

**МИНИСТЕРСТВО ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
СССР**

ГЛАВНОЕ УПРАВЛЕНИЕ САХАРНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Всесоюзное научно-производственное объединение

«САХАР»

**Всесоюзный научно-исследовательский институт
сахарной промышленности «ВНИИСП»**

**ИНСТРУКЦИЯ
ПО ХРАНЕНИЮ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЮ
И ПРИЕМКЕ МЕЛАССЫ НА ПРЕДПРИЯТИЯХ
МИНИСТЕРСТВА ПИЩЕВОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ СССР**

МИНИСТЕРСТВО ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ СССР
ГЛАВНОЕ УПРАВЛЕНИЕ САХАРНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ВСЕСОЮЗНОЕ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ОБЪЕДИНЕНИЕ "САХАР"
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ САХАРНОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ " ВНИИСП "

УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель министра пищевой
промышленности СССР

В. Колосов КОЛОСОВ
" 19 " сентября 1975 г.

ИНСТРУКЦИЯ

ПО ХРАНЕНИЮ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЮ И ПРИЕМКЕ МЕЛАССЫ
НА ПРЕДПРИЯТИЯХ МИНИСТЕРСТВА ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ СССР

Москва-1975 г.

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящая инструкция определяет основные требования к организации хранения, отгрузки и приемки мелассы на предприятиях системы Министерства пищевой промышленности СССР, правила отбора проб и методики проведения анализов качества мелассы, порядок расчетов за отгруженную мелассу и вводится взамен "Инструкции по хранению, транспортировке и приемке кормовой патоки (мелассы) на заводах Министерства промышленности продовольственных товаров СССР (сахарных, спиртовых, дрожжевых и лимонной кислоты)" от 24.01.1956 г. № 1-и.

2. ПРАВИЛА ХРАНЕНИЯ МЕЛАССЫ

2.1. Меласса на заводах должна храниться только в наземных железных резервуарах, покрытых крышей, которая должна быть исправной, надежно предохраняющей мелассу от попадания атмосферных осадков и талых вод. Хранить мелассу в земляных ямах, а также в ямах, облицованных кирпичом или цементом запрещается.

Для обеспечения лучшего учета хранящейся мелассы, тщательной очистки и дезинфекции резервуаров и вспомогательного оборудования на каждом заводе должно быть не менее двух резервуаров.

2.2. Каждый резервуар должен иметь:

а) наружную стационарную лестницу, удовлетворяющую правилам техники безопасности;

б) спускную задвижку в днище резервуара для обеспечения полного стока мелассы при опорожнении резервуара;

в) пробные краны диаметром 25 мм, установленные через каждый метр высоты резервуара вблизи наружной лестницы;

г) трубу диаметром 150-200 мм, открытую с обеих сторон и установленную внутри резервуара у стенки вблизи наружной лестницы, предназначенную для определения высоты слоя мелассы с учетом количества, которое находится в виде пены. Труба вверху должна точно доходить до верхнего края бака и внизу не доходить до дна примерно на 200 мм.

2.3. На каждом резервуаре должно быть написано масляной краской:

- а) номер резервуара;
- б) емкость резервуара в м³;
- в) объем мелассы на 1 см высоты ее слоя в резервуаре.

2.4. В целях избежания образования пены, трубопровод, подающий мелассу в резервуар, должен быть загнут открытым концом к самой внутренней стенке резервуара.

Для промывки и пропарки трубопровода к нему должны быть подведены вода и пар.

2.5. После каждого опорожнения резервуаров от мелассы, но не реже одного раза в год, перед началом производства необходимо проводить очистку, промывку и дезинфекцию резервуаров и прочих вспомогательных емкостей, а также трубопроводов, аппаратуры и насосов.

2.5.1. Очистку, промывку и дезинфекцию резервуаров, сборников и других вспомогательных емкостей для мелассы необходимо производить следующим образом:

- а) очистить скребками внутреннюю поверхность от приставшей, высохшей мелассы, ржавчины и пр.;
- б) тщательно промыть водой из брандспойта внутреннюю поверхность резервуара;
- в) побелить всю внутреннюю поверхность известковым молоком, приготовленным перед дезинфекцией резервуара из свежесожженной извести, и через полчаса смыть известь водой из брандспойта.

Примечание. Если на заводе отсутствует свежесожженная известь, то на две части известкового молока необходимо добавлять одну часть 3%-ного раствора каустической соды.

2.5.2. Промывку и стерилизацию трубопроводов необходимо проводить следующим образом:

- а) прокачать все трубопроводы водой, как правило, горячей, строго следя за тем, чтобы вода омывала весь внутренний

периметр трубопровода. Промывку заканчивают, когда из трубы будет выходить совершенно чистая вода;

б) спустить в канализацию промывную воду из всех трубопроводов, насосов и сборников;

в) пропарить трубопроводы и сборники (если они закрыты) паром, продолжая пропарку до тех пор, пока давление в трубах не поднимется до 1-1,2 ата и поддерживать это давление еще полчаса. Во время пропарки несколько раз спускать из труб конденсат пара.

Примечание. Для предприятий дрожжевой промышленности порядок очистки, промывки и дезинфекции трубопроводов устанавливается соответствующими санитарными правилами и инструкциями.

2.5.3. Лаборатория или ОТК завода должны вести специальный журнал, в котором следует производить запись времени и порядка проведения очистки и дезинфекции резервуаров, трубопроводов и другого вспомогательного оборудования.

2.5.4. Содержащие сахар смывки, получаемые при очистке резервуаров и прочих емкостей, нельзя смешивать с мелассой; их необходимо отбирать отдельно и немедленно направлять в переработку.

3. ПОРЯДОК ОТГРУЗКИ МЕЛАССЫ

3.1. Меласса может отгружаться наливом в железнодорожных цистернах, автоцистернах или металлических бочках.

3.2. Железнодорожные цистерны, автоцистерны и бочки для мелассы должны быть чистыми, без постороннего запаха и посторонних предметов. Железнодорожные цистерны и автоцистерны должны иметь нижние сливные устройства.

