

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

**Bản mỏng:** *Silica gel G*.

**Dung môi khai triển:** *Toluen - ethyl acetat - aceton - acid formic* (15 : 2 : 2 : 1).

**Dung dịch thử:** Lấy 10 ml chế phẩm, pha loãng với 20 ml nước, chuyển vào bình gạn, lắc với 30 ml *ethyl acetat* (TT). Gạn lấy dịch chiết *ethyl acetat*, bốc hơi trên cách thủy đến cạn. Hòa tan cần trong 1 ml *ethanol* 96 % (TT).

**Dung dịch đối chiếu:** Lấy 6 g Ích mẫu (mẫu chuẩn) đã cắt nhỏ, thêm 100 ml nước, đun sôi nhẹ 1 h (chú ý bổ sung nước bay hơi), lọc. Cô dịch lọc trong cách thủy đến còn khoảng 30 ml, để nguội, chuyển vào bình gạn, lắc với 30 ml *ethyl acetat* (TT). Gạn lấy dịch chiết *ethyl acetat*, bốc hơi trên cách thủy đến cạn. Hòa tan cần trong 1 ml *ethanol* 96 % (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 14 cm đến 15 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, phun dung dịch *sắt (III) clorid* 5 % trong *ethanol* (TT). Quan sát ở 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.

**B. Định tính Ngải cứu**

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

**Bản mỏng:** *Silica gel G*.

**Dung môi khai triển:** *Toluen - ethyl acetat - aceton - acid formic* (15 : 2 : 2 : 1).

**Dung dịch thử:** Dùng dung dịch thử ở phần định tính Ích mẫu.

**Dung dịch đối chiếu:** Lấy 2 g Ngải cứu (mẫu chuẩn) đã cắt nhỏ, thêm 100 ml nước, đun sôi nhẹ 1 h (Chú ý bổ sung bù nước bay hơi), lọc. Cô dịch lọc trong cách thủy đến còn khoảng 30 ml, để nguội, chuyển vào bình gạn, lắc với 30 ml *ethyl acetat* (TT). Gạn lấy dịch chiết *ethyl acetat*, bốc hơi trên cách thủy đến cạn. Hòa tan cần trong 1 ml *ethanol* 96 % (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 14 cm đến 15 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng. Quan sát dưới đèn tử ngoại ở bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết phát huỳnh quang 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**

Chất lỏng sánh, đồng nhất, không được có váng mốc, bã được liệu và vật lạ (Phụ lục 1.1).

Thêm cùng thể tích nước không được đục.

**Tỷ trọng**

Ở 20 °C: Từ 1,20 đến 1,23 (Phụ lục 6.5, phương pháp dùng tỷ trọng kế).

**Hàm lượng ethanol**

14 % đến 17 % (Phụ lục 10.12).

**Bảo quản**

Trong lọ kín, để nơi mát.

**Công năng, chủ trị**

Hoạt huyết, điều kinh. Chủ trị: Kinh nguyệt không đều, khí hư bạch đới, rong huyết và băng huyết do huyết ứ, hành kinh đau bụng. Làm cho tử cung chóng co lại như cũ sau khi sinh.

**Cách dùng, liều lượng**

Ngày dùng 25 ml, chia làm 2 lần. Bệnh nặng dùng liều gấp đôi.

**Kiêng kỵ**

Phụ nữ có thai dùng nên thận trọng, kiêng ăn các thức ăn lạnh khi dùng thuốc.

## CAO LÔNG TỬ NGHỊCH

**Công thức**

|                                                                                  |         |
|----------------------------------------------------------------------------------|---------|
| Hắc phụ tử ( <i>Aconiti Radix Lateralis Praeparata</i> )                         | 300 g   |
| Can khương ( <i>Zingiberis Rhizoma Siccum</i> )                                  | 200 g   |
| Cam thảo chích mật ( <i>Glycyrrhizae Radix et Rhizoma Praeparata cum Melle</i> ) | 200 g   |
| Siro đơn ( <i>Sirupus simplex</i> )                                              | 300 ml  |
| Nước vừa đủ ( <i>Aqua q.s</i> )                                                  | 1000 ml |

