

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

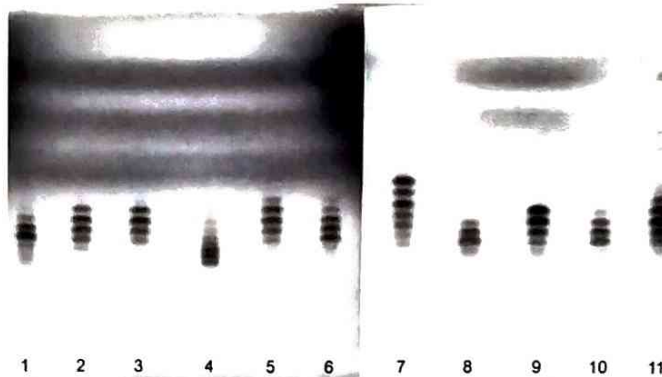
Tiến hành theo Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4). *Bản mỏng*: Chất hấp phụ là octadecylsilyl silica gel cho sắc ký lớp mỏng hiệu năng cao (HPTLC silica gel RP-18 là phù hợp).

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
(không có acid erucic) | 9. Dầu hướng dương |
| 5. Dầu đậu tương | 10. Dầu hạnh nhân |
| | 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.

Lấy bản mỏng ra, để yên vài phút cho đến khi màu nâu trên nền bản mỏng biến mất. Phun lên bản mỏng *dung dịch hồ tinh bột (TT)*. Các vết màu xanh xuất hiện, các vết này có thể chuyển thành màu nâu khi để khô và lại chuyển thành màu xanh sau khi phun nước. Quan sát dưới ánh sáng thường. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử luôn xuất hiện các vết với các giá trị R_f khoảng 0,5 (acid oleic) và khoảng 0,65 (acid linoleic), tương ứng với các vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử có thể có vết với giá trị R_f khoảng 0,75 (acid linolenic) nhưng không được có vết có giá trị R_f khoảng 0,25 (acid erucic), tương ứng với vết xuất hiện trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

Phép thử các dầu tạp bằng phương pháp sắc ký khí

Phép thử các dầu tạp được xác định bằng phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2), dựa trên các methyl ester của acid béo có trong dầu béo.

Phương pháp A

Phương pháp này không áp dụng với các dầu béo có chứa acid béo dạng glycerid với các nhóm epoxy-, hydroepoxy-, cyclopropyl hoặc nhóm cyclopropenyl, hoặc các dầu béo có chứa tỷ lệ lớn lượng acid béo có chuỗi carbon nhỏ hơn 8 hay dầu béo có chỉ số acid lớn hơn 2,0.

Dung dịch thử: Trừ các quy định trong chuyên luận riêng, làm khan dầu béo thử trước giai đoạn methyl hóa. Cân 1,0 g chế phẩm vào bình đáy tròn 25 ml có cổ bình thủy tinh nối được với ống sinh hàn hồi lưu, cho vài viên đá bọt vào trong bình. Thêm 10 ml *methanol khan (TT)* và 0,2 ml *dung dịch kali hydroxyd 6 % trong methanol (TT)*. Lắp sinh hàn hồi lưu, cho khí nitơ chạy qua hỗn hợp với tốc độ khoảng 50 ml trong 1 min, lắc và đun sôi. Khi dung dịch trở nên trong suốt (thường sau khoảng 10 min), tiếp tục đun trong 5 min. Làm nguội bình dưới dòng nước và chuyển dung dịch sang bình gạn. Rửa bình bằng 5 ml *heptan (TT)* và chuyển dịch rửa vào bình gạn, lắc. Thêm 10 ml *dung dịch natri clorid 20 % (TT)* và lắc mạnh. Để yên cho tách lớp và chuyển lớp dung môi sang lọ có chứa *natri sulfat khan (TT)*. Để lắng và lọc.

