

ВСЕСОЮЗНЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
при СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР

МУКА, КРУПА, РИС

СБОРНИК СТАНДАРТОВ

ИЗДАНИЕ ОФИЦИАЛЬНОЕ

Цена 4 руб. 35 коп.

СТАНДАРТГИЗ — 1948

Переиздание. Январь 1948 г.

СССР Всесоюзный Комитет Стандартов при Совнаркомe СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 275—41
	КРУПА	Взамен ОСТ ВКС 6293
	Правила отбора образцов и методы лабораторного определения качества	Сельское хозяйство С13

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ И НАЗНАЧЕНИЕ

1. Настоящий стандарт распространяется на правила отбора образцов и методы лабораторного определения качества крупы (при выработке, приемке, отгрузке и хранении), применяемые в соответствии с действующими стандартами на эту продукцию.

2. Качество крупы при выработке, приемке, отгрузке и хранении устанавливается на каждую партию, качественно однородную по виду и сорту, подлежащую оценке на основе результатов лабораторного анализа среднего образца крупы, отобранного от партии.

3. Партией крупы называется определенное количество крупы, предназначенное для одновременной приемки, отгрузки, сдачи, хранения или качественной оценки.

Однородной в момент осмотра считается такая партия (или часть партии) крупы, которая односортна и однообразна по качественным признакам. Однородность партии определяется органолептически.

4. Выемкой называется небольшое количество крупы, отбираемой от партии за один прием для составления исходного образца.

5. Исходным образцом называется совокупность всех отдельных выемок, отобранных от партии крупы.

6. Средним образцом называется часть крупы исходного образца, выделенная для лабораторного исследования.

Для небольших партий крупы исходный образец одновременно является и средним образцом.

7. Навеской называется часть среднего образца, выделенная из него для анализа с целью установления отдельных показателей качества крупы.

II. ПРАВИЛА ОТБОРА ОБРАЗЦОВ

А. Отбор выемок

8. Из защитных мешков выемки отбирают мешочным щупом из верхней, средней и нижней частей мешка (три выемки из одного мешка). Щуп вводят в мешок в косом на-

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Внесен Народным
 комиссариатом заготовок
 СССР

Утвержден Всесоюзным
 Комитетом Стандартов
 28/II 1941 г.

Срок введения
 1/IV 1941 г.

правлении, снизу вверх, желобком вниз и затем поворачивают вокруг его оси на 180° (желобком кверху). Вес отдельных выемок крупы должен быть примерно одинаков.

Примечание. После выемки шупа из мешка во избежание просыпки крупы и порчи тары отверстие в ткани мешка тщательно заделывают.

9. От крупы, находящейся в хлопчатобумажной таре, выемки отбирают из расшитых мешков вагонным конусным шупом из верхнего, среднего и нижнего слоев продукта.

Из мешков с льняной подшивкой выемки берут из горловины.

10. При мелкой расфасовке крупы выемки производят после вскрытия 5% ящиков партии из разных мест, но не менее двух ящиков от одной партии. Из каждого ящика берут одну коробку или пакет с крупой, что и является выемкой.

11. Количество мешков, из которых берут выемки, определяют в зависимости от величины партии. Оно должно быть не менее указанного в таблице:

Количество мешков в партии	Расчет количества мешков, из которых берут выемки
До 10	Из каждого мешка
От 10 » 50	Из 10 мешков и сверх 10 из каждого третьего мешка
» 50 » 250	Из 23 мешков и сверх 50 из каждого десятого мешка
» 250 » 500	Из 43 мешков и сверх 250 из каждого двадцатого мешка

Если в партии более 500 мешков, то отбирают два исходных образца.

Расчет количества мешков, из которых берут выемки, и порядок отбора их из затаренной партии крупы приведен ниже.

Пример 1. Партия в 40 мешков. Количество мешков, из которых должны быть сделаны выемки, равно

$$10 + \frac{40 - 10}{3} = 20 \text{ мешкам.}$$

Следовательно, в этой партии пробы отбирают из каждого второго мешка: $\frac{40}{20} = 2$.

Пример 2. Партия в 120 мешков. Количество мешков, из которых должны быть сделаны выемки, равно

$$23 + \frac{120 - 50}{10} = 30 \text{ мешкам.}$$

Следовательно, в этой партии пробы отбирают из каждого четвертого мешка: $\frac{120}{30} = 4$.

12. В случае необходимости контроля в процессе производства из струи перемещаемой крупы выемки отбирают не реже чем через каждые два часа. Для этого специальным ковшиком или совочком струю равномерно текущего продукта в 1—2 см толщины пересекают по всей ее ширине и толщине. Вес каждой выемки не должен быть более 200—300 г.

