

制造技术

焦油释放量低于 8 毫克监测卷烟的研制

李栋¹, 蒋锦锋¹, 梁伟¹, 徐如彦², 陈再根³, 范黎¹

1 中国烟草总公司郑州烟草研究院, 郑州高新技术产业开发区枫杨街 2 号 450001;

2 江苏中烟工业有限责任公司徐州卷烟厂, 江苏省徐州市环城路 80 号 221000;

3 国家烟草质量监督检验中心, 郑州高新技术产业开发区枫杨街 2 号 450001

摘要: 为满足卷烟焦油释放量逐年降低对于低焦油释放量监测卷烟的研制需求, 在 YC/T189-2004 的基础上, 通过烟叶原料选择、过程控制优化, 研究制作了低焦油释放量监测卷烟样品, 并对该样品进行均匀性检验和定值。结果表明: ① *F* 检验显示条间不存在显著性差异, 均匀性良好; ② 16 家实验室对该样品焦油释放量的联合定值结果为 7.65 mg/cig, 重复性标准偏差为 0.17 mg/cig, 再现性标准偏差为 0.41 mg/cig。

关键词: 焦油; 监测卷烟; 均匀性; 吸烟机; 常规分析

doi:10.3969/j.issn.1004-5708.2014.03.005

中图分类号: TS45 **文献标志码:** A **文章编号:** 1004-5708 (2014) 03-0030-06

Preparation of monitoring cigarettes with tar delivery less than 8 mg

LI Dong¹, JIANG Jinfeng¹, LIANG Wei¹, XU Ruyan², CHEN Zaigen³, FAN Li¹

1 Zhengzhou Tobacco Research Institute, CNTC, Zhengzhou 450001, China;

2 China Tobacco Jiangsu Industrial Co., Ltd., Xuzhou 221000, China;

3 National Tobacco Quality Supervision and Test Center, Zhengzhou 450001, China

Abstract: Low-tar monitoring cigarette samples were prepared based on YC/T 189—2004 to meet the demand of quality control of low tar cigarettes in tobacco industry. Homogeneity and values were also measured. Results showed that: 1) *F* test showed no significant differences existed between cartons. 2) mean tar delivery of 16 collaborating laboratory was 7.65 mg/cig, with repeatability standard deviation and reproducibility standard deviation as 0.17 mg/cig and 0.41 mg/cig, respectively.

Keywords: tar delivery; monitor test piece; homogeneity; smoking machine; routine analysis

监测卷烟^[1]用于监测使用符合 GB/T 16450^[2]的吸烟机进行常规分析时分析过程的稳定性, 特别用于评估卷烟烟气分析^[3-5]的分析过程是否处于统计学受控状态^[1]。国际烟草科学研究合作中心 CORESTA 根据 ISO 16055:2003^[6]要求, 研制了 CM 系列监测卷烟,

其焦油释放量在 12 mg/cig 以上。CM 系列监测卷烟广泛用于政府实验室或第三方实验室常规烟气分析测试过程的监控, 在烟气化学成分水平测试、实验室能力验证活动中通常采用其为实验样品。美国肯塔基大学研制的 1R5F、3R4F 等参考卷烟, 采用的是混合型卷烟烟叶配方和滤嘴通风技术设计, 焦油释放量分别为 1 mg/cig 和 9 mg/cig 左右, 通常用于实验室特种分析物测试过程的监控, 在 CORESTA、TobLabNet 特种分析物的方法研究和评价, 卷烟烟气毒理学研究中也通常采用该参考卷烟作为实验样品。我国烟草行业根据 YC/T 189—2004^[1]要求, 研制出适用于卷烟烟气常规分析的监测卷烟, 其焦油释放量以往均在 9

基金项目: 国家烟草专卖局标准制修订项目“焦油量低于 8 毫克的监测卷烟的研究与制作”(合同号: 2011B055)

作者简介: 李栋 (1974—), 本科, 高级工程师, 主要从事烟草标准化工作, Tel: 0371-67672678, Email: li.dong@263.com

