

QUANTITATIVE DETERMINATION OF LEAD OF AGERATUM CONYZOIDES AND SELECTED MEDICINAL HERBS IN CONCENTRATED EXTRACTS USING ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY

Nguyen Van Tuan*, Mai Cong Hung, Tran Minh Duc, Nguyen Van Mau, Pham Ly Ha

Hai Duong Central College of Pharmacy - 324 Nguyen Luong Bang, Le Thanh Nghi Ward, Hai Phong, Vietnam

Received: 12/09/2025

Revised: 03/10/2025; Accepted: 10/10/2025

ABSTRACT

Objective: This study aimed to quantify lead in a concentrated herbal extract mixture containing (*Ageratum conyzoides* L., *Lonicera japonica*, *Eclipta prostrata*, *Angelica dahurica*, and *Asarum sieboldii*), formulated for adjunctive treatment of rhinosinusitis.

Methods: Lead determination was performed using flame atomic absorption spectroscopy. The analytical method was validated according to AOAC and ICH guidelines, evaluating specificity, accuracy, linearity, repeatability, limit of detection (LOD), limit of quantitation (LOQ), and system suitability.

Results: The method demonstrated excellent validation parameters with $R^2 = 0.9992$, mean recovery of 101%, $RSD < 2\%$, $LOD = 0.0427$ ppm, and $LOQ = 0.1409$ ppm. Lead concentrations in the herbal extract samples ranged from 0.10-0.12 ppm, substantially lower than the permissible limit (≤ 20.0 ppm).

Conclusion: The validated flame atomic absorption spectroscopy method exhibits high accuracy and sensitivity, and is suitable for quantifying lead in concentrated herbal extracts. All analyzed samples complied with regulatory limits for lead content.

Keywords: Concentrated herbal extract, flame atomic absorption spectroscopy, lead quantification.

*Corresponding author

Email: nguyentuan0186@gmail.com **Phone:** (+84) 981870259 **https://doi.org/10.52163/yhc.v66iCD18.3463**

ĐỊNH LƯỢNG CHÌ TRONG CAO ĐẶC CÂY NGŨ SẮC VÀ MỘT SỐ DƯỢC LIỆU BẰNG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

Nguyễn Văn Tuấn*, Mai Công Hưng, Trần Minh Đức, Nguyễn Văn Mẫu, Phạm Lý Hà

Trường Cao đẳng Dược Trung ương Hải Dương - 324 Nguyễn Lương Bằng, P. Lê Thanh Nghị, Tp. Hải Phòng, Việt Nam

Ngày nhận: 12/09/2025

Ngày sửa: 03/10/2025; Ngày đăng: 10/10/2025

ABSTRACT

Mục tiêu: Định lượng được chì trong trong cao đặc hỗn hợp dược liệu (Ngũ sắc, Kim ngân hoa, Cỏ nhọ nồi, Bạch chỉ, Tế tân) hỗ trợ điều trị viêm mũi xoang.

Phương pháp nghiên cứu: Áp dụng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng chì. Phương pháp được thẩm định theo các tiêu chí: độ đặc hiệu, độ đúng, độ tuyến tính, độ lặp lại, giới hạn phát hiện (LOD), giới hạn định lượng (LOQ) và độ phù hợp của hệ thống, theo hướng dẫn của AOAC và ICH.

Kết quả: Phương pháp đạt yêu cầu thẩm định với $R^2 = 0,9992$, độ thu hồi trung bình 101%, RSD < 2%, LOD = 0,0427 ppm và LOQ = 0,1409 ppm. Hàm lượng chì trong các mẫu cao dược liệu dao động từ 0,10-0,12 ppm, thấp hơn nhiều so với giới hạn cho phép ($\leq 20,0$ ppm).

Kết luận: Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa có độ chính xác, độ nhạy cao và phù hợp để định lượng chì trong cao dược liệu. Các mẫu nghiên cứu đều đạt yêu cầu về giới hạn chì trong cao đặc dược liệu.

