

УДК 663.551.1

Ловягін О.М., Шевченко Л.О., к-т хім. наук (ТОВ «ДЛГЗ «Лік», Донецьк)

Ковальчук В.П., к-т техн. наук, ст. наук. спів. (УкрНДІспиртбіопрод, Київ)

Топольник В.Г., д-р техн. наук, проф., Кузьмін О.В., к-т техн. наук (ДонНУЕТ, Донецьк)

АНАЛІЗ ЧИННИКІВ, ЩО ВПЛИВАЮТЬ НА РЕЗУЛЬТАТИ ВИЗНАЧЕННЯ МІЦНОСТІ ЛІКЕРО-ГОРІЛЧАНОЇ ПРОДУКЦІЇ

У статті проведено експериментальне дослідження чинників, що призводять до систематичних похибок у результатах визначення міцності лікєро-горілчаної продукції. Запропоновано методику внутрішньо-лабораторного контролю якості вимірювань.

Ключові слова: міцність, лікєро-горілчана продукція, перегонка, систематичні похибки.

Для виробництва лікєро-горілчаної продукції (ЛГП) застосовують спирт етиловий ректифікований (СЕР) та виправлену воду, які при змішуванні утворюють водно-спиртову суміш (ВСС) – сортівку. Приготування сортівки є одним з основних етапів створення ЛГП. Заключним етапом виробництва є купажування – додавання необхідних інгредієнтів, яких може бути дуже багато, згідно з рецептурою виробу. Тому кваліфіковане виконання технологічних розрахунків купажу має важливе значення для забезпечення стабільної якості продукції.

Але у повсякденній практиці спостерігаються випадки, коли приготовлений купаж не відповідає вимогам нормативної документації, тому частіш за все виріб піддається виправленню – внесенню відповідних компонентів [1]. Якщо після приготування купажу міцність не відповідає аналітичним показникам, встановленим рецептурою, то її коректують [2, 3].

Купажі горілок і гірких настоянок коректують з додаванням в них СЕР та води. Купажі солодких виробів коректують, застосовуючи спирт, цукор і харчові кислоти [3]. Це значно ускладнює роботу, оскільки при додаванні в купаж СЕР або води змінюється відповідно і вміст цукру, а внесення цукрового сиропу викликає зміну концентрації спирту [1].

На підставі цього можливо констатувати, що недостатня точність виконання технологічних розрахунків купажу викликає необхідність багатократного виправлення ЛГП, що негативно позначається на її якості, а також приводить до непродуктивних витрат робочого часу і підвищених втрат спирту. Тому метою роботи було дослідження впливу найбільш поширених чинників на результати визначення міцності ЛГП та розроблення методики перевірки правильності цих результатів.

У виробництві ЛГП розрізняють видимий та дійсний вміст спирту. Видимий вміст (видиму міцність) знаходять за показаннями ареометра (спиртоміра) в пробі без попередньої перегонки [2]. З урахуванням того, що до ЛГП входять розчинені речовини, присутність яких занижує показання

спиртоміра, дійсний вміст спирту (дійсну міцність) визначають після перегонки та розбавлення дистильованою водою до вихідного об'єму [2] (методика вимірювання об'ємної частки СЕР у відгоні [4, 5]).

Можна також визначити дійсну міцність ЛГП за знайденою видимою міцністю та сухим залишком, додаючи до одержаних результатів поправку. На підставі даних Г.І. Фертмана [2] нами побудовано графічну залежність поправки від величини сухого залишку (рисунок 1). Зі зростанням сухого залишку до 1000 мг/дм³ величина поправки збільшується до 0,6 % об.

