

Dung dịch chuẩn: Hòa tan một lượng sipeimin chuẩn trong cloroform (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 0,2 mg/ml.

Dây dung dịch chuẩn: Lấy chính xác 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 và 1,0 ml dung dịch chuẩn vào các bình nón hoặc ống đong 25 ml có nút mài, thêm một lượng cloroform (TT) để được 10,0 ml dung dịch trong bình/ống, thêm tiếp 5,0 ml nước và 2,0 ml dung dịch đệm lực bromocresol, đậy chặt và lắc mạnh trong 1 min, chuyển toàn bộ lượng dịch trong ống đong sang bình chiết, để yên 30 min, tách lấy lớp cloroform, lọc qua giấy lọc khô và bỏ vài mililit dịch lọc đầu, lấy dịch lọc sau làm dung dịch đem đo độ hấp thụ. **Dung dịch thử:** Cân chính xác khoảng 2 g bột dược liệu (qua rây 355) vào bình nón có nút mài, thêm 3 ml amoniac (TT), để yên 1 h, thêm 40 ml hỗn hợp dung môi cloroform - methanol (4 : 1), đun hồi lưu trên cách thủy ở 80 °C trong 2 h, để nguội và lọc vào bình định mức 50 ml, tráng rửa bình nón bằng hỗn hợp dung môi ở trên và gộp dịch rửa vào bình định mức, pha loãng bằng hỗn hợp dung môi đến vạch, trộn đều. Lấy 5,0 ml dung dịch thu được (có thể điều chỉnh thể tích dung dịch từ 2 - 5 ml để kết quả đo nằm trong đường chuẩn đã lập từ các dung dịch chuẩn ở trên) vào bình nón hoặc ống đong có nút mài dung tích 25,0 ml, bốc hơi đến khô trên cách thủy tới cạn, thêm 10,0 ml chloroform (TT). Tiến hành tiếp như mô tả ở mục Dây dung dịch chuẩn từ đoạn “thêm tiếp 5,0 ml nước...”.

Dung dịch mẫu trắng: Lấy chính xác 10,0 ml cloroform (TT) vào bình nón hoặc ống đong có nút mài dung tích 25,0 ml, thêm tiếp 5 ml nước và 2 ml dung dịch đệm lực bromocresol, đậy chặt và lắc mạnh trong 1 min, chuyển toàn bộ lượng dịch trong bình nón hoặc ống đong sang bình chiết, để yên 30 min, tách lấy lớp cloroform, lọc qua giấy lọc khô và bỏ vài mililit dịch lọc đầu, lấy dịch lọc sau làm dung dịch mẫu trắng.

Cách tiến hành:

Tiến hành phương pháp quang phổ hấp thụ tử ngoại và khả kiến (Phụ lục 4.1). Đo độ hấp thụ của dây dung dịch chuẩn ở bước sóng hấp thụ cực đại 415 nm, dùng mẫu trắng đã chuẩn bị ở trên, vẽ đường chuẩn biểu thị sự liên quan giữa nồng độ (trục hoành) và độ hấp thụ (trục tung). Đo độ hấp thụ của dung dịch thử.

Tính nồng độ sipeimin trong dung dịch thử (mg) dựa vào độ hấp thụ đo được và đường chuẩn đã lập. Tính hàm lượng alkaloid toàn phần biểu thị bằng sipeimin trong dược liệu. Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,050 % alkaloid toàn phần biểu thị bằng sipeimin (C₂₇H₄₃NO₃), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Xuyên bồi mẫu: Lấy dược liệu khô, bỏ lõi, sấy khô, tán bột, dùng sàng.

Xuyên bồi mẫu tắm nước gừng sao: Xát bỏ lõi, tắm nước gừng (10 kg Xuyên bồi mẫu dùng 2 kg Gừng tươi già nhuyễn, vắt lấy nước cốt), tắm đều, ủ 2 h, sao nhỏ lửa đến

có mùi thơm, bên ngoài có màu hơi ngả vàng, để nguội, tán bột. Tắm nước gừng để ẩm trung tiêu, làm mạnh tý giảm sinh ra đờm.

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để nơi khô, đựng trong thùng hoặc lọ kín, tránh mốc mọt.

Dược liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, tránh ẩm mốc, nên dùng trong 30 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh

Vị cay, hơi đắng, tính hơi hàn. Vào các kinh phế, tâm.

