

Szabvány szerinti nedvességmeghatározási módszerek alkalmazhatósága, különös tekintettel a pácolt dohányokra és dohányfóliákra

ARANY SÁNDORNÉ és ERDEI GYÖRGYI

Dohánykutató Intézet, Debrecen

Érkezett, 1982. szeptember 24.

A cigarettagyártási alapanyagok, félgyártmányok, késztermékek feldolgozásánál, eltarthatóságánál és forgalomba hozatalánál jelentős szerepe van azok nedveségtartalmának. Így mind az ipari gyakorlatban, mind a kutatás területén számos esetben pontosan ismernünk kell a különböző dohányanyagok, félkész- és késztermékek nedveségtartalmát, illetve az adott körülmények között bekövetkezett nedvességváltozását, higroszkópos tulajdonságát (pl. egyensúlyi nedveségtartalom).

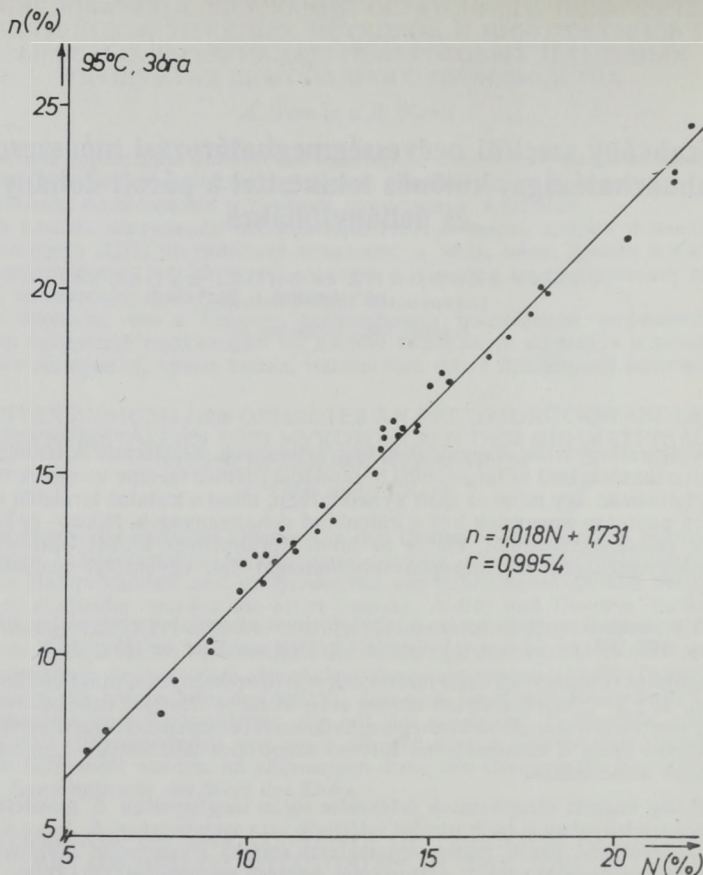
A gyakorlati munkák során, a laboratóriumi vizsgálatok elvégzésére általánosan az MSZ 20510-74-ben (1) rögzített kétféle módszer az elfogadott.

Eszerint rutinnérésekhez a mintáknak szárítószekrényben, atmoszférikus nyomáson, 95 ± 2 °C hőmérsékleten három órán át tartó szárítása után bekövetkező, tömegvesztésen alapuló nedvességmeghatározást (kompenzációs módszert), döntő eljárásként pedig a ciklohexánnal történő azeotrópos desztillációs („referencia”) módszert alkalmazzák.

Eddig végzett vizsgálataink értékelése során megfigyeltük 5 amellet a vonatkozó irodalomban is több utalást találtunk arra vonatkozóan 5, hogy a különböző technológiai pácok (nedvességmegtartó szerek) alkalmazása befolyásolja a két mérési módszerrel végzett párhuzamos mérések eredményeit (2) (3) (4).

