

1 h, để nguội, lọc, loại bỏ ether dầu hỏa. Lấy bã dược liệu, thêm 50 ml *ethyl acetat* (TT) đun hồi lưu trên cách thủy 30 min, để nguội, lọc. Bay hơi dịch lọc trên cách thủy đến cạn. Thêm vào cặn 2 ml *methanol* (TT), lắc siêu âm 1 min, lọc, được dung dịch thử.

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

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt 10 µl mỗi dung dịch trên lên bản mỏng. 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 bản mỏng 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 sắc với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 12,0 % (Phụ lục 9.6, 2 g, 100 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không quá 20,0 % (Phụ lục 9.8).

Tạp chất

Không được quá 1 % (Phụ lục 12.11).

Chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 10,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

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

Chế biến

Lấy dược liệu khô, rửa sạch, cắt đoạn dài 3 cm đến 5 cm, phơi khô và vi sao (Phụ lục 12.20).

Bảo quản

Đề nơi khô, thoáng, tránh ẩm.

Tính vị, quy kinh

Vị nhạt, tính bình. Vào kinh tỳ, vị

Công năng, chủ trị

Bình vị, hòa trung tiêu, chỉ thống. Chủ trị: Vị thống (Đau dạ dày), nuốt chua, ợ hơi, ngứa lở ngoài da.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng 12 g đến 16 g (có thể dùng 80 g đến 100 g), dạng thuốc sắc hoặc thuốc bột. Ngoài ra còn phối hợp lá Khôi với lá Vối, lá Hòe nấu nước tắm trị ngứa lở.

KHƯƠNG HOẠT (Thân rễ và Rễ)

Notopterygii Rhizoma et Radix

Tây khương hoạt

Thân rễ (còn gọi là rễ hay củ) và các rễ nhánh (nếu có) được làm khô của cây Khương hoạt (*Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang) hoặc Khương hoạt lá rộng (*Notopterygium franchetii* Bois.; Syn. = *Notopterygium*

forbesii Boiss.; *Drymoscias forbesii* (Bois.) Koso-Poljansky), thuộc họ Hoa tán (Apiaceae). Thân rễ lấy từ cây mọc tự nhiên hay được trồng. Thu hoạch vào cuối mùa xuân hay đầu mùa thu. Đào xung quanh gốc, nhổ cả khóm, cắt bỏ phần thân (sát gốc) và các rễ con, đem rửa sạch đất cát, đem phơi trong bóng râm cho đến khô. Không được sao tẩm vì khương hoạt kỵ lửa.

Mô tả

Khương hoạt: Thân rễ hình trụ thẳng hay hơi cong; dài 5 cm đến 20 cm, đường kính 0,6 cm đến 2,5 cm; đầu trên to, có sẹo của phần gốc thân; vỏ ngoài màu nâu xám hay nâu đen, có các vòng mấu ngang, sần sùi, nhiều nhất ở phần đầu. Nếu ở đoạn giữa cũng có các vòng mấu ngang gần nhau, nhìn giống “con tằm” thì được gọi là “Tằm khương”. Hoặc nếu ở đoạn giữa các vòng mấu thưa, tạo thành đốt, có các vết nhăn dọc, thì gọi là “Trúc tiết khương”. Trên Tằm khương và Trúc tiết khương đôi khi còn có các rễ nhánh, ngắn. Dược liệu khô thể nhẹ, hơi xốp, dễ bẻ gãy; mặt vết bẻ không phẳng, màu vàng nâu hay vàng ngà; mùi thơm nhẹ; vị hơi đắng và tê cay.

Khương hoạt lá rộng: Thân rễ có dạng gần giống hình chùy hay hình trụ; dài 8 cm đến 15 cm, đường kính 1 cm đến 3 cm; vỏ màu nâu hay vàng nâu, có nhiều vân nhăn dọc và các vòng mấu ngang, sát nhau ở phần đầu - loại này thường gọi là “Điều khương”. Loại thân rễ to và thô hơn loại Khương hoạt trên, màu nâu nhạt; phần đầu trên to, xù xì, có vết cắt của vài gốc thân mang lá; đoạn giữa có dạng đốt ngắn; có các u sẹo không đều - loại này cũng thường gọi là “Đại đầu khương”. Dược liệu khô thể nhẹ, hơi xốp, dễ bẻ, bề mặt vết bẻ hơi phẳng, màu vàng nhạt; mùi thơm nhẹ; vị nhạt.

