

Nghiên cứu ứng dụng thiết bị phân tích thủy ngân trực tiếp (DMA-80) xác định nhanh hàm lượng thủy ngân tổng số trong các mẫu thực phẩm bảo vệ sức khỏe

**Nguyễn Thị Trang¹, Nguyễn Thị Vân Anh¹, Đinh Việt Chiến^{2*},
Trần Hoàng Giang², Lữ Thị Minh Hiền², Nguyễn Minh Châu²**

¹Học viện Y - Dược học cổ truyền Việt Nam, Hà Nội, Việt Nam

²Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm Quốc gia, Hà Nội, Việt Nam

(Ngày đến tòa soạn: 31/08/2022; Ngày chấp nhận đăng: 27/09/2022)

Tóm tắt

Nghiên cứu này khảo sát và tối ưu các điều kiện của thiết bị phân tích thủy ngân trực tiếp (DMA-80) nhằm xác định nhanh và chính xác hàm lượng thủy ngân tổng số trong các mẫu thực phẩm bảo vệ sức khỏe. Phương pháp kiểm tra cho thấy độ đặc hiệu cao với đường chuẩn làm việc có hệ số tương quan $R^2 > 0,995$; giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) tương ứng là 1,88 $\mu\text{g}/\text{kg}$ và 6,26 $\mu\text{g}/\text{kg}$; độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (RSR_r) trong khoảng 2,46 - 7,34% và độ thu hồi (R) trong khoảng 85,7 - 100%, đáp ứng tốt theo yêu cầu của AOAC. Quy trình phân tích đã được áp dụng để đánh giá hàm lượng thủy ngân trong 39 mẫu thực phẩm bảo vệ sức khỏe thu thập trên địa bàn thành phố Hà Nội. Kết quả nghiên cứu bước đầu cho thấy 13 mẫu có chứa hàm lượng thủy ngân trong khoảng 5,41 - 450 $\mu\text{g}/\text{kg}$.

Từ khóa: thủy ngân, DMA-80, thực phẩm bảo vệ sức khỏe.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Thủy ngân và các hợp chất của nó là các tác nhân hóa học có khả năng tích tụ sinh học lớn, gây ra những ảnh hưởng nghiêm trọng đến sức khỏe con người và gây ô nhiễm môi trường [1]. Hiện nay, việc tiếp xúc với kim loại này từ cả nguồn tự nhiên và nhân tạo đang gia tăng đáng kể. Trên thế giới, đã có nhiều trường hợp nhiễm độc thủy ngân xảy ra ở quy mô lớn [2]. Các nghiên cứu gần đây liên tục cho thấy rằng tiếp xúc mãn tính ngay cả với nồng độ thủy ngân thấp có thể gây ra ngộ độc tim mạch, độc tính sinh sản và phát triển, nhiễm độc thần kinh, độc thận, độc tính miễn dịch và gây ung thư [1-3].

Ngày nay, nhu cầu chăm sóc sức khỏe của con người ngày càng tăng lên, do đó việc sử dụng và phát triển các sản phẩm thực phẩm bảo vệ sức khỏe (TPBVSK) được quan tâm nhiều hơn. Tuy nhiên, việc tiêu thụ những sản phẩm kém chất lượng hoặc không rõ nguồn gốc, xuất xứ, có thể tiềm ẩn nhiều nguy cơ gây hại cho sức khỏe. Các sản phẩm này có thể

*Điện thoại: 0987980874

Email: chiendv@nijc.gov.vn

chứa thuốc trừ sâu, hạt phóng xạ, vi sinh vật bao gồm mầm bệnh, độc tố nấm mốc và các kim loại nặng, trong đó điển hình là thủy ngân [4].

Phương pháp xác định thủy ngân trực tiếp bằng thiết bị DMA - 80 với ưu điểm là phân tích được đa dạng các loại mẫu khác nhau với độ chọn lọc và độ nhạy cao, không cần xử lý mẫu sơ bộ do đó tiết kiệm được thời gian và chi phí. Đây là những ưu điểm mà các phương pháp khác như AAS, ICP vẫn còn hạn chế. Nghiên cứu về việc sử dụng DMA-80 để định lượng nhanh thủy ngân trong TPBVSK trên thế giới nói chung và Việt Nam nói riêng còn chưa có nhiều thông tin để tham khảo [5,6]. Do đó, nghiên cứu này được thực hiện nhằm ứng dụng thiết bị DMA-80 phân tích nhanh và chính xác hàm lượng thủy ngân để cung cấp các thông tin cảnh báo kịp thời về mối nguy ô nhiễm thủy ngân trong các sản phẩm TPBVSK trên thị trường.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Đối tượng nghiên cứu

Đối tượng của nghiên cứu này là thủy ngân trong các sản phẩm TPBVSK đang lưu hành trên thị trường, được thu thập ngẫu nhiên trên địa bàn thành phố Hà Nội. Tổng số gồm 39 mẫu TPBVSK có dạng bao gói khác nhau như: viên nang cứng, viên nang mềm, viên sủi, dạng cốm, dạng siro.

