

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8442 : 2010; TCVN 8443 : 2010; TCVN 8444 : 2010;
ISO 212 : 2007 ISO 356 : 1996 ISO 279 : 1998
TCVN 8445 : 2010; TCVN 8446 : 2010; TCVN 8447 : 2010;
ISO 280 : 1998 ISO 592 : 1998 ISO 1041 : 1973
TCVN 8448 : 2010; TCVN 8449 : 2010; TCVN 8450 : 2010;
ISO 4715 : 1978 ISO 875 : 1999 ISO 1242 : 1999
TCVN 8451 : 2010; TCVN 8452 : 2010; TCVN 8453 : 2010;
ISO 709 : 2001 ISO 7660 : 1983 ISO 1241 : 1996
TCVN 8454 : 2010; TCVN 8455 : 2010; TCVN 8456 : 2010;
ISO 3794 : 1976 ISO 1271 : 1983 ISO 1279 : 1996
TCVN 8457 : 2010; TCVN 8458 : 2010; TCVN 8459 : 2010;
ISO 1272 : 2000 ISO 11021 : 1999 ISO/TR 11018 : 1997
TCVN 8460 : 2010.

Xuất bản lần 1

TUYỂN TẬP
TIÊU CHUẨN QUỐC GIA VỀ TINH DẦU- PHƯƠNG PHÁP
THỬ – CÔNG BỐ NĂM 2010

HÀ NỘI – 2010

Mục lục

		Trang
• TCVN 8442 : 2010 ISO 212 : 2007	Tinh dầu – Lấy mẫu.	7
• TCVN 8443 : 2010 ISO 356 : 1996	Tinh dầu – Chuẩn bị mẫu thử.	11
• TCVN 8444 : 2010 ISO 279 : 1998	Tinh dầu – Xác định tỷ trọng tương đối ở 20°C – Phương pháp thử.	13
• TCVN 8445 : 2010 ISO 280 : 1998	Tinh dầu – Xác định chỉ số khúc xạ.	19
• TCVN 5446 : 2010 ISO 592 ; 1998	Tinh dầu – Xác định độ quay cực.	23
• TCVN 5447 : 2010 ISO 1041 : 1973	Tinh dầu – Xác định điểm đóng băng.	29
• TCVN 8448: 2010 ISO 4715 : 1978	Tinh dầu - Xác định phần còn lại sau khi bay hơi.	33
• TCVN 8449 : 2010 ISO 875 : 1999	Tinh dầu – Đánh giá khả năng hòa trộn trong etanol.	37
• TCVN 8450 : 2010 ISO 1242 : 1999	Tinh dầu – Xác định trị số axit.	43
• TCVN 8451 : 2010 ISO 709 : 2001	Tinh dầu Xác định trị số este.	49
• TCVN 8452 : 2010 ISO 7660 : 1983	Tinh dầu – Xác định trị số este của các loại tinh dầu chứa các este khó xà phòng hóa.	55
• TCVN 8453 : 2010 ISO 1241 : 1996	Tinh dầu – Xác định các trị số este trước và sau khi axetyl hóa và tính hàm lượng rượu tự do và rượu tổng số.	59
• TCVN 8454 : 2010 ISO 3794 : 1976	Tinh dầu(Chứa các rượu bậc ba) – Tính hàm lượng rượu tự do bằng cách xác định trị số este sau khi axetyl hóa.	65
• TCVN 8455 : 2010 ISO 1271 : 1983	Tinh dầu – Xác định trị số carbonyl – Phương pháp hydroxylamyl tự do.	71
• TCVN 8456 : 2010 ISO 1279 : 1996	Tinh dầu – Xác định trị số carbonyl- Phương pháp đo điện thế sử dụng hydroxylanoni clorua.	77
• TCVN 8457 : 2010 ISO 1272 : 2000	Tinh dầu – Xác định hàm lượng phenol.	83
• TCVN 8458 : 2010 ISO 11021 : 1999	Tinh dầu – Xác định hàm lượng nước.	89

- TCVN 8459 : 2010 Tinh dầu – hướng dẫn chung về xác định điểm chớp cháy. 97
ISO/TR 11018 : 1997
- TCVN 8460 : 2010 Tinh dầu – Đánh giá cảm quan. 107

