

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МЕТОДИК ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКОТИНА В АЭРОЗОЛЕ ТАБАКА ДЛЯ КАЛЬЯНА И В БЕСТАБАЧНОЙ СМЕСИ ДЛЯ НАГРЕВАНИЯ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Жабенцова О.А., канд. техн. наук, Гвоздецкая С.В.

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

***Аннотация.** Никотин, являясь биологически активным веществом, относится к токсичным компонентам табака. В настоящее время в Российской Федерации отсутствуют стандартизированные методы количественного определения никотина в аэрозоле табака для кальяна и в бестабачных смесях для нагревания, что делает актуальным проведение сравнительного анализа эффективности существующих методик определения никотина в дыме сигарет с целью возможности применить для определения содержания никотина в аэрозоле табака для кальяна и в бестабачной смеси для нагревания спектрофотометрическим методом. В результате проведённых сравнительных исследований установлено, что методика, используемая по ГОСТ 30438 более чувствительная и эффективная для определения содержания никотина в аэрозоле табака для кальяна и в бестабачной смеси для нагревания и может быть выбрана в качестве базовой для дальнейшей разработки методики по данной кальянной продукции.*

***Ключевые слова:** никотин, аэрозоль, методика, табак для кальяна, бестабачная смесь для нагревания.*

COMPARATIVE ANALYSIS OF THE EFFECTIVENESS OF METHODS FOR THE DETERMINATION OF NICOTINE IN AN AEROSOL OF TOBACCO FOR HOOKAH AND IN A TOBACCO-FREE MIXTURE FOR HEATING BY THE SPECTROPHOTOMETRIC METHOD

Zhabentsova O.A., PhD in Engineering, Gvozdetskaya S.V.

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

***Abstract.** Nicotine, being a biologically active substance, belongs to the toxic components of tobacco. Currently, there are no standardized methods in the Russian Federation for the quantitative determination of nicotine in tobacco aerosol for hookah and in tobacco-free mixtures for heating, which makes it relevant to conduct a comparative analysis of the effectiveness of existing methods for determining nicotine in cigarette smoke in order to be able to determine the nicotine content in tobacco aerosol for hookah and in tobacco-free mixture for heating by the spectrophotometric method. As a result of comparative studies, it was found that the technique used according to GOST 30438 is more sensitive and effective for determining the nicotine content in tobacco aerosol for hookah and in a non-tobacco mixture for heating and can be chosen as the base for further development of the methodology for this hookah product.*

***Keywords:** nicotine, aerosol, method, hookah tobacco, tobacco-free mixture for heating.*

Никотин, являясь биологически активным веществом, относится к токсичным компонентам табака, что делает актуальным проведение сравнительного анализа существующих методик определения никотина в конденсате дыма сигарет спектрофотометрическим методом с целью возможности применить для определения содержания никотина в аэрозоле табака для кальяна и в бестабачной смеси для нагревания.

Никотин относится к алкалоидам пиридинового ряда растительного происхождения и является биологически активным веществом, оказывающим воздействие на организм человека. Поселът и Рейман выделили никотин из табака в чистом виде в 1828 г., однако строение его долгое время оставалось неизвестным [1].

Мелсенс в 1843 г. выделил никотин из дыма трубочного табака и получил эмпирическую формулу $C_{12}H_{14}N_2$ [2].

В 1893 г. немецкий химик Пиннер установил окончательную структурную формулу никотина: $C_{10}H_{14}N_2$.

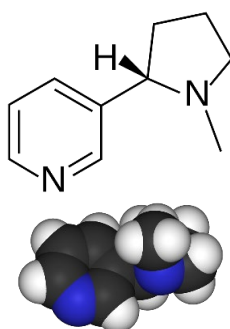


Рисунок. Структура и пространственная модель молекулы никотина

Никотин - алкалоид, содержащийся в растениях рода *Nicotiana* семейства паслёновых видов *Nicotiana Tabacum* и *Nicotiana Rustica*. На долю никотина приходится 95-97% содержащихся в табаке алкалоидов.

