

DEVELOPMENT OF A METHOD FOR PREPARING STANDARDIZED DRY EXTRACT OF QUERCETIN FROM THE MEDICINAL HERBS *MURDANNIA NUDIFLORA* (L.) BRENNAN

Nguyen Van Khoi¹, Vu Duc Loi², Le Trung Duc³, Do Thi Huyen Trang⁴, Tran Thi Phuong²
Ha Bao Xuyen⁵, Chu Van Men^{6*}, Nguyen Thai Duong⁷, Nguyen Thi Thao⁸

¹Military Hospital 103 - 261 Phung Hung, Ha Dong ward, Hanoi, Vietnam

²Faculty of Pharmacy, Vietnam University of Traditional Medicine - 2 Tran Phu, Ha Dong ward, Hanoi, Vietnam

³108 Military Central Hospital - 1 Tran Hung Dao, Hai Ba Trung ward, Hanoi, Vietnam

⁴National Institute of Medicinal Materials - 3B Quang Trung, Cua Nam ward, Hanoi, Vietnam

⁵Can Tho city Oncology Hospital - 4 Chau Van Liem, Ninh Kieu ward, Can Tho, Vietnam

⁶Vietnam Military Medical University - 160 Phung Hung, Ha Dong ward, Hanoi, Vietnam

⁷Novopharm Company LTD - 47BT2 Nguyen Duy Trinh, Hoang Mai ward, Ha Noi, Vietnam

⁸Ha Dong General Hospital - 2 Be Van Dan, Ha Dong ward, Hanoi, Vietnam

Received: 10/7/2025

Revised: 31/8/2025; Accepted: 06/9/2025

ABSTRACT

Objective: To develop a standardized method for preparing a dried extract from *Murdannia nudiflora* (L.) Brennan.

Methods: The dried extract was prepared from a liquid crude extract and evaluated for quality parameters according to the Vietnamese Pharmacopoeia V.

Results: The obtained extract had a moisture content of ~25%, which was then mixed with cassava starch (25%) and statically dried at 90°C for 8 hours. The final product exhibited the following characteristics: dry, loose, homogeneous powder with a dark brown color, hygroscopicity, a characteristic herbal odor, no fungal contamination, and a sweet taste. Quality control tests confirmed: loss on drying ≤ 5%, fineness: ≥ 90% of particles passed through a 355 µm sieve. Thin-layer chromatography: distinct and uniform spots with R_f values matching those of the reference standard and test samples. HPLC analysis: A clear quercetin peak with 99.19% purity compared to the standard. Quercetin content ≥ 80 mg/g in the dried extract.

Conclusion: A standardized dried extract of *Murdannia nudiflora* was successfully prepared, containing a minimum of 80 mg/g quercetin (on a dry weight basis). These findings provide a scientific foundation for further research and development.

Keywords: Preparation, dried extract, quercetin, *Murdannia nudiflora*.

*Corresponding author

Email: chuvanmen@vmmu.edu.vn Phone: (+84) 964535480 <https://doi.org/10.52163/yhc.v66i5.3111>

XÂY DỰNG PHƯƠNG PHÁP BẢO CHẾ CAO KHÔ ĐỊNH CHUẨN QUERCETIN TỪ DƯỢC LIỆU TRAI HOA TRẦN

Nguyễn Văn Khởi¹, Vũ Đức Lợi², Lê Trung Đức³, Đỗ Thị Huyền Trang⁴, Trần Thị Phượng²
Hà Bảo Xuyên⁵, Chữ Văn Mến^{6*}, Nguyễn Thái Dương⁷, Nguyễn Thị Thảo⁸

¹Bệnh viện Quân y 103 - 261 Phùng Hưng, phường Hà Đông, Hà Nội, Việt Nam

²Khoa Dược, Học viện Y Dược học cổ truyền Việt Nam - 2 Trần Phú, phường Hà Đông, Hà Nội, Việt Nam

³Bệnh viện Trung ương Quân đội 108 - 1 Trần Hưng Đạo, phường Hai Bà Trưng, Hà Nội, Việt Nam

⁴Viện Dược liệu - 3B Quang Trung, phường Cửa Nam, Hà Nội, Việt Nam

⁵Bệnh viện U bướu thành phố Cần Thơ - 4 Châu Văn Liêm, phường Ninh Kiều, thành phố Cần Thơ, Việt Nam

⁶Học viện Quân y - 160 Phùng Hưng, phường Hà Đông, Hà Nội, Việt Nam

⁷Công ty TNHH Novopharm - 47BT2 Nguyễn Duy Trinh, phường Hoàng Mai, Hà Nội, Việt Nam

⁸Bệnh viện Đa khoa Hà Đông - 2 Bé Văn Đàn, phường Hà Đông, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài: 10/7/2025

Ngày chỉnh sửa: 31/8/2025; Ngày duyệt đăng: 06/9/2025

TÓM TẮT

Mục tiêu: Xây dựng được phương pháp bảo chế cao khô định chuẩn từ dược liệu trai hoa trần (*Murdannia nudiflora* (L.) Brenan.).

