

Suvestinė redakcija nuo 2012-06-02

Įsakymas paskelbtas: Žin. 2005, Nr. [33-1080](#), i. k. 1052330ISAK003D-119

LIETUVOS RESPUBLIKOS ŽEMĖS ŪKIO MINISTRO

Į S A K Y M A S

**DĖL MAISTINIO ETILO ALKOHOLIO REKTIFIKAVIMO PROCESO ŠALUTINIŲ
PRODUKTŲ REGLAMENTO PATVIRTINIMO**

2005 m. kovo 2 d. Nr. 3D-119

Vilnius

Siekdama reglamentuoti maistinio etilo alkoholio rektifikavimo proceso šalutinių produktų rodiklius bei jų tyrimo metodus:

1. T v i r t i n u Maistinio etilo alkoholio rektifikavimo proceso šalutinių produktų reglamentą (pridedama).

2. Šis įsakymas įsigalioja nuo 2005 m. balandžio 1 d.

ŽEMĖS ŪKIO MINISTRĖ

KAZIMIRA DANUTĖ PRUNSKIENĖ

PATVIRTINTA

Lietuvos Respublikos žemės ūkio ministro
2005 m. kovo 2 d. įsakymu Nr. 3D-119
(Lietuvos Respublikos žemės ūkio ministro
2012 m. gegužės 28 d. įsakymo Nr. 3D-371
redakcija)

ŽEMĖS ŪKIO KILMĖS ETILO ALKOHOLIO REKTIFIKAVIMO PROCESO ŠALUTINIŲ PRODUKTŲ TECHNINIS REGLAMENTAS

I. TAIKymo SRITIS

1. Šis reglamentas nustato žemės ūkio kilmės etilo alkoholio rektifikavimo proceso šalutinių produktų apibūdinimo, kokybės, apskaitos, laikymo reikalavimus ir analizės metodus. Šio reglamento nuostatos privalomos visoms įmonėms, Lietuvos Respublikoje užsiimančioms žemės ūkio kilmės etilo alkoholio gamyba.

II. SĄVOKOS IR BENDROSIOS NUOSTATOS

2. Žemės ūkio kilmės etilo alkoholio rektifikavimo šalutiniai produktai (toliau – alkoholio šalutiniai produktai) – alkoholiniai skysčiai, kurie atskiriami distiliuoto alkoholio rektifikavimo (naudojant uždara nepertraukiamą raugalo rektifikavimo schemą „raugalas–distiliuotas–rektifikuotas etilo alkoholis“ – raugalo rektifikavimo) metu ir kurie neatitinka žemės ūkio kilmės etilo alkoholio kokybės reikalavimų, nustatytų Maistinio etilo alkoholio gamybos techniniame reglamente, patvirtintame Lietuvos Respublikos žemės ūkio ministro 2003 m. sausio 27 d. įsakymu Nr. 3D-25 (Žin., 2003, Nr. [18-791](#); 2012, Nr. [52-2589](#)).

3. Šalutiniai alkoholio rektifikavimo produktai:

3.1. aldehydų frakcija – esterių, aldehydų ir rūgščių mišinys;

3.2. fuzelių frakcija – aukštesniųjų alkoholių (daugiausia izopentilo, izobutilo ir propilo) mišinys;

3.3. aldehydų ir fuzelių frakcija – aldehydų frakcijos, esterių, metilo alkoholio ir fuzelių mišinys;

3.4. aldehydų ir fuzelių frakcijos koncentratas – mišinys, gaunamas perdirbant aldehydų ir fuzelių frakciją.

4. Alkoholio rektifikavimo šalutiniai produktai naudojami įvairiems techniniams tikslams. Aldehydų frakcija naudojama techninio, denatūruoto etilo alkoholio ir kitų techninių produktų gamybai. Naudoti šiuos produktus maisto produktų ar gėrimų gamybai draudžiama.

5. Alkoholio šalutinių produktų išeiga ir kokybės rodikliai priklauso nuo naudojamų žaliavų ir taikomos etilo alkoholio gamybos technologijos. Norint pagerinti alkoholio šalutinių produktų kokybės rodiklius jie gali būti papildomai distiliuojami, rektifikuojami ar kitaip apdorojami. Rekomenduojami žemės ūkio kilmės etilo alkoholio rektifikavimo proceso šalutinių produktų koncentravimo procesai pateikiami priede.

6. Alkoholio šalutiniai produktai apskaitomi ir saugomi pagal Etilo alkoholio priėmimo, saugojimo, išdavimo, gabenimo ir apskaitos taisykles, patvirtintas Lietuvos Respublikos žemės ir miškų ūkio ministerijos 1997 m. spalio 21 d. įsakymu Nr. 610 (Žin., 1997, Nr. [105-2662](#)).

7. Alkoholio šalutiniai produktai pilstomi į švarias cisternas, metalines talpyklas, bidonus ar kitą šiems produktams tinkamą tarą. Tara turi būti sandariai uždaroma ir plombuojama.

8. Alkoholio šalutinių produktų laikymo trukmė neribojama.

9. Ant kiekvieno alkoholio šalutinių produktų taros vieneto turi būti nurodoma:

9.1. gamintojo pavadinimas, adresas, prekės ženklas;

- 9.2. produkto pavadinimas;
- 9.3. talpa (litrais) arba brutto masė, kg;
- 9.4. degaus skysčio gaisro pavojaus ženklas.