Từ khóa: Cao đặc hỗn hợp dược liệu, quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa, định lượng chì.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Hiện nay, xu hướng sử dụng các sản phẩm có nguồn gốc từ dược liệu trong hỗ trợ điều trị các bệnh lý mạn tính ngày càng gia tăng, đặc biệt là các bệnh về tai mũi họng như viêm mũi xoang. Cao hỗn hợp dược liệu từ các vị như Kim ngân hoa, Cỏ nhọ nồi, cỏ Cứt lợn, Bạch chỉ, Tế tân... đã được ứng dụng rộng rãi nhờ tác dụng kháng viêm, kháng khuẩn và làm sạch niêm mạc mũi tự nhiên. Tuy nhiên, trong quá trình trồng trọt, thu hái và chế biến, các dược liệu này có thể bị nhiễm kim loại nặng như chì (Pb) từ môi trường đất, nước, không khí hoặc từ thiết bị chế biến không đạt chuẩn. Chì là một kim loại nặng độc hại, có thể tích lũy trong cơ thể và gây ảnh hưởng nghiêm trọng đến sức khỏe con người, đặc biệt là hệ thần kinh, máu và thận. Do đó, việc kiểm soát hàm lượng chì trong các sản phẩm dược liệu là yêu cầu bắt buộc nhằm đảm bảo an toàn cho người sử dụng [1-2]. Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (flame atomic absorption spectrometry) là một trong những kỹ thuật phổ biến, có độ nhạy cao và độ chính xác tốt trong định lượng kim loại nặng, đặc biệt là chì, trong nền mẫu cao dược liệu [3], [5].

Xuất phát từ thực tiễn trên, chúng tôi tiến hành định lượng chì trong cao hỗn hợp chứa dược liệu Ngũ sắc và một số dược liệu (Kim ngân hoa, Cỏ nhọ nồi, Bạch chỉ, Tế tân) bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Nguyên vật liệu và đối tượng nghiên cứu

- Mẫu nghiên cứu: cao đặc hỗn hợp dược liệu [Ngũ sắc (*Ageratum conyzoides* L.), Kim ngân hoa (*Lonicera japonica*), Cỏ nhọ nồi (*Eclipta prostrata*), Bạch chỉ (*Angelica dahurica*), Tế tân (*Asarum sieboldii*)] với tỉ lệ khối lượng dược liệu (8:5:2:3:2). Mẫu cao được bào chế tại Trường Cao đẳng Dược Trung ương Hải Dương.

- Hóa chất: acid sulfuric (H_2SO_4) 98%, acid nitric (HNO_3) 65% (xuất xứ Trung Quốc).

- Chất chuẩn: $Pb(NO_3)_2$ 1000 ppm (xuất xứ Merck, Đức).

*Tác giả liên hệ

Email: nguyentuan0186@gmail.com Điện thoại: (+84) 981870259 <https://doi.org/10.52163/yhc.v66iCD18.3463>

- Thiết bị và dụng cụ nghiên cứu: hệ thống máy quang phổ hấp thụ nguyên tử AAS (Aligent), cân phân tích (Sartorius - CPA225D), lò nung và một số dụng cụ thủy tinh khác.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Sử dụng phương pháp hấp thụ nguyên tử kỹ thuật ngọn lửa để xác định hàm lượng chì có trong cao được liệu.

2.2.1. Chuẩn bị mẫu nghiên cứu

- Chuẩn bị mẫu chuẩn:

+ Chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc: hút chính xác 10,0 ml dung dịch Pb(NO₃)₂ 1000 ppm vào bình định mức 100 ml, bổ sung vừa đủ thể tích bằng dung môi pha mẫu, lắc đều được dung dịch chuẩn có nồng độ 100 ppm. Từ dung dịch chuẩn gốc là 100 ppm pha được dãy dung dịch Pb(NO₃)₂ có nồng độ 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 3,0; 5,0 ppm.

+ Mẫu trắng là HNO₃ 0,5%.

- Chuẩn bị mẫu thử:

+ Cân chính xác khoảng 5,0g mẫu thử, cho vào chén nung. Sau đó cho vào lò nung.

