lò nung ở 500°C, sau đó hòa tan mẫu bằng axit; phân hủy mẫu trong ống Poly TetraFluoroEthylene với thiết bị gia nhiệt ở 170°C trong 4 giờ; và phân hủy mẫu bằng lò vi sóng ở 170°C trong 40 phút. Độ chính xác của các phương pháp được đánh giá thông qua phân tích một vật liệu tham chiếu T07509QC (thực phẩm bổ sung) của Fapas, kết quả thu được cho thấy sự đồng nhất tốt giữa các giá trị chứng nhận và giá trị đo được đối với phương pháp phân hủy ướt và phân hủy bằng lò vi sóng. Kết quả phân tích cho thấy phương pháp phân hủy mẫu trong ống PTFE với thiết bị gia nhiệt có tiềm năng trở thành một giải pháp phổ biến trong các phòng thí nghiệm, đặc biệt là những phòng thí nghiệm không có lò vi sóng, đồng thời giúp cải thiện hiệu quả, độ chính xác và tiết kiệm chi phí trong phân tích nguyên tố bằng ICP-MS.

Từ khóa: ICP- MS, kim loại nặng, phương pháp phân hủy mẫu, vi khoáng.

Trích dẫn: Trần, H. G. (2025). So sánh các phương pháp chuẩn bị mẫu xác định đồng thời một số kim loại nặng và vi khoáng trong thực phẩm bổ sung bằng phương pháp ICP-MS. *Tạp chí Khoa học Đại học Đồng Tháp*, 14(5), 88-97. <https://doi.org/10.52714/dthu.14.8.2025.1554>

Copyright © 2025 The author(s). This work is licensed under a CC BY-NC 4.0 License.

COMPARING SAMPLE PREPARATION METHODS FOR SIMULTANEOUS DETERMINATION OF HEAVY METALS AND FOOD MICRONUTRIENT SUPPLEMENTS BY ICP-MS METHOD

Tran Hoang Giang

Laboratory of metals and minerals, National Institute for Food Control, Vietnam

**Corresponding author, Email: thg93pt@gmail.com*

Article history

Received: 02/01/2025; Received in revised form: 17/3/2025; Accepted: 11/4/2025

Abstract

A comparative study of three sample digestion methods for the simultaneous determination of 11 elements in food supplements by ICP-MS method is presented. The methods include: ashing the sample in a furnace at 500°C followed by acid dissolution; digesting the sample in a Poly TetraFluoroEthylene tube with a heating device at 170°C for 4 hours; and microwave digestion at 170°C for 40 minutes. The accuracy of the methods was evaluated by analyzing a Fapas T07509QC- Nutritional Food Supplement reference and the results showed good consistency between the certified values and the measured values for both wet digestion and microwave digestion methods. These results suggest that the sample digestion method in a PTFE tube with a heating device has the potential to become a widely used solution in laboratories, especially those without microwave systems, while improving efficiency, accuracy, and cost-effectiveness in elemental analysis by ICP-MS.

Keywords: *Heavy metals, ICP-MS, micronutrients, sample digestion method.*

1. Đặt vấn đề

Thực phẩm bổ sung đang ngày càng trở nên phổ biến trên toàn thế giới, được sử dụng như một nguồn cung cấp dinh dưỡng cho con người nhờ vào thành phần hóa học thiết yếu của chúng, thường bao gồm các vi chất và các yếu tố có lợi cho sức khỏe như vitamin, khoáng chất, acid amin và acid (Buldini & cs., 2002). Các nguyên tố vi lượng thiết yếu như Se, Cu, Zn, Mn... dù chỉ chiếm một lượng nhỏ trong cơ thể nhưng lại đóng vai trò vô cùng quan trọng trong các quá trình sinh học của con người. Ngược lại, các nguyên tố kim loại nặng như Pb, Cd, As, Hg lại không cần thiết cho sự sống và có hại đối với sức khỏe (Salgueiro & cs., 2000).

Do đó, để đảm bảo chất lượng của thực phẩm bổ sung, việc xác định chính xác hàm lượng các chất trong sản phẩm, bao gồm các nguyên tố độc hại và vi lượng là rất cần thiết. Điều này không chỉ giúp các nhà sản xuất kiểm soát chất lượng sản phẩm mà còn hỗ trợ các cơ quan quản lý nhà nước trong việc thực hiện kiểm tra, giám sát, qua đó bảo vệ quyền lợi và sức khỏe của người tiêu dùng.