**Bào chế**

Sắc Hắc Phụ tử và chích Cam thảo 2 lần, lần một trong 2 h, lần hai trong 1,5 h. Gộp dịch sắc và lọc. Can khương được cắt kéo hơi nước lấy dịch nước cất bão hòa tinh dầu, tinh dầu để vào các dụng cụ riêng biệt. Sắc bã Can khương cùng với nước trong 1 h. Gộp dịch sắc Can khương và nước cất chứa tinh dầu của Can khương và lọc, gộp dịch lọc thu được với dịch sắc của Hắc phụ tử và chích Cam thảo, cô đặc đến còn khoảng 400 ml. Để nguội, thêm 1200 ml *ethanol* 95 %, khuấy kỹ, để yên trong 24 h, lọc và cô chân không đến dịch chiết đặc. Hòa loãng dịch đặc này với một lượng nước thích hợp, giữ ở chỗ mát trong 24 h và lọc. Thêm 300 ml siro đơn, chất bảo quản, tinh dầu Can khương ở trên. Thêm nước tới đủ 1000 ml, khuấy đều, đóng lọ 10 ml và tiệt trùng.

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

**Tính chất**

Chất lỏng hơi sánh, màu vàng hơi nâu, mùi thơm, vị ngọt hơi cay.

**Định tính**

**A. Định tính Cam thảo.**

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

**Bản mỏng:** *Silica gel GF<sub>254</sub>*.

**Dung môi khai triển:** *Ethyl acetat - acid acetic băng - acid formic - nước* (15 : 1 : 1 : 2), lắc đều, để tách lớp, lấy lớp trên.

**Dung dịch thử:** Lấy 20 ml chế phẩm, thêm 20 ml *n-butanol* (TT), lắc kỹ, gạn lấy lớp *n-butanol* và cô thu hồi dung môi đến gần khô, hòa cần trong 2 ml *methanol* (TT).

**Dung dịch đối chiếu:** Lấy 1 g Cam thảo (mẫu chuẩn), thêm 40 ml *ether* (TT), đun hồi lưu trên cách thủy trong 1 h, bỏ dịch chiết *ether*. Thêm 30 ml *methanol* (TT) vào phần bã

Cam thảo, đun hồi lưu trên cách thủy trong 1 h, lọc, bốc hơi dịch lọc đến khô, hòa tan căn trong 2 ml *methanol* (TT).  
**Cách tiến hành:** Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5  $\mu$ l của mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, phun dung dịch *acid sulfuric* 10 % trong *ethanol* (TT), sấy ở 105 °C. Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết phát huỳnh quang tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

B. Định tính Can khương

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

**Bản mỏng:** *Silica gel GF<sub>254</sub>*.

**Dung môi khai triển:** *Ethyl acetat - acid acetic băng - acid formic - nước* (15 : 1 : 1 : 2), lắc đều, để tách lớp, lấy lớp trên.

**Dung dịch thử:** Dùng dung dịch thử ở phần định tính Cam thảo.  
**Dung dịch đối chiếu:** Lấy 4 g Can khương (mẫu chuẩn), thêm 30 ml nước, đun hồi lưu trên cách thủy 1 h, để nguội, lọc. Lắc dịch lọc với 40 ml *n-butanol*, gạn lấy lớp *n-butanol*, cô thu hồi dung môi đến khô. Hòa tan căn trong 2 ml *methanol* (TT).

**Cách tiến hành:** Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5  $\mu$ l mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô trong không khí, phun dung dịch *vanilin* 1 % trong *acid sulfuric* (TT), sấy ở 105 °C đến hiện rõ vết. Quan sát dưới đèn tử ngoại bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết phát huỳnh quang tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

#### **hữ giới hạn aconitin và hypacotin**

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

**Bản mỏng:** *Silica gel G*.

**Dung môi khai triển:** *Cloroform - ethyl acetat - amoniac* (5 : 5 : 1).

**Dung dịch thử:** Lấy 70 ml chế phẩm, điều chỉnh đến pH 10 bằng *amoniac đậm đặc* (TT). Chiết 3 lần, mỗi lần với 100 ml *ether* (TT). Gộp dịch chiết *ether* và thu hồi *ether* đến cạn khô, hòa tan căn trong 2 ml *ethanol* (TT).

