

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11881:2017

TINH DẦU HẠT TIÊU ĐEN (PIPER NIGRUM L.)

Oil of black pepper (Piper nigrum L.)

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 11881:2017 được xây dựng trên cơ sở tham khảo ISO 3061:2008;

TCVN 11881:2017 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 hạt tiêu đen (*Piper nigrum* L.)

Oil of black pepper (Piper nigrum L.).

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các đặc tính của tinh dầu hạt tiêu đen (*Piper nigrum* L.).

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 8449 (ISO 875) *Tinh dầu – Đánh giá khả năng hòa trộn trong etanol.*

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.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Tinh dầu hạt tiêu đen (essential oil of black pepper)

Tinh dầu thu được bằng cách chưng cất lôi cuốn hơi nước hạt tiêu *Piper nigrum* L. nguyên hạt hoặc đã làm vỡ, thuộc họ Piperaceae.

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

4 Yêu cầu

CHÚ THÍCH: Tham khảo Phụ lục A về tính chất vật lý và thông tin về dữ liệu sắc ký đồ của một số loại tinh dầu tiêu đen có nguồn gốc khác nhau.

4.1 Trạng thái

Dạng lỏng, trong, linh động.

4.2 Màu sắc

Không màu hoặc có màu nhạt (vàng, xanh lá cây, xanh da trời).

4.3 Mùi

Mùi hăng, mùi gỗ.

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

Tối thiểu: 0,861

Tối đa: 0,885

4.5 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C

Tối thiểu: 1,478

Tối đa: 1,493

4.6 Độ quay cực ở 20 °C

Tối thiểu: - 17°

Tối đa: + 20°

4.7 Khả năng hòa trộn trong etanol, 95 % (thể tích) ở 20 °C

Đề thu được dung dịch trong, không sử dụng quá 3 phần thể tích etanol 95 % với 1 thể tích tinh dầu.

4.8 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 được nhận dạng. Thông tin về dữ liệu sắc ký đồ được nêu trong Phụ lục A.

4.9 Điểm chớp cháy

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

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.

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 Khả năng hòa trộn trong etanol, 95 % (thể tích) ở 20 °C

Theo TCVN 8449 (ISO 875).

6.5 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)

**Tính chất vật lý và thông tin về dữ liệu sắc ký đồ của
một số loại tinh dầu tiêu đen có nguồn gốc khác nhau**

A.1 Tỷ trọng tương đối ở 20 °C, d_{20}^{20}

	Ấn độ	Sri Lanka	Indonesia	Madagascar
Tối thiểu	0,864	0,861	0,861	0,864
Tối đa	0,880	0,876	0,885	0,884

A.2 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C

	Ấn độ	Sri Lanka	Indonesia	Madagascar
Tối thiểu	1,478	1,475	1,480	1,475
Tối đa	1,487	1,490	1,493	1,490

A.3 Độ quay cực ở 20 °C

	Ấn độ	Sri Lanka	Indonesia	Madagascar
Tối thiểu	- 18°	- 17°	- 17°	- 18°
Tối đa	- 7°	- 8°	- 6°	+ 20°

A.4 Dữ liệu sắc ký đồ

Tỷ lệ của các thành phần đặc trưng và đại diện của tinh dầu tiêu đen thu được trên sắc ký đồ như trong Bảng A.1. Các thành phần này tạo nên dữ liệu sắc ký đồ của tinh dầu.

