

**XÂY DỰNG QUY TRÌNH ĐỊNH LƯỢNG
KIM LOẠI NẶNG CHÌ, CADIMI TRONG RỄ CỎ
TRỒNG TỪ GIỐNG ĐỊA HOÀNG 19 (*Rehmannia glutinosa* varietes 19)
BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

Phạm Thanh Loan

Viện Nghiên cứu Ứng dụng và Phát triển, Trường Đại học Hùng Vương, Phú Thọ, Việt Nam

ARTICLE INFORMATION TÓM TẮT

Journal: Vinh University
Journal of Science
ISSN: 1859-2228

Volume: 52
Issue: 3A

***Correspondence:**
loandhvh@gmail.com

Received: 19 April 2023

Accepted: 26 June 2023

Published: 20 September 2023

Citation:

Phạm Thanh Loan (2023). Xây dựng quy trình định lượng kim loại nặng chì, cadimi trong rễ củ trồng từ giống Địa hoàng 19 (*Rehmannia glutinosa* varietes 19) bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử. *Vinh Uni. J. Sci.* Vol. 52 (3A), pp. 63-71 doi: 10.56824/vujs.2023a058

OPEN ACCESS

Copyright © 2023. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (CC BY NC), which permits non-commercially to share (copy and redistribute the material in any medium) or adapt (remix, transform, and build upon the material), provided the original work is properly cited.

Nghiên cứu nhằm xây dựng và thẩm định quy trình định lượng chì, cadimi trong rễ củ Địa hoàng 19 bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử. Kết quả nghiên cứu cho thấy giữa nồng độ chì, cadimi với độ hấp thụ có tương quan tuyến tính chặt, với nguyên tố chì dạng hàm là $Y = 0,0138X + 0,1131$, $r = 0,9998$ và với nguyên tố cadimi dạng hàm là $Y = 0,1027X - 0,0037$, $r = 0,9999$. Quy trình có độ đặc hiệu cao, độ lặp lại tốt với RSD < 5% và giới hạn phát hiện đối với Pb là LOD = 0,087 ppb, với Cd là LOD = 0,015 ppb; giới hạn định lượng với chì LOQ = 0,290 ppb, với cadimi LOQ = 0,049 ppb. Quy trình này phù hợp để định lượng Pb, Cd trong rễ củ Địa hoàng 19.

Từ khóa: Cadimi; định lượng chì; quang phổ hấp thụ nguyên tử; Địa hoàng 19.

1. Giới thiệu

Chì (Pb) và cadimi (Cd) là nguyên tố kim loại nặng gây hại cho sức khỏe con người, tồn tại ở dược liệu trong quá trình trồng trọt. Người bị nhiễm độc Pb sẽ dẫn tới bị suy thận, bị thiếu máu, tắc mạch máu, rối loạn thần kinh [1, 2]; nhiễm độc Cd dẫn tới bị bệnh thuyên tắc phổi, loãng xương, suy thận [3]. Tổ chức Y tế thế giới (WHO) khuyến cáo mức Pb ≤ 10 mg/kg, Cd ≤ 0,3 mg/kg [4] đối với dược liệu. Trong Dược điển Việt Nam V, 2017 (ĐĐVN V), chưa đưa tiêu chuẩn về hàm lượng Pb, Cd trong dược liệu Địa hoàng [5]. Trong thực hành tốt nuôi trồng, thu hái dược liệu theo khuyến cáo của Tổ chức y tế thế giới (GACP-WHO), chỉ tiêu dư lượng kim loại nặng cần được phân tích [6]. Do vậy, dược liệu khi sử dụng thì hàm lượng Pb, Cd phải nằm trong ngưỡng an toàn.

Giống Địa hoàng 19 (*Rehmannia glutinosa* varietes 19) là giống mới được lưu hành ở Việt Nam từ tháng 8/2020 và được trồng tại chất đất cát pha của Vĩnh Phúc, Phú Thọ, Tuyên Quang [7]. Trong rễ củ Địa hoàng có chứa các hợp chất: catalpol, verbascosid, các acid amin, ... có tác dụng bổ huyết, bổ thận, hạ đường huyết, ... và cũng là dược liệu được sử dụng lớn trong y dược [8]. Hiện nay, chưa có các công bố về quy trình định lượng Pb, Cd trong củ trồng từ giống Địa hoàng 19. Kết quả sẽ đánh giá được độ an toàn và bổ sung thêm tiêu chuẩn chất lượng của dược liệu Địa hoàng 19 gây trồng tại Phú Thọ, Vĩnh Phúc, Tuyên Quang.

