

Định tính

A. Dưới ánh sáng tử ngoại (366 nm), bột Hoắc hương có màu nâu gụ.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Ether dầu hòa (30 °C đến 60 °C) - ethyl acetat - acid acetic băng (95 : 5 : 0,2).

Dung dịch thử: Pha loãng 0,5 ml tinh dầu thu được ở phần Định lượng tinh dầu trong dược liệu với 5 ml *ethyl acetat (TT)* được dung dịch thử.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 0,5 ml tinh dầu cất được từ Hoắc hương (mẫu chuẩn) pha trong 5 ml *ethyl acetat (TT)* được dung dịch đối chiếu.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 1 µl đến 2 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai xong, lấy bản mỏng ra để khô ở nhiệt độ phòng, phun *dung dịch sắt (III) clorid 5 % trong ethanol (TT)*, sấy bản mỏng ở 105 °C cho tới khi các vết hiện rõ. Quan sát dưới 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 dược liệu đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 12,0 % (Phụ lục 12.13). Dùng 10 g dược liệu đã cắt nhỏ.

Tỷ lệ vụn nát

Qua rây có kích thước mắt rây 3,150 mm: Không quá 10 % (Phụ lục 12.12).

Tạp chất

Không quá 2,0 % (Phụ lục 12.11).

Tỷ lệ lá

Lá: Không dưới 20,0 % (Phụ lục 12.11).

Tro toàn phần

Không quá 11,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không quá 4,0 % (Phụ lục 9.7).

Chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 2,5 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Tiến hành theo phương pháp chiết lạnh (Phụ lục 12.10).

Dùng *ethanol 96 % (TT)* làm dung môi.

Định lượng

Tiến hành theo phương pháp “Định lượng tinh dầu trong dược liệu” (Phụ lục 12.7).

Cân chính xác khoảng 25 g dược liệu đã tán thành bột thô vào bình cầu có dung tích 500 ml của bộ dụng cụ định lượng tinh dầu trong dược liệu, thêm 200 ml nước, tiến hành cất trong 3 h.

Hàm lượng tinh dầu trong dược liệu không được ít hơn 3,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Hoắc hương cắt đoạn: Lấy dược liệu khô chưa cắt đoạn, loại bỏ các tạp chất, lấy lá sạch để riêng. Rửa sạch thân, ủ mềm, cắt đoạn ngắn, phơi khô, rồi trộn đều thân với lá.

Mô tả: Dược liệu gồm các đoạn thân và cành không đều, một số đoạn thân hình trụ vuông, màu nâu xám, vàng xám hoặc nâu đỏ. Mặt cắt có ruột màu trắng. Lá mọc đối, thường bị gãy vỡ hoặc quăn lại thành một khối; lá nguyên hình trứng hoặc hình elip, cả hai mặt lá màu lục xám có lông mượt như nhung, chóp lá hơi nhọn hoặc tròn; gốc lá vát nhọn hoặc tròn, mép lá có răng cưa không đều; cuống lá thon nhỏ và có lông. Mùi thơm đặc trưng, vị hơi đắng. Định tính: Như dược liệu chưa cắt đoạn.

Độ ẩm, Tỷ lệ lá, Tro toàn phần, Tro không tan trong acid, Chất chiết được trong dược liệu: Yêu cầu và phương pháp thử như dược liệu chưa cắt đoạn.

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để nơi mát, khô, tránh mốc mọt, mất tinh dầu.

Dược liệu đã chế biến: Để nơi khô ráo, tránh mốc mọt, mất tinh dầu. Nên dùng trong 30 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh

Vị cay, đắng, tính hơi ôn. Vào các kinh tỳ, vị, phế.

Công năng, chủ trị

Ôn trung, phát tán, tỉnh tỳ, hòa vị, khai vị chỉ nôn, giải biểu, giải nhiệt, hóa thấp điều hòa trung tiêu. Chủ trị: Cảm mạo trúng nắng, trúng thực, nhức đầu sổ mũi đau mình; nôn mửa, đau bụng, ăn không tiêu, phản vị (trào ngược) ợ hơi, đại tiện lỏng.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 6 g đến 12 g, dạng thuốc sắc. Tán bột làm viên hoàn theo yêu cầu của bài thuốc.

Kiêng kỵ

Âm hư không có thấp nhiệt, dạ dày uất nhiệt không nên dùng.