Công năng, chủ trị

Thanh nhiệt, nhuận phế, hóa đờm giảm ho, tán kết, trừ nhọt. Trị ho khan do phế nhiệt, ho khan ít đờm; ho khan do âm hư, ho đờm có máu, viêm tuyến vú, áp xe phổi. Có thể dùng khi ho do phong hàn có đờm trắng.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 4 g đến 8 g, tán bột để dùng (không dùng sắc). Khi dùng, hòa bột dược liệu vào nước sắc thuốc thang đã được đổ ra bát lúc đang nóng, uống lúc thuốc còn ấm. Phối hợp trong các dạng thuốc hoàn tán tùy theo đơn thuốc.

Kiêng kỵ

Bồi mẫu phân Ô đầu, cấm dùng chung với các thuốc loại Ô đầu. Tỷ vị hư hàn, có thấp đờm không nên dùng làm thuốc.

Ghi chú

Hồ bắc bồi mẫu (*Fritillaria hupehensis* Hsiao et K. C. Hsia), Tân cương bồi mẫu (*Fritillaria walujeivii* Regel hoặc *Fritillaria pallidiflora* Schrenk), Bình bồi mẫu (*Fritillaria ussuriensis* Maxim.) cũng được dùng làm thuốc.

XUYÊN KHUNG (Thân rễ)

Chuanxiang Rhizoma

Khung cùg

Thân rễ được làm khô của cây Xuyên khung (*Ligusticum Chuanxiang* Hort.), Họ Hoa tán (Apiaceae). Thu hoạch vào mùa hè, khi các đốt của thân cây có màu hơi tím và phồng lên. Đào lấy thân rễ, cắt bỏ gốc thân, rửa sạch, phơi hoặc sấy nhẹ đến khô, loại bỏ rễ con. Nếu phơi khô thì trước khi cất giữ cần sấy nhẹ cho khô.

Mô tả

Thân rễ (còn gọi là củ) hình khối méo mó và bất định; thường có chiều dài từ 5 cm đến 12 cm, đường kính chỗ to nhất từ 2,5 cm đến 4,0 cm. Ở đoạn dưới, vốn từ những đốt ngắn của hom giống, nay phình lên thành dạng củ, bao gồm cả những khối u hay nhánh (nhánh củ), với nhiều vân ngang dạng nốt sần. Đoạn trên của thân rễ (củ) thường gồm 1 - 2 đốt, mặt hơi lõm xuống (do vết cắt bỏ phần thân) và nhiều nếp nhăn dọc đều đặn. Dược liệu Xuyên khung khô, vỏ ngoài có màu nâu hay vàng nâu hoặc màu đen

vàng, bên trong màu trắng ngà; thể cứng, khó bẻ gãy; mùi thơm đặc trưng; vị cay và hơi tê.

Ghi chú: Loại củ to, vỏ ngoài có màu đen vàng, bên trong có màu trắng ngà, có mùi thơm đặc biệt, chắc chắn là loại tốt. Loại củ có vỏ ngoài màu đen thẫm, trong màu vàng úa không còn nhiều mùi thơm là loại đã để lâu, bị hư hỏng không nên dùng.

Vĩ phẫu

Bản gồm nhiều lớp tế bào. Mô mềm vỏ tế bào hình tròn, rải rác có những đám khuyết to và có nhiều ống tiết màu vàng nâu nhạt, bên trong có chứa chất tiết. Chất tiết này bắt màu đỏ cam khi nhỏ lên vĩ phẫu vài giọt *dung dịch Sudan III (TT)*. Libe cấp 2 gồm nhiều lớp tế bào. Rải rác có ống tiết. Gỗ cấp 2 gồm các mạch gỗ rải rác. Mô mềm gỗ có tế bào gỗ chưa hóa gỗ (màu hồng). Libe và gỗ không xếp thành vòng liên tục vì bị cắt bởi các tia ruột rộng. Trong mô mềm ruột rải rác có các ống tiết.

Bột

Nhiều hạt tinh bột hình tròn, bầu dục, hình thận đường kính từ 3 µm đến 16 µm (tới 24 µm). Rốn hình chấm, hình vạch ngang, hạt đơn hoặc hạt kép. Mảnh bản màu nâu. Mảnh mạch mạng, mạch vạch, mạch thang. Sợi có thành dày. Mảnh tế bào mô mềm có nhiều hạt tinh bột và có ống tiết.

Định tính

A. Lấy 3 g bột dược liệu làm ẩm bằng *amoniac (TT)*, để yên trong 30 min, thêm 20 ml *cloroform (TT)*, ngâm 4 h, lắc siêu âm trong 30 min, lọc. Lấy dịch lọc cho vào bình gạn, thêm 5 ml *dung dịch acid sulfuric 10 % (TT)*, lắc, để yên cho dung dịch tách thành 2 lớp, gạn lấy dịch acid cho vào 2 ống nghiệm, mỗi ống 1 ml.