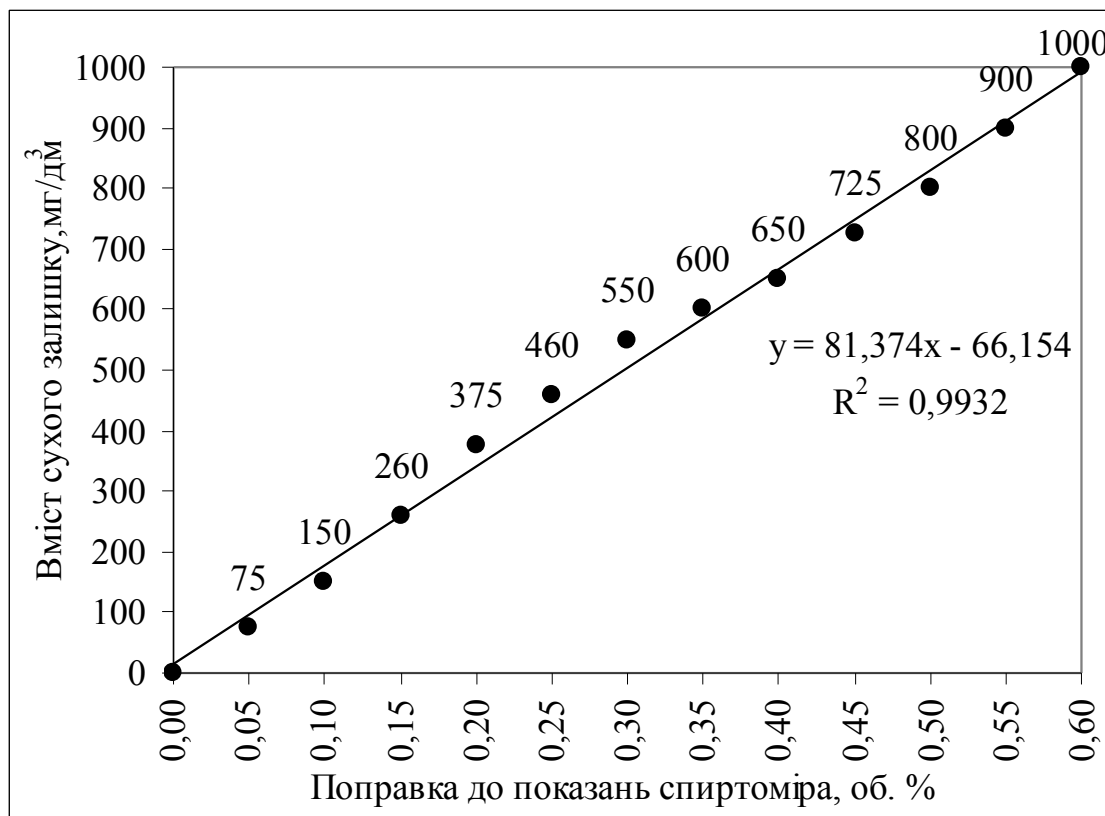


Рисунок 1 – Залежність поправок до показань спиртоміра від вмісту сухого залишку

Відомо [6], що при змішуванні спирту з водою відбувається адиабатичне стиснення суміші (контракція), величина якої залежить від концентрації спирту, з підвищенням температури на 5 – 10°C [7–9], та одночасним виділенням розчиненого повітря в кількості 6-8% і вмістом пари спирту до 70% об. [10].

Це необхідно враховувати при розрахунку потреби у воді для приготування ВСС [1, 2, 11]. Величина стиснення ВСС змінюється згідно з підвищенням концентрації спирту, що графічно наведено на рисунку 2 на підставі даних Г.І. Фертмана [11], при температурах води та спирту 20 °С.

Аналіз отриманої інформації показав, що для існуючих концентрацій ВСС, по мірі підвищення концентрації спирту, стиснення суміші збільшується і досягає максимальної величини при 50 – 60 % об., а потім зменшується.

Наступним етапом дослідження є пошук загальної похибки визначення міцності готового напою, яка вища, ніж похибка визначення міцності СЕР. Це пов'язано переважно із процесом перегонки.

