

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 μ l 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 % (TT), sấy bản mỏng ở 120 °C đến khi hiện rõ vết. Quan sát bản mỏng dưới ánh sáng thường hoặc dưới ánh sáng tử ngoại bước sóng 366 nm. 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 dược liệu đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 12,0 % đối với dược liệu khô (Phụ lục 9.6, 1 g, 100 °C, 4 h).

Tỷ lệ vụn nát

Qua rây có kích thước mắt rây 3,15 mm: Không quá 8,0 % (Phụ lục 12.12).

Chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 7,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Tiến hành theo phương pháp chiết nóng (Phụ lục 12.10), dùng ethanol 96 % (TT) làm dung môi.

Chế biến

Lấy dược liệu khô, loại bỏ tạp chất, rửa qua nước, cắt đoạn 5 cm đến 6 cm, phơi khô. Có thể lấy lá ép lại thành bánh.

Bảo quản

Để nơi khô, tránh ẩm, mốc, mọt.

Tính vị, quy kinh

Vị ngọt, đắng, tính lương. Vào các kinh can, phế.

Công năng, chủ trị

Tiêu độc, sát trùng, tiêu viêm, tán ứ, thông huyết. Chủ trị: Viêm họng, mụn nhọt, viêm da thần kinh, chàm, sản hậu ứ huyết đau bụng.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 8 g đến 20 g dược liệu khô, dạng thuốc sắc.

Kiêng kỵ

Phụ nữ có thai không dùng.

DIỆP HẠ CHÂU ĐẰNG

Phyllanthi amari Herba

Chó đẻ răng cưa thân xanh

Phần trên mặt đất còn tươi hoặc được làm khô của cây Diệp hạ châu đắng (*Phyllanthus amarus* Schum. et Thonn.), họ Thầu dầu (Euphorbiaceae). Thu hái cây trồng theo thời vụ. Cây mọc tự nhiên thu hái vào cuối mùa hạ. Nhổ cả cây, bỏ rễ, loại tạp, rửa sạch, dùng tươi hoặc cắt đoạn phơi khô, hoặc tách lấy lá.

Mô tả

Dược liệu tươi: Cây thảo, sống một năm; cao 40 cm đến 80 cm, ít phân cành. Lá mọc so le xếp thành 2 dãy sát nhau trông như lá kép hình lông chim. Phiến lá hình oval hay

hình bầu dục đều, dài từ 4 mm đến 8 mm, rộng 2 mm đến 3 mm, đầu lá có mũi, mặt trên màu xanh lục, mặt dưới nhạt hơn. Hoa đơn tính cùng gốc, mọc ở nách lá, 5 lá đài nhưng không có cánh hoa, hoa đực mọc dưới hoa cái và có cuống ngắn hơn, nhị 3, hoa cái có bầu hình cầu nhỏ. Quả nang, hình cầu hơi dẹt nằm dưới lá, dọc theo cạnh mang lá, đường kính khoảng hơn 1 mm; mỗi quả chứa 6 hạt nhỏ hình tam giác, có sọc dọc ở lưng.

Dược liệu khô: Dược liệu là các đoạn thân tròn, đoạn cành nhỏ mảnh dài từ 5 cm đến 10 cm và phần lá, hoa quả đã rụng khỏi cành, tách riêng thành khối. Lá nguyên có phiến lá hình bầu dục, dài từ 3 mm đến 8 mm, rộng 1 mm đến 3 mm, màu xanh lục nhạt ở mặt trên, màu trắng xám ở mặt dưới. Quả nang, nhẵn, hình cầu, đường kính 1 mm đến 2 mm. Quả chứa 6 hạt nhỏ hình tam giác, hạt có sọc dọc ở lưng.

Vi phẫu

Thân (không thực hiện khi dược liệu đã tách bỏ thân cành): Vi phẫu có thiết diện tròn, không có góc lồi. Từ ngoài vào trong gồm lớp cutin mỏng có răng cưa, đôi khi tạo thành những u lồi nhỏ. Biểu bì gồm 1 lớp tế bào hình chữ nhật nằm ngang không đều nhau. Mô dày gồm 1 đến 2 lớp tế bào hình tròn hay hình bầu dục không đều, xếp chứa những khe nhỏ, có chứa ít tinh bột và tinh thể calci oxalat hình khối. Trụ bì gồm 3 đến 5 lớp tế bào, hóa mô cứng thành những cụm rời nhau, mỗi cụm gồm tế bào mô cứng và sợi. Libe và gỗ xếp thành vòng liên tục. Mô mềm tủy gồm những tế bào hình đa giác gần như tròn, xếp chứa những khe nhỏ, có rất ít tinh bột, không có tinh thể calci oxalat.

