



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۴۶

تجدید نظر سوم

۱۳۹۳

INSO

246

3rd.Revision

2015

دانه خردل - ویژگی ها و روش های آزمون

**Mustard seed- specification and test
methods**

ICS: 67.220.10

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی ایران تغییر و طی نامه شماره ۳۵۸۳۸/۲۰۶ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادهای سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱ کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/ یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهی نامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International organization for Standardization

2- International Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
« دانه خردل - ویژگی ها و روش های آزمون »
(تجدید نظر سوم)

رئیس:

سمت و/یا نمایندگی

رحیمی، نرگس
(فوق لیسانس مهندسی کشاورزی، علوم و صنایع غذایی)

دانشگاه آزاد اسلامی بیرجند

دبیر:

شیخ زاده، محمدحسین
(لیسانس کشاورزی)

اداره کل استاندارد استان خراسان جنوبی رئیس اداره امور آزمایشگاهها

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسلامی فرد، فریده
(لیسانس علوم و صنایع غذایی)

اداره کل استاندارد استان آذربایجان غربی

اکبرنژاد، مریم
(لیسانس علوم و صنایع غذایی -
فوق لیسانس کشاورزی و توسعه روستایی)

شرکت تروند زعفران قاین

بچاری صالح، زهرا
(فوق لیسانس صنایع غذایی)

آزمایشگاه اسرا شرق مشهد

حاجی آبادی، محسن
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان خراسان جنوبی

رضایی مروی، مهدی
(فوق لیسانس صنایع غذایی)

آزمایشگاه اسرا شرق مشهد

سروری، فریده
(فوق لیسانس میکروبیولوژی)

اداره کل استاندارد استان تهران

طلایی، الهام
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

آزمایشگاه مرکزی دانشگاه فردوسی مشهد

علی آبادی، مجید
(دکترای مهندسی شیمی)

دانشگاه آزاد اسلامی بیرجند

قلی پور، سمانه
(لیسانس شیمی محض)

شرکت تروند زعفران قاین

کاهه، هادی
(دکترای شیمی تجزیه)

آزمایشگاه اسرا شرق مشهد

موقانلو، شکوفه
(لیسانس مهندسی علوم و صنایع غذایی)

اداره کل استاندارد استان تهران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲مراجع الزامی
۱	۳اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ویژگی ها
۳	۵ نمونه برداری
۳	۶ روش های آزمون
۴	۷ بسته بندی و نشانه گذاری
۶	پیوست الف (الزامی) اندازه گیری کاهش وزن در ۱۰۳ °C
۸	پیوست ب (الزامی) اندازه گیری آلایل ایزو تیوسیانات
۱۲	پیوست پ (الزامی) اندازه گیری پارا هیدروکسی بنزیل ایزو تیوسیانات (روش رنگ سنجی)
۱۶	پیوست ت (الزامی) اندازه گیری پارا هیدروکسی بنزیل ایزو تیوسیانات (روش نقره سنجی)
۱۹	پیوست ث (اطلاعاتی) شرایط انبارداری و حمل و نقل دانه خردل

پیش گفتار

استاندارد "دانه خردل- ویژگی ها و روش های آزمون" نخستین بار در سال ۱۳۴۵ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و تأیید کمیسیون های مربوط برای سومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک هزار و چهارصد و بیست و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد خوراک و فراورده های کشاورزی مورخ ۹۳/۱۲/۲۵ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه، ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۴۶، سال ۱۳۷۲ است.

منبع و مآخذ که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

1-ISO 1237:1981(E), Mustard seed- specification

دانه خردل - ویژگی ها و روش های آزمون (تجدیدنظر سوم)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین ویژگی ها، نمونه برداری، روش های آزمون، بسته بندی و نشانه گذاری دانه خردل است. این استاندارد برای انواع مختلف دانه خردل کاربرد دارد.

یادآوری- توصیه های مربوط به شرایط انبارداری و حمل و نقل در پیوست الف نوشته شده است.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران، محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۳۲، ادویه و چاشنی- اندازه گیری ناخالصی ها و مواد خارجی.
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۹۷، ادویه و چاشنی- اندازه گیری خاکستر کل.
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۵۳، ادویه و چاشنی- اندازه گیری خاکستر نامحلول در اسید.
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۵۱۲، ادویه و چاشنی- نمونه برداری.
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۳۱، ادویه و چاشنی- اندازه گیری عصاره اتری غیر فرار.
- ۶-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۷، ادویه و چاشنی- آماده سازی نمونه ساییده شده برای تجزیه.
- ۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶، ظروف شیشه ای آزمایشگاهی - بورت ها- ویژگی ها.
- ۸-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹، لوازم شیشه ای آزمایشگاهی - پیپت های تک نشانه ای.
- ۹-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۶۲، ظروف شیشه ای آزمایشگاهی - پیپت های مدرج.
- ۱۰-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰، شیشه آلات آزمایشگاهی- بالن های حجم سنجی با یک خط نشانه.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۳

دانه خردل

دانه سالم و خشک شده یکی از گیاهان به شرح زیر است که می تواند به صورت خالص یا مخلوط دو یا سه گونه باشد:

- | | |
|---|------------------------|
| <i>Sinapis alba</i> (Linnaeus) | - خردل سفید ، خردل زرد |
| <i>Brassica nigra</i> (Linnaeus)W.D.J Koch | - خردل سیاه |
| <i>Brassica juncea</i> (Linnaeus) Czernajew and Cosson in Czernajew | - خردل هندی |

۲-۳

آزمایه^۱

نمونه ای است که از بهر مورد نظر طبق ضوابط نمونه برداری ، استاندارد ملی ایران شماره ۵۱۲ ، برای انجام آزمون تهیه می گردد .