+ Cho vào lò nung điều chỉnh nhiệt độ đến 350°C, sau 3 giờ nâng nhiệt độ đến 500°C, sau 4 giờ tắt lò nung, cho ra để nguội.

+ Thêm 5 ml HNO₃ đặc vào chén đựng mẫu, sau đó chuyển vào bình định mức 25 ml, tráng chén đựng mẫu bằng nước RO rồi cho vào bình định mức, định mức bằng nước cất đến vạch. Nếu dung dịch vẫn đục thì lọc qua giấy lọc.

2.2.2. Thẩm định phương pháp phân tích

Thực hiện theo hướng dẫn [4], [6] với các tiêu chí được thẩm định trong nghiên cứu gồm: tính tương thích hệ thống, tính đặc hiệu, khoảng nồng độ tuyến tính, độ đúng, độ chính xác, giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ).

Xử lý thống kê: các số liệu thí nghiệm được xử lý bằng phần mềm Microsoft Excel 2016.

2.2.3. Định lượng chì trong mẫu thử

- Tiến hành phân tích mẫu theo kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

- Xác định hàm lượng Pb từ đường chuẩn của độ hấp thụ A dựa theo nồng độ Pb.

- Hàm lượng Pb tính bằng microgam/gam (ppm), theo công thức sau:

$$C_{Pb} = A.V/m$$

Trong đó: A là hàm lượng Pb của mẫu thử đo được đường chuẩn tương ứng với độ hấp thụ, tính bằng mg/L (ppm); m là khối lượng mẫu thử; V là thể tích dung dịch ở bình định mức.

3. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

3.1. Tính đặc hiệu

Mẫu trắng xuất hiện tín hiệu có độ hấp thụ 0,0001, mẫu chuẩn Pb(NO₃)₂ nồng độ 3 ppm có độ hấp thụ 0,1722, tín hiệu của mẫu trắng so với mẫu chuẩn chỉ chiếm 0,058%, rất thấp (< 1%), cho thấy ảnh hưởng của dung môi là không đáng kể. Do đó, phương pháp phân tích quang phổ hấp thụ nguyên tử cho kết quả đặc hiệu đối với chì, thỏa mãn yêu cầu về độ đặc hiệu theo AOAC.

3.2. Tính tương thích hệ thống

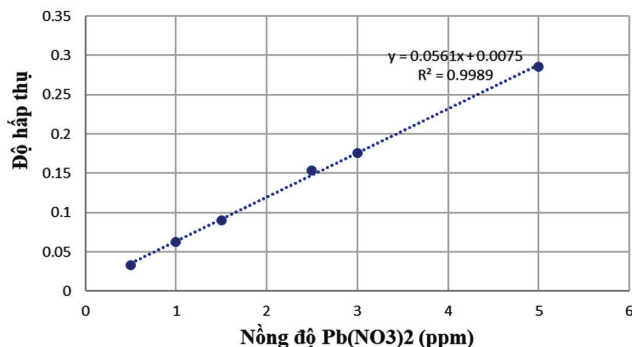
Độ thích hợp của hệ thống được đánh giá thông qua việc tiêm lặp lại dung dịch chuẩn 6 lần liên tiếp và đo tín hiệu hấp thụ. Kết quả cho thấy độ hấp thụ dao động rất ít giữa các lần tiêm, với RSD = 0,56%.

Bảng 1. Kết quả khảo sát độ thích hợp của hệ thống

STT	Độ hấp thụ
1	0,1725
2	0,1699
3	0,1708
4	0,1704
5	0,1717
6	0,1705
Trung bình	0,1710
RSD (%)	0,56

Theo hướng dẫn của các tiêu chuẩn như AOAC [5], độ lệch chuẩn tương đối (RSD%) yêu cầu đối với hệ thống là ≤ 2,0% cho các phép đo UV-Vis, AAS hoặc sắc ký (HPLC, GC) khi đánh giá độ lặp lại của hệ thống. Giá trị RSD < 1% cho thấy hệ thống có độ ổn định rất cao. Hệ thống đo đạt độ lặp lại tốt, thỏa mãn yêu cầu về độ thích hợp hệ thống, cho thấy thiết bị và điều kiện phân tích ổn định và tin cậy.