Lời nói đầu

TCVN 8442 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 212 : 2007 ;
TCVN 8443 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 356 :1996;
TCVN 8444 ; 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 279 :1998 ;
TCVN 8445 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 280 :1998;
TCVN 8446 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 592 :1998;
TCVN 8447 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 1041 :1973 ;
TCVN 8448 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 4715 :1978;
TCVN 8449 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 875 :1999;
TCVN 8450 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO : 1242 :1999;
TCVN 8451 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 709 : 2001;
TCVN 8452 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 7660 :1983;
TCVN 8453 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 1241 :1996;
TCVN 8454 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 3794 :1976;
TCVN 8455 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 1271 :1983;
TCVN 8456 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 1279 : 2010;
TCVN 8457 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 1272 : 2000;
TCVN 8458 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 11021 :1999;
TCVN 8459 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO/TR 11018 :1997;

TCVN 8442 : 2010 ÷ TCVN 8460 : 2010 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 đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Tinh dầu – Xác định độ quay cực

Essential oils – Determination of optical rotation

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ quay cực của tinh dầu.

Khi thử nghiệm tinh dầu dạng đông đặc, tinh dầu đông đặc từng phần, tinh dầu rất sánh mà ở nhiệt độ phòng, hoặc tinh dầu có độ màu cao, thì phép xác định này được thực hiện trên dung dịch của tinh dầu.

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*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Độ quay cực của tinh dầu, α_D^t (optical rotation of an essential oil, α_D^t)

Góc được tính bằng miliradian và/hoặc độ của góc tạo ra bởi mặt phẳng phân cực phát quang ở bước sóng 589,3 nm \pm 0,3 nm, ứng với vạch D của natri khi ánh sáng đi qua lớp tinh dầu dày 100 mm dưới các điều kiện nhiệt độ đã nêu.

CHÚ THÍCH: Khi phép xác định được thực hiện trên lớp tinh dầu có độ dày khác, thì giá trị α_D^t cần được tính quy về độ dày 100 mm. Cũng có thể dùng các phép đo theo nguyên tắc Faraday quang từ. Khi thực hiện theo nguyên tắc này thì độ dày của mẫu là khoảng 10 mm.

3.2

Độ quay cực của dung dịch tinh dầu (optical rotation of an essential oil in solution)

Góc quay riêng, α (specific rotation, α)

Độ quay cực α'_D của dung dịch tinh dầu chia cho khối lượng của tinh dầu theo đơn vị thể tích.

4 Thuốc thử

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

4.1 Dung môi (chỉ dùng cho các loại tinh dầu cần thử nghiệm ở dạng dung dịch).

Tốt nhất là sử dụng etanol 95 % thể tích. Nên kiểm tra để chắc chắn rằng độ quay cực của dung môi được sử dụng là bằng 0.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Máy đo độ phân cực, có độ chính xác $\pm 0,5$ mrad ($\pm 0,03^\circ$) và được hiệu chỉnh để cho giá trị 0° và 180° với nước.

Máy đo độ phân cực phải được kiểm tra bằng tấm thạch anh có độ quay cực đã biết, hoặc, nếu không có thì kiểm tra với dung dịch nước có chứa 26,00 g sacaroza tinh khiết khan trên 100 ml dung dịch. Độ quay cực của dung dịch này phải bằng $+604$ mrad ($+34,62^\circ$) trong lớp dày 200 mm, ở nhiệt độ 20°C .

Dụng cụ này phải giữ ở điều kiện ổn định khi sử dụng và các dụng cụ không phải là điện tử phải được sử dụng ở nơi tối.

5.2 Nguồn sáng, bao gồm mọi dụng cụ phát quang ở bước sóng $589,3\text{ nm} \pm 0,3\text{ nm}$, tốt nhất là đèn hơi natri.

5.3 Ống đo phân cực, thường dài $100\text{ mm} \pm 0,5\text{ mm}$.

Khi kiểm tra các mẫu có độ màu nhẹ, độ quay cực thấp, có thể sử dụng các ống dài $200\text{ mm} \pm 0,5\text{ mm}$. Có thể sử dụng các ống dài $50\text{ mm} \pm 0,05\text{ mm}$ hoặc $10\text{ mm} \pm 0,05\text{ mm}$ hoặc ngắn hơn, nếu cần đối với các mẫu có độ màu mạnh.

Để xác định ở nhiệt độ 20°C hoặc ở một nhiệt độ quy định khác, thì sử dụng các ống hai vỏ, được trang bị một nhiệt kế (5.4) để đảm bảo nước tuần hoàn ở nhiệt độ quy định.