Hiện nay, kỹ thuật ICP-MS ngày càng được sử dụng rộng rãi trong các phòng thí nghiệm để phân tích các mẫu thực phẩm nhờ vào khoảng tuyến tính làm việc rộng, khả năng phân tích nhiều nguyên tố trong một lần bơm mẫu, và đặc biệt là giới hạn phát hiện thấp so với các kỹ thuật như: GF-AAS hay ICP-OES (Ammann, 2007; Parsons & Barbosa Jr, 2007). Tuy nhiên, để đạt được kết quả phân tích chính xác và đáng tin cậy, việc chuẩn bị mẫu đóng vai trò cực kỳ quan trọng. Phương pháp phân hủy mẫu không chỉ chiết các chất ra khỏi nền mẫu mà còn ảnh hưởng trực tiếp đến độ chính xác của kết quả phân tích. Trong quá trình phân hủy, nếu không thực hiện đúng cách, có thể xảy ra nhiễm bẩn hoặc thất thoát chất phân tích, dẫn đến sai số đáng kể trong kết quả cuối cùng (Nemati & cs., 2010; Pereira & cs., 2013). Điều này đặc biệt quan trọng đối với các nguyên tố có nồng độ thấp hoặc các kim loại có thể phản ứng mạnh với các thành phần trong mẫu hoặc với dung môi phân hủy.

Có nhiều quy trình phân hủy mẫu kim loại được sử dụng như: tro hóa khô, phân hủy ướt hay sử dụng lò vi sóng. Mỗi phương pháp có ưu điểm và hạn chế riêng. Tro hóa khô có thể dễ dàng áp dụng với các mẫu rắn, trong khi phân hủy ướt và lò vi sóng cho phép kiểm soát tốt hơn các yếu tố nhiệt độ và thời gian, giúp tránh tổn thất hoặc nhiễm bẩn do sự tương tác với môi trường (Doner & Ege, 2004; Kira & Maihara, 2007; Tuzen & Soylak, 2007; Yaman & Cokol, 2004). Trong nghiên cứu này, các phương pháp phân hủy mẫu khác nhau sẽ được đánh giá để xác định phương pháp tối ưu cho việc định lượng các nguyên tố như Pb, Cd, As, Hg, Se, Cr, Cu, Mn, và Fe trong thực phẩm bổ sung bằng kỹ thuật ICP-MS, nhằm so sánh hiệu quả và độ chính xác của từng phương pháp.

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Hóa chất và thiết bị

Các chất chuẩn đơn nguyên tố: Chì (Pb), Cadmi (Cd), Arsen (As), Thủy ngân (Hg), Niken (Ni), Crom (Cr), Đồng (Cu), Manganese (Mn), Selenium (Se), Kẽm (Zn), Sắt (Fe), Vàng (Au), nội chuẩn Germani đều có nồng độ 1000ppm, nội chuẩn Terbium (Tb) có nồng độ 100 ppm (Merck, Germany). Các dung môi, hóa chất khác gồm: Methanol (MeOH) 99,9%, HNO₃ 65%; Methanol (MeOH); Hydro peoxid H₂O₂ 30% (Germany), nước sử dụng là nước deion có độ dẫn điện 18 MΩ/cm (MiliQ).

Thiết bị phổ khối plasma cao tần cảm ứng (ICP-MS) NexION 2000 (PerkinElmer, USA), thiết bị lò vi sóng phá mẫu Ethos up (Milestone, Italia), lò nung Nabertherm (Germany), cân phân tích (có độ chính xác 0,1 mg) XS105 (Mettler Toledo), khí Argon (99,999%), khí Helium (99,999%) (Messer, Việt Nam). Ngoài ra, các thiết bị, dụng cụ thông thường khác trong phòng thí nghiệm cũng được sử dụng.

2.2 Vật liệu

Vật liệu được sử dụng trong nghiên cứu là mẫu vật liệu chuẩn T07509QC- Nutritional Food Supplement (thực phẩm bổ sung) được cung cấp bởi tổ chức thử nghiệm thành thạo của Fapas (Proficiency testing from Fera Science Ltd.) – Anh

2.2. Phương pháp phân tích

Qua tham khảo các tài liệu

Các quy trình phân hủy mẫu, bao gồm tro hóa khô, phân hủy ướt và phân hủy bằng lò vi sóng, được áp dụng để phân tích 11 nguyên tố trong mẫu thực phẩm bổ sung (Pb, Cd, As, Hg, Ni, Se, Cu, Mn, Zn, và Fe) với các điều kiện đã được tối ưu. Trong quá trình phân hủy, mẫu trắng dung môi và mẫu trắng thuốc thử được chuẩn bị tương tự như điều kiện phân tích mẫu thực để kiểm tra sự nhiễm bẩn, ảnh hưởng hóa chất trong quá trình xử lý mẫu.

