

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11450:2016

ISO 1237:1981

Xuất bản lần 1

**HẠT MÙ TẠT -
CÁC YÊU CẦU**

Mustard Seed - Specification

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11450:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 1237:1981;

TCVN 11450:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4 *Gia vị và phụ gia thực phẩm* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Hạt mù tạt - Các yêu cầu

Mustard seed - Specification

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các yêu cầu đối với hạt mù tạt.

Các khuyến cáo liên quan đến điều kiện bảo quản và vận chuyển được nêu trong Phụ lục E.

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 4832:2015, *Tiêu chuẩn chung đối với các chất nhiễm bẩn và các độc tố trong thực phẩm và thức ăn chăn nuôi*

TCVN 4889 (ISO 948), *Gia vị – Lấy mẫu*

TCVN 4891 (ISO 927), *Gia vị – Xác định hàm lượng tạp chất và tạp chất ngoại lai*

TCVN 5484 (ISO 930), *Gia vị – Xác định tro không tan trong axit*

TCVN 5486 (ISO 1108), *Gia vị – Xác định chất chiết ete không bay hơi*

TCVN 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret*

TCVN 7150 (ISO 835), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet chia độ*

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

TCVN 8960 (ISO 2825), *Gia vị – Chuẩn bị mẫu nghiền để phân tích*

ISO 928:1980¹⁾, *Spices and condiments – Determination of total ash (Gia vị – Xác định tro tổng số)*

¹⁾ ISO 928:1980 đã bị hủy, tiêu chuẩn hiện hành là ISO 928:1997 đã được chấp nhận thành TCVN 7038:2002 (ISO 928:1997) *Gia vị – Xác định tro tổng số*.

3 Các yêu cầu

3.1 Mô tả

Hạt sạch khô của một hoặc nhiều loài thực vật sau:

- *Sinapis alba* Linnaeus (mù tạt trắng, mù tạt vàng);
- *Brassica nigra* (Linnaeus) W.D.J Koch (mù tạt đen);
- *Brassica juncea* (Linnaeus) Czernajew and Cosson in Czernajew (cải bẹ xanh, cải cay).

3.2 Mùi và hương

Hạt khi xay và khi được làm ẩm phải có mùi và hương của hạt tươi mới, hăng và không có mùi ôi, mốc.

3.3 Nấm mốc, côn trùng v.v...

Hạt không được có côn trùng sống, một, nấm mốc và hầu như không có xác côn trùng, mảnh xác của côn trùng và chất nhiễm bẩn của động vật gặm nhấm có thể nhìn thấy được bằng mắt thường hoặc dùng kính phóng đại khi cần đối với trường hợp đặc biệt. Nếu độ phóng đại vượt quá 10 lần thì phải nêu trong báo cáo thử nghiệm.

3.4 Tạp chất lạ, hạt nhãn và hạt bị hỏng

Hạt phải nguyên vẹn, chín và không chứa nhiều hơn 0,7 % (khối lượng) tạp chất lạ hoặc các phần của lá, được xác định theo phương pháp quy định trong TCVN 4891 (ISO 927). Các tạp chất dạng hạt bao gồm cả hạt mù tạt dại (*Sinapis arvensis* Linnaeus), hạt cải dầu (*Brassica napus* Linnaeus) và các loài *Melilotus*. Tỷ lệ các hạt mù tạt bị hỏng và nhãn không được vượt quá 2 % (khối lượng).

3.5 Yêu cầu hóa học

Giới hạn đối với các độc tố được quy định trong TCVN 4832:2015.