Примечание. Допускается отбор выемок механическими пробоотборниками.

Б. Составление исходного образца

13. Для определения однородности партии и соответствия качества крупы маркировке отдельные выемки сличают между собой.

Если при этом окажется между ними резкое различие в качестве крупы, указывающее на неоднородность крупы в партии, то в этом случае берут выемки из каждого мешка. Путем сличения между собой всех выемок партию рассортировывают на однородные части и на каждую однородную часть ее составляют отдельный исходный образец.

14. Отобранные от каждой однородной партии выемки сыпают в чистую, целую, незараженную амбарными вредителями тару (мешок или банку с плотно закрывающейся крышкой).

В мешок или банку вкладывают этикетку со следующими обозначениями:

- а) название вида и сорта крупы;
- б) вес партии (в килограммах), от которой взят исходный образец;
- в) наименование крупозавода;
- г) дата вывоя, номер бригады завода;
- д) номер вагона или склада или название судна;
- е) номер накладной;

- ж) место и дата отбора образца и
з) кем отобран образец (должность, фамилия) и подпись.
Общий вес исходного образца должен быть не менее 1,5 кг.

Примечание. При взятии выемок из мелких партий для получения исходного образца требуемой величины из каждой точки берут по две выемки.

В. Составление среднего образца

15. Если вес исходного образца не будет значительно превышать 2 кг, то он в то же время является и средним образцом. В противном случае из исходного образца выделяют средний образец. Для этого крупу исходного образца высыпают на стол или широкую доску с гладкой чистой поверхностью и при помощи двух коротких деревянных планок со скошенными ребрами крупу разравнивают в виде квадрата. Затем одновременно с двух противоположных сторон крупу сыпают на середину таким образом, чтобы в результате получился валик.

После этого крупу захватывают планками с концов валика и одновременно сыпают в середину. Перемешивание указанным порядком производят три раза. После перемешивания исходный образец разравнивают тонким слоем и с помощью планки делят по диагонали на 4 треугольника. Из двух противоположных треугольников крупу удаляют, а из двух остальных собирают вместе, перемешивают вышеуказанным способом и вновь делят на 4 треугольника. Так повторяют до тех пор, пока в двух треугольниках будет получено не более 2 кг крупы, что и является средним образцом.

16. Для определения влажности немедленно после выделения среднего образца из него отбирают 200 г крупы в банку с притертой пробкой (или в бутылку с корковой пробкой).

Средний образец и образец, отобранный для определения влажности, снабжают этикетками с обозначениями, указанными в п. 14.

III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЧЕСТВА КРУПЫ

17. Поступивший в лабораторию средний образец крупы подвергают осмотру, взвешивают, регистрируют и нумеруют порядковым номером, который проставляется в карточке и во всех документах, относящихся к данному образцу. Затем производят определение качества крупы по показателям, предусмотренным в соответствующих стандартах.

18. Показатели качества крупы определяют в следующей последовательности:

- а) цвет, запах, вкус и хруст,
- б) влажность,
- в) зараженность амбарными вредителями,
- г) содержание металлопримесей,
- д) крупнота или номер крупы и содержание примесей,
- е) содержание доброкачественного ядра,
- ж) зольность,
- з) содержание сырого жира.

А. Определение цвета, запаха, вкуса и хруста

19. Цвет крупы определяют путем рассмотрения части среднего образца, рассыпанного тонким сплошным слоем на листе черной бумаги или на черной доске. Цвет крупы определяют, как правило, при дневном рассеянном свете. Допускается определение цвета при искусственном освещении. Контрольные определения производят обязательно при дневном свете.

20. Запах. Для определения запаха небольшое количество крупы берут на ладонь и согревают дыханием. Для усиления запаха крупу помещают в фарфоровую чашку, покрывают крышкой или стеклом, помещают ее на предварительно нагретую до кипения водяную баню и прогревают крупу в течение 2 мин., после чего определяют ее запах.

21. Вкус крупы определяют путем разжевывания небольшого количества размолотой крупы.

22. Хруст определяют путем разжевывания небольшого количества крупы.

Б. Определение влажности

23. Влажностью крупы называется процентное содержание гигроскопической воды, заключающейся в крупе.

Основным методом при определении влажности крупы является высушивание навесок размолотой крупы в сушильном шкафу Тринклера при температуре 130°C в течение 40 мин. Допускается производить определение влажности крупы в электрическом сушильном шкафу. При арбитражных и контрольных анализах и при контрольной проверке сушильных шкафов должен применяться вышеуказанный основной метод, а при отсутствии шкафа Тринклера—метод высушивания навесок до постоянного веса при температуре 103—105°C.

24. Размол крупы производят на лабораторной мельнице. Перед размолом крупы контролируют крупность ее помола путем полного размола небольшой порции крупы.