Ống 1: Thêm 3 giọt *thuốc thử Dragendorff (TT)* có tua màu đỏ gạch.

Ống 2: Thêm 1 giọt *thuốc thử Bouchardat (TT)* có tua đỏ nâu.

B. Lấy 1 g bột dược liệu, thêm 5 ml *ether dầu hỏa (30 °C đến 60 °C) (TT)*, để yên 10 min ở nhiệt độ phòng, thỉnh thoảng lắc rồi để yên. Gạn lấy 1 ml dịch chiết ether dầu hỏa đem bốc hơi đến gần khô, thêm 3 giọt *dung dịch acid 3,5-dinitrobenzoic 2 % trong methanol (TT)* và 2 giọt *dung dịch bão hòa kali hydroxyd (TT)* trong *methanol (TT)*, xuất hiện màu tím hồng.

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

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: n-Hexan - ethyl acetat (3 : 1).

*Dung dịch thử: Lấy 1 g bột dược liệu thêm 20 ml ether (TT), đun hồi lưu trên cách thủy 1 h, để nguội, lọc. Bốc hơi dịch lọc trên cách thủy đến gần khô. Hòa tan gần trong 2 ml *ethyl acetat (TT)*.*

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

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra khỏi bình sắc ký, để khô ở nhiệt độ phòng. Quan sát bản

mỏng dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 366 nm. 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 6,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không quá 2,0 % (Phụ lục 9.7).

Tạp chất

Không quá 1,0 % (Phụ lục 12.11).

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 96 % (TT)* làm dung môi.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Acetonitril - dung dịch acid phosphoric 0,085 % (17 : 83).

Dung dịch chuẩn: Hòa tan acid ferulic chuẩn trong methanol 70 % (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 20 µg/ml.

*Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,5 g bột dược liệu (qua rây số 355) vào bình nón nút mài dung tích 100 ml, thêm chính xác 50,0 ml *methanol 70 % (TT)*, đậy nắp, cân xác định khối lượng. Đun sôi hồi lưu cách thủy 30 min, để nguội, cân lại và bổ sung khối lượng mất đi bằng *methanol 70 % (TT)* nếu cần, 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 321 nm.

Tốc độ dòng: 1,3 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký dung dịch chuẩn. Số đĩa lý thuyết của cột tính theo pic acid ferulic không nhỏ hơn 5000.

Tiến hành sắc ký với dung dịch chuẩn, dung dịch thử. Tính hàm lượng acid ferulic trong dược liệu dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng C₁₀H₁₀O₄ của acid ferulic chuẩn.

Hàm lượng acid ferulic (C₁₀H₁₀O₄) không được ít hơn 0,05 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Xuyên khung thái phiến: Lấy dược liệu chưa thái phiến, rửa sạch, loại bỏ tạp chất, ủ mềm, thái lát dày, phơi hoặc sấy nhẹ đến khô, dùng sống.

Chú ý: Không được đồ làm dược liệu nát, bay mất mùi thơm mất tác dụng. Dùng sống để trị các chứng ung đau khớp cơ thể, trừ phong thấp, trị bế kinh.

Mô tả: Phiến dày không đều. Vỏ ngoài màu nâu xám hoặc nâu, có nếp nhăn. Mặt phiến màu trắng vàng hoặc vàng xám, lộ rõ vòng gợn sóng hoặc vân đa giác, rải rác các đám dầu màu nâu sậm, đôi khi có các khe nứt rộng. Chết cứng. Mùi thơm mạnh. Vị đắng, cay, hơi ngọt.

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

Xuyên khung tẩm rượu: Tẩm rượu để đưa thuốc đi lên, điều trị chứng đau đầu, chóng mặt, hoa mắt do gan nóng bốc hỏa. Cách tẩm sao theo hướng dẫn tại phụ lục 12.20. Sao đến khi có mùi thơm và phiến thuốc sẫm màu hơn dược liệu trước khi sao.

Mô tả: Phiến dày không đều. Vỏ ngoài màu nâu xám hoặc nâu, có nếp nhăn. Mặt phiến màu vàng nâu xám, sậm màu hơn so với dược liệu phiến chưa tẩm rượu sao, lộ rõ vòng gợn sóng hoặc vân đa giác, rải rác các đám dầu màu nâu sậm, đôi khi có các khe nứt rộng. Chết cứng. Mùi thơm mạnh. Vị đắng, cay, hơi ngọt.

Định tính bằng sắc ký lớp mỏng, Độ ẩm, Tro toàn phần, Chất chiết được trong dược liệu, Định lượng: Yêu cầu và phương pháp thử như đối với dược liệu chưa thái phiến.