2.2.1. Tro hóa khô

Qua tham khảo tài liệu (Kira & Maihara, 2007; Tuzen & Soylak, 2007). Thực hiện quy trình như sau: Cân chính xác khoảng 0,5 - 0,6 gam mẫu vào các chén nung bằng sứ (chén nung đã được ngâm trong hỗn hợp cường thủy trong 24h để loại bỏ các tạp chất, kim loại nặng còn dư, sau đó chén được rửa sạch lần lượt bằng HNO₃ 6% nhiều lần, nước deion và để khô). Thêm lần lượt 0,5 mL chất nội chuẩn Tb 0,2 ppm; 0,5 mL chất nội chuẩn Ge 2 ppm, 0,5mL dung dịch Au 100 ppb. Sau đó, tro hóa mẫu trên bếp điện ở nhiệt độ thấp để đuổi dung môi rồi đặt chén nung và đưa vào lò nung. Nhiệt độ lò được tăng từ từ nhiệt độ phòng lên 500 °C trong khoảng 5 giờ cho đến khi thu được tro trắng xám. Phần tro được hòa tan trong 10 ml HNO₃ 6% (nếu cần có thể đun nóng từ từ bằng acid để hòa tan hoàn toàn các ion kim loại cần phân tích). Sau đó, chuyển phần dịch từ chén nung vào ống bình định mức có thể tích 50 mL theo thứ tự bằng nước deion, thêm 0,5 mL MeOH và định mức bằng nước deion đến vạch, lắc đều. Dung dịch mẫu thử sau đó được lọc qua màng lọc 0,20 µm rồi chuyển vào ống polypropylen 50 mL để phân tích trên thiết bị ICP-MS

2.2.2 Phân hủy ướt

Qua tham khảo tài liệu (Al Khalifa & Ahmad, 2010; Llorent-Martínez & cs., 2012). Thực hiện quy trình như sau: Cân chính xác khoảng 0,3 - 0,4 gam mẫu vào các ống phân hủy Poly TetraFluoroEthylene có thể tích 50 mL. Thêm lần lượt 1mL nước deion; 0,5 mL chất nội chuẩn Tb 0,2 ppm; 0,5 mL chất nội chuẩn Ge 2 ppm; 0,5mL dung dịch Au 100 ppb; 7 mL HNO₃ 65% và 1 mL H₂O₂ 30%. Đậy nắp ống, sau đó đưa vào thiết bị gia nhiệt theo thứ tự đã được mã hóa. Cài đặt chương trình nhiệt độ của thiết bị gia nhiệt từ nhiệt độ phòng lên đến 160-170 °C, duy trì nhiệt độ trên trong khoảng 4 giờ đến khi xuất hiện dung dịch không màu, màu của dung dịch gần như nước. Để nguội và chuyển phần dịch trong ống vào bình định mức có thể tích 50mL có thể tích 50mL bằng nước cất đến vạch, lắc đều. Dung dịch mẫu thử sau đó được lọc qua màng lọc 0,20 µm rồi chuyển vào ống polypropylen 50 mL để và phân tích trên thiết bị ICP-MS.

2.2.3 Phân hủy bằng lò vi sóng

Qua tham khảo tài liệu (Nardi & cs., 2009; Pereira & cs., 2013). Thực hiện quy trình như sau: Cân chính xác khoảng 0,3 - 0,4 gam mẫu vào các bình phân hủy được làm bằng Teflon của lò vi sóng. Thêm lần lượt 1mL nước deion; 0,5 mL chất nội chuẩn Tb 0,2 ppm; 0,5 mL chất nội chuẩn Ge 2 ppm; 0,5mL dung dịch Au 100 ppb; 7 mL HNO₃ 65% và 1 mL H₂O₂ 30%. Đậy nắp bình phản ứng và đưa vào lò vi sóng phân hủy ở nhiệt độ 170 °C trong thời gian 40 phút với công suất vi sóng 1800W. Sau khi kết thúc quá trình phân hủy, mẫu được làm nguội đến nhiệt độ khoảng 30 °C, chuyển sang bình định mức có thể tích 50 mL có thể tích 50

mL, thêm 0,5 mL MeOH và định mức bằng nước deion đến vạch, lắc đều. Dung dịch mẫu thử sau đó được lọc qua màng lọc 0,20 μm rồi chuyển vào ống polypropylen 50 mL để và phân tích trên thiết bị ICP-MS.

