

Tinh dầu – Xác định hàm lượng phenol

Essential oils – Determination of content of phenols

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng phenol tính bằng phần trăm thể tích, có trong tinh dầu.

CHÚ THÍCH: Xem 8.2.2 để thiết lập một số giới hạn áp dụng của phương pháp này.

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 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet định mức.*

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

ISO 1773, *Laboratory glassware – Narrow-necked boiling flasks (Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình đun sôi cổ hẹp).*

3 Nguyên tắc

Các hợp chất phenol có trong một thể tích xác định của tinh dầu được chuyển thành các este phenol kiềm có thể tan trong pha nước. Đo thể tích của phần tinh dầu không hấp thụ.

4 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.

4.1 Axit tartaric, được nghiền thành bột.

4.2 Kali hydroxit, không chứa silic dioxit và nhôm oxit, dung dịch nước 1 mol/l.

4.3 Xylen, không chứa các tạp chất có thể tan trong dung dịch kali hydroxit (4.2).

5 Thiết bị, dụng cụ

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

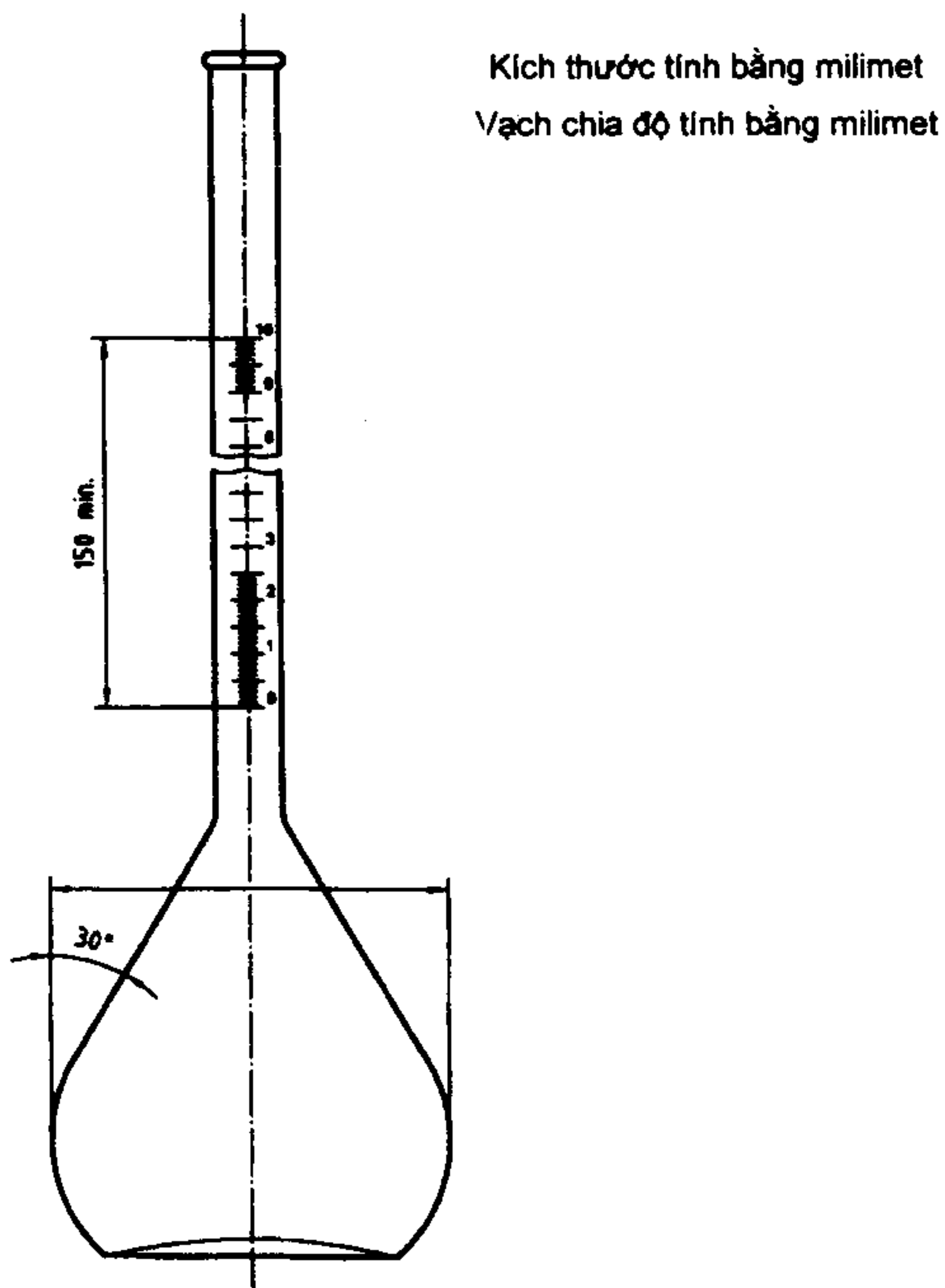
5.1 Pipet một vạch, dung tích 2 ml và 10 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7151 (ISO 648).

