

Кузьмин О.В. (ООО «Олимп-Содействие», Донецк)

КРУТОЕ ВОСХОЖДЕНИЕ ПРИ ПОИСКЕ ЭКСТРЕМУМА ДЛЯ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВОДКИ

Основной проблемой ликероводочного производства является стабилизация качества водки в зависимости от технологических аспектов. К таким аспектам можно отнести: технологическую схему производства, параметры проведения техпроцесса, 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.

Данные параметры изучались нами [1, 2] как в отдельности, так и в комплексе [3]. Поэтому, чтобы перейти к исследованию и выбору варьируемых факторов на процесс обработки сортировки активными углями, для оценки органолептических показателей водки, проведем анализ априорной информации.

По мнению авторов [4, 5] обработка сортировки активным углём марки БАУ-А исчерпала свои возможности дальнейшей интенсификации процессов. Берёзовый уголь зернистостью 1 - 3,5 мм (согласно требованиям ГОСТ 6217-74 [6] по фракционному составу) не может повысить эффективность производства.

Общие недостатки при работе на БАУ-А [7, 8]: невысокая скорость обработки сортировок; неравномерность обработки из-за высокой вероятности «каналообразования» и самосортирования угля а так же пристеночного и грунтового эффектов; высокие технологические потери активного угля, вызываемые его механическим разрушением и уносом; существенное повышение массовой доли альдегидов особенно при запусках и временных остановках колонок.

Данные недостатки дают нам возможность проведения дополнительных исследований, как самого активного угля, так и условий процесса обработки сортировки, 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.

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
t	x_3	Время обработки	с	6600	600	3600	3000
G_a	x_4	Масса активного угля	$кг \cdot 10^{-3}$	20	10	15	5

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

Была реализована полуреплика 4-х факторного эксперимента. Методика обработки экспериментальных исследований была взята за основу согласно с [9 - 11]. Результаты эксперимента с двукратной повторностью опытов приведены в таблице 2.

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 $F_{\text{табл}}$ 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:

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

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

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

где N - число опытов или число строк матрицы планирования.

Рассчитывали ошибку при определении коэффициента регрессии:

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

Доверительный интервал Δb_i находили по формуле:

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

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:

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

Коэффициенты регрессии определяются по формуле:

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

Проверяли каждый коэффициент на значимость, сравнивая с доверительным интервалом Δb_i .

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

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

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

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

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

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.

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	$\Delta y = (\bar{y}_j - \hat{y}_j)$	Δy^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

Дисперсию адекватности определяли по формуле:

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

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

Осуществляем проверку адекватности уравнения с помощью F -критерия Фишера:

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

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.

Для составления таблицы движения по градиенту из формулы (11) находим фактор с максимальным коэффициентом регрессии ($|b_3| > |b_2|$) в числовом выражении ($0,0101 > 0,0082$),

$b_3=0,0101$ – максимальное значение.

Примем в качестве базового фактора время обработки сортировки (x_3) и примем шаг движения на крутом восхождении 300 с. Тогда по формуле (14) имеем:

$$\gamma = \frac{\Delta x_3^*}{b_3 \Delta x_3} = \frac{300}{0,0101 \cdot 3000} = 9,9, \quad (14)$$

где Δx_3 – интервал варьирования третьего фактора ($\Delta x_3 = 3000$ с),

$\Delta x_3^* = 300$ с, так как $b_3 > 0$.

Тогда шаг по температуре сортировки на крутом восхождении по формуле (15) равен:

$$\Delta x_2^* = \gamma b_2 \Delta x_2 = 9,9 \cdot 0,0082 \cdot 15 = 1,22 \text{ K}. \quad (15)$$

Для удобства шаги движения можем округлить. В данном случае удобно принять

$\Delta x_2^* = -1,2 \text{ К}$, так как $b_2 < 0$.

Проведём крутое восхождение в сторону увеличения органолептических свойств водки. Для этого подставим исходные данные в формулу (11) и внесём в табл. 4.

