

УДК 663.5:543.92

Кузьмін О.В., Ловягін О.М. (ТОВ «Олімп-Сприяння», Донецьк),

Кузьмин В.В. (ЗАТ «БВЗ», Бахчисарай),

Топольник В.Г., д-р техн. наук, проф. (ДонНУЕТ, Донецьк)

ВИЗНАЧЕННЯ ОПТИМАЛЬНИХ УМОВ ПРИГОТУВАННЯ СОРТІВКИ ЗА ОРГАНОЛЕПТИЧНИМИ ПОКАЗНИКАМИ ЯКОСТІ ГОРІЛКИ

У статті досліджено методика обробки експериментальних досліджень щодо визначення оптимальних умов приготування водно-спиртових розчинів (сортівок) за органолептичними властивостями. Отримано математичну модель для прогнозування органолептичних властивостей горілок на ранніх стадіях виробництва.

Ключові слова: горілка, водно-спиртовий розчин, планування експерименту, органолептичні властивості.

Одна з проблем лікєро-горілкової галузі - стабілізація якості горілки залежно від характерних особливостей виробництва горілки, властивостей спирту та технологічної води, які на кожному виробництві не постійні.

Нами [1-3] вивчався вплив окремо технологічної води та спирту на фізико-хімічні властивості горілки. З'ясовано, що для приготування горілки на конкретному підприємстві, надходить спирт і вода з непостійними показниками. Показники спирту залежать від заводу-постачальника, води - від місця розташування її природного джерела, пори року, способу технологічної її обробки, співвідношення часток води різної обробки. При цьому дійшли до висновку, що фізико-хімічні властивості технологічної води лінійно змінюються залежно від пропорції - пом'якшена : зворотноосмотична.

Відомо, що процес розчинення спирту у воді екзотермічний. Його кінетичні показники, а також кінцеві характеристики розчину (сортівки) залежать від температурних умов процесу приготування. Для оцінки органолептичних показників горілки потрібно, щоб весь комплекс компонентів відповідав вимогам нормативної документації до фізико-хімічних показників.

Враховуючи вищевикладене, метою роботи було знаходження математичної моделі залежності органолептичних властивостей горілок від умов приготування сортівки на ранніх стадіях технологічного процесу.

Для досягнення поставленої мети нами був спланований екстремальний експеримент за методом Бокса-Уїлсона [4].

У таблиці 1 наведено область варійованих факторів, згідно з апіорною інформацією, та можливими умовами здійснення реального виробничого процесу. Параметр оптимізації y_j – органолептичні показники сортівки, які визначалися спеціалістами-дегустаторами лікєро-горілкового заводу.

Було реалізовано полурепліку 4-х факторного експерименту. Методику обробки експериментальних досліджень було взято за основу згідно з [5-8]. Результати експерименту з двократною повторністю дослідів наведено в таблиці 2.

Таблиця 1 – Область факторного простору експерименту

Чинник		Найменування чинника	Розмірність	Рівні параметра			
				Верхній	Нижній	Нульовий	Крок
				+1	-1	0	-
$T_{вод.}$	x_1	Температура води	K	298	284	291	7
$T_{сп.}$	x_2	Температура спирту	K	298	284	291	7
A	x_3	Пропорція технологічної води	%	50	10	30	20
τ	x_4	Час перемішування	c	1500	900	1200	300

Таблиця 2 – Результати дегустаційної оцінки сортівки під час реалізації дробового факторного експерименту 2^{4-1}

№ досліду	План експерименту				Дегустаційні оцінки			Дисперсія
	x_1	x_2	x_3	x_4	y_1	y_2	$\bar{y}_j$	S_j^2
1	-1	-1	-1	-1	9,37	9,38	9,375	0,00005
2	1	-1	-1	1	9,36	9,35	9,355	0,00005
3	-1	1	-1	1	9,44	9,44	9,440	0,00000
4	1	1	-1	-1	9,42	9,43	9,425	0,00005
5	-1	-1	1	1	9,5	9,52	9,510	0,00020
6	1	-1	1	-1	9,48	9,46	9,470	0,00020
7	-1	1	1	-1	9,48	9,5	9,490	0,00020
8	1	1	1	1	9,47	9,46	9,465	0,00005

Для кожного рядка матриці за результатами n паралельних дослідів розраховували:

- середнє арифметичне значення параметра оптимізації - $\bar{y}_j$:

$$\bar{y}_j = \frac{1}{n} \sum_{u=1}^n y_{ju}, \quad (1)$$

де u – номер паралельного дослідів;

y_{ju} – значення параметру оптимізації в u -му паралельному досліді j -го рядка матриці;

- дисперсію S_j^2 дослідів:

$$S_j^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{u=1}^n (y_{ju} - \bar{y}_j)^2. \quad (2)$$

За допомогою F -критерію Фішера перевіряли однорідність найбільшої $S_{\max}^2$, та найменшої $S_{\min}^2$ дисперсій:

$$F_p = \frac{S_{\max}^2}{S_{\min}^2} = 4. \quad (3)$$

Оскільки табличне значення $F_{\text{табл.}}$ для ступеня свободи $f_1=f_2=1$ і прийнятого рівня значущості $\alpha=0,05$ дорівнює 164,4, тобто більше за розрахункове, то гіпотеза про однорідність дисперсій не відкидається.

