

取样量、取样次数对烟丝混合均匀性检测的影响

刘栋¹, 陈越立¹, 李华杰², 罗登炎², 堵劲松³, 罗登山³

- (1. 广东中烟工业有限责任公司 技术中心, 广东 广州 510385;
2. 福建中烟工业有限责任公司 技术中心, 福建 厦门 361004;
3. 郑州烟草研究院 烟草行业烟草工艺重点实验室, 河南 郑州 450001)

摘要:利用烟丝密度的差异,以CO₂膨胀烟丝作为示踪物,采用外加示踪物的均匀度作为反映混合物整体混合效果评价方法,测定了某牌号成品烟支中配方烟丝的混合效果,考察取样量和取样次数对混合均匀性检测的影响.结果表明:1)随着取样量(烟支数)的增加,烟支样品中膨胀烟丝含量的均值逐渐趋于稳定,标准偏差逐渐减小并趋于稳定;不同取样量样本中膨胀烟丝含量的方差整体差异显著,但当取样量增加到90 g时,膨胀烟丝含量的方差不随取样量的继续增大而变化;当取样量>30 g时,成品烟支中配方烟丝的膨胀烟丝含量均值无显著差异.2)任意取样量的条件下的不同取样次数样品中膨胀烟丝含量的方差整体无显著性差异;当取样次数大于10次时,样品膨胀烟丝含量均值与取样次数55次的比较基准样本无显著性差异.

关键词:烟丝;取样量;取样次数;混合效果;均匀性检测

中图分类号:TS452 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2013.01.011

Influence of sampling volume and frequency on the mixing uniformity test of cut filler

LIU Dong¹, CHEN Yue-li¹, LI Hua-jie², LUO Deng-yan², DU Jin-song³, LUO Deng-shan³

(1. Technology Center, China Tobacco Guangdong Industrial Co., Ltd., Guangzhou 510385, China;

2. Technology Center, China Tobacco Fujian Industrial Co., Ltd., Xiamen 361004, China;

3. Key Laboratory of Tobacco Processing Technology, Zhengzhou Tobacco Research Institute, Zhengzhou 450001, China)

Abstract: Based on the density differences of cut filler, a cut fillers homogeneity method which using CO₂ expanded tobacco as the tracer was used to analyze the influence of sampling volume and frequency on the mixing uniformity of cut filler in cigarettes statistically. The results showed that: 1) the mean of CO₂ expanded tobacco content in cigarette samples tended towards stability gradually while the standard deviation decreased and tended towards stability gradually with the increase of the sampling volume. The variance of expanded tobacco content showed significant difference when selecting the whole sampling volume as a group, and the variance of expanded tobacco content had not significant difference among the more than

收稿日期:2012-11-23

作者简介:刘栋(1985—),男,河南省郑州市人,广东中烟工业有限责任公司工程师,主要研究方向为卷烟配方、烟草工艺.

通信作者:堵劲松(1970—),男,河南省开封市人,郑州烟草研究院研究员,主要研究方向为烟草工艺.

90 g sampling amount group, while the mean of expanded tobacco content showed no obvious difference when the sampling amount is greater than 30 g. 2) The variance of expanded tobacco content in cigarette samples had not significant difference between each number of samples group while the mean of expanded tobacco content had not significant difference with the sample of 55 sampling number group when the sampling number reached 10.

Key words: cut filler; sampling volume; sampling frequency; mixing effect; uniformity test

0 引言

混合通常是指将不同物理和化学性质的固体物料在空间分布均匀的过程. 烟草的加工过程中也存在多处混合过程, 烟草物料的混合效果是影响卷烟产品物理和感官质量的重要因素^[1]. 在一定的混合效果评价条件下, 影响混合均匀性测定结果准确度的主要因素是取样量和取样次数. 取样量是重要的检测尺度, 若检测尺度很大, 包括生产线上所有的产品, 那么其混合均匀度检测准确性最佳; 如果检测尺度很小, 仅包含单一颗粒, 那么其检测准确性最差^[2]. 所以, 应尽可能保证取样量接近于最终产品的量, 当研究目的为比较某一工序混合前后均匀度变化情况时, 取样量应保证前后对应; 当试验或检测手段无法达到较小的检测尺度时, 需根据实际情况确定这一变量. 取样次数由该试验所能允许的误差决定, 取样次数越多, 结果越能代表总体. 但由于受到多种因素的限制, 其取值不可能很大, 一般认为取样次数 ≥ 30 时, 样本的统计量基本可以代表总体, 可通过统计方法合理减少取样次数^[3]. 目前, 通过统计方法研究取样量、取样次数对烟丝混合均匀性检测结果的影响尚未见文献报道.

