

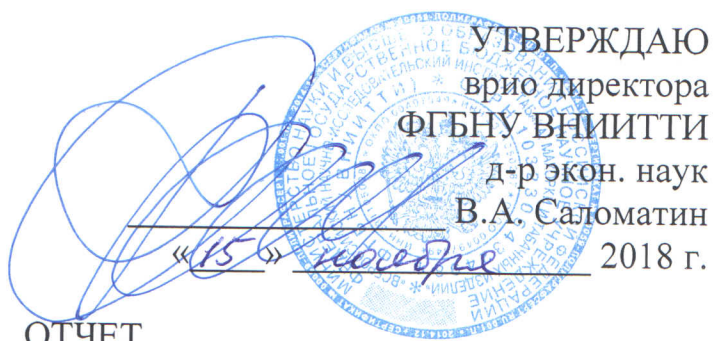
Министерство науки и высшего образования
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ НАУЧНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ ТАБАКА, МАХОРКИ И ТАБАЧНЫХ ИЗДЕЛИЙ»
(ФГБНУ ВНИИТТИ)

УДК 663.97.052

Рег. № НИОКТР

Рег. № ИКРБС

УТВЕРЖДАЮ
врио директора
ФГБНУ ВНИИТТИ
д-р экон. наук
В.А. Саломатин
«15» ноября 2018 г.



ОТЧЕТ
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

Проведение исследований рынка новых видов никотиносодержащей продукции, международной практики правового регулирования обращения такой продукции и разработка предложений по установлению в рамках Евразийского экономического союза обязательных требований к новым видам никотиносодержащей продукции и рекомендаций по механизмам их реализации
по теме:

Подготовка предложений и рекомендаций по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории Союза
(этап 2)

Руководитель НИР
Заместитель директора по
научной работе и инновациям
ФГБНУ ВНИИТТИ
канд. техн. наук




Е.В. Гнучих

Краснодар 2018


СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель НИР,
зам. директора по
научной работе и
инновациям
канд. техн. наук

 15.11.2018
подпись, дата


Е.В. Гнучих
(введение,
заключение, раздел
2, приложения)

Отв. исполнители:
зав. лабораторией химии и
контроля качества

 15.11.2018
подпись, дата

Т.А. Пережогина
(введение, разделы
1, 2, заключение,
приложения)


зав. лабораторией
технологии производства
табачных изделий,
канд. техн. наук

 15.11.2018
подпись, дата

А.Г. Миргородская
(раздел 1)


Исполнители:

Ст. науч. сотр.
лаборатории технологии
производства табачных
изделий, канд. техн. наук
Ст. науч. сотр.

 15.11.2018
подпись, дата


Т.А. Дон
(раздел 1)

лаборатории технологии
производства табачных
изделий, канд. техн. наук
Ст. науч. сотр.

 15.11.2018
подпись, дата


О.А. Жабенцова
(раздел 1)

лаборатории химии и
контроля качества

 15.11.2018
подпись, дата


Н.А. Дурунча
(раздел 1,
приложения)

Ст. науч. сотр.
лаборатории химии и
контроля качества

 15.11.2018
подпись, дата

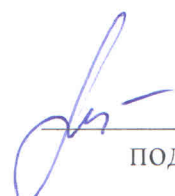
Н.В. Попова
(раздел 1)

Ст. науч. сотр.
лаборатории химии и
контроля качества

 15.11.2018
подпись, дата


И.М. Остапченко
(раздел 1)

Ст. науч. сотр.
лаборатории технологии
производства табачных
изделий

 15.11.2018
подпись, дата

М.В. Шкидюк
(раздел 1,
приложения)

Ст. науч. сотр.
лаборатории технологии
производства табачных
изделий

 15.11.2018
подпись, дата

О.К. Бедрицкая
(раздел 1)

Науч. сотр.
лаборатории химии и
контроля качества

Сиб 15.11.2018
подпись, дата

С.Н. Медведева
(раздел 1,
приложения)

Науч. сотр.
лаборатории химии и
контроля качества

Зайцев 15.11.2018₂
подпись, дата

Т.А. Зайцева
(раздел 1,
приложения)

Науч. сотр.
лаборатории химии и
контроля качества

Кф 15.11.2018
подпись, дата

Л.В. Кокорина
(раздел 1)

Науч. сотр.
лаборатории химии и
контроля качества

Пл 15.11.2018₂
подпись, дата

Т.И. Покровская
(раздел 1)

Науч. сотр.
лаборатории химии и
контроля качества

Ванн 15.11.2018₂
подпись, дата

И.И. Галич
(раздел 1)

Науч. сотр.
лаборатории химии и
контроля качества

Ерш 15.11.2018₁
подпись, дата

И.М. Еремина
(раздел 1)

Науч. сотр.
лаборатории химии и
контроля качества

Глух 15.11.2018
подпись, дата

Д.К. Глухов
(раздел 1)

Науч. сотр.
лаборатории технологии
производства табачных
изделий

Матюхина 15.11.2018
подпись, дата

Н.Н. Матюхина
(раздел 1,
приложения)

Мл. науч. сотр.
лаборатории химии и
контроля качества

Анушян 15.11.2018
подпись, дата

С.Г. Анушян
(раздел 1)

Лаборант
лаборатории химии и
контроля качества

Медведев 15.11.2018
подпись, дата

А.В. Медведев
(раздел 1)

Нормоконтроль,
ученый секретарь,
канд. с.-х. наук

Шураева 15.11.2018
подпись, дата

Г.П. Шураева

РЕФЕРАТ

Отчет 282 с., 53 рис., 37 табл., 41 источн., 16 прил.

НИКОТИНОСОДЕРЖАЩАЯ ПРОДУКЦИЯ, РЕГУЛИРОВАНИЕ, ТАБАЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ, СИСТЕМЫ ДОСТАВКИ НИКОТИНА, ТАБАК НАГРЕВАЕМЫЙ, ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ АЭРОЗОЛЯ

Объектом исследования является никотиносодержащая продукция различных видов и типов.

Цель работы в рамках выполнения 2 этапа – подготовка предложений и рекомендаций по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории Евразийского экономического союза (далее также – Союз, ЕАЭС).

Методами исследований являлись методы сравнения, анализа, эксперимента, экспертной оценки.

По результатам научных исследований подготовлены:

- научно обоснованные предложения и рекомендации по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории ЕАЭС на основе проведенных исследований по количественному определению содержания в никотиносодержащей продукции никотина, глицерина, пропиленгликоля, влажного конденсата и девяти приоритетных токсичных компонентов по списку ВОЗ с использованием различных видов систем доставки никотина на высокочувствительном аналитическом оборудовании;

- предложения по применению действующих или разработке новых стандартов, содержащих правила и методы испытаний для применения и исполнения предлагаемых требований к никотиносодержащей продукции и осуществления оценки соответствия такой продукции.

Результаты исследований, полученные на 2 этапе научно-исследовательской работы, могут быть использованы при подготовке проекта технического регламента ЕАЭС на никотиносодержащую продукцию.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	14
1 Подготовка научно обоснованных предложений и рекомендаций по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории ЕАЭС	16
1.1 Материалы и методики исследований	18
1.1.1 Жидкости для СДН и наполнители картриджей для СДН	18
1.1.2 Одноразовые СДН.....	21
1.1.3 СДН со сменным картриджем	22
1.1.4 СДН с перезаряжаемой емкостью (баком)	26
1.1.5 Электрические системы нагрева табака	32
1.1.6 Контрольные сигареты 3R4F	39
1.2 Исследования по количественному определению содержания в никотиносодержащей продукции никотина, пропиленгликоля, глицерина, влажного конденсата и девяти приоритетных токсичных компонентов по списку ВОЗ (монооксид углерода, формальдегид, ацетальдегид, акролеин, NNN, NNK, бензол, 1,3-бутадиен и бенз[а]пирен) с использованием различных видов систем доставки никотина.....	45
1.2.1 Электрическая система нагрева табака.....	45
1.2.2 Жидкости для СДН.....	57
1.2.3 Одноразовые СДН, СДН со сменным картриджем, СДН с перезаряжаемой емкостью (баком).....	63
1.3 Предложения и рекомендации по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории ЕАЭС.....	110
2 Предложения по применению действующих или разработке новых стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимых для	

применения и исполнения предлагаемых требований к никотиносодержащей продукции и осуществления оценки соответствия такой продукции.....	114
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	117
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	121
ПРИЛОЖЕНИЕ А Методика «Сбор аэрозоля и определение содержания влажного конденсата в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого), определение содержания монооксида углерода в газовой фазе аэрозоля».....	126
ПРИЛОЖЕНИЕ Б Методика «Сбор аэрозоля и определение содержания влажного конденсата в аэрозоле жидкостей для систем доставки никотина (СДН)».....	137
ПРИЛОЖЕНИЕ В Методика «Определение содержания летучих органических веществ (1,3-бутадиена и бензола) в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого)».....	148
ПРИЛОЖЕНИЕ Г Методика «Определение содержания летучих органических веществ в жидкостях для систем доставки никотина (СДН)».....	160
ПРИЛОЖЕНИЕ Д Методика «Определение содержания полициклических ароматических углеводов (бенз[а]пирена) в жидкостях для систем доставки никотина (СДН)».....	170
ПРИЛОЖЕНИЕ Е Методика «Определение содержания полициклических ароматических углеводов (бенз[а]пирена) в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП)».....	179

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж Методика «Определение содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП)».....	188
ПРИЛОЖЕНИЕ И Методика «Определение содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в жидкости для систем доставки никотина (СДН)».....	194
ПРИЛОЖЕНИЕ К Методика «Определение содержания карбонильных соединений в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого)».....	200
ПРИЛОЖЕНИЕ Л Методика «Определение содержания карбонильных соединений в жидкости для систем доставки никотина (СДН) и в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП)».....	217
ПРИЛОЖЕНИЕ М Методика «Определение содержания нитрозаминов в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого)».....	235
ПРИЛОЖЕНИЕ Н Методика «Определение содержания нитрозаминов в жидкости для систем доставки никотина (СДН) и в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП)».....	247
ПРИЛОЖЕНИЕ П Методика «Сбор твердожидкой фазы главной струи аэрозоля никотиносодержащей продукции (НСП) для определения содержания нитрозаминов».....	261
ПРИЛОЖЕНИЕ Р Методика «Сбор газовой фазы аэрозоля никотиносодержащей продукции (НСП) для определения содержания карбонильных соединений».....	267
ПРИЛОЖЕНИЕ С Анализ международного опыта и практики регулирования никотиносодержащей продукции в Китае.....	274

ПРИЛОЖЕНИЕ Т Анализ возможности регулирования жидкостей для СДН техническим регламентом Евразийского экономического союза «О безопасности химической продукции» (ТР ЕАЭС 041/2017).....	275
--	-----

ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем отчете о НИР применяют следующие термины с соответствующими определениями и сокращениями:

Аэрозоль – взвесь твердых и (или) жидких частиц в газообразной фазе, в том числе табачный пар, получаемый из наполнителя любым способом, за исключением горения (тления) наполнителя

Горение – физико-химический окислительно-восстановительный процесс, сопровождающийся выделением тепла и продуктов горения, в ходе которого вещество вступает в реакцию с кислородом

Жидкость для системы доставки никотина (жидкость для СДН) – вид никотиносодержащей продукции, представляющий собой раствор (жидкость или гель), предназначенный для эксплуатации путем вдыхания потребителем аэрозоля, содержащего никотин или соли никотина

Изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – вид никотиносодержащей продукции, предназначенный для эксплуатации путем вдыхания потребителем содержащего никотин аэрозоля, получаемого путем прямого или косвенного нагревания наполнителя – табачной смеси

Ингредиент – компонент, используемый при производстве наполнителя никотиносодержащей продукции и присутствующий в готовой никотиносодержащей продукции, в том числе в измененной форме

Картридж – компонент СДН, который представляет собой емкость с жидкостью для СДН, заполненную промышленным способом. Картридж может быть встроен в СДН

Комбинированное изделие – вид никотиносодержащей продукции, который имеет два или более наполнителя разных видов, хотя бы один из которых содержит никотин (соли никотина), и предназначен для эксплуатации путем вдыхания потребителем аэрозоля, содержащего никотин или соли никотина

Контейнер – емкость с жидкостью для СДН, которая используется для заправки СДН. Контейнер не является компонентом СДН и не может быть встроен в СДН

Курение – вдыхание потребителем табачного дыма, возникающего в результате горения (тления)

Наполнитель – основной элемент никотиносодержащей продукции (в том числе табачная смесь, жидкость, гель, порошок и т.д.), из которого и (или) посредством которого в процессе эксплуатации никотиносодержащей продукции образуется аэрозоль, вдыхаемый потребителем, содержащий никотин или соли никотина