Az előzőekben említettek alapján kérdésessé vált a különböző technológiai kísérletekhez szükséges, a szokásostól eltérő mennyiségben technológiai páccal (nedvességmegtartó szerrel) kezelt dohányok, illetve dohányfóliák valódi (tényleges) nedveségtartalmának, a szabványban előírt paraméterek szerinti, szárítással történő meghatározása és az így kapott nedvességértékek figyelembevétele. Ennek értelmében mindenképpen célszerűnek tartottuk a nemzetközi ISO (5); (6) és a hazai (1) szabványok szerinti döntő, illetve tájékoztató mérési módszerek kísérleti sorozatban történő összemérését.

Célul tűztük ki továbbá, hogy a kapott eredmények értékelése alapján javaslatot teszünk a kompenzációs módszer megfelelő korrigálására. Ezt azért is időszerűnek tartottuk, mert a dohánykutatás nemzetközi szervezete (CORESTA) is foglalkozik az azeotróp desztillációs módszer mellett egy rutinvizsgálatra alkalmas eljárás megadásával (7; 8).



1. ábra.

Kísérleti rész

A célvizsgálatok elvégzéséhez a következő mintákat választottuk: a Debreceni Dohánygyárban gyártott Symphonia és Délibáb cigaretta vágatát és vágófóliát, valamint ezek emelt adagú (2–6%) nedvességmegtartó szerrel (dietilénglikol, glicerin, 1,3-butilénglikol) kezelt változatait. Kontrollként mesterséges szárítású Kállói, Virginia, Hevesi B (kocsányozott), Görög Basma és Albán IV. dohányvágatokból vettünk mintákat.

A kompenzációs eljárással és a ciklohexános azeotrópos desztillációval végeztük a vizsgálatokat, melyek az eddigi tapasztalatokkal egyezően igazolták, hogy a szabványban szereplő módszerekkel kapott eredmények között eltérés van. Az ada-

Nedvességmentartó szerek mennyiségének hatása a két módszerrel mért nedvességtételek különbségére, vágófólia minták esetében

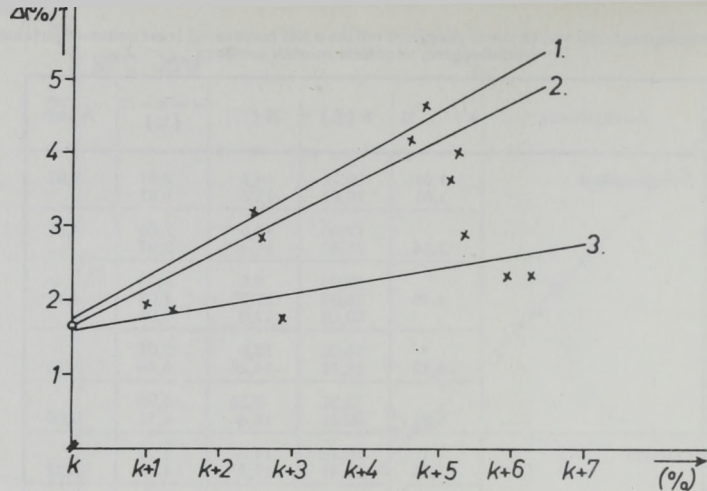
Anyagféleség	k + ... %	n [%]	N [%]	$\Delta = n - N$ [%]	Átlag
Dietilénglikol	1,01	16,11	14,1	2,01	1,91
	1,01	18,81	17,0	1,81	
	2,54	17,46	14,8	2,66	2,87
		21,47	18,4	3,07	
	4,76	13,04	8,0	5,04	4,72
	15,33	11,25	4,08		
	22,05	17,0	5,05		
	5,12	15,01	12,0	3,01	3,74
		18,71	14,25	4,46	
	5,21	12,31	8,25	4,06	4,09
		20,51	16,4	4,11	
Glicerín	1,36	16,22	14,5	1,72	1,77
		19,41	17,6	1,81	
	2,84	16,29	14,5	1,79	1,76
		23,35	21,63	1,72	
	5,30	14,83	11,25	3,58	3,00
	17,57	15,0	2,57		
	19,11	16,25	2,86		
	5,92	13,54	10,75	2,97	2,44
		19,59	17,5	2,09	
	6,25	10,62	8,25	2,37	2,44
		14,57	12,5	2,07	
		18,01	15,13	2,88	
Butilénglikol-1,3	2,39	15,43	11,8	3,63	3,15
		17,86	15,2	2,66	
	4,54	20,58	16,4	4,18	4,22
		28,25	24,0	4,25	

