

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 11885:2017
ISO 3809:2004**

**TINH DẦU CHANH {CITRUS AURANTIFOLIA (CHRISTM.)
SWINGLE} ÉP NGUỘI**

*Oil of lime (cold pressed), Mexican type (Citrus aurantifolia (Christm.) Swingle), obtained by
mechanical means*

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 11885:2017 hoàn toàn tương đương ISO 3809:2004;

TCVN 11885:2017 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.

Tinh dầu chanh [*Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle] ép nguội

Oil of lime (cold pressed), Mexican type [Citrus aurantifolia (Christm.) Swingle], obtained by mechanical means

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các đặc tính của tinh dầu chanh [*Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle], thu được bằng phương pháp cơ học (ép nguội).

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 8442 (ISO 212) *Tinh dầu – Lấy mẫu.*

TCVN 8444 (ISO 279) *Tinh dầu – Xác định tỷ trọng tương đối ở 20 °C – Phương pháp chuẩn.*

TCVN 8445 (ISO 280) *Tinh dầu – Xác định chỉ số khúc xạ.*

TCVN 8446 (ISO 592) *Tinh dầu – Xác định độ quay cực.*

TCVN 8448 (ISO 4715) *Tinh dầu – Xác định phần còn lại sau khi bay hơi.*

TCVN 8455 (ISO 1271) *Tinh dầu – Xác định trị số carbonyl – Phương pháp hydroxylamin tự do.*

TCVN 9650 (ISO/TS 210) *Tinh dầu – Nguyên tắc chung về bao gói, điều kiện đóng gói và bảo quản.*

TCVN 9651 (ISO/TS 211) *Tinh dầu – Nguyên tắc chung về ghi nhãn và đóng dấu bao bì.*

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 (ISO 11024-2) *Tinh dầu – Hướng dẫn chung về mẫu sắc đồ – Phần 2: Sử dụng sắc kí đồ cho mẫu tinh dầu.*

ISO 4735 *Oils of Citrus – Determination of CD value by ultraviolet spectrometric analysis (Tinh dầu quả có mùi - Xác định trị số CD bằng phương pháp phân tích quang phổ tử ngoại).*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Tinh dầu chanh (ép nguội), (loại A) [oil of lime (cold pressed), (type A)]

Tinh dầu thu được bằng cách nghiền nguyên quả chanh [*Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle], thuộc họ Rutaceae, sau đó ly tâm nhũ tương của nước quả.

3.2

Tinh dầu chanh (ép nguội), (loại B) [oil of lime (cold pressed), (type B)]

Tinh dầu thu được bằng cách nghiền và/hoặc ép vỏ quả chanh [*Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle] thuộc họ Rutaceae có bổ sung nước, sau đó ly tâm nhũ tương của nước và tinh dầu.

CHÚ THÍCH 1: Sản phẩm được sản xuất chủ yếu ở Mexico, các nước Trung Mỹ và đảo Caribbê.

CHÚ THÍCH 2: Xem TCVN 9657 (ISO/TR 21092) *Tinh dầu – Mã số đặc trưng*, về thông tin đối với chỉ số CAS.

4 Yêu cầu

4.1 Trạng thái

Loại A	Loại B
Dạng lỏng, trong, thường có kết tủa dạng sáp	

4.2 Màu sắc

Loại A	Loại B
Từ xanh vàng nhạt đến xanh	Từ xanh đến xanh đậm

4.3 Mùi

Loại A	Loại B
Đặc trưng mùi vỏ chanh tươi, giống mùi của quả có mùi	Mùi của vỏ quả tươi. Mùi đặc trưng của nước quả chanh tươi

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

Loại A		Loại B	
Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa
0,875 0	0,884 0	0,880 0	0,888 0

4.5 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C

Loại A		Loại B	
Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa
1,482 0	1,486 0	1,484 0	1,488 0

4.6 Độ quay cực ở 20 °C

Loại A	Loại B
Trong khoảng từ + 35,0° đến + 41,0°	Thường không thể xác định được do tinh dầu này có màu đậm

4.7 Trị số carbonyl

Loại A		Loại B	
Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa
16	31	18	35
(tương ứng với 4,5 % hợp chất carbonyl tính theo citral)	(tương ứng với 8,5 % hợp chất carbonyl tính theo citral)	(tương ứng với 5 % hợp chất carbonyl tính theo citral)	(tương ứng với 9,5 % hợp chất carbonyl tính theo citral)

