

BỘT BÌNH VỊ

Công thức

Thương truật (<i>Atractylodes Rhizoma</i>)	80 g
Hậu phác (<i>Magnoliae officinalis Cortex</i>)	50 g
Trần bì (<i>Citri reticulatae Pericarpium Perenne</i>)	50 g
Cam thảo (<i>Glycyrrhizae Radix et Rhizoma</i>)	30 g

Bào chế

Cân đủ số lượng các vị thuốc trong công thức trên, sấy khô, tán thành bột mịn, rây và trộn kỹ, sấy khô đến độ ẩm qui định.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Thuốc bột” (Phụ lục 1.7).

Tính chất

Bột có màu vàng nhạt, vị đắng, hơi ngọt, mùi thơm nhẹ.

Định tính

A. Soi bột: Soi bột chế phẩm dưới kính hiển vi, với thị kính số 5, vật kính 40, so sánh với bột mẫu chuẩn của Cam thảo, Trần bì và Thương truật, bột chế phẩm phải có các sợi chứa tinh thể calci oxalat của Cam thảo, và các tinh thể calci oxalat hình khối vuông hoặc hình quả trám của Trần bì, tinh thể calci oxalat hình kim của Thương truật.

B. Lấy khoảng 10 g chế phẩm, cho vào bình nón có nút mài. Thêm 50 ml *ethanol* 70 % (TT), khuấy đều, đun trên cách thủy 15 min. Để nguội, lọc lấy dịch chiết. Cát thu hồi dung môi. Hòa lẫn với 10 ml *nước cất* nóng. Lọc. Lấy dịch lọc. Lắc với *ethyl acetat* (TT) 3 lần, mỗi lần 5 ml. Gộp dịch chiết *ethyl acetat*, bay hơi đến còn khoảng 3 ml, lấy dịch chiết này cho vào 3 ống nghiệm nhỏ, mỗi ống 1 ml dịch chiết để tiến hành các phản ứng sau:

Ống 1: Thêm một ít bột *magnesi* (TT), thêm từ từ vài giọt *acid hydrochloric* (TT), đun nóng nhẹ, dung dịch xuất hiện màu đỏ cam.

Ống 2: Thêm vài giọt *dung dịch natri hydroxyd* 10 % (TT), xuất hiện màu vàng cam.

Ống 3: Thêm vài giọt *dung dịch sắt (III) clorid* 5 % (TT), xuất hiện màu xanh đen.

Độ ẩm

Không quá 9,0 % (Phụ lục 12.13).

Độ mịn

Lấy 20 g chế phẩm, rây qua rây số 335 (Phụ lục 3.5), phần còn lại không quá 5 %.

Độ đồng nhất

Lấy 20 g chế phẩm, cho vào tờ giấy trắng đặt trong khay men, dùng một thìa nhấc ấn nhẹ trên mặt lớp bột thành một vết lõm. Quan sát vị trí vết, màu của chế phẩm phải đồng nhất, không được có màu lốm đốm.

Định lượng

Cân chính xác khoảng 10 g bột chế phẩm, cho vào bình Soxhlet, thêm 80 ml *ether dầu hỏa* (30 °C đến 60 °C) (TT), có thể điều chỉnh lượng dung môi chiết phù hợp với bộ

Soxhlet sử dụng, đun sôi hồi lưu trên cách thủy 4 h, để nguội, bỏ dịch chiết, lấy bã tãi mỏng để bay hơi hết *ether* dầu hỏa, cho bã vào bình Soxhlet, thêm 80 ml *ethanol* 70 % (TT), có thể điều chỉnh lượng dung môi chiết phù hợp với bộ Soxhlet sử dụng, đun sôi hồi lưu trong cách thủy khoảng 3 h để chiết hết flavonoid. Để nguội, cất thu hồi dung môi dưới áp suất giảm, thêm 10 ml *nước cất* nóng, khuấy kỹ, lọc, lặp lại với 10 ml *nước cất* nóng khác. Lắc dịch lọc thu được với *ethyl acetat* (TT) 5 lần, mỗi lần 10 ml. Gộp dịch chiết *ethyl acetat* vào cốc đã cân bì, bay hơi dung môi đến cạn, sấy cân thu được đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ dưới 80 °C. Cân và tính hàm lượng flavonoid toàn phần.