3.3. Налив мелассы в железнодорожные цистерны или в автоцистерны, перевозка от завода-отправителя до станции отправления и погрузка мелассы в бочках на железной дороге в адрес получателя производится силами и средствами отправителя за счет получателя.

3.4. Определение уровня налива мелассы в цистерне на заводе-отправителе производится заведующим отпуском мелассы и представителем лаборатории завода-отправителя.

3.5. На отгруженную в каждой цистерне мелассу отправитель обязан составить сертификат с указанием массы отгруженной мелассы и ее плотности. Сертификат прилагается к железнодорожной накладной.

3.6. Массу мелассы, отгружаемой в железнодорожных цистернах, необходимо определять на станции отправления взвешиванием на железнодорожных весах.

При отсутствии железнодорожных весов массу отгружаемой мелассы на станции отправления определяют замерно-калибровочным методом, основанным на определении уровня налива и плотности (объемной массы) мелассы в соответствии с п.5.2 настоящей инструкции.

В этом случае отправитель в железнодорожной накладной в графе "Наименование груза" указывает высоту налива мелассы, удельную массу и температуру.

При перевозке мелассы от завода-отправителя бочками в вагонах массу мелассы определяют на железнодорожных весах, а в случае отсутствия железнодорожных весов, посредством взвешивания каждой бочки на товарных весах.

При перевозке мелассы автоцистернами массу мелассы определяют взвешиванием на автомобильных весах на заводе-отправителе.

3.7. Подогрев отгружаемой в зимнее время из резервуаров мелассы следует производить только закрытым паром до температуры не более 40°C , целесообразно путем местного подогрева на выходе мелассы из резервуара в трубопровод перед насосами.

3.8. Отбор пробы и анализ мелассы при отгрузке производят в соответствии с п.5 настоящей инструкции.

4. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ МЕЛАССЫ

4.1. Приемка мелассы производится:

а) на станции назначения - при отгрузке мелассы железнодорожным транспортом;

б) на заводе-отправителе - при вывозке автотранспортом получателя.

4.2. По прибытии железнодорожной цистерны с мелассой на станцию назначения представитель получателя совместно с представителем железной дороги должны произвести проверку целости пломб, исправности цистерны и спускного вентиля, после чего определить массу прибывшей мелассы взвешиванием на железнодорожных весах.

При отсутствии железнодорожных весов, а также в тех случаях, когда масса мелассы при отгрузке была определена путем замера высоты налива, массу прибывшей мелассы на станции назначения определяют замерно-калибровочным методом в соответствии с п.5.2 настоящей инструкции.

Определение уровня налива мелассы в цистерне производится представителем сырьевого цеха и работником химической лаборатории или ОТК.

4.3. При отсутствии или неисправности пломбы, а также при неисправности цистерны получатель обязан потребовать от железной дороги составления коммерческого акта.

4.4. После слива мелассы цистерну тщательно проверяют и при обнаружении в цистерне посторонних предметов составляют акт с участием представителя незаинтересованной организации. В акте должна быть указана масса посторонних предметов, оказавшихся в цистерне.

При сохранности пломб отправитель несет ответственность за всю недостачу.

4.5. Смывки мелассы от пропарки цистерн при их разгрузке необходимо отбирать отдельно и немедленно направлять в переработку.

4.6. Отбор пробы и анализ мелассы при приемке производится в соответствии с требованиями п.5 настоящей инструкции.

5. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

5.1. Отбор проб

5.1.1. Отбор проб мелассы при отгрузке железнодорожными цистернами или бочками в железнодорожных вагонах производится

работником лаборатории поставщика во время налива мелассы в цистерну или бочки в следующем порядке:

а) во время налива мелассы в цистерну из специального краника, установленного на нагнетательной коммуникации, непрерывно отбирать пробу в количестве одного литра от каждых 10 т мелассы, если производится ее взвешивание, и не менее 10 л от всей цистерны, если определение массы производится замерно-калибровочным методом. В отобранной пробе определяют плотность в случае, если масса отгружаемой мелассы определяется замерно-калибровочным методом;

б) во время налива бочек - по 200-300 г от каждой бочки. Отобранные таким образом пробы сливают в одно ведро или бак.

5.1.2. Отбор проб мелассы при отгрузке автотранспортом (в бочках или цистернах) производится работником лаборатории отправителя с участием представителя получателя во время налива по 200-300 г от каждой автоцистерны (бочки). Отобранные таким порядком пробы сливают в одно ведро или бак.

5.1.3. Отобранную пробу мелассы от одной железнодорожной цистерны (если в адрес одного получателя в течение суток отгружается одна цистерна с мелассой) или среднюю от нескольких цистерн (составленную из отобранных проб от каждой цистерны пропорционально ее грузоподъемности - в случае отгрузки в течение одних суток в адрес одного завода-получателя нескольких цистерн), среднюю пробу от нескольких бочек (в случае отгрузки мелассы в бочках в железнодорожных вагонах) или от нескольких автоцистерн или бочек (в случае отгрузки мелассы автотранспортом), тщательно перемешивают, не допуская образования пены, и от нее отбирают в чистые сухие бутылки, не заполняемые до верха, три (при отгрузке железнодорожным транспортом) или четыре (при отгрузке автотранспортом) пробы по 0,5 л. Бутылки с указанными пробами плотно закупоривают пробками, заливают сургучом или мастикой и опечатывают печатью завода-отправителя или пломбируют.

Пробу № 1 передают для исследований в лабораторию завода-отправителя, пробу № 2 хранят в лаборатории завода-отправителя в течение двух месяцев, а в случае возникновения спора по качеству - до окончания спора, а пробу № 3, как контроль-

ную, в случае возникновения спора по качеству мелассы направляют для арбитражного анализа, в соответствии с порядком, указанным в п.6.6 настоящей инструкции.

Проба № 4, отбираемая при отгрузке мелассы автотранспортом с участием представителя получателя, также опечатывается печатью завода-отправителя и передается этим представителем получателя в лабораторию завода получателя.