Hạt mù tạt phải đáp ứng các mức yêu cầu nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Các yêu cầu đối với hạt mù tạt

Chỉ tiêu	Mức	Phương pháp thử
1. Hao hụt khối lượng ở 103 °C, % (khối lượng), tối đa	10	Phụ lục A
2. Hàm lượng tro tổng số, % (khối lượng) tính theo chất khô, tối đa	6,5	ISO 928:1980
3. Hàm lượng tro không tan trong axit, % (khối lượng) tính theo chất khô, tối đa	1,0	TCVN 5484 (ISO 930)
4. Hàm lượng chất chiết ete không bay hơi, % (khối lượng) tính theo chất khô, tối thiểu	28	TCVN 5486 (ISO 1108)
5. Hàm lượng alyl isothiocyanat, % (khối lượng) tính theo chất khô a) trong <i>B. nigra</i> , tối thiểu b) trong <i>B. juncea</i> , tối thiểu	1,0 0,70	Phụ lục B
6. Hàm lượng <i>p</i> -hydroxybenzyl isothiocyanat, % (khối lượng) tính theo chất khô trong <i>Sinapis alba</i> , tối thiểu	2,3	Phụ lục C hoặc Phụ lục D

4 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 4889 (ISO 948).

5 Phương pháp thử

5.1 Mẫu hạt mù tạt phải được kiểm tra về sự phù hợp với các yêu cầu của tiêu chuẩn này theo phương pháp thử nêu trong 3.4 và Bảng 1.

5.2 Để xác định lượng tro tổng số, sử dụng phương pháp quy định trong ISO 928:1980, cùng với các điều chỉnh trong 8.3.2 của ISO 928:1980 như sau:

Ngâm tro bằng nước nóng, lọc qua giấy lọc mịn không tàn và rửa kỹ. Chuyển giấy lọc cùng mẫu vào đĩa (6.1), làm khô và gia nhiệt lại trong lò múp (6.2) trong 1 h. Làm nguội và thêm 5 giọt đến 10 giọt axit nitric loại phân tích, sau đó làm bay hơi đến khô trên nồi hơi (6.4) và gia nhiệt trong lò múp trong 30 min. Thêm tiếp 5 giọt đến 10 giọt axit nitric, làm bay hơi lại đến khô và gia nhiệt trong lò múp 1 h. Làm nguội đĩa, cho phần dịch lọc vào rồi để bay hơi đến khô trên nồi hơi. Gia nhiệt lại trong lò múp trong 1 h, để nguội và cân. Lặp lại các thao tác trên cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 0,002 g. Ghi lại phần khối lượng nhỏ hơn.

Lượng tro tổng số có thể được giữ lại để xác định lượng tro không tan trong nước và tro không tan trong axit.

6 Bao gói và ghi nhãn

6.1 Bao gói

Hạt mù tạt phải được đóng trong các túi sạch, hợp vệ sinh, được làm từ vật liệu không làm ảnh hưởng đến hạt và tránh hút ẩm.

6.2 Ghi nhãn

Các nội dung cụ thể sau đây phải được ghi nhãn và dán nhãn trên mỗi bao gói:

- a) tên sản phẩm (tên khoa học) và tên thương mại hoặc tên nhãn hiệu, nếu có;
- b) tên và địa chỉ nhà sản xuất hoặc đóng gói;
- c) số lô hàng hoặc số mã;
- d) khối lượng tịnh;
- e) hạng sản phẩm (nếu phân hạng);
- f) nơi sản xuất;
- g) năm thu hoạch, nếu biết;
- h) ngày đóng gói;
- j) mọi yêu cầu ghi nhãn khác của bên mua.

Phụ lục A

(Quy định)

Xác định hao hụt khối lượng ở 103 °C¹⁾**A.1 Thiết bị, dụng cụ****A.1.1** Đĩa, bằng kim loại chống ăn mòn, có nắp đậy kín phù hợp.**A.1.2** Tủ sấy nhiệt độ không đổi, kiểm soát được nhiệt độ ở 103 °C ± 2 °C.**A.1.3** Bình hút ẩm, có chất hút ẩm hiệu quả.**A.1.4** Cân phân tích.**A.2 Cách tiến hành****A.1.2 Phần mẫu thử**

Cân khoảng 2 g mẫu thử, chính xác đến 0,001 g, cho vào đĩa đã được cân bì (A.1.1).

