O'z DSt 8195:2017

ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИНИНГ ДАВЛАТ СТАНДАРТИ

ЭТИЛ СПИРТИНИНГ БОШ ФРАКЦИЯСИ
Техникавий шартлар

Расмий нашр

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

ФРАКЦИЯ ГОЛОВНАЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА
Технические условия

Издание официальное

**«Ўзбекистон стандартлаштириш,
метрология ва сертификатлаш агентлиги
«Ўзстандарт»**

Тошкент

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

ФРАКЦИЯ ГОЛОВНАЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА
Технические условия

Издание официальное

**Узбекское агентство стандартизации,
метрологии и сертификации
«Узстандарт»**

Ташкент

Предисловие

1 Разработан ООО Творческий центр «Шаробсоз»

2 Внесен «Техническим комитетом по стандартизации алкогольной продукции» ТК 7 при компании «Узвиносаноат – холдинг».

3 Утвержден и введен в действие Постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (агентство «Узстандарт») №05-86 от «03» 08 2017 года.

4 Настоящий стандарт гармонизирован со стандартом Российской Федерации ГОСТ Р 55983-2014 «Фракция головная этилового спирта. Технические условия» в части разделов «Термины и определения» и «Технические требования»

5 Взамен TSh 18-81:2012

O'ZSTANDART AGENTLIGI...
STANDARTLASHTIRISH, BAYLA...
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH...
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI...

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории Республики Узбекистан публикуется в указателе, издаваемом агентством «Узстандарт».

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории Республики Узбекистан принадлежит агентству «Узстандарт»

O'z DSt 3198:2017

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

ФРАКЦИЯ ГОЛОВНАЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА
Технические условия

ЭТИЛ СПИРТИНИНГ БОШ ФРАКЦИЯСИ
Техникавий шартлар

Head fraction of ethyl alcohol
Specifications

Дата введения «18» 08 2017 г.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фракцию головную этилового спирта – побочный продукт производства ректификованного этилового спирта из пищевого сырья (далее по тексту – головная фракция), которая применяется для получения технического ректификованного этилового спирта или используется на другие технические цели.

Требования к характеристикам продукции, изложенные в подразделе 4.2, требования к маркировке, изложенные в подразделе 4.5, являются обязательными и пригодны для сертификации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005-88	Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 12.2.003-91	Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности
ГОСТ 12.2.061-81	Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности к рабочим местам
ГОСТ 12.3.002-75	Система стандартов безопасности труда. Процессы про-

05 6248 05 08 17

	изводственные. Общие требования безопасности
ГОСТ 17.1.3.06-82	Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к охране подземных вод
ГОСТ 17.2.3.02-78	Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 4204-77	Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328-77	Гидроокись натрия. Технические условия
ГОСТ 4517-87	Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 5105-82	Канистры стальные для горючего и масел. Технические условия
ГОСТ 5456-79	Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия.
ГОСТ 6247-79	Бочки стальные сварные с обручами катания на корпусе. Технические условия
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия.
ГОСТ 13950-91	Бочки стальные сварные и закатные с гофрами на корпусе. Технические условия
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов
ГОСТ 19433.3-2010	Грузы опасные. Маркировка
ГОСТ 19908-90	Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
ГОСТ 24104-2001	Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторное стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 26319-84	Грузы опасные. Упаковка
ГОСТ 28498-90	Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 29227-91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29251-91	Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1 Общие требования
ГОСТ 32036-2013	Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа
O'z DSt 3091:2016	Спирт этиловый из пищевого сырья и спиртные напитки. Методы органолептического анализа
O'z DSt 3115:2016	Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, BAYLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории Узбекистана в информационной системе общего пользования – на официальном сайте национального органа Республики Узбекистан по стандартизации (Агентства «Узстандарт») в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю стандартов (классификаторов), который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, а также по соответствующей ежемесячной информации, опубликованной в текущем году на официальном сайте Агентства «Узстандарт». Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

3.1 **Фракция головная этилового спирта** – водно-спиртовый раствор с объемной долей этилового спирта (крепостью) не менее 92,0 процента и с повышенной концентрацией метанола, сивушных масел, сложных эфиров, летучих кислот и альдегидов, отбираемый в процессе брагоректификации зрелой бражки или ректификации этилового спирта-сырца из пищевого сырья и являющийся побочным продуктом производства спирта этилового ректификованного из пищевого сырья.

