



ISSN 1859 - 4735

TẠP CHÍ DƯỢC LIỆU

JOURNAL OF MEDICINAL MATERIALS

SỐ 4 - TẬP 30
8/2025

VIỆN DƯỢC LIỆU
NATIONAL INSTITUTE OF MEDICINAL MATERIALS

3B Quang Trung, phường Cửa Nam, thành phố Hà Nội - Việt Nam
TEL: (+84-24) 38247058 FAX: (+84-24) 39348740
Email: tapchiduoclieu@nimm.org.vn; tapchiduoclieu@gmail.com

TẠP CHÍ DƯỢC LIỆU (Bản in và Bản điện tử)

BAN BIÊN TẬP (Nhiệm kỳ 2025-2030)

(Kèm theo Quyết định số 666/QĐ-VDL ngày 24/4/2025 của Viện trưởng Viện Dược liệu)

TỔNG BIÊN TẬP

PGS.TS. Đỗ Thị Hà

I. Tiểu ban Dược liệu - Dược học cổ truyền

- **PGS.TSKH. Nguyễn Minh Khởi - Trưởng Ban**

- PGS.TS. Nguyễn Thượng Dong - Ủy viên
- GS.TS. Nguyễn Minh Đức - Ủy viên
- GS.TS. Trần Công Luận - Ủy viên
- GS.TS. Won Keun Oh - Ủy viên
- PGS.TS. Trần Hùng - Ủy viên
- PGS.TS. Nguyễn Thị Bích Thu - Ủy viên
- PGS.TS. Phương Thiện Thương - Ủy viên
- PGS.TS. Phan Minh Giang - Ủy viên
- PGS.TS. Lê Nguyễn Thành - Ủy viên
- PGS.TS. Lê Việt Dũng - Ủy viên
- PGS.TS. Nguyễn Quốc Huy - Ủy viên
- PGS.TS. Nguyễn Thu Hằng - Ủy viên
- TS. Trần Minh Ngọc - Ủy viên
- TS. Nguyễn Văn Tài - Ủy viên
- PGS.TS. Lê Đình Chi - Ủy viên
- TS. Nguyễn Tuấn Hiệp - Ủy viên.

II. Tiểu ban Dược lý - Dược lâm sàng

- **PGS.TS. Phạm Thị Nguyệt Hằng - Trưởng Ban**

- PGS.TSKH. Đỗ Trung Đàm - Ủy viên
- PGS.TS. Nguyễn Thị Thu Hương - Ủy viên
- GS.TS. William R. Folk - Ủy viên
- PGS.TS. Phạm Thị Vân Anh - Ủy viên
- PGS.TS. Nguyễn Thùy Dương - Ủy viên
- PGS.TS. Lê Văn Minh - Ủy viên
- TS. Trần Thị Hiền - Ủy viên.

III. Tiểu ban Nông Sinh

- **TS. Nguyễn Văn Khiêm - Trưởng Ban**

- TS. Phan Thúy Hiền - Ủy viên
- PGS.TS. Nguyễn Văn Tập - Ủy viên
- PGS.TS. Phạm Thanh Huyền - Ủy viên
- GS.TS. Trần Thế Bách - Ủy viên.

IV. Tiểu ban Thư ký - Trị sự

- **PGS.TS. Lê Nguyễn Thành - Trưởng Ban**

- TS. Lê Thị Xoan - Thư ký chuyên môn
- CN. Nguyễn Thị Minh Lộc - Thư ký trị sự.

Trang	TỔNG QUAN	Page	REVIEW
227	Cây thuốc có berberin và vấn đề phát triển bền vững nguồn nguyên liệu chiết xuất hợp chất này ở Việt Nam hiện nay - Nguyễn Tập, Nguyễn Thị Vân Anh, Nguyễn Huy Văn, Nguyễn Thị Hà Ly, Nguyễn Ngọc Thanh, Vàng Quốc Tuấn, Phạm Ngọc Khánh, Võ Quang Trung, Đặng Ngọc Phái, Trịnh Thị Quỳnh, Huỳnh Minh Đạo	227	The Medicinal Plants Containing Berberine and the Matter of Sustainable Development of Material Sources for Its Extraction in Vietnam Today - Nguyễn Tập, Nguyễn Thị Vân Anh, Nguyễn Huy Văn, Nguyễn Thị Hà Ly, Nguyễn Ngọc Thanh, Vàng Quốc Tuấn, Phạm Ngọc Khánh, Võ Quang Trung, Đặng Ngọc Phái, Trịnh Thị Quỳnh, Huỳnh Minh Đạo
	NGHIÊN CỨU KHOA HỌC		SCIENTIFIC RESEARCH
237	Xây dựng tiêu chuẩn cơ sở vị thuốc cát căn sao vàng - Lê Thị Loan, Phan Thị Trang, Nguyễn Thị Phương, Trần Hữu Khanh Tân, Nguyễn Thế Chung, Nguyễn Minh Khôi, Đỗ Thị Hà, Nguyễn Văn Tài	237	Establishment of an In-House Standard for <i>Radix Puerariae thomsonii</i> <i>Præparata</i> (Yellow-Roasted) - Lê Thị Loan, Phan Thị Trang, Nguyễn Thị Phương, Trần Hữu Khanh Tân, Nguyễn Thế Chung, Nguyễn Minh Khôi, Đỗ Thị Hà, Nguyễn Văn Tài
246	Nghiên cứu xây dựng phương pháp định tính và định lượng α -spinasterol 3-O- β -D-glucopyranosid trong dược liệu đẳng sâm Việt Nam - Nguyễn Đình Quân, Nguyễn Thị Phương	246	Development of Qualitative and Quantitative Analysis Methods for α -Spinasterol 3-O- β -D-glucopyranoside in <i>Radix Codonopsis javanicæ</i> - Nguyễn Đình Quân, Nguyễn Thị Phương
254	Xây dựng tiêu chuẩn cơ sở vị thuốc ba kích chích muối - Phan Thị Trang, Lê Thị Loan, Nguyễn Thị Thu Trang, Trần Hữu Khanh Tân, Nguyễn Thị Phương, Nguyễn Minh Khôi, Đỗ Thị Hà, Nguyễn Văn Tài	254	Establishment of an In-House Standard for <i>Radix Morindae officinalis</i> <i>Præparata</i> (Salt-Processed) - Phan Thị Trang, Lê Thị Loan, Nguyễn Thị Thu Trang, Trần Hữu Khanh Tân, Nguyễn Thị Phương, Nguyễn Minh Khôi, Đỗ Thị Hà, Nguyễn Văn Tài
268	Nghiên cứu tác dụng long đờm và giảm ho của cát cánh di thực trên thực nghiệm - Lê Thị Xoa, Nguyễn Thị Phương, Nguyễn Văn Hiệp, Phạm Thị Nguyệt Hằng, Nguyễn Văn Tài, Nguyễn Thị Thu Trang, Nguyễn Hùng Sơn, Đào Văn Núi	268	Study on the Expectorant and Antitussive Effects of <i>Platycodon grandiflorum</i> Cultivated in Vietnam in Experimental Models - Lê Thị Xoa, Nguyễn Thị Phương, Nguyễn Văn Hiệp, Phạm Thị Nguyệt Hằng, Nguyễn Văn Tài, Nguyễn Thị Thu Trang, Nguyễn Hùng Sơn, Đào Văn Núi
272	Đánh giá tác dụng hỗ trợ cải thiện thoái hóa khớp trên thực nghiệm của mạn kinh tử - Đỗ Thị Hồng Khanh, Phạm Thị Nguyệt Hằng, Bùi Thanh Tùng	272	Evaluation of the Effect of <i>Vitex trifolia</i> L. Fruits on Osteoarthritis Improvement in an Experimental Model - Đỗ Thị Hồng Khanh, Phạm Thị Nguyệt Hằng, Bùi Thanh Tùng
281	Tác dụng hạ acid uric máu của cao chiết phổi hợp hỷ thiêm, ké đầu ngựa và thổ phục linh trên thực nghiệm - Dương Thị Thanh Tâm, Nguyễn Thành Triết	281	Anti-Hyperuricemic Effect of the Extract Containing <i>Siegesbeckia orientalis</i> , <i>Xanthium strumarium</i> , and <i>Smilax glabra</i> - Dương Thị Thanh Tâm, Nguyễn Thành Triết
287	Nghiên cứu bào chế giảm vị đắng cao rau đắng biển bằng hệ phân tán rắn với chất mang eudragit E100 - Nguyễn Thị Lê, Xa Thị Phương Thảo, Lê Thị Kim Vân	287	Masking the Bitter Taste of <i>Bacopa</i> Extract by Solid Dispersion System with Eudragit E100 as Carrier - Nguyễn Thị Lê, Xa Thị Phương Thảo, Lê Thị Kim Vân
296	Ghi nhận bổ sung loài húng đơn cho hệ thực vật Việt Nam có giá trị làm thuốc - Huỳnh Minh Đạo, Nguyễn Hoàng Tuấn, Nguyễn Thị Thu, Nguyễn Thanh Tùng, Phạm Thu Hương, Võ Văn Sỹ	296	<i>Coleus monostachyus</i> (P.Beauv.) A.J.Paton - A Record of Medicinal Plant Species for the Flora of Vietnam - Huỳnh Minh Đạo, Nguyễn Hoàng Tuấn, Nguyễn Thị Thu, Nguyễn Thanh Tùng, Phạm Thu Hương, Võ Văn Sỹ
301	<i>Curculigo sinensis</i> S. C. Chen, ghi nhận bổ sung một loài cây thuốc cho Việt Nam - Đặng Việt Cường, Nguyễn Văn Hiếu, Tô Minh Tú, Trần Văn Lộc, Đặng Minh Tú, Phạm Ngọc Khánh, Nguyễn Hải Văn, Bùi Văn Thanh, Ngô Đức Phương, Nghiêm Đức Trọng, Hoàng Diệu Linh, Nguyễn Minh Khôi	301	<i>Curculigo sinensis</i> S. C. Chen, a New Record of Medicinal Plant Species for the Flora of Vietnam - Đặng Việt Cường, Nguyễn Văn Hiếu, Tô Minh Tú, Trần Văn Lộc, Đặng Minh Tú, Phạm Ngọc Khánh, Nguyễn Hải Văn, Bùi Văn Thanh, Ngô Đức Phương, Nghiêm Đức Trọng, Hoàng Diệu Linh, Nguyễn Minh Khôi

