

Chất chiết được trong dược liệu

Không được ít hơn 17,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.
Tiến hành theo phương pháp chiết nóng (Phụ lục 12.10), dùng *dung dịch acid hydrochloric 1 % trong methanol (TT)* làm dung môi.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Acetonitril - dung dịch acid phosphoric 0,4 % (32 : 68).

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,6 g bột dược liệu (qua rây số 355) vào bình nón có nút mài, thêm chính xác 100 ml *dung dịch acid hydrochloric 1 % trong methanol (TT)*, đập nút, cân và để yên qua đêm, sau đó đun trên cách thủy 1 h, để nguội, cân lại và bổ sung *dung dịch acid hydrochloric 1 % trong methanol (TT)* để được khối lượng ban đầu. Trộn đều và lọc. Pha loãng 2,0 ml dịch lọc thành 10,0 ml bằng *dung dịch acid hydrochloric 1 % trong methanol (TT)*, trộn đều và lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Dung dịch chuẩn: Hòa tan palmatin clorid chuẩn trong *dung dịch acid hydrochloric 1 % trong methanol (TT)* để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 30 µg/ml.

Điều kiện sắc ký:

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

Nhiệt độ cột: 40 °C.

Detector quang phổ tử ngoại đặt tại bước sóng 345 nm.

Thể tích tiêm: 5 µl.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Cách tiến hành:

Tiêm dung dịch chuẩn. Số đĩa lý thuyết của cột không được nhỏ hơn 5000 tính theo pic palmatin clorid.

Tiến hành sắc ký với dung dịch chuẩn, dung dịch thử. Tính hàm lượng palmatin clorid trong dược liệu dựa vào diện tích pic palmatin clorid trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng C₂₁H₂₂NO₄Cl trong palmatin clorid chuẩn.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 2,0 % palmatin clorid (C₂₁H₂₂NO₄Cl), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Dược liệu thái phiến: Lấy dược liệu chưa thái lát, loại bỏ tạp chất, thái phiến dày, phơi khô.

Bảo quản

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

Tính vị, quy kinh

Vị đắng, tính hàn.

Công năng, chủ trị

Thanh nhiệt giải độc, tiêu viêm, lợi thấp. Chủ trị: Kiệt lý tiêu chầy, viêm gan vàng da, sốt rét rừng, lở ngứa ngoài da, đau mắt đỏ, viêm phụ khoa, viêm tai chảy mủ. Có nơi dùng nấu nước uống giải nhiệt, làm thuốc bổ máu.

Cách dùng, liều lượng

Ngày từ 6 g đến 12 g, có thể dùng 16 g, dạng thuốc sắc

uống hoặc rửa ngoài. Tán bột làm thuốc viên hoặc đắp ngoài chữa mụn nhọt.

Kiêng kỵ

Người gây nhưng đại tiện lỏng không dùng.

HOÀNG KỶ (RỄ)

Astragali membranacei Radix

Rễ được làm khô của cây Hoàng Kỳ Mông Cổ [*Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. var. *mongholicus* (Bge.) Hsiao, hoặc cây Hoàng Kỳ Mạc Giáp (*Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge.)], họ Đậu (Fabaceae). Thu hoạch vào cuối mùa xuân hoặc đầu mùa thu, loại bỏ tạp chất và rễ con, rửa sạch, phơi khô.

Mô tả

Rễ hình trụ, đôi khi phân nhánh, trên to, phần dưới nhỏ dần, dài 30 cm đến 90 cm, đường kính 1 cm đến 3,5 cm. Mặt ngoài màu vàng hơi nâu nhạt hoặc màu nâu nhạt, với nếp nhăn dọc và rãnh dọc không đều. Chất cứng, dai, không dễ bẻ gãy, mặt gãy nhiều sợi và nhiều tinh bột; phần vỏ màu trắng hơi vàng, gỗ màu vàng nhạt với những vết nứt và tia hình nan quạt. Phần giữa của rễ già, đôi khi có dạng gỗ mục nát, màu nâu hơi đen hoặc rỗng. Mùi thơm nhẹ, vị hơi ngọt và hơi tanh như mùi đậu khi nhai.

