

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

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Cloroform - methanol - amoniac (50 : 9 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 1 g bột dược liệu (qua rây số 710), vào bình nón nút mài, thấm ẩm bằng amoniac (TT), đậy kín, để yên 2 h, thêm 15 ml dicloromethan (TT), lắc siêu âm hoặc đun hồi lưu cách thủy trong 20 min, để nguội, lọc. Bay hơi dịch lọc trên cách thủy tới cạn. Hòa lẫn trong 4 ml methanol (TT) dùng làm dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan conessin chuẩn trong methanol (TT) để được dung dịch có nồng độ khoảng 1 mg/ml.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Nếu không có conessin chuẩn thì lấy 1 g dược liệu Mộc hoa trắng (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 trên. Sau khi triển khai, lấy bản mỏng ra để khô ngoài không khí, phun thuốc thử Dragendorff (TT). Quan sát bản mỏng dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và cùng màu (màu đỏ cam) với vết conessin 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.

Độ ẩm

Không quá 13,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 4 h).

Tro toàn phần

Không quá 9,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid hydrocloric

Không quá 5,5 % (Phụ lục 9.7).

Kim loại nặng

Không quá 30 phần triệu (Phụ lục 9.4.8, phương pháp 3).

Dùng 1 g dược liệu để thử và 3 ml dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị dung dịch đối chiếu.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Dung dịch đệm kali dihydrophosphat 25 mM (TT) - methanol (TT) (76 : 24).

Dung dịch đệm kali dihydrophosphat 25 mM: Hòa tan 3,4 g kali dihydrophosphat (TT) trong 1000 ml nước, thêm 3 ml triethylamin (TT), điều chỉnh đến pH 3,0 bằng acid phosphoric (TT).

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 1 g bột dược liệu (qua rây số 710) vào bình nón nút mài dung tích 50 ml, làm ẩm bằng amoniac (TT) (khoảng 21 - 25 giọt), đậy kín để yên trong 2 h. Thêm 15 ml dicloromethan (TT), lắc siêu âm trong 20 min, để lắng, gạn lấy dịch chiết. Tiếp tục chiết như trên 4 lần nữa, mỗi lần 15 ml dicloromethan (TT). Gộp các dịch chiết dicloromethan (TT), cô trên cách thủy đến cạn. Hòa tan và chuyển toàn bộ cặn vào bình định mức

20 ml bằng dung dịch acid hydrocloric 0,1 N (TT), bổ sung dung dịch acid hydrocloric 0,1 N (TT) vừa đủ, lắc đều, lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Dung dịch chuẩn: Hòa tan conessin chuẩn trong dung dịch acid hydrocloric 0,1 N (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 0,35 mg/ml.

Điều kiện sắc ký:

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

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 205 nm.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Tốc độ dòng: 1,2 ml/min.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký trong thời gian 45 min.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, số đĩa lý thuyết của cột không nhỏ hơn 5000 tính theo pic conessin, hệ số đối xứng của pic conessin không lớn hơn 2,0 và độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic conessin thu được từ 6 lần tiêm lặp lại không lớn hơn 2,0 %. Tính hàm lượng conessin (C₂₄H₄₀N₂) trong dược liệu dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và nồng độ conessin (C₂₄H₄₀N₂) của dung dịch chuẩn.

Dược liệu phải chứa ít nhất 0,4 % conessin (C₂₄H₄₀N₂), tính theo dược liệu khô kiệt.

Bảo quản

Đề nơi khô ráo, thoáng mát, tránh mốc mọt.

Tính vị, quy kinh

Vị đắng the, tính bình, hơi có độc. Vào kinh đại trường, tiểu trường.

Công năng, chủ trị

Sát trùng, chỉ tả, chỉ lý, trừ giun, hạ sốt, lợi tiêu hóa. Chủ trị: Tiêu chảy, lý amíp, sốt, viêm gan.

Dùng ngoài trị ngứa, ghê lở.

Cách dùng, liều dùng

Ngày dùng 10 g, dạng thuốc sắc, hoặc bột. Phải phơi khô mới dùng, không dùng tươi.

Dùng ngoài: Liều lượng thích hợp, nấu lấy nước để tắm hoặc có thể giã giập ngâm rượu cùng với vỏ rễ cây Hòe để dùng bôi, hoặc dạng cồn thuốc.

MỘC HƯƠNG (RỄ)

Saussureae costus Radix

Rễ (rễ củ) được làm khô của cây Mộc hương, còn gọi là Vân mộc hương, Quảng mộc hương hay Xuyên mộc hương [*Saussurea costus* (Falc.) Lipsch., Syn. *Aucklandia costus* Falc., *Saussurea lappa* (Decne) C. B. Clarke, *Aucklandia lappa* Decne], họ Cúc (Asteraceae). Đào lấy rễ củ, rửa sạch, bỏ rễ con rồi cắt thành khúc dài 5 cm đến 14 cm, phơi trong bóng râm đến khô (không sấy vì dễ mất tinh dầu).

