

**Xác định bột da tan trong nước**

Lấy chính xác 100 ml nước cất, thêm 6 g bột da khô. Lắc đều trong 15 min và lọc. Lấy chính xác 25 ml dịch lọc bốc hơi đến khô, sấy cân ở 105 °C trong 3 h. Để nguội trong bình hút ẩm chứa silica gel. Cân, được khối lượng T<sub>0</sub> (g). Hàm lượng phần trăm (X %) taninoid trong dược liệu được tính theo công thức:

$$X(\%) = \frac{(T_1 - T_2 + T_0) \times 10}{a} \times 100$$

Trong đó:

a là khối lượng dược liệu (g).

**Phương pháp 2**

Tiến hành thử nghiệm trong điều kiện tránh ánh sáng.

**Dung dịch chuẩn:** Cân chính xác khoảng 50 mg acid galic chuẩn vào một bình định mức 100 ml màu nâu, thêm nước để hòa tan và vừa đủ đến vạch. Hút chính xác 5 ml dung dịch trên vào bình định mức 50 ml màu nâu, thêm nước vừa đủ, lắc đều (dung dịch có nồng độ acid galic khoảng 0,05 mg/ml).

**Xây dựng đường chuẩn:** Hút chính xác lần lượt 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml dung dịch chuẩn vào các bình định mức 25 ml riêng biệt màu nâu, thêm vào mỗi bình 1 ml thuốc thử phosphomolybdotungstic (TT), sau đó thêm lần lượt 11 ml, 10 ml, 9 ml, 8 ml, 7 ml nước vào các bình tương ứng, thêm dung dịch natri carbonat 29 % (TT) đến vạch, lắc đều, để yên 30 min. Đo độ hấp thụ của các dung dịch thu được ở 760 nm (Phụ lục 4.1), chuẩn bị song song một mẫu trắng. Xây dựng đường chuẩn với độ hấp thụ là trục tung và nồng độ dung dịch là trục hoành.

**Dung dịch thử:** Cân chính xác một lượng bột dược liệu (theo quy định của chuyên luận riêng) vào bình định mức 250 ml màu nâu, thêm 150 ml nước, để qua đêm, sau đó lắc siêu âm trong 10 min, để nguội, thêm nước vừa đủ, lắc đều, để lắng. Lọc, bỏ 50 ml dịch lọc đầu, hút chính xác 20 ml dịch lọc vào bình định mức 100 ml màu nâu, thêm nước vừa đủ đến vạch, lắc đều.

**Tiến hành**

**Hàm lượng polyphenol toàn phần:** Hút chính xác 2 ml dung dịch thử vào bình định mức 25 ml màu nâu. Thêm 1 ml thuốc thử phosphomolybdotungstic (TT), trộn đều, thêm 10 ml nước, thêm dung dịch natri carbonat 29 % (TT) đến vạch, lắc đều, để yên 30 min, đo độ hấp thụ của dung dịch thu được như phương pháp trên và tính toán hàm lượng polyphenol theo acid galic trong dung dịch thử dựa trên đường chuẩn đã xây dựng.

**Hàm lượng polyphenol không liên kết với casein:** Hút chính xác 25 ml dung dịch thử vào bình nón nút mài 100 ml đã có 0,6 g casein, đậy kín. Đặt bình trong cách thủy ở nhiệt độ 30 °C trong 1 h, lắc đều, để nguội. Lọc, loại bỏ khoảng 5 ml dịch lọc đầu tiên, hút chính xác 2 ml dịch lọc sau cho vào bình định mức 25 ml màu nâu. Thêm 1 ml

thuốc thử phosphomolybdotungstic (TT), trộn đều, thêm 10 ml nước và pha loãng bằng dung dịch natri carbonat 29 % đến vạch, lắc đều, để yên 30 min, đo độ hấp thụ của dung dịch thu được như phương pháp trên và tính toán hàm lượng polyphenol theo acid galic trong dung dịch dựa trên đường chuẩn đã xây dựng.

**Tính kết quả**

Hàm lượng taninoid tính theo acid galic trong dược liệu được tính theo công thức:

Taninoid toàn phần = (Hàm lượng polyphenol toàn phần) - (Hàm lượng polyphenol không liên kết với casein).

**12.7 ĐỊNH LƯỢNG TINH DẦU TRONG DƯỢC LIỆU**

Tinh dầu trong dược liệu được định lượng bằng cách cất kéo hơi nước trong dụng cụ cất như mô tả ở Hình 12.7. Dịch cất được hứng vào một ống chia độ, sử dụng xylen để giữ lại tinh dầu, pha nước được chảy tự động trở lại bình cất.

**Dụng cụ**

Dụng cụ định lượng tinh dầu bao gồm các bộ phận sau:

a) Một bình cầu thủy tinh đáy tròn có cổ ngắn với đường kính trong khoảng 29 mm.

b) Bộ phận ngưng cất (xem hình 12.7) nối kín được với bình cất, được làm từ thủy tinh có hệ số giãn nở thấp, bao gồm các bộ phận sau:

Khóa K' có một lỗ thông khí, nhánh K có một lỗ đường kính khoảng 1 mm trùng khớp với lỗ thông khí, bề mặt cuối của nhánh K là thủy tinh mài có đường kính trong 10 mm.

