

chuẩn trong *methanol* (TT) để được dãy dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 1, 10, 100, 200 và 400 µg/ml.
Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,2 g bột dược liệu (qua rây số 355) vào bình định mức 50 ml, thêm 10 ml *methanol* (TT), lắc siêu âm trong 30 min, để nguội, bổ sung *methanol* (TT) đến vạch. Trộn đều, ly tâm, lấy dịch trong lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Điều kiện sắc ký
Cột kích thước (30 cm × 3,9 mm) được nhồi pha tĩnh C (4 µm). Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 346 nm.
Tốc độ dòng: 0,8 ml/min.
Thể tích tiêm: 5 µl.
Cách tiến hành:
Tiến hành sắc ký theo chương trình dung môi như sau:

Thời gian (min)	Pha động A (% tt/tt)	Pha động B (% tt/tt)
0 - 20	90 → 10	10 → 90

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Tiêm 5 lần dung dịch chuẩn hỗn hợp, tiến hành sắc ký theo điều kiện đã mô tả. Thứ tự rửa giải: Palmatin clorid, berberin clorid. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic berberin clorid và palmatin clorid thu được trong 5 lần tiêm không được lớn hơn 5,0 %; Độ lệch chuẩn tương đối của thời gian lưu của pic berberin clorid và palmatin clorid của 5 lần tiêm không được lớn hơn 2,0 %; Số đĩa lý thuyết của cột tính theo pic berberin clorid và pic palmatin clorid không được nhỏ hơn 30.000.

Tiêm các dung dịch trong dãy dung dịch chuẩn, ghi sắc ký đồ, lập đường chuẩn biểu thị sự liên quan giữa nồng độ và diện tích pic berberin clorid.
Tiêm dung dịch thử, tiến hành sắc ký theo điều kiện đã mô tả, ghi sắc ký đồ. Căn cứ vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử và đường chuẩn đã lập, tính hàm lượng berberin clorid trong dược liệu.
Hàm lượng berberin clorid (C₂₀H₁₈NO₄Cl) không được ít hơn 0,33 % đối với loài *P. amurense* và không ít hơn 2,5 % đối với loài *P. chinensis*, tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến
Hoàng bá thái lát: Dược liệu khô đem rửa sạch, ủ mềm, thái lát dày 1 cm phơi khô, dùng sống.
Hoàng bá tẩm rượu sao: Để giảm bớt tính hàn. Cứ 1 kg Hoàng Bá đã thái phiến dùng 200 ml rượu trắng 40°, tẩm đều, ủ 2 h, sao có mùi thơm là đạt.
Hoàng bá tẩm muối sao: Sau khi thái lát, tẩm nước muối cho đều. Cứ 1,0 kg Hoàng bá đã thái phiến dùng 30 g muối ăn hòa với 200 ml nước sạch, tẩm đều sao khô có mùi thơm.
Hoàng bá thán sao: Cho Hoàng bá đã thái phiến vào chảo đun nhỏ lửa, đảo đều, khi Hoàng bá có màu đen là đạt.

Bảo quản
Dược liệu chưa chế biến: Để nơi thoáng gió, khô mát, tránh mốc mọt.

Dược liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, để nơi khô ráo, tránh mốc mọt, nên dùng trong 30 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh
Vị đắng, tính hàn. Vào các kinh thận, bàng quang.

Công năng, chủ trị
Thanh nhiệt táo thấp, tư âm giáng hỏa, giải độc. Chủ trị: Tả lỵ, thấp nhiệt, lâm lậu, hoàng đản, xích bạch đới, đau mắt đỏ, miệng lở loét, cước khí, cốt chùng lao nhiệt, ra mồ hôi trộm, di tinh, thấp chân.
Hoàng bá thái lát: Dùng sống để điều trị hoàng đản, nhiệt lỵ, lâm lậu, xích bạch đới.
Hoàng bá tẩm rượu sao: Trị viêm bàng quang, đau mắt đỏ, viêm lợi.
Hoàng bá tẩm muối sao: Trị các bệnh viêm nhiễm ở thận, bàng quang.
Hoàng bá thán sao: Trị tả lỵ ra máu, ra mồ hôi trộm, chảy máu ở bàng quang và đường tiết niệu.

Cách dùng, liều lượng
Ngày dùng từ 6 g đến 12 g, dạng thuốc sắc hoặc hoàn tán.

Kiêng kỵ
Không có thực hòa không nên dùng, tỳ vị hư hàn đại tiện phân lỏng, ăn kém không được dùng.