本文拟利用烟丝密度的差异, 以 CO_2 膨胀烟丝作为示踪物, 用外加示踪物的均匀度反映混合物整体混合效果^[4] 作为烟丝混合均匀性评价方法, 研究不同取样量和取样次数条件下某牌号成品烟支中配方烟丝的混合效果.

1 实验

1.1 材料与设备

1.1.1 材料 正己烷, 环己烷 (AR), 西陇化工股份有限公司产; CO_2 膨胀烟丝、配方叶丝、梗丝, 福建中烟生产; 福建中烟某牌号配方烟丝 (组成为滚筒干燥叶丝、气流干燥叶丝和 CO_2 膨胀烟丝, CO_2 膨胀烟丝掺配比例 11%) .

1.1.2 设备 Retsch AS400 筛分仪, 德国 Retsch 公

司产, 筛网孔径为: 8.00 mm, 6.70 mm, 5.60 mm, 4.75 mm, 4.00 mm, 3.35 mm, 2.80 mm, 2.00 mm, 1.40 mm 和 0.71 mm; PL3001—S 型电子天平 (感量: 0.01 g), PG603—S 型电子天平 (感量 0.000 1 g), 瑞士 Mettler Toledo 公司产; LC—233 烘箱, Espec 环境仪器 (上海) 有限公司产; UltraPYC 1200e 全自动真密度分析仪, 美国 Quantachrome 公司产. 龙岩烟草工业有限责任公司制丝生产线: 叶片垂直分切机, TB—S 2000 回潮加料机, SJ 1521 型加料机, A1 型切丝机, KLD 2—3 型两段式烘丝机, SJ 237B 型加香机, PROTOS 1—8 型卷烟机; WPL10 型喂料机, BWE 型电子称, ZGC 型输送振槽, DPH 型输送皮带, 风送设备, GPT25D 型烟片预配柜、配叶贮叶柜, GPT30D 型烟丝混配柜.

1.2 方法

1.2.1 示踪物的选择 示踪物的选择对于混合均匀性评价的准确性至关重要, 示踪物的选择需满足特定的原则^[5]. 对烟草物料而言, 从产品质量的角度来考虑, 其他行业所使用的示踪物如 MnO_2 , La_2O_3 , 炭黑, TiO_2 , KNO_3 , NaCl , 铁粉, 有色染料等不宜在烟草加工中使用, 理想的示踪物应是其配方中的组分之一. 相比于其他性质差异, 粒径差异是引起示踪物与物料主体分离的主要因素^[6]. H. Campell 等^[7] 指出当颗粒密度比 $< 3:1$ 时, 颗粒的粒径差异对分离的作用更显著. 因此, 选用 CO_2 膨胀烟丝作为示踪物, 通过比重法测定其在配方烟丝中的含量, 其在试验中不会造成显著的分层作用, 且不会造成原料的浪费.

1.2.2 示踪物的检测方法 选用英美烟草公司和郑州烟草研究院^[8-9] 使用的漂浮分离法作为配方中膨胀烟丝比例的检测方法, 在不同样品测试量 (2 g, 10 g, 50 g, 100 g, 200 g) 条件下, 分别将含有 1%, 5% 和 10% CO_2 膨胀烟丝的配方烟丝放入分离液 (分离液为环己烷与乙酸乙酯按照体积比 2:1 配制而成). 充分搅拌静置待其完全分层后, 取出上层膨胀丝和下层配方烟丝, 分别放入烘箱烘干至恒重

后^[10]称量得 M_1 和 M_2 , 计算得到实测的膨胀烟丝比例 $x = M_1 / (M_1 + M_2) \times 100\%$, 每个比例测定 20 次.

1.2.3 取样量、取样次数对均匀性检测的影响 本试验烟支取样量(烟支数)分别为 3 支、15 支、45 支、75 支、105 支、135 支、165 支、195 支和 225 支(对应配方烟丝质量近似为 2 g, 10 g, 30 g, 50 g, 70 g, 90 g, 110 g, 130 g 和 150 g), 每个取样量分别抽样 55 次. 统计分析主要包括试验数据的正态性检验、方差齐性检验(Levene 检验)、方差分析和 t 检验.

2 结果与讨论

2.1 示踪物检测方法的准确度

不同样品测试量和不同膨胀烟丝比例条件下漂浮分离法的准确度结果见表 1. 由表 1 可知, 漂浮分离法在不同条件下的实测值与理论值均值绝对偏差在 0.1% 以内, 精密度范围为 0.11% ~ 0.21%.