通讯作者: 范黎 (1965—), 研究员, 主要从事烟草标准化工作, Tel: 0371-67672670, Email: fanli7600@126.com

收稿日期: 2014-02-03

mg/cig 以上。近年来,随着行业减害降焦工程的大力推进,全国卷烟平均焦油量稳步降低。2013 年国产卷烟焦油量加权平均值为 10.6 mg/cig,盒标焦油量不超过 8 mg/cig 的卷烟产量达到 706.18 万箱,同比增长 8.04%。卷烟产品焦油释放量不断降低,对卷烟烟气分析及质量监督工作提出了新的要求,有必要在目前监测卷烟焦油释放水平的基础上,研究和制作更低焦油释放水平且具有足够均匀性的监测卷烟,以进一步加强对于低焦油释放量卷烟的烟气分析过程监测,提高各实验室烟气测试结果的可靠性和可比性。根据 YC/T 189—2004^[1],为获取监测卷烟最大限度的均匀性,监测卷烟制作一般使用不添加梗丝、保润剂和香精的单等级烟叶^[1],并且通常不使用通风滤嘴,这对低焦油释放量监测卷烟的研制却带来了很大困难。目前,尚未有关于低焦油释放量监测卷烟研制方面的文献报道。为此,需从原料选取、工艺技术条件和加工过程控制等方面进行研究,为低焦油释放量监测卷烟的制作提供数据和技术支持。

1 材料和方法

1.1 材料和仪器

单等级片烟;卷烟纸(60CU 普通横罗纹, A 等,助燃剂含量 2.2%,克重 27.5 g/m²) (民丰特种纸股份有限公司);接装纸(定量 36 g/m²、宽度 68 mm,非打孔) (徐州红杉树纸业公司);醋酸纤维滤棒样品(长度 120 mm、圆周 24.0 mm、吸阻 2940 Pa;长度 120 mm、圆周 24.0 mm、吸阻 3528 Pa) (南通烟滤嘴有限责任公司);徐州卷烟厂 4500 kg/h 片烟生产线; PROTOS70 卷烟机(德国 HAUNI 公司); FOCKE350 硬盒包装机(德国 FOCKE 公司);

SM450 型 20 孔道直线型吸烟机(英国斯茹林公司);卷烟/滤棒物理性能综合测试台(英国斯茹林公司)。

1.2 监测卷烟的制备

监测卷烟样品数量 1500 条。样品设计:烟支规格(54+30) mm,滤嘴接装纸长度 34 mm;烟支质量(750±50) mg,长度(84.0±0.5) mm,圆周(24.20±0.20) mm,吸阻(1250±100) pa。

烟叶原料开包经杂物、霉变和等级符合检测后,实际用于试验烟叶数量为 3000 kg。试验用卷烟纸、接装纸、醋酸纤维滤棒均分别来自同一生产批,并按照相应质量指标的允差要求进行逐盘(件)检测和挑选,以保证主要烟用材料质量的均匀一致。

1.3 监测卷烟的测试

按照 JJG 1006-1994^[7],在 1500 条总体样本中,每 50 条中随机抽取 1 条,并在该条中随机抽取 3 盒,进行该批样品焦油释放量的均匀性检验;按照 GB/T 6379.2—2004^[8],由 16 家实验室对该批样品焦油释放量进行联合定值;样品焦油释放量的测定按照 GB/T 19609—2004^[3]。

2 结果与讨论

2.1 原料选取

配方烟丝掺配对于卷烟的均匀性有一定的影响^[9-10],为获取监测卷烟最大限度的均匀性,仅使用单等级片烟作为监测卷烟的制作原料。

相关研究发现,烟气输出量和烟气组成取决于烟叶的特性,烟叶原料是卷烟焦油释放量的决定性因素^[11]。通过分析,选择以下部烟叶为对象进行了试验原料的初选。表 1 为所初选不同等级、产地下部烟叶的主要常规化学成分。

