

РИС И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

Метод определения физической калорийности

Rice and its products.
Methode of determination
of physical caloricityГОСТ
22164-76

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 20 сентября 1976 г. № 2144 срок действия установлен

с 01.07. 1977 г.
до 01.07. 1982 г.

1 Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на зерно риса и продукты его переработки и устанавливает метод определения их физической калорийности.

Метод основан на определении количества теплоты, выделенной при сгорании органического вещества анализируемого продукта в кислороде.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб для анализа зерна — по ГОСТ 10839—64, крупы — по ГОСТ 275—56, муки — по ГОСТ 9404—60.

Масса выделенной навески для анализа каждого продукта должна быть 15 г.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытаний применяют:
калориметр адиабатический;
термометр метастатический (Бекмана) типа ТЛ-1;
термометр лабораторный по ГОСТ 215—73;
шелушитель лабораторный типа ГДФ, ЛУР-1 и др.;
эксикатор по ГОСТ 6371—73;
воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;
кальций хлористый;

сахарозу по ГОСТ 5833—75 или кислоту бензойную по ГОСТ 10521—78, или кислоту салициловую, или нафталин по ГОСТ 16106—70.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка зерна

3.1.1. Выделенную из средней пробы навеску зерна очищают от сорной и зерновой примесей по ГОСТ 10939—64, а затем шелушат на лабораторном шелушителе типа ГДФ, ЛУР-1 и др.

3.1.2. Шелушеное зерно или крупу размалывают на лабораторной мельничке так, чтобы все размолотое зерно прошло при просеивании через проволочную сетку № 08. Муку, полученную от размола зерна и крупы, перемешивают шпателем и с помощью таблеточного пресса прессуют в таблетки (пять таблеток массой 1 г каждая) и до начала испытания хранят в эксикаторе над свежeproкаленным хлористым кальцием. При определении физической калорийности рисовой муки приготовление таблеток производят аналогичным образом.

3.2. Подготовка адиабатического калориметра

3.2.1. Калориметр должен быть установлен на горизонтальной поверхности в помещении с постоянной температурой воздуха.

3.2.2. Перед проведением испытания необходимо установить величину повышения температуры системы от сгорания хлопчатобумажной нитки и стальной проволоки без исследуемой пробы, а также величину теплоемкости системы с использованием стандартного материала (сахарозы, бензойной и салициловой кислот или нафталина).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Крышку бомбы калориметра ставят на стойку и в горизонтальное кольцо, являющееся продолжением одного из запальных электродов, прикрепленных к крышке бомбы, вставляют тигель с помещенной в него таблеткой испытываемого материала.

4.2. Запальные электроды соединяют стальной проволокой, длина которой определяется расстоянием между электродами и длиной двух-трех витков, наматываемых на электроды. При испытании всех таблеток пробы сечение и длина отрезков проволоки должны быть постоянными.

4.3. К стальной проволоке привязывают хлопчатобумажную нить так, чтобы ее свободный конец был опущен в тигель и касался таблетки сжигаемого материала. Во всех опытах толщина и длина нити также должны быть постоянными.

4.4. Бомбу, после установки в нее тигля с таблеткой, завинчивают крышкой с прикрепленным к ней тиглем с таблеткой, за-

правляют кислородом до $3 \cdot 10^6$ Па и помещают в калориметрический сосуд, предварительно заполненный водой так, чтобы она не заливала арматуру крышки бомбы при ее помещении в сосуд. При всех испытаниях образца количество и температура (около 22°C) воды, заливаемой в калориметрический сосуд, должны быть постоянными.

4.5. Электроды бомбы соединяют с запальным проводом. Надевают на калориметрический сосуд крышку, прижимая ее четырьмя язычковыми затворами, и опускают сосуд на дно адиабатической рубашки.

4.6. Адиабатическую рубашку закрывают крышкой, закрепляют на ней гибкий приводной вал внутренней мешалки и термометр Бекмана для установления изменений температуры в калориметрическом сосуде.

4.7. Абсолютные значения температур воды в калориметрическом сосуде и в рубашке калориметра контролируют обычным лабораторным термометром.

4.8. Адиабатическую рубашку калориметра до перелива через специальный кран заполняют дистиллированной водой, первоначальная температура которой должна быть на $0,5\text{--}0,6^\circ\text{C}$ ниже температуры воды в калориметрическом сосуде.

4.9. Включают мешалку калориметрического сосуда и автоматический нагрев воды в адиабатической рубашке для выравнивания температуры воды в ней с температурой воды в калориметрическом сосуде. После выравнивания температуры воды производят сжигание таблетки исследуемого материала.

4.10. С момента сжигания таблетки через каждые 0,5 мин по термометру Бекмана фиксируют повышение температуры воды в калориметрическом сосуде.

4.11. По окончании повышения температуры (примерно через 7—8 мин) вынимают термометр Бекмана, отключают вал мешалки, открывают боковой кран и выпускают часть воды из адиабатической рубашки. Затем разъединяют арматуру крышки калориметрического сосуда и крючками вынимают его. Открыв язычковые затворы, снимают крышку калориметрического сосуда, удаляют колпачки запальных проводов, вынимают бомбу и, открыв клапан, выпускают из бомбы газ.

4.12. Выпустив газ, бомбу открывают и по отсутствию частиц сажи в бомбе и тигле проверяют, полностью ли сгорел материал. В противном случае опыт повторяют с другой таблеткой из образца.

4.13. При подготовке к следующему испытанию часть воды в адиабатической рубашке заменяют на более холодную так, чтобы температура воды в адиабатической рубашке была на $0,5\text{--}0,6^\circ\text{C}$ ниже температуры воды в калориметрическом сосуде.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Количество выделенной теплоты при сгорании таблетки (Q) в Дж/кг вычисляют по формуле

$$Q = \frac{C(T-T_0)}{m},$$

где m — масса таблетки, кг;

T — повышение температуры при сгорании испытываемой таблетки, °С;

T_0 — повышение температуры при сгорании хлопчатобумажной нитки и стальной проволоки, °С;

C — теплоемкость системы, Дж/град.

5.2. Теплоемкость системы (C) в Дж/град вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_1 \cdot Q_1}{(T_1 - T_0)},$$

где m_1 — масса сжигаемого материала, кг;

Q_1 — количество теплоты, выделенной при сгорании стандартного материала:

бензойной кислоты — $26,50 \cdot 10^6$ Дж/кг,

сахарозы — $16,57 \cdot 10^6$ Дж/кг,

нафталина — $40,37 \cdot 10^6$ Дж/кг,

салициловой кислоты — $21,95 \cdot 10^6$ Дж/кг;

T_1 — повышение температуры системы при сгорании стандартного материала, °С.

5.3. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов сжигания пяти таблеток.

Расхождение между результатами каждого из пяти определений от среднеарифметической величины пяти определений не должно превышать 3% от среднеарифметической величины.

Если эта величина превышает 3% от среднеарифметической величины, испытание должно быть повторено.