

CAO ĐẶC ACTISÔ

Cynarae scolymy Folii extractum spissum

Cao đặc actisô được bào chế từ lá cây Actisô (*Cynara scolymus* L.) họ Cúc (Asteraceae) theo phương pháp thích hợp, để chế phẩm có hàm lượng cynarin ổn định.

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

Mô tả

Cao đặc actisô có thể chất mềm, đồng nhất. Màu nâu sẫm. Mùi đặc biệt. Vị hơi mặn chát và hơi đắng.

Định tính

A. Hòa tan 0,5 g chế phẩm trong khoảng 20 ml *ethanol* 96 % (TT), lọc. Được dịch lọc A.

Lấy 1 ml dịch lọc A cho vào ống nghiệm, thêm 0,1 g bột *magnesi* (TT) và 2 ml *acid hydrochloric* (TT), để yên, xuất hiện màu hồng đến đỏ.

Lấy 1 ml dịch lọc A cho vào một ống nghiệm, thêm 0,5 ml *dung dịch acid hydrochloric* 1 N (TT) và 0,5 ml *dung dịch natri nitrit* 10 % (TT). Để lạnh ở 10 °C trong khoảng 20 min. Thêm 2 ml *dung dịch natri hydroxyd* 10 % (TT), sẽ xuất hiện màu vàng cam đến cam.

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

Bản mỏng: Silica gel F₂₅₄.

Dung môi khai triển: Ethyl acetat - nước - acid formic (8 : 0,5 : 0,5).

Dung dịch thử: Cân 0,5 g cao chế phẩm, thêm 25 ml *methanol* 40 % (TT), siêu âm 5 min, lọc. Lấy 5 ml dịch lọc, thêm vào dịch lọc 5 ml nước cất, lắc với 5 ml *ethyl acetat* (TT), tách lấy dịch chiết ethyl acetat và cô trên cách thủy đến cạn. Hòa lẫn trong 1 ml *methanol* 40 % (TT) làm dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan cynarin chuẩn trong *methanol* 40 % (TT) để thu được các dung dịch chuẩn có nồng độ khoảng 1 mg/ml.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 15 µl dung dịch thử và 10 µl dung dịch đối chiếu. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng. Phun *dung dịch sắt* (III) *clorid* 5 % (TT), để khô ngoài không khí. Trên sắc ký đồ thu được của dung dịch thử phải có vết cùng màu xanh rêu và tương đương về vị trí với vết cynarin trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

Cẩn không tan trong nước

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong 50 ml *nước cất*, lọc, rửa cặn bằng *nước cất* đến khi nước rửa không màu, thu cặn và sấy khô ở 100 °C đến 105 °C đến khối lượng không đổi. Lượng cặn không được quá 3,0 % tính theo chế phẩm khô kiệt.

pH

Dung dịch cao đặc actisô 1 % (kl/tt) trong *nước* phải có pH từ 5,0 đến 6,0 (Phụ lục 6.2).

Mất khối lượng do làm khô

Không quá 20,0 %. Dùng 1,0 g chế phẩm sấy ở 70 °C đến khối lượng không đổi (Phụ lục 9.6).

Tro toàn phần

Không quá 35,0 %. Dùng 1,0 g chế phẩm (Phụ lục 9.8).

Định lượng

Cân khoảng 0,800 g cao, cho vào ống ly tâm và thêm 10 ml *nước cất*, trộn thật đều. Thêm 20 ml *dung dịch chì acetat* 10 % (TT), lắc đều và ly tâm với tốc độ 3000 r/min, trong 15 min. Gạn bỏ nước, trộn đều cặn với 5 ml *dung dịch acid acetic* 10 % (TT) rồi thêm 25 ml *dung dịch acid sulfuric* 1 N (TT). Chuyển hết dung dịch vào bình định mức màu nâu 100 ml, lắc đều trong 60 min, sau đó thêm *nước cất* đến vạch. Lấy 20 ml dung dịch này cho vào ống ly tâm và ly tâm với tốc độ 3000 r/min, trong 15 min. Lấy chính xác 2 ml dịch trong ở phía trên, cho vào bình định mức 50 ml. Thêm *methanol* (TT) đến vạch. Đo độ hấp thụ ở bước sóng 325 nm (Phụ lục 3.1), dùng *methanol* (TT) làm mẫu trắng. Tính hàm lượng cynarin theo A (1 %, 1 cm), lấy 616 là giá trị A (1 %, 1 cm) của cynarin ở bước sóng 325 nm.

Hàm lượng cynarin (C₂₅H₂₄O₁₂) không được nhỏ hơn 2,5 % tính theo chế phẩm khô kiệt.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, chống ẩm. Để nơi khô, mát.

CAO ĐẶC DIỆP HẠ CHÂU ĐẰNG

Phyllanthi amari Herbae extractum spissum

Cao đặc diệp hạ châu đặng được bào chế từ phần trên mặt đất của cây Diệp hạ châu đặng (*Phyllanthus amarus* Schum. et Thonn.) họ Thầu dầu (Euphorbiaceae) bằng phương pháp thích hợp để chế phẩm có hàm lượng phyllanthin ổn định. Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Cao thuốc” (Phụ lục 1.1) và các yêu cầu sau đây:

Mô tả

Thế chất mềm, dẻo, đồng nhất. Màu nâu sẫm đến đen. Mùi hăng đặc biệt. Vị rất đắng.

Định tính

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

Bản mỏng: Silica gel 60F₂₅₄.

Dung môi khai triển: Cloroform - methanol (7 : 3). *Dung dịch thử:* Lấy 0,5 g chế phẩm, hòa tan trong 20 ml *nước nóng*, để nguội, kiềm hóa bằng *amoniac* (TT) đến pH 9 - 10, lắc dung dịch thu được với *cloroform* (TT) 2 lần, mỗi lần 20 ml. Gộp các dịch chiết cloroform, bay hơi trên cách thủy đến còn khoảng 2 ml, dùng làm dung dịch thử.

Dung dịch đối chiếu: Lấy 5 g Diệp hạ châu đặng (mẫu chuẩn), thêm 100 ml *nước*, đun sôi nhẹ trong 30 min, để nguội, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy đến còn 20 ml, để nguội, kiềm hóa bằng *amoniac* (TT) đến pH 9 - 10, lắc dung dịch thu được với *cloroform* (TT) 2 lần, mỗi lần 20 ml. Gộp