Xuyên khung sao: Sao có mùi thơm là dập lửa, bỏ thuốc ra ngay (Vi sao, phụ lục 12.20), Xuyên khung sao để bổ huyết, hành huyết, tán ứ.

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để nơi khô mát, tránh mốc mọt, mất tinh dầu.

Dược liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, tránh ẩm mốc, mất tinh dầu, nên dùng trong 60 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh

Vị cay, mặn, tính hơi hàn. Vào kinh can, đờm, tâm bào lạc.

Công năng, chủ trị

Hoạt huyết hành khí, khu phong, tán hàn trừ thấp, ấm trung tiêu, giáng hỏa, hành thủy, giảm đau, thông kinh hoạt lạc. Chủ trị: Can ứ huyết đau hai mạn sườn và ngực bụng; kinh nguyệt không đều, bế kinh, hành kinh đau bụng, phong thấp tý thông, bốc hỏa đau đầu, hoa mắt chóng mặt, nôn mửa.

Cách dùng, liều lượng

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

Kiêng kỵ

Người âm hư hỏa vượng không nên dùng, trong trường hợp cần dùng phải cân nhắc và dùng liều nhỏ, không dùng quá 4 g.

Ghi chú

Thân rễ của cây *Ligusticum wallichii* Franch. cũng được khai thác và sử dụng làm thuốc.

XUYÊN MỘC THÔNG (Thân)

Clematidis armandii Caulis

Thân cây được làm khô của cây Xuyên mộc thông *Clematis armandii* Franch., họ Hoàng liên (*Ranunculaceae*). Thu hoạch vào mùa xuân và mùa thu. Chặt lấy thân cây, cạo bỏ lớp bần bên ngoài, phơi hoặc sấy khô.

Mô tả

Thân hình trụ, hơi xoắn vặn, dài 50 cm đến 100 cm, đường kính 2 cm đến 3,5 cm. Mặt ngoài màu nâu vàng, với những rãnh và nếp nhăn dọc. Đốt thường phình lên, với các vết sọc lá và cành. Vỏ còn sót lại dễ bị bóc tách. Chết cứng, khó bị bẻ gãy; mặt cắt có gỗ màu vàng nhạt hay nâu vàng nhạt với các nếp nhăn và vết nứt xuyên tâm màu trắng ngà, lỗ mạch phân tán dày đặc. Lõi (ruột) tương đối nhỏ, màu hơi trắng hay nâu vàng, đôi khi rộng. Mùi nhẹ, vị nhạt.

Bột

Màu trắng ngà tới nâu vàng. Quan sát trên kính hiển vi thấy: Nhiều sợi, sợi gỗ dài, hình thoi, nhọn và hẹp ở hai đầu, đường kính 17 mm đến 43 mm, thành dày, hóa gỗ, lỗ trao đổi rõ. Sợi libe dài, hình thoi, đường kính 18 mm đến 60 mm, thành dày, hóa gỗ, khoang hẹp. Mạch mạng, đường kính 39 μm đến 190 μm. Tế bào đá hình gần chữ nhật, hình thoi hoặc gần tam giác, thành dày, hóa gỗ, ống trao đổi và hốc rõ. Hạt tinh bột đơn hay kép từ 2 đến 3 hạt đơn, hình cầu tới hình trứng, rón dạng điểm hay hình khe. Không được có các tinh thể calci oxalat của *Aristolochia manshuriensis* Kom. và các loài khác.

Định tính

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

Bản mỏng: *Silica gel 60 F₂₅₄* (2 - 10 μm).

Dung môi triển khai: *Cloroform-methanol* (40 : 1,5).

Dung dịch thử: Lấy khoảng 5 g dược liệu đã được xay nhỏ cho vào bình nón 150 ml, thêm 50 ml *methanol* (TT), siêu âm 60 min. Ly tâm ở 5000 rpm trong 10 min, gạn lấy dịch trong hoặc lọc lấy dịch lọc. Thêm 5 ml *acid hydrochloric* (TT) vào dung dịch thu được, đun sôi hồi lưu trên cách thủy trong 3 h. Để nguội, lọc lấy dịch trong và cô dịch lọc trên cách thủy đến cạn. Hòa tan cạn trong 10 ml *methanol* (TT) làm dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan acid oleanolic trong *methanol* (TT) để được dung dịch có nồng độ khoảng 0,1 mg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 5 g Xuyên mộc thông (mẫu chuẩn) đã cắt nhỏ, chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 μl (dạng vạch rộng 8 mm) mỗi dung dịch thử, dung dịch dược liệu đối chiếu và dung dịch chất đối chiếu. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 6 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, phun lên bản mỏng *dung dịch acid sulfuric 10 % trong ethanol* (TT), sấy ở 105 °C đến