

FT-NIR 快速检测制丝过程膨丝与叶丝掺配比例及均匀性

张鼎方 (福建中烟工业公司技术中心, 福建厦门 361022)

摘要 将膨胀烟丝与某品牌正常生产切丝后烟丝, 分别按计算好的不同比例混合均匀后, 应用傅立叶变换近红外光谱技术采集混合烟丝的近红外光谱, 采用偏最小二乘法(PLS)建立预测膨胀烟丝与片烟烟丝掺配比例值的近红外模型, 其相关系数是 0.993 0, 并进行了准确性和精密度试验。试验表明, FT-NIR 光谱法可以很好地应用于膨胀烟丝与片烟烟丝掺配比例的快速检测, 以监控制丝过程中膨胀烟丝与片烟烟丝的掺配均匀性。

关键词 膨胀烟丝; 近红外光谱; 偏最小二乘法

中图分类号 S572 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2013)01-00316-02

The Mixing Ratio and Uniformity of Expanded Tobacco and Cut Tobacco by Fast Determination of FT-NIR in Primary Processing ZHANG Ding-fang (Technology Center of Fujian Tobacco Industry Company, Xiamen, Fujian 361022)

Abstract The expanded tobacco and cut tobacco were mixed according to different ratios. Fourier transform near infrared spectrometry (FT-NIR) was applied to collect NIR spectrum of mixed tobacco shreds, partial least square (PLS) was used to establish Near Infrared Reflectance Spectroscopy Model to predict the mixing ratio of expanded tobacco and cut tobacco, with correlation coefficient of 0.993 0, and the experiment of accuracy and precision was made. The results indicated that FT-NIR could be applied to the fast determination in the mixing ratio of expanded tobacco and cut tobacco, so as to control the mixing uniformity in primary processing.

Key words Expanded tobacco; NIR spectrum; Partial least square

随着我国卷烟工艺加工技术水平的提高和低焦油卷烟的发展, 膨胀烟丝、膨胀梗丝和再造烟叶(以下简称“三丝”) 在卷烟配方中的应用越来越广泛。LORILLARD 烟草公司和巴西烟草公司进行过 NIR 应用于烟草分类及卷烟配方分析等方面的研究^[1]。笔者在前人研究的基础上, 利用 FT-NIR 进行了卷烟配方结构研究, 采用偏最小二乘法建立了配方结构分析的识别模型^[2-3], 分析了烟丝配方中膨胀烟丝掺配比例的预测值与真实值之间的关系。应用 FT-NIR 光谱技术测定制丝过程中的膨胀烟丝与正常烟丝的掺配比例变化, 初步建立膨胀烟丝与正常烟丝的掺配比例预测模型, 用以预测卷烟制丝工艺过程中膨胀烟丝与正常烟丝的掺配均匀性。

1 材料与方法

1.1 材料 采用某牌号片烟烟丝及膨胀烟丝, 经烘箱 40 °C 烘 4 h 后, 磨成粉, 过 40 目筛, 然后以片烟烟丝为主按一定比例分别加入膨胀烟丝, 配成含 6% ~ 15% 膨胀烟丝的烟丝粉末。主要仪器和试剂: Antaris 傅立叶变换近红外光谱仪, 美国 Thermo Nicolet 公司, 配有积分球漫反射采样系统, In2GaAs 检测器, Result 光谱采集软件和 TQ Analyst 7.1 智能分析软件, 装样装置为 5 cm 石英杯。

1.2 方法

1.2.1 光谱扫描。扫描光谱范围 10 000 ~ 4 000 cm^{-1} , 光谱分辨率 8 cm^{-1} , 扫描次数为 68 次。每个样品进行 2 次谱图扫描, 取平均光谱参与建模。

