

Dung dịch thử: Lấy 20 g chế phẩm, tán nhỏ, nếu là hoàn mềm thì cắt nhỏ, thêm 40 ml *ether ethylic* (TT), lắc đều, đậy kín, để ngâm 2 h, thỉnh thoảng lắc, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy đến cạn. Hòa cồn trong 1 ml *ethanol* (TT).

Dung dịch đối chiếu: Lấy 1,5 g sơn thù đã tán nhỏ, thêm 20 ml *ether ethylic* (TT), lắc đều, đậy kín, để ngâm 2 h, thỉnh thoảng lắc, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy đến cạn. Hòa cồn trong 1 ml *ethanol* (TT).

Cách tiến hành: Châm riêng biệt lên bản mỏng 25 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm đến 14 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng. Quan sát bản mỏng dưới ánh sáng thường hoặc đặt bản mỏng vào bình đã bão hòa hơi *amoniac* (TT) rồi tiếp tục 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 đối chiếu.

Độ ẩm

Hoàn mềm: Không quá 15,0 % (Phụ lục 12.13).

Hoàn cứng: Không quá 12,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 85 °C, 4 h).

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, để nơi khô mát.

Công năng, chủ trị

Ư bổ can thận. Chủ trị: Can thận âm hư gây chóng mặt, ãng đầu, đau mỏi thắt lưng đầu gối, cốt chùng triền nhiệt, táo hãn về đêm, di tinh, tiêu khát.

Cách dùng, liều lượng

Mỗi lần 6 g hoàn cứng, hoàn mềm mỗi lần 1 hoàn, ngày 2 lần.

HOÀN MINH MỤC ĐỊA HOÀNG

Công thức

Thực địa (*Rehmanniae glutinosae Radix Praeparata*) 160 g
Sơn thù chế rượu

(*Corni officinalis Fructus Praeparatus*) 80 g

Mẫu đơn bì (*Moutan Cortex*) 60 g

Hoài sơn (*Dioscoreae persimilis Tuber*) 80 g

Phục linh (*Poria*) 60 g

Trạch tả (*Alismatis Rhizoma*) 60 g

Câu kỷ tử (*Lycii Fructus*) 60 g

Cúc hoa vàng (*Chrysanthemi indicis Flos*) 60 g

Đương quy (*Angelicae sinensis Radix*) 60 g

Bạch thược (*Paeoniae Radix Alba*) 60 g

Bạch tật lê (*Tribuli terrestris Fructus*) 60 g

Thạch quyết minh (nung) (*Halitidis Concha*) 80 g

Mật ong vừa đủ (*Mel q.s*)

Bào chế

Thực địa thái lát mỏng và sấy cùng tất cả các vị thuốc cho đến khô. Nghiền các vị thuốc trên thành bột mịn, trộn đều thành bột kép, rây qua rây số 180. Nếu làm hoàn cứng thì

lấy 100 g bột kép thêm 30 g đến 50 g mật luyện và hòa loãng trong lượng nước sôi thích hợp. Nếu làm hoàn mềm, cứ 100 g bột kép dùng 90 g đến 110 g mật luyện sôi, trộn đều cho nhuyễn, làm viên hoàn mềm 9 g.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Thuốc hoàn” (Phụ lục 1.11) và các yêu cầu sau:

Tính chất

Hoàn cứng: Hình cầu, cứng, màu đen đến nâu hơi đen, mùi thơm nhẹ của dược liệu, vị ngọt, sau đắng và se.

Hoàn mềm: Hình cầu, mềm nhuyễn, màu đen, mùi thơm nhẹ của dược liệu, vị ngọt, sau đắng và se.