Phương pháp nghiên cứu: Cao khô trai hoa trần được bảo chế từ dịch chiết cao lỏng và đánh giá một số chỉ tiêu chất lượng bằng phương pháp theo Dược điển Việt Nam V.

Kết quả: Đã bảo chế được cao khô trai hoa trần có hàm ẩm khoảng 25%, sau đó đem sấy cùng tinh bột sắn với tỉ lệ tinh bột sắn là 25%, sấy tinh ở nhiệt độ 90°C trong 8 giờ. Bột cao khô thu được ở dạng bột khô, tơi, đồng nhất, màu nâu sẫm, dễ hút ẩm, có mùi thơm đặc trưng của cao khô dược liệu, không có mùi nấm mốc, vị ngọt. Mất khối lượng do làm khô không quá 5%. Độ mịn có tỷ lệ bột cao khô qua rây số 355 không ít hơn 90%. Định tính sắc ký lớp mỏng các vết hiện rõ và đều nhau, cùng giá trị R_f với các vết trên sắc ký đồ của không dưới 05 giữa các mẫu thử, mẫu chuẩn và mẫu cao khô. Đồng thời định tính bằng HPLC pic lên rõ ràng và tỷ lệ 99,19% so với mẫu chuẩn quercetin. Định lượng cho hàm lượng quercetin trong bột cao khô trai hoa trần không dưới 80 mg/g tính theo bột khô kiệt.

Kết luận: Đã bảo chế được cao khô định chuẩn có hàm lượng quercetin không dưới 80 mg/g tính theo bột khô kiệt. Kết quả này là cơ sở khoa học cho các nghiên cứu tiếp theo trong tương lai.

Từ khóa: Bảo chế, cao khô, quercetin, trai hoa trần.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Cao thuốc là chế phẩm được điều chế bằng cách cô hoặc sấy đến thể chất qui định các dịch chiết thu được từ dược liệu thực vật hay động vật với các dung môi thích hợp. Cao thuốc được chia làm 3 loại: cao lỏng, cao đặc và cao khô [1]. Quá trình điều chế cao khô có 2 giai đoạn chính là chiết xuất và cô đặc, sấy khô, hoàn thiện chế phẩm. Chiết xuất là phương pháp tách một hoặc nhiều chất ra khỏi nguyên liệu do sự phân bố các chất giữa 2 pha không trộn lẫn vào nhau: một pha lỏng và một pha rắn tạo cân bằng lỏng - rắn; hoặc 2 pha lỏng, tạo cân bằng lỏng - lỏng [2]. Quá trình làm khô là quá trình loại bỏ dung môi (nước hoặc dung môi hữu cơ) ra khỏi nguyên liệu do chuyển chất lỏng từ bề mặt vào pha

bay hơi chưa bão hòa để làm khô sản phẩm. Sản phẩm làm khô trong dược phẩm có thể là dược liệu, bột khô, khối cao khô... [3].

Trai hoa trần (*Murdannia nudiflora* (L.) Brenan) có nguồn gốc từ châu Á nhiệt đới và cận nhiệt đới như Trung Quốc, Ấn Độ, Malaysia, Indonesia và Philippines. Sau đó nó đã lan sang các vùng nhiệt đới và cận nhiệt đới khác của châu Phi, châu Á, châu Đại Dương, Trung, Bắc và Nam Mỹ [4]. Cây được sử dụng rộng rãi, tuy nhiên việc sử dụng vẫn theo các phương pháp dân gian như giã nát, đắp, sắc, hãm... nên hiệu quả điều trị vẫn còn nhiều hạn chế. Để nâng cao hiệu quả sử dụng của trai hoa trần và ứng dụng cho các nghiên cứu tiếp theo trong tương lai, việc bảo chế dạng

*Tác giả liên hệ

Email: chuvanmen@vmmu.edu.vn Điện thoại: (+84) 964535480 <https://doi.org/10.52163/yhc.v66i5.3111>

bột cao khô định chuẩn và đánh giá hàm lượng hoạt chất trong bột cao khô là cần thiết. Quercetin là hoạt chất trong cây, đã được nghiên cứu có nhiều tác dụng tốt và được sử dụng rộng rãi như bảo vệ tim mạch, chống ung thư, chống loét, chống dị ứng, chống virus, chống viêm, chống tiêu đường, bảo vệ dạ dày, hạ huyết áp, điều hòa miễn dịch và chống nhiễm trùng [5]. Ngoài ra, hoạt tính chống loét của quercetin do đặc tính nhát gốc tự do hoặc tăng sản xuất chất nhầy dạ dày của nó [6-7]. Do đó nghiên cứu này được tiến hành nhằm bào chế được bột cao khô định chuẩn trai hoa trần sử dụng phương pháp sấy, đây là phương pháp khá phổ biến trong điều chế bột cao khô nhằm tạo ra dạng bán thành phẩm có chất lượng và độ ổn định, ứng dụng cho bào chế các dạng thành phẩm trong tương lai.

