

Bảng 12.9.3 - Hỗn hợp chuẩn để lập đường chuẩn⁽²⁾

Thành phần hỗn hợp	Tỷ lệ thành phần (phần trăm kl/kl)		
	Tương ứng với chiều dài chuỗi ⁽³⁾	Đẳng nhiệt	Chương trình nhiệt độ tuyến tính
Methyl myristat	14,0	5	15
Methyl palmitat	16,0	10	15
Methyl stearat	18,0	15	20
Methyl arachidat	20,0	20	15
Methyl oleat	18,3	20	15
Methyl eicosenoat	20,2	10	10
Methyl behenat	22,0	10	5
Methyl lignocerot	24,0	10	5

(1): Methyl ester của acid béo phải đạt quy định về chất chuẩn của Dược điển Việt Nam.

(2): Áp dụng cho hệ thống sắc ký khí với cột mao quản và buồng tiêm chia dòng, các thành phần có mạch dài nhất của hỗn hợp mẫu thử cần được thêm vào hỗn hợp chuẩn khi tiến hành phân tích định lượng sử dụng đường chuẩn.

(3): Giá trị được tính dựa trên đường chuẩn với cột macrogol 20.000.

12.10 XÁC ĐỊNH CÁC CHẤT CHIẾT ĐƯỢC TRONG ĐƯỢC LIỆU

Phương pháp xác định các chất chiết được bằng nước

Phương pháp chiết lạnh: Nếu không có chỉ dẫn đặc biệt trong chuyên luận riêng, cân chính xác khoảng 4,000 g bột dược liệu có cỡ bột nửa thô cho vào trong bình nón 250 ml đến 300 ml. Thêm chính xác 100,0 ml nước, đậy kín, ngâm lạnh (ngâm ở nhiệt độ phòng), thỉnh thoảng lắc trong 6 h đầu, sau đó để yên 18 h. Lọc qua phễu lọc khô vào một bình hứng khô thích hợp. Lấy chính xác 20 ml dịch lọc cho vào một cốc thủy tinh đã cân bì trước, cô trong cách thủy đến gần khô. Sấy cân ở 105 °C trong 3 h, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm 30 min, cân nhanh để xác định khối lượng cần sau khi sấy, tính phần trăm lượng chất chiết được bằng nước theo dược liệu khô.

Phương pháp chiết nóng: Nếu không có chỉ dẫn đặc biệt trong chuyên luận riêng, cân chính xác khoảng 2,000 g đến 4,000 g bột dược liệu có cỡ bột nửa thô cho vào bình nón 100 ml hoặc 250 ml. Thêm chính xác 50,0 ml hoặc 100,0 ml nước, đậy kín, cân xác định khối lượng, để yên 1 h, sau đó đun sôi nhẹ dưới hồi lưu 1 h, để nguội, lấy bình nón ra, đậy kín, cân để xác định lại khối lượng, dùng nước để bổ sung phần khối lượng bị giảm, lọc qua phễu lọc khô vào một bình hứng khô thích hợp. Lấy chính xác 25 ml dịch lọc vào cốc thủy tinh đã cân bì trước, cô trong cách thủy đến gần khô, cân thu được sấy ở 105 °C trong 3 h, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm 30 min, cân nhanh để xác định khối lượng cần. Tính phần trăm lượng chất chiết được bằng nước theo dược liệu khô.

Phương pháp xác định các chất chiết được bằng ethanol hoặc methanol

Dùng các phương pháp tương tự như phương pháp xác định các chất chiết được bằng nước. Tuy theo chỉ dẫn trong chuyên luận riêng mà dùng ethanol hoặc methanol có nồng độ thích hợp để thay nước làm dung môi chiết. Với phương pháp chiết nóng thì nên đun trong cách thủy nếu dung môi chiết có độ sôi thấp.

12.11 XÁC ĐỊNH TẠP CHẤT LẪN TRONG ĐƯỢC LIỆU

Tạp chất lẫn trong dược liệu bao gồm tất cả các thành phần ngoài quy định của dược liệu đó như: Đất, đá, rơm rạ, cây cỏ khác, các bộ phận khác của cây không quy định làm dược liệu, dược liệu bị hư hỏng, dược liệu bị biến màu (quy định trong chuyên luận riêng), xác côn trùng,...

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử nghiệm

Dược liệu khô

Lấy mẫu để kiểm tra theo hướng dẫn tại Phụ lục 12.1 và quy định hiện hành.

Chuẩn bị mẫu thử nghiệm: trừ khi quy định trong chuyên luận riêng, cân một lượng mẫu để thử như sau:

Dược liệu thái thành phiến: 50 g.

Dược liệu chưa thái phiến (dược liệu thô):

– Hạt và quả rất nhỏ (như hạt mã đề): 10 g.

– Lá, hoa, quả, hạt và vỏ quả: 100 g đến 250 g.

– Rễ, thân rễ, vỏ (thân, cành, rễ), phần toàn thân trên mặt đất: 250 g đến 500 g.

Dược liệu tươi

– Mẫu thử nghiệm là toàn bộ lô.

– Nếu không thể thực hiện được trên toàn bộ lô thì thực hiện lấy mẫu kiểm tra theo hướng dẫn tại Phụ lục 12.1 và quy định hiện hành. Nếu mẫu kiểm tra trên 1 kg thì chuẩn bị mẫu thử nghiệm có khối lượng 500 g đến 1000 g.

Cách xác định

– Dùng màng lọc mẫu thử nghiệm đã cân thành một lớp mỏng, quan sát bằng mắt thường hoặc kính lúp có độ phóng đại 6 lần (lens 6x), khi cần có thể dùng rây để phân tách tạp chất và dược liệu. Nếu tạp chất rất giống với dược liệu (thuốc), có thể phải làm các phản ứng định tính hóa học, phương pháp vật lý hoặc dùng kính hiển vi để phát hiện tạp chất. Tỷ lệ tạp chất được tính bao gồm cả các tạp chất được phát hiện bằng phương pháp này.

– Cắt các dược liệu có kích thước lớn như củ, thân rễ,... để kiểm tra sự có mặt của côn trùng, sâu mọt, mốc meo và đánh giá sự hư hỏng của dược liệu.

– Cân phần tạp chất và tính phần trăm (X) như sau:

$$X(\%) = a/p \times 100$$

Trong đó:

a là khối lượng tạp chất tính bằng gam.

p là khối lượng mẫu thử tính bằng gam.