3.2 **Этиловый спирт-сырец из пищевого сырья**– водно-спиртовый раствор с объемной долей этилового спирта (крепостью) не менее 88,0 процентов, изготовленный дистилляцией зрелой бражки и содержащий сопутствующие этиловому спирту летучие примеси.

3.3 **Зрелая бражка** – многокомпонентная смесь, используемая для дальнейшей дистилляции или брагоректификации, полученная в процессе сбраживания дрожжами сусла из крахмало- или сахаросодержащего сырья и состоящая из воды, этилового спирта, сопутствующих ему летучих примесей и других продуктов метаболизма дрожжей.

4 Технические требования

4.1 Головная фракция должна соответствовать требованиям настоящего стандарта и должна быть получена в процессе производства ректификованного этилового спирта из пищевого сырья, вырабатываемого по утвержденным в установленном порядке технологической инструкции или технологическому регламенту.

4.2 Характеристики

4.2.1 По органолептическим показателям головная фракция должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид	Прозрачная жидкость без осадка и посторонних включений
Цвет	Бесцветная жидкость или жидкость с желтоватым или зеленоватым оттенком
Запах	Характерный для эфиров и альдегидов, без запаха посторонних веществ

4.2.2 По физико – химическим показателям головная фракция должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Норма для головной фракции, вырабатываемой	
	из мелассы	из крахмало-содержащего сырья
Объемная доля этилового спирта, %, не менее	92,0	92,0
Объемная доля метилового спирта в пересчете на безводный спирт, %, не более	0,05	6,0
Массовая концентрация сивушного масла в пересчете на безводный спирт, g/dm^3, не более	1,5	2,5
Массовая концентрация альдегидов в пересчете на безводный спирт, g/dm^3, не более	35,0	35,0
Массовая концентрация эфиров в пересчете на безводный спирт, g/dm^3 , не более	60,0	60,0
Массовая концентрация летучих кислот, g/dm^3 безводного спирта, не более	1,0	2,0

4.3 Требования к сырью и материалам

4.3.1 Требования к сырью и материалам, используемым при производстве ректификованного этилового спирта из пищевого сырья с получением головной фракции, определяются в утвержденных в установленном порядке технологической инструкции или технологическом регламенте на производство этилового спирта из соответствующего сырья.

4.4 Упаковка

4.4.1 Головную фракцию заливают в специально оборудованные и предназначенные для неё цистерны и емкости, изготовленные из материалов, коррозионностойких к воздействию компонентов головной фракции.

4.4.2 Цистерны и емкости, предназначенные для хранения головной фракции, должны герметично закрываться крышками, иметь воздушники, оборудо-

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
...

ванные дыхательными клапанами. Для указания уровня головной фракции в цистернах и емкостях применяют поплавковые или другие пожаро- и взрывобезопасные указатели уровня.

4.4.3 Цистерны и емкости с головной фракцией, расположенные вне помещений, должны быть опломбированы.

4.4.4 Допускается заливать головную фракцию в бочки по ГОСТ 13950 или по ГОСТ 6247, бутыли по действующей нормативной документации, канистры по ГОСТ 5105 и другие виды тары, изготовленные из материалов, коррозионностойких к воздействию компонентов головной фракции. Упаковка и укупорка тары с головной фракцией должны обеспечить её сохранность и соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

4.4.5 Степень заполнения цистерн, емкостей и других видов тары с головной фракцией определяется с учетом её объемного расширения.