2. ĐỐI TƯỢNG, PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Đối tượng, vật liệu nghiên cứu

Cao lỏng 3:1 trai hoa trần và bột cao khô trai hoa trần sấy tĩnh được nghiên cứu phối hợp thêm các loại tá dược. Chất chuẩn quercetin 98% (Viện Dược liệu).

Methanol, acid formic, ethanol đạt tiêu chuẩn HPLC và các hóa chất khác.

Hệ thống sắc ký lỏng hiệu năng cao Waters (Mỹ) cùng một số máy móc và dụng cụ khác đạt tiêu chuẩn phòng thí nghiệm.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

** Phương pháp bào chế bột cao khô trai hoa trần:*

- Cô cao loại tạp: sau khi khảo sát lựa chọn được điều kiện chiết xuất, nâng quy mô chiết xuất lên 1 kg/mẻ. Dịch chiết được lọc trong, sau đó cô thu hồi dung môi dưới áp suất giảm đến khi đạt tỷ lệ 1:2 đến 1:3 rồi chuyển ra nồi cô hồ. Tiếp tục cô đến tỷ lệ cao khoảng 2:1 đến 3:1. Để yên dịch chiết khoảng 24-48 giờ, gạn lấy dịch chiết trong, phần cặn (nếu có) thêm ethanol 96% với tỷ lệ gấp 5 lần, đun nóng cách thủy và khuấy đều. Để nguội, sau 24 giờ gạn lọc lấy phần dịch trong. Gộp các phần dịch lọc, cô cách thủy để được cao có tỷ lệ chất rắn trong khoảng 20-30%.

- Khảo sát ảnh hưởng của loại tá dược phối hợp đến quá trình tạo cao khô: loại tá dược được lựa chọn khảo sát là tinh bột sắn, lactose, mantodextrin với các điều kiện cố định; tỷ lệ tá dược phối hợp là 25% so với lượng chất rắn có trong cao đặc, nhiệt độ sấy 90°C, thời gian sấy 8 giờ.

- Khảo sát ảnh hưởng của thời gian sấy đến quá trình tạo cao khô: tiến hành sấy cao đặc với thời gian sấy lần lượt là 2 giờ, 4 giờ, 6 giờ, 8 giờ.

- Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ sấy đến quá trình tạo cao khô: từ thời gian sấy được lựa chọn ở trên, phương pháp lựa chọn là sấy tĩnh; khảo sát tại các khoảng nhiệt độ 70°C, 80°C và 90°C.

** Phương pháp đánh giá một số chỉ tiêu chất lượng của bột cao khô:*

Từ 3 mẻ bột cao khô điều chế được, đánh giá một số chỉ tiêu chất lượng:

- Tính chất: phương pháp thử bằng cảm quan (thể chất, màu sắc, mùi vị).

- Mất khối lượng do làm khô: thử theo Dược điển Việt Nam V - phụ lục 9.6 trên máy đo độ ẩm tự động, cân 2g bột, nhiệt độ 105°C đến khối lượng không đổi.

- Độ mịn: tiến hành theo Dược điển Việt Nam V - phụ lục 3.5. Cân chính xác khoảng 10 g bột, rây qua cỡ rây 355 μm , xác định lượng bột còn lại trên rây.

- Định tính theo phương pháp SKLM:

+ Chuẩn bị dung dịch chuẩn: lấy khoảng 100 mg dược liệu trai hoa trần (mẫu chuẩn), thêm 15 ml dung dịch EtOH 30%, lắc siêu âm trong 90 phút, lọc, chiết lại bã. Dịch chiết EtOH 30% cô thu hồi dung môi dưới áp suất giảm tới gần, hòa tan cặn trong 1 ml dung dịch EtOH, thu được dịch chấm sắc ký.

+ Chuẩn bị dung dịch thử: hòa tan 15 mg bột cao khô trai hoa trần, thêm 15 ml EtOH 30%, lắc siêu âm trong 10 phút, lọc. Cô dịch lọc trên cách thủy đến cạn. Hòa tan cặn trong 1 ml EtOH 30% được dung dịch chấm sắc ký.

+ Hệ dung môi khai triển: chloroform - aceton - acid acetic (10:1:0,5).

+ Thuốc thử hiện màu: phun dung dịch amonic đậm đặc và sấy bản mỏng ở nhiệt độ 105°C đến khi hiện rõ vết.

- Phương pháp HPLC (phụ lục 5.3, Dược điển Việt Nam V):

+ Chuẩn bị dung dịch chuẩn: lấy khoảng 100 mg dược liệu trai hoa trần (mẫu chuẩn), thêm 15 ml dung dịch EtOH 30%, lắc siêu âm trong 90 phút, lọc, chiết lại bã. Dịch chiết EtOH 30% đem chạy HPLC.

+ Chuẩn bị dung dịch thử: hòa tan 15 mg bột cao khô trai hoa trần, thêm 15 ml EtOH 30%, lắc siêu âm trong 10 phút, lọc rồi đem đi ly tâm 10.000 vòng trong 2 phút rồi chạy HPLC.

