

## **МОДЕЛИРОВАНИЕ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВОДКИ В ПРОЦЕССЕ ОБРАБОТКИ СОРТИРОВКИ АКТИВНЫМИ УГЛЯМИ**

**О.В. Кузьмин**

*ООО «Олимп-Содействие» г.Донецк, Украина*

**В.Г. Топольник, д-р техн. наук, проф.**

*Донецкий национальный университет экономики и торговли имени  
Михаила Туган-Барановского г.Донецк, Украина*

Основной проблемой ликероводочного производства является получение стабильных показателей качества водки, на которые оказывают влияние различные технологические аспекты. К ним можно отнести: технологическую схему производства, параметры проведения технологического процесса, методы подготовки воды, условия хранения спирта этилового ректифицированного, типы перемешивающих устройств, способы обработки активными углями, не говоря уже о качественных характеристиках основных составляющих: спирта этилового ректифицированного, воды подготовленной технологической, активного угля.

Влияние указанных факторов изучались нами как в отдельности [1, 2], так и в комплексе [3]. Цель данной работы - отыскание оптимальных условий проведения процесса обработки водно-спиртового раствора активными углями. Прежде чем перейти к исследованию и выбору варьируемых факторов, влияющих в процессе обработки сортировки активными углями на органолептические показатели водки, проведем анализ априорной информации.

Активный уголь марки БАУ-А согласно ГОСТ 6217-74 [4] изготавливается из древесного угля, который обрабатывается водяным паром при температуре выше 800°C и предварительного или последующего дробления.

Основные достоинства угля БАУ-А при обработке сортировки: высокая удельная поверхность (500 - 800 м<sup>2</sup>/г), которая характеризует адсорбцию органических примесей из раствора и каталитические процессы, которые приводят к образованию новых веществ [5]; окислительно-восстановительные реакции и многокомпонентные процессы адсорбции микропримесей этилового ректифицированного спирта [6].

Рассмотрим основные недостатки угля БАУ-А: высокая щелочность поверхности активного угля (рН активных углей после парогазовой активации составляет от 9 до 11); наличие минеральных примесей в структуре активного угля (содержание водорастворимой золы), которое у древесных активных углей колеблется в диапазоне 0,5 - 0,7 % массовых [5]; низкая механическая прочность 37 - 42% или около 25 кг/см<sup>2</sup> у отдельных гранул, которая приводит к значительным потерям угля в процессе эксплуатации [8]; большой диапазон зернения - для динамического способа при загрузке колонок происходит самосортирование угля (зёрна больших размеров располагаются в середине колонки, а меньших - отбрасываются к периферии, вследствие чего скорость движения сортировки по поперечному сечению колонки неодинакова) [7].

Перечисленные выше показатели активного угля марки БАУ-А не отвечают в полной мере требованиям ликероводочного производства. Поэтому нужны дополнительные исследования, как самого активного угля, так и условий процесса обработки сортировки активными углями, с целью нахождения математической модели и определению их влияния на органолептические свойства водки.

Для достижения поставленной цели нами был спланирован экстремальный эксперимент по методу Бокса-Уилсона.

В таблице 1 приведена область варьируемых факторов, согласно с априорной информацией, и возможными условиями осуществления реального производственного процесса. Параметр оптимизации  $y_j$  - органолептические показатели водки, которые определялись специалистами-дегустаторами ликероводочного завода.

Таблица 1 - Область факторного пространства эксперимента

Фактор		Наименование фактора	Размерность	Уровни параметра			
				Верхний	Нижний	Нулевой	Шаг
				+1	-1	0	-
$d_{фр}$	$x_1$	Фракционный состав	$м \cdot 10^{-4}$	36	10	23	13
$T_{сор}$	$x_2$	Температура сортировки	К	308	278	293	15
$\tau$	$x_3$	Время обработки	с	6600	600	3600	3000
$G_a$	$x_4$	Масса активного угля	$кг \cdot 10^{-3}$	20	10	15	5