Ahol:

- k a vágófólia „alap” nedvességmentartó szer tartalma, kb. 2%, [ez a gyakorlatban általánosan alkalmazott mennyiség],
n [%] nedvességtartalom szárítószekrényben 95 ± 2 °C-on 180 percig mérve 3–3 párhuzamos mérés átlagaként,
N [%] nedvességtartalom, azeotrópos desztillációval mérve, 2–2 párhuzamos mérés átlagaként

tok alapján elvégeztük a módszerek összehasonlító elemzését. Először grafikusán ábráztuk a kezeletlen, illetve a gyakorlatban általánosan alkalmazott 2%-nyi nedvességmentartó szerrel kezelt minták adatait.

Mint az 1. ábrából kitűnik, a mérési pontok lineáris regressziós egyenessel közelíthetők.



2. ábra

$$y_1 = 0,549x + 1,764$$

$$y_2 = 0,506x + 1,606$$

$$y_3 = 0,164x + 1,598$$

$$r = 0,999$$

$$r = 0,945$$

$$r = 0,818$$

1. butilenglikol

2. dietilenglikol

3. glicerín

$$\Delta[\%] = n[\%] - N[\%]$$

Az eredő egyenes egyenlete:

$$n = 1,018 N + 1,731$$

ahol N = a döntő módszerrel mért nedvességtartalom értéke %-ban,

n = a kompenzációs módszerrel mért nedvességtartalom értéke %-ban

$$r = 0,9954 (r_{kr_5} \% = 0,325; r_{kr_{0,1}} \% = 0,519)$$

a korreláció tehát igen szorosnak mondható.

A fentiek alapján megállapítható, hogy a gyakorlatban eddig alkalmazott számítási eljárással kapott eredmények, átlagosan 1,7 nedvesség %-kal nagyobbak – a vizsgált tartományban – a döntő módszerrel mért nedvesség %-hoz képest.

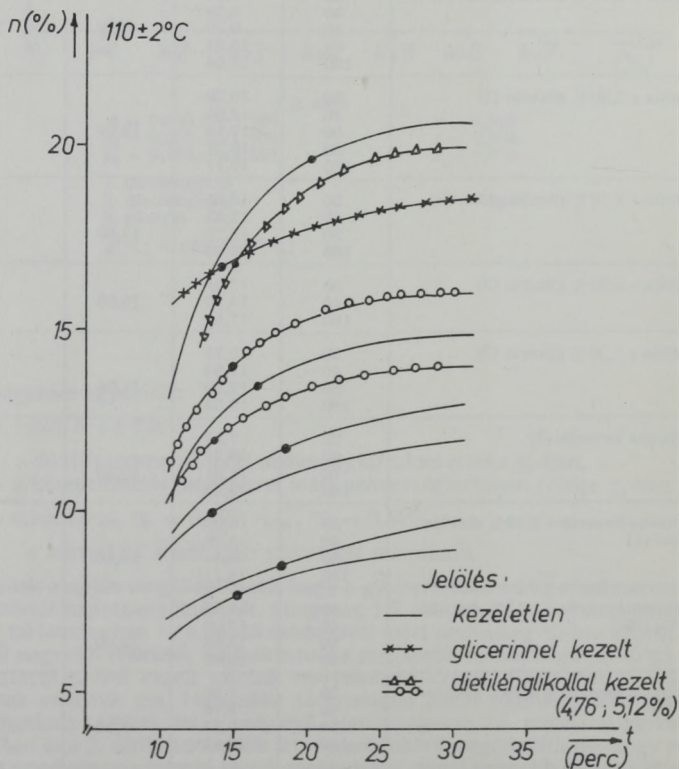
Ennél nagyobb eltérések mutatkoznak a magasabb mennyiségű (2–6%) nedvességmegtartó szerrel kezelt minták nedvességértékeinél. Ezért ezeket további vizsgálatnak vetettük alá. Háromféle technológiai pácot (dietilenglikol, glicerín, 1,3-butilenglikol) vittünk fel a meglévő alapanyagokra. A mérési adatokat az 1. táblázatban és a 2. ábrán tüntettük fel. Az adatokból megállapítható, hogy minél magasabb a nedvességmegtartó szer mennyisége, annál nagyobb a két módszerrel mért nedvességértékek különbsége.

