

Dung môi khai triển: *n*-Butanol - acid acetic - nước (7 : 1 : 2).
Dung dịch thử: Lấy 0,10 g bột dược liệu, thêm 5 ml ethanol 90 % (TT), đun hồi lưu trên cách thủy 15 min. Lọc, được dung dịch thử.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan berberin clorid chuẩn trong ethanol 90 % (TT) để được dung dịch có nồng độ 0,1 %.
Cách tiến hành: Châm riêng biệt lên bản mỏng 20 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra, để khô trong không khí, phun lên bản mỏng thuốc thử Dragendorff (TT). Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết màu đỏ cam tương đương về vị trí và màu sắc với vết berberin clorid thu được trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu.

Độ ẩm

Không quá 13,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 100 °C, 4 h).

Tạp chất (Phụ lục 12.11)

Dược liệu bị biến màu: Không quá 2,0 %.

Ti lệ thân đường kính dưới 2 cm: Không quá 2,0 %.

Tạp chất khác: Không quá 1,0 %.

Tro toàn phần

Không quá 6,0 % (Phụ lục 9.8).

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Hỗn hợp gồm Acetonitril - dung dịch acid phosphoric 0,1% (50 : 50), thêm vào mỗi 100 ml hỗn hợp 0,1 g natri dodecylsulfonat (TT).

Dung dịch chuẩn: Hòa tan berberin clorid chuẩn trong pha động để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 0,1 mg/ml.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,1 g bột dược liệu (qua rây 710) vào bình định mức 100 ml, thêm 80 ml pha động, lắc siêu âm trong 40 min, để nguội, thêm pha động đến vạch, lắc đều, lọc.

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 265 nm.

Tốc độ dòng: 1,0 - 1,5 ml/min.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký 5 µl dung dịch chuẩn, số đĩa lý thuyết của cột tính theo pic berberin clorid không được thấp hơn 4000.

Tiến hành sắc ký riêng biệt 5 µl dung dịch chuẩn và 5 - 20 µl dung dịch thử (dùng thể tích tiêm thích hợp sao cho diện tích pic berberin trong sắc ký đồ của dung dịch thử tương ứng với dung dịch chuẩn). Căn cứ vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{20}H_{18}NO_4Cl$ của berberin clorid chuẩn, tính hàm lượng berberin clorid trong dược liệu.

Hàm lượng berberin clorid ($C_{20}H_{18}NO_4Cl$) trong dược liệu không được ít hơn 1,5 %, tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Rửa sạch, thái thành lát mỏng, phơi, hoặc ở nhiệt độ từ 50 °C đến 60 °C đến khô.

Có thể tán bột để dùng ngoài hoặc để chiết xuất.

Bảo quản

Đề trong đồ đựng kín, nơi khô mát, tránh mốc mọt.

Tính vị, quy kinh

Vị đắng, tính hơi hàn.

Công năng, chủ trị

Thanh nhiệt, giải độc, tiêu viêm. Chủ trị: Trị kiết lý, tiêu chảy, viêm gan vàng da, sốt rét rừng, lở ngứa ngoài da, đau mắt đỏ, viêm phụ khoa, viêm tai chảy mủ. Có thể nấu nước uống giải nhiệt trong mùa hè.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 6 g đến 12 g, có thể dùng 16 g, dạng thuốc sắc. Tán bột đắp bên ngoài chữa mụn nhọt hoặc rễ cây Vàng đắng mài nước bôi lên da chữa mụn nhọt.

Kiêng kỵ

Người gây nhưng đại tiện lỏng không dùng.

VIÊN CHÍ (RỄ)

Polygalae Radix

Rễ được làm khô của cây Viên chí lá nhỏ (*Polygala tenuifolia* Willd.) và cây Viên chí Xiberi tức Viên chí lá trứng (*Polygala sibirica* L.), họ Viên chí (Polygalaceae). Thu hoạch vào mùa xuân, mùa thu. Đào lấy rễ, bỏ rễ con và tạp chất rồi phơi khô hoặc bỏ lõi gỗ, phơi hoặc sấy khô.