Để xác định ở nhiệt độ môi trường, có thể sử dụng tất cả các loại ống, cho dù loại nói ở trên đã được khuyến cáo sử dụng.

5.4 Nhiệt kế, được chia độ tại vạch 0,2 °C hoặc 0,1 °C, để xác định nhiệt độ từ 10 °C đến 30 °C.

5.5 Dụng cụ khống chế nhiệt độ ổn định, để duy trì nhiệt độ của mẫu ở 20 °C ± 0,2 °C hoặc ở nhiệt độ quy định khác bất kỳ.

6 Lấy mẫu

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

Phương pháp lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 8442 (ISO 212)¹⁾.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Nếu cần làm khô mẫu xem TCVN 8443 (ISO 356).

Khi xác định góc quay riêng (xem 3.2), thì chuẩn bị dung dịch tinh dầu trong dung môi thích hợp (4.1) theo nồng độ quy định trong tiêu chuẩn tương ứng với tinh dầu cần phân tích.

7.2 Xác định

Bật nguồn sáng (5.2) và đợi cho đến khi thu được độ sáng đầy đủ.

Đưa nhiệt độ của mẫu thử (7.1) đến 20 °C ± 1 °C hoặc đến nhiệt độ quy định khác (xem chú thích), nếu cần, rồi rót mẫu vào ống đo phân cực (5.3) thích hợp có cùng nhiệt độ. Cho nước tuần hoàn khống chế ở nhiệt độ không đổi sao cho duy trì được ở nhiệt độ quy định (± 0,2 °C) trong suốt quá trình xác định.

Cho mẫu thử vào đầy ống và đảm bảo không được cho lẫn bọt khí.

Đặt ống vào máy đo độ phân cực (5.1) và đọc độ quay cực phải (+) hoặc độ quay cực trái (-) của tinh dầu trên thang đo của thiết bị.

CHÚ THÍCH: Theo thông lệ, phép xác định được tiến hành ở 20 °C, trừ khi nhiệt độ này được quy định cho một số các loại tinh dầu cụ thể.

7.3 Số lần xác định

Thực hiện ít nhất ba phép xác định trên cùng một mẫu thử.

Lấy kết quả là trung bình của ba giá trị đo thu được, với điều kiện là các giá trị này không chênh lệch nhau quá 1,4 mrad (0,08°).

¹⁾ TCVN 8442 (ISO 212), *Tinh dầu – Lấy mẫu*.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính và công thức tính

8.1.1 Độ quay cực

Độ quay cực, tính bằng miliradian và/hoặc độ góc, theo công thức sau:

$$\alpha'_b = \frac{A}{l} \times 100$$

Trong đó:

A là giá trị góc quay (xem 7.3), tính bằng miliradian và/hoặc độ góc;

l là chiều dài của ống được sử dụng, tính bằng milimet (mm).

Đánh dấu cộng (+) cho độ quay cực phải và dấu trừ (-) cho độ quay cực trái.

Khi không có sẵn các ống phân cực hai vò, thì cần phải áp dụng các hệ số hiệu chỉnh thích hợp cho loại tinh dầu cần thử nghiệm (ví dụ: tinh dầu chanh và cho một số loại tinh dầu khác có các hệ số hiệu chỉnh đã biết).

CHÚ THÍCH: Các hệ số hiệu chỉnh này cần được nêu trong các tiêu chuẩn đối với các loại tinh dầu cần thử nghiệm.

8.1.2 Độ quay cực của tinh dầu ở dạng dung dịch, được gọi là "góc quay riêng"

Góc quay riêng, tính bằng miliradian và/hoặc độ góc, theo công thức sau:

$$[\alpha] = \frac{\alpha'_b}{c}$$

Trong đó:

α'_b là độ quay cực của dung dịch tinh dầu, tính được theo 8.1.1;

c là nồng độ của dung dịch tinh dầu, tính bằng gam tinh dầu trên mililit dung dịch.

8.2 Độ chụm

Độ chụm của phép thử là ± 3 mrad ($\pm 0,17^\circ$).

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
 - phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
 - phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - tinh dầu ở dạng dung dịch được sử dụng trong phép thử, chỉ rõ bản chất của dung môi và nồng độ của tinh dầu;
 - mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy chọn cùng với mọi chi tiết bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - kết quả thu được;
 - nếu kiểm tra độ lặp lại, thì nêu kết quả cuối cùng thu được.
-