

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 7039: 2013**

**ISO 6571:2008**

Xuất bản lần 2

**GIA VỊ VÀ THẢO MỘC –  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG DẦU DỄ BAY HƠI  
(PHƯƠNG PHÁP CHỨNG CẤT BẰNG HƠI NƯỚC)**

*Spices, condiments and herbs –  
Determination of volatile oil content ( hydrodistillation method)*

HÀ NỘI - 2013

## Lời nói đầu

TCVN 7039:2013 thay thế TCVN 7039:2002:

TCVN 7039:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 6571:2008;

TCVN 7039:2013 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4  
*Gia vị và phụ gia thực phẩm* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường  
Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Gia vị và thảo mộc – Xác định hàm lượng dầu dễ bay hơi (Phương pháp chưng cất bằng hơi nước)

*Spices, condiments and herbs –*

*Determination of volatile oil content (hydrodistillation method)*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng dầu dễ bay hơi có trong gia vị và thảo mộc.

### 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 7040 (ISO 939), *Gia vị – Xác định độ ẩm – Phương pháp chưng cất lôi cuốn*.

TCVN 8960 (ISO 2825), *Gia vị – Chuẩn bị mẫu nghiền để phân tích*.

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

#### 3.1

#### **Hàm lượng dầu dễ bay hơi (volatile oil content)**

Tất cả các chất tách được bằng chưng cất lôi cuốn theo hơi nước với các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Hàm lượng dầu dễ bay hơi được tính bằng mililit trên 100 g sản phẩm khô.

### 4 Nguyên tắc

Chưng cất dịch huyền phù trong nước của sản phẩm. Thu lấy dịch chưng cất vào ống đong có chứa thể

## TCVN 7039:2013

tích xylen xác định để cố định hàm lượng dầu dễ bay hơi. Sau đó để tách pha hữu cơ và pha nước rồi lọc tổng thể tích pha hữu cơ. Tinh được hàm lượng dầu dễ bay hơi sau khi đã trừ thể tích xylen.

### 5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước có độ tinh khiết tương đương.

#### 5.1 Xylen.

#### 5.2 Dung dịch làm sạch.

##### 5.2.1 Axeton (dung hòa tan phần chất béo dư).

5.2.2 **Chất tẩy rửa dạng lỏng** (được sử dụng ở nồng độ khuyến cáo của nhà sản xuất) hoặc **dung dịch axit sulfuric và kali dicromat** (xem cảnh báo) được chuẩn bị bằng cách vừa thêm từ từ vừa khuấy một thể tích axit sulfuric đậm đặc vào một thể tích dung dịch kali dicromat bão hòa, để nguội rồi lọc hỗn hợp đi qua phễu lọc thủy tinh xốp.

**CẢNH BÁO – Không để dung dịch này tiếp xúc với da và niêm mạc.**

### 6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể sau đây:

#### 6.1 Thiết bị chưng cất, bằng thủy tinh, có hệ số giãn nở nhiệt thấp<sup>1)</sup>.

Thiết bị này bao gồm các bộ phận sau đây được nối với nhau bằng các khớp nối thủy tinh mài:

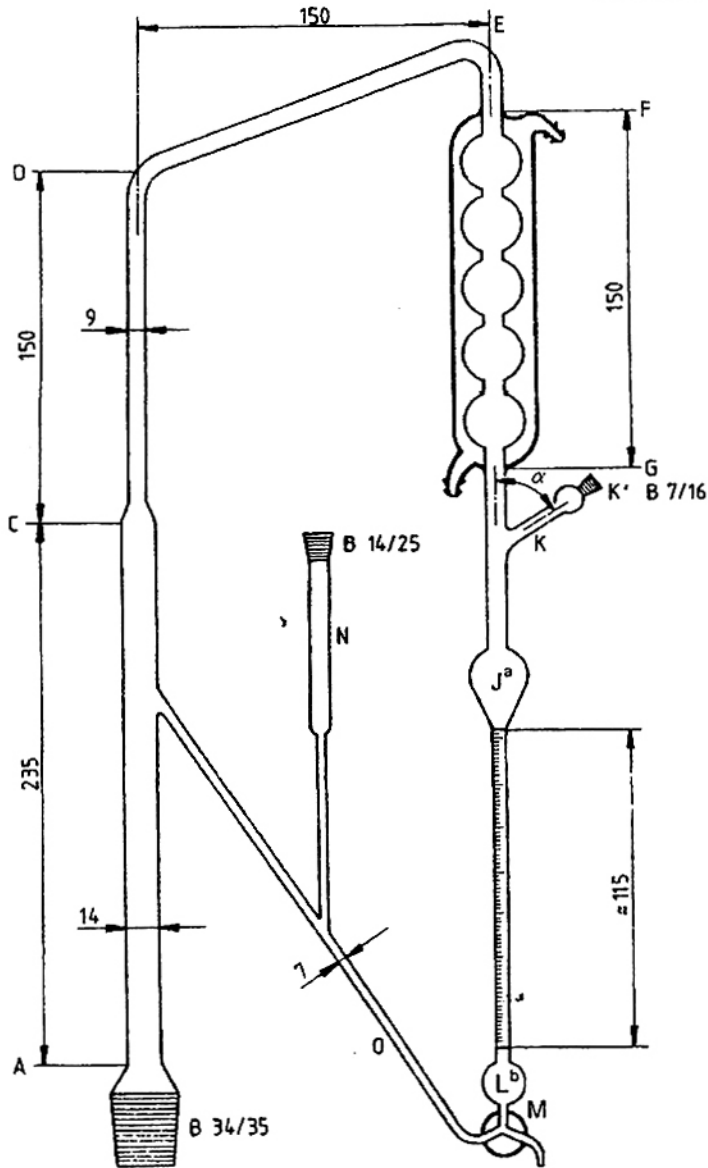
6.1.1 **Bình cầu đáy tròn, cổ mài**, dung tích 500 ml hoặc 1 000 ml, tùy thuộc vào sản phẩm có liên quan (xem Phụ lục A).

6.1.2 **Hệ thống ngưng tụ**, gồm các bộ phận được nối với nhau sau đây (xem Hình 1):

- a) ống thẳng đứng (AC), đáy có khớp nối mài lắp khít với bình cầu (6.1.1);
- b) ống cong (CDE);
- c) ống sinh hàn bầu đặt thẳng đứng (FG);
- d) các bộ phận gồm ống có nhánh bên (K) có nút thủy tinh mài (K'), bầu quả lê (J), ống chia độ đến 0,05 ml (JL), bầu hình cầu (L) và vòi ba nhánh (M) được nối thẳng với ống thẳng đứng (AC) bằng ống nghiêng (O) có ống an toàn (N), nếu cần được chắn bằng bẫy hơi nước (6.1.3).

<sup>1)</sup> Các thiết bị này tương ứng với các loại thiết bị được mô tả trong Dược điển Châu Âu (V 5.89), 2.8.12.

Kích thước tính bằng milimét



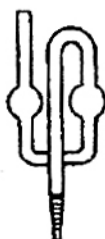
CHÚ DẪN

- |  |                |
|--|----------------|
| A, C, D, E, F, G, J, K, K', L, M, N, O | xem 6.1.2      |
| B                                      | xem Hình 2     |
| a                                      | đung tích 5 ml |
| b                                      | đung tích 3 ml |
| $\alpha$                               | $35^\circ$     |

Hình 1 – Hệ thống ngưng tụ

## TCVN 7039:2013

6.1.3 **Bẫy hơi nước** (xem Hình 2) có thể ghép nối được với nhánh bên (K) hoặc nối với ống an toàn (N) (xem 6.1.2).



B 7/16 hoặc B 14/25

**Hình 2 – Bẫy hơi nước**

6.2 **Giấy lọc**, đường kính 110 mm.

6.3 **Pipet**, dung tích 1 ml.

6.4 **Thiết bị gia nhiệt**

Phương pháp gia nhiệt không được làm cho bình cầu (6.1.1) quá nóng. Nên sử dụng bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

6.5 **Hạt chống trào hoặc bi thủy tinh**.

6.6 **Ống đong**, dung tích 500 ml.

6.7 **Cân phân tích**.

## 7 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình bảo quản hoặc vận chuyển.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 4889 (ISO 948)<sup>[1]</sup>.

## 8 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH: Các thông số thử nghiệm đối với từng loại gia vị được quy định trong các tiêu chuẩn yêu cầu kỹ thuật đối với từng loại gia vị. Tạm thời, các thông số này được nêu trong Phụ lục A.

### 8.1 Chuẩn bị thiết bị

Làm sạch kỹ hệ thống ngưng tụ (6.1.2). Đậy chặt nút thủy tinh mài (K) vào nhánh bên (K) và lắp bẫy hơi nước (6.1.3) lên ống an toàn (N). Lật ngược thiết bị rồi đổ đầy dung dịch làm sạch (5.2) vào thiết bị

và giữ nguyên trạng thái này qua đêm. Sau đó tráng kỹ thiết bị bằng nước.