Dung dịch đối chiếu (a): Chuẩn bị 0,50 g hỗn hợp chuẩn với thành phần được mô tả ở một trong các Bảng 12.9 như chỉ dẫn của chuyên luận riêng (nếu chuyên luận riêng không đề cập đến, sử dụng thành phần được mô tả trong Bảng 12.9.1). Hòa tan trong *heptan (TT)* và pha loãng đến 50,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (b): Pha loãng 1 ml dung dịch đối chiếu (a) thành 10,0 ml bằng *heptan (TT)*.

Dung dịch đối chiếu (c): Chuẩn bị 0,50 g hỗn hợp các methyl ester của acid béo⁽¹⁾ có thành phần tương ứng với các acid béo cần xác định của mẫu thử theo quy định của chuyên luận riêng. Hòa tan trong *heptan (TT)* và pha loãng đến 50,0 ml với cùng dung môi. Có thể sử dụng các hỗn hợp methyl ester bán sẵn.

Điều kiện sắc ký:

Cột:

Chất liệu: Silica nung chảy, thủy tinh hoặc thạch anh.

Kích cỡ: Dài 10 m đến 30 m, đường kính 0,2 mm đến 0,8 mm. Pha tinh: *Poly[(cyanopropyl)(methyl)][(phenyl)(methyl)]siloxan* hoặc *macrogol 20.000* (lớp phim dày 0,1 μm đến 0,5 μm) hoặc một số pha tinh thích hợp khác.

Khí mang: *Khí heli dùng cho sắc ký* hoặc *khí hydrogen dùng cho sắc ký*.

Tốc độ dòng: 1,3 ml/min (cho cột có đường kính 0,32 mm).

Tỷ lệ chia dòng: 1 : 100 hoặc ít hơn, tùy thuộc vào đường kính trong của cột sử dụng (1 : 50 khi đường kính cột là 0,32 mm).

Nhiệt độ:

Cột: 160 °C đến 200 °C, tùy thuộc vào chiều dài và loại cột sử dụng (200 °C cho cột dài 30 m và bao bằng lớp *macrogol 20.000*). Nếu cần hoặc theo chỉ dẫn riêng, tăng nhiệt độ của cột với tốc độ 3 °C /min từ 170 °C đến 230 °C (cho cột dùng *macrogol 20.000*).

Buồng tiêm: 250 °C.

Detector: 250 °C.

Phát hiện: Detector ion hóa ngọn lửa.

Thể tích tiêm: 1 μl .

Độ nhạy: Chiều cao của pic chính trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (a) từ 50 % đến 70 % toàn thang đo khi ghi sắc ký đồ.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống khi sử dụng hỗn hợp chuẩn trong các Bảng 12.9.1 hoặc 12.9.3

Độ phân giải: Không dưới 1,8 giữa pic methyl oleat và methyl stearat trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (a).

Tỷ lệ tín hiệu trên nhiễu: Không dưới 5 với pic methyl myristat trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (b).

Số đĩa lý thuyết: Không dưới 30.000 tính theo pic methyl stearat trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (a).

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống khi sử dụng hỗn hợp chuẩn trong Bảng 12.9.2

Độ phân giải: Không dưới 4,0 giữa pic methyl caprylat và methyl caprat trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (a).

Tỷ lệ tín hiệu trên nhiễu: Không dưới 5 với pic methyl caproat trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (b).

Số đĩa lý thuyết: Không dưới 15 000 tính theo pic methyl caprat trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (a).

Đánh giá sắc đồ

Tránh điều kiện thử nghiệm có chiều hướng làm che giấu pic (sự có mặt của các thành phần khác nhau rất ít về thời gian lưu, ví dụ như acid linolenic và acid arachidic).

Phân tích định tính

Xác định các pic trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (c), các pic có thể được xác định bằng đường chuẩn với sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (a) và thông tin ghi ở các Bảng 12.9.1, 12.9.2 và 12.9.3.

a) Sử dụng điều kiện đẳng nhiệt để tính logarit của sự biến đổi thời gian lưu như một hàm của số nguyên tử carbon trong acid béo; định tính các pic dựa trên đường thẳng lập được theo cách trên và giá trị "chiều dài chuỗi carbon tương ứng" của các pic khác nhau. Đường chuẩn của các acid béo no là một đường thẳng. Logarit sự biến đổi thời

gian lưu của các acid béo không no nằm trên đường thẳng này và có vị trí tương ứng với giá trị không nguyên của số nguyên tử carbon được biết từ giá trị tương ứng với chiều dài chuỗi.

b) Sử dụng chương trình nhiệt độ tuyến tính để xác định thời gian lưu dựa trên số nguyên tử carbon của acid béo, định tính bằng cách so sánh với đường chuẩn của hỗn hợp chuẩn.