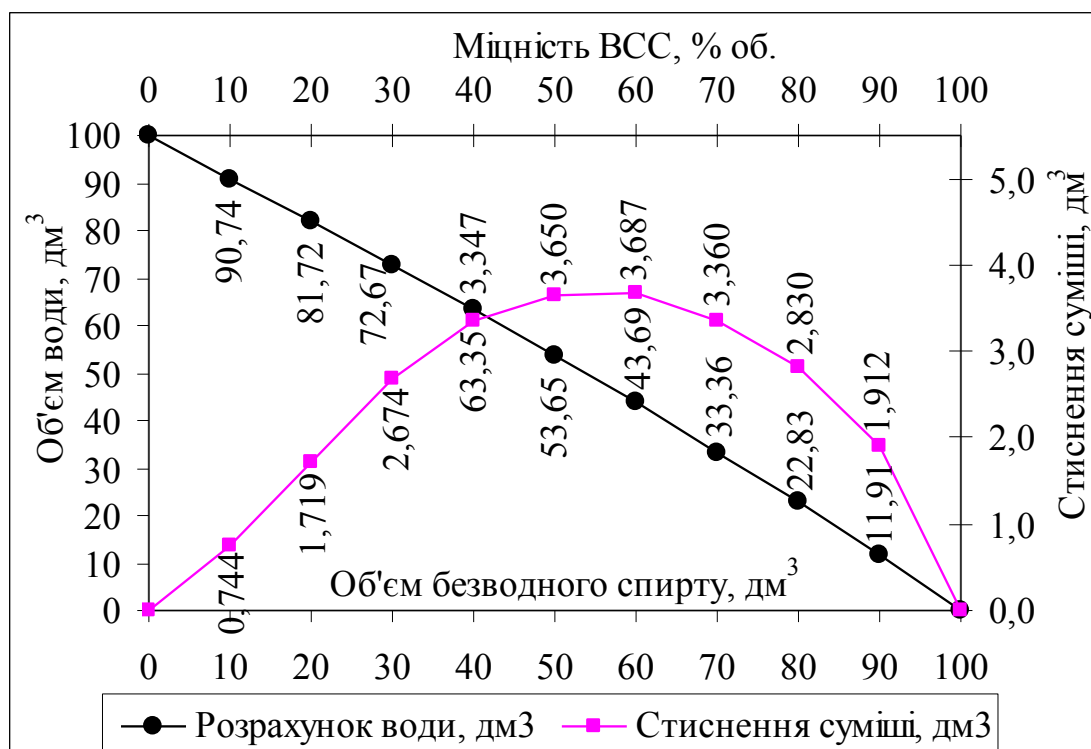


Рисунок 2 – Характеристика ВСС в залежності від розрахункового об'єму води та спирту

Відомо, що похибки вимірювань поділяють на випадкові та систематичні. Якщо причини появи випадкових похибок невідомі, і ці похибки можна оцінити та врахувати методами математичної статистики, то систематичні похибки викликаються постійно діючою причиною. Останні являються постійними у всіх вимірюваннях або змінюються за певною закономірністю, їх необхідно виявляти та усувати.

Лабораторними дослідженнями та з практичного досвіду роботи лабораторії ТОВ «Донецький лікєро-горілочний завод «Лік» встановлено основні чинники, які призводять до систематичних похибок і впливають на кінцевий результат визначення міцності ЛГП.

Методика перевірки правильності визначення міцності напоїв

Готують близько 2 літрів ВСС міцністю близько 40 об. % змішуванням 800 см³ спирту та 1200 см³ води. За необхідності перевірки правильності визначення міцності слабоградусних напоїв готують суміші з меншою міцністю. Для суміші використовують дистильовану або демінералізовану воду, яка має бути вільною від солей. Це можна перевірити кондуктометром – електропровідність води повинна бути не більше 5 мкСм/см. Якщо вода має більшу електропровідність, її додатково переганяють, охолоджують і знову перевіряють.

Спирт можна брати ректифікований будь-якого сорту, його електропровідність також бажано перевірити. Звичайно вона повинна бути не більше 1 мкСм/см, а сухий залишок СЕР за [12] не повинен перевищувати 5 – 10 мг/дм³.

ВСС ретельно перемішують і дають відстоятися не менше доби. Зберігати

ВСС можна у скляному або поліетиленовому герметичному бутлі. Небажано зберігати суміш більше 2 тижнів, оскільки її міцність поступово знижується.

У відстояній ВСС визначають видиму міцність. При використанні ареометра-спиртоміра важливо не повертати суміш із циліндра назад у бутель, де вона зберігається, оскільки у процесі вимірювання міцність ВСС знижується внаслідок випаровування спирту з поверхні ареометра. Видиму міцність як варіант можна не повідомляти хіміку, якщо перевіряють саме хіміка, а не герметичність установки.

Після цього ВСС видають хіміку для перегонки та визначення міцності у відгоні. Вищеописана суміш має істинну міцність, що дорівнює видимій, тому помилки в ході визначення виявляються. Умови та результати вимірювань документують у журналі внутрішньолабораторного контролю якості вимірювань, виявлені помилки і недоліки усувають.