10. Gabenamoji tara ženklinama vaizdiniais ženklais pagal LST EN ISO 780:1999 „Pakavimas. Krovinių ženklinimas vaizdiniais ženklais [ISO 780:1997]“ ir Europos sutarties dėl pavojingų krovinių tarptautinių vežimų keliais (ADR) (Žin., 2003, Nr. [46-2057](#)) reikalavimus.

11. Alkoholio šalutiniai produktai priimami pagal LST 1536:2004 „Maistinis etilo alkoholis ir spiritiniai gėrimai. Priėmimo taisyklės ir analizės metodai“ reikalavimus. Gamintojas turi išrašyti kiekvienos alkoholio šalutinių produktų siuntos kokybės pažymėjimą.

12. Visi alkoholio gamybos ir tvarkymo procesai, kurių metu atskiriami alkoholio šalutiniai produktai, atliekami laikantis Lietuvos Respublikoje žmonių saugą reglamentuojančių teisės aktų. Kiekvienoje įmonėje turi būti parengtos išsamios darbo saugos instrukcijos ir kiti įstatymuose nustatyti dokumentai.

13. Alkoholio šalutinių produktų atskyrimo metu susidarančios atliekos surenkamos ir tvarkomos pagal Lietuvos Respublikos teisės aktų reikalavimus.

III. KOKYBĖS RODIKLIAI

- 14. Aldehydų frakcijos organoleptiniai rodikliai:
 - 14.1. išvaizda – skaidrus, be nuosėdų ir pašalinių priemaišų skystis;
 - 14.2. spalva – gelsvo arba žalsvo atspalvio skystis;
 - 14.3. kvapas – būdingas esteriams ir aldehydams.
- 15. Aldehydų frakcijos fizikiniai ir cheminiai rodikliai:

	Kai alkoholis gaminamas iš grūdų	Kai alkoholis gaminamas iš melasos
Etilo alkoholio koncentracija ne mažesnė kaip, tūrio proc.	92	87
Aldehydų, perskaičiuotų į acetaldehydą, ne daugiau kaip, g/dm ³ absoliutaus alkoholio	5	15
Rūgščių, perskaičiuotų į acto rūgštį, ne daugiau kaip, g/dm ³ absoliutaus alkoholio	0,7	0,5
Esterių, perskaičiuotų į etilacetatą, ne daugiau kaip, g/dm ³ absoliutaus alkoholio	15	20
Aukštesniųjų alkoholių (fuzelių), perskaičiuotų į izopentilo ir izobutilo alkoholių mišinį (3:1), ne daugiau kaip, g/dm ³ absoliutaus alkoholio	15	10
Metilo alkoholio ne daugiau kaip, tūrio proc.	2	0,5

- 16. Fuzelių frakcijos organoleptiniai rodikliai:

16.1. išvaizda – skaidrus, be nuosėdų ir mechaninių priemaišų skystis; leidžiama opalescencija;

- 16.2. spalva – nuo šviesiai geltonos ar žalsvos iki rudos;
- 16.3. kvapas – būdingas fuzeliams, esteriams ir aldehydams.

- 17. Fuzelių frakcijos fizikiniai ir cheminiai rodikliai:

- 17.1. tankis 20°C temperatūroje ne didesnis kaip 0,84 g/cm³;
- 17.2. lūžio rodiklis 20°C temperatūroje ne mažesnis kaip 1,35.

- 18. Aldehydų ir fuzelių frakcijos koncentrato organoleptiniai rodikliai:

- 18.1. išvaizda – skaidrus, be nuosėdų ir pašalinių priemaišų skystis;
 18.2. spalva – gelsvo arba žalsvo atspalvio skystis;
 18.3. kvapas – aštrus, būdingas fuzelių, aldehydų bei kitų komponentų mišiniui.
 19. Aldehydų ir fuzelių frakcijos koncentrato fizikiniai ir cheminiai rodikliai:

Rodiklio pavadinimas	Norma
Etilo alkoholio koncentracija, tūrio proc.	65–70
Tankis 20 ⁰ C temperatūroje, g/cm ³	0,826–0,950
Aldehydų, perskaičiuotų į acetetaldehidą, ne daugiau kaip, g/dm ³	350
Esterių, perskaičiuotų į etilacetatą, ne daugiau kaip, g/dm ³	250
Aukštesniųjų alkoholių (fuzelių), perskaičiuotų į izopentilo ir izobutilo alkoholių mišinį (3:1), ne daugiau kaip, g/dm ³	300

IV. TYRIMO METODAI

20. Išvaizdos, spalvos ir kvapo nustatymas:

20.1. Įranga. 50 cm³ arba 100 cm³ talpos matavimo cilindras su šlifo kamščiu.

20.2. Tyrimas. Į sausą švarų matavimo cilindrą įpilama 50 cm³ aldehydų, fuzelių frakcijos arba aldehydų ir fuzelių frakcijos koncentrato, uždaroma kamščiu. Spalva, skaidrumas, priemaišos nustatomos baltame fone, esant geram apšvietimui.

20.3. Cilindras su mėginiu įdedamas į (20±0,5) °C temperatūros vandenį ir išlaikomas jame 10 minučių. Kvapo įvertinimui cilindras atkempšamas 5–8 sekundėms.

