

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 11882:2017
ISO 3214:2000**

TINH DẦU MÀNG TANG (LITSEA CUBEBA PERS)

Oil of Litsea cubeba (Litsea cubeba Pers.)

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 11882:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 3214:2000;

TCVN 11882:2017 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 màng tang (*Litsea cubeba* Pers.)

Oil of Litsea cubeba (Litsea cubeba Pers.)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các đặc tính của tinh dầu màng tang (*Litsea cubeba* Pers.).

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 8456 (ISO 1279) *Tinh dầu – Xác định các trị số carbonyl – Các phương pháp đo điện thế sử dụng hydroxylamoni clorua*

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.*

TCVN 11882:2017

NF T 75-414, *Oils of Litsea cubeba and lemongrass – Determination of citral (neral + geranial) content – Gas chromatographic method on packed and capillary columns* (Tinh dầu màng tang và sả chanh – Xác định hàm lượng citral (neral + geranial) – Phương pháp sắc ký khí trên cột nhồi và cột mao quản).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Tinh dầu màng tang (essential oil of *Litsea cubeba*)

Tinh dầu thu được bằng cách chưng cất lôi cuốn hơi nước quả màng tang *Litsea cubeba* Pers. tươi, thuộc họ Lauraceae.

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

4.1 Trạng thái

Dạng lỏng, trong, linh động.

4.2 Màu sắc

Màu vàng nhạt đến vàng đậm.

4.3 Mùi

Mùi đặc trưng, mùi tươi của mùi citral.

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

Tối thiểu: 0,880 0

Tối đa: 0,892 0

4.5 Chỉ số khúc xạ ở 20 °C

Tối thiểu: 1,480 0

Tối đa: 1,490 0

4.6 Độ quay cực ở 20 °C

Trong khoảng + 3° đến + 12°

4.7 Khả năng hòa trộn trong etanol, 70 % (thể tích) ở 20 °C

Đề thu được dung dịch trong, không sử dụng quá 3 phần thể tích etanol 70 % với 1 thể tích tinh dầu.

4.8 Trị số carbonyl

Tối thiểu: 272

Trị số này tương ứng với hàm lượng các thành phần carbonyl, tính theo citral tối thiểu là: 74 %.

4.9 Hàm lượng citral (neral + geranial) phân tích bằng sắc ký khí sử dụng phương pháp nội chuẩn

Tối thiểu: 70 %.

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. Các thành phần này tạo nên dữ liệu sắc ký đồ của tinh dầu.

Bảng 1 – Dữ liệu sắc ký đồ

Thành phần	Tối thiểu %	Tối đa %
α -Pinen	–	1,5
Limonen	9	15
2-Metyl-2-hepten-6-one	1,8	3
Citronellal	–	1,5
Linalol	1,5	3
Neral	25	33
Geranial	38	45
Citronellol	0,5	1,5
Nerol	0,2	1,2
Geraniol	0,5	1,5
CHÚ THÍCH: Sắc ký đồ chuẩn có thể khác với sắc ký đồ điển hình nêu trong Phụ lục A.		

4.11 Điểm chớp cháy

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

TCVN 11882:2017

5 Lấy mẫu

Theo TCVN 8442 (ISO 212).

Thể tích tối thiểu của mẫu thử: 30 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, 70 % (thể tích) ở 20 °C

Theo TCVN 8449 (ISO 875).

6.5 Trị số carbonyl

Theo TCVN 8456 (ISO 1279).

Mẫu thử: 1,2 g đến 2 g.

Thời gian để yên: 15 min không có sự tác động nhiệt.

Khối lượng phân tử tương đối của citral: 152,2.

6.6 Hàm lượng citral được phân tích bằng sắc ký khí

Theo NF T 75-414.