A vizsgált minták nedvességtartalma az idő függvényében

Minta neve	Mérési idő [perc]	Nedvességtartalom		$t_{\text{totp.}}$ $n [\%] = N [\%]$			
		n [%] 95±2 °C	N [%]				
Vágófólia (1)	20	6,48	7,87	33			
	30	7,66					
	40	8,24					
	90	9,02					
	120	9,06					
	180	9,34					
Vágófólia + 4,76 % dietilén- glikol (1)	30	10,80	11,25	35			
	40	12,03					
	50	13,12					
	60	13,69					
	180	15,33					
	Vágófólia + 4,76 % dietilén- glikol (2)	30			7,31	8,00	36
40		8,59					
50		9,29					
60		10,24					
180		13,04					
Vágófólia + 5,30 % glicerin (1)		30	16,20	16,65	36		
	40	17,05					
	50	17,18					
	60	18,21					
	180	19,11					
	Vágófólia + 4,76 % dietilén- glikol (3)	30	16,51			17,00	33
40		17,83					
50		18,75					
180		22,05					
Vágófólia + 5,30 % glicerin (2)		30	13,81	15,00	38		
		40	14,94				
	180	17,57					
	Vágófólia + 5,30 % glicerin (3)	30	10,75			11,25	35,5
		40	11,94				
		50	12,50				
180		14,83					
Symphonia keverék (1)		22	7,84	10,60	40		
		40	10,71				
	60	11,81					
	180	12,58					
	Symphonia keverék + 5,12% dietilén- glikol (1)	30	14,06			14,25	32
		40	15,06				
50		16,41					
180		18,71					
Symphonia keverék + 5,12% dietilén- glikol (2)		30	11,45	12,00	35		
		40	13,09				
	50	13,63					
	180	15,01					
	Symphonia keverék + 6,25% glicerin	30	7,86			8,25	35,5
		40	8,78				
50		9,37					
180		10,62					

Az értékek merleket linearis regresszióval illesztettük, ahol az egyenesek meredeksége az alkalmazott technológiai párok függvénye (dietilénglikol és 1,3-butilénglikol esetén közel azonos), a metszeti tényezők a korábbi adatokkal egybe-
vágóak, tehát ezek függetlenek az alkalmazott nedvességmegtartó szerektől.

A két módszerrel kapott eredmények eltéréseinek „csökkentése” érdekében további vizsgálatokra volt szükségünk. A gyakorlati módszernél („tájékoztató módszer”) először az eddig alkalmazott szárítási paraméterek közül az időtartamot tettük vizsgálat tárgyává. A méréseket továbbra is $95 \pm 2^\circ\text{C}$ -on végeztük, de a szárítás idejét 20–180 perc között változtattuk. Ugyanezen minták esetében két-két párhuzamos méréssel elvégeztük a döntő módszer szerint is a nedvességmeghatározásokat. Ezzel lehetőségünk volt annak megállapítására, hogy milyen időtartamú szárítással tudnánk legjobban közelíteni a döntő módszerrel kapott eredményeket. A mérési adatokat a 2. táblázat és a 3. ábra tartalmazza.



3. ábra

A táblázat jelmagyarázata.
 n % szárítószekrényben, az adott paraméterekkel mért nedvességtartalom 3–3 párhuzamos mérés átlagaként
 N % azeotrópos desztillációval kapott nedvességtartalom 2–2 párhuzamos mérés átlagaként
 t_{opt} a mérési adatokból felvett görbéből leolvasott érték az az időpont, ahol n % = N %-kal

Megjegyzés: A „minta neve” oszlopban a zárójelbe tett számok azonos kiindulási anyagok esetén a beállított nedvességszintek különbözőségére utalnak.