۳-۳

آزمونه^۲

مقدار معینی از آزمایه است که برای انجام آزمایش، از آزمایه به طور وزنی یا حجمی برداشت می شود.

۴-۳

مواد خارجی

مواد خارجی عبارت است از برگ ها، ساقه ها، کاه و سایر مواد گیاهی ، شن و خاک.

۴ ویژگی ها

۱-۴ مزه و بو

مزه و بوی دانه های خردل پس از آسیاب و مرطوب کردن، باید دارای بوی تند و تازه بوده و عاری از بوی فساد و ماندگی باشد .

1-Test Sample

2- Test Portion

۴-۲ ناپذیرفتنی ها

دانه خردل، باید عاری از هر گونه حشرات زنده، کپک ها، حشرات مرده، قطعات بدن حشرات و آلودگی ناشی از جوندگان باشد، اگر چه تمامی موارد ذکر شده با چشم غیر مسلح قابل رویت است، ولی در صورت لزوم می توان از بزرگنمایی استفاده کرد. در صورتی که بزرگنمایی از ۱۰ برابر تجاوز کند، باید در گزارش آزمون ذکر شود.

۴-۳ ماده خارجی، دانه های آسیب دیده و چروکیده

دانه ها باید کامل و رسیده باشند. دانه ها نباید حاوی بیش از ۰/۷٪ (m/m) ماده خارجی یا سایر مواد گیاهی که طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۳۲ تعیین شده، باشند. دانه های فرعی، شامل خردل وحشی (*Sinapis arvensis* Linnaeus)، نارس (*Brassica napus* Linnaeus) و گونه های *Melilotus* هستند. نسبت دانه های چروکیده یا آسیب دیده خردل نباید از ۲٪ (m/m) تجاوز کند.

۴-۴ ویژگی های شیمیایی

ویژگی های شیمیایی دانه خردل، باید مطابق جدول زیر باشد.

ویژگی های شیمیایی دانه خردل

روش آزمون	حد قابل قبول	ویژگی
طبق پیوست الف	۱۰	بیشینه درصد جرمی کاهش وزن در ۱۰۳۰ C
طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۹۷	۶/۵	بیشینه درصد جرمی خاکستر کل بر اساس ماده خشک
طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۵۳	۱	بیشینه درصد جرمی خاکستر نامحلول در اسید بر اساس ماده خشک
طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۳۱	۲۸	کمینه درصد جرمی عصاره غیر فرار محلول در چربی بر اساس ماده خشک
طبق پیوست ب	۱ ۰/۷	کمینه درصد جرمی آلایل ایزوتیوسیانات بر اساس ماده خشک ۱- در خردل سیاه ۲- در خردل هندی
طبق پیوست پ یا ت	۲/۳	کمینه درصد جرمی پاراهیدروکسی بنزیل ایزوتیوسیانات بر اساس ماده خشک در خردل سفید و خردل زرد

۵ نمونه برداری

نمونه برداری باید طبق استاندارد ملی ایران شماره ۵۱۲، ادویه و چاشنی- نمونه برداری، انجام شود.

۶ روش های آزمون

۶-۱ اندازه گیری خاکستر کل

برای اندازه گیری خاکستر کل، طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۹۷، به همراه اصلاحات زیر انجام دهید:

خاکستر را با آب داغ شسته و با کاغذ صافی بدون خاکستر صاف کنید و بشویید. کاغذ صافی و محتویات آن را به ظرف منتقل کرده و در کوره به مدت یک ساعت خشک کنید و حرارت دهید. سپس خنک کنید و ۵ قطره تا ۱۰ قطره نیتریک اسید مرغوب به آن اضافه کنید. برای خشک کردن از حمام بخار آب استفاده کرده و سپس در کوره به مدت ۳۰ دقیقه حرارت دهید. مجدداً ۵ قطره تا ۱۰ قطره نیتریک اسید اضافه کنید. دوباره در کوره به مدت یک ساعت خشک کنید. ظرف را خنک کرده، صاف کنید و سپس روی حمام بخار آب خشک کنید. دوباره در کوره به مدت یک ساعت حرارت داده، خنک کرده و وزن کنید. این عمل را تا جایی تکرار کنید که اختلاف بین دو توزین از ۰/۰۰۲ گرم کمتر باشد. وزن پایین تر را ثبت کنید.

خاکستر کل را برای محاسبه خاکستر نامحلول در آب و نامحلول در اسید می توان نکه داری کرد.