XÂY DỰNG TIÊU CHUẨN CƠ SỞ VỊ THUỐC BA KÍCH CHÍCH MUỐI

**Phan Thị Trang, Lê Thị Loan, Nguyễn Thị Thu Trang, Trần Hữu Khánh Tân,
Nguyễn Thị Phương, Nguyễn Minh Khởi, Đỗ Thị Hà, Nguyễn Văn Tài***

Viện Dược liệu

*Email: nguyenvantai111@gmail.com

Nhận bài: 05/6/2025

Chấp nhận đăng: 25/7/2025

Tóm tắt

Mục tiêu của nghiên cứu là xây dựng được tiêu chuẩn cơ sở (TCCS) cho vị thuốc ba kích chích muối (BKCM) theo hướng dẫn của các dược điển. Các chỉ tiêu lựa chọn trong tiêu chuẩn cơ sở gồm có mô tả, định tính bằng phương pháp sắc ký lớp mỏng, độ ẩm, tro toàn phần, chất chiết được, định lượng monotropein bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao kết nối detector quang phổ hấp thụ phân tử (HPLC-UV) và nystose bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao kết nối detector tán xạ ánh sáng bay hơi (HPLC-ELSD). Tiến hành xây dựng TCCS dựa trên sáu mẫu BKCM được chế biến theo hướng dẫn của Thông tư 30/2017/TT-BYT của Bộ Y tế và áp dụng phân tích đánh giá chất lượng bốn mẫu BKCM trên thị trường.

Từ khóa: Tiêu chuẩn cơ sở; Ba kích chích muối (*Radix Morindae officinalis Praeparata*); Định tính và định lượng.

Summary

Establishment of an In-House Standard for *Radix Morindae officinalis Praeparata* (Salt-Processed)

This research aims to establish an in-house standard for *Radix Morindae officinalis Praeparata* according to the guidelines of Pharmacopoeias. The selected criteria include description, identification by thin layer chromatography, moisture, total ash, extractable substances in test samples, and quantification of two substances: monotropein using high-performance liquid chromatography with ultraviolet detector (HPLC-UV) and nystose using HPLC with evaporative light scattering detector (HPLC-ELSD). *Radix Morindae officinalis Praeparata*, processed according to the guidelines of Circular 30/2017/TT-BYT issued by the Ministry of Health, was analyzed and evaluated based on seven criteria. From the obtained results, an in-house standard for *Radix Morindae officinalis Praeparata* was proposed and applied to the quality assessment of *Radix Morindae officinalis Praeparata* samples purchased from the market.

Keywords: In-house standard; *Radix Morindae officinalis Praeparata*; Qualitative and quantitative.

1. Đặt vấn đề

Ba kích (*Morinda officinalis* How) là một cây thuốc quý dạng thân leo, phân bố ở các khu vực nhiệt đới và cận nhiệt đới có giá trị sử dụng trong Y học cổ truyền với nhiều tác dụng như: bổ thận, tráng dương, mạnh gân cốt, trừ phong thấp...[1]. Y học hiện đại đã chứng minh ba kích có các tác dụng dược lý như: chống viêm, chống loãng xương, tăng cường miễn dịch hệ tiêu hóa, chống trầm cảm...[2],[3],[4]. Các hoạt tính này chủ yếu liên quan đến các hợp chất iridoid glycosid (asperulosid, monotropein...), polysaccharid (nystose, inulin...), và anthraglycosid/anthraquinon (tectoquinon, rubiadin...)[5].

Những năm gần đây nhu cầu sử dụng dược liệu ba kích cũng như vị thuốc ba kích chích muối (BKCM) ngày một tăng. Tuy nhiên việc nhận biết BKCM bằng hình thái học gặp nhiều khó khăn và đặc biệt để kiểm soát được chất lượng BKCM thì trước hết cần xây dựng được tiêu chuẩn trong đó kiểm soát được đầy đủ các chỉ tiêu về hình thái cũng như chất lượng. Hiện nay, Dược điển Trung Quốc (ĐDTQ) 2020 (và

các phiên bản trước) và TCVN 11776-1:2017 có chuyên luận BKCM nhưng không thống nhất, trong đó TCVN 11776-1:2017 đang được dự thảo sửa chữa [6],[7].

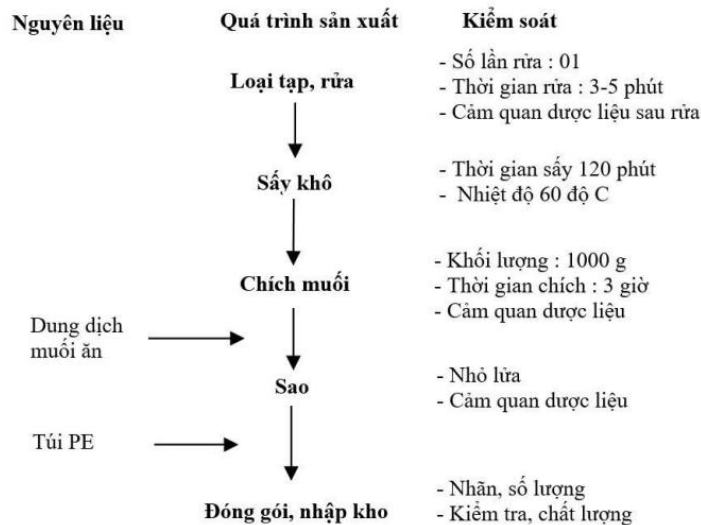
Ba kích chích muối là vị thuốc được hướng dẫn chế biến theo Thông tư 30/2017/TT-BYT (Thông tư 30) tuy nhiên chưa có quy định về chất lượng đối với các vị thuốc BKCM [8]. TCVN 11776-1:2017 có quy định tiêu chuẩn chất lượng cho BKCM, trong đó có các chỉ tiêu cảm quan, định tính (bằng phản ứng hóa học và bằng sắc ký lớp mỏng so sánh với dược liệu đối chiếu), độ ẩm, tro toàn phần, kim loại nặng, hàm lượng chất chiết được trong dược liệu, định lượng anthraquinon toàn phần, chưa có chỉ tiêu định lượng monotropein và nystose [7]. Nghiên cứu này được thực hiện nhằm góp phần xây dựng tiêu chuẩn chất lượng cho vị thuốc BKCM, đặc biệt bổ sung thêm chỉ tiêu định lượng hoạt chất giúp cho công tác kiểm tra đánh giá chất lượng vị thuốc BKCM ở Việt Nam chặt chẽ hơn.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Nguyên liệu

Mẫu dược liệu ba kích được cung cấp bởi Công ty Indochina, Việt Nam. Mẫu được kiểm nghiệm đạt tiêu chuẩn chất lượng theo chuyên luận ba kích trong Dược điển Việt Nam V. Bốn mẫu ba kích chích muối (**BKT1-4**) được mua trên thị trường tại các cửa hàng khác nhau trên

phố Lãn Ông, Hà Nội. Sáu mẫu BKCM (**BKCM1-6**) được chế biến tại Trung tâm Ứng dụng Khoa học Công nghệ Dược liệu - Viện Dược liệu, theo phương pháp được qui định trong Thông tư 30/2017/ TT-BYT của Bộ Y tế hướng dẫn phương pháp chế biến các vị thuốc cổ truyền [8]. Quy trình chế biến được trình bày trong Hình 1.