По крупности размол за один раз должен удовлетворять следующим условиям: остаток на проволочном сите № 12 должен быть не более 5%, проход через проволочное сито № 24—для лущеного гороха — не менее 50%, для овсяной крупы не менее 60%, а для всех прочих круп проход — не менее 75%. После контроля мельнички прежде всего размалывают небольшое количество (около 30 г) крупы, исследуемой на влажность (п. 16), и размолотую крупу немедленно вновь переносят в банку с притертой пробкой. Перед взятием навесок для анализа крупу в банке тщательно перемешивают. Затем от нее отбирают ложечкой из разных мест банки 2 порции, весом немного более 5 г каждая, и помещают в 2 металлические чашечки (бюксы), предварительно взвешенные. Бюксы с размолотой крупой ставят на технические или техно-химические весы и отвешивают точно по 5 г навески.

25. При определении влажности крупы в сушильном шкафу Тринклера термометр устанавливают так, чтобы ртутный шарик находился выше сетки приблизительно на 2,5 см. Шкаф нагревают при помощи лампы или двукратильной керосинки. Когда температура достигнет 140—145°C, крышку шкафа приподнимают и в него возможно быстрее помещают открытые бюксы с навесками размолотой крупы, в количестве не более 8 шт. Бюксы в шкафу устанавливают в один ярус на снятые с них крышки. При этом температура шкафа быстро падает; ее необходимо поднять вновь до 130°C в продолжение 10—15 мин. Высушивание навесок продолжают ровно 40 мин., считая с момента установления температуры 130°C; колебания температуры не должны превышать $\pm 2^\circ$. После окончания высушивания бюксы вынимают из шкафа тигельными щипцами, покрывают крышками и переносят в эксикатор.

Для поглощения влаги в нижнюю часть эксикатора насыпают слой сухого хлористого кальция или наливают крепкую серную кислоту. В зависимости от работы, но не менее одного раза в месяц, хлористый кальций прокалывают в фарфоровой чашке до превращения его в аморфную массу. Пришлифованные края эксикатора смазывают тонким слоем вазелина.

Не допускается оставлять навески в эксикаторе невзвешенными более 1 часа. По охлаждении бюксы взвешивают и по разности между весом навесок до высушивания и после высушивания определяют потерю влаги. Все взвешивания при определении влажности в шкафу Тринклера производят на

технических весах с точностью до 0,01 г. Влажность крупы выражают в процентах, для чего установленное количество испарившейся влаги (в граммах) умножают на 100 и делят на величину взятой навески.

Формула вычисления процента влажности:

$$X = \frac{(a-b)}{a} \cdot 100,$$

где:

X — искомая влажность,

a — вес навески до высушивания в г,

b — вес навески после высушивания в г.

Из двух результатов определений влажности выводят среднее, которое и является показателем влажности данной крупы. Допускаются расхождения при параллельных анализах в пределах 0,25 %.

В карточке анализа и лабораторном журнале процент влажности указывают без округления. В документах о качестве (сертификатах, удостоверениях) полученный процент влажности округляют и указывают с точностью до 0,1 %, причем доли до 0,05 % включительно отбрасывают, доли более 0,05 % приравнивают к 0,1 %.

26. Допускается производить определение влажности крупы в электрическом сушильном шкафу при следующих условиях:

а) предварительного установления точек с одинаковой температурой при нагреве до 130°C на верхней и нижней полках шкафа;

б) совпадения показаний влажности в этих точках с показателями влажности при определении ее в шкафу Трикклера при температуре 130° в течение 40 мин.

Высушивание навесок крупы в электрическом сушильном шкафу производят при температуре 130°C в течение 40 мин. Ход анализа такой же, как указано в п. 25.

27. При определении влажности крупы методом высушивания до постоянного веса в предварительно взвешенные стеклянные бюксы отвешивают две навески размолотой крупы, по 5 г каждая. Бюксы с навесками помещают в предварительно нагретый до 105°C сушильный шкаф и производят высушивание при температуре 103—105°C в продолжение 6—8 час. После этого бюксы охлаждают в эксикаторе, взвешивают и снова помещают в шкаф для дальнейшего высушивания. Каждое последующее взвешивание производят после высушивания навесок в течение одного часа. Повторное высу-

шивание производят до тех пор, пока разница между результатами двух последних взвешиваний будет не более 0,001 г или пока не начнется увеличение веса. В последнем случае за окончательный вес берут наименьший из полученных результатов. Все взвешивания производят на аналитических весах. Влажность выражают как среднее из результатов двух определений. Оформление результатов анализа производят, как в п. 25.