21. Tankio nustatymas.

21.1. Įranga ir priemonės:

21.1.1. universalūs areometrai, kurių padalos vertė 0,001 g /m³;

21.1.2. termometras, kurio padalos vertė 0,1°C;

21.1.3. termostatas ar 20°C vandens vonia;

21.1.4. 100 cm³ stiklinis cilindras areometrai.

21.2. Matavimas:

21.2.1. fuzelių ar aldehydų ir fuzelių koncentrato mėginys supilamas į švarų sausą cilindrą ir palaikomas 20 min. termostate, kuriame temperatūra yra 20±0,1°C. Po to matuojama tiriamojo bandinio temperatūra, atsargiai jį maišant termometru. Kai temperatūra tampa 20±0,1°C, į cilindrą atsargiai įmerkiamas švarus sausas areometras, kurio skalė tinka matuojamo bandinio tankiui. Areometras neturi liesti cilindro sienelių ir dugno;

21.2.2. areometro skalės rodmenys užrašomi praėjus 45 sek. po jo įmerkimo. Užrašant rodmenis matuotojo akis turi lygiuotis į apatinį menisko kraštą, kai matuojami šviesūs bandiniai, ir į viršutinį menisko kraštą, kai matuojami tamsūs tirpalai. Užrašius tankį, pakartotinai matuojama bandinio temperatūra, kuri turi būti 20±0,1°C.

21.3. Rezultatų išraiška.

Galutinis rezultatas apskaičiuojamas kaip trijų kartotinių matavimų vidurkis; skirtumas tarp kartotinių matavimų neturi viršyti 0,001 g/cm³.

22. Lūžio rodiklio nustatymas.

22.1. Įranga ir priemonės:

22.1.1. refraktometras;

22.1.2. termostatas ar 20°C vandens vonia;

22.1.3. termometras, kurio padalos vertė 0,1°C;

22.1.4. rektifikuotas etilo alkoholis.

22.2. Pasiruošimas matavimui:

22.2.1. refraktometro prizmės prieš matavimą plaunamos keliais etilo alkoholio lašais ir nuvalomos, atsargiai ant jų uždėdant filtro popierių arba tam tinkamą audinį. Termostatas gumine žarna sujungiamas su prizmės gaubtu ir 10–15 min. leidžiamas vanduo, kurio

temperatūra $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$. Naudojant refraktometrą su vidiniu temperatūros kompensavimo įtaisu, termostato prijungti nereikia;

22.2.2. prieš matavimą patikrinamas prietaiso tikslumas, naudojant distiliuotą vandenį, kurio lūžio rodiklis 20°C temperatūroje yra 1,333, arba etalonus, kurie yra komplektuojami su refraktometru. Refraktometras patikrinamas ir nulinė padėtis koreguojama pagal prietaiso instrukciją.

22.3. Matavimas.

Vienas ar du fuzelių bandinio lašai pipete ar stikline lazdele užlašinami ant apatinės prizmės paviršiaus, neliečiant jos. Lūžio rodiklis matuojamas pagal prietaiso instrukciją. Baigus matavimą, prizmių paviršius plaunamas etilo alkoholiu ir nusausinamas tokiu pat būdu, kaip ir prieš matavimą.

22.4. Rezultatų išraiška.

Galutinis rezultatas apskaičiuojamas kaip dviejų kartotinių matavimų vidurkis; skirtumas tarp kartotinių matavimų neturi viršyti 0,0002.

23. Aldehydų koncentracijos nustatymas.

23.1. Įranga ir priemonės:

23.1.1. natrio hidroksidas, $0,1 \text{ mol/dm}^3$ tirpalas;

23.1.2. hidroksilamino hidrochlorido, $1,0 \text{ mol/dm}^3$ tirpalas: $1,0 \text{ dm}^3$ vienažymėje matavimo kolboje nedideliame vandens kiekyje ištirpinama 69,5 g hidroksilamino hidrochlorido ($\text{NH}_4\text{OH} \times \text{HCl}$). Į kolbą iki žymos pripilama vandens ir sumaišoma;

23.1.3. indigokarmino ir metiloranžo indikatorių mišinys. Atskirai ruošiami 0,1 proc. vandeninis metiloranžo ir 0,25 proc. vandeninis indigokarmino tirpalas. Indigokarmino tirpalas laikomas tamsiame stikliniame inde. Prieš naudojimą metiloranžo ir indigokarmino tirpalai sumaišomi lygiomis dalimis;

23.1.4. mėlynojo bromfenolio indikatorius; ruošiamas 0,1 proc. tirpalas 20 proc. koncentracijos alkoholyje;

23.1.5. analizinės svarstyklės;

23.1.6. 50 cm^3 matavimo kolbos;

23.1.7. 5 cm^3 , 10 cm^3 ir 20 cm^3 pipetės;

23.1.8. graduotos pipetės;

23.1.9. 200 cm^3 ir 250 cm^3 kūginės kolbos;

23.1.10. distiliuotas vanduo;

23.1.11. rektifikuotas etilo alkoholis.

