

## ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА НАГРЕВАЕМЫХ ТАБАЧНЫХ ПАЛОЧЕК ДЛЯ ЭСНТ

*Пережогина Т.А., Дурунча Н.А, Кокорина Л.В., Анушян С.Г.*

ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий», Российская Федерация, г. Краснодар

**Аннотация.** В статье рассмотрены принципы работы электрических систем нагревания табака (ЭСНТ), конструкции нагреваемых табачных палочек (стиков) для ЭСНТ iQOS и GLO. Приведены результаты исследований по выбору экстрагента, установлению времени экстракции и полноты извлечения определяемых компонентов в целях разработки методики по определению никотина, глицерина и пропиленгликоля в табаке нагреваемом.

**Ключевые слова.** Электрические системы нагреваемого табака, стики, никотин, глицерин, пропиленгликоль, экстракция, газовая хроматография.

## RESEARCH ON COMPOSITION OF HEATED TOBACCO STICKS FOR ESHT

*Perezhogina T.A., Duruncha N.A, Kokorina L.V., Anushyan S.G.*

FSBSI All-Russian Scientific Research Institute of Tobacco, Makhorka and Tobacco Products, Russian Federation, Krasnodar

**Abstract.** In article the principles of the electric systems for heating the tobacco (ESHT), structures of the heated tobacco sticks (stacks) for ESHT iQOS and GLO are presented. Results of the researches on the extractant, selection defining the time of extraction and completeness of extraction are given. This was done for development of a method for definition of nicotine, glycerol and propylene glycol in the tobacco heated.

**Keywords.** The electric systems for heating tobacco, sticks, nicotine, glycerol, propylene glycol, extraction, gas chromatography.

Создание инновационных продуктов, работающих на основе электрической системы нагревания табака (ЭСНТ), осуществляется производителями для снижения токсического воздействия табачного дыма на организм человека. В отличие от традиционных сигарет принцип действия ЭСНТ основан на нагреве табака без его горения или тления. При нагреве табака образуется аэрозоль с более низким уровнем содержания многих токсичных веществ, и сохраняется приемлемый уровень ощущений для потребителя. Этот подход назван производителем «нагревание вместо горения».

Разработка электрических систем нагреваемого табака (ЭСНТ) началась в 90-х годах XX века. С тех пор изменения произошли как в самой системе электрического нагрева табака, так и конструкции самого устройства. В первых вариантах ЭСНТ температура нагрева табака достигала 550 °С, но в процессе проведения конструктивных преобразований удалось снизить температуру на-

грева табачного наполнителя до 240-350 °С. Исследования, проведенные ранее в институте, подтвердили снижение уровня содержания в аэрозоле нагреваемого табака таких потенциально опасных веществ, как монооксид углерода, полициклические углеводороды, альдегиды, 1,3-бутадиен, бензол, табакоспецифичные нитрозоамины.

Инновационные изделия из табака нагреваемого принципиально отличаются от традиционных курительных табачных изделий, так как в результате их применения продуцируется не табачный дым, а аэрозоль, образующийся в результате нагревания табака. Кроме того, при потреблении изделий из табака нагреваемого полностью исключен прямой контакт табака со слизистой оболочкой полости рта. Нагреваемые табачные палочки (НТП, стики), конструктивно напоминающие сигареты с фильтром, предназначены для потребления исключительно с устройствами для нагревания табака. Примерами таких устройств на рынке России могут служить ЭСНТ iQOS (изготовитель Philip Morris International) и Glo (изготовитель British American Tobacco).

Электрическая система нагревания табака iQOS представляет собой устройство, состоящее из двух элементов: переносного зарядного устройства и держателя. Держатель оснащен маленьким аккумулятором, заряда которого хватает на один сеанс использования стика. После сеанса прокурки держатель необходимо поместить в зарядное устройство для подзарядки. Стик вставляется до упора в держатель, и с помощью электричества нагревающее устройство в виде керамического лезвия нагревает табачный наполнитель стика, изготовленный из продольнорилеванного гомогенизированного табака. В результате такого нагрева образуется аэрозоль, который вдыхает потребитель.