Никотин представляет собой от бесцветной [3] до желто-коричневой маслянистую жидкость с горьким вкусом. Систематическое наименование (S)-3-(1-метил-2-пирролидинл) пиридин. Основные физико-химические свойства никотина представлены в таблице 1.

Таблица 1

Физико-химические свойства никотина

Показатели	Значение
Молярная масса, г/ моль	162,23
Плотность, г/см ³	1,01
Температура плавления, °С	-79
Температура кипения, °С	247
Температура разложения, °F	482±1
Растворимость в воде	смешивается
Растворимость в этаноле	5г/100мл

Никотин относится к токсичным компонентам табачных и никотинсодержащих изделий, и при потреблении кальянной смеси, соответственно, переходит в состав аэрозоля, в связи с чем, важным аспектом является определение содержания никотина не только в табачных и никотинсодержащих продуктах, но и в продуцируемом аэрозоле. Аэрозоль – это взвесь твердых и (или) жидких частиц в газообразной фазе, в том числе табачный пар, получаемый любым способом, за исключением горения (тления)

В соответствии с Техническим регламентом на табачную продукцию, «табак для кальяна» - вид курительного табачного изделия, предназначенного для курения с использованием кальяна и состоящего из смеси резаного или рваного сырья с добавлением или без добавления ингредиентов [4].

«Бестабачная смесь для нагревания» - вид никотинсодержащего или безникотинового изделия, представляющий собой бестабачную смесь, не сформированную в виде отдельных порций, готовую к заполнению в устройства для потребления изделий вручную, предназначенный для образования аэрозоля, получаемого путем прямого или косвенного нагревания (без горения), который вдыхается потребителем при использовании изделия с устройством или кальяном [4].

Особенностью потребления табака для кальяна и бестабачной смеси для нагревания является получение высокодисперсного аэрозоля, как продукта дистилляции, в результате прямого воздействия тепла от тлеющих углей на кальянную смесь.

Генерация аэрозоля происходит при температуре 250-300°C, сопровождается испарением и дистилляцией летучих компонентов кальянной смеси.

Задача исследования - провести анализ существующих для табачных изделий методик по определению содержания никотина в аэрозоле с целью выбора эффективной для адаптации при определении никотина в аэрозоле табака для кальяна и в бестабачной смеси для нагревания.

Объектами исследований служили коммерческие образцы, приобретённые в торговой сети и произведённые в России: табака для кальяна Black Burn Famous Apple с ароматом «Ледяное зелёное яблоко» и коммерческий образец бестабачной смеси для нагревания «Chabacco lemongrass strong».

В настоящее время в Российской Федерации отсутствуют стандартизированные методы количественного определения никотина в аэрозоле табака для кальяна и в бестабачных смесях для нагревания. Однако существуют следующие стандартизированные методики определения содержания алкалоидов в конденсате дыма сигарет с помощью спектрофотометрического метода:

- ГОСТ 30438-2003 (ISO 3400:1997). Сигареты. Определение содержания алкалоидов в конденсате дыма. Спектрометрический метод [5].

- метод Coresta CRM 12 «Определение алкалоидов в конденсате сигаретного дыма» [6].

Методики определения никотина в аэрозоле включали:

- пробоподготовку (прокуривание),
- извлечение алкалоидов,
- количественное определение никотина.

Сравнительный анализ методик, в части различия используемых реактивов и их количества, необходимых для определения содержания никотина в дыме сигарет, в соответствии с ГОСТ 30438 (ISO 3400) и CRM 12 представлен в таблице 2.

