

KHẢO SÁT ĐIỀU KIỆN PHÂN TÍCH KIM LOẠI NẶNG TRONG CỦ HÀ THỦ Ô ĐỎ BẰNG PHƯƠNG PHÁP ICP-MS

OPTIMIZATION OF AN ANALYTICAL METHOD FOR HEAVY METAL DETERMINATION BY ICP-MS IN *FALLOPIA MULTIFLORA* ROOTS

Nguyễn Quang Tuyền¹, Đặng Ngọc Quang²

¹*Khoa Công nghệ thực phẩm, Trường Đại học Kinh tế - Kỹ thuật Công nghiệp*

²*Khoa Hóa học, Trường Đại học Sư phạm Hà Nội*

Đến Tòa soạn ngày 24/04/2021, chấp nhận đăng ngày 26/05/2021

Tóm tắt: Củ Hà thủ ô đỏ là một loại dược liệu truyền thống được sử dụng phổ biến bởi chúng có chứa các hợp chất có hoạt tính sinh học quý như chống oxy hóa, kháng viêm, kháng tế bào ung thư... Củ Hà thủ ô đỏ tự nhiên hay nuôi trồng thường chứa một số nguyên tố kim loại nặng. Nếu ở hàm lượng quá ngưỡng cho phép chúng sẽ gây bất lợi cho cơ thể người. Trong bài báo này, chúng tôi nghiên cứu một số thông số kỹ thuật nhằm xác định chính xác hàm lượng các kim loại nặng trong củ Hà thủ ô đỏ (*Fallopia multiflora*) bằng phương pháp ICP-MS. Cụ thể, mẫu được xử lý bằng phương pháp xử lý ướt trong hệ lò vi sóng với 5 ml HNO₃ 65% và 1 ml H₂O₂ 33%, nhiệt độ cuối qui trình ở 200°C. Kết quả khảo sát điều kiện tối ưu của hệ thống ICP-MS như tốc độ khí va chạm He là 5 ml/phút, tỉ lệ methanol là 1,75%, thời gian bơm mẫu là 25 s và thời gian rửa mẫu là 70 s. Hàm lượng bốn kim loại nặng Pb, Cd, As và Hg trong 8 mẫu hà thủ ô thu ở các tỉnh phía Bắc Việt Nam đã được xác định. Từ đó, có những đánh giá bước đầu về việc ô nhiễm kim loại nặng trong mẫu Hà thủ ô đỏ ở một số địa phương Việt Nam.

Từ khóa: Hà thủ ô, kim loại nặng, ICP-MS.

Abstract: The root of *Fallopia multiflora* is a traditional medicine that is widely used because they contain compounds with interestingly biological activities such as antioxidant, anti-inflammatory, cytotoxicity... Natural or cultivated roots of this plant usually contain some heavy metals. Heavy metals above allowable limits lead to disadvantageous effects in humans. In this paper, we study the analytical parameters for determining the concentration of heavy metals in the roots of *Fallopia multiflora* by ICP-MS technique. The sample was treated by a microwave in HNO₃ 65% (5 ml) and H₂O₂ 33% (1 ml), and final temperature at 200°C. The condition for ICP-MS was optimized as the speed of He collision was 5 ml/min, the methanol concentration was 1.75%, the sample injection time was 25 seconds and the sample washing time was 75 s. The concentrations of four heavy metals including Pb, Cd, As and Hg in 8 samples collected from the northern provinces of Vietnam were determined. Therefore, there are initial assessments of heavy metal pollution in the roots of *Fallopia multiflora* collected from some places in Vietnam.

Keywords: *Fallopia multiflora*, heavy metal, ICP-MS.

1. GIỚI THIỆU

Các hợp chất thiên nhiên có hoạt tính sinh học

từ cây dược liệu đã và đang đóng một vai trò hết sức quan trọng trong đời sống con người