Bầu hình quả lê J có thể tích 3 ml.

Ống JL chia vạch đến 0,01 ml.

Bầu tròn L có thể tích khoảng 2 ml.

M là một vòi 3 nhánh.

Điểm nối B cao hơn 20 mm so với vạch chia độ trên cùng.

c) Bộ phận đốt nóng có thể điều chỉnh được nhiệt độ.

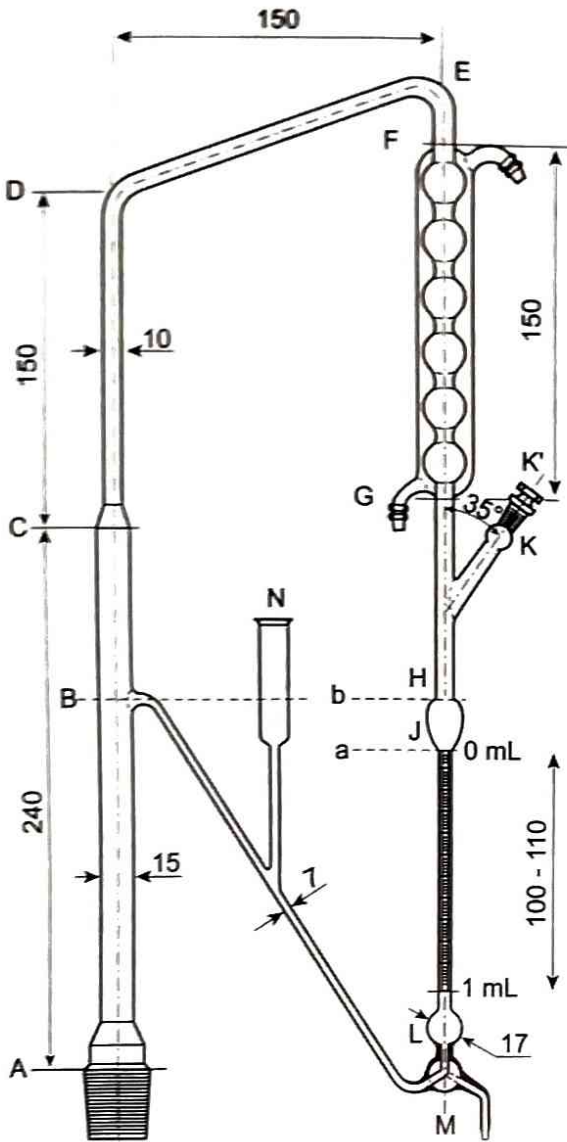
d) Giá đỡ thẳng đứng với vòng đỡ nằm ngang có gắn vật liệu cách điện.

**Tiến hành**

Cho một thể tích dung môi cất theo quy định vào bình cất, thêm vài mảnh đá bọt và lắp bộ ngưng cất vào. Thêm nước qua phễu N tới mức B. Mở khóa K', dùng pipet cho vào 0,5 ml xylen (TT) trừ khi có chỉ dẫn khác (tựa đầu pipet vào phía cuối của nhánh K). Đóng khóa K' sao cho lỗ thông trùng khớp. Đun bình cho đến sôi, sau đó nếu không có chỉ dẫn gì khác thì điều chỉnh tốc độ cất sao cho cất được 2 ml/min đến 3 ml/min.

Xác định tốc độ cất như sau:

Mở vòi 3 nhánh M để hạ mức dịch cất trong ống đến vạch (a) của bầu (J), khóa vòi M lại và xác định thời gian cần thiết để cất được đến vạch (b).



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**

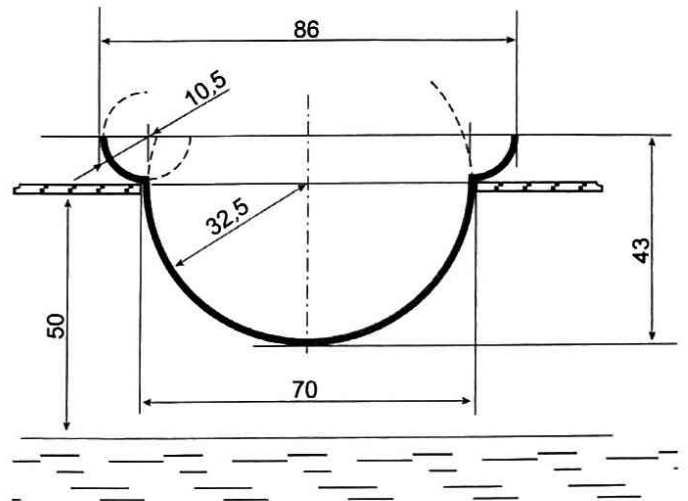
Cẩn sau khi bay hơi là phần trăm khối lượng của tinh dầu còn lại sau khi bay hơi trên cách thủy ở điều kiện như sau:

**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 ± 0,2) °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.