5.1.4. На бутылки с контрольными пробами (№ I-3 при отгрузке мелассы железнодорожным транспортом и № I-4 при отгрузке мелассы автотранспортом) наклеивают этикетки с указанием:

- а) наименования продукта;
- б) наименования завода-отправителя;
- в) наименования завода-получателя;
- г) номеров железнодорожных цистерн или вагонов, или автоцистерн, от которых отобрана проба, и номеров железнодорожных или автотранспортных накладных;
- д) даты отбора пробы;
- е) подписей заведующего отпуском мелассы и химика лаборатории завода-отправителя. В тех случаях, когда проба отбирается с участием представителя получателя - подпись этого представителя.

5.1.5. Поставщик должен в отобранной в соответствии с п.5.1.3 пробе № I, переданной для исследования в лабораторию, определить:

- а) содержание сухих веществ;
- б) прямую поляризацию;
- в) инверсионную поляризацию;
- г) содержание инвертного сахара;
- д) сахаристость (сумму сбраживаемых сахаров);
- е) реакцию мелассы, рН.

Анализ производится в соответствии с методами, изложенными в пунктах 5.3-5.8 настоящей инструкции.

5.1.6. Отбор проб мелассы по прибытии железнодорожной цистерны или вагона с бочками на станцию назначения производится представителем отдела сырья, работником ОТК или работником лаборатории завода-получателя и представителем обществен-

ности во время слива цистерны (или бочек) в следующем порядке:

а) во время слива цистерны непрерывно через краник, установленный на корыте для слива мелассы из цистерн, не требующей подогрева, и пробоотборником непосредственно из цистерны в случае подогрева мелассы, - в количестве одного литра от каждых 10 т мелассы, если производится взвешивание ее, и не менее 10 литров от всей цистерны - в случае определения массы мелассы замерно-калибровочным методом. В отобранной пробе ОТК или лаборатория определяют плотность мелассы (в случае определения массы мелассы замерно-калибровочным методом);

б) при поступлении мелассы в бочках в железнодорожных вагонах отбор проб производится при сливе в количестве 200-300г от каждой бочки. Отобранные таким образом пробы сливают в одно ведро или бак.

5.1.7. Отобранную пробу от одной цистерны (если в течение суток поступила меласса в одной цистерне от одного завода-отправителя) или среднюю от нескольких цистерн, составленную из отобранных проб каждой цистерны, указанной в сертификате завода-отправителя, пропорционально грузоподъемности цистерн или от нескольких бочек (в случае прибытия в течение суток от одного завода-отправителя нескольких цистерн или бочек), тщательно перемешивают, не допуская образования пены, и от нее отбирают три пробы по 0,5 л в том же порядке, как описано в п.5.1.3 настоящей инструкции.

5.1.8. На бутылки с контрольными пробами наклеивают этикетки с указанием:

- а) наименования продукта;
- б) наименования завода-отправителя;
- в) наименования завода-получателя;
- г) № цистерн или вагонов, от которых отобрана средняя проба, и номеров железнодорожных накладных;
- д) даты отбора пробы;
- е) подписей представителя отдела сырья и работника ОТК или лаборатории завода-получателя и подписи представителя общественности.

5.1.9. Получатель обязан в поступившей в соответствии с п.п.5.1.3 и 5.1.7 настоящей инструкции в ОТК или лабораторию

пробе мелассы сделать определения в соответствии с п.5.1.5 настоящей инструкции.

Результаты анализа заносят в бланк "Анализ качества сырья", который передают в бухгалтерию.

5.2. Определение массы мелассы в цистернах замерно-калибровочным методом.

5.2.1. Для определения массы мелассы в цистернах замерно-калибровочным способом необходимо:

а) поставщику определить уровень, до которого должна быть налита меласса с тем, чтобы полностью использовать грузоподъемность цистерны и в то же время не перегрузить ее;

б) поставщику и получателю определить плотность и массу мелассы, налитой в цистерну.

5.2.2. Для определения уровня налива в железнодорожных цистернах применяется специальный градуированный мерный прибор, так называемый, метр-шток.

Метр-шток должен опускаться вертикально вглубь цистерны до нижней нулевой точки, противоположной колпаку. При этом рекомендуется дважды повторять замер, чтобы убедиться в правильной установке метр-штока, передвигаемого в отвесном положении при повторении замера.

При замере необходимо следить за тем, чтобы метр-шток обязательно сохранял отвесное положение и не залегал в углубления сливного прибора или же упирался в детали крепления стержня затворного клапана или другие неровности в нижней части цистерны.

5.2.3. Плотность мелассы определяют в лаборатории немедленно после отбора пробы путем взвешивания 10 л мелассы в клейменном декалитре на весах грузоподъемностью до 30 кг и выражают в г/см^3 при температуре замера мелассы в цистерне с точностью до 0,005.

В процессе определения плотности мелассы необходимо соблюдать следующие требования:

а) весы, разновес к ним и декалитр должны быть проверены и клеймены в соответствии с правилами Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР;

- б) взвешивание, как правило, следует проводить в лаборатории, исключая вредное влияние посторонних факторов на точность определения (погоды, атмосферных осадков и др.);
- в) декалитр должен быть совершенно чистым и сухим;
- г) необходимо строго следить за правильным и точным наполнением декалитра мелассой, срезая избыток ее стеклом;
- д) взвешивание на весах производить с точностью до 50 г;
- е) при замере уровня мелассы в цистернах и при определении плотности мелассы в отобранной пробе необходимо определять температуру и в показание плотности, полученное по результатам определения в лабораторных условиях, вносить поправку на температуру мелассы при замере ее в цистерне.

5.2.4. Для определения количества мелассы замерно-калибровочным методом применяют "Таблицы калибровки железнодорожных цистерн". х)

В указанных таблицах для каждого типа цистерн приведен ее объем заполнения в литрах при любом уровне налива, начиная с 1 см.

