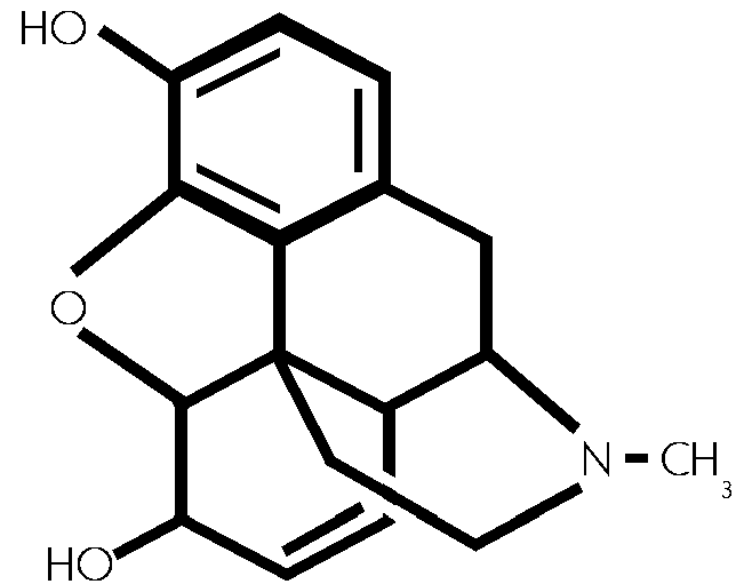


- **HỌC PHẦN TỐT NGHIỆP**
 - **PHẦN 1**

- ❖ 1/ Kiểm nghiệm dược liệu bằng phương pháp vi học
- ❖ 2/ Kiểm nghiệm dược liệu bằng phương pháp vi hóa
- ❖ 3/ Phân tích thành phần hóa thực vật
 - ❖ - Phân tích sơ bộ thành phần hóa thực vật
 - ❖ - Định tính xác định các nhóm hợp chất
- ❖ 4/ Ứng dụng các kỹ thuật sắc ký trong nghiên cứu hóa thực vật
- ❖ 5/ Xây dựng tiêu chuẩn và phương pháp thử cho dược liệu
- ❖ 6/ Phương pháp chiết xuất dược liệu

BÀI 1: KIỂM NGHIỆM DL BẰNG PP VI HỌC

3



I. NHỮNG KỸ THUẬT CƠ BẢN

4

- ❖ Dựa vào giải phẫu TV và một số pư hóa TV.
- ❖ Cần phải hiểu biết sâu sắc về cấu tạo giải phẫu các cơ quan của cây cũng như trạng thái tồn tại, tính chất các hợp chất trong dược liệu.
- ❖ **1) Kỹ thuật ứng dụng đối với vi phẫu.**
- ❖ - Đây là 1 bước quan trọng, hình dạng, cấu trúc vách tế bào có ý nghĩa quan trọng nhất trong khảo sát vi học.

I. NHỮNG KỸ THUẬT CƠ BẢN

5

- ❖ Tiêu bản vi phẫu TV được chuẩn bị qua các bước sau:
- ❖ Chọn mẫu: dùng tươi hay khô. Nếu khô ngâm mềm trước khi cắt, mẫu không quá già hoặc quá non (trừ TH quan sát cấu tạo sơ cấp thì chọn bộ phận non)
- ❖ Cắt vi phẫu: Cắt ngang, cắt dọc.
- ❖ Nhuộm vi phẫu
- ❖ Lên kính hiển vi và chụp ảnh vi phẫu

I. NHỮNG KỸ THUẬT CƠ BẢN

6

❖ 2) Kỹ thuật khảo sát bột dược liệu

- ❖ Mục đích: tìm ra những đặc điểm vi học đặc trưng giúp định danh, xác định độ tinh khiết của dl, phân biệt với dl dễ nhầm lẫn, và phát hiện sự giả mạo nếu có.
- ❖ Cấu tạo vi phẫu và bột của 1 bộ phận dl có liên quan chặt chẽ với nhau, bổ sung cho nhau.

I. NHỮNG KỸ THUẬT CƠ BẢN

7

❖ 2) Kỹ thuật khảo sát bột dược liệu

❖ Chuẩn bị bột dược liệu:

❖ Cách lên tiêu bản soi bột:

❖ - Phương pháp thường: dm nước, glycerin. Muốn xem rõ vân, rốn thì ta có thêm 1 giọt KOH 5%.

II. KIỂM NGHIỆM DL BẰNG PHÂN TÍCH VI HÓA

8

- ❖ Là pp kiểm nghiệm dựa vào các phản ứng hóa học thực hiện trực tiếp trên các mô của dược liệu.
- ❖ Chú ý: Cần phải được quan sát nhanh
- ❖ Pp có ý nghĩa khi sử dụng pư đặc trưng và lát cắt không chứa chất gây dễ nhầm lẫn.
- ❖ Lát cắt không được mỏng quá, phải chưa qua xử lý.

▪

II. KIỂM NGHIỆM DL BẰNG PHÂN TÍCH VI HÓA

9

- ❖ 1) xác định tinh bột: Dùng dd Lugol: Tinh bột sẽ nhuộm màu nâu đen hay tím đen.
- ❖ 2) Xác định Innulin (carbohydrat/dịch tế bào): ngâm vi phẫu/ cón cao độ 3- 4 ngày. Lên vi phẫu /dd glycerin. Innulin có hình dạng khác nhau(hình kim, hình thận....)
- ❖ 3) Xác định chất béo: Soi /nước, chất béo xuất hiện hạt tròn to hoặc nhỏ. Soi/sudan III, nhuộm thành đỏ cam

II. KIỂM NGHIỆM DL BẰNG PHÂN TÍCH VI HÓA

10

- ❖ 4) **Chất nhựa:** Cho các mẫu dl có chứa chất nhựa + đồng acetat. Sau vài ngày lấy ra cắt lát, lên kính soi trong/glycerin tạo ra màu xanh ngọc bích.
- ❖ 5) **Tinh dầu:** dl có mùi thơm, có thể quan sát thấy bộ phận tiết (lông tiết, tế bào tiết... Mẫu cắt ngâm trong/1giot dd xanh indophenol. Tinh dầu được nhuộm màu xanh ngọc bích.