Таблица 2

Сравнительный анализ методик определения содержания никотина

Методы исследования		
№	ГОСТ 30438 (ISO 3400)	CRM 12
Перегонная колба с растворителем (этап 1)		
1	2-пропанольный экстракт	метанольный экстракт
2 этап (Дистилляция)		
2	10 мл раствора 2 н. серной кислоты	5 мл раствора 2 н. серной кислоты
		10 мл дистиллированной воды
Колба на 250 мл для сбора дистиллята		
3	10мл раствора 2 н. H ₂ SO ₄	15мл раствора 2 н. H ₂ SO ₄
После перегонки 100 мл		
4	5 мл 8н. раствора гидроксида натрия	10 мл 8н. раствора гидроксида натрия
Приготовление контрольного раствора		
5	10 мл раствора 2 н. серной кислоты разбавляют дистиллированной водой	15 мл раствора 2 н. серной кислоты разбавляют до 250 мл дистиллированной водой

Из таблицы 2 видно, что наблюдаются различия в используемых реактивах и в применяемых количествах для выполнения анализа. Так, например, на первом этапе в качестве растворителя по ГОСТ30438 используют 2-пропанольный экстракт, а по методике Кореста (CRM №12) метанольный экстракт и так далее. Недостатком использования метанола в качестве растворителя для извлечения никотина из фильтра с влажным конденсатом при прокуривании кальяна, является его токсичность и необходимость выполнения особых условий его хранения [7].

Поэтому для выбора наиболее приемлемого для табака для кальяна и бестабачной смеси для нагревания метода проводили сравнительные исследования: определяли содержание никотина в аэрозоле данных кальянных смесей с помощью метода в соответствии с ГОСТ 30438 [5] и сравнивали с результатами, полученными при использовании метода Coresta (CRM №12) [6].

В данном исследовании прокуривание проводили на кальяне, характеристика элементов конструкции кальяна представлена в таблице 3.

Характеристика элементов конструкции кальяна

Элемент конструкции кальяна	Параметры, применяемые в исследовании
Шахта	Высота - 500 мм; внутренний диаметр - 14 мм; 2 отверстия для продувки, материал – нержавеющая сталь
Диффузор	Встроенный в шахту, прямоугольные отверстия длиной 23 мм
Колба	Объем 2000 мл, тип соединения на уплотнителе
Объем воды в колбе	1500 мл
Шланг и мундштук	Диаметр 12 мм; длина 150 см; мундштук 27,5 см; материал – силикон
Нагревательное устройство	Калауд и уголь
Масса табака для кальяна/бестабачной смеси для нагревания, г	10

В качестве угля использовали кокосовый уголь марки «CocoLoso» при следующем режиме прокуривания:

- количество затяжек за курительную сессию - 100,
- объём затяжки – 500 мл,
- интервал между затяжками – 20 с,
- продолжительность затяжки – 2,5 с.

Собирали аэрозоль во время прокуривания образцов на Кембриджский фильтр из стекловолокна в ловушку.

Извлечение алкалоидов из фильтра проводилось в 2 этапа.

На первом этапе фильтр с влажным конденсатом растворяли в растворителе (изопропанол, метанол) и встряхивали в течение 20 минут с помощью лабораторного шейкера LOIP LS-120. Влажный конденсат – это часть основного потока дисперсной фазы аэрозоля табака для кальяна/бестабачной смеси для нагревания, задерживаемая в ловушке, выраженная в мг.

Затем (этап 2) отделяли жидкость, помещали в дистиллятор и алкалоиды отгоняли паром.

Количественное определение алкалоидов (никотина) в полученных дистиллятах определяли на спектрофотометре СФ-46 при длинах волн 236 нм, 259 нм, 282 нм. Содержание никотина N вычисляли по формуле [7].

Содержание алкалоидов (никотина) N, мг/ порцию кальянной смеси (10 г) в конденсате аэрозоля вычисляют по формуле

$$N = \frac{A \times V_0 \times V_2 \times V_4}{a \times l \times V_1 \times V_3 \times n}, \quad (1)$$

где a – коэффициент поглощения никотина (34,3 при максимуме поглощения 259 нм);

A – откорректированное значение спектральной поглощающей

способности;

l – оптическая длина кюветы, см;

V_0 – объём экстракта растворителя, мл;

V_1 – аликвотная часть экстракта (V_0), используемая для отгонки, мл;

V_2 – объём дистиллята после отгонки со щёлочью, мл;

V_3 – аликвотная часть дистиллята, используемая для разбавления до V_4 ,

мл;

V_4 – вместимость колбы для разбавления, мл;

m – масса порции кальянной смеси, заправленную в чашу кальяна и прокуренную на одну ловушку.