Mô tả

Dược liệu cắt khúc: Rễ hình trụ tròn hoặc hình chùy, dài 5 cm đến 14 cm, đường kính 0,5 cm đến 3 cm. Mặt ngoài màu nâu nhạt hoặc thâm đen. Có các vết nứt ngang và rãnh dọc khá rõ, đôi khi có vết tích của rễ con. Thề chất hơi cứng, khó bẻ; vết bẻ không phẳng, màu vàng nâu hoặc nâu xám. Mùi thơm hắc đặc trưng.

Ghi chú: Rễ củ Xuyên mộc hương có màu thâm đen, nhiều tinh dầu, thơm, là loại tốt nhất. Loại có màu trắng, xốp, ít mùi thơm không nên dùng.

Vĩ phẫu

Lớp bần gồm vài lớp tế bào hình chữ nhật. Mô mềm vỏ ngoài mỏng gồm các tế bào phần nhiều hình đa giác, thành mỏng. Dải libe cấp 2 rời nhau, ngoằn ngoèo, xếp thành dãy xuyên tâm. Trong và ngoài các dải libe rải rác có các túi tiết tinh dầu. Tầng sinh libe-gỗ gồm một vòng tế bào. Gỗ cấp 2 xếp thành dãy xuyên tâm, hợp thành từng dải ứng với mỗi dải libe. Tia ruột gồm 6 đến 10 hàng tế bào thành mỏng.

Bột

Màu vàng nâu, vị cay hơi đắng. Soi kính hiển vi thấy: Mảnh bần màu nâu vàng. Mảnh mô mềm chứa những hạt inulin màu hơi vàng. Mảnh mạch vạch, mạch xoắn và mạch mạng. Sợi hợp thành từng bó hoặc đứng riêng lẻ, túi tiết tinh dầu hình tròn, chứa chất tiết màu vàng. Ngoài ra có nhiều hạt inulin hình khối, hình chuông, màu hơi vàng, có vân mờ, kích thước khác nhau.

Định tính

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

Bản mỏng: *Silica gel GF₂₅₄*.

Dung môi khai triển: *n*-Hexan - ethyl acetat - acid formic (15 : 5 : 1)

Dung dịch thử: Lấy 3 g bột dược liệu, thêm 10 ml ethanol (TT), siêu âm trong 30 min, lọc, sử dụng dịch lọc làm dung dịch thử.

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

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Nếu không có costunolid chuẩn thì lấy 3 g bột Mộc hương (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 sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng. Phun dung dịch acid sulfuric 10 % trong ethanol (TT). Sấy bản mỏng ở 105 °C đến khi xuất hiện vết (khoảng 10 min). Quan sát dưới ánh sáng thường hoặc dưới đèn 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 costunolid trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu hoặc 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 15,0 % (Phụ lục 12.13). Dùng 10 g bột thô dược liệu.

Tạp chất

Không quá 1,0 % (Phụ lục 12.11).

Tro toàn phần

Không quá 4,5 % (Phụ lục 9.8).

Chất chiết được trong dược liệu

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

Không được ít hơn 15,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt, dùng ethanol 70 % (TT) làm dung môi.

Không được ít hơn 20,0 %, 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* - nước (13 : 7).

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

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,3 g bột dược liệu (qua rây số 355), chuyển vào bình nón có nút mài, thêm chính xác 50 ml *methanol* (TT), đậy nắp và cân. Để yên qua đêm, siêu âm trong 30 min, để nguội và cân lại, thêm *methanol* (TT) để được khối lượng ban đầu. 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 225 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 µl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic costunolid thu được từ 5 lần tiêm lặp lại không lớn hơn 1,5 %.

Tiến hành sắc ký dung dịch thử. Tính hàm lượng của costunolid trong dung dịch thử và trong dược liệu dựa vào diện tích pic costunolid trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng (C₁₅H₂₀O₂) của costunolid chuẩn.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,6 % costunolid (C₁₅H₂₀O₂), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Mộc hương phiến: Lấy mộc hương đã cắt khúc, rửa sạch, thái lát mỏng, phơi trong bóng râm cho khô, Mộc hương nhiều tinh dầu thì không khô hẳn như các vị thuốc khác mà khi cầm miếng Mộc hương lên vẫn thấy mềm, sau khi chế biến vẫn giữ màu thâm đen, có mùi thơm đặc trưng.

Mô tả: Các lát mỏng thuôn dài, hình dạng không đều, màu thâm đen, có mùi thơm đặc trưng, cầm lên tay thấy mềm (không khô cứng vì có tinh dầu).

Bột, Định tính, Độ ẩm, Tạp chất, Tro toàn phần, Chất chiết được trong dược liệu, Định lượng: Yêu cầu và phương pháp thử như đối với dược liệu chưa thái lát.

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để trong đồ đựng kín, nơi khô, mát, tránh mốc, mốc và mất tinh dầu.

Dược liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, nơi khô, mát, nên dùng trong vòng 15 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh

Vị đắng hơi cay, tính ôn. Vào kinh tâm tiêu gồm tỳ, vị, đại tràng, can, thận, bàng quang.