Hình 1. Quy trình chế biến vị thuốc BKCM

2.2. Hóa chất

Mẫu dược liệu ba kích (lô SZ202222, Anhui Shengantang Pharmaceutical Co., LTD, Trung Quốc). Chất chuẩn dùng trong nghiên cứu gồm có monotropein (CAS: 5945-50-6, số Lot: CFN99523, độ tinh khiết 98,0%), nystose (CAS: 13133-07-8, số Lot: CFN98574, độ tinh khiết 98,0%), của hãng Chemfaces (Trung Quốc). Các dung môi, hóa chất dùng cho HPLC của hãng Merck (đạt chuẩn HPLC); các dung môi, hoá chất dùng để xử lý mẫu đều đạt tiêu chuẩn hóa chất tinh khiết phân tích (p.a.), nước đã qua hệ thống deion.

2.3. Thiết bị

Thiết bị chính dùng trong nghiên cứu gồm:

- Hệ thống HPLC (Shimadzu, Nhật Bản) gồm bơm LC-20AD, bộ tiêm mẫu tự động SIL-20AHT, detector UV, phần mềm Labsolution để truy xuất hình ảnh và số liệu từ hệ thống.

- Hệ thống HPLC-ELSD (Shimadzu, Nhật Bản) gồm bơm LC-20AD, bộ tiêm mẫu tự động

SIL-20AHT, detector tán xạ ánh sáng bay hơi (ELSD), phần mềm Labsolution để truy xuất hình ảnh và số liệu từ hệ thống.

2.4. Phương pháp nghiên cứu

2.4.1. Mô tả:

Mô tả cảm quan (hình dạng, kích thước, màu sắc, mùi, vị) và các đặc điểm bề ngoài khác, tiến hành theo những quy định chung về kiểm tra chất lượng dược liệu của ĐDVN V [9].

2.4.2. Định tính bằng phương pháp sắc ký lớp mỏng:

2.4.2.1. Định tính monotropein:

- Bản mỏng: *Silica gel* 60 GF₂₅₄
- Hệ dung môi khai triển: Ethyl acetat - methanol - nước - acid formic - acid acetic (4 : 1 : 1 : 0,2 : 0,2, tt/tt).

Chuẩn bị các dung dịch:

Dung dịch thử: Lấy 0,5 g bột dược liệu, thêm 20 mL methanol (TT), siêu âm 15 phút hoặc đun hồi lưu trên cách thủy 1 h, để nguội, lọc, lấy dịch lọc làm dung dịch chấm sắc ký.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan

monotropein chuẩn trong methanol (TT) để được dung dịch có nồng độ khoảng 0,1 mg/mL.

Dung dịch thuốc thử hiện màu: Hòa tan 2,75 g alpha naphthol (TT) trong hỗn hợp gồm 11 mL acid sulfuric (TT) và 89 mL ethanol (TT), sau đó thêm 7 mL nước, lắc đều.

- **Cách tiến hành:** chấm lần lượt 15 μ L dung dịch chuẩn đối chiếu và 5 μ L mỗi dung dịch mẫu thử, dung dịch được liệu đối chiếu lên bản mỏng, tiến hành sắc ký theo ĐĐVN V, phụ lục 5.4. Sau khi hệ dung môi đi được khoảng 8 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ngoài không khí. Soi bản mỏng dưới đèn tử ngoại 2 bước sóng 254 nm và 366 nm. Phun dung dịch thuốc thử, sấy 100°C đến khi hiện rõ vết, quan sát bản mỏng dưới ánh sáng thường. So sánh giá trị R_f của vết chính cho bởi dung dịch thử với vết của monotropein của dung dịch chuẩn.

- **Yêu cầu:** 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 được liệu đối chiếu hoặc phải có một vết cùng màu và cùng giá trị R_f với vết monotropein trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu [9].

2.4.2.2. Định tính nystose:

- Bản mỏng: *Silica gel* 60 GF₂₅₄

- Hệ dung môi khai triển: Ethyl acetat - ethanol - nước - acid acetic - acid formic (5 : 1,5 : 1 : 2,8 : 2,8, tt/tt)

Chuẩn bị các dung dịch:

- **Dung dịch thử:** Cân khoảng 0,5 g bột dược liệu ba kích vào bình nón dung tích 50 mL, thêm 20 mL MeOH. Lắc siêu âm trong 15 phút. Lọc lấy dịch lọc.

- **Dung dịch chất đối chiếu:** Cân chính xác khoảng 0,5 mg chất chuẩn nystose, hoà tan trong 50 mL MeOH.

- **Dung dịch thuốc thử hiện màu:** Hòa tan 2,75 g alpha naphthol (TT) trong hỗn hợp gồm 11 mL acid sulfuric (TT) và 89 mL ethanol (TT), sau đó thêm 7 mL nước, lắc đều.

- **Cách tiến hành:** Chấm lần lượt 15 μ L dung dịch chuẩn và 1,5 μ L dung dịch thử lên bản mỏng. Sau đó triển khai sắc ký đến khi pha động đi được khoảng 8 cm, lấy bản mỏng ra, đánh dấu mức di chuyển của pha động trước, sấy khô bản mỏng. Phun thuốc thử hiện màu lên bản mỏng, sấy ở nhiệt độ khoảng 100°C đến khi

xuất hiện vết.

- **Yêu cầu:** 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 được liệu đối chiếu hoặc phải có một vết cùng màu và cùng giá trị R_f với vết nystose trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu [9].

2.4.3. Độ ẩm:

Thử theo Dược điển Việt Nam V, Phụ lục 12.13, Xác định hàm lượng nước bằng phương pháp cất với dung môi [9].

2.4.4. Tro toàn phần:

Thử theo Dược điển Việt Nam V, Phụ lục 9.8, Xác định tro toàn phần - Phương pháp 1, sử dụng khối lượng mẫu thử là 2 gam [9].

2.4.5. Chất chiết được trong dược liệu:

Thử theo Dược điển Việt Nam V, Phụ lục 12.10 [9].

2.4.6. Định lượng monotropein và nystose bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao:

2.4.6.1. Định lượng monotropein bằng phương pháp HPLC:

- **Pha động:** Acetonitril - acid phosphoric 0,1%: 1-99 (v/v), chương trình rửa giải đẳng dòng

- **Dung dịch thử:** Cân chính xác khoảng 0,6 g bột dược liệu, cho vào ống ly tâm có nắp, thêm 15 mL ethanol 40%, đậy nắp, lắc siêu âm 30 phút, sau đó để lắng, hút dịch chiết vào bình định mức 50 mL, cần còn lại đem chiết tiếp 2 lần, mỗi lần với 10 mL ethanol 40%, gộp các dịch chiết vào bình định mức trên, bổ sung ethanol 40% đến vạch, lắc đều. Lấy chính xác 25 mL dung dịch trên vào bình định mức 50 mL, thêm nước vừa đủ đến vạch, lắc đều. Lọc qua màng lọc 0,45 μ m được dung dịch tiêm sắc ký [10].

- **Dung dịch chuẩn:** Cân chính xác một lượng monotropein chuẩn và hòa tan trong methanol để thu được dung dịch chuẩn gốc có nồng độ khoảng 150 μ g/mL. Pha loãng với methanol thu các dung dịch chuẩn có nồng độ khoảng từ 2 μ g/mL đến 150 μ g/mL.

