

DOI: <https://doi.org/10.59294/HIUJS.KHSK.2025.027>

XÂY DỰNG VÀ THẨM ĐỊNH QUY TRÌNH ĐỊNH LƯỢNG EDTA TRONG MAYONNAISE BẰNG PHƯƠNG PHÁP HPLC-UV

Phan Nguyễn Thu Xuân*, Bùi Thế Vinh

Trường Đại học Quốc tế Hồng Bàng

TÓM TẮT

EDTA thường được sử dụng trong thực phẩm dưới dạng các muối disodium ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$) (E385) và calcium disodium (Na_2CaEDTA) (E386) như là tác nhân chelat hóa kim loại nặng, làm chất ổn định màu sắc và hương vị của sản phẩm. Nghiên cứu nhằm phát triển phương pháp đơn giản, độ tin cậy cao để định lượng EDTA và dạng muối trong mayonnaise được chiết bằng nước có hỗ trợ siêu âm, sau đó tạo phức với dung dịch Fe(III). Dung dịch sau khi tạo phức với Fe(III) và được định lượng bằng HPLC-UV. Phương pháp được thẩm định khoảng tuyến tính, độ lặp lại, độ tái lập, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng. Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng EDTA được xác định ở nồng độ 0.330 mg/L và 1.0 mg/L. Khoảng tuyến tính đạt yêu cầu $R^2 > 0.995$ và độ thu hồi EDTA đạt từ 98.4% đến 101.6% và %RSD là 1.364% < 2.0%. Phương pháp phân tích nhanh, xử lý mẫu không quá phức tạp và thẩm định đạt yêu cầu để áp dụng phân tích EDTA trong mayonnaise.

Từ khóa: định lượng EDTA, mayonnaise, HPLC-UV, tạo phức Fe(III), phân tích phụ gia thực phẩm

DEVELOPMENT AND VALIDATION OF A METHOD FOR QUANTIFYING EDTA IN MAYONNAISE USING HPLC-UV

Phan Nguyen Thu Xuan, Bui The Vinh

ABSTRACT

Development and Validation of a Method for Quantifying EDTA in Mayonnaise Using HPLC-UV. A simple and highly reliable method was developed for the quantification of EDTA and its salt forms in mayonnaise. Samples were extracted with water under ultrasonic assistance and subsequently complexed with Fe(III). The resulting Fe(III)-EDTA complex was quantified using high-performance liquid chromatography with UV detection (HPLC-UV). The method was validated in terms of linearity, repeatability, reproducibility, limit of detection (LOD), and limit of quantification (LOQ). The LOD and LOQ were determined to be 0.330 mg/L and 1.0 mg/L, respectively. The calibration curve exhibited excellent linearity with $R^2 > 0.995$. The method demonstrated high recovery (98.4%-101.6%) and acceptable repeatability ($\text{RSD} = 1.364\% < 2.0\%$). This approach provides a rapid and reliable analytical method with straightforward sample preparation and satisfactory validation for the determination of EDTA in mayonnaise.

Keywords: EDTA quantification, mayonnaise, HPLC-UV, Fe(III) complexation, food additive analysis

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

EDTA thường được sử dụng trong thực phẩm dưới dạng các muối disodium ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$) (E385) và calcium disodium (Na_2CaEDTA) (E386) như là tác nhân chelat hóa kim loại nặng, làm chất ổn định màu sắc và hương vị của sản phẩm. EDTA là một acid amin polycarboxylic, bột tinh thể màu trắng, không mùi, không hút ẩm, được sử dụng rộng rãi trong y học, công nghiệp hóa chất, công nghệ

* Tác giả liên hệ: Phan Nguyễn Thu Xuân, Email: xuanpnt@hiu.vn

(Ngày nhận bài: 31/3/2025; Ngày nhận bản sửa: 27/4/2025; Ngày duyệt đăng: 20/5/2025)

thực phẩm, nông nghiệp và công nghệ dược phẩm [1, 2].

EDTA không an toàn khi sử dụng nhiều hơn 3 g mỗi ngày hoặc dùng liên tục hơn 5 đến 7 ngày. EDTA có thể gây đau bụng, buồn nôn, vấn đề về da, sốt và tiêu chảy gây tổn thương thận và giảm nồng độ calci trong máu thấp đến mức nguy hiểm. Trong thực phẩm, EDTA được sử dụng dưới dạng các muối natri với giới hạn sử dụng nghiêm ngặt được quy định bởi Bộ Y tế Việt Nam tại Thông tư 24/2019/TT-BYT [3].

Mặc dù là chất chelat hiệu quả, EDTA có khả năng phân hủy sinh học thấp và có thể gây ảnh hưởng tiêu cực đến môi trường [4]. Chính vì vậy, việc giám sát chính xác hàm lượng EDTA trong thực phẩm là cần thiết. Các phương pháp phân tích đã được phát triển bao gồm: sắc ký khí (GC), sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC), phổ huỳnh quang, điện di mao quản, trong đó phương pháp HPLC-UV là phổ biến nhờ chi phí hợp lý và độ tin cậy cao [5 - 7].