23.2. Analizė:

23.2.1. į $(200\text{--}250) \text{ cm}^3$ kolbą pipete įpilama $(5\text{--}10) \text{ cm}^3$ mėginio ir 50 cm^3 distiliuoto vandens, sumaišoma. Jeigu aldehydų ir fuzelių frakcijos koncentrato tirpalas maišant su distiliuotu vandeniu išsiskirsto į frakcijas (tai rodo, jog koncentrate yra didelis kiekis aukštesniųjų alkoholių), atliekamas papildomas skiedimas – koncentrato mėginys 5 kartus atskiedžiamas rektifikuotu etilo alkoholiu. 10 cm^3 koncentrato supilama į 50 cm^3 matavimo kolbą ir iki žymės pripilama rektifikuoto etilo alkoholio, atsargiai sumaišoma ir išlaikoma 15 minučių. Atrenkamas reikalingas paruošto tirpalo kiekis, kuris reikalingas aldehydų kiekiui nustatyti, likučiu naudojamosi nustatant fuzelių kiekį. Tirpalas neutralizuojamas naudojant mišrųjį indikatorius, kol įgauna žalią spalvą, arba naudojant mėlynąjį bromfenolį, kol įgauna mėlyną spalvą. Po to įpilama 10 cm^3 $1,0 \text{ mol/dm}^3$ hidroksilamino hidrochlorido tirpalo ir laikoma 15 min. kambario temperatūroje.

Aldehydams nustatyti imamas toks aldehydų frakcijos tūris, kad visada liktų hidroksilamino hidrochlorido perteklius. Pavyzdžiui, paimto tirti 10 cm^3 hidroksilamino hidrochlorido tirpalo titravimui turi būti sunaudota ne daugiau kaip 90 cm^3 $0,1 \text{ mol/dm}^3$ natrio hidroksido tirpalo, t. y. turi likti $1,0 \text{ cm}^3$ hidroksilamino hidrochlorido perteklius. Jeigu titravimui bus sunaudota daugiau kaip 90 cm^3 $0,1 \text{ mol/dm}^3$ natrio hidroksido tirpalo, tyrimą reikia kartoti, sumažinus tyrimui imamos aldehydų frakcijos tūrį arba padidinus hidroksilamino hidrochlorido tūrį;

23.2.2. hidroksilamino reakcijos su aldehidais metu išsiskyrusi druskos rūgštis nutitruojama 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalu, naudojant indikatorių mišinį, kol tirpalas įgauna žalią spalvą (pereinamoji spalva – purvinai pilka), arba naudojant mėlynąjį bromfenolį – kol tirpalas įgauna mėlyną spalvą. Titravimui galima naudoti pH–metrą;

23.2.3. lygiagrečiai atliekamas tuščiasis tyrimas siekiant nustatyti, kiek 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalo reikia neutralizuoti laisvosioms rūgštims, esančioms 10 cm³ 1 mol/dm³ hidroksilamino hidrochlorido tirpale.

23.3. Rezultatų apskaičiavimas:

23.3.1. aldehidai (A), perskaičiuoti į acetaldehidą, išreikšti g/dm³ absoliutaus alkoholio, apskaičiuojami pagal formulę:

$$A = \frac{(a - b) \times 4,4 \times 100}{V \times R};$$

čia:

a – aldehidų frakcijos mėginio titravimui sunaudotas 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalo kiekis, cm³;

b – tuščiojo mėginio titravimui sunaudotas 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido kiekis, cm³;

V – tyrimui paimtas aldehidų frakcijos tūris, cm³;

R – etilo alkoholio kiekis aldehidų frakcijoje, tūrio proc.;

4,4 – acetaldehidų kiekis, mg, atitinkantis cm³ 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalo;

100/R – perskaičiavimo į absoliutų alkoholį koeficientas;

23.3.2. galutinis rezultatas apskaičiuojamas kaip dviejų kartotinių matavimų vidurkis; skirtumas tarp kartotinių matavimų neturi viršyti 0,1 g/dm³;

23.3.3. aldehidai (A), perskaičiuoti į acetaldehidą, išreikšti g/dm³, aldehidų ir fuzelių frakcijos koncentrate, apskaičiuojami pagal formulę:

$$A = \frac{|a - b| \cdot 4,4}{S} \cdot 5;$$

čia:

a – aldehidų frakcijos mėginio titravimui sunaudotas 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalo kiekis, cm³;

b – tuščiojo mėginio titravimui sunaudotas 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido kiekis, cm³;

S – tyrimui panaudoto aldehidų ir fuzelių frakcijos koncentrato kiekis, cm³;

4,4 – acetaldehidų kiekis, mg, atitinkantis cm³ 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalo;

5 – aldehidų ir fuzelių frakcijos koncentrato atskiedimo rektifikuotu etilo alkoholiu koeficientas;

23.3.4. galutinis rezultatas apskaičiuojamas kaip dviejų kartotinių matavimų vidurkis, skirtumas tarp kartotinių matavimų neturi viršyti 0,5 g/dm³. Šiuo atveju yra skaičiuojami suapvalinti vienetai.

24. Rūgščių ir esterių koncentracijos nustatymas.

24.1. Įranga ir priemonės:

24.1.1. natrio hidroksidas, 0,1 mol/dm³ tirpalas;

24.1.2. sieros rūgštis, 0,1 mol/dm³ tirpalas;

24.1.3. mėlynojo bromtimolio indikatorius, 0,1 proc. tirpalas 20 proc. koncentracijos etilo alkoholyje;

24.1.4. distiliuotas vanduo be angliarūgštės;

24.1.5. rektifikuotas etilo alkoholis;

24.1.6. natrio kalkės (NaOH ir CaO₂ mišinys);

24.1.7. 5 cm³, 10 cm³ ir 20 cm³ pipetės;

24.1.8. graduotos pipetės;

24.1.9. 200 cm³ ir 250 cm³ kūginės kolbos;

24.1.10. 100 cm³ vienažymė matavimo kolba;

24.1.11. verdančio vandens vonelė;

24.1.12. distiliavimo garais įrenginys su rutuliniu šaldytuvu.

