

Thời gian (phút)	Acetonitril (% t/t)	Dung dịch acid formic 0,1 % (% t/t)
0 - 15	8 - 20	92 - 80
15 - 18	20 - 25	80 - 75
18 - 23	25 - 30	75 - 70
23 - 25	30	70
25 - 26	30 - 95	70 - 5
26 - 31	95	5
31 - 32	95 - 8	5 - 92
32 - 37	8	92

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, số đĩa lý thuyết của cột không nhỏ hơn 2000 tính theo pic acid chlorogenic và độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic acid chlorogenic của 6 lần tiêm lặp lại không lớn hơn 2,0 %.

Tính hàm lượng acid chlorogenic trong dược liệu dựa vào diện tích pic trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{16}H_{18}O_9$ của acid chlorogenic chuẩn. Dược liệu phải chứa không dưới 0,7 % acid chlorogenic ($C_{16}H_{18}O_9$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Bảo quản

Để nơi khô ráo, thoáng mát, tránh ẩm mốc.

Tính vị, quy kinh

Khô, lương. Vào các kinh can, đờm.

Công năng, chủ trị

Lợi mật, chỉ thống. Chủ trị: Tiêu hóa kém, viêm gan, viêm túi mật, sỏi mật.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng 8 g đến 10 g, dạng thuốc sắc hay dùng dạng trà thuốc.

Lá tươi dùng để chiết xuất cao Actisô.

BA KÍCH (RỄ)

Morinda officinalis Radix

Dây ruột gà

Rễ được làm khô của cây Ba kích (*Morinda officinalis* F.C. How), họ Cà phê (Rubiaceae). Thu hoạch quanh năm, tốt nhất vào mùa đông. Đào lấy rễ của cây từ 3 năm tuổi trở lên, rửa sạch đất cát, loại bỏ rễ con, phơi hoặc sấy khô.

Mô tả

Rễ hình trụ tròn hay hơi dẹt, cong queo, dài ngắn khác nhau, đường kính 0,3 cm trở lên. Mặt ngoài màu nâu xám, vàng nâu hoặc nâu nhạt, có nhiều vân dọc và rải rác có vết thắt ngang. Nhiều chỗ thắt ngang sâu tới lõi gỗ. Mặt cắt có phần thịt dày màu tím xám hoặc màu hồng nhạt, giữa là lõi gỗ nhỏ màu vàng nâu, vị hơi ngọt và chát. Lõi dạng sợi dài, cứng, màu xám tro, rải rác có các mấu nhỏ lõi lên rất cứng, chất chắc dẻo, khó bẻ gãy.

Vị phẫu

Mặt cắt dược liệu hình tròn, từ ngoài vào trong có: Lớp bên gồm 2 đến 3 hàng tế bào hình chữ nhật xếp thành vòng tròn đồng tâm và dây xuyên tâm, trong lớp bên thường có các tế bào chứa bó tinh thể calci oxalat hình kim, sát lớp bên có các tế bào mô cứng xếp liền nhau tạo thành vòng. Mô mềm vỏ dày, cấu tạo bởi những tế bào thành mỏng, xếp lộn xộn, các tế bào ở phần ngoài bị ép bẹp. Phía trong mô mềm là libe, gồm các tế bào nhỏ tạo thành vòng liên tục. Rải rác trong mô mềm và libe có các bó tinh thể calci oxalat hình kim. Gỗ gồm các mạch gỗ lớn xếp thành bó, các bó kết hợp với nhau tạo thành lõi hình sao 5, 6 cạnh. Trong mô gỗ có những đám tế bào không hóa gỗ.

Bột

Bột có màu nâu nhạt, vị hơi chát, mùi thơm dịu. Soi dưới kính hiển vi thấy: Mảnh bên gồm các tế bào hình chữ nhật, mảnh mô mềm cấu tạo bởi các tế bào hình nhiều cạnh thành mỏng, một số tế bào chứa bó tinh thể calci oxalat hình kim. Nhiều tinh thể calci oxalat hình kim, dài khoảng 0,1 mm và các đoạn gãy của chúng. Rải rác có các hạt tinh bột và nhiều mạch điểm.

Định tính

A. Đun sôi 0,1 g bột dược liệu với 1 ml dung dịch *natri hydroxyd* 10 % (TT) và 9 ml nước, rồi lọc. Thêm *acid hydrochloric* (TT) cho đến phản ứng hơi acid (thử với giấy quỳ), thêm tiếp 10 ml *ether* (TT), lắc. Lớp ether sẽ nhuộm màu vàng. Gạn riêng lớp ether, thêm 5 ml *amoniac* (TT), lắc. Lớp dung dịch amoniac sẽ nhuộm màu đỏ tím bền vững. B. Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel 60 F₂₅₄.

Dung môi khai triển: Ethyl acetat - nước - acid formic - acid acetic băng (6 : 3 : 2 : 2).

Dung dịch thử: Lấy 0,5 g bột dược liệu, thêm 20 ml *methanol* (TT), siêu âm 15 min 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 dược liệu đối chiếu: Lấy 0,5 g dược liệu Ba kích (mẫu chuẩn), tiến hành chiết như mô tả ở phần dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai, lấy bản mỏng ra để khô ngoài không khí. Phun dung dịch thuốc thử, sấy 100 °C đến khi hiện rõ vết, quan sát bản mỏng dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết cùng màu sắc và tương ứng về vị trí với vết trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu hoặc có các vết cùng màu sắc và tương đương về vị trí với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu.

Pha thuốc thử: 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.

Độ ẩm

Không quá 12,0 % (Phụ lục 9.6; 1 g; 100 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không quá 6,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không quá 1,5 % (Phụ lục 9.7).

Tỷ lệ vụn nát

Qua rây có cạnh trong của lỗ mắt rây 4 mm: Không quá 5,0 % đối với dược liệu đã bỏ lõi (Phụ lục 12.12).

Tạp chất (Phụ lục 12.11)

Tỷ lệ dược liệu xơ, hóa gỗ, đường kính dưới 0,3 cm: Không được có.

Tạp chất khác: Không quá 1,0 %.

Kim loại nặng

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8, phương pháp 3). Lấy 1 g dược liệu. Dùng 2 ml *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT)* để chuẩn bị mẫu dung dịch đối chiếu.

Chất chiết được trong dược liệu

Không được ít hơn 50,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt. Tiến hành theo phương pháp chiết lạnh (Phụ lục 12.10), dùng *nước* làm dung môi.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Methanol - dung dịch acid phosphoric 0,5 % (5 : 95).

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,6 g bột dược liệu (qua rây số 250), cho vào ống ly tâm thủy tinh có nắp, thêm 15 ml *ethanol 40 % (TT)*, đậy nắp, lắc siêu âm 30 min, ly tâm với tốc độ 5000 rpm trong 10 min. Hút dịch chiết vào bình định mức 50 ml, cán còn lại đem chiết tiếp 2 lần, mỗi lần với 10 ml *ethanol 40 % (TT)*, gộp các dịch chiết vào bình định mức trên, bổ sung *ethanol 40 % (TT)* đến vạch, lắc đều. Lấy chính xác 25,0 ml dung dịch trên vào bình định mức 50 ml, thêm *nước* vừa đủ đến vạch, lắc đều. Lọc qua màng lọc 0,45 µm được dung dịch tiêm sắc ký.

Dung dịch chuẩn: Hòa tan monotropein chuẩn trong *methanol (TT)* để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 1 mg/ml. Lấy 1,0 ml dung dịch thu được vào bình định mức 20 ml, thêm *nước* vừa đủ đến vạch (dung dịch monotropein 0,05 mg/ml).

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (0,25 m × 4,6 mm), nhồi pha tĩnh C (5 µm). Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 237 nm.

Tốc độ dòng: 1,0 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, số đĩa lý thuyết của cột không được ít hơn 5000 tính theo pic monotropein.

Tiến hành sắc ký lần lượt với dung dịch chuẩn và dung dịch thử theo điều kiện đã mô tả, ghi sắc ký đồ, thời gian lưu và

diện tích pic monotropein. Tính hàm lượng monotropein trong dược liệu dựa vào diện tích pic trên sắc ký đồ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{16}H_{22}O_{11}$ của monotropein chuẩn.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,6 % monotropein ($C_{16}H_{22}O_{11}$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Ba kích nhục (Ba kích đã bỏ lõi): Rửa sạch rễ. Đối với rễ tươi: phơi đến khô một phần rồi đập giập (tránh đập vụn nát), tuốt bỏ lõi hoặc ngâm nước sạch cho mềm, bỏ lõi, phơi hoặc sấy khô.

Đối với rễ khô: Làm ẩm, ủ mềm đối, tuốt bỏ lõi gỗ, phơi hay sấy khô.

Mô tả: Các mảnh rễ và đoạn cong queo có lỗ rỗng, độ dài khác nhau nhưng không quá 5 cm, vỏ ngoài màu nâu xám hoặc vàng nâu, có nhiều nếp nhăn ngang. Mặt cắt tím nhạt hoặc trắng đục. Mùi thơm, vị hơi ngọt và chát.

Định tính, Độ ẩm, Tro không tan trong acid, Tỷ lệ vụn nát, Kim loại nặng, Chất chiết được trong dược liệu, Định lượng: Yêu cầu và phương pháp thử như đối với dược liệu chưa bỏ lõi.

Ba kích chích rượu: Lấy Ba kích nhục, thêm rượu, trộn đều, ủ 2 h cho ngấm hết rượu, sao tới khô. 1 kg Ba kích nhục dùng 150 ml rượu 20° (rượu có nồng độ ethanol 20 %).

Mô tả: Dược liệu sau chế là các mảnh và đoạn cong queo có lỗ rỗng, dài ngắn khác nhau, vỏ ngoài màu vàng nhạt hoặc hơi xám, mặt cắt màu tím nhạt. Mùi thơm, vị hơi chát.

Ba kích chích muối: Ít dùng, chỉ chế theo yêu cầu của thầy thuốc.

Chú ý: Không chế Ba kích với Cam thảo vì Ba kích có vị cay hơi ngọt, nếu ngọt quá gây hại thận.

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để nơi khô, thoáng, tránh mốc, mọt. Dược liệu đã chế biến: Để nơi khô, thoáng, tránh mốc, mọt. Nên dùng trong 30 ngày, để lâu mất tác dụng.

Tính vị, quy kinh

Vị cay hơi ngọt, tính ôn. Vào kinh thận.

Công năng, chủ trị

Cổ tỉnh, cường dương, ích tinh, bổ trung tiêu, điều hòa huyết mạch, mạnh gân cốt. Chủ trị: Di mộng tinh, liệt dương, bổ trung tiêu, gân xương mềm yếu.

Cách dùng, liều lượng

Dùng dược liệu đã chế biến.

Ngày dùng từ 9 g đến 12 g, có thể dùng liều cao hơn theo chỉ định của thầy thuốc, dạng thuốc sắc. Dạng hoàn tán hoặc ngâm rượu theo yêu cầu của bài thuốc.

Kiêng kỵ

Người âm hư, hỏa vượng không nên dùng.