Một số nghiên cứu tiêu biểu như của Cagnasso [8] sử dụng HPLC-UV để xác định EDTA trong nước giải khát, đạt giới hạn phát hiện 0.6 mg/L và giới hạn định lượng 2.0 mg/L. Trong khi đó, nghiên cứu ứng dụng HPLC-DAD [9] để định lượng EDTA trong thức ăn chăn nuôi với độ thu hồi 85.6 - 92.8%. Các nghiên cứu gần đây cũng đã thử nghiệm các kỹ thuật hiện đại như quang phổ huỳnh quang hoặc điện di mao quản [10], tuy nhiên yêu cầu thiết bị chuyên biệt, đắt tiền.

Phương pháp tạo phức Fe(III)-EDTA là một bước cải tiến giúp tăng khả năng hấp thụ UV của EDTA - một chất vốn không hấp thụ mạnh ở bước sóng UV-VIS [11]. Việc lựa chọn Fe(III) thay vì Cu(II) được chứng minh là hiệu quả hơn nhờ hằng số ổn định cao hơn của phức Fe-EDTA ($K = 1.3 \times 10^{25}$ so với Cu-EDTA là 6.3×10^{18}) [11].

Tuy nhiên, hiện chưa có nhiều nghiên cứu tập trung vào định lượng EDTA trong nền mẫu béo như mayonnaise - một sản phẩm có cấu trúc nhũ tương và thành phần lipid phức tạp. Trong môi trường mayonnaise, EDTA khó xác định trực tiếp do tương tác phức tạp với chất béo. Việc tạo phức Fe(III) giúp nâng cao độ nhạy và độ đặc hiệu, đồng thời làm tăng tín hiệu giúp phát hiện được trong vùng UV. Do đó, nghiên cứu hiện tại hướng đến phát triển quy trình HPLC-UV có kết hợp tạo phức Fe(III) để định lượng EDTA trong các nền mẫu giàu chất béo và dược phẩm, phù hợp với điều kiện kiểm nghiệm tại Việt Nam. Chính vì vậy, điều cần thiết là phải đảm bảo EDTA được xác định, định tính và định lượng đúng trong các sản phẩm béo. Mục đích của nghiên cứu là xây dựng và thẩm định phương pháp định lượng EDTA trong nền mẫu mayonnaise nhanh và hiệu quả. Áp dụng vào phân tích mẫu thực tế trên thị trường.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU VÀ VẬT LIỆU NGHIÊN CỨU

2.1. Đối tượng nghiên cứu

EDTA có trong các mẫu mayonnaise đang được lưu hành trên thị trường.

2.2. Hóa chất, thiết bị

Chất chuẩn: Disodium ethylenediaminetetraacetate dihydrate ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) - Sigma Aldrich.

Hóa chất: Acetonitrile (ACN) Merck, tetrabutylammonium hydroxide (TBA): 0.1 M, ammonium dihydrogen phosphate ($NH_4H_2PO_4$), iron(III) chloride hexahydrate ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$), chloroform ($CHCl_3$), phosphoric acid (H_3PO_4) - Sigma Aldrich. Nước cất 2 lần tại bộ môn Hóa phân tích - kiểm nghiệm.

Thiết bị: HPLC Shimadzu Prominence-i LC-2030, đầu dò UV, Agilent 5 HC - C18, 250 x 4.6 mm; 5 μm ; PN 518905-902, cân phân tích có độ chính xác 0.1 mg, các dụng cụ thủy tinh sử dụng trong phòng thí nghiệm,...

2.3. Phương pháp nghiên cứu

2.3.1. Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu mayonnaise được trộn đồng nhất trước khi thử nghiệm bằng các thiết bị xay trộn thích hợp.

2.3.2. Cách tiến hành

Cân 5 g mẫu đã chuẩn bị, chính xác đến ± 0.0001 g vào ống ly tâm nhựa 50 mL. Thêm khoảng 20 mL nước cất, lắc vortex 5 phút, siêu âm 30 phút. Sau đó thêm khoảng 15 mL CHCl_3 , lắc, ly tâm hút lớp nước phía trên vào bình định mức 50 mL. Cho tiếp 20 mL nước cất vào ống ly tâm, chiết lần thứ hai. Gộp dịch chiết vào bình định mức 50 mL ở trên, sau đó thêm 1 mL dung dịch FeCl_3 2500 mg/L vào, định mức đến vạch bằng nước cất. Lọc mẫu qua màng lọc 0.45 μm vào vial nâu và phân tích bằng HPLC-UV [8].