$$\hat{y}_j = 9,4489 - 0,0082(-0,08) + 0,0101(0,1) = 9,451.$$

Таблица 4 - Расчет значений по методу крутого восхождения

	x_1	x_2	x_3	x_4	\tilde{x}_1	\tilde{x}_2	\tilde{x}_3	\tilde{x}_4	\hat{y}_j
Центр плана	23	293	3600	15					
Интервал	13	15	3000	5					
Шаг движения	0	-1,2	300	0	0	-0,080	0,100	0	
Опыт №9	23	291,8	3900	15,0	0	-0,080	0,100	0	9,451
Опыт №10	23	290,6	4200	15,0	0	-0,160	0,200	0	9,452
Опыт №11	23	289,4	4500	15,0	0	-0,240	0,300	0	9,454
Опыт №12	23	288,2	4800	15,0	0	-0,320	0,400	0	9,456
Опыт №13	23	287,0	5100	15,0	0	-0,400	0,500	0	9,457
Опыт №14	23	285,8	5400	15,0	0	-0,480	0,600	0	9,459
Опыт №15	23	284,6	5700	15,0	0	-0,560	0,700	0	9,461
Опыт №16	23	283,4	6000	15,0	0	-0,640	0,800	0	9,462
Опыт №17	23	282,2	6300	15,0	0	-0,720	0,900	0	9,464
Опыт №18	23	281,0	6600	15,0	0	-0,800	1,000	0	9,466

Останавливаем крутое восхождение, т.к. прогнозируемое значение в опыте № 19 – x_3 примет значение 6900 с, которое будет находиться вне факторного пространства.

Построим графические зависимости органолептических свойств от варьируемых факторов (рис. 1 - 2).

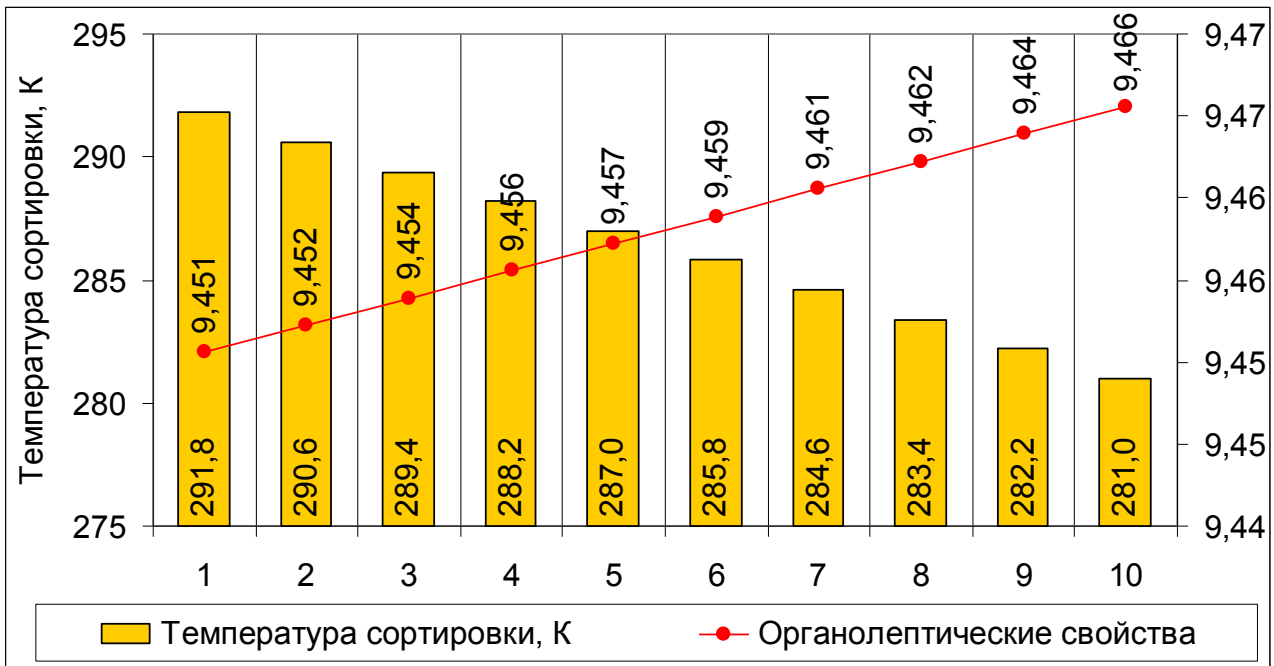


Рисунок 1 - Зависимость \hat{y}_j - органолептических свойств водки от температуры сортировки x_2

