ПИЩЕВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

Научная статья/Research Article
УДК 663.4:512.25
DOI: 10.36718/1819-4036-2024-2-200-206

Софья Александровна Царева[1✉], **Александр Сергеевич Ермишин**[2], **Владислав Михайлович Гулин**[3]
[1,2]Ярославский государственный технический университет, Ярославль, Россия
[3]Рыбинский государственный авиационный технический университет имени П.А. Соловьева, Рыбинск, Россия
[1,2,3]tsarevasa@ystu.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ СТАТИСТИЧЕСКОЙ ПРИГОДНОСТИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ЗАТИРАНИЯ СОЛОДА НА ПРЕДМЕТ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ И СТАБИЛЬНОСТИ

Цель исследования – определение статистической пригодности процесса затирания солода на основе регистрации изменения температуры β-амилазы. Задачи: статистически обосновать или опровергнуть стабильность и воспроизводимость процесса затирания солода. Объектом исследования является технологический процесс затирания солода в контексте оценки воспроизводимости и стабильности при исследовании изменения температуры фермента β-амилазы. Исследование проводилось в Ярославском регионе на производственных площадках пивоваренного завода «Ярпиво». В ходе исследования авторы опирались на такие инструменты программно-статистического анализа, как программный пакет Statistica 13.5 и электронные таблицы MS Excel. При построении контрольных карт (X-, R- и CUSUM) было установлено, что процесс затирания солода характеризуется как статистически стабильный, что позволило в дальнейшем оценить индекс воспроизводимости. Однако по причине распределения результатов измерения, отличного от нормального по критерию хи-квадрат Пирсона (χ_{cr}^2 =11,07 < χ_{cal}^2=11,316), был также использован метод кривых Пирсона. В результате статистической обработки были установлены значения индекса и меньшего индекса воспроизводимости, которые составляют 1,42 и 0,80 соответственно. Отмеченный факт характеризует процесс как стабильный, с минимальным уровнем брака (0,0007 %). При дополнительном расчете значения индекса и меньшего индекса пригодности процесса составили 2,58 и 1,59 соответственно. Таким образом, можно отметить, что созданы определенные предпосылки по обеспечению бездефектного производства, несмотря на то, что исследуемый процесс не является центрированным.

Ключевые слова: *статистическая стабильность процесса, индекс воспроизводимости процесса, контрольные карты, статистическая обработка, β-амилаза, фермент, затирание солода*

Для цитирования*: Царева С.А., Ермишин А.С., Гулин В.М.* Исследование статистической пригодности технологического процесса затирания солода на предмет воспроизводимости и стабильности // Вестник КрасГАУ. 2024. № 2. С. 200–206. DOI: 10.36718/1819-4036-2024-2-200-206.

© Царева С.А., Ермишин А.С., Гулин В.М., 2024
Вестник КрасГАУ. 2024. № 2. С. 200–206.
Bulliten KrasSAU. 2024;(2):200–206.

Sofia Alexandrovna Tsareva[1✉], **Alexander Sergeyevich Ermishin**[2], **Vladislav Mikhailovich Gulin**[3]
[1,2]Yaroslavl State Technical University, Yaroslavl, Russia
[3]Rybinsk State Aviation Technical University named after P.A. Solovyov, Rybinsk, Russia
[1,2,3]tsarevasa@ystu.ru

INVESTIGATION OF THE STATISTICAL SUITABILITY OF THE TECHNOLOGICAL PROCESS OF MASHING MALT FOR REPRODUCIBILITY AND STABILITY

The aim of the study is to determine the statistical suitability of the malt mashing process based on the registration of temperature changes in β-amylase. Tasks: statistically substantiate or refute the stability and reproducibility of the malt mashing process. The object of the study is the technological process of mashing malt in the context of assessing reproducibility and stability in the study of temperature changes of the enzyme β-amylase. The study was conducted in the Yaroslavl region, at the production sites of the Yarpivo brewery. In the course of the study, the authors relied on such software and statistical analysis tools as the Statistica 13.5 software package and MS Excel spreadsheets. When constructing control maps (X-, R- and CUSUM), it was found that the process of mashing malt is characterized as statistically stable, which made it possible to further evaluate the reproducibility index. However, due to the distribution of measurement results different from normal by Pearson's χ-square criterion (χ_{cr}^2 =11,07 < χ_{cal}^2=11,316), the Pearson curve method was also used. As a result of statistical processing, the values of the index and the smaller reproducibility index were established, which are 1.42 and 0.80, respectively. The noted fact characterizes the process as stable, with a minimum level of marriage (0.0007 %). An additional calculation of the index values and a smaller process fitness index were 2.58 and 1.59, respectively. Thus, it can be noted that certain prerequisites have been created to ensure defect-free production, despite the fact that the process under study is not centered.

