

Soi tiêu bản với *cloral hydrat* (TT) thấy: Mảnh thành tổ không đều, màu hơi vàng đến hơi nâu đỏ, trên bề mặt có các khoang tròn to nhỏ không đều. Một số khối trụ tinh thể acid citric, mỗi khối có đường kính 2 - 10 μm , dài tới 20 μm .

Định tính

Lấy 2,0 g bột dược liệu, thêm 20 ml nước, đun sôi trong 10 min, lọc. Lấy 2 ml dịch lọc, thêm 3 - 4 giọt dung dịch ninhydrin 0,2 % (TT), đun sôi nhẹ trong 5 min, xuất hiện màu xanh dương hơi đỏ tím.

Độ ẩm

Không quá 15,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 100 - 105 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không quá 8,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không quá 3,0 % (Phụ lục 9.7).

Tạp chất

Không quá 1,0 % (Phụ lục 12.11).

Chất chiết được trong dược liệu

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

Không ít hơn 4,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt, dùng nước làm dung môi.

Không ít hơn 4,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt, dùng ethanol 50 % (TT) làm dung môi.

Chế biến

Khi thu hái, nếu cành nhỏ thì cắt cả đoạn cành để lấy tổ, nếu cành to thì bóc lấy cả đoạn vỏ cành nơi tổ đóng, tránh làm vỡ trứng ở trong; nếu giập tổ, vỡ trứng sẽ giảm tác dụng. Sau khi thu hái, rửa bằng nước phù sa để bảo tồn một phần ẩm khí trong tổ bộ ngựa. Đổ khoảng 40 - 50 min cho chín trứng, sau đó loại bỏ tạp chất rồi phơi khô. Có thể tẩm nước tương bằng cách đun sôi trong nước tương có cho thêm chút muối để có tác dụng đưa thuốc vào thận, đun cho chín trứng. Phơi hoặc sấy khô để dùng.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, nơi khô, tránh sâu mọt. Nên dùng trong 30 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh

Vị hơi ngọt, mặn, tính bình. Vào kinh can, thận.

Công năng, chủ trị

Ích thận, cô tinh, bổ hư. Chủ trị: Di tinh, liệt dương, đái rắt, đau eo lưng (đau vùng thắt lưng), bế kinh, đái dầm.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 4 g đến 12 g, dạng thuốc sắc, trước khi sắc già giập.

Dạng thuốc hoàn tán: Sao giòn, giã thành bột, liều dùng tùy theo bài thuốc.

Kiểm kê

Người hòa vượng nên dùng liều nhỏ.

TRẠCH TẢ (Thân rễ)

Alismatis Rhizoma

Thân rễ (còn gọi là củ) đã cạo sạch vỏ ngoài, được làm khô của cây Trạch tả (*Alisma plantago aquatica* L.) họ Trạch tả (Alismataceae). Thu hoạch vào mùa đông, khi cây bắt đầu có hoa. Đào lấy củ, cắt bỏ phần thân, lá và rễ, rửa sạch, phơi hay sấy đến khi các phần rễ còn lại khô giòn, dễ gãy thì cho vào máy chuyên dụng quay cho gãy hết rễ và bong hầu hết vỏ ngoài chỉ còn lại vỏ trong, sau đó tiếp tục đem phơi hoặc sấy khô.

Mô tả

Thân rễ khô hình trứng hay hình con quay, dài 2 cm đến 7 cm, đường kính 2 cm đến 6 cm. Mặt ngoài màu trắng ngà hay ngà vàng, vẫn còn dính phần gốc của rễ chùm màu nâu nhạt cùng với một số vết hình tròn màu trắng là vết tích của gốc các củ nhánh hay củ con đã bị cắt bỏ. Chất cứng chắc, mặt cắt màu trắng hay ngà vàng, có tinh bột. Mùi thơm nhẹ, vị hơi đắng.