Была реализована полуреплика 4-х факторного эксперимента. Методика обработки экспериментальных исследований была взята за основу согласно с [9, 10]. Результаты эксперимента с двукратной повторностью опытов приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Результаты дегустационной оценки сортировки при реализации дробного факторного эксперимента  $2^{4-1}$

Номер опыта	План эксперимента				Дегустационные оценки			Дисперсия $S_j^2$
	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_4$	$y_1$	$y_2$	$\bar{y}_j$	
1	-1	-1	-1	-1	9,455	9,437	9,4459	0,0001674
2	1	-1	-1	1	9,468	9,443	9,4550	0,0003125
3	-1	1	-1	1	9,410	9,443	9,4267	0,0005544
4	1	1	-1	-1	9,425	9,430	9,4275	0,0000125
5	-1	-1	1	1	9,458	9,465	9,4613	0,0000281
6	1	-1	1	-1	9,455	9,478	9,4663	0,0002531
7	-1	1	1	-1	9,470	9,455	9,4625	0,0001125
8	1	1	1	1	9,457	9,435	9,4459	0,0002354

Для каждой строки матрицы по результатам  $n$  параллельных опытов рассчитывали:

среднее арифметическое значение параметра оптимизации -  $\bar{y}_j$  :

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

где  $u$  - номер параллельного опыта;

$y_{ju}$  - значение параметра оптимизации в  $u$ -м параллельном опыте  $j$ -й строки матрицы;

дисперсию  $S_j^2$  опыта:

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

С помощью F-критерия Фишера проверяли однородность наибольшей  $S_{\max}^2$ , и наименьшей  $S_{\min}^2$  дисперсий:

$$F_p = \frac{S_{\max}^2}{S_{\min}^2} = 44,352 \quad (3)$$

Поскольку табличное значение  $F_{табл.}$  для степени свободы  $f_1=f_2=1$  и принятого уровня значимости  $\alpha=0,05$ , равно 164,4, то есть больше расчетного, то гипотеза об однородности дисперсий не отбрасывается.

Однородность ряда дисперсий проверяли с помощью G-критерия Кохрена:

$$G_p = \frac{S_{\max}^2}{S_1^2 + S_2^2 + \dots + S_N^2} = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{j=1}^N S_j^2} = 0,330775 \quad (4)$$

Табличное значение этого критерия при  $\alpha=0,05$  и степенях свободы  $f_1=1$  и  $f_2=8$  будет равно 0,68. Поскольку табличное значение критерия больше расчетного, то дисперсии строк однородны.

Дисперсию параметра оптимизации  $S_y^2$  вычисляли по формуле:

$$S_y^2 = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N S_j^2 = 0,0002095 \quad (5)$$

Дисперсию коэффициентов регрессии  $S_{bi}^2$  определяли по формуле:

$$S_{bi}^2 = \frac{S_y^2}{nN} = 0,00001309 \quad (6)$$

где  $N$  - число опытов или число строк матрицы планирования.

Рассчитывали ошибку при определении коэффициента регрессии  $S_{bi}$ :

$$S_{bi} = +\sqrt{S_{bi}^2} = 0,003618 \quad (7)$$

Доверительный интервал  $\Delta b_i$  находили по формуле:

$$\Delta b_i = \pm t \cdot S_{bi} = 0,0067 \text{ (при } \alpha=0,1 \text{ и } f=8) \quad (8)$$

где  $t$  - табличное значение критерия Стьюдента при принятом уровне значимости и числе степеней свободы  $f$ , с которым определяли  $S_y^2$ .

По результатам эксперимента вычисляли коэффициенты модели. Свободный член  $b_0$  определяется по формуле:

$$b_0 = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \bar{y}_j \quad (9)$$

Коэффициенты регрессии определяются по формуле:

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

Проверяли каждый коэффициент на значимость, сравнивая с доверительным интервалом  $\Delta b_i$ .