Однорідність ряду дисперсій перевіряли за допомогою G -критерію Кохрена:

$$G_p = \frac{S_{\max}^2}{S_1^2 + S_2^2 + \dots + S_N^2} = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{j=1}^N S_j^2} = 0,25. \quad (4)$$

Табличне значення цього критерію при $\alpha=0,05$ і ступенях свободи $f_1=1$ і $f_2=8$ дорівнює 0,68. Оскільки табличне значення критерію більше за розрахункове, то дисперсії рядків однорідні.

Дисперсію параметра оптимізації S_y^2 визначали за формулою:

$$S_y^2 = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N S_j^2 = 0,0001. \quad (5)$$

Дисперсію коефіцієнтів регресії S_{bi}^2 визначали за формулою:

$$S_{bi}^2 = \frac{S_y^2}{nN} = 0,00000625, \quad (6)$$

де N – кількість дослідів або кількість рядків матриці планування.

Розраховували помилку при визначенні коефіцієнта регресії S_{bi} :

$$S_{bi} = +\sqrt{S_{bi}^2} = 0,0025. \quad (7)$$

Довірчий інтервал Δb_i знаходили за формулою:

$$\Delta b_i = \pm t \cdot S_{bi} = 0,00575, \quad (\text{при } \alpha=0,05 \text{ і } f=8) \quad (8)$$

де t – табличне значення критерію Стюдента при прийнятому рівні значущості і числі ступенів свободи f , за яким визначали S_y^2 .

За результатами експерименту обчислювали коефіцієнти моделі. Вільний член b_0 визначається за формулою:

$$b_0 = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N y_j. \quad (9)$$

Коефіцієнти регресії визначається за формулою:

$$b_i = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N x_i y_j. \quad (10)$$

Перевіряли кожен коефіцієнт на значущість, порівнюючи з довірчим інтервалом Δb_i :

$b_0 = 9,4438 > \pm 0,00575$ – значущий;
 $b_1 = -0,0113 > \pm 0,00575$ – значущий;
 $b_2 = 0,0138 > \pm 0,00575$ – значущий;
 $b_3 = 0,0413 > \pm 0,00575$ – значущий;
 $b_4 = 0,0013 < \pm 0,00575$ – незначущий.

Таким чином, рівняння має вигляд:

$$y = 9,4438 - 0,0113x_1 + 0,0138x_2 + 0,0413x_3. \quad (11)$$

Для кожного рядка матриці (таблиця 2) знайдемо розрахункові значення $\mathfrak{E}_j$. Для цього, в отримане рівняння (11) підставляємо кодовані значення для кожного x , і здобуті значення вносимо до таблиці 3.

Таблиця 3 – Розрахункові дані для обчислення дисперсії адекватності

№ до- свіду	Порядок реалізації	x_1	x_2	x_3	x_4	$\bar{y}_j$	$\mathfrak{E}_j$	$\Delta y = (\bar{y}_j - \mathfrak{E}_j)$	Δy^2
1	13, 07	-1	-1	-1	-1	9,38	9,40	-0,02	0,0004
2	04, 10	1	-1	-1	1	9,36	9,38	-0,02	0,0004
3	03, 02	-1	1	-1	1	9,44	9,43	0,01	0,0001
4	15, 01	1	1	-1	-1	9,43	9,41	0,02	0,0004
5	08, 14	-1	-1	1	1	9,51	9,48	0,03	0,0009
6	16, 12	1	-1	1	-1	9,47	9,46	0,01	0,0001
7	09, 06	-1	1	1	-1	9,49	9,51	-0,02	0,0004
8	05, 11	1	1	1	1	9,47	9,49	-0,02	0,0004

Дисперсію адекватності визначали за формулою:

$$S_{ad}^2 = \frac{\sum_{j=1}^N (\bar{y}_j - \mathfrak{E}_j)^2}{N - m} = 0,75 \cdot 10^{-3}, \quad (12)$$

де $\bar{y}_j$ – експериментальне значення параметра в j -му досліді;

$\mathfrak{E}_j$ – розрахункове значення параметра оптимізації для j -го досліді;

m – число значущих коефіцієнтів рівняння, враховуючи b_0 .

