

Дурунча Н.А., Пережогина Т.А., Кокорина Л.В.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИКОТИНА, ГЛИЦЕРИНА И  
ПРОПИЛЕНГЛИКОЛЯ В ТАБАЧНОМ НАПОЛНИТЕЛЕ  
СТИКОВ ДЛЯ ЭСНТ**

Дурунча Надежда Александровна, старший научный сотрудник лаборатории химии и контроля качества

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий», Россия

E-mail: nadia.duruncha@mail.ru

Пережогина Татьяна Анатольевна, старший научный сотрудник лаборатории химии и контроля качества

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий», Россия

E-mail: perezoginataty@mail.ru

Кокорина Любовь Викторовна, научный сотрудник лаборатории химии и контроля качества

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий», Россия

E-mail: lyuba.kokorina@inbox.ru

*Необходимость осуществления постоянного контроля содержания веществ в инновационной никотиносодержащей продукции – табаке нагреваемом – обусловлена возможными рисками для здоровья потребителей. В статье приведена методика определения никотина, глицерина и пропиленгликоля в табачных наполнителях стиков для электрических систем нагревания табака (ЭСНТ) газохроматографическим методом, включающая в себя порядок приготовления исходного стандартного и экстрагирующего растворов, приготовление растворов для калибровки, подготовку пробы для анализа, условия хроматографирования. Представлены результаты исследования по определению содержания никотина, глицерина, пропиленгликоля в контрольных образцах табачных наполнителей стиков для ЭСНТ и статистический анализ результатов. Приведены экспериментальные данные определения содержания никотина, глицерина, пропиленгликоля в табачном наполнителе 15 коммерческих образцов стиков для электрических систем нагреваемого табака российских и зарубежных производителей. Экспериментально подтверждено, что компонентный состав табачных наполнителей стиков для ЭСНТ зависит от рецептуры мешки и особенностей технологического процесса изготовления. Разработанная методика определения никотина, глицерина и пропиленгликоля в табачном наполнителе стиков для ЭСНТ газохроматографическим методом позволяет получить достоверные результаты анализа, контролировать содержание этих веществ в изделиях, тем самым своевременно выявлять источники возможной опасности для потребителей.*

**Ключевые слова:** никотин, глицерин, пропиленгликоль, табак нагреваемый, электрические системы нагреваемого табака, экстрагент, хроматография.



**Для цитирования:** Дурунча Н.А., Пережогина Т.А., Кокорина Л.В. Определение содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в табачном наполнителе стиков для ЭСНТ // Новые технологии. 2020. Вып. 2(52). С. 49-57. DOI: 10.24411/2072-0920-2020-10205.

**Duruncha N.A., Perezhogina T.A., Kokorina L.V.**  
**DETERMINATION OF THE CONTENTS OF NICOTINE, GLYCERIN AND  
PROPYLENE GLYCOL IN TOBACCO STICK FILLERS FOR ESHT**

Duruncha Nadezhda Alexandrovna, a senior researcher at the Laboratory of Chemistry and Quality Control

Federal State Budget Scientific Institution «All-Russian Scientific Research Institute of Tobacco, Makhorka and Tobacco Products», Russia

E-mail: [nadia.duruncha@mail.ru](mailto:nadia.duruncha@mail.ru)

Perezhogina Tatyana Anatolyevna, a senior researcher at the Laboratory of Chemistry and Quality Control

Federal State Budget Scientific Institution «All-Russian Research Institute of Tobacco, Makhorka and Tobacco Products», Russia

E-mail: [perezoginataty@mail.ru](mailto:perezoginataty@mail.ru)

Kokorina Lyubov Victorovna, a researcher at the Laboratory of Chemistry and Quality Control

Federal State Budget Scientific Institution «All-Russian Scientific Research Institute of Tobacco, Makhorka and Tobacco Products», Russia

E-mail: [lyuba.kokorina@inbox.ru](mailto:lyuba.kokorina@inbox.ru)

*The need for constant monitoring of the content of substances in innovative nicotine-containing products – heated tobacco – is due to possible risks to the health of consumers. The article describes the method for determining nicotine, glycerol and propylene glycol in stick fillers for electric tobacco heating systems (ESNT) using the gas chromatographic method, which includes the procedure for preparing the initial standard and extracting solutions, preparing calibration solutions, preparing a sample for analysis, chromatographic conditions.*