Công năng, chủ trị

Hành khí kiện tỳ, hòa vị khai uất, tiêu hóa, giải độc, lợi tiểu, làm ấm cả thượng tiêu, trung tiêu và hạ tiêu. Chủ trị: Các chứng đau, trướng khí độc, đau vùng bàng quang tiểu tiện bí hoặc đái rất, tiết tả, đi lỵ.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 4 g đến 8 g, có thể dùng liều cao hơn nhưng phải theo chỉ định và theo dõi của thầy thuốc. Thường mài với dịch thuốc sắc để uống (xung phục), ít dùng dạng thuốc sắc để đỡ mất tinh dầu.

Kiểm kê

Người khí kém sinh ra bệnh, huyết hư sinh ra chứng táo không dùng. Mộc hương kỵ lửa do dễ mất tinh dầu.

MỘC QUA (Quả)

Chaenomeles Fructus

Quả chín đã chế biến và được làm khô của cây Mộc qua [*Chaenomeles speciosa* (Sweet) Nakai], họ Hoa hồng (Rosaceae). Thu hoạch vào mùa thu khi quả chuyển thành màu vàng, lúc thu hái về cho vào nước sôi đun 15 min, vớt ra phơi đến khi vỏ ngoài nhăn có vân nổi lên. Bỏ dọc phơi hoặc sấy khô, bỏ hết hạt chỉ lấy cùi.

Mô tả

Quả thuôn dài, bỏ dọc thành hai nửa đối nhau, dài 4 cm đến 9 cm, rộng 2 cm đến 5 cm, vỏ dày 1 cm đến 2,5 cm. Mặt ngoài màu đỏ tía hoặc nâu đỏ, có nếp nhăn sâu, không đều; mép mặt lõm vào phía trong, cùi quả màu nâu đỏ, phần giữa lõm xuống, màu vàng nâu. Đôi khi sót lại một số hạt dẹt hình tam giác dài, thường rơi ra ngoài; mặt ngoài hạt nhăn bóng. Chất cứng, mùi thơm nhẹ, vị chua, hơi chát.

Ghi chú: Loại quả cùi dày, ít hạt, chắc nặng là loại tốt. Loại quả vàng, xốp, nhiều hạt, ít cùi thì không nên dùng.

Bột

Bột màu nâu tía. Soi kính hiển vi thấy: Mảnh biểu bì tế bào hình chữ nhật. Mảnh mô mềm gồm các tế bào hình nhiều cạnh, rải rác có tế bào mô cứng đứng riêng hay hợp thành từng đám, màu vàng, hình trái xoan, thành dày, có ống trao đổi rõ. Mảnh mạch mạng. Tinh thể calci oxalat hình khối chữ nhật.

Định tính

A. Lấy 1 g bột dược liệu, thêm 10 ml *ethanol* 70 % (TT), đun hồi lưu trên cách thủy 1 h, lọc, được dịch lọc A dùng để làm các phản ứng sau:

Lấy 2 ml dịch lọc A, bốc hơi trên cách thủy đến gần khô, thêm 1 ml *anhydrid acetic* (TT) và 1 ml *cloroform* (TT), khuấy kỹ và lọc vào một ống nghiệm khô. Cho thận trọng dọc theo thành ống nghiệm khoảng 1 ml *acid sulfuric* (TT), ở giữa hai lớp dung dịch sẽ xuất hiện vòng màu đỏ tím, lớp dung dịch phía trên có màu xanh lục.

Nhỏ vài giọt dịch lọc A lên một miếng giấy lọc, để khô rồi quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 366 nm sẽ thấy vết huỳnh quang xanh nhạt sáng.

Nhỏ chồng lên vết dịch lọc này 1 giọt đến 2 giọt *dung dịch nhôm clorid 1 % trong methanol* (TT), để khô rồi quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 366 nm sẽ thấy vết huỳnh quang xanh lục sáng.

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 : 1,5 : 1).

Dung dịch thử: Lấy khoảng 1 ml dịch lọc A, cô trên cách thủy đến gần khô, thêm vào cồn 1 ml *methanol* (TT).

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Dùng 1 g bột Mộc qua (mẫu chuẩn), chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt bản mỏng lên 10 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai xong, lấy bản mỏng ra, để khô ngoài không khí. Phun *dung dịch nhôm clorid 1 % trong methanol* (TT). Để khô bản mỏng và quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở 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 acid

Lấy 5 g bột dược liệu, thêm 50 ml *nước*, lắc mạnh, để lắng 1 h, lọc lấy dịch lọc, tiến hành thử độ pH (Phụ lục 6.2), pH phải từ 3 đến 4.

Độ ẩm

Không quá 12,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 4 h).

Tạp chất

Không quá 1,0 % (Phụ lục 12.11).

Chất chiết được trong dược liệu

Không ít hơn 15,0 %, 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

Quả đã bỏ đôi phơi khô, rửa sạch, bỏ tạp chất còn sót lại, ủ một đêm, thái phiến mỏng 1 cm, phơi hoặc sấy khô.

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để nơi khô, tránh ẩm và mốc mốc. Dược liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, tránh mốc mốc, nên dùng trong 30 ngày sau khi chế biến.