

10 ml nước. Sấy phễu thủy tinh xấp xỉ 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.

Kim loại nặng

Không được quá 40 phần triệu.

Dung dịch thử: Lấy 1,0 ml chế phẩm vào 1 chén bằng sứ hoặc thạch anh, có nắp đáy, carbon hóa bằng cách nung nhẹ. Để nguội, thêm 2 ml *acid nitric* (TT) và 5 giọt *acid sulfuric* (TT), đốt nóng cẩn thận cho đến khi hết khói trắng bay ra, than hóa bằng cách nung ở 500 °C đến 600 °C. Để nguội, thêm 2 ml *acid hydrochloric* (TT), bốc hơi tới khô trên cách thủy. Làm ẩm cẩn bằng 3 giọt *acid hydrochloric* (TT), thêm 10 ml *nước* nóng và làm ẩm trong 2 min. Sau đó thêm 1 giọt *dung dịch phenolphthalein* (TT), thêm từng giọt *amoniac đậm đặc* (TT) cho đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng nhạt, thêm 2 ml *acid acetic loãng* (TT), lọc nếu cần, rửa phễu và cẩn bằng 10 ml *nước*. Chuyển dịch lọc và dịch rửa vào ống thử Nessler, thêm *nước* vừa đủ 50 ml.

Dung dịch đối chiếu: Bốc hơi hỗn hợp 2 ml *acid nitric* (TT), 5 giọt *acid sulfuric* (TT) và 2 ml *acid hydrochloric* (TT) trên cách thủy, làm ẩm cẩn bằng 3 giọt *acid hydrochloric* (TT). Sau đó tiến hành như chỉ dẫn với dung dịch thử, sau đó thêm 4,0 ml *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb* (TT) và thêm *nước* vừa đủ 50 ml.

Cách tiến hành: Thêm 1 giọt *dung dịch natri sulfid* (TT) vào dung dịch thử và dung dịch đối chiếu, lắc mạnh, để yên 5 min. So sánh màu của 2 ống nghiệm bằng cách nhìn dọc ống hoặc quan sát trên nền trắng. Dung dịch thử không được đậm màu hơn dung dịch đối chiếu.

Định lượng

Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2).

Dung dịch chuẩn: Hòa tan aldehyd cinnamic chuẩn trong *ethyl acetat* (TT) để được dung dịch có nồng độ chính xác khoảng 3 mg/ml.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 100 mg chế phẩm vào bình định mức 25 ml, hòa tan và pha loãng vừa đủ bằng *ethyl acetat* (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: *Heli* dùng cho sắc ký khí (TT).

Tỷ lệ chia dòng: 1 : 20.

Detector ion hóa ngọn lửa.

Chương trình nhiệt độ cột: nhiệt độ ban đầu đặt 100 °C, sau đó tăng đến 150 °C với tốc độ 5 °C/min, giữ ở 150 °C trong 5 min, tiếp tục tăng đến 200 °C với tốc độ 5 °C/min rồi giữ ở 200 °C trong 5 min.

Nhiệt độ detector 220 °C, nhiệt độ buồng tiêm 200 °C.

Thể tích tiêm: 1 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký dung dịch chuẩn.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Số đĩa lý thuyết của cột tính theo pic aldehyd cinnamic không nhỏ hơn 20.000. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic aldehyd cinnamic trong 6 lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn không lớn hơn 2,0 %.

Tiến hành sắc ký dung dịch chuẩn, dung dịch thử.

Tính hàm lượng aldehyd cinnamic, C_9H_8O , trong được liệu dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng C_9H_8O trong aldehyd cinnamic chuẩn.

Chế phẩm phải chứa ít nhất 75,0 % (kl/kl) aldehyd cinnamic (C_9H_8O).

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng, đóng đầy. Để nơi khô, mát.

TINH DẦU TRÀM

Melaleuca aetheroleum

Tinh dầu thu được từ lá tươi của cây Tràm gió, còn gọi là cây Chè đồng (*Melaleuca cajuputi* Powell), họ Sim (Myrtaceae), bằng cách cất kéo hơi nước.

Tính chất

Chất lỏng trong, không màu hay màu lục nhạt đến vàng nhạt. Mùi đặc biệt. Tan trong 1 đến 2 thể tích ethanol 80 %.

Tỷ trọng

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

Chỉ số khúc xạ

Ở 20 °C: Từ 1,466 đến 1,472 (Phụ lục 6.1).

Góc quay cực riêng

Ở 20 °C: Từ -3° đến -1° (Phụ lục 6.4).

Giới hạn aldehyd

Lấy 10 ml tinh dầu vào bình nón nút mài dung tích 100 ml, thêm 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 tính

A. Cho vào 1 ống nghiệm khô 1 ml tinh dầu (đã làm khan trước bằng *natri sulfat khan* (TT)) và 1 ml *acid phosphoric* (TT). Đặt ống nghiệm vào một cốc nước đá và khuấy kỹ trong vài phút, sẽ thấy một hợp chất cộng được tạo thành có thể chất như kem, màu từ trắng ngà đến đỏ cam tùy theo độ tinh khiết của tinh dầu.

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

Bản mỏng: *Silica gel GF₂₅₄*.