24.2. Rūgščių analizė:

24.2.1. į 100 cm³ matavimo kolbą pipete įpilama (5–10) cm³ aldehydų frakcijos ir praskiedžiama iki žymės rektifikuotu etilo alkoholiu. Prieš tai rektifikuotame etilo alkoholyje turi būti nustatomas rūgščių ir esterių kiekis;

24.2.2. aldehydų frakcijos ir rektifikuoto etilo alkoholio mišinys perpilamas į kolbą su rutuliniu šaldytuvu, įpilama 100 cm³ distiliuoto vandens ir verdama 30 min. Tirpalas atvėsinaamas iki kambario temperatūros (į viršutinę šaldymo dalį įstatomas vamzdelis su natrio kalkėmis (NaOH ir CaO₂ mišinys), įlašinama mėlynojo bromtimolio ir titruojamas 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalu, kol įgauna žydrą spalvą, neišnykstančią (1–2) min.;

24.2.3. rezultatų apskaičiavimas:

24.2.3.1. rūgščių kiekis (K), perskaičiuotas į acto rūgštį, išreikštas g/dm³ absoliutaus alkoholio, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$K = \frac{a \times 6 \times 100}{S \times R};$$

čia:

a – rūgščių neutralizavimui sunaudotas 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalo kiekis, cm³;

S – tyrimui paimtas aldehydų frakcijos kiekis, cm³;

R – etilo alkoholio kiekis aldehydų frakcijoje, tūrio proc.;

6 – acto rūgšties kiekis, mg, atitinkantis cm³ 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalo;

100/R – perskaičiavimo į absoliutųjį alkoholį koeficientas;

24.2.3.2. įvedus pataisos koeficientą rūgštims, esančioms rektifikuotame etilo alkoholyje, kuriuo skiedžiama aldehydų frakcija, tikrasis rūgščių kiekis apskaičiuojamas pagal formulę:

$$K = \frac{(a - a_1) \times 6 \times 100}{S \times R};$$

čia a₁ – rektifikuoto etilo alkoholio, kuriuo buvo skiedžiama aldehydų frakcija, rūgščių neutralizavimui sunaudotas natrio hidroksido tirpalo kiekis, cm³;

24.2.3.3. galutinis rezultatas apskaičiuojamas kaip dviejų kartotinių matavimų vidurkis; skirtumas tarp kartotinių matavimų neturi viršyti 0,02 g/dm³.

24.3. Esterių analizė:

24.3.1. jeigu aldehydų frakcijoje aldehydų yra daugiau kaip 5 g/dm³, būtina juos prieš tyrimą sujungti su hidroksilaminu. Neutralizavus rūgštis, į kolbą įpilama hidroksilamino hidrochlorido, kaip nustatyta pagal 21 punktą, tirpalas sumaišomas ir paliekamas 15 min.;

24.3.2. išsiskyrusi druskos rūgštis neutralizuojama, o esterių apmuilninimui į kolbą įpilama 10 cm³ 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalo ir, sujungus su grįžtamuoju šaldytuvu, kolbos turinys virinamas vieną valandą;

24.3.3. atšaldžius 22.2 punkte nurodytomis sąlygomis į kolbą įpilama 10 cm³ 0,1 mol/dm³ sieros rūgšties tirpalo ir jos perteklius titruojamas 0,1 mol/m³ natrio hidroksido tirpalu;

24.3.4. rezultatų apskaičiavimas:

24.3.4.1. esterių kiekis (E), perskaičiuotas į etilacetatą, išreikštas g/dm³ absoliutaus alkoholio, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$E = \frac{a \times 8,8 \times 100}{S \times R};$$

čia:

a – esterių apmuilninimui sunaudotas 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido kiekis, cm³;

S – analizei paimtas aldehydų frakcijos kiekis, cm³;

8,8 – etilacetato kiekis, mg, atitinkantis 1 cm³ 0,1 mol/dm³ natrio hidroksido tirpalo;

100/R – perskaičiavimo į absoliutųjį etilo alkoholį koeficientas;

24.3.4.2. įvedus pataisos koeficientą esteriams, esantiems rektifikuotame etilo alkoholyje, kuriuo buvo skiedžiama aldehydų frakcija, esteriai apskaičiuojami pagal formulę:

$$E = \frac{(a - a_1) \times 8,8 \times 100}{S \times R};$$

čia a_1 – rektifikuoto etilo alkoholio, kuriuo buvo skiedžiama aldehydų frakcija, esterių apmuilinimui sunaudotas $0,1 \text{ mol/dm}^3$ natrio hidroksido tirpalo kiekis, cm^3 ;

24.3.4.3. galutinis rezultatas apskaičiuojamas kaip dviejų kartotinių matavimų vidurkis; skirtumas tarp kartotinių matavimų neturi viršyti $0,2 \text{ g/dm}^3$;