*The results of the study to determine the content of nicotine, glycerol, propylene glycol in control samples of tobacco stick fillers for ESNT and a statistical analysis of the results have been presented. Experimental data on the content of nicotine, glycerol, propylene glycol in tobacco fillers in 15 commercial stick samples for electric systems of heated tobacco of Russian and foreign manufacturers have been presented. It has been experimentally confirmed that the component composition of tobacco stick fillers for ESNT depends on the formulation of the blendings and the characteristics of the manufacturing process. The developed procedure for the determination of nicotine, glycerol, and propylene glycol in the tobacco stick fillers for ESNT using the gas chromatographic method allows us to obtain reliable analysis results, to control the content of these substances in products, thereby identifying sources of possible danger to consumers in a timely manner.*

**Key words:** *nicotine, glycerin, propylene glycol, heated tobacco, electric systems of heated tobacco, extractant, chromatography.*

**For citation:** Duruncha N.A., Perezhogina T.A., Kokorina L.V. Determination of the contents of nicotine, glycerin and propylene glycol in tobacco stick fillers for ESHT // *Novye Tehnologii*. 2020. Issue 2(52). P. 49-57. DOI: 10.24411/2072-0920-2020-10205.

Создание инновационных продуктов, работающих на основе электрической системы нагревания табака (ЭСНТ), осуществляется производителями для снижения токсического воздействия табачного дыма на организм человека. Принцип действия ЭСНТ основывается на подходе, который назван «нагревание вместо горения». Нагреваемые табачные палочки (НТП, стики) по внешнему виду напоминают сигареты с фильтром и предназначены для потребления исключительно со специальными устройствами для нагревания табака. Аэрозоль, образующийся в результате нагревания табака в стиках, обладает приемлемым уровнем ощущений для потребителя (по вкусу подобен табачному дыму), однако имеет более низкий уровень содержания токсичных веществ, что доказано многими результатами научных исследований зарубежных ученых [1-4]. Исследованием, проведенным во Всероссийском НИИ табака, махорки и табачных изделий (ФГБНУ ВНИИТТИ) в 2018 году, также экспериментально доказано снижение (на 83-99 %) содержания в твердо-жидкой и газовой фазах аэрозоля табака нагреваемого таких потенциально опасных веществ как монооксид углерода, полициклические углеводороды, альдегиды, 1,3-бутадиен, бензол, табакоспецифичные нитрозоамины [4].

Табачный наполнитель (ТН) стиков для ЭСНТ может быть изготовлен из продольнорилеванного или резанного восстановленного табака, а также в виде гранул. В составе табачного наполнителя присутствуют никотин, глицерин и пропиленгликоль в различных количествах. Эти вещества представляют собой особую опасность, так как никотин является токсичным веществом, обуславливающим потребление никотиносодержащих изделий, а отрицательное влияние на здоровье человека паров глицерина и пропиленгликоля еще недостаточно изучено. Отсутствие обязательных требований по безопасности, методической базы для контроля состава веществ в никотиносодержащей продукции являются основными рисками для потребителей, поэтому определение содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в ТН стиков для ЭСНТ является актуальной задачей.

Анализ литературного материала по проблеме исследования табака нагреваемого показал возможность на базе ФГБНУ ВНИИТТИ разработки методики определения никотина, глицерина и пропиленгликоля в табачном наполнителе стиков с помощью газовой хроматографии. При проведении экспериментов использовали газовый хроматограф «Кристалл 2000М», материалом для исследования служили коммерческие образцы стиков IQOS™ 2.4P: №1 – «HEETS from PARLIAMENT GREEN ZING», №2 – «HEETS from PARLIAMENT PURPLE WAVE», №3 – «HEETS from PARLIAMENT BRONZE SELECTION».

Процесс определения никотина, глицерина и пропиленгликоля в ТН стиков включал в себя такие операции, как приготовление исходного стандартного раствора никотина, глицерина, пропиленгликоля; приготовление экстрагирующего раствора на основе этилового спирта; приготовление растворов для калибровки; построение калибровочного графика; подготовка пробы для анализа; проведение газохроматографического анализа.

С целью приготовления исходного стандартного раствора никотина, глицерина, пропиленгликоля (концентрация никотина – 1,0 мг/мл, глицерина – 10,0 мг/мл, пропиленгликоля – 10,0 мг/мл) в мерную колбу со шлифом вместимостью 100 см<sup>3</sup> взвешивали 100 мг препарата никотина, 1 г глицерина, 1 г пропиленгликоля с

погрешностью взвешивания 0,1 мг. Содержимое колбы довели до метки экстрагирующим раствором (0,5 г хинальдина (внутренний стандарт) растворяли в этиловом спирте в мерной колбе со шлифом вместимостью 1000 см<sup>3</sup>) и перемешивали.