II. KIỂM NGHIỆM DL BẰNG PHÂN TÍCH VI HÓA

11

- ❖ 6) Xác định Saponin: Lát cắt dl được đặt lên đĩa petri có chứa thạch máu. Đậy lam kính 30-40 phút. Khi có saponin trong dl, xung quanh lát cắt tạo thành vùng trong suốt gọi là vòng tan huyết. (pu không chuyên biệt và + tính với saponin có tính phá huyết mạnh)
- ❖ 7) Flavonoid: Các lát cắt dl có chứa flavonoid (flavanon, flavon...) sẽ cho màu vàng trong dd NaOH 5%

II. KIỂM NGHIỆM DL BẰNG PHÂN TÍCH VI HÓA

12

- ❖ 6) Xác định Saponin: Lát cắt dl được đặt lên đĩa petri có chứa thạch máu. Đậy lam kính 30-40 phút. Khi có saponin trong dl, xung quanh lát cắt tạo thành vùng trong suốt gọi là vòng tan huyết. (pu + với saponin có tính phá huyết mạnh)
- ❖ 7) Flavonoid: Các lát cắt dl có chứa flavonoid (flavanon, flavon...) sẽ cho màu vàng trong dd NaOH 5%

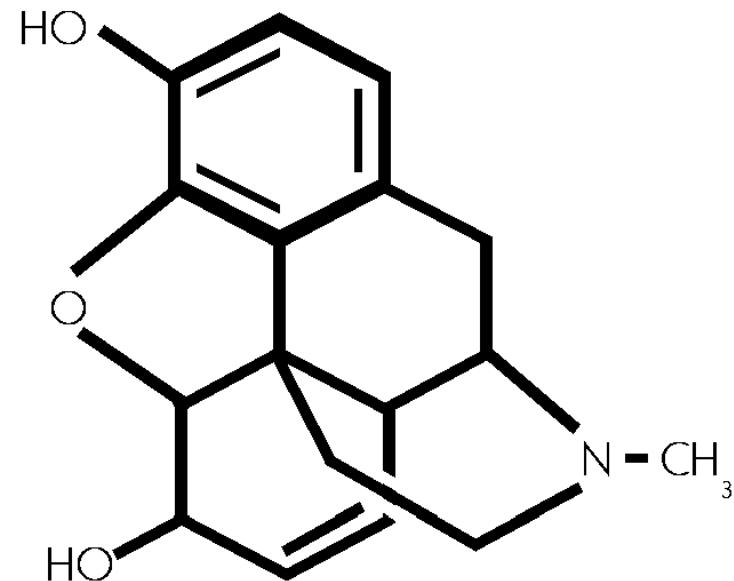
II. KIỂM NGHIỆM DL BẰNG PHÂN TÍCH VI HÓA

13

- ❖ 7) Xác định Alkaloid: Đặt lát cắt vào một giọt thuốc thử dragendorff. Quan sát kết quả dưới kính hiển vi. Nếu có alkaloid sẽ thấy có những kết tủa đỏ cam
- ❖ 8) Antraglycosid: Cho lát cắt dl vào 1 giọt dd NaOH 5%. Quan sát, mô chứa antraglycosid có màu đỏ cam, dd NaOH sẽ có màu đỏ
- ❖ 9) Tanin: Cho lát cắt vào dd FeCl_3 5%, mô chứa tanin sẽ có màu xanh đen hay xanh lá cây.

BÀI 2: PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN HÓA THỰC VẬT

14



I. ĐẠI CƯƠNG

15

❖ **Phân tích sơ bộ:** Các chất trong nguyên liệu TV được phân thành một vài phân đoạn đơn giản bằng cách sd quy trình chiết đơn giản, trong những đk nhất định. Định tính nhanh các nhóm hợp chất trong các phân đoạn bằng 1 số thuốc thử chung.

❖ **Định tính xác định:** dùng quy trình chiết đặc hiệu hơn, nhiều pứ đặc hiệu để xác định sự có mặt của các hợp chất

II. PP CHIẾT XUẤT VÀ ĐỊNH TÍNH

16

- ❖ **1) Dịch chiết ether (hexan, benzen):** dl + hexan . Chiết shoxhlet/ 1h. Rút dịch chiết hexan. Dịch chiết để định tính các hợp chất phân cực kém.
- ❖ **Tinh dầu:** 5ml dịch chiết ether cho vào chén sứ, bốc hơi tới cạn. Nếu cần có mùi thơm nhẹ, thêm vào cần một ít cồn cao độ (TT) rồi lại bốc hơi cho đến cạn. Cần có mùi thơm nhẹ đặc trưng: có tinh dầu.