[3,4]. Chúng được dùng làm thuốc chữa bệnh, làm hương liệu, nguyên liệu cho ngành công nghiệp thực phẩm, đặc biệt là trong lĩnh vực làm thuốc đông y và sản xuất thực phẩm bảo vệ sức khỏe. Hà thủ ô đỏ (*Fallopia multiflora*) được biết đến như một loại dược liệu truyền thống của Việt Nam. Cây mọc tự nhiên và được trồng nhiều ở các vùng đất khác nhau [3]. Bộ phận dùng của cây là rễ củ có màu nâu hình trụ tròn. Cây trồng khoảng 2-3 năm thì thu hoạch, thời gian thu hái từ tháng 10 đến tháng 12 [4]. Do có nhiều tác dụng dược lý thú vị như hạ mỡ máu, kháng viêm, chống ung thư... [5] nên Hà thủ ô đỏ được sử dụng trong nhiều lĩnh vực khác nhau. Vì vậy, cần đặt ra các nghiên cứu về hoạt chất đặc biệt là các kim loại nặng có trong rễ củ, bởi vì cây trồng có thể bị nhiễm một số chất hóa học từ đất, nước, không khí trong quá trình sinh trưởng hay bảo quản và chế biến. Các nguyên tố kim loại có vai trò quan trọng đối với cơ thể sống và con người. Tuy nhiên, nếu hàm lượng lớn chúng sẽ gây độc cho cơ thể như gây hại thần kinh trung ương dẫn tới rối loạn tâm thần, gây hại cho máu, phổi, gan, thận... Vì vậy, khi sử dụng Hà thủ ô để bào chế thuốc đông y hay sản xuất các thực phẩm bảo vệ sức khỏe chúng ta không chỉ quan tâm đến các chất có hoạt tính sinh học mà cần phải quan tâm, nghiên cứu và kiểm tra các chất có ảnh hưởng trực tiếp tới sức khỏe người sử dụng, trong đó có các kim loại nặng.

Bài báo này, chúng tôi đã nghiên cứu khảo sát điều kiện định lượng đồng thời 4 kim loại nặng trong củ Hà thủ ô đỏ. Kết quả nghiên cứu bước đầu đánh giá sự ô nhiễm kim loại nặng Pb, Cd, As và Hg trong củ Hà thủ ô đỏ ở khu vực phía Bắc Việt Nam bằng quang phổ nguồn plasma cảm ứng cao tần kết nối khối phổ, ICP-MS.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Thiết bị

Hệ thống ICP-MS Nexion 350X (Perkin Elmer) được trang bị cả 3 chế độ đo chuẩn, va chạm và động học phản ứng, tích hợp hệ thống bơm mẫu tự động dùng để đưa mẫu vào bộ phận sol khí, hệ thống máy tính điều khiển và xử lý kết quả.

Lò vi sóng phá mẫu (Milestone). Hệ thống tinh chế axit douPur (Milestone) dùng để chưng cất axit HNO_3 siêu tinh khiết. Bếp cách thủy (GFL) sử dụng đun sơ bộ mẫu trước khi phá mẫu bằng lò vi sóng. Các mẫu được đồng hóa bằng máy xay mẫu (Philips), Cân phân tích (Mettler Toledo) có độ chính xác đến 0,0001 gam.

2.2. Dụng cụ

Sử dụng ống ly tâm đựng mẫu loại 15 ml và 50 ml (Falcom). Màng lọc mẫu trước khi phân tích 0,45 μm (Miniart). Micropipette và đầu tip (Eppendorf) dùng để hút chính xác lượng mẫu pha chuẩn. Bộ chia hóa chất tự động (Dispenser) và bình định mức các loại 25; 50; 100 ml (IsoLab).

2.3. Hóa chất

Dung dịch chuẩn đơn của Pb, Cd, As và Hg nồng độ 1000 ppm (Merck). Rhodium, Yttrium, Scandium loại 100ppm (AccuStandard, Mỹ) được dùng làm nội chuẩn. Dung dịch axit HNO_3 65%, H_2O_2 33%, HCl 37%, methanol loại dùng trong phân tích (Merck). Nước cất deion. Khí argon, heli có độ tinh khiết 99,999% (Messer). Các dung dịch chuẩn hóa thiết bị của hãng Perkin Elmer và dung dịch làm mát (cho Chiller).

2.4. Xử lý sơ bộ và bảo quản mẫu

Củ Hà thủ ô đỏ sau khi lấy về được phân loại theo từng đối tượng, rửa sạch và được tráng

rửa lại bằng nước cất, để khô nước, nhập và lưu dữ liệu về thông tin. Mẫu được thái lát và sấy khô trong tủ sấy ở 60°C. Sau đó mẫu được xay nhỏ để đồng nhất mẫu. Mẫu được bảo quản trong túi nylon ghép mí, tránh hút ẩm, dùng làm mẫu phân tích.