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu

Mẫu rễ củ trồng từ giống Địa hoàng 19 tại xã Đông Trung - Thanh Thủy - Phú Thọ (số hiệu ĐH1902); xã Bạch Lưu - Sông Lô - Vĩnh Phúc (số hiệu ĐH1903); xã Trung Yên - Sơn Dương Tuyên Quang (số hiệu ĐH1904), được thu hoạch vào tháng 3/2021, chế biến theo chuyên luận Địa hoàng - ĐDVN V [5], mẫu được lưu tại Viện nghiên cứu Ứng dụng và Phát triển, Trường Đại học Hùng Vương, Phú Thọ, Việt Nam.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Xác định hàm lượng kim loại nặng bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử, với chế độ đo phương pháp ngọn lửa (F-AAS) theo International Conference on Harmonisation Harmonised Tripartite Guideline (ICH) [9], Pharmacopoeia of the People's Republic of China 2015 (CP 2015) [10], The United States Pharmacopoeia 2020 (USP 43) [11].

2.2.1. Vật liệu

Acid nitric (HNO_3), acid perchloric (HClO_4), dung dịch chuẩn của Pb, Cd được pha từ dung dịch gốc 1000 ppm (Merck), nước cất hai lần.

2.2.2. Máy móc, thiết bị

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử Agilent 240FS-AAS, bộ nạp mẫu PSD 120, hệ thống lò Graphite GTA-120, cân phân tích, bếp điện, bình Kjeldahl, bình định mức, pipet, micropipet, cốc teflon,...

2.2.3. Điều kiện đo

Khảo sát điều kiện đo: bước sóng đo (nm), độ rộng khe đo (nm), cường độ đèn cathod rỗng (mA), tốc độ dẫn khí acetylen (ml/phút).

2.2.4. Thẩm định quy trình định lượng

Xác định độ đặc hiệu, độ lặp, tương quan tuyến tính, độ đúng, giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) theo ICH [9], CP 2015 [10], USP 43 [11].

*** Độ đặc hiệu**

Dung dịch mẫu trắng: Tiến hành hút 10 ml HNO_3 10% cho vào bình định mức, cho nước cất vừa đủ tới vạch, rồi lắc đều.

Dung dịch mẫu chuẩn chì 10 ppb: Hút lần lượt 1,0 ml dung dịch phân tích (Pb, Cd) chuẩn gốc 1000 ppm vào bình định mức 1000,0 ml, pha loãng với nước vừa đủ được dung dịch chuẩn có nồng độ 1 ppm. Hút 1,0 ml dung dịch này cho vào bình định mức 100,0 ml, thêm dung dịch acid nitric 10% vừa đủ cho tới vạch, lắc đều.

Dung dịch mẫu thử: Cân 3,000 g bột Địa hoàng 19 vào cốc teflon, thêm 30 ml acid nitric, để khoảng 60 phút cho ngấm đều. Đun cách cát trên bếp điện khoảng 30 phút, thỉnh thoảng lắc nhẹ, để nguội. Thêm 3 ml acid perchloric 0,1 N, rồi tiếp tục đun trên bếp điện cho tới khi gần cạn (trong cốc còn khoảng 1 ml). Hòa tan cân bằng 3 ml dung dịch acid nitric 10%, rồi chuyển vào bình 250 ml. Tráng rửa bằng nước cất rồi chuyển vào bình định mức cho đủ 250,0 ml, lắc đều.

Xác định độ hấp thụ (Abs) của dung dịch: Dung dịch mẫu trắng phải không cho độ hấp thụ ở bước sóng đặc trưng của Pb, Cd. Dung dịch mẫu chuẩn, dung dịch mẫu thử phải cho độ hấp thụ tại bước sóng đặc trưng của Pb, Cd.