Định tính

A. Định tính Hoài sơn, Trạch tả, Bạch linh: Soi bột chế phẩm dưới kính hiển vi với độ phóng đại thích hợp, so sánh với bột mẫu chuẩn của Hoài sơn, Bạch linh và Trạch tả, thấy: Các hạt tinh bột hình chuông, hình trứng, dài 10 µm đến 60 µm, rộng khoảng 20 µm, có vân đồng tâm, rón lệch tâm, hình châm hay hình vạch. Các hạt tinh bột hình trứng dài, hình bầu dục, đường kính 3 µm đến 14 µm, rón hình khe ngắn, hình chữ Y, đứng riêng lẻ hay kép đôi, kép 3. Các khối phân nhánh không đều, không màu; các sợi nấm không màu, hơi cong và phân nhánh.

B. Định tính Thạch quyết minh: Rửa 2 g hoàn trong một cốc có mỏ với nước, để lắng, phải có một ít tủa màu trắng hơi xám đọng ở đáy cốc, gạn lấy riêng tủa. Thêm 2 giọt dung dịch acid hydrocloric loãng (TT) vào tủa, thấy sủi bọt và giải phóng carbon dioxyl. Khí thoát ra được sục vào dung dịch calci hydroxyd bão hòa (TT) sẽ làm đục dung dịch calci hydroxyd. Thêm 2 ml nước vào cốc trên, khuấy và lọc. Điều chỉnh dịch lọc đến kiềm yếu rồi thêm một giọt dung dịch amoni oxalat 4 % (TT), xuất hiện tủa trắng.

C. Định tính Cúc hoa vàng, Đương quy.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Toluene - ethyl acetat (93 : 7).

Dung dịch thử: Lấy khoảng 10 g chế phẩm, nghiền mịn, thêm 50 ml ethanol (TT), lắc đều, ngâm 1 h, thỉnh thoảng lắc (hoặc siêu âm 30 min), lọc. Nếu là hoàn mềm thì trộn 10 g chế phẩm đã cắt nhỏ với 10 g Kieselsuhr, thêm 80 ml ethanol (TT), lắc siêu âm 30 min, để nguội, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy tới cạn. Hòa cồn trong 1 ml ethanol (TT).

Dung dịch đối chiếu (1): Lấy 1 g Cúc hoa vàng (mẫu chuẩn) đã cắt nhỏ, thêm 20 ml ethanol (TT), lắc đều, ngâm 1 h, lắc siêu âm 30 min, để nguội, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy tới cạn. Hòa cồn trong 1 ml ethanol (TT).

Dung dịch đối chiếu (2): Lấy 1 g Đương quy (mẫu chuẩn) đã cắt nhỏ, chiết như mô tả ở phần Dung dịch đối chiếu (1).

Cách tiến hành: Châm riêng biệt lên bản mỏng 15 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, phun dung dịch vanilin 1 % trong acid sulfuric (TT). Sấy bản mỏng ở 120 °C cho đến khi hiện 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 các dung dịch đối chiếu (1) và (2).

Độ ẩm

Hoàn mềm: Không quá 15,0 % (Phụ lục 12.13).

Hoàn cứng: Không được quá 13,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 100 °C, 4 h).

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, để nơi khô mát.

Công năng, chủ trị

Tư dưỡng can thận, minh mục. Chủ trị: Phong tà thừa lúc can thận âm hư xâm nhập kết hợp với nhiệt khí công lên mắt gây nên: Mắt có màng, chảy nước mắt, đồng tử giãn nhìn không rõ.

Cách dùng, liều lượng

Mỗi lần dùng 1 hoàn mềm hoặc 6 g đến 9 g hoàn cứng, ngày 2 lần.

HOÀN NGÂN KIỂU GIẢI ĐỘC

Công thức

Kim ngân hoa (<i>Lonicerae Flos</i>)	200 g
Liên kiều (<i>Forsythiae suspensae Fructus</i>)	200 g
Bạc hà (<i>Menthae Herba</i>)	120 g
Kinh giới tuệ (<i>Elsholtziae ciliatae Herba</i>)	80 g
Đạm đậu xị (Đỗ đen chế)	
(<i>Viguae cylindricae Semen Preparatum</i>)	100 g
Ngưu bàng tử sao (<i>Arctii lappae Fructus Praeparatus</i>)	120 g
Cát cánh (<i>Platycodonis grandiflori Radix</i>)	120 g
Đạm trúc điệp (<i>Lophatheri Herba</i>)	80 g
Cam thảo (<i>Glycyrrhizae Radix et Rhizoma</i>)	100 g
Mật ong vừa đủ (<i>Mel q.s</i>)	

