

Nghiên cứu xây dựng quy trình xác định arsen, cadimi, thủy ngân trong nước sắc thuốc thang đóng túi bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

Research to build the processes of determining arsenic, cadmium, mercury in bagged decoction of medicinal plants by atomic absorption spectroscopy method

Nguyễn Quang Hiệu

Viện Kiểm nghiệm, NC Dược và trang thiết bị y tế Quân đội

Tóm tắt

Mục tiêu: Xây dựng quy trình xác định arsen, cadimi và thủy ngân trong nước sắc thuốc thang đóng túi bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử. **Đối tượng và phương pháp:** Nước sắc thuốc thang đóng túi. Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử. **Kết quả:** Phương pháp có độ đúng (thông qua độ thu hồi) dao động từ 94,80% - 104,94% (arsen), từ 95,47% - 104,08% (cadimi), từ 96,06% - 103,11% (thủy ngân); độ lặp lại tốt (RSD = 1,27% - arsen, 2,26% - cadimi, 2,46% - thủy ngân); có sự tương quan tuyến tính chặt chẽ giữa độ hấp thụ và nồng độ chất phân tích (arsen trong khoảng nồng độ từ 1,0 - 12,0ppb, hệ số tương quan $R = 0,99997$ và phương trình hồi quy tuyến tính $y = 0,04691x - 0,00022$; cadimi trong khoảng nồng độ từ 0,2 - 2,5ppb, hệ số tương quan $R = 0,99999$ và phương trình hồi quy tuyến tính $y = 0,39935x + 0,01205$; thủy ngân trong khoảng nồng độ từ 5,0 - 50,0ppb, hệ số tương quan $R = 0,99999$ và phương trình hồi quy tuyến tính $y = 0,00973x + 0,00027$), giới hạn phát hiện của arsen, cadimi và thủy ngân tương ứng là 0,043ppb, 0,005ppb và 0,178ppb; giới hạn định lượng của arsen, cadimi và thủy ngân tương ứng là 0,129ppb, 0,016ppb và 0,540ppb. **Kết luận:** Sử dụng được các quy trình này để định lượng từng kim loại (arsen, cadimi, thủy ngân) trong nước sắc thuốc thang đóng túi, các thuốc dược liệu, thuốc cổ truyền với dạng bào chế tương tự.

Từ khóa: Arsen, cadimi, thủy ngân, thuốc sắc đóng túi, quang phổ hấp thụ nguyên tử.

Summary

Objective: To build the processes of determining arsenic, cadmium, mercury in bagged decoction of medicinal plants by atomic absorption spectroscopy method. **Subject and method:** Bagged decoction of medicinal plants. Atomic absorption spectroscopy. **Result:** The accuracy of method (through recovery) ranges from 94.80% - 104.94% (arsenic), from 95.47% - 104.08% (cadmium), from 96.06% - 103.11% (mercury); good repeatability (RSD = 1.27% - arsenic, 2.26% - cadmium, 2.46% - mercury), there was a strong linear correlation between the absorbance and the analyte concentration (arsenic in the concentration range from 1.0 - 12.0 ppb, the correlation coefficient $R = 0.99997$ and the linear regression equation $y = 0.04691x - 0.00022$, cadmium in the concentration range from 0.2 - 2.5ppb, the correlation coefficient $R = 0.99999$ and the linear regression equation $y = 0.39935x + 0.01205$, mercury in the concentration range from 5.0 - 50.0ppb, the correlation coefficient $R = 0.99999$ and the linear regression equation $y = 0.00973x + 0.00027$); limit of detection arsenic, cadmium and mercury were 0.043ppb,

Ngày nhận bài: 18/10/2020, ngày chấp nhận đăng: 29/12/2020

Người phản hồi: Nguyễn Quang Hiệu, Email: hieu09ds@gmail.com - Viện Kiểm nghiệm, NC Dược và trang thiết bị y tế QĐ

0.005ppb and 0.178ppb, respectively; limit of quantitation arsenic, cadmium and mercury were 0.129ppb, 0.016ppb and 0.540ppb, respectively. *Conclusion:* These processes used to quantify individual metals (arsenic, cadmium, mercury) in bagged decoction, herbal medicines, traditional medicines with similar dosage forms.

Keywords: Arsenic, cadmium, mercury, bagged decoction, atomic absorption spectroscopy.