II. PP CHIẾT XUẤT VÀ ĐỊNH TÍNH

17

- ❖ **Xác định chất béo:** Lấy vài giọt dịch chiết ether nhỏ lên cùng một miếng giấy mỏng, hơi hoặc sấy nhẹ cho hết dm (hết mùi thơm nếu có tinh dầu). Nếu tại nơi nhỏ dịch chiết có vết trong mờ: ***có chất béo.***
- ❖ **Định tính carotenoid:** Lấy khoảng 5ml dịch chiết ether cho vào chén sứ, bốc hơi nhẹ tới cạn. Thêm vài giọt H_2SO_4 dd. Dd có màu xanh dương đậm hay màu xanh lục ngả sang xanh dương. Có carotenoid

II. PP CHIẾT XUẤT VÀ ĐỊNH TÍNH

18

- ❖ **1) Dịch chiết ether (hexan, benzen):** dl + hexan . Chiết shoxhlet/ 1h. Rút dịch chiết hexan. Dịch chiết để định tính các hợp chất phân cực kém.
- ❖ **Tinh dầu:** 5ml dịch chiết ether cho vào chén sứ, bốc hơi tới cạn. Nếu cần có mùi thơm nhẹ, thêm vào cần một ít cồn cao độ (TT) rồi lại bốc hơi cho đến cạn. Cần có mùi thơm nhẹ đặc trưng: có tinh dầu.



II. PP CHIẾT XUẤT VÀ ĐỊNH TÍNH

19

- ❖ **2) Dịch chiết còn:** dl + còn 70 độ. Đun sôi 20 – 30 phút.

Rút dịch chiết. Dịch chiết tiến hành làm phản ứng sau:

- ❖ **Định tính flavonoid:**

- ❖ - Pử cyanidin: Acid HCl dd + Mg (Zn) + dịch chiết. Dd có màu hồng tới đỏ. Có flavonoid
- ❖ - Pử anthocyanidin:
- ❖ - Pử prothoanthocyanidin.



II. PP CHIẾT XUẤT VÀ ĐỊNH TÍNH

20

❖ Định tính coumarin:

- ❖ - Pu đóng mở vòng lacton.
- ❖ - Sự phát quang dưới as tử ngoại

3) Dịch chiết nước: dược liệu + nước, đun sôi. Rút dịch chiết, tiến hành làm các pư sau:

- ❖ - Định tính Tanin: pư với gelatin. Tạo tủa pư dương tính.
- ❖ - Định tính saponin: pư tạo bọt bền.

II. PP CHIẾT XUẤT VÀ ĐỊNH TÍNH

21

- ❖ - Định tính acid hữu cơ: dịch chiết + Na_2CO_3 . Nếu có bọt khí nổi lên thì pư dương tính.
- ❖ - Định tính chất khử: Lấy 5ml dịch chiết, cô cách thủy tới cạn khô. Hòa tan cồn voi 5ml còn 25%. Cho dịch lọc vào trong ống nghiệm, thêm 0,5ml dd thuốc thử Fehling A và 0,5ml dd thuốc thử Fehling B. Đun cách thủy 5 phút. Nếu có kết tủa đỏ gạch nặng lắng dưới đáy ống nghiệm. **Có các chất khử.**

II. PP CHIẾT XUẤT VÀ ĐỊNH TÍNH

22

- ❖ - Định tính hợp chất polyuronid: Nhỏ từng giọt 2ml dịch chiết nước vào ống nghiệm có chứa 10ml cồn 95% (hoặc aceton). Nếu có nhiều tua bông được tạo thành. Có các polyuroid (gồm, pectin, chất nhầy...)

II. PP CHIẾT XUẤT VÀ ĐỊNH TÍNH

23

❖ 4) Dung môi hữu cơ:

- ❖ **Định tính alkaloid:** Kiểm hóa 10-20g bột dược liệu bằng NH_4OH 25%. Ngâm dl vừa kiểm hóa với clorofrom trong 24h. Rút dịch chiết, dịch chiết sau đó được lắc với dd acid sulfuric 2%. Dịch acid dùng để định tính alkaloid bằng TT chung:
 - ❖ - Thuốc thử Mayer: tủa trắng
 - ❖ - TT dragendorff: các alkaloid cho tủa màu đỏ cam đến đỏ
 - ❖ - TT Bouchardat: cho màu nâu đến nâu đen

II. PP CHIẾT XUẤT VÀ ĐỊNH TÍNH

24

❖ 4) Dung môi hữu cơ:

- ❖ **Định tính anthraquinon:** Đun cách thủy hay hồi lưu 5-10g bột dược liệu trong mt H_2SO_4 20% hay HCl 2M có mặt của H_2O_2 hoặc FeCl_3 trong 30 phút. Sau khi cách thủy, lắc hỗn hợp với dm hữu cơ (ether, benzen...) lấy dịch chiết làm pư định tính.
- ❖ - **Pư Borntrager:** lớp dm hữu cơ + NaOH 10%. Lớp NaOH có màu đỏ, phản ứng dương tính.

II. PP CHIẾT XUẤT VÀ ĐỊNH TÍNH

25

❖ 4) Dung môi hữu cơ:

❖ Định tính glycosid tim:

- ❖ - Quy trình chiết xuất: sgk
- ❖ - **Phản ứng lên vòng lacton:** Phản ứng với thuốc thử Baljet, Phản ứng với thuốc thử Legal
- ❖ - **Phản ứng xác định khung steroid:** Phản ứng Lieberman-Burchard
- ❖ - **Phản ứng lên phần đường 2, 6 desoxy:** Phản ứng với TT Keller - Kiliani

BÀI 3: XÂY DỰNG TIÊU CHUẨN DƯỢC LIỆU

26



MỤC TIÊU

27

- BIẾT NỘI DUNG CẦN CÓ VÀ YÊU CẦU CỦA MỘT TIÊU CHUẨN CHẤT LƯỢNG DƯỢC LIỆU.
- BIẾT PHƯƠNG PHÁP CHUNG ĐỂ XÂY DỰNG MỘT TIÊU CHUẨN CHẤT LƯỢNG DƯỢC LIỆU

I.SỰ CẦN THIẾT

28

❖ Yêu cầu: an toàn + hiệu quả ổn định + không có tác dụng có hại.