2.3.3. Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Dung dịch chuẩn gốc acid ethylenediaminetetraacetic (EDTA) 2000 mg/L: Cân chính xác khoảng 258.4 mg chuẩn $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ vào bình định mức 100 mL, hòa tan và định mức tới vạch bằng nước cất. Dung dịch pha mỗi khi sử dụng.

Tính toán lại nồng độ của chuẩn gốc EDTA pha được bằng công thức sau:

$$C = \frac{m \times 1000 \times P}{V} \times 0.785$$

Trong đó:

C : Nồng độ dung dịch chuẩn (mg/L)

M : Khối lượng chuẩn (mg)

V : Thể tích định mức (mL)

P : Độ tinh khiết của chuẩn rắn, %

0.785: Hệ số chuyển từ $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ về EDTA

+ **Dung dịch chuẩn EDTA trung gian 200 mg/L:** Hút 1 mL dung dịch chuẩn gốc vào bình định mức 10 mL, và định mức đến vạch bằng nước.

+ **Dung dịch chuẩn làm việc EDTA:** (1.0; 2.0; 5.0; 20.0; 50.0) mg/L được chuẩn bị từ dung dịch chuẩn EDTA trung gian (200 mg/L) và dung dịch chuẩn gốc 2000 (mg/L). Dung dịch chuẩn làm việc được chuẩn bị hằng ngày, tạo phức với Fe(III) đồng thời với mẫu thử. Thể tích hút chuẩn và dung dịch Fe(III) thực hiện theo bảng sau:

Bảng 1. Dung dịch chuẩn làm việc EDTA

STT	Thể tích chuẩn gốc (mL)	Nồng độ chuẩn sử dụng (mg/L)	FeCl_3 2500 (mg/L) (mL)	Thể tích định mức (mL)	Nồng độ chuẩn (mg/L)
C1	0.25	200	1.0	50.0	1.00
C2	0.50	200	1.0	50.0	2.00
C3	0.125	2000	1.0	50.0	5.00
C4	0.50	2000	1.0	50.0	20.0
C5	1.25	2000	1.0	50.0	50.0

2.3.4. Điều kiện sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC-UV) [8]

Cột pha đảo Agilent 5 HC - C18, 250 x 4.6 mm; 5 μm ; PN 518905-902.

Thành phần pha động: Cân 1.15 g $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ vào cốc 1000 mL, hòa tan 800 mL H_2O , thêm 20 mL TBA 0.1 M, thêm 80 mL ACN và thêm nước cho đủ 1 L, chỉnh pH 2.42 bằng dung dịch H_3PO_4 10 M. Lọc dung dịch đậm qua giấy lọc có kích thước 0.45 μm và siêu âm để loại bỏ bọt khí trước khi sử dụng.

Chạy đẳng dòng 100% pha động, tốc độ dòng: 0.8 mL/phút.

Bước sóng: 257 nm.

Nhiệt độ buồng cột: 30°C.

Thể tích tiêm: 20 μL

2.3.5. Thẩm định quy trình định lượng theo hướng dẫn của AOAC [12]

Tính tương thích hệ thống, tính đặc hiệu, khoảng tuyến tính, độ đúng, độ lặp lại, giới hạn định lượng và giới hạn phát hiện.

Phương pháp xử lý số liệu: Sử dụng phần mềm Microsoft Excel.

Sử dụng quy trình đã thẩm định: Định tính dựa vào sắc ký đồ và thời gian lưu của mẫu thử, dung dịch chuẩn EDTA phải tương ứng với nhau. Định lượng dựa trên diện tích pic thu được từ mẫu thử và dung dịch chuẩn, tính hàm lượng EDTA trong các mẫu mayonnaise đang được lưu hành trên thị trường.

3. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

3.1. Tính tương thích của hệ thống sắc ký

Tiến hành tiêm lặp lại 6 lần dung dịch chuẩn EDTA có nồng độ 20 mg/L vào hệ thống HPLC-UV. Kết quả thu được như Bảng 2.