A.2.2 Xác định

Gia nhiệt đĩa cùng với mẫu và nắp để bên cạnh trong tủ sấy (A.1.2) ở 103 ± 2 °C trong 3 h. Đậy nắp và làm nguội trong bình hút ẩm (A.1.3) và cân. Gia nhiệt tiếp trong tủ sấy 1 h, làm nguội trong bình hút ẩm và cân lại. Lặp lại các thao tác gia nhiệt trong 1 h trong tủ sấy, làm nguội và cân cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 0,001 g.

A.2.3 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử.

A.3 Biểu thị kết quả**A.3.1 Phương pháp và công thức tính**Hao hụt khối lượng ở 103 °C, H , biểu thị bằng phần trăm khối lượng mẫu thử, được tính theo công thức:

¹⁾ Để tính kết quả của phép thử theo chất khô, giả định rằng độ ẩm bằng hao hụt khối lượng ở 103 °C khi được xác định bằng phương pháp quy định trong Phụ lục A.

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

Trong đó:

m_0 là khối lượng ban đầu của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của phần mẫu thử sau khi gia nhiệt trong tủ sấy, tính bằng gam (g).

Lấy kết quả trung bình cộng của hai phép xác định (A.2.3), khi đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại (xem A.3.2).

A.3.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả của hai phép xác định (A.2.3), tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp, do cùng một người thực hiện không vượt quá 1 % giá trị trung bình.

Phụ lục B

(Quy định)

Xác định hàm lượng alyl isothiocyanat**B.1 Nguyên tắc**

Sau khi ngâm mẫu thử hai lần liên tiếp, lần thứ nhất trong nước ở nhiệt độ 70 °C và lần thứ hai trong môi trường có chứa cồn, chưng cất alyl isothiocyanat đã được giải phóng vào trong dung dịch amoni hydroxit trong cồn, cho dung dịch bạc nitrat chuẩn vào dịch chưng cất và chuẩn độ dung dịch bạc nitrat dư bằng dung dịch kali thiocyanat hoặc amoni thiocyanat chuẩn với sự có mặt của amoni sắt (III) sulfat.

B.2 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải đạt chất lượng phân tích. Nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

B.2.1 Etanol, 95 % (thể tích).

B.2.2 Dung dịch amoni hydroxit, $\rho_{20} = 0,925$ g/ml.

B.2.3 Axit nitric, $\rho_{20} = 1,40$ g/ml.

B.2.4 Bạc nitrat, dung dịch chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ mol/l.

B.2.5 Kali thiocyanat hoặc amoni thiocyanat, dung dịch chuẩn, $c(\text{KCNS})$ hoặc $c(\text{NH}_4\text{CNS}) = 0,1$ mol/l.

B.2.6 Dung dịch amoni sắt (III) sulfat, bão hòa khi nguội.

B.3 Thiết bị, dụng cụ

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

B.3.1 Máy nghiền.

B.3.2 Thiết bị chưng cất lôi cuốn (xem Hình B.1 về ví dụ thích hợp).

B.3.3 Buret, chia vạch đến 0,05 ml, phù hợp các yêu cầu loại A trong TCVN 7149 (ISO 385).

B.3.4 Cân phân tích.

B.4 Cách tiến hành

B.4.1 Chuẩn bị mẫu thử

Sau khi trộn cẩn thận mẫu thử, lấy từ 15 g đến 20 g mẫu và nghiền [xem TCVN 8960 (ISO 2825)].

B.4.2 Phân mẫu thử

Cân khoảng 2 g mẫu đã nghiền, chính xác đến 0,001 g.

B.4.3 Xác định

Chuyển phần mẫu thử vào bình quả lê của thiết bị chưng cất, thêm 80 ml nước đã đun nóng đến $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, đậy bình bằng nắp thủy tinh mài và để yên 15 min. Sau đó, thêm 20 ml etanol (B.2.1) và ngâm 45 min.

Sau khi ngâm, nổi nhanh bình vào thiết bị chưng cất. Chưng cất và thu lấy dịch chưng cất vào bình nón chứa hỗn hợp 5 ml dung dịch amoni hydroxit (B.2.2) và 10 ml etanol (B.2.1). (Chưng cất lõi cuộn, thông thường khoảng 5 min). Lượng dịch chưng cất thu được cần ít nhất là 100 ml.