1. Đặt vấn đề

Tại Việt Nam và nhiều nước trên thế giới, thuốc cổ truyền, thuốc dược liệu ngày càng được sử dụng rộng rãi trong điều trị và nâng cao sức khỏe con người do có tính an toàn cao. Tuy nhiên, các dược liệu sử dụng có thể nhiễm một số kim loại nặng từ đất, nước, không khí... trong quá trình nuôi trồng, thu hái, sơ chế, bào chế, bảo quản.

Do tính tiện lợi và dễ sử dụng, tại khoa y học cổ truyền ở nhiều bệnh viện, việc sử dụng thuốc thang sắc đóng túi trong phòng bệnh và chữa bệnh hiện rất phổ biến. Song, thuốc thang sắc đóng túi ở nhiều cơ sở còn chưa được kiểm soát chặt chẽ về chất lượng, nhất là các kim loại nặng như chì, thủy ngân (Hg), arsen (As), cadimi (Cd)... những kim loại nặng này hầu như đều có độc tính cao hoặc rất cao [2].

Xuất phát từ yêu cầu thực tế để góp phần bảo đảm chất lượng thuốc cổ truyền, thuốc dược liệu với dạng bào chế tương tự, chúng tôi thực hiện nghiên cứu này nhằm xây dựng quy trình phân tích As, Cd, Hg trong nước sắc thuốc thang đóng túi bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (Atomic Absorption Spectrophotometric -AAS), làm cơ sở cho công tác kiểm tra, giám sát chất lượng thuốc thang sắc đóng túi trong các bệnh viện quân đội.

2. Đối tượng và phương pháp

2.1. Đối tượng

Mẫu nước sắc thuốc thang đóng túi tại Khoa Y học cổ truyền của một (01) bệnh viện quân đội (mẫu M).

Thiết bị, dụng cụ, hóa chất đạt tiêu chuẩn theo quy định trong phân tích AAS và GLP (Good Laboratory Practice).

2.2. Phương pháp

Theo quy trình gốc đã được chuẩn hóa của Viện Kiểm nghiệm thuốc Trung ương và Dược điển Việt Nam V.

Phương pháp xử lý mẫu thuốc sắc đóng túi:

Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình vô cơ hóa mẫu (xử lý mẫu). Sau đó lựa chọn các chất hoặc hỗn hợp các chất có khả năng oxy hóa mạnh nhất, nhanh nhất để làm tác nhân vô cơ hóa mẫu trong lò vi sóng với chương trình nhiệt phù hợp với mẫu ở dạng cao lỏng (thuốc sắc đóng túi hoặc các thuốc khác có dạng bào chế tương tự) [1], [6].

Xây dựng quy trình phân tích: Arsen, cadimi và thủy ngân sẽ được xác định bằng phương pháp AAS theo quy trình riêng biệt. Sử dụng phương pháp đường chuẩn trực tiếp để xác định arsen, cadimi, thủy ngân trong mẫu nước sắc thuốc thang đóng túi [6].

Sử dụng kỹ thuật hóa hơi hydrid có ngọn lửa trong phân tích arsen để khảo sát các dung môi, hóa chất, tỉ lệ hỗn hợp khí đốt cũng như thông số đo để lựa chọn cho phù hợp (cường độ đèn catot rỗng, độ rộng khe sáng). Sử dụng kỹ thuật nguyên tử hóa không ngọn lửa trong cuvet graphit với môi trường khí trơ (argon) trong phân tích cadimi để khảo sát các thông số đo phù hợp (cường độ đèn catot rỗng, độ rộng khe sáng, thời gian và nhiệt độ tro hóa, nguyên tử hóa). Sử dụng kỹ thuật hóa hơi hydrid không ngọn lửa trong phân tích thủy ngân để khảo sát dung môi, hóa chất, các thông số đo phù hợp (cường độ đèn catot rỗng, độ rộng khe sáng).

Thẩm định phương pháp phân tích: Đánh giá các chỉ tiêu độ chọn lọc, độ tuyến tính và khoảng xác định, giới hạn phát hiện (Limit Of Detection - LOD), giới hạn định lượng (Limit Of Quantitation - LOQ), độ lặp lại, độ đúng (độ thu hồi) theo quy định của Dược điển Hoa Kỳ 41 [7].

2.3. Xử lý số liệu

Bằng phương pháp thống kê, sử dụng phần mềm Microsoft Excel với các tham số (giá trị trung bình, độ lệch chuẩn tương đối...) và đưa ra kết luận.