3. táblázat

Nedvességmeghatározás paraméterei
(VIART-FLESSELLES, [3])

Hőmérséklet (°C)	Szárítási idő (perc)
90 ± 2	180
100	10
102	10
125	20
85	120
85	240
100	5

A táblázatban szereplő t_{opt} értékek átlaga $35,4 \pm 2,3$ perc, tehát ennyi idő szükséges ahhoz, hogy a minta „valódi” nedvességtartalmát megkapjuk 95 ± 2 °C-on történő szárítással.

Az irodalomban a vonatkozó közleményekben megadnak más szárítási paramétereket is (3, 4, 8). Ezeket az alábbi 3. táblázatban foglaltuk össze.

A továbbiakban a fenti táblázat adatait is figyelembe véve gyorsabb, de biztonságosabb eredményt adó szárítási eljárás megadására törekedtünk. Ennek érdekében a hőmérsékletet 110 ± 2 °C-nak választottuk és vizsgáltuk a nedvességtartalom értékének változását az idő függvényében. A szárítás idejét az alkalmazott magasabb hőfok miatt célszerűen csökkentettük és így a mintákat 10–30 perc közötti időtartamig szárítottuk. A minták nedvességtartalmát a döntő módszerrel is megvizsgáltuk. A kapott mérési adatokat a 4. táblázat tartalmazza, az időbeli változást pedig a 4. ábra szemlélteti. Ebben az esetben a t_{opt} értékekből számított átlag $15,5 \pm 2,4$ percnak adódott.

(Megjegyzés: A táblázat jelmagyarázata ua. mint a 2. táblázatnál).

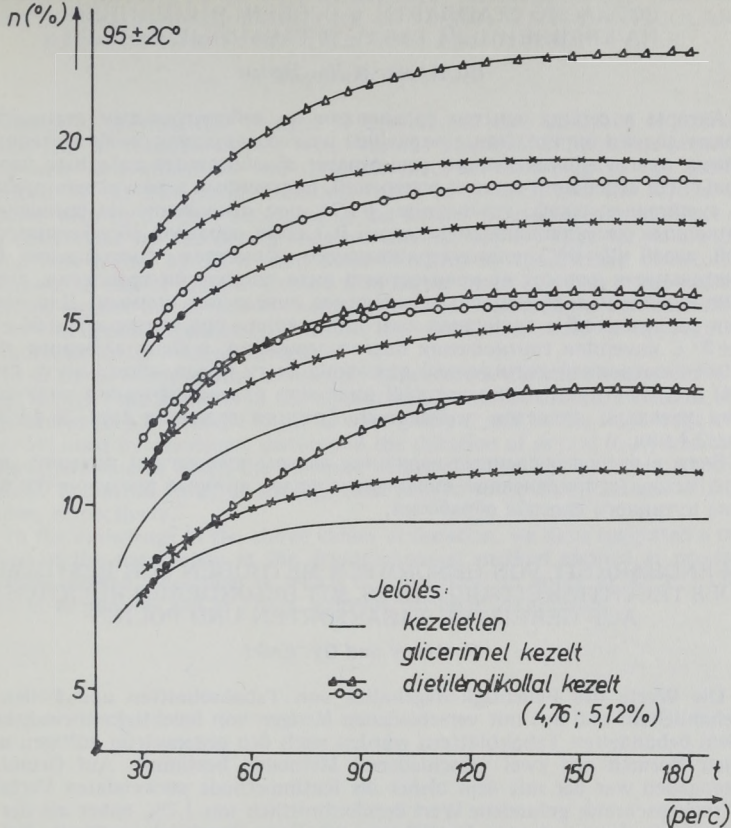
Javaslatok

Az előzőekben ismertetett eredmények alapján – valamint az energiatakarékossági szempontokat is figyelembe véve – javasoljuk rutinmeghatározásokhoz a tömegváltozás mérésén alapuló eljárás módosítását az újabb paraméterek szerint. Ilyen módon jól közelíthetjük az idő- és energiaigényes döntő vizsgálattal nyerhető eredményeket.