2.2.4. Điều kiện phân tích định lượng trên ICP-MS

Trước khi tiến hành phân tích, thực hiện tối ưu thiết bị bằng dung dịch tuning của hãng (PerkinElmer, USA cung cấp). Sau khi tối ưu xong thu được các điều kiện vận hành và lựa chọn đồng vị đặc trưng cho các nguyên tố cần phân tích được trình bày trong Bảng 1.

Bảng 1. Các thông số cài đặt thiết bị ICP-MS NexION 2000

Thiết bị ICP-MS	PerkinElmer NexION 2000
Công suất cao tần RF	1500 W
Lưu lượng khí Ar plasma	15 L/phút
Lưu lượng dòng khí Ar phụ trợ	0,98 L/phút
Lưu lượng dòng khí Nebulizer	1,0 L/phút
Tốc độ hút mẫu	250 μL /phút
Thời gian phân tích	100-500 ms
Số lần quét lặp lại một mẫu	3 lần
Chế độ phân tích	KED (đo va chạm động học)
Các đồng vị nguyên tố phân tích	^{208}Pb , ^{111}Cd , ^{75}As , ^{202}Hg , ^{60}Ni , ^{78}Se , ^{52}Cr , ^{63}Cu , ^{55}Mn , ^{56}Fe , ^{66}Zn

2.3. Chuẩn bị đường chuẩn các nguyên tố phân tích

Các dung dịch chuẩn làm việc bao gồm hỗn hợp 11 nguyên tố được chuẩn như sau: dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ 0; 0,4; 1; 2; 4; 10; 20 ppb đối với các nguyên tố Pb, Cd, As, Hg và Se; dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ: 0; 2,5; 5; 20; 80; 160; 320 ppb đối với các nguyên tố Ni, Cr, Cu, Mn, Fe và Zn. Mỗi dung dịch chuẩn được thêm lần lượt: 0,5 mL chất nội chuẩn Tb 0,2 ppm, 0,5 mL chất nội chuẩn Ge 2 ppm và 0,5 mL dung dịch Au 100 ppb và định mức bằng dung dịch HNO_3 2%.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Xây dựng đường chuẩn

Đường chuẩn các nguyên tố Pb, Cd, As, Hg, Se và Ni được xây dựng biểu diễn sự phụ thuộc tuyến tính giữa tỷ lệ số đếm của mỗi chất phân tích/chất nội chuẩn (Tb) vào nồng độ chất phân tích trong dung dịch chuẩn tương ứng. Đối với đường chuẩn của các nguyên tố Cr, Cu, Mn, Fe và Zn được xây dựng biểu diễn sự phụ thuộc tuyến tính giữa tỷ lệ số đếm của mỗi chất phân tích/chất nội chuẩn (Ge) vào nồng độ chất phân tích trong dung dịch chuẩn tương ứng. Tất cả các đường chuẩn được dựng tự động theo phần mềm của thiết bị. Kết quả đường chuẩn nội chuẩn xác định 11 nguyên tố được trình bày ở Bảng 2.

Bảng 2. Phương trình đường chuẩn cho các nguyên tố

Đường chuẩn	R^2	Đường chuẩn	R^2
Pb $y = 0,201x - 0,0008$	0,9997	Ni $y = 0,0569x - 0,0015$	0,9999

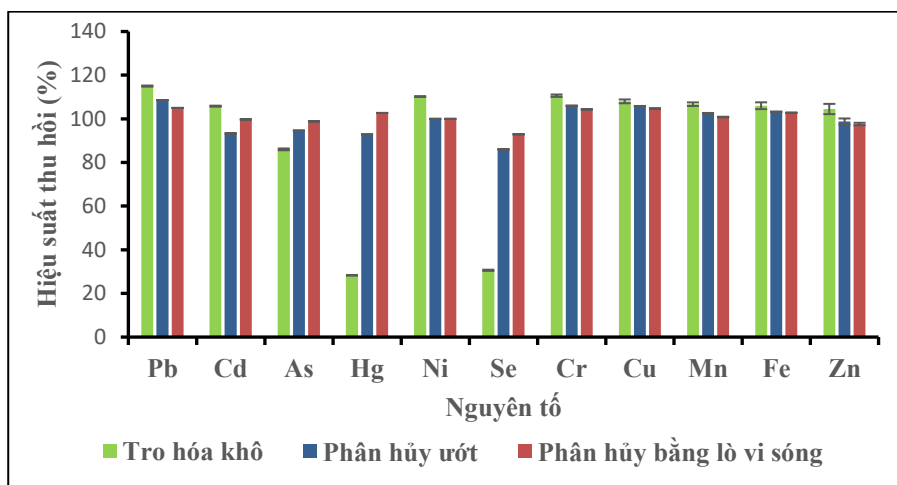
	Đường chuẩn	R ²		Đường chuẩn	R ²
Cd	y= 0,002x - 0,0001	0,9996	Cr	y= 0,1342x - 0,0212	0,9999
As	y= 0,018x + 0,0001	0,9996	Cu	y= 0,1961x - 0,0192	1
Hg	y= 0,0413x - 0,0043	0,9998	Mn	y= 0,0667x - 0,0107	1
Se	y= 0,0016x - 0,0002	0,9996	Fe	y= 0,1176x - 0,0191	1
			Zn	y= 0,0194x + 0,0008	1

