

УДК 663.97/98

ББК 42.18

II-27

Пережогина Татьяна Анатольевна, старший научный сотрудник лаборатории химии и контроля качества Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий»; тел.: 8(861)2521612; e-mail: isc.tabak@mail.ru;

Дурунча Надежда Александровна, старший научный сотрудник лаборатории химии и контроля качества Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий»; тел.: 8(861)2521612; e-mail: isc.tabak@mail.ru;

Остапченко Инна Михайловна, старший научный сотрудник лаборатории химии и контроля качества Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий»; тел.: 8(861)2521612; e-mail: isc.tabak@mail.ru

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИКОТИНА В КОММЕРЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ ЖИДКОСТЕЙ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННЫХ СИГАРЕТ (рецензирована)

Продажа жидкостей для электронных сигарет требует проведения постоянного контроля на рынке за данной продукцией. В статье представлены результаты исследования по определению никотина в коммерческих образцах жидкостей для электронных сигарет, полученные с использованием методики определения никотина в жидкостях для электронных систем доставки никотина.

***Ключевые слова:** никотин, электронная сигарета, электронные системы доставки никотина, газохроматографическое определение.*

Perezhogina Tatyana Anatolyevna, a senior researcher of the Laboratory of Chemistry and Quality Control of FSBSI “All-Russian Research Institute of Tobacco, Makhorka and Tobacco Products”, tel.: 8 (861) 2521612; e-mail: isc.tabak@mail.ru;

Duruncha Nadezhda Alexandrovna, a senior researcher of the Laboratory of Chemistry and Quality Control of FSBSI “All-Russian Scientific Research Institute of Tobacco, Makhorka and Tobacco Products”; tel.: 8 (861) 2521612; e-mail: isc.tabak@mail.ru;

Ostapchenko Inna Mikhailovna, a senior researcher of the Laboratory of Chemistry and Quality Control of FSBSI “All-Russian Scientific Research Institute of Tobacco, Makhorka and Tobacco Products”; tel.: 8 (861) 2521612; e-mail: isc.tabak@mail.ru;

DETECTION OF NICOTIN IN COMMERCIAL SAMPLES OF LIQUIDS FOR ELECTRONIC CIGARETTES (Reviewed)

Sale of liquids for electronic cigarettes requires constant monitoring for this product at the market. The article presents the results of the study on the detection of nicotine in commercial samples of liquids for electronic cigarettes, obtained using the procedure for detecting nicotine in liquids for electronic nicotine delivery systems.

***Keywords:** nicotine, electronic cigarette, electronic nicotine delivery systems, gas chromatographic detection.*

Большая популярность электронных сигарет (электронных систем доставки никотина, ЭСДН) и, в тоже время, полное отсутствие контроля за используемыми жидкостями для электронных систем доставки никотина, реализуемыми в свободной продаже, определили необходимость создания стандартизированной методики определения никотина в жидкостях для ЭСДН.

Анализ литературного материала [1-4] позволил оценить возможности использования его в условиях ФГБНУ ВНИИТТИ и получить научно-обоснованные данные для создания методики определения никотина в жидкостях для ЭСДН. В качестве базового метода определения никотина в жидкостях для ЭСДН был выбран метод CORESTA №62 [5]. Опираясь на разработанную в лаборатории химии и контроля качества ФГБНУ ВНИИТТИ методику определения никотина в табаке с помощью газо-жидкостной хроматографии [6], была создана методика определения никотина в жидкостях для электронных систем доставки никотина.