Стики ЭСНТ iQOS, являющиеся по существу сменными картриджами, представляют собой цилиндрические стержни длиной 45 мм, состоящие из четырех различных секций, обернутые в сигаретную и ободковую бумагу (рисунок 1).

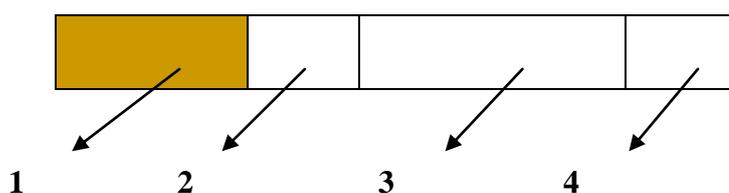


Рисунок 1. Схема конструкции стика для iQOS

Цилиндрический отрезок 1 длиной 12 мм, изготовлен из продольноориентированного вдоль оси стика восстановленного табака и обернут фольгированной сигаретной бумагой. К нему примыкает отрезок 2 длиной 8 мм, представляющий собой полую трубку, изготовленную из спрессованного ацетатного волокна, обернутую фильтрооберточной бумагой (фицеллой), и предназначенную для отделения нагреваемого отрезка гомогенизированного табака от фильтрующего фрагмента 3. Фильтрующий фрагмент (отрезок 3) – цилиндрический отрезок длиной 18 мм, изготовленный из тонкой продольнорилеванной прозрачной пленки, обернутой фильтрооберточной бумагой (фицеллой). Отрезок 4

длиной 7 мм, являющийся фильтрующим мундштуком, изготовлен из ацетатного волокна, обернутого фильтрооберточной бумагой (фицеллой).

Электрическая система нагревания табака (ЭСНТ) Glo представляет собой монолитное устройство, которое с помощью электричества по всей длине нагревает табачный наполнитель стика, изготовленный из резаного восстановленного табака. Верхняя крышка устройства сдвигается, и в открывшееся отверстие устройства для нагревания вставляется стик табачным наполнителем вниз. В отличие от системы нагревания IQOS, в которой нагреватель входит внутрь стика и нагревает его изнутри, нагрев табачной части ЭСНТ Glo происходит снаружи по всему периметру, в результате чего образуется аэрозоль, вдыхаемый потребителем.

Стики ЭСНТ Glo имеют внешний вид тонких сигарет. Схема конструкции стика представлена на рисунке 2.

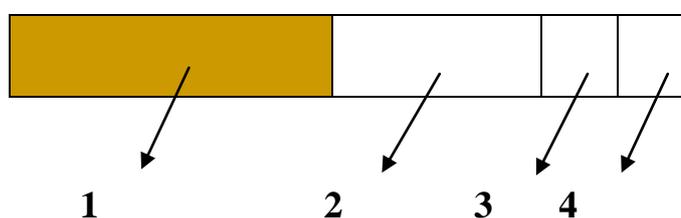


Рисунок 2. Схема конструкции стика для Glo

Табачный штранг (отрезок 1) длиной 42 мм изготовлен из резаного восстановленного табака, обернутого сигаретной бумагой. К нему примыкает отрезок 2 длиной 25 мм, представляющий собой воздушную камеру в виде полую трубки из плотной бумаги. Фильтрующий фрагмент (отрезок 3) – цилиндрический отрезок длиной 8 мм, изготовленный из ацетатного волокна. Отрезок 4 длиной 8 мм, представляет собой мундштук в виде полую трубки из плотной бумаги.

В состав восстановленного табака, изготовленного из смеси табачного сырья различных ботанических сортов и использующегося для производства табачного наполнителя стиков, входят такие добавки как глицерин и пропиленгликоль.

Никотин – основной алкалоид табака, токсичное вещество, обуславливающее потребление никотиносодержащих изделий. Никотин всасывается через слизистую оболочку полости рта в процессе курения или парения.

Глицерин и пропиленгликоль используют с целью улучшения технологических и потребительских свойств табака нагреваемого. И хотя глицерин и пропиленгликоль зарегистрированы в качестве пищевых добавок, отрицательное влияние на здоровье человека при вдыхании паров этих веществ еще недостаточно изучено.

