

nồng độ và độ hấp thụ. Đo độ hấp thụ của dung dịch thử. Tính nồng độ flavon toàn phần (scutellarin) trong dung dịch thử dựa vào đường chuẩn. Dược liệu phải chứa ít nhất 1,50 % flavon toàn phần, tính theo scutellarin ($C_{21}H_{18}O_{12}$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Scutellarin

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: *Methanol - nước - acid acetic* (35 : 61 : 4).

Dung dịch chuẩn: Hòa tan một lượng chính xác scutellarin chuẩn trong pha động để được dung dịch chứa 80 µg/ml.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 1 g bột dược liệu (qua rây số 355) cho vào bình Soxhlet, thêm *ether dầu hỏa* (60 °C đến 90 °C) (TT) và đun sôi hồi lưu trong cách thủy đến khi dịch chiết không màu. Loại bỏ dịch chiết ether dầu, làm bay hơi hết ether dầu trong bã dược liệu, thêm *methanol* (TT) và tiếp tục đun sôi hồi lưu trong cách thủy cho đến khi dịch chiết methanol không màu. Chuyển dịch chiết methanol vào bình định mức 100 ml, thêm *methanol* (TT) đến vạch, lắc đều (Dung dịch A). Hút chính xác 25 ml dung dịch thu được, cô trên cách thủy đến cạn. Dùng *methanol* 20 % để hòa tan và chuyển toàn bộ cặn vào bình định mức 25 ml, pha loãng với *methanol* 20 % đến vạch, lắc đều, lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 4 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 µm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 335 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành:

Tiêm dung dịch chuẩn, tiến hành sắc ký. Tính số đĩa lý thuyết của cột, số đĩa lý thuyết của cột phải không dưới 1500 tính theo pic scutellarin.

Tiêm lần lượt dung dịch chuẩn và dung dịch thử, tiến hành sắc ký. Căn cứ vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{21}H_{18}O_{12}$ của scutellarin chuẩn, tính hàm lượng scutellarin trong dược liệu.

Dược liệu phải chứa không dưới 0,2 % scutellarin ($C_{21}H_{18}O_{12}$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Khi dùng cắt đoạn 5 cm đến 7 cm, sao qua.

Bảo quản

Đề nơi khô mát.

Tính vị, quy kinh

Vị cay, đắng, tính hàn. Vào kinh phế, can, thận.

Công năng, chủ trị

Thanh nhiệt giải độc, hóa ứ, lợi niệu. Chủ trị: Mụn nhọt sưng đỏ, viêm họng, ngã chấn thương, phù thũng, hoàng đản, rắn và côn trùng cắn.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng 15 g đến 30 g, dạng thuốc sắc. Thường phối hợp với một số vị thuốc khác.

Dùng ngoài trị rắn độc cắn, té ngã chấn thương. Lấy cây tươi giã nát, đắp bó nơi đau. Lượng thích hợp.

BÁN HẠ (Thân rễ)

Pinelliae Rhizoma

Bán hạ bắc

Thân rễ được làm khô của cây Bán hạ [*Pinellia ternata* (Thunb.) Breit.], họ Ráy (Araceae). Đào lấy thân rễ vào mùa hạ và mùa thu, rửa sạch, loại bỏ lớp vỏ bên ngoài và rễ con, phơi hay sấy khô.

Mô tả

Dược liệu có dạng hình cầu hay hình cầu dẹt, đường kính 1 cm đến 1,5 cm. Mặt ngoài trắng hay vàng nhạt. Đỉnh có chỗ lõm là vết sẹo của thân cây, xung quanh có nhiều vết sẹo rễ là các chấm nhỏ. Phía đáy tù và tròn, hơi nhẵn. Chất cứng chắc, mặt cắt trắng và có nhiều bột. Mùi nhẹ, vị hăng, tê và kích ứng.

Bột

Bột màu trắng ngà. Soi kính hiển vi thấy khá nhiều hạt tinh bột, hình tròn, hình bán nguyệt, hay hình nhiều cạnh, đường kính 2 µm đến 20 µm, rốn hình khe, hình chữ V hoặc hình sao, vân không rõ. Hạt tinh bột đơn hay kép từ 2 đến 6 hạt. Tinh thể calci oxalat hình kim, dài 20 µm đến 144 µm, tập trung hoặc rải rác khắp nơi. Mạch xoắn, đường kính 10 µm đến 24 µm.

Định tính

A. Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi khai triển: *n-Butanol - acid acetic - nước* (8 : 3 : 1), lắc đều, để yên, lấy lớp dung dịch phía trên.