Целью настоящего исследования являлось определение содержания никотина в образцах жидкостей для электронных сигарет с использованием разработанной методики. Исследование жидкостей для ЭСДН проводилось на аналитическом оборудовании – газожидкостных хроматографах «Кристалл 2000М» и «Agilent 7890В», характеристики которых приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Рекомендуемые условия хроматографирования для хроматографов «Agilent 7890В» и «Кристалл 2000М»

Характеристики	«Agilent 7890В»	«Кристалл 2000М»
Детектор	пламенно-ионизационный	пламенно-ионизационный
Колонка	капиллярная	насадочная
Условия хроматографирования	<p>Длина колонки – 60 м, диаметр – 0,320 мм, толщина пленки фазы – 0,25 мкм, фаза: DB WAX; температура колонки – 155°C; температура инжектора – 300°C; температура детектора – 300°C. Расход газов: газ-носитель – азот – 8 мл/мин; водород – 30 мл/мин; воздух – 300 мл/мин. Длительность анализа – 10 минут.</p>	<p>Длина колонки – 2,0 м, внутренний диаметр – 3 мм. Стационарная фаза: 10 % Carbowax 20М с 2 % КОН на Chromaton N-AW с зернением 80-100 mesh; температура колонки – 170°C; температура инжектора – 250°C; температура детектора – 250°C. Расход газов: газ-носитель – гелий – 40 мл/мин; водород – 30 мл/мин; воздух – 200 мл/мин. Длительность анализа – 10 минут.</p>

Как видно из таблицы 1, хроматографы оснащены разного вида хроматографическими колонками и обеспечивали различные условия хроматографирования, которые позволяли количественно разделить пики внутреннего стандарта, никотина и других сопутствующих компонентов.

Материалом для исследования служили коммерческие образцы жидкостей для ЭСДН, содержащие никотин. Следует отметить, что при визуальном осмотре этикета отсутствовала задача выявления несоответствия требованиям российского законодательства. Информация производителей о составе исследуемых жидкостей для электронных сигарет, содержащаяся на этикете, представлена в таблице 2.

Анализ таблицы 2 показал, что состав жидкостей для ЭСДН у разных производителей заметно отличался: помимо обязательного присутствия пропиленгликоля, глицерина и ароматизаторов, в состав жидкостей входила деминерализованная вода, парабены, сахар и другие компоненты. Содержание никотина в жидкостях (на основании данных производителей) составляло от 1,5 до 18 мг.

Все химические реактивы, применяемые в исследовании, были аналитической чистоты, использовалась разнообразная химическая посуда. Реактивы, растворы и жидкости для ЭСДН выдерживались перед использованием не менее 2 часов в лабораторных условиях ($t = 22 \pm 2$)°C.

В качестве внутреннего стандарта использовали хинальдин. Для построения калибровочных графиков стандартным веществом никотина являлся никотина салицилат.

Таблица 2 - Наименование и состав исследуемых образцов жидкостей для ЭСДН (указание производителя на этикетке)

№ образца	Наименование образца	Состав жидкости для ЭДСН	Производитель
1	АМБИЕНТ JUICY	Пропиленгликоль 30%, глицерин 70%, ароматизаторы, никотин 1,5 мг	не указан
2	Малазийский манго	Пропиленгликоль 40%, глицерин 60%, пищевые ароматизаторы, никотин 6 мг	Россия
3	Истребитель	Никотин 3 мг	не указан
4	Black Moon	Propylene glycol (USP/ESP) 40%, Glycenne vegetale 60% (USP/ESP), eau, aromes SANS diacetyly, ambrox, parabene, sucre ni colorant, Nicotine (USP/ESP) 3 мг	Франция
5	Antidote	Пропиленгликоль 30% (USP), глицерин 70% (USP), пищевые ароматизаторы, никотин 6 мг	Россия
6	Fresh Bullet	Glicerina PhEur, Glicole Propilenico USP, Nicotina USP, Aromi, Acqua Demineralizzata	не указан
7	Kiwi	Пропиленгликоль, глицерин, ароматизаторы, никотин 12 мг	Китай
8	Apple	Пропиленгликоль, глицерин, ароматизаторы, никотин 18 мг	Китай

Для приготовления стандартного раствора в мерную колбу на 50 мл взвешивали на аналитических весах 0,0926 г салицилата никотина (что соответствует 50 мг никотина), доливали до метки разбавителем и тщательно перемешивали. Концентрация полученного стандартного раствора – 1,0 мг/мл никотина.