۷ بسته بندی و نشانه گذاری

۱-۷ بسته بندی

دانه خردل، باید در بسته های تمیز، سالم، پاک، خشک و بدون هر گونه آلودگی و بوی ناخوشایند بسته بندی شده باشد. مواد به کار برده شده، نباید تأثیری بر کیفیت محصول داشته باشد. بسته بندی باید به گونه ای باشد که حفاظت درست و کامل از کالا را برای جلوگیری از هر گونه خراب شدن و آسیب در مراحل نکه داری و ترابری تأمین نماید. کیفیت مواد بسته بندی مانند پلی پروپیلن، کاغذ و دیگر لوازم مورد استفاده در داخل بسته باید به گونه ای باشد که برای سلامتی انسان زیان آور نبوده و از مواد نو، تمیز و بی بو باشد.

۲-۷ نشانه گذاری

آگاهی های زیر، باید بر روی هر بسته فرآورده، با خط خوانا و پاک نشدنی، برای مصارف داخلی به زبان فارسی و برای صادرات به زبان انگلیسی و یا زبان کشور خریدار، به صورت واضح چاپ و/یا نوشته و/یا برچسب گذاری شود:

۱-۲-۷ نام و نوع خردل (سفید، زرد، سیاه، هندی) و اگر مخلوط باشد، عبارت دانه خردل مخلوط.

۲-۲-۷ نام و نشانی تولیدکننده یا بسته بندی کننده و علامت تجاری آن.

۳-۲-۷ سال برداشت، در صورت آگاهی از آن.

۴-۲-۷ وزن خالص.

۵-۲-۷ تاریخ بسته بندی.

۶-۲-۷ کشور تولید کننده.

۷-۲-۷ شرایط نکه داری (دما، دمه و نور).

۸-۲-۷ هر اطلاع دیگری که خریدار بخواهد.

۹-۲-۷ شماره مجوز بسته بندی از وزارت بهداشت درمان و آموزش پزشکی برای واردات

پیوست الف

(الزامی)

اندازه گیری کاهش وزن در 103°C

الف-۱ وسایل لازم

الف-۱-۱ ظرف، از جنس فلز مقاوم به خوردگی با در محکم شونده مناسب

الف-۱-۲ آون با دمای ثابت، تنظیم شده در دمای $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$

الف-۱-۳ خشک کن (دسیکاتور)، با قدرت خشک کنندگی کافی

الف-۱-۴ ترازوی آزمایشگاهی

الف-۲ اصول آزمون

الف-۲-۱ آزمون

حدود ۲ گرم از نمونه را با دقت 0.001 گرم در ظرفی که قبلاً وزن شده (طبق بند الف-۱-۱)، توزین کنید.

الف-۲-۲ اندازه گیری

ظرف و محتویات آن را با درب، در آون (طبق بند الف-۱-۲) با دمای $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ به مدت ۳ ساعت حرارت دهید. درب آن را بسته و در خشک کن (طبق بند الف-۱-۳) خنک نموده و وزن کنید. سپس به مدت یک ساعت در آون حرارت دهید. دوباره در دسیکاتور خنک کرده و وزن کنید. این عمل را تا جایی تکرار کنید که اختلاف بین دو توزین از 0.001 گرم تجاوز نکند.

الف-۲-۳ تعداد اندازه گیری

روی هر نمونه دو اندازه گیری انجام دهید.

الف-۳ بیان نتایج

الف-۳-۱ روش محاسبه و فرمول

کاهش وزن در 103°C ، H ، که به صورت درصدی وزنی نمونه بیان می شود، برابر است با :

فرمول ۱

$$(m_0 - m_1) \times \frac{100}{m_0}$$

که در آن :

m_0 وزن آزمون بر حسب گرم، قبل از حرارت دادن؛

m_1 وزن آزمون بر حسب گرم، پس از حرارت دادن در آون.

۱- به منظور محاسبه نتایج آزمون بر حسب ماده خشک، فرض بر این است که کاهش وزن در 103°C ، طبق روش شرح داده شده در پیوست الف، برابر با مقدار رطوبت است.

نتیجه حاصل از میانگین دو اندازه گیری (طبق بند الف-۲-۳) به دست آمده، نشان می دهد که الزامات تکرار پذیری (طبق بند الف-۳-۲) رضایت بخش می باشد .

الف-۳-۲ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج دو اندازه گیری (طبق بند الف-۲-۳) که به طور همزمان یا بلافاصله یکی پس از دیگری توسط یک آزمون گر به دست آمده است، نباید بیشتر از ۱٪ درصد میانگین حاصله باشد.

پیوست ب
(الزامی)
اندازه گیری آلیل ایزوتیوسیانات

ب-۱ اصول آزمون

بعد از دو بار غوطه ور کردن نمونه ، ابتدا در آب C ۷۰° و سپس در الکل متوسط ، تقطیر آلیل ایزوتیوسیانات آزاد شده به محلول هیدروکسید آمونیوم الکلی، افزودن به محلول نیتрат نقره حجمی استاندارد و تیتراسیون نیترات نقره مازاد با محلول حجمی استاندارد پتاسیم یا آمونیوم تیوسیانات در حضور سولفات آمونیوم آهن (III).

ب-۲ مواد و/یا واکنشگرها

فقط از واکنشگرهای با خلوص تجزیه ای مشخص و آب مقطر یا آب با خلوص مشابه آب مقطر استفاده کنید.

ب-۲-۱ اتانول، بادرصد حجمی % ۹۵ (v/v)

ب-۲-۲ محلول هیدروکسید آمونیوم، غلظت در C ۲۰° ، معادل ۰/۹۲۵ g/ml است.