Điều kiện sắc ký:

Cột C₁₈ (5 μ m, 4,6 x 250 mm, 5 μ m);

Tốc độ dòng: 1 mL/phút;

Thể tích tiêm: 5 μ L;

Bước sóng phát hiện: 237 nm.

Cách tiến hành:

+ Kiểm tra khả năng thích hợp của hệ thống sắc ký: Tiến hành sắc ký 6 lần dung dịch chuẩn monotropein có nồng độ là 111,8 µg/mL, độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic ứng thu được trong 06 lần tiêm mẫu lặp lại không được lớn hơn 2,0%.

+ Tiêm các dung dịch chuẩn monotropein có nồng độ khác nhau trong khoảng từ 2 µg/mL đến 150 µg/mL vào hệ thống sắc ký, ghi nhận sắc ký đồ, thời gian lưu và diện tích pic của pic monotropein trong dung dịch chuẩn. Thiết lập phương trình hồi quy tuyến tính mô tả sự phụ

thuộc giữa nồng độ dung dịch (µg/mL) của monotropein và diện tích pic tương ứng theo phương trình $y = ax + b$.

+ Tiêm dung dịch mẫu thử, tiến hành sắc ký, ghi nhận sắc ký đồ, thời gian lưu và diện tích pic của pic có cùng thời gian lưu với monotropein trong dung dịch chuẩn. Tính nồng độ C (µg/mL) của monotropein trong dung dịch thử dựa trên các phương trình hồi quy tuyến tính đã xây dựng.

- Công thức tính hàm lượng

Hàm lượng (%) monotropein trong mẫu thử (tính theo khối lượng mẫu khô kiệt) được tính theo công thức sau:

$$X(\%) = \frac{C \times V \times 100}{m \times 10^3 \times (100 - B)} \times 100$$

Trong đó:

X(%) là hàm lượng của hoạt chất tương ứng có trong mẫu thử;

C là nồng độ của monotropein trong dung dịch thử tính được từ đường hồi quy (µg/mL);

V là thể tích dung dịch chiết mẫu (mL);

m là khối lượng mẫu thử (mg);

B là độ ẩm được liệu (%)

2.4.6.2. Định lượng nystose bằng phương pháp HPLC-ELSD:

- Pha động: MeOH - nước = 3 - 97 (v/v), chương trình rửa giải đẳng dòng

- Dung dịch thử: cân chính xác khoảng 0,25 g bột dược liệu, cho vào ống ly tâm có nắp, thêm 10 mL ethanol 60%, đậy nắp, lắc siêu âm 30 phút, sau đó để lắng, hút dịch chiết vào bình định mức 25 mL, cặn còn lại đem chiết tiếp lần 2 với 10 mL ethanol 60%, gộp các dịch chiết vào bình định mức trên, bổ sung ethanol 60% đến vạch, lắc đều. Lọc qua màng lọc 0,45 µm được dung dịch tiêm sắc ký [6].

- Dung dịch chuẩn: cân chính xác một lượng nystose chuẩn và hòa tan trong ethanol

60% để thu được dung dịch chuẩn gốc có nồng độ khoảng 1500 µg/mL. Từ dung dịch chuẩn gốc này tiến hành pha loãng bằng ethanol 60% với các tỷ lệ khác nhau để thu được các dung dịch chuẩn có nồng độ trong khoảng từ 50 µg/mL đến 1500 µg/mL dùng để xây dựng đường chuẩn.

Điều kiện sắc ký:

Cột C₁₈ (4,6 x 250 mm, 5 µm);

Detector tán xạ bay hơi;

Tốc độ dòng: 0,8 mL/phút;

Thể tích tiêm: 10 µL.

+ Kiểm tra khả năng thích hợp của hệ thống sắc ký: Tiến hành sắc ký 6 lần dung dịch chuẩn nystose có nồng độ là 423,68 µg/mL, độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic ứng thu được trong 06 lần tiêm mẫu lặp lại không được lớn hơn 2,0%.

+ Tiêm các dung dịch chuẩn nystose có nồng độ khác nhau trong khoảng từ 50 µg/mL đến 1500 µg/mL vào hệ thống sắc ký, ghi nhận sắc ký đồ, thời gian lưu và diện tích pic của pic nystose trong dung dịch chuẩn. Thiết lập phương trình hồi quy tuyến tính mô tả sự phụ thuộc giữa

logarit nồng độ dung dịch ($\mu\text{g/mL}$) của nystose và logarit diện tích pic tương ứng theo phương trình $y = ax + b$.

+ Tiêm dung dịch mẫu thử, tiến hành sắc ký, ghi nhận sắc ký đồ, thời gian lưu và diện tích pic của pic có cùng thời gian lưu với nystose trong dung dịch chuẩn. Tính logarit nồng độ C ($\mu\text{g/mL}$)

của nystose trong dung dịch thử dựa trên các phương trình hồi quy tuyến tính đã xây dựng.

- Công thức tính hàm lượng

Hàm lượng (%) nystose trong mẫu thử (tính theo khối lượng mẫu khô kiệt) được tính theo công thức sau:

$$X(\%) = \frac{e^{(\ln S - b)/a} \times V \times 100}{m \times 10^3 \times (100 - B)} \times 100$$

Trong đó:

X (%) là hàm lượng của hoạt chất tương ứng có trong mẫu thử;

S: Diện tích pic nystose thu được từ sắc ký đồ của dung dịch thử

a, b là hệ số góc và hệ số chặn trong phương trình hồi quy tuyến tính ($y = ax + b$) thu được từ đường chuẩn nystose

V là thể tích dung dịch chiết mẫu (mL);

m là khối lượng mẫu thử (mg);

B là độ ẩm được liệu (%)

3. Kết quả nghiên cứu

3.1. Mô tả

Phân tích đặc điểm về cảm quan, thể chất và mùi vị của 06 mẫu BKCM (**BKCM1-6**) chế biến theo Thông tư 30, các mẫu BKCM có đặc điểm như sau: vị thuốc dạng hình trụ tròn hoặc hơi dẹt, cong queo có lỗ rỗng, dài ngắn khác nhau kích thước 2-3 cm, đường kính mặt cắt 0,3 cm trở lên. Vỏ ngoài màu nâu xám, vàng nâu, vị hơi mặn và chát. Các đặc điểm này cũng tương đồng với qui định về cảm quan của BKCM trong TCVN 11776-1:2017 [7].



BKCM1



BKCM2



BKCM3



BKCM4



BKCM5



BKCM6

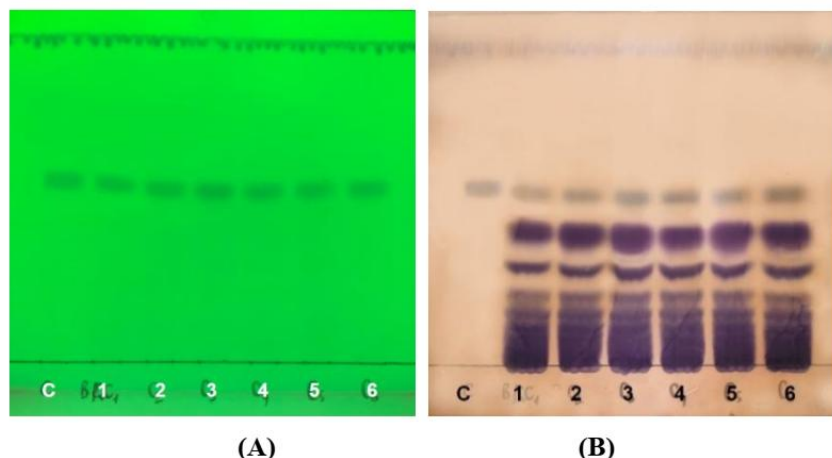
Hình 2. Hình ảnh vị thuốc BKCM (Viện Dược liệu) BKCM1 - BKCM6: Ba kích kích muối 1 - 6

3.2. Định tính bằng TLC

3.2.1. Định tính monotropein:

Định tính monotropein bằng TLC với hệ dung

môi khai triển ethyl acetat : methanol : nước : acid formic : acid acetic băng (4 : 1 : 1 : 0,2 : 0,2, tt/tt) thu được kết quả sắc ký đồ ở Hình 3:



Hình 3. Sắc ký đồ TLC định tính monotropein trong mẫu BKCM

(A) Trước khi phun thuốc thử, quan sát dưới đèn tử ngoại 254 nm

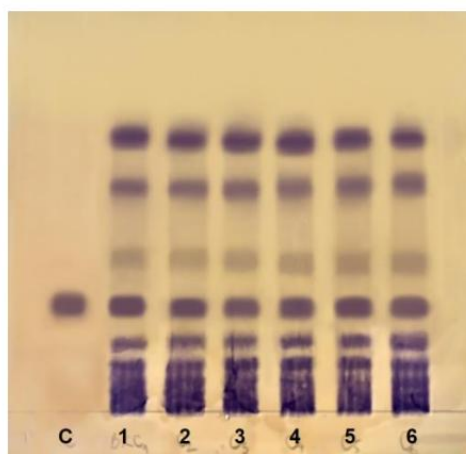
(B) Sau khi phun thuốc thử, quan sát bằng mắt thường

(C: chất chuẩn monotropein; 1 - mẫu **BKCM1**; 2 - mẫu **BKCM2**; 3 - mẫu **BKCM3**; 4 - mẫu **BKCM4**; 5 - mẫu **BKCM5**; 6 - mẫu **BKCM6**).