Hàm lượng flavonoid toàn phần không được dưới 1,0 %.

Bảo quản

Đóng trong đồ đựng kín, để nơi khô ráo thoáng mát.

Công năng, chủ trị

Kiện tỳ táo thấp, hành khí hòa vị. Chủ trị: Các trường hợp bụng đầy trướng, căng tức, nôn mửa, tiêu chảy.

Cách dùng, liều dùng

Ngày dùng từ 12 g đến 16 g, chia 2 đến 3 lần, uống với nước sắc của 2 lát gừng và 2 quả táo tàu.

CAO BỒ PHÔI

Công thức

Bách bộ (<i>Stemonae tuberosae Radix</i>)	50 g
Thạch xương bồ (<i>Acori Graminei Rhizoma</i>)	22 g
Bọ mả (<i>Pouzolziae Herba</i>)	120 g
Cam thảo (<i>Glycyrrhizae Radix et Rhizoma</i>)	11 g
Trần bì (<i>Citri reticulatae Pericarpium Perenne</i>)	17 g
Cát cánh (<i>Platycodonis grandiflori Radix</i>)	12 g
Mạch môn (<i>Ophiopogonis japonici Radix</i>)	50 g
Tinh dầu Bạc hà (<i>Menthae arvensis Oleum</i>)	0,2 ml
Acid Benzoic (<i>Benzoicum Acidum</i>)	2 g
Menthol (<i>Metholum</i>)	0,2 g
Đường trắng (<i>Saccharum</i>)	900 g
Ethanol 50 % (<i>Ethanolum</i> 50 %)	110 ml
Nước vừa đủ (<i>Aqua q.s</i>)	1000 g

Bào chế

Trần bì: Rửa sạch, thái nhỏ, ngâm với 90 ml *ethanol* 50 % (TT) trong 7 ngày, gạn dịch chiết, ép, lọc lấy hết dịch. Menthol và acid benzoic: Hòa tan với 20 ml *ethanol* 50 % (TT).

Các vị thuốc còn lại (trừ đường trắng và tinh dầu Bạc hà): Rửa sạch, thái lát, xếp vào nồi dùng vỉ ghim chặt để khỏi bong khi sôi, đổ ngập nước 10 cm. Đun sôi 2 h đến 3 h (chú ý bổ sung bù lượng nước bay hơi). Rút dịch chiết. Đun và rút dịch chiết như trên 2 lần đến 3 lần nữa. Gộp các dịch chiết, cô còn khoảng 1000 ml. Thêm đường trắng, đun sôi để hòa tan và cô còn khoảng 950 ml. Lọc nóng, để nguội. Thêm cồn Trần bì, menthol,

acid benzoic, tinh dầu Bạc hà, bổ sung nước vừa đủ 1000 ml, khuấy đều, đóng chai.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu ghi trong chuyên luận “Cao thuốc” (Phụ lục 1.1) và các yêu cầu sau:

Tính chất

Chất lỏng sánh, màu vàng nâu cánh gián, thơm mùi Bạc hà, vị ngọt, hơi cay.

Định tính

A. Định tính menthol

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: n-Hexan - ethyl acetat (2 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 100 ml chế phẩm, lắc với ether (TT) 2 lần, mỗi lần 30 ml. Gộp các dịch chiết ether và để bay hơi tự nhiên tới cạn. Hòa tan trong 1 ml ethanol (TT).

