

Tinh dầu – Xác định các trị số este trước và sau khi axetyl hóa và tính hàm lượng rượu tự do và rượu tổng số

Essential oils – Determination of ester values, before and after acetylation, and evaluation of the contents of free and total alcohols

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp tính các hàm lượng rượu tự do và rượu tổng số trong tinh dầu bằng cách xác định các trị số este trước và sau khi axetyl hóa bằng anhydrit axetic khi có mặt natri axetat.

Phương pháp này không áp dụng được cho các loại tinh dầu chứa một tỷ lệ đáng kể các rượu bậc ba có thể không axetyl hóa được hoàn toàn (ví dụ như linalol và terpineol).

CHÚ THÍCH: Đối với các loại tinh dầu này có thể sử dụng phương pháp nêu trong TCVN 8454 (ISO 3794)¹⁾.

Phương pháp này không áp dụng được cho các loại tinh dầu chứa một tỷ lệ đáng kể các phenol, lacton, aldehyt hoặc các xeton có thể enol hóa, là những tinh dầu có thể axetyl hóa khi bổ sung các rượu tự do.

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)²⁾, *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret – Phần 1: Yêu cầu chung.*

TCVN 8442 (ISO 212), *Tinh dầu – Lấy mẫu.*

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

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

¹⁾ TCVN 8454 (ISO 3794) *Tinh dầu (chứa các rượu bậc ba) – Tính hàm lượng rượu tự do bằng cách xác định trị số este sau khi axetyl hoá.*

²⁾ 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.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

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.

3.2

Trị số este sau khi axetyl hóa (ester value after acetylation)

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

4 Nguyên tắc

4.1 Xác định trị số este theo TCVN 8451 (ISO 709).

4.2 Axetyl hóa tinh dầu bằng anhydrit axetic khi có mặt natri axetat. Tách và làm khô tinh dầu đã axetyl hóa và xác định trị số este sau khi đã axetyl hóa theo TCVN 8451 (ISO 709).

4.3 Tính hàm lượng rượu tự do, rượu liên kết và rượu tổng số từ các trị số este trước và sau khi axetyl hóa.

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 Thuốc thử để xác định trị số este

5.1.1 Etanol, 95 % (phần thể tích) ở 20 °C, mới được trung hòa bằng dung dịch kali hydroxit (5.1.2) có chất chỉ thị màu (5.1.4) được sử dụng để xác định.

5.1.2 Kali hydroxit, dung dịch chuẩn trong etanol, $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.1.3 Axit clohydric, dung dịch chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.1.4 Chất chỉ thị màu: phenolphthalein, dung dịch 2 g/l trong etanol 95 % (phần thể tích), hoặc nếu tinh dầu có chứa các nhóm phenol, thì dùng đỏ phenol, dung dịch 0,4 g/l trong etanol 20 % (phần thể tích).

5.2 Thuốc thử axetyl hóa

- 5.2.1 Anhydrit axetic**, dung dịch không nhỏ hơn 98 %.
- 5.2.2 Natri axetat**, dạng khan, mới được làm nóng chảy và ở dạng bột.
- 5.2.3 Natri clorua**, dung dịch bão hòa.
- 5.2.4 Natri cacbonat/natri clorua**, dung dịch 20 g/l natri cacbonat khan đã bão hòa với natri clorua.
- 5.2.5 Magie sulfat**, dạng khan, hoặc **natri sulfat** dạng khan, mới được sấy khô và ở dạng bột.
- 5.2.6 Giấy quỳ.**

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 axetyl hóa, gồm có bình axetyl hóa dung tích từ 100 ml đến 250 ml, với cổ thủy tinh mài được gắn với bộ sinh hàn dài ít nhất 1 m và đường kính trong khoảng 10 mm.

Bình cầu và bộ sinh hàn phải được làm khô cẩn thận trước khi sử dụng.

6.2 Ống đong, dung tích 10 ml, được chia vạch 0,1 ml.

6.3 Ống đong, dung tích 50 ml, được chia vạch 1 ml.

6.4 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ trong khoảng từ 40 °C đến 50 °C.

6.5 Dụng cụ làm nóng thích hợp, để đun sôi anhydrit axetic mà không làm quá nhiệt cục bộ.

6.6 Phễu chiết, dung tích nhỏ nhất 250 ml.

6.7 Thiết bị để xả 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 sinh hàn dài ít nhất 1 m và đường kính trong ít nhất là 10 mm.

6.8 Buret, dung tích 50 ml, được chia vạch 0,1 ml, đáp ứng được các yêu cầu nêu trong TCVN 7149-1 (ISO 385-1)³⁾.

6.9 Cân phân tích.

7 Lấy mẫu

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

³⁾ 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.

