

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 (C₁₀H₁₂O₂) 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

10 ml nước. Sấy phễu thủy tinh xấp chứa tủa trong tủ sấy ở 80 °C trong 1 h. Để nguội trong bình hút ẩm, rồi cân tủa 2,4-dinitrophenylhydrazon thu được.

1 g tủa tương ứng với 0,458 g camphor (C₁₀H₁₆O).

Hàm lượng phần trăm camphor trong tinh dầu (X%) được tính bằng công thức:

$$X(\%) = \frac{(a \times 45,8)}{b}$$

Trong đó:

a là khối lượng tủa thu được (g);

b là khối lượng tinh dầu lấy để thử (g).

Tinh dầu phải chứa ít nhất 35,0 % camphor.

Bảo quản

Trong lọ thủy tinh nút kín. Để chỗ mát, tránh ánh sáng.

TINH DẦU NGHỆ

Curcumae longae aetheroleum

Tinh dầu thu được từ thân rễ cây Nghệ (*Curcuma longa* L.), họ Gừng (Zingiberaceae) bằng phương pháp cất kéo hơi nước.

Tính chất

Chất lỏng trong, màu vàng nhạt đến vàng cam, mùi nghệ đặc trưng, dễ tan trong ether, cloroform, ethyl acetat, aceton, methanol, ethanol.

Tỷ trọng tương đối

Ở 20 °C: Từ 0,925 đến 0,935 (Phụ lục 6.5).

Chỉ số khúc xạ

Ở 20 °C: Từ 1,485 đến 1,525 (Phụ lục 6.1).

Góc quay cực riêng

Ở 20 °C: Từ -53° đến -17° (Phụ lục 6.4).

Định tính

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

Bản mỏng: Silica gel G.

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

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

Dung môi khai triển: Toluene - ethyl acetat (97 : 3).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên thành vạch dài 3 mm. Triển khai sắc ký cho tới khi dung môi đi được khoảng 10 cm. Lấy bản mỏng ra, để khô ở nhiệt độ phòng và phun dung dịch vanilin - 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 350 g/l (Phụ lục 12.8).

Bảo quản

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

TINH DẦU QUẾ

Cinnamomi cassiae aetheroleum

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 cất 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 tinh dầu 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: Chấm 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 vết của aldehyd cinnamic trên sắc ký đồ của dung dịch chất đối chiếu hoặc phải có vết tương đương về vị trí và cùng màu với vết trên sắc ký đồ của dung dịch tinh dầu 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.