

УДК 663.6, 628.16.081.32, 628.16.162.1

ВИЗНАЧАННЯ АКТИВНОСТІ АКТИВНОГО ВУГІЛЛЯ ЗА ЛУЖНІСТЮ ВОДНОГО НАСТОЮ У ВИРОБНИЦТВІ НАПОЇВ

ОЛІЙНИК С.І., канд. техн. наук

Національний університет харчових технологій, м. Київ

КОВАЛЬЧУК В.П., канд. техн. наук

ДНУ „Український науково-дослідний інститут спирту та біотехнології продовольчих продуктів”, м. Київ

Для проведення належного оперативного контролю під час сорбційного очищення води питної та водно-спиртових сумішей стандартизовано метод контролювання активності активного вугілля за лужністю водного настою. Впровадження національного стандарту ДСТУ 7417:2013 «Вугілля активне для лікєро-горілчаного виробництва. Метод визначання лужності водного настою» дасть змогу більш чітко визначати та контролювати ведення виробничого процесу, що сприятиме підвищенню ефективності роботи підприємств харчової промисловості.

For the proper operational controls during the sorption of drinking water and water-alcohol mixtures standardized method of controlling the activity of activated carbon for water alkalinity infusion. The introduction of a National Standard 7417: 2013 "Coal active for liquor production. Method for determination of alkaline water infusion will help to more clearly define and monitoring the conduct of the production process that will increase the efficiency of the food industry.

Ключові слова: вугілля, лужність, активність, випробовування, водний настій, метрологічні характеристики.

Для очищення води від органічних домішок та оброблення водно-спиртових сумішей (сортівок) лікєро-горілчаного виробництва необхідно правильно вибрати якісне активне вугілля [1, 2]. Згідно з ТР У 18.5084-96 [3], ТР 18 Україна 4180-93 [4] воду питну та сортівку обов'язково фільтрують крізь шар активного вугілля. Одними з критеріїв оцінювання його якості є лужність водного настою, яка регламентується вимогами ТР У 18.5084-96 [3] та ТР 18 Україна 4180-93 [4].

Значення показника лужності водного настою дає змогу визначити:

- рівень спрацьованості активного вугілля в процесі оброблення води та водно-спиртової суміші,
- каталітичну активність активного вугілля, що характеризує можливу залишкову кількість альдегідів у обробленій активним вугіллем сортивці, реакції окиснення спиртів, етерифікацію кислот та омилення естерів.

Необхідність удосконалення методу визначання лужності водного настою обумовлено створенням комплексної науково-обґрунтованої нормативної бази для одержання достовірної інформації стосовно експертної оцінки продуктів харчування відповідно до Регламенту № 178/2002 Ради Європейського Парламенту від 28.01.2002 р. щодо встановлення загальних принципів та вимог законодавства щодо харчових продуктів, створення Європейського органу з питань безпеки харчових продуктів та встановлення процедур у галузі безпеки харчових продуктів, який регламентує що для більш усестороннього та комплексного підходу до безпеки харчових продуктів необхідно мати широко визначене законодавство про харчові продукти з охопленням широкого діапазону положень з прямим чи побічним впливом на безпеку харчових продуктів, включаючи положення про матеріали, що контактують з харчовими продуктами.

Удосконалення методики визначання та розроблення національного стандарту було обумовлено необхідністю визначання якості активного вугілля, яке використовується у водоготуванні та під час оброблення водно-спиртових сумішей (сортівок) лікєро-горілчаного виробництва, за лужністю водного настою.

ДСТУ 3297:95 [5] регламентує адсорбційну активність вугілля за основними оксидами (лужність водного настою активного вугілля) - об'єм розчину с(НСІ), що використовується на титрування 100 см³ дистильованої води, обробленої 20 г активного вугілля.

Контролювання якості активного вугілля на цей час здійснюють за методиками визначання лужності, за тестом Шульмана та Бабкової, згідно з Інструкціями [6, 7].

Аналіз показав, що у цих методиках відсутні вимоги:

- до реактивів і приладів, які необхідні для проведення випробовування,
- до умов з підготування проби активного вугілля до випробовувань,

- до точного порядку проведення випробовувань,
- до опрацювання та контролювання результатів, метрологічних характеристик: границі визначання, контролювання якості вимірювань (збіжність, відтворність та границі похибки),
- до оформлення результату випробовування,
- до забезпечення безпечного ведення випробовування.