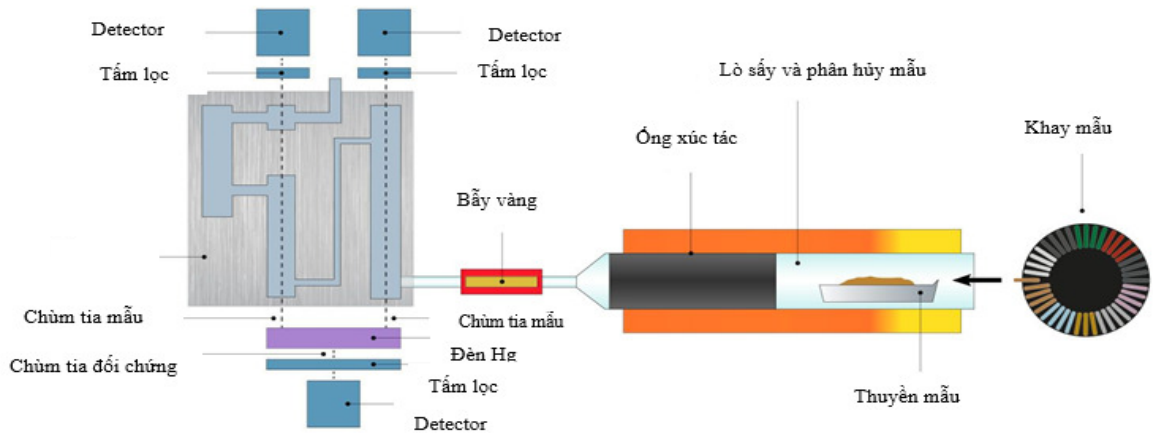
Mẫu thử trắng TPBVSK dạng lỏng được sử dụng trong nghiên cứu cho mục đích khảo sát quy trình phân tích được xác định trước bằng kỹ thuật ICP-MS và xác nhận lại bằng cách đo trên thiết bị DMA-80 mà không cho tín hiệu pic của thủy ngân trong cùng điều kiện với mẫu dung dịch chuẩn.

2.2. Thiết bị, dụng cụ

Hệ thống thiết bị phân tích thủy ngân trực tiếp DMA - 80 của hãng Milestone (Hình 1); thuyền chứa mẫu bằng kim loại hoặc thạch anh; Cân phân tích (có độ chính xác 0,1mg) của Mettler Toledo; Micropipet có thể tích điều chỉnh được loại: 1-10 μ L; 20-200 μ L từ hãng Eppendorf; Bình định mức, thìa cân mẫu, và các dụng cụ thông thường khác của phòng thí nghiệm.

Thủy ngân trong các mẫu ở thể rắn và lỏng được giải phóng nhờ một nguồn nhiệt có kiểm soát của bộ phận lò sấy và phân hủy sử dụng khí oxy được cấp vào bên trong thiết bị DMA-80. Các sản phẩm của quá trình phân hủy được dẫn tới ống xúc tác của lò nhờ dòng khí mang oxy. Quá trình oxy hóa hoàn thành, các nguyên tố halogen và các hợp chất oxit của nitơ và lưu huỳnh bị giữ lại. Các sản phẩm phân hủy còn lại được dẫn tới một bể vàng hấp thụ chọn lọc thủy ngân. Sau khi hệ thống được thổi khí oxy để loại bỏ các khí còn sót lại hoặc các sản phẩm phân hủy, bể vàng nhanh chóng được gia nhiệt để giải hấp hơi thủy ngân. Tiếp theo, dòng khí oxy mang hơi thủy ngân qua bộ phận hấp thụ đặt trong đường truyền tia sáng đơn sắc của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử gồm 3 cell hấp thụ, tương ứng với ba khoảng làm việc của đường chuẩn trong khoảng thấp, trung bình và cao. Độ hấp thụ

(tính theo diện tích hoặc chiều cao) được đo ở bước sóng 253,7 nm phụ thuộc tuyến tính vào nồng độ của thủy ngân trong mẫu [6].