24.3.5. į 100 cm^3 kolbą įpilama 5 cm^3 aldehydų ir fuzelių frakcijos koncentrato, iki žymos įpilama rektifikuoto etilo alkoholio ir sumaišoma;

24.3.6. į 500 cm^3 kolbą įpilama 100 cm^3 vandens, įpilama 100 cm^3 spiritinio koncentrato tirpalo, sumaišoma ir titruojama indikatoriumi, kol įgauna mėlyną spalvą, neišnykstančią 10 sekundžių;

24.3.7. po to tyrimas atliekamas 24.3.1–24.3.3 punktuose aprašyta tvarka;

24.3.8. aldehydų ir fuzelių frakcijos koncentrato esterių kiekis (E), perskaičiuotas į etilacetatą, išreikštas g/dm^3 , apskaičiuojamas pagal formulę:

$$E = \frac{a \times 8,8}{S};$$

čia:

a – esterių apmuilinimui sunaudotas $0,1 \text{ mol/dm}^3$ natrio hidroksido kiekis, cm^3 ;

S – analizei paimtas koncentrato kiekis, cm^3 ;

8,8 – etilacetato kiekis, mg, atitinkantis 1 cm^3 $0,1 \text{ mol/dm}^3$ natrio hidroksido tirpalo.

25. Fuzelių (aukštesniųjų alkoholių) koncentracijos įvertinimas palyginamuoju metodu.

25.1. Fuzeliai nustatomi po to, kai iš jų pagal 21 punkto nuorodą pašalinami aldehydai. Fuzeliai nustatomi kalorimetriniu metodu.

25.2. Įranga ir priemonės:

25.2.1. natrio hidroksilamino hidrochloridas, 1 mol/dm^3 tirpalas;

25.2.2. *p*-dimetilaminobenzaldehidas, 0,05 proc. tirpalas sieros rūgštyje;

25.2.3. sieros rūgštis;

25.2.4. aukštesniųjų alkoholių mišinio, sudaryto iš izoamilo ir izobutilo alkoholių santykiu 75:25, etaloniniai tirpalai;

25.2.5. 50 cm^3 , 100 cm^3 ir 1000 cm^3 vienažymės matavimo kolbos;

25.2.6. 1 cm^3 , 10 cm^3 ir 25 cm^3 pipetės;

25.2.7. verdančio vandens vonia;

25.2.8. analizinės svarstyklės;

25.2.9. distiliuotas vanduo.

25.3. Analizė.

25.3.1. Mėginio paruošimas:

25.3.1.1. tiriant aldehydų frakciją, gautą rektifikuojant grūdinių etilo alkoholių, ji praskiedžiama 7,5 karto. Tuo tikslu į 100 cm^3 matavimo kolbą įpilama $13,3 \text{ cm}^3$ aldehydų frakcijos, kurios temperatūra 20°C , ir praskiedžiama iki žymės 96 tūrio proc. 20°C etilo alkoholiu be fuzelių ir be aldehydų;

25.3.1.2. tiriant aldehydų frakciją, gautą rektifikuojant melasinį etilo alkoholių, ji praskiedžiama 5 kartus. Tuo tikslu į 100 cm^3 matavimo kolbą įpilama 20 cm^3 aldehydų frakcijos, kurios temperatūra 20°C , ir praskiedžiama iki žymės 96 tūrio proc. 20°C etilo alkoholiu be fuzelių ir be aldehydų;

25.3.1.3. tiriant aldehydų ir fuzelių frakcijos koncentratą į 100 cm^3 matavimo kolbą įpilama 25 cm^3 koncentrato, pagal 23 punktą nustatytas reikalingas surišti visiems mėginyje esantiems aldehydams natrio hidroksilamino hidrochlorido, 1 mol/dm^3 tirpalo kiekis, praskiedžiama iki žymės distiliuotu vandeniu ir, atsargiai sumaišius, paliekama 15 minučių kambario temperatūroje;

25.3.2. paruošiamas pirminis etaloninis aukštesniųjų alkoholių tirpalas, turintis 1920 mg aukštesniųjų alkoholių 1 dm³ 96 tūrio proc. etilo alkoholyje, įpilant į jį apskaičiuotą kiekį izoamino ir izobutilo alkoholių santykiu 75:25. Viename cm³ tokio tirpalo yra 2 mg aukštesniųjų alkoholių mišinio skaičiuojant 1 dm³ absoliutaus alkoholio;

25.3.3. paruošiamas darbinis etaloninis aukštesniųjų alkoholių tirpalas, kuriame yra 500 mg fuzelių 1 dm³ absoliučiojo alkoholio. Į 1 dm³ matavimo kolbą su šlifo kamščiu pripilama tiek 96 tūrio proc. koncentracijos etilo alkoholio be fuzelių ir be aldehidų, kad jis užpildytų mažiau kaip 3/4 jos tūrio; kolba įmerkama į 20°C vandens vonią 25 min. Po to į kolbą įpilama 250 cm³ pirminio aukštesniųjų alkoholių etaloninio tirpalo (išlaikyto 25 min. 20°C temperatūroje) ir praskiedžiama 96 tūrio proc. etilo alkoholiu iki žymos; sumaišoma. Darbinis etaloninis aukštesniųjų alkoholių tirpalas, kuriame yra 250 mg fuzelių 1 dm³, ruošiamas iš darbinio tirpalo, kuriame yra 500 mg fuzelių 1 dm³, praskiedžiant 96 tūrio proc. etilo alkoholiu;