Keywords: *statistical stability of the process, process reproducibility index, control maps, statistical processing, β-amylase, enzyme, malt mashing*

For citation: *Tsareva S.A., Ermishin A.S., Gulin V.M.* Investigation of the statistical suitability of the technological process of mashing malt for reproducibility and stability // Bulliten KrasSAU. 2024;(2): 200–206 (In Russ.). DOI: 10.36718/1819-4036-2024-2-200-206.

Введение. Технологический процесс затирания солода в пивоварении является одним из критериальных этапов производства. Сущность данного процесса представлена смешиванием молотого солода и теплой воды с целью получения определенного количества ферментируемых сахаров и других соединений, которые в значительной мере влияют на органолептические показатели качества продукции [1, 2].

Выдерживание 5 температурных пауз в процессе затирания направлено на достижение оптимальной ферментативной активности [3]. Так, при осахаривании происходит расщепление крахмала на сбраживаемые и несбраживаемые сахара, которые определяют вкус, крепость и другие единичные характеристики пивного продукта. Последний факт обусловлен специфическим действием амилазного комплекса, в частности β-амилазы [4]. Пик ее активности достигается при удержании температуры на уровне 63°С. Однако уже при незначительном повышении температуры до 65 °С активность β-амилазы снижается до 50 % от исходного уровня в течение часа [5]. С последующим увеличением температуры до 73 °С активность фермента падает стремительнее, делая напиток более сладким, с пониженным уровнем алкоголя.

Таким образом, подтверждается довод о повышенной чувствительности к температуре β-амилазы, что требует соответствующего подхода к управлению процессом в контексте обеспечения стабильности и воспроизводимости [6]. Использование для этого статистических методов анализа, таких как контрольные карты, уже доказало собственную эффективность, в т. ч. в пивоварении, в качестве инструмента оценки стабильности технологического процесса [7–9]. Отдельные авторы называют контрольную карту графическим монитором производственной системы, параллельно подтверждая эффективность

контрольных карт кумулятивных сумм (CUSUM-карты) ввиду высокой чувствительности инструмента [10]. Другие исследователи автоматизируют процесс построения контрольных карт, разрабатывая собственные программные решения [11]. Дополняя их расчетами индексов воспроизводимости и пригодности процесса, можно получить целочисленные данные относительно нормальных значений индексов. Тем самым будет определен уровень несоответствий, управляемость процесса с последующим выбором тренда [12].

Цель исследования – определение статистической пригодности процесса затирания солода на основе отслеживания изменения температуры β-амилазы.

Задачи: статистически обосновать или опровергнуть стабильность и воспроизводимость процесса затирания солода.

Объекты и методы. В качестве объекта исследования выступает технологический процесс затирания солода в контексте оценки воспроизводимости и стабильности при исследовании изменения температуры фермента β-амилазы. Температура измерялась в течение 6 дней с общим количеством результатов измерений (РИ) в 30 наблюдений. Полученные данные РИ подверглись статистической обработке в соответствии с ГОСТ Р ИСО 22514-1-2015, ГОСТ Р ИСО 22514-2-2015 и ГОСТ Р ИСО 22514-4-2021. Для этого использовались программно-статистические комплексы Statistica и MS Excel. Были построены контрольные карты Шухарта, CUSUM-карты, оценена гипотеза нормальности распределения и рассчитаны индексы воспроизводимости и пригодности процесса.

Результаты и их обсуждение. В результате краткосрочного периода наблюдения за объектом исследования была сформирована следующая таблица РИ (табл. 1). Как уже отмечалось, результаты наблюдения регистрировались в течение 6 последовательных отчетных периодов. Выборки по дням наблюдений не имеют ярко выраженной корреляции между собой, что не подтверждает гипотезу о нормальности распределения результатов измерения контролируемого параметра.

Незначительные колебания в значениях температуры β-амилазы в пределах от 61 до 65 °С в период наблюдений связаны с проведением такого технологического приема, как применение температурных пауз в процессе осахаривания солода, при которых выдерживается оптимальная температура для действия фермента, чтобы превратить молекулы крахмала в мальтозу (диапазон же оптимальных значений активности данного фермента находится в пределах 61–67 °С). Необходимо отметить, что замеры проводились в одно время, согласно схеме исследования, в то же время регистрация значений температуры β-амилазы в период температурной паузы – в другое, согласно технологическому регламенту.

