

TINH DẦU HỒI

Anisi stellati aetheroleum

Tinh dầu thu được từ quả chín đã phơi khô của cây Hồi (*Illicium verum* Hook.f.), họ Hồi (Illiciaceae), bằng cách cất kéo hơi nước.

Tính chất

Chất lỏng không màu hay màu vàng nhạt, mùi hơi đặc biệt, vị ngọt. Kết tinh khi để lạnh.

Tan trong 1 đến 3 thể tích ethanol 90 % (dung dịch trong suốt hoặc hơi đục), tan trong ether, ether dầu hòa.

Tỷ trọng

Ở 20 °C: Từ 0,978 đến 0,988 (Phụ lục 6.5).

Chỉ số khúc xạ

Ở 20 °C: Từ 1,552 đến 1,560 (Phụ lục 6.1).

Góc quay cực riêng

Ở 20 °C: Từ -2° đến 1° (Phụ lục 6.4).

Định tính

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

Bản mỏng: Silica gel G.

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

Dung dịch chất đối chiếu: Dung dịch anethol 0,1 % trong cloroform (TT).

Dung dịch tinh dầu đối chiếu: Nếu không có chất đối chiếu anethon, lấy tinh dầu Hồi (mẫu chuẩn) hòa tan trong cloroform (TT) để được dung dịch có nồng độ 0,1 %.

Dung môi khai triển: Ether dầu hòa (30 °C đến 60 °C) - ether (95 : 5).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 20 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 10 cm. Lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng. Phun dung dịch mới pha vanilin 1 % trong acid sulfuric (TT). Sấy bản mỏng ở 105 °C trong 5 min. Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử sẽ xuất hiện một vết lớn nhất màu đỏ, sau chuyển sang màu tím (với R_f khoảng 0,49 đến 0,50) cùng tương đương về vị trí và cùng màu với vết của anethol trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu hoặc trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

B. Điểm đông đặc: Tinh dầu phải có điểm đông đặc không dưới 15 °C (Phụ lục 6.6) tương ứng với hàm lượng từ 85 % đến 95 % anethol (C₁₀H₁₂O).

Bảo quản

Đựng trong bình đóng đầy, nút kín. Để chỗ mát, tránh ánh sáng.

Chú ý

Nếu tinh dầu bị đục hoặc kết tinh, đun nóng trên cách thủy và lắc trước khi dùng.

TINH DẦU HÚNG CHANH

Plectranthi amboinici aetheroleum

Tinh dầu Tần dày lá

Tinh dầu thu được từ lá tươi của cây Húng chanh [*Plectranthus amboinicus* (Lour.) Spreng.], họ Bạc hà (Lamiaceae), bằng cách cất kéo hơi nước.

Tính chất

Chất lỏng trong suốt, có màu vàng đến màu vàng sậm, đôi khi có ánh xanh nhạt, mùi đặc biệt, vị cay nóng. Dễ tan trong cloroform, ether dầu hòa, ethanol 96 %.

Tỷ trọng

Ở 20 °C: Từ 0,890 đến 0,920 (Phụ lục 6.5).

Chỉ số khúc xạ

Ở 20 °C: Từ 1,480 đến 1,510 (Phụ lục 6.1).

Góc quay cực riêng

Ở 20 °C: Từ -25° đến -3° (Phụ lục 6.4).

Định tính

A. Hòa tan 2 giọt tinh dầu trong 5 ml ethanol 90 % (TT), thêm 2 giọt dung dịch sắt (III) clorid 3 %, dung dịch phải có màu xanh rêu đậm.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Ether dầu hòa - ethyl acetat (80 : 20).

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

Dung dịch đối chiếu: Dung dịch tinh dầu Húng chanh (mẫu chuẩn) 0,1 % trong cloroform (TT).

Cách tiến hành: Chấm 20 µl mỗi dung dịch trên lên bản mỏng. Triển khai sắc ký đến 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) mới pha. Sấy bản mỏng ở 105 °C trong 5 min. Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử sẽ xuất hiện các vết: 2 vết màu tím có R_f khoảng 0,55 đến 0,70; một vết màu hồng đỏ có R_f khoảng 0,45 và một vết màu xanh đậm có R_f khoảng 0,33 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 0,5 % (theo khối lượng) (Phụ lục 12.8).

Cân 2 g chế phẩm, thêm 5 ml nước, trộn đều, bay hơi trên cách thủy đến khô, sấy chén ở nhiệt độ 100 °C đến 105 °C trong 1 h. Lượng cặn còn lại không được quá 10,0 mg.

Bảo quản

Trong bình nút kín, để chỗ mát, tránh ánh sáng.

TINH DẦU HƯƠNG NHU TRẮNG

Ocimi gratissimi aetheroleum

Tinh dầu thu được từ cành mang lá, hoa, quả của cây Hương nhu trắng (*Ocimum gratissimum* L.), họ Bạc hà (Lamiaceae), bằng cách cất kéo hơi nước.

Tính chất

Chất lỏng trong, màu vàng nhạt. Mùi thơm đặc trưng, vị cay, nóng, nằm có cảm giác tê lưỡi.

Đễ tan trong ethanol, ether hoặc acid acetic băng. Thực tế không tan trong nước.

Tỷ trọng

Ở 20 °C: Từ 1,030 đến 1,050 (Phụ lục 6.5).