25.3.4. paruošiamas *p*-dimetilaminobenzaldehydo tirpalas. 50 cm³ stiklinėje pasveriamas (0,5±0,00002) g *p*-dimetilaminobenzaldehydo, įpilama sieros rūgštis. Maišoma stikline lazdele, kol visai ištirpsta nuosėdos, ir perpilama į 1 dm³ talpos matavimo kolbą su šlifo kamščiu ir praskiedžiama sieros rūgštimi iki žymos; sumaišoma. Tirpalas supilamas į tamsų rūgštims laikyti skirtą indą;

25.3.5. į 100 cm³ matavimo kolbą įpilama 25 cm³ aldehidų frakcijos, praskiestos pagal 23.3.1.1 punkto nuorodą (kai ji atskiriama iš grūdinio etilo alkoholio) ir pagal 23.3.1.2 punkto nuorodą (kai ji atskiriama iš melasinio alkoholio), ir tiek 1,0 mol/cm³ hidroksilamino hidrochlorido tirpalo, kiek reikia suriši visiems mėginyje esantiems aldehidams. Hidroksilamino hidrochlorido tirpalo kiekis nustatomas pagal aldehidų analizės (21 punktas) rezultatus;

25.3.6. į matavimo kolbą iki žymos pripilama distiliuoto vandens ir 15 min. paliekama kambario temperatūroje. Po to 0,5 cm³ šio tirpalo įpilama į švarią sausą 50 cm³ matavimo kolbą, pripilama 10 cm³ *p*-dimetilaminobenzaldehydo tirpalo. Sumaišoma, kolba 20 min. panardinama į verdančio vandens vonią, po to greitai atšaldoma tekančiu vandeniu;

25.3.7. tiriamojo aldehidų frakcijos mėginio spalva lyginama su darbinio etaloninio fuzelių tirpalo spalva. Tiriamojo mėginio spalva neturi būti intensyvesnė už etaloninio tirpalo spalvą;

25.3.8. tiriant aldehidų ir fuzelių frakcijos koncentratą, į tris 50 cm³ matavimo kolbas su šlifo kamščiais įpilama po 10 cm³ *p*-dimetilaminobenzaldehydo tirpalo, atsargiai, pilant sienelėmis ir neleidžiant skysčiams susimaišyti, įpilama po 0,5 cm³: į pirmąją kolbą – paruošto tirti koncentrato tirpalo (tiriamasis koncentratas), į antrąją – darbinio etaloninio aukštesniųjų alkoholių tirpalo, kuriame yra 250 mg fuzelių 1 dm³ absoliutaus alkoholio, į trečiąją – darbinio etaloninio aukštesniųjų alkoholių tirpalo, kuriame yra 500 mg fuzelių 1 dm³ absoliučiojo alkoholio (paruošto pagal 25.3.3 punktą);

25.3.8.1. gerai išmaišoma, kolbos 20 min. panardinamos į verdančio vandens vonią, po to greitai atšaldomos vonioje su ledu iki kambario temperatūros;

25.3.8.2. palyginama mėginių spalva:

laikoma, kad aukštesniųjų alkoholių yra ne daugiau kaip 1 g/dm³, jeigu darbinio etaloninio aukštesniųjų alkoholių tirpalo, kuriame yra 250 mg fuzelių 1 dm³ absoliutaus alkoholio, mėginys nusidažęs intensyviau, nei tiriamasis koncentratas;

laikoma, kad aukštesniųjų alkoholių yra ne daugiau kaip 2 g/dm³, jeigu darbinio etaloninio aukštesniųjų alkoholių tirpalo, kuriame yra 500 mg fuzelių 1 dm³ absoliutaus alkoholio, mėginys nusidažęs intensyviau, nei tiriamasis koncentratas ir etaloninio tirpalo iš aukštesniųjų spirity, kuriame yra 250 mg fuzelių 1 dm³ absoliutaus alkoholio, mėginys;

25.3.8.3. naudojant atskiestą aldehidų koncentratą (tirpalo likutis pagal 23.2.1 punktą), gautas rezultatas yra dauginamas iš 5, t. y. iš tiek kartų, kiek koncentrato mėginys buvo atskiestas rektifikuotu etilo alkoholiu;

25.3.8.4. jeigu tiriamo koncentrato mėginio spalva yra intensyvesnė, nei mėginių su darbiniais etaloniniais tirpalais, atliekamas pakartotinis bandymas. Pakartotiniam bandymui tirpalas, kuriame aldehidai jau surišti hidroksilaminu, papildomai atskiedžiamas rektifikuotu etilo alkoholiu, o gautos reikšmės dauginamos iš papildomo atskiedimo kartų;

25.4. pakartojamumas. To paties analitiko per trumpą laiko tarpą atliktų dviejų atskirų analizių, naudojant tas pačias medžiagas ir įrangą, rezultatai turi būti tapatūs.

26. Jei nenurodyta kitaip, tyrimams naudojami analitiškai grynai reagentai ir distiliuotas vanduo.

27. Aldehydų ir fuzelių frakcijos ir aldehydų ir fuzelių frakcijos koncentrato kokybės rodikliai gali būti nustatomi pagal LST 1536:2004 „Maistinis etilo alkoholis ir spiritiniai gėrimai. Priėmimo taisyklės ir analizės metodai“ arba kitus Lietuvos Respublikoje galiojančius analizės metodus.