6.7 Dữ liệu sắc ký đồ

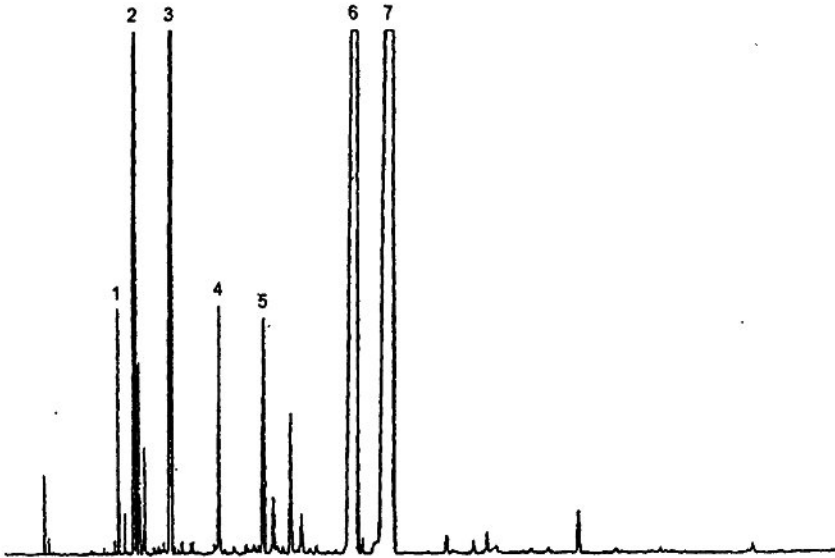
Theo TCVN 9655-1 (ISO 11024-1) và TCVN 9655-2 (ISO 11024-2).

7 Bao gói, ghi nhãn, đập 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 màng tang (*Litsea cubeba* Pers.)
được phân tích bằng sắc ký khí**

**Nhận biết pic**

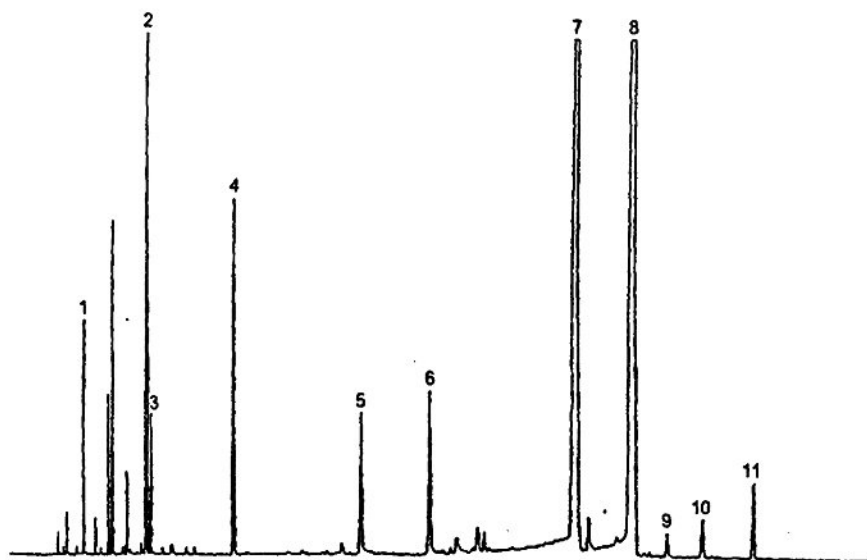
- | | |
|---|-----------------------------|
| 1 | α -Pinen |
| 2 | 2-Metyl-2-hepten-6-one |
| 3 | Limonen + 1,8-cineole |
| 4 | Linalol |
| 5 | Citronellal |
| 6 | Neral + nerol + citronellol |
| 7 | Geraniol + geranial |

