

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi khai triển: *Toluen - ether dầu hỏa* (30 °C đến 60 °C) (8 : 2).

Dung dịch thử: Pha loãng 0,2 ml tinh dầu thu được ở phần Định lượng với 0,5 ml *cloroform* (TT) được dung dịch thử.

Dung dịch đối chiếu: Lấy 0,2 ml tinh dầu cất được từ Hồ tiêu (mẫu chuẩn) pha trong 0,5 ml *cloroform* (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra để khô bản mỏng trong không khí, phun *dung dịch vanilin 1 % trong acid sulfuric* (TT). Sấy bản mỏng ở 100 °C trong 10 min. 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 đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 11,0 % (Phụ lục 12.13).

Tỷ lệ vụn nát

Hạt lép: Khối lượng của 100 hạt hồ tiêu không được ít hơn 4 g.

Chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 8,0 %, 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

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

Cân chính xác khoảng 50 g dược liệu, cho vào bình cầu của bộ dụng cụ cất tinh dầu, cất trong 5 h.

Hàm lượng tinh dầu trong dược liệu không ít hơn 2,5%, tính theo dược liệu khô kiệt.

Bảo quản

Nơi khô, mát.

Tính vị, quy kinh

Vị cay, tính nhiệt. Vào các kinh vị, đại tràng.

Công năng, chủ trị

Ôn trung tán hàn, kiện vị chỉ đau. Chủ trị: Vị hàn gây nôn mửa, tiêu chảy đau bụng và khó tiêu, chán ăn.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 0,6 g đến 1,5 g, dạng thuốc bột, dùng ngoài với lượng thích hợp.

Kiêng kỵ

Âm hư, hỏa vượng, trĩ, táo bón không nên dùng.

HỒNG HOA (Hoa)

Carthami tinctorii Flos

Hoa được làm khô của cây Hồng hoa (*Carthamus tinctorius* L.), họ Cúc (Asteraceae). Thu hoạch từ tháng 4 đến tháng 6

khi hoa chuyển màu vàng sang màu đỏ. Sau khi thu hái, bảo quản cẩn thận, tránh làm bẩn, vụn nát, tãi thành lớp mỏng, để nơi bóng râm và thoáng gió cho khô dần. Không được phơi nắng, sấy nóng vì làm hỏng dược liệu.

Mô tả

Hoa dài 1 cm đến 2 cm, mặt ngoài màu vàng đỏ hay đỏ. Tràng hoa hình ống thon, phía trên xẻ làm 5 cánh hẹp, dài 0,5 cm đến 0,8 cm, hoa có 5 nhị. Bao phấn dính liền thành ống, màu vàng, núm nhụy dài hình trụ, hơi phân đôi, nhô ra khỏi cánh hoa. Chất mềm, mùi thơm nhẹ, vị hơi đắng.

Ghi chú: Loại hoa cánh nhỏ màu đỏ hồng, cầm bóp không dây màu ra tay là loại tốt (Hồng hoa Tây Tạng), loại này hiếm. Loại Hồng hoa cầm dây màu đỏ ra tay không nên dùng (là loại xấu hoặc làm giả).

Bột

Màu vàng cam, thường thấy mảnh cánh hoa, chi nhị, núm nhụy, những tế bào tiết hình ống dài, kèm theo các mạch, đường kính tới 66 µm, chứa chất tiết, màu từ vàng nâu đến đỏ nâu. Thành ngoài tế bào biểu bì của đầu cánh hoa nhô lên như những lông tơ. Tế bào biểu bì trên của núm nhụy và vòi nhụy biệt hóa thành những lông đơn bào hình nón nhỏ hay hơi tù ở đỉnh. Hạt phấn hình cầu, đường kính 60 µm đến 70 µm, có 3 lỗ nảy mầm, vỏ ngoài hạt phấn có gai. Tinh thể calci oxalat hình lăng trụ. Mảnh mô mềm gồm những tế bào hình chữ nhật. Mảnh đầu cánh hoa gồm nhiều tế bào kết hợp lên nhau như lợp ngói. Tế bào chi nhị thành mỏng, hình chữ nhật. Mảnh mạch vạch, mạch mạng.