ب-۲-۳ اسید نیتریک، غلظت در C ۲۰° ، معادل ۱/۴۰ g/ml است.

ب-۲-۴ نیترات نقره ، محلول حجمی استاندارد ، $c(\text{AgNO}_3) = 0/1 \text{ mol/l}$

ب-۲-۵ تیوسیانات پتاسیم یا تیوسیانات آمونیوم، محلول حجمی استاندارد $c(\text{NH}_4\text{CNS}) = 0/1 \text{ mol/l}$ یا $c(\text{KCNS})$

ب-۲-۶ محلول سولفات آمونیوم آهن (III)، اشباع شده در حالت سرد

ب-۳ وسایل لازم

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی، تجهیزات زیرمورد نیاز است:

ب-۳-۱ آسیاب آزمایشگاهی

ب-۳-۲ دستگاه تقطیر، (شکل را ببینید).

ب-۳-۳ بورت، درجه بندی شده با فواصل ۰/۰۵ ml

ب-۳-۴ ترازوی آزمایشگاهی

ب-۴ روش انجام آزمون

ب-۴-۱ آماده سازی نمونه

نمونه را به دقت مخلوط کنید و سپس ۱۵ گرم تا ۲۰ گرم از نمونه را برداشته و آسیاب کنید.

ب-۴-۲ آزمون

۲ گرم از نمونه آسیاب شده را برداشته و با دقت ۰/۰۰۱ گرم وزن کنید .

ب-۴-۳ اندازه گیری

آزمونه را به ظرف گلابی شکل دستگاه تقطیر انتقال داده و ۸۰ میلی لیتر از آبی را که قبلا تا دمای $C \pm 2^{\circ}$ گرم شده، به آن اضافه کنید، در ظرف را بسته و به مدت ۱۵ دقیقه بگذارید، ثابت بماند. سپس ۲۰ میلی لیتر اتانول (طبق بند ب-۲-۱) به آن افزوده و اجازه دهید تا ۴۵ دقیقه در اتانول غوطه ور بماند. بعد از غوطه وری، ظرف گلابی شکل را به دستگاه تقطیر متصل کنید و حاصل تقطیر را در ارلن مایر که حاوی مخلوطی از ۵ میلی لیتر محلول هیدروکسید آمونیوم (طبق بند ب-۲-۲) و ۱۰ میلی لیتر اتانول (طبق بند ب-۲-۱) است، جمع آوری کنید (عمل تقطیر به طور متوسط ۵ دقیقه طول می کشد). توصیه می شود مقدار حاصل تقطیر حداقل ۱۰۰ میلی لیتر باشد.

به حاصل تقطیر ۱۰ میلی لیتر محلول حجمی نیترات نقره (طبق بند ب-۲-۴) اضافه کرده و به مدت ۱۲ ساعت در دمای محیط بگذارید، بماند. (اگر ارلن مایر را به مدت یک ساعت در حمام آب گرم با دمای $C \pm 80^{\circ}$ بگذارید، عملیات سریعتر انجام می شود).

محتوی ارلن مایر را با کاغذ صافی صاف کنید و ارلن مایر را چندین بار با آب داغ (حدود $C \pm 90^{\circ}$) شست و شو دهید.

به محلول صاف شده و شست و شو ها، ۱۰ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ب-۲-۳) افزوده و سپس با محلول حجمی استاندارد پتاسیم یا آمونیوم تیوسیانات (طبق بند ب-۲-۵) تیترا کنید و از محلول سولفات آمونیوم آهن (III) به عنوان شناساگر استفاده نمایید و تا رسیدن به رنگ صورتی پایدار تیترا کنید.

ب-۴-۴ تعداد اندازه گیری

روی هر نمونه دو اندازه گیری انجام دهید.

ب-۵ بیان نتایج

ب-۵-۱ روش محاسبه و فرمول

مقدار آلایل ایزوتیوسیانات، که به صورت درصد وزنی نمونه بیان می شود، برابر است با:

فرمول (۱)

$$\times \frac{100}{m} \times \frac{100}{100-H} \times 4.95 \frac{(100-V)}{1.7}$$

که در آن:

m جرم آزمونه، بر حسب گرم؛

V حجم محلول استاندارد تیوسیانات پتاسیم یا آمونیوم، مصرف شده در تیتراسیون، بر حسب میلی لیتر؛

H رطوبت نمونه که به صورت درصدی از وزن نمونه است (طبق پیوست الف).

یاد آوری - اگر محلول های حجمی دارای غلظت های دقیق طبق بند ب-۲ نباشند، توصیه می شود از یک فاکتور اصلاحی مناسب در محاسبه نتیجه استفاده شود.

میانگین حاصل از دو اندازه گیری (طبق بند ب-۴-۴)، به دست آمده، نشان می دهد که الزامات تکرار پذیری (طبق بند ب-۵-۲) رضایت بخش می باشد .

ب-۵-۲ تکرار پذیری

تفاوت بین نتایج دو اندازه گیری (طبق بند ب-۴-۴) که به طور همزمان یا بلافاصله یکی پس از دیگری توسط یک آزمون گر به دست آمده است ، نباید بیشتر از ۱٪ درصد میانگین حاصله باشد.