** Độ lặp*

Chuẩn bị mẫu thử như ở phần 2.2.4. Độ đặc hiệu và thực hiện đo 6 lần/mẫu. Xác định giá trị trung bình, nếu độ lệch chuẩn tương đối (RSD) $\leq 5\%$ thì quy trình có độ lặp tốt [11].

** Tương quan tuyến tính*

Tiến hành pha lần lượt một dãy dung dịch chuẩn từ dung dịch phân tích (Pb, Cd) chuẩn gốc 1000 ppm như sau: hút 1,0 ml dung dịch chuẩn gốc 1000 ppm vào bình 1000,0 ml, pha loãng với nước cất để được dung dịch chuẩn có nồng độ 1 ppm (C_1).

Đối với nguyên tố Pb: từ dung dịch chuẩn C_1 lấy chính xác lần lượt 2,0 ml; 4,0 ml; 8,0 ml; 16,0 ml; 20,0 ml và 40,0 ml cho vào lần lượt các bình định mức 1000,0 ml. Mỗi bình cho 10,0 ml HNO_3 10%, sau đó cho thêm nước cất vừa đủ 100,0 ml. Thu được các dung dịch chuẩn có nồng độ tương ứng 2 ppb, 4 ppb, 8 ppb, 16 ppb, 20 ppb và 40 ppb.

Đối với nguyên tố Cd: từ dung dịch chuẩn C_1 lấy chính xác lần lượt 1,0 ml; 2,0 ml; 4,0 ml; 8,0 ml; 16,0 ml và 32,0 ml cho vào lần lượt các bình định mức 1000,0 ml. Mỗi bình cho 10 ml HNO_3 10%, sau đó cho thêm nước cất vừa đủ 100,0 ml; có các dung dịch chuẩn có nồng độ 1 ppb, 2 ppb, 4 ppb, 8 ppb, 16 ppb và 32 ppb.

Tại mỗi điểm nồng độ tiến hành 2 lần. Đo dung dịch chuẩn vừa pha ở trên để xác định tương quan giữa Abs với nồng độ Pb, Cd. Xác định tương quan bằng phương trình hồi quy: $Y = a \cdot X + b$; X là nồng độ, Y là độ hấp thụ. Hệ số tương quan $r \geq 0,995$ thì tương quan tuyến tính đạt yêu cầu [11].

** Độ đúng*

Chuẩn bị các dung dịch đo: Cân 3,000 g bột dược liệu vào cốc teflon, thêm vào từng cốc riêng rẽ lần lượt 1,0 ml (3 mẫu); 2,0 ml (3 mẫu); 3,0 ml (3 mẫu) dung dịch phân tích (Pb, Cd) chuẩn 1 ppm. Sau đó thêm 30 ml acid nitric 10%, để khoảng 60 phút cho ngấm đều. Đun cách cát trên bếp điện khoảng 30 phút, lắc nhẹ, để nguội. Thêm 3 ml acid perchloric 0,1 N, rồi tiếp tục đun trên bếp điện cho tới khi gần cạn (trong cốc còn khoảng 1 ml). Hòa tan cân bằng 3 ml dung dịch HNO_3 10%, chuyển vào bình định mức 250 ml. Tráng rửa bằng nước cất rồi chuyển vào bình cho đủ 250,0 ml, lắc đều.

Xác định nồng độ Pb, Cd trong các mẫu, 3 lần/mức. Tỷ lệ thu hồi đạt từ 95,0 - 105,0%, RSD $\leq 5\%$ thì quy trình có độ đúng tốt [11].

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

$LOD = 3 \times \frac{SD}{a}$, $LOQ = 10 \times \frac{SD}{a}$. Trong đó SD là độ lệch chuẩn của độ hấp thụ mẫu trắng, a là hệ số góc của hàm $Y = aX + b$ giữa nồng độ với độ hấp thụ của chất phân tích [9].

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Khảo sát quy trình định lượng chì, cadimi trong rễ củ trồng từ giống Địa hoàng 19 tại Phú Thọ

Kết quả khảo sát, lựa chọn điều kiện đo tối ưu của Pb, Cd được trình bày trong Bảng 1 [4, 5, 9, 10].