Kết quả trong Bảng 2 cho thấy trong khoảng nồng độ từ 0,4 – 20 ppb đối với Pb, Cd, As, Hg và Se và trong khoảng nồng độ từ 2,5-320 ppb đối với Ni, Cr, Cu, Mn, Fe và Zn đường chuẩn của 11 nguyên tố đều có hệ số tương quan tuyến tính $R^2 > 0,999$ và độ chệch tại mỗi điểm của đường chuẩn (%) $\leq \pm 15\%$. Vì vậy, đường chuẩn đáp ứng yêu cầu để phân tích mẫu.

3.2. Kết quả phân hủy mẫu bằng các phương pháp

3.2.1. Đánh giá các phương pháp chuẩn bị mẫu

Các phương pháp xử lý mẫu đã được khảo sát bao gồm: tro hóa khô, phân hủy ướt, phân hủy bằng lò vi sóng để định lượng 11 nguyên tố. Độ đúng và độ chính xác của các phương pháp trên được đánh giá thông qua mẫu vật liệu Fapas 07509- Nutritional Food Supplement (thực phẩm bổ sung).



Hình 1. Kết quả khảo sát phương pháp xử lý mẫu

Từ kết quả ở Hình 1 cho thấy, phương pháp xử lý mẫu tro hóa khô sử dụng nhiệt độ rất cao 500 °C để phá vỡ cấu trúc của các chất hữu cơ trong mẫu, giúp chuyển hóa chúng thành các chất vô cơ hoặc hợp chất có thể dễ dàng phân tích. Khi mẫu được nung ở nhiệt độ cao, các hợp chất của Se(VI) hay Se(IV) và Hg(II) có thể bị khử bởi cacbon, khiến các nguyên tố dễ bay hơi như thủy ngân (Hg) và selen (Se) mất đi dưới dạng hơi, dẫn đến hiệu suất thu hồi các nguyên tố này thấp. Như vậy, phương pháp tro hóa khô này không khả quan dùng để xử lý mẫu phân tích đồng thời các nguyên tố lượng vết và vi khoáng. Kết quả này cũng phù hợp một số nghiên cứu của các nhóm trước đó (Kira & Maihara, 2007; Tuzen & Soylak, 2007).

Phương pháp phân hủy ướt cho hiệu suất thu hồi tương đối ổn định, với hầu hết các nguyên tố có hiệu suất thu hồi từ 90% đến 108,6%. Mức thu hồi cao nhất là đối với Pb (108,6%), trong khi mức thu hồi thấp nhất là đối với Zn (98,8%). Phương pháp phân hủy bằng

lò vi sóng cũng cho kết quả thu hồi tốt, với hiệu suất thu hồi dao động từ 97,6% đến 105% cho các nguyên tố. Mức thu hồi thấp nhất là đối với Zn (97,6%), còn mức thu hồi cao nhất là đối với Hg (102,7%).

Phương pháp lò vi sóng có hiệu suất thu hồi cao hơn đối với một số nguyên tố như Cd, Hg, và Se, cho thấy phương pháp này có thể hiệu quả hơn đối với các nguyên tố này. Đặc biệt, thủy ngân (Hg) có hiệu suất thu hồi rất cao khi dùng phương pháp lò vi sóng (102,7%). Trong khi đó, phương pháp phân hủy ướt một số nguyên tố như Pb, Cr, Cu, Mn, Fe và Zn khi áp dụng phương pháp phân hủy ướt cho hiệu suất thu hồi tương đương với phương pháp lò vi sóng.