3.3. Độ tuyến tính



Hình 1. Đồ thị biểu diễn mối tương quan giữa nồng độ và độ hấp thụ

Kết quả khảo sát độ tuyến tính cho thấy độ hấp thụ tỷ lệ thuận với nồng độ $Pb(NO_3)_2$ trong khoảng 0,5-5,0 ppm. Phương trình đường chuẩn thu được có hệ số tương quan cao ($R^2 = 0,9989$), chứng minh tính tuyến tính tốt của phương pháp. Độ lệch phần trăm giữa giá trị đo được và giá trị dự đoán đều nằm trong giới hạn chấp nhận được. Do đó, phương pháp đạt yêu cầu về độ tuyến tính trong khoảng khảo sát và có thể sử dụng cho các phép đo định lượng chì trong phạm vi này.

Bảng 2. Kết quả khảo sát độ tuyến tính

STT	Nồng độ $Pb(NO_3)_2$ (ppm)	Độ hấp thụ
1	0,5	0,0335
2	1,0	0,0628
3	1,5	0,0907
4	2,5	0,1537
5	3,0	0,1759
6	5,0	0,2853
Hệ số tương quan r (R^2)		0,9992 (0,9989)

3.4. Độ đúng

Kết quả cho thấy độ thu hồi trung bình đạt 101% với $RSD = 1,40\%$. Các giá trị thu được nằm trong giới hạn cho phép theo tiêu chuẩn AOAC, chứng tỏ phương pháp có độ đúng phù hợp, có thể áp dụng để phân tích trong điều kiện phòng thí nghiệm.

Bảng 3. Kết quả khảo sát độ thu hồi

STT	Tên mẫu	Nồng độ Pb trong mẫu gốc (ppm)	Nồng độ chì trong mẫu spike (ppm)	Hàm lượng chì chuẩn thêm (ppm)	Độ thu hồi (%)
1	Mẫu cao 1	0,095	0,59	0,5	99
2	Mẫu cao 2	0,10	0,61	0,5	102
3	Mẫu cao 3	0,10	0,61	0,5	102
Độ thu hồi trung bình					101
RSD (%)					1,40

3.5. Độ lặp lại

Độ lặp lại của phép thử xác định hàm lượng chì trong mẫu được đánh giá thông qua 6 phép đo lặp lại.

Bảng 4. Kết quả khảo sát độ lặp lại

STT	Lượng cân mẫu thử (g)	Hàm lượng chì trong mẫu đo được (ppm)
1	5,0005	0,09
2	5,0010	0,10
3	5,0011	0,10
4	5,0020	0,10
5	5,0022	0,10
6	5,0018	0,10
Trung bình		0,098
RSD (%)		0,04

Kết quả cho thấy độ lệch chuẩn tương đối $RSD = 0,04\%$, nhỏ hơn nhiều so với giới hạn cho phép ($\leq 2\%$). Điều này chứng minh phương pháp có độ lặp lại tốt và phù hợp để sử dụng trong phân tích định lượng chì.

3.6. Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng

Phương pháp phân tích Pb bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) đã xác định được:

- Giới hạn phát hiện (LOD): 0,0427 ppm.
- Giới hạn định lượng (LOQ): 0,1409 ppm.

Các giá trị này chứng minh phương pháp có độ nhạy cao, phù hợp để phát hiện và định lượng Pb ở nồng độ thấp trong mẫu thử, đáp ứng yêu cầu theo AOAC.

3.7. Kết quả định lượng chì trong mẫu cao đặc chứa cây Ngũ sắc và một số dược liệu

Bảng 5. Kết quả định lượng chì trong mẫu cao đặc chứa cây Ngũ sắc và một số dược liệu

STT	Tên mẫu	Lượng mẫu thử (g)	Hàm lượng chì trong mẫu (ppm)	Kết luận
1	Mẫu cao 1	5,0005	0,11	
2	Mẫu cao 2	5,0010	0,10	
3	Mẫu cao 3	5,0011	0,12	
Trung bình			$0,11 \pm 0,008$	Đạt

Hàm lượng chì trong cao đặc chứa cây Ngũ sắc và một số dược liệu dao động từ 0,10-0,12 ppm ($< LOQ = 0,1409$ ppm) thấp hơn nhiều so với giới hạn tối đa cho phép (20,0 ppm). Mẫu cao đặc đạt yêu cầu về mức độ an toàn kim loại chì theo quy định hiện hành, chứng tỏ nguyên liệu và quy trình sản xuất đảm bảo an toàn và chất lượng.