Bảng A.1 – Dữ liệu sắc ký đồ

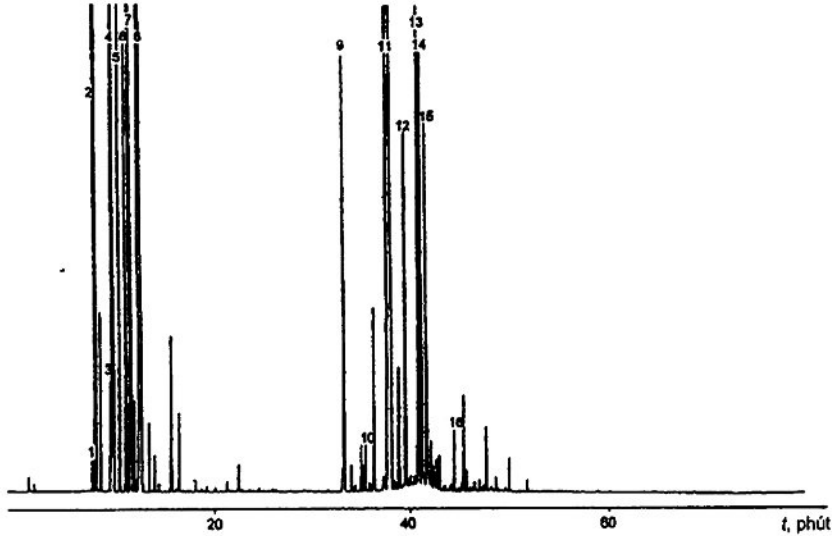
Thành phần	Ấn độ		Sri Lanka		Indonesia		Madagascar	
	Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa	Tối thiểu	Tối đa
α -Pinen	3	12	10	16	2,5	10	8	26
β -Pinen	5	12	9	12	nd ^a	3	7	15
Sabinen	6	15	10	17	4	10	nd ^a	4
β -Caren	3	15	5	11	9	20	7	16
Limonen	10	17	13	16	7	12	10	25
δ -Elemen	0,5	3,5	0,5	3	0,5	3	0,5	4,5
α -Copaen	0,5	4,5	1,5	4	0,2	1	nd ^a	0,5
β -Caryophyllen	12	29	12	21	25	40	10	25
Germacren D	nd ^a	2	nd ^a	1	nd ^a	1	1	6,5
β -Selinen	0,5	3,5	nd ^a	2	3	6	1	4,5
α -Selinen	nd ^a	3	0,5	2	2,5	5	0,5	3
Caryophyllen oxid	nd ^a	1	nd ^a	1	nd ^a	1	nd ^a	1

^a Không phát hiện

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

Phụ lục B
(Tham khảo)

**Sắc ký đồ điển hình của tinh dầu hạt tiêu đen (*Piper nigrum* L.)
phân tích bằng sắc ký khí**

**Nhận diện pic**

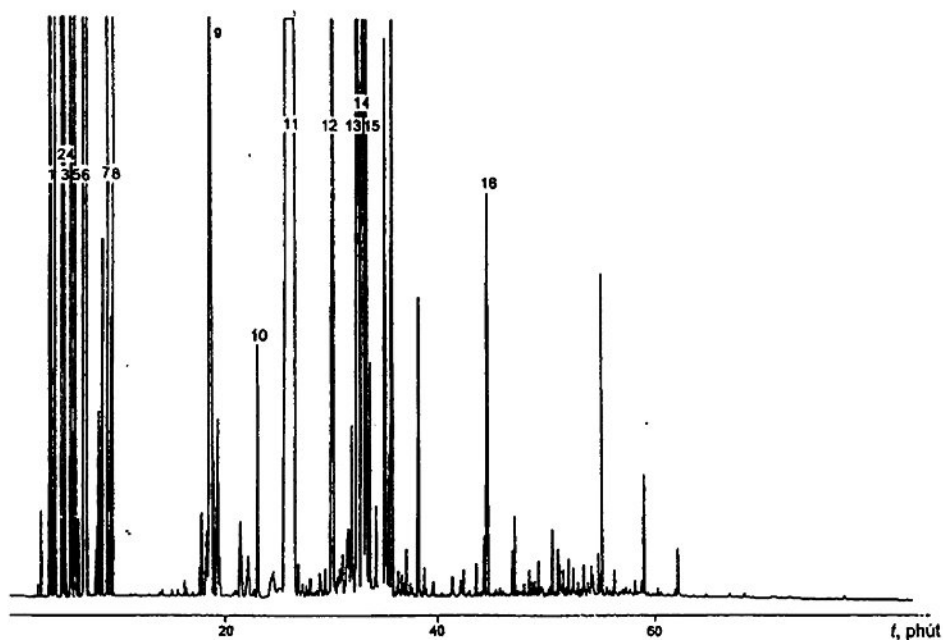
- | | |
|----|-----------------------|
| 1 | α -Thujen |
| 2 | α -Pinen |
| 3 | Sabinen |
| 4 | β -Pinen |
| 5 | Myrcen |
| 6 | α -Phellandren |
| 7 | 3-Caren |
| 8 | Limonene + 1,8-Cineol |
| 9 | δ -Elemen |
| 10 | α -Copaen |
| 11 | β -Caryophyllen |
| 12 | α -Humulen |
| 13 | Germacren D |
| 14 | β -Selinen |
| 15 | α -Selinen |
| 16 | Caryophyllen oxid |

