

Dung dịch thử: Lấy khoảng 10 g bột dược liệu, thêm 100 ml *methanol* (TT). Đun hồi lưu trong cách thủy 15 min. Lấy dịch chiết, lọc qua giấy lọc, cô dịch lọc trên cách thủy đến còn 5 ml để làm dịch chấm sắc ký.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy khoảng 10 g bột rễ Xích đồng nam (mẫu chuẩn), tiến hành chiết như dung dịch thử.

Cách tiến hành: Châm riêng biệt lên bản mỏng 10 μ l mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai, lấy bản mỏng ra để khô trong không khí. Quan sát sắc ký đồ dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 366 nm và hiện màu bằng hơi iod. 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 10,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không quá 12,0 % (Phụ lục 9.8).

Tạp chất

Không quá 2 % (Phụ lục 12.11).

Định lượng

Cân chính xác khoảng 10 g bột dược liệu (qua rây số 355) cho vào bình nón. Thêm 100 ml *methanol* (TT), lắc siêu âm 30 min, gạn lấy dịch chiết. Bã được chiết như trên 2 lần nữa. Gộp các dịch chiết *methanol*, cất thu hồi *methanol* dưới áp suất giảm đến còn khoảng 20 ml dịch chiết. Thêm 10 ml nước nóng, đun trong cách thủy 60 °C trong 30 min, khuấy kỹ để hòa tan. Lọc nóng qua bông, sau đó lọc tiếp qua giấy lọc gấp nếp. Lọc và tráng nhiều lần để thu dịch lọc (5 ml nước nóng/1 lần $\times$ 5 lần). Để nguội, gộp dịch lọc và dịch tráng vào bình gạn, lắc với *ethyl acetat* (TT) 5 lần, mỗi lần 50 ml. Gộp dịch chiết *ethyl acetat*, cất thu hồi dung môi dưới áp suất giảm còn khoảng 20 ml, cho dịch chiết này vào cốc đã cân bì. Bốc hơi trên cách thủy tới cạn. Sấy cạn ở 60 °C đến khối lượng không đổi, để nguội trong bình hút ẩm 30 min rồi đem cân ngay. Tính hàm lượng cần thu được.

Hàm lượng cần thu được phải không được ít hơn 0,2 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Lấy dược liệu khô, loại bỏ tạp chất, thái phiến dày 2 mm đến 3 mm, sao vàng (Phụ lục 12.20).

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để trong đồ đựng kín, tránh ẩm, để nơi khô ráo.

Dược liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, nơi khô ráo tránh ẩm mốc, nên dùng trong 60 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh

Vị hơi đắng, tính lương. Vào các kinh tâm, tỳ.

Công năng, chủ trị

Thanh nhiệt giải độc, khu phong trừ thấp, tiêu viêm. Chủ trị: Viêm túi mật, vàng da, các chứng thấp chân ngoài da, gân xương đau nhức.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 15 g đến 20 g, dạng thuốc sắc.

XÍCH THUỘC (RỄ)

Paeoniae Radix Rubra

Rễ được làm khô của cây Thuộc dược (*Paeonia lactiflora* Pall.) hoặc cây Xuyên xích thuộc (*Paeonia veitchii* Lynch), họ Mẫu đơn (Paeoniaceae). Thu hoạch vào mùa xuân, thu. Đào lấy rễ, loại bỏ thân, rễ con, đất cát, phơi trong bóng râm và sấy nhẹ đến khô.

Mô tả

Paeonia lactiflora: Rễ hình trụ, hơi cong, thường phồng to ở giữa, dài 5 cm đến 40 cm, đường kính 0,5 cm đến 3 cm. Mặt ngoài hơi thô, màu nâu sẫm hoặc nâu đỏ tía, có vân dọc hơi xoắn lại, mang vết của rễ con và lỗ vỏ nhỏ lên theo chiều ngang, đôi khi lớp vỏ ngoài cùng (lớp bản) dễ bị tróc. Chất cứng và giòn, dễ bẻ gãy; mặt bẻ màu trắng phấn, vàng nhạt hoặc hơi hồng; phần vỏ hẹp, gỗ có vân xuyên tâm rõ, đôi khi có khe nứt. Mùi nhẹ, vị hơi đắng, chua và chát.