Ghi chú

Không nhầm với cây Thổ hoắc hương hay Hương bài thảo {*Agastache rugosa* (Fischer & C. A. Meyer) Kuntze, họ Hoa môi (Lamiaceae)}, thường dùng để làm hương bài.

HÒE (Nụ hoa)

Styphnolobii japonici immaturus Flos

Nụ hoa được làm khô của cây Hòe [*Styphnolobium japonicum* (L.) Schott, Syn. *Sophora japonica* L.], họ Đậu (Fabaceae). Khi trời khô ráo (thường vào buổi sáng), ngắt các chùm hoa chưa nở, tuốt lấy nụ, loại bỏ các bộ phận khác của cây, đem phơi hoặc sấy nhẹ đến khô.

Mô tả

Nụ khô có hình trụ không đều, được bao bọc toàn bộ bởi

đài hoa, mặt ngoài màu vàng ngà, hơi xám, nâu nhạt hay vàng lục, dài 5 mm đến 7 mm, đường kính 2 mm đến 3 mm, có các nếp nhăn dọc. Phần đầu nụ tròn (cánh hoa cuộn lại), phần gốc nhón dần và còn một đoạn cuống ngắn. Hoa chưa nở có hình trụ dài, dài từ 4 mm đến 10 mm, đường kính 2 mm đến 4 mm. Phần gốc nhón dần và còn một đoạn cuống ngắn. Phần đầu có cánh hoa chưa nở màu vàng ngà, cuộn lại với nhau, nhô ra khỏi đài. Đài hoa hình chuông, màu vàng xám, dài bằng 1/2 đến 2/3 chiều dài của hoa chưa nở, phía trên xẻ thành 5 răng nông. Dược liệu có mùi thơm đặc trưng, vị hơi đắng.

Bột

Có nhiều hạt phần hình cầu, đường kính 16 μm , có 3 lỗ rãnh, bề mặt có nếp nhăn dạng mắt lưới. Lòng che chở đa bào gồm 2 tế bào đến 4 tế bào, tế bào ở phía đầu dài và thuôn nhọn, tế bào ở chân ngắn. Mảnh biểu bì cánh hoa gồm những tế bào hình nhiều cạnh có nhiều vân nhỏ, sát nhau. Mảnh biểu bì đài hoa gồm những tế bào hình nhiều cạnh có mang lỗ khí (kiểu thập tự) và lòng che chở. Mảnh mạch xoắn.

Định tính

A. Lấy 0,5 g bột dược liệu, thêm 10 ml *ethanol* (TT). Đun sôi trong 3 min, để nguội, lọc. Dịch lọc (dung dịch A) dùng làm các phản ứng sau và dịch chấm sắc ký lớp mỏng.

Lấy 2 ml dung dịch A pha loãng với 10 ml *ethanol* 90 % (TT) rồi chia vào 3 ống nghiệm:

Ống 1: Thêm 5 giọt *acid hydrochloric* (TT) và ít bột *magnesi* (TT), dung dịch chuyển dần từ màu vàng nhạt sang màu hồng rồi tím đỏ.

Ống 2: Thêm 2 giọt *dung dịch natri hydroxyd* 20 % (TT), xuất hiện tủa vàng cam, tủa sẽ tan trong lượng dư thuốc thử.

Ống 3: Thêm 2 giọt *dung dịch sắt (III) clorid* 5 % (TT), dung dịch có màu xanh rêu.

B. Nhỏ 2 giọt đến 3 giọt dung dịch A lên tờ giấy lọc, để khô, soi dưới đèn tử ngoại (ở bước sóng 366 nm) sẽ quan sát thấy huỳnh quang màu vàng nâu.

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

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi khai triển: *n-Butanol - acid acetic - nước* (4 : 1 : 5).

Dung dịch thử: Dung dịch A.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan rutin chuẩn trong *ethanol* 90 % (TT) để được dung dịch nồng độ 1 mg/ml.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 20 μl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô bản mỏng ở nhiệt độ phòng. Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết phát quang màu nâu tương đương về vị trí với vết rutin trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu. Hiện màu bằng hơi *amoniac đậm đặc* (TT), trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết cùng màu vàng tương đương về vị trí với vết rutin (R_f từ 0,5 đến 0,54) trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 11,0 % (Phụ lục 9.6, 2 g, 105 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không quá 10,0 % (Phụ lục 9.8).

Tạp chất (Phụ lục 12.11)

Tỷ lệ hoa đã nở: Không quá 10,0 %.

