

Bảo quản

Để nơi khô, tránh ẩm. Thường xuyên phơi sấy lại.

Tính vị, quy kinh

Vị hơi ngọt, chát, tính bình. Vào các kinh tỳ, thận.

Công năng, chủ trị

Kiện tỳ, trừ thấp, bổ thận, bổ dưỡng, cố sáp. Chủ trị: Thận hư gây di tinh, mộng tinh, hoạt tinh, bạch đới, bạch trọc, đái són, viêm thận, bàng quang, đau lưng mỏi gối, tỳ hư gây tiết tả.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 10 g đến 30 g, dạng thuốc sắc hoặc hoàn tán. Thường phối hợp với các loại thuốc khác.

Kiểm kê

Đại tiện táo bón, tiểu tiện bí không nên dùng.

CÚC GAI (Quả)

Silybi Fructus

Quả chín được làm khô của cây Cúc gai (*Silybum marianum* (L.) Gaertn.), họ Cúc (Asteraceae). Thu hoạch vào mùa thu, hái lấy quả chín, phơi khô, đập nhẹ, loại bỏ tạp chất, phơi hoặc sấy khô ở 50 °C đến 60 °C đến khô.

Mô tả

Quả hình trứng thon dài, hơi cong, hơi dẹt, dài 5 mm đến 7 mm, rộng 2 mm đến 3 mm, dày khoảng 1,5 mm. Mặt ngoài màu nâu xám hoặc nâu sẫm, có các gân dọc nhỏ. Đỉnh quả tròn tù, hơi rộng với một vòng tròn hình nhẫn màu vàng nhạt ở đầu, giữa vòng tròn có một phần nhọn của vòi nhụy còn sót lại. Đáy hơi hẹp. Chất cứng chắc. Hai lá mầm, màu trắng hơi vàng, có dầu, mùi nhẹ, vị không rõ.

Bột

Bột màu nâu xám. Tế bào vỏ quả ngoài có hình đa giác dài, một số chứa chất màu. Tế bào vỏ quả giữa hình trụ hoặc hình elip có những nếp nhăn hình mạng lưới. Tinh thể calci oxalat hình lăng trụ và hình cầu gai. Tế bào đá của vỏ quả trong hình thoi, xếp thành tầng không rõ ràng. Tế bào lá mầm chứa những bó tinh thể và những giọt dầu nhỏ. Bó sợi.

Định tính

A. Lấy 2 g bột dược liệu, thêm 30 ml *ethanol* 96 % (TT), đun sôi hồi lưu 30 min, lọc. Dung dịch lọc để làm các phản ứng sau:

Lấy 2 ml dịch lọc cho vào ống nghiệm, thêm ít bột *magnesi* (TT), 4 đến 5 giọt *dung dịch acid hydrochloric* (TT), đun nóng, dung dịch có màu hồng.

Lấy 2 ml dịch lọc cho vào ống nghiệm, thêm 2 đến 3 giọt *dung dịch sắt (III) clorid* 5 % trong *ethanol* (TT), có màu tím đen.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Toluene - ethyl acetat - acid formic (5 : 4 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 1,0 g bột mịn dược liệu, thêm 20 ml *ether dầu hòa* (40 °C đến 60 °C) (TT), đun sôi hồi lưu trên cách thủy 30 min, để nguội, lọc. Bỏ dịch chiết *ether dầu hòa*. Đuổi hết hơi *ether dầu hòa* trong bã dược liệu bằng cách đun nóng nhẹ trên cách thủy. Thêm vào bã dược liệu 20 ml *ethyl acetat* (TT), đun sôi hồi lưu trên cách thủy 30 min, để nguội, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy đến cạn. Hòa lẫn trong 2 ml *ethanol* (TT) được *dung dịch thử*.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 1,0 g bột mịn quả Cúc gai (mẫu chuẩn) tiến hành chiết như mô tả ở phần *Dung dịch thử*.