Cho vào dịch chưng cất 10 ml dung dịch bạc nitrat chuẩn (B.2.4) và để yên trong 12 h ở nhiệt độ thường (thao tác nhanh hơn nếu bình nón được đặt trong nồi cách thủy đã được làm nóng từ $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 h).

Lọc qua giấy lọc mịn, tráng bình và phần cặn vài lần bằng nước nóng (khoảng $90\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Thêm 10 ml axit nitric (B.2.3) vào dịch lọc đã gộp với nước rửa, sau đó chuẩn độ bằng dung dịch kali thiocyanat hoặc amoni thiocyanat chuẩn (B.2.5), sử dụng dung dịch amoni sắt (III) sulfat (B.2.6) làm chất chỉ thị, cho đến khi thu được màu hồng bền.

B.4.4 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu đã được chuẩn bị.

B.5 Biểu thị kết quả

B.5.1 Phương pháp và công thức tính

Hàm lượng alyl isothiocyanat biểu thị bằng phần trăm khối lượng chất khô, được tính theo công thức:

$$4,95 \frac{(10-V)}{10^3} \times \frac{100}{m} \times \frac{100}{100-H}$$

Trong đó:

- m là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g);
- V là thể tích dung dịch kali thiocyanat hoặc amoni thiocyanat chuẩn dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);
- H là độ ẩm của mẫu thử, được xác định bằng phương pháp quy định trong Phụ lục A, tính bằng phần trăm khối lượng (%).

CHÚ THÍCH: Nếu sử dụng các dung dịch chuẩn có nồng độ không chính xác như quy định trong B.2 thì cần sử dụng hệ số hiệu chỉnh thích hợp trong công thức tính kết quả.

Lấy kết quả trung bình cộng của hai phép xác định (B.4.4), khi đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại (xem B.5.2).

B.5.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả của hai phép xác định (B.4.4), tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp, do cùng một người thực hiện không vượt quá 1 % giá trị trung bình.