Растворы для калибровки готовили следующим образом: в мерные пробирки на 10 мл с притертыми пробками помещали различные количества (0,1 мл; 0,5 мл; 1,0 мл; 3,0 мл; 5,0 мл; 7,0 мл) исходного стандартного раствора никотина, глицерина, пропиленгликоля, содержимое пробирок довели до объема 10 мл экстрагирующим раствором и тщательно перемешивали. Полученные растворы, а также исходный стандартный раствор никотина, глицерина и пропиленгликоля, использовали для построения калибровочного графика.

Аликвотную часть (1 мкл) каждого калибровочного раствора вводили в испаритель газового хроматографа и регистрировали площади пиков никотина, глицерина, пропиленгликоля и внутреннего стандарта. Анализ каждого калибровочного раствора проводили не менее двух раз. Построение калибровочного графика выполняли в соответствии с инструкцией и программным обеспечением хроматографа. Калибровочный график был линейным, линия регрессии для никотина проходила через начало координат.

При подготовке пробы 2 г образца табачного наполнителя стиков взвешивали в конической колбе объемом 100 см<sup>3</sup>, приливали 50 мл экстрагирующего раствора и перемешивали с помощью механического встряхивателя в течение 2 часов. После отстаивания экстракта (не менее 15 минут) проводили хроматографический анализ: аликвотную пробу экстракта объемом 1 мкл вводили в газовый хроматограф, по окончании анализа в автоматическом режиме рассчитывали содержание никотина, глицерина, пропиленгликоля в анализируемой пробе.

Определение веществ в образцах №1-3 табачного наполнителя стиков проводили в 20 повторностях в соответствии с условиями хроматографирования, которые обеспечивали количественное разделение пиков внутреннего стандарта, никотина, глицерина, пропиленгликоля и других сопутствующих компонентов. Для хроматографирования использовалась капиллярная колонка типа DB-WAXETR (30 m x 0,25 mm x 0,50 μm).

В таблице 1 приведены средние значения содержания компонентов, стандартные отклонения, коэффициенты вариации и повторяемости, рассчитанные в результате статистической обработки данных содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в исследуемых образцах ТН стиков для ЭСНТ. Как видно из таблицы 1, значения коэффициентов вариации свидетельствуют о том, что степень рассеивания полученных данных можно считать незначительной (коэффициент вариации меньше 10 %).

Величина повторяемости при определении никотина, глицерина, пропиленгликоля была рассчитана в мг/г и в процентах. Повторяемость представляет собой допустимое расхождение между результатами параллельных определений в условиях, при которых независимые результаты испытаний получены одним и тем же методом с использованием одного и того же образца в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в короткий интервал времени.

Таблица 1 - Результаты статистической обработки данных определения никотина, глицерина, пропиленгликоля в ТН стиков для ЭСНТ

Показатель	Код образца		
	№1	№2	№3

Никотин	Среднее содержание, мг/г	16,51	16,39	16,17
	Стандартное отклонение	0,32	0,32	0,50
	Коэффициент вариации, %	1,96	1,97	3,06
	Повторяемость, г, мг/г	0,89	0,89	1,37
	Повторяемость, г, %	5,39	5,43	8,47
Глицерин	Среднее содержание, мг/г	183,37	184,60	187,0
	Стандартное отклонение	7,68	6,31	6,54
	Коэффициент вариации, %	4,19	3,42	3,50
	Повторяемость, г, мг/г	21,26	17,47	18,11
	Повторяемость, г, %	11,59	9,46	9,68
Пропиленгликоль	Среднее содержание, мг/г	2,83	4,04	5,83
	Стандартное отклонение	0,08	0,11	0,17
	Коэффициент вариации, %	2,78	2,75	2,96
	Повторяемость, г, мг/г	0,22	0,31	0,48
	Повторяемость, г, %	7,77	7,67	8,23

Анализ полученных величин повторяемости для глицерина и пропиленгликоля (%) показал, что они находятся в диапазоне значений, представленных в результатах МСИ [5] по определению содержания умягчителей в бездымных изделиях, где повторяемость глицерина составила от 7,6 % до 14,8 %, а повторяемость пропиленгликоля – от 5,6 % до 8,2 %.