Kết quả thu được cho thấy sắc ký đồ TLC các vết tách rõ nét giúp quan sát thấy rõ sự có mặt của monotropein trong các mẫu BKCM. Các mẫu **BKCM1-6** có các vết chính tương ứng về R_f . Do

đó, hệ dung môi này được lựa chọn là pha động khi triển khai TLC để định tính monotropein trong các mẫu BKCM.

3.2.1. Định tính nystose:



Hình 4. Sắc ký đồ TLC định tính nystose trong mẫu BKCM

(C: chuẩn nystose; 1 - mẫu **BKCM1**; 2 - mẫu **BKCM2**; 3 - mẫu **BKCM3**; 4 - mẫu **BKCM4**; 5 - mẫu **BKCM5**; 6 - mẫu **BKCM6**).

Kết quả (Hình 4) cho thấy hệ dung môi ethyl acetat : ethanol : nước : acid acetic : acid formic (5 : 1,5 : 1 : 2,8 : 2,8, tt/tt) cho hiệu quả tách tốt và các vết trên sắc ký đồ của các mẫu BKCM rõ nét, giúp quan sát thấy rõ sự có mặt của nystose trong mẫu BKCM. Do đó, hệ dung môi này được

lựa chọn là pha động khi triển khai TLC để định tính nystose trong các mẫu BKCM.

3.3. Độ ẩm, tro toàn phần, chất chiết được

Kết quả phân tích các chỉ tiêu độ ẩm, tro toàn phần, chất chiết được của 06 mẫu BKCM (**BKCM1-6**) được trình bày trong Bảng 1.

Bảng 1. Kết quả về độ ẩm, tro toàn phần, chất chiết được trong BKCM

STT	Mẫu	Độ ẩm (%)	Tro toàn phần (% (n=3))	Chất chiết (% (n=3))	
				Chiết nước (%)	Chiết EtOH 90%
1	BKCM1	6,08 ± 0,10	3,98 ± 0,09	75,90 ± 1,83	61,27 ± 1,08
2	BKCM2	6,14 ± 0,09	4,02 ± 0,06	76,18 ± 1,42	64,48 ± 0,62
3	BKCM3	6,18 ± 0,09	3,93 ± 0,09	78,26 ± 2,33	68,47 ± 1,07
4	BKCM4	4,86 ± 0,11	4,03 ± 0,02	74,10 ± 1,47	68,13 ± 1,01
5	BKCM5	6,49 ± 0,05	3,84 ± 0,08	77,39 ± 1,63	68,49 ± 1,30
6	BKCM6	7,31 ± 0,11	3,77 ± 0,06	78,94 ± 1,24	63,62 ± 0,64

Các mẫu BKCM có độ ẩm đạt từ 4,86% đến 7,31%, kết quả này cho thấy độ ẩm của các mẫu BKCM đều đạt quy định giới hạn về độ ẩm được quy định trong DĐTQ 2020 (dưới 15%) [6]. TCVN 11776-1:2017 quy định giới hạn về độ ẩm của BKCM không quá 12% [7]. Tỷ lệ tro toàn phần của các mẫu được liệu BKCM nằm trong khoảng 3,77% đến 4,03%, kết quả này hoàn toàn phù hợp với TCVN 11776-1:2017 (không quá 6,0%), cũng như DĐTQ 2015 (không quá 6,0%) và DĐTQ 2020 (không quá 8,0%) [6],[7]. Kết quả hàm lượng chất chiết được của BKCM bằng phương pháp chiết lạnh với dung môi nước có giá trị nhỏ nhất là 74,10% và giá trị lớn nhất là 78,94%, chất chiết được bằng phương pháp chiết nóng với dung môi EtOH 90% có giá trị nhỏ nhất là 61,27% và giá trị lớn nhất là 68,49%. Chuyên luận ba kích trong Dược điển Trung Quốc 2020 quy định chất chiết được bằng phương pháp chiết lạnh với dung môi nước trong BKCM không thấp hơn 50%, còn TCVN 11776-1:2017 quy định chất chiết được bằng phương pháp chiết nóng với

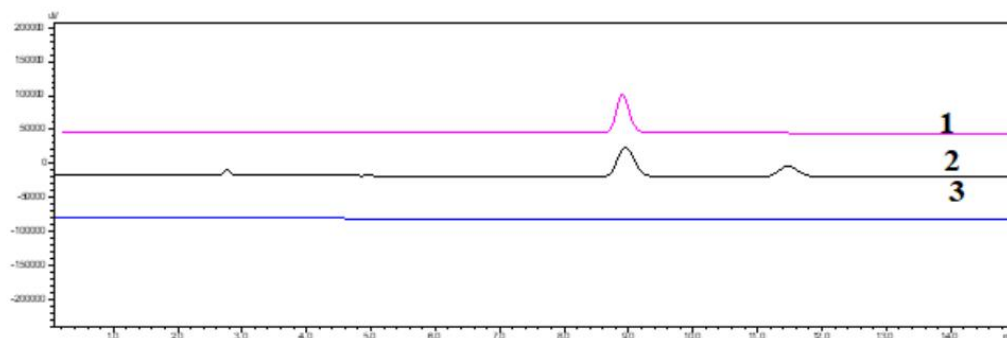
dung môi nước trong BKCM không thấp hơn 60%. Dựa trên kết quả thực nghiệm và tham khảo DĐTQ, chúng tôi đề xuất giới hạn về các chỉ tiêu này của vị thuốc BKCM như sau: độ ẩm không quá 12,0%, tro toàn phần không quá 8,0%, chất chiết được trong nước không nhỏ hơn 50%, chất chiết được trong ethanol 90% không nhỏ hơn 50%.

3.4. Định lượng monotropein bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC)

3.4.1. Thẩm định phương pháp:

a) Độ đặc hiệu

Tiến hành phân tích dung dịch chuẩn đơn, dung dịch mẫu thử BKCM1, dung dịch mẫu trắng methanol với các điều kiện sắc ký và xử lý mẫu đã trình bày trong mục 2.4.6. Kết quả thu được (Hình 5) cho thấy tín hiệu sắc ký đồ của dung dịch thử cho pic có thời gian lưu tương ứng pic monotropein trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, pic monotropein nhọn, cân xứng. Sắc ký đồ của mẫu trắng không xuất hiện pic có thời gian lưu tương ứng với thời gian lưu của monotropein.

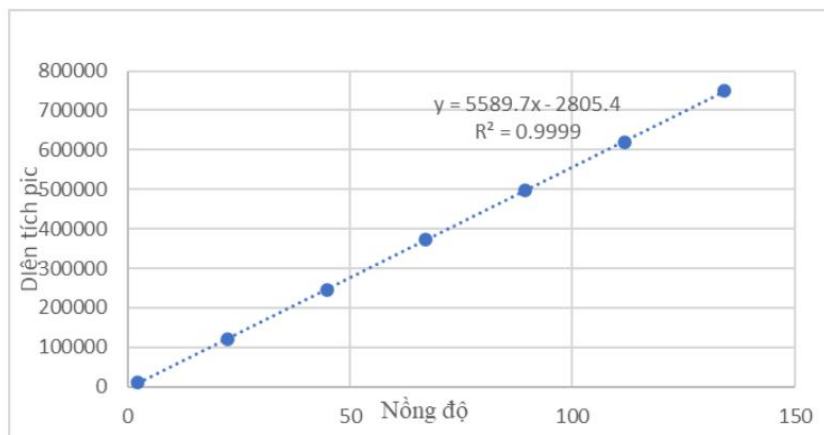


Hình 5. Sắc ký đồ đánh giá độ đặc hiệu của phương pháp
(1- chuẩn monotropein; 2- mẫu BKCM1; 3- mẫu trắng)

b) Đường chuẩn

Chuẩn bị một dãy các dung dịch monotropein có nồng độ từ 2,236 $\mu\text{g/mL}$ đến 134,16 $\mu\text{g/mL}$. Tiến hành phân tích HPLC các dung dịch chuẩn này, ghi nhận giá trị diện tích pic và xây dựng

đường chuẩn monotropein và có giá trị R^2 lớn hơn 0,999, chứng tỏ phương trình đường chuẩn xây dựng được có độ tuyến tính cao, khoảng nồng độ lựa chọn là phù hợp để áp dụng phân tích định lượng monotropein (Hình 6).