2.5. Xử lý mẫu bằng lò vi sóng

Cân mẫu Hà thủ ô cho vào các ống Teflon với khối lượng 0,3-0,4 gam. Thêm vào mỗi mẫu sau khi cân 0,5 ml dung dịch Au 10 ppm nhằm ổn định Hg trong mẫu, thêm 1 ml hỗn hợp nội chuẩn rhodium, yttrium, scandium 1000 ppm và lần lượt 5 ml HNO₃ 65% và 1 ml H₂O₂ 33% (với mẫu có phản ứng mạnh cần đun sơ bộ trên bếp điện để trong tủ hốt ở nhiệt độ 80-90°C trước khi đưa vào chạy chương trình vô cơ hóa tự động trong lò vi sóng phá mẫu). Mẫu sau khi vô cơ hóa được chuyển vào ống ly tâm 50 ml, thêm 5 ml methanol 1,75% và định mức tới vạch bằng nước cất deion. Mẫu được lắc đều, rung siêu âm 15 phút, sau đó lọc qua màng lọc 0,45 µm trước khi tiến hành phân tích trên ICP-MS [1, 2, 6].

2.6. Khảo sát điều kiện phân tích

2.6.1. Lựa chọn số khối, chế độ phân tích các nguyên tố

Khi lựa chọn số khối cần đảm bảo đồng vị đó là phổ biến nhất trong tự nhiên và đồng vị ít bị ảnh hưởng bởi sự trùng khối. Kết quả lựa chọn số khối của 4 nguyên tố phân tích được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1. Số khối của các nguyên tố phân tích

Nguyên tố	Pb	Cd	As	Hg
Số khối	208	114	75	202

Các nguyên tố Pb, Cd và Hg có số khối tương đối chọn lọc và ít bị ảnh hưởng, vì vậy có thể được phân tích bằng chế độ chuẩn. Nguyên tố As dễ bị trùng khối do ArCl gây ra khi khí Ar

được sử dụng kết hợp với khí Cl có mặt trong nền mẫu. Do vậy, để phân tích đồng thời các nguyên tố kim loại cần lựa chọn thực hiện ở chế độ phân tích va chạm động học (sử dụng khí He) hạn chế sự ảnh hưởng của hiện tượng trùng khối.

2.6.2. Tối ưu tự động các thông số cho thiết bị ICP-MS

Các thông số tối ưu trên máy và các giá trị được chọn thay đổi để phù hợp với điều kiện phân tích, sử dụng dung dịch chuẩn hóa thiết bị để kiểm tra thông số gây ảnh hưởng tới độ chính xác, độ nhạy và độ ổn định của phép phân tích như: công suất RF, lưu lượng khí mang, độ sâu plasma, thế của thấu kính ion. Kết quả được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2. Các thông số tối ưu điều kiện của thiết bị ICP-MS Nexion 350X

Thông số	Giá trị được chọn	Thông số	Giá trị được chọn
Công suất RF	1200 W	Số lần quét khối	20 lần
Lưu lượng khí mang	0,85 ml/phút	Số lần đo lặp	3 lần
Lưu lượng khí tạo plasma	17,0 L/phút	Độ sâu plasma	Chỉnh ở tối ưu
Thế xung cấp	1000V	Kiểu đo	KED (đo va chạm)
Thế quét phổ trường tứ cực	Tự động theo m/Z	Các thông số khác	Đặt ở Auto

Sau khi tối ưu tự động, các thông số tiêu chuẩn đạt được như trong bảng 3.

Trên thực tế các thông số trên thiết bị sau mỗi lần kiểm tra có sự thay đổi. Tuy nhiên các thông số kiểm tra vẫn phải đạt được tiêu chuẩn khuyến cáo của thiết bị. Thông số này để đảm bảo độ ổn định của thiết bị.