- Định lượng: phương pháp HPLC (phụ lục 5.3, Dược điển Việt Nam V):

+ Chuẩn bị mẫu thử: cân chính xác khoảng 15 mg bột cao khô cho vào bình định mức 50 ml, thêm khoảng 15 ml dung môi EtOH 30%, lắc siêu âm 60 phút. Sau đó, thêm dung môi vừa đủ đến vạch. Dịch trong bình định mức được lọc qua màng 0,45 μm và dịch lọc được phân tích với hệ thống HPLC.

+ Tính kết quả: hàm lượng quercetin trong bột cao khô trai hoa trần khô kiệt được tính theo công thức:

$$HL \text{ (mg/g)} = \frac{S \times V \times HSPL \times 100}{M \times (100 - h) \times 1000}$$

Trong đó: S là diện tích pic của mẫu thử ($\mu\text{V} \cdot \text{s}$), V là thể tích dịch chiết (ml), HSPL là hệ số pha loãng, M là khối lượng dược liệu (g), h là hàm ẩm của cao (%).

2.3. Phương pháp xử lý số liệu

Các số liệu được xử lý bằng phần mềm Microsoft Excel 2016.

3. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU

3.1. Kết quả xác định hàm ẩm của cao

Cao lỏng sau khi chiết cô dưới áp suất giảm về cao hàm ẩm khoảng 25%, đo hàm ẩm bằng máy đo hàm ẩm tự động cho kết quả cao có hàm ẩm 24,90%.

Bảng 1. Kết quả xác định hàm ẩm

Mẫu	Hàm ẩm (%)
1	24,89
2	24,95
3	24,86
$\bar{X} \pm SD$	$24,90 \pm 0,046$
RSD (%)	0,18

Sau khi cô 3 mẻ cao và tiến hành đo bằng máy đo hàm ẩm tự động, cho kết quả là $24,90 \pm 0,046$ (%). Như vậy đạt theo yêu cầu đặt ra, vì vậy có thể tiếp tục cho các nghiên cứu tiếp theo.

3.2. Kết quả cô cao, loại tạp dịch chiết trai hoa trần

Bảng 2. Kết quả chiết xuất, cô đặc và loại tạp cao trai hoa trần 3:1

Nội dung	Trái hoa trần	Dịch chiết	Cao 3:1 chưa loại tạp	Cao 3:1 đã loại tạp
Khối lượng, thể tích	3,048 kg	90,0 lít	1,016 kg	1,016 kg
Hàm lượng quercetin	17,717 mg/g	465,90 μ g/ml	$33,23 \pm 1,01$ mg/g ⁽¹⁾	$28,67 \pm 1,84$ mg/g (1)
Khối lượng quercetin	54,001 g	41,931 g	38,76 g	29,13 g
Tỷ lệ chất rắn trong cao			30,13%	22,64%
Tỷ lệ chất rắn đã được loại ra so với ban đầu				24,84%
Hiệu suất chiết và cô cao tính theo quercetin			83,28%	-
Hiệu suất chiết, cô và loại tạp tính theo quercetin				62,59%
Tỷ lệ làm giàu quercetin				187,76%

Ghi chú: ⁽¹⁾Hàm lượng quercetin đã tính theo khô kiệt.

Bảng 2 cho thấy: từ 90 lít dịch chiết của 3 mẻ chiết (tương ứng với 3,048 kg dược liệu khô kiệt), sau khi cô đặc thu được 1,016 kg cao 3:1 có hàm lượng quercetin toàn phần là $33,23 \pm 1,01$ mg/g. Hiệu suất quá trình chiết xuất và cô cao là 83,27%. Sau khi loại tạp, cô đặc và điều chỉnh về cao 3:1 cho hàm lượng quercetin toàn phần là $28,67 \pm 1,84$ mg/g (tính theo cao khô tuyệt đối). Hiệu suất quá trình chiết xuất, cô cao và loại tạp là 62,59%. Tỷ lệ chất rắn loại ra so với ban đầu là 24,84%. Tỷ lệ làm giàu quercetin là 187,76%.

3.3. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của tá dược đến quá trình tạo cao khô

Loại tá dược được lựa chọn khảo sát là tinh bột sắn, lactose, mantodextrin khảo sát tỷ lệ tá dược phối hợp là 15%, 20% và 25% so với lượng chất rắn trong cao lỏng.