A javaslat szerint az eljárás gyakorlati kivitelezésénél a szárítási időt 95 °C-nál 40 percnél, 110 °C-on 20 percnél célszerű választani.

A vizsgált minták nedvességtartalma az idő függvényében

Minta neve	Mérési idő [perc]	Nedvességtartalom		$t_{opt.}$ $n [\%] = N [\%]$
		$n [\%]$ $110 \pm 2 \text{ } ^\circ\text{C}$	N [%]	
Vágófólia (1)	10 17,5 20 25 30	6,48 8,40 8,64 9,03 9,10	7,87	15
Vágófólia (2)	10 12,5 15 20 30	9,23 10,13 11,02 11,87 12,94	11,70	18
Vágófólia (3)	10 17,5 25 30	12,89 19,27 20,50 20,82	19,60	19,5
Vágófólia + 4,76% dietilénglikol (3)	12 15 17,5 20 25 30	14,60 17,45 18,51 19,18 19,83 19,95	17,00	14,5
Vágófólia + 5,30% glicerin (1)	10 15 20 25 30	15,79 17,09 17,93 18,37 18,52	16,65	13,5
Symphonia keverék (1)	10 15 20 30	8,70 10,33 11,12 11,80	10,60	12,5
Symphonia keverék (2)	10 12,5 20 25	7,12 7,85 9,15 9,71	8,90	18
Symphonia keverék (3)	10 15 20 25 30	9,54 13,34 14,45 14,67 15,01	13,70	16
Symphonia keverék + 5,12% dietilénglikol (1)	10 15 20 25 30	11,21 14,62 15,77 15,91 16,02	14,25	14,5
Symphonia keverék + 5,12% dietilénglikol (2)	10 15 20 25 30	9,68 12,63 13,48 13,96 14,02	12,00	13



4. ábra

IRODALOM

- (1) MSZ 20510-74. „Dohánygyártmányok nedvességtartalmának meghatározása”.
- (2) Szarvas T.—Ducsay T.; ÉVIKE 23, 61, 1977.
- (3) Viart, P.—Flesselles, J.; „Influence des constituants des saucos sur la détermination du taux d'humidité” SEITA ANNALES Sect. 1. (11) (1973.) p. 77-84.
- (4) Sachnovszkij, L. N.; „A blázsosztvi tabaka” (A dohánynedvességről) Tabak 4, 40, 1980.
- (5) ISO 6488.
- (6) NF. V 37-004.
- (7) „Moisture content determination” CORESTA Inf. Bull. 1, 11, 1981.
- (8) Flesselles, J.; Tabak Journal Intern. 1, 15, 1981.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГОСОДЕРЖАНИЯ
СОГЛАСНО СТАНДАРТУ, С ОСОБЫМ ВНИМАНИЕМ
НА ТРАВЛЕННЫЙ ТАБАК И ТАБАЧНЫЕ ФОЛГИ

Ш. Арань и Дь. Эрдеи

Авторы в сериях опытов сравнивали по действительным стандартным методам двояко определённые величины влагосодержания необработанных и разными влагоудерживающими веществами обработанных табачных нарезок и фольг. На основании данных измерений, полученных в результате применения сушильных шкафов, установили $+1,7\%$ -ное отклонение по сравнению с азеотропным дестилляционным методом. В случае образцов обработанных высокой дозой (2–6%) влагоудерживающим веществом, расхождение было значительное и зависит от количества и вида технологии травления, соотношение индивидуально хорошо определяемое линейным прямым. Для исключения расхождений в величинах влагосодержания при температуре $95 \pm 2^\circ$ и $110 \pm 2^\circ$ С измеряли соотношения влагосодержания, а зная величины полученных азеотропной дестилляцией разыскивали ту продолжительность сушки (t_{opt}) в случае применения которой величина влагосодержания полученная двумя методами является одинаковой. Средняя величина t_{opt} $35,4 \pm 2,3$ и $15,5 \pm 2,4$ мин.