Hình 1. Sơ đồ cấu tạo của thiết bị phân tích thủy ngân trực tiếp DMA - 80 (Milestone)

2.3. Hóa chất, thuốc thử

Tất cả hóa chất sử dụng đều là hóa chất tinh khiết dùng cho phân tích các nguyên tố lượng vết: dung dịch chuẩn gốc thủy ngân có nồng độ 1000 ppm (Merck); Acid nitric HNO₃ (65%) và acid clohydric HCl (37%) cũng được mua từ hãng Merck; Mẫu chuẩn kiểm tra thiết bị là mẫu chuẩn được chứng nhận DORM-4 nền thủy sản (Canada); Mẫu kiểm soát chất lượng là mẫu QCM 07326 nền thực phẩm bổ sung (Fapas); Bột phụ trợ (Milestone); khí Oxy có độ tinh khiết 99,999% (Messer) và nước cất hai lần chuẩn bị từ hệ thống máy lọc nước siêu tinh khiết Milli-Q.

2.4. Phương pháp nghiên cứu

2.4.1. Khảo sát và tối ưu quy trình phân tích

Theo nguyên lí hoạt động của thiết bị DMA-80 (mục 2.2), các mẫu thực phẩm hay TPBVSK không cần thiết phải trải qua các quá trình phân hủy mẫu trước khi đo như các kỹ thuật phân tích quang phổ khác. Tuy nhiên, các điều kiện phân tích trên thiết bị như nhiệt độ và thời gian tại các giai đoạn sấy, tro hóa, giải phóng thủy ngân tại bẫy vàng, làm sạch hệ thống cũng như khối lượng mẫu thử là những yếu tố có ảnh hưởng tới độ chính xác kết quả của phép phân tích và cần tiến hành khảo sát:

a. Khảo sát khối lượng cân mẫu: từ 100 - 500 mg đối với cả mẫu rắn và mẫu lỏng. Mỗi mức khối lượng cân lặp lại 2 lần phân tích lấy kết quả trung bình.

b. Khảo sát nhiệt độ: Khảo sát nhiệt độ sấy (180 - 220°C); Khảo sát nhiệt độ tro hóa (600 - 700°C); Khảo sát nhiệt độ giải phóng thủy ngân tại bẫy vàng (660 - 720°C). Ở mỗi mức nhiệt độ lặp lại khảo sát 2 lần.

c. Khảo sát thời gian: thời gian tro hóa phân hủy mẫu (8 - 18 giây), thời gian làm sạch hệ thống (30 - 70 giây).

2.4.2. Thẩm định phương pháp

Phương pháp được thẩm định với các thông số đặc trưng bao gồm: Tính thích hợp của hệ thống; Độ đặc hiệu; Khoảng làm việc của đường chuẩn; Giới hạn phát hiện, giới hạn định lượng; Độ chính xác (độ đúng, độ chụm); Độ không đảm bảo đo.

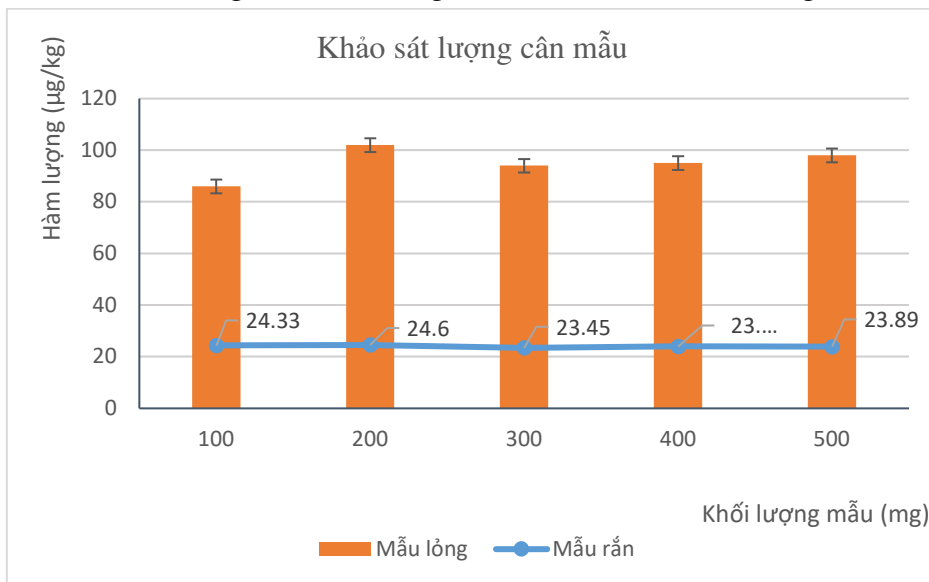
2.4.3. Phương pháp xử lý và đánh giá kết quả phân tích

Các số liệu phân tích được thống kê và xử lý bằng phần mềm Excell 2016. Đánh giá kết quả phân tích mẫu thực trên cơ sở so sánh hàm lượng thủy ngân trong mẫu với các quy định hiện hành theo QCVN 8-2:2011/BYT [7].

3. KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

3.1. Khối lượng mẫu thử

Khối lượng các mẫu thử dạng lỏng và dạng rắn được khảo sát trong khoảng 100 - 500 mg. Các mẫu thử dạng lỏng không chứa thủy ngân được thêm chuẩn cùng một mức nồng độ 100 µg/kg, trong khi các mẫu thử rắn được đánh giá trên kết quả hàm lượng thực của mẫu. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của khối lượng mẫu thử được thể hiện trong Hình 2.



Hình 2. Khảo sát ảnh hưởng khối lượng cân mẫu

Từ kết quả khảo sát ở Hình 2 cho thấy, mặc dù có sự thay đổi về hàm lượng thủy ngân khi thay đổi khối lượng mẫu thử dạng lỏng và đạt giá trị cao nhất tại 200 mg, nhưng độ thu hồi đều đạt trong khoảng 86 - 102%, đáp ứng tốt yêu cầu của AOAC (80 - 110%). Trong khi các mẫu thử rắn cho giá trị lớn nhất và nhỏ nhất có độ chệch không quá 5%. Như vậy, tùy vào hàm lượng thủy ngân và độ đồng nhất của mẫu, có thể sử dụng khối lượng mẫu thử trong khoảng 100 - 500 mg. Khối lượng này cũng phù hợp với thể tích tối đa của thuyền cân mẫu được sử dụng theo khuyến cáo của hãng sản xuất (không quá 0,5 mL đối với thuyền nickel, và 1,0 mL với thuyền thạch anh).

3.2. Khảo sát nhiệt độ

Nhiệt độ của hệ thống DMA-80 có ảnh hưởng tới kết quả phân tích thủy ngân bao gồm nhiệt độ tại các quá trình sấy mẫu, tro hóa và nhiệt giải phóng thủy ngân tại bẫy vàng. Tiến hành khảo sát nhiệt độ tại mỗi giai đoạn đối với cả hai nền mẫu lỏng và mẫu rắn, mỗi mức nhiệt độ khảo sát được lặp lại 2 lần.

Nhiệt độ sấy mẫu được khảo sát trong khoảng 180 - 220°C với bước nhảy cho mỗi lần thay đổi nhiệt độ là 10°C. Trong khi đó, nhiệt độ tro hóa mẫu khảo sát trong khoảng 600 - 700°C và nhiệt độ giải phóng thủy ngân tại bẫy vàng từ 660 - 720°C với bước nhảy cho mỗi lần thay đổi nhiệt độ là 20°C.

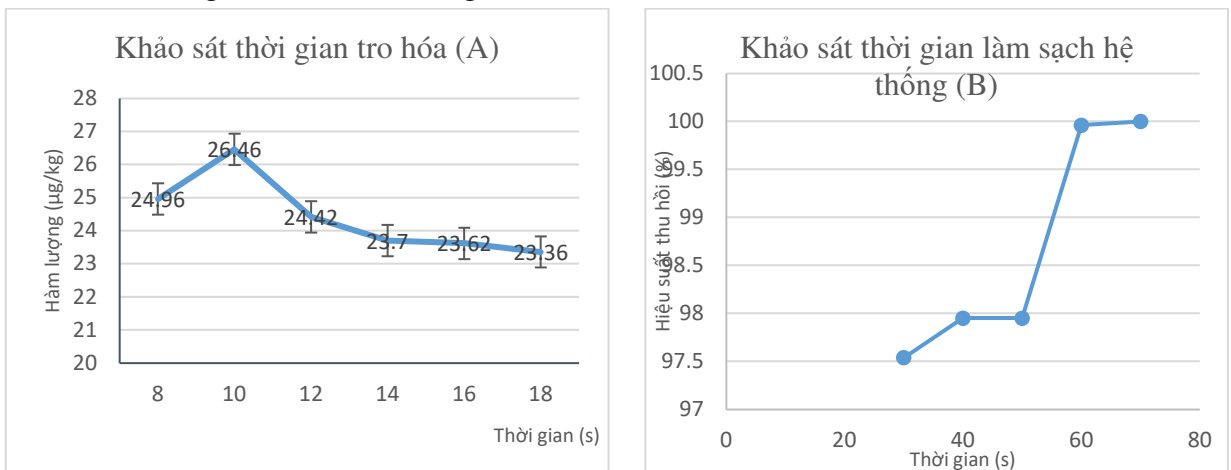
Kết quả các bước khảo sát này lựa chọn được nhiệt độ cho các giai đoạn sấy mẫu, tro hóa và giải phóng thủy ngân từ bẫy vàng là 200°C, 680°C và 700°C tương ứng.