Định tính

A. Ngâm 1 g dược liệu trong 10 ml *ethanol 50 %* (TT) khoảng 10 min. Gạn dịch ngâm (phần trên) vào một cốc có mỏ, treo một băng giấy lọc và ngâm một phần vào dịch này. Sau 5 min, lấy băng giấy lọc ra, ngâm vào nước rồi nhấc ra ngay. Phần trên băng giấy lọc có màu vàng nhạt, phần dưới băng giấy lọc có màu đỏ nhạt.

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

Bản mỏng: *Silica gel H*.

Dung môi khai triển: *Ethyl acetat - acid formic - nước - methanol* (7 : 2 : 3 : 0,4).

Dung dịch: Lấy 0,5 g bột dược liệu cho vào bình nón nút mài, thêm 5 ml dung dịch *aceton 80 %* (TT), đậy kín, lắc đều trong 15 min, lọc. Dịch lọc được dùng làm dung dịch thử.

Dung dịch đối chiếu: Lấy 0,5 g bột Hồng hoa (mẫu chuẩn), tiến hành chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch thử và dung dịch đối chiếu. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng. 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 đối chiếu.

C. Độ hấp thụ

Sắc tố màu vàng: Làm khô dược liệu trong 24 h với silica gel trong bình hút ẩm, sau đó nghiền thành bột mịn. Cân chính xác 0,1 g bột dược liệu, ngâm và lắc trong 150 ml

nước khoảng 1 h, lọc dung dịch vào bình định mức dung tích 500 ml bằng phễu lọc xốp thủy tinh số 3. Rửa phễu lọc và cân bằng **nước** tới khi nước rửa không còn màu, thêm **nước** tới vạch và lắc kỹ. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch ở bước sóng 401 nm.

Độ hấp thụ không được dưới 0,40.

Sắc tố màu hồng: Cân chính xác khoảng 0,25 g bột mịn dược liệu (thu được ở mục **Sắc tố màu vàng**), thêm 50 ml dung dịch *aceton* (TT) 80 %, ngâm ở 50 °C trên cách thủy trong 90 min, để nguội, lọc qua phễu lọc xốp thủy tinh số 3 vào bình định mức dung tích 100 ml. Rửa cặn với 25 ml dung dịch *aceton* (TT) 80 % bằng cách chia thành nhiều lần và gộp nước rửa vào bình định mức, thêm **dung dịch aceton 80 % (TT)** tới vạch, lắc kỹ. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch ở bước sóng 518 nm.

Độ hấp thụ không được dưới 0,20.

Độ ẩm

Không quá 13,0 % (Phụ lục 12.13).

Tạp chất (Phụ lục 12.11)

Tỷ lệ hoa biến màu nâu đen: Không quá 0,5 %.

Tạp chất khác: Không quá 2,0 %.

Tro toàn phần

Không quá 15,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không quá 5,0 % (Phụ lục 9.7).

Chất chiết được trong dược liệu

Không được ít hơn 30,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

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

Dùng **nước** làm dung môi.

Định lượng

Hydroxysafflor yellow A

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: *Methanol* - *acetonitril* - **dung dịch acid phosphoric 0,7 %** (26 : 2 : 72).

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,4 g bột dược liệu (qua rây số 355) vào một bình nón nút mài, thêm chính xác 50 ml *methanol* 25 % (TT), cân và lắc siêu âm trong 40 min, để nguội, cân lại. Bổ sung khối lượng mất đi bằng *methanol* 25 % (TT), lắc đều, lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác hydroxysafflor yellow A chuẩn và hòa tan trong *methanol* 25 % (TT) để được dung dịch chuẩn có nồng độ khoảng 0,13 mg/ml.

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 403 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành:

Tiêm dung dịch chuẩn. Tiến hành sắc ký và tính số đĩa lý thuyết của cột. Số đĩa lý thuyết của cột tính trên pic hydroxysafflor yellow A phải không dưới 3000.

Tiêm lần lượt dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Tiến hành sắc ký. Tính hàm lượng của hydroxysafflor yellow A trong dược liệu dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn, hàm lượng $C_{27}H_{32}O_{16}$ trong hydroxysafflor yellow A chuẩn.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 1,0 % hydroxysafflor yellow A ($C_{27}H_{32}O_{16}$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Kaempferol

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: *Methanol* - **dung dịch acid phosphoric 0,4 %** (52 : 48).