Bảng 3. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của các loại tá dược

Mẫu	Tá dược phối hợp	Thể chất cao	Độ ẩm (%)	HL quercetin của bột cao (mg/g)
1	Tinh bột sắn	15% Cao dẻo, dính khay	4,85	-
		20% Cao dẻo, dính khay	4,76	-
		25% Cao khô, dễ lấy khỏi khay	4,73	$94,13 \pm 0,55$
2	Lactose	15% Cao dẻo, dính khay	4,81	-
		20% Cao dẻo, dính khay	4,87	-
		25% Cao dẻo, dính khay	4,97	-
3	Mantodextrin	15% Cao dẻo, dính khay	4,79	-
		20% Cao dẻo, dính khay	4,78	-
		25% Cao dẻo, dính khay	4,75	-
4	Không dùng tá dược	Cao dẻo, dính khay	4,92	-

Khi không sử dụng tá dược thì cao sấy trong 8 giờ vẫn rất dính, và không thể lấy ra khỏi khay được, đồng thời cao cũng hút ẩm khá nhanh. Khi sử dụng lactose cũng như mantodextrin thêm vào trong cao ở các tỷ lệ là 15% - 20% - 25% sấy ở nhiệt độ 90°C trong 8 giờ thì cao vẫn dẻo và dính vào khay không thể lấy ra được. Khi sử dụng tinh bột sắn ở các tỷ lệ 15% - 20% sấy cùng trong 8 giờ thì cao vẫn dính, dẻo khó lấy ra khỏi khay. Khi phối hợp cùng tinh bột sắn tỷ lệ 25% thì cao khô, dễ lấy khỏi khay. Chính vì vậy, lựa chọn tinh bột sắn tỷ lệ phối hợp 25% để tiếp tục so sánh tỷ lệ tinh bột sắn và cao dược liệu bao nhiêu thì cho bột cao khô.

Bảng 4. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ tinh bột sắn tới bột cao khô

Tỷ lệ tá dược (%)	Thời gian sấy ở 90°C (giờ)	Tổng thời gian sấy (giờ)	Thể chất cao	Hàm lượng quercetin (mg/g)	Độ ẩm (%)
15	8	8	Cao ướt dính, khó lấy khỏi khay	-	-
20	8	8	Cao chưa khô, khó lấy khỏi khay	-	-
25	8	8	Cao khô, dễ lấy khỏi khay	94,13 ± 0,55	4,28 ± 0,16

Khi tăng tỷ lệ tá dược phối hợp thì thời gian sấy được rút ngắn và thể chất cao khô, to hơn và dễ lấy ra khỏi khay. Với tỷ lệ phối hợp của tinh bột sắn là 15% và 20% thì sau 8 giờ sấy, cao vẫn dính khay bạc và khó lấy ra khỏi khay chứa. Khi tăng tỷ lệ lên 25% thì sau sấy tạo được cao khô, độ ẩm đều dưới 5%. Chính vì vậy, tinh bột sắn phối hợp 25% được lựa chọn cho các nghiên cứu tiếp theo.

3.4. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian sấy đến quá trình tạo cao khô

Sau khi khảo sát giữa không sử dụng tá dược, dùng các loại tá dược là lactose, mantodextrin thì không được dạng cao khô. Chỉ có sấy cùng tinh bột sắn 25% thì mới được cao khô. Tiếp tục khảo sát thời gian sấy. Sấy các mẫu cao đã phối hợp cùng tá dược là tinh bột sắn 25% trong các khoảng thời gian là 2 giờ, 4 giờ, 6 giờ và 8 giờ với thông số cố định là nhiệt độ sấy 90°C.

Bảng 5. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian sấy

Mẫu	Thời gian sấy (giờ)	Thể chất cao	Hàm lượng quercetin (mg/g)	Độ ẩm (%)
1	2	Cao dẻo, dính khay	-	-
2	4	Cao dẻo, khó lấy khỏi khay	-	-
3	6	Cao hơi dẻo, khó lấy khỏi khay	-	-
4	8	Cao khô, dễ lấy khỏi khay	94,13 ± 0,55	4,81

Khi sấy cao đã phối hợp cùng tinh bột sắn với tỷ lệ 25% thì sau 2, 4, 6 giờ sấy ở 90°C vẫn chưa tạo được cao khô, thể trạng cao lúc này vẫn còn dẻo, dính vào khay, khó lấy ra khỏi khay. Còn khi sấy ở 90°C sau 8 giờ thì cao dễ lấy ra khỏi khay, đồng thời cũng thơm mùi dược liệu cũng như thể trạng cao không còn dính như ở 2, 4, 6 giờ nữa. Lúc này, tiếp tục đem cao ra nghiền mịn nhỏ bằng cối sứ, đem cao đã nghiền rây qua rây 355/180. Từ đó tiếp tục đánh giá các tính chất của cao dược liệu theo yêu cầu tiếp theo.

3.5. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ sấy đến quá trình tạo cao khô

Khảo sát thời gian sấy khô cao ở các nhiệt độ sau: sấy ở 70°C trong 8 giờ sau đó nâng lên 80°C, 90°C. Kết quả được thể hiện ở bảng 6 và thể hiện rõ hơn ở hình 1.