Отсутствие требований по безопасности, оценки соответствия, методической базы для контроля состава веществ в никотиносодержащей продукции являются основными рисками для потребителей. Поэтому необходимость разра-

ботки методики определения содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в табаке нагреваемом является актуальной задачей.

Исследования в направлении создания стандартизированных методик определения веществ, присутствующих в инновационных изделиях, проводятся международными организациями CORESTA и ИСО.

CORESTA разработан газохроматографический метод определения пропиленгликоля и глицерина в табаке и табачных изделиях «CORESTA recommended method № 60. Determination of 1,2-propylene glycol and glycerol in tobacco and tobacco products by gas chromatography» [1]. Принцип метода заключается в экстракции метанолом табака и последующем количественном определении в экстракте глицерина и пропиленгликоля газохроматографическим методом.

На основании метода CORESTA № 60 во ВНИИТТИ разработана методика определения содержания умягчителей в табачном сырье, в которой экстракция табака проводится этиловым спиртом с последующим определением глицерина и пропиленгликоля методом газовой хроматографии [2, с. 118].

Опираясь на метод CORESTA № 62 «Determination of nicotine in tobacco and tobacco products by gas chromatographic analysis» [3] во ВНИИТТИ была разработана методика определения никотина в табаке с помощью газовой хроматографии [2, с. 79]. Сущность метода состоит в извлечении никотина из подщелоченного раствора экстрагентом и последующем количественном определении содержания никотина методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором.

Анализ оснащенности аналитическим оборудованием ФГБНУ ВНИИТТИ показал возможность разработки методики определения никотина, глицерина и пропиленгликоля в табаке нагреваемом с помощью газовой хроматографии. Научные исследования проводились на базе лаборатории химии и контроля качества. В качестве измерительного оборудования использовался газовый хроматограф «Кристалл 2000М», оснащенный пламенно-ионизационным детектором (ПИД), весы аналитические с погрешностью взвешивания 0,1 мг, микрошприц на 10 мкл типа МШ-10. Кроме того, использовалось следующее вспомогательное оборудование, посуда и реактивы:

- встряхиватель электромеханический по НД;
- колбы конические со шлифом вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336;
- колбы мерные со шлифом вместимостью 10 см<sup>3</sup>, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;
- пипетки мерные по ГОСТ Р ИСО 1769;
- пробирки мерные с притертыми пробками на 15-20 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;
- газы-носители: гелий (CAS:7440-59-7), азот (CAS:7727-37-9) степени чистоты не менее 99,995 %;
- дополнительные газы: – воздух и водород (CAS:1333-74-0) высокой степени чистоты для пламенно-ионизационного детектора;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- внутренний стандарт для определения никотина – *n*-гептадекан (CAS:629-78-7) или хинальдин (CAS:91-63-4) (степень чистоты не менее 98 %);
- гексан, х.ч.;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;

- изопропиловый спирт (хч или абсолютированный) по НД (CAS: 67-63-0);
- этиловый спирт (CAS: 64-17-5), степень чистоты не менее 99 %;
- метанол (CAS: 64-17-5), степень чистоты не менее 99,5 %;
- глицерин (CAS: 56-81-5), степень чистоты не менее 99 %;
- пропиленгликоль (CAS: 57-55-6), степень чистоты не менее 99 %;
- вещество стандартное: никотин салицилат (степень чистоты не менее 98 %) или никотин (CAS: 54-11-5) (степень чистоты не менее 98 %);
- вещество стандартное: гептадекан (CAS: 629-78-7), степень чистоты не менее 99 %;

Все средства измерений были поверены и имели действующие свидетельства о поверке. Перед началом проведения работ реактивы, экстрагент и растворы, хранившиеся при низкой температуре, перед употреблением были выдержаны не менее двух часов в лабораторных условиях ( $t = 22 \pm 2$ ) °С.

Поскольку табачный наполнитель стиков представляет собой продольно-рилеваный гомогенизированный табак, возник вопрос о целесообразности измельчения наполнителя при подготовке нагреваемого табака к исследованиям. Материалом для исследования служили нагреваемые табачные палочки IQOS™ 2.4R торговых марок «Parliament Blue» и «Parliament Fresh».