Ghi chú: Loại rễ to bằng ngón tay, vỏ ngoài màu đen, nhiều bột ít xơ, ruột vàng, dai bền là loại tốt. Có thứ vỏ đen thường gọi là Hắc kỳ (thuộc Hoàng kỳ Mông cổ), nếu vỏ có màu đen, khi rửa đôi màu là bị nhuộm làm giả Hắc kỳ. Loại rễ có thịt màu trắng, nhiều bột, không xơ là loại tốt nhất (thuộc Hoàng kỳ Mạc giáp).

Vi phẫu

Mặt cắt ngang rễ: Lớp vỏ gồm nhiều hàng tế bào xếp thành vòng đồng tâm và dây xuyên tâm. Dưới lớp vỏ là mô mềm vỏ gồm các tế bào thường bị ép bẹt. Lục bì có 3 đến 5 hàng tế bào mô dày. Phần ngoài của libe thường cong và có khe nứt. Sợi xếp thành bó, thành tế bào dày lên và hóa gỗ hoặc hơi hóa gỗ, sắp xếp xen kẽ với các bó mạch rây. Tế bào đá đôi khi thấy rõ ở gần lục bì. Tầng phát sinh libe-gỗ thành vòng liên tục. Mạch gỗ đơn hay tụ hợp thành nhóm 2 đến 3 rải rác; có sợi gỗ ở giữa các mạch; tế bào cứng đơn chiếc hoặc hợp thành những nhóm 2 đến 3 cái, đôi khi nhìn thấy từng dãy. Tế bào mô mềm có chứa các hạt tinh bột.

Bột

Màu trắng hơi vàng, các sợi hợp thành bó hoặc rải rác, đường kính 5 µm đến 36 µm, thành sợi dày có khe nứt dọc trên bề mặt, 2 đầu sợi thường bị gãy thành dạng tua hoặc hình hơi cụt. Các mảnh mạch vạch; rải rác có các tế bào cứng hình tròn hoặc không đều, thành hơi dày. Nhiều hạt tinh bột đơn hoặc kép đôi kép ba hình gần tròn hoặc hình trứng, đường kính 2 µm đến 21 µm nằm rải rác hoặc tập trung thành đám. Mảnh mô mềm chứa hạt tinh bột.

Định tính

A. Lấy 1 g bột dược liệu, thêm 10 ml *dicloromethan* (TT), lắc siêu âm 30 min, lọc. Lấy 0,5 ml dịch lọc, cho vào ống nghiệm, thêm cẩn thận dọc theo thành ống nghiệm khoảng 0,5 ml *acid sulfuric* (TT). Để yên khoảng 20 min. Ở giữa hai lớp chất lỏng sẽ xuất hiện một vòng màu nâu đỏ hoặc nâu vàng.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Cloroform - methanol - nước (13 : 7 : 2), lấy lớp dưới.

Dung dịch thử: Lấy 3 g bột dược liệu, thêm 20 ml methanol (TT) đun sôi hồi lưu 1 h trên cách thủy, để nguội, lọc. Cho dịch lọc chảy qua một cột sắc ký (đường kính trong 10 mm đến 15 mm) đã được nhồi 5 g *nhôm oxyd trung tính* (cỡ hạt từ 100 mesh đến 120 mesh). Rửa giải bằng 100 ml *methanol 40 %* (TT). Bốc hơi dịch rửa giải trên cách thủy đến khô. Hòa tan cẩn trong 30 ml *nước* rồi lắc với *n-butanol đã bão hòa nước* (TT) 2 lần, mỗi lần 20 ml. Gộp các dịch chiết n-butanol, rửa bằng *nước* 2 lần, mỗi lần 20 ml, loại bỏ nước rửa, bốc hơi dịch chiết n-butanol trên cách thủy đến khô. Hòa cẩn trong 0,5 ml *methanol* (TT), được dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan chất đối chiếu astragalosid IV trong methanol (TT) để được dung dịch chất đối chiếu có nồng độ 1 mg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 3 g bột Hoàng kỳ (mẫu chuẩn), tiến hành chiết giống như dung dịch thử.