表 1 初选烟叶的主要化学成分结果

Tab. 1 Main chemical components of primary tobacco leave

序号	地区	等级	年份	总糖 /%	还原糖 /%	钾 /%	烟碱 /%	总氮 /%
1	云南普洱	X3F	2009	18.70	16.63	2.78	1.79	0.30
2	福建三明	X3L	2008	19.72	18.20	3.23	2.03	0.36
3	湖南永州	X2F	2010	16.72	14.51	2.99	1.99	0.37
4	四川泸州	X2F	2010	17.43	14.11	2.65	2.48	0.53
5	贵州毕节	X4F	2010	14.44	13.29	2.18	2.13	0.49

使用以上初选原料,在烟支规格、烟用材料相同的条件下,按照相同工艺加工条件进行试制,并按照GB/T 19609—2004^[3]对样品进行烟气分析,结果见表2。

表2 初选原料试制样品烟气检测结果

Tab. 2 Smoke test results of samples prepared by primary tobacco leaves

序号	原料	单重/mg	吸阻/Pa	口数/口	焦油/mg
1	云南普洱 X3F	753	1226	4.8	8.80
2	福建三明 X3L	768	1249	4.7	9.07
3	湖南永州 X2F	761	1219	5.2	9.60
4	四川泸州 X2F	773	1231	5.0	9.88
5	贵州毕节 X4F	778	1282	5.3	9.93

注:试验烟支规格:(54+30)mm;接装纸长度:34mm;滤棒吸阻 2940Pa。

结果表明:以云南普洱 X3F 和福建三明 X3L 为初选原料,卷制样品的焦油释放量接近于监测卷烟的目标要求。试验过程中发现,相比之下,云南普洱 X3F 耐加工性较好,卷制过程烟支质量波动较小。最终选取云南普洱 X3F 片烟作为下一步试验原料。

2.2 制丝过程控制

制丝段加工处理时,在保证烟丝耐加工性的前提下,为提高烟丝填充能力,减少烟支单重,进而降低焦油释放量,采用了提高处理强度的方式,即从烟片投料到叶丝干燥结束各工序处理强度均不同程度高于正常生产。检测结果见表3和表4。

表中数据表明:试验批次烟丝填充值提高了17.4%,达到了5.4 cm³/g;烟丝结构、含水率标准偏差均优于正常生产,整丝率变化率基本不变。

表3 制丝关键工序加工参数检测结果

Tab. 3 Test results of parameters in tobacco primary processing

参数名称	正常生产	试验
松散回潮热风温度/°C	55.0	65.3
叶丝加潮热风温度/°C	55.0	67.1
气流式干燥工艺汽温度/°C	201.0	222.5
气流式干燥蒸汽流量/(kg/h)	750.0	881.0
烟丝贮存时间/h	4.0	6.0

表4 制丝关键工序质量指标检测结果

Tab. 4 Test results of quality indexes in tobacco primary processing

质量指标名称	正常生产	试验
松散回潮出料含水率/%	16.0	20.0
叶片加料出口含水率/%	18.0	23.0
叶丝加潮出料含水率/%	20.0	27.5
叶丝加潮含水率标偏/%	0.27	0.23
气流式干燥出料含水率/%	12.3	13.0
气流式干燥含水率标偏/%	0.23	0.19
贮后烟丝含水率/%	12.3	13.0
贮后烟丝含水率标偏/%	0.20	0.13
贮后烟丝整丝率/%	78.0	83.0
贮后烟丝碎丝率/%	2.5	0.5
贮后烟丝填充值/(cm ³ /g)	4.6	5.4
整丝率变化率/%	91.0	92.0

注:试验时,贮丝柜前后增设了1.5 mm孔径的筛网;各工序加大了生产开始后、结束前及过程不稳定状态的样品剔除量。

2.3 卷制过程控制

卷制时,为进一步降低焦油释放量,降低了烟支单重设定。为稳定烟丝来料状态、减少单位时间烟支重量控制系统响应频次,进而提高卷制精度,增加了供丝量,降低了卷制工序车速,加大了烟支重量超差剔除量。检测结果见表5和表6。