Аналогично данному исследованию было проведено определение никотина, глицерина и пропиленгликоля в табачном наполнителе 15 коммерческих образцов стиков для ЭСНТ разных производителей (таблица 2). Определение содержания анализируемых веществ проводили в 5 повторностях. Предварительно определяли массу нетто ТН в потребительской упаковке в соответствии с п. 6.2 ГОСТ Р 57458-2017 [6].

Характеристика исследуемых образцов и содержание компонентов табачного наполнителя стиков представлена в таблице 2. Как видно из приведенных данных, для исследований использовались образцы стиков российских и зарубежных производителей, масса табачного наполнителя в каждой упаковке (20 стиков) составляла 5,2-6,2 г, причем минимальная масса приходилась на образцы №6 и 7, изготовленные в виде «супертонких» сигарет.

Таблица 2 - Результаты определения содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в табачном наполнителе стиков для ЭСНТ

№	Наименование образца, страна производитель	Масса нетто ТН, г	Никотин, мг/г	Глицерин, мг/г	Пропиленгликоль, мг/г
1	HEETS from Parliament GREEN ZING (Россия)	5,9	15,8	167,4	1,1
2	HEETS from Parliament YELLOW SELECTION (Россия)	5,7	15,3	177,2	5,6
3	HEETS from Parliament Amber SELECTION (Россия)	5,9	15,9	181,2	6,4

4	HEETS from Parliament TURQUOISE SELECTION(Россия)	5,9	16,4	187,6	3,4
5	HEETS from Parliament GOLD SELECTION (Россия)	5,9	16,3	187,5	6,0
6	KENT неостикс цитрик микс (Россия)	5,2	7,1	145,7	0,3
7	KENT неостикс дарк фреш) (Россия)	5,2	7,5	145,8	4,1
8	Firavo-t Golden deer purple (Китай)	6,2	13,5	214	3,7
9	Firavo-t Golden deer golden (Китай)	6,2	12,5	210	1,3
10	Firavo-t Golden deer red (Китай)	6,1	13,1	211,9	2,9
11	Firavo-t Golden deer green (Китай)	6,1	13,2	205,8	1,8
12	ID Intense (Япония)	5,4	10,0	202,3	-
13	ID Super Capsule Menthol (Япония)	5,6	10,0	206,9	9,5
14	ID Balanced (Япония)	5,5	10,1	193,5	-
15	Toop-one D&B Original Taste (Россия)	5,6	12,7	17,9	34,3

Полученные экспериментальные данные определения содержания исследуемых компонентов в табачном наполнителе стиков варьируют в значительных пределах: никотин – от 7,1 мг/г до 16,4 мг/г; глицерин – от 17,9 мг/г до 214,0 мг/г; пропиленгликоль – от 0,0 мг/г до 34,33 мг/г.

Необходимо отметить, что образец № 15 отличался от других образцов табака нагреваемого, так как табачный наполнитель стиков представлял собой гранулы (в образцах №1-5 – продольнорилеванный восстановленный табак, №6-14 – резаный восстановленный табак). Кроме того, если по содержанию никотина образец №15 имел примерно среднее значение, то содержание глицерина и пропиленгликоля резко контрастировало с другими образцами, у которых содержание глицерина значительно превалировало над содержанием пропиленгликоля, тогда как в образце №15 количество пропиленгликоля превышало количество глицерина почти в 2 раза.

В результате статистических расчетов было установлены значения коэффициентов вариации: при определении никотина – 0,65-4,52 %, глицерина – 1,38-5,65 %, пропиленгликоля – 0,36-7,75 %, которые подтверждают незначительную степень рассеивания полученных результатов (менее 10 %) и их достоверность.

На основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

- содержание компонентов (никотина, глицерина, пропиленгликоля) табачных наполнителей стиков для ЭСНТ варьирует в значительных пределах, зависит от рецептуры мешки производителя и особенностей технологического процесса изготовления;
- значения коэффициентов вариации содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в табачном наполнителе стиков для ЭСНТ свидетельствуют о том, что степень рассеивания полученных данных можно считать незначительной;
- определение никотина, глицерина и пропиленгликоля в табачном наполнителе стиков для ЭСНТ газохроматографическим методом позволяет получить достоверные результаты анализа, контролировать содержание этих веществ в изделиях, тем самым своевременно выявлять источники возможной опасности для потребителей.

### *Литература:*

1. Uchiyama S., Noguchi M., Takagi N. Simple Determination of Gaseous and Particulate Compounds Generated from Heated Tobacco Products // Chemical Research in Toxicology. 2018. No. 31. P. 585-593.