В соответствии с п. 6.2.2 ГОСТ Р 57458-2017 «Табак нагреваемый. Общие технические условия» [4, с. 4] из лабораторной пробы произвольно отбирали пробы для испытаний и делили на две равные пробы для анализа каждого исследуемого образца стиков. После этого, из каждой пробы нагреваемого табака извлекали табачный наполнитель и одну пробу измельчали. Определение никотина в нагреваемом табаке обеих проб проводили по методике определения никотина в табаке методом газовой хроматографии [2, с. 79], в качестве внутреннего стандарта был использован н-гептадекан.

Результаты определения содержания никотина в наполнителе нагреваемых табачных палочек приведены в таблице 1.

Анализ результатов таблицы 1 показал, что разница в подготовке образцов наполнителей табачных стиков (с размолем и без размола) не повлияла на количество определяемого никотина, а, следовательно, не будет влиять и на содержание глицерина и пропиленгликоля.

Таблица 1

Влияние размола табачного наполнителя стиков на содержание никотина в табаке нагреваемом

Наименование образца	Содержание никотина (с размолем наполнителя)			Содержание никотина (без размола наполнителя)		
	мг/мл	%	среднее	мг/мл	%	среднее
Parliament Blue (3 повторности)	0,356	1,42	1,46	0,377	1,51	1,52
	0,369	1,48		0,377	1,51	
	0,369	1,48		0,382	1,53	
Parliament Fresh (3 повторности)	0,378	1,51	1,51	0,363	1,45	1,48
	0,371	1,48		0,363	1,45	
	0,384	1,54		0,387	1,55	

Таким образом, было экспериментально подтверждено, что при подготовке пробы нагреваемого табака к определению никотина, глицерина и пропиленгликоля измельчение табачного наполнителя не требуется.

Помимо размолта образцов, на полноту экстракции исследуемых компонентов (никотина, глицерина, пропиленгликоля) растворителем может оказывать влияние время экстракции образца нагреваемого табака и время выдерживания экстракта после снятия со встряхивателя.

Для исследования этого влияния был проведен следующий эксперимент: навеску табачного наполнителя стиков «Parliament Blue» и «Parliament Fresh» встряхивали в экстрагирующем растворе на основе этилового спирта в течение 1 часа, 2 часов, 3 часов и определяли в экстракте содержание никотина, глицерина и пропиленгликоля. Затем эти экстракты выдерживались в течение 24 часов, и анализ веществ повторяли.

Определение содержания умягчителей в нагреваемом табаке проводили по методике определения содержания умягчителей в табачном сырье методом газовой хроматографии [2, с. 118]. Принцип метода определения умягчителей в табачном сырье и табачных мешках основан на извлечении глицерина и пропиленгликоля из табака экстракцией этиловым спиртом и последующим определением веществ в экстракте с помощью газовой хроматографии. Навеска нагреваемого табака составляла 1000 мг, объем экстрагента 10 мл, внутренним стандартом являлся хинальдин. На полученных хроматограммах, наряду с пиками глицерина и пропиленгликоля, присутствовал и пик никотина, что позволило рассчитать его содержание в нагреваемом табаке.

Результаты экспериментального определения исследуемых веществ представлены в таблице 2.

Анализ полученных результатов, представленных в таблице 2, показал, что:

- содержание никотина в табачном наполнителе обеих марок стиков, определенное после встряхивания в течение 1 часа, 2-х часов, 3-х часов в экстрагирующем растворе и последующей выдержки в течение 24 часов практически не изменилось;

- содержание глицерина и пропиленгликоля в табачном наполнителе обеих марок стиков после встряхивания в течение 1-го часа, 2-х часов и 3-х часов и последующей выдержки в течение 24 часов в экстрагирующем растворе изменяется незначительно (в пределах погрешности определения);

- встряхивание нагреваемого табака предпочтительно проводить в течение 2-х часов по совокупному влиянию на полноту извлечения остальных компонентов;

- поскольку значение коэффициентов вариации меньше 10%, то степень рассеивания результатов по определению никотина, глицерина и пропиленгликоля в образцах нагреваемого табака считается незначительной.