В качестве разбавителя готовили раствор с внутренним стандартом: в мерную колбу на 1 литр количественно с помощью этилового спирта переносили взятую на аналитических весах навеску хинальдина 0,500 г (внутренний стандарт), до метки доливали этиловым спиртом и тщательно перемешивали.

Для построения калибровочных графиков на хроматографах, участвующих в данном исследовании, готовили калибровочные растворы с содержанием никотина 0,05-1,0 мг/мл.

Построение калибровочной зависимости выполняли в соответствии с инструкцией и программой используемого хроматографа, при этом калибровочные графики были линейными, а линия регрессии проходила через начало координат.

Экстрагирующий раствор (экстрагент) готовили следующим образом: в мерную колбу на 1 литр количественно с помощью гексана переносили взятую на аналитических весах навеску хинальдина 0,500 г, до метки доливали гексаном и тщательно перемешивали.

Подготовка пробы жидкости для ЭСДН состояла в следующем: навеску исследуемой жидкости 1000 мг помещали в коническую колбу с притертой пробкой емкостью 100 мл, приливали 10 мл дистиллированной воды, 20 мл экстрагирующего раствора, добавляли в смесь 5 мл 8н раствора NaOH и встряхивали в течение 1 часа. После окончания встряхивания колбы оставляли стоять для расслоения фаз. Часть верхней гексановой фазы (1-2 мл) с помощью пипетки-дозатора переносили в виалу из темного стекла емкостью 1,5-2 мл.

Аликвотную пробу экстракта (1 мкл) вводили в газовый хроматограф. По окончании анализа регистрировали данные о количестве никотина в анализируемой пробе (мг/мл).

Расчет количества никотина в жидкости для электронных систем доставки никотина проводили по уравнению:

$$N \text{ мг/мл} = \frac{X \times V \times \rho \times 1000}{P}$$

где X – количество никотина, определенное по калибровочному графику или уравнению регрессии, мг/мл; V – объем экстрагента, добавленный к жидкости для электронных систем доставки никотина, мл (20 мл); P – навеска жидкости для электронных систем доставки никотина, мг; ρ – плотность жидкости для электронных систем доставки никотина, г/мл.

Расчет плотности жидкости для электронных систем доставки никотина проводили по формуле:

$$\rho \text{ г/мл} = \frac{M_{\text{ср}}}{V}$$

где $M_{\text{ср}}$ – среднеарифметическое значение 5 определений массы 5 мл жидкости для электронных систем доставки никотина, г; V – объем жидкости для электронных систем доставки никотина, мл (5 мл).

Результаты определения никотина в исследуемых образцах жидкостей для ЭСДН представлены в таблице 3.

Анализ полученных данных (таблица 3) показал, что фактическое содержание никотина и указанное на этикетке соответствовало друг другу только в одном образце жидкости – №4. Для всех остальных образцов фактическое содержание никотина в жидкостях для ЭСДН было меньше указанного на этикетке, особенно значительная разница отмечалась в образце №5.

Таблица 3 - Фактическое содержание никотина в исследуемых жидкостях для ЭСДН

№ образца	Содержание никотина на этикетке, мг	Плотность жидкости, г/мл	Навеска жидкости, мг	Никотин фактический, мг/мл
1	1,5	1,074	2021,6 / 2013,2	0,63
2	6	0,976	2006,9 / 2015,0	4,23
3	3	0,950	2009,8 / 2001,2	2,39
4	3	0,991	1018,8 / 1045,1	2,64
5	6	1,025	1044,8 / 1033,1	1,88
6	8	0,964	1017,6 / 1019,4	6,05

7	12	0,954	513,9 / 512,0	9,45
8	18	0,974	500,1 / 506,6	14,56

Результаты проведенного исследования позволили сделать следующие выводы:

- установлено значительное несоответствие между фактическим и заявленным содержанием никотина в жидкостях для ЭСДН, что свидетельствует о низком уровне технологии производства данного продукта;
- отсутствие точности дозирования никотина в жидкостях для ЭСДН является источником возможной опасности никотинового отравления потребителей;
- методика определения никотина позволяет достаточно точно определить его содержание в жидкостях для ЭСДН, что дает возможность контролировать продукцию на рынке уполномоченными органами.