$b_0=9,4489 > \pm 0,0067$  – значимый;

$b_1=-0,0002 < \pm 0,0067$  – не значимый;

$b_2=-0,0082 > \pm 0,0067$  – значимый;

$b_3=0,0101 > \pm 0,0067$  – значимый;

$b_4=-0,0017 < \pm 0,0067$  – не значимый.

Таким образом, уравнение имеет вид:

$$y = 9,4489 - 0,0082x_2 + 0,0101x_3 \quad (11)$$

Для каждой строки матрицы (таблица 2) найдем расчетные значения  $\hat{y}_j$ . Для этого, в полученное уравнение (11) подставляем кодируемые значения для каждого  $x$ , и полученные значения вносим в таблицу 3.

Дисперсию адекватности определяли по формуле:

$$S_{ад}^2 = \frac{\sum_{j=1}^N (\bar{y}_j - \hat{y}_j)^2}{N - m} = 0,0000574, \quad (12)$$

где  $\bar{y}_j$  - экспериментальное значение параметра в  $j$ -м опыте;

$\hat{y}_j$  - расчетное значение параметра оптимизации для  $j$ -го опыта;

$m$  - число значимых коэффициентов уравнения, включая  $b_0$

Таблица 3 – Расчетные данные для вычисления дисперсии адекватности

№ опыта	Порядок реализации	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_4$	$\bar{y}_j$	$\hat{y}_j$	$\Delta y = (\bar{y}_j - \hat{y}_j)$	$\Delta y^2$
1	13, 07	-1	-1	-1	-1	9,4459	9,4470	-0,0011	0,000001
2	04, 10	1	-1	-1	1	9,4550	9,4470	0,0080	0,000064
3	03, 02	-1	1	-1	1	9,4267	9,4306	-0,0039	0,000015
4	15, 01	1	1	-1	-1	9,4275	9,4306	-0,0031	0,000010
5	08, 14	-1	-1	1	1	9,4613	9,4672	-0,0059	0,000035
6	16, 12	1	-1	1	-1	9,4663	9,4672	-0,0009	0,000001
7	09, 06	-1	1	1	-1	9,4625	9,4508	0,0117	0,000137
8	05, 11	1	1	1	1	9,4459	9,4508	-0,0049	0,000024

Осуществляем проверку адекватности уравнения с помощью  $F$ - критерия Фишера:

$$F_p = \frac{S_{ad}^2}{S_y^2} = 0,274. \quad (13)$$

Поскольку табличное значение критерия Фишера  $F_{табл.}$  при  $\alpha=0,05$ ,  $f_1=5$  и  $f_2=8$  равен  $F=3,69$  и меньше расчетного, то уравнение (11) адекватно.

Уравнение (11) неудобно для интерпретации полученных результатов и практических расчетов, поэтому его преобразовываем по формуле перехода от кодированных значений ( $x_1, x_2, x_3, x_4$ ) и их взаимодействий к натуральным значениям факторов ( $d_{фр}, T_{сор}, \tau, G_a$ ):

$$x_j = \frac{\tilde{x}_j - \tilde{x}_{j0}}{I_j}, \quad (14)$$

где  $x_j$  - кодируется значение фактора;

$\tilde{x}_j$  - натуральное значение фактора;

$\tilde{x}_{j0}$  - натуральное значение основного уровня;

$I_j$  - интервал варьирования;

$j$  - номер фактора.

Таким образом, факторы в натуральных величинах имеют значения:

$$x_1 = \frac{d_{фр} - 23}{13}; \quad x_2 = \frac{T_{сор} - 293}{15}; \quad x_3 = \frac{\tau - 3600}{3000}; \quad x_4 = \frac{G_a - 15}{5}. \quad (15)$$