Никотиносодержащая продукция – изделие, предназначенное для эксплуатации путем вдыхания потребителем аэрозоля, содержащего никотин или соли никотина, получаемого при помощи системы доставки никотина (СДН). В зависимости от наполнителя различаются виды никотиносодержащей продукции, в том числе жидкость для СДН, изделия с нагреваемым табаком (табак нагреваемый), комбинированные изделия

Система доставки никотина (СДН) – устройство, необходимое для эксплуатации никотиносодержащей продукции с целью получения из наполнителя аэрозоля, вдыхаемого потребителем, в том числе электронный испаритель, электронная сигарета, электронный генератор пара, устройство для нагревания и иные устройства. СДН может быть конструктивно соединена с никотиносодержащей продукцией

Табачная смесь – наполнитель изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) или комбинированного изделия, состоящий из табака, прошедшего промышленную и (или) иную обработку, с добавлением или без добавления иных ингредиентов

Тление – один из видов горения, характеризующийся отсутствием пламени и низкой скоростью протекания окислительно-восстановительного процесса

Эксплуатация никотиносодержащей продукции – вдыхание потребителем содержащего никотин или соли никотина аэрозоля, получаемого при помощи СДН из наполнителя никотиносодержащей продукции

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ

В настоящем отчете о НИР применяют следующие сокращения и обозначения:

ВОЗ – Всемирная организация здравоохранения

ЕАЭС – Евразийский экономический союз или Союз (международная организация региональной экономической интеграции, обладающая международной правосубъектностью и учреждённая Договором о Евразийском экономическом союзе)

ЕС – Европейский союз

ИСО (ISO) – Международная организация по стандартизации

мг/сиг – содержание в миллиграммах на одну сигарету

мкг/сиг – содержание в микрограммах на одну сигарету

нг/сиг – содержание в нанограммах на одну сигарету

мкг/затяжку – содержание в микрограммах на одну затяжку

нг/затяжку – содержание в нанограммах на одну затяжку

мкг/мл – содержание в микрограммах на один миллилитр

нг/мл – содержание в нанограммах на один миллилитр

НСП – никотиносодержащая продукция

РКБТ ВОЗ – Рамочная конвенция по борьбе против табака Всемирной организации здравоохранения

СДН – система доставки никотина

ЭСНТ – электрическая система нагревания табака

CORESTA – Центр сотрудничества научных исследований по табаку и табачным изделиям (Cooperation Centre for Scientific Research Relative to Tobacco)

NAВ – N-нитрозоанабазин

NAT – N-нитрозоанатабин

NNN – N-нитрозонорникотин

NNK – 4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил)-1-Бутанон

TSNA – табачные специфические нитрозамины

3R4F – стандартная контрольная сигарета, в настоящее время служащая международным стандартом для исследовательских целей. Служит основой для сравнения данных, собранных в разных лабораториях

ВВЕДЕНИЕ

В странах ЕАЭС в последние годы никотиносодержащая продукция получила широкое распространение. От традиционных курительных табачных изделий эта продукция отличается тем, что она потребляется, как правило, путем вдыхания аэрозоля или пара, образующихся не в результате горения и тления, а в результате нагревания табачной смеси или никотиносодержащей жидкости.

Следует отметить, что при анализе быстро развивающегося рынка никотиносодержащей продукции были обнаружены совершенно новые изделия, содержащие никотин, способ потребления которых не связан с вдыханием аэрозоля. К таким изделиям относятся, например, растительные смеси с никотином, предназначенные для жевания, смеси для рассасывания с никотином. Такие изделия не являются лекарственными средствами или табачной продукцией, но могут быть отнесены к никотиносодержащей продукции, поскольку содержат никотин. Однако научных исследований по изучению такого рода изделий практически не проводилось, методы и методики определения тех или иных компонентов в таких изделиях отсутствуют, их присутствие на рынке минимально. В этой связи данные виды продукции не являются объектом настоящей научно-исследовательской работы.

В странах ЕАЭС сформулированы обязательные требования к табачной продукции в техническом регламенте ТР ТС 035/2014 [1], обязательные требования к никотиносодержащей продукции, её техническое регулирование в странах ЕАЭС отсутствует, поэтому подготовка научно обоснованных предложений и рекомендаций по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории ЕАЭС, на основе проведенных экспериментальных исследований является актуальной задачей.

Целью научно-исследовательской работы (далее также – НИР) является

выработка научно обоснованных предложений и рекомендаций о возможности установления требований безопасности к никотиносодержащей продукции.

Цель работы в рамках выполнения 2 этапа – подготовка предложений и рекомендаций по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории Евразийского экономического союза (далее также – Союз, ЕАЭС).

Для достижения поставленной цели решены следующие задачи:

- подготовлены научно обоснованные предложения и рекомендации по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории Союза;

- подготовлены предложения по применению действующих или разработке новых стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения предлагаемых требований к никотиносодержащей продукции и осуществления оценки соответствия такой продукции.

1 Подготовка научно обоснованных предложений и рекомендаций по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории ЕАЭС

Никотиносодержащая продукция не регулируется в ЕАЭС, обязательные требования к такой продукции не установлены. Это связано в том числе с недостаточными данными о качественных характеристиках данной продукции, содержании потенциально опасных веществ как в наполнителе, так и в аэрозоле, и влиянии НСП на здоровье потребителей.

ВОЗ заявляет о том, что существует необходимость внимательного изучения никотиносодержащей продукции. Согласно докладу к 7-й Конференции Сторон Рамочной конвенции ВОЗ по борьбе против табака предлагается продолжить мониторинг и изучение рыночных тенденций и потребления новых и набирающих популярность табачных изделий, таких, как «нагреваемые табачные изделия». В указанном докладе также отмечается, что Стороны призвали продолжить основанные на научных данных изыскания с целью определить общие последствия для здоровья и долгосрочные угрозы для здоровья населения от использования электронных систем доставки никотина – СДН [2].

По итогам Восьмой сессии, состоявшейся в октябре 2018 года, Конференция Сторон просит ВОЗ [4] подготовить всеобъемлющий доклад о научных исследованиях и фактических данных об инновационных и новых видах табачных изделий с привлечением независимых ученых, экспертов и компетентных национальных органов для представления на следующей сессии Конференции Сторон, рассмотреть химические и физические процессы, которые претерпевают эти изделия во время использования, в том числе выполнив анализ состава выделяемых ими продуктов, а также оценить, могут ли имеющиеся стандартные методы определения состава и выделяемых продуктов применяться в непосредственном или адаптированном виде к изделиям из нагреваемого табака. Указанные задачи

нашли отражение в данной исследовательской работе, в связи с чем можно заявить о своевременности и актуальности проведения такой работы.

Для подготовки предложений и рекомендаций по установлению требований безопасности к НСП проведено исследование различных видов НСП по содержанию никотина, пропиленгликоля, глицерина и девяти приоритетных токсичных компонентов по списку ВОЗ в жидкости и аэрозоле, продуцируемом СДН.

С этой целью были изучены различные виды никотиносодержащей продукции:

- жидкости для СДН и наполнители картриджей для СДН,
- одноразовые СДН,
- СДН со сменным картриджем,
- СДН с емкостью (баком) для самостоятельного заполнения жидкостью для СДН,
- электрические системы нагревания табака.

Для определения компонентов аэрозоля, продуцируемого при работе СДН и вдыхаемого потребителем, использовались приобретенные в розничной торговой сети РФ СДН закрытого и открытого типа различных конструкций, с разным содержанием никотина и вкусами.

СДН бывают открытого и закрытого типа. Электронные сигареты, в которых жидкость находится в картридже или капсуле, - это системы «закрытого типа» - all-in-one (все в одном). СДН с самостоятельной заправкой картриджа или бака называются «открытыми системами».

Проведено сравнение содержания веществ в аэрозоле различных СДН и контрольных сигарет 3R4F.

1.1 Материалы и методики исследований

1.1.1 Жидкости для СДН и наполнители картриджей для СДН

Материалом для исследования послужили жидкости для СДН и наполнители картриджей для СДН, приобретенные в розничной торговой сети РФ:

- в одноразовых системах доставки никотина наиболее популярной марки LUXLITE четырех видов с содержанием никотина от 24 мг/мл до 9 мг/мл с табачным, фруктовым и ментоловым вкусами;

- в сменных картриджах для СДН LOGIC PRO с табачным фруктовым и ментоловым вкусами с содержанием никотина от 12 мг/мл до 6 мг/мл;

- в сменных картриджах для СДН VON ERL Му с табачным, ментоловым, ягодным и фруктовым вкусами с содержанием никотина 24 мг/мл;

- четыре вида жидкостей для заправки СДН, расфасованные во флаконы, с табачным, фруктовым и фруктово-ягодным вкусами с содержанием никотина от 14 мг/мл до 6 мг/мл, тестирование которых осуществлялось с многоразовыми СДН iKuu i200.

Полная характеристика жидкостей для СДН приведена в таблице 1.

Как видно из сведений, приведенных в таблице 1, жидкости для СДН были произведены в Китае, Европе и России. В одноразовых СДН LUXLITE объем жидкости составлял 1 мл, в сменных картриджах 1,5-1,6 мл, во флаконах – 30-50 мл. Содержание глицерина и пропиленгликоля было декларировано только в одном образце жидкости (образец G2) во флаконе. Дата изготовления и срок годности были проставлены на трех флаконах с жидкостью (образцы F1, F2 и G2), а на одноразовых системах доставки никотина и СДН со сменными картриджами – только срок изготовления.

Таблица 1 – Характеристика жидкостей для СДН

Вид жидкости для СДН	Объем, мл	Производитель	Шифр обр.	Наименование	Вкус	Номинальное содержание никотина	Содержание VG/PG*	Дата изгот./срок годности
Картридж несменяемый в одноразовых СДН LUXLITE	1	«ШЭНЬЧЖЭНЬ ФЕРСТ ЮНИОН ТЕХНОЛОДЖИ КО., ЛТД» / «SHENZHEN FIRST UNION TECHNOLOGY CO., LTD», Китай	C1	American Blend Full (фул)	табачный	2,4 %	-	01.02.2018
			C2	American Blend Light (лайт)	табачный	0,9%	-	01.02.2018
			C3	Aroma Cherry (вишня)	фрукты	0,9%	-	01.05.2018
			C4	Breeze Menthol + Grape (ментол+виноград)	ментол	0,9%	-	05.06.2018
Сменные капсулы для устройств LOGIC PRO	1,5	«ШЕНЬЖЕНЬ СМООР ТЕХНОЛОДЖИ ЛИМИТЕД», жидкость произведена в Европе	D1	Классика 12	табачный	12 мг	-	10.2017
			D2	Классика 6	табачный	6 мг	-	10.2017
			D3	Вишня	фрукты	6 мг	-	05.2018
			D4	Крем-ментол	ментол	6 мг	-	02.2018
Картриджи для устройств VON ERL Му.	1,6	ООО «ИНТЕРТРЕЙД», Москва, Россия	E1	Raw Тобакко классик	табачный	24 мг	-	04.2018
			E2	Lolly Drop мята	мятный	24 мг	-	03.2018
			E3	Turbo малина-клубника	ягоды	24 мг	-	04.2018
			E4	Kuurada манго-гуава	фрукты	24 мг	-	03.2018
Жидкости для электронных парогенераторов	30	ООО «Вардекс», Москва, Россия	F1	Тобакко (табак)	табачный	14 мг	-	04.18/10.19
	30	Shenzhen Joyetech Flavors & Frangrances Co., Ltd, Китай	F2	Cherry (вишня)	фрукты	14 мг	-	04.18/10.19
Жидкость для баков и дрипок	30	ООО «ОСНОВА» Екатеринбург, Россия	G1	Tabakum extra	табачный	6 мг	-	годен до 10.2019
Жидкость для электронных испарителей	50	ООО «БИОФОРМАТ», Самара, Россия	G2	Monster 6 Vapor лайм, черника, лимон	фруктово-ягодный	6 мг	30/70	11.16/11.19

*Примечание –VG/PG – глицерин/пропиленгликоль

Фитиль одноразовых СДН (рисунок 1), пропитанный жидкостью, представляет собой конструкцию из отрезка полусинтетического бумагоподобного нетканого материала (флизелина) размером 2,5 см x 3,5 см, которым обернут двужильный провод в обмотке.



Рисунок 1 – Внешний вид фитиля одноразовых СДН LUXLITE

Флизелиновый фитиль покрыт отрезком размером 3 см x 4 см тонкого синтепона – синтетического материала, в состав которого входят полиэфирные волокна. Изредка в него могут добавляться шерсть и хлопок.

Для определения исследуемых компонентов в жидкости для СДН устройство вскрывали, и с помощью стеклянной палочки отжимали жидкость из фитиля.

В зависимости от величины навески аналогичным образом поступали при определении исследуемых веществ в картриджах для СДН с той разницей, что жидкость не отжимали, а извлекали шприцом.