## 8.2 Chuẩn bị mẫu thử

Nếu phần mẫu thử cần phải nghiền nhỏ (xem Phụ lục A) thì nghiền một lượng vừa đủ mẫu phòng thử nghiệm đến độ mịn thích hợp tương ứng với loại sản phẩm liên quan [xem TCVN 8960 (ISO 2825), trước khi cho vào bình cầu đáy tròn. Trong suốt quá trình nghiền, đảm bảo rằng nhiệt độ của phần mẫu thử không tăng lên.

Độ mịn của mẫu được quy định trong tiêu chuẩn tương ứng với mỗi loại gia vị.

## 8.3 Phần mẫu thử

Cân lượng mẫu thử quy định, chính xác đến 0,01 g trên giấy lọc (6.2) (xem Phụ lục A).

## 8.4 Xác định

### 8.4.1 Xác định thể tích xylen

Dùng ống đong (6.6), chuyển lượng nước quy định (xem Phụ lục A) vào bình (6.1.1) và cho thêm một ít hạt chống trào hoặc bi thủy tinh (6.5). Nối bình với hệ thống ngưng tụ (6.1.2) và làm đầy ống chia độ đến 0,05 ml (JL), bầu thu nhận (L) và ống nghiêng (O) bằng nước qua nhánh bên (K). Dùng pipet (6.3) thêm 1 ml xylen (5.1) qua nhánh bên. Dùng nước để làm đầy một nửa bầu hơi nước (6.1.3) và nối bầu hơi nước với hệ thống ngưng tụ. Làm nóng bình cầu và điều chỉnh tốc độ chưng cất đến 2 ml/min hoặc 3 ml/min, trừ khi có quy định khác. Chưng cất khoảng 30 min sau đó tháo nguồn nhiệt (6.4) ra. Dùng vòi ba nhánh (M), cho xylen chảy vào ống (JL) sao cho mức trên trùng với vạch zero. Để nguội ít nhất 10 min và đo thể tích xylen.

### 8.4.2 Xác định thể tích của pha hữu cơ (dầu dễ bay hơi và xylen)

Chuyển giấy lọc (6.2) cùng với phần mẫu thử (8.3) vào bình cầu (6.1.1), rồi nối lại bình cầu với hệ thống ngưng tụ. Làm nóng bình cầu và điều chỉnh tốc độ chưng cất đến 2 ml/min hoặc 3 ml/min, trừ khi có quy định khác. Tiếp tục chưng cất theo thời gian quy định (xem Phụ lục A). (Ghi lại thời gian chưng cất trong báo cáo thử nghiệm).

Tháo nguồn nhiệt (6.4) ra và để nguội. Sau 10 min, đọc thể tích của pha hữu cơ (hỗn hợp của dầu dễ bay hơi và xylen) thu được trong ống đong.

### 8.4.3 Xác định độ ẩm

Xác định độ ẩm theo phương pháp quy định trong TCVN 7040 (ISO 939).

## 9 Biểu thị kết quả

Hàm lượng dầu dễ bay hơi,  $w_{VO}$ , tính bằng mililit trên 100 g sản phẩm khô, theo công thức sau:

$$w_{VO} = 100 \times \frac{V_1 - V_0}{m} \times \frac{100}{100 - w_{H_2O}}$$

Trong đó

$V_0$  là thể tích xylene đo được trong 8.4.1, tính bằng mililit (ml);

$V_1$  là tổng thể tích dầu dễ bay hơi và xylene đo được trong 8.4.2, tính bằng mililit (ml);

$m$  là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

$w_{H_2O}$  là độ ẩm xác định được trong 8.4.3, tính bằng phần trăm khối lượng.

## 10 Độ chụm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục B. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các giá trị đã nêu.

### 10.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại,  $r$ , nêu trong Bảng 1.

**Bảng 1 – Độ lặp lại**

Mẫu	Hàm lượng dầu dễ bay hơi trung bình $\bar{x}$ ml/100 g	Giới hạn lặp lại $r$ ml/100 g
Kính giới đại, đã nghiền	1,907	0,176
Đinh hương, dạng bột	13,956	1,960
Hạt tiêu đen, dạng bột	2,624	0,331



## 10.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do nhiều người phân tích, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn tái lập,  $R$ , nêu trong Bảng 2.