Mô tả

Dược liệu có dạng hình trụ, rỗng (dược liệu đã bỏ lõi gỗ), hơi cong queo, dài 3 cm đến 15 cm, đường kính 0,3 cm đến 0,8 cm. Mặt ngoài màu vàng xám hoặc xám tro, có các nếp nhăn ngang dày đặc, các vết nứt ngang, các vết nhăn dọc nhỏ (rễ già có các nếp nhăn và nứt ngang sâu hơn) và các vết sẹo của rễ nhánh dạng núm nhỏ. Chất cứng và giòn, dễ bẻ gãy, mặt gãy có phần vỏ màu vàng nâu, hoặc màu nâu nhạt, ruột rỗng (đối với rễ đã bỏ lõi); đối với rễ còn lõi gỗ, khi cắt ngang thấy lớp lõi gỗ có màu trắng ngà, vỏ dễ bong khỏi lõi gỗ. Mùi nhẹ. Vị đắng, hơi cay, kích thích họng khi nhai.

Ghi chú: Vỏ rễ loại to đã rửa sạch, phơi khô, bỏ hết lõi không mốc mọt là loại tốt.

Vi phẫu

Lớp vỏ gồm các tế bào vỏ màu nâu nhạt, xếp thành hàng. Vỏ gồm các tế bào mô mềm và có các khe nứt. Libe tương đối rộng; tế bào mô mềm trong libe có chứa các giọt dầu, một số chứa đám tinh thể calci oxalat. Tầng phát sinh libe-gỗ thành vòng liên tục. Rễ chưa bỏ lõi có phần gỗ phát triển, tia gỗ gồm 1 đến 2 dãy tế bào.

Bột

Bột màu vàng xám đến nâu vàng. Soi dưới kính hiển vi thấy: Mảnh bản màu vàng nâu nhạt. Nhiều mảnh mô mềm tế bào dài hoặc hơi tròn chứa nhiều giọt dầu. Có những giọt dầu đứng riêng lẻ. Mảnh ống mạch, mạch vạch, đôi khi kèm theo sợi gỗ. Nếu bỏ hết lõi gỗ thì không thấy mảnh mạch ở bột. Đôi khi thấy đám tinh thể calci oxalat.

Định tính

A. Lấy 0,5 g bột được liệu, cho vào ống có nút mài, thêm 10 ml nước nóng, duy trì nhiệt độ khoảng 10 min, lắc mạnh trong 1 min, bột hình thành bển ít nhất 10 min.

B. Lấy 0,5 g bột được liệu, thêm 2 ml anhydrid acetic (TT), lắc mạnh, để lắng 2 min, lọc. Lấy dịch lọc thêm 1 ml acid sulfuric (TT) để có hai lớp dung dịch phân tách rõ, phần tiếp giáp giữa 2 dung dịch này sẽ hiện ra màu nâu đỏ rồi chuyển dần sang màu lục đen.

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

Bản mỏng: Silica gel 60F₂₅₄.

Dung môi khai triển: Cloroform - methanol - nước (7 : 3 : 1), lấy lớp dưới.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 1 g bột được liệu (qua rây số 355) vào một bình nón nút mài, thêm chính xác 50 ml methanol 70 % (TT), đập nát và cân. Lắc siêu âm trong 1 h, để nguội và cân lại. Bổ sung methanol 70 % (TT) để được khối lượng ban đầu, lắc đều, lọc. Lấy chính xác 25 ml dịch lọc vào bình đáy tròn, bay hơi đến khô. Thêm 50 ml dung dịch natri hydroxyd 10 % (TT), đun hồi lưu 2 h, để nguội, điều chỉnh đến pH 4 - 5 bằng acid hydrocloric (TT). Lắc dung dịch thu được với n-butanol bão hòa nước (TT) 3 lần, mỗi lần 50 ml, gộp các dịch chiết n-butanol và bay hơi trên cách thủy đến khô. Dùng methanol (TT) để hòa tan và chuyển toàn bộ cặn vào bình định mức 25 ml, thêm methanol (TT) đến vạch, lắc đều, lọc qua màng lọc 0,45 µm. Một phần dung dịch thu được dùng để chấm sắc ký, một phần dùng để sử dụng cho phép thử Định lượng.

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

Dung dịch được liệu đối chiếu: Lấy 1 g Viên chí (mẫu chuẩn), chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 20 µl dung dịch thử và 4 µl dung dịch chất đối chiếu hoặc 20 µl dung dịch được liệu đối chiếu. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra để khô trong không khí. Phun lên bản mỏng dung dịch acid sulfuric 10 % trong ethanol (TT) và sấy ở 105 °C đến khi các vết hiện rõ. 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 tenuifolin trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu hoặc có các vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết trên sắc ký đồ của dung dịch được liệu đối chiếu.

Độ ẩm

Không được quá 12,0 % (Phụ lục 9.6, 1 g, 100 °C đến 105 °C, 5 h).

