

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9655-2:2013  
ISO 11024:1998**

**TINH DẦU – HƯỚNG DẪN CHUNG VỀ MẪU SẮC ĐỘ  
PHẦN 2: SỬ DỤNG SẮC ĐỘ CỦA MẪU TINH DẦU**

*Essential oils – General guidance on chromatographic profiles –  
Part 2: Utilization of chromatographic profiles of samples of essential oils*

**Hà Nội - 2013**

## Lời nói đầu

TCVN 9655-2:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 11024-2:1998;

TCVN 9655-2:2013 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;

Bộ tiêu chuẩn TCVN 9655 (ISO 11024), *Tinh dầu – Hướng dẫn chung về mẫu sắc đồ* gồm các phần sau đây:

- TCVN 9655-1:2013 (ISO 11024-1:1998), *Tinh dầu – Hướng dẫn chung về mẫu sắc đồ – Phần 1 – Chuẩn bị mẫu sắc đồ của các chất chuẩn*;
- TCVN 9655-2:2013 (ISO 11024-2:1998), *Tinh dầu – Hướng dẫn chung về mẫu sắc đồ – Phần 2 – Sử dụng sắc đồ của mẫu tinh dầu*.

## Tinh dầu – Hướng dẫn chung về mẫu sắc đồ –

### Phần 2: Sử dụng sắc đồ của mẫu tinh dầu

*Essential oils – General guidance on chromatographic profiles –*

*Part 2: Utilization of chromatographic profiles of samples of essential oils*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đưa ra các hướng dẫn chung về phép xác định sự phù hợp của mẫu sắc đồ của tinh dầu cần kiểm tra với mẫu sắc đồ đối chứng của tinh dầu.

CHÚ THÍCH Tham khảo TCVN 9655-1 (11024-1)<sup>1)</sup>.

#### 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 8443 (ISO 356) *Tinh dầu – Chuẩn bị mẫu thử.*

TCVN 9653 (ISO 7609), *Tinh dầu – Phân tích bằng sắc ký khí trên cột mao quản – Phương pháp chung.*

#### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

##### 3.1

**Thành phần đại diện (representative components)**

Thành phần có mặt trong tất cả các mẫu tinh dầu, là một trong những thành phần chính hoặc thành phần phụ.

VÍ DỤ Geranyl format, isomenthon, citronnellal, geranola, .v.v. có trong tinh dầu phong lữ.

<sup>1)</sup> 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 9655-2:2013

### 3.2

#### **Thành phần đặc trưng (characteristic components)**

Một hoặc nhiều thành phần đại diện, có nồng độ đặc trưng cho một loại tinh dầu nhất định.

CHÚ THÍCH Nồng độ có thể bằng 0.

VÍ DỤ

Guala-6,9-dien có mặt ở dạng vết trong tinh dầu phong lữ có nguồn gốc châu Phi và có mặt ở nồng độ cao hơn trong tinh dầu phong lữ có nguồn gốc Bourbon.

10-Epi-gamma-eudesmol không có trong tinh dầu phong lữ nguồn gốc Bourbon và có mặt trong tinh dầu phong lữ nguồn gốc châu Phi.

Camphor có mặt với lượng nhỏ hơn 0,5 % trong dầu oải hương.

### 3.3

#### **Sắc đồ điển hình (typical chromatogram)**

Đồ thị đại diện thu được bằng cách bơm mẫu tinh dầu đại diện cho sản phẩm cần xác định vào máy sắc ký trong các điều kiện vận hành quy định.

CHÚ THÍCH Sắc đồ này chỉ để tham khảo.

### 3.4

#### **Mẫu sắc đồ (chromatographic profile)**

Danh mục các thành phần được chọn trong các thành phần đại diện và thành phần đặc trưng của tinh dầu, kèm theo từng giới hạn nồng độ và các tỷ lệ giữa các nồng độ đó, nếu có thể.

## 4 Nguyên tắc

Mẫu tinh dầu được phân tích bằng sắc ký khí trên cột mao quản.

Các pic được coi là đại diện và đặc trưng cho tinh dầu được định vị trên sắc đồ thu được. Các pic này được so sánh với các pic nêu trong "Mẫu sắc đồ" của chất chuẩn đặc trưng cho tinh dầu cần xác định.

