

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 254 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min đến 2 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành

Tiến hành sắc ký dung dịch chuẩn. Tính số đĩa lý thuyết của cột tính theo pic của quercitrosid. Số đĩa lý thuyết của cột phải không được dưới 1500.

Tiến hành sắc ký dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Căn cứ vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{21}H_{20}O_{11}$ của quercitrosid chuẩn để tính hàm lượng quercitrosid trong dược liệu.

Dược liệu phải chứa không được ít hơn 0,1 % quercitrosid ($C_{21}H_{20}O_{11}$), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Trắc bách diệp: Rửa sạch bỏ tạp chất và cành nhỏ, thái nhỏ, phơi khô, dùng sống.

Trắc bách diệp thán sao (thường dùng): Cho Trắc bách diệp đã thái nhỏ vào chảo, lúc đầu đun lửa to, khi có mùi thơm giảm nhỏ lửa, sao cháy tòn tính (ngoài cháy đen bên trong vẫn còn màu hồng nhạt).

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để nơi khô mát, đậy kín.

Dược liệu đã chế biến: Để nơi khô ráo, tránh ẩm mốc mốc, nên dùng trong 60 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh

Vị ngọt, đắng, chát, tính hàn. Vào các kinh can, phế, đại tràng.

Công năng, chủ trị

Bổ âm, lương huyết, chỉ huyết, trừ phong thấp, mụn nhọt. Chủ trị: Dùng dược liệu sao cháy (thán sao) trị thổ huyết, ỉa ra máu, chảy máu cam; đại tiện, tiểu tiện ra máu; trĩ nội chảy máu.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng 8 g đến 12 g, thán sao dùng 16 g đến 20 g, dạng thuốc sắc.

Kiêng kỵ

Không phải thấp nhiệt thì không nên dùng.

TRẦN BÌ

Citri reticulatae Pericarpium Perenne

Vỏ quả chín được làm khô và để lâu năm của cây Quýt (*Citrus reticulata* Blanco), họ Cam (Rutaceae). Từ mùa đông năm trước đến mùa xuân năm sau, hái quả chín, bóc lấy vỏ, bỏ hết xơ bên trong, phơi trong bóng râm cho thật khô. Sau đó cần bảo quản đúng cách sau thời gian dài mới dùng (để càng lâu càng tốt).

Mô tả

Vỏ cuốn lại hoặc quấn, dày 0,1 cm đến 0,15 cm, có mảnh còn vết tích của cuống quả. Mặt ngoài màu vàng nâu hay

nâu nhạt, có nhiều chấm màu sẫm hơn và lõm xuống (túi tiết). Mặt trong xốp, màu trắng ngà hoặc hồng nhạt, thường lộn ra ngoài. Vỏ nhẹ, giòn, dễ bẻ gãy. Mùi thơm, vị hơi đắng, hơi cay.

Ghi chú: Loại vỏ khô, mặt ngoài vỏ sần sùi là loại tốt, không nhầm với vỏ cam.

Vị phẫu

Vỏ quả ngoài gồm 1 hàng tế bào nhỏ hình vuông, phía ngoài có lớp cutin và lỗ khí. Mô mềm vỏ quả giữa là những tế bào hình chữ nhật, thành mỏng. Rải rác có các tinh thể calci oxalat hình khối, hình quả trám, túi tiết tinh dầu to tròn hay hình trái xoan. Đôi khi nhìn thấy đám libe-gỗ theo chiều dọc. Lớp trong của vỏ quả giữa cấu tạo bởi những tế bào hơi uốn lượn.

Bột

Tế bào vỏ quả ngoài hình nhiều cạnh, màu vàng nhạt, thành hơi dày. Mảnh mô mềm vỏ quả giữa gồm những tế bào thành mỏng, hình chữ nhật. Mảnh mạch vòng, mạch xoắn. Tinh thể calci oxalat hình khối hay hình quả trám.

Định tính

A. Cho 2 g bột dược liệu vào 1 bình nón 100 ml, thêm 10 ml *ethanol* 96 % (TT), đun sôi hồi lưu trong cách thủy 10 min. Lọc lấy dịch lọc, chia làm 3 phần và làm các phản ứng sau:

Lấy 2 ml dịch lọc, thêm một ít bột *magnesi* (TT), 10 giọt *acid hydrochlorid* (TT), sau vài phút sẽ thấy xuất hiện màu đỏ.

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

Lấy 2 ml dịch lọc, thêm vài giọt *dung dịch natri hydroxyd* 5 % (TT), sẽ thấy xuất hiện màu vàng cam kèm theo một ít tủa.

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

Bản mỏng: Silica gel 60F₂₅₄.

Dung môi khai triển (1): Ethyl acetat - methanol - nước (100 : 17 : 13).

Dung môi khai triển (2): Toluene - ethyl acetat - acid formic - nước (20 : 10 : 1 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 0,3 g bột dược liệu, thêm 20 ml *methanol* (TT), đun sôi hồi lưu trên cách thủy khoảng 20 min, để nguội, lọc. Bốc hơi 5 ml dịch lọc đến còn khoảng 1 ml làm dung dịch chấm sắc ký.

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

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Nếu không có hesperidin chuẩn, lấy 0,3 g bột Trần bì (mẫu chuẩn), chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 2 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký với dung môi khai triển (1) đến khi dung môi đi được 3 cm, lấy bản mỏng ra để khô trong không khí. Tiếp tục triển khai với hệ dung môi khai triển (2) đến khi dung môi đi được 8 cm, lấy bản mỏng ra để khô trong không khí. Phun *dung dịch nhôm*

clorid 1 % (TT). Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết phát huỳnh quang tương đương về vị trí và cùng màu với vết hesperidin trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu hoặc phải có các vết phát huỳnh quang tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch được liệu đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 13,0 % (Phụ lục 12.13).