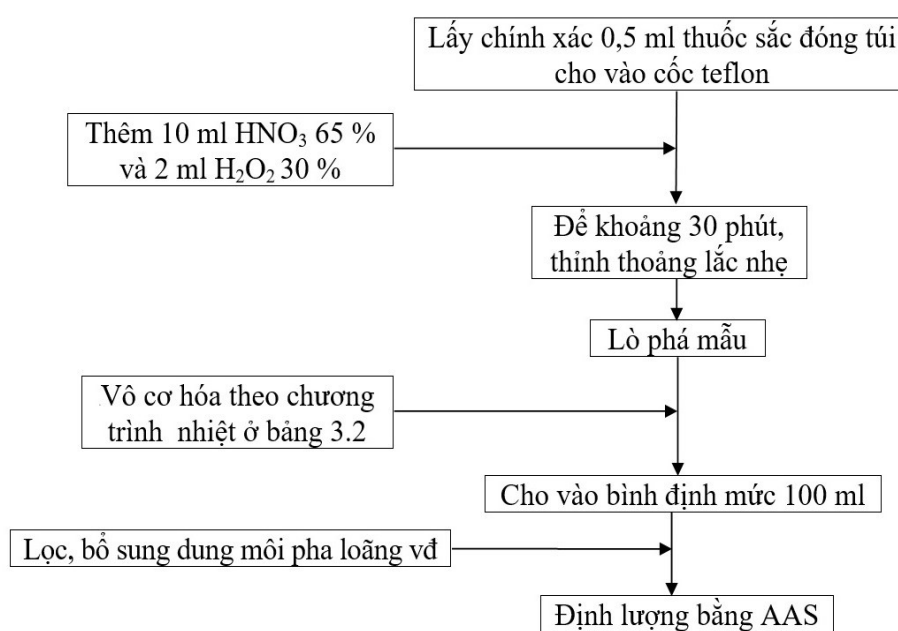
3. Kết quả và bàn luận

3.1. Xây dựng phương pháp xử lý mẫu

Qua thực nghiệm, chọn được hỗn hợp hóa chất gồm: 10ml acid nitric 65% và 2ml hydroxygen peroxide 30% làm tác nhân vô cơ hóa trong lò vi sóng.

Lựa chọn được chương trình nhiệt để vô cơ hóa bằng lò vi sóng với các thông số: Giai đoạn 1 (nhiệt

độ 130°C, thời gian gia nhiệt 10 phút, thời gian duy trì 2 phút); giai đoạn 2 (nhiệt độ 150°C, thời gian gia nhiệt 5 phút, thời gian duy trì 5 phút); giai đoạn 3 (nhiệt độ 200°C, thời gian gia nhiệt 5 phút, thời gian duy trì 10 phút). Kết quả thực nghiệm cho dung dịch trong, không màu (chứng tỏ mẫu đã được vô cơ hóa hoàn toàn bằng lò vi sóng). Mẫu M được chuẩn bị như Hình 1 dưới đây.



Hình 1. Quy trình chuẩn bị mẫu M

3.2. Xây dựng các điều kiện phù hợp để định tính, định lượng các kim loại

Thực hiện định lượng dung dịch arsen chuẩn (5ppb), cadimi chuẩn (1ppb), thủy ngân chuẩn (25ppb) và thay đổi các yếu tố ảnh hưởng, dựa vào kết quả độ hấp thụ đo được, lựa chọn điều kiện cho độ hấp thụ cao nhất làm điều kiện định tính, định lượng các kim loại này (Bảng 1).

Bảng 1. Quy trình định tính, định lượng arsen, cadimi, thủy ngân trong thuốc sắc đóng túi bằng máy AAS

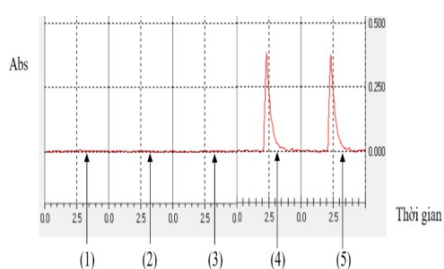
Nội dung	Thông số đo	Arsen	Cadimi	Thủy ngân
Hệ dung môi		10ml hỗn hợp acid ascorbic 10% và kali iodid 10% trong vừa đủ 100ml acid hydrocloric 10%.	Nước khử ion	5ml dung dịch acid sulfuric 98%; nhỏ từng giọt dung dịch kali permanganat 5% đến màu tím bền trong 15 phút, sau đó nhỏ từng giọt dung dịch hydroxylamin 5% đến khi dung dịch mất màu tím, trong vừa đủ 100ml nước khử ion.

