

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 11423:2016

ISO 3053:2004

Xuất bản lần 1

**TINH DẦU BƯỞI (CITRUS X PARADISI MACFAD.)
THU ĐƯỢC BẰNG PHƯƠNG PHÁP ÉP**

Oil of grapefruit (Citrus x paradisi Macfad.), obtained by expression

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11423:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 3053:2004;

TCVN 11423:2016 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 bưởi (*Citrus x paradisi* Macfad.). thu được bằng phương pháp ép

Oil of grapefruit (Citrus x paradisi Macfad.), obtained by expression

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các đặc tính của tinh dầu bưởi (*Citrus x paradisi* Macfad.) 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 8448 (ISO 4715) *Tinh dầu – Xác định phần còn lại sau khi bay hơi.*

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

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 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.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Tinh dầu bưởi (oil of grapefruit)

Tinh dầu thu được bằng phương pháp ép phần vỏ ngoài của quả bưởi *Citrus x paradisi* Macfad. thuộc họ Rutaceae, không sử dụng nhiệt.

CHÚ THÍCH 1: Các vùng trồng chủ yếu là Mỹ, Israel, Argentina, Síp, Nam Phi và Brazil.

CHÚ THÍCH 2: 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

Dạng lỏng trong suốt, có thể có vết của sáp kết tủa.

4.2 Màu sắc

Màu vàng đến màu cam hồng.

4.3 Mùi

Mùi của quả có mùi tươi, đặc trưng của mùi vỏ bưởi.

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

Tối thiểu: 0,852 0

Tối đa: 0,860 0

4.5 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C

Tối thiểu: 1,474 0

Tối đa: 1,479 0

4.6 Độ quay cực ở 20 °C

Trong khoảng từ + 91° đến + 96°.

4.7 Hàm lượng aldehyd tổng số

Tối thiểu: 0,28 %

Tối đa: 2,00 % tính theo decanal ($M_r = 156,3$).

4.8 Phần còn lại sau khi bay hơi

Tối đa: 10 %

4.9 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 và tỷ lệ của các thành phần này phải như trong Bảng 1. Các thành phần này tạo nên dữ liệu sắc ký đồ của tinh dầu.

Xem TCVN 9653 (ISO 7609).

Bảng 1 – Dữ liệu sắc ký đồ

Thành phần	Tối thiểu %	Tối đa %
α -Pinen	0,2	0,6
Sabinen	0,1	0,6
β -Pinen	0,05	0,2
Myrcen	1,5	2,5
Limonen ^a	92	96
<i>n</i> -Octanal	0,2	0,8
<i>n</i> -Nonanal	0,04	0,1
<i>n</i> -Decanal	0,1	0,6
Neral	0,02	0,04
β -Caryophyllen	0,2	0,5
Nootkaton	0,01	0,8
CHÚ THÍCH: Sắc ký đồ chuẩn có thể khác với sắc ký đồ điển hình nêu trong Phụ lục A và Phụ lục B.		
^a Theo thực tế về loại tinh dầu này và các kết quả của một số phép thử vật lý được tiến hành trong tiêu chuẩn này có thể đảm bảo rằng thành phần này phần lớn là D-limone.		

4.10 Điểm chớp cháy

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

TCVN 11423:2016

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.

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 Hàm lượng aldehyd tổng số

Theo TCVN 8455 (ISO 1271).

Phần mẫu thử: 10 g

Thời gian hồi lưu: 0,5 h.

6.5 Phần còn lại sau khi bay hơi

Theo TCVN 8448 (ISO 4715).

Phần mẫu thử: 3 g

Thời gian bay hơi: 5 h.