Bảng 6. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ sấy

Mẫu	Nhiệt độ sấy (°C)	Thời gian sấy (giờ)	Thể chất cao	Hàm lượng quercetin (mg/g)	Độ ẩm (%)
1	70°C	8	Cao chưa khô, khó lấy khỏi khay	-	-
2	80°C	8	Cao chưa khô, khó lấy khỏi khay	-	-
3	90°C	8	Cao khô, dễ lấy khỏi khay	94,13 ± 0,55	4,81

Ở 3 điều kiện sấy, chỉ có sấy ở 90°C là tạo được cao khô và cao dễ lấy khỏi khay, còn ở nhiệt độ 70°C và 80°C thì cao vẫn còn ở dạng dính, khó lấy ra khỏi khay sấy. Khi đánh giá 3 chỉ số chất lượng cao gồm hàm lượng hoạt chất, độ mịn và độ ẩm, thấy mẫu cao 25% tinh bột sắn sấy tinh ở 90°C là đạt chất lượng yêu cầu. Do vậy, lựa chọn điều kiện sấy 90°C cho quy trình điều chế bột cao khô trai hoa trần.

3.6. Đánh giá một số chỉ tiêu chất lượng bột cao khô trai hoa trần

3.6.1. Kết quả đánh giá về tính chất, hình thức của bột cao khô

Kết quả thu được bột cao khô trai hoa trần có dạng bột khô to, màu nâu sẫm, không có nấm mốc, mùi thơm đặc trưng của dược liệu, vị ngọt, dễ hút ẩm ngoài không khí. Các chế phẩm đồng nhất, không có màu lốm đốm.



Hình 1. Bột cao khô trai hoa trần

3.6.2. Kết quả đánh giá độ ẩm của bột cao khô

Bảng 7. Kết quả xác định độ ẩm của bột cao khô

Mẫu	Bột cao khô trai hoa trần		
	Lần 1	Lần 2	Lần 3
Khối lượng bột sấy (g)	2,08	2,17	1,996
Độ ẩm (%)	4,55	4,63	4,47
	4,55 ± 0,08		
RSD (%)	1,76		

Độ ẩm của 3 mẫu bột cao khô trai hoa trần khoảng từ 4,47-4,63%. Dựa trên kết quả kiểm nghiệm và Dược điển Việt Nam V, đề nghị mức giới hạn độ ẩm của bột cao khô trai hoa trần là $\leq 5,0\%$.

3.6.3. Kết quả đánh giá độ mịn của bột cao khô

Cân chính xác khoảng 10,00g bột cao khô, rây qua rây kích thước 355 μm , cân khối lượng bột còn lại không qua được rây. Độ mịn khối bột được tính bằng: (khối lượng bột ban đầu - khối lượng bột còn lại) $\times 100$ /khối lượng bột ban đầu.

Bảng 8. Độ mịn của bột cao khô

Mẫu	Cao khô trai hoa trần		
	Lần 1	Lần 2	Lần 3
Khối lượng bột cân (g)	10,03	10,29	10,01
Khối lượng bột còn lại trên rây (g)	0,32	0,47	0,13

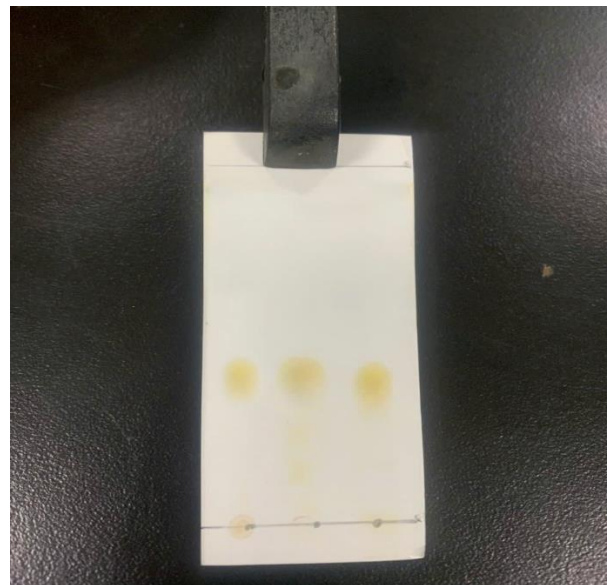
Mẫu	Cao khô trai hoa trần		
	Lần 1	Lần 2	Lần 3
Tỉ lệ bột qua rây số 355 (%)	96,81	95,43	98,70
	96,98 ± 1,64		
RSD (%)	1,69		

Kết quả ở bảng 8 cho thấy: tỷ lệ bột qua được rây số 355 là $96,98 \pm 1,64$ (%). Dựa theo kết quả trên, đề nghị đưa ra tỷ lệ bột cao khô trai hoa trần qua rây số 355 là không ít hơn 90%.

