

TCVN 11776-13:2017

Xuất bản lần 1

**DƯỢC LIỆU SAU CHẾ BIẾN
– PHẦN 13: HOÀNG KỲ CHẾ**

Herbal medicine processing – Part 13: Radix Astragali membranacei Preparata

HÀ NỘI - 2017

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	4
1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Thuật ngữ và định nghĩa	5
4 Hóa chất, thuốc thử	6
5 Thiết bị, dụng cụ	5
6 Yêu cầu kỹ thuật.....	6
7 Phương pháp thử	7
8 Báo cáo thử nghiệm	9
9 Bao gói, ghi nhãn, bảo quản	10

Lời nói đầu

TCVN 11776-1:2017 do Cục Quản lý Y, Dược cổ truyền – Bộ Y tế biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 11776:2017 *Dược liệu sau chế biến*, gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 11776-1:2017, *Phần 1: Ba kích chế*;
- TCVN 11776-2:2017, *Phần 2: Bách bộ chế*;
- TCVN 11776-3:2017, *Phần 3: Bạch linh chế*;
- TCVN 11776-4:2017, *Phần 4: Bạch truật chế*;
- TCVN 11776-5:2017, *Phần 5: Bán hạ chế*;
- TCVN 11776-6:2017, *Phần 6: Chi tử chế*;
- TCVN 11776-7:2017, *Phần 7: Đại hoàng chế*;
- TCVN 11776-8:2017, *Phần 8: Đan sâm chế*;
- TCVN 11776-9:2017, *Phần 9: Đảng sâm chế*;
- TCVN 11776-10:2017, *Phần 10: Dương quy chế*;
- TCVN 11776-11:2017, *Phần 11: Hà thủ ô đồ chế*;
- TCVN 11776-12:2017, *Phần 12: Hoài sơn chế*;
- TCVN 11776-13:2017, *Phần 13: Hoàng kỳ chế*;
- TCVN 11776-14:2017, *Phần 14: Hoàng liên chế*;
- TCVN 11776-15:2017, *Phần 15: Hòe hoa chế*;
- TCVN 11776-16:2017, *Phần 16: Hương phụ chế*;
- TCVN 11776-17:2017, *Phần 17: Ma hoàng chế*;
- TCVN 11776-18:2017, *Phần 18: Phụ tử chế*;
- TCVN 11776-19:2017, *Phần 19: Táo nhân chế*;
- TCVN 11776-20:2017, *Phần 20: Thảo quyết minh chế*;
- TCVN 11776-21:2017, *Phần 21: Thỏ ty tử chế*;
- TCVN 11776-22:2017, *Phần 22: Sinh địa chế*;
- TCVN 11776-23:2017, *Phần 23: Thạch tả chế*;
- TCVN 11776-24:2017, *Phần 24: Trần bì chế*;
- TCVN 11776-25:2017, *Phần 25: Viễn chí chế*.

Dược liệu sau chế biến – Phần 13: Hoàng kỳ chế

Herbal medicine processing – Part 13: Radix Astragali membranacei Preparata

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho Hoàng kỳ là rễ phơi hay sấy khô của cây Hoàng kỳ (*Astragalus membranaceus* Bunge.), họ Đậu (Fabaceae).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN III : 2014, *Bộ tiêu chuẩn quốc gia về thuốc – Phần 4: Dược liệu*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1 Chích (prick)

Phương pháp tẩm dược liệu với dịch phụ liệu, rồi sao.

4 Hóa chất, thuốc thử

Theo TCVN III: 2014, phụ lục 2.1

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thủy tinh thông thường trong phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau:

5.1 Tủ sấy, được thông gió cưỡng bức, có khả năng duy trì ở $(125 \pm 2)^\circ\text{C}$. Luồng không khí phải theo chiều ngang.

CẢNH BÁO: Ở nhiệt độ sử dụng, dung môi hữu cơ có thể tạo thành hỗn hợp nổ với không khí. Do đó, điều quan trọng là nồng độ bay hơi của dung môi trong tủ sấy không được vượt quá giá trị mà tại đó có thể xảy ra nổ.

Đối với các thử nghiệm trọng tài, tất cả các bên phải sử dụng các tủ sấy có cùng thiết kế.

5.2 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,001 g.

6 Yêu cầu kỹ thuật

6.1 Nguyên liệu

Hoàng kỳ chế được chế từ rễ phơi hay sấy khô của cây Hoàng kỳ, bằng phương pháp sau:

6.1.1 Hoàng kỳ chích mật

Công thức:	Hoàng kỳ phiến	1,0 kg
	Mật ong	150g

Hoàng kỳ phiến được tẩm và trộn đều với mật ong đã hoà loãng khoảng 100ml nước sôi, ủ chớ tới khi thấm đều, sao nhỏ lửa, đảo đều tay cho đến khi mặt ngoài có màu vàng nâu, sờ không dính tay, lấy ra, để nguội, đóng gói.