表5 卷制工序主要参数检测结果

Tab. 5 Test results of main parameters in cigarette manufacturing processing

参数名称	正常生产	试验
卷制车速/(cig/min)	7000	5000
烟条额定重量/mg	650	520
废品重量低限/mg	-120	-100
废品重量高限/mg	160	130
回丝量/%	25	35

表 6 卷制工序主要质量指标检测结果

Tab. 6 Test results of main quality indexes in cigarette manufacturing processing

质量指标名称	正常生产	试验
烟支单重 /mg	870	757
重量标偏 /mg	23	20
吸阻 /Pa	1050	1265
圆周 /mm	24.40	24.22

注：试验烟支规格：(54+30) mm；接装纸长度：34mm；滤棒吸阻 3528Pa。

为进一步提高烟支的均匀性，采用逐盘重量检验的方式，加强对重量超差烟支的控制。结果见表 7。

表 7 烟支重量检测结果

Tab. 7 Test results of cigarette mass

检测序号	烟支单重平均值 /g	检测序号	烟支单重平均值 /g
1	0.7572	25	0.7586
2	0.7572	26	0.7497
3	0.7598	27	0.7401
4	0.7596	28	0.7491
5	0.7631	29	0.7594
...			
20	0.7538	44	0.7579
21	0.7565	45	0.7606
22	0.7497	46	0.7592
23	0.7527	47	0.7596
24	0.7596		
平均值	0.7570	SD	0.0048

表中数据表明：试验样品烟支单重、吸阻和圆周结果符合监视卷烟设计要求，试验样品烟支重量标偏为 20 mg，优于正常生产的 23 mg，卷制过程烟支质量控制稳定。

2.4 焦油释放量检验

对包装后样品随机抽取 10 条进行检验，并按照 GB/T 19609—2004^[3] 测试焦油释放量，测试结果见表 8。

表 8 样品主流烟气检验结果

Tab. 8 Test results of sample mainstream smoke

序号	口数	水分 /mg	焦油 /mg	烟气烟碱 /mg
1	4.3	1.05	7.79	0.52
2	4.4	1.10	7.53	0.51
3	4.4	1.12	7.93	0.52
4	4.3	1.09	7.66	0.51
5	4.4	1.09	7.66	0.51
6	4.4	0.97	7.58	0.52
7	4.3	1.00	7.58	0.52
8	4.3	1.02	7.80	0.52
9	4.2	1.04	7.67	0.50
10	4.2	0.97	7.60	0.51
平均	4.3	1.04	7.68	0.51
标准偏差	0.08	0.05	0.12	0.01

结果表明，该批卷制样品达到监测卷烟焦油释放量设计目标。由于未采用滤嘴通风打孔技术，卷制样品平均抽吸口数为 4.3，略低于 8 mg 正常卷烟抽吸口数，但提高了样品的均匀性，减小了焦油释放量的波动范围，能满足监测卷烟稳定性的使用要求。同时，由于采用单等级烟叶卷制，无法通过调整叶组优化烟气指标释放量的协调性，造成烟碱释放量较低。

2.5 样品均匀性检验

根据 GB/T 19609—2004^[3] 测定卷制样品的焦油释放量，其结果如表 9 所示。按照 ISO Guide 35—2006^[12] 的要求，计算每组内的均方差和组间的均方差，以及各自的自由度^[13]，方差分析如表 10。

表 9 均匀性检验数据

Tab. 9 Data of uniformity test

条号	mg/cig		
	1	2	3
1	7.58	7.68	7.55
2	7.59	7.70	7.82
3	7.89	7.46	7.32
4	7.54	7.83	7.82
5	7.59	7.67	7.87
...			
26	7.34	7.44	7.52
27	7.66	7.70	7.95
28	7.68	7.98	7.35
29	7.91	7.60	7.69
30	7.95	7.96	7.63

