

Hình 12.7 - Dụng cụ cất tinh dầu
(Kích thước tính bằng mm)

Mở vòi M và tiếp tục cất, điều chỉnh nhiệt độ đun để có tốc độ cất theo quy định. Cất trong 30 min. Ngừng cất, đọc thể tích xylen trong ống hứng chia độ khi nhiệt độ ống hứng trở về nhiệt độ phòng.

Cho vào bình cất một lượng mẫu theo quy định và tiếp tục cất với thời gian và tốc độ cất như quy định của chuyên luận riêng. Ngừng cất, đọc thể tích hỗn hợp tinh dầu và xylen trong ống hứng chia độ khi nhiệt độ ống hứng trở về nhiệt độ phòng. Thể tích đọc được lần này trừ đi thể tích xylen sẽ cho thể tích tinh dầu trong lượng mẫu định lượng. Tính toán kết quả thu được biểu thị theo ml tinh dầu có trong một kg mẫu thử hoặc theo phần trăm (số ml tinh dầu trong 100 g mẫu thử).

12.8 CÁC PHÉP THỬ ĐỐI VỚI TINH DẦU

Dầu béo và nhựa trong tinh dầu

Nhỏ 1 giọt tinh dầu lên giấy mỏng, để khô trong gió hay hơi nóng nhẹ cho bay hết mùi tinh dầu. Không được xuất hiện vết bóng mờ hoặc vết dầu mỡ.

Ester liên quan

Đun nóng 1 ml tinh dầu với 3 ml dung dịch kali hydroxyd 10 % trong ethanol 96 % (TT) mới pha trên cách thủy trong 2 min. Không được xuất hiện tinh thể trong vòng 30 min kể từ lúc bắt đầu để nguội.

Cẩn sau khi bay hơi

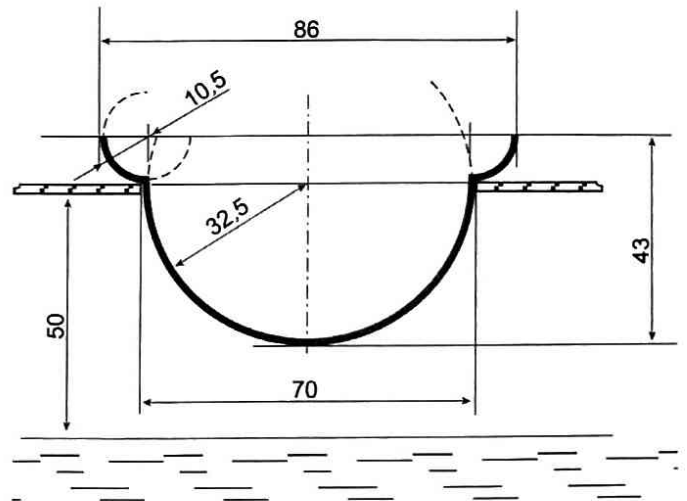
Cẩn sau khi bay hơi là phần trăm khối lượng của tinh dầu còn lại sau khi bay hơi trên cách thủy ở điều kiện như sau:

Thiết bị

Nồi cách thủy có nắp đậy với những lỗ có đường kính 70 mm. Cốc cô bằng thủy tinh chịu nhiệt, trở về mặt hóa học. Bình hút ẩm.

Cách tiến hành

Cân 5,00 g tinh dầu (trừ khi có chỉ dẫn khác trong chuyên luận) vào một cốc cô đã được cân bì sau khi đun nóng trên cách thủy trong 1 h và làm nguội trong bình hút ẩm. Đặt cốc cô lên trên nồi cách thủy tại vị trí lỗ có đường kính 70 mm và giữ cho mực nước cách dưới mặt nồi cách thủy khoảng 50 mm trong suốt thời gian tiến hành (xem Hình 12.8). Đun sôi mạnh nước ở nồi cách thủy dưới áp suất thường. Cô tinh dầu trên nồi cách thủy sôi đến cạn trừ khi có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng. Làm nguội cốc cô trong bình hút ẩm và cân khối lượng.