3.3. Khảo sát thời gian

Xét về yếu tố thời gian trong các giai đoạn của quá trình phân tích thủy ngân bằng thiết bị DMA-80, thời gian tro hóa mẫu và thời gian làm sạch hệ thống là các thông số quan trọng cần đánh giá.

Thời gian tro hóa nhằm đảm bảo mẫu được tro hóa triệt để trước khi khí oxy đẩy dòng hơi sinh ra qua ống xúc tác. Thời gian làm sạch hệ thống được khảo sát lựa chọn sao cho tránh được hiện tượng nhiễm chéo giữa các lần phân tích.

Thời gian tro hóa được khảo sát dựa trên phân tích mẫu thực dạng rắn, với thời gian thay đổi trong khoảng 8 - 18s. Trong khi đó, thời gian làm sạch hệ thống được đánh giá dựa trên hiệu suất rửa giải thủy ngân từ giai đoạn sấy mẫu, tro hóa cho tới khi giải hấp từ bẫy vàng trong khoảng thời gian 30 - 80s. Kết quả khảo sát thời gian tro hóa và thời gian làm sạch hệ thống được thể hiện trong các biểu đồ ở Hình 3.



Hình 3. Khảo sát thời gian tro hóa (A) và thời gian làm sạch hệ thống (B)

Kết quả khảo sát cho thấy thời gian tro hóa tối ưu là 10s, trong khi thời gian làm sạch được lựa chọn trong khoảng 60 - 70s nhằm đảm bảo không xảy ra nhiễm chéo giữa các lần phân tích. Các thông số tối ưu của điều kiện phân tích trên thiết bị DMA-80 được tổng hợp trong Bảng 1.

Bảng 1. Các thông số hoạt động tối ưu của máy DMA-80

Các thông số	Giá trị tối ưu
Bước sóng	253,65 nm
Nguồn sáng	Đèn Hg áp suất thấp
Khí mang	Oxy
Thuyền chứa mẫu	Thạch anh hoặc nikel (dung tích 0,5 - 1mL)
Nhiệt độ sấy	200°C
Nhiệt độ tro hóa	680°C
Nhiệt độ giải phóng thủy ngân tại bẫy vàng	700°C
Thời gian tro hóa	10s
Thời gian làm sạch	60s

3.2. Thẩm định phương pháp

3.2.1. Tính thích hợp hệ thống và tính đặc hiệu

Tính thích hợp của hệ thống được đánh giá qua độ ổn định ngắn hạn: trên nền mẫu dung dịch chuẩn thủy ngân có nồng độ 10 µg/kg, phân tích lặp lại 10 lần. Độ lệch chuẩn tương đối thu được $RSD_r \% = 1,58 < 2\%$, chứng tỏ phương pháp có độ ổn định ngắn hạn phù hợp.

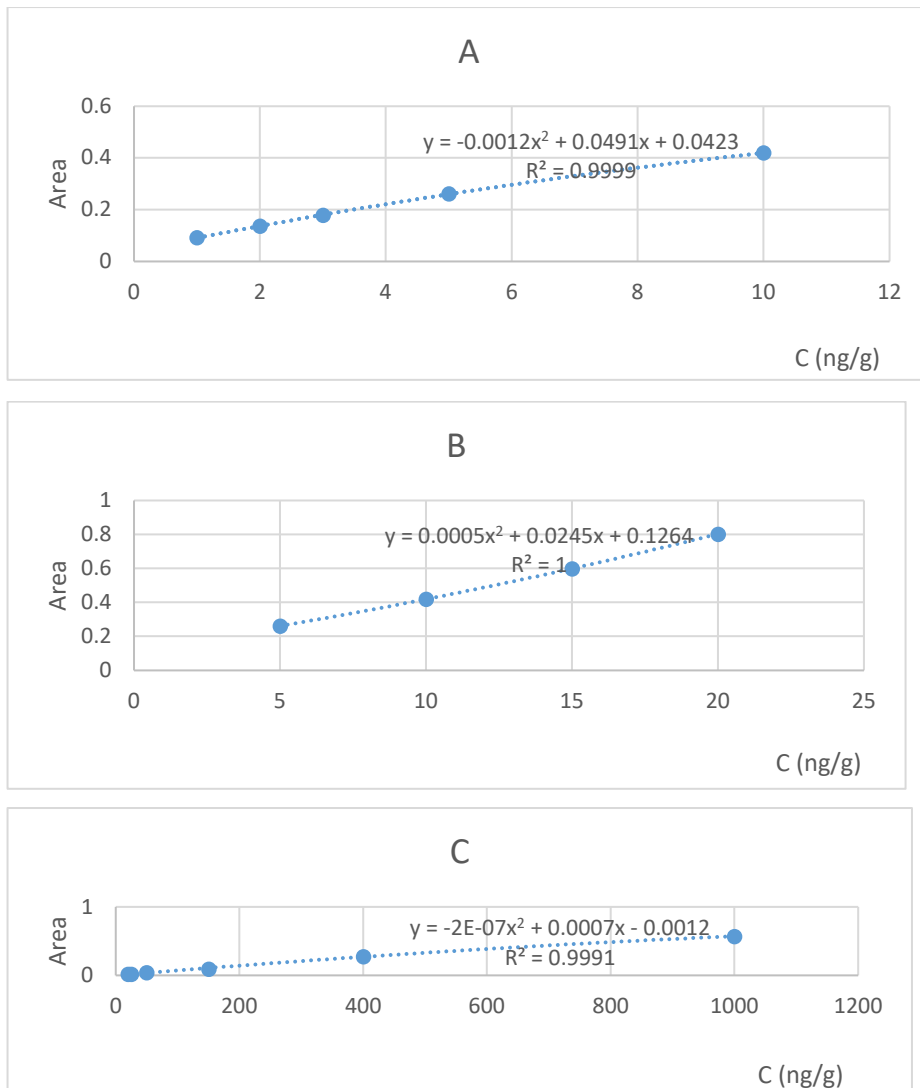
Tính đặc hiệu: Kết quả phân tích trên nền mẫu trắng cho thấy không có tín hiệu phân tích, 100% các mẫu đo được đều âm tính. Kết quả phân tích trên nền mẫu trắng thêm chuẩn ở hàm lượng gần LOQ cho thấy 100% các mẫu đo được đều xuất hiện tín hiệu. Do đó, phương pháp có tính đặc hiệu cao, đáp ứng tốt yêu cầu về định lượng.