Bảng 3. Các thông số tiêu chuẩn cần đáp ứng của hệ thống ICP-MS Nexion 350X

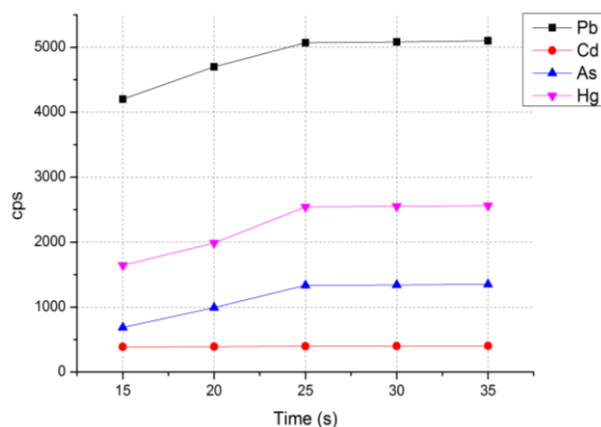
Thông số kiểm tra	Cường độ tiêu chuẩn	Cường độ thực tế
Be 9	> 2000	2835
In 115	> 40000	43328
U 238	> 30000	59842
Background 220	≤ 1	0,28
CeO 156/ Ce 140	$\leq 0,025$	0,023
Ce ⁺⁺ 70/ Ce 140	$\leq 0,03$	0,002

Điều kiện xác định được dùng để áp dụng cho việc định lượng hàm lượng 4 kim loại nặng trong mẫu được liệu Hà thủ ô đỏ của nghiên cứu. Kết quả phân tích được xử lý bằng các thuật toán thống kê với phần mềm Excel, Minitab. Hàm lượng kim loại nặng được so sánh với mức qui định theo Dược điển Việt Nam, từ đó đánh giá mức độ ô nhiễm các kim loại nặng.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

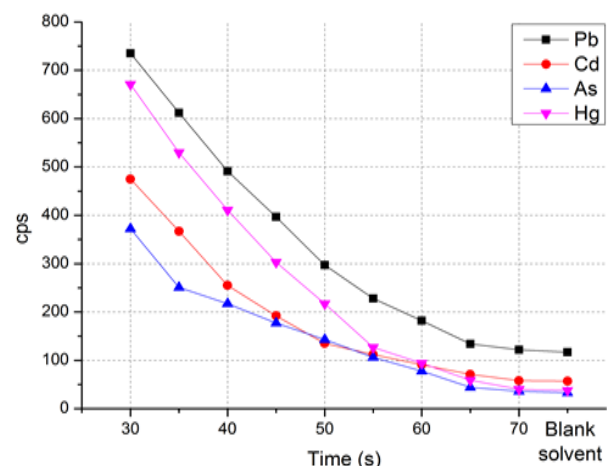
3.1. Khảo sát thời gian bơm, rửa mẫu

Thời gian bơm, rửa mẫu ảnh hưởng trực tiếp đến cường độ tín hiệu (Cps). Khảo sát thời gian bơm mẫu trong khoảng từ 15-30 giây sau đó ghi nhận tín hiệu. Kết quả lựa chọn thời gian bơm mẫu 25 giây tín hiệu đạt ổn định nhất (hình 1).



Hình 1. Ảnh hưởng của thời gian bơm mẫu đến cường độ tín hiệu các nguyên tố

Thời gian rửa mẫu được khảo sát để tránh hiện tượng nhiễm chéo giữa các mẫu trong quá trình phân tích. Điều này cũng làm giảm nguy cơ nhiễm đối với các nguyên tố có hàm lượng lớn trong mẫu nghiên cứu. Tiến hành khảo sát bằng cách đo dung dịch mẫu trắng, sau đó đo dung dịch mẫu thử có nồng độ cao trong khoảng nồng độ chất chuẩn làm việc (STD), thay đổi thời gian rửa trong khoảng 30-75 s. Việc đo mẫu trắng và mẫu thuốc thử để kiểm tra độ lưu mẫu trên đường dẫn mẫu. Chỉ khảo sát tín hiệu mẫu thử còn lại trên đường dẫn mẫu đến khi tín hiệu mẫu thử không ảnh hưởng, chỉ còn tín hiệu mẫu trắng.



Hình 2. Ảnh hưởng của thời gian rửa tới mẫu trắng

Kết quả khảo sát trên hình 2 cho thấy: Sau khoảng thời gian rửa hệ thống dẫn mẫu là 65 s, tín hiệu phân tích đã giảm về gần với tín hiệu mẫu trắng. Sau thời gian 70 s tín hiệu phân tích không còn bị ảnh hưởng bởi tín hiệu của mẫu thử. Kết quả chọn thời gian rửa hệ thống dẫn mẫu giữa các lần đo được lựa chọn là 70 s.