Hình 12.8 - Dụng cụ xác định cẩn tinh dầu sau khi bay hơi
(Kích thước tính bằng mm)

Độ tan trong ethanol

Hút chính xác 1,0 ml tinh dầu vào ống thủy tinh nút mài 25 ml hoặc 30 ml và đặt trong thiết bị ổn nhiệt duy trì ở nhiệt độ $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$. Dùng buret có dung tích ít nhất 20 ml, thêm từng 0,1 ml ethanol có nồng độ như chỉ dẫn của chuyên luận cho đến khi tan thành dung dịch hoàn toàn, sau đó tiếp tục thêm từng 0,5 ml đến 20 ml, lắc mạnh thường xuyên. Đọc thể tích ethanol đã dùng để tạo thành dung dịch trong và nếu dung dịch bị đục hoặc có màu trắng sữa trước khi lượng ethanol thêm vào đạt 20 ml thì đọc thể tích tại thời điểm xuất hiện đục hoặc màu trắng sữa và đọc thể tích tại thời điểm hết đục hay hết màu trắng sữa.

Nếu dung dịch không trong, khi đã thêm 20 ml ethanol có nồng độ như chỉ dẫn của chuyên luận, lặp lại phép thử với ethanol có nồng độ cao hơn

Một tinh dầu được gọi là “*Tan trong v hoặc hơn thể tích ethanol có nồng độ 1*” có nghĩa là khi dùng v thể tích ethanol để tạo thành dung dịch trong, dung dịch vẫn trong sau khi đã thêm ethanol cùng nồng độ đến 20 thể tích, so sánh với tinh dầu chưa pha loãng.

Một tinh dầu được gọi là “*Tan trong v thể tích ethanol có nồng độ t, chuyển thành đục khi pha loãng*” có nghĩa là khi dung dịch trong với v thể tích ethanol chuyển thành đục với v_1 thể tích (v_1 nhỏ hơn 20) và giữ nguyên tình trạng khi thêm từ từ ethanol cùng nồng độ đến 20 thể tích.

Một tinh dầu được gọi là “*Tan trong v thể tích ethanol, chuyển thành đục giữa khoảng v_1 và v_2 thể tích ethanol*” có nghĩa là khi dung dịch trong với v thể tích ethanol chuyển thành đục với v_1 thể tích (v_1 nhỏ hơn 20) và giữ nguyên tình trạng khi thêm từ từ ethanol cùng nồng độ đến v_2 thể tích và chuyển thành dung dịch trong (v_2 nhỏ hơn 20).

Một tinh dầu được gọi là “*Tan thành dạng sữa*” có nghĩa là khi dung dịch trong ethanol có màu hơi xanh nhẹ tương tự như màu của hỗn hợp chuẩn đục mới pha gồm 0,5 ml dung dịch bạc nitrat 1,7 % (kl/tt) trộn với 0,05 ml acid nitric (TT), thêm 50 ml dung dịch natri clorid 0,0012 % (TT), lắc đều và để yên trong chỗ tối 5 min.

Nước

Trộn 10 giọt tinh dầu với 1 ml carbon disulfid (TT), dung dịch phải trong.

12.9 DẦU BÉO

Tạp chất kiểm

Trộn 10 ml aceton (TT) và 0,3 ml nước trong ống nghiệm, thêm 0,05 ml dung dịch xanh bromophenol 0,04 % trong ethanol 96 % (TT), trung hòa dung dịch (nếu cần) bằng dung dịch acid hydrocloric 0,01 M (TT) hoặc dung dịch natri hydroxyd 0,01 M (TT). Thêm 10 ml dầu vào hỗn hợp trên, lắc và để lắng. Không quá 0,1 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 M (CĐ) cần thêm vào để làm chuyển màu lớp dung dịch phía trên sang màu vàng.

Định tính dầu béo bằng phương pháp sắc ký lớp mỏng

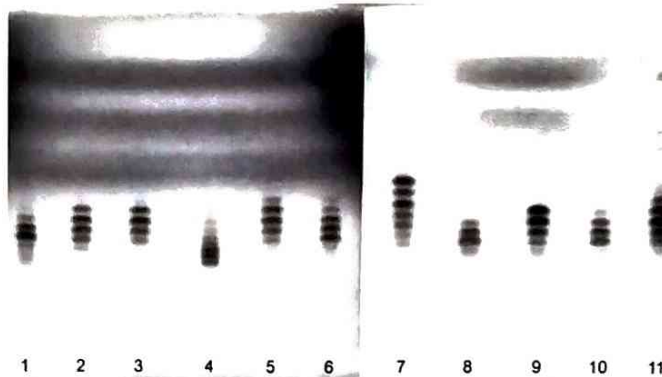
Tiến hành theo Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4). *Bản mỏng*: Chất hấp phụ là octadecylsilyl silica gel cho sắc ký lớp mỏng hiệu năng cao (HPTLC silica gel RP-18 là phù hợp).