Bảng 2. Tính tương thích hệ thống sắc ký

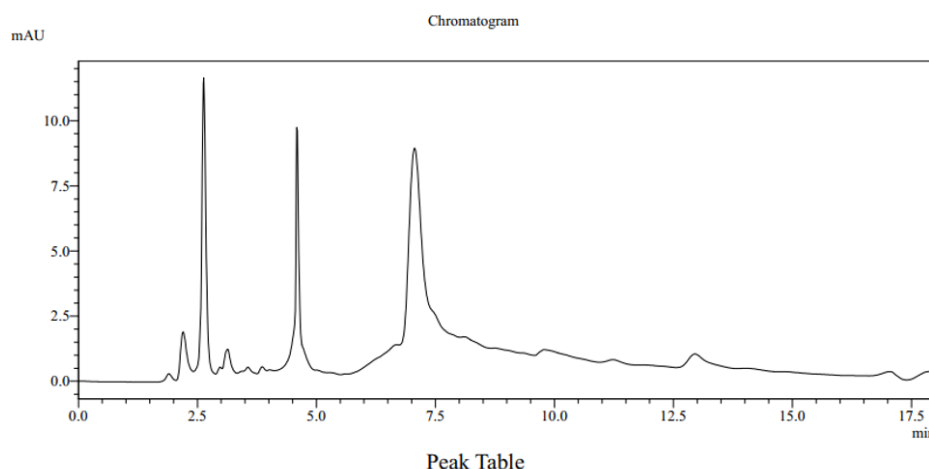
Lần bơm	Thời gian lưu (phút)	Diện tích pic
1	7.903	955,218
2	7.902	946,367
3	7.901	939,390
4	7.898	952,922
5	7.899	946,112
6	7.897	943,357
TB	7.900	947,228
SD	2	5.910
RSD (%)	0.030	0.624

Như vậy, hệ thống sắc ký có độ lặp lại với RSD (%) của thời gian lưu là 0.030% < 1% và diện tích pic là 0.624% < 2%, đạt yêu cầu tính tương thích hệ thống.

3.2. Tính đặc hiệu

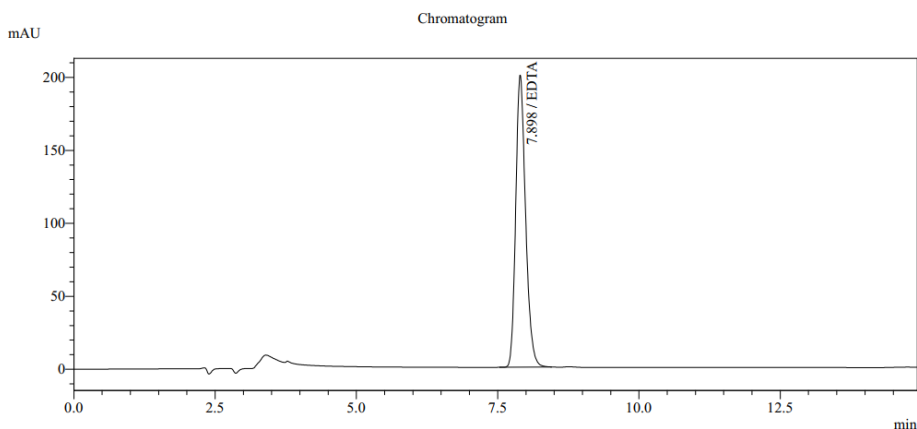
Tiến hành: Tiêm các mẫu trắng, dung dịch chuẩn và mẫu thử vào hệ thống sắc ký theo điều kiện đã nêu trên. Kết quả thu được như Hình 1, 2, 3.

Sample ID: LN-BL-1.lcd



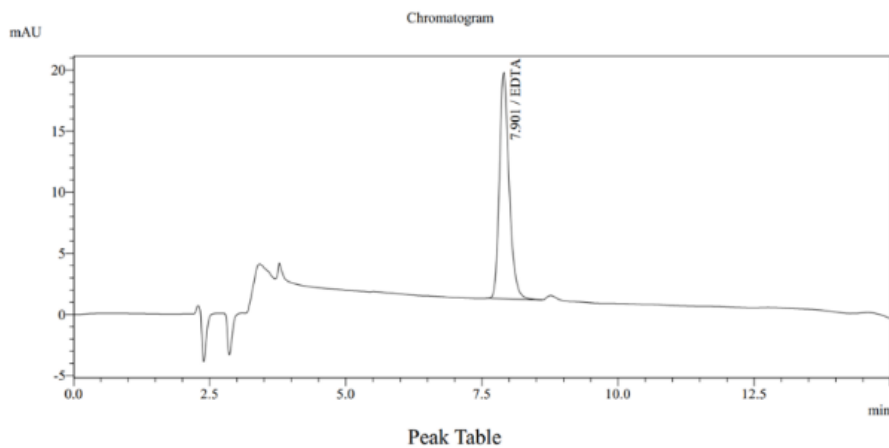
Hình 1. Sắc ký đồ của mẫu trắng

Sample ID: 25022025 EDTA C5.lcd



Hình 2. Sắc ký đồ của dung dịch chuẩn EDTA 50 mg/L

Sample ID: 25022025 EDTAM1.lcd



Hình 3. Sắc ký đồ của mẫu thử có chứa EDTA

Kết quả phân tích cho thấy, trên sắc ký đồ mẫu trắng không xuất hiện pic có thời gian lưu tương ứng với thời gian lưu của EDTA.