4.5 Маркировка

4.5.1 Транспортная маркировка головной фракции по ГОСТ 14192. Маркировка, характеризующая транспортную опасность груза по ГОСТ 19433.3 с указанием в товаросопроводительной документации следующей информации:

- наименование вышестоящей организации;
- наименование изготовителя и его адрес (юридический и фактический);
- наименование продукции;
- объем, dm^3;
- запись «легковоспламеняющаяся жидкость»;
- знак опасности (черт. 3 по ГОСТ 19433.3), классификационный шифр 3212, номер ООН – 1170;
- обозначение настоящего стандарта;
- надпись на государственном языке «O'zbekistonda ishlab chiqarilgan» при реализации продукции в пределах Республики Узбекистан или надпись на английском языке «Made in Uzbekistan» при экспорте продукции.

5 Требования безопасности

5.1 По степени воздействия на организм человека головная фракция относится к IV-му классу опасности по ГОСТ 12.1.005.

5.2 Предельно допустимая концентрация (ПДК) компонентов головной фракции в воздухе рабочей зоны представлена в таблице 3.

Таблица 3

Наименование компонентов	ПДК, mg/m^3	Класс опасности
Этиловый спирт	1000	IV
Альдегиды (уксусный альдегид)	5	III
Сложные эфиры	200	IV

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, BAYLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

Продолжение таблицы 3

Наименование компонентов	ПДК, mg/m^3	Класс опасности
Сивушные масла	10	III
Метиловый спирт	5	III
Кислоты (уксусная)	5	III

Головная фракция легковоспламеняющаяся жидкость. Её температура вспышки – плюс 35 °С, температура самовоспламенения – плюс 400 °С. Пределы взрываемости паров головной фракции в смеси с воздухом:

- нижний предел – 79 g/m^3;
- верхний предел – 387 g/m^3.

5.3 При проведении работ, связанных с головной фракцией, необходимо соблюдать правила, установленные для работ с ядовитыми и взрывоопасными веществами.

Пары головной фракции могут вызывать раздражение глаз и слизистых оболочек дыхательных путей, в жидком виде вызывают раздражение кожи.

Меры первой помощи при раздражении слизистых оболочек дыхательных путей - содовые полоскания, содовые и масляные ингаляции, горячее молоко с содой или щелочной минеральной водой.

5.4 Организация технологических процессов приема, хранения и реализации головной фракции должна соответствовать общим требованиям безопасности по ГОСТ 12.3.002.

5.5 Технологическое оборудование, предназначенное для приема, хранения и реализации головной фракции, должно соответствовать общим требованиям безопасности по ГОСТ 12.2.003 и должно быть изготовлено из материалов, стойких к корродирующему воздействию головной фракции. Размещение и установка оборудования должны обеспечить безопасность, устойчивость, удобство при обслуживании и ремонте. Все вращающиеся и движущиеся части оборудования должны иметь защитные приспособления.

5.6 Технологическое оборудование, предназначенное для приема, хранения и реализации головной фракции, а также трубопроводы, емкости и сливно-наливные устройства, связанные с приемом, хранением и перемещением головной фракции, должны быть защищены от статического электричества в соответствии с правилами защиты, утвержденными в установленном порядке. Электротехническое оборудование должно быть во взрывобезопасном исполнении.

5.7 Организация и оснащение рабочих мест должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.061 и должны обеспечить безопасность, охрану здоровья и работоспособность персонала.

5.8 В аварийных ситуациях при повышенной концентрации паров головной фракции в воздухе рабочей зоны, а также при пожаре следует использовать

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

средства индивидуальной защиты органов дыхания – фильтрующие противогазы марки А или БКФ.

5.9 Средства пожаротушения – распыленная вода, песок, асбестовое одеяло, все виды огнетушителей.

5.10 При работе с головной фракцией следует применять специальную одежду в соответствие с отраслевыми нормами.