Bảng 1: Thông số tối ưu của điều kiện đo xác định Pb, Cd

Thông số	Pb	Cd
Bước sóng đo (nm)	283,3	228,8
Độ rộng khe đo (nm)	0,5	0,5
Cường độ đèn cathod rỗng (mA)	8	6
Tốc độ dẫn khí acetylen (ml/phút)	2,2	1,6

3.2. Thẩm định quy trình định lượng chì, cadimi trong rễ củ trồng từ giống Địa hoàng 19 tại Phú Thọ

** Độ đặc hiệu*

Kết quả đánh giá độ đặc hiệu của quy trình được trình bày trong Bảng 2. Độ hấp thụ của dung dịch Pb ở vạch đo 283,3 nm cho thấy mẫu trắng không cho độ hấp thụ (Abs = 0,0002), dung dịch mẫu chuẩn có Abs = 0,2055, RSD = 0,03%, dung dịch mẫu thử có Abs = 0,5258, RSD = 0,03%. Như vậy RSD của độ hấp thụ các mẫu đều nhỏ hơn 5%, cho thấy quy trình định lượng Pb có độ đặc hiệu cao [11].

Độ hấp thụ của dung dịch Cd ở vạch đo 228,8 nm cho thấy mẫu trắng không cho độ hấp thụ (Abs = 0,0003), dung dịch mẫu chuẩn có Abs = 0,0996, RSD = 0,04%, dung dịch mẫu thử có Abs = 0,0395, RSD = 0,11%. Như vậy RSD của độ hấp thụ các mẫu đều nhỏ hơn 5%, cho thấy quy trình định lượng Cd có độ đặc hiệu cao [11].

Bảng 2. Khảo sát tính đặc hiệu của quy trình định lượng Pb, Cd

TT	Độ hấp thụ (Abs) của Pb			Độ hấp thụ (Abs) của Cd		
	Mẫu trắng	Mẫu chuẩn	Mẫu thử	Mẫu trắng	Mẫu chuẩn	Mẫu thử
1	0,0000	0,2055	0,5258	0,0000	0,0996	0,0395
2	0,0000	0,2055	0,5259	0,0010	0,0996	0,0395
3	0,0010	0,2055	0,5256	0,0000	0,0995	0,0395
4	0,0000	0,2054	0,5259	0,0010	0,0996	0,0396
5	0,0000	0,2055	0,5259	0,0000	0,0995	0,0395
6	0,0010	0,2056	0,5257	0,0010	0,0996	0,0396
7	0,0000	0,2055	0,5259	0,0000	0,0996	0,0395
8	0,0000	0,2055	0,5255	0,0000	0,0996	0,0395
9	0,0000	0,2055	0,5259	0,0000	0,0996	0,0395
10	0,0000	0,2054	0,5259	0,0000	0,0996	0,0395
TB	0,0002	0,2055	0,5258	0,0003	0,0996	0,0395
SD	0,0004	0,00006	0,00015	0,0005	0,00004	0,00004
RSD (%)		0,03	0,03		0,04	0,11

** Tương quan tuyến tính*

Kết quả đánh giá tương quan giữa Abs với nồng độ Pb, Cd được trình bày trong Bảng 2, Bảng 3 cho thấy ở dải nồng độ Pb từ 2 ppb đến 40 ppb có tương quan tuyến tính chặt với $r = 0,9998$, hàm mô phỏng $Y = 0,0138X + 0,1131$ và ở dải nồng độ Cd từ 1 ppb

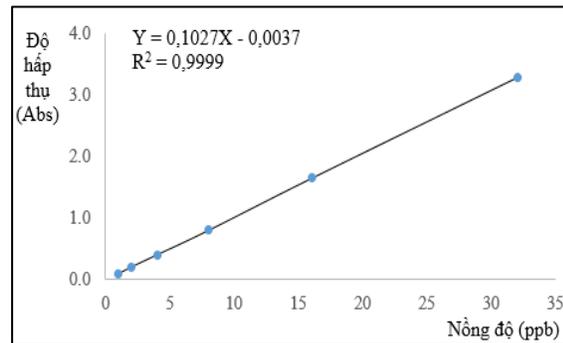
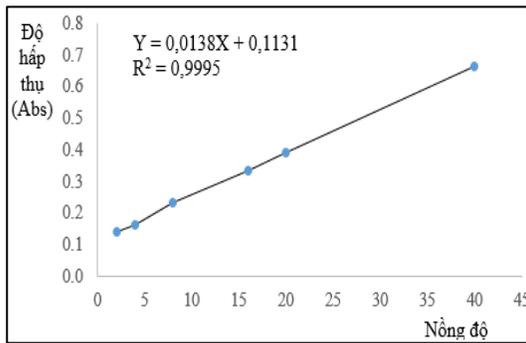
đến 32 ppb có tương quan tuyến tính chặt với $r = 0,9999$, hàm mô phỏng $Y = 0,1027X - 0,0037$ [11].