**Dung dịch đối chiếu:** Hòa tan aconitin chuẩn và hypacotin chuẩn trong *ethanol* (TT) để được dung dịch có nồng độ mỗi chất chuẩn là 2 mg/ml.

**Cách tiến hành:** Chấm riêng biệt lên bản mỏng 6  $\mu$ l mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô ngoài không khí, phun thuốc thử *Dragendorff* (TT). Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ dung dịch thử phải không xuất hiện vết tương đương về vị trí với các vết aconitin và hypacotin trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu hoặc nếu xuất hiện vết thì vết phải có kích thước nhỏ hơn và không đậm màu hơn so với các vết thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

#### **Tỷ trọng**

Ở 20 °C: Từ 1,07 đến 1,09 (Phụ lục 6.5, phương pháp dùng tỷ trọng kế).

#### **Độc tính bất thường**

Đạt yêu cầu theo phương pháp thử độc tính bất thường (Phụ lục 13.5), cho chuột uống với liều 1 ml/chuột.

#### **Bảo quản**

Trong lọ nút kín, để nơi khô mát.

#### **Công năng, chủ trị**

Hồi dương cứu nghịch. Chủ trị: Hư thoát do vong dương với các biểu hiện toát mồ hôi lạnh, chân tay quyết lạnh, tiêu chảy sống phân, nôn mửa, bụng đau, mạch vi muốn tuyệt (mạch rất nhỏ, yếu, khó nhận thấy).

#### **Cách dùng, liều lượng**

Uống mỗi lần 10 ml đến 20 ml, ngày 3 lần hoặc theo chỉ dẫn của thầy thuốc.

### CAO TANG CÚC ẨM

#### **Công thức**

|                                                    |         |
|----------------------------------------------------|---------|
| Tang diệp ( <i>Mori albae Folium</i> )             | 200 g   |
| Cúc hoa vàng ( <i>Chrysanthemi indicis Flos</i> )  | 80 g    |
| Liên kiều ( <i>Forsythiae suspensae Fructus</i> )  | 120 g   |
| Bạc hà ( <i>Menthae Herba</i> )                    | 60 g    |
| Cam thảo ( <i>Glycyrrhizae Radix et Rhizoma</i> )  | 60 g    |
| Khổ hạnh nhân ( <i>Armeniacae Semen Amarum</i> )   | 160 g   |
| Cát cánh ( <i>Platycodonis grandiflori Radix</i> ) | 160 g   |
| Lô căn ( <i>Phragmitis Rhizoma</i> )               | 160 g   |
| Nước vừa đủ ( <i>Aqua q.s</i> )                    | 1000 ml |

#### **Bào chế**

Khổ hạnh nhân giã giập, ép bỏ bớt dầu cho cùng với Bạc hà cất riêng theo phương pháp cất kéo hơi nước và để riêng nước cất Bạc hà - Hạnh nhân. Bã Hạnh nhân, Bạc hà và các dược liệu còn lại được sắc với nước hai lần, mỗi lần 2 h đến 3 h, để nguội, lọc lấy các dịch chiết. Gộp và cô các dịch lọc còn khoảng 400 ml. Để nguội, thêm khoảng 1000 ml *ethanol* 96 %, khuấy đều, để lắng 24 h, lọc và cô đặc ở áp suất giảm tới cao đặc. Phối hợp với nước cất Bạc hà - Hạnh nhân, thêm chất bảo quản, thêm nước vừa đủ 1000 ml. Đóng chai.

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

#### **Tính chất**

Chất lỏng màu nâu đen, mùi thơm, vị hơi ngọt đắng nhẹ.

#### **Tỷ trọng**

Ở 20 °C: Từ 1,03 đến 1,05 (Phụ lục 6.5, phương pháp dùng tỷ trọng kế).

#### **Định lượng amygdalin**

Lấy chính xác 100 ml chế phẩm cho vào bình cầu dung tích 250 ml. Lắp vào dụng cụ sinh hàn để cất thu hồi chất bay hơi. Cất lấy khoảng 10 ml dịch cất (đong chính xác) cho vào bình nón dung tích 100 ml, thêm 2 ml dung dịch kali iodid (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ) cho đến khi có màu trắng đục hơi