Sử dụng các kết quả thu được trực tiếp từ hệ thống phân tích dữ liệu, so sánh nồng độ tối thiểu và tối đa (hoặc tỷ lệ nồng độ) của các thành phần đại diện và đặc trưng được đánh giá với các giới hạn quy định trong "Mẫu sắc đồ" của tinh dầu chuẩn đặc trưng cho tinh dầu cần xác định.

## 5 Dung dịch chuẩn thích hợp

Theo các khuyến cáo của TCVN 9653 (ISO 7609) thì chuẩn bị dung dịch chuẩn thích hợp bằng cách trộn chất đối chứng, tương ứng với các thành phần đại diện và đặc trưng quy định trong "Mẫu sắc đồ"

của chất chuẩn liên quan đến tinh dầu cần xác định, với 1 ml hexan.

Đảm bảo chất chuẩn có độ tinh khiết dùng cho phép sắc ký.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Máy sắc ký khí, được trang bị bộ bơm mẫu chia dòng có cột mao quản.

6.2 Detector ion hóa ngọn lửa.

6.3 Hệ thống xử lý dữ liệu (máy tích phân, máy tính v.v..) phù hợp với hệ thống nêu trong TCVN 9653 (ISO 7609).

Kiểm tra hiệu năng của thiết bị, dụng cụ bằng phép thử nêu trong Điều 7.

## 7 Hiệu năng của thiết bị

### 7.1 Yêu cầu chung

Cài đặt thiết bị gồm máy sắc ký và hệ thống xử lý dữ liệu (6.3) sao cho thu được độ phân giải chính xác và độ phân giải tổng số của tất cả các thành phần bay hơi của tinh dầu, mẫu sắc đồ thu được bằng hỗn hợp thử xác định được trong Bảng 1, phù hợp với mẫu sắc đồ xác định được bằng phép thử liên phòng thử nghiệm (xem Bảng 2).

### 7.2 Chuẩn bị và thành phần của hỗn hợp thử chuẩn

Chuẩn bị hỗn hợp thử chuẩn như mô tả trong Bảng 1.

**Bảng 1 – Thành phần của hỗn hợp thử chuẩn**

Tên hóa học	CAS <sup>a</sup>	EINECS <sup>b</sup>	Độ tinh khiết tối thiểu	Phần khối lượng %
<i>n</i> -Hexanol	111-27-3	203-852-3	99 %	0,80
$\alpha$ -Pinen	7785-70-8	232-087-8	99 %	5,00
1,8-Cineole (eucalyptol)	470-82-6	207-431-5	99,5 %	50,00
Linalol	78-70-6	201-134-4	99 %	10,00
<i>n</i> -Decanal <sup>c</sup>	112-31-2	203-957-4	98%	0,20
Linalyl axetat	115-95-7	204-116-4	99 %	25,00
Eugenol	97-53-0	202-589-1	99 %	3,00
$\beta$ -Caryophyllen	87-44-5	201-746-1	99 %	5,00
Benzyl salicylat	118-58-1	204-262-9	99 %	1,00

<sup>a</sup> Số đăng ký CAS (Chemical abstract service registration No).  
<sup>b</sup> Số đăng ký của châu Âu về các chất hóa học có sẵn trong thương mại.  
<sup>c</sup> Mới được chưng cất và/hoặc được ổn định bằng hóa chất.

## TCVN 9655-2:2013

Kiểm tra độ tinh khiết của từng thành phần bằng sắc ký khí và bằng phương pháp phân tích lý-hóa thông thường.

Bảo quản hỗn hợp trong chai kín, tránh ánh sáng và ở nhiệt độ trong khoảng từ  $-5^{\circ}\text{C}$  đến  $+5^{\circ}\text{C}$ . Khi hỗn hợp thử này được bảo quản trong điều kiện trên thì có thể bền ít nhất một năm.

### 7.3 Cách tiến hành

Tiến hành phân tích sắc ký trên hỗn hợp thử bằng cách bơm tinh dầu thử nghiệm trong các điều kiện thao tác thông thường trong phòng thử nghiệm.