ب-۶ نکاتی در باره روش آزمون

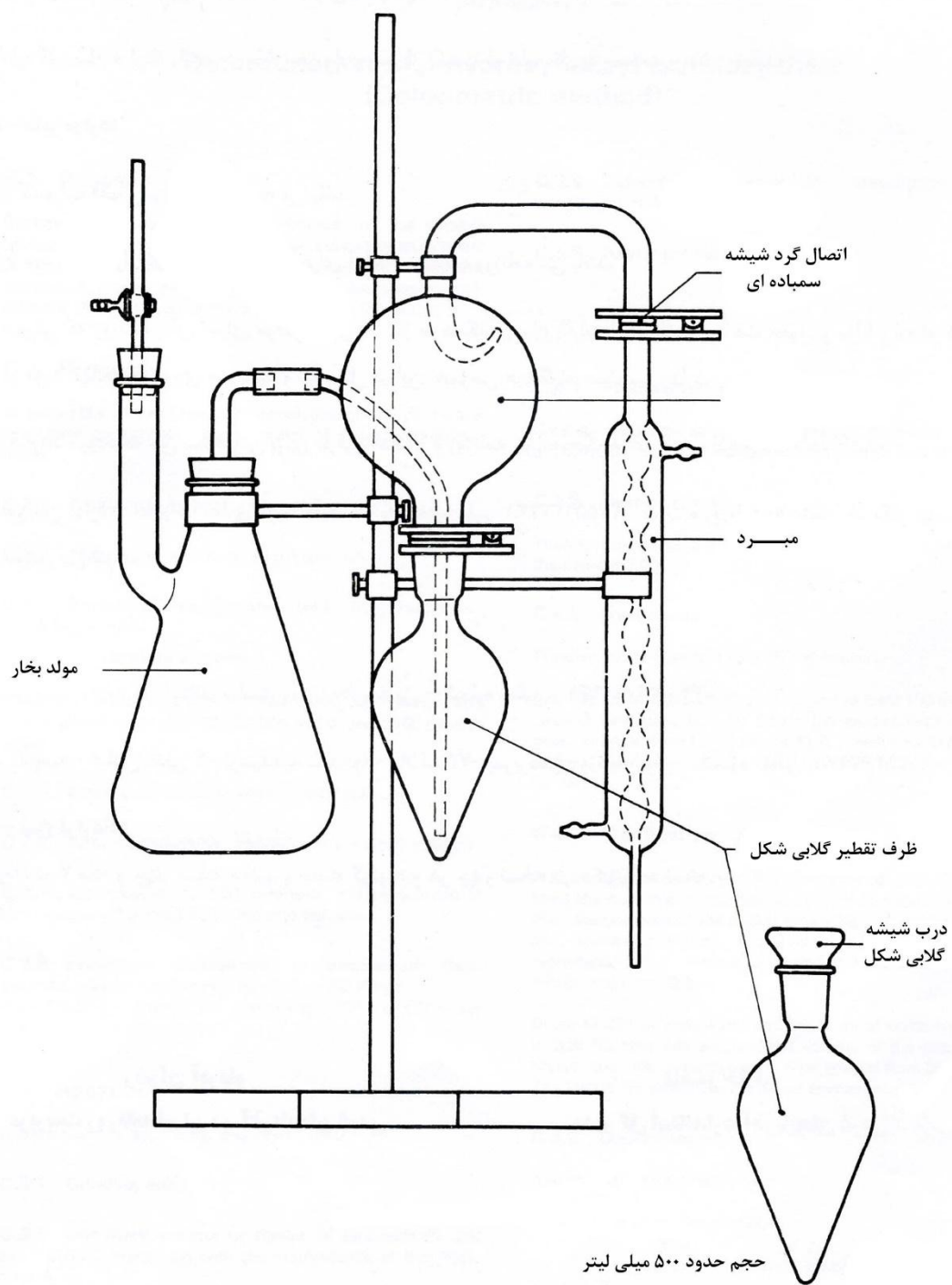
ب-۶-۱ در طی آزمون، باید از هر گونه تماس با مس یا لاستیک به خصوص در دستگاه تقطیر اجتناب شود . از چوب پنبه یا ترجیحا از درب شیشه ای سمباده ای استفاده کنید .

ب-۶-۲ فعالیت آنزیمی دانه خردل با افزایش مدت زمان، کاهش می یابد. بنابراین ضروری است که در مورد دانه های مانده یا کهنه، روش آزمون اصلاح شود .

بعد از یک اندازه گیری اولیه که اعداد پایینی از آلایل ایزوتیوسیانات به دست می آید، به باقیمانده تقطیر، ۵ گرم از خردل سفید اضافه کنید (دقت شود که مواد فرار سولفوردار در آن نباشد) و سپس اندازه گیری دوم را انجام دهید .

جمع این دو نتیجه، مقدار واقعی آلایل ایزوتیوسیانات موجود در نمونه را نشان می دهد . اگرچه کیفیت واقعی نمونه باید بسیار پایین در نظر گرفته شود، توصیه می شود هر دو عدد به دست آمده، قبل و بعد از افزودن خردل سفید، در گزارش آزمون ذکر شود .