3.2. Khảo sát ảnh hưởng của methanol

Trong phép phân tích ICP-MS theo chế độ va chạm động học có nhược điểm là độ nhạy giảm hơn so với các nguyên tố đo ở chế độ chuẩn. Đặc biệt là nguyên tố As. Khi cường độ tín hiệu thu được càng cao thì độ nhạy

càng tăng. Việc nghiên cứu ảnh hưởng của dung môi methanol (MeOH) tới cường độ tín hiệu thông qua hiệu ứng cacbon là cần thiết.

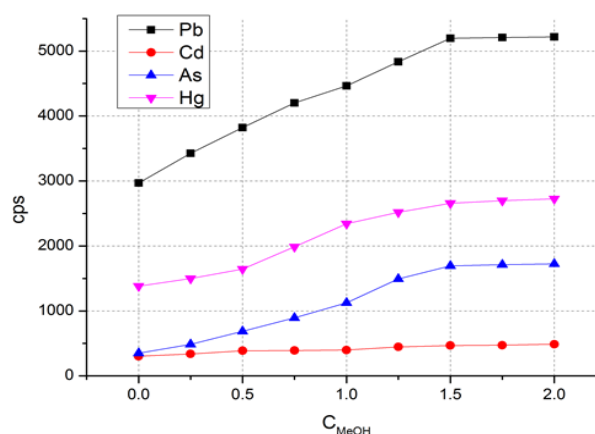
Kết quả cường độ tín hiệu (Cps) của các nguyên tố khi thêm methanol được thể hiện trong bảng 4.

Bảng 4. Cường độ tín hiệu Cps của các nguyên tố

STT	Nguyên tố	Mẫu trắng dung môi (HNO ₃)	STD MeOH 0% (cps)	STD MeOH 0,25% (cps)	STD MeOH 0,5% (cps)	STD MeOH 0,75% (cps)	STD MeOH 1% (cps)	STD MeOH 1,25% (cps)	STD MeOH 1,5% (cps)	STD MeOH 1,75% (cps)	STD MeOH 2% (cps)
1	Pb	118	2970	3425	3821	4203	4463	4836	5198	5208	5217
2	Cd	59	302	339	387	391	399	446	468	472	488
3	As	37	351	487	688	892	1126	1492	1693	1712	1724
4	Hg	32	1381	1498	1645	1986	2343	2517	2657	2698	2725

Đối với mẫu trắng dung môi cho thấy nguyên tố Pb dễ bị nhiễm bẩn do dụng cụ, hóa chất trong môi trường. Nguyên tố Cd, Hg có tín hiệu thấp nhưng số khối lớn và đồng vị phân tích ít bị ảnh hưởng bởi sự trùng khối. Nguyên tố As khi có mặt các nguyên tố hóa học khác dễ bị ảnh hưởng của hiện tượng trùng khối, đặc biệt là As với ArCl. Vì vậy, nghiên cứu làm tăng cường độ tín hiệu của nguyên tố là cần thiết để đạt độ nhạy, độ ổn định cao.

Để tăng cường độ nhạy khi bổ sung MeOH trong khoảng 0,25-2%, tín hiệu của nguyên tố phân tích tăng từ 2-5 lần, trong đó As tín hiệu tăng nhiều nhất (hình 5). Khi nồng độ dung môi vượt quá 2% sẽ làm ảnh hưởng đến độ bền của Torch và nhanh gây bẩn cho hệ thống. Vì vậy nồng độ MeOH lựa chọn thêm vào các mẫu phân tích trên ICP-MS là 1,75%. Kết quả khảo sát này cũng phù hợp với công bố của Đinh Viết Chiến và cộng sự [1].



Hình 5. Ảnh hưởng của MeOH đến tín hiệu đo các nguyên tố Pb, Cd, As, Hg

3.3. Điều kiện vô cơ hóa mẫu trên hệ lò vi sóng phá mẫu

Chương trình được thực hiện theo 2 bước: Bước 1 từ 0 đến 20 phút nâng nhiệt từ 25 đến 160; 170; 180; 190 và 200°C. Bước 2 giữ 15 phút ở 160; 170; 180; 190 và 200°C. Nhiệt độ phá mẫu tối đa cho các mẫu thường là 200°C.