На основании данных РИ были построены контрольные X- и R-карты Шухарта (рис. 1) с целью определения стабильности протекания процесса.

Из данных карт видно, что все точки находятся внутри контрольных границ, при этом 2/3 всех РИ находятся вблизи центральной линии (зона С), что свидетельствует о стабильности протекания процесса.

Таблица 1

Результаты наблюдения

День	Температура β-амилазы, °С				
	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5
1	63,0	65,0	64,0	64,0	65,0
2	64,5	62,0	61,5	62,0	63,0
3	61,5	61,5	62,0	62,0	61,0
4	62,0	65,0	63,0	64,0	62,0
5	64,0	63,5	64,5	62,0	64,0
6	63,0	64,0	61,0	62,0	64,0

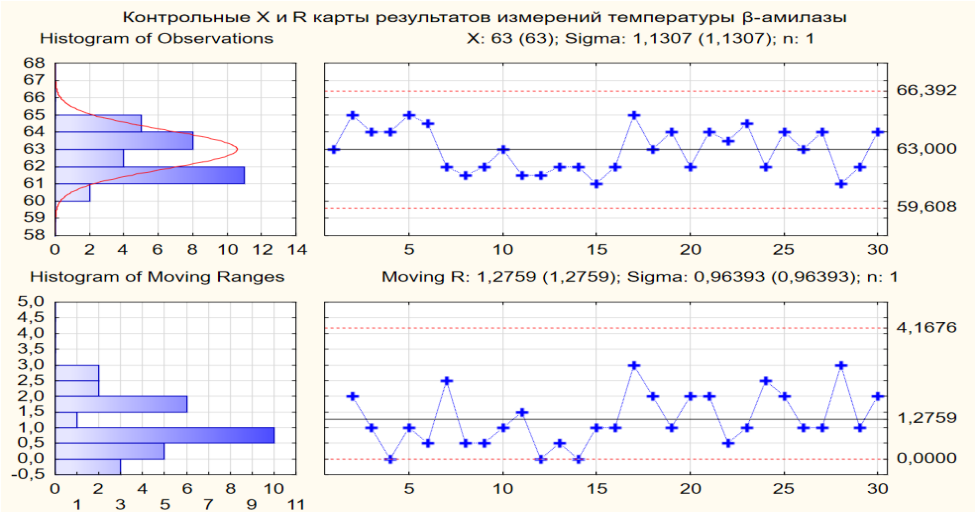

Рис. 1. Контрольные X- и R- карты РИ температуры β-амилазы

Однако контрольные карты Шухарта недостаточно чувствительны к регистрации изменений технологического процесса, в частности они не учитывают предыдущие данные исследований. Поэтому для оценки поведения процесса была адаптирована контрольная карта «с памятью» (CUSUM-карта) (рис. 2). Достоинство таких карт определяется не только возможностью оценки процесса на предмет раннего выявления отклонения значения наблюдаемой величины от опорного значения, но и возможностью прогнозирования поведения процесса. В качестве опорного значения было принято математическое ожидание, равное среднему арифметическому (63).

Рис. 2. CUSUM-карта температуры β-амилазы

Наложенная усеченная V-маска показывает, во-первых, значительное уменьшение среднего по отношению к опорному значению, во-вторых, определяет точки, выходящие за границы разрешающей линии (наблюдения 6–10), тем самым карта сигнализирует о серьезном отклонении процесса.

Поэтому далее была построена новая CUSUM-карта без учета точек 6–10 (день 2). Также изменилось и опорное значение до 63,08 (рис. 3).

Рис. 3. Повторное построение CUSUM-карты температуры β-амилазы

Несмотря на то, что здесь также наблюдается значительное уменьшение среднего по отношению к опорному значению, процесс характеризуется как стабильный, склонный к адекватному прогнозированию.

Далее, для оценки устойчивости процесса посредством индекса воспроизводимости, необходимо было поставить гипотезу о нормальности распределения РИ на основании критерия Пирсона (табл. 2). Для этого были оценены дисперсия (1,66) и среднеквадратичное отклонение (1,28).

