

(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 lọc 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.

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

DẠ CẨM

Dung dịch đối chiếu: Lấy 3 g bột Cúc hoa vàng (mẫu chuẩn), tiến hành chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Châm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 15 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, hiện màu bằng hơi amoniac (TT). Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết (6 vết, trong đó có 4 vết màu vàng nâu và 2 vết màu vàng xanh) tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 13,0 % (Phụ lục 12.13). Dùng 10 g dược liệu đã cắt nhỏ để thử.

Tro toàn phần

Không quá 9,0 % (Phụ lục 9.8).

Tỷ lệ vụn nát

Qua rây có kích thước mắt rây 4 mm: Không quá 2,0 % (Phụ lục 12.12).

Chất chiết được trong dược liệu

Không được ít hơn 30,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt. Tiến hành theo phương pháp chiết nóng (Phụ lục 12.10), dùng ethanol 50 % (TT) làm dung môi.

Bảo quản

Đề trong đồ đựng kín, tránh mất tinh dầu (mùi thơm), tránh mốc. Nên dùng trong vòng 20 ngày sau khi chế.

Tính vị, quy kinh

Vị đắng hơi cay, tính hơi hàn. Vào các kinh can, tâm, phế.

Công năng, chủ trị

Thanh nhiệt, giải độc, bình can, giáng hỏa. Chủ trị: Chóng mặt, đau đầu, đau mắt, chảy nước mắt, nhọt độc, sang lở.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 6 g đến 12 g, dạng thuốc sắc.

Kiêng kỵ

Tỷ vị hư hàn, đại tiện lỏng không dùng.

Ghi chú

Cúc hoa trắng (Bạch cúc), loại hoa nhỏ như khuy áo, có màu trắng cũng được dùng để chữa bệnh và dùng để ướp trà.

DẠ CẨM

Hedyotis capitellatae Herba

Cây loét mồm

Phần thân và cành mang lá được làm khô của cây Dạ cẩm (*Hedyotis capitellata* Wall. ex G. Don var. *mollis* Pierre ex Pitard), họ Cà phê (Rubiaceae). Thu hái gần như quanh năm, nhưng tốt nhất vào thời kỳ cây bắt đầu có nụ và hoa. Sau khi thu hái, rửa sạch, để ráo nước; có thể để nguyên cả cành hoặc cắt thành đoạn dài 5 - 6 cm, sau đem phơi hay sấy khô.

Mô tả

Các đoạn thân, cành dài 5 - 6 cm; mỗi đoạn gồm 2 - 3 lông, có tiết diện gần tròn; riêng ở phần ngọn non vốn có tiết diện vuông, khi khô trở nên méo mó, vỏ ngoài phủ lông mịn, đôi khi ở phần ngọn còn lại nụ hay vết tích của cụm hoa. Phần lá có thể còn dính với các đoạn thân và cành, hoặc đã bị tách rời ra, gấp nếp nhăn nheo hay vụn nát, màu xanh xám và có lông mịn ở cả 2 mặt. Dược liệu được làm ẩm, sẽ thấy trên các đoạn thân non và cành có vết tích của lá mọc đối, phiến lá có dạng hình xoan hay trứng thuôn nhọn đầu, hệ gân lá nổi rõ ở mặt dưới.

Dược liệu Dạ cẩm khô, giòn, dễ làm gãy vụn, có mùi thơm ngai ngái; vị ngọt, hơi đắng.

Vĩ phẫu

Lá:

Phần gân lá: Biểu bì trên và dưới là một lớp tế bào nhỏ, tương đối đều nhau, mang lông che chở đa bào. Phần gân lá có mô dày gồm những tế bào thành dày xếp đều đặn dưới lớp tế bào biểu bì ở phía lõm của gân chính. Mô mềm tế bào hình tròn hay hình đa giác xếp lộn xộn, kích thước không đều nhau, thành mỏng. Bó libe-gỗ hình cung nằm ở giữa gân lá, cung libe ở ngoài ôm lấy gỗ ở trong.

Phần phiến lá: Dưới lớp biểu bì trên là 2 hàng tế bào mô giậu xếp vuông góc với biểu bì trên. Mô khuyết.

Thân: Ngoài cùng là lớp biểu bì có lông che chở đa bào. Mô dày gồm 2 đến 3 lớp tế bào thành dày xếp sát lớp biểu bì (ở thân già thì ngoài cùng là lớp bản, không có mô dày). Mô mềm vỏ gồm các tế bào hình đa giác, thành mỏng xếp lộn xộn. Các bó libe xếp sát nhau thành vòng liên tục, tầng phát sinh libe-gỗ, mô mềm gỗ tạo thành vòng. Tế bào mô mềm ruột to, tròn.

Bột

Màu xanh lục. Quan sát trên kính hiển vi thấy: Mảnh biểu bì tế bào hình chữ nhật tương đối đều nhau; lông che chở đa bào; mảnh mô mềm tế bào đa giác thành mỏng. Bó sợi dài. Tinh thể calci oxalat hình cầu gai, hình kim; tế bào mô cứng hình gần chữ nhật, thành dày. Mảnh mạch mạng, mạch xoắn.

Định tính

A. Lấy 10 g bột dược liệu, thẩm ẩm dược liệu bằng amoniac (TT), để yên 45 min. Cho vào bình Soxhlet, thêm 50 ml cloroform (TT), chiết trong 3 h. Lấy dịch chiết cất thu hồi dung môi, hòa tan cặn trong dung dịch acid sulfuric 5 % (TT) (2 lần, mỗi lần 5 ml). Lấy phần dịch acid vào bình gan, chiết với ether (TT) 3 lần, mỗi lần 5 ml, bỏ dịch chiết ether lấy phần dịch acid đặt trên cách thủy để đuổi hết hơi ether, kiểm hóa dịch chiết acid bằng amoniac (TT) đến pH 10 rồi chiết với cloroform (TT) 3 lần, mỗi lần 5 ml. Gộp các dịch chiết cloroform, bay hơi dung môi tới cặn, hòa cặn trong 5 ml dung dịch acid sulfuric 5 % (TT), lọc, cho dịch lọc vào 4 ống nghiệm để làm các phản ứng sau đây:
Ống 1: Thêm 2 giọt thuốc thử Mayer (TT), xuất hiện tủa vàng nhạt.