

$$X \% (g/100 g) = 2C_1/m_1$$

Trong đó:

C_1 là nồng độ calophyllolid trong dung dịch thử ($\mu\text{g/ml}$).

m_1 là khối lượng dầu (mg).

Chế phẩm phải chứa không dưới 0,36 % (kl/kl) calophyllolid ($\text{C}_{26}\text{H}_{24}\text{O}_5$).

Bảo quản

Giữ trong chai đầy, đậy nắp kín. Bảo quản nơi mát, tránh ánh sáng.

TINH DẦU BẠC HÀ

Menthae arvensis aetheroleum

Tinh dầu thu được từ phần trên mặt đất của cây Bạc hà (*Mentha arvensis* L.), họ Bạc hà (Lamiaceae), bằng phương pháp cất kéo hơi nước, đã được làm khan nước và được tách một phần menthol bằng phương pháp kết tinh.

Tính chất

Chất lỏng, trong, không màu hoặc vàng nhạt, mùi thơm đặc biệt, vị cay mát.

Rất dễ tan trong ethanol, cloroform và ether, tan trong 2 đến 3 thể tích ethanol 70 %.

Tỷ trọng

Ở 20 °C: Từ 0,890 đến 0,922 (Phụ lục 6.5).

Chỉ số khúc xạ

Ở 20 °C: Từ 1,455 đến 1,465 (Phụ lục 6.1).

Góc quay cực riêng

Ở 20 °C: Từ -40° đến -20° (Phụ lục 6.4).

Định tính

A. Nhỏ 1 giọt tinh dầu lên lỗ khay sứ, thêm 3 giọt đến 5 giọt acid sulfuric (TT) và vài tinh thể vanilin (TT), sẽ xuất hiện màu đỏ cam, thêm 1 giọt nước sẽ chuyển sang màu tím.

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

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Toluene - ethyl acetat (19 : 1).

Dung dịch thử: Hòa tan 0,1 ml chế phẩm trong 5 ml ethanol (TT).

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 0,1 ml tinh dầu Bạc hà (mẫu chuẩn) trong 5 ml trong ethanol (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 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, quan sát dưới ánh sáng tử ngoại bước sóng 254 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết phát quang tương ứng về vị trí và có cùng màu sắc với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu. Phun dung dịch anisaldehyd (TT), sấy bản mỏng ở 105 °C đến khi hiện rõ vết. 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 với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch

đối chiếu. Tiếp tục quan sát dưới ánh sáng tử ngoại bước sóng 366 nm. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết phát quang tương đương về vị trí và có cùng màu sắc với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

Kiểm tra các chất pha trộn trong tinh dầu

A. Ethanol: Lấy 5 ml tinh dầu cho vào ống nghiệm. Thêm từ từ từng giọt nước cất (không lắc). Phần tinh dầu ở trên phải trong suốt, không được đục.

B. Nhựa và dầu béo: Nhỏ vài giọt tinh dầu lên giấy lọc, hơ nóng giấy lọc trên bếp điện, giấy phải không có vết dầu loang.

C. Dầu hòa, dầu mazut: Trong một ống đông đựng khoảng 80 ml ethanol 80 % (TT), nhỏ từng giọt (không lắc) cho đến hết 10 ml tinh dầu, dung dịch phải trong, không có phần không tan nổi ở trên.

Độ trong và màu sắc

Lấy một 1 ml tinh dầu, thêm 3,5 ml ethanol 70 % (TT), lắc đều, dung dịch thu được phải trong. Tiếp tục thêm 10 ml ethanol 96 % (TT), dung dịch thu được vẫn trong, nếu đục thì không được đục hơn màu của dung dịch đối chiếu.

Dung dịch đối chiếu: Lấy 0,7 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 M (TT), thêm 6 ml dung dịch acid nitric loãng (TT), thêm nước vừa đủ 50,0 ml, thêm 1 ml dung dịch bạc nitrat (TT) 1,75 %, để yên trong 5 min.

Định lượng

Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2).

Dung dịch chuẩn (1): Hòa tan menthol chuẩn trong ethanol 96 % (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 10 mg/ml.

Dung dịch chuẩn (2): Hòa tan menthon chuẩn trong ethanol 96 % (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 10 mg/ml.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,2 g chế phẩm vào bình định mức 10 ml, hòa tan và pha loãng vừa đủ bằng ethanol 96 % (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 tĩnh có chứa 5 % phenylmethyl polysiloxan dày 0,25 μm .

Khí mang: Nitrogen dùng cho sắc ký khí, tỷ lệ chia dòng 1 : 25.

Detector ion hóa ngọn lửa.

Chương trình nhiệt độ cột: nhiệt độ ban đầu đặt 50 °C trong 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 %. Thử tự rửa giải: menthon, menthol. Số đĩa lý thuyết tính theo pic menthol trong sắc ký đồ dung dịch chuẩn không được ít hơn 20.000.