表 10 总颗粒物均匀性检验方差汇总

Tab. 10 Variance Summary of uniformity test for total particulate matter

差异源	SS/(mg/cig) (离差平方和)	Df (自由度)	MS/(mg/cig) (均方差)	F (均方差比)	F crit (临界值)
条间	0.67	29	2.31E-02	0.939	1.656
条内	1.48	60	2.46E-02		
总计	2.15	89			

从表 10 可以看出, 在 95% 置信概率内, 条间不存在显著性差异, 说明样品的均匀性良好。

2.6 样品定值

按照 GB/T 6379.2—2004^[8] 的要求, 制定详尽的

定值方案, 组织 16 家实验室, 其中 13 家实验室使用转盘型吸烟机, 3 家实验室使用直线型吸烟机。每个定标单位分发 2 条卷烟样品, 分 3 天重复测定, 其数据分析如表 11。

表 11 16 家实验室测定结果分析

Tab. 11 Analysis of test results from 16 laboratories

实验室	mg/cig										
	1 天		2 天		3 天		均值	标准偏差	最小极差	最大极差	G_{\max}^j
1	8.79	8.54	8.61	8.25	8.27	8.53	8.50	0.21	0.25	0.29	1.41
2	7.72	7.69	7.30	7.43	7.41	7.33	7.48	0.18	0.18	0.24	1.33
3	7.33	7.41	7.32	7.18	7.40	7.42	7.34	0.09	0.16	0.08	1.81
4	7.42	7.51	7.44	7.41	7.51	7.81	7.52	0.15	0.11	0.29	1.95
5	8.14	8.34	8.08	8.07	8.24	8.34	8.20	0.12	0.13	0.14	1.15
6	7.42	7.28	7.29	7.08	6.82	7.04	7.16	0.22	0.34	0.27	1.54
7	7.28	7.55	7.49	7.24	7.64	7.34	7.42	0.16	0.18	0.22	1.35
8	7.66	7.71	7.57	7.55	7.31	7.79	7.60	0.17	0.29	0.19	1.73
9*	7.75	7.86	7.45	7.76	7.65	7.88	7.73	0.16	0.27	0.16	1.74
10	7.75	7.69	7.87	7.60	7.93	7.82	7.78	0.12	0.17	0.15	1.45
11	6.93	7.17	7.36	7.39	7.45	7.36	7.28	0.19	0.35	0.17	1.80
12	7.30	7.32	7.40	7.27	7.33	7.53	7.36	0.09	0.09	0.17	1.82
13*	7.22	7.15	7.61	7.47	7.37	7.63	7.41	0.20	0.26	0.22	1.30
14	7.68	7.62	7.44	8.07	7.91	7.90	7.77	0.23	0.33	0.30	1.43
15*	7.80	7.50	7.60	7.90	7.30	7.60	7.62	0.21	0.32	0.28	1.48
16	8.21	8.20	8.19	8.21	8.48	8.51	8.30	0.15	0.11	0.21	1.39

注: 1. G_{\max}^j 为最小极差和最大极差中的最大值除以标准偏差, 其为无量纲。2.* 为使用直线型吸烟机测定数据。

利用 Grubbs^[14] 检验, 计算每家单位测定数据的 G_{\max}^j , 结果表明 G_{\max}^j 小于 $G(0.05, 6) = 1.97$, 则各家单位测量数据无异常值。

利用 Dixon^[14] 检验, 计算每家单位测定数据的平均值, $D_n = 0.26 < D_{0.05}(16) = 0.51$, $D_n = 0.18 < D_{0.05}(16) = 0.51$, 证实 16 家单位测量数据平均值无异常值。

利用 Cochran^[14] 检验, 计算每家单位测定数据标准偏差, $C = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{i=1}^n S_i^2} = 0.11 < C(0.05, 16, 6) = 0.21$, 证实 16 家单位测量数据等精度。