Bảng 1. Quy trình định tính, định lượng arsen, cadimi, thủy ngân trong thuốc sắc đóng túi bằng máy AAS (Tiếp theo)

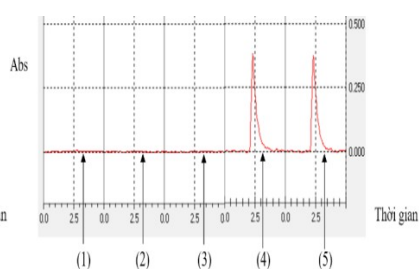
Nội dung	Thông số đo	Arsen	Cadimi	Thủy ngân
Các thông số chung	Bước sóng phát hiện	193,7nm	228,8nm	253,7nm
	Loại đèn	Arsen catot rỗng	Cadimi catot rỗng	Thủy ngân catot rỗng
	Cường độ dòng đèn	12mA	4mA	7mA
	Độ rộng khe sáng	0,7nm	0,7nm	0,7nm
	Chế độ đèn đo	BGC-D2	BGC-D2	BGC-D2
	Cuvet graphit	---	Graphite Tube. pyrolytic	---
	Thể tích bơm mẫu	---	20 μ l	---
	Tỷ lệ hỗn hợp khí đốt C ₂ H ₂ /Tổng dòng	2,0/15,0 (L/min)	---	---
Chương trình nhiệt phân tích cadimi	Nhiệt độ làm khô	---	120°C (20 giây)	---
		---	200°C (10 giây)	---
	Nhiệt độ tro hóa	---	300°C (13 giây)	---
	Nhiệt độ nguyên tử hóa	---	1500°C (3 giây)	---
	Nhiệt độ làm sạch lò	---	2500°C (3 giây)	---

3.3. Thẩm định phương pháp phân tích arsen, cadimi, thủy ngân trên mẫu M

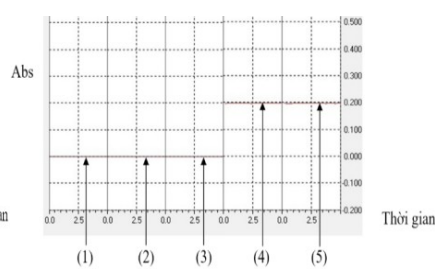
Độ chọn lọc: Với arsen, sau khi tiến hành đo độ hấp thụ mẫu trắng chuẩn, mẫu trắng thử, mẫu thử thuốc, mẫu chuẩn (6ppb), mẫu thử thêm chuẩn (thêm 6,0ml dung dịch chuẩn arsen 100ppb vào 0,5ml mẫu thử rồi vô cơ hóa), chúng tôi thu được kết quả (Hình 2). Với cadimi, sau khi tiến hành đo độ hấp thụ mẫu trắng chuẩn, mẫu trắng thử, mẫu thử, mẫu chuẩn (0,8ppb), mẫu thử thêm chuẩn (thêm 8,0ml dung dịch chuẩn cadimi 10ppb vào 0,5ml mẫu thử rồi vô cơ hóa), chúng tôi thu được kết quả (Hình 3). Với thủy ngân, sau khi tiến hành đo độ hấp thụ mẫu trắng chuẩn, mẫu trắng thử, mẫu thử, mẫu chuẩn (20,0ppb), mẫu thử thêm chuẩn (thêm 20,0ml dung dịch chuẩn thủy ngân 100ppb vào 0,5ml mẫu thử rồi vô cơ hóa), chúng tôi thu được kết quả (Hình 4).



Hình 2. Pic hấp thụ của các dung dịch arsen: (1) Mẫu trắng chuẩn, (2) mẫu trắng thử, (3) mẫu thử, (4) mẫu chuẩn arsen, (5) mẫu thử thêm chuẩn.



Hình 3. Pic hấp thụ của các dung dịch cadimi: (1) Mẫu trắng chuẩn, (2) mẫu trắng thử, (3) mẫu thử, (4) mẫu chuẩn cadimi, (5) mẫu thử thêm chuẩn.