Bột

Màu nâu hơi vàng hoặc vàng nhạt, mùi thơm nhẹ, vị nhạt. Quan sát trên kính hiển vi thấy: Có nhiều hạt tinh bột, hạt tinh bột đơn hình trứng dài, hình cầu hoặc hình bầu dục, đường kính 2 μm đến 17 μm , rốn hạt hình chữ Y, hình khe ngắn hoặc hình chữ V. Hạt tinh bột kép gồm 2 đến 3 hạt đơn. Mảnh mô mềm tế bào hình gần tròn hoặc bầu dục, thành mỏng, chứa nhiều hạt tinh bột. Tế bào mô mềm đôi khi có các lỗ hình bầu dục, tập trung thành các vùng rõ. Tế bào nội bì có thành lõm lên, uốn lượn, tương đối dày, hóa gỗ, có ống lỗ nhỏ, rải rác. Khoang chứa dầu phần lớn bị vỡ, những khoang còn nguyên vẹn có hình gần tròn, đường kính 54 μm đến 110 μm , đôi khi thấy trong tế bào tiết có giọt dầu. Rải rác có các mảnh mạch xoắn, sợi thành dày.

Định tính

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

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Toluene - ethyl acetat - amoniac (5 : 10 : 0,2).

Dung dịch thử: Lấy 2 g bột dược liệu, thêm 20 ml methanol (TT), siêu âm 30 min, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy đến cạn, hòa cạn trong 2 ml methanol (TT) được dung dịch chấm sắc ký.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan alisol A và alisol C 23-acetat chuẩn trong methanol (TT) để được dung dịch có nồng độ 0,5 mg/ml mỗi chất.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Nếu không có các chất chuẩn trên thì lấy 2 g bột Trạch tả (mẫu chuẩn thích hợp) 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 hỗn hợp gồm dung dịch p-hydroxybenzaldehyd 2 % trong methanol - dung dịch acid

sulfuric 50 % (10 : 1), sấy bản mỏng ở nhiệt độ 120 °C đến khi hiện rõ vết của alisol A (nếu sử dụng dung dịch chất đối chiếu) hoặc đến khi sắc ký đồ hiện rõ vết (nếu sử dụng dược liệu đối chiếu). 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 vết alisol A hoặc vết alisol A và alisol C 23-acetat 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 thích hợp.

Ghi chú: Trạch tả trồng ở Việt Nam thường có alisol A, không có alisol C 23-acetat (vết phát quang màu xanh tím).

Độ ẩm

Không được quá 14,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 105 °C, 4 h).

Tro toàn phần

Không được quá 5,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.7).

Chất chiết được trong dược liệu

Thực hiện phương pháp 1 nếu trên sắc ký đồ của dung dịch thử ở phần định tính không có vết của alisol C 23-acetat hoặc có sắc ký đồ phù hợp với sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu là Trạch tả trồng ở Việt Nam.

Thực hiện phương pháp 2 nếu trên sắc ký đồ của dung dịch thử ở phần định tính có vết của alisol C 23-acetat hoặc có sắc ký đồ phù hợp với sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu là Trạch tả nhập khẩu.

Phương pháp 1: Không được ít hơn 3,0 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

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

Phương pháp 2: Không được ít hơn 10,0 %, 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

Thực hiện phương pháp 1 nếu trên sắc ký đồ của dung dịch thử ở phần định tính không có vết của alisol C 23-acetat hoặc có sắc ký đồ phù hợp với sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu là Trạch tả trồng ở Việt Nam.

Thực hiện phương pháp 2 nếu trên sắc ký đồ của dung dịch thử ở phần định tính có vết của alisol C 23-acetat hoặc có sắc ký đồ phù hợp với sắc ký đồ của dung dịch dược liệu đối chiếu là Trạch tả nhập khẩu.

Phương pháp 1: Định lượng alisol A.

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3). Pha động, dung dịch thử, điều kiện sắc ký, cách tiến hành như mô tả tại Phương pháp 2.

Dung dịch chuẩn: Hòa tan alisol A chuẩn trong *acetonitril* (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 35 µg/ml.

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 208 nm.

Cách tiến hành:

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 3000 tính theo pic alisol A.

Tính hàm lượng alisol A trong dược liệu dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn, hàm lượng C₃₀H₅₀O₅ của alisol A chuẩn.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 0,05 % alisol A (C₃₀H₅₀O₅), tính theo dược liệu khô kiệt.

