

## Tinh dầu – Xác định trị số este của các loại tinh dầu chứa các este khó xà phòng hóa

*Essential oils – Determination of ester value of oils containing difficult-to-saponify esters*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định trị số este của các loại tinh dầu chứa các este khó xà phòng hóa, đối với các loại tinh dầu này thì không thể áp dụng được phương pháp quy định trong TCVN 8451 (ISO 709)<sup>1)</sup>.

CHÚ THÍCH: Các yêu cầu đối với các loại tinh dầu riêng rẽ sẽ được nêu trong TCVN 8451 (ISO 709) hoặc tiêu chuẩn này, được dùng để xác định trị số este.

### 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 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:

#### **Trị số este (ester value)**

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 8451 (ISO 709), *Tinh dầu – Xác định trị số este*.

#### **4 Nguyên tắc**

Các este có mặt trong phần mẫu thử được thủy phân bằng nhiệt với một lượng dư của dung dịch chuẩn kali hydroxit trong dimetylsulfoxit và lượng kali hydroxit dư được chuẩn độ ngược với dung dịch chuẩn axit clohydric hoặc axit sulfuric.

#### **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 Kali hydroxit, dung dịch chuẩn trong dimetylsulfoxit (DMSO), $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$**

Hòa tan 35 g kali hydroxit ở dạng viên trong 117 ml nước, đựng trong bình định mức một vạch 1 000 ml.

Thêm 353 ml etanol 96 % (phần thể tích) và pha loãng bằng DMSO đến vạch.

Dung dịch thu được này phải hoàn toàn trong và không có kết tủa.

Xác định nồng độ chính xác bằng cách chuẩn độ với dung dịch chuẩn đối chứng của axit sulfuric,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

Bảo quản dung dịch này trong bình có nắp đậy kín. Không nên sử dụng nắp đậy bằng thủy tinh.

Kiểm tra dung dịch này hàng ngày khi sử dụng và loại bỏ dung dịch khi nồng độ nhỏ hơn 0,45 mol/l (không được bổ sung lại dung dịch).

##### **5.2 Axit clohydric hoặc axit sulfuric, dung dịch chuẩn, $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4)$ hoặc $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$ .**

##### **5.3 Chất chỉ thị pH**

**5.3.1 Phenolphthalein, dung dịch 2 g/l trong etanol 96 % (phần thể tích), hoặc**

**5.3.2 Đỏ phenol, dung dịch 0,4 g/l trong etanol 96 % (phần thể tích), nếu tinh dầu có chứa các nhóm phenol.**

#### **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 Buret, dung tích 25 ml.**

**6.2 Thiết bị để xà phòng hóa, gồm có bình cầu đáy tròn bằng thủy tinh bền với kiềm, dung tích**

200 ml, được nối bằng khớp nối thủy tinh mài (29/32) với ống thủy tinh dài ít nhất 1 m và đường kính trong khoảng 1 cm.

**6.3 Nồi cách thủy có thể đun sôi.**

**6.4 Cân phân tích.**

**7 Lấy mẫu**

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 8442 (ISO 212).

**8 Cách tiến hành**

**8.1 Chuẩn bị mẫu thử**

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

**8.2 Xác định trị số axit**

Xác định trị số axit của tinh dầu theo TCVN 8450 (ISO 1242).

Phép xác định này phải được thực hiện độc lập với phép xác định este để không làm biến đổi thành phần của thuốc thử bằng cách bổ sung etanol.

**8.3 Phần mẫu thử**

Cân khoảng từ 1 g đến 2 g mẫu thử (8.1), chính xác đến 1 mg, cho vào bình cầu để xạ phòng hóa khô (6.2).

**8.4 Phép xác định**

Sử dụng buret (6.1) lấy 25 ml dung dịch kali hydroxit (5.1) cho vào phần mẫu thử (8.3). Lắp ống thủy tinh và đặt bình vào nồi cách thủy có thể đun sôi (6.3). Để làm nóng sơ bộ trong 5 min và sau đó để 1 h cho phản ứng xảy ra.

Lấy bình ra khỏi nồi cách thủy, để nguội 15 min, tháo ống ra và dùng ống đong cho thêm 25 ml nước và 4 giọt dung dịch phenolphthalein (5.3.1) hoặc dung dịch đỏ phenol (5.3.2) nếu tinh dầu chứa các phenol hoặc các hợp chất nhóm phenol.

Chuẩn độ ngược lượng kali hydroxit dư bằng axit sulfuric hoặc axit clohydric (5.2).

**8.5 Phép thử trắng**

Thực hiện phép thử trắng đồng thời với phép xác định (8.4), dưới cùng một điều kiện, sử dụng cùng loại thuốc thử.

## 9 Biểu thị kết quả

Trị số xà phòng hóa (SV) của tinh dầu được tính theo công thức sau:

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

Trong đó:

$V_0$  là thể tích axit (5.2) đã sử dụng trong phép thử trắng (8.5), tính bằng mililit (ml);

$V_1$  là thể tích axit (5.2) đã sử dụng trong phép xác định (8.4), tính bằng mililit (ml);

$m$  là khối lượng phần mẫu thử (8.3), tính bằng gam (g).

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

$$EV = SV - AV$$

Trong đó AV là trị số axit của tinh dầu được thử xác định được trong 8.2.

Hàm lượng este, tính bằng phần trăm khối lượng, tính được bằng công thức sau:

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

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.

## 10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ phương pháp được sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là tùy chọn cũng như mọi tình huống có thể làm ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm tất cả các chi tiết cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.