В. Определение зараженности амбарными вредителями

28. Зараженность крупы амбарными вредителями характеризуется количеством экземпляров вредителей в 1 кг крупы.

Для исследования крупы на зараженность амбарными вредителями от среднего образца (п. 15) отделяют без применения делителя 1 кг крупы.

29. При определении зараженности крупы просеиванием через сита выделенный 1 кг крупы вручную просеивают в течение 3 мин. при 120 круговых движениях в 1 мин. Просеивание производят частями, в 3 приема (по 300—400 г), на следующих ситах:

а) на ситах с круглыми отверстиями диаметром 2,5 и 1,5 мм—ядрицу гречневую, ядро овсяное, овсяные «хлопья», кукурузную рисовую № 1, рис, перловую №№ 1, 2, 3, пшеничную №№ 1 и 2 и горох лущеный, цельный и колотый;

б) на ситах с продольными отверстиями 1,2×20 мм и с круглыми отверстиями диаметром 1 мм—перловую №№ 4, 5, 6, пшеничную №№ 3, 4, пшено, ячневую №№ 1, 2, кукурузную рисовую №№ 2, 3, овсяную дробленую №№ 1, 2, рис дробленый, пшено дробленое, продел крупный, продел-смесь и горох лущеный дробленый;

в) на проволочных ситах №№ 24 и 30—перловую № 7, пшеничную «Артек», ячневую № 3, овсяную дробленую № 3, кукурузную и продел мелкий;

г) на проволочном сите № 30—манную крупу.

В первую очередь производят определение зараженности крупы клещом. Для этого весь проход через нижнее сито рассыпают тонким слоем на стекле, с подложенной под него черной бумагой, рассматривают под лупой с 5—10-кратным увеличением и подсчитывают количество клещей.

Если температура крупы ниже +10°C, то проход через сито предварительно отогревают при температуре 20—30°C в течение 15 мин.

Для определения зараженности крупы амбарным долгоносиком, рисовым долгоносиком, хлебным точильщиком, малым мучным хрущакom, рыжим мукоедом и суринамским мукоедом—сход и проход каждого сита рассматривают без применения лупы.

При наличии живых вредителей устанавливают вид вредителя и подсчитывают количество экземпляров.

Если температура крупы ниже 0°C, то проход через сито предварительно отогревают при температуре 25—30°C в течение 10—15 мин.

30. Определение зараженности крупы мельничной огневкой, амбарной молью, мавританской козявкой, большим мучным хрущакom, вором-притворяшкой и гусеницей зерновой совки—производят без просеивания крупы через сита следующим образом: выделенный 1 кг крупы высыпают на стол, покрытый гладкой бумагой, тщательно рассматривают без применения лупы и, при наличии живых вредителей, устанавливают их вид и подсчитывают количество экземпляров.

Г. Определение содержания металлопримесей

31. После определения зараженности ту же крупу и проходы, полученные при просеиваниях, соединяют вместе и весь килограмм крупы рассыпают в несколько приемов на стекле слоем толщиной примерно в 5 мм. Металлопримесь из крупы выделяют подковообразным магнитом грузоподъемностью не менее 12 кг. Для этой цели медленно проводят ножками магнита продольные и поперечные бороздки в крупе таким образом, чтобы ножки магнита проходили в самой толще крупы и касались стекла. Между бороздками не должно оставаться промежутков, не обработанных магнитом.

После проведения каждой бороздки во избежание возможной потери приставшие к магниту металлические частицы снимают в чашку.

Когда магнитом пройдена вся поверхность, крупу собирают, вновь рассыпают слоем той же толщины и повторяют извлечение металлопримесей тем же порядком. Анализ считается законченным после третьей проверки. Собранные с магнита металлические частицы взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 г. В необходимых случаях определяют вес отдельных частиц руды и шлака, обнаруженных при анализах. Частицы металлопримесей подвергаются измерению с помощью специальной измерительной сетки и лупы с 5—10-кратным увеличением.

Д. Определение крупноты или номера крупы и содержания примесей

32. После определения зараженности и содержания металлопримесей, выделенную часть среднего образца (1 кг) присоединяют к оставшейся части образца и из восстановленного таким образом среднего образца выделяют навески для дальнейших анализов.