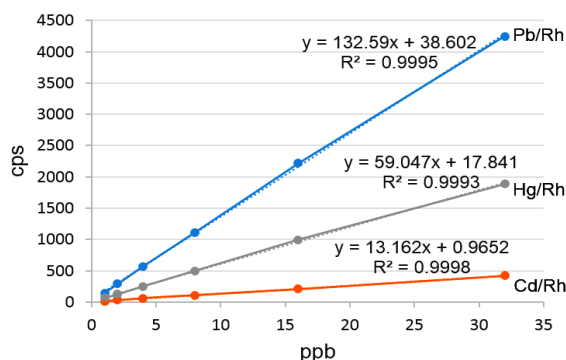
Bảng 5. Chương trình chạy nhiệt độ phân hủy mẫu hà thủ ô trên hệ lò vi sóng

Giai đoạn	Nhiệt độ (°C)				
	Chương trình 1	Chương trình 2	Chương trình 3	Chương trình 4	Chương trình 5
Bước 1- 1800 W	0-20 phút: 25-160°C	0-20 phút: 25-170°C	0-20 phút: 25-180°C	0-20 phút: 25-190°C	0-20 phút: 25-200°C
Bước 2- 1800 W	20-35 phút: 160°C	20-35 phút: 170°C	20-35 phút: 180°C	20-35 phút: 190°C	20-35 phút: 200°C
Bước 3	Ngắt công suất vi sóng, làm mát về nhiệt độ < 40°C				

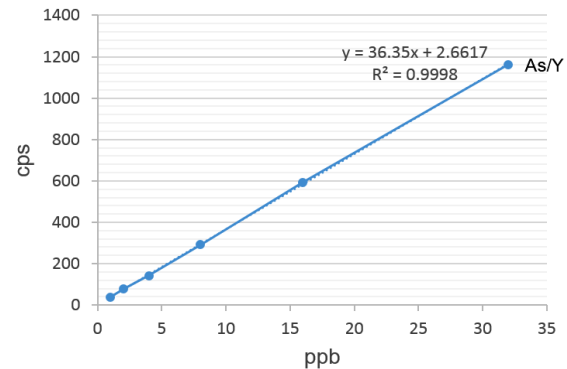
Trong các yếu tố ảnh hưởng tới hiệu suất phá mẫu thì nhiệt độ là yếu tố ảnh hưởng nhiều nhất. Chương trình phá mẫu sử dụng hỗn hợp axit HNO_3 65% và H_2O_2 33%, khảo sát sự thay đổi nhiệt độ phá mẫu trong khoảng 160-200°C nhằm đánh giá tính ứng dụng của qui trình. Kết quả cho thấy có sự khác nhau khi thay đổi nhiệt độ phá mẫu từ 160-200°C, (< 10%). Kết quả chỉ ra ở khoảng nhiệt độ khảo sát của lò vi sóng các chất cần phân tích đã được chuyển hóa hoàn toàn từ nền mẫu ban đầu thành các ion tan trong môi trường axit HNO_3 . Tuy nhiên ở khoảng nhiệt độ 190-200°C cho kết quả ổn định, mẫu được phá hủy triệt để hơn, mẫu trong hơn. Vì vậy chọn nhiệt độ vận hành của lò vi sóng phá mẫu theo chương trình 5, ở bước 2, giữ 15 phút ở 200°C.

3.4. Xây dựng đường chuẩn để xác định các nguyên tố kim loại Pb, Cd, As, Hg

Chúng tôi tiến hành pha dãy mẫu chuẩn Pb, Cd, As và Hg. Xây dựng đường chuẩn làm việc bằng cách phân tích dãy dung dịch chuẩn, ghi nhận cường độ tín hiệu của các nguyên tố phân tích và tín hiệu nội chuẩn Rh, Y, dựa trên nguyên tắc các nguyên tố có chỉ số khối gần với số khối của nội chuẩn. Theo đó các nguyên tố Pb (208), Cd (114), Hg (202), As (75). Đường chuẩn xây dựng biểu diễn sự phụ thuộc của tỉ lệ cường độ tín hiệu các chất phân tích với nội chuẩn.



Hình 6. Đường chuẩn định lượng các nguyên tố sử dụng nội chuẩn Rhodium



Hình 7. Đường chuẩn định lượng các nguyên tố sử dụng nội chuẩn Yttrium

Đường chuẩn làm việc đều có hệ số tương quan $r^2 > 0,995$ và độ chênh < 10% tại mức điểm chuẩn thấp nhất, đường chuẩn là đáp ứng tốt yêu cầu cho phép định lượng.