Loại dược liệu có đầu mấu cứng như đầu con tằm, bên trong thịt màu nâu đậm, xốp nhẹ, không mốc mọt, thơm mát là loại tốt.

Định tính

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

Bản mỏng: *Silica gel GF₂₅₄*.

Dung môi khai triển: *Cloroform* - *methanol* (8 : 2).

Dung dịch thử: Lấy 1 g bột dược liệu, thêm 5 ml *methanol* (TT), siêu âm 20 min, để lắng và dùng lớp dung dịch ở phía trên làm dịch chấm sắc ký.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan nodakenin chuẩn trong *methanol* (TT) để được dung dịch có nồng độ khoảng 0,5 mg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Nếu không có nodakenin chuẩn, lấy 1 g bột Khương hoạt (mẫu chuẩn), chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 4 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng. Quan sát bản mỏng dưới ánh sáng tử ngoại bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và cùng màu với

vết nodakemin trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu, hoặc 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.

Sắc ký đồ đặc trưng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Dung dịch thử: Dùng dung dịch ở phần Định lượng.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan notopterol chuẩn và isoimperatorin chuẩn trong methanol (TT) để được dung dịch có nồng độ lần lượt chính xác khoảng 60 µg/ml và 30 µg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 0,4 g bột Khương hoạt (mẫu chuẩn), chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử trong mục Định lượng.

Điều kiện sắc ký:

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

Nhiệt độ cột: 25 °C.

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 246 nm.

Tốc độ dòng: 1,0 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

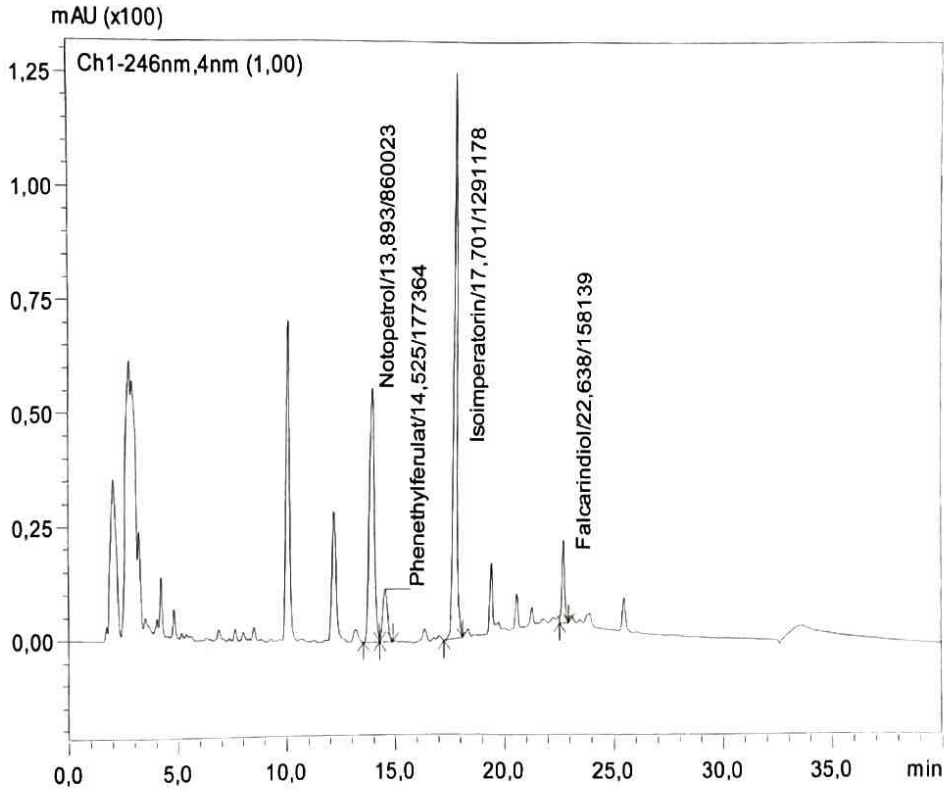
Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký theo chương trình dung môi sau đây:

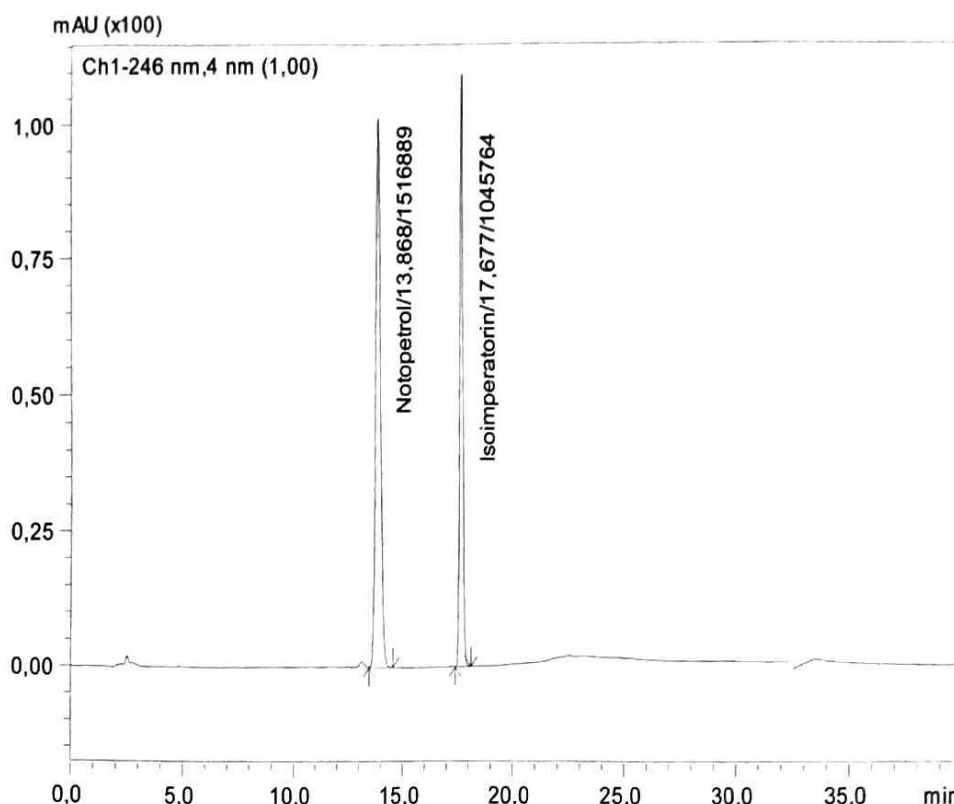
Thời gian (min)	Acetonitril (% tt/tt)	Dung dịch acid phosphoric 0,1 % (% tt/tt)
0 - 6	48 → 53	52 → 47
6 - 12	53	47
12 - 20	53 → 80	47 → 20
20 - 30	80	20

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu, số đĩa lý thuyết của cột tính theo pic notopterol không nhỏ hơn 18.000. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic notopterol thu được từ 6 lần tiêm lặp lại không lớn hơn 2,0 %.

Yêu cầu: Sắc ký đồ của dung dịch thử phải xuất hiện 4 pic: notopterol, phenethylferulat, isoimperatorin và faltarindiol có thời gian lưu tương ứng với các pic trên sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu, xác định vị trí 4 pic nêu trên dựa vào sắc ký đồ đặc trưng của dung dịch dược liệu đối chiếu tại Hình 1, trong đó pic notopterol và isoimperatorin có thời gian lưu tương ứng với các pic này trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu.



Hình 1 - Sắc ký đồ đặc trưng của dung dịch dược liệu đối chiếu



Hình 2 - Sắc ký đồ dung dịch chất đối chiếu

Độ ẩm

Không quá 11,0 % (Phụ lục 12.13).