5.11 Вредные производственные факторы, возникающие в процессе работы технологического оборудования (шум, вибрация, условия микроклимата на рабочих местах) по своему уровню должны соответствовать действующим санитарно – гигиеническим правилам и нормам ([1], [2], [3]).

5.12 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать предельно допустимые концентрации (ПДК), предусмотренные в ГОСТ 12.1.005 и в санитарно – гигиенических нормах и правилах, утвержденными Министерством здравоохранения Республики Узбекистан.

6 Требования охраны окружающей среды

6.1 Технологическое оборудование и организация технологического процесса приема, хранения и реализации головной фракции должны обеспечить достижение показателей выбросов и сбросов вредных веществ в атмосферу и гидросферу в пределах ПДВ (предельно допустимые выбросы) и ПДС (предельно допустимые сбросы).

6.2 Значения нормативных показателей по ПДВ и ПДС должны быть разработаны в соответствие с требованиями ГОСТ 17.1.3.06 и ГОСТ 17.2.3.02 в установленном порядке. Стоки, образующиеся при санитарной обработке и мойке трубопроводов и оборудования (при необходимости), перед сбросом в природные водоёмы должны пройти очистку на локальных очистных сооружениях по утвержденным в установленном порядке инструкциям. При отсутствии на производстве локальных очистных сооружений стоки должны быть в установленном законодательством порядке направлены в систему общей канализации.

7 Правила приёмки

7.1 Правила приемки головной фракции – по ГОСТ 32036.

7.2 Головная фракция проходит приёмо – сдаточные и, при необходимости, сертификационные испытания.

7.3 Приёмо – сдаточные испытания проводятся аттестованной лабораторией предприятия по всем показателям подраздела 4.2 настоящего стандарта

7.4 Сертификационные испытания проводятся на добровольной основе в соответствие с требованиями НД НСС Республики Узбекистан в аккредито-

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

ванной испытательной лаборатории по всем показателям подраздела 4.2 настоящего стандарта

8 Методы контроля

8.1 Отбор проб – по ГОСТ 32036.

8.2 Определение органолептических показателей – по O'z DSt 3091. (кроме запаха)

8.2.1 Определение запаха.

8.2.1.1 Вспомогательное оборудование.

Колба с притертой пробкой и широким горлом вместимостью 100–150 cm^3 по ГОСТ 25336.

8.2.1.2 Проведение анализа.

25 cm^3 головной фракцию при температуре плюс (20±0,2)°С наливают в колбу. При непосредственном определении запаха колбу открывают на 5–8 секунд. Запах содержимого колбы должен соответствовать требованиям таблицы 1.

8.3 Определение объемной доли этилового спирта – по ГОСТ 32036.

8.4 Определение объемной доли метилового спирта.

8.4.1 Вспомогательное оборудование, реактивы и растворы.

Колба мерная вместимостью 100 cm^3 по ГОСТ 1770.

Пипетка градуированная вместимостью 5 cm^3 по ГОСТ 29227.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498.

Типовые растворы метилового спирта с объемной долей 0,13 процента (в пересчете на безводный спирт) для анализа головной фракции, полученной из крахмалосодержащего сырья и 0,5 процента для анализа головной фракции, полученной из мелассы.

8.4.2 Проведение анализа

Объемная доля метилового спирта в пересчете на безводный спирт определяется качественным методом.

В головной фракции, полученной из крахмалосодержащего сырья, объемная доля метилового спирта определяется с помощью типового раствора с объемной долей метилового спирта 0,13 процентов.

Предварительно проба анализируемой головной фракции разбавляется ректификованным этиловым спиртом сортов «Высшая очистка», «Экстра» или «Люкс» по O'z DSt 3115 в 46,2 раза. Для этого в мерную колбу объемом 100 cm^3 заливают пипеткой 2,16 cm^3 анализируемой головной фракции и доводят до метки этиловым спиртом. Разбавление проводят при температуре головной фракции и ректификованного этилового спирта плюс (20±0,2)°С.

