

1 min, sau đó tăng đến 220 °C với tốc độ 10 °C/min, giữ ở 220 °C trong 13 min.

Nhiệt độ detector 280 °C, nhiệt độ buồng tiêm 250 °C.

Thể tích tiêm: 1,0 µl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic menthol và menthon trong 6 lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn không được lớn hơn 2,0 %. Số đĩa lý thuyết tính theo pic menthol trong sắc ký đồ dung dịch chuẩn không được ít hơn 200 000. Tính hàm lượng (%) của menthon (C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O) và của menthol (C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O) dựa vào diện tích pic của menthon và menthol trên sắc ký đồ của dung dịch thử theo phương pháp chuẩn hóa, bỏ qua các pic của dung môi.

Chế phẩm phải chứa từ 14,0 % đến 32,0 % menthon và từ 30,0 % đến 55,0 % menthol.

**Bảo quản**

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng, để ở nơi mát.

**TINH DẦU QUẾ**

**Aetheroleum Cinnamomi**

Tinh dầu thu được từ vỏ thân, vỏ cành hoặc cành và lá của cây Quế (*Cinnamomum cassia* Presl., syn. *Cinnamomum aromaticum* Nees), họ Long não (Lauraceae), bằng cách cắt kéo hơi nước.

**Tính chất**

Chất lỏng trong, màu vàng đến nâu đỏ (chuyển màu dần theo thời gian). Mùi thơm, vị cay nóng rất đặc trưng. Dễ tan trong ethanol 70 % và acid acetic khan.

**Tỷ trọng**

Ở 20 °C: Từ 1,040 đến 1,072 (Phụ lục 6.5).

**Chỉ số khúc xạ**

Ở 20 °C: Từ 1,590 đến 1,610 (Phụ lục 6.1).

**Góc quay cực riêng**

Ở 20 °C: Từ -1° đến +1° (Phụ lục 6.4).

**Định tính**

A. Lấy 4 giọt tinh dầu trộn với 4 giọt acid nitric (TT) ở nhiệt độ dưới 5 °C, xuất hiện tinh thể trắng hoặc vàng sáng.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

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

Dung dịch thử: Dung dịch tinh dầu 0,1 % trong ethanol (TT).

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

Dung dịch được liệu đối chiếu: Nếu không có aldehyd cinnamic chuẩn, dùng dung dịch tinh dầu Quế (mẫu chuẩn) 0,1 % trong ethanol (TT).

Dung dịch 2,4-dinitrophenylhydrazin 1,5 %: Hòa tan 1,5 g 2,4-dinitrophenylhydrazin (TT) trong 20 ml dung dịch acid sulfuric 10 % (TT), thêm ethanol 95 % (TT) vừa đủ 100 ml và lọc.

Cách tiến hành: Châm riêng biệt lên bản mỏng 3 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 10 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ngoài không khí, phun dung dịch 2,4-dinitrophenylhydrazin 1,5 %. Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có vết tương đương về vị trí và có cùng màu sắc (màu da cam) với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu hoặc dung dịch được liệu đối chiếu.

**Cẩn không tan trong ethanol**

Hòa tan 1 ml chế phẩm trong 3 ml ethanol 70 % (TT), lắc đều, dung dịch phải trong.

**Kim loại nặng**

Không được quá 40 phần triệu.

Dung dịch thử: Lấy 1,0 ml chế phẩm vào 1 chén bằng sứ hoặc thạch anh, có nắp đậy, carbon hóa bằng cách nung nhẹ. Để nguội, thêm 2 ml acid nitric (TT) và 5 giọt acid sulfuric (TT), đốt nóng cẩn thận cho đến khi hết khói trắng bay ra, than hóa bằng cách nung ở 500 °C đến 600 °C. Để nguội, thêm 2 ml acid hydrochloric (TT), bốc hơi tới khô trên cách thủy. Làm ẩm cẩn bằng 3 giọt acid hydrochloric (TT), thêm 10 ml nước nóng và làm ẩm trong 2 min. Sau đó thêm 1 giọt dung dịch phenolphthalein (TT), thêm từng giọt amoniac đậm đặc (TT) cho đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng nhạt, thêm 2 ml acid acetic loãng (TT), lọc nếu cần, rửa phễu và cẩn bằng 10 ml nước. Chuyển dịch lọc và dịch rửa vào ống thử Nessler, thêm nước vừa đủ 50 ml.