Kết quả cho thấy hai phương pháp phân hủy mẫu ướt và phân hủy bằng lò vi sóng cho kết quả khá tương đồng giữa các nguyên tố. Cả hai phương pháp này có thể được sử dụng để phân hủy mẫu để xác định nguyên tố lượng vết và vi lượng trong thực phẩm bổ sung, điều này cũng phù hợp với các kết quả nghiên cứu (Al Khalifa & Ahmad, 2010; Llorent-Martínez & cs., 2012).

3.2.2. Đánh giá các nội chuẩn

Việc sử dụng nội chuẩn trong ICP-MS có vai trò rất quan trọng trong phân tích mẫu bởi nội chuẩn giúp bù trừ các sai số có thể xảy ra trong quá trình phân tích, như sự thay đổi về hiệu suất của hệ thống thiết bị, độ ổn định của nguồn plasma, sự thay đổi trong hiệu quả ion hóa và các yếu tố khác có thể ảnh hưởng đến độ chính xác của phép đo (Nardi & cs., 2009). Việc sử dụng nội chuẩn giúp so sánh được tín hiệu của mẫu với tín hiệu của nội chuẩn. Nếu tín hiệu của nội chuẩn và mẫu bị thay đổi theo tỷ lệ giống nhau trong suốt quá trình phân tích, điều này giúp giảm thiểu các lỗi hệ thống và tăng độ chính xác của kết quả cuối cùng.

Dựa trên điều này, nghiên cứu lựa chọn 02 nội chuẩn Tb và Ge. Kết quả phân tích trên thiết bị ICP-MS cho thấy có sự tương quan tốt giữa tín hiệu các chất phân tích với tín hiệu của nội chuẩn. Các kết quả phân tích thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3. Hiệu suất của từng nguyên tố với nội chuẩn

	Tb (%)		Ge (%)
Pb	99,2	Ni	115,8
Cd	98,9	Cr	103,2
As	98,3	Cu	106,3
Hg	108,3	Mn	102,8
Se	110,5	Fe	108,5
		Zn	101
<i>Các giá trị đo được tính trung bình (n = 3)</i>			

Hiệu suất của nội chuẩn cao đạt 98,3 -110,5% đối với Tb, từ 101-115,8% đối với Ge điều này cho thấy nội chuẩn giúp kiểm soát và bù trừ những thay đổi trong quá trình phân tích một cách hiệu quả, từ đó đảm bảo độ chính xác của kết quả.

3.2.3. Xác nhận giá trị sử dụng của các phương pháp xử lý mẫu

Để xác định giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) của mỗi phương pháp được tính toán lần lượt bằng ba lần và mười lần độ lệch chuẩn của phép đo lặp lại 10 lần mẫu trắng (mẫu trắng là một dung dịch được chuẩn bị với các hóa chất và điều kiện giống như

mẫu thực, nhưng không chứa các thành phần hoặc nguyên tố cần đo lường) được chuẩn bị riêng lẻ. Mỗi dung dịch mẫu trắng của các phương pháp trên được chuẩn bị với các hóa chất sử dụng điều kiện phân tích giống như mẫu thực.

Độ đúng và độ chính xác của các phương pháp được thực hiện bằng cách phân tích mẫu T07509QC của Fapas.

Bảng 4. Kết quả phân tích LOD, LOQ và mẫu T07509QC

	<i>Giá trị chứng nhận</i>	<i>Phân hủy ướt</i>			<i>Phân hủy bằng lò vi sóng</i>		
		<i>Kết</i>	<i>LOD</i>	<i>LOQ</i>	<i>Kết quả</i>	<i>LOD</i>	<i>LOQ</i>
		<i>quả đo</i>	<i>(µg/kg)</i>	<i>(µg/kg)</i>	<i>đo</i>	<i>(µg/kg)</i>	<i>(µg/kg)</i>
Pb	47,9 ± 21,0 (µg/kg)	52,0	3,4	11,2	50,3	2,4	7,9
Cd	33,0 ± 14,5 (µg/kg)	30,8	3,6	12,0	32,9	2,9	9,7
As	57,7 ± 25,4 (µg/kg)	54,6	5,7	18,7	57,0	3,7	12,0
Hg	18,5 ± 8,12 (µg/kg)	17,2	4,1	13,6	19,0	2,8	9,4
Ni	1,37 ± 0,22 (mg/kg)	1,37	4,7	15,5	1,37	4,0	13,3
Se	294 ± 113 (µg/kg)	266	4,2	13,9	273	3,6	11,8
Cr	537 ± 189 (µg/kg)	571	5,4	17,7	560	5,1	16,7
Cu	7,48 ± 1,84 (mg/kg)	7,91	9,0	29,8	7,83	6,3	20,6
Mn	11,9 ± 2,62 (mg/kg)	12,2	9,0	29,5	12,0	5,9	19,6
Fe	85,3 ± 14,0 (mg/kg)	88,0	12,8	42,0	87,7	8,8	29,1
Zn	24,5 ± 4,84 (mg/kg)	24,2	13,5	44,6	23,9	9,0	29,8
<i>Các giá trị đo được tính trung bình (n = 3)</i>							