Dung dịch thử: Lấy 1 g bột dược liệu, thêm 10 ml *methanol* (TT), đun hồi lưu trong 30 min, lọc, bốc hơi dịch lọc đến khi còn khoảng 0,5 ml được dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan arginin, alanin, valin và leucin chuẩn trong *methanol* 70 % (TT) để được dung dịch có nồng độ mỗi chất chuẩn là 1 mg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Nếu không có các chất chuẩn đối chiếu như trên, dùng 1 g bột Bán hạ (mẫu chuẩn), tiến hành chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl dung dịch thử, 1 µl dung dịch chất đối chiếu hoặc 5 µl dung dịch dược liệu đối chiếu. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, phun *dung dịch ninhydrin* {Hòa tan 2 g *ninhydrin* (TT) trong *ethanol* 95 % (TT) vừa đủ 100 ml}, sấy ở 105 °C đến khi rõ vết. Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu hoặc có các vết vết tương đương về vị trí và cùng màu với các vết của dung dịch chất đối chiếu.

B. Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: *Silica gel GF₂₅₄*.

Dung môi khai triển: *Ether dầu hỏa (30 °C đến 60 °C) - ethyl acetat - aceton - acid formic (30 : 6 : 4 : 0,5).*

Dung dịch thử: Lấy 2 g bột dược liệu, thêm 10 ml *ethanol 96 % (TT)*, đun hồi lưu trên cách thủy 1 h, để nguội, lọc. Bốc hơi dịch lọc đến khô. Hòa lẫn trong 1 ml *ethanol (TT)* được dung dịch chấm sắc ký.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 2 g bột Bán hạ (mẫu chuẩn), tiến hành chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, phun *dung dịch acid sulfuric 10 % trong ethanol (TT)*, sấy ở 105 °C đến khi các vết hiện rõ. Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết thu được trên sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu.

C. Định tính Pháp bán hạ

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: *Silica gel GF₂₅₄*.

Dung môi khai triển: *Ether dầu hỏa (30 °C đến 60 °C) - ethyl acetat - aceton - acid formic (30 : 6 : 5 : 0,5).*

Dung dịch thử: Lấy 2 g bột Pháp bán hạ, thêm 2 ml *acid hydrochloric (TT)* và 20 ml *cloroform (TT)*, đun hồi lưu trên cách thủy 1 h, để nguội, lọc. Bốc hơi dịch lọc đến khô. Hòa lẫn trong 0,5 ml *ethanol (TT)* được dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan acid glycyrrhetinic chuẩn trong *ethanol (TT)* để được dung dịch có nồng độ 1 mg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 2 g bột Bán hạ (mẫu chuẩn), tiến hành chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết thu được trên sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu và có vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết thu được trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 13,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 4 h).

Tro toàn phần

Không được quá 4,0 % (Phụ lục 9.8).

Tạp chất

Không quá 1,0 % (Phụ lục 12.11).

Chất chiết được trong dược liệu

Không được ít hơn 7,5 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Tiến hành theo phương pháp chiết lạnh (Phụ lục 12.10).

Dùng nước làm dung môi.

Định lượng

Cân chính xác khoảng 5 g bột dược liệu (qua rây số 250) vào bình nón nút mài, thêm 50 ml *ethanol 96 % (TT)*, đun

hồi lưu trên cách thủy 1 h. Để nguội, lọc, lấy bã dược liệu chiết tương tự như trên thêm 2 lần nữa. Gộp các dịch lọc và bay hơi đến gần khô. Thêm chính xác 10 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,1 M (CD)*, siêu âm trong 30 min, chuyển toàn bộ dung dịch thu được vào bình định mức 50 ml, dùng nước đun sôi để nguội tráng rửa bát cô, gộp dịch rửa vào bình định mức, thêm nước mới đun sôi để nguội đến vạch, lắc đều. Lấy 25,0 ml dung dịch thu được, chuẩn độ bằng *dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (CD)* với chỉ thị là *dung dịch phenolphthalein (TT)*. Song song tiến hành một mẫu trắng.

1 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,1 M (CD)* tương đương với 5,904 mg acid butandioic. Tính hàm lượng acid toàn phần có trong dược liệu theo acid butandioic ($C_4H_6O_4$). Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,25 % acid toàn phần tính theo acid butandioic ($C_4H_6O_4$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Bán hạ tẩm phèn chua (Thanh bán hạ): Lấy Bán hạ đã được làm sạch, phân loại to nhỏ, lấy loại có cùng kích thước, ngâm trong dung dịch phèn chua 8 % cho đến khi không còn lõi trắng và vị thuốc gây cảm giác tê nhẹ. Lấy ra, rửa sạch, cắt thành lát mỏng và làm khô, dùng 20 kg phèn chua cho 100 kg Bán hạ. Dược liệu sau khi chế là những miếng nhỏ hình elip, hình thoi hơi tròn hoặc hình chữ nhật, trên bề mặt có màu nâu hoặc nâu nhạt, có một số đốm nhỏ màu trắng và có những đường vạch ngắn, có những vân đỏ tía dưới lớp bên còn lại. Bề mặt nhẵn, chất cứng, dễ gãy. Màu nhạt, vị hơi mặn, se và tê.