Ghi chú
Tránh nhầm với vỏ cây Núc Nác (*Oroxylon indicum* (L.) Vent.) còn gọi là Nam Hoàng bá, loại này vỏ mỏng, màu vàng nhạt không bóng.

HOÀNG CẨM (RỄ)
Scutellariae Radix
Điều cầm, Khô cầm

Rễ đã cạo vỏ và được làm khô của cây Hoàng cầm (*Scutellaria baicalensis* Georgi), họ Bạc hà (Lamiaceae). Thu hoạch vào mùa xuân, mùa thu, đào lấy rễ, loại bỏ thân, lá, rễ con, đất cát, phơi khô, đập bỏ lớp ráp ngoài (vỏ thô) đến khi vỏ màu nâu vàng, tiếp tục đem phơi khô.

Mô tả
Rễ (còn gọi là củ) hình chùy, vắn xoắn, dài 8 cm đến 25 cm, đường kính 1 cm đến 3 cm. Mặt ngoài nâu vàng hay vàng thẫm, rải rác có các vết của rễ con hơi lồi, phần trên hơi ráp, có các vết khía dọc vắn vẹo hoặc vân dạng mạng; phần dưới có các vết khía dọc và có các vết nhăn nhỏ.
Rễ (củ) có hai loại. Loại củ già, trong rỗng có màu đen, vỏ ngoài màu vàng gọi là Khô cầm, đây là loại tốt nhất (loại này tương đối hiếm). Loại củ ở giữa đầy đặn, cứng chắc mịn, vỏ ngoài có màu vàng, bên trong có màu hơi xanh gọi là Điều cầm.
Dược liệu không mùi, vị hơi đắng.

Bột
Màu vàng hay vàng nâu. Sợi libe rải rác hoặc tập hợp thành bó, hình thoi, dài 60 µm đến 250 µm, đường kính 9 µm đến

33 μm , thành dày có nhiều ống trao đổi nhỏ. Tế bào đá hơi tròn hoặc hình vuông hay chữ nhật, thành dày hay rất dày. Tế bào bản màu vàng nâu, nhiều cạnh. Mạch mạch nhiều, thường là mạch mạng, đường kính 24 μm đến 27 μm . Sợi gỗ thường đứt gãy, đường kính 12 μm với các lỗ xiên rải rác. Nhiều hạt tinh bột, hạt đơn hình cầu đường kính 2 μm đến 10 μm , có rốn nổi rõ, có khi hạt kép 2 đến 3.

Định tính

A. Lấy 2 g bột dược liệu, thêm 20 ml *ethanol* (TT), đun hồi lưu trên cách thủy 15 min, lọc. Lấy dịch lọc tiến hành các phản ứng sau:

Lấy 1 ml dịch lọc, nhỏ thêm 2 giọt đến 3 giọt *dung dịch chỉ acetat* 9,5 % (TT), sẽ có tủa màu vàng.

Lấy 1 ml dịch lọc, cho thêm 1 ít bột *magnesi* (TT) và 3 giọt đến 4 giọt *acid hydrochloric* (TT) sẽ có màu đỏ.

B. Lấy 0,5 g bột dược liệu, thêm 20 ml *ether* (TT), đun hồi lưu trên cách thủy 5 min, để nguội, lọc. Bóc hơi dịch lọc đến khô, hòa tan cần trong 10 ml *ethanol* (TT). Lấy 3 ml *dung dịch*, nhỏ thêm 1 giọt đến 2 giọt *dung dịch sắt* (III) *clorid* 5 % (TT), xuất hiện màu lục xám sau chuyển thành màu nâu tím.

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

Bản mỏng: *Silica gel* G.

Dung môi khai triển: *Toluen* - *ethyl acetat* - *methanol* - *acid formic* (10 : 3 : 1 : 2).

Dung dịch thử: Lấy 1 g bột dược liệu, thêm 30 ml hỗn hợp *ethyl acetat* - *methanol* (3 : 1), đun sôi hồi lưu trong cách thủy trong 30 min, để nguội, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy đến cạn. Hòa tan cần trong 5 ml *ethanol* (TT) được *dung dịch thử*.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 1 g bột Hoàng cầm (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 xong, lấy bản mỏng ra để khô trong không khí rồi phun *dung dịch sắt* (III) *clorid* 1 % trong *ethanol* (TT), sấy bản mỏng ở 105 °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 *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 6,0 % (Phụ lục 9.8).

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: *Methanol* - *dung dịch acid phosphoric* 0,5 % (47 : 53).