Cách tiến hành: Châm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi *dung dịch thử*. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô trong không khí, phun lên bản mỏng *dung dịch nhôm clorid* 5 % trong *ethanol* (TT), sấy ở 120 °C trong 5 min. 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 quang tương đương về vị trí và cùng màu với các vết phát quang trên sắc ký đồ của *dung dịch dược liệu đối chiếu*. C. Trong phần *Định lượng*, sắc ký đồ của *dung dịch thử* phải cho các pic có thời gian lưu tương đối là khoảng 0,68 (*silychristin*); 0,73 (*silydianin*); 1,00 (*silybin A*); 1,05 (*silybin B*); 1,09 (*dehydrosilybin*); 1,24 (*isosilybin A*); 1,30 (*isosilybin B*).

Độ ẩm

Không quá 10,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 100 °C; 4 h).

Tro toàn phần

Không quá 9,0 % (Phụ lục 9.8).

Tạp chất

Không quá 2 % (Phụ lục 12.11).

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động:

Dung môi A: Nước - methanol - acid phosphoric (80 : 20 : 0,5).

Dung môi B: Nước - methanol - acid phosphoric (20 : 80 : 0,5).

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 5 g bột dược liệu (qua rây số 355) vào túi giấy lọc rồi đặt vào bình chiết Soxhlet 250 ml, thêm 150 ml *n-hexan* (TT), đun hồi lưu trên cách thủy trong 4 h, để nguội, loại bỏ lớp *n-hexan*, để bay hơi hoàn toàn *dung môi* ra khỏi bã dược liệu. Chuyển bã dược liệu và túi giấy lọc đựng bã dược liệu sang bình chiết Soxhlet 250 ml có chứa 100 ml *ethyl acetat* (TT) (có thể điều chỉnh thể tích *ethyl acetat* cho phù hợp). Đun hồi lưu trên cách thủy trong 8 h. Chuyển toàn bộ dịch chiết vào bát thủy tinh, cô trên cách thủy đến cạn. Dung *methanol* (TT) để hòa tan và chuyển toàn bộ cặn vào bình định mức 20 ml, thêm *methanol* (TT) đến vạch, lắc đều, lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác một lượng *silybin chuẩn* và hòa tan trong *methanol* (TT) rồi pha loãng với *methanol*

(TT) để được các dung dịch chuẩn có nồng độ đã biết khoảng 1,25 mg/ml; 0,25 mg/ml; 0,05 mg/ml và 0,01 mg/ml, lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 4,6 mm), được nhồi pha tĩnh C (5 µm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 288 nm.

Tốc độ dòng: 0,8 ml/min.

Thể tích tiêm: 5 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký theo chương trình dung môi sau:

Thời gian (min)	Dung môi A (% tt/tt)	Dung môi B (% tt/tt)
0 - 10	85	15
10 - 35	85 → 55	15 → 45
35 - 75	55	45
75 - 76	55 → 85	45 → 15
76 - 80	85	15

Tiêm dung dịch chuẩn có nồng độ 0,25 mg/ml. Độ phân giải giữa 2 pic silybin A và silybin B phải không nhỏ hơn 1,0. Tiêm riêng biệt các dung dịch chuẩn, ghi diện tích các pic silybin A, silybin B. Xây dựng đường hồi quy biểu diễn sự phụ thuộc của tổng diện tích pic silybin A và silybin B theo nồng độ của silybin chuẩn.

Tiêm dung dịch thử. Ghi sắc ký đồ. Xác định các pic silychristin, silydianin, silybin A, silybin B, dehydrosilybin, isosilybin A, isosilybin B bằng cách so sánh với sắc ký đồ của dung dịch chuẩn silybin và tính thời gian lưu tương đối của các pic so với pic silybin A. Thời gian lưu tương đối là khoảng 0,68 (với silychristin); 0,73 (với silydianin); 1,00 (với silybin A); 1,05 (với silybin B); 1,09 (với dehydrosilybin); 1,24 (với isosilybin A); 1,30 (với isosilybin B).

Căn cứ vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử, đường hồi quy thu được từ các dung dịch silybin chuẩn, tính hàm lượng (X%) của từng thành phần trong dung dịch thử theo silybin (C₂₅H₂₂O₁₀) bằng công thức sau:

$$X(\%) = \frac{2C}{w}$$

Trong đó:

C là nồng độ (mg/ml) của từng thành phần trong dung dịch thử tính được từ phương trình hồi quy;

w là khối lượng cân của mẫu thử đã trừ độ ẩm (g).