Таким образом, было экспериментально установлено, что извлечение глицерина и пропиленгликоля проходит полностью после встряхивания образца нагреваемого табака в 10 мл экстрагирующего раствора в течение 2 часов при массе навески 1000 мг.

Таблица 2

Определение никотина, глицерина, пропиленгликоля в табачном наполнителе стиков «Parliament Blue» и «Parliament Fresh»

Наименование образца	Время встряхивания, выдержки, час	Компоненты, %					
		никотин	К*	глицерин	К*	пропиленгликоль	К*
Parliament Blue	1	1,37	3,40	16,32	3,21	0,11	6,79
Parliament Blue	2	1,39	4,53	17,21	4,31	0,14	2,96
Parliament Blue	3	1,33	1,93	16,60	2,00	0,14	1,40
Parliament Blue	1 + выдержка 24 часа	1,38	0,61	15,52	0,36	0,16	1,31
Parliament Blue	2 + выдержка 24 часа	1,40	2,31	16,22	1,07	0,16	1,49
Parliament Blue	3 + выдержка 24 часа	1,41	2,37	16,42	4,55	0,15	2,89
Parliament Fresh	1	1,40	2,48	14,76	5,19	0,10	2,96
Parliament Fresh	2	1,37	1,49	14,28	2,53	0,11	3,81
Parliament Fresh	3	1,39	0,76	14,88	2,72	0,11	2,90
Parliament Fresh	1 + выдержка 24 часа	1,36	6,17	15,32	8,57	0,10	4,54
Parliament Fresh	2 + выдержка 24 часа	1,38	1,64	15,43	4,13	0,10	3,47
Parliament Fresh	3 + выдержка 24 часа	1,41	0,47	15,07	0,46	0,10	5,99

К\* – коэффициент вариации

Следующим этапом проводимого исследования в целях разработки методики определения никотина, глицерина и пропиленгликоля в табаке нагреваемом являлся подбор экстрагента для максимального извлечения этих веществ из табачного наполнителя стиков. Материалом для исследования служили: полотно (полуфабрикат) табачного наполнителя для изготовления стиков (код образца – Р); продольнорилеванный гомогенизированный табак (табачный наполнитель стиков), изготовленный из этого полотна (код образца – N).

Содержание никотина в образцах Р и N определяли в соответствии с методикой определения содержания никотина в табачном сырье (экстракция гексаном), содержание глицерина и пропиленгликоля - в соответствии с методикой определения содержания умягчителей в табачном сырье, причем в качестве экстрагентов использовались этиловый спирт, изопропиловый спирт и метанол.

Исследования проводили с соблюдением условий хроматографирования, приведенных в таблице 3. Масса навески табака нагреваемого составляла 1000 мг, объем экстрагента – 10 мл.

Таблица 3

## Условия хроматографирования

Колонка капиллярная	SOLGEL-WAX (30m×0.32mm×1.8µm)
Детектор	ПВД
Газ-носитель	Гелий, 20 мл/мин
Скорость потока воздуха	200 мл/мин
Скорость потока водорода	20 мл/мин
Температура инжектора	270 °С
Температура детектора	275 °С
Программирование температуры	100°С (1 мин), 15°С/мин до 130°С, 40°С/мин до 220°С (10 мин)
Объем ввода	1 мкл

Результаты исследований представлены в таблице 4.

Таблица 4

Результаты исследований по определению никотина, глицерина и пропиленгликоля при извлечении определяемых компонентов с различными экстрагентами