Таблица 2

Расчет критерия χ^2 Пирсона

x_i	n_i	$x_i n_i$	$(\bar{x} - x_i)n_i$	u_i	$\phi(u_i)$	n_i^0	$\frac{(n_i - n_i^0)^2}{n_i^0}$
61,0	2	122	8,653	–1,614	0,108	1,052	0,856
61,5	2	123	4,993	–1,226	0,188	1,825	0,017
62,0	6	372	6,998	–0,838	0,281	5,448	0,056
63,0	3	189	0,019	–0,062	0,398	3,863	0,193
63,5	1	63,5	0,176	0,326	0,378	3,670	1,943
64,0	7	448	5,925	0,714	0,309	2,999	5,336
64,5	1	64,5	2,016	1,102	0,217	2,109	0,583
65,0	3	195	11,059	1,490	0,131	1,275	2,333
∑	25	1577	39,840	–	–	–	11,316

При уровне значимости α = 0,05 и степени свободы k = 5 получено значение $\chi^2_{кр}$ = 11,070, что меньше $\chi^2_{рас}$ = 11,316. Таким образом, не принимается гипотеза о нормальности распределения РИ температуры β-амилазы.

Для оценки индекса воспроизводимости был использован метод кривых Пирсона. Для этого была рассчитана собственная изменчивость процесса по формуле

$$\sigma_I = \frac{\bar{R}}{d_2}. \quad (1)$$

При оценке индекса воспроизводимости (формула (2)) опирались на значения процентиля уровня 99,865 и 0,135 %

$$C_p = \frac{U-L}{X_{99,865\%} - X_{0,135\%}}. \quad (2)$$

Полученное значение индекса воспроизводимости составило C_p = 1,42, что больше нормального значения (1,33), далее, рассчитав меньший индекс воспроизводимости C_{pk}=0,80, было сформировано неравенство следующего вида: $C_{pk} < 1 < C_p$. Оно характеризует процесс как стабильный, но невоспроизводимый, а одна из границ процесса лежит внутри установленных значений, что предполагает установление сплошного контроля. Однако формируемый уровень несоответствия меньше 0,0007 %, или 7 несоответствий на 1 млн ед. продукции.

На следующем этапе был рассчитан индекс пригодности, который требовал оценки полной изменчивости процесса по формуле

$$\sigma_T = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}\,. \qquad (3)$$

Получив значение индекса пригодности P_p = 2,58 (формула (2)), очевидно, что данный показатель также больше нормального значения (2,58 > 1,33). Меньший же индекс пригодности процесса составил P_{pk} = 1,59. По результатам оцененных значений наблюдается такая тенденция: $1{,}33 < P_{pk} < 1{,}67 < P_p$.

Резюмируя оцененные показатели, можно констатировать, что вероятность появления бракованной продукции является ничтожно малой ввиду минимальных отклонений параметров продукции, даже при отсутствии центрированности.

Заключение. Таким образом, на основе статистических методов анализа было определено, что процесс затирания солода, где температура фермента β-амилазы играет ключевую роль, статистически стабилен, вероятность появления брака минимальна. При этом авторы отмечают преимущественное использование полупараболической V-маски при регистрации изменений в технологическом процессе затирания солода ввиду значительной чувствительности и возможности обнаружения изменчивости процесса.

Список источников

1. An Overview of the Application of Multivariate Analysis to the Evaluation of Beer Sensory Quality and Shelf-Life Stability / *A.C. De Lima* [et al.] // Foods 2022, 11, 2037. DOI: 10.3390/foods11142037.
2. *Сафонова Е.А., Потапов А.Н., Вагайцева Е.А.* Интенсификация технологических процессов производства пива при использовании роторно-пульсационного аппарата // Техника и технология пищевых производств. 2015. № 1. С. 74–81.
3. Разработка новых заторно-сусловарочно-фильтрационных аппаратов для производства крафтового пива / *Д.М. Бородулин* [и др.] // Техника и технология пищевых производств. 2020. № 4. С. 630–641.
4. Effect of mashing procedures on brewing / *L. Montanari* [et al.] // European food research and technology. 2005. 221: 175–179. DOI: 10.1007/s00217-005-1166-8.
5. Isothermal mashing of barley malt: new insights into wort composition and enzyme temperature ranges / *A. Laus* [et al.] // Food bioprocess technol. 2022. 15: 2294–2312. DOI: 10.1007/s11947-022-02885-2.
6. *Bamforth C.* Current perspectives on the role of enzymes in brewing // Journal of cereal science. 2009. № 50: P. 353–357. DOI: 10.1016/j.jcs.2009.03.001.
7. *Федосеева У.С., Помозова В.А.* Использование инструментария статистического анализа в процессе пивоварения // Техника и технология пищевых производств. 2015. № 2. С. 131–137.
8. *Ниициевская К.Н., Мотовилов О.К., Мотовилов К.Я.* Оценка качества соусов на основе растительных масел с использованием карт Шухарта // Вестник КрасГАУ. 2019. № 8. С. 127–135.
9. *Волошина Е.С., Дунченко Н.И.* Оценка результативности системы менеджмента качества на мясоперерабатывающем предприятии // Теория и практика переработки мяса. 2017. № 3. С. 21–30. DOI: 10.21323/2414-438X-2017-2-3-21-30.
10. Специализированные программные комплексы в контроле качества алкогольной продукции / *Н.В. Шелехова* [и др.] // Пищевая промышленность. 2017. № 1. С. 50–52.
11. A quality control analysis for improvement of product using cumulative sum (CUSUM) and exponentially weighted moving average (EWMA) / *H.A. Chamalwa* [et al.] // Continental journal of applied sciences. 2017. 12: 49–76.
12. *Малая Л.Д.* Методика пригодности технологического процесса при контроле по количественному признаку // Омский научный вестник. 2015. № 3. С. 164–170.