5.2.5. При отсутствии калибровочных таблиц вышеуказанные определения производят с достаточной для практических целей точностью при помощи таблиц 1 и 2, приведенных в приложении к данной инструкции.

В табл. 2 приняты следующие обозначения:

D - высота (диаметр) цилиндра цистерны, см;

h - высота уровня мелассы, см;

V_1 - объем цистерны до высоты h , л;

V_0 - объем цистерны до высоты D , л;

Пример: 1. В цистерну типа 8 грузоподъемностью 50 т необходимо налить 50 т мелассы удельной массы $1,363 \text{ г/см}^3$ или 36684 л.

Определить, до какого уровня должна быть налита цистерна.

По табл. 1 находят для цистерны типа 8 объем $V_0 = 49615$ л и диаметр $D = 260$ см.

х) Москва, "Транспорт", 1972 г.

По табл. 2 находят, что при соотношении $\frac{V_i}{V_c} = \frac{36684}{49615} = 0,7394$ ему соответствует соотношение $\frac{h}{D} = 0,69$.

Следовательно, мелассу нужно налить до высоты

$$h = 260 \times 0,69 = 179 \text{ см}$$

Пример 2: Прибыла цистерна типа 8 грузоподъемностью 50 тонн. Высота уровня налива мелассы в ней равна 179 см. Удельная масса мелассы равна 1,363. Определить массу прибывшей мелассы.

Согласно табл. I диаметр (полная высота цилиндра) равен 260 см, а объем при этом уровне равен 49615 л.

Соотношение $\frac{h}{D} = \frac{179}{260} = 0,69$ и соответствующее ему (см.

табл. 2) соотношение $\frac{V_i}{V_c} = 0,7360$, откуда количество мелассы, налитой в цистерну, равно $49615 \times 0,7360 = 36517$ л
или $36517 \times 1,363 = 49773$ кг

5.3. Определение содержания сухих веществ.

5.3.1. Определение содержания сухих веществ производят лабораторным рефрактометром в растворе мелассы, разбавленной водой в отношении 1:1.

5.3.2. Разбавление мелассы в отношении 1:1 производят в специальном "Сосуде для разбавления сахарных продуктов методом 1:1" (ТУ-18-1-06-72).

Примечание. На спиртовых, дрожжевых заводах и заводах лимонной кислоты и других (кроме сахарных) при отсутствии указанных сосудов допускается разбавление мелассы в отношении 1:1 производить в стеклянных химических стаканах.

5.3.3. Проведение анализа:

а) с применением "Сосуда для разбавления сахарных продуктов методом 1:1" (ТУ-18-1-06-72).

На чашки технических весов помещают внутренний и наружный сосуды. В том случае, если их масса разная, уравновешивание сосудов на весах достигается специальной гирькой. Сосуды и гирьки должны быть пронумерованы. Затем во внутренний сосуд

помещают произвольное количество мелассы (около 50 г), устанавливают на чашку весов и добавляют воду в наружный сосуд до тех пор, пока не будет достигнуто равновесие. После этого снимают сосуды с чашек весов, и гирьку для перемешивания опускают в наружный сосуд. Затем внутренний сосуд осторожно опускают в наружный, герметически завинчивают крышку и прибор в собранном виде помещают в водяную баню, нагретую до 80°C. Прибор периодически встряхивают до полного растворения содержимого и равномерного перемешивания.

Затем сосуд с раствором мелассы охлаждают в воде до 20°C и определяют рефрактометром содержание сухих веществ. Удвоенное показание рефрактометра дает содержание видимых сухих веществ в процентах к массе мелассы;

б) с применением химических стаканов для разбавления мелассы.

На технических весах тарируют стакан со стеклянной палочкой и взвешивают в нем 50 г исследуемой мелассы; к навеске добавляют 30–35 мл горячей дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Смесь охлаждают до 20°C, доводят дистиллированной водой (20°C) до двойной массы мелассы (100 г), снова перемешивают и определяют в растворе содержание сухих веществ на рефрактометре при 20°C.

Если при снятии показаний рефрактометра температура раствора имела отклонение от стандартной (20°C), то в полученное значение необходимо ввести температурную поправку.

Содержание видимых сухих веществ в мелассе, выраженное в процентах, равно удвоенному показанию рефрактометра.

5.4. Определение прямой поляризации

5.4.1. Реактивы:

а) реактив Герлеса: Герлес I - азотнокислый свинец (340 г $Pb(N_2O_3)_2$ в 1 л водного раствора); Герлес II - едкий натр (32 г $NaOH$ в 1 л водного раствора);

б) аммоний фосфорнокислый однозамещенный;

в) гидросульфит натрия технический или бисульфит натрия технический.

5.4.2. Проведение анализа.

Две с половиной нормальные навески мелассы (65 г) при помощи теплой дистиллированной воды переводят без потерь в колбу емкостью 250 мл, где вместе с ополосками должно быть около 150 мл.

Полученный раствор охлаждают до 20°C и осветляют раствором Герлеса I (азотнокислого свинца) и Герлеса II (едкого натрия).

Осветлители сохраняются отдельно; на осветление расходуется по 30-50 мл каждого из растворов. Для лучшего эффекта осветления и для большей точности результатов анализа осветляющие реактивы должны задаваться по частям в 4-6 приемов. Процесс осветления осуществляют следующим образом: в колбу с раствором мелассы прибавляют 5-10 мл раствора Герлеса I и через 15-20 секунд 5-10 мл раствора Герлеса II, смесь перемешивают легким вращением колбы в течение 1,5-2,0 минут, затем опять в указанном порядке задают осветлители; так повторяют несколько раз, в зависимости от эффекта осветления.

Содержимое колбы доводят дистиллированной водой почти до метки, удаляют пену каплей эфира и доливают водой точно до метки при температуре 20°C. Приставшие к шейке колбы капельки воды вытирают фильтровальной бумагой, после чего взбалтывают содержимое колбы и фильтруют через сухой бумажный фильтр, вставленный в сухую воронку, которую покрывают сверху часовым стеклом. Фильтрат собирают в сухую коническую колбу. Первые капли фильтрата выливают. Если фильтрат мутный, то его возвращают на фильтр до тех пор, пока не получится совершенно прозрачный раствор.