При определении анализируемых компонентов жидкости для СДН во флаконах, жидкости не усредняли, а брали навески из разных флаконов.

1.1.2 Одноразовые СДН LUXLITE

Исследованы одноразовые СДН торговой марки LUXLITE (рисунки 2, 3).



Рисунок 2 – Внешний вид одноразовой СДН LUXLITE



Aroma Cherry (Nic.9 мг/мл); American Blend Light (Nic.9 мг/мл);
Breeze Menthol + Grape (Nic.9 мг/мл); American Blend Full (Nic.24 мг/мл).

Рисунок 3 – Образцы одноразовых СДН LUXLITE:

Одноразовые системы доставки никотина закрытого типа LUXLITE были приобретены в упаковках по 5 штук в каждой и представляют собой простое электронное устройство в пластиковом корпусе длиной 110 мм, диаметром 9 мм и массой 15 г.

Принцип работы устройства – преобразование жидкости в аэрозоль при нагревании жидкости атомайзером-испарителем. В этих системах доставки никотина жидкостью пропитан картридж, который представляет собой

сверток цилиндрической формы, состоящий из флизелина, обмотанного сверху отрезком синтепона.

Система управления устройством автоматическая, аэрозоль начинает вырабатываться в момент затяжки, то есть устройство постоянно находится в режиме ожидания. Кнопок и иных приспособлений для активации не предусмотрено.

СДН является готовой к применению, зарядка и заправка не требуются.

Перед использованием необходимо удалить упаковку и снять силиконовый колпачок с торца СДН. Тестирование осуществляется в горизонтальном положении аналогично прокуриванию сигарет, дополнительные мероприятия по закреплению устройства и стыковке его с курительной машиной не требуются. При затяжке в противоположном торце устройства светится индикатор синего цвета, который гаснет по окончании затяжки. Мигание индикатора свидетельствует о том, что никотиносодержащая жидкость в устройстве подходит к концу. После исчерпывающего сбора аэрозоля устройство выбрасывается.

1.1.3 СДН со сменным картриджем

Исследованы СДН со сменным картриджем торговой марки VON ERL Му (рисунки 4, 5).



Рисунок 4 – Общий вид СДН со сменным картриджем VON ERL Му



Рисунок 5 – Образцы СДН VON ERL My с картриджами, заполненными жидкостью с разными вкусами: Turbo малина-клубника, Raw Tobacco классик, Lolly Drop мята, Kuurada манго-гуава

Система доставки никотина VON ERL My представляет собой закрытую систему со сменными картриджами. Поставляются в картонной коробке, на которой указаны вкус, содержание никотина и производитель картриджа, который уже заправлен и лежит внутри. В комплект входит устройство VON ERL My, USB-кабель для зарядки, картридж с жидкостью и инструкция по эксплуатации (рисунок 5).

Устройство состоит из двух частей – батарейного блока со встроенным аккумулятором на 350 мАч и картриджа с жидкостью. При соединении соприкасаются плюсовые и минусовые контакты, что позволяет подать ток на картридж и нагреть спираль. В собранном виде у VON ERL My остается небольшое окно, через которое можно контролировать уровень жидкости в картридже.

Высота устройства с картриджем 106 мм, ширина 17.6 мм, толщина 9,2 мм, масса с заправленным картриджем 21 г.

Устройство изготовлено из анодированного алюминия и пластика.

На конце устройства расположен индикатор заряда, который загорается при затяжке, а по мере разряжения устройства меняет цвет с зеленого до оранжевого и затем – красного. Во время зарядки светодиод горит красным.

Во время эксплуатации забор воздуха осуществляется сбоку устройства и проходит через внутренние стенки картриджа, а затем попадает в воздуховод.

Картридж состоит из нескольких частей: резервуара для жидкости для СДН, контактной площадки с нагревающим элементом в виде спирали с определенным количеством витков, в которую помещен фитиль из хлопковой ваты, заправленный не выше трубки, и силиконовой заглушки. Картридж с жидкостью одновременно является и мундштуком. Вместимость картриджа составляет 1,6 мл жидкости для СДН.

Сборка и перезарядка СДН производится путем смены картриджей (рисунок 6). Для этого необходимо снять с картриджа пластиковые колпачки и подсоединить картридж с жидкостью к аккумуляторному блоку. На картридже есть окошко для контроля уровня жидкости.



Рисунок 6 – Сменный картридж VON ERL Mu

Зарядка осуществляется через кабель USB. При подзарядке устройства индикатор мигает красным цветом, при полном заряде индикатор гаснет (рисунок 7). Перед эксплуатацией требуется подключить кабель и зарядить

устройство. Если при подключении кабеля устройство несколько раз мигает зеленым и индикатор гаснет – это означает, что заряд полный.



Рисунок 7 – Зарядка СДН VON ERL Му

Заряженное устройство всегда находится в режиме ожидания, для эксплуатации необходимо произвести затяжку. Устройство в процессе эксплуатации располагается горизонтально, для соединения с курительной машиной необходимы приспособления в виде гибких силиконовых трубок разного диаметра, которые обеспечат герметичную подачу аэрозоля от устройства к курительной машине (рисунок 8).



Рисунок 8 – СДН VON ERL Му с присоединенными силиконовыми трубками для тестирования на курительной машине

Во время затяжки индикатор светится зеленым цветом. При пониженном уровне заряда батареи индикатор светится оранжевым цветом, при низком уровне заряда индикатор во время затяжки светится красным цветом.

1.1.4 СДН с перезаряжаемой емкостью (баком)

Исследованы СДН с перезаряжаемой емкостью (баком) торговой марки iKuu i200 (рисунок 9).



Рисунок 9 – Общий вид СДН с перезаряжаемой емкостью (баком) торговой марки iKuu i200

СДН представляет собой сборную систему, состоящую из атомайзера, сменного испарителя, стеклянного бака и воздуховода. Емкость аккумулятора со встроенной литий-полимерной батареей составляет 4600 мАч. На корпусе, изготовленном из пластика, расположены стандартные кнопки управления настройками и работой: Fire, «-», «+». Кнопка Fire, расположенная на боковой стороне занимает практически всю ее площадь и реагирует на нажатие. Пятикратное нажатие кнопки Fire включает устройство в режим генерирования аэрозоля.

Информация о режиме работы, заряде батареи и других параметрах отражается на дисплее размером 0,96 дюйма. Под дисплеем расположены двоянные кнопки «плюс» и «минус». В устройстве предусмотрен режим термоконтроля, защиты от короткого замыкания и перенагрева спирали.

Набор (рисунок 10) состоит из необслуживаемого бака Melo 4, способного вместить 4 мл жидкости для СДН и батарейного блока. В батарейный блок встроена батарея, способная обеспечивать мощность

200 Вт. В комплекте поставляется испаритель с сопротивлением 0,3 Ом, рассчитанный на эксплуатацию с мощностью 30-70 Вт.



Рисунок 10 – СДН iKuu i200 и жидкости для СДН для заправки

Для сборки устройства необходимо вкрутить блок испарителя в основной блок (рисунок 11).



Рисунок 11 – Соединение блока испарителя с основным блоком

Перед первым пуском и после каждой замены испарителя необходимо смочить испаритель жидкостью для СДН. Для этого несколько капель жидкости необходимо залить непосредственно в испаритель (рисунок 12).



Рисунок 12 – Отвешие в испарителе для заливки жидкости для СДН

Зарядка СДН осуществляется через кабель USB. Для этого требуется подсоединить кабель одной стороной к устройству, другой стороной к порту USB компьютера. При этом на устройстве появится индикация в виде батарейки, которая заполняется белым цветом, на включенном устройстве индикация заряда отражается в процентах. Перед эксплуатацией следует подключить кабель и зарядить устройство до необходимого уровня (рисунок 13).



Рисунок 13 – Процесс зарядки СДН iKuu i200

Для того чтобы заполнить жидкостью для СДН емкость (бак), крышка с мундштуком сдвигается в сторону в направлении стрелки на крышке и

освобождает заливную горловину бака (рисунок 14). После заполнения бака крышку необходимо вернуть на место. Емкость бака – 4 мл.



Рисунок 14 – Заправка емкости (бака) жидкостью для СДН

Для эксплуатации устройства требуется залить жидкость в бак и при необходимости зарядить устройство при помощи кабеля micro-USB, который идет в комплекте.

Габариты СДН в сборе: 126 мм x 45,5мм x 30 мм, масса 200 грамм.

На нижней стороне устройства (рисунок 15) расположено 6 отверстий: 3 с одной стороны (для вентиляции платы) и 3 с другой (для вентиляции встроенного аккумулятора). Кольцо регулировки обдува оснащено стопором для удобной фиксации и чтобы избежать лишних прокруток при разборе бака.



Рисунок 15 – Система вентиляции СДН iKuu i200

Емкость или бакомайзер (бак) Melo 4 представляет собой необслуживаемый бак с системой заправки и несколькими вариантами сменных испарителей, за счёт которых и работает устройство. Обдув спиралей воздухом в сменных испарителях осуществляется через два отверстия в базе атомайзера. Регулировка воздуха предусмотрена путём поворота кольца регулировки на базе устройства. Колба бака выполнена из закалённого стекла. Размеры бакомайзера в сборе: 25 мм х 53 мм, масса 52 г.

Для включения СДН iKuu i200 следует 5 раз быстро нажать основную кнопку, при этом на 30 секунд засветится LED экран, после чего он отключается (переходит в режим ожидания) до нажатия на кнопку. Выключается устройство также быстрым пятикратным нажатием на основную кнопку. Регулировка забора воздуха при затяжке осуществляется кольцом на крышке, которое следует вращать влево/вправо до достижения необходимого потока воздуха. Отверстие воздухозаборника при вращении наглядно перекрывается кольцом.

В устройстве предусмотрено несколько режимов работы. Список основных режимов представлен в таблице 2.

Таблица 2 – Основные режимы работы СДН iKuu i200

Режим VW (Вариватт, или POWER)	режим для отображения электрических параметров на экране устройства и их изменения, мощность можно изменять от 1 до 200 ватт
Режим термоконтроля TEMP	когда применяется один из возможных материалов спирали (Ni, Ti, сталь SS), также можно менять температуру спирали испарителя от 100 до 315°C (200...600°F) с шагом 5°
Режим предварительного нагрева	в данном режиме можно задать мощность предварительного нагрева
Режимы с заданным TCR	в данном режиме можно задать температурный коэффициент сопротивления (TCR) в диапазоне от 1 до 1000
Режим «Stealth»	применяется для энергосбережения, при работе устройства экран не светится

На экране устройства отображаются различные параметры: мощность, электрическое сопротивление, текущие сила тока и напряжение, общее количество затяжек, общее время затяжек. Также предусмотрена возможность поворота экрана посредством удерживания одновременно "+" и "-".

Для переключения режимов необходимо зайти в меню. Для входа в меню необходимо трижды нажать основную кнопку, при этом будет мигать надпись «Power». Кнопкой "+" можно переключать между режимами POWER/TEMP/TCR. В режиме TCR, пока название режима мигает, кнопкой "-" осуществляется вход в меню, где можно выбрать материал спирали (титан, никель, нерж. сталь) или ячейку памяти M1, M2 и M3. Изменения подтверждаются однократным нажатием основной кнопки.

Для тестирования СДН на курительной машине был обеспечен минимальный поток воздуха (кольцо контроля забора воздуха полностью закрыто) и установлена максимальная мощность устройства 200 Вт (в режиме VW удерживать «+» до тех пор, пока значение мощности не достигнет 200).

Устройство в процессе эксплуатации располагается горизонтально и подсоединяется мундштуком непосредственно к фильтру-ловушке курительной машины. Во время тестирования на курительной машине необходимо нажимать и удерживать кнопку активации при очередной затяжке машины, что является потенциальной проблемой с точки зрения стандартизации процедуры сбора аэрозоля. По имеющейся информации, производители лабораторных курительных машин разрабатывают приводы (актуаторы) нажатия кнопок активации на СДН для обеспечения полной автоматизации тестирования продукции.

В разделах 1.1-1.4 приведены основные особенности электронных систем доставки никотина. Материалом для исследований по сбору аэрозоля и определению компонентов аэрозоля послужили вышеописанные жидкости для СДН.