Hình 4. Pic hấp thụ của các dung dịch thủy ngân: (1) Mẫu trắng chuẩn, (2) mẫu trắng thử, (3) mẫu thử, (4) mẫu chuẩn thủy ngân, (5) mẫu thử thêm chuẩn.

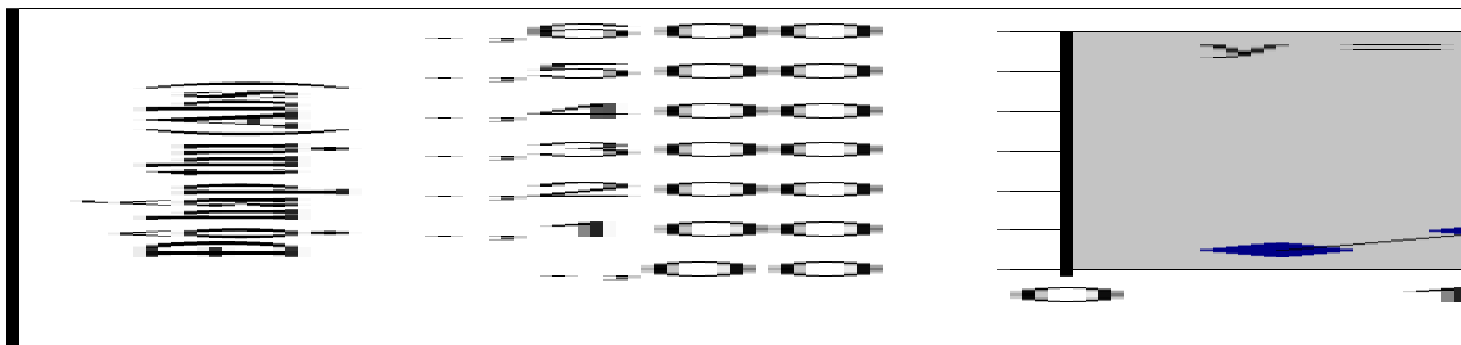
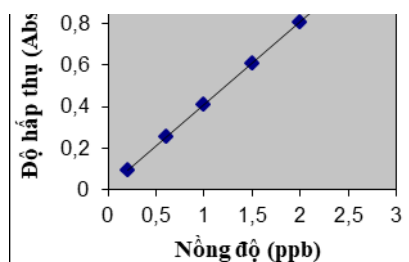
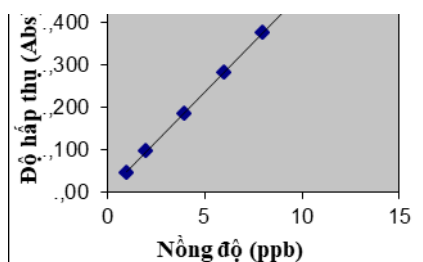
Nhận xét: Các hình trên cho thấy các mẫu chuẩn và mẫu thử thêm chuẩn đều thể hiện các pic As, Cd và Hg rõ ràng; trong khi đó, các mẫu trắng và mẫu thử không có pic nào trùng lặp tại vị trí tương ứng của các kim loại đã khảo sát, chứng tỏ phương pháp có độ chọn lọc cao.

Độ tuyến tính và khoảng xác định (Bảng 2):

Bảng 2. Kết quả thẩm định độ tuyến tính và khoảng xác định của arsen, cadimi, thủy ngân

Kim loại	Nồng độ (ppb)	Độ hấp thụ (n = 5)	
		$\bar{X} \pm SD$	RSD %
Arsen	1,0	$0,0460 \pm 0,0005$	1,16
	2,0	$0,0958 \pm 0,0016$	1,70
	4,0	$0,1857 \pm 0,0019$	1,00
	6,0	$0,2806 \pm 0,0023$	0,80
	8,0	$0,3759 \pm 0,0025$	0,66
	12,0	$0,5626 \pm 0,0053$	0,94
Cadimi	0,2	$0,0925 \pm 0,0018$	1,92
	0,6	$0,2530 \pm 0,0035$	1,39
	1,0	$0,4096 \pm 0,0015$	0,37
	1,5	$0,6099 \pm 0,0056$	0,92
	2,0	$0,8105 \pm 0,0078$	0,97
	2,5	$1,0117 \pm 0,0053$	0,53
Thủy ngân	5,0	$0,0483 \pm 0,0009$	1,94
	10,0	$0,0977 \pm 0,0012$	1,26
	20,0	$0,1951 \pm 0,0019$	0,95
	30,0	$0,2925 \pm 0,0011$	0,38
	40,0	$0,3899 \pm 0,0030$	0,76
	50,0	$0,4859 \pm 0,0037$	0,76

Các đường chuẩn arsen, cadimi, thủy ngân thể hiện trong các hình dưới đây:



Hình 5. Đường chuẩn arsen trong khoảng nồng độ 1,0 - 12,0ppb.

