Tinh dầu – Đánh giá khả năng hòa trộn trong etanol

Essential oils – Evaluation of miscibility in ethanol

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đánh giá khả năng hòa trộn của tinh dầu trong các hỗn hợp của etanol và nước có chứa một lượng etanol đã biết.

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 7149-2 (ISO 385-2)[1], *Dụng cụ thí nghiệm bằng thuỷ tinh – Buret – Phần 2: Buret không quy định thời gian chờ*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thuỷ tinh – Pipet một mức*

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

3 Nguyên tắc

Thêm dần dần dung dịch etanol có nồng độ thích hợp vào tinh dầu ở nhiệt độ 20 °C.

Đánh giá khả năng hòa trộn và tạo màu trắng sữa.

4 Phân loại khả năng hòa trộn

4.1 Tinh dầu được coi là có khả năng hòa trộn với *V* thể tích hoặc thể tích lớn hơn của etanol có

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

nồng độ xác định, ở nhiệt độ 20 °C, khi hỗn hợp của 1 thể tích dầu cần thử nghiệm với *V* thể tích của etanol sẽ có màu trong suốt và vẫn giữ nguyên trạng thái đó khi thêm dần etanol có cùng nồng độ cho đến tổng 20 thể tích.

4.2 Tinh dầu được coi là có khả năng hòa trộn với *V* thể tích của etanol có nồng độ xác định, ở nhiệt độ 20 °C và trở nên đục khi được pha loãng trong *V'* thể tích, khi hỗn hợp của 1 thể tích tinh dầu cần thử nghiệm với *V* thể tích của etanol sẽ có màu trong suốt và trở nên đục khi thêm tiếp (*V'* – *V*) thể tích của etanol có cùng nồng độ và giữ nguyên trạng thái đục sau khi thêm tiếp etanol đến tổng 20 thể tích.

4.3 Tinh dầu được coi là có khả năng hòa trộn với *V* thể tích của etanol có nồng độ xác định, ở nhiệt độ 20 °C và trở nên đục khi được pha loãng trong *V'* thể tích đến *V''* thể tích, khi hỗn hợp của 1 thể tích tinh dầu cần thử nghiệm với *V* thể tích của etanol sẽ có màu trong suốt và trở nên đục khi thêm tiếp (*V'* – *V*) thể tích của etanol có cùng nồng độ và trở thành trong sau khi thêm tiếp (*V''* – *V'*) thể tích của etanol có cùng nồng độ.

4.4 Tinh dầu được coi là có khả năng hòa trộn tạo màu trắng sữa khi hỗn hợp của tinh dầu với etanol có nồng độ xác định (ở các điều kiện nêu trong 4.1, 4.2 và 4.3) cho thấy màu trắng sữa giống với một trong các dung dịch chuẩn về màu trắng sữa mới được chuẩn bị theo phương pháp trong 5.3.

CHÚ THÍCH: Các giá trị của thể tích *V*, *V'*, *V''* không được lớn hơn 20.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất.

5.1 Etanol (95 % phần thể tích).

5.2 Hỗn hợp của etanol và nước

Các hỗn hợp của etanol và nước có hàm lượng etanol 50 %, 55 %, 60 %, 65 %, 70 %, 75 %, 80 %, 85 %, 90 % và 95 % (phần thể tích) thường được sử dụng.

Để chuẩn bị các hỗn hợp này, bổ sung nước cất vào etanol (5.1) theo hướng dẫn trong Bảng 1 và kiểm tra các nồng độ của chúng bằng dụng cụ đo độ cồn và máy đo tỷ trọng.

5.3 Dung dịch chuẩn màu trắng sữa

Cho 0,5 ml dung dịch bạc nitrat, $c(AgNO_3)$ = 0,1 mol/l, vào 50 ml dung dịch natri clorua $c(NaCl)$ = 0,0002 mol/l; sau đó thêm một giọt axit nitric đậm đặc (ρ_{20} = 1,38 g/ml). Khuấy dung dịch rồi để yên trong 5 min. Bảo quản dung dịch tránh ánh sáng trực tiếp.

Chuẩn bị dung dịch mới ngay trước khi sử dụng.

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 hoặc 50 ml, phù hợp với loại B của TCVN 7149-2 (ISO 385-2).

6.2 Pipet một mức, có thể phân phối được 1 ml, phù hợp với TCVN 7151 (ISO 648) hoặc **cân phân tích** có thể cân chính xác đến 1 mg, khi thích hợp (xem 9.1).

6.3 Ống đong hoặc bình cầu, dung tích 25 ml hoặc 30 ml, có nắp đậy mà không bị ảnh hưởng bởi etanol hoặc tinh dầu cần phân tích.

6.4 Bộ phận ổn nhiệt, để duy trì được nhiệt độ ở 20 °C ± 0,2 °C.

6.5 Nhiệt kế đã hiệu chuẩn, được chia độ 0,2 °C hoặc 0,1 °C, để kiểm tra nhiệt độ của bộ ổn nhiệt (6.4).

7 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.

Phương pháp lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 8442 (ISO 212)[2].

8 Chuẩn bị mẫu thử

[illegible] TCVN 8442 (ISO 356)

9 Cách tiến hành

9.1 Phần mẫu thử

Dùng pipet (6.2) lấy 1 ml mẫu tinh dầu cho vào ống đong hoặc bình cầu (6.3). Đặt ống đong có chứa mẫu vào bộ ổn nhiệt (6.4), duy trì nhiệt độ ở 20 °C ± 0,2 °C.