1.1.5 Электрические системы нагревания табака

Материалом для исследования являлись приобретенные в розничной торговой сети РФ СДН: комплекты электрической системы нагревания табака (ЭСНТ) марок IQOS™ 2.4P и Glo и изделия с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стики – к ним. Характеристики устройств и различных марок изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Характеристики устройств ЭСНТ и изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков

Наименование устройств ЭСНТ	Производитель устройств ЭСНТ	Технические характеристики устройств ЭСНТ	Шифр образца	Наименование и изготовитель изделий с нагреваемым табаком (нагреваемого табака) – стиков	Кол-во изделий в упаковке, шт.	Масса нетто табачной смеси/табака, г	Дата изготовления
IQOS 2.4P	Малайзия (по заказу «Филип Моррис Продактс С.А», Швейцария)	Напряжение держателя-3,7 В, Емкость - 120 мАч, Напряжение аккумулятора -5 В, Емкость - 2900 мАч,	A1	HEETS Amber Label HEETS from Parliament оранжевый (Тобacco) Изготов.Филип Моррис Мэньюфэкчуринг энд Технолоджи Болонья С.п.А. Италия	20	6,1	06.2018
			A2	HEETS Yellow Label (Тobacco) HEETS from Parliament желтый Изготов.Филип Моррис Мэньюфэкчуринг энд Технолоджи Болонья С.п.А. Италия	20	6,1	04.2018
			A3	HEETS Turquoise Label (Menthol) HEETS from Parliament Бирюзовый с ментолом Изготов.Филип Моррис Мэньюфэкчуринг энд Технолоджи Болонья С.п.А. Италия	20	6,1	05.2018
			A4	HEETS Purple Label (Fruit) HEETS from Parliament фиолетовый Изготов.Филип Моррис Мэньюфэкчуринг энд Технолоджи Болонья С.п.А. Италия	20	6,1	05.2018
Glo	Никовенчерз Трейдинг Лимитед, WC2R 3LA Великобритания	Напряжение – 5 В	B1	Kent Neosticks Классический табак Изготов. АО БАТ-СПБ, Санкт-Петербург, Россия	20	5,2	03.2018
			B2	Kent Neosticks Цитрик микс Fruit Изготов. АО БАТ-СПБ, Санкт-Петербург, Россия	20	5,2	03.2018
			B3	Kent Neosticks Дарк Фреш Menthol Изготов. АО БАТ-СПБ, Санкт-Петербург, Россия	20	5,2	05.2018

Электрическая система нагревания табака (ЭСНТ) IQOS™ 2.4P представляет собой устройство (систему доставки никотина), которое с помощью электричества нагревает изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик, содержащий наполнитель из гофрированного восстановленного табачного листа. Изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик вставляется в нагревающее устройство – Держатель. Во время использования Держатель нагревает изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик, в результате чего образуется аэрозоль, который вдыхает потребитель.

Заряда электроэнергии в Держателе достаточно для эксплуатации одного изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стика, далее Держатель должен быть заряжен при помощи Зарядного устройства, заряда которого достаточно для подзарядки Держателя примерно 20 раз и которое может подзарядаться от бытовой электросети.

В верхней части рисунка 16 изображено Зарядное устройство с закрытой крышкой. В средней части рисунка 16 показаны все три компонента (Зарядное устройство, Держатель, изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик) по отдельности. В нижней части рисунка 16 изображено Зарядное устройство с открытой крышкой, когда Держатель вставлен в Зарядное устройство.

Для эксплуатации ЭСНТ изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик необходимо вставить в Держатель табачным наполнителем вниз. Нагревание изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стика начинается после нажатия кнопки на Держателе, о завершении процесса первичного нагревания сигнализирует светодиодный индикатор.



Рисунок 16 – Общий вид ЭСНТ

Как только процесс первичного нагревания завершен, потребителю необходимо сделать затяжку, чтобы началась выработка аэрозоля. В этот момент запускается цикл нагревания в режиме последовательных затяжек, который позволяет потребителю получать стабильные ощущения в течение всего времени эксплуатации ЭСНТ. Изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик в Держателе может производить аэрозоль в течение примерно 6 минут, после чего светодиодный индикатор известит об окончании его эксплуатации. По завершении цикла необходимо повторно зарядить Держатель и заменить использованное изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик новым.

Изделия с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стики являются сменными картриджами для СДН, представляющими собой цилиндрические стержни длиной 45 мм, состоящие из четырех различных секций, обернутые в сигаретную и ободковую бумагу (рисунок 17).

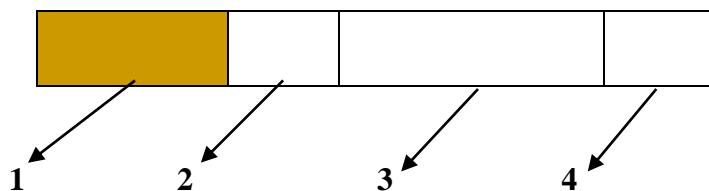


Рисунок 17 – Схема конструкции изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стика

Цилиндрический отрезок 1 длиной 12 мм, изготовлен из продольнорилеванного гомогенизированного табака, обернутого 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). Этот фильтр изготовлен из полилактида и предназначен для охлаждения и поглощения отдельных компонентов аэрозоля. Отрезок 4 длиной 7 мм является фильтрующим мундштуком, изготовлен из ацетатного волокна, обернутого фильтрооберточной бумагой (фицеллой).

Электрическая система нагревания табака (ЭСНТ) Glo представляет собой устройство (систему доставки никотина), которое с помощью электричества нагревает изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик, содержащий наполнитель из резаного восстановленного табака. Изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик вставляется в устройство для нагревания табака табачным наполнителем вниз, нагревается, в результате чего образуется аэрозоль, вдыхаемый потребителем. Общий вид устройства Glo представлен на рисунке 18.



Рисунок 18 – Общий вид устройства Glo

Зарядка устройства осуществляется через кабель порт USB. Полностью разряженное устройство заряжается до максимального уровня заряда за 4 часа. Максимальный уровень заряда батареи позволяет произвести свыше 20 сеансов работы устройства.

Для эксплуатации устройства необходимо установить изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик и включить устройство. Включение производится нажатием и удерживанием кнопки активации в течение 3 секунд. После включения подготовка к сеансу длится 40 секунд, после чего индикатор светится по всему кругу, что означает начало сеанса работы устройства. Выключается устройство после завершения сеанса, который длится 3,5 минуты.

Изделия с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стики, используемые в устройстве для нагревания табака Glo, имеют внешний вид сигарет супертонкого формата. Схема конструкции изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стика представлена на рисунке 19.

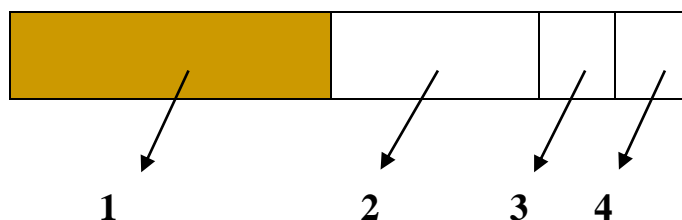


Рисунок 19 – Схема конструкции изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стика для Glo

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 полой 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 полой трубки из плотной бумаги.

Результаты определения физических параметров изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков, используемых в устройствах для нагревания табака IQOS™ 2.4P и Glo, приведены в таблице 4.

Как видно из таблицы 4, изделия с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стики для IQOS™ 2.4P и Glo различаются по длине изделия, табачного штранга, фильтра, ободковой бумаги, а также диаметру, сопротивлению затяжке, массе.

Таблица 4 – Физические параметры изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков для ЭСНТ IQOS™ 2.4P и Glo

Шифр обр.	Диаметр, мм	Длина, мм				Сопр. затяжке изделия, мм вод.ст.	Масса изделия, г	Масса табачной смеси/табака в 1 шт., г
		изделия	таб. штранга	ободк. бумаги	комбин. фильтра			
A1	7,27	45	12	20	33	62	0,7899	0,2948
A2	7,18	45	12	20	33	48	0,7854	0,2909
A3	7,26	45	12	20	33	74	0,8465	0,3021
A4	7,32	45	12	20	30	62	0,8420	0,3013
B1	5,44	83	42	46	41	78	0,4892	0,2687
B2	5,45	83	42	46	41	74	0,4923	0,2694
B3	5,42	83	42	46	41	77	0,4854	0,2619

1.1.6 Контрольные сигареты 3R4F

Контрольные сигареты 3R4F представляют собой сигареты, изготовленные в строго контролируемых производственных условиях, состоящие из тщательно подготовленного табачного сырья.

Использование контрольных образцов сигарет при анализе табачного дыма является общепринятой мировой практикой.

Контрольные образцы сигарет изготовлены в соответствии с международным стандартом ISO 16055-2012 «Tobacco and Tobacco Products. Monitor Test Piece. Requirements and use». На базе стандарта ISO 16055 в ФГБНУ ВНИИТТИ разработан межгосударственный стандарт ГОСТ 31629-2012 «Табак и табачные изделия. Контрольный образец. Требования и применение», который включен в «Перечень стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) в том числе правила отбора образцов, необходимых для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «Технический регламент на табачную продукцию» (ТР ТС 035/2014) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования», утвержденный решением ЕЭК от 26.01.2016 г. № 9.

Особенностью контрольных образцов сигарет является то, что для достижения их однородности используется хорошо перемешанное табачное сырье одного сорта без добавления расширенной жилки, восстановленного табака, умягчителей или ароматизаторов. Выпускаемая партия сигарет изготавливается в строго контролируемых производственных условиях и их количество должно быть достаточным для применения в течение по крайней мере двух лет. Используемые нетабачные материалы, такие как сигаретная бумага и фильтры, ободковая бумага тоже берутся из одной производственной партии, а во время производства фильтров проводится строгий контроль их параметров. Физические параметры контрольных сигарет представлены в таблице 5.

Таблица 5 – Физические параметры контрольных сигарет 3R4F

Физические параметры контрольных сигарет 3R4F	Показатели
Длина изделия, мм	84
Длина табачного жгута, мм	57
Длина фильтра, мм	27
Длина ободка, мм	32
Диаметр изделия, мм	7,95
Масса изделия, г	1,0252
Масса табачного жгута, г	0,7835
Масса табака нетто, г	0,7462
Масса фильтра, г	0,2417
Степень вентиляции фильтра, %	34
Сопротивление затяжке изделия, мм вод. столба	133

Методы исследования

В соответствии с требованиями нормативных документов [6, 7] перед сбором аэрозоля на курительной машине все образцы кондиционировали в течение не менее 48 и не более 120 часов при следующих условиях:

Атмосфера кондиционирования:

- температура – $22 \pm 1^\circ\text{C}$,
- относительная влажность – $60 \pm 3\%$.

Сбор аэрозоля образцов контрольных сигарет 3R4F и ЭСНТ проводили на 20-канальной курительной машине линейного типа Cerulean SM450 и на пятиканальной курительной машине линейного типа Cerulean SM405 при следующих условиях:

- температура, $^\circ\text{C}$ 22 ± 2 ,
- относительная влажность, % 60 ± 5 ,
- скорость воздуха в зоне сбора аэрозоля, мм/с 200 ± 50 ,
- профиль затяжки колоколообразный.

Для сбора аэрозоля использовали стандарт ISO 20778:2018 и два режима: ISO Intense (ISO-I) и ISO Intense экспериментальный (ISO-I_{эксп}),

которые различаются между собой продолжительностью затяжки. Режимы сбора аэрозоля приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Характеристика параметров сбора аэрозоля ЭСНТ

Параметры процесса	Режим ISO Intense (ISO-I)	Режим ISO Intense экспериментальный (ISO-I _{эксп})
Продолжительность затяжки, сек	2	3
Объем затяжки, мл	55	55
Пауза между затяжками, сек	30	30
Скорость воздуха в зоне тестирования, мл/мин	200	200
Блокировка вентиляции, %	100	100

Сбор аэрозоля исследуемых образцов одноразовых СДН, СДН со сменными картриджами и СДН с перезаправляемым баком проводили на 20-канальной курительной машине линейного типа Cerulean SM450 и на пятиканальной курительной машине линейного типа Cerulean SM405 при следующих условиях:

- температура, °С 22 ± 2,
- относительная влажность, % 60 ± 5,
- скорость воздуха в зоне сбора аэрозоля, мм/с 200 ± 50,
- профиль затяжки прямоугольный.

Сбор аэрозоля проводился при горизонтальном расположении устройств на курительной машине.

Для устройства с перезаправляемым баком iKuu i200, позволяющего регулировать мощность батареи и подачу воздуха, сбор аэрозоля проводился при максимальной мощности 200Вт и при полностью закрытом кольце регулировки вентиляции.

Для сбора аэрозоля СДН использовали два режима, в соответствии с методом CORESTA №81 [11]: CRM-81 и CRM-81 экспериментальный (CRM-81_{эксп}), которые различаются между собой продолжительностью затяжки.

Режимы сбора аэрозоля приведены в таблице 7.

Таблица 7 – Характеристика параметров сбора аэрозоля

Параметры процесса	Режим CRM-81	Режим CRM-81 экспериментальный
Продолжительность затяжки, сек	$3 \pm 0,1$	$4 \pm 0,1$
Объем затяжки, мл	$55 \pm 0,3$	$55 \pm 0,3$
Пауза между затяжками, сек	$30 \pm 0,5$	$30 \pm 0,5$

Методики сбора аэрозоля заключались в следующем:

- каждое устройство СДН взвешивалось перед началом и по окончании сбора аэрозоля, а масса испаренной жидкости определялась гравиметрическим методом, основанным на законе сохранения массы веществ при химических превращениях;

- ловушка со стекловолокнистым фильтром взвешивалась перед сбором аэрозоля и по его окончании. Масса собранного аэрозоля определялась гравиметрическим методом.