Chỉ số khúc xạ

Ở 20 °C: Từ 1,530 đến 1,540 (Phụ lục 6.1).

Góc quay cực riêng

Ở 20 °C: Từ -15,6° đến 20,2° (Phụ lục 6.4).

Định tính

A. Hòa tan 2 giọt tinh dầu trong 5 ml ethanol 90 % (TT), thêm 2 giọt dung dịch sắt (III) clorid (TT) 3 %, dung dịch phải có màu xanh rêu thẫm.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

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

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

Dung dịch chất đối chiếu: Dung dịch eugenol chuẩn 0,1 % trong cloroform (TT).

Dung dịch tinh dầu đối chiếu: Dung dịch tinh dầu Hương nhu trắng (mẫu chuẩn) 0,1 % trong cloroform (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 20 µl mỗi dung dịch trên, triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 10 cm, lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng, phun dung dịch sắt (III) clorid (TT) 3 %. Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ, dung dịch thử xuất hiện vết màu nâu sẫm với giá trị R_f khoảng 0,81 - 0,82 tương đương về vị trí và cùng màu với vết eugenol, hoặc trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có các vết tương đương về vị trí và cùng màu với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch tinh dầu đối chiếu.

Các phenol tan trong nước

Lấy 1 ml tinh dầu, thêm 20 ml nước nóng, lắc đều, để nguội. Lọc qua giấy lọc ẩm. Thêm 1 giọt dung dịch sắt (III) clorid 10,5 % (TT) vào dịch lọc, không được có màu xanh lam hoặc đỏ tía ngoại trừ một màu xanh lục xám không bền.

Kim loại nặng

Không được quá 10 phần triệu.

Lấy 1 g tinh dầu để chuẩn bị dung dịch thử. Dùng 1,0 ml dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu để chuẩn bị dung dịch đối chiếu. Chuẩn bị dung dịch thử, dung dịch chuẩn, cách tiến hành: Xem chuyên luận "Tinh dầu quế".

Định lượng

Lấy 5,0 ml tinh dầu vào một bình Cassia 100 ml. Thêm 75 ml dung dịch kali hydroxyd 5 % (TT), lắc trong 5 min. Đun nóng trên cách thủy trong 10 min, thỉnh thoảng lắc. Để nguội đến khi 2 lớp chất lỏng tách ra, thêm từ từ

dung dịch kali hydroxyd 5 % (TT) đến khi lớp tinh dầu không phản ứng dâng lên tới phần chia độ ở cổ bình. Quay tròn và vỗ nhẹ bình để các giọt tinh dầu bám vào thành bình nổi lên. Sau khi để yên từ 12 h đến 24 h, xác định thể tích tinh dầu không phản ứng [a (ml)].

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

$$X(\%) = \frac{(5 - a) \times 100}{5}$$

Tinh dầu phải chứa ít nhất 60 % (tt/tt) eugenol ($C_{10}H_{12}O_2$) toàn phần.

Bảo quản

Đựng trong bình nút kín, đóng đầy. Để nơi mát, tránh ánh sáng.

TINH DẦU LONG NẢO

Cinnamomi camphorae aetheroleum

Tinh dầu thu được từ gỗ và lá của cây Long não [*Cinnamomum camphora* (L.) Presl. = *Laurus camphora* L.], họ Long não (Lauraceae), bằng cách cất kéo hơi nước.

Tính chất

Chất lỏng không màu hay màu vàng nhạt, mùi thơm đặc biệt của long não.

Tỷ trọng

Ở 20 °C: Từ 0,923 đến 0,930 (Phụ lục 6.5).

Chỉ số khúc xạ

Ở 20 °C: Từ 1,461 đến 1,470 (Phụ lục 6.1).

Góc quay cực riêng

Ở 20 °C: Từ +17° đến +22° (Phụ lục 6.4).

Kiểm tra các chất pha trộn trong tinh dầu

A. Ethanol: Lấy 1 ml tinh dầu cho vào ống nghiệm, đập bằng nút bông xốp, ở giữa bông có tinh thể fuchsin (TT), rồi đun nóng tinh dầu, nếu có ethanol sẽ làm bông chuyển sang màu đỏ.

B. Dầu béo: Nhỏ vài giọt tinh dầu lên giấy lọc, hơi nóng giấy lọc, giấy phải không có vết dầu loang.

C. Dầu mỡ: Lấy 1 ml tinh dầu cho vào ống đong 10 ml chia vạch, cho tiếp 9 ml ethanol 80 % (TT). Dung dịch phải trong suốt, không vẩn đục.

Định lượng

Trong một bình cầu 300 ml có nút mài, cân chính xác khoảng 0,45 g tinh dầu và hòa tan trong 15 ml ethanol không có aldehyd (TT). Thêm từ từ 80 ml dung dịch 2,4-dinitrophenylhydrazin trong acid hydrocloric (TT). Lắp ống sinh hàn ngược, đun trên cách thủy 4 h. Để nguội, thêm 100 ml dung dịch acid sulfuric 2 % (TT). Để yên 24 h ở chỗ tối. Lọc lấy tủa trên một phễu thủy tinh xốp đã cân trước. Tráng bình cầu 2 lần (mỗi lần với 10 ml dịch lọc) để lấy hết tủa. Rửa tủa và bình 6 lần, mỗi lần với