ДСТУ 7417:2013 «Вугілля активне для лікєро-горілчаного виробництва. Метод визначання лужності водного настою» було розроблено вперше у розвиток групи стандартів на лікєро-горілчане виробництво у відповідності з вимогами ДСТУ 1.0:2003 [8], ДСТУ 1.2:2003 [9], ДСТУ 1.5:2003 [10] та урахуванням вимог ДСТУ ISO 9001-2001 [11] та ДСТУ ISO 17025:2006 [12].

В основу розроблення ДСТУ 7417:2013 було покладено методики, наведені у Інструкціях [6, 7], ASTM D 2652-94 [13].

Досліджено та оптимізовано умови визначання лужності водного настою активного вугілля.

Встановлено, що діапазон визначання показника лужності водного настою активного вугілля становить від 0,1 см³ розчину соляної кислоти с(HCl)=0,01 моль/дм³ до 50 см³ розчину соляної кислоти с(HCl)=0,01 моль/дм³.

Встановлено вимоги та умови готування та зберігання реактивів: води здистильованої, розчинів соляної кислоти с(HCl)=0,1 моль/дм³ та с(HCl)=0,01 моль/дм³, розчину бромтимолового синього концентрацією 0,1 г/дм³ у водно-спиртовому розчині об'ємною часткою етилового спирту 20 %

Досліджено умови готування посуду та активного вугілля до випробовування, умови за яких здійснюється їх випробовування, за яких досягається максимальна чутливість методу.

Встановлено вимоги до засобів вимірювальної техніки (ваг лабораторних загального призначення, термометра рідинного скляного лабораторного, секундоміра, колб мірних, піпеток,) та допоміжних пристроїв (колб, стаканів, паперу фільтрувального).

Встановлено, що чашку для випаровування необхідно попередньо висушити за температури від 100 °С до 105 °С до постійної маси з точністю до одного міліграма.

Для підготування проби необхідно зважити не менше ніж 250,0 г активного вугілля з точністю до одного міліграма та висушити його у сушильній шафі до постійної маси за температури від 105 °С до 110 °С протягом 30 хв, охолодити у ексикаторі протягом 20 хв.

Встановлено, що необхідно готувати нове активне вугілля та активне вугілля, що використовується при очищенні води та сортівок.

Наважку нового активного вугілля (200,0 ± 1,0) г вносять у стакан та заливають 1,0 дм³ здистильованої води, перемішують і витримують протягом 2 год. Після чого здистильовану воду зливають і пробу знову заливають ще раз здистильованою водою і витримують. Після видаляння здистильованої води пробу віджимають між аркушами фільтрувального паперу і ретельно перемішують.

Наважку вугілля, відібрану з вугільної колонки, віджимають між аркушами фільтрувального паперу. Під час струшування на фільтрувальному папері активне вугілля повинно відставати від нього. Після цього пробу перемішують та здійснюють підготовку, як для нового активного вугілля.

Уточнено умови проведення випробовування та визначено, що для випробовування необхідно (30,00 ± 0,10) г активного вугілля. Оптимізовано тривалість перемішування здистильованої води з пробою активного вугілля, який повинен становити 10 хв. Визначено, що кількість фільтрату, яку необхідно відібрати після перемішування активного вугілля з здистильованою водою для випробовування становить 100 см³.

Визначено інтервали збіжності, відтворності та границі відносної похибки методу. Границі похибки вимірювань одержано в результаті проведення науково-дослідних робіт та оброблення результатів статистичними методами.

Границі похибки одержано в результаті проведення науково-дослідних робіт та порівняння визначеної масової концентрації у дослідних пробах і атестованих зразках. Результати проведених досліджень ураховано під час уточнення методики проведення досліджень.

ДСТУ 7417:2013 поширюється на вугілля активне для лікєро-горілчаного виробництва і встановлює метод визначання лужності водного настою.

Метод визначання лужності водного настою активного вугілля ґрунтується на визначанні об'єму розчину соляної кислоти с(HCl)=0,01 моль/дм³, витраченого на титрування 100 см³ водного настою вугілля.

У розділі “Засоби вимірювальної техніки, допоміжні пристрої, реактиви” наведено перелік застосовуваного обладнання (пристроїв, приладів, приладдя), необхідного для забезпечення контролювання з належною точністю та основні технічні характеристики устаткування, а також перелік матеріалів, реактивів. Обумовлено конкретні марки реактивів, їх назви і позначки, а також тип устаткування та робочий діапазон робочих характеристик.