ب-۶-۳ فعالیت آنزیمی دانه ها در فصول معینی از سال (مخصوصا در بهار) افزایش می یابد. بنابراین ، با مقدار معینی از دانه ها و بسته به فصلی که در آن آزمون انجام شده است، همیشه نتایج یکسانی به دست نمی آید.



شکل ۱ - دستگاه تقطیر

پیوست پ

(الزامی)

اندازه گیری پارا هیدروکسی بنزیل ایزوتیوسیانات

(روش رنگ سنجی)

پ-۱ اصول آزمون

تجزیه سینابین^۱ (گلوکوزید خردل سفید) با هیدرولیز آنزیمی به گلوکز، سولفات اسیدی سینابین و پاراهیدروکسی بنزیل ایزوتیوسیانات، که این ترکیب آخر، تولید پاراهیدروکسی بنزیل و تیوسیانات می کند. اندازه گیری تیوسیانات به روش رنگ سنجی انجام می شود.

پ-۲ مواد و/یا واکنشگرها

فقط از واکنشگرهای با خلوص تجزیه ای مشخص و آب مقطر یا آب با خلوص مشابه آب مقطر را استفاده کنید.

پ-۲-۱ کربنات کلسیم، پودر شده

پ-۲-۲ کلرید جیوه II، محلول ۵۰ g/l

پ-۲-۳ هگزا سیانو فرات پتاسیم II، محلول ۱۰۶ g/l

پ-۲-۴ محلول استات روی، ۲۱/۹ گرم استات روی $[(CH_3COO)_2Zn]$ را در آب حل کرده، سپس ۳ میلی لیتر اسید استیک گلاسیال (CH_3COOH) به آن افزوده و با آب به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

پ-۲-۵ نیتریک اسید، محلول ۱ mol/l

پ-۲-۶ هیدروکسید سدیم، محلول ۱ mol/l

پ-۲-۷ سولفات آمونیوم آهن III، محلول ۲۰۰ g/l در محلول ۰/۵ mol/l اسید سولفوریک

پ-۲-۸ تیوسیانات پتاسیم یا تیوسیانات آمونیوم، محلول حجمی استاندارد c(KCNS) یا $c(NH_4CNS) = ۱/۱ mol/l$ ، برای مثال مقدار ۵/۸۰۸ گرم از CNS^- در لیتر

پ-۳ وسایل لازم

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی، تجهیزات زیرمورد نیاز است:

پ-۳-۱ آسیاب آزمایشگاهی

پ-۳-۲ ارلن مایر، با ظرفیت ۵۰ میلی لیتر، ۲۵۰ میلی لیتر و ۱۰۰۰ میلی لیتر

پ-۳-۳ پیپت، ۲ میلی لیتر و ۵ میلی لیتر

پ-۳-۴ دستگاه طیف سنج، مناسب برای اندازه گیری در طول موج ۴۵۰ نانومتر

پ-۳-۵ ترازوی آزمایشگاهی

پ-۴ روش انجام آزمون

پ-۴-۱ آماده سازی آزمایه

نمونه را یکنواخت کرده، سپس ۲۰ گرم تا ۲۵ گرم از دانه خردل را برداشته و آسیاب کنید .

پ-۴-۲ آزمونه

۵ گرم از نمونه آسیاب شده را برداشته و با دقت ۰/۰۰۱ گرم توزین کنید.

پ-۴-۳ تجزیه

آزمونه را به بشر ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کنید .

۱۰۰ میلی لیتر آب $C \pm 2^{\circ} C$ و حداقل ۱۰۰ میلی گرم کربنات کلسیم (طبق بند پ-۲-۱) به آن افزوده و در بشر را با شیشه ساعت بپوشانید و بگذارید ۱۵ دقیقه در دمای $70^{\circ} C$ غوطه ور بماند، سپس سرد کنید و ۲۰ میلی لیتر محلول هیدروکسید سدیم (طبق بند پ-۲-۶) به آن اضافه کنید و بگذارید به مدت ۱۵ دقیقه در تماس با آن بماند .

پ-۴-۴ صاف کردن

برای رساندن pH محتویات بشر به ۶ تا ۶/۵ ، به آن مقدار کافی از محلول نیتریک اسید (طبق بند پ-۲-۵) اضافه کنید. محتویات بشر را به یک ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری بریزید و در حال تکان دادن ارلن مایر، به آن ۲ میلی لیتر محلول هگزا سیانوفرات پتاسیم II (طبق بند پ-۲-۳) و سپس ۲ میلی لیتر محلول استات روی (طبق بند پ-۲-۴) اضافه کنید.

محلول را با آب به حجم ۲۵۰ میلی لیتر رسانده و ۲ میلی لیتر آب با پیپت (طبق بند پ-۳-۳) به آن (با احتساب حجم رسوب) بیافزایید، خوب تکان دهید و با یک کاغذ فیلتر رنگ روشن، صاف کنید. محلول صاف شده باید شفاف و بی رنگ باشد .

پ-۴-۵ اندازه گیری

به یک ارلن مایر ۵۰ میلی لیتری، ۵ میلی لیتر از محلول صاف شده (F) و ۵ میلی لیتر محلول سولفات آمونیوم آهن III (طبق بند پ-۲-۷) بیافزایید. با آب تا حجم ۵۰ میلی لیتر رقیق نموده و سپس تکان دهید. جذب نور را در طول موج ۴۵۰ nm با دستگاه طیف سنجی (طبق بند پ-۳-۴) اندازه گیری کنید .