3.6.4. Kết quả định tính

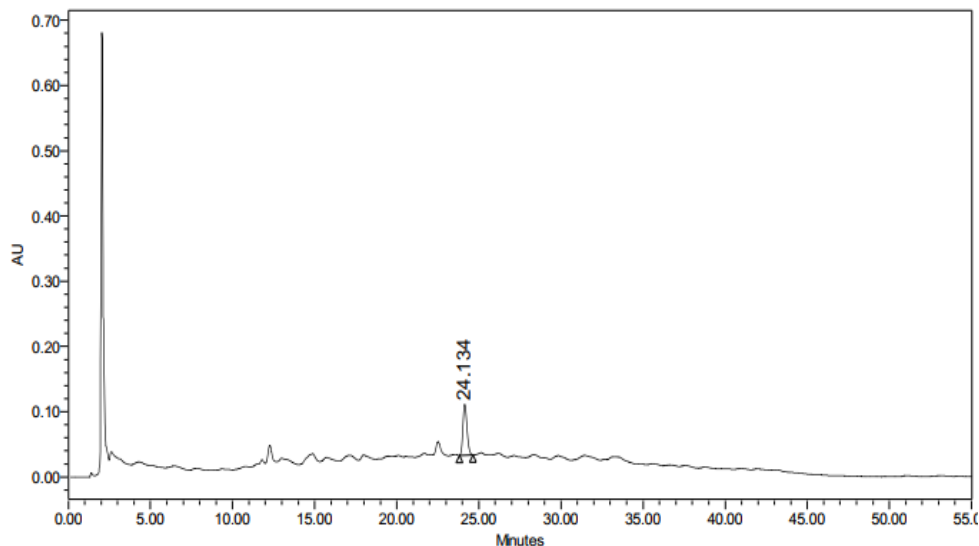
- Phương pháp SKLM: chuẩn bị 3 mẫu (mẫu thử dịch chiết được liệu trai hoa trần, mẫu chuẩn quercetin, mẫu cao trai hoa trần).

- Kết quả định tính bằng SKLM: hệ dung môi chloroform:aceton:acid acetic = 10:1:0,5 hiện màu bằng amoniac đậm đặc.



Mẫu thử - mẫu cao - mẫu chuẩn

Hình 2. Kết quả định tính bằng SKLM (ánh sáng thường)



Hình 3. Định tính quercetin trong bột cao khô bằng HPLC

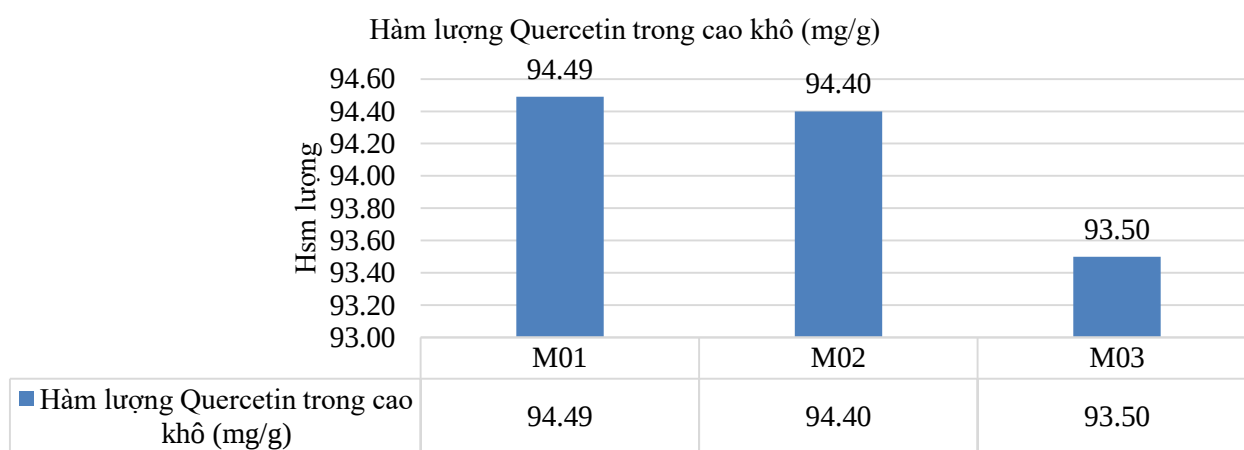
Đối với sắc ký lớp mỏng thì cho các vết hiện rõ và đều nhau và cùng giá trị Rf với các vết trên sắc ký đồ của không dưới 05 giữa các mẫu thử, mẫu chuẩn và mẫu cao khô.

Khi làm định tính bằng HPLC thì lên 01 pic rõ ràng của quercetin trong bột cao khô xuất hiện ở 24,134, trong khi của quercetin chuẩn như trên đã thực hiện là 24,330, như vậy tỉ lệ trùng khít là 99,19%. Như vậy, có thể khẳng định trong cao khô trai hoa trần có quercetin.

3.6.5. Kết quả định lượng

Bảng 9. Kết quả định lượng quercetin trong bột cao khô

Mẫu	Cao khô trai hoa trần		
	Khối lượng bột cân (mg)	Diện tích pic ($\mu V*s$)	HL(mg/g)
1	15,1	1329388	94,49
2	15,4	1350562	94,40
3	15,5	1347014	93,50
$\bar{X} \pm SD$	-	-	94,13 $\pm$ 0,55
RSD (%)	-	-	0,58



Hình 4. Kết quả định lượng quercetin trong cao khô trai hoa trần định chuẩn

Kết quả trên cho thấy: sau khi làm định lượng với 3 mẫu cao được liệu khô trai hoa trần thì cho các hàm lượng là 92,49 mg/g, 95,85 mg/g và 94,11 mg/g. Như vậy hàm lượng quercetin trong bột cao khô trai hoa trần trung bình là 94,15 mg/g; đồng thời RSD là 1,78% (< 2%) cho thấy kết quả độ đúng cao.