В головной фракции, полученной из мелассы, объемная доля метилового спирта определяется без разбавления путем сравнения с типовым раствором с объемной долей метилового спирта 0,05 процента.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

Непосредственное определение объемной доли метилового спирта проводят по методике, изложенной в ГОСТ 32036.

8.5 Определение массовой концентрации альдегидов.

8.5.1 Вспомогательное оборудование, реактивы и растворы.

Весы лабораторные не ниже 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 g, по ГОСТ 24104.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498.

Мерная колба вместимостью 1,0 dm^3 , по ГОСТ 1770.

Колбы конические вместимостью 200-250 cm^3 по ГОСТ 19908.

Цилиндры мерные вместимостью 10 cm^3 и100 cm^3 по ГОСТ 1770.

Пипетка градуированная вместимостью 5 cm^3 по ГОСТ 29227.

Бюретка вместимостью 10 cm^3 по ГОСТ 29251.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, 0,1 н. раствор.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, 1,0 н. раствор.

Смешанный индикатор (индигокармин плюс метиловый оранжевый) по действующей нормативной документации.

Бромфеноловый синий (по действующей нормативной документации), 0,1 процентный раствор в водно-спиртовом растворе с объемной долей этилового спирта 20 процентов.

8.5.2 Приготовление 1,0 н раствора гидроксиламина гидрохлорида.

Для приготовления 1,0 н раствора отмеряют 69,5 g химически чистого гидроксиламина гидрохлорида и переносят в мерную колбу вместимостью 1,0 dm^3. Затем в колбу заливают 500 - 600 cm^3 дистиллированной воды с температурой плюс (20±0,2)°С. Содержимое колбы перемешивают до полного растворения гидроксиламина гидрохлорида и доливают дистиллированной водой до метки.

8.5.3 Приготовление смешенного индикатора.

Готовят отдельно 0,1 процентный водный раствор метилового оранжевого и 0,25 процентный водный раствор индигокармина, который хранят в склянке из темного стекла. Растворы индикаторов перед употреблением смешивают в одинаковых объемах.

8.5.4 Проведение анализа.

Пипеткой отмеряют 1,5 – 2,5 cm^3 анализируемой головной фракции и переносят в колбу вместимостью 200-250 cm^3. В колбу заливают 50 cm^3 дистиллированной воды. Содержимое колбы перемешивают и нейтрализуют титрованием 0,1 н раствором натрия гидроксида в присутствии смешанного индикатора до появления зеленой окраски или в присутствии бромфенолового синего до синего цвета, после чего добавляют 10 cm^3 1,0 н. раствора гидроксиламина гидрохлорида и оставляют на 15 минут при комнатной температуре.

Соляную кислоту, выделившуюся в результате реакции гидроксиламина гидрохлорида с альдегидами, нейтрализуют титрованием 0,1 н. раствором

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, BAYLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH M.
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

натрия гидроксида в присутствии смешанного индикатора до появления зеленой окраски или в присутствии бромфенолового синего до синего цвета.

Предварительно проводят контрольный опыт для определения количества 0,1 н. раствора натрия годроксида, расходуемого на нейтрализацию свободных кислот в 10 cm^3 1,0 н. раствора гидроксиламина гидрохлорида.

8.5.5 Обработка результатов

Массовую концентрацию альдегидов в анализируемой головной фракции в пересчете на безводный спирт рассчитывают по формуле

$$A = \frac{(a - в) * 4{,}4 * 100}{c * P}$$

где:

A - массовая концентрация альдегидов в головной фракции в пересчете на уксусный альдегид, g/dm^3 безводного спирта;

a - количество 0,1 н. раствора натрия гидроксида, пошедшее на титрование пробы головной фракции, cm^3;

в - количество 0,1 н. раствора натрия гидроксида, пошедшее на титрование в контрольном опыте, cm^3;

c - количество испытуемой головной фракции, взятой на анализ, cm^3;

P - объемная доля этилового спирта во фракции головной этилового спирта, процент;

4,4 - количество уксусного альдегида, соответствующее 1 dm^3 0,1 н. раствора натрия гидроксида, g;

$\frac{100}{P}$ - коэффициент пересчета на безводный спирт.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений массовой концентрации альдегидов, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 g/dm^3 при доверительной вероятности, равной 0,95.