При щоденному визначенні міцності сортівок з виробництва можна додатково орієнтуватися на їх електропровідність. Якщо сортівка готується на демінералізованій воді, за допомогою зворотного осмосу, то вона має низьку електропровідність і перевищення істинної міцності над видимою відсутнє або незначне (і його можна зафіксувати). Якщо використовується технологічна вода, легована додаванням частки пом'якшеної води або внесенням солей, то зростає електропровідність ВСС, і перевищення істинної міцності над видимою також збільшується. Цукор та інші неіоногенні інгредієнти слабо впливають на електропровідність напоїв, але завищують їх густину, тому видиму міцність занижують.

Вплив чинників, пов'язаних із порушеннями температурних режимів перегонки, експериментально досліджено на модельній ВСС. Для її приготування використовували дистильовану воду за [13] та СЕР сорту «Люкс» за [12]. До 200,0 см³ спирту додавали 296,0 см³ води при постійному перемішуванні, ВСС відстоювали 24 години для повної асиміляції та видалення пухирців надлишкового повітря.

Якість води контролювали кондуктометричним методом на кондуктометрі «Hanna Instruments HI 8733» та потенціометричним методом на рН-метрі «рН-150М». Воду, ВСС та відгони термостатували 30 хв. за необхідних температур у рідинному циркуляційному термостаті Julabo F34-ED зі стабільністю температури $\pm 0,03$ °С. Температури води, ВСС та відгонів вимірювали термометром ТЛ-4 з похибкою вимірювання $\pm 0,1$ °С. Перегонку ВСС проводили на скляній установці за [4] та автоматичному дистиляторі «ДЕЕ» фірми Gibertini. Об'ємну частку СЕР у ВСС та відгонах визначали трьома методами: ареометричним методом згідно з [4]; за допомогою аналізатора густини «Anton Paar 4500» з абсолютною похибкою вимірювання 0,02 об. %, а також пікнометричним методом за [14].

Результати визначення міцності ВСС в експериментальних умовах, що моделюють чинники 1 – 6 у дотриманні температурних режимів перегонки, наведено у таблиці 1.

Таблиця 1 – Вплив температурних умов на правильність визначення міцності ВСС

Чинник	Температура, °С			Міцність у відгоні, об. %	Абсолютна похибка вимірювання, об. %
	ВСС у мірній колбі до перегонки	відгону у мірній колбі при доведенні до мітки	води, якою доводять до мітки		
1	15,0	20,0	20,0	39,96	+0,07
2	25,0	20,0	20,0	39,75	-0,14
3	20,0	15,0	20,0	39,79	-0,10
4	20,0	25,0	20,0	39,96	+0,07
5	20,0	20,0	15,0	39,85	-0,04
6	20,0	20,0	25,0	39,92	+0,03
Належні умови визначення	20,0	20,0	20,0	39,89	-

Основні чинники, які призводять до систематичних похибок і впливають на кінцевий результат визначення міцності ЛГП:

1. Доведення ЛГП до мітки у мірній колбі до перегонки за температури нижче 20 °С призводить до відмірювання більшої кількості ЛГП, ніж номінальна ємність мірної колби. У приймальну колбу потрапляє більше спирту, і міцність ЛГП буде завищуватися.

2. Доведення ЛГП до мітки у мірній колбі до перегонки за температури вище 20 °С призводить до відмірювання меншої кількості ЛГП, ніж номінальна ємність мірної колби. У приймальну колбу потрапляє менше спирту, і міцність ЛГП буде занижуватися.

3. Доведення відгону з температурою нижче 20 °С до мітки водою після перегонки ЛГП призводить до додавання більшої кількості води, ніж потрібно. До мірної колби потрапляє більше води, і міцність ЛГП буде занижуватися.

4. Доведення відгону з температурою вище 20 °С до мітки водою після перегонки призводить до додавання меншої кількості води, ніж потрібно. До мірної колби потрапляє менше води, і міцність ЛГП буде завищуватися.

5. Температура води, якою доводять відгін до мітки після перегонки ЛГП, повинна дорівнювати 20 °С. Якщо температура води нижче, то до мірної колби потрапляє більший об'єм води, і міцність ЛГП буде занижуватися.

6. Якщо температура води, якою доводять відгін до мітки після перегонки, вище 20 °С, то до мірної колби потрапляє менший об'єм води, і міцність ЛГП буде завищуватися.

7. Негерметичність перегінної установки призводить до зниження міцності ЛГП внаслідок втрат спирту.

8. Відсутність у приймальній колбі води під час потрапляння до неї перших крапель відгону викликає втрати спирту через прискорене його випаровування. Це призводить до зниження міцності ЛГП.