Tỷ lệ hoa sẫm màu: Không quá 1,0 %.

Các bộ phận khác của cây: Không quá 2,0 %.

Chất chiết được trong dược liệu

Tiến hành theo phương pháp chiết lạnh, Phụ lục 12.10.

Không ít hơn 25,0 % chất chiết được trong *ethanol*, tính theo dược liệu khô kiệt, dùng *ethanol* 50 % (TT) làm dung môi.

Không ít hơn 20,0 % chất chiết được trong nước, tính theo dược liệu khô kiệt, dùng *nước* làm dung môi.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: *Methanol - dung dịch acid acetic* 1 % (40 : 60).

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,1 g bột dược liệu nửa thô vào bình nón nút mài 100 ml, thêm 50,0 ml *methanol* (TT), đập nắp và cân. Lắc siêu âm trong 30 min, để nguội, cân lại. Bổ sung khối lượng mất đi bằng *methanol* (TT), lắc đều, lọc. Bỏ 5 ml dịch lọc đầu, lấy 2,0 ml dịch lọc vào bình định mức 10 ml, bổ sung *methanol* (TT) vừa đủ, trộn đều. Lọc qua màng lọc 0,45 μm .

Dung dịch chuẩn: Hòa tan rutin chuẩn trong *methanol* (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 0,1 mg/ml.

Điều kiện sắc ký:

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

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 257 nm.

Tốc độ dòng: 1,1 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 μl .

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký dung dịch chuẩn.

Kiểm tra sự phù hợp của hệ thống: Số đĩa lý thuyết của cột tính trên pic rutin không nhỏ hơn 2000. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic rutin thu được từ 5 lần tiêm lặp lại không lớn hơn 2,0 %.

Tiến hành sắc ký lần lượt dung dịch thử và dung dịch chuẩn. Tính hàm lượng rutin trong dược liệu dựa vào diện tích pic rutin thu được từ sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng $\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}$ trong rutin chuẩn. Dược liệu phải chứa không ít hơn 18,0 % rutin ($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Hồa hoa sao vàng: Sao vàng theo hướng dẫn tại Phụ lục 12.20 đến khi mặt ngoài dược liệu có màu vàng đậm, mùi thơm, bên trong vàng sáng. Lấy ra, để nguội.

Hồa hoa sao cháy: Sao cháy theo hướng dẫn tại Phụ lục 12.20 đến khi mặt ngoài dược liệu có màu đen, bên trong có màu nâu hơi vàng, có mùi thơm. Lấy ra, để nguội.

Bảo quản

Để nơi khô, trong đồ đựng kín, tránh mốc, mọt.

Tính vị, quy kinh

Vị hơi đắng, tính hơi hàn. Vào các kinh can, đại tràng.

Công năng, chủ trị

Lương huyết chỉ huyết, thanh can tả hỏa, hạ huyết áp. Chủ trị: Trĩ xuất huyết, ho ra máu, băng huyết, tăng huyết áp, đau mắt đỏ do can hỏa vượng, đau đầu, đại tiểu tiện ra máu.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 6 g đến 12 g, dạng thuốc sắc hoặc hầm uống như chè.

Hoa hòe sao vàng dùng trong các trường hợp huyết nhiệt, xơ vữa mạch, huyết áp tăng.

Hoa hòe sao cháy dùng trong các trường hợp xuất huyết.

Kiêng kỵ

Không có thực hòa không được dùng.

Không dùng cho phụ nữ có thai.

HỒ TIÊU (Quả)

Piperis nigri Fructus

Quả được làm khô của cây Hồ tiêu (*Piper nigrum* L.) họ Hồ tiêu (Piperaceae). Thu hoạch vào cuối mùa thu năm trước đến mùa xuân năm sau. Thu hái quả xanh thẫm khi chùm quả xuất hiện 1 đến 2 quả chín đỏ hay vàng, phơi hay sấy khô ở 40 °C đến 50 °C, quả ngả sang màu đen thẫm gọi là Hồ tiêu đen (hắc Hồ tiêu). Thu hái quả chín đỏ, ngâm dưới dòng nước chảy 3 đến 4 ngày, sát bỏ thịt quả và vỏ đen, phơi hay sấy khô, thu được quả có màu trắng ngà, vị cay gọi là Hồ tiêu trắng (Hồ tiêu sọ).