Bảng 3: Khảo sát tương quan tuyến tính giữa Abs với nồng độ Pb

Nồng độ (ppb)	2	4	8	16	20	40
Độ hấp thụ (Abs)	0,1406	0,1617	0,2298	0,3321	0,3904	0,6619
Phương trình: $Y = 0,0138X + 0,1131$ (1)						
Hệ số tương quan: $R^2 = 0,9995$; $r = 0,9998$						

Bảng 4: Khảo sát tương quan tuyến tính giữa Abs với nồng độ Cd

Nồng độ (ppb)	1	2	4	8	16	32
Độ hấp thụ (Abs)	0,0996	0,2092	0,4075	0,8031	1,6460	3,2831
Phương trình: $Y = 0,1027X - 0,0037$ (2)						
Hệ số tương quan: $R^2 = 0,9999$; $r = 0,9999$						



Hình 1: Khoảng tuyến tính giữa Abs - Pb

Hình 2: Khoảng tuyến tính giữa Abs - Cd

** Độ lặp*

Kết quả đo độ lặp lại của quy trình được trình bày trong Bảng 5, cho thấy độ lệch chuẩn tương đối của hàm lượng Pb (RSD = 0,22%) và Cd (RSD = 0,08%) trong mẫu thử đều nhỏ hơn 5%. Như vậy quy trình định lượng có độ lặp cao [11]. Hàm lượng Pb ở mức 2,485 ppb/3g dược liệu khô (tương đương 0,828 ppm/kg), của Cd ở mức 34,950 ppb/3g dược liệu khô (tương đương 11,650 ppm/kg).

Bảng 5: Khảo sát độ lặp lại của quy trình định lượng Pb, Cd

TT	Khối lượng dược liệu (g)	Độ hấp thụ (Abs)		Nồng độ trong dung dịch thử (ppb)		Hàm lượng trong dược liệu (ppb)	
		Pb	Cd	Pb	Cd	Pb	Cd
1	3,002	0,5258	0,0394	0,0299	0,4202	2,49	34,98
2	3,008	0,5259	0,0395	0,0299	0,4202	2,48	34,97
3	3,001	0,5258	0,0395	0,0299	0,4202	2,49	34,97
4	3,003	0,5258	0,0394	0,0299	0,4202	2,48	34,94
5	3,008	0,5259	0,0395	0,0299	0,4202	2,48	34,90

TT	Khối lượng được liệu (g)	Độ hấp thụ (Abs)		Nồng độ trong dung dịch thử (ppb)		Hàm lượng trong được liệu (ppb)	
		Pb	Cd	Pb	Cd	Pb	Cd
6	3,002	0,5258	0,0395	0,0299	0,4202	2,49	34,94
Xtb						2,485	34,950
RSD (%)						0,22	0,08

* Độ đúng

Kết quả đánh giá độ đúng của quy trình được trình bày trong Bảng 6 cho thấy quy trình có tỷ lệ thu hồi Pb đạt từ 97,5 - 99,92%, RSD = 1,21% và của Cd đạt từ 99,96 - 99,99%, RSD = 0,01% đều nằm trong khoảng cho phép từ 95 - 105%, RSD < 5%. Như vậy quy trình định lượng Pb, Cd có độ đúng cao [11].