TCVN 8453:2010

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 este trước khi axetyl hóa

Xác định trị số este trước khi axetyl hóa theo phương pháp đưa ra trong TCVN 8451 (ISO 709).

8.3 Axetyl hóa

Trộn khoảng 10 ml mẫu thử (8.1), 10 ml anhydrit axetic (5.2.1) và 2 g natri axetat khan (5.2.2) trong bình axetyl hóa (6.1).

Thêm các mảnh đá bọt hoặc sứ và lấp bộ sinh hàn vào bình cầu.

Đốt bình bằng dụng cụ làm nóng (6.5) và duy trì lượng chất lỏng trong bình sôi trong khoảng 2 h hoặc theo thời gian quy định trong tiêu chuẩn cụ thể đối với loại tinh dầu cần phân tích.

Ở cuối giai đoạn này, để cho chất lỏng nguội. Thêm 50 ml nước cất và làm ấm trên nồi cách thủy (6.4) ở nhiệt độ từ 40 °C đến 50 °C trong 15 min, thỉnh thoảng lắc bình. Để nguội đến nhiệt độ phòng, tháo ống sinh hàn ra và chuyển phần chất lỏng sang phễu chiết (6.6). Rửa bình cầu hai lần với 10 ml nước và thu lấy nước rửa vào phễu chiết. Đợi cho đến khi tách pha hoàn toàn rồi tháo hết và loại bỏ pha nước.

Rửa tinh dầu bằng cách lắc liên tục với:

- a) 50 ml dung dịch natri clorua (5.2.3);
- b) 50 ml dung dịch natri cacbonat/natri clorua (5.2.4);
- c) 50 ml dung dịch natri clorua (5.2.3); và
- d) 20 ml nước.

Nếu rửa đúng như hướng dẫn, giấy quỳ (5.2.6) sẽ được làm trung tính. Cho pha tinh dầu vào ống khô và lắc vài lần trong hơn 15 min với ít nhất 3 g magie hoặc natri sulfat (5.2.5). Lọc. Lặp lại bước này và lắc tiếp với các phần 3 g magie hoặc natri sulfat cho đến khi tinh dầu đã axetyl hóa không còn chứa nước.

8.4 Xác định trị số este sau khi axetyl hóa

Xác định trị số este của tinh dầu đã axetyl hóa (8.3) theo yêu cầu của TCVN 8451 (ISO 709), bằng

cách sử dụng khoảng 2 g, được cân chính xác đến 0,05 g, tinh dầu đã axetyl hóa và 50 ml dung dịch kali hydroxit (5.1.2).

9 Biểu thị kết quả

9.1 Trị số este sau khi axetyl hóa được tính theo công thức sau:

$$E_2 = \frac{28,05}{m} (V_0 - V_1)$$

9.2 Hàm lượng các loại rượu tự do, tính bằng phần trăm khối lượng theo loại rượu được nêu, được tính theo công thức sau:

$$\frac{M_r (E_2 - E_1)}{561 - 0,42E_2}$$

CHÚ THÍCH: Công thức này có tính đến việc tăng khối lượng của phần mẫu thử trong suốt quá trình axetyl hóa.

9.3 Hàm lượng các loại rượu liên kết, tính bằng phần trăm khối lượng theo loại rượu được nêu, được tính theo công thức sau:

$$\frac{M_r \times E_1}{561}$$

9.4 Hàm lượng rượu tổng số, tính bằng phần trăm khối lượng theo loại rượu được nêu, thu được bằng cách cộng hai phần trăm thu được trong 9.2 và 9.3.

Trong công thức ở trên:

m là khối lượng mẫu thử của tinh dầu đã axetyl hóa, tính bằng gam (g);

V_0 là thể tích dung dịch axit clohydric (5.1.3) đã sử dụng trong phép thử trắng, tính bằng mililit (ml);

V_1 là thể tích dung dịch axit clohydric (5.1.3) đã sử dụng trong phép xác định trị số este sau khi axetyl hóa, tính bằng mililit (ml);

M_r là khối lượng phân tử tương đối của rượu được sử dụng để biểu thị kết quả theo quy ước và được nêu trong tiêu chuẩn đối với loại tinh dầu cần phân tích;

E_1 là trị số este của tinh dầu trước khi axetyl hóa (8.2), xác định được theo TCVN 8451 (ISO 709);

E_2 là trị số este của tinh dầu sau khi axetyl hóa (8.4), xác định được theo TCVN 8451 (ISO 709).

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.