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 dung dịch acid sulfuric 10 % trong ethanol (TT). Sấy bản mỏng ở 105 °C trong 5 min. Quan sát dưới ánh sáng thường và ánh sáng tử ngoại bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải cho các vết tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu hoặc phải có một vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết astragalosid IV (có màu nâu khi quan sát dưới ánh sáng thường; có huỳnh quang màu vàng cam khi quan sát dưới ánh sáng tử ngoại) trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Cloroform - methanol (10 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 2 g bột dược liệu, thêm 30 ml ethanol 96 % (TT), đun sôi hồi lưu trên cách thủy 20 min, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy đến cạn. Hòa cẩn trong 15 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,3 %* (TT), lọc. Điều chỉnh dịch lọc đến pH 5 - 6 bằng *dung dịch acid hydrochloric 10 %* (TT) rồi lắc với 15 ml *ethyl acetat* (TT). Gạn lấy dịch chiết ethyl acetat, lọc qua giấy lọc có *natri sulfat khan* (TT). Cô dịch chiết ethyl acetat trên cách thủy đến cạn. Hòa cẩn trong 1 ml *ethyl acetat* (TT) được dung dịch thử.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 2 g bột Hoàng kỳ (mẫu

chuẩn), tiến hành chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 μ l mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, hơi trên hơi amoniac (TT). Quan sát bản mỏng dưới ánh sáng tử ngoại bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết phát quang tương đương về vị trí và cùng màu với các vết phát quang 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 5,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không quá 1,0 % (Phụ lục 9.7).

Tạp chất

Không quá 2,0 % (Phụ lục 12.11).

Kim loại nặng

Không quá 5 phần triệu Pb; 0,3 phần triệu Cd; 2 phần triệu As; 0,2 phần triệu Hg (Phụ lục 9.4.11).

Chất chiết được trong dược liệu (Phụ lục 12.10)

Chất chiết được trong nước: Không ít hơn 17,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Sử dụng phương pháp chiết lạnh, dùng *nước* làm dung môi. *Chất chiết được trong ethanol 70 %: Không ít hơn 20,0 %*, tính theo dược liệu khô kiệt.

Sử dụng phương pháp chiết lạnh, dùng *ethanol 70 %* (TT) làm dung môi.

Định lượng

Astragalosid IV

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động A: Acetonitril (TT).

Pha động B: Nước.

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác một lượng astragalosid IV chuẩn và hòa tan trong methanol (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 0,5 mg/ml và 0,25 mg/ml. *Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 2 g bột dược liệu* (qua rây số 710) vào một ống ly tâm thủy tinh kích thước 15 cm x 2 cm có nắp kín, thêm 30 ml *methanol* (TT), lắc siêu âm trong 30 min, ly tâm 2500 r/min trong 5 min. Hút lấy dịch trong. Cẩn đem chiết tiếp 3 lần như trên, mỗi lần với 15 ml *methanol* (TT). Tập trung các dịch chiết methanol, cô trên cách thủy đến cạn. Thêm vào cẩn 10 ml *dung dịch amoniac 10 %* (TT), lắc siêu âm 5 min để hòa tan cẩn. Chuyển dịch chiết sang bình gạn, chiết lần lượt với 20, 10, 10 và 10 ml *n-butanol đã bão hòa nước* (TT). Tập trung các dịch chiết butanol, cô trên cách thủy đến cạn. Dùng *methanol* (TT) để hòa tan và chuyển toàn bộ cẩn vào bình định mức 10 ml, thêm *methanol* (TT) vừa đủ đến vạch, lắc đều, lọc qua màng lọc 0,45 μ m.

Điều kiện sắc ký:

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

Detector tán xạ ánh sáng bay hơi.

Tốc độ dòng: 0,8 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 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 - 10	0	100
10 - 45	0 → 60	100 → 40
45 - 60	60	40

Tiêm dung dịch chuẩn, tiến hành sắc ký với điều kiện sắc ký đã nêu trên và tính số đĩa lý thuyết của cột. Số đĩa lý thuyết của cột tính trên pic astragalosid IV phải không dưới 4000. Xây dựng đường hồi quy tuyến tính biểu diễn sự phụ thuộc giữa logarit của diện tích pic astragalosid IV và logarit của nồng độ dung dịch chuẩn (µg/ml) theo phương trình $y = ax + b$.