2. Schaller J.P., Pijnenburg J.P., Ajithkumar F. Evaluation of the Tobacco Heating System 2.2. Part 3: Influence of the tobacco blend on the formation of harmful and potentially harmful constituents of the tobacco heating system 2.2 aerosol // Regulatory Toxicology Pharmacology. 2016. No. 81. P. 48-58.

3. Bentley V.C., Almstetter V., Arndt D. Comprehensive chemical characterization of the aerosol generated by a heated tobacco product by untargeted screening [Electronic resurs] // Analytical and Bioanalytical Chemistry. URL: <https://doi.org/10.1007/s00216-020-02502-1>

4. Отчет о НИР по теме «Проведение исследований рынка новых видов никотинсодержащей продукции, международной практики правового регулирования обращения такой продукции и разработка предложений по установлению в рамках Евразийского экономического союза обязательных требований к новым видам никотинсодержащей продукции и рекомендаций по механизмам их реализации», этап 2 «Подготовка предложений и рекомендаций по установлению требований безопасности к никотинсодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории Союза» [Электронный ресурс]. Краснодар, ФГБНУ ВНИИТТИ, 2018. 282 с. URL: <http://www.eurasiancommission.org/ru/NIR/Lists/List/DispForm.aspx?ID=217&Source=http%3A%2F%2Fwww%2Eeurasiancommission%2Eorg%2Fru%2FNIR%2FLists%2FList%2FAllItems%2Easpx%3FPaged%3DTRUE%26p%5F%5F041d%5F%5F043e%5F%5F043f%5F%5F0435%5F%5F04%3D181%252e000000000000%26p%5FID%3D195%26PageFirstRow%3D181%26%26View%3D%7B24214276%2DD952%2D424F%2DBA41%2D80C6493BA831%7D&ContentTypeId=0x01002110E62F7E25A24DB824E882270A5638>

5. Determination of Glycerol and 1,2-Propylene glycol in Tobacco. 2016 Collaborative Study of Humectants. May 2019 [Electronic resurs]. URL: <http://www.coresta.org/>

6. ГОСТ Р 57458-2017. Табак нагреваемый. Общие технические условия. М.: Стандартинформ, 2017. 16 с.

### *Literature:*

1. Uchiyama S., Noguchi M., Takagi N. Simple Determination of Gaseous and Particulate Compounds Generated from Heated Tobacco Products // Chemical Research in Toxicology. 2018. No. 31. P. 585-593.

2. Schaller J.P., Pijnenburg J.P., Ajithkumar F. Evaluation of the Tobacco Heating System 2.2. Part 3: Influence of the tobacco blend on the formation of harmful and potentially harmful constituents of the tobacco heating system 2.2 aerosol // Regulatory Toxicology Pharmacology. 2016. No. 81. P. 48-58.

3. Bentley V.C., Almstetter V., Arndt D. Comprehensive chemical characterization of the aerosol generated by a heated tobacco product by untargeted screening [Electronic resource] // Analytical and Bioanalytical Chemistry. URL: <https://doi.org/10.1007/s00216-020-02502-1>

4. Research report on the topic «Market research of new types of nicotine-containing products, international practice of legal regulation of the circulation of such products and development of proposals to establish mandatory requirements for new types of nicotine-containing products and recommendations on mechanisms for their implementation within the Eurasian Economic Union,» stage 2 «Preparation of proposals and recommendations on establishing safety requirements for

nicotine-containing products put into circulation on the territory of the Union» [Electronic resource]. Krasnodar, FSBSI RSRITTP, 2018.282 p. URL: <http://www.eurasiancommission.org/en/NIR/Lists/List/DispForm.aspx?ID=217&Source=http%3A%2F%2Fwww%2Eeurasiancommission%2Eorg%2Fru%2FNIR%2FLists%2FList%2FAllItems%2Easpx%3FPaged%3DTRUE%26p%5F%5F041d%5F%5F043e%5F%5F043f%5F%5F0435%5F%5F04%3D181%252e000000000000%26p%5FID%3D195%26PageFirstRow%3D141%262%242%262%242%242%3D141%2DD952%2D424F%2DBA41%2D80C6493BA831%7D&ContentTypeId=0x01002110E62F7E25A24DB824E882270A5638>

5. Determination of Glycerol and 1,2-Propylene glycol in Tobacco. 2016 Collaborative Study of Humectants. May 2019 [Electronic resurs]. URL: <http://www.coresta.org/>

6. GOST R 57458-2017. Heated tobacco. General specifications. M.: Standartinform, 2017. 16 p.