6.6 Dữ liệu sắc ký đồ

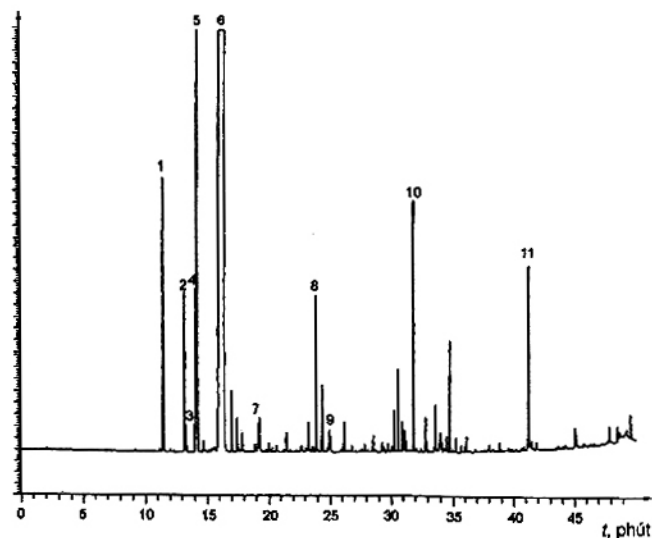
Theo TCVN 9655-1 (ISO 11024-1) và TCVN 9655-2 (ISO 11024-2).

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)

Sắc ký đồ điển hình của tinh dầu bưởi [*Citrus x paradisi* Macfad.] thu được bằng phương pháp ép khí phân tích bằng sắc ký khí

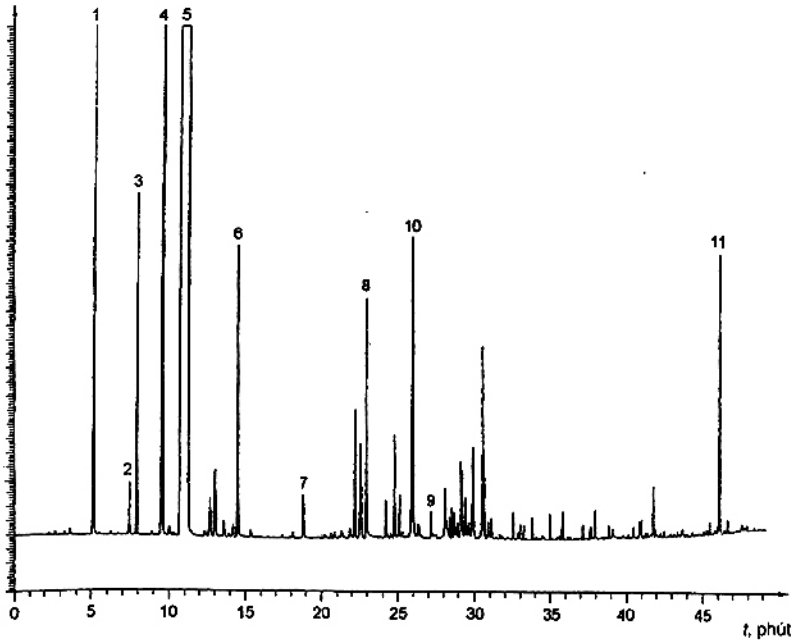
**Nhận diện pic**

- 1 α -Pinen
- 2 β -Pinen
- 3 Sabinen
- 4 *n*-Octanal
- 5 Myrcen
- 6 Limonen
- 7 *n*-Nonanal
- 8 *n*-Decanal
- 9 Neral
- 10 β -Caryophyllen
- 11 Nootkaton

Điều kiện tiến hành

- Cột: mao dẫn, chiều dài 30 m, đường kính trong 0,20 mm
- Pha tĩnh: poly(5 % diphenyl/95 % dimethyl siloxan) (SP-5[®])
- Độ dày màng: 20 μ m
- Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 75 °C trong 5 min, nhiệt độ chương trình tăng từ 75 °C đến 100 °C với tốc độ 5 °C/min, sau đó tăng từ 100 °C đến 220 °C với tốc độ 6 °C/min và đẳng nhiệt ở 220 °C trong 8,5 min
- Nhiệt độ bơm: 230 °C
- Nhiệt độ detector: 260 °C
- Detector: ion hoá ngọn lửa
- Khí mang: heli
- Tốc độ dòng khí mang: 22 ml/min
- Thể tích bơm: 1 μ l
- Tỷ lệ chia dòng: 1/100