پ-۴-۶ منحنی واسنجی^۱

با یک پیپت (طبق بند پ-۳-۳)، ۵ میلی متر محلول حجمی استاندارد تیوسیانات پتاسیم یا آمونیوم (طبق بند پ-۲-۸) را به یک ارلن مایر ۱۰۰۰ میلی لیتری انتقال داده و با آب تا خط نشانه به حجم برسانید . در یک سری از ارلن مایرهای ۵۰ میلی لیتری ، محلول های رقیق شده تیوسیانات پتاسیم یا آمونیوم (طبق جدول پ - ۱) ، را بریزید :

جدول پ-۱

مقدار یون تیوسیاناتات μg	حجم محلول رقیق شده تیوسیاناتات پتاسیم یا آمونیوم ml
۱۴۵/۲	۵
۲۹۰/۴	۱۰
۴۳۵/۶	۱۵
۵۸۰/۸	۲۰
۷۲۶	۲۵

به هر ارلن مایر، ۵ میلی لیتر از محلول سولفات آمونیوم آهن III (طبق بند پ-۲-۷) افزوده و با آب تا خط نشانه به حجم برسانید، آن را تکان دهید و مقدار جذب نور را طبق بند پ-۴-۵ اندازه گیری کنید. منحنی واسنجی را رسم کرده، طوری که مقدار جذب، تعداد میکروگرم های تیوسیاناتات را نشان دهد.

پ-۴-۷ آزمون مقایسه ای

آزمون مقایسه ای را با همان شرایط آزمون اصلی انجام دهید، ولی به منظور تصحیح خطاهای ناشی از واکنش فنل ها با نمک های آهن III، ۲ قطره محلول کلرید جیوه II (طبق بند پ-۲-۲) به آن بیافزایید. یادآوری-در روی منحنی واسنجی، به اختلاف موجود در جذب بین محلول آزمونی که حاوی تیوسیاناتات و فنل ها است و محلول آزمون مقایسه ای توجه کنید.

پ-۴-۸ تعداد اندازه گیری

روی هر نمونه دو اندازه گیری انجام دهید.

پ-۵ بیان نتایج

پ-۵-۱ روش محاسبه و فرمول

مقدار پاراهیدروکسی بنزیل ایزوتیوسیاناتات که به صورت درصد وزنی بر حسب ماده خشک بیان می شود، برابر است با:

فرمول

$$\times \frac{250}{\rho} \times \frac{100}{m_1} \times \frac{100}{100-H} \times 2.84 \times \frac{m_1}{1.1}$$

که در آن:

m_0 جرم آزمونه، بر حسب گرم؛

m_1 جرم تیوسیاناتات قرائت شده، از روی منحنی واسنجی، بر حسب میکروگرم؛

H رطوبت نمونه که به صورت درصدی از وزن نمونه است (طبق پیوست الف).

۲/۸۴ ضریب تبدیل یون تیوسیاناتات (CNS⁻) به پاراهیدروکسی بنزیل ایزوتیوسیاناتات.

میانگین حاصل از دو اندازه گیری (طبق بند پ-۴-۸)، به دست آمده نشان می دهد، الزامات تکرار پذیری (طبق بند پ-۵-۲) رضایت بخش می باشد.

پ-۵-۲ تکرار پذیری

تفاوت بین نتایج دو اندازه گیری (طبق بند پ-۴-۸) که به طور همزمان یا بلافاصله یکی پس از دیگری توسط یک آزمون گر به دست آمده است ، نباید بیشتر از ۲٪ درصد میانگین حاصله باشد.

پ-۶ نکاتی در مورد روش آزمون

فعالیت آنزیمی دانه ها در فصول معینی از سال افزایش می یابد (مخصوصا در بهار). بنابراین ، با مقدار معینی از دانه ها و بسته به فصلی که در آن آزمون انجام شده است، همیشه نتایج یکسانی به دست نمی آید.

پیوست ت

(اطلاعاتی)

اندازه گیری پارا هیدروکسی بنزیل ایزوتیوسیانات (روش نقره سنجی)

مقدمه

آزمایشگاه هایی که دستگاه رنگ سنجی ندارند ، می توانند با استفاده از املاح نقره، تیوسیانات را اندازه گیری کنند. در این صورت ضروری است که:

الف- انجام یک کنترل اولیه برای تشخیص عدم وجود یون کلر (Cl^-) در دانه خردل (عدم واکنش نیترات نقره با خاکستر دانه خردل) انجام دهید.
یا

ب- اندازه گیری یون کلر (Cl^-)، آزمون صاف شده برای اصلاح نتیجه آزمون.
این روش طبق توافق طرفین می تواند جایگزین روش رنگ سنجی شود .

ت-۱ اصول آزمون

تجزیه سینابین (گلوکوزید خردل سفید) با هیدرولیز آنزیمی به گلوکز ، سولفات اسیدی سینابین و پارا هیدروکسی بنزیل ایزوتیوسیانات، که این ترکیب آخر به پاراهیدروکسی بنزیل الکل و تیوسیانات تبدیل می شود. اندازه گیری تیوسیانات تشکیل شده به وسیله نقره سنجی در اسید نیتریک متوسط ، تیتراسیون نیترات نقره اضافی با محلول حجمی استاندارد تیوسیانات پتاسیم در حضور سولفات آمونیوم آهن III انجام می شود .