Для определения крупноты или номера крупы и содержания примесей, величины навесок, в зависимости от вида крупы и примесей, устанавливают:

- | | |
|---|-------|
| а) для гороха лущеного и колотого | 100 г |
| б) для ядрицы гречневой, ядра овсяного, кукурузной рисовой №№ 1, 2, ячменной перловой №№ 1, 2, 3, ячневой № 1, пшеничной №№ 1, 2, 3, гороха лущеного дробленого и кукурузной манной | 50 г |
| в) для риса, ячменной перловой №№ 4, 5, 6, 7, пшеничной № 4, пшена, ячневой №№ 2, 3, кукурузной рисовой № 3, продела крупного, пшеничной «Артек» и овсяной «хлопья» | 25 г |
| г) для овсяной дробленой №№ 1, 2, 3, риса дробленого, пшена дробленого, продела смеси и продела мелкого | 20 г |
| д) для недодира в ячменной перловой крупе | 10 г |
| е) для определения содержания вредных примесей: спорыньи, угрицы, куколя, вязеля, горчака-софоры, горчака розового и мышатника | 400 г |
| ж) для определения содержания головни | 200 г |

33. Смешивание крупы и выделение навесок для определения крупноты или номера крупы и содержания примесей производят на канадском делителе или ручным способом.

34. При выделении навесок на канадском делителе последний должен быть в устойчивом и удобном для работы положении. Для этого делитель устанавливают на ровном полу на невысокой подставке, причем ножки делителя привинчивают к подставке. Перед выделением навесок образец крупы подвергают смешиванию. Крупу ровной струей насыпают в воронку делителя при закрытом затворе, с высоты около 5 см над воронкой, и после наполнения разравнивают образовавшуюся в воронке горку. Затем крупу спускают в ковши, откуда высыпают снова в воронку одновременно из двух

ковшей. После каждого выпуска крупы затвор немедленно закрывают. Такой пропуск через делитель повторяют три раза. После третьего пропуска крупы из нижнего ковша вновь пропускают через делитель до тех пор, пока количество крупы будет немного более установленной величины навески. Все содержимое ковша высыпают на чашку весов, причем легким постукиванием способствуют ссыпанию мучели со дна и стенок ковша. Излишнюю сверх необходимого количества крупы со всей толщины слоя отбирают с чашки весов ложечкой. Этот излишек крупы не должен превышать 10% от величины установленной навески: для навески в 50 г, например, 5 г. На канадском делителе допускается выделение навески величиною не менее 50 г. Навески в 50 г и более отвешивают на весах Беранже (столовых весах).

35. Выделение навесок ручным способом применяется обязательно для следующих круп: манной, кукурузной и овсяной «хлопья». При отсутствии канадского делителя выделение навесок вручную может применяться и для остальных круп.

При применении ручного способа перемешивание образца и выделение навески производят порядком, указанным в п. 15. Операцию перемешивания повторяют до тех пор, пока количество крупы в двух оставшихся противоположных треугольниках будет несколько превышать (не более 10%) величину установленной навески. Отвешивание навески производят так же, как и при пользовании делителем.

36. При выделении навесок весом менее 50 г сначала выделают на канадском делителе из среднего образца около 50 г крупы, затем отобранную крупу переносят на доску для анализа и выделают требуемой величины навеску способом, указанным в п. 35. Отвешивание навесок менее 50 г производят на технических весах.

37. Для определения крупноты или номера крупы, наличия битых ядер и мучели, навески просеивают на ситах, набор которых установлен соответствующими стандартами. Крупу гречневую ядрицу, продел крупный и продел-смесь просеивают вручную продольно-возвратными движениями, без встряхивания, по направлению длины продольных отверстий сита. Размах колебаний комплекта сит должен быть примерно около 10 см. Время просеивания—3 мин. при 110—120 движениях в 1 мин. Крупу манную и кукурузную просеивают вручную или на рассеиве Журавлева в течение 10 мин. при 180—200 круговых оборотах в минуту. Все прочие крупы просеивают вручную в течение 3 мин. при 120 круговых движениях в минуту. Остатки от просеивания на отдельных ситах, без выде-

ления примесей, и проход нижнего сита взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г и выражают в процентах к взятой навеске с точностью до 0,1%; при этом доли до 0,05% включительно отбрасываются, доли свыше 0,05% приравниваются к 0,1% (нормы допускаемых отклонений—п. 47).

38. В остатках на ситах и в проходе через нижнее сито определяют содержание примесей.

Для этого остаток с каждого сита и проход через нижнее сито разбирают вручную на стеклянной доске при помощи шпателя или пинцета, выделяя отдельные фракции примесей. Выделенные фракции переносят при помощи совков в чашечки, взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г и выражают в процентах к взятой навеске.

В карточке анализа и в документах о качестве процентное содержание отдельных фракций примесей указывают без округления, т. е. с точностью до сотых долей процента.