Примечание:

При определении альдегидов количество головной фракции берут с таким расчетом, чтобы гидроксиламина гидрохлорида всегда оставался в избытке. Например, при добавлении в ходе проведения анализа 10,0 cm^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида на титровании выделившейся соляной кислоты должно пойти 0,1 н. раствора натрия гидроксида не более 90 cm^3, т.е. 1,0 cm^3 гидроксиламина гидрохлорида должен оставаться в избытке. Если же на титрование будет израсходовано более 90 cm^3 0,1 н. раствора натрия гидроксида, определение необходимо повторить, уменьшив взятое для анализа количество испытуемой головной фракции, или увеличив количество раствора гидроксиламина гидрохлорида.

8.6 Определение массовой концентрации летучих кислот и сложных эфиров.

8.6.1 Вспомогательное оборудование, реактивы и растворы.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH DEPARTAMENTI

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498.

Колбы с пришлифованной горловиной вместимостью 500 cm^3 по ГОСТ 19908.

Мерная колба вместимостью 100 cm^3, по ГОСТ 1770.

Пипетка градуированная вместимостью 5,0 cm^3 по ГОСТ 29227.

Цилиндры мерные вместимостью 10 cm^3 и 100 cm^3 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 10 cm^3 по ГОСТ 29251.

Холодильник пришлифованный, стеклянный шариковый по ГОСТ 25336.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 0,1 н. раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, 0,1 н. раствор.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, 1,0 н. раствор. Приготовление раствора по пункту 8.5.2.

Индикатор бромтимоловый синий по действующей нормативной документации. 0,1 процентный раствор в водно-спиртовом растворе с объемной долей этилового спирта 20 процентов.

Спирт этиловый ректификованный по O'z DSt 3115.

Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода, по ГОСТ 4517.

8.6.2 Определение массовой концентрации летучих кислот. Проведение анализа

8.6.2.1 Проведение анализа

Пипеткой отмеряют 2,5 – 5,0 cm^3 анализируемой головной фракции и переносят в мерную колбу вместимостью 100 cm^3. Колбу доливают до метки ректификованным этиловым спиртом сортов «Высшая очистка», "Экстра" или "Люкс" по O'z DSt 3115 при температуре плюс (20±0,2)°C. Содержимое мерной колбы сливают в колбу с пришлифованным шариковым холодильником вместимостью 500 cm^3, добавляют 100 cm^3 дистиллированной воды, не содержащей диоксида углерода и смесь кипятят в течении 30 минут. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры (закрывая верхнюю часть холодильника трубкой с натронной известью) и для нейтрализации кислот титруют 0,1 н. раствором натрия гидроксида в присутствии индикатора бромтимолового синего до появления неисчезающей в течение 1-2 минут голубой окраски.

8.6.2.2 Обработка результатов

Массовую концентрацию летучих кислот в анализируемой головной фракции в пересчете на уксусную кислоту в g/dm^3 безводного спирта вычисляют по следующей формуле:

$$K = \frac{a * 6 * 100}{c * P}$$

где:

К - массовая концентрация кислот в головной фракции в пересчете на уксусную кислоту, g/dm^3 безводного спирта;

а - количество 0,1 н. раствора натрия гидроксида, пошедшее на нейтрализацию кислот, cm^3;

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, BAYLAR
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH V
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

с - количество головной фракции, взятое для анализа, cm^3;

Р - объемная доля этилового спирта в головной фракции, процент;

6 - количество уксусной кислоты, соответствующее 1 dm^3 0,1 н. раствора натрия гидроокиси, g;

$\frac{100}{P}$ - коэффициент пересчета на безводный спирт.