Mô tả

Hồ tiêu đen: Quả hình cầu, đường kính 3,5 mm đến 5 mm. Mặt ngoài màu nâu đen, có nhiều vết nhăn hình mạng lưới nổi lên. Đầu quả có vết của vòi nhụy nhỏ hơi nổi lên, gốc quả có vết sẹo của cuống quả. Chất cứng. Phần thịt quả có thể bóc ra được. Vỏ quả trong màu trắng tro hoặc màu vàng nhạt; mặt cắt ngang màu vàng nhạt. Quả có chất bột, trong có lỗ hồng nhỏ là vị trí của nội nhũ. Mùi thơm, vị cay.

Hồ tiêu sọ: Mặt ngoài màu trắng tro hoặc màu trắng vàng nhạt, nhẵn. Mặt cắt ngang màu vàng nhạt. Quả có chất bột, trong có lỗ hồng nhỏ là vị trí của nội nhũ. Mùi thơm, vị cay.

Vĩ phẫu

Vỏ quả ngoài cấu tạo bởi một lớp tế bào xếp không đều và hơi uốn lượn. Vòng mô cứng xếp sát vỏ quả ngoài. Tế bào mô cứng hình nhiều cạnh, thành dày, khoang hẹp, có ống trao đổi rõ, xếp thành đám sát nhau thành nhiều vòng liên tục. Vỏ quả giữa: Vùng ngoài cấu tạo bởi tế bào nhỏ, thành mỏng, nhẵn nhéo, bị bẹp, kéo dài theo hướng tiếp tuyến, có nhiều tế bào chứa tinh dầu. Vỏ quả trong gồm tế bào

mô cứng thành dày phía trong và hai bên thành hình chữ U. Một lớp tế bào vỏ hạt xếp đều đặn, thành mỏng. Vùng ngoài nhũ rất rộng, phía ngoài gồm 2 đến 3 lớp tế bào nhỏ thành mỏng, ở sát vỏ hạt; phía trong gồm tế bào lớn hơn, thành mỏng chứa nhiều tinh bột và tế bào tiết tinh dầu. Đối diện với cuống quả có một vùng nội nhũ rất nhỏ, cây mầm nằm trong nội nhũ.

Bột

Hồ tiêu đen: Bột màu tro thẫm, tế bào đá ở vỏ ngoài hình gần vuông, chữ nhật hoặc không đều, đường kính 19 µm đến 66 µm, thành tương đối dày. Tế bào đá vỏ quả trong hình đa giác, đường kính 20 µm đến 30 µm, nhìn mặt bên có hình vuông, thành tế bào có một mặt mỏng. Tế bào vỏ hạt hình đa giác, màu nâu, thành dày mỏng không đều và có hình chuỗi hạt. Giọt dầu tương đối ít, hình tròn, đường kính 51 µm đến 75 µm. Hạt tinh bột rất nhỏ, thường tụ tập lại thành khối.

Định tính

A. Lấy 5 g bột dược liệu, thêm 3 ml *amoniac đậm đặc* (TT), trộn cho thấm đều, thêm 15 ml *cloroform* (TT), lắc, đun hồi lưu trên cách thủy trong 15 min, lọc. Cho dịch lọc vào bình gạn, thêm 10 ml *dung dịch acid sulfuric 2 %* (TT), lắc mạnh trong 1 min, để yên cho dung dịch tách thành 2 lớp, gạn lấy phần acid, lọc, lấy dịch lọc làm các phản ứng sau:

Lấy 1 ml dịch lọc, thêm 2 giọt *thuốc thử Bouchardat* (TT), để yên 5 min dung dịch sẽ đục.

Lấy 1 ml dịch lọc, thêm 6 giọt *thuốc thử Mayer* (TT), để yên 5 min dung dịch sẽ đục.

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

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi khai triển: *Cyclohexan - ethyl acetat - aceton* (7 : 3 : 1).

Dung dịch thử: Lấy khoảng 0,5 g bột dược liệu thô, thêm 20 ml *ethanol* (TT), đun trên cách thủy 15 min, lọc, lấy dịch lọc làm dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Dung dịch piperin trong *ethanol* (TT) có nồng độ 4 mg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Nếu không có piperin, lấy khoảng 0,5 g bột Hồ tiêu (mẫu chuẩn), chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai xong, lấy bản mỏng ra để khô ở nhiệt độ phòng. Phun *dung dịch acid sulfuric 10 % trong ethanol* (TT). Sấy bản mỏng ở 100 °C cho tới khi xuất hiện rõ các vết. Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết của piperin trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu hoặc 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.

Hoặc

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