Здійснюємо перевірку адекватності рівняння за допомогою F - критерію Фішера:

$$F_p = \frac{S_{ad}^2}{S_y^2} = 7,5. \quad (13)$$

Оскільки табличне значення критерію Фішера $F_{табл.}$ при $\alpha=0,05$, $f_1=4$ і $f_2=8$ дорівнює $F=3,84$ і менше за розраховане, то рівняння (11) не адекватне.

Приймаємо рішення - ввести в рівняння (11) члени взаємодії x_1x_3 , x_2x_3 , коефіцієнти яких виявилися більше довірчого інтервалу, $b_{13} = -0,0037$, $b_{23} = -0,0187$.

Тоді математична модель органолептичних показників сортівки має вигляд:

$$y = 9,4438 - 0,0113x_1 + 0,0138x_2 + 0,0413x_3 - 0,0037x_1x_3 - 0,0187x_2x_3. \quad (14)$$

Для кожного рядка матриці знайдемо розрахункові значення $\bar{y}_j$ і внесемо в таблицю 4.

Таблиця 4 – Розрахункові дані для обчислення дисперсії адекватності

№ дос- ліду	x_1	x_2	x_3	x_4	x_1x_3	x_2x_3	$\bar{y}_j$	$\bar{y}_j$	$\Delta y = (\bar{y}_j - \bar{y}_j)$	Δy^2
1	-1	-1	-1	-1	1	1	9,38	9,378	0,002	0,000004
2	1	-1	-1	1	-1	1	9,36	9,362	-0,002	0,000004
3	-1	1	-1	1	1	-1	9,44	9,443	-0,003	0,000009
4	1	1	-1	-1	-1	-1	9,43	9,427	0,003	0,000009
5	-1	-1	1	1	-1	-1	9,51	9,505	0,005	0,000025
6	1	-1	1	-1	1	-1	9,47	9,475	-0,005	0,000025
7	-1	1	1	-1	-1	1	9,49	9,495	-0,005	0,000025
8	1	1	1	1	1	1	9,47	9,465	0,005	0,000025

За формулою (12) розраховуємо дисперсію адекватності:

$$S_{ad}^2 = \frac{(\sum \Delta y^2)}{8-6} = \frac{0,000126}{2} = 0,063 \cdot 10^{-3}.$$

Для перевірки адекватності рівняння (14) розрахуємо F - критерій Фішера за формулою (13):

$$F_p = \frac{0,063 \cdot 10^{-3}}{0,1 \cdot 10^{-3}} = 0,63. \quad (15)$$

Оскільки табличне значення критерію Фішера $F_{табл.}$ при $\alpha=0,05$, $f_1=2$ і $f_2=8$ дорівнює $F=4,46$ і більше за розрахункове, то рівняння (14) адекватне.

Як видно з даних таблиці 4, умови проведення приготування сортівки в досліді №5 дозволили отримати більш високі органолептичні властивості сортівки. Інтерпретація впливу досліджених факторів на параметр оптимізації наведено в таблиці 5, враховуючи значення коефіцієнтів регресії та знаків при чинниках.

Для покращення органолептичних властивостей сортівки необхідно підвищити кількість пом'якшеної води відповідно зворотноосмотичній, підвищувати температуру спирту та понижати температуру технологічної води.

Рівняння регресії (14) незручне для інтерпретації отриманих результатів і практичних розрахунків, тому його перетворюємо за формулами переходу від кодованих значень (x_1, x_2, x_3, x_4) і їх взаємодій до натуральних значень чинників ($T_{вод.}$, $T_{сп.}$, A , τ):

$$x_j = \frac{\tilde{x}_j - \tilde{x}_{j0}}{I_j}, \quad (16)$$

де x_j – кодоване значення чинника;
 $\tilde{x}_j$ – натуральне значення чинника;
 $\tilde{x}_{j0}$ – натуральне значення основного рівня;
 I_j – інтервал варіювання;
 j – номер чинника/

Таблиця 5 – Інтерпретація впливу чинників на параметр оптимізації «органолептичні властивості» сортівки в кодованих значеннях

Напрямок параметру оптимізації	Температура води, К	Температура спирту, К	Пропорція води, %	Час перемішування, с	Формула, в кодованих значеннях
	x_1	x_2	x_3	x_4	
Збільшення ($\uparrow$)	$\downarrow$	$\uparrow$	$\uparrow$	не впливає	$y = \left(944,38 - 1,13x_1 + 1,38x_2 + 4,13x_3 - 0,37x_1x_3 - 1,87x_2x_3 \right) \cdot 10^{-2}$
Зменшення ($\downarrow$)	$\uparrow$	$\downarrow$	$\downarrow$	не впливає	$y = \left(944,38 + 1,13x_1 - 1,38x_2 - 4,13x_3 + 0,37x_1x_3 + 1,87x_2x_3 \right) \cdot 10^{-2}$