При введении поправки на наличие кислот в ректификованном спирте, взятом для разбавления головной фракции, формула примет следующий вид.

$$K = \frac{a * 6 * 100}{c * P} - K_1 * 0{,}001$$

где:

K_1 - массовая концентрация летучих кислот в ректификованном этиловом спирте, взятом для разбавления анализируемой пробы головной фракции, mg/dm^3 безводного спирта;

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений массовой концентрации летучих кислот, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,05 g/dm^3 при доверительной вероятности, равной 0,95.

8.6.3 Определение массовой концентрации сложных эфиров.

8.6.3.1 Проведение анализа

Если количество альдегидов в головной фракции превышает 5 g/dm^3, то необходимо предварительно связать их гидроксиламина гидрохлоридом. Для этого после нейтрализации кислот в колбу задается гидроксиламина гидрохлорид в количестве, установленном при определении массовой концентрации альдегидов по пункту 8.5.2. Раствор перемешивают и оставляют на 15 минут. Выделившуюся соляную кислоту нейтрализуют, а для омыления эфиров в колбу добавляют 10 cm^3 0,1 н. раствора натрия гидроксида и содержимое колбы кипятят в течение часа.

После охлаждения содержимого (при соблюдении условий, указанных в пункте. 8.5.2) в колбу прибавляют 10 cm^3 0,1 н. раствора серной кислоты и введенный избыток последней нейтрализуют титрованием 0,1 н. раствором натрия гидроксида.

8.6.3.2 Обработка результатов.

Массовую концентрацию эфиров в пересчете на уксусноэтиловый в g/dm^3 безводного спирта вычисляют по формуле:

$$Э = \frac{a * 8{,}8 * 100}{c * P}$$

где:

Э - массовая концентрация эфиров в головной фракции, в пересчете на уксусноэтиловый эфир, в g/dm^3 безводного спирта;

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, BAYLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

a - количество 0,1 н. раствора натрия гидроокиси, пошедшее на омыление эфиров, cm^3;

c - количество головной фракции, взятое для анализа, cm^3;

P - объемная доля этилового спирта во фракции головной спирта этилового, процент;

8,8 - количество уксусноэтилового эфира, соответствующее 1 dm^3 0,1 н. раствора натрия гидроокиси, g;

$\frac{100}{P}$ - коэффициент пересчета на безводный спирт.

При введении поправок на наличие сложных эфиров в ректификованном этиловом спирте, взятом для разбавления головной фракции, формула примет следующий вид:

$$Э = \frac{a * 8,8 * 100}{c * P} - Э_1 * 0,001$$

где:

$Э_1$ - массовая концентрация сложных эфиров в ректификованном этиловом спирте, взятом для разбавления анализируемой пробы головной фракции, mg/dm^3 безводного спирта.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений массовой концентрации сложных эфиров, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 g/dm^3 при доверительной вероятности, равной 0,95.

8.7 Определение массовой концентрации сивушного масла.

Массовую концентрацию сивушного масла в пересчете на безводный спирт определяют качественным методом. Метод основан на реакции присутствующих в анализируемой головной фракции высших спиртов с раствором салицилового альдегида в присутствии серной кислоты с образованием окрашенных продуктов реакции. Сивушное масло определяется в головной фракции, освобожденной от альдегидов.

8.7.1 Вспомогательное оборудование, реактивы и растворы.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498.

Мерная колба с пришлифованной пробкой вместимостью 200 cm^3 по ГОСТ 1770.

Пипетка градуированная вместимостью 2,0 cm^3 по ГОСТ 29227.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, 1,0 н. раствор. Приготовление раствора по пункту 8.5.2.

8.7.2 Проведение анализа.