Tro toàn phần

Không quá 8,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không quá 3,0 % (Phụ lục 9.7).

Tạp chất

Không quá 1,0 % (Phụ lục 12.11).

Chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 15,0 %, 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

Tinh dầu

Tiến hành theo phương pháp “Định lượng tinh dầu trong dược liệu” (Phụ lục 12.7). Lấy 30 g dược liệu, thêm 500 ml nước, cất trong 2 h.

Hàm lượng tinh dầu trong dược liệu không ít hơn 1,4 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Notopterol và isoimperatorin

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: *Acetonitril* - nước (44 : 56), điều chỉnh tỷ lệ nếu cần thiết.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,4 g bột dược liệu (qua rây số 355) vào bình nón nút mài, thêm chính

xác 50 ml *methanol* (TT), đập nút bình và cân xác định khối lượng. Lắc siêu âm trong 30 min (250 W, 50 kHz), để nguội và cân lại, bổ sung *methanol* (TT) để được khối lượng ban đầu, lắc đều, lọc qua màng lọc 0,45 μ m.

Dung dịch chuẩn: Hòa tan notopterol chuẩn và isoimperatorin chuẩn trong *methanol* (TT) để được dung dịch có nồng độ hai chất lần lượt chính xác khoảng 60 μ g/ml và 30 μ g/ml.

Điều kiện sắc ký:

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

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 310 nm.

Tốc độ dòng: 1,0 - 1,5 ml/min.

Thể tích tiêm: 5 μ l với dung dịch chuẩn và 5 - 10 μ l với dung dịch thử.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, số đĩa lý thuyết của cột tính trên pic notopterol không nhỏ hơn 5000. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic notopterol thu được từ 6 lần tiêm lặp lại không lớn hơn 2,0 %. Thứ tự rửa giải: notopterol, isoimperatorin.

Tiến hành sắc ký lần lượt dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Dựa vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{21}H_{22}O_5$ của notopterol chuẩn và $C_{16}H_{14}O_4$ của isoimperatorin chuẩn, tính hàm lượng tổng cộng của notopterol và isoimperatorin trong dược liệu.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,4 % tổng lượng notopterol ($C_{21}H_{22}O_5$) và isoimperatorin ($C_{16}H_{14}O_4$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Khương hoạt thái phiến: Dược liệu khô, rửa sạch, ủ mềm, thái phiến dày, phơi trong bóng râm đến khô.

Mô tả: Các lát cắt ngang hoặc xiên có hình gần tròn, không đều. Bên ngoài màu nâu tới đen, bề mặt lát có màu nâu ở phía ngoài, trắng ngà ở phần gỗ, đôi khi thấy các tia xuyên tâm. Chết nhẹ và giòn. Mùi thơm, vị hơi đắng và cay. Không được sao tẩm vì Khương hoạt kỵ lửa.

Định tính bằng sắc ký lớp mỏng: Yêu cầu và phương pháp thử như đối với dược liệu thô (dược liệu chưa thái phiến).

Độ ẩm: Không quá 9,0 % (Phụ lục 12.13).

Tro toàn phần, Sắc ký đồ đặc trưng, Chất chiết được trong dược liệu, Định lượng: Yêu cầu và phương pháp thử như đối với dược liệu thô (dược liệu chưa thái phiến).

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để nơi khô, tránh mốc mọt.

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

Tính vị, quy kinh

Vị đắng, cay, tính ôn. Vào các kinh can, thận, bàng quang.

Công năng, chủ trị

Phát hãn, giải biểu, trừ phong, thấp thấp, lợi tiểu. Chủ trị: Chứng du phong (đau nhức khắp người, cảm mạo phong hàn, đau đầu cứng gáy, phong thấp tê đau vai, lưng đau mỏi), Khương hoạt trị bệnh ở phần trên cơ thể: trúng phong đau đầu, phụ nữ mắc chứng trướng hà (hôn cục do huyết tích trong bụng). Trong thực tế phù thũng dùng Khương hoạt lợi tiểu tốt hơn Độc hoạt.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 4 g đến 8 g, dạng thuốc sắc. Tán bột làm viên hoàn tùy theo yêu cầu của bài thuốc.