Таким чином, чинники в натуральних величинах мають значення:

$$x_1 = \frac{T_{\text{вод}} - 291}{7}; \quad x_2 = \frac{T_{\text{сп}} - 291}{7}; \quad x_3 = \frac{A - 30}{20}; \quad x_4 = \frac{\tau - 1200}{300}. \quad (17)$$

Перетворимо відносини (17), з урахуванням коефіцієнтів регресії рівняння (14):

$$\begin{aligned} x_1 &= (0,1429T_{\text{вод}} - 41,5839); \\ x_2 &= (0,1429T_{\text{сп}} - 41,5839); \\ x_3 &= (0,05A - 1,5); \\ x_4 &= (0,0033\tau - 3,96); \\ x_1x_3 &= (0,007145T_{\text{вод}}A - 0,21435T_{\text{вод}} - 2,0792A + 62,3758); \\ x_2x_3 &= (0,007145T_{\text{сп}}A - 0,21435T_{\text{сп}} - 2,0792A + 62,3758). \end{aligned}$$

Таким чином, рівняння (14) має такий вигляд:

$$y = 7,88068 - 0,000822T_{\text{вод}} + 0,00598T_{\text{сп}} + 0,048639A - 0,000026T_{\text{вод}}A - 0,000134T_{\text{сп}}A. \quad (18)$$

Рівняння (18) описує в натуральних значеннях параметр оптимізації - органолептичні властивості сортівки залежно від умов проведення експерименту.

Вплив кожного чинника на отримання продукту з найкращими показниками можна розглянути на прикладі кодованих значень (таблиця 5).

Найбільш важливими умовами для покращення органолептичних властивостей є пропорція технологічної води (пом'якшена : зворотноосмотична) і температура спирту. Оптимальні їх натуральні значення при приготуванні сортівки повинні бути відповідно 50%, температура води та спирту в інтервалі 11...15°C.

Висновки

Приготування сортівки є одним із важливих етапів технологічного процесу виробництва горілки, що гарантує якість готової продукції.

Визначено оптимальні умови приготування сортівки. Пропорції між пом'якшеною водою і водою зворотноосмотичною повинні дорівнювати 50% : 50%, температура технологічної води і спирту, що змішуються повинні бути в інтервалі 11...15°C.

Подальші дослідження будуть спрямовані на технічне забезпечення стабільної температури води, спирту та сортівки.

Література

1. Топольник, В. Г. Стабільність показників якості спирту етилового ректифікованого для лікєро-горілочного виробництва [Текст] / В. Г. Топольник, Н. Б. Федорова, О. В. Кузьмін // Проблеми розвитку та упровадження систем управління якістю в регіоні : III регіон. наук.-практ. і студ. конф., 2006 р., трав., Донецьк : [матеріали]. – Донецьк: ДонНТУ, 2006. – С. 108-113.
2. Топольник, В. Г. Вплив мікроелементного складу технологічної води на органолептичні властивості горілки [Текст] / В. Топольник, О. Кузьмін // Актуальні

проблеми харчування: технологія та обладнання, організація і економіка : V Міжнар. наук.-техн. конф., Святогірськ, 2007 р., верес. : [тези доп.]. – Донецьк: ДонНУЕТ, 2007. – С. 123-124.

3. Фізико-хімічні показники води для лікєро-горілочного виробництва [Текст] / В. Г. Топольник [та ін.] // Обладнання та технології харчових виробництв : темат. зб. наук. пр. – 2007. – Вип. 16. – С. 186-192.
4. Планування експериментального дослідження з пошуку оптимальних умов приготування водно-спиртових розчинів у лікєро-горілочному виробництві [Текст] / В. Г. Топольник [та ін.] // Вісник ДонНУЕТ. Сер. : Техн. науки. – 2008. – №1(37). – С. 104-109.
5. Налимов, В. В. Применение математической статистики при анализе веществ [Текст] / В. Налимов. – М. : Гос. изд-во физ.-мат. лит., 1960. – 430 с.
6. Адлер, Ю. П. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий [Текст] / Ю. П. Адлер, Е. В. Маркова, Ю. В. Грановский. – М. : Наука, 1976. – 280 с.
7. Спиридонов, А. А. Планирование эксперимента при исследовании технологических процессов [Текст] / А. Спиридонов. – М. : Машиностроение, 1981. – 184 с.
8. Голубцова, Е. С. Статистические методы исследования конструкционной керамики [Текст] : моногр. / Е. С. Голубцова, Б. А. Каледин. – Минск : Техно-принт, 2004. – 259 с.