Dung dịch thử: Hòa tan khoảng 20 mg (1 giọt) dầu cần kiểm tra trong 3 ml dicloromethan (TT), trừ khi có chỉ dẫn khác.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan khoảng 20 mg (1 giọt) dầu ngô trong 3 ml dicloromethan (TT).

Chấm riêng biệt lên bản mỏng 1 μ l mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký hai lần, mỗi lần 0,5 cm với dung môi khai triển là ether (TT). Triển khai sắc ký hai lần nữa, mỗi lần 8 cm với dung môi khai triển là hỗn hợp dicloromethan - acid acetic băng - aceton (20 : 40 : 50). Để khô bản mỏng

ngoài không khí và phun dung dịch acid phosphomolybdic 10 % trong ethanol 96 % (TT). Sấy bản mỏng ở 120 °C trong khoảng 3 min và quan sát dưới ánh sáng tự nhiên. Sắc ký đồ xuất hiện các vết đặc trưng như trên hình dưới đây.



- | | |
|------------------------|--------------------|
| 1. Dầu lạc | 6. Dầu hạt cải |
| 2. Dầu vừng | 7. Dầu hạt lanh |
| 3. Dầu ngô | 8. Dầu oliu |
| 4. Dầu hạt cải | 9. Dầu hương dương |
| (không có acid erucic) | 10. Dầu hạnh nhân |
| 5. Dầu đậu tương | 11. Dầu mầm lúa mì |

Hình 12.9 - Sắc ký đồ định tính dầu béo

Phép thử các dầu tạp bằng phương pháp sắc ký lớp mỏng

Tiến hành theo Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4). *Bản mỏng*: Chất hấp phụ là kieselguhr G (TT). Làm ẩm bản mỏng khô bằng cách đặt trong bình có lớp dung môi dày 5 mm là hỗn hợp parafin lỏng - ether dầu hóa (50 °C đến 70 °C) (10 : 90). Để đến khi dung môi khai triển được ít nhất 12 cm, lấy bản mỏng ra và để khô ngoài không khí trong 5 min.

Pha động: Nước - acid acetic băng (1 : 9).

Dung dịch thử: Đun hồi lưu 2 g chế phẩm với 30 ml dung dịch kali hydroxyd 0,5 M trong ethanol (TT) trong 45 min, pha loãng với 50 ml nước, để nguội, chuyển sang bình gạn, lắc với ether ethylic (TT) 3 lần, mỗi lần 50 ml, loại bỏ lớp dịch chiết ether. Acid hóa lớp nước bằng acid hydrocloric (TT) rồi chiết bằng ether ethylic (TT) ba lần, mỗi lần 50 ml. Tập trung các dịch chiết ether, rửa bằng nước ba lần, mỗi lần 10 ml, làm khan dịch chiết ether bằng natri sulfat khan (TT) và lọc. Cô dịch chiết ether trên cách thủy, hòa tan 40 mg cặn trong 4 ml cloroform (TT). Các acid béo có thể thu được từ dung dịch đã xà phòng hóa trong quá trình xác định các chất không xà phòng hóa.

Dung dịch đối chiếu: Chuẩn bị giống như dung dịch thử nhưng dùng 2 g hỗn hợp gồm 19 thể tích dầu ngô và 1 thể tích dầu hạt cải thay cho mẫu thử.

Tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 3 μ l mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 8 cm. Lấy bản mỏng ra khỏi bình, làm khô bản mỏng ở 110 °C trong 10 min trừ khi có chỉ dẫn khác trong chuyên luận, đặt bản mỏng vào bình bão hòa hơi iod. Sau một thời gian, xuất hiện các vết từ màu nâu đến nâu vàng.