Hình 6. Đường chuẩn cadimi trong khoảng nồng độ 0,2 - 2,5ppb.

Hình 7. Đường chuẩn thủy ngân trong khoảng nồng độ 5,0 - 50,0 ppb.

Nhận xét: Trong các khoảng nồng độ khảo sát, độ hấp thụ phụ thuộc tuyến tính với nồng độ của các kim loại As, Cd và Hg với hệ số tương quan gần bằng 1 (0,99997, 0,99999 và 0,99999).

Xác định giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng cho kết quả như sau:

$LOD (ppb) = 3,3.SD/a = 0,043ppb (As), 0,005ppb (Cd), 0,178ppb (Hg).$

$LOQ (ppb) = 10.SD/a = 0,129ppb (As), 0,016ppb (Cd), 0,540ppb (Hg).$

Trong đó, a là hệ số góc của đường chuẩn, SD (độ không đảm bảo đo - standard deviation) là độ lệch chuẩn của mẫu trắng tại vị trí tương ứng ($SD_{As} = 0,0006$, $SD_{Cd} = 0,0006$, $SD_{Hg} = 0,0005$).

Nhận xét: Kết quả trên cho thấy giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) của các phương pháp là rất thấp.

Độ lặp lại: Kết quả thể hiện ở Bảng 3 dưới đây.

Bảng 3. Kết quả khảo sát độ lặp lại của arsen, cadimi, thủy ngân trên mẫu M

STT	Kim loại	Độ hấp thụ TB (n = 3)	Nồng độ đo được (ppb)
	Arsen	0,2860	6,0970
2		0,2838	6,0494
3		0,2811	5,9918
4		0,2811	5,9918
5		0,2804	5,9776
6		0,2896	6,1737
TB			6,0469
RSD			1,27%
1	Cadimi	0,4205	1,0408

2		0,4143	1,0254
3		0,4007	0,9914
4		0,4212	1,0426
5		0,4012	0,9927
6		0,4167	1,0315
TB			1,0207
RSD			2,26%

Bảng 3. Kết quả khảo sát độ lặp lại của arsen, cadimi, thủy ngân trên mẫu M (Tiếp theo)

STT	Kim loại	Độ hấp thụ TB (n = 3)	Nồng độ đo được (ppb)
1	Thủy ngân	0,0969	9,9586
2		0,0964	9,9072
3		0,0985	10,1265
4		0,0935	9,6058
5		0,0955	9,8182
6		0,1003	10,3115
TB			9,9546
RSD			2,46%

Nhận xét: Bảng trên cho thấy, độ lặp lại của các phương pháp phân tích cao, với các giá trị RSD tương ứng của As, Cd và Hg là 1,27%, 2,26% và 2,46%.

Độ đúng: Xác định độ đúng của phương pháp thông qua độ thu hồi. Xác định độ thu hồi trên mẫu M bằng cách thêm chính xác một lượng mỗi dung dịch arsen chuẩn, cadimi chuẩn, thủy ngân chuẩn đã biết trước nồng độ vào mẫu ban đầu. Xử lý mẫu và phân tích theo quy trình đã xây dựng. So sánh lượng đo được thực tế với lý thuyết để đánh giá độ thu hồi, kết quả thể hiện ở Bảng 4.

Bảng 4. Kết quả khảo sát độ thu hồi arsen, cadimi, thủy ngân trên mẫu M

Lượng chuẩn thêm vào (ppb)		Độ hấp thụ trung bình (Abs)	Lượng đo được (ppb)	Hiệu suất thu hồi (%)	RSD (%)
Arsen	4,0	0,1863	3,9724	99,31	5,10
	4,0	0,1969	4,1976	104,94	
	4,0	0,1779	3,7919	94,80	
	6,0	0,2811	5,9918	99,86	1,81
	6,0	0,2804	5,9776	99,63	
	6,0	0,2896	6,1737	102,90	
	8,0	0,3760	8,0163	100,20	2,67
	8,0	0,3621	7,7185	96,48	
	8,0	0,3573	7,6169	95,21	
Cadimi	0,6	0,2421	0,5943	99,04	4,31
	0,6	0,2336	0,5728	95,47	