Hàm lượng phần trăm (theo khối lượng) silymarin bằng tổng hàm lượng phần trăm của từng thành phần.

Dược liệu phải chứa không dưới 0,4 % (theo khối lượng) silymarin, tính theo dược liệu khô kiệt.

Bảo quản

Để nơi khô ráo thoáng mát, tránh ẩm, sâu mọt, nấm mốc.

Tính vị, quy kinh

Vị đắng, tính hàn. Vào các kinh can, đờm, phế.

Công năng, chủ trị

Thanh nhiệt giải độc, sơ can, lợi tiểu. Chủ trị: Can đờm thấp nhiệt (viêm gan, viêm túi mật, bệnh đau gan, vàng da), chứng phế nhiệt (ho suyễn lâu ngày, có bội nhiễm).

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng 4 g đến 6 g, dưới dạng thuốc sắc, hoặc phối hợp với các vị thuốc khác.

CÚC HOA VÀNG (Cụm hoa)

Chrysanthemi indicis Flos

Cam cúc, Kim cúc

Cụm hoa (quen gọi là hoa) đã chế biến và được làm khô của cây Cúc hoa vàng (*Chrysanthemum indicum* L.), họ Cúc (Asteraceae). Thu hái vào cuối mùa thu đến đầu mùa đông lúc hoa chớm nở, thu hái về phơi trong bóng râm đến khô hoặc sấy ở 40 °C đến 50 °C, đảo nhẹ nhàng, khi vừa có mùi thơm nhẹ bốc lên là phải bỏ ra ngay hoặc làm khô bằng phương pháp thích hợp để bảo quản được lâu.

Mô tả

Cụm hoa hình đầu, màu vàng hơi nâu, đôi khi còn dính cuống; đường kính 0,5 cm đến 1,2 cm. Tổng bao gồm 4 đến 5 hàng lá bắc, mặt ngoài màu xanh hơi xám hoặc nâu nhạt, ở giữa hai bên mép rất nhạt và khô xác. Có 2 loại hoa: Hoa hình lưỡi nhỏ một vòng, đơn tính, không đều ở phía ngoài; nhiều hoa hình ống, đều, mẫu năm, lưỡng tính ở phía trong. Chất nhẹ, mùi thơm, vị đắng.

Ghi chú: Cúc hoa vàng nhỏ như khay áo có màu vàng nên gọi là Kim cúc, loại khô còn nguyên cả hoa, không lẫn tạp chất, có mùi thơm đặc biệt là loại tốt.

Bột

Bột hoa màu vàng, mùi thơm. Soi kính hiển vi thấy: Mảnh cánh hoa màu vàng gồm các tế bào thành mỏng nhăn nheo. Mảnh lá bắc gồm các tế bào dài thành mỏng và tế bào dài thành dày, có ống trao đổi rõ. Hạt phấn hoa hình cầu gai, màu vàng. Lông che chở bị gãy vụn. Mảnh núm nhụy gồm các tế bào đầu tròn, kết lớp lên nhau, ở đầu núm tế bào dài nhô ra.

Định tính

A. Lấy 3 g bột dược liệu, thêm 20 ml ethanol 96 % (TT), đun sôi hồi lưu khoảng 30 min, lọc, được dịch lọc A. Lấy 2 ml dịch lọc A, thêm một ít bột magnesi (TT) và 3 giọt đến 4 giọt acid hydrocloric (TT), đun nóng, xuất hiện màu đỏ.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Ethyl acetat - acid formic - nước (8 : 1 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 10 ml dịch lọc A, bốc hơi tới cạn, hòa tan căn trong 20 ml nước nóng, lọc, dịch lọc được lắc 2 lần với ethyl acetat (TT), mỗi lần 10 ml, tập trung dịch chiết ethyl acetat, cô trên cách thủy tới cạn, hòa căn trong 1 ml ethanol (TT) được dung dịch thử.