Tiêm dung dịch thử. Tính hàm lượng (%) của menthon ($C_{10}H_{18}O$) và của menthol ($C_{10}H_{20}O$) dựa vào diện tích pic của menthon và menthol trong 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 BẠCH ĐÀN

Eucalypti aetheroleum

Tinh dầu thu được từ lá của cây Bạch đàn (*Eucalyptus camaldulensis* Dehnh, *Eucalyptus exserta* F. Muell.) và một số loài Bạch đàn khác, họ Sim (Myrtaceae), bằng phương pháp cất kéo hơi nước, sau đó tinh chế bằng phương pháp cất lại.

Tính chất

Chất lỏng trong, không màu hay màu vàng nhạt, mùi đặc biệt, vị cay sau mát. Dễ tan trong ethanol 70 %.

Tỷ trọng

Ở 20 °C: Từ 0,900 đến 0,925 (Phụ lục 6.5).

Chỉ số khúc xạ

Ở 20 °C: Từ 1,454 đến 1,470 (Phụ lục 6.1).

Góc quay cực

Ở 20 °C: Từ 0 ° đến +10 ° (Phụ lục 6.4).

Aldehyd

Cho 10 ml tinh dầu vào bình nón nút mài dung tích 100 ml. Thêm vào đó 5 ml toluen (TT) và 4 ml dung dịch hydroxylamin hydroclorid trong ethanol 60 % (TT). Lắc mạnh và chuẩn độ ngay bằng dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol 60 % (CD) đến khi màu đỏ chuyển sang màu vàng. Tiếp tục lắc và chuẩn độ tới khi lớp dưới có màu vàng bền vững sau khi đã lắc mạnh 2 min và để yên cho tách lớp; phản ứng xảy ra hoàn toàn trong khoảng 15 min. Lặp lại quy trình định lượng như trên với 10 ml tinh dầu khác, dùng dung dịch đã chuẩn độ sơ bộ ở trên thêm 0,5 ml dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol 60 % (CD) làm chuẩn màu cho điểm kết thúc định lượng. Lượng dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol 60 % (CD) dùng cho chuẩn độ không được quá 2,0 ml.

Định lượng

Dùng bình Cassia có dung tích 100 ml, ở cổ có khắc ngăn 4 ml và chia độ từng 0,1 ml. Cho vào bình 3,0 ml tinh dầu và 75 ml dung dịch resorcin (TT). Lắc hỗn hợp trong 15 min. Để yên cho tách thành 2 lớp, cho thêm dung dịch resorcin (TT) vào bình sao cho lớp tinh dầu nằm vào khoảng chia độ ở cổ bình. Sau 1 h, đọc thể tích tinh dầu không kết hợp với resorcin. Nhiệt độ của tinh dầu lấy để thử và nhiệt độ của phần tinh dầu không kết hợp với resorcin (TT) lúc đọc kết quả phải giống nhau.

Hàm lượng phần trăm cineol trong tinh dầu (X%) tính theo công thức:

$$X (\%) = \frac{(3 - a) \times 100}{b}$$

Trong đó:

a là thể tích tinh dầu đọc được (ml);

b là thể tích mẫu thử (ml).

Tinh dầu Bạch đàn phải có ít nhất 60 % (tt/tt) cineol ($C_{10}H_{18}O$).

Bảo quản

Đựng đầy lọ, đậy nút kín, để nơi mát, tránh ánh sáng.

TINH DẦU GỪNG

Zingiberis aetheroleum

Tinh dầu thu được từ thân rễ cây Gừng (*Zingiber officinale* Rosc.), họ Gừng (Zingiberaceae) bằng phương pháp cất kéo hơi nước.

Tính chất

Chất lỏng trong, màu vàng nhạt đến vàng, mùi thơm gừng đặc trưng, vị hơi cay nóng, dễ tan trong ether, cloroform, tan trong ethanol 96 %.

Tỷ trọng tương đối

Ở 20 °C: Từ 0,865 đến 0,885 (Phụ lục 6.5).

Chỉ số khúc xạ

Ở 20 °C: Từ 1,484 đến 1,494 (Phụ lục 6.1).

Góc quay cực riêng

Ở 20 °C: Từ -48° đến -15° (Phụ lục 6.4).

Định tính

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: n-Hexan - ether (3 : 7).

Dung dịch thử: Dung dịch tinh dầu 1 % trong cloroform (TT).

Dung dịch đối chiếu: Dung dịch tinh dầu gừng (mẫu chuẩn) 1 % trong cloroform (TT).

Cách tiến hành: Châm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký cho tới khi dung môi đi được khoảng 10 cm. Lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng. Phun dung dịch vanilin 1 % trong acid sulfuric (TT). Sấy bản mỏng ở nhiệt độ 105 °C trong 5 min. Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết chính tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

Cẩn sau khi bay hơi

Không quá 220 g/l (Phụ lục 12.8).

Bảo quản

Đóng đầy, đựng trong chai nút kín, để nơi khô mát, tránh ánh sáng.