Phương pháp 2: Định lượng tổng alisol B 23-acetat và alisol C 23-acetat.

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Dung dịch chuẩn: Hòa tan alisol B 23-acetat chuẩn và alisol C 23-acetat chuẩn trong *acetonitril* (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 35 µg/ml alisol B 23-acetat và 5 µg/ml alisol C 23-acetat.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,5 g bột dược liệu (qua rây số 180) vào một bình nón nút mài, thêm chính xác 25 ml *acetonitril* (TT), đập nút và cân. Siêu âm (công suất 250 W, tần số 50 kHz) trong 30 min, để nguội và cân lại. Bổ sung *acetonitril* (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: Alisol B 23-acetat được phát hiện ở bước sóng 208 nm, alisol C 23-acetat được phát hiện ở bước sóng 246 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký theo chương trình dung môi như sau:

Thời gian (min)	Acetonitril (% tt/tt)	Nước (% tt/tt)
0 - 5	45	55
5 - 30	45 - 84	55 - 16
30 - 40	84	16

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 3000 tính theo pic alisol B 23-acetat.

Tính tổng hàm lượng alisol B 23-acetat và alisol C 23-acetat trong dược liệu dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn, hàm lượng C₃₂H₅₀O₅ của alisol B 23-acetat chuẩn và C₃₂H₄₈O₆ của alisol C 23-acetat chuẩn.

Dược liệu phải chứa không dưới 0,1 % tổng hàm lượng alisol B 23-acetat và alisol C 23-acetat, tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Trạch tả thái lát: Lấy dược liệu khô, loại bỏ tạp chất, phân loại to nhỏ, tắm nước, ủ mềm, thái lát dày, phơi hoặc sấy khô.

Mô tả: Các lát (phiến) hình tròn hoặc hình bầu dục, dày 0,3 cm. Phần vỏ màu ngà vàng, có các vết sọc nhỏ là dấu tích của gốc rễ chùm. Mặt phiến màu trắng hoặc ngà vàng, có tinh bột, nhiều lỗ nhỏ. Mùi thơm nhẹ (với dược liệu màu trắng) hoặc không mùi (với dược liệu màu ngà vàng), vị hơi đắng.

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

Điêm trạch tả (Chế muối): Phun nước muối vào Trạch tả đã thái lát cho ẩm, ủ kỹ, sao nhỏ lửa đến khi mặt ngoài có màu vàng, lấy ra phơi khô. Cứ 100 kg Trạch tả dùng 2 kg muối hòa tan với nước vừa đủ làm ẩm dược liệu.

Bảo quản

Đề nơi khô, tránh mốc, mọt.

Tính vị, quy kinh

Vị ngọt, mặn, tính hàn. Vào các kinh thận, bàng quang.

Công năng, chủ trị

Lợi tiểu tiện, thanh thấp nhiệt. Chủ trị: Nhiệt lâm tiểu tiện ít, bí, buốt, rất; phù thũng, đầy trướng, tiêu chảy, đàm ẩm.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 6 g đến 9 g, dạng thuốc sắc hoặc hoàn tán.

Kiêng kỵ

an, thận hư không có thấp nhiệt không nên dùng.

1 TRÀM (Cành và lá)

Melaleuca Ramulus cum Folio

Chè đồng

Cành mang lá được làm khô của cây Tràm gió (*Melaleuca cajuputi* Powell), họ Sim (Myrtaceae). Thu hái cành non có mang lá, rửa sạch, phơi trong râm hoặc sấy nhẹ cho đến khô.

Mô tả

Cành màu trắng nhạt, có lông mềm, thường có mang hoa quả ở đoạn giữa cành lá. Lá mọc cách, cuống dài 6 mm đến 8 mm, phiến lá hình mác nhọn, màu xanh lục nhạt hoặc xanh xám, hơi cứng, giòn, dài 6 cm đến 12 cm, rộng 2 cm đến 3 cm, thường có 3 đến 5 gân hình cung chạy dọc theo lá, vỏ ra có mùi rất thơm, vị hơi cay.