6.2 Yêu cầu về cảm quan

Yêu cầu cảm quan đối với Hoàng kỳ chế được quy định trong Bảng 1

Bảng 1 – Yêu cầu cảm quan

Tên chỉ tiêu	Yêu cầu
1. Màu sắc	Bề ngoài có màu vàng nâu
2. Trạng thái	Hơi bóng
3. Mùi, vị	Có mùi thơm và vị ngọt.

6.3 Yêu cầu về định tính

6.3.1 Yêu cầu về sắc ký lớp mỏng

Sắc ký đồ của dung dịch thử phải cho vết cùng màu và cùng giá trị R_f với vết astragalosid IV trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu hoặc trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải cho các vết cùng màu và cùng giá trị R_f với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu chuẩn bị từ dược liệu chuẩn.

6.3.2 Yêu cầu về chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 17,0% tính theo dược liệu khô kiệt.

6.4 Giới hạn độ ẩm, không quá 10,0 %.

6.5 Giới hạn tro toàn phần, không quá 5,0 %.

6.6 Giới hạn hàm lượng kim loại nặng, không quá 20 ppm.

6.7 Yêu cầu về định lượng

Hàm lượng Astragaloside IV trong dược liệu không dưới 0,030%, tính theo dược liệu khô kiệt.

7 Phương pháp thử

7.1 Xác định chỉ tiêu cảm quan

7.1.1 Xác định màu sắc

Tiến hành xác định màu sắc của mẫu thử trong điều kiện ánh sáng tự nhiên hoặc dưới đèn có ánh sáng tương tự. Đổ mẫu thử vào khay đựng mẫu tối màu rồi quan sát màu sắc của mẫu.

7.1.2 Xác định trạng thái

Từ mẫu xác định màu sắc (Điều 7.1.1) tiến hành quan sát để xác định trạng thái của mẫu thử bằng mắt thường.

7.1.3 Xác định mùi, vị

Từ mẫu xác định màu sắc (Điều 7.1.1) tiến hành ngửi và nếm để xác định mùi vị của mẫu thử.

7.2 Phương pháp sắc ký lớp mỏng

a) Chuẩn bị

- **Bản mỏng:** *Silica gel GF₂₅₄*.

- **Hệ dung môi khai triển:** *Cloroform - methanol - nước (65 : 35 : 10)*.

- **Dung dịch thử:**

Lấy khoảng 3 g bột dược liệu, thêm 20 ml *methanol* (TT) đun sôi hồi lưu 1 h trên cách thủy, để nguội, lọc. Dịch lọc cho chảy qua một cột sắc ký đã được nhồi 5 g *nhôm oxyd trung tính*, có cỡ hạt từ 100 µm đến 120 µm, cột có đường kính trong 10 mm đến 15 mm. Phản hấp phụ bằng 100 ml *methanol* 40 % (TT); dịch phản hấp phụ được bốc hơi trên cách thủy đến khô. Cấn được hòa trong 30 ml *nước* rồi được chiết bằng *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 cần trong 0,5 ml *methanol* (TT), được dung dịch thử.

- Dung dịch đối chiếu:

Hòa tan chất đối chiếu astragalosid IV trong *methanol* (TT) để được dung dịch đối chiếu có nồng độ 1 mg/ml. Nếu không có astragalosid IV thì lấy khoảng 3 g bột Hoàng kỳ (mẫu chuẩn), tiến hành chiết giống như dung dịch thử.

b) 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 hiện màu là *dung dịch acid sulfuric 10 % trong ethanol* (TT). Sấy bản mỏng ở 105 °C trong 5 min.

7.3 Phương pháp ngâm lạnh, theo TCVN III : 2014, phụ lục 12.10.

7.4 Xác định độ ẩm, theo TCVN III: 2014, phụ lục 9.6, 1 g, nhiệt độ sấy 105 °C, thời gian sấy 4 h.

7.5 Xác định lượng tro toàn phần, theo TCVN III: 2014, phụ lục 9.8.

7.6 Xác định tro không tan trong acid, theo TCVN III: 2014, phụ lục 9.7.

7.7 Xác định yêu cầu về định lượng

a. Điều kiện sắc ký:

Cột phân tích pha đảo Inertsil RP18 (250 x 4,6mm; 5 μ m).

Detector: Alltech ELSD 2000.

- Nhiệt độ detector: 105°C.
- Tốc độ dòng khí nitơ: 2 ml / min.