В целях удаления избытка свинца на каждые 100 мл полученного фильтрата в колбу прибавляют 0,9 г сухого измельченного порошка однозамещенного фосфата аммония ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$). Для его растворения жидкость энергично взбалтывают, после чего прибавляют на каждые 100 мл фильтрата по 0,2 г гидросульфита ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) или бисульфита (NaHSO_3) натрия. Затем раствор перемешивают и оставляют на 20 минут, снова взбалтывают и фильтруют, согласно предыдущим указаниям.

Осветленный раствор наливают в трубку 200 мм и поляризуют в сахариметре при температуре 20°C. Для каждой пробы проводят не менее 3 отсчетов и принимают средний. Полученная

величина и есть прямая поляризация раствора, обозначаемая буквой П.

5.5. Определение инверсионной поляризации

50 мл фильтрата (соответствующие 13,0 г мелассы), полученного при определении прямой поляризации по п.5.4.2, переводят в колбу емкостью 100 мл, приливают туда же 30 мл раствора соляной кислоты (1 часть соляной кислоты уд. массы 1,19 и 5 частей воды по объему) и перемешивают содержимое вращательным движением колбы. В раствор опускают термометр и помещают колбу в водяную баню, предварительно нагретую до температуры 75°C. Колбу устанавливают не на дно бани, а на фарфоровую или металлическую вставку с круглыми вырезами.

Температуру воды в бане поддерживают в пределах 70-72°C, нагревая жидкость в колбе в течение 2,5-3 минут до 67-69°C, и поддерживают эту температуру точно в течение 5 минут.

По истечении 5 минут вынимают из бани колбу и быстро (в течение не более 2,5 мин.) охлаждают ее под краном до 20°C. Весь процесс инверсии должен быть проведен в течение 10 минут.

После охлаждения раствора вынимают и ополаскивают водой термометр, содержимое колбы доводят до метки, тщательно взбалтывают, фильтруют и поляризуют в трубке длиной 200 мм точно при 20°C. Целесообразно для этих целей применять поляриметрическую трубку с кожухом, через который пропускается вода с температурой 20°C. Удвоенное показание сахариметра дает инверсионную поляризацию, обозначаемую буквой И. В случае отклонения температуры при поляризации от 20°C следует вносить поправку на температуру по формуле

$$И_{20} = И_t - 0,0038 (П + И_t) \times (20 - t),$$

где И и П - инверсионная и прямая поляризация; t - температура в °C.

5.6. Определение содержания инвертного сахара (метод Оффнера)

5.6.1. Реактивы

а) Реактив Оффнера.

5 г перекристаллизованного медного купороса ($CuSO_4$) переводят в мерную колбу на 1 л и растворяют его в 50-60 мл дистиллированной воды.

В отдельном стакане смешивают 300 г мелкокристаллической сегнетовой соли, 10 г безводного углекислого натрия и 50 г двухзамещенного фосфорнокислого натрия, приливают 500 мл дистиллированной воды, подогретой до 50°C и перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой для ускорения растворения смеси солей. Полученный раствор переводят в мерную колбу с раствором медного купороса, перемешивают и охлаждают до температуры 20°C . Затем содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через двойной фильтр. Раствор должен быть совершенно прозрачный. Сохраняют его в склянке с притертой пробкой.

Примечание. Применяемая для приготовления раствора Оффнера сернокислая медь (CuSO_4) не должна быть загрязнена соединениями железа. В случае загрязнения этими соединениями реактив следует перекристаллизовать с добавлением соляной кислоты. Присутствие железа в CuSO_4 устанавливают следующим образом: 5 частей CuSO_4 растворяют в воде, добавляют несколько капель концентрированной азотной кислоты и кипятят. По охлаждении насыщают раствор аммиаком до тех пор, пока вся медь не перейдет в синий раствор, затем фильтруют и промывают разведенным аммиаком. Железо остается на фильтре в виде $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

б) 0,0323 н раствор гипосульфита натрия.

25 г кристаллического серноватистокислого натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (гипосульфита) растворяют в 1 л свежeproкипяченной охлажденной до 20°C дистиллированной воды, добавляют 0,1 г Na_2CO_3 и оставляют в покое на 6-7 дней в темном месте. Затем из этого раствора отбирают 323 мл в мерную колбу на 1 л, доливают до метки при 20°C свежeproкипяченной дистиллированной водой, перемешивают и устанавливают титр по 0,0323 н раствору двуххромовокислого калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (бихромат калия).

Установление титра.

Навеску двуххромовокислого калия 1,5839 г, перекристаллизованного и высушенного при $130-150^{\circ}\text{C}$, растворяют в мерной колбе емкостью в 1 л, доводят водой до метки при 20°C и перемешивают. Полученный раствор соответствует 0,0323 н.

В коническую колбу емкостью 250 мл с притертой пробкой

из бюретки отмеривают точно 20 мл 0,0323 н раствора двуххромовокислого калия, прибавляют 0,5 г йодистого калия, предварительно растворенного в 5 мл воды и 5 мл раствора серной кислоты 1:4. Колбу закрывают пробкой, смоченной раствором йодистого калия, и оставляют в темном месте в течение 10 мин. Затем прибавляют 50-60 мл воды, обмывая пробку водой, и титруют приготовленным раствором гипосульфита до зеленовато-желтого окрашивания, прибавляют 2 мл 0,5% растворимого крахмала и продолжают титровать до перехода синей окраски в светло-зеленую. Если на 20 мл 0,0323 н раствора двуххромовокислого калия расходуетя точно 20 мл приготовленного раствора гипосульфита, то последний считается точно 0,0323 н; если количество раствора гипосульфита, затраченное на титрование, отклоняется от 20 мл, то корректировку до требуемой нормальности (0,0323 н) производят обычными методами объемного анализа или вычисляют коэффициент нормальности раствора.

в) 0,0323 н раствор йода.