Bào chế

Tán Kim ngân hoa và Cát cánh thành bột mịn và rây. Cát lấy tinh dầu Bạc hà và Kinh giới để riêng và thu lấy phần dịch nước cất vào bình đựng khác. Sắc bã Bạc hà và Kinh giới cùng 5 vị thuốc còn lại 2 lần, mỗi lần 2 h, gộp các dịch sắc và lọc. Phối hợp dịch lọc và dịch nước cất Bạc hà, Kinh giới ở trên, cô đến cao đặc. Thêm bột mịn Kim ngân và Cát cánh, trộn đều, sấy khô, tán thành bột mịn và rây. Phun tinh dầu Bạc hà và Kinh giới vào bột này rồi trộn đều. Cứ 100 g bột kép thêm 80 g đến 90 g mật ong luyện để chế thành hoàn mật 3 g.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Thuốc hoàn” (Phụ lục 1.11) và các yêu cầu sau:

Tính chất

Hoàn hình cầu, màu nâu, mùi thơm, vị hơi ngọt, đắng và cay. Mỗi hoàn 3 g.

Định tính

A. Soi kính hiển vi: Hạt phấn màu vàng, hình cầu, đường

kính 54 µm đến 68 µm. Nhiều đám calci oxalat, đường kính 5 µm đến 17 µm, trong mảnh mô mềm có ống nhựa mũ nối liền nhau, đường kính 14 µm đến 25 µm, chứa hạt nhỏ, màu vàng nhạt.

B. Định tính Kinh giới, menthol

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

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi triển khai: *n*-Hexan - ethyl acetat (17 : 3).

Dung dịch thử: Lấy 4 hoàn, nghiền mịn, thêm 3 g *diatomit*, trộn đều, thêm 20 ml *ether dầu hòa* (60 °C đến 90 °C) (TT), nút kín, lắc liên tục 15 min rồi ngâm qua đêm, lọc. Bốc hơi dịch lọc trên cách thủy đến còn khoảng 1 ml dùng làm dung dịch thử.

Dung dịch đối chiếu (1): Lấy 1 g bột Kinh giới (mẫu chuẩn), thêm 20 ml *ether dầu hòa* (60 °C đến 90 °C) (TT), chiết tiếp tục như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan menthol trong *ethanol* (TT) để được dung dịch có nồng độ 2 mg/ml.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng rồi phun dung dịch *anisaldehyd* (TT). Sấy bản mỏng ở 105 °C trong 10 min. 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 đối chiếu (1) và (2).

C. Định tính Liên kiều

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

Bản mỏng: *Silica gel GF₂₅₄*.

Dung môi triển khai: *Cloroform* - *methanol* (20 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 4 hoàn, nghiền mịn, thêm 3 g *diatomit*, trộn đều, thêm 30 ml *ethanol* (TT), đun sôi hồi lưu trên cách thủy 1 h, để nguội, lọc. Bốc hơi dịch lọc trên cách thủy đến khô. Hòa cồn trong 2 ml *ethanol* (TT).

Dung dịch đối chiếu: Lấy 2 g bột Liên kiều (mẫu chuẩn), thêm 40 ml nước, ngâm trong cách thủy 1 h, lọc. Bốc hơi dịch lọc trên cách thủy tới cạn. Hòa cồn trong 2 ml *ethanol* (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng rồi phun dung dịch gồm *anhydrid acetic* - *acid sulfuric* (20 : 1). Sấy bản mỏng ở 105 °C trong 10 min, quan sát dưới ánh sáng tử ngoại bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết phát huỳnh quang tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

D. Định tính Ngưu bàng tử, Cam thảo.

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

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi triển khai: *Cloroform* - *methanol* (95 : 5).

Dung dịch thử: Dùng dung dịch thử ở phần định tính Liên kiều.