9. Під час доведення відгону до мітки та перемішування утворюються пухирці повітря внаслідок зниження його розчинності при утворенні ВСС. Пухирці повітря занижують густину ВСС і завищують міцність ЛГП. Тому в ході перегонки приймальну колбу необхідно періодично обертати для перемішування відгону і видалення зайвого повітря із суміші. Після доведення відгону до мітки треба ретельно перемішати вміст колби струшуванням і дочекатися повного видалення пухирців.

Правильність результатів визначення міцності в лабораторних умовах можна встановити в процесі внутрішньолабораторного контролю. Техніка роботи окремих хіміків може відрізнятися у деталях, і тому потребує не менше уваги, ніж герметичність перегінної установки. За досвідом масових вимірювань у лабораторії ТОВ «ДЛГЗ «Лік», необхідно перевіряти якість роботи усіх хіміків протягом місяця, і герметичність перегінної установки перед проведенням інвентаризацій та особливо відповідальних аналізів продукції.

Висновки

Правильність вимірювання міцності ЛГП забезпечується ретельним термостатуванням проб до перегонки, відгонів, і води, якою доводять відгін до мітки у мірній колбі, а також герметичністю перегінної установки. Запропоновано методику внутрішньолабораторного контролю якості вимірювань міцності напоїв.

Література

1. Славущая Н.И. Методы корректировки купажей ликеро-наливочных изделий [Текст] / Славущая Н.И. // Совершенствование технологии производства, улучшение качества и ассортимента ликеро-наливочных изделий: материалы Всесоюзного семинара ликерных мастеров ликеро-водочной промышленности, (Курск, 27-29 марта 1967 г.) – М.: 1967. С. 51 – 74.
2. Фертман Г.И. Технология продуктов брожения [Текст]: [учеб. пособие для техникумов] / Г.И. Фертман, М.И. Шойхет. – М.: Высш. школа, 1976. - 343 с.
3. Технологічний регламент на виробництво горілок і лікеро-горілочаних напоїв : ТР У 18.5084-96. – К.: УкрНДІспиртбіопрод, 1996. – 330 с.
4. Горілки і горілки особливі. Правила приймання і методи випробовування : ДСТУ 4165:2003. – [Чинний від 2004-07-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2004. – 18 с.
5. Напої лікеро-горілочані. Правила приймання і методи випробовування : ДСТУ 4164:2003. – [Чинний від 2004-07-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2004. – 30 с.
6. Бачурин П.Я. Технология ликерно-водочного производства [Текст]: учеб. [для студ. высш. учеб. завед.] / П.Я. Бачурин, В.А. Смирнов. – М.: Пищевая промышленность, 1975. – 328 с.
7. Грачева И.М. Технология ферментных препаратов [Текст] / Грачева И.М. [2-е изд., перераб. и доп.] – М.: Агропромиздат, 1987. – 335 с. – (Учебники и учеб. пособия для студентов высш. учеб. заведений).
8. Ловягин О.М. Розрахунок температури водно-спиртової суміші при

- виробництві горілок [Текст] / О.М. Ловягін, Д.В. Муратов, Л.О. Шевченко, В.П. Ковальчук // Наукові праці ОНАХТ. – 2007, вип. 31, т. 1. – С. 221 – 226.
9. Ловягін О.М. Калориметричні дослідження температурного режиму приготування водно–спиртових сумішей [Текст] / О.М. Ловягін, Л.О. Шевченко, Д.В. Муратов, В.П. Ковальчук // Наукові праці ОНАХТ. – 2008, вип. 34, т. 2. – С. 237 – 242.
 10. Карушев В.И. Из прошлого в настоящее [Текст] / Карушев В.И. // Ликероводочное производство и виноделие. – 2004. – № 54. – С. 7-9.
 11. Котляренко М.Р. Производство ликеро-водочных изделий [Текст] / Котляренко М.Р., Трусова С.А., Фертман В.К. – М.: Пищепромиздат, 1952. - 88 с. - (Учеб. пособие для подготовки кадров масс. проф.).
 12. Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови : 4221:2003. – [Чинний від 2004-10-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2004. – 10 с.
 13. Вода дистиллированная. Технические условия: ГОСТ 6709-72. – [Чинний від 1974-01-01]. – М.: Изд-во стандартов, 1991. – 15 с.
 14. Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта: ГОСТ 3639-79. – [Чинний від 1982-01-01]. – М.: Изд-во стандартов, 1980. – 14 с.