39. Если при осмотре образца или при анализе навески обнаруживают вредные примеси в крупе: спорыню, угрицу, куколь, вязель, горчак-софора, горчак розовый и мышатник,—необходимо определить их содержание в навеске в 400 г крупы. Поэтому для определения содержания вредной примеси выделяют дополнительную навеску (например, при величине навески на содержание примесей в 50 г выделяют дополнительно 350 г). Вредные примеси, выделенные из навески на содержание примесей (50 г) и из дополнительной навески (350 г), сыпают вместе, взвешивают на технических весах (с точностью до 0,01 г) и содержание их выражают в процентах по отношению к навеске в 400 г с точностью до 0,01%, причем доли до 0,005% включительно отбрасываются, доли свыше 0,005% приравниваются к 0,01%. Содержание головни определяют в навеске в 200 г.

40. Содержание недодира в перловой крупе определяют в навеске весом 10 г.

Выделенную из среднего образца навеску крупы помещают на металлическое сито, в котором ее опускают в 2-процентный раствор марганцево-кислого калия, ровно на 1 мин., а затем на том же сите промывают в течение 0,5 мин. под струей текущей воды.

Обработанную таким образом крупу обсушивают фильтровальной бумагой и из нее выделяют недодир. Просмотр производят на зеркале.

Выделенный недодир и нормально обработанную крупу взвешивают с точностью до 0,01 г. Количество недодира вы-

ражают в процентах к весу всей навески крупы после ее обработки.

Пример:

Вес недодира	0,38 г
Вес нормально обработанной крупы	10,58 г
Вес всей крупы	10,96 г
% недодира:	$\frac{0,38 \cdot 100}{10,96} = 3,47\%$

Е. Определение содержания доброкачественного ядра

41. Количество доброкачественного ядра определяют путем вычитания из ста суммы процентов всех примесей без округления. Процентное содержание доброкачественного ядра указывают с точностью до 0,1%, причем доли до 0,05% включительно отбрасывают, а доли свыше 0,05% приравнивают к 0,1%. Допускаются расхождения при параллельных анализах в 0,5%

Ж. Определение зольности

42. Основным методом определения зольности крупы является озоление навесок крупы без применения ускорителя. Допускается производить определение зольности с применением ускорителей: а) азотной кислоты и б) спиртового раствора уксуснокислого магния (метод Spalding'a).

а) Озоление без ускорителя

43. Крупу в количестве 30—50 г, выделенную из среднего образца ручным способом (п. 35), размалывают на ручной мельнице так, чтобы вся размолотая крупа при просеивании проходила через металлическое сито, указанное в целевом стандарте.

Примечание. Определение зольности в манной и кукурузной крупах производят без предварительного размола.

Размолотую крупу насыпают на стеклянную пластинку 20×20 см и смешивают при помощи 2 плоских совочков или картонных пластинок.

Затем эту размолотую крупу распределяют ровным слоем, прикрывают другим стеклом такого же размера так, чтобы слой под стеклом получился не толще 3—4 мм. Удалив верхнее стекло, отбирают из разных мест слоя (не менее чем из 20) маленьким совком порции размолотой крупы общим весом 2—2,5 г и помещают их в предварительно прокаленные до постоянного веса два фарфоровые тигля № 3 (размером 2,5×3,5 см). Таким же порядком отбирают и вторую пробу.

Отвешивание навесок и взвешивание тиглей производят на аналитических весах с точностью до 0,0001 г.

Сначала тигли помещают на откидной дверце муфельной печи, нагретой до темнокрасного каления, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки. После прекращения выделения последних тигли задвигают вглубь муфеля, закрывают дверцу и нагревают муфель до яркокрасного каления.

Сжигание ведут до полного исчезновения черных частиц (пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым), после чего тигли переносят в эксикатор.

После охлаждения в эксикаторе тигли взвешивают, затем вторично прокаливают в течение не менее 20 мин. Если после этого вес тиглей с золой не изменился, озоление считают законченным. Зольность в процентах на абсолютно сухое вещество взятой навески вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{P(100 - C)} = \dots \% \text{ золы,}$$

где:

X —содержание золы в процентах,

P —навеска размолотой крупы в г,

a —вес золы в г,

C —влажность крупы в процентах.

Зольность указывают с точностью до 0,01 %.

Отклонение при двух параллельных определениях зольности не должно быть более 0,025 %.

Примечание. Допускается производить озоление на газовой горелке или на примусе со специальной горелкой.

б) Озоление с ускорителем — азотной кислотой

44. В тех случаях, когда вещество трудно озолается и остаток в тигле содержит темные угольные частицы, в качестве ускорителя применяется химически чистая азотная кислота удельного веса 1,2. Для этого остаток в тигле, охлажденный до комнатной температуры, смачивают 3—5 каплями азотной кислоты. Затем кислоту выпаривают досуха на очень слабом пламени (избегая кипения). Затем сухой остаток прокаливают до исчезновения черных частиц и до постоянного веса. Дальнейший ход определения зольности такой же, как и при основном методе.