3.2.2. Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ)

Tiến hành xác định LOD và LOQ trên mẫu trắng thêm chuẩn 10 lần lặp lại. Xác định được LOD là 1,88 µg/kg và LOQ là 6,26 µg/kg. Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng thủy ngân bằng kỹ thuật DMA-80 như vậy cho độ nhạy rất tốt, phù hợp để phân tích và kiểm soát hàm lượng thủy ngân trong thực phẩm bảo vệ sức khỏe theo quy định của Việt Nam và ASEAN (giới hạn tối đa cho phép ML = 100 µg/kg áp dụng cho thực phẩm bổ sung theo QCVN 8-2:2011/BYT [7], ML = 500 µg/kg theo hướng dẫn của ASEAN [8]).

3.2.3. Đường chuẩn làm việc

Đo các dung dịch chuẩn có nồng độ khác nhau ở 1, 2, 3, 5, 10, 15, 20, 25, 50, 150, 400, 1000 ng/g trong 3 cell hấp thụ (cell 0, cell 1 và cell 2) và biểu diễn sự phụ thuộc của tín hiệu diện tích đường cong hấp thụ của thủy ngân vào nồng độ chất phân tích trong mỗi cell (Hình 4).



Hình 4. Đường biểu diễn sự phụ thuộc của diện tích pic Hg vào nồng độ trong các cell hấp thụ khác nhau (A-cell 0, B-cell 1, C-cell 2)

Trong trường hợp phân tích thủy ngân trên thiết bị DMA-80, sự phụ thuộc của diện tích đường cong hấp thụ vào nồng độ có thể được biểu diễn bằng đường tuyến tính bậc 1 hoặc đường cong bậc 2 tùy vào thuật toán được lựa chọn. Đường chuẩn làm việc ở cả 3 cell đều có hệ số $R^2 > 0,995$, với độ chệch tại tất cả các điểm chuẩn nhỏ hơn 10%, do đó đáp ứng tốt yêu cầu về phân tích định lượng [9].

3.2.4. Độ chụm

Độ chụm được đánh giá thông qua độ lệch chuẩn lặp lại tương đối RSD_r (%). Thực nghiệm được tiến hành trên 3 nền mẫu thực dạng viên nén, siro và viên nang mềm thêm chuẩn ở các mức 10, 50 và 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Kết quả cho thấy, độ lệch chuẩn tương đối lặp lại nằm trong khoảng 4,99 - 7,34% đáp ứng tốt yêu cầu của AOAC ở các mức nồng độ tương ứng [9].

3.2.5. Độ đúng

Thực nghiệm về độ đúng được đánh giá qua độ thu hồi tại 03 mức nồng độ và phân tích các mẫu chuẩn chứng nhận DORM-4, mẫu kiểm soát chất lượng QCM 07326 của Fapas. Độ thu hồi ứng với các mức nồng độ 10, 50 và 100 µg/kg trên 3 nền mẫu dạng nền mẫu viên nén, siro và viên nang mềm trong khoảng 86,4 - 92,4 % đều đáp ứng theo yêu cầu của AOAC [9]. Kết quả phân tích mẫu chuẩn DORM-4 và mẫu kiểm soát chất lượng QCM 07326 (Fapas) đều đạt yêu cầu (Bảng 2).