Từ những kết quả nghiên cứu ở trên, đề xuất tiêu chuẩn cơ sở của bột cao khô trai hoa trần gồm những chỉ tiêu và yêu cầu sau:

- Tính chất: khối bột khô to, đồng nhất, màu nâu sẫm, dễ hút ẩm, có mùi thơm đặc trưng của dược liệu, không có mùi nấm mốc, vị ngọt.
- Mất khối lượng do làm khô: không quá 5%.
- Độ mịn: tỷ lệ bột cao khô qua rây số 355 không ít hơn 90%.
- Định tính: SKLM các vết hiện rõ và đều nhau và cùng giá trị Rf với các vết trên sắc ký đồ của không dưới 05 giữa các mẫu thử, mẫu chuẩn và mẫu cao khô. Đồng thời định tính bằng HPLC pic lên rõ ràng và tỷ lệ 99,19% so với mẫu chuẩn quercetin.
- Định lượng: hàm lượng quercetin trong bột cao khô trai hoa trần không dưới 80 mg/g tính theo bột khô kiệt.

4. BÀN LUẬN

Trong nghiên cứu này, chúng tôi xây dựng được phương pháp bào chế cao khô định chuẩn từ dược liệu trai hoa trần (*Murdannia nudiflora* (L.) Brenan.). Dược liệu được chiết xuất với dung môi ethanol 30% để thu được cao lỏng. Cao lỏng được cất thu hồi dung môi dưới áp suất giảm đến khi đạt cao lỏng 3:1 và tinh chế, loại tạp bằng các phương pháp khác nhau rồi tạo cao khô. Các phương pháp tinh chế, làm khô khác nhau, ảnh hưởng của các loại tá dược, thời gian làm khô cao trai hoa trần được nghiên cứu đầy đủ. Cao khô trai hoa trần được bào chế từ dịch chiết cao lỏng và đánh giá một số chỉ tiêu chất lượng bằng phương pháp theo Dược điển Việt Nam V. Bột cao khô thu được ở dạng bột khô, to, đồng nhất, màu nâu sẫm, dễ hút ẩm, có mùi thơm đặc trưng của cao khô dược liệu, không có mùi nấm mốc, vị ngọt. Mất khối lượng do làm khô không quá 5%. Độ mịn có tỷ lệ bột cao khô qua rây số 355 không ít hơn 90%. Định tính sắc ký lớp mỏng các vết hiện rõ và đều nhau, cùng giá trị Rf với các vết trên sắc ký đồ của không dưới 05 giữa các mẫu thử, mẫu chuẩn và mẫu cao khô. Đồng thời định tính bằng HPLC pic lên rõ ràng và tỷ lệ 99,19% so với mẫu chuẩn quercetin. Định lượng cho hàm lượng quercetin trong

bột cao khô trai hoa trần không dưới 80 mg/g tính theo bột khô kiệt. Các chỉ tiêu chất lượng của cao khô trai hoa trần đã được đề xuất theo tiêu chuẩn Dược điển Việt Nam V. Kết quả xây dựng quy trình bào chế bột cao khô trai hoa trần bước đầu cho thấy độ ổn định của phương pháp, tạo nguồn nguyên liệu quan trọng cho nghiên cứu và sản xuất các thuốc và thực phẩm chức năng giúp chăm sóc sức khỏe cộng đồng.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Bộ Y tế. Dược điển Việt Nam V, Nhà xuất bản Y học, 2018.
- [2] Mishra A, Arora S, Gupta R et al. Effect of *Feronia elephantum* (Corr) Fruit Pulp Extrac on Indomethacin-induced Gastric Ulcer in Albino Rats. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 2009, 8 (6), 509-514.
- [3] Guerrero M, Albet C, Palomer A et al. Drying in Pharmaceutical and biotechnological Industries. *Food science and Technology International*, 2003, 9 (3): 237-243.
- [4] Hong Deyuan et al. *Murdannia nudiflora*, *Flora of China*, 2000, 24, 30.
- [5] Lakhanpal P, Rai D.K. Quercetin: A versatile flavonoid. *Int J Med Update*, 2007, 2: 22-37.
- [6] Suzuki Y, Ishihara M, Segami T, Ito M. Anti-ulcer effects of antioxidants, quercetin, alpha-tocopherol, nifedipine and tetracycline in rats. *Jpn J Pharmacol*, 1998, 78: 435-41.
- [7] Alarcón de la Lastra C, Martín M.J, Motilva V. Antiulcer and gastroprotective effects of quercetin: A gross and histologic study. *Pharmacology*, 1994, 48: 56-62.