Bán hạ tẩm gừng (Khương bán hạ): Lấy Bán hạ đã được làm sạch, phân loại to nhỏ, lấy loại có cùng kích thước, ngâm trong nước cho đến khi không còn lõi trắng. Gừng thái lát, sắc lấy nước đặc, thêm phèn và Bán hạ, đun sôi kỹ, lấy ra, để ngoài không khí đến khô được một nửa thì đem cắt thành những lát mỏng và phơi khô. 100 kg Bán hạ dùng 25 kg Gừng và 12,5 kg phèn. Dược liệu sau khi chế là những miếng nhỏ hình chữ nhật hoặc hơi tròn. Bên ngoài màu nâu đến nâu đen. Bề mặt cứng, nhẵn và bóng láng, bên trong màu nâu vàng nhạt. Mùi thơm nhẹ, có vị tê nhẹ, có chất nhầy khi nhai.

Pháp bán hạ: Lấy Bán hạ đã được làm sạch, phân loại to nhỏ, lấy loại có cùng kích thước, ngâm nước cho đến khi không còn lõi trắng, bỏ nước.

Lấy Cam thảo, thêm nước thích hợp, sắc 2 lần, lấy dịch chiết. Lấy vôi sống, thêm nước thích hợp, khuấy đều, gạn lấy nước vôi.

Trộn đều dịch chiết Cam thảo và nước vôi.

Thêm Bán hạ đã ngâm ở trên vào hỗn hợp dịch chiết cam thảo và nước vôi đã chuẩn bị ở trên, ngâm tẩm, mỗi ngày khuấy 1 - 2 lần/ngày và duy trì pH của dung dịch ngâm ở pH > 12 đến khi nếm vị thuốc gây cảm giác hơi tê lưỡi, mặt cắt có màu vàng đều là được. Lấy ra rửa sạch, phơi âm can hoặc sao khô. 100 kg Bán hạ dùng 15 kg Cam thảo, 10 kg vôi sống. Dược liệu sau khi chế gần hình cầu hoặc bị vỡ

thành các khối không đều. Bên ngoài có màu vàng nhạt, vàng hoặc vàng nâu. Bề mặt nhẵn cứng, bên trong có màu vàng đến vàng xám, vị hơi ngọt, hơi se.

Bảo quản

Dược liệu đã chế biến để trong đồ đựng kín, để nơi khô ráo. Bảo quản tốt để càng lâu, tác dụng càng hiệu quả.

Tính vị, quy kinh

Dược liệu chưa chế biến: Vị cay, ngứa, tính ôn, có độc.

Dược liệu đã chế biến: Vị ít cay, ít ngứa, tính ôn. Vào các kinh tý, vị, phế.

Công năng, chủ trị

Giải nhiệt, trấn thổ, tiêu đàm thấp.

Dùng chín (bán hạ đã chế biến): Trị ho đờm trắng, khí nghịch, ầu thổ, ăn không tiêu đầy chướng bụng, hàn tích.

Khương bán hạ: Có tác dụng giải nhiệt trừ nôn.

Pháp bán hạ trị táo thấp, hóa đờm.

Dùng sống: Trị rắn cắn, giã nát đắp vào vết rắn cắn (ít dùng); đắp trị ung thư, đàm hạch.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 3 g đến 9 g (sau khi chế biến theo yêu cầu chữa bệnh), dạng thuốc sắc hoặc hoàn tán.

Chế gừng: Dùng trong trường hợp bị nôn, bị ho.

Tầm phen chua: Dùng trong trường hợp có đờm.

Pháp bán hạ: Dùng trong trường hợp nhiều đờm.

Dùng ngoài (bán hạ sống): Tán nhỏ, làm bột trộn với rượu đắp nơi đau, lượng thích hợp.

Kiểm kê

Cơ thể yếu, bệnh nặng khi dùng cần cân nhắc.

Thuốc kỵ Ba đậu, Đan sâm, phản nghịch Ô đầu.

Ghi chú

Hiện nay vị thuốc Bán hạ trên thị trường hầu hết ở dạng đã chế biến.