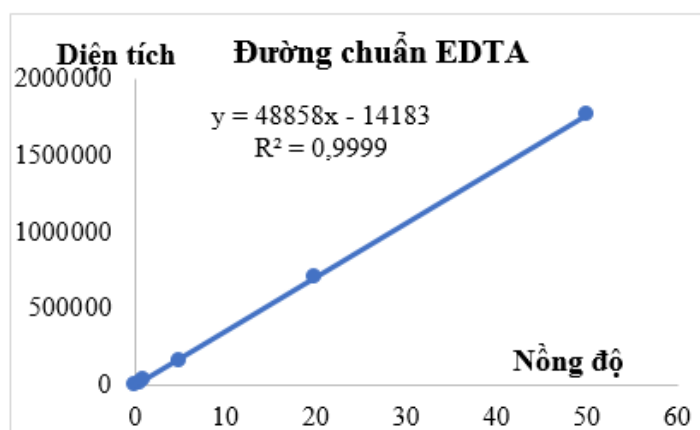
Mẫu thử cho pic chính có thời gian lưu tương ứng với thời gian lưu của pic EDTA thu được từ sắc ký đồ của dung dịch chuẩn.

3.3. Tính tuyến tính

Khoảng tuyến tính và đường chuẩn của EDTA được thể hiện ở Bảng 3.

Bảng 3. Khoảng tuyến tính của EDTA

STT	C (mg/L)	Diện tích pic
1	1	40,366
2	2	83,491
3	5	230,463
4	20	953,218
5	50	2,432,476



Hình 4. Đường chuẩn biểu diễn sự phụ thuộc của diện tích pic EDTA theo nồng độ

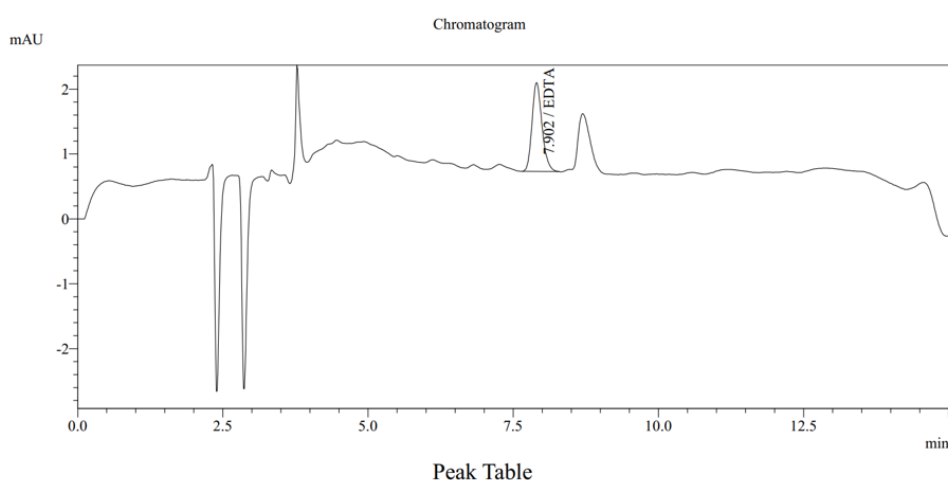
Phương trình hồi quy: $y = 48858x - 14183$, hệ số tương quan: $R^2 = 0.9999$.

Đường chuẩn đạt hệ số tương quan tuyến tính ($R^2 > 0.995$) đủ điều kiện để định lượng mẫu.

3.4. Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng

Xác định giới hạn phát hiện (LOD): Nồng độ tối thiểu chất phân tích có thể phát hiện được, dựa vào tỷ lệ đáp ứng so với nhiễu (S/N) nằm trong khoảng 3:1 hoặc 2:1 thường được chấp nhận để thiết lập giới hạn phát hiện. Tiến hành pha loãng chuẩn 1 mg/L nhiều lần và tiêm vào hệ thống HPLC, cho đến khi thu được sắc ký đồ có thông số S/N đạt yêu cầu thì dừng lại, tại nồng độ đó chính là LOD của phương pháp.

Sample ID: LOD-2.lcd



Hình 5. Sắc ký đồ của mẫu trắng thêm chuẩn ở nồng độ 0.330 mg/L

Tín hiệu của EDTA ở nồng độ 0.330 mg/L đạt tỷ lệ $S/N = 3.5$ (hình 5), đáp ứng tiêu chí xác định giới hạn phát hiện (LOD). Suy ra:

Kết luận LOD của mẫu = 0.330 mg/L

Giới hạn định lượng LOQ = $3 \times \text{LOD} = 1.0 \text{ mg/L}$

3.5. Độ chính xác

Là độ lặp lại được khảo sát trong các điều kiện giống nhau (phương pháp phân tích, phòng thí nghiệm, người phân tích, dụng cụ). Đánh giá trên kết quả của tối thiểu 6 lần định lượng ở cùng nồng độ. Yêu

cầu: $RSD \leq 2\%$. Nồng độ EDTA được tính theo phương trình hồi quy.