в) Озоление по методу Spalding'a

45. В предварительно прокаленные до постоянного веса тигли берут тем же порядком, как указано в п. 43, две навески размолотой крупы, весом около 2 г каждая.

Для получения рыхлой золы в каждый тигель прибавляют точно по 3 мл спиртового раствора уксуснокислого магния и для равномерного смачивания навески тигель оставляют стоять в течение одной минуты.

После этого содержимое тиглей осторожно поджигают спичкой или смоченной денатуратом горячей ватой, прикрепленной к концу проволоочки, а после выгорания спирта тигли переносят на откидную дверцу муфеля, нагретого до ярко-красного каления, и после прекращения горения тигли постепенно задвигают вглубь муфеля. Прокаливание ведут до полного исчезновения черных частиц, после чего тигли переносят для охлаждения в эксикатор.

После охлаждения в эксикаторе тигли взвешивают и для определения количества золы из полученного общего веса золы вычитают, кроме веса тигля, еще вес окиси магния, соответствующий 3 мл прибавленного в тигель ускорителя (раствора уксуснокислого магния). После введения указанной поправки на вес окиси магния, вычисление зольности производят по той же формуле, как и при основном методе.

Примечание. Содержание окиси магния в 3 мл спиртового раствора уксуснокислого магния необходимо устанавливать для каждого вновь приготовленного раствора путем выпаривания (не допуская кипения) 3 мл его и последующего прокаливания в муфельной печи до постоянного веса. Проверку производят не менее чем два раза. Спиртовой раствор уксуснокислого магния готовят следующим образом: 1,61 г уксуснокислого магния растворяют в 100 мл 96% этилового (винного) спирта. Затем прибавляют несколько кристалликов пода, оставляют на ночь отстаиваться и фильтруют через обыкновенный бумажный фильтр, после чего раствор готов к употреблению. Спиртовой раствор уксуснокислого магния необходимо время от времени проверять на содержание окиси магния и во избежание испарения спирта держать его всегда закрытым хорошо пригнанной пробкой.

3. Определение сырого жира

46. Способом, указанным в п. 43, приготавливают и отвешивают с точностью до 0,01 г навеску в 10 г размолотой крупы. Эту навеску помещают в специальный патрон, который вкладывают в среднюю часть прибора Сокслета. Патрон не должен выдаваться выше выходного отверстия сифонной трубки.

На дно патрона и поверх навески вкладывают обезжиренную сухую гигроскопическую вату. Колбочку прибора, предварительно высушенную и взвешенную на аналитических весах, наполняют приблизительно на $\frac{2}{3}$ ее емкости свежеперегнанным чистым безводным этиловым эфиром с температурой кипения 35°C и присоединяют колбочку к экстрактору.

Пустив в холодильник воду, колбочку с эфиром нагревают на электрической водяной бане при температуре 50—60°C или над электрической угольной лампочкой, регулируя температуру нагрева так, чтобы экстрактор наполнялся эфиром в течение 6—8 мин. Перегонка на голом огне запрещается, и ввиду легкой воспламеняемости эфира при перегонке необходимо избегать близости огня. Во избежание потерь эфиру в колбочке не дают кипеть слишком бурно. При правильном непрерывном действии прибора Сокслета для полного извлечения жира требуется до 6 час.

При перерыве экстрагирования патрон оставляют наполненным эфиром на $\frac{3}{4}$ высоты.

Чтобы убедиться, что жир полностью извлечен из навески, холодильник и экстрактор после охлаждения разъединяют и конец полоски фильтровальной бумаги смачивают эфиром из экстрактора. Если после испарения эфира на фильтровальной бумаге не останется жирного пятна, то экстрагирование можно считать законченным; в противном случае его продолжают.

По окончании экстрагирования и по охлаждении прибора, колбочку с эфирной вытяжкой снимают, присоединяют к холодильнику Либиха и отгоняют эфир путем нагревания на водяной бане, содержащей горячую воду с температурой до 70°C. Отклонение температуры в бане не должно быть более $\pm 5^\circ$; для этого воду, по мере ее охлаждения, меняют или подогревают.

Когда эфир отогнан, для удаления последних его следов колбочку сначала помещают на 15—20 мин. на верх загерметизованного сушильного шкафа. Затем колбочку переносят в сушильный шкаф, где ее сушат при температуре 100°C до постоянного веса жира или до начала увеличения его веса.

Первое взвешивание производят после сушки жира в колбе в течение 2—2,5 часа.

Определив вес сухого остатка в колбочке, вычисляют содержание сырого жира в процентах на абсолютно сухое вещество крупы по формуле:

$$X = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{P(100 - C)} = \dots \% \text{ жира.}$$

где:

X—содержание сырого жира в процентах,

P—навеска размолотой крупы в г,

a—вес жира в г,

C—влажность крупы в процентах.

