

## Tinh dầu – Xác định trị số este

*Essential oils – Determination of ester value*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định trị số este của tinh dầu.

Phương pháp này không áp dụng được cho các loại tinh dầu chứa các lacton hoặc chứa một tỷ lệ đáng kể các aldehyt.

### 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 7149-1 (ISO 385-1)<sup>1)</sup>, *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret – Phần 1: Yêu cầu chung.*

TCVN 8443 (ISO 356), *Tinh dầu – Chuẩn bị mẫu thử.*

TCVN 8450 (ISO 1242), *Tinh dầu – Xác định trị số axit.*

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

#### 3.1

**Trị số este (ester value)**

**EV**

Số miligam kali hydroxit cần để trung hòa lượng axit được giải phóng do thủy phân các este có trong 1 g tinh dầu.

<sup>1)</sup> TCVN 7149-1 (ISO 385-1) cùng với TCVN 7149-2 (ISO 385-2) đã được thay bằng TCVN 7149:2007 (ISO 385:2005) *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret.*

#### **4 Nguyên tắc**

Các este có mặt trong tinh dầu được thủy phân bằng nhiệt với một lượng dư của dung dịch chuẩn kali hydroxit trong etanol trong các điều kiện quy định. Lượng kiềm dư được xác định bằng chuẩn độ ngược với dung dịch chuẩn axit clohydric.

#### **5 Thuốc thử**

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

**5.1 Etanol, 95 % (phần thể tích) ở 20 °C**, mới được trung hòa bằng dung dịch kali hydroxit (5.2) có sử dụng chất chỉ thị màu (5.4) để xác định.

**5.2 Kali hydroxit**, dung dịch chuẩn trong etanol,  $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$  ở 20 °C, mới được chuẩn hóa trước mỗi dãy các phép thử.

**5.3 Axit clohydric**, dung dịch chuẩn,  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$  ở 20 °C.

Quan trọng nhất là thuốc thử phải được lấy ở nhiệt độ quy định 20 °C, cụ thể là dung dịch kali hydroxit trong etanol, vì thể tích của chúng thay đổi rất nhiều theo nhiệt độ.

#### **5.4 Chất chỉ thị màu**

Sử dụng **phenolphthalein**, dung dịch 2 g/l trong etanol (5.1), hoặc **đỏ phenol**, dung dịch 0,4 g/l trong etanol 20 % (phần thể tích), nếu tinh dầu có chứa các nhóm phenol.

CHÚ THÍCH: Trường hợp cụ thể này sẽ được quy định trong tiêu chuẩn cụ thể cho loại tinh dầu có liên quan.

#### **6 Thiết bị, dụng cụ**

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

**6.1 Thiết bị để xà phòng hóa**, gồm có bình cầu bằng thủy tinh bền với kiềm, dung tích từ 100 ml đến 250 ml và có thể lắp khít với bộ ngưng tụ không khí bằng thủy tinh mài, dài ít nhất 1 m và đường kính trong khoảng từ 1 cm đến 1,5 cm.

Nếu cần, cụ thể là đối với các loại tinh dầu chứa các phần cặn rất nhẹ và phụ thuộc vào thời gian đặt trong nồi cách thủy có thể đun sôi, thì có thể thay ống thủy tinh bằng bộ sinh hàn làm nguội bằng nước.

**6.2 Ống nghiệm**, dung tích 5 ml.

**6.3 Buret**, dung tích 25 ml, được chia vạch 0,05 ml, đáp ứng được các yêu cầu loại B nêu trong TCVN 7149-1 (ISO 385-1).

**6.4 Nồi cách thủy có thể đun sôi.**

**6.5 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,001 g.**

**6.6 Máy đo điện thế.**

## **7 Lấy mẫu**

Phương pháp lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 8442 (ISO 212)<sup>2)</sup>.

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản trước khi đến phòng thử nghiệm.

## **8 Chuẩn bị mẫu thử**

Mẫu thử được chuẩn bị theo TCVN 8443 (ISO 356).

## **9 Cách tiến hành**

### **9.1 Phần mẫu thử**

Cân 2 g mẫu thử, chính xác đến 0,005 g.

Phần mẫu thử có thể khác, nếu được quy định trong tiêu chuẩn cụ thể đối với tinh dầu có liên quan.

### **9.2 Phép thử trắng**

Thực hiện phép thử trắng đồng thời với phép xác định (9.3), dưới cùng một điều kiện, sử dụng cùng loại thuốc thử (xem 9.3.3).

### **9.3 Phép xác định**

**9.3.1** Cho phần mẫu thử (9.1) vào thiết bị để xà phòng hóa (6.1). Dùng buret (6.3) cho thêm 25 ml dung dịch kali hydroxit (5.2) (xem chú thích) và cho thêm các mảnh đá bọt hoặc mảnh sứ.

CHÚ THÍCH: Nếu phần mẫu thử được giữ lại từ phép xác định trị số axit, thì không cần thiết phải trung hòa chúng trước khi thêm kali hydroxit.