Проби відбирають згідно з ДСТУ 2335 [14], ГОСТ 6217 [15].

У розділі “Готування до випробовування” встановлено правила готування необхідних посуду (чашки для випаровування, піпеток, стаканів, колб), фільтрувального паперу та проби активного вугілля до випробовування.

У розділі “Проведення випробовування” встановлено правила виконання вимірювань, послідовність виконуваних операцій випробовування проби. Наведено яку кількість активного вугілля та здистильованої води необхідну взяти для проведення випробовування. У розділі вказано порядок урахування загального об’єму розчину соляної кислоти $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³, який витрачено на титрування.

У розділі “Опрацювання результатів” наведено правила опрацювання результатів вимірювань, метрологічне оброблення отриманих результатів випробовування.

Лужність водного настою вугілля, в сантиметрах кубічних, дорівнює 0,1 об’єму розчину соляної кислоти $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³, який було витрачено на титрування проби. За кінцевий результат випробовувань беруть середнє арифметичне абсолютних значень результатів двох паралельних вимірювань ($X_{\text{ср}}$), допустиме розходження між якими не повинно перевищувати 0,1 см³.

Результат визначання лужності водного настою вугілля, (X), у сантиметрах кубічних, визначають за формулою

$$X = X_{\text{ср}} + \Delta X,$$

де $X_{\text{ср}}$ – середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань, см³;

ΔX – абсолютна похибка вимірювань.

У розділі “Контролювання результатів” наведено значення нормативів контролю характеристик похибки, процедуру перевіряння оперативного контролю збіжності, відтворності, границі похибки [16].

Допустиме розходження між результатами двох паралельних випробовувань тієї самої проби вугілля, отриманими одним виконавцем в однакових умовах, за нормативом контролю збіжності не повинно перевищувати 0,1 см³ розчину соляної кислоти $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³.

Допустиме розходження між результатами двох одиничних випробовувань тієї самої проби вугілля, отриманими різними виконавцями у межах однієї лабораторії (за різних умов, з різними реактивами, посудом, приладами), або ряду лабораторій не повинно перевищувати 0,15 см³ розчину соляної кислоти $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³.

Довірчі границі абсолютної похибки вимірювань становлять $\pm 0,15$ см³ розчину соляної кислоти $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³.

Наведено критерії та частоту проведення відповідного контролювання. Для виконання кожного з видів контролювання передбачено відповідно атестовані зразки. А для контролю границі похибки передбачено також і участь у міжлабораторних випробовуваннях або програмах професійного тестування з використанням відповідного тестового матеріалу. Також підкреслено, що контролювання має здійснюватися на регулярній основі. Крім того, для наочного представлення результатів контролю в рамках виконання вимог системи якості, яка має бути запроваджена в лабораторії, передбачається також і побудування контрольних діаграм (або карт Шухарта). Також зазначено коригувальні дії при перевищенні нормативів контролю якості вимірювань.

У розділі “Правила оформлювання результатів” встановлено вимоги до журналів, протоколів, змісту й послідовності зазначувальних даних.

Протокол випробовування повинен містити таку інформацію:

- докладні відомості про надходження (дата та номер проби) та умови зберігання проби до випробовування;

- інформацію, що дає змогу точно ідентифікувати пробу;

- відомості щодо дати проведення випробовувань та умов проведення випробовувань;

- результати та похибку визначання;

- детальний опис будь-яких операцій, які не увійшли до складу цієї частини стандарту або розглядалися як необов’язкові, разом із будь-якими обставинами, що могли вплинути на результати;

- посилання на цей стандарт;

- інформацію щодо особи, яка проводила випробовування (ПІБ особи, посада).

У розділі “Вимоги безпеки” встановлено вимоги до електробезпеки, вибухобезпеки, вимоги щодо запобігання аваріям, вимоги до освітлювання робочих місць, вимоги до захисту від підвищених рівнів шуму, інфразвуку та ультразвуку; вимоги до захисту від підвищених рівнів вібрації, вимоги до захисту від підвищеної запиленості та загазованості повітряного середовища робочих зон токсичними та іншими шкідливими речовинами, вимоги до засобів контролювання, вимоги до застосування засобів індивідуального захисту виконавцями; вимоги щодо захисту від хімічної небезпеки, пов’язаної зі шкідливим впливом будь-яких хімічних речовин на здоров’я виконавців та довкілля.