Điều kiện tiến hành

- | |
|---|
| Cột: silica mao quản; dài 50 m; đường kính trong 0,2 mm |
| Pha tĩnh: polydimetylsiloxan [HP-1] ¹⁾ |
| Độ dày màng : 0,25 μ m |
| Nhiệt độ lò: 65 °C đến 230 °C, ở tốc độ 2 °C/min |
| Nhiệt độ bơm: 230 °C |
| Nhiệt độ detector: 250 °C |
| Detector: ion hóa ngọn lửa |
| Khí mang: hydro |
| Thể tích bơm: 0,2 μ l |
| Tốc độ dòng khí mang: 1 ml/min |
| Tỷ lệ chia dòng: 1/100 |

Hình B.1 – Sắc ký đồ điển hình thu được trên cột không phân cực, tinh dầu Madagascar

¹⁾ Ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng và không ấn định phải sử dụng sản phẩm này. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.

**Nhận biết pic**

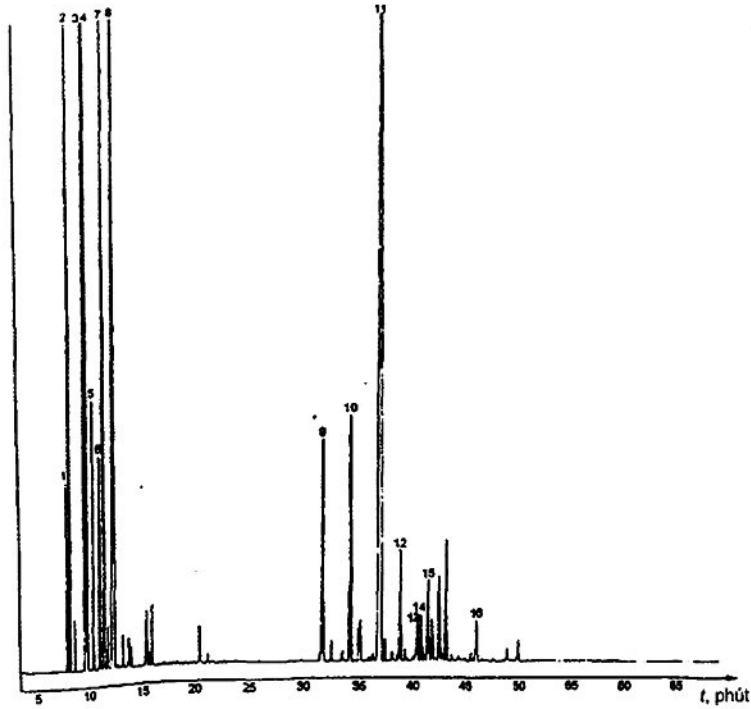
- 1 α -Pinen + α -Thujen
- 2 β -Pinen
- 3 Sabinen
- 4 3-Caren
- 5 α -Phellandren + Myrcen
- 6 Limonen
- 7 *p*-Cymen
- 8 Terpinolen
- 9 δ -Elemen
- 10 α -Copaen
- 11 β -Caryophyllen + Terpinen-4-ol
- 12 α -Humulen
- 13 Germacren D
- 14 β -Selenin
- 15 α -Selenin
- 16 Caryophyllen oxid

Điều kiện phân tích

- Cột: silica mao quản; dài 50 m; đường kính trong 0,2 mm
 Pha tĩnh: poly(etylen glycol) [Carbowax] ²⁾
 Độ dày màng: 0,25 μ m
 Nhiệt độ lò: 65 °C đến 230 °C, ở tốc độ 10 °C/min
 Nhiệt độ bơm: 230 °C
 Nhiệt độ detector: 250 °C
 Detector: ion hóa ngọn lửa
 Khí mang: hydro
 Thể tích bơm: 0,2 μ l
 Tốc độ dòng khí mang: 1,1 ml/min
 Tỷ lệ chia dòng: 1/100

Hình B.2 – Sắc ký đồ điển hình thu được trên cột phân cực, tinh dầu Madagascar

²⁾ Ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng và không ấn định phải sử dụng sản phẩm này. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.