Paeonia veitchii: Rễ dài từ 5 cm đến 20 cm, bên ngoài có vết tích của lớp bản đã bị bong tróc, màu đỏ nâu hoặc nâu sẫm. Chất xốp, mặt cắt màu nâu đen phần vỏ, gỗ màu vàng nhạt. Cạo bỏ lớp vỏ ngoài thì rễ có màu đỏ tía nhạt hoặc màu trắng xốp mịn, mặt gãy màu vàng nhạt.

Vì phẫu

Bản gồm vài hàng tế bào màu nâu. Tế bào mô mềm của vỏ dạng kéo dài ra theo hướng tiếp tuyến. Libe tương đối hẹp. Tầng phát sinh xếp thành một vòng. Tia gỗ tương đối rộng, mạch gỗ xếp theo hướng xuyên tâm, kèm theo có các sợi gỗ. Các tế bào mô mềm chứa các cụm tinh thể calci oxalat và hạt tinh bột. Tia gỗ, mạch gỗ, sợi gỗ nằm trong mô gỗ không hóa gỗ.

Bột

Màu đỏ hơi nâu hoặc màu nâu. Hạt tinh bột đơn gần hình cầu hoặc hình trứng; bó tinh thể calci oxalat hình cầu gai, đường kính 5 μ m đến 46 μ m; các tế bào nhỏ chứa một tinh thể hay nhiều tinh thể calci oxalat hình cầu gai, xếp thành hàng; sợi gỗ hình thoi có thành hóa gỗ, hơi dày lên, có lỗ rõ. Mạch mạch mạng, mạch điểm. Mạch bản tế bào màu nâu, nâu đỏ, hình chữ nhật hoặc hình đa giác, thành hơi dày, phẳng hoặc hơi lượn sóng.

Định tính

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

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi khai triển: *Ethyl acetat* - *methanol* - nước (8 : 2 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 1,0 g bột dược liệu vào bình nón, thêm 10 ml *methanol* (TT), đun hồi lưu trong cách thủy 5 min, lọc, lấy dịch lọc làm dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan paeoniflorin chuẩn trong *methanol* (TT) được dung dịch có chứa 2 mg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 1 g bột Xích thuốc (mẫu chuẩn), tiến hành chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng rẽ lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký xong, lấy bản mỏng ra để khô ở nhiệt độ phòng. Phun dung dịch acid sulfuric 10 % trong *ethanol* (TT), sấy ở 105 °C đến khi xuất hiện rõ vết. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết của paeoniflorin trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu và 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 được quá 13,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không được quá 10,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không được quá 1,5 % (Phụ lục 9.7).

Kim loại nặng

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8, phương pháp 3).

Dùng 1 g bột dược liệu để thử và 2 ml dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị dung dịch đối chiếu.

Arsen

Không được quá 5 phần triệu (Phụ lục 9.4.2, phương pháp A).

Lấy 0,4 g bột dược liệu vào 1 chén bằng sứ hoặc thạch anh có nắp đậy, thêm 10 ml dung dịch *magnesi nitrat hexahydrat* (TT) 2 % trong *ethanol* 96 % (TT), đốt hết ethanol, nung nóng từ từ cho đến khi than hóa, nếu chưa than hóa hoàn toàn thì làm ẩm cần bằng một lượng nhỏ acid nitric (TT), tiếp tục nung tương tự như trên cho đến khi than hóa hoàn toàn. Để nguội, thêm 3 ml acid hydrocloric (TT), hòa tan cần bằng cách đun nóng trên cách thủy. Lấy dung dịch này tiếp tục tiến hành thử theo phương pháp A, Phụ lục 9.4.2, dùng 2 ml dung dịch arsen mẫu 1 phần triệu As (TT).

Chất chiết được trong dược liệu

Không được dưới 27,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

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

Dùng *ethanol* 50% (TT) làm dung môi.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: *Methanol* - dung dịch kali dihydrophosphat 0,05 M (40 : 65).

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác một lượng paeoniflorin chuẩn và hòa tan trong *methanol* (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 0,5 mg/ml.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,5 g bột thô dược liệu vào bình nón nút mài có dung tích thích hợp, thêm 25 ml *methanol* (TT), đập nút, cân xác định khối lượng. Ngâm trong 4 h, lắc siêu âm trong 20 min, để nguội, cân lại và bổ sung *methanol* (TT) để được khối lượng ban đầu. Lắc đều, lọc qua giấy lọc thường, bỏ 10 ml dịch lọc đầu, lọc dịch lọc sau qua màng lọc 0,45 µm.