Chương trình pha động:

Thời gian (min)	Dung môi A (%)	Dung môi B (%)
0 → 10	0	100
10 → 45	0 → 60	100 → 40
45 → 60	60	40

Tốc độ dòng: 0,8 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 μ l.

b) Chuẩn bị các dung dịch chuẩn và dung dịch thử:

- **Dung dịch chuẩn:** Dung dịch Astragalosid IV trong methanol có nồng độ chính xác khoảng 500 μ g/ml và 250 μ g/ml.

- **Dung dịch thử:** Nghiền dược liệu thành bột, qua rây 0,71mm. Cân chính xác khoảng 2g bột dược liệu vào một ống ly tâm thủy tinh (15cm x 2cm) đầy nắp, thêm 30ml methanol lắc siêu âm trong 30 min, ly tâm 2500 vòng/min trong 5 min. Hút lấy dịch trong. Rửa cặn 3 lần, mỗi lần với 15 ml methanol. Tập trung các dịch chiết methanol, cô trên cách thủy đến cạn. Hòa tan cặn trong 10ml dung dịch amoniac 10% (TT), lắc siêu âm 5 min. Chuyển dịch amoniac sang bình gạn, chiết lần lượt với 20 – 10 – 10 – 10ml n-butanol đã bão hòa nước. Tập trung các dịch chiết butanol, cô trên cách thủy đến cạn. Hòa cặn trong methanol, chuyển hết vào bình định mức 10ml bổ sung Methanol đến gần, lọc qua màng lọc 0,45µm được dung dịch thử.

c) Tiến hành:

Tiêm riêng biệt 20µl các dung dịch chuẩn vào hệ thống sắc ký, tiến hành sắc ký theo điều kiện đã mô tả, ghi sắc ký đồ, thời gian lưu và diện tích của pic Astragalosid IV.

Xây dựng đường hồi quy tuyến tính biểu diễn sự phụ thuộc giữa logarit của diện tích pic Astragalosid IV (S_c) và logarit của nồng độ dung dịch chuẩn (C_c) (µg/ml) theo phương trình $y = ax + b$.

Tiêm riêng biệt 20µl dung dịch thử vào hệ thống sắc ký, tiến hành sắc ký theo điều kiện đã mô tả, ghi sắc ký đồ, thời gian lưu và diện tích của pic Astragalosid IV.

Từ đường hồi quy và diện tích pic Astragaloside IV (S_t) của dung dịch thử tính được nồng độ dung dịch thử

* Nồng độ của Astragalosid IV trong dung dịch thử (µg/ml) được tính theo công thức:

$$C_t = e^{(Ln(S_t) - b)/a} \quad (1)$$

Hàm lượng % Astragalosid IV trong mẫu (tính theo dược liệu khô kiệt) được tính theo công thức:

$$X(\%) = C_t \times \frac{1}{1000} \times \frac{10}{1000} \times \frac{100}{m_t(1-A)} \quad (2)$$

Trong đó:

- S_t , S_c là diện tích pic Astragalosid IV trong sắc ký đồ dung dịch thử và dung dịch chuẩn tương ứng.

- m_t là khối lượng dược liệu lấy định lượng (g).

- C_c là nồng độ dung dịch chuẩn Astragalosid IV (µg/ml).

- C_t là nồng độ của Astragalosid IV (µg/ml) tính được từ phương trình 1.

- A là độ ẩm của mẫu thử.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- a) tất cả các chi tiết cần thiết để nhận dạng sản phẩm được thử nghiệm;
- b) viện dẫn tiêu chuẩn này [TCVN 11776-13:2017];
- c) dung môi hoặc hỗn hợp dung môi được sử dụng;
- d) kết quả thử nghiệm như đã nêu tại Điều 6, bao gồm các giá trị riêng lẻ và các giá trị trung bình;
- e) mọi sai khác so với phương pháp thử nghiệm quy định;
- f) ngày thử nghiệm;

9 Bao gói, ghi nhãn, bảo quản

9.1 Bao gói

Bao bì phải khô, sạch, không thôi nhiễm chất độc hoặc có mùi ảnh hưởng đến sản phẩm. Bao bì phải làm từ vật liệu đảm bảo an toàn và phù hợp với mục đích sử dụng.

9.2 Ghi nhãn

Nhãn phải được ghi đầy đủ nội dung bắt buộc sau đây:

- a) Tên tiếng việt, tên La tinh.
- b) Quy cách đóng gói.
- c) Tiêu chuẩn chất lượng.
- d) Ngày đóng gói, hạn sử dụng.
- e) Điều kiện bảo quản.
- f) Tên và địa chỉ của tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm.

9.3 Bảo quản

Để nơi khô mát, tránh mốc, mọt.
