

2-O-β-D-glucosid và nồng độ. Lập phương trình đường hồi qui của 5 kết quả thu được từ 5 lần tiêm.

Tiến hành sắc ký dung dịch thử. Xác định pic 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O-β-D-glucosid trên sắc ký đồ của dung dịch thử bằng cách so sánh thời gian lưu của pic này với pic trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn. Thời gian lưu của 2 pic 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O-β-D-glucosid trên hai sắc ký đồ không khác nhau nhiều hơn 2,0 %. Tính hàm lượng của 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O-β-D-glucosid trong dung dịch thử và trong dược liệu dựa vào diện tích pic 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O-β-D-glucosid trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng C₂₀H₂₂O₉ trong 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O-β-D-glucosid chuẩn.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 1,0 % 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O-β-D-glucosid (C₂₀H₂₂O₉), tính theo dược liệu khô kiệt.

Bảo quản

Để nơi khô, trong đồ đựng kín, tránh mốc, mọt.

Cách dùng, liều lượng

Dùng làm nguyên liệu sản xuất vị thuốc Hà thủ ô đỏ đã chế biến.

HÀ THỦ Ô ĐỎ ĐÃ CHẾ BIẾN

Fallopiae multiflorae Radix Praeparata

Rễ củ của cây Hà thủ ô đỏ (*Fallopia multiflora* Thunb. Haraldson; Syn. *Polygonum multiflorum* Thunb.), họ Rau răm (Polygonaceae) đã được chế biến theo phương pháp sau đây.

Phương pháp chế biến

Nguyên liệu

Hà thủ ô đỏ (*Radix Fallopiae multiflorae*): 10 kg.

Đậu đen (*Semen Vignae*), loại xanh lòng: 1 kg (có thể dùng tới 3,3 kg).

Gạo tẻ hoặc gạo nếp: vừa đủ

Ngâm: Lấy Hà thủ ô đỏ loại tạp, rửa sạch, phân loại to nhỏ cho đều, thêm nước vo gạo ngập trên 5 cm, ngâm trong 24 h (nếu là mùa hè, sau mỗi 6 h đến 8 h phải thay nước vo gạo mới). Trong quá trình ngâm cần thỉnh thoảng khuấy đảo, sau đó vớt ra, rửa sạch, để ráo nước.

Nước vo gạo: Lấy gạo tẻ hoặc nếp, thêm nước, chà sát (vo) 2 - 3 lần, mỗi lần khoảng 2 min, gạn lấy nước, cứ 1 kg gạo vo lấy 4 lít nước, chuẩn bị trước khi dùng.

Chuẩn bị nước đậu đen: Lấy đậu đen rửa sạch cho vào nồi inox (không dùng nồi gang, sắt), thêm nước cho ngập, đun sôi nhỏ lửa đến khi đậu nhừ mà không bị trào dịch chiết khỏi nồi, thêm nước nếu cạn, gạn lấy nước (có thể lọc để lấy dịch trong, không lẫn tinh bột đậu), cứ 1 kg đậu đen lấy khoảng 20 lít dịch chiết, chuẩn bị trước khi dùng.

Nấu: Dùng nồi nấu phù hợp với lượng dược liệu, đặt vỉ bằng tre nửa hoặc inox ở đáy nồi, xếp Hà thủ ô đỏ đã ngâm

nước vo gạo ở trên vào nồi, thêm nước đậu đen cho ngập. Đun sôi sau đó sẽ hạ lửa (giảm gia nhiệt) từ từ cho đến khi sôi nhẹ lăn tăn trên mặt (để không bị cháy dược liệu), đun trong 6 h. Để qua đêm. Ngày tiếp theo, đảo những củ trên xuống dưới, tiếp tục đun như trên, đun lặp lại như vậy cho đến khi chín đều (củ mềm, cắt ngang thấy phần ngoài màu đen, phần trong tím hồng), trong khi đun có thể thêm nước nếu cần, tốt nhất là khi củ mềm thì nước cũng cạn. Lấy ra, để nguội đến khi thái không bị vỡ vụn, bỏ lõi, thái lát 2 - 3 mm, phơi hoặc sấy khô ở nhiệt độ 60 °C - 70 °C đến khi các lát hà thủ ô đã se, tẩm trở lại dịch Hà thủ ô thu được trong quá trình nấu (nếu còn) cho tới khi hết dịch. Tiếp tục phơi và sấy khô.