Для каждого устройства СДН проводился исчерпывающий сбор аэрозоля.

Баланс испаренной жидкости для СДН и собранного аэрозоля проводился для всех блоков затяжек.

Для каждого типа СДН был разработан план сбора аэрозоля.

Определение содержания никотина, глицерина, пропиленгликоля в аэрозоле проводили с помощью газожидкостного хроматографа КРИСТАЛЛ 2000М, оснащенного пламенно-ионизационным детектором; монооксида углерода – с помощью недисперсного инфракрасного анализатора,

откалиброванного для измерения монооксида углерода в парах и газах; бенз[а]пирена, 1,3-бутадиена, бензола - на масс-спектрометрическом комплексе ГХ/МС с масс-селективным детектором в режиме SIM марки GCMS-QP2020 компании Shimadzu.

Количественное определение содержания карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин) проводили с помощью жидкостного хроматографа Thermo Scientific Dionex UltiMate 3000 и масс-спектрометра TSQ Quantiva детектированием на электроспреевом источнике в режиме отрицательной полярности.

Количественное определение содержания нитрозаминов (NNN – нитрозонорникотин, NNK – 4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-пиридил-)-1-бутанон) проводили с помощью жидкостного хроматографа Thermo Scientific Dionex UltiMate 3000 и масс-спектрометра TSQ Quantiva детектированием на электроспреевом источнике в режиме положительной полярности.

При проведении исследований использовались методики сбора аэрозоля и определения содержания веществ в жидкостях и аэрозоле, адаптированные к имеющейся лабораторной базе ФГБНУ ВНИИТТИ на основе стандартных методов [5-9], методов ISO и CORESTA [10-14]. Используемые методы приведены в Приложениях А-Р.

Данные по применяемым методам приведены в таблице 8.

Таблица 8 – Методы, применяемые в исследовании никотиносодержащей продукции

Объект анализа	Изделия из табака нагреваемого (табак нагреваемый)		Жидкости для СДН	
	в сырье	в аэрозоле	в жидкости	в аэрозоле
Влажный конденсат	-	Приложение А, ISO 20778	-	Приложение Б, CORESTA№ 81
Глицерин, пропиленгликоль	-	-	Приложение И CORESTA№ 60	Приложение Ж CORESTA№ 84
Никотин	-	Приложение Ж CORESTA№ 84	Приложение И CORESTA№ 60	Приложение Ж CORESTA№ 84
Монооксид углерода	-	Приложение А ГОСТ Р 57458	-	Приложение А
Летучие органические вещества (бензол, 1,3-бутадиен)	-	Приложение В	Приложение Г	Приложение В
Бенз[а]пирен	-	Приложение Е CORESTA№ 82	Приложение Д	Приложение Е
Карбонильные соединения (формальдегид, ацетальдегид, акролеин)	-	Приложение К	Приложение Л	Приложение Л
Нитрозамины (NNN, NNK)	-	Приложение М	Приложение Н	Приложение Н
Вспомогательные методики				
Отбор образцов	-	ГОСТ Р 57458	ГОСТ Р 58109	
Кондиционирование образцов	-	ГОСТ ИСО 3402	ГОСТ ИСО 3402	ГОСТ ИСО 3402
Генерация аэрозоля	-	ISO 20778	-	CORESTA№ 81
Сбор газовой фазы аэрозоля	-	Приложение А ГОСТ Р 57458	-	Приложения Б, Р CORESTA№ 81
Сбор твердожидкой фазы аэрозоля	-	Приложение Б, CORESTA№ 81	-	Приложение П CORESTA№ 81

1.2 Исследования по количественному определению содержания в никотиносодержащей продукции никотина, пропиленгликоля, глицерина, влажного конденсата и девяти приоритетных токсичных компонентов по списку ВОЗ (монооксид углерода, формальдегид, ацетальдегид, акролеин, NNN, NNK, бензол, 1,3-бутадиен и бенз[а]пирен) с использованием различных видов систем доставки никотина

1.2.1 Электрическая система нагревания табака

Перед сбором аэрозоля с использованием устройства (системы доставки никотина) IQOS™ 2.4P предварительно проводится зарядка держателя с помощью зарядного устройства. До начала работы необходимо зарядить все зарядные устройства до постоянного свечения всех четырех индикаторов зеленым цветом. Если только один из индикаторов зарядного устройства горит зеленым цветом – это сигнал, что зарядное устройство скоро разрядится. Зарядка проводится с помощью блока питания, подключаемого к электрической розетке. Полная зарядка зарядного устройства длится примерно 90 минут, и обеспечивает возможность подзарядки держателя изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков примерно до 20 раз. После зарядки держателей в них вставляются изделия с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стики табачным наполнителем вниз до границы фильтрующего мундштука. Держатели с изделиями с нагреваемым табаком (табаком нагреваемым) – стики с помощью специального адаптера из плексигласа подсоединяются к предварительно взвешенным с точностью до 0,1 мг ловушкам с фильтрами из стекловолокна, прошедшими кондиционирование не менее 12 часов.

Для сбора аэрозоля держатели с изделиями с нагреваемым табаком (табаком нагреваемым) – стиками вставляют в ловушку так, чтобы конец фильтра упирался в диск с отверстием, находящимся внутри ловушки, что соответствует стандартной глубине, равной 9 мм.

Именно держатель нагревает изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик. На рисунке 20 показано расположение держателя,

вставленного в ловушку на курительной машине, и правильное расположение изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стика в держателе.



Рисунок 20 – Сбор аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков для IQOS™ 2.4P на курительной машине Cerulean SM450

Для начала процесса сбора аэрозоля на держателе нажимается и удерживается в течение 2 секунд кнопка включения. После этого загорается и мигает зеленым цветом световой индикатор держателя, что свидетельствует о начале процесса нагрева изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стика до оптимальной температуры, который длится примерно 20 секунд. После того как индикатор держателя загорается постоянным зеленым цветом, начинается процесс сбора аэрозоля, который длится ориентировочно 6 минут (около 12 затяжек).

Об окончании процедуры сбора аэрозоля предупреждает индикатор держателя, который загорается оранжевым цветом, а выключение индикатора держателя свидетельствует об окончании процесса сбора аэрозоля.

Для сбора аэрозоля на устройствах Glo предварительно проводится зарядка устройства через разъем USB. При этом на устройстве появится заполняемая белым цветом индикация из четырех сегментов вокруг кнопки

активации, которые показывают уровень текущего заряда. Мигает один сегмент – уровень заряда минимальный, светятся три сегмента и мигает четвертый – уровень заряда близок к максимальному. После окончания зарядки индикатор гаснет. Полностью разряженное устройство заряжается до максимального уровня заряда за 4 часа и позволяет провести более 20 сеансов эксплуатации устройства.

Кратковременное нажатие кнопки позволяет проверить уровня заряда устройства Glo. Количество светящихся сегментов индикатора при этом указывают на текущий уровень заряда: 1 сегмент мигает при необходимости выполнения зарядки, 1-ый сегмент светится постоянно при заряде на 25%, 2-ой – при заряде сегмента на 50%, 3-ий сегмент – при заряде на 75%, 4-ый сегмент – при заряде на 100% батареи устройства.

Для установки изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стика в устройство необходимо сдвинуть затвор и открыть входное отверстие нагревателя, затем слегка проворачивая установить изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик в нагреватель полностью до упора, при этом цветное кольцо изделия должно скрыться за краем устройства. Правильная установка изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стика в ЭСНТ Glo показана на рисунке 21.



Рисунок 21 – Правильная установка изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стика в СНТ Glo

Для сбора аэрозоля устройство при эксплуатации располагается горизонтально и подсоединяется мундштуком изделия с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стика непосредственно к предварительно взвешенной с точностью до 0,1 мг ловушке с фильтром из стекловолокна, прошедшим кондиционирование не менее 12 часов (рисунок 22).

Для начала процесса сбора аэрозоля необходимо установить изделие с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) – стик и включить устройство. Включение производится нажатием и удерживанием в течение 3 секунд кнопки активации. При включении чувствуется вибрация, индикатор мигает в первой четверти. По мере нагревания индикатор заполняется по всему кругу и продолжает светиться в течение всего сеанса.

После включения устройства подготовка к сеансу длится 40 секунд, после чего индикатор светится по всему кругу, что означает начало сеанса эксплуатации. Если устройство включено, то остановить или отложить сеанс невозможно.

После того, как устройство готово к эксплуатации, начинается процесс сбора аэрозоля, который составляет ориентировочно 7-8 затяжек. Устройство выключается после завершения сеанса, который длится 3,5 минуты.



Рисунок 22 – Сбор аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков Glo на курительной машине Cerulean SM450

Сбор аэрозоля проводился на курительной машине линейного типа Cerulean SM450 в соответствии с параметрами сбора аэрозоля, приведенными в таблице 7, и условиями окружающей среды, приведенными в разделе 1.

Содержание влажного конденсата, никотина, глицерина, пропиленгликоля и бенз[а]пирена определяли в дисперсной фазе аэрозоля, а монооксида углерода, бензола и 1,3-бутадиена – в газовой фазе аэрозоля.

Для определения компонентов дисперсной фазы аэрозоля по окончании процесса сбора аэрозоля устройства IQOS™ 2.4P и Glo отсоединяют от ловушки, ловушки снимают с курительной машины, сразу же закрывают колпачками фронтальное и тыльное отверстие ловушки и взвешивают с точностью до 0,1 мг. На обратной стороне каждого фильтра проверяют наличие пятен и влаги, которые свидетельствуют о перегрузе или дефекте фильтра. Такие фильтры выбрасывают, а процедуру сбора аэрозоля повторяют.

При каждом цикле сбора аэрозоля проводится холостой опыт с использованием дополнительной ловушки с фильтром без сбора аэрозоля.

При определении бензола и 1,3-бутадиена газовая фаза аэрозоля улавливается в последовательно соединенные охлаждаемые ловушки (барботеры), содержащие метанол. Первый барботер погружается в сосуд Дьюара со смесью льда и воды, а второй – в сосуд Дьюара со смесью твердой углекислоты и изопропанола с температурой смеси минус 70°C (рисунок 23).

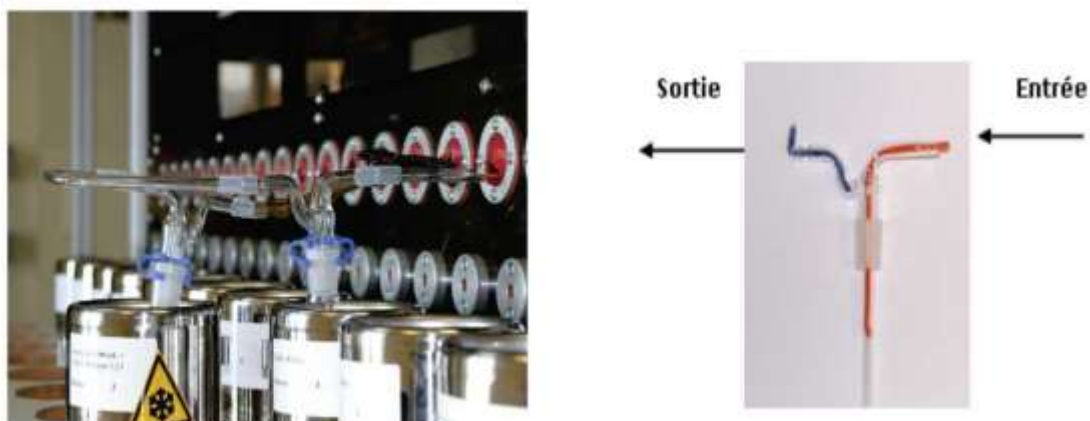


Рисунок 23 – Сбор газовой фазы аэрозоля при определении бензола и 1,3-бутадиена на курительной машине Cerulean SM450

Дальнейший анализ фильтров с собранной дисперсной фазой и метанольных растворов, содержащих вещества газовой фазы аэрозоля, проводят по методам, приведенным в подразделе 1.1

Улавливание компонентов газовой фазы при определении формальдегида, ацетальдегида, акролеина проводили через барботер, содержащий раствор динитрофенилгидразина при атмосфере проведения испытания (рисунок 24).



Рисунок 24 – Улавливание компонентов карбонильной группы с помощью барботера, присоединенного к курительной машине

На рисунке 25 приведено изображение изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков после проведения сбора аэрозоля, полученного при помощи ЭСНТ IQOS™ 2.4P (а) и Glo (б), а на рисунке 26 – вид стекловолокнистых фильтров после сбора аэрозоля.