ت-۲ مواد و/یا واکنشگرها

فقط از واکنشگرهای با خلوص تجزیه ای مشخص و آب مقطر یا آب با خلوص مشابه آب مقطر را استفاده کنید. تمامی واکنشگرهای ضروری برای تجزیه و صاف کردن (طبق پیوست پ) و واکنشگرهای زیر:

ت-۲-۱ اسید نیتریک، غلظت در $20^{\circ}C$ ، معادل $1/40 \text{ g/ml}$ است.

ت-۲-۲ نیترات نقره ، محلول حجمی استاندارد ، $c(AgNO_3) = 0/1 \text{ mol/l}$

ت-۲-۳ تیوسیانات پتاسیم ، محلول حجمی استاندارد ، $c(KCNS) = 0/1 \text{ mol/l}$

ت-۲-۴ محلول سولفات آمونیوم آهن III ، اشباع شده در حالت سرد

ت-۳ وسایل لازم

وسایل لازم برای آماده سازی نمونه ، تجزیه و صاف کردن (طبق پیوست پ) و وسایل زیر:

ت-۳-۱ پیپت تک نشانه، به حجم ۵ میلی لیتر و ۱۰۰ میلی لیتر

ت-۳-۲ بورت ، درجه بندی شده با فواصل $0/05$ میلی لیتر

ت-۴ روش انجام آزمون

ت-۴-۱ آماده سازی آزمایه، آزمون، تجزیه و صاف کردن را طبق بند های پ-۴-۱ تا پ-۴-۴ پیوست پ، انجام دهید.

ت-۴-۲ تیتراسیون

در حالی که پس از هر بار افزودن، بشر را تکان می دهید، مواد زیر را به آن اضافه کنید:

- ۱۰۰ میلی لیتر محلول صاف شده (F) (طبق بند پ-۴-۴) را با پیپت (طبق بند ت-۳-۱)، تقریباً معادل

۲ گرم دانه خردل

- ۱ میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ت-۲-۱)

- ۵ میلی لیتر محلول استاندارد حجمی نیترات نقره (طبق بند ت-۲-۲) با پیپت (طبق بند ت-۳-۱)

- ۲ میلی لیتر محلول سولفات آمونیوم آهن III (طبق بند ت-۲-۴)

بشر را تکان دهید تا رسوب تشکیل شود و با محلول تیوسیانات پتاسیم (طبق بند ت-۲-۳)، تا رسیدن به رنگ قرمز کم رنگ پایدار تیترا کنید .

ت-۴-۳ تعداد اندازه گیری

روی هر نمونه دو اندازه گیری انجام دهید.

ت-۵ بیان نتایج

ت-۵-۱ روش محاسبه و فرمول

مقدار پاراهیدروکسی بنزیل ایزوتیوسیانات که به صورت درصد وزنی نمونه، بر حسب ماده خشک بیان می شود، برابر است با :

فرمول

$$\times \frac{100}{m} \times \frac{100}{100-H} \times 0.0165 (5 - V) \times \frac{250}{100}$$

که در آن:

m جرم آزمونه، بر حسب گرم ؛

V حجم محلول استاندارد تیوسیانات پتاسیم مصرف شده در تیتراسیون، بر حسب میلی لیتر؛

H رطوبت نمونه که به صورت درصدی از وزن نمونه است (طبق پیوست الف).

یاد آوری - اگر محلول های حجمی دارای غلظت های دقیق طبق بند ت-۲ نباشند، توصیه می شود از یک فاکتور اصلاحی مناسب در محاسبه نتیجه استفاده شود .

میانگین حاصل از دو اندازه گیری (طبق بند ت-۴-۳)، به دست آمده نشان می دهد، الزامات تکرار پذیری (طبق بند ت-۵-۲) رضایت بخش می باشد.

ت-۵-۲ تکرار پذیری

تفاوت بین نتایج دو اندازه گیری (طبق بند پ-۴-۸) که به طور همزمان یا بلافاصله یکی پس از دیگری توسط یک آزمون گر به دست آمده است ، نباید از ۰/۱ گرم پراهایدروکسی بنزیل ایزوتیوسیانات در هر ۱۰۰ گرم ماده خشک تجاوز کند .

پیوست ث

(اطلاعاتی)

شرایط انبارداری و حمل و نقل دانه خردل

ث-۱ انبارداری

بسته های دانه خردل، باید در انبارهایی سرپوشیده، به دور از نورآفتاب، باران و گرمای زیاد نگه داری شوند. انبار باید خشک و بدون بوهای نامطبوع بوده و در برابر ورود حشرات و سایر جانوران موزی، محافظت شود.

ث-۲ حمل و نقل

بر روی بسته ها، باید به صورت واضح عبارت "حمل با احتیاط" نوشته شود، زیرا در غیر این صورت احتمال پارگی بسته ها وجود دارد. بسته ها، باید در محل خشک، خنک و دور از رطوبت و بخار نگه داری شوند.