Допускаемые расхождения при параллельных анализах не должны быть более 0,2%.

Примечание. В случае отсутствия в лаборатории специальных патрнов последние можно приготовить следующим образом: 2 кружка плотной фильтровальной бумаги диаметром 22—24 мм складывают вместе. В центре их ставят деревянный цилиндр диаметром несколько меньшим диаметра экстрактора. Бумагу плотно прижимают к цилиндру и укладывают складками вдоль его боков. При обжиге бумага приобретает форму цилиндра, верхний конец которого снаружи обвязывают ниткой (чтобы не распускались складки бумаги). Удалив деревянный цилиндр, получают бумажный патрон.

IV. НОРМЫ ДОПУСКАЕМЫХ ОТКЛОНЕНИЙ

47. При двух параллельных определениях в одном и том же образце допускаются расхождения между результатами определений (в абсолютных процентах) не более:

по влажности	0,25
» зольности	0,025
» содержанию жира	0,20
» » сорной примеси	0,05
» » минеральной »	0,01
» » вредной »	0,01
» » доброкачественного ядра	0,50

При определении крупноты или номера крупы (проход через сито и сход с сита):

при содержании прохода или остатка на сите до 5% включительно	1,0
при содержании прохода или остатка на сите свыше 5% до 10% включительно	2,0
при содержании прохода или остатка на сите свыше 10% до 20% включительно	3,0
при содержании прохода или остатка на сите свыше 20% до 30% включительно	4,0
при содержании прохода или остатка на сите свыше 30% до 70% включительно	5,0
при содержании прохода или остатка на сите свыше 70% до 80% включительно	4,0
при содержании прохода или остатка на сите свыше 80% до 90% включительно	3,0
при содержании прохода или остатка на сите свыше 90% до 95% включительно	2,0

при содержании прохода или остатка на сите
свыше 95% 1,0

Примечание. Если разница в результатах двух параллельных определений не более нормы допускаемого отклонения, то оба определения считаются правильными и за результат анализа принимается среднее арифметическое.

В случае расхождений, превышающих установленную норму допускаемых отклонений, определение повторяется.

СО Д Е Р Ж А Н И И В

	Стр.
ОСТ ВКС 6292 Мука и отруби. Методы испытания	1
ГОСТ 275—41 Крупа. Правила отбора образцов и методы лабораторного определения качества	11
ОСТ КЗ СНК 8457/270 Мука хлебопекарная ржаная 95% обойного помола	29
ОСТ КЗ СНК 8897/336 Мука ржаная 87% помола	32
ОСТ КЗ СНК 8896/335 Мука ржаная двухсортная 75% помола	35
ОСТ КЗ СНК 8464/262 Мука ржаная пеклеванная двухсортная 72% помола	38
ОСТ КЗ СНК 6271/195 Мука ржаная пеклеванная 10%	41
ОСТ КЗ СНК 8471/269 Мука хлебопекарная пшеничная односортная обой- ная 96% помола	44
ОСТ КЗ СНК 8470/268 Мука хлебопекарная пшеничная односортная 85% помола	47
ОСТ КЗ СНК 8468/266 Мука хлебопекарная пшеничная односортная 75% помола	50
ОСТ КЗ СНК 8469/267 Мука пшеничная двухсортная 75% помола	53
ОСТ КЗ СНК 8467/265 Мука хлебопекарная пшеничная односортная 72% помола	56
ОСТ КЗ СНК 5794/133 Мука ячменная второго сорта	59
ОСТ КЗ СНК 347 Мука кукурузная односортная	62
ОСТ КЗ СНК 6305/203 Мука пшеничная	65
ГОСТ 276—41 Крупа пшеничная «Полтавская» и «Артек»	67
ОСТ 2999 Крупа манная	71
ГОСТ 3034—45 Крупа овсяная	75
ОСТ КЗ СНК 8549/278 Крупа овсяная «Хлопья»	79
ОСТ КЗ СНК 8476/264 Крупа ячменная (ячневая и перловая)	82
ОСТ КЗ СНК 8706/325 Крупа гречневая	87
ОСТ 3674 Крупа кукурузная	91
ОСТ КЗ СНК 6304/202 Крупа кукурузная рисовая	93
ОСТ КЗ СНК 8705/324 Пшено	95
ОСТ КЗ СНК 5996/184 Пшено дробленое	99
ОСТ КЗ СНК 8898/337 Рис дальневосточный обработанный	102
ОСТ КЗ СНК 5795/134 Рис закавказский обработанный	106
ОСТ КЗ СНК 5796/135 Рис среднеазиатский обработанный	111