



TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6028-1:2008

ISO 3033-1:2005

Xuất bản lần 1

TINH DẦU BẠC HÀ – PHẦN 1: LOÀI NGUYÊN SẢN (MENTHA SPICATA L.)

Oil of spearmint – Part 1: Native type (Mentha spicata L.)

Lời nói đầu

TCVN 6028-1:2008 thay thế TCVN 6028:1995;

TCVN 6028-1:2008 hoàn toàn tương đương với ISO 3033-1:2005;

TCVN 6028-1:2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F2 Dầu mã động thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 6028:2008 (ISO 3033:2005) Tinh dầu bạc hà, bao gồm các phần sau:

- Phần 1: Loài nguyên sản (*Mentha spicata* L.);
- Phần 2: Tinh dầu chung cất lại, loài Trung Quốc (80 % và 60 %) (*Mentha viridis* L. Var. *Crispa* Benth.);
- Phần 3: Tinh dầu chung cất lại, loài Ấn Độ (*Mentha spicata* L.);
- Phần 4: Giống Xcốt-len (*Mentha x gracilis* Sole).

Tinh dầu bạc hà –

Phần 1: Loài nguyên sản (*Mentha spicata* L.)

Oil of spearmint – Part 1: Native type (Mentha spicata L.)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các đặc tính cụ thể của tinh dầu bạc hà, loài nguyên sản (*Mentha spicata* L.), để đánh giá chất lượng của tinh dầu.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là 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.

ISO/TR 210, Essential oils – General rules for packaging, conditioning and storage (Tinh dầu – Nguyên tắc chung về việc bao gói, bảo ôn và bảo quản).

ISO/TR 211, Essential oils – General rules for labeling and marking of containers (Tinh dầu – Nguyên tắc chung về ghi nhãn và dán nhãn vật chứa).

ISO 212, Essential oils – Sampling (Tinh dầu – Lấy mẫu).

ISO 279, Essential oils – Determination of relative density at 20 °C – Reference method (Tinh dầu – Xác định tỷ trọng tương đối ở 20 °C – Phương pháp chuẩn).

ISO 280, Essential oils – Determination of refractive index (Tinh dầu – Xác định chỉ số khúc xạ).

ISO 592, Essential oils – Determination of optical rotation (Tinh dầu – Xác định độ quay cực).

ISO 875, Essential oils – Evaluation of miscibility in ethanol (Tinh dầu – Xác định tính tan trong etanol)

ISO 1271, Essential oils – Determination of carbonyl value – Free hydroxylamine method (Tinh dầu – Xác định trị số cacbonyl – Phương pháp hydroxylamin tự do).

ISO 11024-1, Essential oils – General guidance on chromatographic profiles – Part 1: Preparation of chromatographic profiles for presentation in standards (Tinh dầu – Hướng dẫn chung về định dạng sắc ký – Phần 1: Chuẩn bị định dạng sắc ký đồ chuẩn).

ISO 11024-2, Essential oils – General guidance on chromatographic profiles – Part 2: Utilization of chromatographic profiles of sample of essential oils (Tinh dầu – Hướng dẫn chung về định dạng sắc ký – Phần 2: Sử dụng sắc ký đồ của mẫu tinh dầu).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Tinh dầu bạc hà, loài nguyên sản (oil of spearmint, native type)

Tinh dầu thu được bằng cách chưng cất hơi nước từ các phần tươi phía trên mặt đất của loài cây ra hoa *Mentha spicata* L. thuộc họ Lamiaceae.

CHÚ THÍCH Thông tin về chỉ số CAS xem ISO/TR 21092.

4 Yêu cầu

4.1 Trạng thái

Chất lỏng linh động, trong suốt.

4.2 Màu sắc

Từ không màu đến màu vàng nhạt.

4.3 Mùi

Mùi đặc trưng của carvon, giống mùi bạc hà tươi.

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

Tối thiểu: 0,9210;

Tối đa: 0,9380.