3.5. Kết quả phân tích Pb, Cd, As và Hg

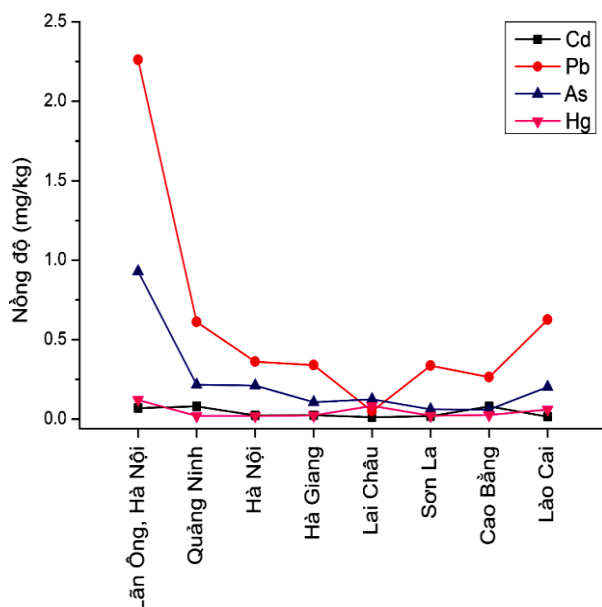
Kết quả phân tích hàm lượng kim loại nặng trong tám mẫu Hà thủ ô đỏ được tổng hợp trong bảng 6.

Bảng 6. Kết quả phân tích một số mẫu dược liệu Hà thủ ô

STT	Địa điểm thu mẫu*	Nguyên tố mg/kg			
		Cd	Pb	As	Hg
1	Mẫu 1	0,070	2,260	0,960	0,120
2	Mẫu 2	0,081	0,612	0,216	0,020
3	Mẫu 3	0,024	0,362	0,212	0,020
4	Mẫu 4	0,025	0,340	0,107	0,024
5	Mẫu 5	0,013	0,050	0,125	0,083
6	Mẫu 6	0,019	0,336	0,062	0,022
7	Mẫu 7	0,081	0,264	0,060	0,026
8	Mẫu 8	0,016	0,625	0,203	0,061

*Mẫu 1: Lãn Ông, Hà Nội; mẫu 2: Quảng Ninh; mẫu 3: Đông Anh, Hà Nội; mẫu 4: Hà Giang; mẫu 5: Lai Châu; mẫu 6: Sơn La; mẫu 7: Cao Bằng; mẫu 8: Lào Cai.

Dựa trên bảng tổng hợp kết quả phân tích, biểu diễn đồ thị hàm lượng các nguyên tố kim loại nặng và nền mẫu Hà thủ ô đỏ như trong hình 8.



Hình 8. Kết quả phân tích Pb, Cd, As, Hg trong các mẫu Hà thủ ô đỏ

Kết quả nghiên cứu cho thấy hàm lượng kim loại nặng trong các mẫu Hà thủ ô đỏ ở những vùng thu hoạch có sự khác nhau. Hà thủ ô đỏ ở phố Lãn Ông, Hà Nội có hàm lượng chì, asen và thủy ngân cao hơn nhiều so với những nơi khác. Theo quy định tại quyết định 46/2007/QĐ-BYT áp dụng cho các kim loại nặng trong thực phẩm chức năng, đặc biệt là cadimi ($\leq 0,3$ mg/kg); Chì (≤ 10 mg/kg); asen ($\leq 5,0$ mg/kg); thủy ngân ($\leq 0,3$ mg/kg); việc sử dụng các dược liệu có hàm lượng kim loại nặng cao nói trên trong sản xuất có nguy cơ vượt ngưỡng quy định.

Kết quả phân tích hàm lượng các kim loại nặng chứa đựng trong củ Hà thủ ô đỏ cho thấy mối nguy về ô nhiễm kim loại nặng độc hại. Tuy nhiên, sự ô nhiễm kim loại nặng phụ thuộc rất nhiều vào điều kiện môi trường sinh trưởng (đất, nước, không khí) và khâu bảo quản, chế biến không đảm bảo, gây nhiễm vào nguyên liệu. Những vấn đề này nếu có các biện pháp quản lý tốt sẽ hạn chế được tối đa các quá trình gây nhiễm kim loại. Ngoài ra trong công tác quản lý cần được nghiên cứu