Điều kiện sắc ký:

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

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 230 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

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 theo pic paeoniflorin không nhỏ hơn 3000.

Tiêm riêng biệt dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Dựa vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{23}H_{28}O_{11}$ của paeoniflorin chuẩn, tính hàm lượng paeoniflorin trong dược liệu.

Dược liệu phải chứa ít nhất 1,8 % paeoniflorin ($C_{23}H_{28}O_{11}$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Xích thuốc thái phiến: Lấy rễ đã phơi khô, phân loại lớn nhỏ, rửa sạch, ủ mềm, thái lát dày, phơi khô, dùng sống.

Mô tả: Các phiến dày hình gần tròn hoặc gần chữ nhật, lớp vỏ mỏng màu nâu đỏ, mặt phiến màu vàng nhạt hoặc hồng; gõ xếp thành tia xuyên tâm, đôi khi có khe nứt.

Định tính, Độ ẩm, Tro toàn phần, Kim loại nặng, Arsen, Chất chiết được trong dược liệu: Yêu cầu và phương pháp thử như đối với dược liệu chưa thái phiến.

Định lượng: Phương pháp thử như đối với dược liệu chưa thái phiến.

Dược liệu phải chứa ít nhất 1,5 % paeoniflorin ($C_{23}H_{28}O_{11}$) tính theo dược liệu khô kiệt.

Xích thuốc tẩm rượu hoặc tẩm giấm sao: Tẩm sao theo yêu cầu của bài thuốc. Cách tẩm sao theo hướng dẫn tại Phụ lục 12.20.

Bảo quản

Để nơi khô, thoáng mát.

Tính vị, quy kinh

Toan, khổ, vị hàn. Vào kinh can, tỳ.

Công năng, chủ trị

Lương huyết, tán ứ, giảm đau. Chủ trị: Ôn độ phát ban, ỉa máu, chảy máu cam, mắt đỏ sưng đau, can uất, sườn đau, kinh bế, hành kinh đau bụng, sưng đau do sang chấn, nhọt độc sưng đau.

Dùng sống có tác dụng tán tà, hành huyết. Tẩm rượu sao trị thổ huyết, đỏ máu cam. Tẩm giấm sao trị kinh bế, đau bụng.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 6 g đến 12 g, dạng thuốc sắc.

Kiêng kỵ

Không được dùng phối hợp với Lê lô.

Huyết hư, không bị ứ trệ thì không nên dùng.

XUYÊN BÓI MẪU (Thân hành)

Fritillariae Bulbus

Thân hành đã bỏ vỏ và được làm khô của cây Bối mẫu [*Fritillaria cirrhosa* D. Don; *Fritillaria unibracteata* Hsiao et K. C. Hsia; *Fritillaria przewalskii* Maxim.; *Fritillaria delavayi* Franch.; *Fritillaria taipaiensis* P. Y. Li hoặc *Fritillaria unibracteata* Hsiao et K. C. Hsia, var. *wabuensis* (S. Y. Tang et S. C. Yue) Z. D. Liu, S. Wang et S. C. Chen], họ Loa kèn (Liliaceae). Theo thứ tự các loài trên, dược liệu được thu hái từ ba loài đầu được gọi là “Tùng bối” và “Thanh bối”, từ loài thứ tư được gọi là “Lỗ bối”; và từ hai loài cuối cùng được gọi là “Bối mẫu trồng”. Thu hoạch vào mùa hè, mùa thu hoặc khi tuyết tan. Đào lấy thân hành, loại bỏ rễ nhỏ, vỏ thô và đất cát, phơi hoặc sấy ở nhiệt độ thấp đến khô.

Mô tả

Tùng bối: Thân hành gần hình nón hoặc gần hình cầu, cao 0,3 - 0,8 cm, đường kính 0,3 - 0,9 cm. Mặt ngoài màu trắng ngà, 2 vảy ngoài có kích thước rất khác nhau. Vảy ngoài lớn hơn bao lấy vảy trong, phần vảy không bị bao bọc có hình trăng lưỡi liềm, phần này có tên là “Hoài trung bảo nguyệt” (ôm trắng trong tay). Đỉnh thân hành tù hoặc hơi nhọn, khép kín, bên trong có chồi gần hình trụ hơi thon và 1 đến 2 vảy nhỏ; gốc bằng và hơi lõm, ở giữa có chấm tròn màu nâu xám, thỉnh thoảng thấy vết tích rễ con. Chất cứng, giòn, vết bẻ trắng, có chất bột. Vị hơi đắng.