а)

б)

Рисунок 25 – Вид изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков после сбора аэрозоля ЭСНТ IQOS™ 2.4P (а) и ЭСНТ Glo (б)



а)



б)

а) аэрозоль 5 изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков образца А1 на ЭСНТ IQOS™ 2.4P при режиме ISO Intense

б) аэрозоль 5 изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков образца В1 на ЭСНТ Glo при режиме ISO Intense

Рисунок 26 – Фильтры после сбора дисперсной фазы аэрозоля

В таблицах 9.1, 9.2 приведены результаты исследований по определению содержания никотина, монооксида углерода, глицерина, пропиленгликоля, бенз[а]пирена, 1,3-бутадиена, бензола, карбонильных соединений и нитрозаминов в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) при сборе аэрозоля в режимах ISO Intense (ISO-I) и ISO Intense экспериментальный (ISO-I_{эксп}), а также результаты исследований аэрозоля контрольных сигарет 3R4F.

Как видно из данных, приведенных в таблицах 9.1 и 9.2, содержание никотина в аэрозоле образцов А1-А4 примерно одинаковое и составляет 1,3 мг/шт., а в образцах В1-В3 – примерно на уровне 0,3-0,4 мг/шт.

В соответствии с требованиями ГОСТ Р 57458-2017 «Табак нагреваемый. Общие технические условия», отсутствие процесса горения или тления табака устанавливается по содержанию монооксида углерода в газовой фазе аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) и должно составлять не более 0,3 мг на 100 см³.

Результаты исследований свидетельствуют о том, что содержание монооксида углерода в образцах изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков А1 – А4 находится в интервале от 0,08 до 0,11 мг/100 см³, а в образцах изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) –

стиков В1 – В3 - в интервале от 0,03 до 0,05 мг/100 см³, что подтверждает отсутствие горения и тления в процессе тестирования образцов.

При сборе аэрозоля в режиме ISO Intense экспериментальный, когда продолжительность затяжки составляла не 2 сек, а 3 сек, содержание монооксида углерода в образце А1 увеличилось незначительно и составило 0,13 мг/ 100 см³, а в образце В1 – 0,05 мг/ 100 см³.

Приведенные результаты позволяют сделать вывод о том, что увеличение времени затяжки не приводит к увеличению температуры нагрева наполнителя и не провоцирует его тление и горение.

Содержание глицерина в образцах А1 – А4 примерно одинаково и находится в интервале от 5,4 до 5,6 мг/шт., а пропиленгликоля – в интервале от 0,2 до 0,3 мг/шт. В образцах В1 – В3 содержание глицерина составляет 5 мг/шт. Пропиленгликоль в образце В2 не обнаружен, а в образцах В1 и В3 его содержание находится в интервале от 0,2 до 0,3 мг/шт.

Содержание летучих органических соединений (1,3-бутадиена и бензола) в газовой фазе аэрозоля образцов А1 – А4 составляет для бензола 0,3-0,5 мгк/шт., для 1,3-бутадиена – 0,2-0,3 мгк/шт. В образцах В1 – В3 бензола обнаружено 0,05-0,06 мгк/шт., а содержание 1,3-бутадиена находится ниже предела определения метода, составляющего 0,192 мгк/шт.

Содержание бенз[а]пирена – в аэрозоле образцов А1 – А4 обнаружено на уровне 0,6-0,9 нг/шт., а в образцах В1 – В3 – 0,9 нг/шт.

Следует отметить, что содержание монооксида углерода, бенз[а]пирена, 1,3-бутадиена и бензола в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков как для ЭСНТ IQOS™ 2.4P, так и для ЭСНТ Glo на 90-99 % ниже, чем в дыме контрольных сигарет 3R4F.

Содержание карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин) в газовой фазе аэрозоля образцов А1 – А4 находится в интервале: формальдегид 2,05 - 4,97 мгк/шт., ацетальдегид 121,66 - 176,95 мкг/шт., акролеин 9,20 - 13,66 мкг/шт.

Таблица 9.1 - Содержание компонентов аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков для ЭСНТ разных марок при сборе аэрозоля в режимах ISO Intense (ISO-I) и ISO

Анализируемые вещества	A1 (ISO-I)		A1 (ISO-I _{эксп})		A2 (ISO-I)		A3 (ISO-I)		A4 (ISO-I)		Контр. сигарета 3R4F(ISO-I)	
	Среднее	std*	Среднее	std	Среднее	std	Среднее	std	Среднее	std	Среднее	std
Никотин, мг/шт.	1,26	0,05	1,28	0,04	1,12	0,13	1,25	0,10	1,28	0,11	1,66	0,11
Монооксид углерода, мг/100 см ³	0,09	0,02	0,13	0,01	0,08	0,02	0,11	0	0,11	0	5,21	1,26
Влажный конденсат (TPM), мг/шт.	42,0	0,01	40,0	0,01	36,0	0,02	44,0	0,01	44,0	0,01	39,19	1,23
Глицерин, мг/шт.	5,63	0,25	5,37	0,20	5,02	0,35	5,41	0,17	5,55	0,33	н/о**	н/о
Пропиленгликоль, мг/шт.	0,31	0,02	0,31	0,01	0,23	0,03	0,18	0,02	0,19	0,02	н/о	н/о
Бенз[а]пирен, нг/шт.	0,89	0,01	0,72	0,05	0,91	0,06	0,59	0,02	0,67	0,05	13,17	0,01
1,3-бутадиен, мкг/шт.	0,22	0,01	0,20	0,01	0,20	0,02	0,21	0,02	0,28	0,01	64,77	2,52
Бензол, мкг/шт.	0,44	0,01	0,51	0,03	0,35	0,01	0,47	0,02	0,46	0,03	83,20	0,83
Формальдегид, мкг/шт.	4,97	0,53	2,33	0,54	2,05	0,40	2,58	0,44	3,11	0,54	66,57	6,54
Ацетальдегид, мкг/шт.	176,9	2,57	121,7	2,13	149,9	2,51	169,6	2,24	160,4	1,73	1509,91	26,38
Акролеин, мкг/шт.	13,7	0,51	11,5	0,39	9,2	0,69	12,8	0,61	11,9	0,62	170,14	3,49
NNN, нг/шт.	15,2	0,77	14,7	0,72	10,8	0,47	13,9	0,67	14,0	0,71	292,86	14,37
NNK, нг/шт.	11,9	0,52	11,0	0,48	7,2	0,34	10,2	0,46	10,5	0,52	226,31	13,52

Примечание – * **std** - стандартное отклонение

** не определяли

Таблица 9.2 – Содержание компонентов аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков для ЭСНТ разных марок при сборе аэрозоля в режимах ISO Intense (ISO-I) и ISO

Анализируемые вещества	B1 (ISO-I)		B1 (ISO-I _{эксп})		B2 (ISO-I)		B3 (ISO-I)		Контр. сигарета 3R4F(ISO-I)	
	Среднее	std*	Среднее	std	Среднее	std	Среднее	std	Среднее	std
Никотин, мг/шт.	0,32	0,04	0,36	0,05	0,41	0,06	0,34	0,07	1,66	0,11
Монооксид углерода, мг/100 см ³	0,04	0	0,05	0,01	0,03	0,01	0,04	0	5,21	1,26
Влажный конденсат (ТРМ), мг/шт.	22,0	0,02	24,0	0,03	28,0	0,02	26,0	0,01	39,19	1,23
Глицерин, мг/шт.	4,57	0,25	4,98	0,27	5,14	0,31	4,48	0,33	н/о***	н/о
Пропиленгликоль, мг/шт.	0,20	0,03	0,21	0,04	н/о	0	0,33	0,06	н/о	н/о
Бенз[а]пирен, нг/шт.	0,92	0,02	0,88	0,01	0,94	0,02	0,89	0,03	13,17	0,01
1,3-бутадиен, мкг/шт.	0,03 <LOQ**	0,01	0,02 <LOQ	0,01	0,03 <LOQ	0,01	0,03 <LOQ	0,01	64,77	2,52
Бензол, мкг/шт.	0,05	0,01	0,06	0,01	0,06	0,01	0,06	0,01	83,20	0,83
Формальдегид, мкг/шт.	8,96	0,66	7,63	0,45	5,59	0,84	6,61	0,62	66,57	6,54
Ацетальдегид, мкг/шт	102,1	2,67	84,5	5,19	82,7	4,08	79,4	2,74	1509,91	26,38
Акролеин, мкг/шт.	3,70	0,36	2,84	0,16	3,17	0,18	3,06	0,11	170,14	3,49
NNN, нг/шт.	16,98	0,71	17,44	0,81	16,24	0,53	16,01	0,79	292,86	14,37
NNK, нг/шт.	5,71	0,61	6,23	0,54	6,17	0,49	5,67	0,62	226,31	13,52

Примечание – * - std - стандартное отклонение;

**LOQ_{butadiene} = 0,192 мкг/шт. – значение предела количественного определения 1,3-бутадиена в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков (0,192 мкг/шт.)

*** не определяли

Содержание карбонильных соединений в газовой фазе аэрозоля образцов В1 – В3 составляет: формальдегид 5,59 – 8,96 мкг/шт., ацетальдегид 79,39 - 102,11 мкг/шт., акролеин 2,84 -3,70 мкг/шт.

Исследования показали, что содержание нитрозоаминов (NNN – нитрозоникотин, NNK – 4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-пиридил-)-1-бутанон) в аэрозоле образцов:

А1 – А4 находится в интервале: для NNN от 10,81 до 15,22 мкг/шт., для NNK – от 7,23 до 11,89 мкг/шт.;

В1 – В3 находится в интервале: для NNN от 16,01 до 17,44 мкг/шт., для NNK – от 5,67 до 6,23 мкг/шт.

Результаты исследований свидетельствуют о том, что содержание карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин) и табачных специфических нитрозоаминов (NNN – нитрозоникотин, NNK – 4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил-)-1-Бутанон) в аэрозоле, получаемом из изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков ЭСНТ IQOS™ 2.4P и ЭСНТ Glo, ниже на 86-97%, чем содержание этих компонентов в дыме контрольных сигарет 3R4F.

Сравнение содержания компонентов аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков А1 – А4 и В1 – В3 при режимах сбора аэрозоля ISO Intense с продолжительностью затяжки 3 сек и ISO Intense экспериментальный с продолжительностью затяжки 4 сек позволяют сделать вывод о том, что увеличение продолжительности затяжки не привело к увеличению содержания определяемых компонентов, так как полученные результаты отличаются незначительно, в пределах погрешности методов определения.

Стандартные отклонения, приведенные в таблицах 9.1, 9.2, представляют собой статистическую величину, характеризующую разброс данных относительно среднего значения. Чем ближе стандартное отклонение к 0, тем надежнее среднее. Анализ величин стандартного отклонения, позволяет судить о том, что разброс результатов единичных определений

всех определяемых компонентов незначителен. Это свидетельствует о надежности используемых методов и о стабильности характеристик исследуемых образцов изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого).

Полученные результаты полностью согласуются с результатами других исследователей (Jean-Pierre Schaller, Daniela Keller, 2016; G. Jaccard, D. Tabin Djoko, 2017; Nadja Mallock, Lisa Buss, 2018; Mark Forster, Stacy Fiebelkorn, 2018; Xiangyu Li, Yanbo Luo, 2018), проводивших изучение состава аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков с использованием ЭСНТ IQOS™ 2.4P и Glo [13-17].

Полученные результаты по максимальному содержанию компонентов в аэрозоле ЭСНТ с точки зрения сравнения с контрольным образцом сигарет 3R4F представлены в таблице 10.

Таблица 10 – Сравнение максимального содержания компонентов аэрозоля ЭСНТ и содержания компонентов дыма контрольных сигарет 3R4F

Анализируемые вещества	IQOS™ 2.4P A1-A4 (ISO-I)	Glo B1-B3 (ISO-I)	Контр. сигарета 3R4F (ISO-I)	Снижение содержания в IQOS™ 2.4P по сравнению с 3R4F, %	Снижение содержания в Glo по сравнению с 3R4F, %
Никотин, мг/шт.	1,28	0,41	1,66	-22,9	-75,3
Монооксид углерода, мг/100 см ³	0,13	0,05	5,21	-97,5	-99,0
Бенз[а]пирен, нг/шт.	0,91	0,94	13,17	-93,1	-92,8
1,3-бутадиен, мкг/шт.	0,28	-	64,77	-99,6	-
Бензол, мкг/шт.	0,51	0,06	83,20	-99,4	-99,9
Формальдегид, мкг/шт.	4,97	8,96	66,57	-92,5	-86,5
Ацетальдегид, мкг/шт.	176,90	102,10	1509,91	-88,3	-93,2
Акролеин, мкг/шт.	13,70	3,70	170,14	-91,9	-97,8
NNN, нг/шт.	15,20	17,44	292,86	-94,8	-94,0
NNK, нг/шт.	11,90	6,23	226,31	-94,7	-97,2

1.2.2 Жидкости для СДН

В таблице 11 приведены результаты определения никотина, глицерина и пропиленгликоля во всех образцах жидкости для СДН, величины стандартного отклонения и коэффициентов вариации, которые представляют собой результаты статистической обработки полученных данных.