Преобразуем отношения (15), с учетом коэффициентов регрессии уравнения (11):

$$x_2 = 0,06667T_{сор} - 19,53333,$$

$$x_3 = 3,3333 \cdot 10^{-4}\tau - 1,2.$$

Таким образом, уравнение (11) имеет следующее выражение:

$$y = 9,59695 - 0,0005467T_{сор} + 0,000003367\tau \quad (16)$$

Итак, полученное уравнение (16) в должной мере описывает параметр оптимизации - органолептические свойства водки в натуральных значениях. Основные факторы, которые влияют на данный показатель - это температура сортировки и время обработки сортировки активным углём. Остальные факторы - фракционный состав активного угля, масса активного угля - не повлияли на данный показатель. Поэтому, для увеличения органолептических свойств водки для одной и той же партии спирта и на одной и той же пропорции воды (умягченная: обратнoосмотическая) - необходимо проведение комплексных мероприятий по уменьшению температуры сортировки до 278 К (+5°C) и увеличению времени контакта сортировки с углём до 3600 с. Дальнейшие наши исследования будут направлены на перенос модельных условий на действующее производство, с учетом необходимых расчетов теплообменного оборудования для зимнего и летнего периодов, при условии, что время контакта с углём производится за счет скорости фильтрации сортировки на угольных колонках.

## Список литературы

1. Кузьмін О.В., Топольник В.Г. Оптимізація фізико-хімічних показників технологічної води для виробництва горілки в різну пору року // Обладнання та технології харчових виробництв: Темат. зб. наук. пр.– Донецьк: ДонНУЕТ, 2007. - Вип. 17. – С. 187-196.
2. Топольник В.Г., Федорова Н.Б., Кузьмін О.В. Стабільність показників якості спирту етилового ректифікованого для лікєро-горілочного виробництва // Проблеми розвитку та упровадження систем управління якістю в регіоні / Матеріали 3-ої Регіональної науково-практичної і студентської конференції, Донецьк, трав. 2006 р. – Донецьк: ДонНТУ, 2006. – С. 108-113.
3. Топольник В.Г., Кузьмін О.В. Математическое моделирование основных показателей качества процесса создания сортировки в ликєро-водочном производстве // Проблеми розвитку та упровадження систем управління якістю в регіоні / Матеріали 5-ої Регіональної науково-практичної і студентської конференції, Донецьк, трав. 2008 р. – Донецьк: ДонНТУ, 2008. – С. 164-168.
4. ГОСТ 6217-74. Уголь активный древесный дроблённый. Технические условия. – Введ. 01.01.76. – М.: Издательство стандартов, 1989. – 12 с.
5. Петров А.Н., Олонцев В.Ф., Лимонов Н.В. Тенденции в использовании активных углей в ликєро-водочной отрасли. // Информационный бюллетень «Отраслевые ведомости. Ликєроводочное производство и виноделие». – 2004. - №57. – с. 5 - 7.
6. Портной С.В. Активные угли ОАО «Сорбент» для ликєроводочной промышленности. // Информационный бюллетень «Отраслевые ведомости. Ликєроводочное производство и виноделие». – 2004. - №53. – с. 5.
7. Бачурин П.Я., Смирнов В.А. Технология ликєрно-водочного производства. М.: Пищевая промышленность. – 1975. – 328 с.
8. Мухин В.М., Поляков В.А., Макеева А.Н., Шубина Н.А. Новые активные угли для ликєроводочного производства. // Производство спирта и ликєроводочных изделий. – 2003. - №3. – с.36-37.
9. Адлер Ю.П., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. - М.: Наука, 1976. – 280 с.
10. Спиридонов А.А. Планирование эксперимента при исследовании технологических процессов. - М.: Машиностроение, 1981. – 184 с.

## Аннотация

Моделирование органолептических свойств водки в процессе обработки сортировки активными углями

### **О.В. Кузьмин, В.Г. Топольник**

В статье рассмотрена методика исследований экспериментальных данных по определению оптимальных условий процесса обработки водно-спиртовых растворов (сортировок) активными углями. Получена математическая модель для прогнозирования органолептических свойств водки в процессе обработки сортировки активными углями марки БАУ-А, в зависимости от варьируемых факторов.

*Ключевые слова:* планирование эксперимента, водка, водно-спиртовой раствор, активный уголь, фракционный состав, органолептические свойства.