

Dung dịch được liệu đối chiếu: Lấy khoảng 1 g Ngũ gia bì hương (mẫu chuẩn), tiến hành như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt trên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. 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)* và sấy ở nhiệt độ 105 °C trong 5 min. Quan sát bản mỏng dưới ánh sáng thường hoặc dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ dung dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và cùng màu sắc với vết siringin trên sắc ký đồ 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 được liệu đối chiếu.

Độ ẩm

Không được quá 13,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không được quá 12,0 % (Phụ lục 9.8). Dùng 1 g được liệu.

Tạp chất

Không được quá 1 % (Phụ lục 12.11).

Chất chiết được trong được liệu

Không ít hơn 3,5 %, tính theo được liệu khô kiệt.
Tiến hành theo phương pháp chiết nóng (Phụ lục 12.10), dùng *ethanol 96 % (TT)* làm dung môi.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).
Pha động A: *Acetonitril (TT)*.
Pha động B: *Dung dịch natri dihydrophosphat 0,05 M (TT)*.
Dung dịch chuẩn: Hoà tan siringin chuẩn trong *methanol (TT)* để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 0,02 mg/ml.
Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,5 g bột được liệu (qua rây có đường kính mắt rây 0,25 mm) cho vào bình nón nút mài dung tích 100 ml, thêm chính xác 50 ml hỗn hợp *methanol - nước (70 : 30)*, cân, siêu âm 30 min, để nguội, cân lại và bổ sung lượng dung môi đã mất bằng cùng hỗn hợp dung môi, lọc qua giấy lọc. Lấy dịch lọc thu được lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Điều kiện sắc ký:
Cột kích thước (25 cm × 4 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 µm).
Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 265 nm.
Tốc độ dòng: 0,5 ml/min, điều chỉnh nếu cần.
Thể tích tiêm: 10 µl.
Cách tiến hành:
Tiến hành sắc ký theo chương trình dung môi như sau:

Thời gian (min)	Pha động A (% t/tt)	Pha động B (% t/tt)
0 - 50	10 → 30	90 → 70
50 - 60	30 → 100	70 → 0

Tiêm 6 lần dung dịch chuẩn, tiến hành sắc ký theo điều kiện đã nêu trên, ghi sắc ký đồ. Độ lệch chuẩn tương đối

tính theo diện tích pic siringin không được quá 2,0 %.
Tiêm riêng biệt dung dịch chuẩn, dung dịch thử. Dựa vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng C₁₇H₂₄O₉ của siringin chuẩn, tính hàm lượng siringin trong được liệu.
Được liệu phải chứa không ít hơn 0,15 % siringin (C₁₇H₂₄O₉), tính theo được liệu khô kiệt.

Chế biến

Ngũ gia bì hương thái phiến: Lấy được liệu khô, rửa qua cho sạch cát bụi, thái phiến dày 1 cm đến 2 cm, phơi trong bóng râm cho khô, không sao tẩm.

Bảo quản

Được liệu chưa chế biến: Để trong các đồ đựng chống ẩm, để nơi khô ráo, phòng tránh nấm, mốc.
Được liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, chống ẩm mốc, mất tinh dầu, đổi màu, nên dùng trong 30 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh

Vị cay, đắng, mùi thơm, tính ôn. Vào kinh can, thận.

Công năng, chủ trị

Khu phong, trừ thấp, bổ can thận. Chủ trị: Phong thấp tê đau, gân cốt mềm yếu, đau bụng do sán khí, liệt dương, chân tay lạnh, sợ lạnh, thể lực suy yếu. Trẻ em còi xương chậm lớn.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 6 g đến 12 g, có thể dùng 16 g, dạng thuốc sắc. Tán bột làm viên hoàn theo yêu cầu của bài thuốc.

Kiểm kê

Chứng âm hư hỏa vượng, không phải phong thấp không nên dùng.

NGŨ VỊ TỬ (Quả)
Schisandrae chinensis Fructus
Ngũ vị tử bắc

Quả chín được làm khô của cây Ngũ vị bắc [*Schisandra chinensis* (Turcz.) Baill], họ Ngũ vị (Schisandraceae). Thu hoạch vào mùa thu, hái lấy quả chín, phơi khô hoặc sau khi đồ chín rồi phơi khô, loại bỏ cuống và tạp chất.

Mô tả

Quả hình cầu không đều hoặc hình cầu dẹt, đường kính 5 mm đến 8 mm. Mặt ngoài màu đen, nhẵn nhéo, có dầu, thịt quả mềm. Có 1 hạt đến 2 hạt hình thận, mặt ngoài trắng hơi ngà. Vỏ hạt mỏng, giòn. Thịt quả mùi nhẹ, vị chua. Sau khi đập vỡ, nhân hạt màu trắng, có mùi thơm, vị cay, hơi đắng.

Vi phẫu

Vỏ quả ngoài gồm một hàng tế bào hình vuông hoặc hình chữ nhật, thành hơi dày, bên ngoài phủ lớp cutin, rải rác có tế bào dầu.

Vỏ quả giữa có 10 hàng tế bào mô mềm hoặc hơn, chứa hạt tinh bột, rải rác có những bó mạch chồng chất, nhỏ.

Vỏ quả trong gồm 1 hàng tế bào mô mềm hình vuông nhỏ. Lớp ngoài của vỏ hạt có 1 hàng tế bào mô cứng, hình thuôn dài, thành dày, có các lỗ nhỏ dày đặc và các ống lỗ. Ngay bên dưới lớp ngoài của vỏ hạt có vài hàng tế bào mô cứng gồm các tế bào hình gần tròn, hình tam giác, hoặc hình đa giác có lỗ lớn hơn. Bên dưới lớp tế bào mô cứng có vài hàng tế bào mô mềm.