### 7.4 Kết quả

Các kết quả thu được trực tiếp từ hệ thống phân tích dữ liệu.

Dữ liệu thu được, biểu thị bằng phần trăm diện tích, phải nằm trong giới hạn quy định trong Bảng 2.

**Bảng 2 – Mẫu sắc đồ của hỗn hợp thử chuẩn**

Tên hóa học	Tối thiểu %	Tối đa %
<i>n</i> -Hexanol	0,65	0,75
$\alpha$ -Pinen	5,85	6,25
1,8-Cineole (eucalyptol)	49,0	50,5
Linalool	10,10	10,50
<i>n</i> -Decanal	0,15	0,20
Linalyl axetat	22,80	23,50
Eugenol	2,50	2,75
$\beta$ -Caryophyllen	5,85	6,30
Benzyl salixylat	0,75	0,95
Tỷ lệ <i>n</i> -Hexanol/benzyl salixylat	0,75	0,95

Đối với pic của *n*-decanal, tỷ lệ tín hiệu - nhiễu phải lớn hơn 100. Tỷ lệ này có thể tính được như sau:

- tín hiệu là chiều cao pic của decanal;
- độ nhiễu là một nửa chênh lệch giữa giá trị tín hiệu tối đa và tối thiểu khi pic không xuất hiện trong 30 s.

## 8 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử phù hợp với phương pháp quy định trong TCVN 8443 (ISO 356).

## 9 Xác định vị trí của các thành phần đại diện và đặc trưng

Xác định vị trí của pic tinh dầu cần nghiên cứu trên sắc đồ, các pic này tương ứng với các thành phần đại diện và đặc trưng trên mẫu sắc đồ chuẩn.

Có thể tiến hành theo các cách khác nhau, ví dụ, sử dụng một hoặc nhiều phương pháp sau:

- so sánh với sắc đồ điển hình thu được bằng cột sắc ký có cùng thành phần.
- sử dụng các phương pháp thêm chuẩn;
- sử dụng chỉ số lưu giữ;
- ghép nối với detector phổ khối lượng.

Ngoài ra, sử dụng dung dịch chuẩn thích hợp như sau:

Bom dung dịch chuẩn thích hợp. Thu được sắc đồ A. Nhận biết các pic thu được theo thứ tự rửa giải và diện tích của chúng tương ứng với nồng độ được sử dụng để chuẩn bị dung dịch chuẩn thích hợp.

CHÚ THÍCH Thứ tự rửa giải đưa ra theo các số đọc từ sắc đồ điển hình thu được, sử dụng các loại cột khác nhau.

Bom mẫu tinh dầu cần kiểm tra chất lượng, trong cùng điều kiện tiến hành. Thu được sắc đồ B.

Sử dụng thời gian lưu trên sắc đồ A, xác định vị trí các pic tương ứng với các thành phần đại diện và đặc trưng trên sắc đồ B. Tất cả các thành phần đại diện phải có mặt trong mẫu tinh dầu cần xác định.

## 10 Kiểm tra nồng độ của các thành phần đại diện và đặc trưng

Sử dụng thông tin từ hệ thống dữ liệu tương ứng với sắc đồ B, xác định bằng phương pháp chuẩn hóa diện tích pic [phương pháp chuẩn hóa nội phù hợp với TCVN 9653 (ISO 7609)], kiểm tra các nồng độ (được coi là tương đương với phần trăm diện tích pic được lấy để tính toán) hoặc tỷ lệ nồng độ giữa các giá trị tối thiểu và tối đa được quy định trong "Mẫu sắc đồ" của chất chuẩn đặc trưng cho tinh dầu cần xác định.

## 11 Biểu thị kết quả

Mẫu sắc đồ được biểu thị theo danh mục các thành phần đại diện và đặc trưng tìm thấy trong mẫu tinh dầu cần xác định cùng với các nồng độ của chúng, được đánh giá bằng phương pháp chuẩn hóa. Tỷ lệ của các nồng độ này cũng có thể tính được.

## 12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ phương pháp đã sử dụng và các kết quả thu được. Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập đến mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy chọn cùng với mọi chi tiết có thể làm ảnh hưởng đến kết quả thử.

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.

---