BÁN HẠ NAM (Thân rễ)

Typhonii trilobati Rhizoma

Củ chóc, Củ chóc chuột

Thân rễ già (thường gọi là củ) được sơ chế thành phiến khô của cây Chóc chuột [*Typhonium trilobatum* (L.) Schott, syn. *Arum trilobatum* L.], họ Ráy (Araceae). Thu hoạch thân rễ vào mùa thu, khi lá vàng úa sắp tàn lụi. Đào lấy củ, rửa sạch, cắt bỏ rễ con, cạo bỏ vỏ ngoài hoặc đồ thành đồng và ủ khoảng 7 đến 10 ngày đến khi vỏ ngoài mềm nát, chà sát cho tróc hết lớp vỏ ngoài, sau đó đồ đến khi củ chín đều (không còn nhân trắng đục), thái phiến dày 0,2 cm đến 0,5 cm, phơi hoặc sấy khô. Bán hạ nam có chất độc và ngứa, phải chế biến mới được dùng làm thuốc.

Mô tả

Phiến có hình tròn, hình trứng, hình bầu dục dài, đường kính thường là 0,5 cm đến 3 cm, ít khi đến 4 cm; dày 0,1 cm đến

0,3 cm; màu trắng đục, trắng ngà hay vàng nhạt. Xung quanh phiến còn ít vỏ mỏng và vết tích sẹo của rễ con. Thể chất chắc, khô cứng, giòn, dễ bẻ gãy. Vị nhạt, gây tê lưỡi, ngứa.

Vi phẫu

Lớp bần gồm nhiều lớp tế bào hình chữ nhật, dài 50 µm đến 80 µm, rộng 10 µm đến 15 µm. Lớp ngoài thường bị bong tróc ra (ở thân rễ chưa chế biến). Mô mềm gồm những tế bào hình cầu, đa giác, thành mỏng, vách méo mó, đường kính 50 µm đến 120 µm. Trong mô mềm có các tế bào chứa nhiều hạt tinh bột, các bó tinh thể calci oxalat hình kim, các tế bào chứa chất nhầy. Các bó libe-gỗ nằm rải rác trong mô mềm, các bó phía trong thường lớn hơn phía ngoài, thành của các mạch gỗ ít hóa gỗ.

Bột

Màu trắng ngà hay nâu nhạt. Vị nhạt, gây tê lưỡi. Soi kính hiển vi thấy: Nhiều hạt tinh bột tròn, hình chuông, hình bầu dục, hình nhiều cạnh, đứng riêng lẻ hay kép đôi, kép ba, ít khi kép 4 hoặc kép 5 đường kính từ 5 µm đến 25 µm, rón hình vạch hơi cong. Tinh thể calci oxalat hình kim riêng lẻ hay hợp thành bó, dài 35 µm đến 40 µm. Mạch mạch vòng, mạch xoắn đường kính 15 µm đến 18 µm. Chất tiết màu vàng nâu, nâu đen.

Định tính

A. Cân 3 g bột thô dược liệu trong bình nón nút mài, thấm ẩm bằng 3 ml *dung dịch amoniac 10 % (TT)*, để 30 min. Thêm 8 ml *cloroform (TT)*, ngâm trong 4 h (thỉnh thoảng lắc nhẹ). Gạn, lọc lấy dịch cloroform. Cô cách thủy đến cạn. Hòa tan cặn trong 5 ml *dung dịch acid sulfuric 10 % (TT)*. Dùng dung dịch này chia vào 3 ống nghiệm để làm các phản ứng sau:

Ống 1: Thêm 2 giọt *thuốc thử Bouchardat (TT)*, xuất hiện tủa nâu đỏ.

Ống 2: Thêm 2 giọt *thuốc thử Mayer (TT)*, xuất hiện tủa trắng.

Ống 3: Thêm 2 giọt *thuốc thử Dragendorff (TT)*, xuất hiện tủa vàng cam.

B. Cân 5 g bột thô dược liệu, nghiền với 10 ml nước nóng. Thêm 30 ml *ethanol 75 % (TT)*, ngâm 12 h. Lọc lấy dịch. Cô trên cách thủy đến khi còn khoảng 3 ml. Lấy 0,5 ml dịch chiết trên vào ống nghiệm, thêm 5 giọt *dung dịch ninhydrin (TT) 0,1 % trong acetone (TT)*, đun sôi nhẹ trong khoảng 2 min. Dịch thử dần chuyển màu sang tím hồng, xanh tím.

C. Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: n-Butanol - acid acetic - nước (4 : 1 : 5).

Dung dịch thử: Lấy khoảng 10 g bột thô dược liệu cho vào bình nón nút mài, thấm ẩm bằng 3 ml *dung dịch amoniac 10 % (TT)*, để 30 min. Thêm 30 ml *cloroform (TT)*, ngâm trong 4 h (thỉnh thoảng lắc nhẹ). Gạn, lọc lấy dịch cloroform. Cô cách thủy đến khi còn khoảng 1 ml, dùng làm dịch chấm sắc ký.