$$\text{Hàm lượng EDTA (mg/Kg)} = \frac{C_{EDTA \text{ thử}}}{m_{mẫu}} \times ĐPL; ĐPL=50$$

Bảng 4. Kết quả khảo sát độ chính xác đối với EDTA trong mẫu mayonnaise

STT	Khối lượng cân của mayonnaise (g)	Diện tích pic	Nồng độ thử (mg/L)	Hàm lượng EDTA trong mẫu (mg/kg)
1	4.955	229,141.5	4.98	50.255
2	5.025	234,324.5	5.09	50.610
3	5.101	232,998.5	5.06	49.590
4	5.009	233,236.5	5.06	50.550
5	5.016	232,324.5	5.05	50.293
6	4.899	231,998.5	5.04	51.426
7	4.912	233,151.5	5.06	51.530
Trung Bình				50.608
SD				0.681
RSD				1.346

Kết quả cho thấy hàm lượng EDTA (mg/kg) trong mayonnaise là 50.608 mg/kg và có độ lặp lại tốt $RSD (\%) = 1.346\% (< 2\%)$, đáp ứng yêu cầu định lượng.

3.6. Độ đúng

Dùng phương pháp thêm chuẩn vào mẫu thử, nồng độ mẫu chuẩn thêm vào lần lượt là 80%, 100%, 120%. Thực hiện 9 lần chuẩn bị mẫu thêm chuẩn (mỗi nồng độ 3 mẫu). Tính toán % tỷ lệ phục hồi và đánh giá kết quả.

EDTA tương ứng thêm vào (mg) = Chất chuẩn thêm vào (mg) $\times$ 0.785

0.785: Hệ số chuyển từ $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ về EDTA

Bảng 5. Kết quả khảo sát độ chính xác đối với EDTA trong mẫu mayonnaise

Nồng độ (%)	Khối lượng cân của mayonnaise (g)	Chất chuẩn thêm vào (mg)	EDTA tương ứng thêm vào (mg)	Nồng độ lý thuyết (mg/L)	Diện tích pic	Nồng độ thực tế (mg/L)	Tỷ lệ phục hồi (%)	Tỷ lệ phục hồi (%)
80	5.055	0.256	0.201	9.07	426,600	9.02	99.4	99.6
	5.015	0.276	0.217	9.35	435,192	9.20	98.4	
	5.061	0.252	0.198	9.02	431,284	9.12	101.1	
100	5.002	0.321	0.252	10.04	484,283	10.20	101.6	100.3
	5.012	0.315	0.247	9.96	473,649	9.98	100.3	
	5.019	0.319	0.250	10.03	470,997	9.93	99.0	
120	5.009	0.383	0.301	11.02	521,969	10.97	99.6	100.5
	5.012	0.373	0.293	10.87	520,818	10.95	100.8	
	5.007	0.393	0.309	11.18	539,069	11.32	101.3	

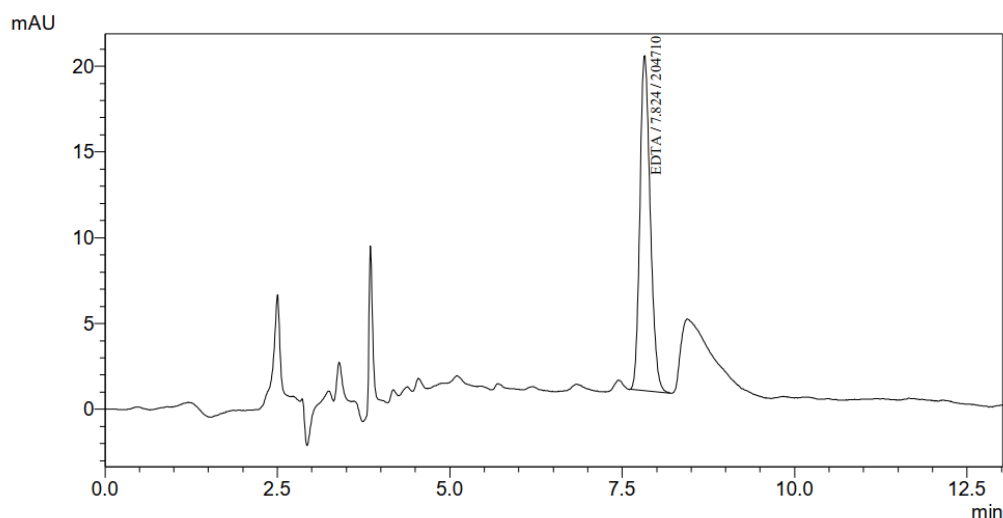
Kết luận: Kết quả cho thấy phương pháp thêm chuẩn EDTA vào mẫu thử có khả năng thu hồi từ 98.4-101.6% nằm trong giới hạn cho phép trong thẩm định độ đúng của phương pháp (98-102%).