Откорректированное значение спектральной поглощающей способности дистиллята (A) вычисляют согласно полученным данным по формуле

$$A = 1059 \times \left(A_{259} - \frac{A_{236} + A_{282}}{2} \right), \quad (2)$$

где A_{236}, A_{259} и A_{282} – полученные значения оптической плотности при длинах волн 236, 259, 282 нм.

Сбор аэрозоля проводился на устройстве для сбора влажного конденсата (пат. RU 212802 U1) [8] в соответствии с «Методикой сбора влажного конденсата», разработанной в лаборатории технологии производства табачных изделий ФГБНУ ВНИИТТИ.

В таблице 4 представлены результаты сравнительного исследования по определению содержания никотина в аэрозоле кальянных продуктов с помощью устройства для сбора влажного конденсата (пат. RU 212802 U1) двумя методами в соответствии с ГОСТ 30438-2002 и CRM №12.

Таблица 4

Результаты исследования по определению содержание никотина в аэрозоле кальянных смесей

Наименование	Содержание никотина в аэрозоле, мг	
	Методы исследования	
	ГОСТ 30438	CRM 12
Табак для кальяна	1,1320	1,0479
Бестаbachная смесь для нагревания	1,4069	0,9397

Результаты по определению никотина в аэрозоле кальянной продукции, выполненные по методике, установленной в ГОСТ 30438, показали, что содержание никотина в образце табака для кальяна составляет 1,1320 мг, а в образце бестаbachной смеси для нагревания - 1,4069 мг. Следовательно, чувствительность данного метода выше, чем CRM 12.

В результате проведённых сравнительных исследований установлено, что методика, используемая по ГОСТ 30438 более чувствительная для определения содержания никотина в аэрозоле табака для кальяна и в бестаbachной смеси для нагревания и может быть выбрана в качестве базовой для дальнейшей

разработки методики по данной кальянной продукции.

Литература

1. Borgerding M.F., Perfetti T.A., Ralapati S., Chapter 9 - Determination of nicotine in tobacco, tobacco processing environments and tobacco products <https://doi.org/10.1016/B978-044450095-3/50010-3> (дата обращения 11.04.22).
2. Мохначев И.Г., Загоруйко М.Г. Химия и ферментация табака. М.: Легкая и пищевая пром-сть, 1983. 248 с.
3. Татарченко И.И., Мохначёв И.Г., Касьянов Г.И. Химия субтропических и пищевкусковых продуктов: Учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений. М.: Издательский центр «Академия», 2003. 256 с.
4. Технический регламент Таможенного Союза "Технический регламент на табачную продукцию" (ТР ТС 035/2014): Принят Решением Союза Евразийской экономической комиссии от 12 ноября 2014 г. № 107.
5. ГОСТ 30438-2003 (ISO 3400:1997). Сигареты. Определение содержания алкалоидов в конденсате дыма. Спектрометрический метод. Введ. 2005-01- 01. URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200039974> (дата обращения 08.09.2021 г).
6. Coresta Recommended method (CRM) 12 Determination of alkaloids in cigarette smoke condensates.
7. ГОСТ-6995-77. Реактивы. Метанол-яд. Технические условия. Введ. 1979-01-01. М.: Госстандарт СССР, 1979.
8. Лабораторный контроль табачного сырья, нетабачных материалов и табачной продукции. Учебно-методическое пособие / ГНУ ВНИИТТИ. Краснодар: Просвещение-Юг, 2014. 239 с.
9. Патент № 212802 U1 /РФ/. Устройство для сбора влажного конденсата дыма кальяна / Е.А. Бубнов, С.В. Гвоздецкая. № 2022102274; заявл. 31.01.2022; опубл. 09.08.2022, Бюл. №22. URL: <https://patents.google.com/patent/RU212802U1/ru> (дата обращения 22.02.2023).