4.8 Phần còn lại sau khi bay hơi

Loại A		Loại B	
Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa
10,0 %	14,5 %	13,0 %	19,0 %

4.9 Trị số CD

Loại A	Loại B
Tối thiểu	Tối thiểu
18,2	23,6

4.10 Dữ liệu sắc ký đồ

Thực hiện phân tích tinh dầu bằng sắc ký khí. Trong sắc ký đồ thu được, các thành phần đặc trưng và đại diện phải xác định được và tỷ lệ của các thành phần này có thể tham khảo Bảng 1 và Bảng 2 tương ứng loại A và loại B. Các thành phần này tạo nên dữ liệu sắc ký đồ của tinh dầu.

Bảng 1 – Dữ liệu sắc ký đồ (loại A)

Thành phần	Tối thiểu	Tối đa
	%	%
α -Pinen	2,0	3,0
Sabinen	1,8	4,0
β -Pinen	18,0	24,0
Myrcen	1,0	2,0
<i>p</i> -Cymen	—	0,5
Limonen	42,0	50,0
γ -Terpinen	8,0	11,0
Terpinen-4-ol	0,2	0,6
α -Terpineol	0,2	0,6
<i>n</i> -Decanal	0,05	0,3
Neral	1,2	2,0
Geranial	2,0	3,0
Neryl acetat	0,1	0,35
Geranyl acetat	0,2	0,4
β -Caryophyllen	0,5	1,5
α -Bergamoten	1,0	1,9
α -Farnesen	0,75	1,75
β -Bisabolen	1,0	1,5

CHÚ THÍCH 1: Sắc ký đồ chuẩn có thể khác với sắc ký đồ điển hình nêu trong Phụ lục A.

CHÚ THÍCH 2: Tinh dầu chanh ép có thể chứa furocoumarin. Hàm lượng bergapten nhỏ hơn 2 000 mg/kg.

Bảng 2 – Dữ liệu sắc ký đồ (loại B)

Thành phần	Tối thiểu %	Tối đa %
α -Pinen	1,7	2,0
Sabinen	2,0	3,0
β -Pinen	17,0	19,0
Myrcen	1,4	1,8
Neryl acetat	0,0	0,25
γ -Terpinen	9,0	9,7
Terpinen-4-ol	0,2	0,6
<i>p</i> -Cymen	—	0,5
Limonen	38,0	44,0
α -Terpineol	0,3	0,6
<i>n</i> -Decanal	0,15	0,35
Neral	2,0	2,5
Geranial	3,0	3,7
Geranyl acetat	0,3	0,6
β -Caryophyllen	1,5	1,9
α -Bergamoten	0,5	0,7
β -Bisabolen	4,0	4,5
CHÚ THÍCH 1: Sắc ký đồ chuẩn có thể khác với sắc ký đồ điển hình nêu trong Phụ lục A.		
CHÚ THÍCH 2: Tinh dầu chanh ép có thể chứa furocoumarin. Hàm lượng bergapten nhỏ hơn 2 000 mg/kg.		

4.11 Điểm chớp cháy

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

5 Lấy mẫu

Theo TCVN 8442 (ISO 212).

Thể tích tối thiểu của mẫu thử: 25 ml.

CHÚ THÍCH: Thể tích này đủ cho mỗi phép thử qui định trong tiêu chuẩn này được thực hiện ít nhất một lần.

TCVN 11885:2017

6 Phương pháp thử

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

Theo TCVN 8444 (ISO 279).

6.2 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C

Theo TCVN 8445 (ISO 280).

6.3 Độ quay cực ở 20 °C

Theo TCVN 8446 (ISO 592).

6.4 Trị số carbonyl

Theo TCVN 8455 (ISO 1271).

Phần mẫu thử: 5 g.

Thời gian để yên: 15 min.

6.5 Phần còn lại sau khi bay hơi

Theo TCVN 8448 (ISO 4715).

Phần mẫu thử: 5 g.

Thời gian bay hơi: 6 h.

6.6 Trị số CD

Theo ISO 4735.

Điểm B: khoảng 280 nm.

Giá trị tối đa: khoảng 312 nm đến 315 nm

Điểm A: khoảng 280 nm.