❖ Một thuốc đi từ DI quyết định bởi các thành phần (có tác dụng dược lý, không có tác dụng, tác dụng hỗ trợ...)

→ *Các yếu tố nội tại của cây thuốc (loài...), tác nhân bên ngoài (địa lý, phân bố, thời gian thu hái...) làm thay đổi thành phần và/hoặc tỷ lệ nên **Ảnh hưởng đến hiệu quả +***

an toàn

I. SỰ CẦN THIẾT

29

❖ Để thống nhất được chuẩn mực đánh giá cho một nguyên liệu có thể sd làm thuốc hay một thành phẩm có thể đưa ra thị trường, người ta phải xây dựng các **TIÊU CHUẨN CHẤT LƯỢNG và CÁC PHƯƠNG PHÁP THỬ** để đánh giá các tiêu chuẩn đó.

❖ Đây là một yêu cầu rất lớn đối với ngành y tế nhằm đảm bảo tính **AN TOÀN + HIỆU QUẢ + CHẤT LƯỢNG**.

I. SỰ CẦN THIẾT

30

❖ Số lượng dl được sử dụng làm thuốc lưu hành trên thị trường khá lớn. Tuy nhiên không phải tất cả DL trên đều có tiêu chuẩn:

❖ - Dược điển Việt Nam I tập 1 (120 dược liệu). Tập 2: 236 chuyên luận dl. Dược điển Việt Nam II tập 1 (8 chuyên luận), tập 2 (63 chuyên luận, tập 3 (70 chuyên luận). Dược điển Việt Nam III (276 chuyên luận)

II. NỘI DUNG CỦA MỘT TCDL

31

❖ 1. Định nghĩa

- ❖ - Tên thông thường của dl, tên khoa học của dl.
- ❖ - Định nghĩa dl, tên thông thường và tên khoa học của loài cây cung cấp dl đó.

❖ 2. Đặc điểm cảm quan

- ❖ - Mô tả đặc điểm hình thái, thể chất, màu sắc, mùi, vị

II. NỘI DUNG CỦA MỘT TCDL

32

❖ 3. Đặc điểm vi học

- ❖ - Mô tả các đặc điểm hiển vi của dl: vi phẫu và bột.

❖ 4. Các hằng số vật lý

- ❖ - Thường là các thành phần lấy ra từ nguyên liệu thực vật như: chất béo, tinh dầu, nhựa, sáp...)

❖ 5. Định tính

- ❖ - Các phản ứng hóa học dùng để xác định dược liệu

II. NỘI DUNG CỦA MỘT TCDL

33

❖ 6. Thử tinh khiết

- ❖ - Mô tả: tạp chất, độ ẩm, độ tro.

❖ 7. Xác định hàm lượng

- ❖ - Yêu cầu về hàm lượng cần đạt của dược liệu.

❖ 8. Chế biến

- ❖ - Quy định cách chế biến chính thức.

- ❖ 9. Một số nội dung khác: bảo quản, tính vị, quy kinh....

III. YÊU CẦU CHUNG MỘT TCDL

34

❖ Yêu cầu chung:

- - Xác định được đúng dl, phát hiện được những giả mạo, nhầm lẫn.
- - Đánh giá được đúng chất lượng dược liệu.
- - Đảm bảo được hiệu quả sử dụng và tính an toàn của dl

III. YÊU CẦU CHUNG MỘT TCDL

35

❖ Một tiêu chuẩn tốt phải mang các tính chất sau:

- - Tính đại diện: Đại diện cho phần lớn dl có thể thu được từ cây thuốc.
- - Tính hiện đại: Áp dụng được các thành tựu khoa học mới để đánh giá tốt hơn chất lượng dl.
- - Tính khả thi.

III. YÊU CẦU CHUNG MỘT TCDL

36

- + Các phương pháp đề ra có thể áp dụng được trong điều kiện cơ sở vật chất hiện có của đa số cơ sở áp dụng.
- + Các quy định, giới hạn của các chỉ tiêu trong tiêu chuẩn phải phù hợp với yêu cầu thực tế.

IV. CÁCH THỨC XÂY DỰNG TCDL

37

❖ Xây dựng tiêu chuẩn DL qua các bước sau:

- Chuẩn bị mẫu thử.
- Xây dựng chỉ tiêu, lập bảng số liệu cho từng chỉ tiêu.
- Xác định giới hạn cho phép cho từng chỉ tiêu

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

1. Chuẩn bị mẫu

38

❖ ***Rất quan trọng, phải đảm bảo các yêu cầu sau:***

- Tính xác thực của mẫu: đúng dl (đúng TKH, đúng BPD)
- Tính đại diện mẫu: các mẫu khảo sát phải đại diện cho dl được khảo sát về chất lượng, địa lý phân bố
- Đủ lượng mẫu: đủ lượng mẫu cho thực hiện việc khảo sát, chuẩn nhận và làm mẫu lưu, mẫu chuẩn.

