

Dung dịch được liệu đối chiếu: Nếu không có 6-gingerol chuẩn thì dùng 0,5 g bột thân rễ gừng khô (mẫu chuẩn), tiến hành chiết như mô tả ở mục Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 6 µl dung dịch trên. Sau khi khai triển xong, lấy bản mỏng ra để khô trong không khí. Phun thuốc thử *vanilin-acid sulfuric* (TT). Sấy bản mỏng ở 105 °C cho đến khi xuất hiện 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 được liệu đối chiếu hoặc trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết 6-gingerol trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 13,0 % (Phụ lục 12.13).

Tro toàn phần

Không quá 6,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid hydrocloric

Không quá 3,0 % (Phụ lục 9.7).

Tạp chất (Phụ lục 12.11)

Tạp chất: Không quá 1,0 %.

Ti lệ non xốp: Không quá 1,0 %.

Chất chiết được trong dược liệu

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

Không ít hơn 9,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt, dùng nước làm dung môi.

Không ít hơn 3,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt, dùng *ethanol* 90 % (TT) làm dung môi.

Định lượng

Định lượng tinh dầu trong dược liệu (Phụ lục 12.7).

Lấy 30 g dược liệu đã được nghiền nhỏ, thêm 300 ml nước, dùng 0,5 ml *xylene* (TT), tiến hành cất trong 3 h.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,8 % tinh dầu, tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến và tác dụng của vị thuốc

Can khương (Gừng khô): Lấy củ gừng tươi, phơi héo rồi đồ chín, phơi hay sấy khô hoặc sau khi đồ chín thái lát mỏng 1 - 2 mm, phơi hoặc sấy nhẹ đến khô.

Tính vị, quy kinh: Vị cay, tính ấm. Vào các kinh tâm, phế, tỳ, vị, thận, đại tràng.

Công năng, chủ trị: Ấm trung tiêu, trừ hàn, táo thấp, khu phong. Chủ trị: Đau bụng do hàn lạnh, trướng đầy, chi huyết, thông thấp, nôn mửa, thận dương hư, tử chi lạnh, thoát dương mạch yếu vô lực, ỉa chảy, dương hư đàm ẩm.

Cách dùng, liều lượng: Ngày dùng từ 4 g đến 12 g, có thể dùng tới 20 g, dạng thuốc sắc.

Bảo quản: Trong đồ đựng kín, tránh mốc.

Kiêng kỵ: Không có hàn thấp không được dùng.

Bào khương (Gừng khô sao cháy phun nước): Lấy can khương thái phiến (đoạn) dài 4 - 5 cm, sao cháy xém, lấy ra. vẩy nước vào lúc đang nóng rồi đập kín, để nguội.

Tính vị, quy kinh: Vị cay hơi đắng, tính đại nhiệt. Vào các kinh tỳ, thận.

Công năng, chủ trị: Ôn trung tán hàn, sinh huyết, chi huyết, giảm đau. Chủ trị: Chứng hàn trâm tích trong tạng phủ, tỳ hấp thụ kém, thận âm kém, sinh huyết kém, đại tiện ra máu, xuất huyết ngoài da, đau ở trung tiêu hạ tiêu, hành kinh đau bụng.

Cách dùng, liều lượng: Ngày dùng từ 4 g đến 8 g, có thể dùng tới 12 g, dạng thuốc sắc.

Bảo quản: Trong đồ đựng kín, tránh mốc, dùng trong vòng 30 ngày từ khi chế biến, để lâu mất tác dụng.

Kiêng kỵ: Không có hàn trâm tích trong tạng phủ không được dùng.

Thán khương, Hắc khương, Tiêu khương (Gừng khô sao tòn tính): Lấy can khương đã thái phiến, sao cháy đen bên ngoài, bên trong còn có màu vàng (sao tòn tính). Hạ thổ đập kín, để nguội.

Tính vị, quy kinh: Vị cay nhẹ, tính âm, mùi thơm hắc. Vào các kinh tỳ, thận, đại tràng, bàng quang.

Công năng, chủ trị: Cầm máu. Chủ trị các chứng chảy máu.

Cách dùng, liều lượng: Ngày dùng từ 4 g đến 12 g, có thể dùng tới 16 g, dạng thuốc sắc.

Bảo quản: Trong đồ đựng kín, tránh mốc, dùng trong vòng 30 ngày từ khi chế biến.

Kiêng kỵ: Huyết hàn, huyết ứ không dùng.

HÀ THỦ Ô ĐỎ (Rễ củ)

Fallopiae multiflorae Radix

Má ón, Khua linh

Rễ củ được làm khô của cây Hà thủ ô đỏ (*Fallopia multiflora* Thunb. Haraldson; Syn. *Polygonum multiflorum* Thunb.), họ Rau răm (Polygonaceae). Thu hoạch vào mùa thu và đầu mùa đông. Cắt bỏ phần thân leo đến sát gốc, đào nhẹ xung quanh để lấy được toàn bộ chùm rễ củ, tránh làm xây xát. Cắt bỏ hai đầu, rửa sạch, củ nhỏ để nguyên, củ to chặt thành miếng, phơi hay sấy khô.