4. BÀN LUẬN

Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa đã chứng minh hiệu quả trong xác định hàm lượng chì với độ đặc hiệu, độ chính xác, độ tuyến tính, độ lặp lại và độ nhạy cao. Theo quy định của Dược điển Việt Nam V, giới hạn tối đa của chì trong chế phẩm dược liệu là $\leq 20,0$ ppm [7]. Kết quả phân tích cho thấy hàm lượng chì trong các mẫu cao đặc hỗn hợp đều thấp hơn nhiều so với ngưỡng này. Điều này phản ánh quy trình bào chế đạt chuẩn, từ lựa chọn nguồn nguyên liệu sạch, quá trình chiết xuất, đến điều kiện bảo quản đều đảm bảo không gây nhiễm kim loại chì. Phương pháp này hoàn toàn có thể áp dụng cho kiểm nghiệm chất lượng thường quy các sản phẩm dược liệu chứa thảo dược nhằm đảm bảo an toàn cho người sử dụng.

5. KẾT LUẬN

Nghiên cứu đã định lượng được chì trong mẫu cao đặc chứa cây Ngũ sắc và một số dược liệu bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa với hàm lượng chì là $0,11 \pm 0,008$ ppm. Phương pháp đã đáp ứng đầy đủ các tiêu chí về tính đặc hiệu, tính tương thích hệ thống, độ tuyến tính, độ đúng, độ lặp lại, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng. Phương pháp đủ độ tin cậy để áp dụng cho định lượng chì trong mẫu cao dược liệu [8]. Theo Dược điển Việt Nam V [7], giới hạn chì cho chế phẩm dược liệu

thường $\leq 20,0$ ppm. Do đó, mẫu cao đạt yêu cầu chất lượng theo tiêu chuẩn về kim loại chì.

LỜI CẢM ƠN

Nhóm tác giả chân thành cảm ơn Sở Khoa học và Công nghệ thành phố Hải Phòng đã quan tâm, hỗ trợ và tạo điều kiện thuận lợi về thủ tục, nguồn lực để triển khai đề tài.

Chúng tôi cũng xin cảm ơn Ban Giám hiệu Trường Cao đẳng Dược Trung ương Hải Dương đã tạo điều kiện về cơ sở vật chất, phòng thí nghiệm, cũng như khuyến khích, động viên trong suốt quá trình nghiên cứu.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Bikash D, Somraj S, Kuntal M. Sources and toxicological effects of lead on human health. *Indian Journal of Medical Specialities*, 2019, 10 (2): 66-71.
- [2] World Health Organization. WHO guidelines for assessing quality of herbal medicines with reference to contaminants and residues, 2007, pp. 24.
- [3] José S Casas, José Sord. *Chemistry, Analytical Aspects, Environmental Impact and Health Effects*. Elsevier, Amsterdam, 2006.
- [4] AOAC International. *Guidelines for Standard Method Performance Requirements*, 2016.
- [5] Phạm Luận. *Phương pháp phân tích phổ hấp thụ nguyên tử*. Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội, 2006.
- [6] Trần Cao Sơn. *Thẩm định phương pháp trong phân tích hóa học và vi sinh vật*. Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật, 2010.
- [7] Bộ Y tế. *Dược điển Việt Nam V*, tập 2, 2017.
- [8] Lê Thị Thanh Trân, Vũ Thị Bảo Ngọc, Nguyễn Đình Trung. Nghiên cứu xác định hàm lượng cadimi và chì trong một số bài thuốc y học cổ truyền. *Tạp chí Khoa học*, Trường Đại học Đồng Nai, 2020, 17, 126-138.