Từ kết quả Bảng 4 cho thấy các kết quả đo các nguyên tố với các phương pháp phân hủy ướt và phân hủy bằng lò vi sóng đều nằm trong khoảng giá trị ấn định của mẫu vật liệu chuẩn. Tuy nhiên, phương pháp phân hủy bằng lò vi sóng cho kết quả ổn định hơn với độ lệch chuẩn rất nhỏ, phản ánh tính đồng nhất và khả năng kiểm soát nhiệt độ tốt hơn trong quá trình phân hủy. Lò vi sóng cung cấp một môi trường phân hủy đồng đều, giúp giảm sai số ngẫu nhiên và cải thiện độ chính xác của kết quả.

Đối với phương pháp phân hủy ướt sử dụng hóa chất mạnh để phân hủy mẫu. Tuy nhiên, phương pháp này có nhược điểm là độ lệch chuẩn (SD) cao, thể hiện sự biến động lớn trong các kết quả đo có thể do việc khó kiểm soát nhiệt độ và điều kiện trong quá trình phân hủy, dẫn đến sai số trong kết quả và giới hạn phát hiện (LOD) cũng cao hơn. Tuy nhiên, đây là một phương pháp dễ thực hiện và đã được sử dụng rộng rãi trong các phòng thí nghiệm phân tích, Có thể sử dụng cho nhiều loại mẫu khác nhau.

Phương pháp phân hủy bằng lò vi sóng cho giá trị LOD và LOQ thấp hơn, cho phép phát hiện và định lượng chính xác các nguyên tố ở nồng độ thấp, làm tăng độ nhạy của phương pháp tốt hơn so với phương pháp phân hủy ướt. Tuy nhiên, phương pháp phân hủy ướt vẫn đảm bảo cho kết quả khá chính xác và có thể được áp dụng khi cần sự đơn giản và chi phí thấp hơn.

3.2.4. Ứng dụng phân tích một số mẫu vật liệu chuẩn

Tiến hành phân tích 03 mẫu vật liệu chuẩn T07495QC (sữa bột), T07503QC (bột đậu nành), T18124QC (sữa bột), được cung cấp bởi tổ chức thử nghiệm thành thạo của Fapas (Proficiency testing from Fera Science Ltd.) – Anh. Kết quả thể hiện trong Bảng 5.

Bảng 5. Kết quả phân tích một số mẫu vật liệu chuẩn

Đơn vị	Khoảng giá trị ấn định	Kết quả phân tích	Khoảng giá trị ấn định	Kết quả phân tích	Khoảng giá trị ấn định	Kết quả phân tích
		T07495QC (sữa bột)		T07503QC (bột đậu nành)		T18124QC (sữa bột)
Pb	µg/kg	30,9-79,5	56,8	365-757	583	
Cd	µg/kg	9,2-23,5	15,6	317-667	430	
As	µg/kg	38,3-98,4	66,2	647-1262	922	
Hg	µg/kg	15,6-40,1	25,5	267-547	401	
Se	µg/kg				128-302	252
Cu	µg/kg				265-570	425
Mn	µg/kg				256-552	451

Các giá trị đo được tính trung bình (n = 3)

Tất cả các kết quả phân tích ở bảng 5 của cả sữa bột và bột đậu nành đều nằm trong khoảng giá trị ấn định, cho thấy rằng các phương pháp xử lý mẫu phân hủy ướt được sử dụng trong nghiên cứu đảm bảo độ là chính xác và phù hợp.

4. Kết luận

Phương pháp phân hủy ướt là một phương pháp hiệu quả và tiết kiệm để chuẩn bị mẫu cho việc xác định nhiều nguyên tố như Pb, Cd, As, Hg, Ni, Se, Cu, Cr, Mn, Fe và Zn trong các mẫu thực phẩm bổ sung. Kết quả thu được từ phương pháp phân hủy ướt sử dụng ống Poly TetraFluoroEthylene kết hợp với thiết bị gia nhiệt đã được so sánh với các phương pháp chuẩn bị mẫu thông thường và được xác nhận là đạt yêu cầu đối với phân tích mẫu vật liệu T07509QC. Điều này chứng tỏ độ chính xác và độ tin cậy cao của phương pháp trong việc phân tích các nguyên tố kim loại. Phương pháp này không chỉ áp dụng cho mẫu vật liệu T07509QC mà còn có thể sử dụng cho các loại mẫu thực phẩm bổ sung khác.

