

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11776-14:2017

Xuất bản lần 1

**DƯỢC LIỆU SAU CHẾ BIẾN
– PHẦN 14: HOÀNG LIÊN CHẾ**

Herbal medicine processing – Part 14: Rhizoma Coptidis 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 11776-14:2017 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: Thào 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: Trạch 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 14: Hoàng liên chế

Herbal medicine processing – Part 14: Rhizoma Coptidis Preparata

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho Hoàng liên là thân rễ của nhiều loài Hoàng liên chân gà như *Coptis chinensis* Franch. *Coptis quinquesecta* Wang, hoặc *Coptis teeta* Wall., họ Hoàng liên (Ranunculaceae).

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 tằm 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:

TCVN 11776-14:2017

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 liên chế được chế từ thân rễ của nhiều loài Hoàng liên chân gà, họ Hoàng liên, bằng một trong các phương pháp sau:

6.1.1 Hoàng liên chích rượu

Hoàng liên phiến	1 kg
Rượu trắng (30-35%)	150 ml

Lấy rượu trộn đều với hoàng liên phiến, ủ 1 cho ngấm rượu. Sao vàng.

6.1.2 Hoàng liên chích gừng

Hoàng liên phiến	1 kg
Gừng tươi	100 g

Gừng tươi rửa sạch, giã nát, vắt lấy nước cốt; giã tiếp, thêm nước sạch, làm vài lần và thêm nước sạch cho đủ 150ml. Đem nước gừng trộn đều vào hoàng liên, ủ 1 cho ngấm. Sao vàng.

6.1.3 Hoàng liên chích giấm

Hoàng liên phiến	1 kg
Giấm ăn	100 ml

Lấy giấm trộn đều với hoàng liên, ủ 30 min đến 1 cho ngấm đều. Sao vàng.

6.2 Yêu cầu về cảm quan

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

Bảng 1 – Yêu cầu cảm quan

Tên chỉ tiêu	Yêu cầu		
	Hoàng liên chích rượu	Hoàng liên chích gừng	Hoàng liên chích giấm
1. Màu sắc	Vàng đậm		
2. Mùi, vị	Vị đắng	Vị đắng, mùi thơm của gừng	Vị đắng

6.3 Yêu cầu về định tính

6.3.1 Yêu cầu về phản ứng hóa học

- Tiến hành phản ứng hóa học theo Điều 7.2.1, xuất hiện những tinh thể hình kim nhỏ màu vàng, đun nóng tiêu bản, tinh thể mất đi và dung dịch có màu hồng.
- Tiến hành phản ứng hoá học theo Điều 7.2.2, giữa hai lớp chất lỏng có màu đỏ thẫm.

6.3.2 Yêu cầu về sắc ký lớp mỏng

Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết phát quang cùng giá trị R_f và màu sắc với vết của berberin clorid và palmatin clorid đạt được trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn.

6.3.3 Xác định lượng chất chiết được trong dược liệu

Lượng chất chiết được không được ít hơn 30,0 % tính theo dược liệu khô kiệt.

6.4 Giới hạn độ ẩm, không quá 12,0 %.

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 Xác định yêu cầu về định lượng

Dược liệu phải chứa ít nhất 3,5 % berberin ($C_{20}H_{18}NO_4$), và 0,5 % palmatin, ($C_{21}H_{22}NO_4$), 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

TCVN 11776-14:2017

7.1.2 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 hoá học

7.2.1 Lấy một ít bột dược liệu đặt trên phiến kính, nhỏ 2 giọt đến 3 giọt *ethanol 96 % (TT)* và 1 giọt *dung dịch acid nitric 30 % (TT)*, để yên 5 min đến 10 min rồi đem quan sát dưới kính hiển vi.

7.2.2 Lấy 0,1 g bột dược liệu, ngâm 2 với 10 ml *nước*, lấy 2 ml *nước* ngâm, thêm 1 giọt *acid sulfuric (TT)* rồi thêm dần *dung dịch bão hòa clor trong nước (TT)*.

7.3 Phương pháp sắc ký lớp mỏng

a) Chuẩn bị

- **Bàn mỏng:** Silica gel GF₂₅₄.

- **Dung môi khai triển:** n-Butanol - acid acetic băng - nước (7 : 1 : 2).

- **Dung dịch thử:**

Lấy 0,1 g bột dược liệu, thêm 5 ml *methanol (TT)*, lắc mạnh trong 30 min, lọc, lấy dịch lọc làm dung dịch thử.

- **Dung dịch đối chiếu:**

Hòa tan riêng biệt 0,5 mg *berberin clorid* vào 1 ml *methanol (TT)* và 0,5 mg *palmatin clorid* vào 1 ml *methanol (TT)*.

b) Cách tiến hành:

Chấm riêng biệt lên bàn mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bàn mỏng ra, để khô trong không khí. Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 365 nm.

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

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

7.6 Xác định hàm lượng kim loại nặng, theo TCVN III: 2014, phụ lục 9.4.8, phương pháp 3.

7.7 Xác định yêu cầu về định lượng

a) Chuẩn bị

- **Pha động:**

Hòa tan 3,4 g *kali dihydrophosphat (TT)*, 1,7 g *natri laurylsulfat (TT)* trong 1000 ml hỗn hợp dung môi gồm *nước - acetonitril (1 : 1)*, lọc qua màng lọc có kích thước lỗ lọc 0,45 µm.

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 ráo, thoáng mát.

- Dung dịch chuẩn:

Pha một dung dịch chuẩn có chứa 0,015 mg *palmatin clorid* và 0,060 mg *berberin clorid* trong 1 ml *methanol (TT)*.

- Dung dịch thử:

Cân 0,2 g chế phẩm đã nghiền mịn (qua rây số 2) trong bình nón có nắp, thêm chính xác 50 ml hỗn hợp *methanol* : *acid hydroclorid* (100 : 1) và cân khối lượng, siêu âm 30 min. Làm nguội và cân lại bình, điền lại lượng *methanol* đã bay hơi, lắc đều và lọc. Lấy chính xác 2 ml dịch lọc vào bình định mức 10 ml, thêm *methanol* đến thể tích. làm đều. Thu được dung dịch thử.

- Điều kiện sắc ký:

Cột thép không gỉ (25 cm × 4 mm) được nhồi pha tĩnh C (10 μm) (*Lichrosorb RP 18* là thích hợp).

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

Tốc độ dòng: 0,7 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 μl.

b) Cách tiến hành:

Tiêm riêng biệt dung dịch chuẩn, dung dịch thử. Căn cứ vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng của các chuẩn, tính hàm lượng của *berberin* (C₂₀H₁₈NO₄) và *palmatin* (C₂₁H₂₂NO₄) trong dược liệu.

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 11776-14:2017];
- 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.