Kiêng kỵ

Huyết hư mà không có phong hàn, thực tà thì không nên dùng.

KIM ANH (Quả)

Rosae laevigatae Fructus

Kim anh tử

Quả già được làm khô của cây Kim anh (*Rosa laevigata* Michx.). Họ Hoa hồng (Rosaceae). Thu hái vào mùa thu, khi “quả” chín có màu mơ vàng tới màu đỏ, hái về, loại bỏ tạp chất, phơi hoặc sấy khô, bỏ gai cứng.

Mô tả

Quả già (đế hoa lõm biến thành), hình trứng ngược hoặc bầu dục, dài 2 cm đến 4 cm, rộng 1 cm đến 2 cm. Mặt

ngoài màu da cam, nâu đỏ hoặc nâu sẫm bóng, hơi nhăn nheo, có các chấm màu nâu nhô lên là vết của gai đã rụng. Đầu trên mang vết tích của lá đài và nhị. Đầu dưới còn sót lại một đoạn cuống ngắn. Chất cứng. Mặt cắt rộng ở giữa, có độ dày thành lỗ 1 mm đến 2 mm, thành trong có nhiều hạt (quả đóng) màu vàng nâu nhạt, rất cứng và có lông tơ màu vàng nhạt. Vị hơi ngọt, chát.

Ghi chú: Quả kim anh loại quả to, cùi dày, đã phơi khô, không mốc mọt là loại tốt.

Định tính

Lấy 2 g bột dược liệu, thêm 15 ml nước cất, đun cách thủy 5 min, lọc đều, lọc. Dùng dịch lọc để tiến hành các phản ứng sau:

Lấy 1 ml dịch lọc, thêm 0,5 ml dung dịch natri hydrocarbonat bão hòa (TT), thêm một giọt dung dịch sắt (III) clorid 5 % (TT). Lắc, dung dịch có màu tím đậm. Thêm 5 ml dung dịch acid hydrocloric 10 % (TT), dung dịch mất màu.

Lấy 0,5 ml dịch lọc, thêm 1 ml thuốc thử Fehling (TT), đun sôi, xuất hiện tủa đỏ gạch.

Nhỏ 1 giọt dịch lọc trên phiến kính, thêm 2 giọt dung dịch phenylhydrazin hydroclorid 10 % (TT), đẩy lá kính lên. Vài phút sau soi kính hiển vi thấy có tinh thể hình kim màu vàng.

Lắc mạnh 2 ml dịch lọc trong 1 min, xuất hiện nhiều bọt.

Độ ẩm

Không quá 18,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không quá 5,0 % (Phụ lục 9.8).

Tạp chất

Không quá 1,0 % (Phụ lục 12.11).

Chế biến

Thịt quả kim anh (Kim anh nhục): Lấy quả khô, ngâm nước cho mềm rồi bỏ đôi, cho vào túi vải xóc cho hết gai, rửa sạch, cạo bỏ hết hạt và lông phía bên trong quả, phơi hoặc sấy khô, dùng làm thuốc sắc hoặc tán bột làm viên hoàn.

Ghi chú: Quả Kim anh chưa bỏ hạt và lông (gai) thường dùng để nấu cao đặc, khi nấu cao thì chỉ cần bỏ đôi quả Kim anh không cần bỏ hạt và lông, nhưng trong quá trình nấu phải lọc kỹ để bỏ hết hạt và gai. Khi cao đặc đạt độ 1 ml cao bằng 10 g quả Kim anh thì cho ít rượu 40° vào cao đặc và khuấy đều để bảo quản. Cao kim anh nếu không bảo quản bằng rượu 40° thì dễ bị chua, lên men, hỏng.

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để nơi khô, thoáng, tránh mốc, mọt.

Dược liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, để nơi khô ráo, tránh ẩm mốc. Thuốc bột, thuốc phiến nên dùng trong vòng 30 ngày và dạng cao đặc nên dùng trong vòng 90 ngày sau khi chế biến.