Gân lá: Gân giữa mặt dưới lồi rõ, mặt trên gần như phẳng, biểu bì trên là một lớp tế bào hình chữ nhật và gần đều nhau, lớp cutin mỏng có răng cưa rất nhỏ. Mô dày tròn ít rõ. Dưới mô dày có một lớp tế bào mô giậu. Mô mềm gồm những tế bào hình tròn, xếp chứa những khe nhỏ. Libe và gỗ cấu tạo cấp 1 xếp thành hình cung, gỗ ở trên, libe ở dưới. Tinh thể calci oxalat hình cầu gai trong mô mềm ngay dưới libe.

Phiến lá: Biểu bì trên là những tế bào hình bầu dục không đều nhau, lớp cutin mỏng, có răng cưa rất nông. Tế bào biểu bì dưới có hình chữ nhật nằm ngang hơi dẹt hơn tế bào biểu bì trên. Lỗ khí có nhiều ở biểu bì dưới và ít hơn ở biểu bì trên, lỗ khí kiểu hỗn bào hay dị bào, ít song bào với 2 tế bào bạn không đều nhau. Chỉ số lỗ khí $X \geq 20$. Mô mềm giậu là một lớp tế bào, chiếm gần nửa chiều dày phiến lá. Mô mềm khuyết gồm những tế bào không đều, vách uốn lượn nhiều, xếp chứa những khuyết to. Một vài tinh thể calci oxalat hình lăng trụ trong mô mềm giậu.

Bột

Bột màu xanh, vị rất đắng. Soi kính hiển vi thấy: Mảnh biểu bì mang lỗ khí, bó sợi dài, mảnh mô mềm tế bào đa giác, thành mỏng, mảnh mạch vạch, mạch xoắn.

Định tính

A. Lấy 5 g dược liệu, tán nhỏ, thêm 50 ml *ethanol* 90 % (TT), lắc đều rồi đun hồi lưu trong cách thủy 30 min. Lọc, cô cách thủy còn 10 ml, để nguội, chuyển vào 2 ống nghiệm mỗi ống 2 ml để làm các phản ứng sau đây:
Ống 1: Thêm 4 giọt đến 5 giọt *acid hydrochloric* (TT), rồi thêm tiếp một ít bột *magnesi* (TT), xuất hiện màu đỏ.
Ống 2: Thêm 3 giọt đến 4 giọt dung dịch *sắt (III) clorid* (TT) 9 %, xuất hiện màu xanh tím.
B. Lấy 1 g bột dược liệu, thêm 5 ml nước, đun sôi trong vài phút rồi lọc. Lấy 2 ml dịch lọc đã nguội thêm 2 giọt đến 3 giọt dung dịch *gelatin* (TT) 1 %, xuất hiện tủa bông trắng.
C. Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.
Dung môi khai triển: n-Hexan - ethyl acetat (2 : 1).
Dung dịch thử: Lấy 4 g bột dược liệu vào bình nón nút mài, thêm 25 ml *cloroform* (TT), lắc siêu âm 15 min, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy đến cạn. Hòa cần trong 1 ml *ethanol* (TT) được dung dịch chấm sắc ký.
Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan *phyllanthin* chuẩn trong *ethanol* (TT) để được dung dịch đối chiếu có nồng độ khoảng 2 mg/ml.
Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 4 g bột Diệp hạ châu đẳng (mẫu chuẩn), tiến hành chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl 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 % (TT), sấy bản mỏng ở 120 °C đến khi hiện rõ vết. Quan sát bản mỏng dưới ánh sáng thường hoặc dưới ánh sáng tử ngoại bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết *phyllanthin* trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu và phải có các vết tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 12,0 % đối với dược liệu khô (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 4 h).

Tạp chất

Không quá 2,0 % (Phụ lục 12.11).

Tro toàn phần

Không quá 8,0 % đối với dược liệu khô (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không quá 5,0 % đối với dược liệu khô (Phụ lục 9.7).

Tỷ lệ vụn nát

Qua rây có cỡ mắt rây 0,355 mm: Không quá 8,0 % đối với dược liệu khô (Phụ lục 12.12).

Chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 7,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.
Tiến hành theo phương pháp chiết nóng (Phụ lục 12.10), dùng *ethanol* 96 % (TT) làm dung môi.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).
Pha động A: Methanol (TT).
Pha động B: Dung dịch acid phosphoric (TT) 0,1 %.
Dung dịch chuẩn: Hòa tan *phyllanthin* chuẩn trong *methanol* 90 % (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 30 µg/ml.
Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 2 g bột dược liệu (qua rây số 355) vào bình nón nút mài có dung tích 100 ml, thêm 20,0 ml *methanol* 90 % (TT), đậy nắp, cân xác định khối lượng. Lắc siêu âm trong 30 min, để nguội, cân lại và bổ sung khối lượng mất đi bằng *methanol* 90 % (TT), lắc đều, lọc qua giấy lọc, bỏ 5 ml dịch lọc đầu. Hút 1,0 ml dịch lọc sau vào bình định mức 25 ml, thêm *methanol* 90 % (TT) đến vạch, lắc đều, 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 230 nm.
Tốc độ dòng: 1,3 ml/min.
Thể tích tiêm: 20 µl.
Cách tiến hành:
Tiến hành sắc ký theo chương trình dung môi sau đây (có thể điều chỉnh tỷ lệ nếu cần):

Thời gian (min)	Pha động A (% tt/tt)	Pha động B (% tt/tt)
0 - 25	65	35
25 - 26	65 → 80	35 → 20
26 - 34	80	20
34 - 35	80 → 65	20 → 35
35 - 45	65	35

Tiến hành sắc ký dung dịch chuẩn. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic *phyllanthin* của 6 lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn không được lớn hơn 2,0 %.
Tiến hành sắc ký riêng biệt dung dịch chuẩn, dung dịch thử.
Tính hàm lượng $C_{24}H_{34}O_6$ của *phyllanthin* trong dược liệu dựa vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{24}H_{34}O_6$ trong *phyllanthin* chuẩn.
Dược liệu phải chứa ít nhất 0,30 % *phyllanthin* ($C_{24}H_{34}O_6$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Bảo quản

Để nơi khô mát, tránh ẩm, mốc, mọt.
Dược liệu là lá đã tách bỏ thân cành, đóng trong đồ đựng kín được hút chân không sẽ bảo quản tốt hơn.

Tính vị, quy kinh

Vị đắng, tính lương. Vào các kinh phế, can.

Công năng, chủ trị

Tiêu độc, sát trùng, tán ứ, thông huyết, lợi tiểu. Chủ trị: Viêm gan, vàng da, sốt, đau mắt, tiểu tiện bí, rết, tắc sữa, kinh bế, hoặc mụn nhọt, lở ngứa ngoài da. Côn trùng cắn.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 8 g đến 16 g, dạng thuốc sắc.

Dùng ngoài: Lấy cây tươi giã nát, bôi đắp ngoài (không nên đắp vào chỗ lở loét). Liều dùng thích hợp.

DỪA CẠN (Lá)

Catharanthi rosei Folium

Lá được làm khô của cây Dừa cạn [*Catharanthus roseus* (L.) G. Don], họ Trúc đào (Apocynaceae). Thu hái lá trước khi cây có hoa, phơi hoặc sấy nhẹ đến khô.

Mô tả

Lá nguyên hình bầu dục hẹp, màu lục xám hay lục nhạt, đầu hơi nhọn, gốc lá thuôn hẹp. Phiến lá dài 3,5 cm đến 5 cm, rộng 1,5 cm đến 3 cm. Gân hình lông chim, lồi ở mặt dưới lá. Cuống dài 0,3 cm đến 0,7 cm. Mùi hắc, vị đắng.

Vĩ phẫu

Biểu bì trên và dưới gồm 1 lớp tế bào hình chữ nhật xếp đều đặn, mang 2 loại lông che chở: Lông che chở đa bào dài gồm 2 tế bào đến 5 tế bào (thường là 2), tế bào chân ngắn, tế bào đầu dài nhọn và loại lông che chở đơn bào ngắn. Phần gân chính: Dưới lớp tế bào biểu bì trên là đám mô dày góc. Mô mềm gồm những tế bào thành mỏng, kích thước không đều, giữa các tế bào mô mềm để hở những khoảng gian bào hình ba cạnh. Bó libe-gỗ chồng kếp hình cung xếp giữa gân lá gồm những đám libe tế bào nhỏ, xếp thành 2 cung bao bọc lấy cung gỗ. Mạch gỗ xếp đều đặn. Phần phiến lá gồm một hàng tế bào mô giậu xếp đều đặn và mô mềm khuyết tế bào nhỏ thành mỏng, xếp không đều.