References

1. An Overview of the Application of Multivariate Analysis to the Evaluation of Beer Sensory Quality and Shelf-Life Stability / *A.C. De Lima* [et al.] // Foods 2022, 11, 2037. DOI: 10.3390/ foods11142037.
2. *Safonova E.A., Potapov A.N., Vagajceva E.A*. Intensifikaciya tehnologicheskih processov proizvodstva piva pri ispol'zovanii rotorno-pul'sacionnogo apparata // Tehnika i tehnologiya pischevyh proizvodstv. 2015. № 1. S. 74–81.
3. Razrabotka novyh zatorno-suslovarochno-fil'tracionnyh apparatov dlya proizvodstva kraftovogo piva / *D.M. Borodulin* [i dr.] // Tehnika i tehnologiya pischevyh proizvodstv. 2020. № 4. S. 630–641.
4. Effect of mashing procedures on brewing / *L. Montanari* [et al.] // European food research and technology. 2005. 221: 175-179. DOI: 10.1007/s00217-005-1166-8.
5. Isothermal mashing of barley malt: new insights into wort composition and enzyme temperature ranges / *A. Laus* [et al.] // Food bioprocess technol. 2022. 15: 2294-2312. DOI: 10.1007/s11947-022-02885-2.
6. *Bamforth C*. Current perspectives on the role of enzymes in brewing // Journal of cereal science. 2009. № 50: P. 353–357. DOI: 10.1016/j.jcs.2009.03.001.
7. *Fedoseeva U.S., Pomozova V.A*. Ispol'zovanie instrumentariya statisticheskogo analiza v processe pivovareniya // Tehnika i tehnologiya pischevyh proizvodstv. 2015. № 2. S. 131–137.
8. *Nicievskaya K.N., Motovilov O.K., Motovilov K.Ya*. Ocenka kachestva sousov na osnove rastitel'nyh masel s ispol'zovaniem kart Shuharta // Vestnik KrasGAU. 2019. № 8. S. 127–135.
9. *Voloshina E.S., Dunchenko N.I*. Ocenka rezul'tativnosti sistemy menedzhmenta kachestva na myasopererabatyvayuschem predpriyatii // Teoriya i praktika pererabotki myasa. 2017. № 3. S. 21–30. DOI: 10.21323/2414-438X-2017-2-3-21-30.
10. Specializirovannye programmnye kompleksy v kontrole kachestva alkogol'noj produkcii / *N.V. Shelehova* [i dr.] // Pischevaya promyshlennost'. 2017. № 1. S. 50–52.
11. A quality control analysis for improvement of product using cumulative sum (CUSUM) and exponentially weighted moving average (EWMA) / *H.A. Chamalwa* [et al.] // Continental journal of applied sciences. 2017. 12: 49–76.
12. *Malaya L.D*. Metodika prigodnosti tehnologicheskogo processa pri kontrole po kolichestvennomu priznaku // Omskij nauchnyj vestnik. 2015. № 3. S. 164–170.

Статья принята к публикации 26.06.2023 / The article accepted for publication 26.06.2023.

Информация об авторах:
Софья Александровна Царева[1], доцент кафедры экономики и управления, кандидат химических наук, доцент
Александр Сергеевич Ермишин[2], доцент кафедры экономики и управления, кандидат сельскохозяйственных наук
Владислав Михайлович Гулин[3], магистрант кафедры организации производством и управления качеством

Information about the authors:
Sofia Alexandrovna Tsareva[1], Associate Professor at the Department of Economics and Management, Candidate of Chemical Sciences, Docent
Alexander Sergeyevich Ermishin[2], Associate Professor at the Department of Economics and Management, Candidate of Agricultural Sciences
Vladislav Mikhailovich Gulin[3], Master's student at the Department of Production Organization and Quality Management