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác và hòa tan baicalin chuẩn trong *methanol* (TT) để được *dung dịch chuẩn* có nồng độ khoảng 25 $\mu\text{g/ml}$.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,3 g bột dược liệu (qua rây số 710) vào bình nón nút mài, thêm 40 ml *ethanol* 70 % (TT), đun hồi lưu trong cách thủy trong 3 h, để nguội, lọc. Chuyển dịch lọc vào bình định mức 100 ml, tráng rửa bình nón và cần 3 lần bằng *ethanol* 70 % (TT), mỗi lần 10 ml rồi gộp dịch rửa vào bình định mức trên, thêm *ethanol* 70 % (TT) vừa đủ đến vạch, trộn đều. Lấy chính xác 1 ml *dung dịch* trên vào bình định mức 10 ml, thêm *methanol* (TT) vừa đủ đến vạch, trộn đều, lọc qua màng lọc 0,45 μm được *dung dịch thử*.

Điều kiện sắc ký:

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

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 280 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml đến 2 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 μl .

Cách tiến hành

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Tiêm *dung dịch chuẩn*. Tính số đĩa lý thuyết, số đĩa lý thuyết không được dưới 2500 tính theo pic của baicalin.

Tiêm riêng biệt *dung dịch thử* và *dung dịch chuẩn*. Căn cứ vào diện tích pic thu được từ *dung dịch thử*, *dung dịch chuẩn* và hàm lượng $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_{11}$ của baicalin chuẩn, tính hàm lượng baicalin trong dược liệu.

Hàm lượng baicalin ($\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_{11}$) trong dược liệu không ít hơn 8,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Hoàng cầm thái phiến: Lấy dược liệu khô chưa thái lát, loại bỏ tạp chất (bỏ đầu cuống, cạo bỏ ruột đen đối với Khô cầm), rửa sạch, ủ một đêm cho mềm, thái lát mỏng, phơi hoặc sấy khô. Dùng sống.

Hoàng cầm tẩm rượu: Tác dụng của tẩm rượu sao là đưa Hoàng cầm đi lên vào phế. Cứ 10 kg hoàng cầm thái lát dùng 1,5 L rượu.

Lấy dược liệu đã thái lát, tẩm rượu sao theo hướng dẫn tại Phụ lục 12.20, pha lượng rượu quy định ở trên thành rượu 20°, tẩm đều vào dược liệu phiến, ủ 2 h, sao có mùi thơm (thường dùng).

Điều tẩm mật lợn sao: Lấy dược liệu đã thái phiến, tẩm với mật lợn pha loãng 100 lần cho vừa đủ ẩm, sao khô. Điều cầm tẩm mật lợn sao để trừ hỏa trong can đờm.

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để nơi khô, mát, tránh mốc, mọt. Dược liệu đã chế biến: Để trong lọ đậy kín, dùng trong vòng 3 tháng.

Tính vị, quy kinh

Vị đắng, tính hàn. Vào các kinh tâm, phế, can, đờm, đại tràng, tiểu tràng.

Công năng, chủ trị

Tả thực hỏa, thanh nhiệt, táo thấp, giải độc, chỉ huyết, an thai, lợi sữa. Chủ trị: Chứng thấp ôn, thử nhiệt, đau vùng

ngực, kiết lý, ỉa chảy, phế nhiệt, ho đờm vàng, hoàng đản, huyết nhiệt, chảy máu cam, động thai, không ra sữa.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 6 g đến 12 g, có thể dùng đến 30 g trong trường hợp thực hỏa quá mạnh, dạng thuốc sắc.

Kiêng kỵ

Người tỳ vị hư hàn, không có thấp nhiệt, thực hỏa thì không nên dùng.

HOÀNG ĐĂNG (Thân và Rễ)

Fibraurea Caulis et Radix

Vàng đằng

Thân và rễ đã được làm khô của cây Hoàng đằng hay cây Tiết dê (*Fibraurea recisa* Pierre và *Fibraurea tinctoria* Lour.), họ Tiết dê (Menispermaceae). Thu hái vào tháng 10, lấy rễ và thân cây về rửa sạch, cạo sạch lớp vỏ, cắt thành từng khúc, phơi hoặc sấy khô.

Mô tả

Những đoạn thân hoặc rễ hình trụ thẳng hoặc hơi cong, dài 10 cm đến 30 cm, đường kính 0,6 cm đến 3 cm. Mặt ngoài màu nâu có nhiều vân dọc và sọc của cuống lá (đoạn thân) hay sọc của rễ con (đoạn rễ). Mặt cắt ngang có màu vàng gồm 3 phần rõ rệt: Phần vỏ hẹp, phần gỗ có những tia ruột xếp thành hình nan hoa bánh xe, phần ruột ở giữa tròn và hẹp. Thê chất cứng, khó bẻ gãy, vị đắng.