Bột

Mảnh biểu bì mang lỗ khí và lông che chở đa bào, đôi khi đơn bào. Lỗ khí có ba tế bào phụ hình dạng thay đổi, thường có một tế bào nhỏ hơn 2 tế bào kia. Mảnh gân lá gồm tế bào thành mỏng, hình chữ nhật. Rải rác có lông che chở 2 đến 5 tế bào, bề mặt lấm tấm. Mảnh mô mềm giậu, mô mềm khuyết. Mảnh mạch vạch, mạch mạng.

Định tính

Lấy 3 g bột dược liệu cho vào một bình nón, thấm ẩm đều với 2 ml *amoniac đậm đặc* (TT). Thêm 30 ml *cloroform* (TT), để yên 30 min, thỉnh thoảng lắc đều. Lọc, dịch lọc cho vào bình gan, lắc với 5 ml *dung dịch acid sulfuric 10 %* (TT) trong 2 đến 5 min. Để lắng, gạn lấy phần dung dịch acid cho vào 4 ống nghiệm, mỗi ống 0,5 ml để làm các phản ứng sau:

Ống 1: Thêm 2 giọt *thuốc thử Mayer* (TT), xuất hiện tủa trắng.

Ống 2: Thêm 2 giọt *thuốc thử Dragendorff* (TT), xuất hiện tủa đỏ cam.

Ống 3: Thêm 2 giọt *thuốc thử Bouchardat* (TT), xuất hiện tủa nâu.

Ống 4: Thêm 2 giọt *dung dịch acid picric* (TT), xuất hiện tủa vàng.

Độ ẩm

Không quá 12,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 85 °C, 4 h).

Tro toàn phần

Không quá 3,0 % (Phụ lục 9.8).

Tỷ lệ vụn nát

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

Tạp chất (Phụ lục 12.11)

Tạp chất vô cơ: Không quá 0,5 %.

Bộ phận khác của cây: Không quá 3,0 %.

Tỷ lệ lá màu đen cháy: Không quá 1,0 %.

Định lượng

Cân chính xác khoảng 15 g bột dược liệu (qua rây số 355), cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thấm ẩm đều với 5 ml *amoniac* (TT). Thêm chính xác 150 ml *cloroform* (TT), lắc mạnh, để qua đêm. Lọc. Lấy chính xác 100 ml dịch lọc tương ứng với 10 g bột dược liệu, chiết với *dung dịch acid sulfuric 10 %* (TT) 4 lần, mỗi lần 10 ml. Gộp các dịch chiết acid rồi kiểm hóa bằng *amoniac* (TT) đến pH 10, lắc với *cloroform* (TT) 4 lần (3 lần đầu mỗi lần dùng 15 ml, lần thứ 4 dùng 10 ml). Sau đó cho thêm *amoniac* (TT) đến pH 11 - 12 rồi lắc tiếp với *cloroform* (TT) 4 lần như trên. Gộp các dịch chiết cloroform, loại nước bằng *natri sulfat khan* (TT), rửa dịch lọc và natri sulfat bằng 10 ml *cloroform* (TT), gộp dịch rửa và dịch chiết cloroform, cất thu hồi bớt dung môi rồi chuyển vào một bình đã xác định khối lượng. Bốc hơi dung môi cho tới khô. Làm khô trong bình hút ẩm chứa silica gel đến khối lượng không đổi và cân. Tính lượng alkaloid toàn phần có trong dược liệu.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,7 % alkaloid toàn phần, tính theo dược liệu khô kiệt.

Bảo quản

Để nơi khô, mát, tránh mốc.

Tính vị, quy kinh

Tính hơi hàn, lương, có độc. Vào các kinh tâm, can.

Công năng, chủ trị

Hoạt huyết, tiêu thũng giải độc, an thần hạ áp. Chủ trị: Tăng huyết áp, tiểu đường, kinh nguyệt không đều, ly, bí tiểu.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 8 g đến 16 g, dạng thuốc sắc.

DỪA CẠN (RỄ)

Catharanthi rosei Radix

Rễ được làm khô của cây Dừa cạn [*Catharanthus roseus* (L.) G. Don], họ Trúc đào (Apocynaceae). Đào lấy rễ, rửa sạch đất cát, phơi hoặc sấy ở 50 °C tới khô.