Bảng 6: Kết quả đánh giá độ đúng của quy trình định lượng Pb, Cd

TT	Khối lượng được liệu (g)	Lượng kim loại thêm vào (ppb)		Độ hấp thụ (Abs)		Lượng kim loại thu hồi (ppb)		Tỷ lệ thu hồi (%)	
		Pb	Cd	Pb	Cd	Pb	Cd	Pb	Cd
1	3,001	0,004	4	0,5795	0,4502	0,00390	3,9997	97,50	99,99
2	3,002	0,004	4	0,5795	0,4501	0,00390	3,9987	97,50	99,97
3	3,001	0,004	4	0,5795	0,4501	0,00390	3,9987	97,50	99,97
4	3,003	0,008	8	0,6360	0,8610	0,00799	7,9997	99,87	99,99
5	3,004	0,008	8	0,6360	0,8609	0,00799	7,9987	99,87	99,98
6	3,001	0,008	8	0,6360	0,8609	0,00799	7,9987	99,87	99,98
7	3,002	0,012	12	0,6913	1,2715	0,01199	11,9967	99,92	99,97
8	3,001	0,012	12	0,6913	1,2715	0,01199	11,9967	99,92	99,97
9	3,001	0,012	12	0,6913	1,2714	0,01199	11,9958	99,92	99,96
RSD (%)								1,21	0,01

* LOD và LOQ của Pb, Cd

Từ các phương trình đường chuẩn định lượng Pb (1), Cd (2), xác định các giá trị a, b, SD để tính giá trị LOD, LOQ, kết quả được trình bày trong Bảng 7.

Bảng 7: Xác định LOD, LOQ của Pb, Cd

Kim loại	a	b	SD	LOD (ppb)	LOQ (ppb)
Pb	0,0138	0,1131	0,0004	0,087	0,290
Cd	0,1027	-0,0037	0,0005	0,015	0,049

Như vậy, quy trình định lượng đối với Pb có LOD = 0,087 ppb, LOQ = 0,290 ppb; đối với Cd có LOD = 0,015 ppb, LOQ = 0,049 ppb, cho thấy quy trình có giới hạn phát hiện ở lượng rất nhỏ, có độ nhạy cao [9].

3.3. Kết quả xác định hàm lượng chì, cadimi trong một số mẫu rễ củ trồng từ giống Địa hoàng 19

Áp dụng quy trình đã xây dựng để định lượng hàm lượng Pb, Cd trong rễ củ Địa hoàng 19 trồng tại xã Bạch Lưu và xã Trung Yên, kết quả được trình bày trong Bảng 8.

Bảng 8: Hàm lượng Pb, Cd trong một số mẫu rễ củ Địa hoàng 19

Mẫu	Địa điểm	Hàm lượng Pb (ppm)	Hàm lượng Cd (ppm)
ĐH1903	Bạch Lưu - Sông Lô - Vĩnh Phúc	0,509	0,030
ĐH1904	Trung Yên - Sơn Dương - Tuyên Quang	0,939	0,040

3.4. Thảo luận

Hiện nay, các công bố về quy trình định lượng Pb, Cd trong rễ củ Địa hoàng 19 ở nước ngoài và trong nước hầu như chưa được đề cập đến. Mới chỉ có kết quả công bố của tác giả Wang Guo Qing (2009) về định lượng Pb trong rễ củ Địa hoàng ở mức 1,92 ppm/kg bằng phương pháp quang phổ nguồn plasma cảm ứng cao tần kết nối khối phổ (ICP-MS) [12], tuy nhiên phương pháp này phức tạp, khó áp dụng đại trà ở nước ta do hạn chế về điều kiện máy móc. Tác giả khác đã sử dụng phương pháp AAS để định lượng kim loại nặng như Janusz Mirostawski (2018) đã xác định Pb, Cd, Cr, Ni trong dược liệu lá bạc hà, hoa cúc của Ba Lan, trong đó hàm lượng Cd từ 0,46 - 0,73 mg/kg đã cao hơn giới hạn của WHO (hàm lượng Cd < 0,3 mg/kg) [4, 13]. Trong một nghiên cứu khác trên 23 mẫu lá chè xanh tại Thái Nguyên của Nguyễn Đăng Đức (2014) đã xác định hàm lượng của Pb từ 0,879 - 2,452 mg/kg ở ngưỡng an toàn theo tiêu chuẩn của WHO (hàm lượng Pb < 10 mg/kg), hàm lượng Cd của 20/23 mẫu từ 0,355 - 0,902 mg/kg là vượt quá tiêu chuẩn của WHO [4, 14]. Các nghiên cứu đều cho thấy phương pháp AAS là phù hợp để xác định Pb, Cd trong mẫu nghiên cứu [13, 14]. Quy trình định lượng Pb, Cd sử dụng trong nghiên cứu này được thực hiện bằng phương pháp F-AAS [9, 10, 11] có ưu điểm là độ nhạy cao, độ chính xác cao, dễ thực hiện, chi phí hợp lý. Hiện nay các đơn vị kiểm nghiệm, phân tích đều được trang bị hệ thống phân tích quang phổ hấp thụ nguyên tử. Do vậy quy trình này dễ áp dụng, có tính phổ biến cao trong thực tiễn kiểm nghiệm dược liệu.