Hình 6. Đường chuẩn monotropein

c) Tính thích hợp của hệ thống

Tiến hành sắc ký 6 lần dung dịch chuẩn monotropein có nồng độ 111,8 $\mu\text{g/mL}$, ghi lại thời gian lưu và diện tích pic tương ứng. Kết quả thu được (Bảng 2) cho thấy các giá trị độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic và thời gian lưu của monotropein đều nhỏ hơn 2%, cho thấy các điều kiện sắc ký đã chọn là phù hợp và đảm bảo độ ổn định của phép phân tích định lượng monotropein.

Phân tích lặp lại 6 lần cùng một mẫu thử thu được kết quả đánh giá độ lặp lại của phương pháp. Kết quả thu được (Bảng 2) cho thấy giá trị RSD% đạt 0,97% < 2%.

d) Độ lặp lại

e) Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ)

Từ dung dịch chuẩn có nồng độ 0,4472 $\mu\text{g/mL}$ pha loãng bằng pha động để được các dung dịch có nồng độ bằng 1/5, xác định được tỷ lệ S/N = 2-3 và S/N = 9-10. Từ đó tìm được LOD và LOQ.

Bảng 2. Kết quả thẩm định phương pháp HPLC phân tích monotropein

TT	Đánh giá	Kết quả
1	Tính thích hợp của hệ thống	RSD (t_R) = 0,76% RSD (S) = 0,31%
2	Độ lặp lại	HLTB = 1,35% RSD (%) = 0,97%
3	LOD ($\mu\text{g/mL}$)	0,089
4	LOQ ($\mu\text{g/mL}$)	0,267

HLTB: Hàm lượng trung bình; t_R : thời gian lưu; S: diện tích pic; RSD: độ lệch chuẩn tương đối.

f) Độ đúng

Mẫu thêm chuẩn: Cân chính xác khoảng 0,2 g bột dược liệu và thêm một lượng chất đối chiếu ở dạng dung dịch chuẩn, quá trình thêm được chuẩn bị ở 3 mức tương ứng 80%,

100% và 120% so với hàm lượng chất phân tích có trong mẫu thử dùng để thẩm định phương pháp. Sau đó, tiến hành xử lý mẫu thêm chuẩn và mẫu không thêm chuẩn theo quy trình như mục 2.4.6.1. Tiến hành phân

tích HPLC mẫu thêm chuẩn và mẫu không thêm chuẩn. Độ đúng của phương pháp được đánh giá thông qua hiệu suất thu hồi, kết quả trình bày trong Bảng 3.

Bảng 3. Kết quả đánh giá hiệu suất thu hồi của phương pháp

STT	Mức thêm chuẩn	Lượng thêm vào ($\mu\text{g/mL}$)	Lượng thu hồi ($\mu\text{g/mL}$)	Độ thu hồi (%)	M $\pm$ SD
1	80%	22,56	22,39	99,25	99,24 $\pm$ 0,19
2		22,56	22,43	99,43	
3		22,56	22,35	99,05	
4	100%	28,20	28,09	99,60	99,37 $\pm$ 0,23
5		28,20	27,96	99,15	
6		28,20	28,02	99,36	
7	120%	33,84	33,76	99,75	99,83 $\pm$ 0,20
8		33,84	33,86	100,05	
9		33,84	33,73	99,68	

Kết quả thu được trong Bảng 3 cho thấy các giá trị hiệu suất thu hồi đều đạt trong khoảng từ 95-105%, chứng tỏ phương pháp xây dựng có độ đúng cao, phù hợp dùng cho phân tích định lượng monotropein trong BKC.

3.4.2. Đánh giá hàm lượng monotropein trong các mẫu BKCM:

Áp dụng phương pháp HPLC đánh giá hàm lượng monotropein trong một số mẫu BKCM được chế biến theo Thông tư 30. Kết quả thu được trình bày trong Bảng 4.

Bảng 4. Hàm lượng monotropein trong một số mẫu BKCM

STT	Mẫu	Hàm lượng (%)
1	BKCM1	1,51 $\pm$ 0,01
2	BKCM2	1,42 $\pm$ 0,07
3	BKCM3	1,54 $\pm$ 0,06
4	BKCM4	1,53 $\pm$ 0,02
5	BKCM5	1,35 $\pm$ 0,02
6	BKCM6	1,45 $\pm$ 0,02

Kết quả định lượng monotropein trong 6 mẫu BKCM được chế biến theo Thông tư 30 cho thấy hàm lượng monotropein từ 1,35% đến 1,54% tính theo khối lượng dược liệu khô kiệt, trong đó mẫu **BKCM5** có hàm lượng monotropein thấp nhất (1,35%) và mẫu **BKCM3** có hàm lượng monotropein là cao nhất (1,54%). Dược điển Việt Nam V, Dược điển Trung Quốc, Bộ tiêu chuẩn dược liệu Hồng Kông và TCVN 11776-1:2017 đều không có quy định chỉ tiêu này đối với dược liệu ba kích. ĐĐTQ và TCVN 11776-1:2017

cũng không có quy định chỉ tiêu này đối với BKCM. Mặc dù dự thảo TCVN 2023 không có tiêu chuẩn cho BKCM nhưng lại quy định chỉ tiêu hàm lượng monotropein cho dược liệu ba kích. Vì vậy, sau khi tiến hành khảo sát hàm lượng monotropein các mẫu BKCM và tham khảo dự thảo TCVN 2023 về chỉ tiêu hàm lượng monotropein cho dược liệu ba kích, chúng tôi đề xuất quy định hàm lượng monotropein trong BKCM không được thấp hơn 0,6% tính theo dược liệu khô kiệt.

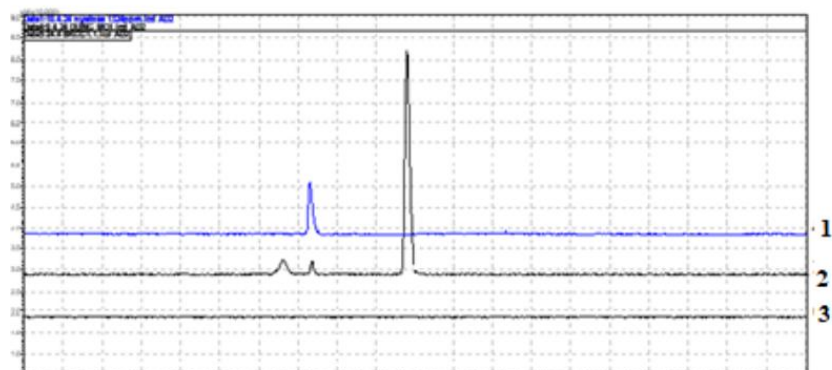
3.5. Định lượng nystose bằng phương pháp HPLC-ELSD

3.5.1. Thảm định phương pháp:

a) Độ đặc hiệu

Tiến hành phân tích dung dịch chuẩn đơn, dung dịch mẫu thử BKCM1, dung dịch mẫu trắng methanol với các điều kiện sắc ký và xử lý mẫu

đã trình bày trong mục 2.4.6. Kết quả thu được (Hình 7) cho thấy tín hiệu sắc ký đồ của dung dịch thử cho pic có thời gian lưu tương ứng pic nystose trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, pic nystose nhọn, cân xứng. Sắc ký đồ của mẫu trắng không xuất hiện pic có thời gian lưu tương ứng với thời gian lưu của nystose.