4.5 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C

Tối thiểu: 1,4840;

Tối đa: 1,4910.

4.6 Độ quay cực ở 20 °C

Trong khoảng từ - 59 ° đến - 48 °.

4.7 Tinh tan trong etanol 70 % (theo thể tích) ở 20 °C

Để thu được một dung dịch trong suốt thì không cần phải sử dụng quá 3 thể tích etanol 70 % (theo thể tích) với 1 thể tích tinh dầu.

4.8 Trị số cacbonyl

Tối thiểu là 224, tương ứng với hàm lượng hợp chất cacbonyl 60 %, tính theo carvon.

4.9 Sắc ký đồ

Phân tích tinh dầu tiến hành bằng sắc ký khí. Trong sắc đồ thu được, các thành phần đặc trưng và đại diện đưa ra trong Bảng 1 phải được nhận dạng. Tỷ lệ giữa các thành phần này được nhận dạng bằng máy tích phân nêu trong Bảng 1. Điều này tạo thành sắc ký đồ của tinh dầu.

Bảng 1 – Sắc ký đồ

| Thành phần | Tối thiểu % | Tối đa % |
|------------------------------------|----------------|-------------|
| Limonen ^a | 9 | 15 |
| 3-octanon | 0,6 | 1,4 |
| Menthon ^b | – | 0,2 |
| <i>trans</i> -Sabinen hydrat | 0,5 | 1,0 |
| <i>cis</i> -dihydrocarvon | 1,0 | 2,5 |
| Carvon ^c | 60,0 | 70,0 |
| <i>trans</i> -dihydrocarvyl axetat | 0,1 | 0,6 |
| <i>cis</i> -carvyl axetat | 0,1 | 0,6 |
| <i>cis</i> -jasmon | 0,2 | 0,7 |
| β-bourbonen | 1,0 | 2,0 |
| Viridifloron | 0,1 | 0,5 |

^a Dựa trên phép thử vật lý, limonen tìm thấy chủ yếu là dạng L-limonen. Điều này cũng được khẳng định là có thể có một lượng nhỏ D-limonen xuất hiện nhưng chưa biết được lượng chính xác là bao nhiêu.

^b Dựa trên phép thử vật lý, methon tìm thấy chủ yếu là dạng L-methon. Điều này cũng được khẳng định là có thể có một lượng nhỏ D-methon xuất hiện nhưng chưa biết được lượng chính xác là bao nhiêu.

^c Dựa trên phép thử vật lý, carvon tìm thấy chủ yếu là dạng L-carvon. Điều này cũng được khẳng định là có thể có một lượng nhỏ D-carvon xuất hiện nhưng chưa biết được lượng chính xác là bao nhiêu.

CHÚ THÍCH Sắc ký đồ chuẩn, trái ngược với sắc đồ điển hình đưa ra trong Phụ lục A.

4.10 Điểm cháy

Thông tin về điểm cháy được nêu trong Phụ lục B.

5 Lấy mẫu

Xem ISO 212.

Thể tích tối thiểu của mẫu thử: 50 ml.

CHÚ THÍCH Thể tích này để đảm bảo 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}

Xem ISO 279.

6.2 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C

Xem ISO 280.

6.3 Độ quay cực ở 20 °C

Xem ISO 592.

6.4 Tính tan trong etanol, 70 % (theo thể tích) ở 20 °C

Xem ISO 875.

6.5 Trị số cacbonyl

Xem ISO 1271.

Phần mẫu thử: 1 g.

Thời gian chưng cất hồi lưu: 3 h.

Khối lượng phân tử tương đối của carvon: 150,21

6.6 Sắc ký đồ

Xem ISO 11024-1 và ISO 11024-2.