0,0323 н раствор йода готовят из заранее приготовленного приблизительно 0,1 н раствора йода. Для этого на технических весах взвешивают 12,7 г кристаллического йода, растворяют в водном растворе йодистого калия (25 г йодистого калия в 50-60 мл воды), разбавляют до 1 л свежeproкипяченной и охлажденной до 20°C дистиллированной водой. Жидкость перемешивают и хранят в склянке, хорошо закрытой пришлифованной пробкой. Из полученного раствора отбирают 323 мл в мерную колбу на 1 л, доводят до метки при 20°C свежeproкипяченной и охлажденной до 20°C дистиллированной водой, перемешивают и проверяют титр по строго 0,0323 н раствору гипосульфита. Корректировку титра раствора 0,0323 н йода производят обычными методами объемного анализа.

г) 0,5% раствор крахмала.

0,5 г растворимого крахмала прибавляют к 0,1 л кипящей воды (после удаления горелки) при помешивании палочкой.

5.6.2. Проведение анализа.

Из осветленного раствора, оставшегося после определения прямой поляризации (по п.5.4.2), отбирают пипеткой 10 мл (соответствующие 2,6 г мелассы), переводят в мерную колбу на

100 мл и доливают дистиллированной водой до метки. Отбирают пипеткой 25 мл разбавленного таким образом раствора (соответствующего 0,65 г мелассы), переводят в коническую колбу емкостью 150 мл и прибавляют 25 мл реактива Оффнера.

В смешанный раствор добавляют на кончике ножа немного талька в порошке или грубо измельченной пемзы. Колбу ставят на асбестовую сетку с вырезанным в центре отверстием диаметром около 6,5 см и нагревают на газовой горелке или спиртовке в течение 4-5 минут до начала кипения, затем уменьшают пламя так, чтобы оно едва касалось сетки и поддерживают умеренное кипение точно 7 минут, по истечении которых содержимое колбы охлаждают до 20°C в холодной воде, не взбалтывая, во избежание окисления осадка. При нагреве на электрической плитке кипение регулируют, включая и выключая плитку.

7,5 мл I и раствора соляной кислоты, отмеренного градуированным цилиндром, осторожно прибавляют по стенкам колбы в охлажденный раствор, чтобы растворить находящийся на стенках осадок, и сразу же после добавления кислоты прибавляют к испытуемому раствору из бюретки 20 мл 0,0323 н раствора йода.

Колбу закрывают стеклянной или корковой пробкой и оставляют на 2 минуты, периодически перемешивая содержимое колбы вращением.

Ровно через две минуты оттитровывают избыток йода в колбе 0,0323 н раствором гипосульфита. В конце титрования, когда раствор станет светло-желтым, в него добавляют 2,5 мл 0,5% крахмального раствора и титруют до перехода окраски от синей в зеленую или бронзовую.

Одновременно проводят контрольный опыт (с тем же количеством раствора мелассы, реактивов и йода, что и в основном опыте, но без кипячения) для установления поправки на окисляемость йодом веществ, находящихся в растворе.

5.6.3. Обработка результатов

По разности между количеством мл гипосульфита, пошедшего на титрование в рабочем и контрольном опытах, устанавливают количество связавшегося йода. Содержание инвертного сахара определяют из расчета, что 1 мл 0,0323 н раствора йода эквивалентен 1 мг инвертного сахара по формуле:

$$I_c = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 100}{100 \cdot H},$$

- где I_c - содержание инвертного сахара в мелассе, %;
 V_1 - объем 0,0323 н раствора серноватистокислого натрия в контрольном опыте, мл;
 V_2 - объем 0,0323 н раствора серноватистокислого натрия в рабочем опыте, мл;
 H - навеска мелассы, г.

Пример: На определение инвертного сахара к 25 мл раствора, полученного разведением в 10 раз (10:100) раствора, подготовленного для поляризации (соответствующего 0,65 г мелассы), прибавили 20 мл 0,0323 н раствора йода.

На титрование избытка йода затратили 13 мл 0,0323 н раствора гипосульфита. На то же количество йода в контрольном опыте израсходовали 16,8 мл гипосульфита. Следовательно, количество йода, вступившего в реакцию $16,8 - 13,0 = 3,8$ мл, т.е. в 0,65 г мелассы содержится 3,8 мг инвертного сахара или в процентах к массе мелассы

$$I_c = \frac{(16,8 - 13,0) \cdot 100}{1000 \cdot 0,65} = 0,58\%$$

5.7. Расчет сахаристости (суммы сбраживаемых сахаров).

Сахаристость (сумму сбраживаемых сахаров) рассчитывают по формуле:

$$\sum C_{\text{сбр}} = 0,68\Pi + 0,96И + 0,80 I_c,$$

где $\sum C_{\text{сбр}}$ - сахаристость мелассы, %;

Π и $И$ - абсолютные значения прямой и инверсионной поляризаций, определенные по п.п.5.4 и 5.5 настоящей инструкции;

I_c - содержание инвертного сахара, определенное химическим методом по п.5.6 настоящей инструкции, %.

Пример: $\Pi = 48,0$; $И = 14,5$; $t = 20^\circ\text{C}$; $I_c = 1,0\%$

$$\sum C_{\text{сбр}} = 0,68\Pi + 0,96И + 0,80 I_c = 0,68 \cdot 48,0 + 0,96 \cdot 14,5 + 0,80 \cdot 1,0 = 47,36\%.$$

5.8. Определение реакции мелассы, pH

Реакцию мелассы (pH) определяют с помощью лабораторных

pH-метров со стеклянными электродами.

В стеклянный стаканчик емкостью 50 мл наливают пробу мелассы (разбавленной нейтральной водой в соотношении 1:1 по способу, изложенному в п.5.3.7, подпункте б) настоящей инструкции), не доливая до верха, и погружают электроды pH-метра в мелассу. Показания pH-метра записывают по истечении 5 минут после погружения электродов.