Tro toàn phần

Không quá 5,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid hydrocloric

Không quá 1,0 % (Phụ lục 9.7).

Tạp chất

Không quá 1,0 % (Phụ lục 12.11).

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3)

Pha động: *Methanol - acid acetic - nước* (35 : 4 : 61).

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 1 g bột thô được liệu cho vào túi giấy lọc, tiến hành chiết Soxhlet với 80 ml *ether dầu hòa* (60 °C đến 90 °C) (TT) trong 3 h, loại bỏ dịch chiết *ether dầu hòa* và lấy túi giấy lọc ra, để bay hơi hết dung môi trong bã được liệu và túi giấy lọc. Chuyển trở lại vào bình chiết Soxhlet, tiếp tục tiến hành chiết với 80 ml *methanol* (TT) đến khi dịch chiết không màu, để nguội. Chuyển dịch chiết *methanol* vào bình định mức 100 ml, tráng rửa bình hứng bằng *methanol* (TT), gộp dịch rửa vào bình định mức, bổ sung *methanol* (TT) vừa đủ đến vạch, trộn đều. Lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Dung dịch chuẩn: Hòa tan hesperidin chuẩn trong *methanol* (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 0,4 mg/ml.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (250 × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 µm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 283 nm.

Thể tích tiêm: 5 µl.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Tiến hành sắc ký với dung dịch chuẩn, tính số đĩa lý thuyết của cột. Số đĩa lý thuyết của cột không được nhỏ hơn 2000 tính theo pic của hesperidin. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic hesperidin trong 6 lần tiêm lặp lại không được lớn hơn 2,0 %. Tiến hành sắc ký với dung dịch chuẩn, dung dịch thử. Tính hàm lượng hesperidin trong được liệu dựa vào diện tích pic hesperidin trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng $C_{28}H_{34}O_{15}$ trong hesperidin chuẩn. Được liệu phải chứa không ít hơn 3,5 % hesperidin ($C_{28}H_{34}O_{15}$), tính theo được liệu khô kiệt.

Chế biến

Trần bì thái sợi: Lấy Trần bì khô, rửa sạch nhưng không được rửa lâu, không ngâm nước làm mất tinh dầu. Bỏ hết

xơ, thái nhỏ, phơi trong bóng râm hoặc sấy nhẹ cho khô, dùng sống.

Trần bì tẩm mật ong: Cứ 100 g Trần bì dùng 30 g mật ong. Pha loãng mật ong với nước sạch vừa đủ để tẩm vào được liệu cho đủ ẩm, trộn đều dịch mật vào được liệu đã thái sợi, sao nhỏ lửa đến khi có mùi thơm là đạt.

Bảo quản

Được liệu chưa chế biến: Để nơi khô, tránh mốc mọt. Nên để trên giàn bếp cang lâu năm càng tốt.

Được liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, nơi khô mát, tránh mốc mọt. Nên dùng trong vòng 30 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh

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

Công năng, chủ trị

Lý khí, kiện tỳ, táo thấp, hóa đờm. Chủ trị: Thương vị đầy trướng, ăn kém, buồn nôn, tiêu chảy, ho nhiều đờm, khí nghịch đau tức vùng ngực, nhiệt tích ở bàng quang.

Dùng sống để trị nôn mửa, tiêu hóa kém, đầy hơi.

Sao với mật ong để trị ho không có đờm.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 6 g đến 12 g.

Kiêng kỵ

Không có tích trệ và không có đờm thì không dùng.

TRI MẪU (Thân rễ)

Anemarrhenae Rhizoma

Thân rễ được làm khô của cây Tri mẫu (*Anemarrhena asphodeloides* Bunge), họ Hành (Liliaceae). Thu hoạch vào mùa xuân, thu. Đào lấy thân rễ, rửa sạch, cắt bỏ rễ con, phơi khô.

Mô tả

Hình khúc dẹt hoặc hình trụ, hơi cong queo, có khi phân nhánh, dài 3 cm đến 15 cm, đường kính 0,8 cm đến 1,5 cm. Một đầu còn sót lại gốc thân và vết cuống lá màu vàng nhạt. Mặt ngoài có màu vàng nâu đến nâu. Mặt trên của thân rễ có một rãnh lớn và có nhiều đốt vòng xếp sít nhau, trên đốt có nhiều gốc lá còn sót lại màu nâu vàng mọc ra 2 bên (thường gọi là lông), mặt dưới có nếp nhăn và nhiều vết rễ nhỏ hình chấm tròn lồi lõm. Chất cứng, dễ bẻ gãy. Mặt gãy màu vàng nhạt. Mùi nhẹ. Vị hơi ngọt, đắng, nhai có chất nhớt.

Ghi chú: Thân rễ loại to mập vỏ ngoài màu vàng sẫm có nhiều lông và rễ con, bên trong màu trắng mềm, dẻo là loại tốt.

Định tính

A. Trộn 2 g bột được liệu với 10 ml *ethanol* (TT), lắc, để lắng 20 min. Lấy 1 ml dịch trong ở bên trên; cô bốc hơi đến cạn. Nhỏ 1 giọt *acid sulfuric* (TT) vào cạn, lúc đầu