Ngoài ra, phương pháp phân hủy ướt sử dụng ống Poly TetraFluoroEthylene và thiết bị gia nhiệt có chi phí vận hành thấp, dễ sử dụng và thuận tiện hơn so với các phương pháp sử dụng lò vi sóng, đồng thời giúp đơn giản hóa quy trình chuẩn bị mẫu trong phòng thí nghiệm. Đây cũng là một giải pháp thay thế hiệu quả cho các phòng thí nghiệm không có lò vi sóng, mở rộng khả năng ứng dụng trong nhiều phòng thí nghiệm với trang thiết bị cơ bản, đồng thời đảm bảo hiệu quả, độ chính xác và độ tin cậy của kết quả phân tích.

Tài liệu tham khảo

Al Khalifa, A., & Ahmad, D. (2010). Determination of key elements by ICP-OES in commercially available infant formulae and baby foods in Saudi Arabia. *African Journal of Food Science*, 4(7), 464-468.

- Ammann, A. A. (2007). Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP MS): a versatile tool. *Journal of mass spectrometry*, 42(4), 419-427. <https://doi.org/10.1002/jms.1206>
- Buldini, P. L., Cavalli, S., & Sharma, J. L. (2002). Matrix removal for the ion chromatographic determination of some trace elements in milk. *Microchemical Journal*, 72(3), 277-284. [https://doi.org/10.1016/S0026-265X\(02\)00039-5](https://doi.org/10.1016/S0026-265X(02)00039-5)
- Doner, G., & Ege, A. (2004). Evaluation of digestion procedures for the determination of iron and zinc in biscuits by flame atomic absorption spectrometry. *Analytica chimica acta*, 520(1-2), 217-222. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2004.05.069>
- Kira, C. S., & Maihara, V. A. (2007). Determination of major and minor elements in dairy products through inductively coupled plasma optical emission spectrometry after wet partial digestion and neutron activation analysis. *Food chemistry*, 100(1), 390-395. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.09.014>
- Llorent-Martínez, E., De Córdova, M. F., Ruiz-Medina, A., & Ortega-Barrales, P. (2012). Analysis of 20 trace and minor elements in soy and dairy yogurts by ICP-MS. *Microchemical Journal*, 102, 23-27. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2011.11.004>
- Nardi, E. P., Evangelista, F. S., Tormen, L., Saint, T. D., Curtius, A. J., de Souza, S. S., & Barbosa Jr, F. (2009). The use of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) for the determination of toxic and essential elements in different types of food samples. *Food chemistry*, 112(3), 727-732. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.06.010>
- Nemati, K., Bakar, N. K. A., Abas, M. R. B., Sobhanzadeh, E., & Low, K. H. (2010). Comparative study on open system digestion and microwave assisted digestion methods for metal determination in shrimp sludge compost. *Journal of Hazardous Materials*, 182(1-3), 453-459. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.06.053>
- Parsons, P. J., & Barbosa Jr, F. (2007). Atomic spectrometry and trends in clinical laboratory medicine. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 62(9), 992-1003. <https://doi.org/10.1016/j.sab.2007.03.007>
- Pereira, J. S., Pereira, L. S., Schmidt, L., Moreira, C. M., Barin, J. S., & Flores, E. M. (2013). Metals determination in milk powder samples for adult and infant nutrition after focused-microwave induced combustion. *Microchemical Journal*, 109, 29-35. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2012.05.010>
- Salgueiro, M. J., Zubillaga, M., Lysionek, A., Sarabia, M. I., Caro, R., De Paoli, T., Hager, A., Weill, R., & Boccio, J. (2000). Zinc as an essential micronutrient: a review. *Nutrition Research*, 20(5), 737-755. [https://doi.org/10.1016/S0271-5317\(00\)00163-9](https://doi.org/10.1016/S0271-5317(00)00163-9)
- Tuzen, M., & Soylak, M. (2007). Evaluation of trace element contents in canned foods marketed from Turkey. *Food Chemistry*, 102(4), 1089-1095. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.06.048>
- Yaman, M., & Cokol, N. (2004). Determination of trace elements in human and cow milk and baby food by atomic absorption spectrophotometry using conventional wet ashing and microwave oven. *Atomic Spectroscopy*, 25(4), 185-190.