Код обр.	Методика определения компонентов и используемый экстрагент	Содержание компонентов, %					
		никотин	К*	глицерин	К*	пропиленгликоль	К*
Р	Определение содержания никотина в табачном сырье (экстракция гексаном)	1,63	0,28	-	-	-	-
	Определение содержания умягчителей в табачном сырье (экстракция этиловым спиртом)	1,31	10,78	7,53	26,97	не обнаруж.	-
	Определение содержания умягчителей в табачном сырье (экстракция изопропиловым спиртом)	0,58	5,87	6,77	0,96	не обнаруж.	-
	Определение содержания умягчителей в табачном сырье (экстракция метанолом)	1,56	3,88	14,37	8,90	не обнаруж.	-
N	Определение содержания никотина в табачном сырье (экстракция гексаном)	1,60	0,50	-	-	-	-
	Определение содержания умягчителей в табачном сырье (экстракция этиловым спиртом)	1,35	0,49	10,03	4,49	0,44	0,52
	Определение содержания умягчителей в табачном сырье (экстракция изопропиловым спиртом)	0,5	3,89	6,70	8,52	0,26	28,95
	Определение содержания умягчителей в табачном сырье (экстракция метанолом)	1,53	5,96	13,43	19,25	0,45	3,49

К\* - коэффициент вариации

Как видно из данных, приведенных в таблице 4, практически одинаковое содержание никотина было определено в полотне (образец Р) и табачном наполнителе стиков (образец N) по методике определения никотина в табачном сырье и методике определения содержания умягчителей в табачном сырье с экстракцией метанолом. Несколько меньшее количество никотина было определено по методике определения содержания умягчителей в табачном сырье экстракцией этиловым спиртом и почти в три раза меньше - по методике определения содержания умягчителей в табачном сырье экстракцией изопропиловым спиртом.

Содержание глицерина в полотне (образец Р), определенное по методике определения содержания умягчителей с экстракцией этиловым спиртом и изопропиловым спиртом было примерно одинаковым, но в два раза меньше, чем при экстракции метанолом.

При определении глицерина в табачном наполнителе стиков (образец N) экстракция метанолом показала наибольшее количество глицерина, а экстракция этиловым спиртом – на 3,4 % меньше. При экстракции глицерина изопропиловым спиртом было обнаружено самое низкое количество глицерина.

Пропиленгликоль в образце Р не был обнаружен при использовании всех экстрагентов, что соответствует спецификации на полотно-полуфабрикат. Одинаковое содержание пропиленгликоля в образце N было определено при проведении экстракции нагреваемого табака метанолом и этиловым спиртом, значительно меньшее - при экстракции изопропиловым спиртом.

Результаты определения никотина, глицерина и пропиленгликоля в табаке нагреваемом показали различную эффективность используемых экстрагентов (этилового спирта, изопропилового спирта и метанола). Лучшие предварительные результаты определения исследуемых веществ были получены с использованием в качестве экстрагента метанола.

Необходимо отметить, что при определении глицерина в стиках экстракцией метанолом были получены результаты, которые характеризуются средней степенью рассеивания (коэффициент вариации до 20 %), а при определении глицерина в полотне экстракцией этиловым спиртом и пропиленгликоля в стиках изопропиловым спиртом – значительной степенью рассеивания (коэффициент вариации до 33 %). Довольно высокая степень рассеивания результатов определения исследуемых веществ свидетельствует о необходимости проведения дальнейших исследований с целью получения стабильных результатов.

В целях разработки методики определения никотина, глицерина и пропиленгликоля в табаке нагреваемом необходимо провести дополнительные исследования по выбору экстрагента, способа экстракции, объема экстрагента и массы навески. Кроме того, необходимо провести дополнительные исследования по определению содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в различных марках нагреваемых табачных палочек с целью набора данных для статистической обработки результатов и оценки погрешности методов.

## Литература

1. Determination of 1,2-propylene glycol and glycerol in tobacco and tobacco products by gas chromatography. CORESTA recommended method № 60. URL: <http://www.coresta.org/> (дата обращения 19.02.2018).
2. Лабораторный контроль табачного сырья, нетабачных материалов и табачной продукции. Учебно-методическое пособие / ГНУ ВНИИТТИ. Краснодар: Просвещение-Юг, 2014. 239 с.
3. Determination of nicotine in tobacco and tobacco products by gas chromatographic analysis. CORESTA recommended method № 62. URL: <http://www.coresta.org/> (дата обращения 19.02.2018).
4. ГОСТ Р 57458-2017«Табак нагреваемый. Общие технические условия». М.: «Стандартинформ», 2017. 11 с.