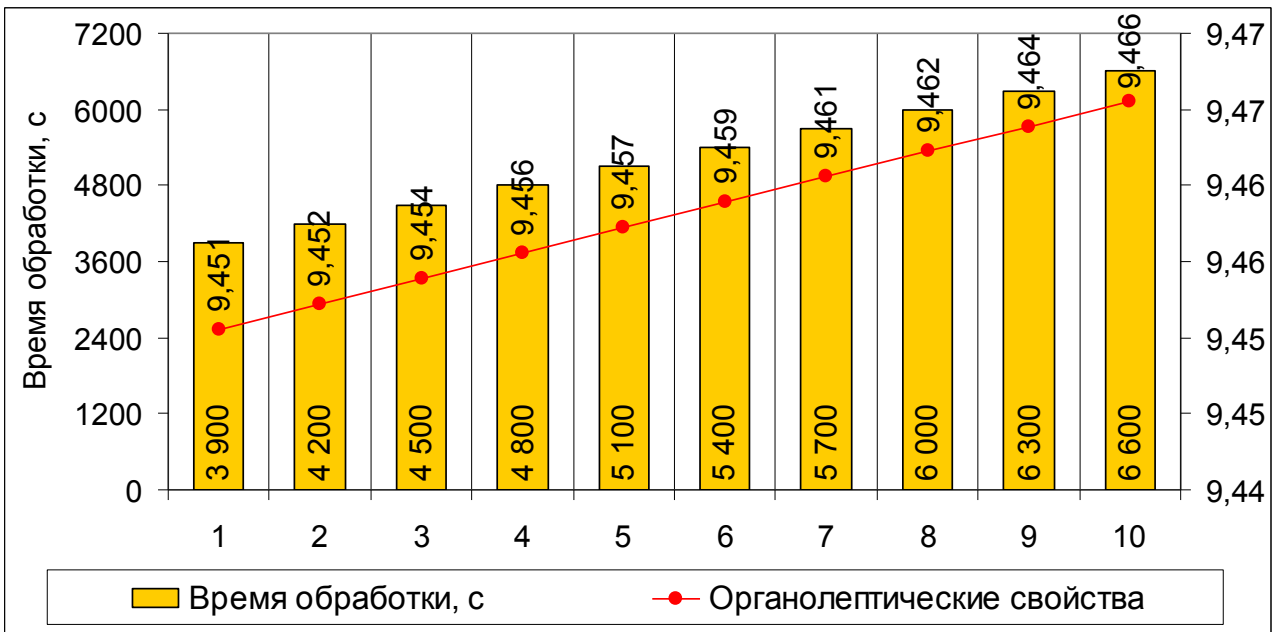


Рисунок 2 - Зависимость \hat{y}_j - органолептических свойств водки от времени обработки сортировки x_3

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 увеличении времени контакта сортировки с углём до 3600 с.

ЛИТЕРАТУРА

1. Топольник В.Г., Кузьмін О.В. Вплив мікроелементного складу технологічної води на органолептичні властивості горілки // Актуальні проблеми харчування: технологія та обладнання, організація і економіка: Тез. доп. / V Міжнар. наук.-техн. конф., Святогірськ, верес. 2007 р. – Донецьк: ДонНУЕТ, 2007. – С. 123-124.
2. Топольник В.Г., Федорова Н.Б., Кузьмін О.В. Стабільність показників якості спирту етилового ректифікованого для лікєро-горілочаного 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. Кузьмін О.В. Пошук екстремуму для визначення органолептичних показників сортировки за методом крутого сходження // 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. 144-148.
4. Карушев В.И. Из прошлого в настоящее. // Информационный бюллетень «Отраслевые ведомости. Ликєроводочное производство и виноделие». – 2004. - №53. – с. 10 - 12.

5. Ильинич В.В. Новый способ производства водки.// Информационный бюллетень «Отраслевые ведомости. Ликероводочное производство и виноделие». – 2003. - №44. – с. 1 - 2.
6. ГОСТ 6217-74. Уголь активный древесный дроблённый. Технические условия. – Введ. 01.01.76. – М.: Издательство стандартов, 1989. – 12 с.
7. Ивахнюк Г.К., Шевченко А.А., Бобков А.С., Кальник Л.Н., Сержантов С.П., Володина Л.Н. Модернизация угольных колонок для очистки водочных сортировок. // Информационный бюллетень «Отраслевые ведомости. Ликероводочное производство и виноделие». – 2004. - №55. – с. 6 - 7.
8. Тарасов А.В., Завьялов Ю.Ф., Месхи Р.Г. «Серебряная фильтрация» - новое направление в технологии производства высококачественных водок. // Информационный бюллетень «Отраслевые ведомости. Ликероводочное производство и виноделие». – 2003. - №39. – с. 1 - 3.
9. Налимов В.В. Применение математической статистики при анализе веществ. - М.: Гос. изд-во физико-математической литературы, 1960. – 430 с.
10. Адлер Ю.П., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. - М.: Наука, 1976. – 280 с.
11. Спиридонов А.А. Планирование эксперимента при исследовании технологических процессов. - М.: Машиностроение, 1981. – 184 с.