Ghi chú: Hà thủ ô đỏ và Đậu đen đạt tiêu chuẩn Dược điển Việt Nam. Gạo tẻ hoặc nếp đạt yêu cầu vệ sinh an toàn thực phẩm. Thực hiện quy trình bảo chế Hà thủ ô đỏ ở điều kiện thường.

Phương pháp cứu chưng cứu xái (chưng và phơi 9 ngày đêm) cũng được chấp nhận.

Lấy hà thủ ô đỏ đã thái lát, ngâm nước vo gạo 4 ngày đêm (96 giờ), đem rửa sạch, cho vào thạp đồng, đổ nước đậu đen cho ngập, đun cách thủy 9 h vào ban đêm, ngày phơi 12 h trong bóng râm, tối lại cho vào thạp đồng, rưới nước đậu đen và lại đun cách thủy tiếp. Đến tối thứ 9 nếu còn nước đậu đen thì tẩm vào Hà thủ ô phơi tiếp, sau đó sấy khô.

Không chế biến Hà thủ ô đỏ vào mùa nồm, dễ ẩm mốc. Không dùng dụng cụ bằng sắt để nấu hà thủ ô đỏ vì trong dược liệu có chất tương kỵ với sắt.

Mô tả

Hà thủ ô đỏ sau chế là các phiến mỏng khô, cứng, dày 1 mm đến 2 mm, màu nâu hoặc nâu thẫm, cong vênh. Chất cứng, mặt gãy phẳng, bóng, màu nâu hoặc đen. Vị đắng, hơi ngọt, hơi chất.

Định tính

A. Lấy 2 g bột dược liệu cho vào ống nghiệm, ngâm với 10 ml nước trong 30 min, gạn lấy 5 ml, thêm 3 giọt đến 4 giọt dung dịch natri hydroxyd 10 % (TT), dung dịch không được có màu đỏ sẫm. Song song làm một mẫu chứng (mẫu không thêm dung dịch natri hydroxyd 10%) trong cùng điều kiện để so sánh.

B. Lấy 0,1 g bột, thêm 10 ml dung dịch natri hydroxyd 10 % (TT) đun trong cách thủy trong 5 min, để nguội, lọc. Acid hóa dịch lọc bằng dung dịch acid hydrocloric 10 % (TT) đến môi trường acid (thử bằng giấy quỳ), sau đó lắc với 20 ml ether ethylic (TT), lớp ether ethylic có màu vàng cam, gạn lấy 5 ml ether, thêm 5 ml amoniac đậm đặc (TT), lớp amoniac sẽ có màu đỏ.

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

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄ (2 μm đến 10 μm).

Dung môi khai triển: Toluene - ethyl acetat - acetone - acid formic (5 : 2 : 2 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 0,25 g bột thô dược liệu, thêm 20 ml

methanol (TT), siêu âm (490 W) trong 30 min hoặc đun hồi lưu trên cách thủy 30 min. Để nguội. Lọc, để bay hơi dịch lọc đến cạn. Hòa tan cân bằng 2 ml *methanol* (TT) thu được dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O-β-D-glucosid chuẩn trong *methanol* (TT) để được dung dịch có nồng độ 1 mg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Nếu không có 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O-β-D-glucosid chuẩn thì dùng bột rễ củ Hà thủ ô đỏ (mẫu chuẩn thích hợp: dược liệu Việt Nam hoặc dược liệu nhập khẩu), chiết như mô tả trong 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 trong không khí ở nhiệt độ phòng. Quan sát các vết dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có một vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O-β-D-glucosid trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu hoặc 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.

Độ ẩm

Không quá 12,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không quá 9,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid hydrochloric

Không quá 2,0 % (Phụ lục 9.7).

Tạp chất (Phụ lục 12.11)

Tạp chất khác: Không quá 0,5 %.

Tỉ lệ xơ gỗ: Không quá 1,0 %.

Kim loại nặng

Không quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8, phương pháp 3).