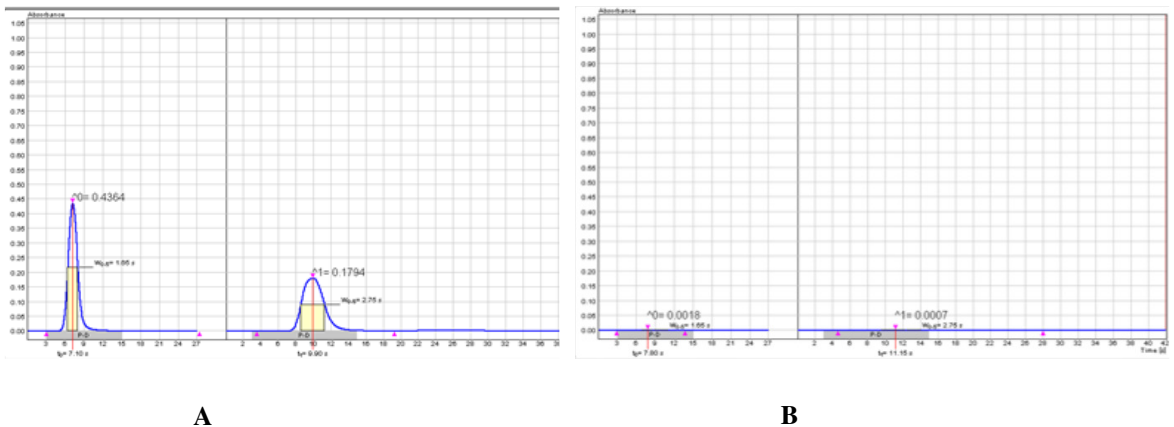
Bảng 2. Kết quả phân tích mẫu kiểm soát chất lượng

Tên mẫu	Kết quả phân tích (µg/kg)	Giá trị ấn định (µg/kg)	Khoảng cho phép (µg/kg)
DORM-4	421 ± 63	410 ± 55	355 - 465
CRM 07326	22,0 ± 3,7	20,8	11,6 - 29,9

Như vậy kết quả thẩm định phương pháp cho thấy các thông số đã được đánh giá đều phù hợp theo yêu cầu của AOAC [9], chứng tỏ phương pháp có độ tin cậy cao để xác định hàm lượng thủy ngân trong các mẫu thực phẩm bảo vệ sức khỏe.

3.3. Phân tích mẫu thực tế

Sau khi khảo sát tối ưu các điều kiện thiết bị và xác nhận giá trị sử dụng, phương pháp đã được áp dụng để phân tích hàm lượng thủy ngân trong 39 mẫu thực phẩm bảo vệ sức khỏe thu thập trên thị trường thành phố Hà Nội, bao gồm các dạng: viên nén, viên nang mềm, viên sủi, cốm, siro lỏng.



Hình 5. Phổ đồ phân tích Hg trong mẫu viên sủi (A) và siro (B)

Kết quả phân tích cho thấy có 13/39 (33,3%) mẫu phát hiện có chứa thủy ngân, trong đó 05/13 mẫu có hàm lượng nhỏ hơn mức giới hạn định lượng. Đặc biệt, 01 mẫu TPBVSK dạng viên sủi (Hình 5A) có chứa hàm lượng thủy ngân (450 µg/kg) vượt ngưỡng cho phép đối với dạng thực phẩm bổ sung theo quy định là 100 µg/kg [7]. Trên cơ sở này, nhà sản xuất đã cung cấp các nguyên liệu cấu thành của sản phẩm để truy xuất nguồn gốc nhiễm

thủy ngân. Kết quả cho thấy, hàm lượng thủy ngân bị nhiễm từ thành phần acid tartaric, một trong những loại phụ gia thực phẩm là thành phần chính của sản phẩm này.

Các mẫu TPBVSK dạng rắn như viên nang cứng, có tỉ lệ phát hiện thủy ngân nhiều hơn viên nang mềm, trong khi 100% các mẫu dạng siro lỏng không phát hiện có chứa thủy ngân (Hình 5B). Tổng hợp kết quả phân tích các mẫu TPBVSK được tổng hợp trong Bảng 3.