Pha loãng 0,025 g tinh dầu trong 100 ml etanol 90 % (thể tích).

6.7 Dữ liệu sắc ký đồ

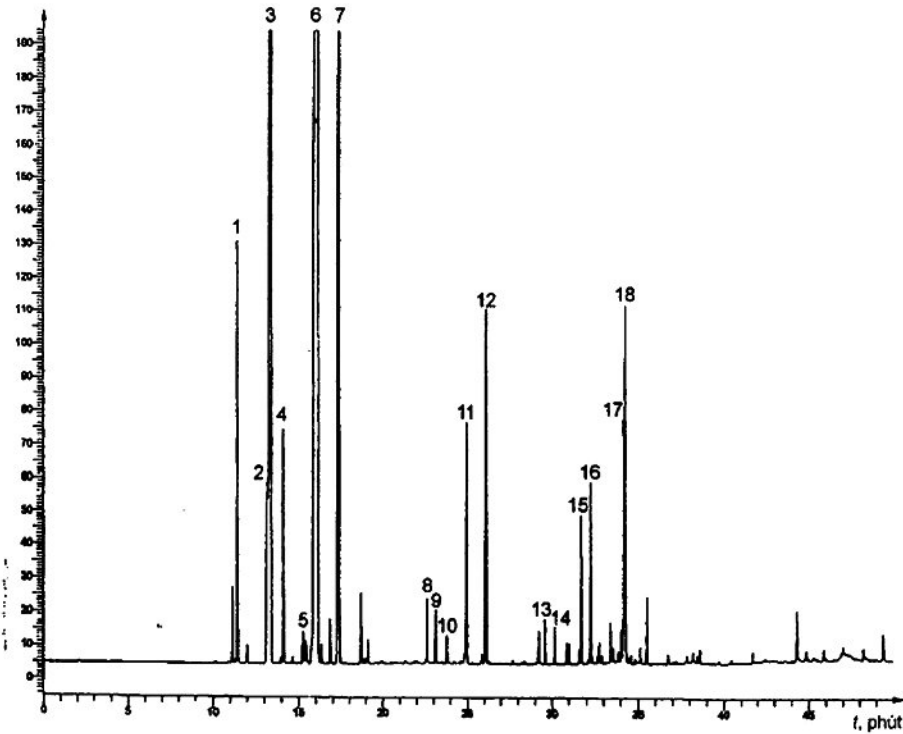
Theo TCVN 9655-1 (ISO 11024-1) và TCVN 9655-2 (ISO 11024-2).

7 Bao gói, ghi nhãn, dập nhãn và bảo quản

Theo TCVN 9650 (ISO/TS 210) và TCVN 9651 (ISO/TS 211).

Phụ lục A
(Tham khảo)

**Sắc ký đồ điển hình của tinh dầu chanh [*Citrus arantifolia* (Christm.) Swingle]
thu được bằng phương pháp cơ học (ép nguội), được phân tích bằng sắc ký khí**

**Nhận biết pic****Điều kiện phân tích**

1	α -Pinen	10	<i>n</i> -Decanal	Cột: mao quản; dài 30 m; đường kính trong 0,20 mm
2	Sabinen	11	Neral	Pha tĩnh: poly(5 % diphenyl/95 % dimetyl siloxan) (SP-5 [®])
3	β -Pinen	12	Geranial	Độ dày màng: 20 μ m
4	Myrcen	13	Neryl acetat	Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 75 °C trong 5 min, sau đó cài đặt chương trình nhiệt độ tăng từ 75 °C đến 100°C ở tốc độ 5 °C/min, từ 100 °C đến 220 °C ở tốc độ 6 °C/min, và đẳng nhiệt ở 220 °C trong 8,5 min
5	<i>p</i> -Cymen	14	Geranyl acetat	Nhiệt độ bơm: 230 °C
6	Limonen	15	β -Caryophyllen	Nhiệt độ detector: 260 °C
7	γ -Terpinen	16	α -Bergamoten	Detector: ion hóa ngọn lửa
8	Terpinen-4-ol	17	α -Farnesen	Khí mang: heli
9	α -Terpineol	18	β -Bisabolen	Thể tích bơm: 1 μ l