Tiêm dung dịch thử. Sử dụng phương trình đường chuẩn biến đổi logarit của phương pháp ngoại chuẩn của 2 điểm đã lập ở trên để tính nồng độ của astragalosid IV trong dung dịch thử (µg/ml) theo công thức sau:

$$C_1 = e^{(\ln(S_1) - b)/a}$$

Trong đó:

C_1 là nồng độ astragalosid IV trong dung dịch thử (µg/ml).

S_1 là diện tích pic astragalosid IV trong sắc ký đồ của dung dịch thử.

a là giá trị hệ số góc (giá trị slope) của đường hồi quy tuyến tính đã lập ở trên.

b là bậc tự do (giá trị intercept) của đường hồi quy tuyến tính đã lập ở trên.

Tính hàm lượng phần trăm của astragalosid IV trong dược liệu.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,04 % astragalosid IV ($C_{41}H_{68}O_{14}$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Calycosin-7-O-β-D-glucosid

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động A: Acetonitril (TT).

Pha động B: Dung dịch acid formic 0,2 %.

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác một lượng chất chuẩn calycosin-7-O-β-D-glucosid và hòa tan trong methanol (TT) để được dung dịch có nồng độ khoảng 50 µg/ml.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 1 g bột dược liệu (qua rây số 250) vào một bình nón nút mài, thêm chính xác 50 ml methanol (TT) và cân. Đun sôi hồi lưu trong 4 h, lấy ra, để nguội, cân lại. Bổ sung khối lượng mất đi bằng methanol (TT), lắc đều, lọc. Hút chính xác 25 ml dịch lọc, cô trên cách thủy đến cạn. Dùng methanol (TT) để hòa tan và chuyển toàn bộ cân vào bình định mức 5 ml, thêm methanol (TT) vừa đủ đến vạch, lắc đều, lọc 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 260 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

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 (% tt/tt)	Pha động B (% tt/tt)
0 - 20	20 → 40	80 → 60
20 - 30	40	60

Tiêm dung dịch chuẩn. Tiến hành sắc ký và tính số đĩa lý thuyết của cột. Số đĩa lý thuyết của cột tính trên pic calycosin-7-O-β-D-glucosid phải không dưới 3000.

Tiêm lần lượt dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Tính hàm lượng calycosin-7-O-β-D-glucosid trong dược liệu dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn, hàm lượng $C_{22}H_{22}O_{10}$ của calycosin-7-O-β-D-glucosid chuẩn.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,02 % calycosin-7-O-β-D-glucosid ($C_{22}H_{22}O_{10}$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Hoàng kỳ phiến: Lấy dược liệu khô chưa thái phiến, loại bỏ tạp chất, rửa sạch, ủ mềm, thái lát dày 1 - 2 mm, sấy nhẹ hoặc phơi khô, dùng sống.

Hoàng kỳ tẩm mật sao: Lấy Mật ong hòa với ít nước sôi, trộn đều với Hoàng kỳ đã thái phiến, ủ 6 h cho ngấm, sao nhò lửa đến có mùi thơm, khi sờ không dính tay thì lấy ra để nguội. Cứ 10 kg Hoàng kỳ dùng 2,5 kg đến 3,0 kg Mật ong.

Bảo quản

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

Dược liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, để nơi khô mát.

Tính vị, quy kinh

Vị hơi ngọt, tính ôn. Vào các kinh phế, tỳ.

Công năng, chủ trị

Bổ khí cố biểu, lợi tiểu, trừ mù, sinh cơ. Chủ trị: Khí hư mệt mỏi, kém ăn; trung khí hạ hãm, tiêu chảy lâu ngày, sa tạng phủ, tiện huyết, rong huyết; ra mồ hôi; nhọt độc khó vỡ; nội nhiệt tiêu khát; viêm thận mạn. Dùng sống: Cố biểu, lợi tiểu, trị chứng tiểu đường, đái đục, đái buốt, giải nhiệt, giải độc; bài mù trị chứng mụn nhọt. Tẩm mật sao: Bổ khí thăng đề, bổ tỳ kiện vị.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng 9 g đến 12 g, có thể dùng 40 g. Nếu trị chứng khí hư thoát giang, sa dạ con có thể dùng liều 50 g đến 60 g. Dạng thuốc sắc. Nếu làm thuốc hoàn tùy theo bài thuốc.

Kiêng kỵ

Ngoại cảm, tích trệ không nên dùng.