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

39

- 1. Định nghĩa

- Tên dược liệu: Tên thông dụng + tên khác
- Tên KH: Tên chính thức của cây + danh từ chỉ BPD
- Tên khoa học của cây thuốc

Ví dụ:

- Tên dược liệu: Tam Thất, Kim bất hoán, Sâm tam thất...
- Tên KH cây thuốc: *Panax notoginseng* (Burk) F. H. Chen
- Tên KH vị thuốc: *Radix Panasis notoginseng*

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

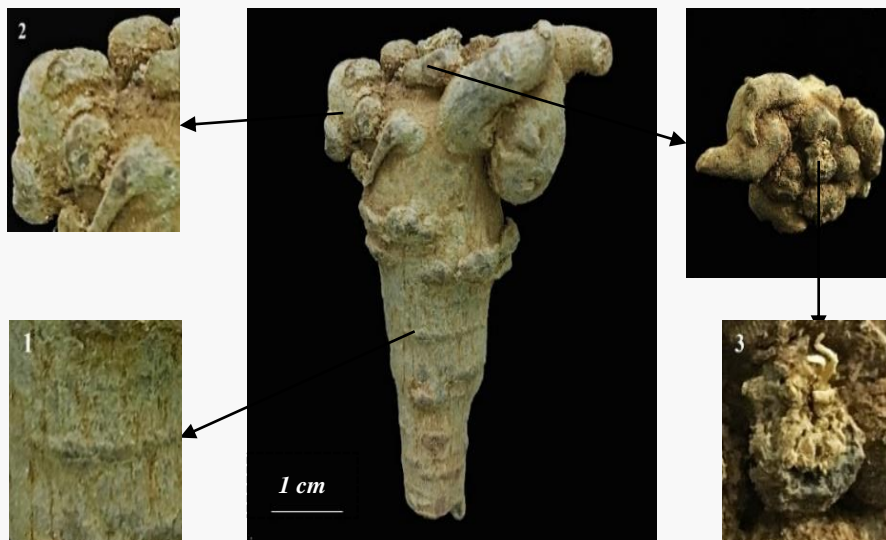
2. Nội dung

40

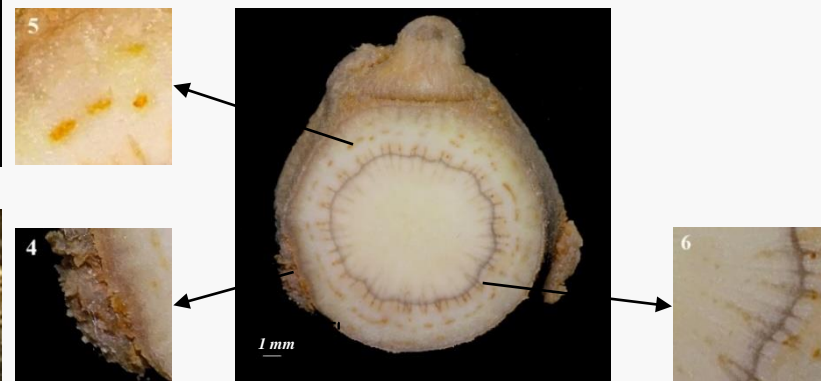
2. Các đặc điểm cảm quan

- Hình dạng, kích thước, màu sắc của dl.
- Mùi, vị
- Thể chất: nặng nhẹ, cứng hay mềm, chắc hay xốp...
- Ví dụ: Rễ củ Tam thất
- Mặt ngoài có: 1) vết nhăn dọc; 2) Bướu; 3) Vết tích của thân cây; Mặt cắt ngang: 4) vỏ; 5) ống tiết; 6) Mạch gỗ.
- Mùi thơm, vị đắng. Thể chất cứng

A. Mặt ngoài



B. Mặt cắt ngang



CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

42

- 3. Các đặc điểm hiển vi

- Đánh giá dựa vào quan sát các đặc điểm của dl dưới kính hiển vi bao gồm quan sát vi phẫu và soi bột.
- Phương pháp thực hiện đơn giản.
- Dùng kính hiển vi còn có thể **ước lượng tỷ lệ chất giả mạo** căn cứ vào **số lượng đặc điểm** đó của mẫu KN so sánh với mẫu đối chứng.

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

43

- 3.1. Mô tả các đặc điểm

- Mô tả các đặc điểm chính của vi phẫu, bột dl giúp nhận định đúng dl và phân biệt các dl dễ nhầm lẫn.
- Đối với vi phẫu: chú ý tới đặc trưng của biểu bì, hình dạng, và tỷ lệ các phần biểu bì mô mềm...
- Bột dl: các đặc điểm của lông che chở và lông tiết, mạch dẫn, sợi...