Массовую концентрацию сивушного масло в головной фракции определяют по ГОСТ 32036 (пункт 6.8.8.2). Перед выполнением анализа головную фракцию разбавляют этиловым ректификованным этиловым спиртом сортов «Высшая очистка», "Экстра" или "Люкс" по O'z DSt 3115. При анализе головной фракции, полученной из крахмалосодержащего сырья, 1,1 cm^3, а

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, BAYLAR
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

при анализе головной фракции, полученной из мелассы, 1,8 cm^3 анализируемой головной фракции в мерной колбе вместимостью 200 cm^3 смешивают с количеством 1 н. раствора гидроксиламина гидрохлорида, точно необходимым для связывания альдегидов, имеющихся в отобранной пробе головной фракции. Это количество устанавливается на основании результатов, полученных при определении массовой концентрации альдегидов в анализируемой головной фракции (п. 8.5.2).

Колбу доливают до метки этиловым ректификованным спиртом с температурой плюс (20±0,2)°С и тщательно перемешивают.

Далее определение проводят по пункту 6.8.8 ГОСТ 32036 путем сравнения с типовым раствором с массовой концентрацией сивушного масла 15 mg/dm^3 безводного спирта.

9. Транспортирование и хранение

9.1 Головная фракция транспортируется всеми видами транспорта в соответствие с правилами перевозки опасных грузов, действующими на конкретном виде транспорта и правилами перевозки жидких грузов наливом в вагонах-цистернах, действующими на железнодорожном транспорте.

9.2 Хранение головной фракции осуществляется в соответствие с «Инструкцией по приемке, хранению, отпуску, транспортированию и учету этилового спирта», утвержденной в установленном порядке. Головную фракцию хранят в специально оборудованных металлических резервуарах в соответствии с правилами хранения легковоспламеняющихся жидкостей.

10 Гарантии изготовителя

10.1 Изготовитель должен гарантировать, что головная фракция, полученная в процессе производства спирта этилового ректификованного из зерна, будет соответствовать требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий транспортирования и хранения.

10.2 Срок годности головной фракции не ограничен.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, METROLOGIYA
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
[illegible]

Библиография

[1] СанПиН 0324-16 Санитарно – гигиенические нормы микроклимата производственных помещений

[2] СанПиН 0325-16 Санитарные нормы допустимых уровней шума на рабочих местах

[3] СанПиН 0326-16 Санитарные нормы общей и локальной вибрации на рабочих местах

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

Библиографические данные

ОКП 242120

УДК 661.7.002.62

Группа Л 21

ОКС 71.080.60

Ключевые слова: производство спирта этилового ректификованного из зерна, фракция головная этилового спирта, легковоспламеняющаяся жидкость, методы анализа, физико-химические показатели, опасные грузы

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, BAYLA
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
IQTISODIYOTNI

Лист регистрации изменений

Изм №	Номера листов (страниц)				Всего листов страниц в документе	№ документа	Входящий № сопровод. документа и дата	Подпись	Дата
	Измененных	Замененных	Новых	Анулированных					

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
[illegible]

Информационные данные

«СОГЛАСОВАНО»
Заместитель председателя правления
компании «Узвиносаноат-холдинг».
Председатель правления
АК «Узспиртсаноат»

А.А. Абдуллаев

«СОГЛАСОВАНО»
Начальник управления развития
и координации деятельности
промышленных предприятий
компании «Узвиносаноат-холдинг»

Т. Абидов

«СОГЛАСОВАНО»
И.О. председателя правления
АО «Андижон биокимё заводи»

Х.Т. Юлдашев

«СОГЛАСОВАНО»
Председатель правления
АО «Бектемир-спирт
экспериментал заводи»

И.Х. Зупаров

«СОГЛАСОВАНО»
И.О. председатель правления
АО «Биокимё»

У.А.Хайдаров

«СОГЛАСОВАНО»
И.О. председателя правления
АО «Куконспирт»

И. Абдуллаев

«РАЗРАБОТАНО»
Директор ООО Творческий
центр «Шаробсоз»

Ю. Ахмеджанов

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI