

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 11421:2016**

Xuất bản lần 1

**TINH DẦU CHANH TÂY [CITRUS LIMON (L.) BURM.F.],  
THU ĐƯỢC BẰNG PHƯƠNG PHÁP ÉP**

*Oil of lemon [citrus limon (l.) burm.f.] obtained by expression*

**HÀ NỘI - 2016**

**Lời nói đầu**

TCVN 11421:2016 được xây dựng trên cơ sở tham khảo ISO 855:2003;

TCVN 11421:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F2 *Dầu mỡ động vật và thực vật* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## **Tinh dầu chanh tây (*Citrus limon* (L.) Burm. f.), thu được bằng phương pháp ép**

*Oil of lemon [Citrus limon (L.) Burm.f.], obtained by expression*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định các đặc tính của tinh dầu chanh tây [*Citrus limon* (L.) Burm. f.] thu được bằng phương pháp ép.

### **2 Tài liệu viện dẫn**

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 8442 (ISO 212) *Tinh dầu – Lấy mẫu.*

TCVN 8444 (ISO 279) *Tinh dầu – Xác định tỷ trọng tương đối ở 20 °C – Phương pháp chuẩn.*

TCVN 8445 (ISO 280) *Tinh dầu – Xác định chỉ số khúc xạ.*

TCVN 8446 (ISO 592) *Tinh dầu – Xác định độ quay cực.*

TCVN 8449 (ISO 875) *Tinh dầu – Đánh giá khả năng hòa trộn trong etanol.*

TCVN 8450 (ISO 1242) *Tinh dầu – Xác định trị số axit.*

TCVN 8455 (ISO 1271) *Tinh dầu – Xác định trị số carbonyl – Phương pháp hydroxylamin tự do.*

TCVN 8448 (ISO 4715) *Tinh dầu – Xác định phần còn lại sau khi bay hơi.*

TCVN 9650 (ISO/TS 210) *Tinh dầu – Nguyên tắc chung về bao gói, điều kiện đóng gói và bảo quản.*

TCVN 9651 (ISO/TS 211) *Tinh dầu – Nguyên tắc chung về ghi nhãn và đóng dấu bao bì.*

## TCVN 11421:2016

TCVN 9655-1 (ISO 11024-1) *Tinh dầu – Hướng dẫn chung về mẫu sắc đồ – Phần 1: Chuẩn bị mẫu sắc đồ của các chất chuẩn.*

TCVN 9655-2 (ISO 11024-2) *Tinh dầu – Hướng dẫn chung về mẫu sắc đồ – Phần 2: Sử dụng sắc kí đồ cho mẫu tinh dầu.*

ISO 4735 *Oils of Citrus – Determination of CD value by ultraviolet spectrometric analysis (Tinh dầu của quả có múi – Xác định trị số CD bằng phân tích đo phổ tử ngoại).*

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng thuật ngữ và định nghĩa sau:

#### 3.1

**Tinh dầu chanh tây** (oil of lemon)

Tinh dầu thu được bằng phương pháp ép quả chanh tây tươi *Citrus limon* (L.) Burm. f., thuộc họ Rutaceae, có hoặc không có quá trình tách thịt quả và vỏ quả trước, không có sự tác động của nhiệt.

CHÚ THÍCH: Xem TCVN 9657 (ISO/TR 21092) *Tinh dầu – Mã số đặc trưng*, về thông tin đối với chỉ số CAS.

### 4 Yêu cầu

#### 4.1 Trạng thái

Dịch lỏng trong suốt, linh động, ở nhiệt độ thấp có thể bị đục.

#### 4.2 Màu sắc

Từ vàng nhạt đến xanh lá cây đậm.

#### 4.3 Mùi

Mùi đặc trưng của vỏ quả chanh tây tươi.

#### 4.4 Tỷ trọng tương đối ở 20 °C, $d_{20}^{20}$

Tối thiểu: 0,849

Tối đa: 0,858

#### 4.5 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C

Tối thiểu: 1,473 0

Tối đa: 1,479 0

**4.6 Độ quay cực ở 20 °C**

Trong khoảng từ + 57° đến + 78°.

**4.7 Phần còn lại sau khi bay hơi**

Tối thiểu: 1,50

Tối đa: 4,00

**4.8 Trị số axit**

Tối đa: 2

**4.9 Trị số carbonyl**

Tối thiểu: 6,0

Tối đa: 17,0

**4.10 Trị số CD**

Tối thiểu: 0,20

Tối đa: 0,96

**4.11 Dữ liệu sắc ký đồ**

Thực hiện phân tích tinh dầu bằng sắc ký khí. Trong sắc ký đồ thu được, các thành phần đặc trưng và đại diện phải được nhận dạng. Thông tin về dữ liệu sắc ký đồ được nêu trong Phụ lục A.

**4.12 Điểm chớp cháy**

Thông tin về điểm chớp cháy được nêu trong Phụ lục C.

**5 Lấy mẫu**

Theo TCVN 8442 (ISO 212).

Thể tích tối thiểu của mẫu thử: 25 ml.

CHÚ THÍCH: Thể tích này đủ cho mỗi phép thử qui định trong tiêu chuẩn này được thực hiện ít nhất một lần.

**TCVN 11421:2016**

## **6 Phương pháp thử**

### **6.1 Tỷ trọng tương đối ở 20 °C, $d_{20}^{20}$**

Theo TCVN 8444 (ISO 279).

### **6.2 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C**

Theo TCVN 8445 (ISO 280).

### **6.3 Độ quay cực ở 20 °C**

Theo TCVN 8446 (ISO 592).

### **6.4 Phần còn lại sau khi bay hơi**

Theo TCVN 8448 (ISO 4715).

Phần mẫu thử: 5 g

Thời gian bay hơi: 5 h.

### **6.5 Trị số axit**

Theo TCVN 8450 (ISO 1242).

Phần mẫu thử: 2 g.

### **6.6 Trị số carbonyl**

Theo TCVN 8455 (ISO 1271).

Phần mẫu thử: 10 g

Thời gian để yên: 15 min

Khối lượng phân tử tương đối: 152,23.

### **6.7 Trị số CD**

Theo ISO 4735.

Điểm B: khoảng 285 nm.

Giá trị tối đa (điểm D): khoảng 315 nm.

Điểm A: khoảng 365 nm.

Pha loãng 0,25 g tinh dầu trong 100 ml etanol 95 % (phần thể tích).

#### **6.8 Dữ liệu sắc ký đồ**

Theo TCVN 9655-1 (ISO 11024-1) và TCVN 9655-2 (ISO 11024-2).

### **7 Bao gói, ghi nhãn, đóng nhãn và bảo quản**

Theo TCVN 9650 (ISO/TS 210) và TCVN 9651 (ISO/TS 211).

## Phụ lục A

(Tham khảo)

## Ví dụ về dữ liệu sắc ký đồ

Tỷ lệ của các thành phần đặc trưng và đại diện của tinh dầu chanh tây thu được trên sắc ký đồ như trong Bảng A.1. Các thành phần này tạo nên dữ liệu sắc ký đồ của tinh dầu.

Bảng A.1 – Dữ liệu sắc ký đồ

Giá trị tính bằng phần trăm

Thành phần	Loại tinh dầu chanh tây Mỹ				Loại tinh dầu chanh tây Địa Trung Hải				Loại tinh dầu chanh tây Xích Đạo	
	Vùng bờ biển		Vùng sa mạc		Tây Ban Nha		Italia		Bờ Biển Ngà, Brazil	
	Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa
$\alpha$ -Thujen	0,2	0,5	0,2	0,5	0,2	0,5	0,2	0,5	0,2	0,5
$\alpha$ -Pinen	1,5	2,5	1,4	2,5	1,5	3,0	1,5	3,0	1,4	3,0
Sabinen	1,5	2,5	1,3	2,5	1,5	3,0	1,5	3,0	1,4	3,0
$\beta$ -Pinen	9,0	14,0	10,0	13,0	10,0	16,5	10,0	16,5	7,0	16,0
$\rho$ -Cymen	0,05	0,35	0,01	0,35	Vết	0,40	0,05	0,35	0,05	0,35
Limonen <sup>a</sup>	63,0	70,0	70,0	80,0	60,0	70,0	60,0	68,0	59,0	75,0
$\gamma$ -Terpinen	8,3	9,5	6,5	8,0	8,0	12,0	8,0	12,0	6,0	12,0
$\alpha$ -Terpineol	0,10	0,25	0,06	0,15	0,09	0,35	0,10	0,30	0,00	0,40
Neral	0,6	0,9	0,3	0,6	0,4	1,0	0,6	1,2	0,2	1,2
Geranial	1,0	2,0	0,5	0,9	0,6	2,0	0,8	2,0	0,5	2,0
$\beta$ -Bisabolen	0,45	0,9	0,40	0,7	0,45	0,9	0,45	0,9	0,20	0,9
Neryl axetat	0,35	0,60	0,30	0,50	0,30	0,60	0,20	0,50	0,10	0,50
Geranyl axetat	0,20	0,50	0,10	0,30	0,20	0,65	0,30	0,65	Vết	0,30

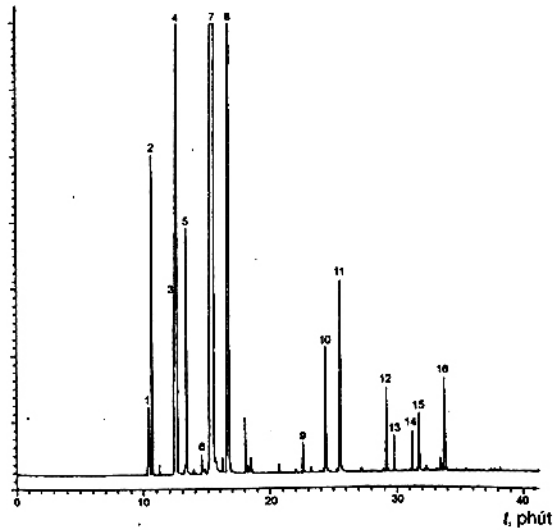
CHÚ THÍCH: Sắc ký đồ chuẩn có thể khác với sắc ký đồ điển hình nêu trong Phụ lục B.

<sup>a</sup> Thành phần này được coi là D-limonen hoàn chỉnh không phụ thuộc vào phép phân tích hóa học và vật lý.



**Phụ lục B**  
(Tham khảo)

**Sắc ký đồ điện hình của tinh dầu chanh tây [Citrus limon (L.) Burm. f.]  
được phân tích bằng sắc ký khí**

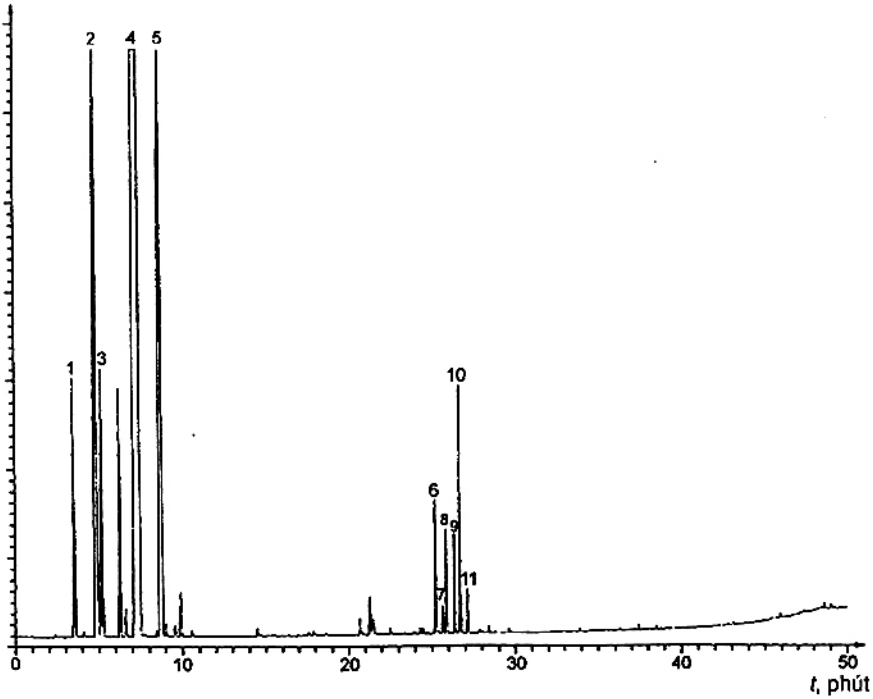
**Nhận diện pic**

- 1  $\alpha$ -Thujen
- 2  $\alpha$ -Pinen
- 3 Sabinen
- 4  $\beta$ -Pinen
- 5 Myrcen
- 6  $p$ -Cymen
- 7 Limonen
- 8  $\gamma$ -Terpinen
- 9  $\alpha$ -Terpineol
- 10 Neral
- 11 Geranial
- 12 Neryl axetat
- 13 Geranyl axetat
- 14  $\beta$ -Caryophyllen
- 15  $\alpha$ -Bergamoten
- 16  $\beta$ -Bisabolen

**Điều kiện tiến hành**

- Cột: mao dẫn silica nóng chảy, chiều dài 30 m, đường kính trong 0,25 mm  
 Pha tĩnh: poly(dimetylsiloxan) (DB-1<sup>®</sup>)  
 Độ dày màng: 0,25  $\mu$ m  
 Nhiệt độ lò: nhiệt độ chương trình tăng từ 75 °C đến 100 °C với tốc độ 5 °C/min và tăng từ 100 °C đến 220 °C với tốc độ 6 °C/min.  
 Nhiệt độ bơm: 230 °C  
 Nhiệt độ detector: 260 °C  
 Detector: ion hoá ngọn lửa  
 Khí mang: heli  
 Thể tích bơm: 0,2  $\mu$ l  
 Tốc độ dòng khí mang: 1 ml/min  
 Tỷ lệ chia dòng: 100/1

**Hình A.1 – Sắc ký đồ điện hình thu được trên cột không phân cực**



Nhận diện pic	Điều kiện tiến hành
1 $\alpha$ -Pinen	Cột: mao dẫn silica nóng chảy, chiều dài 30 m, đường kính trong 0,25 mm
2 $\beta$ -Pinen	Pha tĩnh: poly(etylen glycol) (Carbowax 20 M <sup>®</sup> )
3 Sabinen	Độ dày màng: 0,25 $\mu$ m
4 Limonen	Nhiệt độ lò: nhiệt độ chương trình tăng từ 75 °C đến 100 °C với tốc độ 5 °C/min và tăng từ 100 °C đến 220 °C với tốc độ 6 °C/min.
5 $\gamma$ -Terpinen	Nhiệt độ bơm: 230 °C
6 Neral	Nhiệt độ detector: 260 °C
7 $\alpha$ -Terpineol	Detector: ion hoá ngọn lửa
8 $\beta$ -Bisabolen	Khí mang: heli
9 Neryl axetat	Thể tích bơm: 0,2 $\mu$ l
10 Geranial	Tốc độ dòng khí mang: 1 ml/min
11 Geranyl axetat	Tỷ lệ chia dòng: 100/1

Hình A.2 – Sắc ký đồ điển hình thu được trên cột phân cực

## Phụ lục C

(Tham khảo)

### Điểm chớp cháy

#### C.1 Thông tin chung

Vi lý do an toàn, các công ty vận chuyển, công ty bảo hiểm, người có trách nhiệm đảm bảo an toàn cần có yêu cầu thông tin về điểm chớp cháy của tinh dầu, trong hầu hết các trường hợp sản phẩm dễ cháy.

Nghiên cứu so sánh về các phương pháp phân tích liên quan [xem TCVN 8459 (ISO/TR 11018)] cho thấy rằng khó có thể đưa ra một phương pháp để chuẩn hoá, vì:

- có sự dao động lớn về các thành phần hoá học của tinh dầu;
- thể tích mẫu cần cho phân tích không đáp ứng được vì giá tinh dầu quá cao.
- có nhiều loại thiết bị khác nhau dùng để xác định, người sử dụng không bắt buộc sử dụng một loại cụ thể.

Thông thường, giá trị trung bình của điểm chớp cháy được đưa ra trong các thông tin ở Phụ lục của từng tiêu chuẩn để đáp ứng các yêu cầu của các bên có liên quan.

Cần phải qui định thiết bị sử dụng để thu được giá trị này.

Thông tin chi tiết, xem TCVN 8459 (ISO/TR 11018).

#### C.2 Điểm chớp cháy của tinh dầu chanh tây

Giá trị trung bình là + 46 °C.

CHÚ THÍCH: Giá trị này thu được bằng thiết bị "Luchoire".

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 6031:2008 (ISO 3519:2005) *Tinh dầu chanh chung cất, loài Mêhicô [Citrus aurantifolia (Christm.) Swingle]*
  - [2] TCVN 8459 (ISO/TR 11018) *Tinh dầu – Hướng dẫn chung về xác định điểm chớp cháy*
  - [3] TCVN 9657 (ISO/TR 21092) *Tinh dầu – Mã số đặc trưng*
  - [4] ISO 7611 *Oils of lemon and petitgrain citronnier, and oil of lime obtained by a mechanical process – Determination of citral (neral + geranial) content – Gas chromatographic method on capillary columns*
  - [5] ISO 8899 *Oil of lemon petitgrain [Citrus limon (L.) Burm. f.]*
-