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,5 g bột dược liệu (qua rây số 355) vào một bình nón nút mài, thêm chính xác 25 ml *methanol* (TT), cân. Đun hồi lưu trong 40 min, để nguội, cân lại. Bổ sung khối lượng mất đi bằng *methanol* (TT), lắc đều, lọc. Hút chính xác 15 ml dịch lọc vào một bình cầu đáy bằng, thêm 5 ml **dung dịch acid hydrochloric 17 % (TT)**, lắc đều rồi đun trên cách thủy trong 30 min để thủy phân, làm nguội ngay. Chuyển dịch đã thủy phân vào bình định mức 25 ml, thêm *methanol* (TT) vừa đủ đến vạch, lắc đều, lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác kaempferol chuẩn và hòa tan trong *methanol* (TT) để được dung dịch chuẩn có nồng độ khoảng 9 µg/ml.

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 367 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành:

Tiêm dung dịch chuẩn. Tiến hành sắc ký và tính số đĩa lý thuyết của cột. Số đĩa lý thuyết của cột tính trên pic kaempferol phải không dưới 3000.

Tiêm lần lượt dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Tiến hành sắc ký. Tính hàm lượng của kaempferol trong dược liệu dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn, hàm lượng $C_{15}H_{10}O_6$ trong kaempferol chuẩn.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,05 % kaempferol ($C_{15}H_{10}O_6$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín. Để nơi khô, mát, tránh ẩm và mốc mọt. Nên dùng trong vòng 6 tháng kể từ ngày thu hái, nếu bảo quản tốt có thể dùng 12 tháng.

Tính vị, quy kinh

Vị cay, tính ôn (Hồng hoa Tây Tạng có vị ngọt, tính bình). Vào các kinh tâm, can.

Công năng, chủ trị

Phá ứ huyết, hoạt huyết thông kinh, tán ứ huyết, liều nhỏ có tác dụng bổ huyết (sinh huyết mới), giảm đau. Chủ trị: Bế kinh; kinh ra có hòn cục, huyết đen, hành kinh đau bụng; bị chấn thương tụ máu, độc đình mới phát tụ máu sưng đau.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 4 g đến 10 g, có thể dùng 16 g theo chỉ định của thầy thuốc, dạng thuốc sắc.

Kiêng kỵ

Phụ nữ có thai không được dùng.

HÚNG CHANH (Lá)

Plectranthi amboinici Folium

Lá tươi hoặc phơi âm can của cây Húng chanh [*Plectranthus amboinicus* (Lour.) Spreng.], họ Bạc hà (Lamiaceae). Thu hái quanh năm, lúc trời khô ráo hái những lá bánh tẻ, loại bỏ lá sâu và lá già dùng tươi hoặc phơi âm can.

Mô tả

Lá hình bầu dục hay hình trứng rộng, đầu hơi nhọn hoặc tù, gốc hình nêm. Phiến lá dày, mỏng nước, dài 6 cm đến 10 cm, rộng 4 cm đến 8 cm, mép khía tai bèo. Cả 2 mặt lá đều có lông tiết, mặt dưới nhiều hơn, cuống lá dài 2 cm đến 4 cm. Gân chính to, gân bên nhỏ, nổi rõ ở mặt dưới lá. Mùi thơm dễ chịu như mùi chanh, vị chua.

Vi phẫu

Biểu bì trên và biểu bì dưới có lông che chở đa bào gồm 3 tế bào đến 6 tế bào. Lông tiết có 2 loại: loại đầu có 2 tế bào, chân đơn bào rất ngắn và loại đầu đơn bào, chân đơn bào. Phần gân lá có mô dày sát biểu bì trên và biểu bì dưới. Tế bào mô mềm thành mỏng, to. Nhiều bó libe-gỗ hình trái xoan xếp thành vòng tròn ở phần gân chính. Những bó phía trên nhỏ, những bó phía dưới to. Tất cả các bó đều quay gỗ vào phía trong. Phiến lá chỉ có một loại mô khuyết.

Định tính

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

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi khai triển: *Toluen - ether dầu hỏa* (30 °C đến 60 °C) (8 : 2).