Hình 7. Sắc ký đồ đánh giá độ đặc hiệu của phương pháp
(1- chuẩn nystose; 2- mẫu BKCM1; 3- mẫu trắng)

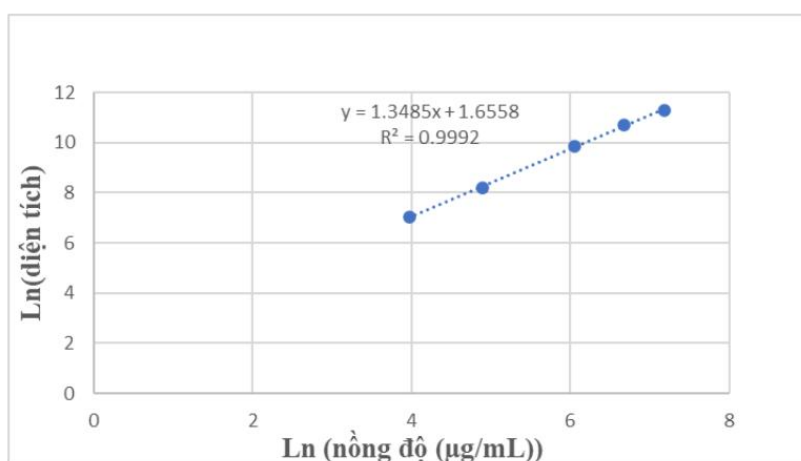
b) Đường chuẩn

Tiến hành sắc ký theo điều kiện đã mô tả, kết

quả xây dựng khoảng tuyến tính của các hợp chất được trình bày ở Bảng 5 và Hình 8.

Bảng 5. Kết quả khảo sát khoảng tuyến tính

Nồng độ (µg/mL)	Diện tích pic	Ln (nồng độ)	Ln (diện tích pic)
52,96	1124	3,97	7,02
132,40	3647	4,89	8,2
423,68	19291	6,05	9,87
794,40	44513	6,68	10,7
1324,00	81128	7,19	11,3



Hình 8. Đường chuẩn nystose

Như vậy, có sự tương quan tuyến tính giữa logarit (nồng độ) và logarit (diện tích pic) nystose theo phương trình $y = 1,3485x + 1,6558$ với hệ số tương quan $r^2 = 0,9992$.

c) Tính thích hợp của hệ thống

Tiến hành sắc ký 6 lần dung dịch chuẩn nystose có nồng độ 423,68 $\mu\text{g/mL}$, ghi lại thời gian lưu và diện tích pic tương ứng. Kết quả thu được (Bảng 6) cho thấy các giá trị độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic và thời gian lưu của nystose đều nhỏ hơn 2%, cho thấy các điều kiện sắc ký đã chọn là phù hợp và đảm bảo độ ổn định của phép phân tích định lượng nystose.

d) Độ lặp lại

Phân tích lặp lại 6 lần cùng một mẫu thử thu được kết quả đánh giá độ lặp lại của phương pháp. Kết quả thu được (Bảng 6) cho thấy giá trị RSD% đạt $0,12\% < 2\%$.

e) Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ)

Từ dung dịch chuẩn có nồng độ 10,88 $\mu\text{g/mL}$ pha loãng bằng pha động để được các dung dịch có nồng độ bằng 1/10, xác định được tỷ lệ $S/N = 2-3$ và $S/N = 9-10$. Từ đó tìm được LOD và LOQ.

Bảng 6. Kết quả thẩm định phương pháp HPLC-ELSD phân tích nystose

TT	Đánh giá	Kết quả
1	Tính thích hợp của hệ thống	RSD (tr) = 0,932% RSD (S) = 1,069%
2	Độ lặp lại	HLTB = 5,58% RSD (%) = 0,12%
3	LOD ($\mu\text{g/mL}$)	1,088
4	LOQ ($\mu\text{g/mL}$)	2,176

HLTB: Hàm lượng trung bình; tr: thời gian lưu; S: diện tích pic; RSD: độ lệch chuẩn tương đối.

f) Độ đúng

Mẫu thêm chuẩn: Cân chính xác khoảng 0,05 g bột dược liệu và thêm một lượng chất đối chiếu ở dạng dung dịch chuẩn, quá trình thêm được chuẩn bị ở 3 mức tương ứng 80%, 100% và 120% so với hàm lượng chất phân tích có trong mẫu thử dùng để thẩm định

phương pháp. Sau đó, tiến hành xử lý mẫu thêm chuẩn và mẫu không thêm chuẩn theo quy trình như mục 2.4.6.2. Tiến hành phân tích HPLC mẫu thêm chuẩn và mẫu không thêm chuẩn. Độ đúng của phương pháp được đánh giá thông qua hiệu suất thu hồi, kết quả trình bày trong Bảng 7.

Bảng 7. Kết quả đánh giá hiệu suất thu hồi của phương pháp

STT	Mức thêm chuẩn	Lượng thêm vào ($\mu\text{g/mL}$)	Lượng thu hồi ($\mu\text{g/mL}$)	Độ thu hồi (%)	$M \pm SD$
1	80%	32,64	32,29	98,93	$99,06 \pm 0,14$
2		32,64	32,38	99,20	
3		32,64	32,33	99,05	
4	100%	40,80	40,70	99,75	$99,74 \pm 0,29$
5		40,80	40,57	99,44	
6		40,80	40,81	100,02	
7	120%	48,96	49,00	100,09	$100,02 \pm 0,06$
8		48,96	48,94	99,96	
9		48,96	48,97	100,02	

Kết quả cho thấy khi thêm các lượng nystose chuẩn khác nhau, phương pháp đều cho độ thu hồi nằm trong khoảng 98 - 102% và độ lệch chuẩn tương đối < 2%. Kết quả này chứng tỏ phương pháp đã xây dựng có độ thu hồi tốt, phù hợp để định lượng nystose trong dược liệu BKCM.

3.5.2. Đánh giá hàm lượng nystose trong các mẫu BKCM:

Áp dụng phương pháp HPLC đánh giá hàm lượng nystose trong một số mẫu BKCM được chế biến theo Thông tư 30. Kết quả thu được trình bày trong Bảng 8.

Bảng 8. Hàm lượng nystose trong một số mẫu BKCM

STT	Mẫu	Hàm lượng (%)
1	BKCM1	5,58 ± 0,01
2	BKCM2	5,00 ± 0,06
3	BKCM3	4,56 ± 0,07
4	BKCM4	4,83 ± 0,06
5	BKCM5	4,96 ± 0,08
6	BKCM6	4,79 ± 0,05

Kết quả định lượng nystose trong 6 mẫu BKCM chế biến được theo Thông tư 30 cho thấy hàm lượng nystose từ 4,56% đến 5,58% tính theo khối lượng khô kiệt, trong đó mẫu **BKCM3** có hàm lượng nystose thấp nhất là 4,56% và mẫu **BKCM1** có hàm lượng nystose cao nhất là 5,58%. Hàm lượng nystose BKCM đều cao hơn hàm lượng nystose trong mẫu ba kích ban đầu (4,27%). Các dược điển và bộ tiêu chuẩn tham khảo đều có chuyên luận cho dược liệu ba kích nhưng chỉ có TCVN 11776-1:2017 và DĐTQ có chỉ tiêu kỹ thuật cho BKCM, trong đó chỉ có DĐTQ quy định hàm lượng nystose trong BKCM không thấp hơn 2,0% (hàm lượng nystose trong

dược liệu ba kích của DĐTQ cũng được quy định không thấp hơn 2,0%). Kết quả hàm lượng nystose trong 6 mẫu BKCM (đạt 4,56-5,58%) đều tương đương hoặc cao hơn nguyên liệu ba kích ban đầu (4,27%) và cao hơn các mức giới hạn của dược liệu ba kích và BKCM trong DĐTQ ($\geq 2,0\%$). Từ đó, đề xuất quy định hàm lượng nystose trong BKCM không được thấp hơn 2,0%.

3.6. Đánh giá một số mẫu BKCM trên thị trường theo Tiêu chuẩn cơ sở

Tiến hành đánh giá 4 mẫu BKCM thu mua trên thị trường theo phương pháp đã nêu ở mục 2.4 đồng thời so sánh với chỉ tiêu đề xuất, kết quả được trình bày trong Bảng 9 và các Hình 8-10.