2.2 取样量、取样次数对烟丝混合效果均匀性检测的影响

不同取样量烟支样品中配方烟丝的膨胀烟丝含量统计分析如图 1 所示. 由图 1 可看出, 当取样量大于 30 g 时膨丝含量的均值基本一致; 膨胀烟丝含量的标准偏差和变异系数随取样量的增加而减小并趋于稳定. 这说明取样量越小越能反映出烟丝混合物内部的不均匀性, 取样量增大到一定值时样本的均值和方差不随取样量的增大而改变.

2.2.1 数据正态性检验 通过对测试结果的数据分析, 在 95% 的置信水平下, 各取样量条件下取样 55 次时膨胀烟丝含量数据均近似服从正态分布 ($P > 0.05$); 随着取样量的增大, 烟支样品中膨胀烟丝含量逐渐接近于同一个正态总体, 结果见图 2.

2.2.2 取样量对烟丝混合效果均匀性检测的影响

对 2 ~ 150 g 取样量样本整体进行 Levene 方差齐性检验 ($\alpha = 0.05$), 检验统计量 $F = 23.49$, $P < 0.0001$, 不同取样量样本中膨胀烟丝含量的方差整体差异显著.

进一步将不同取样量样本进行分组比较组内样本方差整体的相等性, 研究方差齐性与取样量的关系, Levene 方差齐性检验结果见表 2. 由表 2 可知, 取样量在 10 ~ 50 g, 70 ~ 110 g, 90 ~ 130 g, 110 ~ 150 g, 这 4 个取样量分组内样本的方差无显著差异, 且 90 ~ 150 g 区间内测试结果的方差整体无显著差异.

表 1 漂浮分离法的准确度

样品测试量/g	膨丝添加比例/%	实测膨丝比例(均值)/%	标准偏差/%	变异系数/%
2	1	1.0	0.11	11.0
	5	5.0	0.13	2.6
	10	10.0	0.14	1.4
10	1	1.0	0.12	12.0
	5	5.0	0.14	2.8
	10	10.0	0.16	1.6
50	1	1.0	0.12	12.0
	5	5.0	0.14	2.8
	10	10.0	0.15	1.5
100	1	1.0	0.12	12.0
	5	5.0	0.15	3.0
	10	10.0	0.16	1.6
200	1	1.0	0.14	14.0
	5	5.0	0.20	4.0
	10	9.9	0.21	2.1