và ban hành các qui định nhằm kiểm soát chặt chẽ để có thể khai thác một cách có hiệu quả, tận dụng các hoạt chất quý giá có nguồn gốc tự nhiên trong củ Hà thủ ô đỏ. Hơn nữa, hiện nay các thực phẩm bảo vệ sức khỏe thường sử dụng kết hợp nhiều loại dược liệu khác nhau nhằm tăng hiệu quả và cho tác dụng đồng thời, nên việc kiểm soát chất lượng đầu vào là hết sức cần thiết. Đây là vấn đề đáng lưu tâm khi sử dụng dược liệu nói chung hay Hà thủ ô đỏ để sản xuất thực phẩm bảo vệ sức khỏe nhằm đáp ứng các yêu cầu về chất lượng và an toàn cho người sử dụng.

3. KẾT LUẬN

Đã khảo sát các điều kiện nhằm tối ưu qui trình phân tích đồng thời 4 kim loại nặng trong củ Hà thủ ô đỏ bằng ICP-MS sau khi xử lý mẫu bằng phương pháp phá mẫu ướt trong hệ lò vi sóng, ngoài các thông số có thể tối ưu tự động, kết quả khảo sát như tốc độ khí va chạm He là 5 ml/phút, tỉ lệ methanol là 1,75%. Thời gian bơm mẫu là 25s và thời gian rửa mẫu là 70 s. Xây dựng đường chuẩn định lượng 4 kim loại nặng trong mẫu Hà thủ ô đỏ.

Đã đưa ra qui trình phân tích định lượng (Pb, Cd, As và Hg) trong mẫu Hà thủ ô đỏ bằng phương pháp quang phổ nguồn plasma cảm ứng cao tần kết nối khối phổ, ICP-MS.

Đã áp dụng qui trình phân tích đánh giá hàm lượng 4 kim loại nặng trong các mẫu Hà thủ ô (*Fallopia multiflora*) ở tám địa điểm thuộc các tỉnh phía Bắc của Việt Nam. Kết quả phân tích bước đầu cho thấy: Hàm lượng một số kim loại nặng như chì, cadimi, asen và thủy ngân trong củ Hà thủ ô đỏ là khác nhau ở những địa điểm lấy mẫu. Một số mẫu có hàm lượng kim loại nặng cao. Do vậy, cần có khảo sát hàm lượng các kim loại nặng trong củ Hà thủ ô đỏ trước khi dược liệu này được sử dụng trong sản xuất, chế biến.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Đinh Viết Chiến, Lê Văn Hà, Phạm Công Hiếu, Nguyễn Minh Châu, Lữ Thị Minh Hiền, Trần Ngọc Tụ, Phạm Thu Giang, Lê Văn Tăng, Phùng Vũ Phong (2020), “Phân tích đồng thời hàm lượng một số kim loại trong các dược liệu thường dùng để sản xuất thực phẩm chức năng bằng ICP-MS”, Tạp chí Kiểm nghiệm và An toàn thực phẩm, 3, tr. 29-37.
- [2] Phạm Thị Thu Hà, Phạm Luận (2003), “Tối ưu hóa quy trình xử lý mẫu thảo dược để xác định một số kim loại nặng bằng phương pháp xử lý ướt trong hệ lò vi sóng”, Tạp chí Khoa học và công nghệ, 96, tr. 75-79.
- [3] Đỗ Tất Lợi, “Những cây thuốc và vị thuốc Việt Nam”, NXB Y học Hà Nội, (2006).
- [4] Viện dược liệu “Cây thuốc và động vật làm thuốc ở Việt Nam”, Tập I, NXB Khoa học kỹ thuật, Hà Nội, (2003).
- [5] Lin L., Ni B., Lin H., Zhang M., Li X., Yin X., Qu C., Ni J. (2015), “Traditional usages, botany, phytochemistry, pharmacology and toxicology of *Polygonum multiflorum* Thunb. A review”, Journal of Ethnopharmacology, 159, 158-183.
- [6] Retka J., Maksymowicz, A., Karmasz D. (2011), “Determination of Cu, Ni, Zn, Pb, Cd by ICP-MS and Hg by AAS in plant samples”, Accumulation in foods and crops, 373-376.

Thông tin liên hệ: **Nguyễn Quang Tuyền**

Điện thoại: 0912222099 - Email: nqtuyen@uneti.edu.vn

Khoa Công nghệ thực phẩm, Trường Đại học Kinh tế - Kỹ thuật Công nghiệp.