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

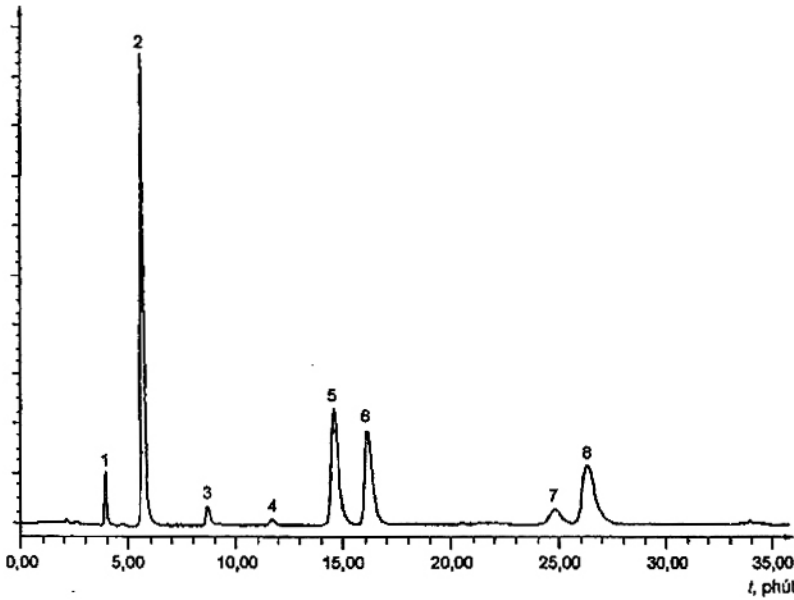
**Nhận diện pic****Điều kiện tiến hành**

1 α -Pinen	Cột: mao dẫn, chiều dài 30 m, đường kính trong 0,20 mm
2 Sabinen	Pha tĩnh: poly(etylen glycol) (Carbowax [®])
3 β -Pinen	Độ dày màng: 20 μ m
4 Myrcen	Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 75 °C trong 5 min, sau đó nhiệt độ chương trình tăng từ 75 °C đến
5 Limonen	100 °C ở tốc độ 5 °C/min, sau đó tăng từ 100 °C đến 220 °C ở tốc độ 6 °C/min và đẳng
6 <i>n</i> -Octanal	nhiệt ở 220 °C trong 8,5 min
7 <i>n</i> -Nonanal	Nhiệt độ bơm: 230 °C
8 <i>n</i> -Decanal	Nhiệt độ detector: 260 °C
9 Neral	Detector: ion hoá ngọn lửa
10 β -Caryophyllen	Khí mang: heli
11 Nootkaton	Tốc độ dòng khí mang: 22 ml/min
	Thể tích bơm: 1 μ l
	Tỷ lệ chia dòng: 1/100

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

Phụ lục B
(Tham khảo)

Sắc ký đồ điển hình của tinh dầu bưởi [*Citrus x paradisi* Macfad.] thu được bằng phương pháp ép khi phân tích bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC)

**Nhận diện pic**

- 1 Bergamottin
- 2 Aurapten
- 3 Osthol
- 4 Bergapten
- 5 Epoxybergamonttin
- 6 Epoxyaurapten
- 7 Isomeranzin
- 8 Meranzin

Điều kiện tiến hành

Cột: silica liên kết C 18 (Sherisorb 5 ODS[®] hoặc tương đương¹⁾)

Dung môi:

A: nước/axit axetic (98 %/2 %)

B: axetonitril

Tốc độ dòng: 1,5 ml/min

Thể tích bơm: 5,0 µl

Detector UV: bước sóng 280 nm từ $t = 0$ min đến $t = 20$ min và sau đó tăng

bước sóng đến 313 nm cho đến khi kết thúc

Hình B.1 – Sắc ký đồ điển hình của phép phân tích bằng HPLC

¹⁾ Sherisorb 5 ODS là ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng và không ản định phải sử dụng sản phẩm này.

Phụ lục C
(Tham khảo)

Điểm chớp cháy

C.1 Thông tin chung

Vì 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 bưởi

Giá trị trung bình là + 43 °C.

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

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 8459 (ISO/TR 11018) *Tinh dầu – Hướng dẫn chung về xác định điểm chớp cháy*
 - [2] TCVN 9657 (ISO/TR 21092) *Tinh dầu – Mã số đặc trưng.*
-