Tro toàn phần

Không được quá 6,0 % (Phụ lục 9.8).

Tro không tan trong acid

Không được quá 1,5 % (Phụ lục 9.7).

Tạp chất (Phụ lục 12.11)

Lõi gỗ còn sót lại: Không được quá 3,0 %.

Thân lá còn sót lại: Không được quá 2,0 %.

Tạp chất khác: Không được quá 1,0 %.

Chất chiết được trong dược liệu

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

Cân chính xác khoảng 4 g bột thô được liệu, thêm 40 ml ether dầu hòa (30 °C đến 60 °C) (TT), đun hồi lưu 1 h, lọc và rửa dược liệu bằng ether dầu hòa (30 °C đến 60 °C) (TT), loại bỏ dịch ether dầu hòa và để dược liệu bay hơi hết dung môi. Tiếp tục tiến hành xác định chất chiết được trong dược liệu (Phụ lục 12.10), dùng phương pháp chiết nóng, sử dụng ethanol 70 % (TT) làm dung môi.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Methanol - dung dịch acid phosphoric 0,05 % (70 : 30).

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác một lượng tenuifolin chuẩn, hòa tan trong methanol (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 1 mg/ml.

Dung dịch thử: Dùng dung dịch thu được trong phần Dung dịch thử của phép thử định tính C.

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 210 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành:

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

Tiến hành sắc ký lần lượt với dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Tính hàm lượng tenuifolin trong dược liệu dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn, hàm lượng C₃₆H₅₆O₁₂ của tenuifolin chuẩn.

Dược liệu phải chứa không ít hơn 2,0 % tenuifolin (C₃₆H₅₆O₁₂), tính theo dược liệu khô kiệt.

Chế biến

Viên chí thái đoạn: Lấy dược liệu khô chưa cắt đoạn, rửa sạch, bỏ tạp chất, ủ mềm thấu, rút bỏ hết lõi ở dược liệu chưa bỏ lõi hoặc làm sạch lõi sót lại ở dược liệu đã bỏ lõi (lõi của rễ viên chí gây hồi hộp tim), thái đoạn ngắn, phơi hoặc sấy khô.

Viên chí chích Cam thảo: Lấy dược liệu đã thái đoạn, tẩm vừa đủ ướt với nước Cam thảo, ủ một đêm, sau đó sao vàng.

Cứ 1 kg Viễn chí dùng 50 g Cam thảo giã nát. Đun Cam thảo với nước để lấy dịch chiết vừa đủ tắm ướt dược liệu.

Viễn chí tẩm Mật ong: Tẩm Mật ong sao để nhuận phế theo yêu cầu của thầy thuốc. Tẩm dược liệu với Mật ong rồi sao vàng theo hướng dẫn tại Phụ lục 12.20.

Bảo quản

Dược liệu chưa chế biến: Để trong đồ đựng kín, nơi khô ráo.

Dược liệu đã chế biến: Để trong đồ đựng kín, nơi khô ráo, nên dùng trong 30 ngày sau khi chế biến.

Tính vị, quy kinh

Vị đắng, cay, tính ôn. Vào các kinh tâm, phế, thận.

Công năng, chủ trị

Ích trí an thần, khứ đờm, nhuận phế tiêu thũng. Chủ trị: Chứng tâm thần bất giao (tim hồi hộp, ngủ kém, tiểu đêm nhiều). Hay mê ngủ, hay quên, sợ hãi, tinh thần hốt hoảng, ho đờm dính khó khạc ra, bầu vú sưng đau do tắc tia sữa, thũng độc.

Cách dùng, liều lượng

Ngày dùng từ 4 g đến 12 g, dạng thuốc sắc hoặc hoàn tán.

Kiêng kỵ

Cơ thể có thực nhiệt không nên dùng.

VỌNG CÁCH (Lá)

Premnae corymbosae Folium

Bông cách

Lá được làm khô của cây Vọng cách [*Premna corymbosa* (Burm.f.) Rottl. et Willd.], họ Cỏ roi ngựa (Verbenaceae). Thu hoạch vào cuối mùa xuân. Hái các lá bánh tẻ, phơi hoặc sấy khô ở nhiệt độ 50 °C đến 60 °C.

Mô tả

Lá hình trái xoan dài 12 cm đến 15 cm, rộng 5 cm đến 10 cm, gốc lá tròn hay hơi hình tim, đầu tù hay có mũi nhọn ngắn, mặt trên nhẵn có màu nâu nhạt, mặt dưới có lông mịn, mép lá nguyên hoặc có khía răng cưa nhỏ ở phía đầu lá, cuống lá dài 1 cm đến 4 cm.