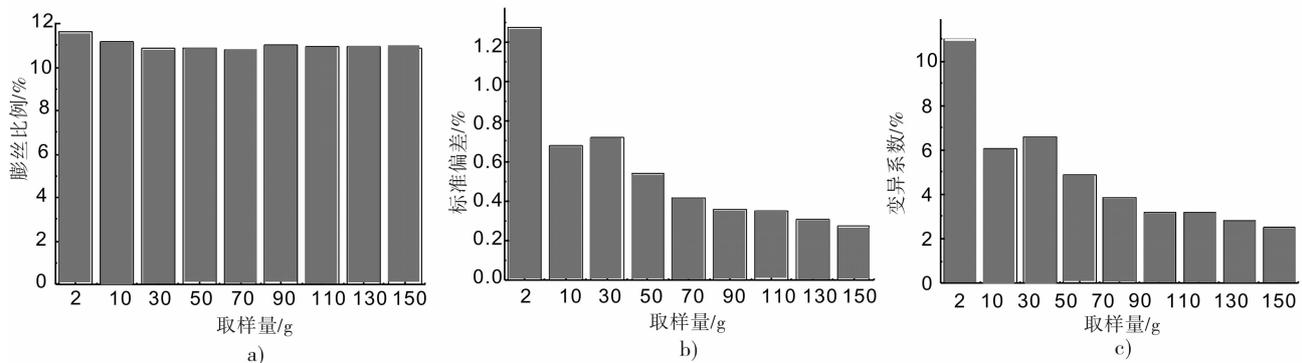


图 1 不同取样量烟支样品中配方烟丝的膨胀烟丝含量均值和标准偏差

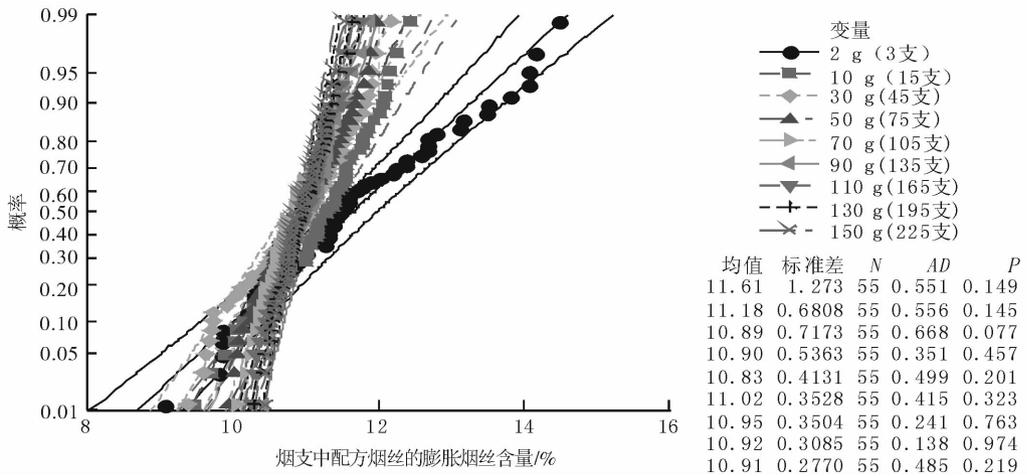


图2 不同取样量烟支中配方烟丝的膨胀烟丝含量正态分布概率

表2 不同取样量分组样本的方差齐性检验

取样量分组	检验统计量 (F 值)	P 值	差异显著性
2 g, 10 g, 30 g	14.57	<0.000 10	显著
10 g, 30 g, 50 g	2.22	0.11	不显著
30 g, 50 g, 70 g	9.26	0.000 20	显著
50 g, 70 g, 90 g	8.27	0.000 40	显著
70 g, 90 g, 110 g	1.05	0.35	不显著
90 g, 110 g, 130 g	1.11	0.33	不显著
110 g, 130 g, 150 g	2.08	0.13	不显著
70 g, 90 g, 110 g, 130 g, 150 g	3.17	0.014	显著
90 g, 110 g, 130 g, 150 g	1.94	0.12	不显著

采用秩和检验比较不同取样量样本的均值的相等性($\alpha=0.05$),结果见表3.由表3可知,取样量在30g以上时膨胀烟丝含量的均值无显著差异.

表3 秩和检验结果

因素	卡方检验统计量(χ^2)	P 值	差异显著性
2 ~ 150 g	35.823 2	<0.000 1	显著
10 ~ 150 g	21.037 9	0.003 7	显著
30 ~ 150 g	6.622 1	0.357 2	不显著

2.2.3 取样次数对烟丝混合效果均匀性检测的影响

在显著性水平 $\alpha=0.05$ 条件下,对所有取样量的取样次数10次、20次、30次、40次、50次、55次的样本整体进行 Levene 方差齐性检验,其差异显著性均为不显著,检验结果见表4.由表4可知: $\alpha=0.05$ 条件下,P值远大于0.05,即不同取样次数样品中膨胀烟丝含量的方差整体无显著性差异.

在显著性水平 $\alpha=0.05$ 条件下,以各个取样量的取样次数55次样本为比较基准,将各个取样量

表4 取样量2~150g、不同取样次数样本的方差齐性检验

取样量	检验统计量(F 值)	P 值
2 g	0.25	0.98
10 g	1.22	0.301 2
30 g	0.68	0.642 5
50 g	0.39	0.85
70 g	0.04	0.99
90 g	0.28	0.92
110 g	1.15	0.34
130 g	0.36	0.88
150 g	0.15	0.98

的不同取样频次样本与各自比较基准分别进行双样本等方差 t 检验,比较样本间均值的差异,其差异均为不显著,分析结果见表5.由表5可以看出:在任意取样量的条件下,取样次数 > 10 次时,样品膨胀烟丝含量均值与基准比较无显著性差异,即对于烟丝混合均匀性的评价取样次数 > 10 次即可.

根据上述试验结果,在同样生产条件下,对同牌号不同生产批次的烟支样品进行取样量、取样次数的验证试验,将所得样本分析结果与前述结果进行对比,证明试验结果在批间具有稳定性.

3 结论

以卷烟配方中的常用组分 CO_2 膨胀烟丝作为示踪物,以示踪物的均匀性反映配方烟丝的混合效果,测定了不同取样量和取样次数条件下某牌号成品烟支中配方烟丝的混合均匀性,并用正态性检验、方差齐性检验、方差分析和 t 检验等统计方法研