Kết quả thẩm định quy trình định lượng Pb, Cd trong rễ củ Địa hoàng 19, cho thấy quy trình có độ đặc hiệu cao, tương quan tuyến tính chặt, độ đúng cao, độ lặp cao (RSD < 5%), đáp ứng yêu cầu theo ICH, CP 2015, USP 43 [9, 10, 11]. Kết quả định lượng kim loại nặng Pb, Cd cho tỷ lệ thu hồi Pb đạt từ 97,5 - 99,92%, RSD = 1,21% và của Cd đạt từ 99,96 - 99,99%, RSD = 0,01% đều nằm trong khoảng cho phép từ 95 - 105%, RSD < 5% [11]. Kết quả phân tích mẫu Địa hoàng 19 trồng tại Phú Thọ có Pb = 0,828 ppm/kg, Cd = 11,650 ppm/kg; Vĩnh Phúc có Pb = 0,509 ppm/kg, Cd = 0,030 ppm/kg; Tuyên Quang có Pb = 0,939 ppm/kg, Cd = 0,040 ppm/kg đều đạt theo yêu cầu của WHO [4]. Như vậy, dược liệu trồng từ giống Địa hoàng 19 tại Phú Thọ, Vĩnh Phúc và Tuyên Quang đảm bảo độ an toàn về dư lượng Pb, Cd, làm cơ sở để tiếp tục mở rộng gây trồng trên địa bàn. Kết quả đã góp phần xây dựng tiêu chuẩn dư lượng Pb, Cd cho dược liệu.

4. Kết luận

Nghiên cứu đã xây dựng và thẩm định quy trình định lượng Pb, Cd bằng phương pháp F-AAS. Kết quả thẩm định cho thấy giữa nồng độ chì với độ hấp thụ có tương quan tuyến tính chặt $r = 0,9998$, hàm mô phỏng $Y = 0,0138X + 0,1131$ và nồng độ cadimi với độ hấp thụ có tương quan tuyến tính chặt $r = 0,9999$, hàm mô phỏng $Y = 0,1027X - 0,0037$. Quy trình có độ đặc hiệu cao, độ lặp lại tốt với $RSD < 5\%$. Quy trình định lượng đối với Pb có LOD = 0,087 ppb, LOQ = 0,290 ppb; đối với Cd có LOD = 0,015 ppb, LOQ = 0,049 ppb. Quy trình này phù hợp để định lượng Pb, Cd trong rễ củ Địa hoàng 19, góp phần làm cơ sở bổ sung chỉ tiêu hàm lượng Pb, Cd trong tiêu chuẩn dược liệu Địa hoàng 19.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu được tài trợ kinh phí từ đề tài độc lập cấp nhà nước, mã số ĐTĐL.CN-03/17.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] D. Bikash, S. Somraj, M. Kuntal, “Sources and toxicological effects of lead on human health,” *Indian Journal of Medical Specialities*, vol. 10(2), pp. 66-71, 2019. DOI: [10.4103/INJMS.INJMS_30_18](https://doi.org/10.4103/INJMS.INJMS_30_18)
- [2] G. E. Rhys, J. P. Deborah, “Risks to human health from ammunition-derived lead in Europe,” *Ambio*, vol. 48, pp. 954-968, 2019. DOI: [10.1007/s13280-019-01194-x](https://doi.org/10.1007/s13280-019-01194-x)
- [3] N. F. Gunnar, B. Alfred, D. L. Gary, D. H. John, I. Paul, N. Monica, B. A. Ingvar, J. Taiyi, S. Staffan, “Risk assessment of effects of cadmium on human health,” *Pure Applied Chemistry*, Vol. 90(4), pp. 755-808, 2018. DOI: [10.1515/pac-2016-0910](https://doi.org/10.1515/pac-2016-0910)
- [4] World Health Organization, *WHO guidelines for assessing quality of herbal medicines with reference to contaminants and residues*, pp. 24, 2007.
- [5] Bộ Y tế, *Dược điển Việt Nam V*, Nhà xuất bản Y học, tr. 1164-1165, 2017.
- [6] Bộ Y tế, *Thông tư số 19/2019/TT-BYT, ngày 30/7/2019, quy định thực hành tốt nuôi trồng, thu hái dược liệu và các nguyên tắc tiêu chuẩn khai thác dược liệu tự nhiên*, 2019.
- [7] Cục Trồng trọt, Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn, *Thông báo số 909/TB-TT-CLT, ngày 31/7/2020 về công bố lưu hành giống Địa hoàng 19 (Rehmannia glutinosa varietes 19)*, 2020.
- [8] R. X. Zhang, M. X. Li, Z. P. Jia, “*Rehmannia glutinosa* review of botany, chemistry and pharmacology,” *Journal Ethnopharmacology*, vol. 117, pp. 199-214, 2008. DOI: [10.1016/j.jep.2008.02.018](https://doi.org/10.1016/j.jep.2008.02.018)
- [9] International Conference on Harmonisation, Harmonised Tripartite Guideline, “Validation of analytical procedures Text and Methodology,” *International Conference on Harmonization of Technical Requirements for Registration of Pharmaceuticals for Human Use*, vol. Q2(R1), pp. 1-13, 2005.
- [10] Pharmacopoeia of the People’s Republic of China, vol. 4, pp. 205-206, 2015.
- [11] The United States Pharmacopoeia, USP 43, NF 38, vol. 4, pp. 6686, 7142-7145, 2020.