Dùng 1 g dược liệu để thử và 2 ml *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb* (TT) để chuẩn bị dung dịch đối chiếu.

Chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 5,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Tiến hành theo phương pháp chiết nóng (Phụ lục 12.10), dùng *ethanol* 96 % (TT) làm dung môi.

Định lượng

Tiến hành Phương pháp sắc ký lỏng như mô tả trong chuyên luận Hà thủ ô đỏ.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,4 % 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O-β-D-glucosid (C₂₀H₂₂O₉), tính theo dược liệu khô kiệt.

Bảo quản

Để nơi khô, trong đồ đựng kín, tránh mốc, mốc.

Tính vị, quy kinh

Vị đắng, hơi ngọt, hơi chát, tính ấm. Vào các kinh can, thận và tâm.

Công năng, chủ trị

Bổ can thận, ích khí, trừ phong, tiêu ung nhọt, giải độc nhẹ. Chủ trị: cơ thể suy nhược, huyết hư, di tinh, đờm hạ, đại tiện ra máu, ung nhọt.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 8 g đến 12 g (có thể dùng đến 20 g), dạng thuốc sắc hoặc rượu thuốc.

Kiêng kỵ

Người tảo bón không nên dùng.

Không ăn các loại hành khi dùng thuốc vì hành làm thuốc phát tán không thu liễm vào huyết được.

HÀ THỦ Ô TRẮNG (RỄ)

Streptocauli Radix

Rễ được làm khô của cây Hà thủ ô trắng [*Streptocaulon juvenas* (Lour.) Merr.], họ Thiên lý (Asclepiadaceae). Thu hái quanh năm, đào lấy rễ củ về rửa sạch, phơi hay sấy khô. Có thể ngâm nước vo gạo 12 h rồi phơi hay sấy khô.

Mô tả

Rễ nạc hình trụ, đường kính 1 cm đến 3 cm. Mặt ngoài màu nâu nhạt đến nâu xám, có nếp nhăn và rãnh dọc, có nhiều lỗ vỏ nằm ngang và những vết tích của rễ con còn sót lại. Mặt cắt ngang có màu trắng ngà đến màu vàng nâu nhạt, nhìn thấy rõ tầng phát sinh libe-gỗ. Vị hơi đắng, có nhiều bột.

Vị phẫu

Mặt cắt ngang rễ hình tròn. Soi dưới kính hiển vi từ ngoài vào trong có: Lớp vỏ cấu tạo bởi nhiều hàng tế bào hình chữ nhật, xếp thành vòng đồng tâm và dày xuyên tâm. Mô mềm vỏ gồm những tế bào có thành mỏng, rải rác có các tinh thể calci oxalat hình khối. Libe cấp 2 bị phân chia bởi tia ruột thành các bó dài. Trong libe có sợi, ống nhựa mù. Tầng sinh libe-gỗ quan sát rõ. Gỗ cấp 2 cấu tạo bởi những mạch gỗ lớn, có thành dày, xếp nối tiếp thành từng dãy rời nhau trong mô mềm gỗ.

Bột

Màu nâu nhạt, vị đắng sau chát. Soi kính hiển vi thấy: Các mảnh mô mềm, nhiều tinh thể calci oxalat hình khối, hạt tinh bột đơn, kép đôi, kép ba, rải rác ở ngoài hay ở trong tế bào mô mềm. Các hạt tinh bột có rốn hạt hình chữ V hay chấm, những hạt to có thể quan sát thấy vân hạt. Mảnh bản màu vàng nâu. Nhiều mảnh mạch mạng, mạch chấm, sợi libe.

Định tính

A. Lấy 1,0 g bột dược liệu cho vào bình nón dung tích 250 ml, thấm ẩm bằng *amoniac đậm đặc* (TT) vừa đủ rồi thêm vào bình 20 ml đến 25 ml *cloroform* (TT), đun trên cách thủy sôi trong 2 min đến 3 min, lọc vào bình gạn qua giấy lọc đã được thấm ẩm bằng *cloroform* (TT). Lắc 2 lần, mỗi lần với 5 ml *dung dịch acid hydrochloric* 0,1 N (TT).