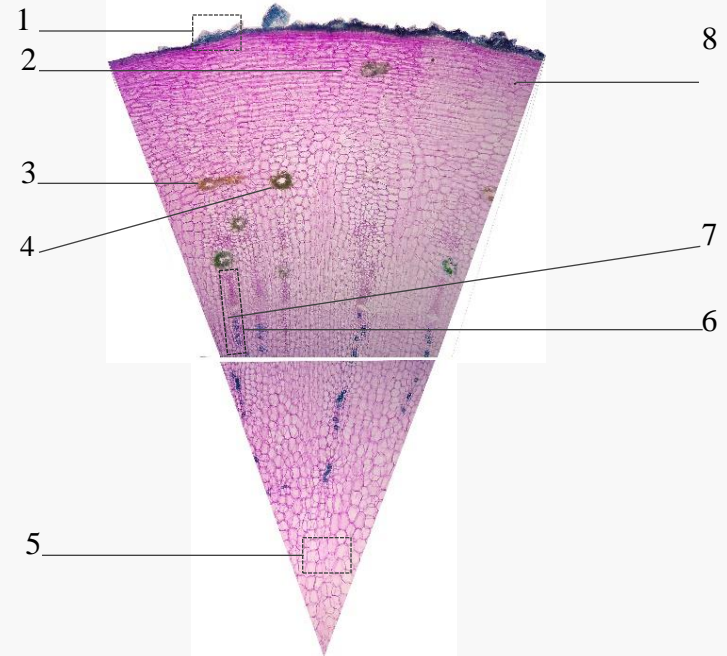
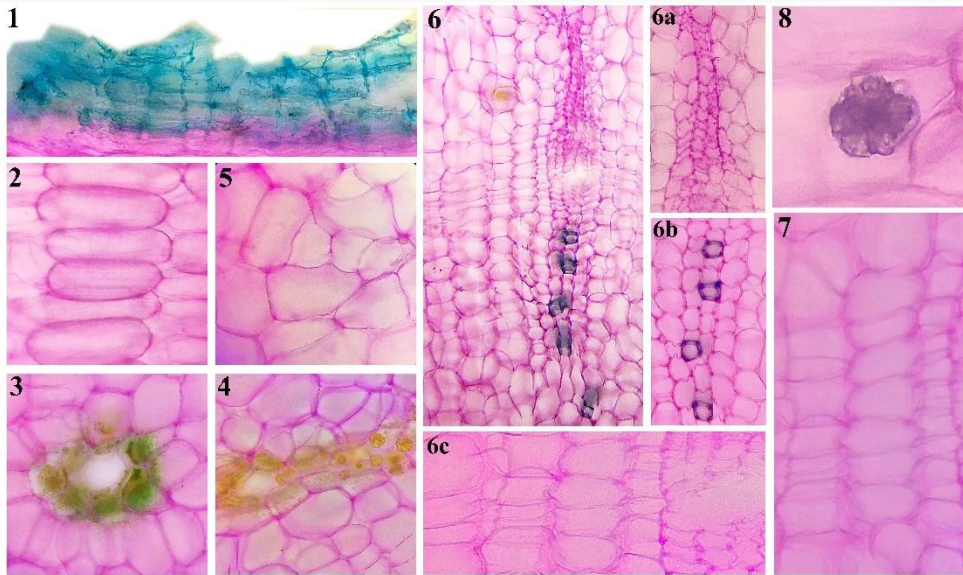
3.2. Các phản ứng hóa mô:

Định tính trên vi phẫu.

Vi phẫu rễ củ mẫu 1 Tam thất - *Radix Panasis notoginseng*.

1. Bần, 2. Mô mềm vỏ, 3. Ống tiết chứa chất tiết, 4. Ống tiết, 5. Mô mềm ruột, 6. Bó libe – gỗ (6a: libe, 6b: gỗ, 6c: tầng phát sinh libe – gỗ), 7. Tia ruột, 8. Tinh thể calci oxalat hình cầu gai.

44



1. Hạt tinh bột, 2. Mảnh mô mềm chứa tinh bột, 3. Ống tiết, 4. Mảnh bần; 5. Tinh thể calci oxalat, 6. Mảnh mạch mạng, 7. Mảnh mạch vạch, 8. Mảnh mang màu.

45



CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

46

4. Xác định các hằng số vật lý

- Độ hòa tan
- Khối lượng riêng và tỷ trọng
- Góc quay cực riêng: Tinh dầu, chất béo
- Chỉ số khúc xạ: Tinh dầu, chất béo
- Nhiệt độ đông đặc: Tinh dầu, chất béo.

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

47

- 5. Định tính

- Phương pháp hóa học

+ **DI đã biết TPHC**: định tính trên HC bằng pư đặc hiệu

+ **DI đã biết TPHH nhưng chưa biết HC**: định tính TPHH bằng pư đặc hiệu.

+ **DI chưa biết TPHH**: Sử dụng phân tích TPHH để tìm các nhóm chất có mặt trong DL và xây dựng các pư định tính theo nhóm hoạt chất đó.

- Yêu cầu: pư càng đặc hiệu càng tốt. Khi có nhiều pư định tính, không nhất thiết phải đưa vào tiêu chuẩn.

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

48

Mẫu	Thành phần tham gia	Hiện tượng	Kết quả
1	Bột dược liệu mẫu 1, acid acetic băng, acid H_2SO_4 đặc.	Xuất hiện màu đỏ, để yên màu đỏ sẫm lại.	+
1	Nước, dịch lọc từ dịch chiết của bột dược liệu mẫu 1 với ethanol 70%.	Xuất hiện bọt bền.	++

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

49

- Phương pháp sắc ký

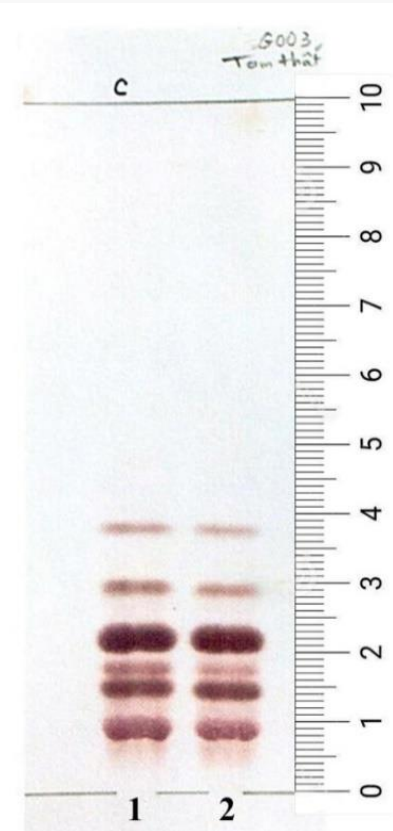
- Các chất có trong dịch chiết dl được tách riêng ra khỏi hỗn hợp.
- Có thể định tính một cách riêng từng thành phần các thuốc thử thích hợp.
- Cho biết sơ bộ số lượng các chất trong hỗn hợp một cách nhanh chóng.
- *Khi đã biết hoạt chất hay chất chính trong thành phần dl, thì so sánh với chất chuẩn. Khi không có chất chuẩn mô tả số vết, màu sắc, giá trị R_f*