Стандартное отклонение представляет собой статистическую величину, характеризующую разброс данных относительно среднего значения и выражается в тех же единицах, что и результат анализа. Однако стандартное отклонение дает абсолютную оценку меры разброса значений, и чтобы понять, насколько она велика относительно самих значений, требуется относительный показатель. Такой показатель называется коэффициент вариации.

Таблица 11 – Содержание никотина, глицерина и пропиленгликоля в жидкостях для СДН, мг/г

K ¹	H ²	n ³	Никотин			Глицерин			Пропиленгликоль		
			среднее	Std	коэф. вар.	среднее	Std	коэф. вар.	среднее	Std	коэф. вар.
LUXLITE											
C1	24	3	13	0,16	1,2	244	15,7	6,4	563	10,7	1,9
C2	9	3	10	1,08	10,7	241	2,90	1,2	581	15,8	2,7
C3	9	3	11	0,19	1,8	240	6,6	2,8	570	1,24	0,2
C4	9	3	11	0,26	2,4	230	1,1	0,5	561	18,9	3,4
Logic Pro											
D1	12	3	8	0,13	1,7	448	18,6	4,2	436	2,02	0,5
D2	6	3	4	0,04	1,2	462	11,4	2,5	432	1,88	0,4
D3	6	3	5	0,04	1,2	454	25,9	5,7	436	0,77	0,2
D4	6	3	4	0,12	3,0	445	24,8	5,6	434	20,7	4,8
Von Erl My											
E1	24	3	15	1,60	10,1	543	25,7	4,7	301	27,8	9,2
E2	24	3	7	0,67	9,3	593	15,8	2,7	260	20,1	7,7
E3	24	3	11	1,25	11,7	571	16,6	2,9	240	17,5	7,3
E4	24	3	9	0,21	2,3	510	7,83	1,5	301	5,71	1,9
JOYETECH											
F1	14	3	12	0,58	5,0	377	23,0	6,1	602	29,0	4,8
F2	14	3	7	0,37	5,1	392	21,4	5,5	590	29,1	4,9
ООО "Основа"											
G1	6	3	3	0,06	2,0	712	16,4	2,3	239	9,01	3,8
ООО "БИОФОРМАТ"											
G2	6	3	5	0,28	0,6	704	56,9	8,1	241	2,15	0,9

Примечание – K¹ – код образца; H² – содержание никотина, указанное производителем на упаковке; n³ – количество повторностей определения

В статистике принято, что если коэффициент вариации меньше 10%, то степень рассеивания данных считается незначительной, от 10% до 20% - средней, больше 20% и меньше или равно 33% - значительной.

Приведенные в таблице коэффициенты вариации свидетельствуют о том, что степень рассеивания результатов по определению никотина, глицерина и пропиленгликоля во всех образцах жидкости для СДН можно считать незначительной.

Анализ данных, приведенных в таблице 11, показал, что содержание никотина в жидкости для СДН большинства исследованных образцов не соответствует информации о содержании никотина на упаковке.

Соотношение содержания глицерина/пропиленгликоля (VG/PG), в жидкости для СДН (шифр образца G2) на упаковке было приведено только у ООО "БИОФОРМАТ". Как видно из данных по содержанию глицерина и пропиленгликоля таблицы 11, эта информация является достоверной.

В образцах C1-C4 одноразовых СДН марки LUXLITE соотношение содержания VG/PG составило 30/70, образцах капсул D1- D4 СДН Logic Pro – 50/50, образцах картриджей E2 и E3 СДН Logic Pro – 70/30, в образце картриджа E1 – 65/35, в образце картриджа E4 – 60/40. В образцах F1- F2 жидкости для СДН марки JOYETECH соотношение содержания VG/PG составило 40/60, а в образце жидкости G1 – 75/25.

С 1 июня 2018 года в России вступил в действие национальный стандарт ГОСТ Р 58109-2018 «Жидкости для электронных систем доставки никотина. Общие технические условия» [5]. Как видно из данных, приведенных в таблице 12, все образцы жидкостей для СДН изготовлены до вступления в действие вышеупомянутого нормативного документа.

Следует отметить, что в п. 5.4 ГОСТ Р 58109-2018 сказано, что содержание никотина в жидкостях должно находиться в интервале $\pm 20\%$ от указанного на упаковке, но не менее $\pm 0,1$ мг/см³ для жидкостей с концентрацией никотина до 1 мг/см³ и не менее ± 1 мг/см³ для жидкостей с концентрацией 1 мг/см³ и выше.

В таблице 12 приведены результаты оценки соответствия информации о содержании никотина на упаковке требованиям п. 5.4 ГОСТ Р 58109-2018.

Таблица 12 – Соответствие информации на упаковке требованиям п. 5.4 ГОСТ Р 58109-2018

Содержание никотина на упаковке	20% от содержания никотина на упаковке, мг/мл	Фактическое содержание никотина, мг/мл	Интервал содержания с учетом $\pm 20\%$, мг/мл	% несоответствия содержанию никотина на упаковке
LUXLITE				
24	± 5	13	19-29	46
9	± 2	10	7-11	0
9	± 2	11	7-11	0
9	± 2	11	7-11	0
Logic Pro				
12	± 2	8	10-14	33
6	± 1	4	5-7	33
6	± 1	5	5-7	17
6	± 1	4	5-7	33
Von Erl My				
24	± 5	15	19-29	38
24	± 5	7	19-29	71
24	± 5	11	19-29	54
24	± 5	9	19-29	63
JOYETECH				
14	± 3	12	12-16	0
14	± 3	7	12-16	50
ООО "Основа"				
6	± 1	3	5-7	50
ООО "БИОФОРМАТ"				
6	± 1	5	5-7	0

Анализ данных, приведенных в таблице 12, показал, что три образца одноразовых СДН марки LUXLITE и по одному образцу жидкостей JOYETECH и ООО "БИОФОРМАТ" соответствуют требованиям п. 5.4 ГОСТ Р 58109-2018, что составляет 21% от исследованных жидкостей.

Несоответствие информации, приведенной производителем на упаковке, составляет от 17 до 63 %. Аналогичные результаты получены и другими исследовательскими лабораториями.

Так, в работе (Hutzlere et al. 2014) сообщается, что из 70 образцов жидкостей для СДН, на упаковке которых были приведены данные о содержании никотина, 17% содержали больше указанного количества, 34% содержали меньше, чем указано на упаковке на 10% или более, причем один образец содержал на 172% больше, чем указано на упаковке [20].

Существенное несоответствие информации о содержании никотина на упаковке жидкостей для СДН в интервале от 15 до 100% отмечается в работах других зарубежных исследователей [21-27]. В ранее проведенных институтом определениях никотина в коммерческих образцах жидкостей [28-31] также было отмечено несоответствие содержания никотина информации на упаковке.

В таблице 13 приведены результаты определения содержания бензола, бенз[а]пирена, 1,3-бутадиена в жидкостях для СДН.

Таблица 13 - Содержание бенз[а]пирена, 1,3-бутадиена, бензола в жидкости для СДН

Наименование СДН	Шифр образца	Бенз[а]пирен, нг/г	1,3-бутадиен, мкг/г	Бензол, мкг/г
		среднее значение	среднее значение	среднее значение
Luxlite	C1	< LOQ*	< LOQ	< LOQ
	C2	< LOQ	< LOQ	< LOQ
	C3	н/о**	< LOQ	< LOQ
	C4	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Logic Pro	D1	н/о	н/о	< LOQ
	D2	н/о	н/о	< LOQ
	D3	н/о	н/о	н/о
	D4	н/о	н/о	< LOQ
VON Erl My	E1	н/о	н/о	< LOQ
	E2	н/о	н/о	< LOQ
	E3	н/о	н/о	< LOQ
	E4	н/о	н/о	н/о
JOYETECH	F1	< LOQ	< LOQ	< LOQ
	F2	н/о	< LOQ	< LOQ
ООО «Основа»	G1	н/о	< LOQ	< LOQ
ООО «БИОФОРМАТ»	G2	н/о	< LOQ	< LOQ

Примечание – * LOQ – ниже предела количественного определения в жидкости для СДН

** н/о – не обнаружено

Как видно из данных, приведенных в таблице 13, содержание бензола, бенз[а]пирена и 1,3-бутадиена в исследуемых жидкостях для СДН или не обнаружено, или находится ниже предела количественного определения, составляющего для :

- бенз[а]пирена - 1 нг/г,
- 1,3-бутадиена - 0,48 мкг/г,
- бензола - 0,13 мкг/г.

Аналогичные результаты были получены зарубежными учеными, проводившими исследования на аналогичном аналитическом оборудовании [22, 32-33].

В таблице 14 приведены результаты определения содержания карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин) в жидкости для СДН.

Таблица 14 – Содержание карбонильных соединений в жидкости для СДН

Наименование СДН	Ши фр обра зца	Формальдегид, мкг/г	Ацетальдегид, мкг/г	Акролеин, мкг/г
		среднее значение	среднее значение	среднее значение
Luxlite	C1	< LOQ	< LOQ	н/о
	C2	< LOQ	< LOQ	н/о
	C3	< LOQ	< LOQ	н/о
	C4	< LOQ	< LOQ	н/о
Logic Pro	D1	< LOQ	н/о	н/о
	D2	< LOQ	н/о	н/о
	D3	< LOQ	н/о	н/о
	D4	< LOQ	н/о	н/о
VON Erl My	E1	< LOQ	< LOQ	н/о
	E2	< LOQ	< LOQ	н/о
	E3	< LOQ	< LOQ	н/о
	E4	< LOQ	< LOQ	н/о
JOYE TECH	F1	< LOQ	н/о	н/о
	F2	н/о	н/о	н/о
ООО «Основа»	G1	< LOQ	< LOQ	н/о
ООО «БИО ФОРМАТ»	G2	< LOQ	< LOQ	н/о

Примечание – * LOQ_{Formald} = 0,60 мкг /г – значение предела количественного определения формальдегида в жидкости для СДН

**LOQ_{Acetald} = 2,56 мкг /г - значение предела количественного определения ацетальдегида в жидкости для СДН

***LOQ_{Acrolein} = 0,60 мкг/г - значение предела количественного определения акролеина в жидкости для СДН

Результаты исследований, представленные в таблице 14, свидетельствуют о том, что содержание карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид) в исследуемых образцах жидкости для СДН ниже предела количественного определения или ниже предела обнаружения метода. Акролеин в исследуемых образцах жидкости для СДН не обнаружен.

В таблице 15 приведены результаты определения содержания табачных специфических нитрозаминов (NNN – нитрозонорникотин, NNK – 4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил-)-1-Бутанон) в жидкости для СДН.

Таблица 15 – Содержание табачных специфических нитрозаминов в жидкости для СДН

Наименование СДН	Шифр образца	NNN, нг/г	NNK, нг/г
		среднее значение	среднее значение
Luxlite	C1	< LOQ	< LOQ
	C2	< LOQ	< LOQ
	C3	н/о	< LOQ
	C4	< LOQ	< LOQ
Logic Pro	D1	< LOQ	н/о
	D2	н/о	н/о
	D3	н/о	н/о
	D4	н/о	н/о
VON Erl My	E1	< LOQ	н/о
	E2	н/о	н/о
	E3	< LOQ	н/о
	E4	н/о	н/о
JOYE TECH	F1	< LOQ	н/о
	F2	н/о	н/о
ООО «Основа»	G1	н/о	н/о
ООО «БИОФОРМАТ»	G2	н/о	н/о

Примечание – * LOQ NNN = 1 нг/г – значение предела количественного определения нитрозоникотина в жидкости для СДН

**LOQ NNK = 1 нг/г - значение предела количественного определения 4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-пиридил-)-1-бутанона в жидкости для СДН

Содержание табачных специфических нитрозаминов в исследуемых образцах жидкости для СДН ниже предела количественного определения или не обнаружены.

1.2.3 Одноразовые СДН, СДН со сменным картриджем, СДН с перезаправляемой емкостью (баком)

На количество генерируемого аэрозоля оказывают влияние ряд факторов, включая само устройство (например, объем жидкости, напряжение, температура нагревательного элемента, материал из которого изготовлен фитиль), настройка устройства, тип устройства и т.д.

На генерацию и состав аэрозоля могут оказать влияние такие параметры как время, объем и частота затяжки, профиль затяжки, номер затяжки, состояние заряда аккумулятора, время работы нагревательного элемента, подаваемое напряжение, степень вентиляции устройства и его ориентация при генерации аэрозоля на курительной машине.