将 16 家单位测定的 96 个数据作为整体, 利用 origin8.0 软件中的柯尔莫可洛夫-斯米洛夫 (Kolmogorov-Smirnov) 检验^[15] $D = 0.108$

$< D(0.05,96)=0.139$, 证实所得数据符合正态分布。

按照 GB/T 6379.2—2004^[8] 规定, 该卷烟焦油释放量: $\bar{x}=7.65\text{mg/cig}$, $S_f=0.17\text{mg/cig}$, $S_R=0.41\text{mg/cig}$ 。

依据同样方法, 测定卷烟烟气烟碱释放量: $\bar{x}=0.514\text{mg/cig}$, $S_f=0.013\text{mg/cig}$, $S_R=0.41\text{mg/cig}$; 卷烟烟气一氧化碳释放量: $\bar{x}=9.10\text{mg/cig}$, $S_f=0.24\text{mg/cig}$, $S_R=0.50\text{mg/cig}$ 。

2.7 与 2010 年度、2011 年度监测卷烟样品比较

将研制的卷烟样品焦油释放量与 2010 年度、2011 年度监测卷烟样品比较, 其数据如表 12。

表 12 与 2010 年度、2011 年度监测卷烟焦油释放量对比结果
Tab. 12 Comparative results of tar delivery of cigarette smoke with 2010 and 2011 mg/cig

指标	2010	2011	本文研制
平均值	9.12	9.01	7.65
重复性标准偏差	0.225	0.184	0.171
重复性限	0.636	0.520	0.484
再现性标准偏差	0.349	0.368	0.414
再现性限	0.987	1.041	1.171

从上表可以看出, 本文研制的监测卷烟与 2010 年度、2011 年度样品比较, 焦油释放量进一步降低, 且重复性和再现性水平相当。

3 结论

按照 YC/T 189 的要求, 经过一定范围内的原料选择, 并通过一些过程控制手段和加强过程监控, 研制出了低焦油监测卷烟。经 16 家单位联合定值, 其焦油释放量为 7.65 mg/cig, 且均匀性良好。

参考文献

- [1] 全国烟草标准化技术委员会 .YC/T 189—2004 烟草及烟草制品监测卷烟的要求和应用 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [2] 全国烟草标准化技术委员会 .GB/T 16450—2004 常用分析用吸烟机定义和标准条件 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [3] 全国烟草标准化技术委员会 .GB/T 19609—2004 卷烟用常规分析用吸烟机测定总粒相物和焦油 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [4] 全国烟草标准化技术委员会 .GB/T 23355—2009 卷烟总粒相物中烟碱的测定气相色谱法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- [5] 全国烟草标准化技术委员会 .GB/T 23356—2009 卷烟烟气相中一氧化碳的测定非散射红外法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- [6] ISO 16055—2003 Tobacco and tobacco products—Monitor test piece—Requirements and use[S].
- [7] JJG 1006—1994 一级标准物质技术规范 [S].
- [8] 全国统计方法与应用标准化技术委员会 . GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度 (正确度与精密度) 第 2 部分: 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.
- [9] 刘岷 . 烟草加工中固体物料混合的探讨 [J]. 烟草科技, 2002(7):6-8.
- [10] 温若愚, 席年生, 张大波, 等 . 不同混丝模式对烟丝掺配效果的影响 [J]. 烟草科技, 2008(9):13-16.
- [11] 杨大光 . 烤烟型低焦油卷烟的原料改革探讨 [J]. 云南烟草, 1991(2): 60-61.
- [12] ISO Guide 35—2006 Reference materials-general and statistical principles for certification[S].
- [13] 蒋锦锋, 马明, 李栋, 等 . 烟草分析用氯溶液标准物质 [J]. 烟草科技, 2011(12): 38-42.
- [14] GB/T 4883—2008 数据的统计处理和解释正态样本离群值的判断和处理 [S].
- [15] 罗札·塞克斯 . 应用统计手册 [M]. 天津: 天津科技翻译出版社, 1988: 386-389.