Зная вышеперечисленные величины авторы предлагали изменить параметры метода с применением сушильных шкафов, которые применяются в качестве рутинного способа обработки.

ANWENDBARKEIT VON GENORMTEN METHODEN ZUR BESTIMMUNG
DES FEUCHTIGKEITSGEHALTES, MIT BESONDERER RÜCKSICHT
AUF GEBEIZTEN TABAKSORTEN UND FOLIEN

S. Arany und Gy. Erdei

Die Werte des Feuchtigkeitsgehaltes von Tabakschnitten und Folien aus unbehandeltem und aus mit verschiedenen Mengen von feuchtigkeitbewahrenden Mitteln behandelten Tabakblättern wurden nach den gegenwärtig gültigen ungarischen Normen mit zwei verschiedenen Methoden bestimmt. Auf Grund der Messangaben war der mit dem bisher als Rوتينmethode verwendeten Verfahren im Trockenschrank gefundene Wert durchschnittlich um $1,7\%$ höher als der mit der Methode der azeotropen Destillation erhaltene Feuchtigkeitsgehalt. Bei den mit einer höheren Dose (2–6%) des feuchtigkeitbewahrenden Mitteln behandelten Mustern war die Abweichung grösser und von der Menge und vom Typ der technologischen Beizmittel abhängig, einzelweise war dieser Zusammenhang mit einer linearen Gerade gut annäherbar.

Zur Beseitigung des Unterschieds der Feuchtigkeitswerte wurden die Zusammenhänge zwischen Messungszeit und Feuchtigkeitsgehalt bei den Temperaturen $95 \pm 2^\circ$ C und $110 \pm 2^\circ$ C festgestellt, und in Kenntnis der mittels azeotropischer Destillation erhaltenen Werte jene Trocknungsdauer (t_{opt}) gesucht, bei deren Anwendung die Feuchtigkeitsgehalte mit den beiden Methoden identisch waren. Der Durchschnittswert der t_{opt} Werte ergab sich als $35,4 \pm 2,3$ bzw. $15,5 \pm 2,4$ Minuten.

In Kenntnis der Werte obiger Zeitdauer machen wir einen Vorschlag zur Modifizierung der Parameter des Trockenschrankverfahrens, das zur Zeit als Rوتينmethode verwendet wird. Gemäss dieser Modifizierung wäre es zweckdienlich, eine Trocknungszeit von 40 Minuten bei 95° C bzw. von 20 Minuten bei 110° C vorzuschreiben.

APPLICABILITY OF STANDARDIZED METHODS FOR THE
DETERMINATION OF MOISTURE CONTENT, WITH PARTICULAR
RESPECT TO SAUCED TOBACCOES AND TOBACCO FOILS

S. Arany and Gy. Erdei

Values of the moisture content of tobacco-leaf cuts and foils of untreated tobacco and of tobacco treated with various amounts of moisture-preserving agents were determined by two different methods according to the methods prescribed by the Hungarian standards valid at present, and the results were compared with each other. According to the data of measurements, moisture contents determined by the drying-chamber method applied thus far as a routine method were higher by 1.7% than those obtained by the method of azeotropic distillation. In case of samples treated with higher doses (2–6%) of the moisture-preserving agents the deviations were higher and depended on the amount and type of the applied technological sauce, the correlation could be approximated well individually by a linear straight.

In order to eliminate the differences between the moisture values the correlations between the duration of the measurement and the moisture content at the temperatures $95 \pm 2^\circ\text{C}$ and $110 \pm 2^\circ\text{C}$ were plotted, and in the knowledge of the values obtained by azeotropic distillation the duration of drying (t_{opt}) was sought on the application of which the moisture values obtained by the two methods are identical. The mean value of the t_{opt} data proved to be 35.4 ± 2.3 and 15.5 ± 2.4 minutes, respectively.

In the knowledge of the above values of duration, we have suggested a modification of the parameters of the drying-chamber method applied at present as a routine method, according to which it is practical to apply at 95°C a drying period of 40 minutes and at 110°C a drying period of 20 minutes.