Vì phẫu

Gân chính: Gân lá phía trên hơi lồi, phía dưới lồi nhiều. Biểu bì trên và dưới là một hàng tế bào hình chữ nhật xếp đều đặn, rải rác mang lông che chở đa bào và lông tiết đơn bào. Dưới biểu bì là lớp mô dày gồm các tế bào hình trứng có thành dày lên ở góc. Mô mềm là các tế bào hình trứng không đều có thành mỏng. Ở giữa gân lá là những bó libe-gỗ xếp thành hình cung khép kín, libe ở phía ngoài, gỗ phía trong. Phía ngoài bó libe-gỗ là những đám sợi. Trong cùng là mô mềm ruột gồm những tế bào hình đa giác thành mỏng.

Phiến lá: Dưới lớp biểu bì trên là 2 đến 3 hàng tế bào mô giậu, mô mềm là các tế bào hình đa giác thành mỏng, rải rác trong mô mềm có các bó libe-gỗ của gân phụ.

Bột

Bột có màu xanh nhạt, mùi thơm hắc, vị hơi đắng. Quan sát dưới kính hiển vi thấy: Mảnh biểu bì mang lỗ khí, lông che chở đa bào, lông tiết chân đơn bào, đầu đa bào. Bó sợi, mảnh mạch điểm.

Định tính

Lấy khoảng 10 g bột dược liệu, ngâm trong 100 ml *methanol* (TT) ở nhiệt độ phòng trong 12 h. Rút lấy dịch chiết, cất thu hồi dung môi dưới áp suất giảm còn khoảng 5 ml, thêm đồng lượng *nước cất* rồi cho chảy qua cột đã được chuẩn bị như sau:

Chuẩn bị cột: Cột thủy tinh có đường kính 2 cm, dài 30 cm. Nhồi vào cột 2 g hỗn hợp than hoạt tính - cát (tỉ lệ 1 : 10), rửa kỹ cột bằng *nước cất* tới trung tính (thử bằng giấy quỳ).

Cho dịch chiết ở trên chảy qua cột, rửa cột bằng *nước cất* cho tới khi dịch rửa giải không còn lên màu với *thuốc thử Fehling* (TT). Ngâm cột với khoảng 30 ml hỗn hợp *ethanol* - *nước* (50 : 48) trong 12 h. Rút dịch chiết với tốc độ 6 giọt/phút cho tới kiệt. Cô dịch chiết còn khoảng 5 ml (dung dịch A) để làm các phản ứng sau:

A. Lấy 0,2 ml dung dịch A cho vào ống nghiệm, thêm 2 ml *ethanol* (TT), 1 ml *thuốc thử Stalia 1 %*, đun cách thủy trong 5 min sẽ xuất hiện màu xanh tím.

Thuốc thử Stalia 1 %: Lấy 1 g *p*-dimethylaminobenzaldehyd (TT), hòa tan trong 100 ml *ethanol* (TT) có chứa 5 % *acid hydrochloric* (TT).

B. Lấy 0,2 ml dung dịch A, thêm 2 ml *methanol* (TT) và 1 ml *thuốc thử Bekon-Egelman*, hơi nóng khoảng 5 min sẽ xuất hiện màu nâu xám.

Thuốc thử Bekon-Egelman: Hòa tan 1 g *benzidin* (TT) và 20 g *acid tricloacetic* (TT) trong 100 ml *methanol* (TT).

Ghi chú: Than hoạt tính sử dụng ở trên phải đáp ứng yêu cầu của Dược điển Việt Nam. Cát: Những hạt silic màu trắng hoặc xám nhạt, kích thước hạt từ 150 µm đến 300 µm.

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

Bản mỏng: *Silica gel GF₂₅₄*.

Dung môi khai triển: *Ethanol* - *cloroform* (3 : 7) hoặc *ethyl acetat* - *cloroform* - *acid formic* - *ethanol* (5 : 8 : 1 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 4 ml dung dịch A, cô trong cách thủy tới khô, hòa cần trong 1 ml *methanol* (TT) được dung dịch thử.

Dung dịch dược liệu đối chiếu: Lấy 10 g bột lá Vọng cách (mẫu chuẩn) và tiến hành chiết như mô tả ở phần Dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra để khô ở nhiệt độ phòng. Phun lên bản mỏng *thuốc thử Stalia 1 %*, sấy ở 80 °C trong vài phút để 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.