Литература:

1. Electronic Cigarettes: Assessment of Analytical Literature from 55 Studies Published Worldwide prior to November 2013 on Commercial E-Cigarettes [Electronic resource] // CORESTA E-Cigarette Task Force, Reference Report. May 2014. Access mode: <http://www.coresta.org/>

2. E-Liquid Preliminary Proficiency Study [Electronic resource] // CORESTA E-Cigarette Task Force, Reference Report. March 2015. Access mode: <http://www.coresta.org/>

3. Кочеткова С.К., Остапченко И.М. Исследование особенностей курения кальяна и электронных сигарет // Научное обеспечение производства сельскохозяйственной и пищевой продукции высокого качества и повышенной безопасности: материалы региональной научно-практической конференции (27-28 июня 2011 г., г. Краснодар) / ГНУ ВНИИТТИ. Краснодар, 2011. С. 249-256.

4. Кочеткова С.К., Остапченко И.М. Исследование безопасности курения кальянных табаков и электронных сигарет // Инновационные пищевые технологии в области хранения и переработки сельскохозяйственного сырья: материалы Международной научно-практической конференции (23-24 июня 2011 г.) / ГНУ КНИИХП. Краснодар: Юг, 2011. С. 189-193.

5. Determination of nicotine in tobacco and tobacco products by gas chromatographic analysis [Electronic resource] // CORESTA RECOMMENDED METHOD N 62. Access mode: <http://www.coresta.org/>

6. Лабораторный контроль табачного сырья, нетабачных материалов и табачной продукции: учебно-методическое пособие / В.П. Писклов [и др.]; Рос. акад. с.-х. наук, Гос. науч. учреждение Всерос. науч.-исслед. ин-т табака, махорки и табачных изделий Россельхозакадемии. Краснодар: Просвещение-Юг, 2014. 239 с.

Literature:

1. *Electronic Cigarettes: Assessment of Analytical Literature from 55 published on Commercial E-Cigarettes [Electronic resource] // CORESTA E-Cigarette Task Force, Reference Report. May 2014. Access mode: <http://www.coresta.org/>*

2. *E-Liquid Preliminary Proficiency Study [Electronic resource] // CORESTA E-Cigarette Task Force, Reference Report. March 2015. Access mode: <http://www.coresta.org/>*

3. *Kochetkova S.K., Ostapchenko I.M. Investigation of the features of smoking hookah and electronic cigarettes // Scientific support of production of agricultural and food products of high quality and increased safety: materials of the regional scientific and practical conference (June 27-28, 2011, Krasnodar) / SSI RSRITTI. Krasnodar, 2011. P. 249-256.*

4. *Kochetkova S.K., Ostapchenko I.M. Study of safety of smoking hookah tobacco and electronic cigarettes // Innovative food technologies in the field of storage and processing of*

agricultural raw materials: materials of the International Scientific and Practical Conference (June 23-24, 2011) / SRI KSRICHP. Krasnodar: Yugh, 2011. P. 189-193.

5. *Determination of nicotine in tobacco and tobacco products by gas chromatographic analysis [Electronic resource] // CORESTA RECOMMENDED METHOD N 62. Access mode: <http://www.coresta.org/>*

6. *Laboratory control of tobacco raw materials, non-tobacco materials and tobacco products: an educational-methodical manual / V.P. Pisklov [and others]; The Russian Academy of AS, State Scientific institution of Russian Scientific-research institute of tobacco, makhorka and tobacco products of the Russian Academy of Agricultural Sciences. Krasnodar: Prosveshchenie-Yug, 2014. 239 p.*