Phân tích định lượng

Thông thường, sử dụng phương pháp tính phần trăm mà trong đó tổng diện tích của tất cả các pic trên sắc ký đồ ngoại trừ dung môi được tính là 100 %. Hàm lượng của mỗi thành phần được tính dựa trên tỷ lệ của diện tích pic tương ứng so với tổng diện tích của tất cả các pic thu được từ mẫu đem thử. Loại bỏ các pic có diện tích nhỏ hơn 0,05 % so với tổng diện tích pic.

Trong một vài trường hợp như sự có mặt của các acid béo từ 12 nguyên tử carbon trở xuống, hệ số hiệu chỉnh có thể được sử dụng trong các chuyên luận riêng để chuyển đổi diện tích pic thành tỷ lệ phần trăm kl/kl.

Phương pháp B

Phương pháp này không áp dụng với các dầu béo có chứa acid béo dạng glycerid với các nhóm epoxy-, hydroepoxy-, cyclopropyl, nhóm cyclopropenyl, hoặc các dầu béo có chỉ số acid lớn hơn 2,0.

Dung dịch thử:

Lấy 0,100 g chế phẩm cho vào ống ly tâm 10 ml có nắp xoáy. Hòa tan trong 1 ml heptan (TT) và 1 ml dimethyl carbonat (TT), đun nóng nhẹ (50 °C đến 60 °C) và lắc mạnh. Thêm 1 ml dung dịch natri (TT) 1,2 % trong methanol khan (TT) (được pha chế hết sức cẩn thận) khi dung dịch còn ấm, lắc mạnh trong 5 min. Thêm 3 ml nước và lắc mạnh trong 30 s. Ly tâm trong 15 min với tốc độ 1500 r/min. Tiêm 1 µl pha hữu cơ.

Dung dịch đối chiếu và đánh giá sắc đồ: Trừ khi có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng, tiến hành như mô tả ở phương pháp A.

Cột:

Chất liệu: Silica nung chảy.

Kích cỡ: Dài 30 m, đường kính 0,25 mm.

Pha tĩnh: Macrogol 20.000 (lớp phim dày 0,25 µm).

Khí mang: Khí heli dùng cho sắc ký.

Tốc độ dòng: 0,9 ml/min

Tỷ lệ chia dòng: 1 : 100.

Nhiệt độ:

	Thời gian (min)	Nhiệt độ (°C)
Cột	0 - 15	100
	15 - 36	100 → 225
	36 - 61	225
Buồng tiêm		250
Detector		250

Phát hiện: Detector ion hóa ngọn lửa.

Thể tích tiêm: 1 µl.

Phương pháp C

Phương pháp này không áp dụng với các dầu béo có chứa acid béo dạng glycerid với các nhóm epoxy-, hydroepoxy-, aldehyd, keton, cyclopropyl, nhóm cyclo-propenyl, và kết hợp với các đa acid béo không no hay các nhóm acetylenic do các nhóm này bị phá hủy một phần hay toàn bộ.

Dung dịch thử: Hòa tan 0,10 g chế phẩm trong 2 ml dung dịch natri hydroxyd 2 % trong methanol (TT) trong bình nón 25 ml và đun sôi hồi lưu trong 30 min. Thêm 2,0 ml dung dịch boron trifluorid (TT) qua ống sinh hàn và tiếp tục đun sôi trong 30 min. Thêm 4 ml heptan (TT) qua ống sinh hàn và tiếp tục đun sôi trong 5 min. Làm nguội, thêm 10 ml dung dịch natri clorid bão hòa (TT), lắc trong 15 s và thêm tiếp dung dịch natri clorid bão hòa (TT) cho đến khi pha dung môi trên dâng lên đến cổ bình. Lấy 2 ml pha dung môi trên, rửa bằng nước ba lần, mỗi lần 2 ml và làm khan bằng natri sulfat khan (TT).