B.6 Các lưu ý khi tiến hành

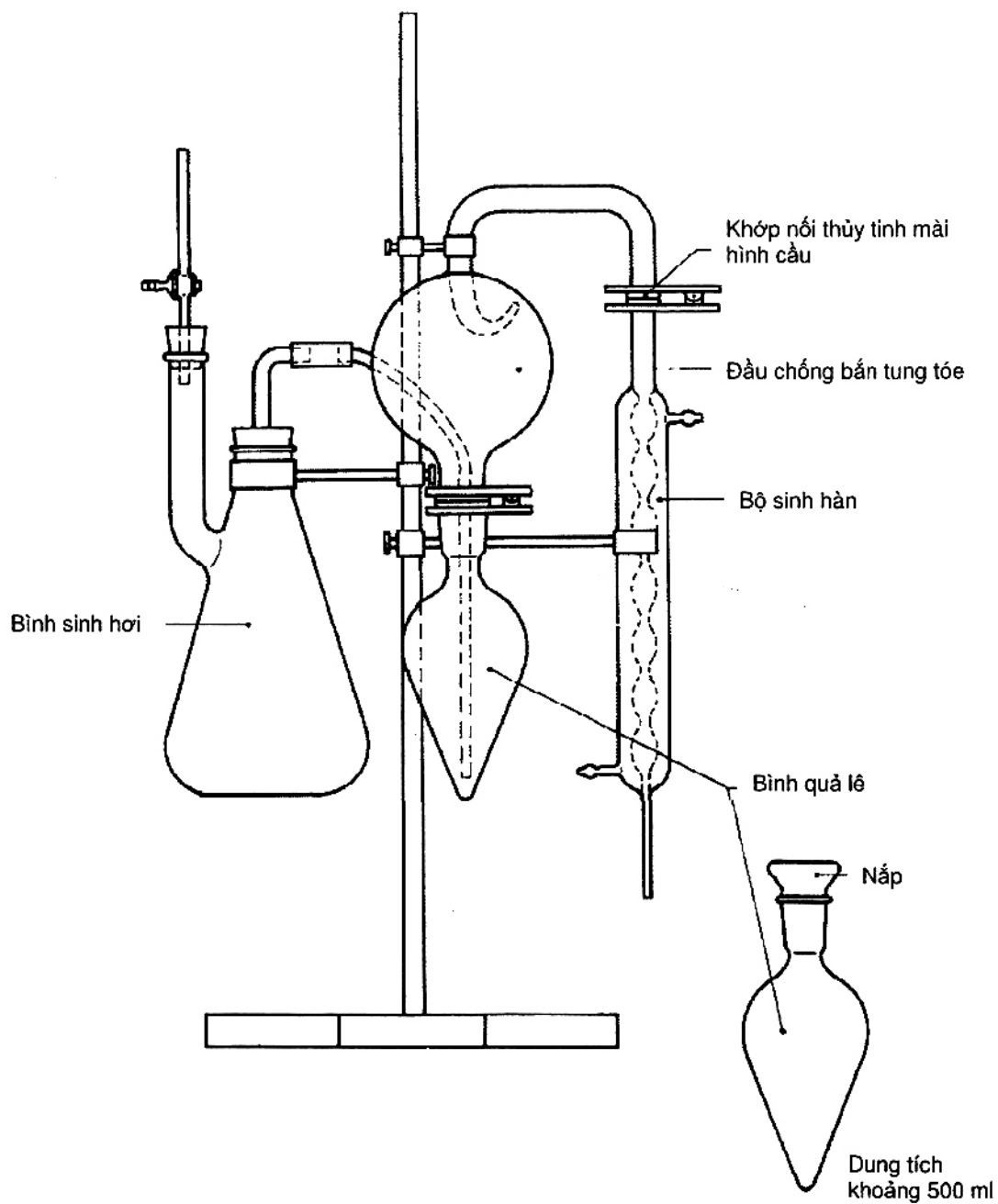
B.6.1 Trong suốt quá trình phân tích, tránh tiếp xúc với đồng hoặc cao su, đặc biệt là trong thiết bị chung cất. Sử dụng nút bần hoặc có thể sử dụng các nắp thủy tinh mài.

B.6.2 Hoạt tính enzym của hạt mù tạt giảm theo thời gian, vì vậy có thể cần điều chỉnh phương pháp phân tích trong trường hợp hạt đã để lâu.

Sau khi phép xác định sơ bộ cho các số liệu thấp đối với alyl isothiocyanat, bổ sung 5 g *Sinapis alba* (lưu ý kiểm tra xem chất dễ bay hơi có chứa lưu huỳnh có mặt trong alyl isothiocyanat hay không) vào phần còn lại sau khi chung cất rồi tiến hành phép xác định thứ hai.

Việc bổ sung hai kết quả sẽ cho số alyl isothiocyanat thực trong mẫu thử. Tuy nhiên, chất lượng thực tế của mẫu thử được coi là bị giảm đáng kể, nên trong báo cáo thử nghiệm cần ghi rõ hai kết quả, trước và sau khi bổ sung *Sinapis alba*.

B.6.3 Hoạt tính enzym của hạt tăng trong thời gian nhất định của năm (đặc biệt là vào mùa xuân); vì vậy không phải lúc nào cũng thu được các kết quả giống nhau đối với một lô hạt mà tùy theo mùa tiến hành phép phân tích.



Hình B.1 – Thiết bị chưng cất lôi cuốn

Phụ lục C
(Quy định)

Xác định hàm lượng *p*-hydroxybenzyl isothiocyanat (Phương pháp đo màu)

C.1 Nguyên tắc

Phân hủy sinalbin (glycosid của *Sinapis alba*) bằng cách dùng enzym thủy phân thành glucose, hydro sulfat của sinapin và *p*-hydroxybenzyl isothiocyanat, sau cùng là *p*-hydroxybenzyl và thiocyanat. Đo màu của thiocyanat tạo thành.

C.2 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải đạt chất lượng phân tích. Nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

C.2.1 Canxi cacbonat, đã được tán thành bột.