5.2 Bình nón, dung tích 100 ml, phù hợp với ISO 1773.

5.3 Bình Cassia, dung tích 150 ml, phần cổ có dung tích 10 ml, dài ít nhất 150 mm và được chia vạch 0,1 ml.

Vạch chia zero phải hơi cao hơn đáy phần hình trụ của cổ bình. Góc tạo ra bởi thành bình và phương thẳng đứng phải là 30° (xem Hình 1).

5.4 Đũa thủy tinh, có đường kính rất nhỏ.



Hình 1 – Bình Cassia có cổ được chia vạch

6 Lấy mẫu

Phương pháp lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 8442 (ISO 212) *Tinh dầu – Lấy mẫu*.

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.

7 Chuẩn bị mẫu thử

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

Để tránh trộn lẫn các nhũ tương khi xác định, xử lý sơ bộ tinh dầu bằng axit tartaric như sau:

- lấy một thể tích tinh dầu lớn hơn 10 ml, sau đó thêm 0,02 g axit tartaric (4.1) trên một mililit tinh dầu;
- lắc mạnh và không lọc, sau đó làm khô với magie sulfat như trong 5.3 của TCVN 8443 (ISO 356).

8 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH: Nếu cần kiểm tra độ lặp lại thì thực hiện hai phép xác định riêng rẽ.

8.1 Phần mẫu thử

Dùng pipet (5.1) lấy 10 ml mẫu đã chuẩn bị (xem Điều 7) và chuyển vào bình Cassia (5.3) sau khi đã cho vào bình này khoảng 75 ml dung dịch kali hydroxit (4.2).

Lắc hỗn hợp sáu lần, mỗi lần cách nhau 5 min. Thực hiện thao tác này ở nhiệt độ ổn định ở 20 °C, trừ các trường hợp cụ thể (xem 8.2.2).

CHÚ THÍCH: Thời gian lắc sẽ được quy định trong từng giai đoạn.

8.2 Phép xác định

8.2.1 Cho thêm vào hỗn hợp một lượng bổ sung kali hydroxit (4.2) sao cho phần tinh dầu không chuyển thành phenat kiềm tan được trong pha nước dâng lên trong cổ có chia độ của bình Cassia.

Xoay bình bằng tay hoặc gõ nhẹ bình để tách được các giọt tinh dầu còn bám trên thành bình.

Sau khi để yên bình trong vài giờ, đọc thể tích phần tinh dầu không hấp thụ nếu như chúng được tập trung tại cổ bình.

Nếu quan sát thấy nhũ tương, thì dùng pipet (5.1) thêm 2 ml xylene (4.3). Khuấy mạnh lớp nhũ tương bằng đũa thủy tinh (5.4) và để yên. Nếu nhũ tương biến mất, đọc thể tích tinh dầu không bị hấp thụ.

Nếu lớp nhũ tương vẫn tồn tại, lặp lại phép thử bằng cách thêm 2 ml xylene vào phần mẫu thử trước khi bắt đầu lắc.

TCVN 8457:2010

8.2.2 Trong một số trường hợp để xác định cần phải làm nóng. Khi các loại tinh dầu có chứa các este phenol, thì đôi khi xảy ra sự xà phòng hóa từng phần hoặc toàn phần các este đó (ví dụ trong các trường hợp của tinh dầu đinh hương có chứa các eugenol axetat, thì este được xà phòng hóa hoàn toàn trong quá trình đo).

Những thay đổi trong quy trình nêu trong tiêu chuẩn này như thời gian lắc, khoảng cách giữa các lần lắc và nhiệt độ được nêu trong các tiêu chuẩn cụ thể liên quan đến từng loại tinh dầu trong các trường hợp cụ thể nói trên.

9 Biểu thị kết quả

Hàm lượng phenol, w , của mẫu thử, tính bằng phần trăm thể tích, theo công thức sau:

$$w = 10 (10 - V)$$

Trong đó: V là thể tích của phần tinh dầu không hấp thụ được trong 8.2.1, tính bằng mililit (ml).

Nếu có bổ sung 2 ml xylene, thì lấy thể tích V trừ đi 2 ml.

Biểu thị kết quả đến số nguyên gần nhất.

10 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong một thời gian ngắn, không vượt quá 5 % các trường hợp lớn hơn 1 %.

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;
- nếu đáp ứng được yêu cầu về độ lặp lại, thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 8442 (ISO 212), *Tinh dầu – Lấy mẫu.*
-