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

50

Vết	Mẫu chuẩn		Mẫu thử	
	Màu sắc	Rf	Màu sắc	Rf
1	Hồng tím	0,09	Hồng tím	0,09
2	Nâu tím	0,15	Nâu tím	0,15
3	Nâu hồng	0,18	Nâu hồng	0,18
4	Nâu đỏ	0,22	Nâu đỏ	0,22
5	Hồng nhạt	0,29	Hồng nhạt	0,29
6	Hồng nhạt	0,38	Hồng nhạt	0,38



CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

51

- 6. Thử tinh khiết

- 6.1. Xác định độ ẩm.
- Dl thường được quy định một giới hạn độ ẩm nhất định gọi là độ ẩm an toàn, quá độ ẩm dl dễ bị mốc, hư hỏng.
- Độ ẩm an toàn thường không quá 13% cho đa số dl. Việc xác định độ ẩm cũng cần thiết khi định lượng hoạt chất trong dl.
- Có thể xác định độ ẩm bằng các cách sau: Sấy ở áp suất thường (ad: đa số dl); Xác định độ ẩm bằng phương pháp lôi cuốn hơi nước (dl chứa tinh dầu); Sấy dưới áp suất giảm (dl bị phân hủy ở nhiệt độ cao); Làm khô trong bình hút ẩm (ap dụng: dl cần thu lại mẫu)

❖ Cách tiên hành: dựa trên phụ lục 9.6 DĐVN V

- $$a (\%) = \frac{M_{thử}(t) - M_{thử}(s)}{M_{thử}(t)} \times 100\% = \frac{M_{thử}(t) - (M_{thử} + b_i - M_{b_i})}{M_{thử}(t)} \times 100\%$$
- Trong đó: a là độ ẩm của dược liệu (%)
- M_{b_i} là khối lượng bì sau khi sấy (g)
- $M_{thử}(t)$ là khối lượng mẫu thử trước khi sấy (g)
- $M_{thử}(s)$ là khối lượng mẫu thử sau khi sấy (g)
- $M_{thử+b_i}$ là khối lượng bì và mẫu thử sau khi sấy (g)

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

53

- 6. Thử tinh khiết

- 6.1. Xác định độ ẩm.

Mẫu 1	Lần 1	Lần 2	Lần 3
$M_{bì} \text{ (g)}$	31,875	32,746	32,504
$M_{thử(t)} \text{ (g)}$	1,000	1,003	1,001
$M_{thử + bì} \text{ (g)}$	32,744	33,619	33,374
$M_{thử(s)} \text{ (g)}$	0,869	0,873	0,870
$a \text{ (%)}$	13,100%	12,961%	13,087%

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

54

- 6. Thử tinh khiết

- 6.2. Xác định độ tro.

- Xác định hàm lượng chất vô cơ không bay hơi trong dl. Bao gồm: chất vô cơ/dl + tạp chất đất cát.
- **Tro toàn phần**: khối lượng chất vô cơ còn lại sau khi nung chảy hoàn toàn một dl. Chất vô cơ có cấu tạo chủ yếu là carbonat và oxyd kim loại.
- **Tro không tan trong acid hydrochloric**: chất vô cơ không bị hòa tan trong acid hydrochloric, thường là silic oxyd. Nói lên mức độ lẫn cát, đất của dl.
- **Tro sulfat**: chất vô cơ còn lại sau khi nung dl đã được tắm acid sulfuric.

❖ Cách TH tro toàn phần: dựa trên phụ lục 9.8 DĐVN V

- Tỷ lệ % tro toàn phần của dược liệu được tính theo công thức sau:
$$X\% = \frac{m \times 100}{M \times (100 - a)} \times 100$$
- Trong đó: X là tỷ lệ tro toàn phần của dược liệu (%)
- m là khối lượng tro toàn phần tạo thành (g)
- M là khối lượng bột dược liệu ban đầu (g)
- a là độ ẩm của mẫu thử (%)

❖ Cách TH tro không tan/acid: dựa trên phụ lục 9.7 DĐVN V

- Tỷ lệ % tro không tan trong acid của dược liệu được tính theo công thức sau:
$$X\% = \frac{m \times 100}{M \times (100 - a)} \times 100$$
- Trong đó: X là tỷ lệ tro không tan trong acid của dược liệu (%)
- m là khối lượng tro không tan trong acid (g)
- M là khối lượng dược liệu ban đầu (g)
- a là độ ẩm của mẫu thử (%)

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

57

- 6. Thử tinh khiết

- 6.3. Xác định tạp chất
- Tạp chất: là những thành phần không phải là dl nhưng lẫn vào dl trong quá trình thu hái, chế biến, bảo quản.
- Tạp chất ảnh hưởng: chất lượng dl (làm giảm hàm lượng, thêm vào các độc tố, các chất có tác dụng khác) + giảm giá trị thương phẩm của dl.
- Tạp chất phản ánh đk trồng trọt, thu hái, chế biến, bảo quản dl.

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

58

- 6. Thử tinh khiết

- 6.3. Xác định tạp chất
- Các tạp chất trong dl bao gồm:
 - + Các thành phần khác của cây thuốc: các bộ phận khác của cây thuốc nhưng không đạt chuẩn.
 - + Tạp chất vô cơ: đất cát, đá sỏi lẫn vào dl
 - + Các tạp chất hữu cơ: các loại cây cỏ khác, rác lẫn trong quá trình thu hái, làm khô dl.
 - + Các tác nhân có hại khác: nấm mốc, sâu mọt, dư lượng các chất bv...
 - .