C.2.2 Thủy ngân (II) clorua, dung dịch 50 g/l.

C.2.3 Kali hexacyanoferrat (II), dung dịch 106 g/l.

C.2.4 Dung dịch kẽm axetat

Hòa tan 21,9 g kẽm axetat $[(CH_3COO)_2Zn]$ trong nước, thêm 3 ml axit axetic băng (CH_3COOH) và thêm nước đến 100 ml.

C.2.5 Axit nitric, dung dịch có nồng độ xấp xỉ 1 mol/l.

C.2.6 Natri hydroxit, dung dịch có nồng độ xấp xỉ 1 mol/l.

C.2.7 Amoni sắt (III) sulfat, dung dịch có nồng độ 200 g/l trong dung dịch axit sulfuric có nồng độ xấp xỉ 0,5 mol/l.

C.2.8 Kali thiocyanat hoặc amoni thiocyanat, dung dịch chuẩn, $\alpha(KCNS)$ hoặc $\alpha(NH_4CNS) = 0,1$ mol/l, nghĩa là dung dịch chứa 5,808 g CNS^- trên lít.

C.3 Thiết bị, dụng cụ

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

C.3.1 Máy nghiền

TCVN 11450:2016

C.3.2 Bình định mức một vạch, dung tích 50 ml, 250 ml và 1 000 ml, phù hợp với các yêu cầu loại A trong TCVN 7153 (ISO 1042).

C.3.3 Pipet, phân phối được 2 ml và 5 ml, phù hợp với các yêu cầu loại A trong TCVN 7151 (ISO 648) hoặc TCVN 7150 (ISO 835).

C.3.4 Máy đo màu, thích hợp để đo ở bước sóng 450 nm.

C.3.5 Cân phân tích.

C.4 Cách tiến hành

C.4.1 Chuẩn bị mẫu thử

Cẩn thận đồng hóa mẫu, sau đó lấy từ 20 g đến 25 g mẫu và nghiền [xem TCVN 8960 (ISO 2825)].

C.4.2 Phần mẫu thử

Cân khoảng 5 g mẫu thử đã nghiền, chính xác đến 0,001 g.

C.4.3 Thủy phân

Chuyển phần mẫu thử vào cốc có mỏ 250 ml.

Thêm 100 ml nước ở $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ và ít nhất 100 mg canxi cacbonat (C.2.1). Đậy cốc có mỏ bằng mặt kính. Để yên ngâm 15 min ở $70\text{ }^{\circ}\text{C}$, làm nguội, thêm 20 ml dung dịch natri hydroxit (C.2.6) và để yên tiếp 15 min.

C.4.4 Làm trong

Thêm một lượng vừa đủ dung dịch axit nitric (C.2.5), để thu được lượng chứa trong cốc có mỏ có pH khoảng từ 6,0 đến 6,5. Rót lượng chứa trong cốc có mỏ vào bình định mức 250 ml và lắc bình, thêm 2 ml dung dịch kali hexacyanoferrat (II) (C.2.3), sau đó thêm 2 ml dung dịch kẽm axetat (C.2.4).

Pha loãng bằng nước đến 250 ml và dùng pipet (C.3.3) thêm 2 ml nước (có tính đến thể tích phần kết tủa). Lắc và lọc qua một bộ lọc nhanh tránh ánh sáng. Các dịch lọc (F) phải trong và không màu.

C.4.5 Xác định

Thêm vào bình định mức 50 ml:

- 5 ml dịch lọc (F),
- 5 ml dung dịch amoni sắt (III) sulfat (C.2.7).

Pha loãng bằng nước đến 50 ml, lắc và đo độ hấp thụ ở bước sóng 450 nm bằng máy đo màu (C.3.4).

C.4.6 Đường chuẩn

Dùng pipet (C.3.3) chuyển 5 ml dung dịch kali thiocyanat hoặc amoni thiocyanat chuẩn (C.2.8) vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch.