Dung dịch đối chiếu và đánh giá sắc đồ: Trừ khi có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng, tiến hành như mô tả ở phương pháp A.

Bảng 12.9.1 - Hỗn hợp chuẩn để lập đường chuẩn⁽²⁾

Thành phần hỗn hợp	Tỷ lệ thành phần (phần trăm kl/kl)		
	Tương ứng với chiều dài chuỗi ⁽³⁾	Đẳng nhiệt	Chương trình nhiệt độ tuyến tính
Methyl laurat	12,0	5	10
Methyl myristat	14,0	5	15
Methyl palmitat	16,0	10	15
Methyl stearat	18,0	20	20
Methyl arachidat	20,0	40	20
Methyl oleat	18,3	20	20

Bảng 12.9.2 - Hỗn hợp chuẩn để lập đường chuẩn⁽²⁾

Thành phần hỗn hợp	Tỷ lệ thành phần (phần trăm kl/kl)		
	Tương ứng với chiều dài chuỗi ⁽³⁾	Đẳng nhiệt	Chương trình nhiệt độ tuyến tính
Methyl caproat	6,0	5	10
Methyl caprylat	8,0	5	35
Methyl caprat	10,0	10	35
Methyl laurat	12,0	20	10
Methyl myristat	14,0	40	10

Bảng 12.9.3 - Hỗn hợp chuẩn để lập đường chuẩn⁽²⁾

Thành phần hỗn hợp	Tỷ lệ thành phần (phần trăm kl/kl)		
	Tương ứng với chiều dài chuỗi ⁽³⁾	Đẳng nhiệt	Chương trình nhiệt độ tuyến tính
Methyl myristat	14,0	5	15
Methyl palmitat	16,0	10	15
Methyl stearat	18,0	15	20
Methyl arachidat	20,0	20	15
Methyl oleat	18,3	20	15
Methyl eicosenoat	20,2	10	10
Methyl behenat	22,0	10	5
Methyl lignocerot	24,0	10	5

(1): Methyl ester của acid béo phải đạt quy định về chất chuẩn của Dược điển Việt Nam.

(2): Áp dụng cho hệ thống sắc ký khí với cột mao quản và buồng tiêm chia dòng, các thành phần có mạch dài nhất của hỗn hợp mẫu thử cần được thêm vào hỗn hợp chuẩn khi tiến hành phân tích định lượng sử dụng đường chuẩn.

(3): Giá trị được tính dựa trên đường chuẩn với cột macrogol 20.000.

12.10 XÁC ĐỊNH CÁC CHẤT CHIẾT ĐƯỢC TRONG ĐƯỢC LIỆU

Phương pháp xác định các chất chiết được bằng nước

Phương pháp chiết lạnh: Nếu không có chỉ dẫn đặc biệt trong chuyên luận riêng, cân chính xác khoảng 4,000 g bột dược liệu có cỡ bột nửa thô cho vào trong bình nón 250 ml đến 300 ml. Thêm chính xác 100,0 ml nước, đậy kín, ngâm lạnh (ngâm ở nhiệt độ phòng), thỉnh thoảng lắc trong 6 h đầu, sau đó để yên 18 h. Lọc qua phễu lọc khô vào một bình hứng khô thích hợp. Lấy chính xác 20 ml dịch lọc cho vào một cốc thủy tinh đã cân bì trước, cô trong cách thủy đến gần khô. Sấy cân ở 105 °C trong 3 h, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm 30 min, cân nhanh để xác định khối lượng cân sau khi sấy, tính phần trăm lượng chất chiết được bằng nước theo dược liệu khô.