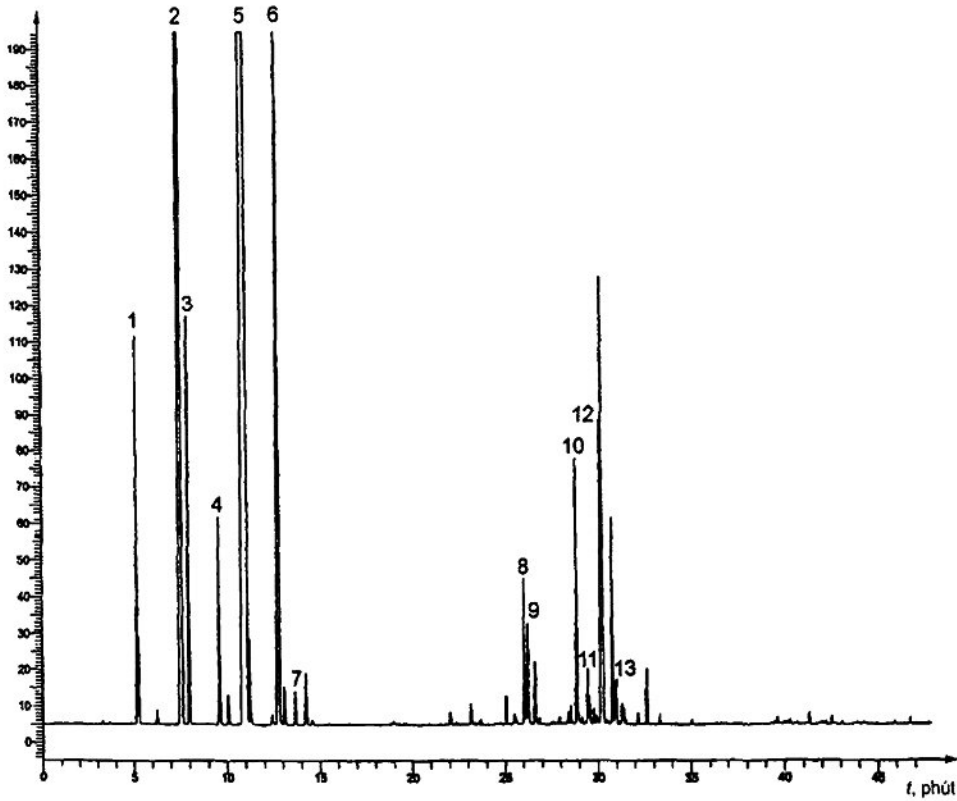
Khí mang: heli

Thể tích bơm: 1 μ l

Dòng khí mang: 206,84 kPa

Tỷ lệ chia dòng: 1/100

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



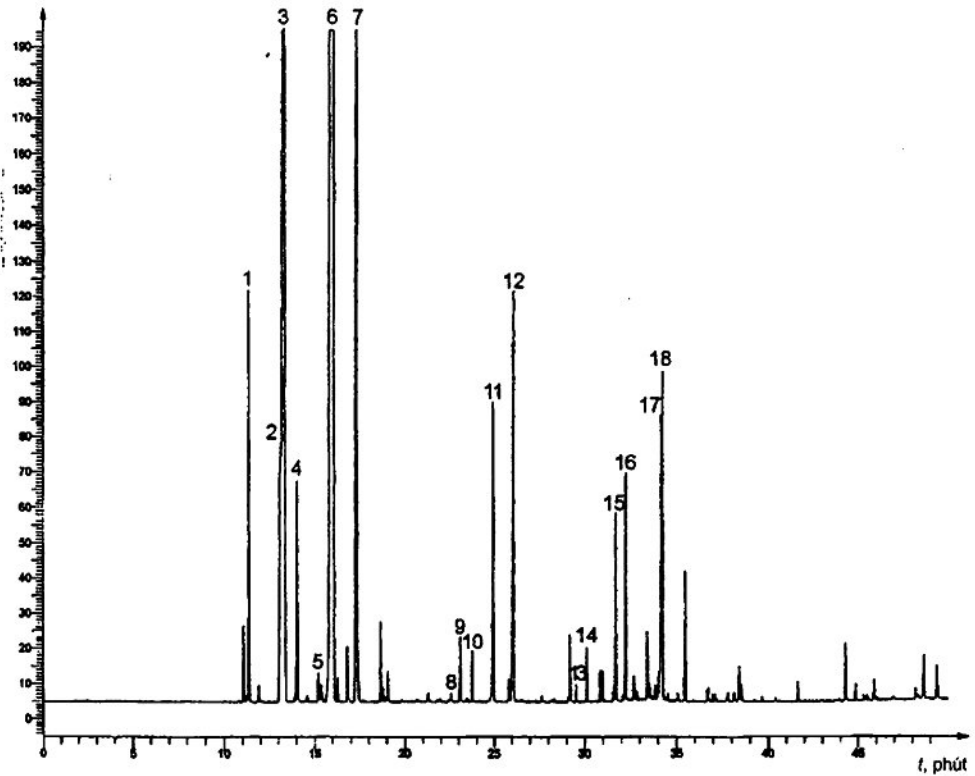
Nhận biết pic

1	α -Pinen	10	Neral
2	β -Pinen	11	α -Terpineol
3	Sabinen	12	β -Bisabolen
4	Myrcen	13	Neryl acetat
5	Limonen		
6	γ -Terpinen		
7	p -Cymen		
8	α -Bergamoten		
9	β -Caryophyllen		

Điều kiện phân tích

Cột: mao quản; dài 30 m; đường kính trong 0,20 mm
 Pha tĩnh: poly(etylen glycol) (Carbowax[®])
 Độ dày màng: 20 μ m
 Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 75 °C trong 5 min, sau đó cài đặt chương trình nhiệt độ tăng từ 75 °C đến 100°C ở tốc độ 5 °C/min, từ 100 °C đến 220 °C ở tốc độ 6 °C/min và đẳng nhiệt ở 220 °C trong 8,5 min
 Nhiệt độ bơm: 230 °C
 Nhiệt độ detector: 260 °C
 Detector: ion hóa ngọn lửa
 Khí mang: heli
 Thể tích bơm: 1 μ l
 Dòng khí mang: 206,84 kPa
 Tỷ lệ chia dòng: 1/100

Hình A.2 – Sắc ký đồ điển hình thu được trên cột phân cực (loại A)