Thanh bối: Thân hành hình cầu dẹt, cao 0,4 - 1,4 cm, đường kính 0,4 - 1,6 cm. Có hai vảy ngoài gần bằng nhau ôm lấy nhau. Đỉnh hờ, có chồi và 2 đến 3 vảy nhỏ bên trong, có vết tích của thân hình trụ, thon mảnh.

Lỗ bối: Thân hành hình nón dài, cao 0,7 - 2,5 cm, đường kính 0,5 - 2,5 cm. Mặt ngoài màu trắng ngà, hoặc vàng nâu nhạt, hơi lõm đốm nâu, 2 vảy ngoài kích thước gần bằng nhau. Đỉnh hờ và hơi thon nhọn, gốc hơi nhọn hoặc tương đối tù.

Lỗ bối trồng: Thân hành hình gần cầu dẹt hoặc hình trụ ngắn, cao 0,5 - 2 cm, đường kính 1 - 2,5 cm. Bên ngoài màu hơi trắng hoặc vàng nâu nhạt, hơi thô, đôi khi có đốm màu vàng nhạt, 2 vảy ngoài kích thước gần bằng nhau, đỉnh gần như hờ và tù.

Ghi chú: Thân hành (còn gọi là củ), củ tròn nhỏ, hơi nhọn đầu (giống củ Thủy tiên), màu trắng, nặng, nhiều bột, khô, không đen, không nát vụn, không mốc mọt là loại tốt.

Bột

Bột màu trắng ngà, mùi đặc trưng, vị hơi đắng. Quan sát trên kính hiển vi thấy:

Tùng bối, Thanh bối, Bối mẫu trồng: Nhiều hạt tinh bột hình trứng, hình cầu dài hoặc bất định hình, một số hạt hơi phân nhánh, đường kính 5 μ m đến 64 μ m, rốn hạt hình rãnh nhỏ hay dạng điểm, hình chữ V hay chữ U, có vân tăng trưởng mờ. Mảnh biểu bì tế bào hình chữ nhật, thành lượn sóng; hiếm khi thấy lỗ khí kiểu hỗn bào. Mảnh mạch xoắn, đường kính 5 μ m đến 26 μ m.

Lỗ bối: Hạt tinh bột hình trứng lớn, hình vỏ sò, hình thận hay hình bầu dục, đường kính tới 60 μ m, rốn hạt hình chữ V, hình sao hay dạng điểm, thấy rõ vân tăng trưởng. Mảnh mạch xoắn và mạch mạng, đường kính tới 64 μ m.

Định tính

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

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi khai triển: *Ethyl acetat - methanol - amoniac - nước* (18 : 2 : 1 : 0,1).

Dung dịch thử: Lấy 2 g bột dược liệu vào bình nón nút mài, thêm 2 ml *amoniac* (TT), lắc đều cho bột thấm ẩm, đậy chặt nắp, để yên trong 1 h. Sau đó thêm 20 ml *dicloromethan* (TT), siêu âm 1 h và lọc. Bóc hơi dịch lọc trên cách thủy đến khô, hòa lẫn trong 0,5 ml *methanol* (TT) được dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan riêng biệt peiminin chuẩn và sipeimin chuẩn trong *methanol* (TT) được dung dịch có nồng độ khoảng 1 mg/ml.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 2 μ l mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra để khô ở nhiệt độ phòng. Phun thuốc thử *Dragendorff* (TT₂) và dung dịch *natri nitrit* (TT) 1 % trong *ethanol* 96 % (TT). 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 peiminin và sipeimin trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 15,0 % (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 0,5 % (Phụ lục 12.11).

Tỷ lệ vụn nát

Qua rây số 355: Không quá 5,0 % (Phụ lục 12.12).

Chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 9,0 % tính theo dược liệu khô kiệt.

Tiến hành theo phương pháp chiết nóng (Phụ lục 12.10), dùng *ethanol* 50 % (TT) làm dung môi.

Định lượng

Phương pháp quang phổ hấp thụ tử ngoại và khả kiến (Phụ lục 4.1).

Dung dịch đệm lục bromocresol: Hòa tan 0,05 g lục bromocresol (TT) trong 6 ml dung dịch *natri hydroxyd* 0,2 M (TT), thêm 1 g kali dihydrophosphat (TT) và pha loãng thành 100 ml bằng nước.