Bảng 3. Kết quả phân tích thủy ngân trong mẫu TPBVSK

<i>TT</i>	<i>Loại mẫu</i>	<i>Số lượng (N)</i>	<i>Số mẫu phát hiện</i>	<i>Hàm lượng ($\mu\text{g}/\text{kg}$)</i>
1	Viên nang cứng	10	06	6,30 - 34,0
2	Viên nang mềm	6	02	5,41 - 12,0
3	Viên sủi	4	01	450
4	Cốm	12	04	5,72 - 17,3
5	Si rô	7	00	KPH (< LOD)

3. KẾT LUẬN

Các điều kiện phân tích trên thiết bị DMA-80 đã được khảo sát tối ưu nhằm xác định hàm lượng thủy ngân trong các mẫu TPBVSK. Phương pháp đã được thẩm định với đầy đủ các thông số đáp ứng tốt theo yêu cầu của AOAC. Tổng số 39 mẫu TPBVSK đã được thu thập và phân tích, bước đầu cho thấy mức độ ô nhiễm của thủy ngân trong một số sản phẩm TPBVSK hiện nay. Phân tích thủy ngân bằng thiết bị DMA-80 đã cho thấy ưu điểm về độ nhạy, độ chính xác và đặc biệt là thời gian phân tích được rút ngắn so với các kỹ thuật phân tích khác do không cần bước xử lý mẫu sơ bộ. Vì vậy, phương pháp này được xem như là một công cụ hữu hiệu giúp kiểm tra, đánh giá nhanh hàm lượng thủy ngân trong các sản phẩm TPBVSK đang lưu hành trên thị trường.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được thực hiện dưới sự hỗ trợ về thiết bị và hóa chất từ Viện kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm Quốc gia.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. R. A. Bernhoft, "Mercury toxicity and treatment: a review of the literature," *Journal of Environmental and Public Health*, vol. 2012, 2012.
- [2]. M. Sakamoto, M. Nakamura, and K. Murata, "Mercury as a Global Pollutant and Mercury Exposure Assessment and Health Effects," *Nihon Eiseigaku Zasshi*, vol. 73, no. 3, pp. 258-264, 2018.
- [3]. B. F. Azevedo, L. B. Furieri, and F. M. Peçanha, "Toxic Effects of Mercury on the Cardiovascular and Central Nervous Systems," *Journal of Biomedicine and Biotechnology*, 949048, 2012.

- [4]. João Guilherme Costa, Bojana Vidovic, Nuno Saraiva, “Contaminants: a dark side of food supplements,” *Free Radical Research*, vol. 53 (sup1), pp. 1113-1135, 2019.
- [5]. Claudia Carvalhinho Windmoller, Nayara Carolinne Silva, Pedro Henrique Morais Andrade, “Use of a direct mercury analyzer for mercury speciation in different matrices without sample preparation,” *Analytical Methods*, no. 14, 2017.
- [6]. United States Environmental Protection Agency, “Method 7473 - Mercury in Solids and Solutions by Thermal Decomposition, Amalgamation, and Atomic Absorption Spectrophotometry,” 2007.
- [7]. Ministry of Health, “National technical regulation on the limits of heavy metals contamination in food,” Hanoi, 2011.
- [8]. ASEAN, “Annex III, Asean Guidelines on Limits of Contaminants for Health Supplements”. [Online]. Available: <https://asean.org/wp-content/uploads/2017/09/ASEAN-Guidelines-on-Limits-of-contaminants-HS-V2.0-with-disclaimer.pdf> [Accessed: 9/25/2022].
- [9]. AOAC, “Appendix F: Guidelines for standard method performance requirements,” AOAC Official Methods of Analysis, 9, 2012.

Research and application of direct mercury analyzer (DMA-80) quickly determination of total mercury contents in dietary supplements

Nguyen Thi Van Anh¹, Nguyen Thi Trang¹, Dinh Viet Chien^{2*},
Tran Hoang Giang², Lu Thi Minh Hien², Nguyen Minh Chau²

¹Viet Nam University of Traditional Medicine, Ha Noi, Viet Nam

²National Institute for Food Control, Ha Noi, Viet Nam

Abstract

The Direct Mercury Analyzer (DMA-80) was studied and investigated to quickly and accurately determine the total mercury content in health supplements. The method shows high specificity, and the calibration curve has a good correlation coefficient with R^2 greater than 0.995; the limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ) were 1.88 $\mu\text{g}/\text{kg}$ and 6.26 $\mu\text{g}/\text{kg}$, respectively; The relative repeatability standard deviation (RSRr) was in the range of 2.46 - 7.34% and the recovery (R) was in the range of 85.7 - 100%. The method was applied to evaluate the mercury content in 39 health supplement samples taken in Hanoi city. The initial research results indicated preliminary mercury contamination in 13 health supplement products on the market in the range of 5.41 - 450 $\mu\text{g}/\text{kg}$.

Keywords: mercury, DMA-80, health supplements.