Chuyển vào một dãy năm bình định mức 50 ml các thể tích dung dịch kali thiocyanat hoặc amoni thiocyanat đã pha loãng này như trong Bảng C.1 dưới đây:

Thể tích dung dịch kali thiocyanat hoặc dung dịch amoni thiocyanat, ml	Khối lượng ion thiocyanat tương ứng, μg
5	145,2
10	290,4
15	435,6
20	580,8
25	726

Thêm vào mỗi bình 5 ml dung dịch amoni sắt (III) sulfat (C.2.7), thêm nước đến vạch, lắc đều và đo độ hấp thụ ở bước sóng như quy định trong C.4.5.

Dựng đường chuẩn độ hấp thụ và số microgam thiocyanat.

C.4.7 Phép thử đối chứng

Tiến hành phép thử đối chứng trong cùng điều kiện với phép thử thực tế nhưng thêm 2 giọt dung dịch thủy ngân (II) clorua (C.2.2) để hiệu chỉnh các sai số do phản ứng của phenol với các muối sắt (III).

Lưu ý trên đường chuẩn chênh lệch độ hấp thụ giữa dung dịch mẫu thử có chứa thiocyanat, dung dịch mẫu thử có chứa phenol và dung dịch mẫu thử đối chứng.

C.4.8 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử đã được chuẩn bị.

C.5 Biểu thị kết quả

C.5.1 Phương pháp và công thức tính

Hàm lượng *p*-hydroxybenzyl isothiocyanat biểu thị bằng phần trăm khối lượng chất khô, được tính theo công thức sau:

$$2,84 \frac{m_1}{10^6} \times \frac{250}{5} \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100-H}$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng thiocyanat đọc từ đường chuẩn, tính bằng gam (g);

H là độ ẩm của mẫu thử xác định bằng phương pháp quy định trong Phụ lục A, được tính bằng phần trăm khối lượng (%);

2,84 là hệ số chuyển đổi từ ion thiocyanat (CNS^-) sang *p*-hydroxybenzyl isothiocyanat.

Lấy kết quả trung bình cộng của hai phép xác định (C.4.8), khi đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại (xem C.5.2).

C.5.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả của hai phép xác định (C.4.8), tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp, do cùng một người thực hiện không vượt quá 2 % giá trị trung bình.

C.6 Lưu ý khi tiến hành

Hoạt tính enzym của hạt tăng trong thời gian nhất định của năm (đặc biệt là vào mùa xuân); vì vậy không phải lúc nào cũng thu được các kết quả giống nhau đối với một lô hạt mà tùy theo mùa tiến hành phép phân tích.

Phụ lục D

(Quy định)

**Xác định hàm lượng *p*-hydroxybenzyl isothiocyanat
(Phương pháp chuẩn độ bạc nitrat)****D.0 Lời giới thiệu**

Các phòng thí nghiệm không có máy đo màu có thể xác định thiocyanat bằng dụng cụ chuẩn độ bạc nitrat. Trong trường hợp này cần:

- a) tiến hành việc kiểm tra sơ bộ sự không có mặt của các ion Cl^- trong hạt (không có phản ứng với bạc nitrat trong tro của hạt mù tạt); hoặc
- b) đưa ra hệ số hiệu chỉnh bằng cách tiến hành xác định các ion Cl^- trên một phần dịch lọc.

Phương pháp này có thể thay thế cho phương pháp đo màu khi có thỏa thuận giữa các bên liên quan.

D.1 Nguyên tắc

Phân hủy sinalbin (glucosid của *Sinapis alba*) bằng cách dùng enzym thủy phân thành glucose, hydro sulfat của sinapin và *p*-hydroxybenzyl isothiocyanat, sau cùng là *p*-hydroxybenzyl ancol và thiocyanat. Xác định thiocyanat tạo thành bằng phương pháp chuẩn độ bạc nitrat trong môi trường axit nitric; chuẩn độ ngược bạc nitrat dư bằng dung dịch kali thiocyanat chuẩn với sự có mặt của amoni sắt (III) sulfat.