Žemės ūkio kilmės etilo alkoholio
rektifikavimo proceso šalutinių produktų
techninio reglamento
priedas
(Lietuvos Respublikos žemės ūkio ministro
2012 m. gegužės 28d. įsakymo Nr. 3D-371
redakcija)

ŽEMĖS ŪKIO KILMĖS ETILO ALKOHOLIO REKTIFIKAVIMO PROCESO ŠALUTINIŲ PRODUKTŲ KONCENTRAVIMO PROCESAI

Etilo alkoholio rektifikacijos šalutiniai produktai koncentruojami siekiant padidinti rektifikuoto etilo alkoholio kiekį. Rektifikavimo proceso technologinė linija papildoma dviem papildomomis kolonomis: galutinio valymo ir stiprinančiąja. Galutinio valymo kolonoje iš alkoholio šalutinių produktų – aldehydų ir fuzelių frakcijos išgarinamos, atskiriant etilo alkoholį, visos aldehydų ir fuzelių frakcijose esančios šalutinės priemaišos. Stiprinančioje kolonoje etilo alkoholis, gautas iš galutinio valymo kolonos, sustiprinamas iki reikiamos koncentracijos.

Galutinio valymo kolonoje iš etilo alkoholio atskyrus aldehydus ir esterius, rektifikuoto etilo alkoholio išeiga padidėja nuo 94–96 iki 98–98,5 proc. skaičiuojant nuo etilo alkoholio kiekio, patekusio su raugu į rektifikavimo procesą. Visos atskiriamos šalutinės priemaišos – aldehydai, esteriai, aukštesnieji alkoholiai kaip vienas produktas – esterių–fuzelių koncentratas sudaro 0,4–0,6 proc. absoliutaus etilo alkoholio kiekio, patekusio su raugu į rektifikavimo sistemą. Etilo alkoholio koncentrate lieka 65–70 proc.

Galutinio valymo kolonoje sumontuotos 36 sietinės lėkštės, deflegmatorius, kondensatorius, etilo alkoholio gaudyklė ir dekantatorius. Aldehydų ir fuzelių frakcija per srauto matuoklį paduodama į 25 lėkštę skaičiuojant nuo apačios. Į viršutinę 36 lėkštę per srauto matuoklį paduodamas vanduo. Paduodant vandenį į viršutinę lėkštę, spirito koncentracija viršutinėse lėkštėse mažėja, o šalutinių priemaišų lakumas didėja, todėl visos šalutinės priemaišos išgarinamos. Iš kolonos apatinės dalies ištekanis vandens–etilo alkoholio mišinys (distiliatas) per srauto matuoklį paduodamas į stiprinančią koloną, o iš viršutinės kolonos dalies išgarintas šalutinių produktų ir vandens mišinys nukreipiamas į dekantatorių, kuriame atskiriamas vanduo, o šalutiniai produktai – aldehydai, esteriai ir aukštesnieji alkoholiai koncentruojami. Gautas aldehydų ir fuzelių koncentratas nukreipiamas į kaupimo talpyklą.

Galutinio valymo kolonos, išskiriančios iš aldehydų ir fuzelių frakcijos šalutines priemaišas, technologiniai parametrai:

Temperatūra viršutinėje dalyje	84–86°C
Temperatūra apatinėje dalyje	91–93°C
Slėgis viršutinėje dalyje	0,012–0,014 brl
Slėgis apatinėje dalyje	0,17–0,19 brl
Ištekančio distiliato koncentracija	28–32 proc.

Aldehydų frakciją paprastai sudaro 92–95 proc. etilo alkoholio ir 8–5 proc. aldehydų ir esterių. Galutinio valymo kolonoje iš tarpinių priemaišų (fuzelių frakcijos) sėkmingai atskiriami ir aukštesnieji alkoholiai.

Stiprinančiojoje kolonoje sumontuota: 30 sietinių lėkščių, deflegmatorius, kondensatorius, etilo alkoholio gaudyklė, šilumokaitis. Distiliatas iš galutinio valymo kolonos paduodamas į 16 lėkštę, skaičiuojant nuo apačios. Etilo alkoholio garams kylant kolonos lėkštėmis į viršų, etilo alkoholio koncentracija didėja. Etilo alkoholio garai kondensuojasi kondensatoriuje, gautas kondensatas paduodamas į rektifikacinę koloną. Iš kolonos apatinės dalies ištekanis liuterinis vanduo paduodamas į galutinio valymo kolonos viršutinę dalį.

Temperatūra viršutinėje dalyje	92–94 °C
Temperatūra apatinėje dalyje	102–104 °C
Slėgis viršutinėje dalyje	0,014–0,018 bar
Slėgis apatinėje dalyje	0,18–0,20 bar.
Sukoncentruoto distiliato koncentracija	85–90 proc.

Pakeitimai:

1.

Lietuvos Respublikos žemės ūkio ministerija, Įsakymas

Nr. [3D-371](#), 2012-05-28, Žin., 2012, Nr. 62-3139 (2012-06-01), i. k. 1122330ISAK003D-371

Dėl žemės ūkio ministro 2005 m. kovo 2 d. įsakymo Nr. 3D-119 "Dėl Maistinio etilo alkoholio rektifikavimo proceso šalutinių produktų reglamento patvirtinimo" pakeitimo