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,05 g menthol chuẩn trong 2 ml ethanol (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, phun dung dịch vanilin 1 % trong acid sulfuric (TT). Sấy bản mỏng ở 120 °C trong 5 min. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết menthol trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

3. Định tính Bách bộ

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Ethyl acetat - methanol - nước - amoniac (100 : 17 : 13 : 3), lấy lớp trên.

Dung dịch thử: Lấy 40 ml chế phẩm, pha loãng với 40 ml nước, kiểm tra bằng amoniac (TT) tới pH 10 đến 11. Chiết bằng cloroform (TT) 2 lần, mỗi lần 30 ml. Gộp các dịch chiết cloroform, cô trên cách thủy tới cạn. Hòa tan trong 1 ml ethanol (TT).

Dung dịch đối chiếu: Lấy khoảng 2 g Bách bộ đã cắt nhỏ, thêm 100 ml nước, đun sôi nhẹ 30 min, lọc. Cô dịch lọc đến khi còn khoảng 30 ml, để nguội và tiến hành chiết tiếp như đối với dung dịch thử, bắt đầu từ “kiểm tra bằng amoniac (TT)...”.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 20 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, phun thuốc thử Dragendorff (TT). Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

C. Định tính Trần bì

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Toluene - cloroform - acetone (40 : 25 : 35).

Dung dịch thử: Lấy 60 ml chế phẩm cho vào bình gạn, pha loãng với 30 ml nước, kiểm tra bằng amoniac (TT) đến

pH 9 đến 10, lắc đều, để yên 30 min rồi lắc với 30 ml ethyl acetat (TT). Gạn lấy dịch chiết ethyl acetat, cô trên cách thủy tới cạn. Hòa tan trong 1 ml ethanol (TT).

Dung dịch đối chiếu: Lấy 1 g Trần bì đã cắt nhỏ, thêm 100 ml nước, đun sôi nhẹ 30 min, lọc. Cô dịch lọc còn khoảng 30 ml, để nguội, chuyển vào bình gạn. Kiểm tra dung dịch bằng amoniac (TT) đến pH 9 đến 10, lắc đều, để yên 30 min rồi lắc với 30 ml ethyl acetat (TT). Gạn lấy dịch chiết ethyl acetat, cô trên cách thủy tới cạn. Hòa tan trong 1 ml ethanol (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 20 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, phun dung dịch vanilin 1 % trong acid phosphoric (TT). Sấy bản mỏng ở 120 °C trong 5 min cho đến khi hiện rõ các vết. Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

D. Định tính Bộ mắt

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: n-Butanol - acid acetic - nước (4 : 5 : 1), lấy lớp trên.

Dung dịch thử: Lấy 25 ml chế phẩm, pha loãng với 25 ml nước, lắc với ethyl acetat (TT) 2 lần, mỗi lần 25 ml. Gộp các dịch chiết ethyl acetat, cô trên cách thủy tới cạn. Hòa tan trong 1 ml ethanol (TT).

Dung dịch đối chiếu: Lấy khoảng 3 g Bộ mắt (mẫu chuẩn) đã cắt nhỏ, đun trên cách thủy 30 min 2 lần, mỗi lần với 40 ml ethanol 50 % (TT). Gộp các dịch chiết ethanol, cô trên cách thủy tới cạn. Hòa tan trong 1 ml ethanol (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 30 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, đặt vào bình đã bão hòa hơi amoniac (TT). Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

Độ trong và độ đồng nhất

Sánh, đồng nhất, không được có váng mốc, bã dược liệu và vật lạ (Phụ lục 1.1).

Tỷ trọng

Ở 20 °C: Từ 1,30 đến 1,33 (Phụ lục 6.5, phương pháp dùng tỷ trọng kế).

Bảo quản

Trong lọ kín để nơi mát.

Công năng, chủ trị

Nhuận phế, chỉ khái. Chủ trị: Các chứng ho gió, ho lâu ngày, rát cổ, ráo phổi.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng 50 ml, chia làm 2 đến 3 lần. Trẻ em tùy tuổi.