5.9. Для более полной оценки качества поступившей мелассы завод-получатель может определить содержание сахарозы и раффинозы в ней по формулам:

$$\text{Сах.} = \frac{0,5124 (\Pi + 0,31 \text{ Ис}) + (\text{И} - 0,31 \text{ Ис})}{0,8474}$$

$$\text{Р} = \frac{(\Pi + 0,31 \text{ Ис}) - \text{Сах.}}{1,852},$$

где Сах. и Р - содержание сахарозы и раффинозы в мелассе, %;
Π и И - абсолютные значения прямой и инверсионной поляризаций, определяемые по п.п.5.4 и 5.5 настоящей инструкции;

0,31 Ис - поправка на вращательную способность инвертного сахара (Ис), определяемого химическим методом по п.5.6 настоящей инструкции.

Пример: Π = 48,0; И = 14,5; t = 20°C; Ис = 1,0%

$$\text{Сах.} = \frac{0,5124(48,0 + 0,31 \cdot 1,0) + (14,5 - 0,31 \cdot 1,0)}{0,8474} = 45,96\%$$

$$\text{Р} = \frac{(48,0 + 0,31 \cdot 1,0) - 45,96}{1,852} = 1,27\%$$

6. ПОРЯДОК РАСЧЕТОВ ЗА ОТГРУЖЕННУЮ МЕЛАССУ

6.1. К счету на мелассу, отгруженную в течение суток в один адрес, завод-отправитель должен приложить сертификат (помимо сертификата, приложенного к железнодорожной накладной на каждую цистерну) с указанием в нем:

а) результатов проверки качества мелассы (по всем показателям, указанным в п. 5.1.5 настоящей инструкции);

б) номеров цистерн и других емкостей, от которых составлена средняя проба.

6.2. Меласса, поступившая на завод-получатель, приходится в книге учета с отражением ее качественных показателей в следующем порядке:

а) мелассу, поступившую с сертификатами завода-отправителя, с отклонением по качеству против анализа завода-получателя в пределах допустимых отклонений по сахаристости, хотя по ним претензии заводу-отправителю не предъявляются, приходят по данным анализа завода-получателя;

б) мелассу, поступившую с сертификатами завода-отправителя, в которых показаны данные, имеющие расхождения по качеству с данными анализа завода-получателя сверх допустимых отклонений при анализе, до получения результатов арбитражного анализа приходят по данным анализа завода-получателя.

Изменение записей по приходованию качества мелассы в книге учета по такой партии производится по получении результатов арбитражного анализа или согласованного решения сторон или же решения Арбитража;

в) завод-получатель должен отражать в учете качество поступившей мелассы с сертификатом средней пробы не позднее 5-дневного срока после прибытия последней цистерны с мелассой.

6.3. Оплату за качество отгружаемой мелассы производят по сахаристости (сумме сбраживаемых сахаров).

6.4. Допустимое расхождение между сахаристостью по анализам завода-отправителя и анализами завода-получателя принимается равным $\pm 0,7\%$ к массе мелассы.

При расхождении между данными завода-отправителя и завода-получателя, не превышающем нормы допуска, для расчета принимаются данные анализа завода-отправителя.

Если же полученное расхождение превышает эту норму допуска, то завод-получатель обязан в 5-дневный срок сообщить соответствующему заводу-отправителю результаты анализа принятой мелассы по всем показателям.

В случае, если завод-получатель не пошлет извещения

о расхождении в анализах заводу-отправителю, то расчет за мелассу производится по анализу завода-отправителя, независимо от того, что получатель направил пробы на арбитражный анализ.

6.5. Завод-отправитель после получения извещения обязан в 5-дневный срок рассмотреть претензию завода-получателя и сообщить ему свои обоснованные возражения.

6.6. При наличии расхождений между данными сертификата отправителя и данными анализа получателя и возражения отправителя, завод-получатель в трехдневный срок со времени получения возражения отправителя, а завод-отправитель в трехдневный срок со дня отправления возражения направляют свои пробы в соответствующую групповую лабораторию для арбитражного анализа.

Если поставщик и получатель находятся в разных союзных республиках пробы мелассы необходимо направлять на арбитражный анализ во Всесоюзный научно-исследовательский институт сахарной промышленности (ВНИИСП) или лабораторию по химико-техническому контролю Росглавсахара.

В случае неполучения от завода-отправителя в декадный срок указанной пробы групповая лаборатория (ВНИИСП или лаборатория по химико-техническому контролю Росглавсахара) производит анализ по пробе мелассы завода-получателя.

При направлении проб в групповую лабораторию (ВНИИСП или лабораторию по химико-техническому контролю Росглавсахара) получатель и отправитель в сопроводительном письме обязаны сообщить данные, указанные на этикетке бутылок с пробами согласно п.п. 5.1.4 и 5.1.8 настоящей инструкции.

Получатель, кроме этого, при отправке проб одновременно высылает копию письма отправителя о несогласии с анализом получателя.

6.7. Групповая лаборатория (ВНИИСП или лаборатория по химико-техническому контролю Росглавсахара) в декадный срок со дня получения проб производит анализы и сообщает результаты их получателю и отправителю.

В случае, если расхождения между анализами групповой лаборатории (ВНИИСПа или лаборатории по химико-техническому контролю Росглавсахара) и анализами как получателя, так и отправителя превышают установленный допуск ($\pm 0,7\%$), заинтересованные заводы должны расследовать причины больших расхождений

и принять согласованное решение.

В случае несогласия сторон споры разрешаются Арбитражем.

6.8. По получении анализа из групповой лаборатории (ВНИИСП или лаборатории по химико-техническому контролю Росглавсахара) бухгалтерия получателя обязана в 5-дневный срок составить рекламацию на расхождение в качестве мелассы (рефракцию или бонификацию) и направить ее отправителю с одновременным выставлением счета на сумму причитающейся рефракции. Отправитель выставляет счет на причитающуюся бонификацию в 5-дневный срок по получении рекламации от получателя.

Приложения

Таблица I

Выписка из таблиц калибровки железно-
дорожных цистерн

Москва "Транспорт", 1972 г.