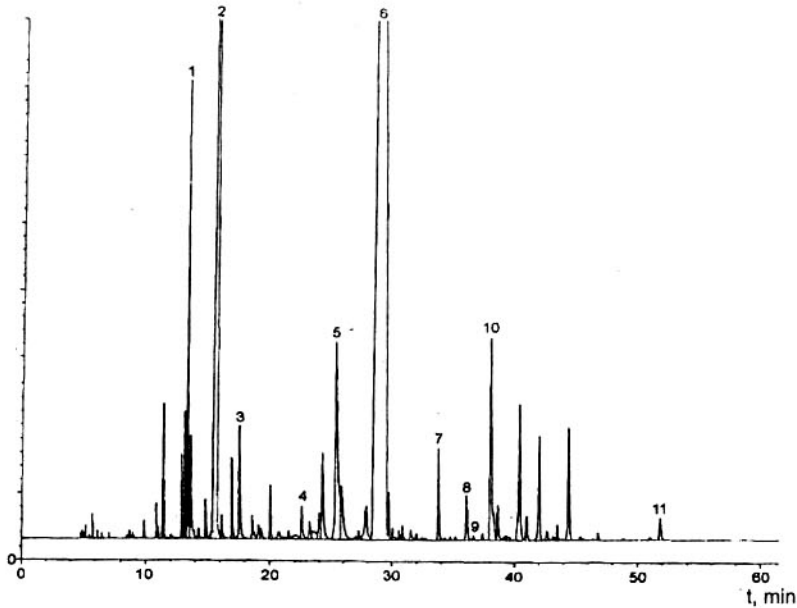
7 Bao gói, ghi nhãn và bảo quản

Xem ISO/TR 210 và ISO/TR 211.

Phụ lục A

(tham khảo)

Sắc ký đồ điển hình của tinh dầu bạc hà, loài nguyên sản (*Mentha spicata* L.)
phân tích bằng sắc ký khí