	0,6	0,2540	0,6241	104,01	2,48
	1,0	0,4205	1,0408	104,08	
	1,0	0,4143	1,0254	102,54	
	1,0	0,4007	0,9914	99,14	
	1,5	0,6216	1,5444	102,96	1,75
	1,5	0,6153	1,5288	101,92	
	1,5	0,6009	1,4926	99,50	

Bảng 4. Kết quả khảo sát độ thu hồi arsen, cadimi, thủy ngân trên mẫu M (Tiếp theo)

Lượng chuẩn thêm vào(ppb)		Độ hấp thụ trung bình (Abs)	Lượng đo được (ppb)	Hiệu suất thu hồi (%)	RSD (%)
Thủy ngân	10,0	0,0935	9,6058	96,06	3,65
	10,0	0,0955	9,8182	98,18	
	10,0	0,1003	10,3115	103,11	
	20,0	0,1947	20,0100	100,05	3,29
	20,0	0,1997	20,5273	102,64	
	20,0	0,1871	19,2255	96,13	
	30,0	0,2976	30,5890	101,96	2,32
	30,0	0,2845	29,2358	97,45	
	30,0	0,2885	29,6503	98,83	

Nhận xét: Phương pháp có độ đúng đạt cao với hiệu suất thu hồi dao động từ 94,80% - 104,94% (đối với As); từ 95,47% - 104,08% (đối với Cd) và từ 96,06% - 103,11% (đối với Hg).

4. Bàn luận

Trên thực tế đã có một số tác giả nghiên cứu phân tích kim loại nặng bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử trên một số thuốc đông dược, dược liệu cụ thể như:

Tác giả Trịnh Văn Lầu (Viện Kiểm nghiệm thuốc Trung ương), đã nghiên cứu phân tích arsen trong một số chế phẩm đông dược bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử, tác giả đã thực hiện xử lý mẫu bằng phương pháp vô cơ hóa ướt rồi cộng kết với lanthanum hydroxyd đã bảo toàn được lượng arsen trong mẫu một cách ổn định; tuy nhiên, đây là phương pháp phải dùng lượng lớn thuốc thử, có thể gây nhiễm nguyên tố cần phân tích trong quá trình vô cơ hóa mẫu, tác giả đã khảo sát trên 5 mẫu

cho kết quả giữa 5 lần đo riêng biệt trên cùng một mẫu có độ lặp lại cho phép, sai số chỉ ở mức tương đối với RSD từ 3,7% - 6,9%. Trong khi đó, đề tài chúng tôi chỉ sử dụng hỗn hợp hóa chất rất ít làm tác nhân vô cơ hóa mẫu trong lò vi sóng với nền mẫu rất phức tạp đã cho hiệu suất cao, an toàn và mang lại hiệu quả kinh tế. Đồng thời, kết quả của đề tài này có độ lặp lại tương đối cao với RSD từ 1,27% - 2,46% [4].

Tác giả Lê Thị Hương Hoa (Viện Kiểm nghiệm thuốc Trung ương), đã nghiên cứu định lượng thủy ngân trong một số dược liệu bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử, tác giả tiến hành xử lý mẫu bằng phương pháp vô cơ hóa ướt cũng cho thấy quy trình xử lý mẫu này cho phép bảo toàn lượng Hg trong mẫu nhưng phải tốn nhiều hóa chất tinh khiết, mất nhiều thời gian và rất độc hại; tác giả thực hiện định lượng thủy ngân bằng kỹ thuật hóa hơi lạnh cho kết quả với độ tuyến tính tốt ($r = 0,9996$), độ lặp lại tốt (độ lệch chuẩn tương đối trên 6 lần phân tích riêng

biệt dao động từ 2,4 - 6,4%), độ đúng (92,1 - 114,6%). Theo đó, đề tài chúng tôi thực hiện cho kết quả tương đương (với $r^2 = 0,9999$, $RSD = 2,46\%$, độ đúng dao động từ 96,06% - 103,11%) [3].

