

Висновки

1. У результаті проведених експериментальних досліджень було отримано аналітичні криві амплітуди коливань контейнера А, яка в установленаому експлуатаційному режимі має значення в межах $A = 2,8 \dots 3,5$ мм. З підвищеннем подачі матеріалу, значення амплітуди коливань зменшується внаслідок зростання дисипативних сил технологічного середовища.

2. Визначено експериментальну залежність швидкісних характеристик виконавчого органу вібророторної дробарки від кутової частоти обертання приводного вала електродвигуна та досліджено енергетичні характеристики розробленого обладнання при різній подачі матеріалу, чим встановлено, що найбільш ефективний режим обробки за мінімальних енерговитрат складає: подача матеріалу $Q_{\text{мат.}} = 600$ кг/год; частота обертання приводного валу $\omega = 130$ рад/с; амплітуда коливань $A = 2,8$ мм; віброприскорення $a = 42$ м/с²; інтенсивність коливань $I = 14$ м²/с³. При цих параметрах споживана потужність привода вібророторної дробарки становить $N = 1100$ Вт.

Література

1. В.О. Маринченко, В.А. Домарецький, П.Л. Шиян, В.М. Швець, П.С. Щиганков, І.Д. Жолнер. Технологія спирту / Під ред. проф. В.О. Маринченка. – В.: «Поділля-2000», 2003. – 496 с.
2. Паламарчук І.П. Розробка конструктивно-технологічної схеми вібророторної дробарки / І.П. Паламарчук, В.П. Янович, І.М. Купчук, І.В. Соломко // Вібрації в техніці та технологіях, 2013. – № 1(69). – С. 125-129.
3. Паламарчук І.П. Дослідження амплітудно-частотних та енергетичних характеристик вібророторної дробарки для виробництва спирту / І.П. Паламарчук, В.П. Янович, І.М. Купчук // Вібрації в техніці та технологіях, 2013. – № 1(69). – С. 125–129.
4. Пат. на корисну модель України № 85270, МПК B02C 25/00. Вібророторна дробарка / І.П. Паламарчук, В.П. Янович, І.М. Купчук – власник Вінницький національний аграрний університет, заявка № 201307504; заявл. 11.11.2013; опубл. 11.11.2013, Бюл. № 21.

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,¹Ковальчук В.П., канд. техн. наук
Національний університет харчових технологій, м. Київ

¹ДНУ «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 лікеро-горілчаного виробництва. Метод визначення лужності водного настою» дасть змогу більш чітко визначати та контролювати ведення виробничого процесу, що сприятиме підвищенню ефективності роботи підприємств харчової промисловості.

UkrNIIspiritbioprod on the basis of studies have established the effectiveness of the investigated filtration of natural minerals, rock crystal, garnet, shungite and anthracite filtrants A grade for air conditioning water, which will enable to provide high quality i resistance of alcoholic beverages.

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

Для очищення води від органічних домішок та обробляння водно-спиртових сумішей (сортівок) лікеро-горілчаного виробництва необхідно правильно вибирати 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. Одним із 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 обробляння води та водно-спиртової суміші,

— каталітичну активність активного вугілля, що характеризує можливу залишкову кількість альдегідів у обробленій активним вугіллям сортівці, реакції окиснення спиртів, етерифікацію кислот та омилення естерів.

Необхідність удосконалення методу визначення 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 визначення та розроблення національного стандарту було обумовлено необхідністю визначення якості активного вугілля, яке використовується у водоготовуванні та під час оброблення водно-спиртових сумішей (сортівок) лікеро-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(HCl), що використовується на титрування 100 см³ дистильованої води, обробленої 20 г активного вугілля.

Контролювання якості активного вугілля на цей час здійснюють за методиками визначення 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 підготовування проби активного вугілля до випробовувань,
- до точного порядку проведення випробовувань,
- до опрацювання та контролювання результатів, метрологічних характеристик: границі визначення, контролювання якості вимірювань (збіжність, відтворність та границі похибки),
- до оформлення результату випробовування,
- до забезпечення безпечної ведення випробовування.

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

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

Досліджено та оптимізовано умови визначення лужності водного настою активного вугілля.