- [12] G. Q. Wang, L. F. Wei, C. H. Dong, D. X. Fu, Y. A. Sun, X. J. Hou, "Determination and Comparison of Metal Elements in Huai Radix *Rehmanniae* at Different Grades by ICP-MS," *Spectroscopy and Spectral Analysis*, vol. 29(12), pp. 3392-3394. 2009.
- [13] J. Mirosławski, A. Paukzto, "Determination of the Cadmium, Chromium, Nickel, and Lead Ions Relays in Selected Polish Medicinal Plants and Their Infusion," *Biological Trace Element Research*, vol. 182, pp. 147-151, 2018. DOI: 10.1007/s12011-017-1072-5
- [14] Nguyễn Đăng Đức, Nguyễn Như Lâm, "Xác định hàm lượng Cd và Pb trong chè xanh Thái Nguyên," *Tạp chí Khoa học & Công nghệ Đại học Thái Nguyên*, tập 128(14), tr. 161-165, 2014.

ABSTRACT

DEVELOPING A PROCEDURE TO QUANTIFY LEAD AND CADMIUM HEAVY METALS IN TUBEROUS ROOTS OF *Rehmannia glutinosa* varieties 19 BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY

Pham Thanh Loan

*Institute of Applied Research and Development,
Hung Vuong University, Phu Tho, Vietnam*

Received on 19/4/2023, accepted for publication on 26/6/2023

The study aimed to develop and validate the quantitative procedure of lead and cadmium in tuberous roots of *Rehmannia glutinosa* varieties 19 by atomic absorption spectroscopy. Research results show that there is a strong linear correlation between lead and cadmium concentrations with absorbance, with the function form of lead is $Y = 0.0138X + 0.1131$, $r = 0.9998$ and the function form of cadmium is $Y = 0.1027X - 0.0037$, $r = 0.9999$. The procedure has high specificity, good reproducibility with $RSD < 5\%$ and the detection limit for lead $LOD = 0.087$ ppb, equal to 0.015 ppb for cadmium. Quantitative limit for lead $LOQ = 0.290$ ppb, for cadmium $LOQ = 0.049$ ppb. This procedure is suitable for the quantification of lead and cadmium in tuberous roots of *Rehmannia glutinosa* varieties 19.

Keywords: Cadmium; lead quantification; atomic absorption spectroscopy; *Rehmannia glutinosa* varieties 19.