Тип цистер- ны	Диаметр, мм	Объем цилиндри- ческой части, л	Грузоподъем- ность, т
I	2	3	4
I	2210	30600	31,0
2	2203	30420	31,0
3	-	-	-
4	-	-	-
5	2600	49310	50,0
6	2586	49105	50,0
7	2586	49350	50,0
8	2600	49615	50,0
9	2607	49880	50,0
10	2586	49205	50,0
11	2593	49475	50,0
12	2600	49735	50,0
13	2607	49880	50,0
14	2586	49245	50,0
15	2593	49490	50,0
16	2600	49755	50,0
17	2607	50020	50,0
18	2586	49065	50,0
19	2593	49310	50,0
20	2600	49580	50,0
21	2607	49840	50,0
22	2600	49610	50,0
23	2600	49845	50,0
24	2600	49700	50,0
25	2800	57880	60,0
25a	2800	-	-
26	2805	58080	60,0
26a	2805	-	-

Продолжение таблицы I

I	2	3	4
27	2795	57665	60
27a	2795	-	-
28	2998	95780	90
29	3003	96100	90
30	2800	58045	60
3I	3000	131790	120
32	1998	29860	30
33	2002	29980	30
34	2000	26230	26
35	-	-	-
36	2600 (с змеев.)	49150	50
37	1890	26505	27
38	2190	32605	33
39	2200	32895	33
40	2193	24705	25
4I	2200	24865	25
42	2193	24855	25
43	2200	25015	25
44	2200	25165	25
45	2200	25395	25
46	2200 (с змеев.)	24765	25
47	2186	24420	25
48	2193	24580	25
49	2200	24735	25
50	2207	24890	25
5I	2200	24640	25
52	2184	24475	25
53	3000	67260	60
54	2197,5	34570	33
55	2203	34830	33
56	3000	89015	90
57	2414	43960	46
58	2417	41750	42
59	3000	67300	60
60	2410	43050	52

Таблица 2.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЪЕМА ЖИДКОСТИ В ЛЕЖАЧИХ
ЦИСТЕРНАХ ПО МЕЙЕРСБЕРГУ И ФУКСУ

$\frac{h}{D}$	$\frac{V_1}{V_0}$	$\frac{h}{D}$	$\frac{V_1}{V_0}$	$\frac{h}{D}$	$\frac{V_1}{V_0}$	$\frac{h}{D}$	$\frac{V_1}{V_0}$
0,01	0,0017	0,26	0,2066	0,51	0,5127	0,76	0,8155
0,02	0,0048	0,27	0,2178	0,52	0,5255	0,77	0,8262
0,03	0,0087	0,28	0,2292	0,53	0,5382	0,78	0,8369
0,04	0,0134	0,29	0,2407	0,54	0,5509	0,79	0,8473
0,05	0,0187	0,30	0,2523	0,55	0,5626	0,80	0,8576
0,06	0,0245	0,31	0,2640	0,56	0,5762	0,81	0,8677
0,07	0,0308	0,32	0,2759	0,57	0,5888	0,82	0,8776
0,08	0,0375	0,33	0,2878	0,58	0,6014	0,83	0,8873
0,09	0,0446	0,34	0,2998	0,59	0,6140	0,84	0,8967
0,10	0,0520	0,35	0,3119	0,60	0,6265	0,85	0,9059
0,11	0,0598	0,36	0,3241	0,61	0,6389	0,86	0,9149
0,12	0,0680	0,37	0,3364	0,62	0,6513	0,87	0,9236
0,13	0,0764	0,38	0,3487	0,63	0,6636	0,88	0,9320
0,14	0,0851	0,39	0,3611	0,64	0,6759	0,89	0,9402
0,15	0,0941	0,40	0,3735	0,65	0,6881	0,90	0,9480
0,16	0,1033	0,41	0,3860	0,66	0,7002	0,91	0,9554
0,17	0,1127	0,42	0,3986	0,67	0,7122	0,92	0,9625
0,18	0,1224	0,43	0,4112	0,68	0,7241	0,93	0,9692
0,19	0,1323	0,44	0,4238	0,69	0,7360	0,94	0,9755
0,20	0,1424	0,45	0,4364	0,70	0,7477	0,95	0,9813
0,21	0,1517	0,46	0,4491	0,71	0,7593	0,96	0,9866
0,22	0,1651	0,47	0,4618	0,72	0,7708	0,97	0,9913
0,23	0,1738	0,48	0,4745	0,73	0,7822	0,98	0,9942
0,24	0,1845	0,49	0,4873	0,74	0,7934	0,99	0,9983
0,25	0,1955	0,50	0,5000	0,75	0,8045	1,00	1,0000

ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр.
1. ВВЕДЕНИЕ	3
2. ПРАВИЛА ХРАНЕНИЯ МЕЛАССЫ	3
3. ПОРЯДОК ОТГРУЗКИ МЕЛАССЫ	5
4. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ МЕЛАССЫ	6
5. МЕТОДЫ АНАЛИЗА	7
5.1. Отбор проб	7
5.2. Определение массы мелассы в цистернах замерно-калибровочным методом	11
5.3. Определение содержания сухих веществ	13
5.4. Определение прямой поляризации	14
5.5. Определение инверсионной поляризации	16
5.6. Определение содержания инвертного сахара (метод Оффнера)	16
5.7. Расчет сахаристости (суммы сбраживаемых сахаров)	20
5.8. Определение реакции мелассы, рН	20
6. ПОРЯДОК РАСЧЕТОВ ЗА ОТГРУЖЕННУЮ МЕЛАССУ	21
ПРИЛОЖЕНИЯ	25

Адрес ЦНИИТЭИпищепрома: Москва, Г-69, ул. Воровского, 22

Подписано к печати 18/XII-75 г. Л-41097

Формат 60x90/16

Объем п л 1,75

Уч.-изд. л. 1,5

Тираж 5000 экз. Цена 15 коп. Изд. № 1007

Зак. 1896

Типография ЦНИИТЭИпищепрома