Bảng 9. Kết quả đánh giá một số mẫu BKCM trên thị trường theo TCCS

TT	Chỉ tiêu	Quy định đề xuất	Mẫu BKT1	Mẫu BKT2	Mẫu BKT3	Mẫu BKT4
1	Mô tả		Đạt	Đạt	Đạt	Đạt
2	Đặc điểm bột		Đạt	Đạt	Đạt	Đạt
3	Độ ẩm (%)	$\leq 12,0\%$	6,86 ± 0,10	7,10 ± 0,07	12,19 ± 0,04 (không đạt)	10,12 ± 0,06
4	Tro toàn phần (%)	$\leq 8,0\%$	3,08 ± 0,06	2,63 ± 0,01	3,05 ± 0,02	2,88 ± 0,05
5	Định tính nystose	Có	Có	Có	Có	Có

TT	Chỉ tiêu	Quy định đề xuất	Mẫu BKT1	Mẫu BKT2	Mẫu BKT3	Mẫu BKT4
6	Định tính monotropein	Có	Có	Có	Có	Có
7	Chất chiết được trong nước (%)	$\geq 50,0\%$	$74,15 \pm 0,82$	$78,87 \pm 0,96$	$73,24 \pm 1,06$	$77,06 \pm 0,48$
8	Chất chiết được trong ethanol (%)	$\geq 50,0\%$	$61,06 \pm 0,72$	$68,12 \pm 0,77$	$48,85 \pm 0,42$	$68,67 \pm 0,94$
9	Hàm lượng monotropein (%)	$\geq 0,6\%$	$1,62 \pm 0,08$	$1,62 \pm 0,03$	$1,67 \pm 0,08$	$1,64 \pm 0,02$
10	Hàm lượng nystose (%)	$\geq 2\%$	$4,52 \pm 0,06$	$3,58 \pm 0,04$	$4,33 \pm 0,08$	$3,62 \pm 0,07$



BKT1



BKT2

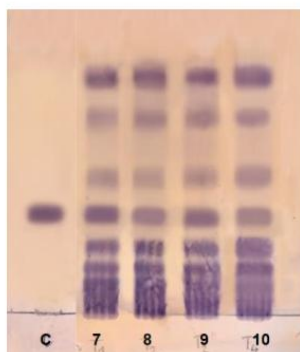


BKT3

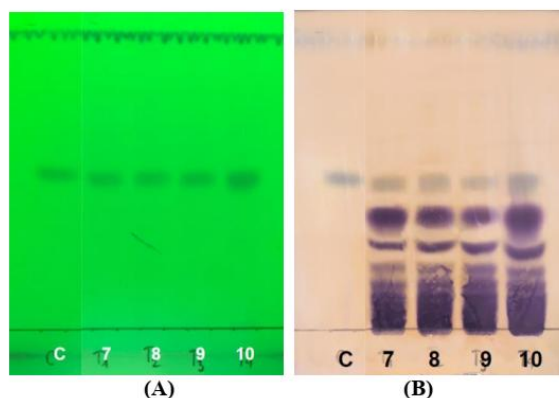


BKT4

Hình 8. Hình ảnh vị thuốc BKCM trên thị trường
BKT1 - BKT4: Ba kích thử 1 - 4



Hình 9. Sắc ký đồ TLC định tính nystose trong mẫu BKCM trên thị trường
(C: chuẩn nystose; 7 - mẫu BKT1; 8 - mẫu BKT2; 9 - mẫu BKT3; 10 - mẫu BKT4)



Hình 10. Sắc ký đồ TLC định tính monotropein trong các mẫu BKCM trên thị trường

(A) Trước khi phun thuốc thử, quan sát dưới đèn tử ngoại 254 nm và 366 nm.

(B) Sau khi phun thuốc thử, quan sát bằng mắt thường

(C: chất chuẩn monotropein đối chiếu; 7 - mẫu thử BKT1; 8 - mẫu thử BKT2; 9 - mẫu thử BKT3; 10 - mẫu thử BKT4).

Với kết quả thu được các mẫu BKCM thu mua trên thị trường hầu hết đều đạt so với mức qui định trong các chuyên luận ĐDTQ 2020 và TCCS đề xuất, trong đó các chỉ tiêu định lượng là hàm lượng nystose và monotropein đều đạt với đề xuất về hàm lượng nystose trong BKCM không thấp hơn 2,0% và hàm lượng monotropein không thấp hơn 0,6%.

5. Kết luận

Đã phân tích các chỉ tiêu về cảm quan và chất lượng các mẫu BKCM chế biến theo Thông tư 30 của Bộ Y tế, bao gồm: mô tả, độ ẩm, tro toàn phần, chất chiết được trong dược liệu, định tính, định lượng. Trong đó có định tính monotropein, nystose và định lượng monotropein bằng phương pháp HPLC-UV và nystose bằng phương pháp HPLC-ELSD. Kết quả phân tích cho thấy hàm lượng monotropein trong sáu mẫu BKCM chế biến tại đơn vị đạt từ 1,35% đến 1,54% và hàm lượng nystose đạt từ 4,56% đến 5,58% tính theo

khối lượng dược liệu khô kiệt. Từ các kết quả thu được, chúng tôi đề xuất tiêu chuẩn cơ sở của vị thuốc BKCM như sau: độ ẩm không quá 12%, tro toàn phần không quá 8,0%, chất chiết được trong nước không thấp hơn 50%, chất chiết được trong ethanol 90% không thấp hơn 50%. Hàm lượng monotropein không thấp hơn 0,6% và hàm lượng nystose không thấp hơn 2,0% tính theo dược liệu khô kiệt. Đánh giá một số mẫu BKCM thu mua trên thị trường theo TCCS đề xuất, các mẫu đều đạt yêu cầu quan trọng như định tính, định lượng, chỉ một mẫu có độ ẩm vượt quá chỉ tiêu đề xuất là 12%, tuy nhiên đây là chỉ tiêu có thể đạt được bằng cách chú trọng điều kiện sấy hoặc bảo quản.

Lời cảm ơn: Nghiên cứu được hoàn thành với sự hỗ trợ kinh phí từ đề tài cấp Viện Dược liệu “Nghiên cứu xây dựng tiêu chuẩn cho vị thuốc Y học cổ truyền, Hợp đồng số 03/2023/HĐ-NVBG-PTTC ngày 03/8/2023”.

Tài liệu tham khảo

1. Đỗ Tất Lợi (1999), *Những cây thuốc và vị thuốc Việt Nam*, NXB Y học, Hà Nội, 303-304.
2. Chen D., Zhang P., Lin L., Shuai O., Zhang H., Liu S., Wang J., (2013), Protective effect of Bajijiasu against β -amyloid-induced neurotoxicity in PC12 Cells, *Cellular and Molecular Neurobiology*, 33(6), 837-850.
3. Bao L., Qin L., Wu Y., Han T., Xue L., Zhang Q., (2011), Anthraquinone compounds from *Morinda officinalis* inhibit osteoclastic bone resorption *in vitro*, *Chemico-Biological Interactions*, vol. 194(2-3), 97-105.
4. Zhang Z., Zhang Q., Yang H., Liu W., Zhang N., Qin L., Xin H., (2016), Monotropein isolated from the roots of *Morinda officinalis* increases osteoblastic bone formation and prevents bone loss in ovariectomized mice, *Fitoterapia*, 110, 166-172.
5. Yoshikawa M., Yamaguchi S., Nishioka H., Yamahara J., Murakami N., (1995), Chemical constituents of Chinese natural medicine, *morinda* radix, the dried roots of *morinda officinalis* How: structures of morindolide and morofficaloside, *Chemical and Pharmaceutical Bulletin (Tokyo)*, 43(9), 1462-1465.
6. Chinese Pharmacopoeia Commission (2020), *Pharmacopoeia of the people's republic of China*, Vol. I, 10-311.
7. Tiêu chuẩn Quốc gia, TCVN 11776-1:2017, Dược liệu sau chế biến - Phần 1: Ba kích chế.
8. Bộ Y tế (2017), *Thông tư số 30/2017/TT-BYT* ngày 11/7/2017 hướng dẫn phương pháp chế biến các vị thuốc cổ truyền.
9. Bộ Y tế (2017), *Dược điển Việt Nam V*, chuyên luận ba kích, NXB Y học, 1064.
10. Huang L., Huang R., Lu Z., (2018), Study on qualitative and quantitative analysis of monotropein in *Liquidambaris Radix*, *Zhongguo Zhongyiyao Xinxizazhi*, 25(9), 83-85.