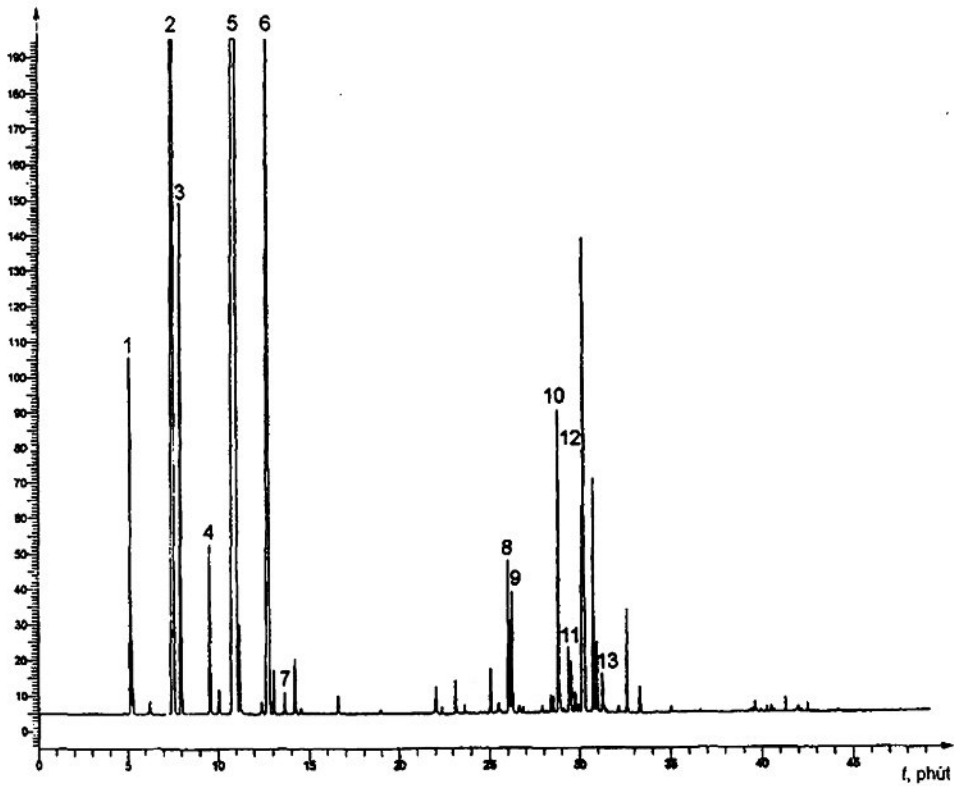
Nhận biết pic

1	α -Pinen	10	<i>n</i> -Decanal
2	Sabinen	11	Neral
3	β -Pinen	12	Geranial
4	Myrcen	13	Neryl acetat
5	<i>p</i> -Cymenten	14	Geranyl acetat
6	Limonen	15	β -Caryophyllen
7	γ -Terpinen	16	α -Bergamoten
8	Terpinen-4-ol	17	α -Farnesen
9	α -Terpineol	18	β -Bisabolen

Điều kiện phân tích

Cột: mao quản; dài 30 m; đường kính trong 0,20 mm
 Pha tĩnh: poly(5 % diphenyl/95 % dimetyl siloxan) (SP-5[®])
 Độ dày màng: 20 μ m
 Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 75 °C trong 5 min, sau đó cài đặt chương trình nhiệt độ tăng từ 75 °C đến 100°C ở tốc độ 5 °C/min, từ 100 °C đến 220 °C ở tốc độ 6 °C/min và đẳng nhiệt ở 220 °C trong 8,5 min
 Nhiệt độ bơm: 230 °C
 Nhiệt độ detector: 260 °C
 Detector: ion hóa ngọn lửa
 Khí mang: heli
 Thể tích bơm: 1 μ l
 Dòng khí mang: 206,84 kPa
 Tỷ lệ chia dòng: 1/100

Hình A.3 – Sắc ký đồ điển hình thu được trên cột không phân cực (loại B)



Nhận biết pic

- 1 α -Pinen
- 2 β -Pinen
- 3 Sabinen
- 4 Myrcen
- 5 Limonen
- 6 γ -Terpinen
- 7 *p*-Cymen

Điều kiện phân tích

- 8 α -Bergamoten
- 9 β -Caryophyllen
- 10 Neral
- 11 α -Terpineol
- 12 β -Bisabolen
- 13 Neryl acetat

Cột: mao quản; dài 30 m; đường kính trong: 0,20 mm
 Pha tĩnh: poly(etylen glycol) (Carbowax®)
 Độ dày màng: 20 μ m
 Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 75 °C trong 5 min, sau đó cài đặt chương trình nhiệt độ tăng từ 75 °C đến 100°C ở tốc độ 5 °C/min, từ 100 °C đến 220 °C ở tốc độ 6 °C/min và đẳng nhiệt ở 220 °C trong 8,5 min
 Nhiệt độ bơm: 230 °C
 Nhiệt độ detector: 260 °C
 Detector: ion hóa ngọn lửa
 Khí mang: heli
 Thể tích bơm: 1 μ l
 Dòng khí mang: 206,84 kPa
 Tỷ lệ chia dòng: 1/100

Hình A.4 – Sắc ký đồ điển hình thu được trên cột phân cực (loại B)

Phụ lục B

(Tham khảo)

Điểm chớp 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 cần có yêu cầu thông tin về điểm chớp cháy của tinh dầu, trong hầu hết các trường hợp sản phẩm dễ cháy.

Nghiên cứu so sánh về các phương pháp phân tích liên quan [xem TCVN 8459 (ISO/TR 11018)] cho thấy rằng khó có thể đưa ra một phương pháp để chuẩn hoá, vì:

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

Thông thường, giá trị trung bình của điểm chớp cháy được đưa ra trong các thông tin ở Phụ lục của từng tiêu chuẩn để đáp ứng các yêu cầu của các bên có liên quan.

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

Thông tin chi tiết, xem TCVN 8459 (ISO/TR 11018).

B.2 Điểm chớp cháy của tinh dầu chanh

Giá trị trung bình là +46 °C.

CHÚ THÍCH 1: Giá trị này thu được bằng thiết bị "Setaflash".

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 8459 (ISO/TR 11018) *Tinh dầu – Hướng dẫn chung về xác định điểm chớp cháy*
 - [2] TCVN 9657 (ISO/TR 21092) *Tinh dầu – Mã số đặc trưng*
-