Phương pháp chiết nóng: Nếu không có chỉ dẫn đặc biệt trong chuyên luận riêng, cân chính xác khoảng 2,000 g đến 4,000 g bột dược liệu có cỡ bột nửa thô cho vào bình nón 100 ml hoặc 250 ml. Thêm chính xác 50,0 ml hoặc 100,0 ml nước, đậy kín, cân xác định khối lượng, để yên 1 h, sau đó đun sôi nhẹ dưới hồi lưu 1 h, để nguội, lấy bình nón ra, đậy kín, cân để xác định lại khối lượng, dùng nước để bổ sung phần khối lượng bị giảm, lọc qua phễu lọc khô vào một bình hứng khô thích hợp. Lấy chính xác 25 ml dịch lọc vào cốc thủy tinh đã cân bì trước, cô trong cách thủy đến gần khô, cân thu được sấy ở 105 °C trong 3 h, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm 30 min, cân nhanh để xác định khối lượng cân. Tính phần trăm lượng chất chiết được bằng nước theo dược liệu khô.

Phương pháp xác định các chất chiết được bằng ethanol hoặc methanol

Dùng các phương pháp tương tự như phương pháp xác định các chất chiết được bằng nước. Tuy theo chỉ dẫn trong chuyên luận riêng mà dùng ethanol hoặc methanol có nồng độ thích hợp để thay nước làm dung môi chiết. Với phương pháp chiết nóng thì nên đun trong cách thủy nếu dung môi chiết có độ sôi thấp.

12.11 XÁC ĐỊNH TẠP CHẤT LẪN TRONG ĐƯỢC LIỆU

Tạp chất lẫn trong dược liệu bao gồm tất cả các thành phần ngoài quy định của dược liệu đó như: Đất, đá, rơm rạ, cây cỏ khác, các bộ phận khác của cây không quy định làm dược liệu, dược liệu bị hư hỏng, dược liệu bị biến màu (quy định trong chuyên luận riêng), xác côn trùng,...

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử nghiệm

Dược liệu khô

Lấy mẫu để kiểm tra theo hướng dẫn tại Phụ lục 12.1 và quy định hiện hành.

Chuẩn bị mẫu thử nghiệm: trừ khi quy định trong chuyên luận riêng, cân một lượng mẫu để thử như sau:

Dược liệu thái thành phiến: 50 g.

Dược liệu chưa thái phiến (dược liệu thô):

– Hạt và quả rất nhỏ (như hạt mã đề): 10 g.

– Lá, hoa, quả, hạt và vỏ quả: 100 g đến 250 g.

– Rễ, thân rễ, vỏ (thân, cành, rễ), phần toàn thân trên mặt đất: 250 g đến 500 g.

Dược liệu tươi

– Mẫu thử nghiệm là toàn bộ lô.

– Nếu không thể thực hiện được trên toàn bộ lô thì thực hiện lấy mẫu kiểm tra theo hướng dẫn tại Phụ lục 12.1 và quy định hiện hành. Nếu mẫu kiểm tra trên 1 kg thì chuẩn bị mẫu thử nghiệm có khối lượng 500 g đến 1000 g.

Cách xác định

– Dùng màng lọc mẫu thử nghiệm đã cân thành một lớp mỏng, quan sát bằng mắt thường hoặc kính lúp có độ phóng đại 6 lần (lens 6x), khi cần có thể dùng rây để phân tách tạp chất và dược liệu. Nếu tạp chất rất giống với dược liệu (thuốc), có thể phải làm các phản ứng định tính hóa học, phương pháp vật lý hoặc dùng kính hiển vi để phát hiện tạp chất. Tỷ lệ tạp chất được tính bao gồm cả các tạp chất được phát hiện bằng phương pháp này.

– Cắt các dược liệu có kích thước lớn như củ, thân rễ,... để kiểm tra sự có mặt của côn trùng, sâu mọt, mốc meo và đánh giá sự hư hỏng của dược liệu.

– Cân phần tạp chất và tính phần trăm (X) như sau:

$$X(\%) = a/p \times 100$$

Trong đó:

a là khối lượng tạp chất tính bằng gam.

p là khối lượng mẫu thử tính bằng gam.