Điều kiện phân tích

- | |
|---|
| Cột: silica mao quản; dài 30 m; đường kính trong 0,25 mm |
| Độ dày màng : không qui định |
| Pha tĩnh: dimetyl polysiloxan (SE 30) |
| Nhiệt độ lò: chương trình nhiệt độ từ 70 °C đến 250 °C, ở tốc độ 2 °C/min |
| Nhiệt độ bơm: 250 °C |
| Nhiệt độ detector: 250 °C |
| Detector: ion hóa ngọn lửa |
| Khí mang: nitơ |
| Thể tích bơm: 0,3 μ l |
| Tốc độ dòng khí mang: 1 ml/min |
| Tỷ lệ chia dòng: 1/100 |

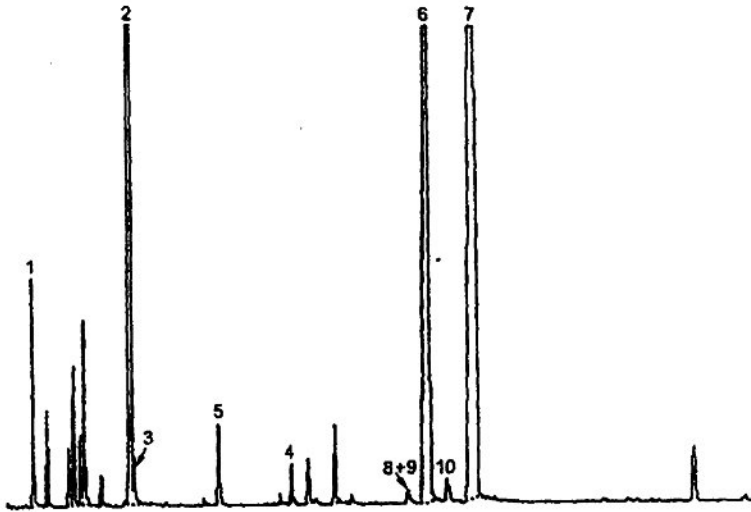
CHÚ THÍCH: Với loại cột này, neral, nerol và citronellol không được tách tốt. Trong trường hợp này nên tiến hành phân tích sử dụng cột phân cực khác.

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



Nhận biết pic	Điều kiện phân tích
1 α -Pinen	Cột: silica mao quản; dài 30 m; đường kính trong 0,25 mm
2 Limonen	Độ dày màng: không qui định
3 1,8-Cineol	Pha tĩnh: polyetylen glycol (Supelcowax 10) liên kết chéo
4 2-Metyl-2-hepten-6-one	Nhiệt độ lò: chương trình nhiệt độ từ 70 °C đến 250 °C, ở tốc độ 2 °C/min
5 Citronellal	Nhiệt độ bơm: 250 °C
6 Linalol	Nhiệt độ detector: 250 °C
7 Neral	Detector: ion hóa ngọn lửa
8 Geranial	Khí mang: nitơ
9 Citronellol	Thể tích bơm: 0,3 μ l
10 Nerol	Tốc độ dòng khí mang: 1 ml/min
11 Geraniol	Tỷ lệ chia dòng: 1/100

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



Nhận biết pic	Điều kiện phân tích
1 α -Pinen	Cột: silica mao quản; dài 30 m; đường kính trong 0,25 mm
2 Limonen	Độ dày màng: 0,25 μ m
3 1,8-Cineol	Pha tĩnh: DB5™
4 Citronellal	Nhiệt độ lò: chương trình nhiệt độ từ 60 °C đến 200 °C, ở tốc độ 3 °C/min
5 Linalol	Nhiệt độ bơm: 210 °C
6 Neral	Nhiệt độ detector: 210 °C
7 Geranial	Detector: ion hóa ngọn lửa
8 Citronellol	Khí mang: nitơ ở 140 kPa
9 Nerol	Thể tích bơm: 0,1 μ l
10 Geraniol	Tốc độ dòng khí mang: 0,38 m/s trên pic <i>n</i> -hexan Tỷ lệ chia dòng: 1/80

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

Phụ lục B
(Tham khảo)

Điểm chớp cháy

B.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)] 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].

B.2 Điểm chớp cháy của tinh dầu màng tang

Giá trị trung bình là + 71 °C.

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

. 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*
-