

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 1869:2008

ISO 3475:2002

Xuất bản lần 2

**TINH DẦU HỒI (*PIMPINELLA ANISUM* L.)**

*Oil of aniseed (Pimpinella anisum L.)*

HÀ NỘI - 2008

**Lời nói đầu**

TCVN 1869:2008 thay thế TCVN 1869-76;

TCVN 1869:2008 hoàn toàn tương đương với ISO 3475:2002;

TCVN 1869:2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F2  
*Dầu mỡ động thực vật* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường  
Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Tinh dầu hồi (*Pimpinella anisum* L.)

*Oil of aniseed (Pimpinella anisum L.)*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các đặc tính cụ thể của tinh dầu hồi (*Pimpinella anisum* L.), để dễ 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 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/TR 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 1041, Essential oils – Determination of freezing point (Tinh dầu – Xác định điểm kết đông).

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 hồi (oil of aniseed)

Tinh dầu thu được bằng cách chưng cất hơi nước của các loại quả *Pimpinella anisum* L., thuộc họ Apiaceae.

CHÚ THÍCH Xem ISO/TR 21092 về thông tin đối với chỉ số CAS.

### 4 Yêu cầu

#### 4.1 Trạng thái

Dạng lỏng trong suốt hoặc khối tinh thể.

#### 4.2 Màu sắc

Không màu đến vàng nhạt khi ở dạng lỏng, đôi khi có màu xanh nhạt.

#### 4.3 Mùi

Mùi đặc trưng, có mùi giống anethol.

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

Tối thiểu: 0,980

Tối đa: 0,990

#### 4.5 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C

Tối thiểu: 1,5520

Tối đa: 1,5610

**4.6 Độ quay cực ở 20 °C**

Trong khoảng từ  $- 2^{\circ}$  đến  $+ 2^{\circ}$ .

**4.7 Tính tan trong etanol, 90 % (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 90 % (theo thể tích) với 1 thể tích tinh dầu.

**4.8 Điểm kết đông**

Tối thiểu:  $+ 15^{\circ}\text{C}$

Tối đa:  $+ 19,5^{\circ}\text{C}$

**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 đưa ra trong Bảng 1. Điều này tạo thành sắc ký đồ của tinh dầu

**Bảng 1 – Sắc ký đồ**

Thành phần	Tối thiểu	Tối đa
	%	%
Metyl chavicol	0,5	3
<i>cis</i> -Anethol	0,1	0,4
Anisic aldehyt	0,1	1,4
<i>trans</i> -Anethol	87	94
$\gamma$ -Himachalen	1	5
Pseudoisoeugenyl 2-metylbutyrat	0,3	2
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.

TCVN 1869:2008

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, 90 % (theo thể tích) ở 20 °C

Xem ISO 875.

### 6.5 Điểm đông đặc

Xem ISO 1041.

### 6.6 Sắc ký đồ

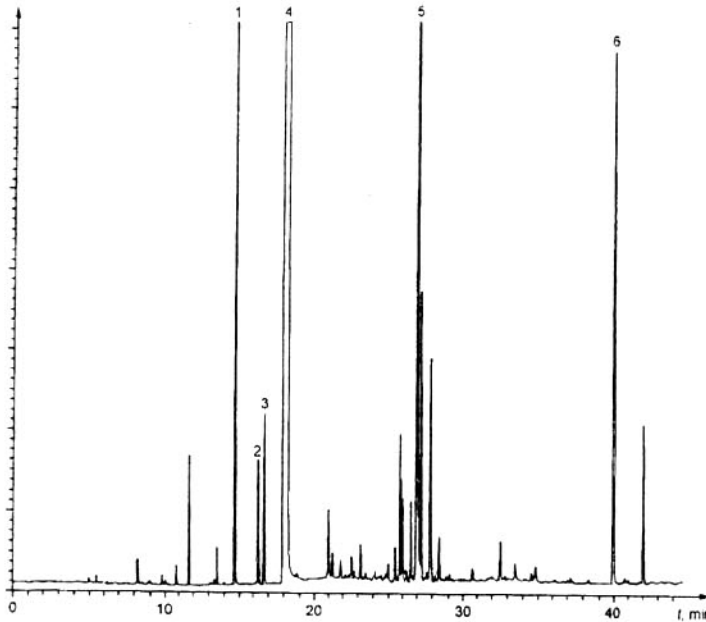
Xem ISO 11024-1 và ISO 11024-2.