表5 不同取样次数的双样本成组 t 检验分析表

比较基准样	比较样	差值估计	P 值
2 g-55 次	2 g-10 次	0.003 3	0.45
	2 g-20 次	0.001 3	0.69
	2 g-30 次	0.000 7	0.81
	2 g-40 次	0.000 2	0.94
	2 g-50 次	0.000 4	0.88
10 g-55 次	10 g-10 次	0.004	0.077
	10 g-20 次	0.004	0.059
	10 g-30 次	0.000 96	0.53
	10 g-40 次	0.000 56	0.69
	10 g-50 次	0.000 2	0.90
30 g-55 次	30 g-10 次	0.003	0.18
	30 g-20 次	0.003	0.13
	30 g-30 次	0.000 54	0.74
	30 g-40 次	0.000 2	0.88
	30 g-50 次	0.000 009 1	0.99
50 g-55 次	50 g-10 次	0.003	0.13
	50 g-20 次	0.002	0.11
	50 g-30 次	0.000 63	0.61
	50 g-40 次	0.000 1	0.91
	50 g-50 次	0.000 067	0.95
70 g-55 次	70 g-10 次	0.001	0.32
	70 g-20 次	0.001	0.26
	70 g-30 次	0.000 29	0.75
	70 g-40 次	0.000 009 1	0.99
	70 g-50 次	0.000 1	0.93
90 g-55 次	90 g-10 次	0.002	0.14
	90 g-20 次	0.001	0.14
	90 g-30 次	0.000 42	0.60
	90 g-40 次	0.000 1	0.91
	90 g-50 次	0.000 1	0.88
110 g-55 次	110 g-10 次	0.000 85	0.47
	110 g-20 次	0.000 65	0.46
	110 g-30 次	0.000 21	0.78
	110 g-40 次	0.000 3	0.70
	110 g-50 次	0.000 1	0.91
130 g-55 次	130 g-10 次	0.0001	0.19
	130 g-20 次	0.000 1	0.20
	130 g-30 次	0.000 17	0.80
	130 g-40 次	0.000 2	0.70
	130 g-50 次	0.000 2	0.78
150 g-55 次	150 g-10 次	0.000 83	0.39
	150 g-20 次	0.000 78	0.29
	150 g-30 次	0.000 13	0.84
	150 g-40 次	0.000 2	0.73
	150 g-50 次	0.000 2	0.75

究了取样量和取样次数对烟丝混合均匀性检测结果的影响,结论如下:1)在试验范围内,随着取样量(烟支数)的增加,烟支样品中膨胀烟丝含量的均值逐渐趋于稳定,标准偏差逐渐减小并趋于稳定;不同取样量样本中膨胀烟丝含量的方差整体差异显著,但当取样量增加到 90 g 时,膨胀烟丝含量的方差不随取样量的继续增大而变化;当取样量 > 30 g 时,成品烟支中配方烟丝的膨丝含量均值无显著差异。2)在试验范围内,任意取样量的条件下的不同取样次数样品中膨胀烟丝含量的方差整体无显著性差异;当取样次数大于 10 次时,样品膨胀烟丝含量均值与比较基准无显著性差异。

精细化加工、特色工艺和分组加工工艺的广泛实施要求行业不断加大对烟叶、烟丝混合的研究力度。通过借鉴和参考其他行业思路和先进的研究方法,探索烟草物料混合时对流、剪切、扩散 3 种混合机理的作用方式和混合设备结构、工艺条件、物料物理性质与来料组成的稳定性等方面对混合效果的影响,科学合理地确定取样方式,将有助于烟草加工过程中固体的混合达到更好的混合效果与更高的混合效率。

参考文献:

- [1] 刘岷. 烟草加工中固体物料混合的探讨[J]. 烟草科技, 2002(7):6.
- [2] Venables H J, Wells J I. Powder mixing[J]. Drug Development and Industrial Pharmacy, 2001, 27(7):599.
- [3] 吴梅村. 数理统计学基本原理和方法[M]. 成都:西南财经大学出版社, 2006.
- [4] 刘栋, 罗登炎, 李华杰, 等. 固体混合研究现状及在烟草加工中的应用展望[J]. 中国烟草学报, 2011(3):15.
- [5] 毛在砂, 陈家镛. 化学反应工程学基础[M]. 北京:科学出版社, 2004.
- [6] Paul E L, Atiemo-Obeng V A, Kresta S M. Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice[M]. New Jersey: John Wiley and Sons Inc, 2004: 906-909.
- [7] Campell H, Bauer W C. Cause and cure of demixing in solid-solid mixers[J]. Chemical Engineering, 1966, 73:179.
- [8] 刘栋, 李华杰, 罗登炎, 等. 滚筒加工设备烟丝停留时间分布的测定方法[J]. 烟草科技, 2011(5):1.
- [9] 郑州烟草研究院. 一种测定叶丝中膨胀烟丝掺用比例的方法[P]. 中国:200610018051.2, 2009-05-27.
- [10] YC/T 31—1996, 烟草及烟草制品水分的测定烘箱法[S].