**Bảng 2 – Độ tái lập**

<b>Mẫu</b>	<b>Hàm lượng dầu dễ bay hơi trung bình</b> $\bar{x}$ ml/100 g	<b>Giới hạn tái lập</b> $R$ ml/100 g
Kính giới đại, cả cây/lá	1,907	0,536
Đinh hương, dạng bột	13,956	3,662
Hạt tiêu đen, dạng bột	2,624	0,796

## 11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- thời gian chưng cất, tính bằng giờ;
- kết quả thử và đơn vị tính;
- ngày kết thúc việc phân tích;
- đáp ứng yêu cầu về giới hạn lặp lại;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy chọn cũng như sự cố bất kỳ có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

## Phụ lục A

(Quy định)

## Các thông số thử nghiệm đối với một số loại gia vị và thảo mộc

Loại gia vị	Khối lượng phần mẫu thử g	Dạng mẫu đề chưng cất	Thể tích nước ml	Thời gian chưng cất h
Tiểu hồi	25	dạng bột	500	4
Húng quế	50	cả cây/lá	500	5
Cúc cam La Mã	30	cả cây/lá	300	3
Cúc cam thường	50	cả cây/lá	500 (HCl 0.5 mol/l)	4
Carum	20	cả cây	300	4
Tiểu đậu khấu	20	cả cây	400	5
Quế bì	40	dạng bột	400	5
Hồi cần	40	cả cây/lá	600	5
Quế quan	40	dạng bột	400	5
Đinh hương	4	dạng bột	400	4
Rau mùi	40	dạng bột	400	4
Thì là Ai Cập	25	dạng bột	400	4
Bột cà ri	25	dạng bột	500	4
Thì là	25	dạng bột	500	4
Tiểu hồi hương	25	dạng bột	300	4
Tỏi	25	dạng bột	500	4
Gừng	30	dạng bột	500	4
Bách xù	25	dạng bột	500	5
Vỏ hạt nhục đậu khấu	15	dạng bột	400	4
Kính giới ô ngọt	40	cả cây/lá	600	4
Kính giới ô dại	40	cả cây/lá	600	5
Bạc hà	40	cả cây/lá	600	4
Thảo mộc hỗn hợp	40	cả cây/lá	600	4
Gia vị hỗn hợp	40	dạng bột	600	5
Hạt nhục đậu khấu	15	dạng bột	400	4
Kính giới dại	40	cả cây/lá	600	4
Mùi tây	40	cả cây/lá	600	5
Bạc hà hăng	40	cả cây/lá	600	5
Hạt tiêu	40	dạng bột	400	4
Bạc hà cay	50	cả cây/lá	500	2
Gia vị ngậm	25	dạng bột	500	4
Tiểu Giamaica	30	dạng bột	500	5
Hương thảo	40	cả cây/lá	600	5
Xô thơm	40	cả cây/lá	600	5
Rau húng	40	cả cây/lá	600	5
Ngải giấm	40	cả cây/lá	600	5
Cỏ xạ hương	40	cả cây/lá	600	5
Nghệ	40	dạng bột	400	5

**Phụ lục B**  
(Tham khảo)

**Kết quả phép thử liên phòng thử nghiệm**

Độ chụm của phương pháp được thiết lập bởi phép thử liên phòng thử nghiệm quốc tế do DIN thực hiện năm 1999, trên các mẫu thử sau: lá kinh giới đại nghiền, lá đinh hương dạng bột và hạt tiêu đen dạng bột. Phép thử được tiến hành theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1)<sup>[2]</sup> và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)<sup>[3]</sup>.

**Bảng B.1 – Các kết quả thống kê**

<b>Mẫu</b>	<b>Kinh giới đại, đã nghiền</b>	<b>Đinh hương, dạng bột</b>	<b>Hạt tiêu đen, dạng bột</b>
Số lượng kết quả thử nghiệm riêng rẽ của từng phòng thử nghiệm	5	5	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm đã bị loại trừ	1	1	—
Số lượng kết quả được chấp nhận	13	13	14
Giá trị trung bình, ml/100g	1,907	13,956	2,624
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$	0,062	0,692	0,117
Giới hạn lặp lại, $r$	0,176	1,960	0,331
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$	0,189	1,294	0,281
Giới hạn tái lập, $R$	0,536	3,662	0,796

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 4889 (ISO 948), *Gia vị – Lấy mẫu*
  - [2] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung*
  - [3] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn*
-