Основні положення проекту стандарту були розглянуті спеціалістами лікєро-горілочаних підприємств на семінарах за програмами “Вода і водопідготовка у виробництві горілок, лікєро-горілочаних та безалкогольних напоїв, бутильованих питних вод” та “Застосування нових ефективних сорбційних матеріалів та удосконалення технології оброблення води та водно-спиртових сумішей у лікєро-горілочаному виробництві”.

Висновки.

Застосування 7417:2013 «Вугілля активне для лікєро-горілочаного виробництва. Метод визначання лужності водного настою» дасть змогу гарантувати безпеку напоїв на стадіях їх виробництва, ідентифікувати критичні точки контролювання, в яких контроль є необхідним для запобігання або усунення небезпеки або зниження її до допустимого рівня; встановити допустимі межі для запобігання, усунення або скорочення небезпеки; прийняти і запровадити ефективні процедури контролювання в критичних точках контролю; прийняти міри коригування, якщо критична точка вийшла за межі граничних параметрів. При модифікації процесу або окремого етапу, необхідно переглянути процедуру та внести необхідні зміни.

Впровадження національного стандарту дасть змогу створити умови для проведення належного оперативного контролю води підготовленої, горілок та горілок особливих на стадії їх виготовлення, дасть змогу більш чітко визначати та контролювати ведення виробничого процесу, що сприятиме підвищенню ефективності роботи підприємств лікєро-горілочаної галузі.

Література

1. Бурачевский, И.И. Производство водок и ликероводочных изделий/ [И.И. Бурачевский, Р.А.Зайнуллин, Р.В. Кунакова, В.А.Поляков, В.И.Федоренко]. – М.: ДеЛи принт, 2009. – 324 с.
2. Рябчиков, Б.Е. Современные методы подготовки воды для промышленного и бытового использования [Текст] / Б.Е. Рябчиков. – М.: Де Ли принт, 2004. – 301 с. – ISBN -5-94343-066-0.
3. Технологічний регламент на виробництво горілок і лікєро-горілочаних напоїв: ТР У 18.5084-96. – К.: УкрНДДспиртбіопрод, 1996. – 330 с.
4. ТР 18 Україна 4180-93 Технологічний регламент на виробництво горілок для експорту. - Київ: УкрНДДспиртбіопрод, 1993 р. – 136 с.
5. Лікєро-горілочана промисловість. Терміни та визначення понять: ДСТУ 3297:95. – [Чинний від 1997-01-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2004. – 25 с. – (Національний стандарт України).
6. Інструкція по хіміко-технологічному контролю лікєро-горілочаного виробництва. – К.: УкрНДДспиртбіопрод, 1999. – 459 с.
7. Технохимический контроль спиртового и ликеро-водочного производств. – М.: Колос, 1999. – 336 с.
8. Національна стандартизація. Основні положення: ДСТУ 1.0:2003. – [Чинний від 2003-07-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2003. – 22 с. – (Національний стандарт України).
9. Національна стандартизація. Правила розроблення національних нормативних документів: ДСТУ 1.2:2003. – [Чинний від 2003-07-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2003. – 20 с. – (Національний стандарт України).
10. Національна стандартизація. Правила побудови, викладення, оформлення та вимоги до змісту нормативних документів: ДСТУ 1.5:2003. – [Чинний від 2003-07-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2003. – 60 с. – (Національний стандарт України).
11. Системи управління якістю. Вимоги: ДСТУ ISO 9001:2009. – [Чинний від 2009-09-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2009. – 34 с. – (Національний стандарт України).
12. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій”: ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. – [Чинний від 2007-07-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2007. – 33 с. – (Національний стандарт України).
13. Standard Test Method for pH of Activated Carbon: ASTM D 3838. – [Чинний від 2005-01-01].
14. Вугілля активне КАУ і КАУ-М. Технічні умови: ДСТУ 2335-93. – [Чинний від 1996-01-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 1996. – 20 с. – (Національний стандарт України).
15. Уголь активный древесный дробленый. Технические условия (Вугілля активне деревне подрібнене. Технічні умови): ГОСТ 6217-94. – [Чинний від 1976-01-01]. – М.: Госстандарт, 1976. – 12 с. – (Міждержавний стандарт).
16. Кисунько В.З., Моцак Т.А. Валидация методов и межлабораторные сравнения результатов испытаний по ДСТУ ISO/IEC 17025 // Производственная лаборатория. – 2008. – № 1(16), С.22-23, №2(17), С.20-21.