Đối với các loại tinh dầu có trị số este cao, thì tăng thể tích dung dịch kali hydroxit (5.2) được sử dụng sao cho  $(V_0 - V_1)$  (xem Điều 10) ít nhất phải bằng 10 ml.

Đối với các loại tinh dầu có trị số este thấp, thì tăng khối lượng phần mẫu thử được sử dụng.

<sup>2)</sup> TCVN 8442 (ISO 212), *Tinh dầu – Lấy mẫu*.

## TCVN 8451:2010

Lắp bộ ngưng tụ không khí hoặc bộ sinh hàn làm lạnh bằng nước, và đặt bình cầu vào nồi cách thủy có thể đun sôi (6.4) trong một khoảng thời gian phụ thuộc vào loại tinh dầu cần phân tích. Thời gian này được đề cập đến trong phần yêu cầu đối với loại tinh dầu cần phân tích.

Để nguội và tháo ống ra. Thêm 20 ml nước và 5 giọt dung dịch phenolphthalein, hoặc dung dịch đỏ phenol (5.4) nếu tinh dầu có chứa các phenol hoặc các hợp chất chứa nhóm phenol.

**9.3.2** Chuẩn độ kali hydroxit dư bằng axit clohydric (5.3).

**9.3.3** Phép xác định này có thể được thực hiện với dung dịch thu được từ phép xác định trị số axit, mà có thể được dùng làm phép thử trắng, bằng cách thêm 5 ml etanol (5.1) trong phép thử trắng này trước khi thêm 25 ml dung dịch kali hydroxit (thể tích này tương ứng với thể tích dùng trong phép xác định trị số axit).

### 9.4 Phép đo điện thế

Có thể sử dụng phép đo điện thế cho tất cả các loại tinh dầu, nhưng được khuyến cáo đặc biệt cho các loại tinh dầu có độ màu cao mà đối với các loại này khó có thể đánh giá được điểm kết thúc của chỉ thị màu (ví dụ: tinh dầu cỏ hương bài). Trong trường hợp này, cần phải sử dụng cùng loại thiết bị và thuốc thử.

CHÚ THÍCH: Những trường hợp đặc biệt này được đề cập trong các tiêu chuẩn cụ thể đối với các loại tinh dầu có liên quan.

## 10 Biểu thị kết quả

### 10.1 Tính toán

#### 10.1.1 Trị số este

Trị số este (*EV*) được tính theo công thức sau:

$$EV = \frac{28,05}{m} (V_0 - V_1) - AV$$

Trong đó:

*V*<sub>0</sub> là thể tích axit clohydric (5.3) đã sử dụng trong phép thử trắng (9.2), tính bằng mililit (ml);

*V*<sub>1</sub> là thể tích axit clohydric (5.3) đã sử dụng trong phép xác định (9.3.2), tính bằng mililit (ml);

*m* là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

*AV* là trị số axit xác định được trong TCVN 8450 (ISO 1242).

Phần khối lượng este,  $w$ , tính bằng phần trăm, theo este đã định, tính được bằng công thức sau:

$$w = \frac{M_r \times EV}{561}$$

Trong đó:

$M_r$  là khối lượng phân tử tương đối của este được sử dụng để biểu thị kết quả theo quy ước;

$EV$  là trị số este tính được ở trên.

Biểu thị trị số este đến hai chữ số có nghĩa khi nhỏ hơn 100 và đến ba chữ số có nghĩa khi bằng hoặc lớn hơn 100.

#### 10.1.2 Trị số este được xác định sau khi xác định trị số axit

Khi phép xác định được thực hiện trên dung dịch thu được từ phép xác định trị số axit, thì trị số este (EV) được tính theo công thức sau:

$$EV = \frac{28,05}{m} (V_0 - V_1)$$

trong đó  $V_1$  là thể tích axit clohydric (5.3) được sử dụng trong phép xác định trị số axit mới, tính bằng mililit (ml).

### 11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử nghiệm đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả thử;
- kết quả thử nghiệm thu được.

**Phụ lục A**

(Tham khảo)

**Độ chụm**

**A.1 Yêu cầu chung**

Tại thời điểm công bố tiêu chuẩn này, thì các giá trị về độ chụm của phương pháp thử này chưa được thiết lập. Tuy nhiên, khi tính đến các dữ liệu sẵn có hiện tại, thì cho thấy có ích cho người sử dụng tiêu chuẩn này để đưa ra một số chỉ dẫn các giá trị thu được về độ lặp lại và độ tái lập và hy vọng có thể đưa ra được các giá trị chính xác trong lần rà soát tiếp theo cho tiêu chuẩn này.

**A.2 Độ lặp lại**

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,7 tính theo trị số este hoặc 0,25 % đối với este có khối lượng phân tử 196,29.

CHÚ THÍCH: Trong trường hợp các loại tinh dầu có màu, thì chênh lệch giữa hai lần đo là lớn hơn khi sử dụng phép so màu thay cho phép đo điện thế.

**A.3 Độ tái lập**

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 1,4 tính theo trị số este hoặc 0,5 % đối với este có khối lượng phân tử 196,29.