❖ Cách TH : dựa trên phụ lục 12.11 DĐVN V

•
$$X\% = \frac{a}{p} \times 100$$

- Trong đó: X là phần trăm tạp chất có trong dược liệu (%)
- a là khối lượng tạp chất (g);
- p là khối lượng mẫu thử (g).

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

60

- 7. Xác định hàm lượng

- 7.1. Xác định các phương pháp đơn giản
- Xác định hàm lượng chất chiết được: dm còn, hỗn hợp còn nước, ở nhiệt độ thường hay cao.
- Chỉ số nở: xđ các dl chứa gồm, pectin, chất nhầy.
- Chỉ số bọt: xác định saponin.
- Chỉ số phá huyết: xác định saponin
- Chỉ số đắng: xác định các chất có vị đắng
- Chỉ số ngọt: xác định các chất có vị ngọt.

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

61

- 7. Xác định hàm lượng

- 7.2. Định lượng hoạt chất từ dược liệu

- A) Chiết hoạt chất từ dl

- GD đầu cần khảo sát pp chiết. 1 pp chiết tốt cần đạt các y/c sau:
 - + Chiết kiệt hoạt chất, hòa tan tối thiểu các tạp chất ảnh hưởng tới định lượng.
 - + Đơn giản, dễ áp dụng đỡ tốn thời gian
- Chỉ số đáng: xác định các chất có vị đắng
- ***Gđ này quan trọng nhất. là việc lựa chọn dm. Dm phải phù hợp hoạt chất.***

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

62

- 7. Xác định hàm lượng

- 7.2. Định lượng hoạt chất từ dược liệu

- **B) Loại các tạp chất**

- Tạp chất thường ảnh hưởng đến kết quả định lượng.
- Vd: các chất hòa tan/dd: ảnh hưởng đến xd hàm lượng hc bằng phương pháp cân.
- Vd/: chất màu ảnh hưởng đến việc nhận biết điểm tương đương của pp chuẩn độ thể tích.
- ***Loại bỏ tạp chất: dùng các dm hòa tan chọn lọc, thay đổi qua các dm, dùng thuốc thử để kết tủa những chất không cần thiết.***

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

63

- 7. Xác định hàm lượng

- 7.3. Định lượng hoạt chất từ dược liệu
- **C) Chọn phương pháp định lượng**
- Yêu cầu chung của 1 phương pháp:
- Tính chọn lọc cao
- Độ nhạy cao
- Kết quả lặp lại
- Dễ thực hiện

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

64

- 7. Xác định hàm lượng

- 7.3. Định lượng hoạt chất từ dược liệu

- **C) Chọn phương pháp định lượng**

- Phương pháp cân:

- + Đơn giản

- + Độ chính xác phụ thuộc vào phương pháp chiết.

- + Phạm vi áp dụng: Thường được sd khi chưa biết cấu trúc của chất cần định lượng hay khi chưa có phương pháp nào thích hợp hơn.

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

65

- 7. Xác định hàm lượng

- 7.3. Định lượng hoạt chất từ dược liệu
- **C) Chọn phương pháp định lượng**
- Phương pháp thể tích (phương pháp chuẩn độ):
 - + Ưu điểm: có tính chọn lọc cao hơn pp định lượng.
 - + Nhược điểm: không phải nhóm chất nào cũng có đặc tính thích hợp cho việc chuẩn độ.

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

66

- 7. Xác định hàm lượng

- 7.3. Định lượng hoạt chất từ dược liệu

- **C) Chọn phương pháp định lượng**

- Phương pháp quang phổ:

- + Ưu điểm: có độ nhạy cao và đặc hiệu

- + Nhược điểm: Thường cần các chất chuẩn và các thiết bị đắt tiền.

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

67

- 7. Xác định hàm lượng

- 7.3. Định lượng hoạt chất từ dược liệu

- **C) Chọn phương pháp định lượng**

- Phương pháp vật lý: đo các chỉ số khúc xạ, độ quay cực...

- Phương pháp sinh vật: phản ánh đúng nhất tác động của thuốc trên cơ sở sinh vật nhưng ít được sd.

- **d) Tính toán kết quả định lượng**

- Khi định lượng một nhóm các hợp chất trong dl, kết quả định lượng thường được tính trên % lượng cân trên khối lượng dl (pp cân). Nếu định lượng đặc hiệu cho một hợp chất nào đó, kết quả được tính theo chất đó.

❖ Cách TH : dựa trên phụ lục 12.10 DĐVN V

- Tỷ lệ % chất chiết được trong dược liệu được tính theo công thức sau:
$$X\% = \frac{m \times 100}{M \times (100 - a)} \times 100$$
- Trong đó: X là tỷ lệ chất chiết được trong dược liệu (%)
- m là khối lượng cần tạo thành (g)
- M là khối lượng dược liệu ban đầu (g)
- a là độ ẩm của mẫu thử (%)

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

2. Nội dung

69

- 8. Các nội dung khác

- Ngoài các nội dung mang tính chất tiêu chuẩn mô tả, còn có: chế biến, bào chế, bảo quản, tính vị - quy kinh, công năng – chủ trị, cách dùng – liều lượng...
- ***Các nội dung này được biên soạn bằng cách tham khảo các tài liệu.***

CÁCH THỨC XÂY DỰNG MỘT TCDL

3. Xác định giới hạn cho phép, viết tiêu chuẩn

- 1. Xác định giới hạn cho phép của các tiêu chí

- Yêu cầu: biến thiên giá trị của các tiêu chí này là một phân bố hình chuông.
- Các phản ứng hóa mô.

2. Viết tiêu chuẩn

- Viết các chỉ tiêu thành dạng văn bản: chuyên luận được diễn, chuyên luận cơ sở
- Tiêu chuẩn cần được kiểm tra của cơ quan có chức năng