Tác giả Mai Diệu Thúy (Đại học Khoa học tự nhiên Hà Nội) đã nghiên cứu xác định Cd trong thuốc đông y bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa (GF-AAS), tác giả khảo sát xử lý mẫu bằng 2 phương pháp vô cơ hóa ướt, lò vi sóng thì cho thấy rằng khi xử lý mẫu bằng phương pháp vô cơ hóa ướt cần thời gian phá mẫu lâu, tốn nhiều hóa chất tinh khiết. Phá mẫu bằng lò vi sóng mẫu phá được hoàn toàn, không bị mất mẫu; kết quả thu được cho thấy khoảng tuyến tính của Cd là 0,5ppb - 3ppb, đánh giá hiệu suất thu hồi trên 88% (cấp ppb), đề tài chúng tôi có hiệu suất thu hồi trên 95% (cấp ppb) [5].

Như vậy, so với các nghiên cứu trên, chúng tôi thực hiện phương pháp vô cơ hóa mẫu bằng lò vi sóng đã cho hiệu suất cao (không bị mất mẫu, không gây nhiễm nguyên tố cần phân tích), an toàn và mang lại hiệu quả kinh tế (tiết kiệm hóa chất siêu tinh khiết, tiết kiệm thời gian). Mặt khác, chưa thấy tác giả nào thẩm định trên các mẫu thuốc thang sắc đóng túi kết quả nghiên cứu của chúng tôi cho thấy phương pháp này có độ đúng, độ lặp lại, độ tuyến tính tương tự như các nghiên cứu trên nhưng đã được thẩm định trên một mẫu thuốc thang sắc đóng túi với nền mẫu phức tạp (do thành phần rất phức tạp của thang thuốc sắc); trong đó, có một số tiêu chí đánh giá phương pháp cho kết quả tốt hơn. Do đó, có thể mở rộng thẩm định trên nhiều mẫu thuốc thang sắc đóng túi khác và có thể áp dụng để kiểm tra, giám sát giới hạn các kim loại nặng trong thuốc thang sắc đóng túi. Đây là dạng thuốc đã và đang được sử dụng phổ biến trong các bệnh viện quân đội nhưng việc kiểm soát chất lượng của dạng thuốc này hiện nay còn hạn chế.

5. Kết luận

Xây dựng thành công ba (03) quy trình quy trình riêng biệt để xác định từng kim loại nặng (arsen,

cadimi, thủy ngân) trong nước sắc thuốc thang đóng túi bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử. Kết quả cho thấy các quy trình đều có hiệu suất thu hồi tốt (dao động từ 94,80% - 104,94%), độ lặp lại cao (RSD dưới 2,46%); có sự tương quan tuyến tính chặt chẽ giữa độ hấp thụ và nồng độ chất phân tích trong khoảng nồng độ được khảo sát (với hệ số tương quan R gần bằng 1,0), giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng đều là rất thấp.

Sử dụng được các quy trình này để định lượng từng kim loại (arsen, cadimi, thủy ngân) trong nước sắc thuốc thang đóng túi, các thuốc dược liệu, thuốc cổ truyền với dạng bào chế tương tự.

Tài liệu tham khảo

1. Bộ Y tế (2017) *Dược điển Việt Nam, lần xuất bản thứ năm*. Nhà xuất bản Y học, Hà Nội.
2. Bộ Y tế (2011) *Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia đối với giới hạn kim loại nặng trong thực phẩm*. QCVN 8-2:2011/BYT.
3. Lê Thị Hương Hoa (2006) *Nghiên cứu định lượng thủy ngân trong một số dược liệu bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử*. Báo cáo kết quả đề tài nghiên cứu cấp cơ sở, Viện Kiểm nghiệm Thuốc Trung ương.
4. Trịnh Văn Lầu (2000) *Phân tích một số nguyên tố độc (chì, đồng và asen) trong một số chế phẩm đông dược bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử*. Báo cáo đề tài khoa học công nghệ, Viện Kiểm nghiệm - Bộ Y tế.
5. Mai Diệu Thúy (2012) *Xác định kim loại nặng Pb, Cd trong thuốc đông y bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa (GF-AAS)*. khóa luận tốt nghiệp, Trường Đại học Khoa Học Tự Nhiên.
6. Viện Kiểm nghiệm thuốc Trung ương (2019) *Xác định các kim loại nặng trong thuốc đông dược, dược liệu và trong mẫu mỹ phẩm*. Tài liệu tập huấn.
7. *United States Pharmacopoeia 41* (2018), 2(1): 2058-2560, 3050-3053.