1.2.2 数学模型的建立。为了去除来自高频随机噪音、基线漂移、样本不均匀、光散射等的影响^[4-5], 应用 TQ Analyst 7.1 智能分析软件, 对原始光谱采用如下方法对光谱进行预处理以获得理想的结果: ①采用多元信号修正 (Multiplicative

signal correction) 消除样品不均匀带来的差异; ②采用段长为 7、间隔为 5 的 Norris Derivative 滤波平滑光谱, 消除高频噪音保留有用的低频信息; ③采用一阶微分处理, 消除基线漂移的影响, 获得比原光谱更高分辨率和更清晰的光谱轮廓变化。并选择 4 213 ~ 9 816 cm^{-1} 作为建模谱区, 采用偏最小二乘法 (PLS) 将膨胀烟丝与正常烟丝的掺配比例值和相应近红外光谱进行拟合, 建立膨胀烟丝与正常烟丝的掺配比例的近红外模型。

2 结果与分析

2.1 近红外光谱图预处理 由混合烟丝的近红外原始光谱(图 1)可以看出, 近红外光谱图会受到样品扫描点不同及仪器稳定性的影响而出现噪音及基线漂移, 因此, 对烟丝的近红外谱图进行预处理。利用 TQ Analyst 6.2 智能分析软件包中的优化功能, 对混合烟丝的近红外光谱进行相应预处理后, 其近红外光谱见图 2。由图 2 可以看出, 噪音及基线漂移等不良因素干扰明显减少。

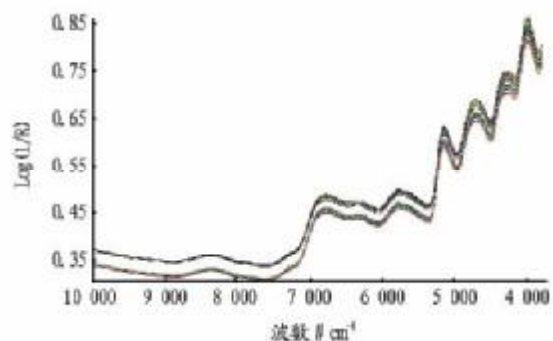


图 1 烟丝样品的近红外原始光谱

2.2 近红外光谱模型的建立 利用 TQ Analyst 7.1 软件的自动优化功能选择出组分的最佳谱区(4 213 ~ 9 816 cm^{-1}) 和最佳主因子数 8, 采用偏最小二乘法 (PLS) 将 178 个样品的膨胀烟丝与正常烟丝的掺配比例值和相应近红外光谱进

作者简介 张鼎方(1975-), 男, 福建龙岩人, 工程师, 从事烟草化学分析研究, E-mail: zhangdingfang@fjtjic.cn。

收稿日期 2012-11-05

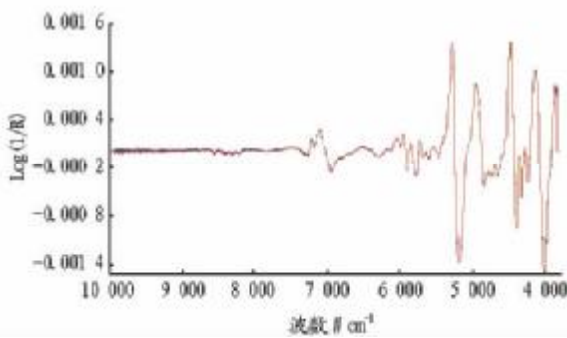


图2 烟丝样品预处理后的近红外光谱

行拟合,建立膨胀烟丝与正常烟丝的掺配比例的近红外模型,见图3,将20个配制好的含5%~15%膨胀烟丝的烟丝粉末样品作为验证集样品中加入数学模型中,其预测结果与实际配制的比值进行对比分析,结果见表1。从表1可知,膨胀烟丝掺配比例的近红外模型预测值与膨胀烟丝掺配实际配比值的相对误差最大的为5.31%,所有样品平均相对误差为2.75%,说明近红外数学模型预测具有很高的准确性。

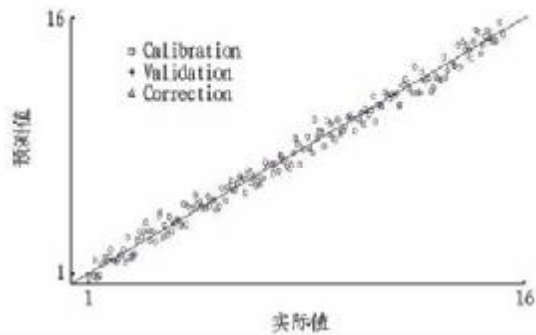


图3 膨胀烟丝与正常烟丝的掺配比例的近红外数学模型

2.3 精密度试验 随机抽取1个配制好的含膨胀烟丝的烟丝粉末样品,连续扫描6次,用建立的近红外模型预测膨胀烟丝掺配比例,并求出6次扫描预测结果的平均值(8.55)及相对偏差,结果如表2所示。由表2可知,同一样品应用近红外模型预测结果相对偏差很小,预测精密度很高。

3 结论

利用傅立叶变换近红外光谱技术进行卷烟配方结构研究,将膨胀烟丝与某品牌正常生产切丝工序后烟丝,按计算好的不同比例混合均匀后,采用偏最小二乘法建立预测膨胀烟丝与片烟烟丝掺配比例值的近红外配方结构分析模型,模型相关系数是0.993 0,预测的准确性和精密度都好,可以应

表1 膨胀烟丝掺配比例的近红外模型验证结果

样品 序号	膨胀烟丝掺配比例			
	配比值//%	预测值//%	绝对误差//百分点	相对误差//%
1	6.21	6.00	0.21	3.38
2	6.96	7.10	0.14	2.01
3	7.40	7.07	0.33	4.46
4	7.70	7.98	0.28	3.64
5	8.00	7.86	0.14	1.75
6	8.61	8.29	0.32	3.72
7	8.91	9.21	0.30	3.37
8	9.05	9.37	0.32	3.54
9	9.50	9.41	0.09	0.95
10	10.41	10.73	0.32	3.07
11	10.74	10.17	0.57	5.31
12	11.29	10.90	0.39	3.45
13	11.91	11.75	0.16	1.34
14	12.19	12.49	0.30	2.46
15	12.94	12.59	0.35	2.70
16	13.54	13.44	0.10	0.74
17	13.70	14.22	0.52	3.80
18	14.16	13.86	0.30	2.12
19	14.90	15.00	0.10	0.67
20	15.33	14.93	0.40	2.61

表2 近红外数学模型精密度试验结果

扫描次数	预测值	相对偏差//%
1	8.56	0.12
2	8.47	0.94
3	8.53	0.23
4	8.55	0.00
5	8.61	0.70
6	8.58	0.35

用于膨胀烟丝与片烟烟丝掺配比例的快速检测中,能够很好地监控卷烟制丝工艺过程中膨胀烟丝与正常烟丝的掺配均匀性。

参考文献

- [1] 刘晓萍,李斌,于川芳,等.基于近红外光谱的卷烟配方结构识别[J].烟草科技,2006(10):16-18.
- [2] 王家俊,梁逸曾,汪帆.偏最小二乘法结合傅里叶变换近红外光谱同时测定卷烟焦油、烟碱和一氧化碳的释放量[J].分析化学,2005,33(6):793.
- [3] 陆婉珍,袁洪福,徐广通,等.现代光谱分析技术[M].北京:中国石化出版社,2001.
- [4] 何智慧,练文柳,陈亚,等.光谱采集方式对 AOTF-近红外光谱技术[J].分析实验室,2005,24(6):24-28
- [5] 严行禄.近红外光谱分析基础与应用[M].北京:中国轻工业出版社,2005.

(上接第315页)

- [19] 张硕,唐丽君,闵思.高效液相色谱法同时测定糕点中双乙酸钠、丙酸钠(钙)含量[J].质量探索,2011(Z1):197-199.
- [20] 杨芳,张锦梅.离子色谱梯度淋洗法分析食品中丙酸钙[J].食品科技,2011,32(4):343-345.

- [21] 陈玉波,陈长毅,杨芳,等.离子色谱法对食品中丙酸钙的测定[J].安徽农业科学,2010,38(33):19058-19059.
- [22] 林华影,张琼,盛丽娜,等.离子色谱法同时测定食品中的五种添加剂[J].中国卫生检验杂志,2004,31(5):213-216.