Phần sống noãn của hạt có các bó mạch; có một hàng tế bào hình chữ nhật chứa các giọt dầu màu vàng nâu, dưới nữa là 3 hàng đến 5 hàng tế bào nhỏ.

Tế bào vỏ trong của hạt nhỏ, thành hơi dày, xếp thành hàng. Tế bào nội nhũ chứa giọt dầu béo và hạt aleuron.

Bột

Màu tía thẫm, tế bào mô cứng của vỏ hạt có hình đa giác hoặc đa giác kéo dài khi nhìn trên bề mặt, đường kính 18 µm đến 50 µm, thành dày với các ống lỗ nhỏ, sát nhau; các khoang chứa chất dầu màu nâu sẫm. Tế bào mô cứng của lớp trong vỏ hạt có hình đa giác, hình tròn hoặc các dạng hình không đều, đường kính tới 83 µm, thành hơi dày với lỗ to. Tế bào vỏ quả ngoài hình đa giác khi nhìn trên bề mặt, thành tế bào phía ngoài lồi lên tạo thành dạng chuỗi hạt, phủ lớp vân cutin; rải rác có tế bào dầu. Tế bào vỏ quả giữa nhăn nheo, chứa chất màu nâu và hạt tinh bột.

Định tính

A. Lấy 1 g dược liệu thô, cho vào ống nghiệm, thêm 10 ml nước, ngâm 10 min, thỉnh thoảng lắc đều, lọc. Cô bốc hơi dịch lọc đến còn 2 ml đến 3 ml, cho thêm 10 ml đến 15 ml ethanol 96 % (TT), lắc mạnh trong 5 min, lọc. Bốc hơi hết ethanol, thêm nước đến 10 ml, thêm 1 ít bột than hoạt, lắc đều, lọc. Lấy 2 ml dịch lọc, trung hòa bằng dung dịch natri hydroxyd 5 % (TT), thêm 1 giọt dung dịch đồng sulfat 10 % (TT), đun sôi, lọc, thêm 1 giọt dung dịch kali permanganat 5 % (TT), màu tím biến mất, xuất hiện kết tủa trắng.

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

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Lấy lớp trên của hỗn hợp ether dầu hỏa (30 °C đến 60 °C) - ethyl format - acid formic (15 : 5 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 1 g bột dược liệu thêm 20 ml cloroform (TT). Đun hồi lưu cách thủy khoảng 30 min, lọc, bốc hơi dịch lọc tới cạn. Hòa tan cặn trong 1 ml cloroform (TT) được dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan deoxyschisandrin chuẩn trong cloroform (TT) để được dung dịch có nồng độ 1 %.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Nếu không có chất đối chiếu thì dùng 1 g Ngũ vị tử (mẫu chuẩn), 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 ở nhiệt độ phòng rồi quan sát bản mỏng dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Trên sắc ký đồ của dung

dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết deoxyschisandrin 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 13,0 % (Phụ lục 12.13).

Tro toàn phần

Không quá 5,0 % (Phụ lục 9.8).

Tạp chất

Không quá 1,0 % (Phụ lục 12.11).

Tỉ lệ vụn nát

Quả có đường kính dưới 0,5 cm: Không quá 5 % (Phụ lục 12.12).

Chất chiết được trong dược liệu

Không được dưới 19,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

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

Dùng ethanol 96 % (TT) làm dung môi.

Chế biến

Ngũ vị tử tẩm mật sao: Cừ 10 kg Ngũ vị tử khô dùng 300 ml mật mía pha với 300 ml nước sạch, trộn đều, ủ 2 h cho ngấm vào quả Ngũ vị tử, sao có mùi thơm, phòng đều là đạt. Tẩm mật sao làm giảm độ chua của Ngũ vị tử, có tác dụng nhuận phế, giảm ho khan. Khi dùng giã giập.

Ngũ vị tử sao với hoàng tửu: Sao rượu theo hướng dẫn tại Phụ lục 12.20. Sao rượu để ninh tâm (Hoàng tửu là rượu nấu bằng cao lương).

Bảo quản

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

Dược liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, khi dùng mới giã giập, nếu giã trước dễ mốc mọt.

Tính vị, quy kinh

Vị chua, tính ôn. Vào các kinh phế, thận.

Công năng, chủ trị

Tả hỏa, nhuận phế, bổ thận, cố tinh, thu liễm. Chủ trị: Ho lâu ngày không khỏi, di tinh, mộng tinh, đái són, tiểu tiện nhiều lần trong ngày, trệ đái dầm, tiêu chảy do thận dương hư, ra mồ hôi trộm.

Ngũ vị tử phối hợp với Đan sâm để ninh tâm, điều hòa huyết áp, trị chứng tim hồi hộp.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 2 g đến 6 g, có thể dùng liều 8 g đến 12 g, dạng thuốc sắc. Nếu làm viên hoàn thì sắc lấy nước làm áo, không dùng cả hạt vì sinh chứng cố tinh.

Kiêng kỵ

Ngoài do biểu tà, trong thực nhiệt không được dùng.

Ghi chú

Loại quả vỏ màu đỏ hoặc đỏ hồng là Nam ngũ vị tử, không nhầm với Ngũ vị tử bắc.