D.2 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử phải đạt chất lượng phân tích. Nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

Thuốc thử cần để thủy phân và làm trong (xem Phụ lục C), cùng các thuốc thử dưới đây:

- D.2.1 Axit nitric**, $\rho_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$.
- D.2.2 Bạc nitrat**, dung dịch chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- D.2.3 Kali thiocyanat**, dung dịch chuẩn, $c(\text{KCNS}) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- D.2.4 Dung dịch amoni sắt (III) sulfat**, bão hòa khi nguội.

D.3 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ cần thiết để chuẩn bị mẫu thử, thủy phân, làm trong (xem Phụ lục C), cùng các thiết bị, dụng cụ dưới đây.

D.3.1 Pipet một vạch, dung tích từ 5 ml đến 100 ml, phù hợp với các yêu cầu loại A trong TCVN 7151 (ISO 648).

D.3.2 Buret, chia vạch đến 0,05 ml, phù hợp với các yêu cầu loại A trong TCVN 7149 (ISO 385).

D.4 Cách tiến hành

D.4.1 Chuẩn bị mẫu thử, phần mẫu thử, thủy phân và làm trong

Tiến hành như quy định trong C.4.1 đến C.4.4 của Phụ lục C.

D.4.2 Chuẩn độ

Thêm vào cốc có mỏ, lắc sau mỗi lần thêm:

- 100 ml dịch lọc (F) (xem C.4.4), dùng pipet (C.3.1), tương đương với khoảng 2 g hạt mù tạt;
- 1 ml axit nitric (D.2.1);
- 5 ml dung dịch bạc nitrat thể tích chuẩn (D.2.2), dùng pipet (C.3.1);
- 2 ml dung dịch amoni sắt (III) sulfat (D.2.4).

Lắc bình để làm đồng tụ các chất kết tủa và chuẩn độ bằng dung dịch kali thiocyanat (D.2.3) cho đến khi thu được dung dịch màu đỏ nhạt bền.

D.4.3 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử đã được chuẩn bị.

D.5 Biểu thị kết quả

D.5.1 Phương pháp và công thức tính

Hàm lượng *p*-hydroxybenzyl isothiocyanat biểu thị bằng phần trăm khối lượng chất khô, được tính theo công thức:

$$0,0165(5 - V) \times \frac{250}{100} \times \frac{100}{m} \times \frac{100}{100 - H}$$

Trong đó:

m là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g), (xem C.4.2, Phụ lục C);

V là thể tích dung dịch kali thiocyanat chuẩn (D.2.3) dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

H là độ ẩm của mẫu thử, xác định được bằng phương pháp quy định trong Phụ lục A, tính bằng phần trăm khối lượng (%).

CHÚ THÍCH: Nếu sử dụng các dung dịch chuẩn có nồng độ không chính xác như quy định trong D.2 thì cần sử dụng hệ số hiệu chỉnh thích hợp trong công thức tính kết quả.

Lấy kết quả trung bình cộng của hai phép xác định (D.4.3), khi đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại (xem D.5.2).

D.5.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả của hai phép xác định (D.4.3), tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp, do cùng một người thực hiện không được vượt quá 0,1 g *p*-hydroxybenzyl isothiocyanat trên 100 g chất khô trong mẫu thử.

Phụ lục E

(Tham khảo)

Các khuyến cáo liên quan đến việc bảo quản và vận chuyển

E.1 Bao gói hạt mù tạt phải được bảo quản trong phòng kín, bảo vệ tốt tránh ánh nắng, mưa và nhiệt độ cao.

E.2 Phòng bảo quản phải khô, không có mùi không mong muốn, có khả năng chống xâm nhập của côn trùng và sâu bọ. Hệ thống thông gió phải kiểm soát được để thông gió tốt trong điều kiện khô và kín gió trong điều kiện ẩm ướt. Trong kho bảo quản, cần có sẵn các thiết bị thích hợp để xông khói khử trùng.

E.3 Khi được xử lý và vận chuyển, các bao gói cần tránh được mưa, ánh nắng mặt trời hoặc các nguồn nhiệt độ cao, tránh mùi không mong muốn và tránh nhiễm bẩn chéo, đặc biệt là trong các khoang chứa của tàu chở hàng.