Mô tả

Rễ nguyên dạng củ tròn, củ dài hoặc hình thoi, không đều. Củ nhỏ để nguyên, củ to bỏ đôi theo chiều dọc, hay chặt thành từng miếng, dài 6 cm đến 15 cm, đường kính 4 cm đến 12 cm; Mặt ngoài vỏ màu nâu đỏ, nâu hay nâu xám có những chỗ lõm lồi và các vết nhăn. Chất cứng chắc, khó bẻ. Mặt cắt ngang có lớp bản mỏng, màu nâu sẫm; mô mềm vỏ màu đỏ hồng. Phần thịt củ có màu trắng ngà hay nâu nhạt; ở giữa có ít lõi gỗ. Mùi nhẹ, vị hơi đắng, hơi ngọt và chát.

Vi phẫu

Lớp bản gồm 3 đến 4 hàng tế bào thành dày, chứa chất màu nâu. Mô mềm vỏ phát triển nhiều, rải rác có nhiều tinh thể calci oxalat hình cầu gai và hình thoi. Từng đám libe cấp 2 rời nhau xếp thành một vòng tròn ứng với các đám gỗ

cấp 2 ở bên trong. Tầng sinh libe-gỗ. Gỗ cấp 2 chạy vào đến tâm. Tia ruột chạy từ tâm cắt libe-gỗ cấp 2 thành từng đám. Ngoài ra có các bó libe-gỗ thứ cấp được hình thành sau gỗ cấp 2 nằm riêng lẻ hoặc chụm với nhau rải rác khắp mô mềm vỏ.

Bột

Mùi nhẹ, màu nâu hồng, vị hơi chát. Soi dưới kính hiển vi thấy: Nhiều hạt tinh bột đơn hoặc kép đôi, kép ba, nằm riêng lẻ hoặc kết thành khối, đường kính 5 μm đến 25 μm , hình gần tròn, rốn hình sao hay phân nhánh. Rải rác có các mảnh mạch điểm. Tinh thể calci oxalat hình cầu gai, đường kính 20 μm đến 50 μm . Mảnh bản gồm các tế bào hình đa giác thành dày có màu đỏ nâu. Mảnh mô mềm có tế bào thành mỏng chứa tinh bột. Sợi nhỏ dài có vách dày với nhiều ống trao đổi.

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) sẽ có màu đỏ sẫm.
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 căn 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 hydrocloric

Không quá 2,0 % (Phụ lục 9.7).

Tạp chất (Phụ lục 12.11)

Tạp chất khác: Không quá 0,5 %.

Ti lệ xơ gỗ: Không quá 1,0 %.

Chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 14,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Tiến hành theo phương pháp chiết lạnh (Phụ lục 12.10), dùng ethanol 30 % (TT) làm dung môi.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3). Tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng.

Pha động: Acetonitril - nước (25 : 75).

Các dung dịch chuẩn: Cân chính xác 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O- β -D-glucosid chuẩn và hòa tan trong methanol (TT) để được dung dịch nồng độ 1 mg/ml. Pha loãng dung dịch thu được bằng methanol (TT) để được dãy dung dịch chuẩn có nồng độ 10, 50, 100, 200, 400 $\mu\text{g/ml}$.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,2 g dược liệu (qua rây số 355) vào bình nón nút mài 100 ml, thêm chính xác 50 ml ethanol 50 % (TT), đập nắp và cân. Lắc siêu âm trong 30 min, để nguội, cân lại. Bổ sung ethanol 50 % (TT) để được khối lượng ban đầu, lắc đều, lọc qua màng lọc 0,45 μm được dung dịch tiêm sắc ký.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm $\times$ 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 μm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 320 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 μl .

Thời gian tiến hành sắc ký 27 min.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký 5 lần dung dịch chuẩn có nồng độ 100 $\mu\text{g/ml}$ 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O- β -D-glucosid.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Số đĩa lý thuyết của cột tính trên pic 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O- β -D-glucosid không nhỏ hơn 3000. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O- β -D-glucosid không lớn hơn 3,0 %. Độ lệch chuẩn tương đối thời gian lưu của pic 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O- β -D-glucosid không lớn hơn 3,0 %. Độ phân giải giữa pic 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-2-O- β -D-glucosid với pic gần nhất trên sắc ký đồ của dung dịch thử không nhỏ hơn 1,5.

Tiến hành sắc ký các dung dịch chuẩn. Vẽ đường biểu diễn sự tương quan giữa diện tích pic 2,3,5,4'-tetrahydroxystilben-

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 bở 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 xá (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