## 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 hồi (*Pimpinella anisum* L.)  
phân tích bằng sắc ký khí**



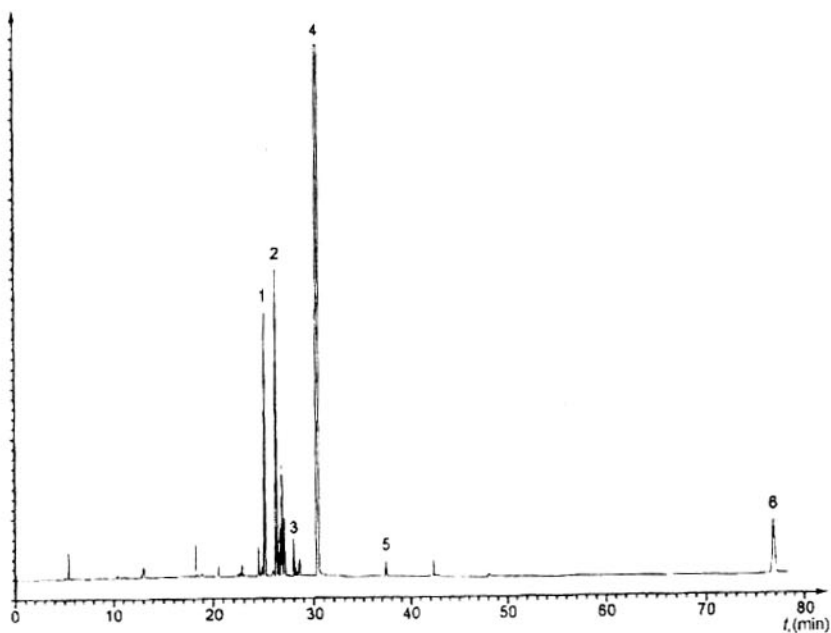
**Nhận diện pic**

- 1 Metyl chavicol
- 2 Anisic aldehyt
- 3 *cis*-Anethol
- 4 *trans*-Anethol
- 5  $\gamma$ -Himachalen
- 6 Pseudoisoeugenyl 2-metylbutyrat

**Điều kiện tiến hành**

- Cột: mao dẫn trong silica nẫu chảy, chiều dài 60 m, đường kính trong 0,25 mm
- Pha tĩnh: poly(dimetylsiloxan) (SPB-1<sup>®</sup>)
- Độ dày màng: 0,25  $\mu$ m
- Nhiệt độ lò: nhiệt độ chương trình từ 100 °C đến 260 °C ở tốc độ 3 °C/min
- Nhiệt độ bơm: 280 °C
- Nhiệt độ detector: 310 °C
- Detector: ion hoá ngọn lửa
- Khí mang: nitơ
- Thể tích bơm: 0,6  $\mu$ l
- Tốc độ dòng khí mang: 1 ml/min
- Tỷ lệ chia dòng: 1/80

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

**Nhận diện pic**

- 1 Metyl chavicol
- 2  $\gamma$ -Himachalen
- 3 *cis*-Anethol
- 4 *trans*-Anethol
- 5 Anisic aldehyt
- 6 Pseudoisoeugenyl 2-metylbutyrat

**Điều kiện thực hiện**

- Cột: mao dẫn: chiều dài 60 m; đường kính trong 0,25 mm
- Pha tĩnh: poly(etylen glycol)-TPA cải biến
- Độ dày màng: 0,25  $\mu$ m
- Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 95 °C trong 8 min sau đó nâng đến nhiệt độ của quá trình từ 95 °C đến 190 °C với tốc độ 4 °C/min
- Nhiệt độ bơm: 250 °C
- Nhiệt độ detector: 250 °C
- Detector: ion hoá ngọn lửa
- Khí mang: nitơ
- Thể tích bơm: 0,1  $\mu$ l
- Tốc độ dòng khí mang: 1 ml/min
- Tỷ lệ phân dòng: 1/100

**Hình A.2 – Sắc phổ điện hình 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.

Nghiên cứu so sánh các phương pháp phân tích liên quan (xem ISO/TR 11018) cho thấy rằng khó có thể đưa ra một thiết bị đơn lẻ cho mục đích tiêu 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 quá đắt khi giá tinh dầu cao.
- có nhiều loại thiết bị khác nhau dùng để xác định, người sử dụng không thể chỉ sử dụng một loại đặc biệt.

Thông thường, giá trị trung bình của điểm cháy được đưa ra trong các thông tin ở Phụ lục của từng tiêu chuẩn do thoả thuận giữa các bên có liên quan.

Phải qui định các thiết bị cần sử dụng để thu được giá trị này.

Thông tin chi tiết, xem ISO/TR 11018.

#### B.2 Điểm cháy của tinh dầu hồi

Giá trị trung bình là + 98 °C.

**CHÚ THÍCH** Giá trị này thu được bằng thiết bị "Cốc thử kín Pensky-Martens".

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] ISO/TR 11018:1997, *Essential oils – General guidance on the determination of flashpoint*
  - [2] ISO/TR 21092:2004, *Essential oils – Characterization.*
-