Dung dịch đối chiếu: Bốc hơi hỗn hợp 2 ml acid nitric (TT), 5 giọt acid sulfuric (TT) và 2 ml acid hydrochloric (TT) trên cách thủy, làm ẩm cẩn bằng 3 giọt acid hydrochloric (TT).

Sau đó tiến hành như chỉ dẫn với dung dịch thử, sau đó thêm 4,0 ml dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT) và thêm nước vừa đủ 50 ml.

Cách tiến hành: Thêm 1 giọt dung dịch natri sulfid (TT<sub>1</sub>) vào dung dịch thử và dung dịch đối chiếu, lắc mạnh, để yên 5 min. So sánh màu của 2 ống nghiệm bằng cách nhìn dọc ống hoặc quan sát trên nền trắng. Dung dịch thử không được đậm màu hơn dung dịch đối chiếu.

**Định lượng**

Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2).

Dung dịch chuẩn: Hòa tan aldehyd cinnamic chuẩn trong ethyl acetat (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 3 mg/ml.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 100 mg chế phẩm vào bình định mức 25 ml, hòa tan và pha loãng vừa đủ bằng ethyl acetat (TT), lắc đều.

Điều kiện sắc ký:

Cột mao quản silica nung chảy, dài 30 m, đường kính trong 0,32 mm, phủ lớp pha tinh có chứa 5 % phenylmethyl polysiloxan dày 0,25 µm.

Khí mang: Heli dùng cho sắc ký khí (TT), tỷ lệ chia dòng: 1 : 20.

Detector ion hóa ngọn lửa.

Chương trình nhiệt độ cột: nhiệt độ ban đầu đặt 100 °C, sau đó tăng đến 150 °C với tốc độ 5 °C/min, giữ ở 150 °C trong 5 min, tiếp tục tăng đến 200 °C với tốc độ 5 °C/min rồi giữ ở 200 °C trong 5 min.

Nhiệt độ detector 220 °C, nhiệt độ buồng tiêm 200 °C.

Thể tích tiêm: 1 µl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Số đĩa lý thuyết của cột tính theo pic aldehyd cinnamic trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn không nhỏ hơn 20 000. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic aldehyd cinnamic trong 6 lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn không lớn hơn 2,0 %.

Tính hàm lượng aldehyd cinnamic, C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O, trong dược liệu dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O trong aldehyd cinnamic chuẩn.

Chế phẩm phải chứa ít nhất 75,0 % (kl/kl) aldehyd cinnamic (C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O).

**Bảo quản**

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng, đóng đầy. Để nơi khô, mát.

**XUYÊN TÂM LIÊN**

*Herba Andrographii*

**Công cộng, Khổ điệp**

Bộ phận trên mặt đất đã phơi hay sấy khô của cây Xuyên tâm liên [*Andrographis paniculata* (Burm.f.) Nees; syn. *Justicia paniculata* Burm.f.; *Andrographis subspathulata* C. B. Clark ], họ Ô rô (Acanthaceae). Thu hái khi cây bắt đầu ra nụ hoặc nở hoa. Loại bỏ tạp chất, rửa sạch, thái thành từng đoạn, phơi hay sấy ở 50 °C đến 60 °C đến khô.

**Mô tả**

Các đoạn thân, cành mang lá dài 5 - 10 cm. Thân hình vuông, màu xanh lục, nâu hoặc lục vàng, lõi giữa màu trắng, mặt ngoài có các nếp nhăn dọc, thường phân nhánh, đốt hơi phình ra, chất giòn, dễ gãy. Lá đơn, mọc đối, có cuống ngắn, lá nguyên hình mác, dài 3 cm đến 10 cm, rộng 1 cm đến 2 cm, gốc thuôn, đầu nhọn dài, hai mặt nhẵn, mặt trên màu lục tối, mặt dưới màu lục xám, thể chất giòn. Đôi khi có đoạn cành mang hoa nhỏ, mọc thành chùm ở nách lá và ở ngọn cành. Mùi nhẹ, đặc trưng. Vị rất đắng.