3.7. Áp dụng phân tích mẫu thực tế

Mẫu mayonnaise được lấy ngẫu nhiên, áp dụng phương pháp đã nghiên cứu, kết quả phân tích không

có số lệch so với công bố sản phẩm. Mẫu thêm chuẩn 10 mg/L đạt độ thu hồi 100.38%.

Sample ID: MAYO.lcd



Hình 6. Sắc ký đồ của mẫu thử mayonnaise có chứa EDTA

4. BÀN LUẬN

Phương pháp định lượng EDTA trong nghiên cứu này đã được xây dựng và thẩm định thành công trên nền mẫu mayonnaise bằng kỹ thuật HPLC-UV sau khi tạo phức với sắt (III). Trong khi EDTA là một chất tạo phức kim loại được sử dụng rộng rãi trong thực phẩm, phần lớn các nghiên cứu trước đây chỉ tập trung vào các nền mẫu nước ngọt [8] hoặc thức ăn chăn nuôi [9]. Nền mẫu béo như mayonnaise có cấu trúc nhũ tương phức tạp và chứa nhiều chất gây nhiễu, đòi hỏi quy trình xử lý mẫu và phân tích đặc biệt.

So với nghiên cứu trong mẫu nước ngọt [8], phương pháp hiện tại cho thấy nhiều ưu điểm vượt trội. Nghiên cứu trước đạt giới hạn phát hiện (LOD) là 0.6 mg/L và giới hạn định lượng (LOQ) là 2.0 mg/L với khoảng tuyến tính 1 - 25 mg/L. Trong khi đó, phương pháp này đạt LOD = 0.330 mg/L, LOQ = 1.0 mg/L và khoảng tuyến tính mở rộng từ 1-50 mg/L, thể hiện độ nhạy cao và độ chính xác tốt hơn.

Phương pháp trong nền mẫu thức ăn chăn nuôi [9] sử dụng đầu dò DAD cũng có hiệu quả cao, tuy nhiên độ thu hồi chỉ đạt từ 85.6 - 92.8% và giới hạn áp dụng chủ yếu cho lĩnh vực thú y. Trái lại, phương pháp hiện tại cho độ thu hồi từ 98.4 - 101.6% trong môi trường mẫu thực phẩm béo, là điều kiện khó phân tích hơn do ảnh hưởng của lipid. Điều này chứng minh khả năng ứng dụng tốt của quy trình đề xuất trong kiểm nghiệm thực phẩm phức tạp.

Tuy nhiên, phương pháp này cũng có một số giới hạn cần được lưu ý. Việc phụ thuộc vào việc tạo phức với Fe(III) có thể gây cản trở nếu nền mẫu chứa các ion chelat hóa khác, như Cu^{2+} hoặc Zn^{2+} , làm giảm hiệu quả tạo phức và ảnh hưởng đến độ chính xác của kết quả. Bên cạnh đó, trong những mẫu có nền khoáng hoặc muối cao, khả năng can nhiễu của phương pháp cũng cần được xem xét, vì những yếu tố này có thể tác động đến quá trình phân tích. Do đó, cần phải nghiên cứu thêm để cải thiện độ chọn lọc của phương pháp đối với các mẫu có thành phần phức tạp hơn.

Ưu điểm nổi bật của nghiên cứu là việc sử dụng phức Fe(III)-EDTA giúp tăng cường tín hiệu UV, từ đó cải thiện độ nhạy phân tích. Điều này đặc biệt quan trọng vì EDTA không hấp thụ UV mạnh ở dạng tự do [11]. Bên cạnh đó, so với các nghiên cứu dùng đầu dò DAD hoặc MS đắt tiền, phương pháp HPLC-UV với phức Fe(III) vẫn đảm bảo độ chính xác cao, nhưng tiết kiệm chi phí, phù hợp hơn với điều kiện phòng kiểm nghiệm tại Việt Nam.

Một số nghiên cứu gần đây cũng đề xuất các kỹ thuật hiện đại như huỳnh quang hoặc điện di mao quản [10] để xác định EDTA, tuy cho độ nhạy cao nhưng cần thiết bị đặc thù và không phổ biến. Phương pháp trong nghiên cứu này tuy đơn giản hơn, nhưng hiệu quả và có thể mở rộng ứng dụng cho các mẫu thực phẩm khác như sốt mè, nước ngọt hoặc dược phẩm chứa EDTA.

Tóm lại, nghiên cứu đã cung cấp một quy trình định lượng EDTA mới có tính ứng dụng cao, độ nhạy tốt, thích hợp cho các mẫu thực phẩm béo-một nền mẫu ít được quan tâm trong các nghiên cứu quốc tế. Phương pháp có thể hỗ trợ tích cực trong việc kiểm soát hàm lượng EDTA theo quy định [3], góp phần bảo đảm an toàn thực phẩm và nâng cao năng lực kiểm nghiệm tại Việt Nam.

5. KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

Kết luận: Nghiên cứu đã xây dựng thành công phương pháp xác định EDTA trong mẫu chứa nhiều béo là mayonnaise bằng phương pháp HPLC đã đáp ứng các tiêu chí về: Tính tuyến tính của phương pháp đạt trong khoảng nồng độ 1 - 50 mg/L, với giới hạn phát hiện (LOD) là 0.330 mg/L, giới hạn định lượng (LOQ) 1.0 mg/L, độ đúng của phương pháp được xác định bằng phần trăm tỷ lệ phục hồi trong khoảng 98.4 - 101.6%, độ chính xác có RSD% = 1.346%. Kết quả thẩm định cho thấy giá trị sử dụng của phương pháp đạt yêu cầu việc kiểm tra EDTA mẫu mayonnaise (MRL = 100 mg/L) [6] trên thị trường, đóng góp vào việc quản lý việc sử dụng EDTA trong thực phẩm ngày càng phổ biến.

Kiến nghị: Cần mở rộng nghiên cứu đối với các thực phẩm khác chứa EDTA như sốt trộn salad, nước chấm công nghiệp và các dược phẩm có chứa EDTA. Đồng thời, các nghiên cứu về ảnh hưởng của các ion kim loại khác đến khả năng tạo phức với EDTA cũng được mở rộng nhằm nâng cao tính chọn lọc và độ chính xác cho nhiều loại nền mẫu khác nhau.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được Trường Đại học Quốc tế Hồng Bàng cấp kinh phí thực hiện dưới mã số đề tài GVTC18.52.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] R. Heydari, M. Shamsipur and N. Naleini, "Simultaneous Determination of EDTA, Sorbic Acid, and Diclofenac Sodium in Pharmaceutical Preparations Using High-Performance Liquid Chromatography", *AAPS PharmSciTech*, vol. 14, no. 2, pp. 764-769, 2013.
- [2] B. Narola, A. S. Singh, M. Mitra, P. R. Santhakumar and T. G. Chandrashekhar, "A validated reverse phase HPLC method for the determination of disodium EDTA in Meropenem drug substance with UV-Detection using Precolumn Derivatization Technique", *Analytical Chemistry Insights*, vol. 6, pp. 7-14, 2011.
- [3] B. Y tế, "*Thông tư Quy định về quản lý và sử dụng phụ gia thực phẩm*", Thông tư 24/2019/TT-BYT, Hà Nội, Việt Nam, 2019.
- [4] T. P. Knepper, A. Werner, and G. Bogenschütz, "Determination of synthetic chelating agents in surface and wastewater by ion chromatography-mass spectrometry", *Journal of Chromatography A*, vol. 1085, no. 2, pp. 240-246, 2005.
- [5] P. Kuran, D. Pilnaj, M. Dzurková, and M. Smaha, "Method development for determination of EDTA in water by using traditional split/splitless injector-comparing external and internal standard methods of quantification", *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, vol. 221, no. 1, p. 012126, 2019.
- [6] A. K. Palakurthi and T. Dongala, "HPLC-UV method development for the determination of EDTA in oxycodone HCl oral liquids with derivatization technique: Robustness by design of

experiments approach”, *Analytical Chemistry Letters*, vol. 9, no. 5, pp. 1-14, 2019.

[7] M. Sillanpää, R. Kokkonen, và M. L. Sihvonen, “Determination of EDTA and DTPA as their Fe(III) complexes in pulp and paper mill process and waste waters by liquid chromatography”, *Analytica Chimica Acta*, vol. 303, no. 2, pp. 187-192, 1995.

[8] C. E. Cagnasso, L. B. López, V. G. Rodríguez, và M. E. Valencia, “Development and validation of a method for the determination of EDTA in non-alcoholic drinks by HPLC”, *Journal of Food Composition and Analysis*, vol. 20, no. 3-4, pp. 248-251, 2007.

[9] F. Chiumiento, A. D'Aloise, F. Marchegiani, and V. Melai, “Determination of EDTA in feed and premix formulations by HPLC-DAD”, *Food Chemistry*, vol. 175, pp. 452-456, 15 May 2015.

[10] D. Jin, C. Wang, X. Yue, and J. Wang, “Determination of EDTA-2Na in pickles and canned mixed congee using a fluorescent zirconium-quercetin complex”, *Journal of Food Composition and Analysis*, vol. 124, p. 105634, 2023.

[11] B. Chandrashekhar, P. Pai, A. Morone, N. Sahu, and R.A. Pandey, “Reduction of NO_x in Fe-EDTA and Fe-NTA solutions by an enriched bacterial population”, *Bioresource Technology*, vol. 130, pp. 644-651, 2013.

[12] Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements, AOAC International, 2016.