Dung dịch thử: Cát tinh dầu từ 100 g dược liệu bằng phương pháp cất kéo bằng hơi nước. Pha một giọt tinh dầu trong 1 ml *ether dầu hỏa* (30 °C đến 60 °C) (TT).

Dung dịch được liệu đối chiếu: Cát tinh dầu từ 100 g lá Húng chanh (mẫu chuẩn) bằng phương pháp cất kéo bằng hơi nước. Pha một giọt tinh dầu trong 1 ml *ether dầu hỏa* (30 °C đến 60 °C) (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 20 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy ra bản mỏng ra, để khô ngoài không khí hay sấy nhẹ cho bay hết dung môi. Phun thuốc thử *vanilin - acid sulfuric* (TT), sấy bản mỏng ở 110 °C khoảng 10 min đến khi hiện rõ vết. 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 được liệu đối chiếu.

Bảo quản

Nơi khô, mát.

Tính vị, quy kinh

Vị cay, tính ôn.

Công năng, chủ trị

Phát tán phong hàn, tiêu đờm, trừ phong, sát trùng. Chủ trị: Cảm cúm, ho sốt do phong hàn, đau họng.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 10 g đến 16 g, dạng thuốc sắc, thuốc xông, vắt lá tươi lấy dịch uống, thường dùng lá tươi.

HUYỀN SÂM (RỄ)

Scrophulariae Radix

Rễ được ủ và làm khô của cây Huyền sâm (*Scrophularia buergeriana* Miq. hoặc *Scrophularia ningpoensis* Hemsl.), họ Hoa mõm chó (Scrophulariaceae). Thu hái vào mùa đông khi thân và lá tàn lụi, đào lấy rễ củ về, đem ủ (xem mục chế biến) rồi phơi hoặc sấy khô.

Mô tả

Rễ củ nguyên, gần hình trụ, phần trên hơi phình to, phần dưới thuôn nhỏ dần, một số rễ hơi cong, dài 3 cm đến 15 cm, đường kính 0,5 cm đến 1,5 cm. Mặt ngoài màu nâu xám hoặc nâu đen, có nếp nhăn và rãnh lộn xộn, nhiều lỗ vỏ nằm ngang và nhiều vết tích của rễ con hay đoạn rễ nhỏ còn sót lại. Mặt cắt ngang màu đen, phía ngoài cùng có lớp bản mỏng, phía trong có nhiều vân tỏa ra (bó libe-gỗ). Thê chất mềm, hơi dẻo, mùi đặc biệt giống như mùi đường cháy, vị hơi ngọt và hơi đắng.

Vi phẫu

Lớp bản có từ 3 đến 4 hàng tế bào nhẵn nhéo, có chỗ bị rách nứt. Mô mềm vỏ gồm những tế bào có thành mỏng. Trong mô mềm có những đám mô cứng gồm 1 tế bào hoặc từ 2 đến 5 tế bào có thành dày xếp rải rác. Libe cấp 2 hình chùy cầu tạo bởi những tế bào nhỏ xếp đều đặn, bị những tia tùy rộng phân cách. Gỗ cấp 2 có những mạch gỗ xếp thẳng hàng từ trong ra ngoài, tia tùy rộng, thành không hóa gỗ, ở miền tùy có đám mạch gỗ cấp 1.

Bột

Màu nâu đen, vị hơi mặn. Soi kính hiển vi thấy: Nhiều tế bào mô cứng riêng lẻ hay tụ thành đám, hình chữ nhật, hơi vuông, hơi tròn hoặc hình thoi, dài 47 µm đến 250 µm, đường kính 23 µm đến 132 µm, thành dày, ống trao đổi nhỏ, phân nhánh. Mạch gỗ hầu hết là mạch vạch. Mảnh bản gồm những tế bào nhiều cạnh đều đặn có thành dày. Mảnh mô mềm. Tinh bột nhỏ, hình tròn nằm rải rác.

Định tính

A. Lấy 1 g dược liệu, thêm 10 ml *ethanol 96 %* (TT), đun trong cách thủy 15 min, để nguội và lọc. Lấy dịch lọc làm các phản ứng sau:

Lấy 5 ml dịch lọc cho vào một chén sứ, cô trên cách thủy đến cạn. Thêm vào chén 1 ml *anhydrid acetic* (TT) và 1 ml