Vi phẫu

Lá: Thiết diện lá thường chỉ hơi lồi ở những chỗ có gân lá. Biểu bì có lớp cutin dày mang nhiều lỗ khí ở cả hai mặt lá và có thể gặp lông che chở ở các lá non. Ở mặt cắt ngang phần gân ở khoảng giữa lá, dưới biểu bì là 3 đến 5 lớp tế bào mô dày tròn cả ở mặt trên và mặt dưới. Bó libe-gỗ chôn ép với vòng libe gần như bao tròn quanh gỗ. Libe là các đám tế bào đa giác nhỏ, bị ép dẹt bởi các mạch gỗ. Phía trên và phía dưới bó libe-gỗ là hai cung sợi mô cứng,

có thiết diện gần tròn, khoang rất hẹp. Điểm giữa phía trên của vòng gỗ và đám sợi phía trên libe thường phát triển nối liền nhau nên chia cắt libe thành hai phần tách rời. Sát bên các đám sợi thường có một vòng tế bào mô mềm chứa tinh thể calci oxalat hình khối và hình cầu gai.

Mô mềm giậu ở phiến lá có từ 1 đến 2 lớp tế bào ở cả hai mặt lá. Rải rác trong phần phiến lá còn có: Các tế bào mô cứng hình đa giác, thành khá dày nằm trong vùng mô mềm ở giữa; tinh thể calci oxalat hình khối và hình cầu gai; túi tiết to gần bằng bó libe-gỗ chính, nằm trong vùng mô giậu sát biểu bì trên và dưới, chứa đầy tinh dầu màu vàng nhạt. Các bó libe-gỗ lớn cách khoảng đều đặn trong phần phiến lá và có cấu tạo như nhau.

Bột

Bột màu xanh nhạt, khô tươi, có ít xơ, mùi thơm, vị đắng. Quan sát trên kính hiển vi thấy: Nhiều sợi thành dày, khoang rộng hay hẹp, thường có kèm tinh thể calci oxalat hình khối ở các tế bào mô mềm xung quanh sợi. Mảnh mô mềm, tế bào thành mỏng, trong có thể chứa tinh thể calci oxalat hình khối và hình cầu gai. Các tế bào mô cứng rất ít, thường đứng riêng rẽ, hình đa giác, thành hơi dày, có ống trao đổi. Tinh thể calci oxalat hình cầu gai và hình khối rải rác. Mảnh biểu bì mang lỗ khí kiểu hỗn bào. Lông che chở đơn bào ít. Mảnh mạch vạch, mạch xoắn, mạch điểm.

Định tính

A. Lấy 5 g bột dược liệu cho vào một bình nón có dung tích 200 ml. Thêm 80 ml nước và đun sôi trong 10 min, lọc, để nguội dịch lọc rồi lắc với 25 ml ethyl acetat (TT). Gạn lấy lớp ethyl acetat, bốc hơi trên cách thủy cho đến cạn. Hòa tan cặn bằng 10 ml ethanol 96 % (TT) để thực hiện các phản ứng sau:

Lấy 2 ml dịch chiết, thêm 0,5 ml acid hydrocloric (TT) và một ít bột magnesi (TT), sau vài giây sẽ xuất hiện màu đỏ hồng.

Lấy 2 ml dịch chiết, thêm vài giọt dung dịch natri hydroxyd 10 % (TT) sẽ xuất hiện màu vàng cam.

Lấy 2 ml dịch chiết, thêm vài giọt dung dịch sắt (III) clorid 5 % (TT) sẽ xuất hiện màu xanh đen.

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

Bản mỏng: Silica gel 60GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Toluene - ethyl acetat (9 : 1).

Dung dịch thử: Hòa tan 0,2 g tinh dầu chiết được trong phần Định lượng trong 1 ml ether (TT).

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan cineol chuẩn trong ether (TT) để được dung dịch có nồng độ 1 %.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng khoảng 10 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 10 cm, lấy bản mỏng ra, để khô trong không khí, phun lên bản mỏng dung dịch vanilin 2 % trong acid sulfuric (TT). Sấy bản mỏng ở 100 °C trong 5 min đến 10 min. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có ít nhất 5 vết, trong đó phải có một vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết cineol của dung dịch chất đối chiếu.