**Nhận biết pic**

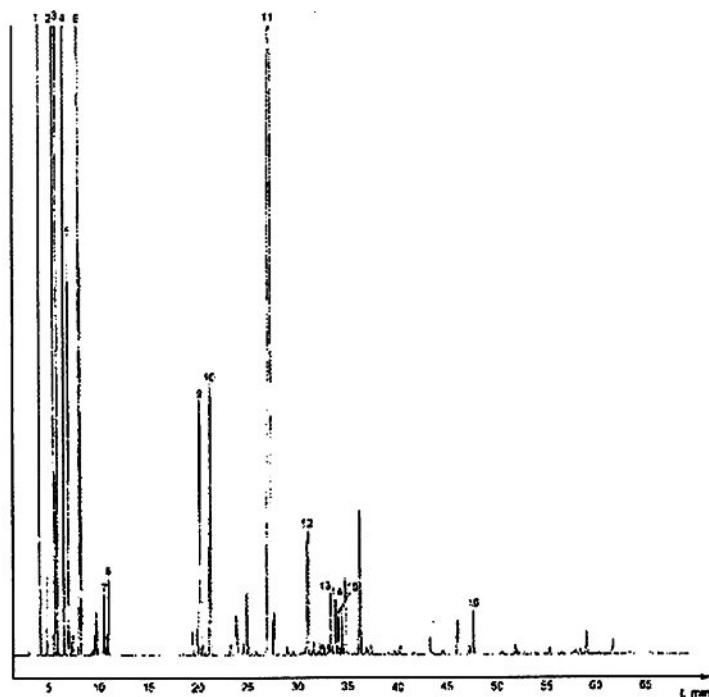
- 1 α -Thujen
- 2 α -Pinen
- 3 Sabinen
- 4 β -Pinen
- 5 Myrcen
- 6 α -Phellandren
- 7 3-Caren
- 8 Limonen + 1,8-Cineol
- 9 δ -Elemen
- 10 α -Copaen
- 11 β -Caryophyllen
- 12 α -Humulen
- 13 Germacren D
- 14 β -Selinen
- 15 α -Selinen
- 16 Caryophyllen oxid

Điều kiện phân tích

- Cột: silica mao quản; dài 30 m; đường kính trong 0,25 mm
 Pha tĩnh: polydimetylsiloxan [HP-1]³⁾
 Độ dày màng: 0,25 μ m
 Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 60 °C trong 1 min, sau đó chương trình nhiệt độ tăng từ 60 °C đến 240 °C ở tốc độ 2 °C/min, đẳng nhiệt ở 240 °C trong 10 min
 Nhiệt độ bơm: 250 °C
 Nhiệt độ detector: 300 °C
 Detector: ion hóa ngọn lửa
 Khí mang: hydro
 Thể tích bơm: 0,5 μ l
 Tốc độ dòng khí mang: 100 ml/min
 Tỷ lệ chia dòng: 1/100

Hình B.3 – Sắc ký đồ điện hình thu được trên cột không phân cực, tinh dầu Ấn Độ

³⁾ Ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng và không ấn định phải sử dụng sản phẩm này. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.



Nhận biết pic	Điều kiện phân tích
1 α -Pinen + α -Thujen	Cột: silica mao quản; dài 30 m; đường kính trong 0,25 mm
2 β -Pinen	Pha tĩnh: poly(etylen glycol) [Innowax] ⁴⁾
3 Sabinen	Độ dày màng: 0,25 μ m
4 3-Caren	Nhiệt độ lò: đẳng nhiệt ở 60 °C trong 1 min, sau đó chương trình nhiệt độ
5 α -Phellandren + Myrcen	tăng từ 60 °C đến 240 °C ở tốc độ 2 °C/min, đẳng nhiệt ở 240 °C trong 10 min
6 Limonen	Nhiệt độ bơm: 250 °C
7 <i>p</i> -Cymen	Nhiệt độ detector: 300 °C
8 Terpinolen	Detector: ion hóa ngọn lửa
9 δ -Elemen	Khí mang: hydro
10 α -Copaen	Thể tích bơm: 0,5 μ l
11 β -Caryophyllen + Terpinen-4-ol	Tốc độ dòng khí mang: 100 ml/min
12 α -Humulen	Tỷ lệ chia dòng: 1/100
13 Germacren D	
14 β -Selinen	
15 α -Selinen	
16 Caryophyllen oxid	

Hình B.4 – Sắc ký đồ điện hình thu được trên cột phân cực, tinh dầu Ấn Độ

⁴⁾ Ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng và không ấn định phải sử dụng sản phẩm này. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.

Phụ lục C

(Tham khảo)

Điểm chớp cháy**C.1 Thông tin chung**

Vi 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)]^[1] 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) ^[1].

C.2 Điểm chớp cháy của tinh dầu hạt tiêu đen (*Piper nigrum* L.)

Giá trị trung bình là + 48 °C (thu được khi sử dụng tinh dầu Madagascar).

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*
-