

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11776-22:2017

Xuất bản lần 1

**DƯỢC LIỆU SAU CHẾ BIẾN
– PHẦN 22: SINH ĐỊA CHẾ**

Herbal medicine processing – Part 22: Radix Rehmanniae glutinosae Preparata

HÀ NỘI - 2017

Mục lục

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

Lời nói đầu

TCVN 11776-22:2017 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: 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 22: Sinh địa chế

Herbal medicine processing – Part 22: Radix Rehmanniae glutinosae preparata

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho Thực địa là sản phẩm dược chế biến từ Sinh địa, thu hái từ rễ cây địa hoàng (*Rehmannia glutinosa* (Gaenrtn.) Libosch), họ Hoa mồm sói (Scrophulariaceae).

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 Hóa chất, thuốc thử

Theo TCVN III: 2014, phụ lục 2.1

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Tủ sấy, được thông gió cưỡng bức, có khả năng duy trì ở (125 ± 2) °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 tải, tất cả các bên phải sử dụng các tủ sấy có cùng thiết kế.

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

5 Yêu cầu kỹ thuật

5.1 Nguyên liệu

Công thức:

| | |
|------------------------------|--------|
| Sinh địa | 1,0 kg |
| Rượu trắng (30-35% ethanol) | 100ml |
| Gừng tươi | 50 g |
| Sa nhân | |

Chế dịch rượu gừng: gừng tươi được rửa sạch, giã nát, thêm 50 ml rượu, nghiền, vắt lấy dịch. Thêm 50ml rượu vào bã gừng, nghiền, vắt lấy dịch. Trộn dịch trên.

Sinh địa được rửa sạch, xếp vào dụng cụ chưng. Thêm dịch rượu gừng, trộn đều. Ủ 2-3 h. Thêm nước đủ ngập (khoảng 2l). Đun liên tục 3 ngày đêm. Trong quá trình đun, lấy dịch nấu tưới đều lên. Vớt sinh địa, phơi hoặc sấy đến khi khô se. Tẩm dịch nấu vào sinh địa, phơi hoặc sấy tiếp, làm 5-7 lần đến khi hết dịch nấu. Phơi đến khi cầm không dính tay, màu đen, thể chất nhuận dẻo. Để nguội, đóng gói.

5.2 Yêu cầu về cảm quan

Yêu cầu cảm quan đối với Sinh địa chế được quy định trong Bảng 1

Bảng 1 – Yêu cầu cảm quan

| Tên chỉ tiêu | Yêu cầu |
|---------------|--|
| 1. Màu sắc | Màu đen bóng. |
| 2. Trạng thái | Thể chất nhuận dẻo, cầm không thấy dính tay. |
| 3. Mùi, vị | Mùi thơm ngọt đặc trưng. |

5.3 Yêu cầu về định tính

Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết có cùng màu sắc và giá trị R_f với vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

5.4 Yêu cầu về chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 65,0% tính theo dược liệu khô kiệt.

5.5 Giới hạn độ ẩm, không quá 18,0 %.

5.6 Giới hạn tro toàn phần, không quá 8,0 %.

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

6 Phương pháp thử

6.1 Xác định chỉ tiêu cảm quan

6.1.1 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.

6.1.2 Xác định trạng thái

Từ mẫu xác định màu sắc (Điều 6.1.1) tiến hành quan sát để xác định trạng thái của mẫu thử bằng mắt thường.

6.1.3 Xác định mùi, vị

Từ mẫu xác định màu sắc (Điều 6.1.1) tiến hành ngửi và nếm để xác định mùi vị của mẫu thử.

6.2 Phương pháp sắc ký lớp mỏng

a) Chuẩn bị

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Ethyl acetat – methanol – acid formic (16:0,5:2).

Hiện vết: Đèn tử ngoại bước sóng 254 nm.

Dung dịch sắt (III) clorid 5% trong ethanol.

Dung dịch thử: Lấy khoảng 1 g dược liệu đã chế, cắt nhỏ, thêm 50 ml methanol 80%, lắc siêu âm trong 30 min, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy đến còn khoảng 5 ml, chuyển vào bình gạn, lắc kỹ với n-butanol đã bão hòa nước 2 lần, mỗi lần với 10 ml. Gộp các dịch chiết butanol, cô trên cách thủy đến cạn. Hòa cồn trong 1ml ethanol tuyệt đối được dung dịch chấm sắc ký.

Dung dịch đối chiếu: Dung dịch verbascoside chuẩn trong ethanol tuyệt đối có nồng độ khoảng 0,2 mg/ml.

b) Cách tiến hành:

Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10µl mỗi dung dịch đối chiếu và dung dịch thử. Sau khi triển khai bản mỏng khoảng 12 - 13cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, soi dưới đèn tử ngoại

TCVN 11776-22:2017

bước sóng 254 nm hoặc phun dung dịch sắt (III) clorid 5% trong ethanol đến khi hiện rõ vết, quan sát vết dưới ánh sáng thường.

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

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

6.5 Xác định chất chiết được trong dược liệu, theo TCVN III: 2014, phụ lục 12.10

Tiến hành theo phương pháp chiết nóng, dùng nước làm dung môi.

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

7 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 11776-22:2017];
- 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.

8 Bao gói, ghi nhãn, bảo quản

8.1 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.

8.2 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.

8.3 Bảo quản

Đề nơi khô ráo, tránh mốc, mọt.