Vị phẫu

Cả 2 loài có cấu tạo thân và rễ giống nhau.

Thân: Lớp vỏ còn sót lại gồm nhiều hàng tế bào hình chữ nhật xếp đều đặn. Mô mềm vỏ gồm những tế bào thành mỏng có hình gần tròn, hình trứng hay hình chữ nhật, rải rác có những tế bào mô cứng, thành dày, khoang rộng có nhiều vân rõ. Tinh thể calci oxalat hình lập phương, hình chữ nhật hay hình thoi nằm trong các tế bào mô cứng hoặc gần các tế bào mô cứng. Vòng mô cứng liên tục, uốn lượn, lõi lõm theo các bó libe-gỗ, gồm những tế bào thành dày, khoang rộng, rải rác cũng có tinh thể calci oxalat. Bó libe nằm sát vòng mô cứng, phân cách nhau bởi các tia ruột hẹp, gồm 2 đến 3 hàng tế bào hình chữ nhật. Bó gỗ gồm nhiều mạch gỗ to, phân cách nhau bởi những tia ruột, rải rác cũng có vài tế bào mô cứng. Mô mềm ruột gồm những tế bào tròn hay nhiều cạnh.

Rễ: Lớp vỏ còn sót lại gồm những tế bào hình chữ nhật thành dày. Tầng phát sinh ngoài gồm 1 lớp tế bào thành mỏng xếp đều đặn. Mô mềm vỏ cấu tạo bởi những tế bào thành dày hóa gỗ, có vân rõ, rải rác nhiều tinh thể calci oxalat hình lập phương hoặc hình thoi. Libe và gỗ cấp 2 chia thành 2 hoặc 3 nan quạt. Mỗi nan quạt bị các tia ruột rộng cắt thành nhiều nhánh.

Bột

Bột màu vàng. Soi dưới kính hiển vi thấy: Tế bào mô cứng hình chữ nhật, hình thoi hoặc gần như tròn màu vàng. Mạch mạch điểm, mạch vạch. Mạch mô mềm có tế bào chứa tinh bột. Tinh thể calci oxalat hình lập phương hay hình khối chữ nhật. Các hạt tinh bột có dạng tròn, hình chuông hay hình trái xoan, có nhiều hạt kép đôi, rón rở, đường kính 10 µm đến 23 µm.

Định tính

A. Quan sát lát cắt được liệu dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 366 nm sẽ thấy phát quang màu vàng tươi.

B. Lấy 0,1 g bột dược liệu, thêm 3 ml đến 4 ml *dung dịch acid sulfuric 1 % (TT)*, lắc kỹ, lọc, lấy 2 ml dịch lọc vào ống nghiệm, thêm 0,5 ml *nước clor (TT)* từ từ dọc thành ống nghiệm, giữa 2 lớp dung dịch sẽ có một vòng màu đỏ.

C. Lấy 0,2 g bột dược liệu, thêm 2 ml *ethanol 90 % (TT)*, ngâm trong 1 h. Lọc lấy dịch chiết, nhỏ lên phiến kính 1 giọt dịch chiết, rồi nhỏ vào đó 1 giọt *dung dịch acid nitric 32 % (TT)*. Sau 5 min đến 10 min đem soi kính hiển vi, sẽ quan sát thấy những tinh thể hình kim màu vàng.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Toluene - ethyl acetat - isopropanol - methanol - amoniac (6 : 3 : 1,5 : 1,5 : 0,5).

Dung dịch thử: Lấy 0,1 g bột dược liệu, thêm 5 ml *ethanol 90 % (TT)*, đun sôi trên cách thủy 2 đến 3 min, lọc, lấy dịch lọc làm dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan palmatin clorid chuẩn trong *ethanol 90 % (TT)* để được dung dịch có nồng độ 0,1 mg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 0,1 g bột Hoàng đằng (mẫu chuẩn của mỗi loài) chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 20 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai trong bình sắc ký bão hòa hơi amoniac, lấy bản mỏng ra để khô trong không khí. Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 366 nm, trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có ít nhất 2 vết màu vàng, trong đó có một vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết palmatin clorid trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu. Khi phun lên bản mỏng *thuốc thử Dragendorff (TT)*, trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và có cùng màu đỏ cam với vết palmatin clorid trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu và có các 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 14,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không quá 8,0 % (Phụ lục 9.8).

Tạp chất

Không quá 1,0 % (Phụ lục 12.11).