**Vi phẫu**

Lá: Biểu bì trên tế bào hình gần vuông hoặc hình chữ nhật,

biểu bì dưới tế bào tương đối nhỏ, cả hai bề mặt biểu bì đều có tế bào rộng chứa nang thạch hình tròn, hình bầu dục hoặc hình chùy, đường kính tới 36 µm và dài 180 µm. Có lông tiết, đôi khi có lông che chở. Đầu lông tiết dẹt, có 4, 6 hoặc 8 tế bào, đường kính tới 40 µm, cuống rất ngắn. Lông che chở gồm 1 đến 4 tế bào, đường kính tới 40 µm, bề mặt có phủ lớp cutin. Lỗ khí có nhiều ở biểu bì dưới, các tế bào phụ thay đổi nhiều về kích thước. Mô dày nằm sát biểu bì trên và biểu bì dưới của gân lá. Cung libe-gỗ nằm ở giữa gân lá, bó mạch gỗ ở phía trên và libe ở phía dưới. Mô giậu gồm một hàng tế bào hình chữ nhật, xếp thẳng đứng. Mô khuyết chiếm 2/3 bề dày của phiến lá. Thân: Biểu bì có lông tiết và lông che chở. Mô dày tập trung nhiều ở bốn góc của thân. Mô mềm vỏ. Nội bì gồm một hàng tế bào có thành dày. Bó libe-gỗ. Phần ruột gồm những tế bào mô mềm lớn. Các tinh thể calci oxalat hình kim nhỏ rải rác trong mô mềm vỏ và mô mềm ruột.

**Bột**

Bột màu xanh, mùi nhẹ đặc trưng, vị rất đắng. Quan sát trên kính hiển vi thấy: Mảnh thân và lá mang các tế bào cứng (nang thạch), lỗ khí kiểu trực bào và lông tiết ngắn. Các tế bào cứng dài 250 µm rộng tới 39 µm có vân đồng tâm. Lông tiết có chân đơn bào, đầu đa bào (6 - 8 tế bào), tròn, đường kính 27- 37 µm. Mảnh biểu bì trên của lá tế bào hình đa giác có thành dày, mang tế bào cứng, hiếm thấy lỗ khí kiểu trực bào. Mảnh biểu bì dưới của lá tế bào có thành uốn lượn, mang nhiều lỗ khí kiểu trực bào và tế bào cứng rải rác. Hiếm gặp lông tiết và rất hiếm gặp lông che chở đơn bào hoặc đa bào có đầu nhọn hoặc tròn, thành tế bào dày, đôi khi hóa gỗ và có vân cutin, dài tới 190 µm, rộng tới 40 µm với tế bào ở chân; mảnh mô mềm lá gồm 1 - 2 hàng tế bào giậu, một hàng sát dưới biểu bì trên có kèm các tế bào dài hẹp (dài tới 150 µm, rộng 8 - 17 µm), các tế bào chứa nang thạch và mô khuyết. Mảnh thân tế bào hình đa giác không màu hoặc màu nâu vàng. Mảnh ruột thân tế bào hình đa giác, thành có lỗ; nhiều mảnh mạch lưới, mạch điểm và sợi thành dày có lỗ. Hạt phần hình cầu gai có 3 lỗ dọc.

**Định tính**

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

Bản mỏng: Silica gel GF<sub>254</sub>.

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

Dung dịch thử: Lấy 1,0 g bột dược liệu (qua rây số 250), thêm 30 ml ethanol 96 % (TT), chiết siêu âm 30 min. Lọc, thêm 300 mg than hoạt vào dịch lọc (để loại màu), lọc kỹ. Lọc lại và lấy dịch lọc đem cô dưới áp suất giảm đến cạn. Hòa cần trong 1 ml methanol (TT) được dung dịch chấm sắc ký.

Dung dịch chất đối chiếu: Hòa tan andrographolid chuẩn