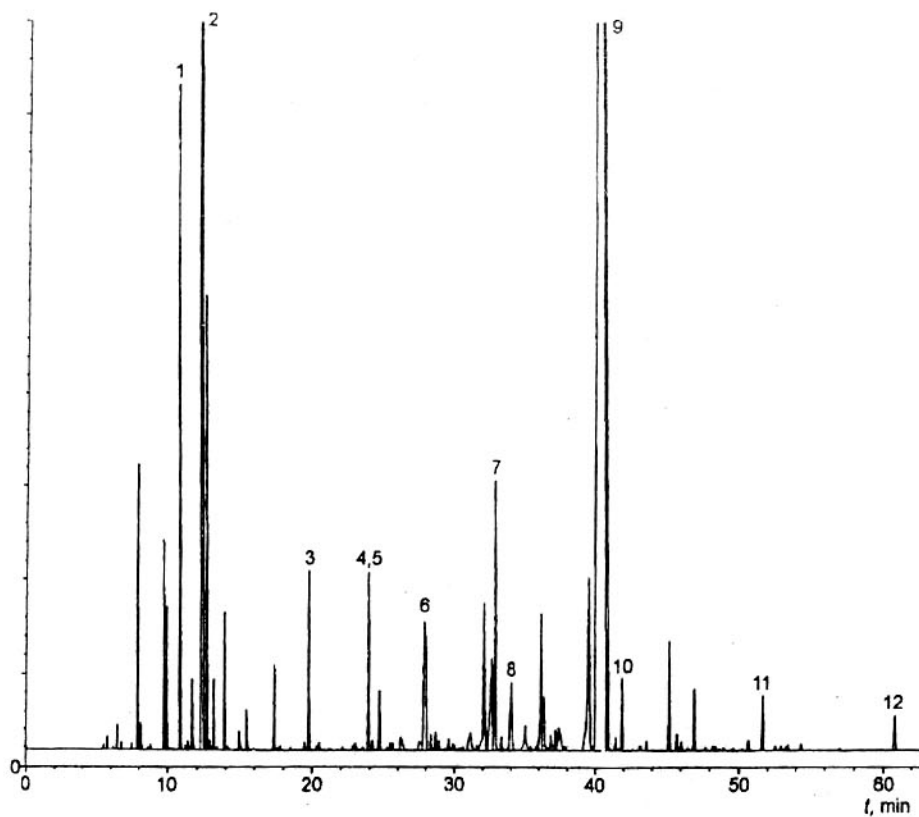
**Nhận diện pic**

- 1 Myrcen + 3-octanon
- 2 Limonen
- 3 *trans*-sabinen hydrat
- 4 Menthon
- 5 *cis*-dihydrocarvon
- 6 Carvon
- 7 *trans*-dihydrocarvyl axetat
- 8 *cis*-carvyl axetat
- 9 *cis*-jasmon
- 10 β -bourbonen
- 11 Viridifloron

Điều kiện tiến hành

Cột: mao dẫn silica nấu chảy; chiều dài 30 m, đường kính trong 0,25 mm
 Pha tĩnh: poly(dimetyl xiloxan) (DB-1®)
 Độ dày màng: 0,25 μ m
 Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 75 °C trong 5 min sau đó nâng đến nhiệt độ của quá trình từ 75 °C đến 100 °C với tốc độ 5 °C/min, sau đó nâng từ 100 °C đến 220 °C với tốc độ 6 °C/min và đẳng nhiệt ở 220 °C trong 8,34 min
 Nhiệt độ bơm: 230 °C
 Nhiệt độ detector: 260 °C
 Detector: ion hoá ngọn lửa
 Khí mang: heli
 Thể tích bơm: 0,1 μ l
 Tốc độ dòng khí mang: 1 ml/min
 Tỷ lệ chia dòng: 1/100

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

**Nhận diện pic**

1 Myrcen

2 Limonen

3 3-octanon

4 Menthon

5 *trans*-Sabinen hydrat6 β -bourbonen7 *cis*-dihydrocarvon8 *trans*-dihydrocarvyl axetat

9 Carvon

10 *cis*-carvyl axetat11 *cis*-jasmon

12 Viridifloron

Điều kiện tiến hành

Cột: mao dẫn silica nấu chảy; chiều dài 30 m, đường kính trong 0,25 mm

Pha tĩnh: poly(etylen glycon) (DB-WAX®)

Độ dày màng: 0,25 μ m

Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 75 °C trong 5 min sau đó nâng đến nhiệt độ của quá trình từ 75 °C đến 100 °C với tốc độ 5 °C/min, sau đó nâng từ 100 °C đến 220 °C với tốc độ 6 °C/min và đẳng nhiệt ở 220 °C trong 8,34 min

Nhiệt độ tiêm: 230 °C

Nhiệt độ Detector: 260 °C

Detector: ion hoá ngọn lửa

Khí mang: heli

Thể tích bơm: 0,1 μ l

Tốc độ dòng khí mang: 1 ml/min

Tỷ lệ chia dòng: 1/100

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

Phụ lục B
(tham khảo)

Điểm cháy

B.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 v.v...cần phải thông báo các thông tin về điểm cháy của tinh dầu trong hầu hết các trường hợp sản phẩm dễ cháy nổ.

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

- có sự biến đổi 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 cao.
- có nhiều loại thiết bị khác nhau dùng để xác định, người sử dụng không bắt buộc phải sử dụng một loại cụ thể.

Thông thường, giá trị trung bình về điểm cháy được đưa ra trong Phụ lục của mỗi tiêu chuẩn để thoả mãn các yêu cầu của các bên có liên quan.

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

Thông tin chi tiết xem ISO/TR 11018.

B.2 Điểm cháy của tinh dầu bạc hà, loài nguyên sản

Giá trị trung bình là + 58 °C.

CHÚ THÍCH Các giá trị thu được bằng thiết bị "Setaflash".

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO/TR 11018, *Essential oils – General guidance on the determination of flashpoint.*
 - [2] ISO/TR 21092, *Essential oils – Characterization.*
-