CHÚ THÍCH: Khi tinh dầu ở trạng thái vật lý không thể lấy được bằng pipet, thì dùng cân, cân 1 g ± 0,005 g tinh dầu, chính xác đến 1 mg. Trong trường hợp này thì cần phải nêu rõ và kết quả sẽ được biểu thị bằng khối lượng/thể tích.

9.2 Xác định khả năng hòa trộn

Dùng buret (6.1) cho hỗn hợp của etanol và nước đã biết trước nồng độ (5.2), đã được đưa về nhiệt

---

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

độ ở 20 °C ± 0,2 °C, với các lượng 0,1 ml cho đến khi kết thúc việc hòa trộn, lắc mạnh sau mỗi lần thêm. Khi hỗn hợp đã trong hẳn, thì ghi lại thể tích của hỗn hợp etanol/nước (5.2) đã bổ sung.

Tiếp tục thêm hỗn hợp của etanol và nước với các lượng 0,1 ml, cho đến tổng thể tích 20 ml và lắc sau mỗi lần thêm. Nếu hỗn hợp trở nên đục hoặc có màu trắng sữa trước khi kết thúc việc thêm tổng số thì ghi lại thể tích được thêm tại thời điểm xuất hiện trạng thái đục hoặc màu trắng sữa, và ghi lại thể tích nào làm chuyển trạng thái, nếu có thể.

Nếu sau khi thêm 20 ml dung môi mà trạng thái của hỗn hợp vẫn không trong thì lặp lại với phần hỗn hợp của etanol và nước có nồng độ cao hơn được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Chuẩn bị các hỗn hợp của etanol và nước

Pha loãng: **ml etanol trong 100 ml hỗn hợp, chính xác đến 0,1 %**	**Thể tích nước cất ở 20 °C được bổ sung vào 100 ml etanol (95 % phần thể tích) có cùng nhiệt độ ± 0,1 °C để chuẩn bị các dung dịch pha loãng tương ứng**	**Khối lượng etanol (95 % phần thể tích)**	**Khối lượng nước được bổ sung**	**Các giá trị tỷ trọng tương đối và tỷ trọng biểu kiến**	
				1)	2)
Q % (phần thể tích)	ml	g	g	d_{20}^{20} ± 0,0001	ρ_{20} ± 0,00001 g/ml
50	95,76	45,9	54,1	0,931 8	0,930 14
55	77,90	51,1	48,9	0,921 6	0,919 96
60	62,92	56,4	43,6	0,910 8	0,909 11
65	50,15	61,8	38,2	0,899 3	0,897 65
70	39,12	67,5	32,5	0,887 2	0,885 56
75	29,47	73,4	26,6	0,874 4	0,872 79
80	20,94	79,5	20,5	0,860 8	0,859 27
85	13,31	85,9	14,1	0,846 4	0,844 85
90	6,40	92,7	7,3	0,830 7	0,828 18
95	0,0	100,0	0,0	0,812 9	0,811 38

1) Tham khảo: Vụ Khối lượng và Đo lường Thụy Sĩ.

2) Tham khảo: Tổ chức Đo lường Pháp quyền quốc tế.

9.3 Màu trắng sữa

Nếu không thu được hỗn hợp màu trong suốt mà thu được hỗn hợp màu trắng sữa, thì so sánh màu trắng sữa của hỗn hợp với màu của dung dịch chuẩn (5.3) như trong 10.2.

10 Biểu thị kết quả

10.1 Khả năng hòa trộn

Khả năng hòa trộn của tinh dầu với etanol nồng độ *Q* (xem Bảng 1) ở nhiệt độ 20 °C, được biểu thị như sau:

a) Trường hợp 4.1

1 thể tích tinh dầu trong *V* thể tích của etanol nồng độ *Q*;

b) Trường hợp 4.2

1 thể tích tinh dầu trong *V* thể tích của etanol nồng độ *Q* có trạng thái đục từ khi thêm *V'* thể tích của etanol có cùng nồng độ;

c) Trường hợp 4.3

1 thể tích tinh dầu trong *V* thể tích của etanol nồng độ *Q* có trạng thái đục khi thêm các thể tích trong khoảng từ *V'* đến *V"* của etanol có cùng nồng độ;

Trong đó:

V' là thể tích etanol nồng độ *Q* cần để có được dung dịch trong, tính bằng mililit (ml);

V" là thể tích etanol nồng độ *Q* cần để có được dung dịch đục sau đó dung dịch trở lại màu trong suốt, tính bằng mililit (ml);

V'" là thể tích etanol có cùng nồng độ *Q* mà tại đó làm mất trạng thái đục, nếu trạng thái đục xuất hiện, tính bằng mililit (ml).

Biểu thị các thể tích *V*, *V'* và *V'"* đến một chữ số thập phân.

10.2 Màu trắng sữa

Nếu chỉ xuất hiện màu trắng sữa (xem 4.4), thì ghi lại màu trắng sữa này "mạnh hơn", "bằng" hoặc "kém hơn" trạng thái của dung dịch chuẩn (5.3).

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- phương pháp thử nghiệm đã dùng;
- nồng độ Q của etanol đã sử dụng;
- kết quả thu được;

Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập đến mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tuỳ ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả thử.

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.