Встановлено, що діапазон визначення 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 готовування 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 готовування посуду та активного вугілля до випробовування, умови, за яких здійснюються 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 пристрій (колб, стаканів, паперу фільтрувального).

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

Для підготовування 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 °C до 110 °C протягом 30 хв, охолодити у ексикаторі протягом 20 хв.

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

Наважку нового активного вугілля ($200,0 \pm 1,0$) 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 видалення 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 випробування та визначено, що для випробування необхідно ($30,00 \pm 0,10$) г активного вугілля. Оптимізовано тривалість перемішування з дистильованої води з пробою активного вугілля, яка повинна становити 10 хв. Визначено, що кількість фільтрату, яку необхідно відібрати після перемішування активного вугілля з здистильованою водою для випробування 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 визначеності 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 лікеро-горілчаного виробництва і встановлює метод визначення лужності водного настою.

Метод визначення лужності водного настою активного вугілля ґрунтуються на визначенні об'єму розчину соляної кислоти $c(HCl)=0,01$ моль/дм³, витраченого на титрування 100 см³ водного настою вугілля.

У розділі «Засоби вимірювальної техніки, допоміжні пристрої, реактиви» наведено перелік застосуваного обладнання (пристроїв, пристріїв, 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 познаки, а також тип устаткування та робочий діапазон робочих характеристик.

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

У розділі «Готування до випробування» встановлено правила готовування необхідних посуду (чашок для випаровування, піпеток, стаканів, колб), фільтрувального паперу та проби активного вугілля до випробування.

У розділі «Проведення випробування» встановлено правила виконання вимірювань, послідовність виконуваних операцій випробування проби. Зазначено, яку кількість активного вугілля та здистильованої води необхідно взяти для проведення випробування. У розділі вказано порядок урахування загального об'єму розчину соляної кислоти $c(HCl)=0,01$ моль/дм³, який витрачено на титрування.

У розділі «Опрацювання результатів» наведено правила опрацювання результатів вимірювань, метрологічне оброблення отриманих результатів випробування.

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

Результат визначення лужності водного настою вугілля, (X), у сантиметрах кубічних, визначають за формuloю

$$X = X_{cep} + \Delta X,$$

де X_{cep} – середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань, см³;

ΔX – абсолютна похибка вимірювань.

У розділі «Контролювання результатів» наведено значення нормативів контролю характеристик похибки, процедуру перевіряття оперативного контролю збіжності, відтворності, границі похибки [16].

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

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

Довірчі границі абсолютної похибки вимірювань становлять $\pm 0,15$ см³ розчину соляної кислоти $c(HCl)=0,01$ 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 випробуваннях 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 виконан-

ня 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 оформлення результатів» установлено 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 визначення;
- детальний опис будь-яких операцій, які не увійшли до складу цієї частини стандарту або розглядались 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» установлено 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 лікеро-горілчаних підприємств на семінарах за програмами «Вода і водопідготовка у виробництві горілок, лікеро-горілчаних та безалкогольних напоїв, бутильованих питних вод» та «Застосування нових ефективних сорбційних матеріалів та удосконалення технологій оброблення води та водно-спиртових сумішей у лікеро-горілчаному виробництві».

Висновки.

Застосування ДСТУ 7417:2013 «Вугілля активне для лікеро-горілчаного виробництва. Метод визначення 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; вжити заходи 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 лікеро-горілчаної 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.: Де Ли прінт, 2009. – 324 с.
2. Рябчиков, Б.Е. Современные методы подготовки воды для промышленного и бытового использования [Текст] / Б.Е. Рябчиков. – М.: Де Ли прінт, 2004. – 301 с. – ISBN -5-94343-066-0.
3. Технологічний регламент на виробництво горілок і лікеро-горілчаних напоїв: ТР У 18.5084-96. – К.: УкрНДІспиртбіопрод, 1996. – 330 с.
4. ТР 18 Україна 4180-93 Технологічний регламент на виробництво горілок для експорту. – Київ: УкрНДІспиртбіопрод, 1993. – 136 с.
5. Лікеро-горілчана 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 лікеро-горілчаного виробництва. – К.: УкрНДІспиртбіопрод, 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.