Основным фактором, влияющим на количество образующегося аэрозоля, является продолжительность активации нагревательного элемента. Пока на нагревательный элемент поступает жидкость для СДН, количество образующегося аэрозоля будет увеличиваться пропорционально времени нагрева. Некоторые устройства могут автоматически ограничивать продолжительность активации нагревательного элемента.

Исследования показали, что увеличение и уменьшение объема затяжки не оказывает существенного влияния на количество генерируемого аэрозоля. Кроме того, при активации устройства происходит забор воздуха, необходимый для создания аэрозоля. Скорость воздушного потока может варьироваться в зависимости от дизайна устройства.

В отличие от обычных сигарет, частота затяжек имеет ограниченное влияние на количество генерируемого аэрозоля, так как в перерыве между затяжками устройство находится в состоянии покоя, т.е. отключено. Увеличение частоты затяжек может незначительно увеличивать образование аэрозоля, при этом все остальные факторы остаются постоянными, так как температура нагревательного элемента и фитиля остается повышенной. В отличие от прокуривания сигарет, при имитации тестирования СДН рекомендуется использовать прямоугольный профиль затяжки, так как при

колоколообразном профиле затяжки скорость воздушного потока будет недостаточной для сбора аэрозоля в начале и конце затяжки. При использовании прямоугольного профиля затяжки поток воздуха будет постоянный, что обеспечит максимальное образование аэрозоля.

При увеличении количества затяжек возрастает количество образующегося и собранного аэрозоля. Важно следить за тем, чтобы не перегрузить емкость стекловолокнистого фильтра, так как масса, которую способен удерживать фильтр Ø 44 мм, равняется примерно 850 мг аэрозоля. С увеличением вентиляции масса аэрозоля уменьшается при неизменности всех остальных факторов. Таким образом, наибольшее продуцирование аэрозоля достигается при минимальной настройке вентиляции.

В зависимости от конструкции устройства может потребоваться установка его не в горизонтальном положении, как обычно, а корректировка его ориентации под определенным углом, чтобы обеспечить постоянное смачивание фитиля жидкостью для СДН. Таким образом, перед проведением испытаний необходимо тщательное рассмотрение типа и производительности СДН.

При сборе аэрозоля желательно избегать активации нагрева при минимальном уровне жидкости для СДН в устройстве, так как это может привести к термической деградации жидкости и образованию нетипичных побочных продуктов.

Для получения сопоставимых результатов аэрозоль, вырабатываемый СДН, необходимо собирать в соответствии с методом CRM № 81 [12], с установленными предварительно параметрами: объемом, длительностью затяжки и паузой между затяжками. Модификация заключается в том, что при установке СДН требуется использование приспособлений, позволяющих удерживать их в горизонтальном положении. В зависимости от типов и количества устройств, установленных для одновременного сбора аэрозоля, может потребоваться применение специального устройства для одновременной активации кнопки включения СДН. Так, для СДН iKuu i200

требуется пятикратное нажатие кнопки для запуска цикла нагревания. Цикл последовательных затяжек для разных устройств подбирается индивидуально при проведении предварительных испытаний.

Так, для СДН LUXLITE и Von Erl Му на один фильтр может быть собран аэрозоль от 50 затяжек, а для СДН iКуш i200 – от пяти затяжек.

Одноразовые СДН LUXLITE

В таблице 16 приведен план сбора аэрозоля одноразовых СДН LUXLITE.

Таблица 16 – План сбора аэрозоля, продуцируемого СДН LUXLITE

		Повторность 1	Повторность 2	Повторность 3	Повторность 4
American Blend Full C1	Метод сбора аэрозоля/ блоки для анализа	CRM-81	CRM-81	CRM-81	CRM-81
	первый	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
	средний	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
	последний	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
American Blend Full C1	Метод сбора аэрозоля	CRM-81 _{эксп}	CRM-81 _{эксп}	CRM-81 _{эксп}	CRM-81 _{эксп}
	первый	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
	средний	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
	последний	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
American Blend Light C2	Метод сбора аэрозоля	CRM-81	CRM-81	CRM-81	CRM-81
	первый	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
	средний	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
	последний	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
Aroma Cherry C3	Метод сбора аэрозоля	CRM-81	CRM-81	CRM-81	CRM-81
	первый	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
	средний	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
	последний	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
Breeze Menthol + Grape C4	Метод сбора аэрозоля	CRM-81	CRM-81	CRM-81	CRM-81
	первый	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
	средний	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы
	последний	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы	Nic, VG,PG, CO, карбонылы

Как видно из плана, приведенного в таблице 16, для одноразовых СДН с жидкостью American Blend Full сбор аэрозоля проводился при двух режимах CRM-81 и CRM-81_{эксп.}. Сбор и определение компонентов аэрозоля (никотина, глицерина, пропиленгликоля, монооксида углерода, карбонильных соединений) проводился для каждого типа вкуса в четырех повторностях. Проведенные предварительно испытания показали, что при установленных режимах сбора аэрозоля для одной одноразовой СДН LUXLITE может быть произведено от 250 до 300 затяжек. Жидкую фазу аэрозоля улавливали на традиционные фильтры из стекловолокна (Cambridge Filter Pad) диаметром 44 мм. На один фильтр собирали аэрозоль от 50 затяжек.

Ввиду большого объема работ для определения компонентов аэрозоля на анализ передавались фильтры первого, среднего и последнего блока затяжек.

На рисунке 27 представлено изображение положения СДН LUXLITE на курительной машине и запечатлено свечение индикатора в момент затяжки.



Рисунок 27 – Одноразовые СДН LUXLITE на курительной машине
в момент затяжки

Сбор аэрозоля одноразовых СДН LUXLITE проходил довольно равномерно. Результаты подсчета баланса приведены в таблице 17.

Таблица 17 – Баланс расходования жидкости для СДН и сбора аэрозоля, продуцируемого СДН LUXLITE с различными вкусами

Наименование показателей	Сбор аэрозоля по вкусам жидкости для СДН				
	American Blend Full (C1)	American Blend Full (C1)	American Blend Light (C2)	Aroma Cherry (C3)	Breeze Menthol + Grape (C4)
Режим сбора аэрозоля	CRM-81	CRM-81 _{эксп}	CRM-81	CRM-81	CRM-81
Кол-во блоков сбора аэрозоля	6	5	6	6	5
Количество устройств, шт.	4	4	4	4	4
Израсходовано при сборе аэрозоля, г	2,72	2,38	2,25	3,42	3,19
Собрано жидкой фазы аэрозоля, г	2,65	2,27	2,19	3,36	3,07
Отношение израсходованной массы жидкости к массе аэрозоля, %	97,4	95,2	97,4	98,2	96,2

Как видно из данных, приведенных в таблице 17, процент сбора аэрозоля высокий, что свидетельствует о надежности устройств.

Сбор аэрозоля на разных устройствах проходил не очень равномерно, что будет показано на рисунках далее.

При сборе аэрозоля жидкости для СДН C1 по режиму CRM-81 все устройства закончили работу на шестом блоке затяжек. Устройство 1 замигало на 5-й затяжке, 2-е на 14-й, 3-е на 16-й, а 4-е на 25-й затяжке.

При сборе аэрозоля жидкости для СДН C1 по режиму CRM-81_{эксп} два устройства закончили работу на третьем блоке затяжек, а два остальных на пятом блоке.

При сборе аэрозоля жидкости для СДН C2 по режиму CRM-81 второе устройство оказалось бракованным, а три оставшихся закончили работу на шестом блоке затяжек. Устройство 4 замигало на 48-ой затяжке блока 4, но потом продолжило работу, а 1-е замигало на 5 затяжке блока 6.

При сборе аэрозоля жидкости для СДН C3 по режиму CRM-81 все устройства закончили работу на шестом блоке затяжек и одновременно начали мигать на 30-й затяжке.

При сборе аэрозоля жидкости для СДН С4 по режиму CRM-81 все устройства закончили работу на пятом блоке.

На рисунках 28 – 32 приведены диаграммы, наглядно отражающие процесс генерации аэрозоля разными СДН при разных режимах и с разными вкусами.

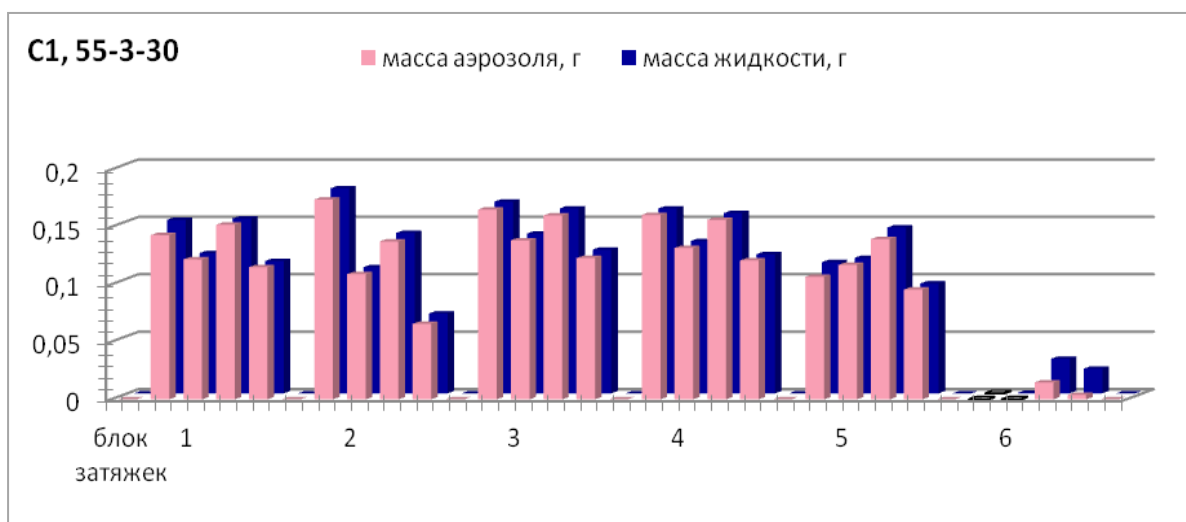


Рисунок 28 – Генерация аэрозоля (жидкость для СДН С1 по режиму CRM-81)

Как видно из диаграмм, при изменении длительности затяжки увеличилось количество испаренной жидкости, собранного аэрозоля и уменьшилась количество затяжек. Устройства 1 и 2 выработали свой ресурс на третьем блоке затыжек, а 3 и 4 продолжали работу до пятого блока.

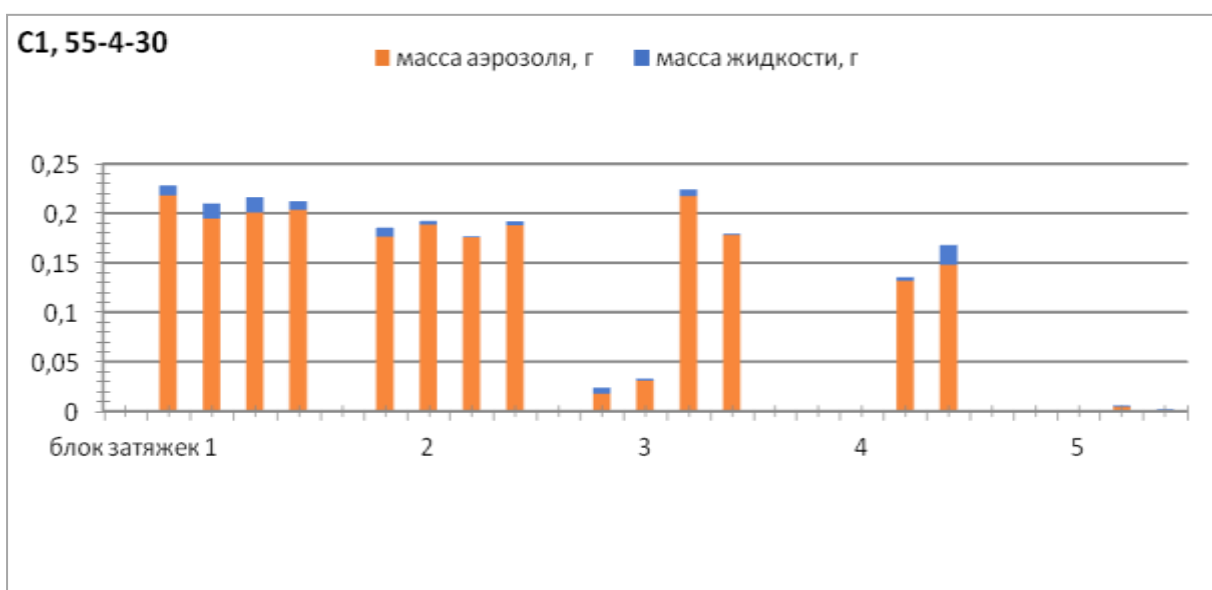


Рисунок 29 – Генерация аэрозоля (жидкость для СДН С1 по режиму CRM-81эксп)

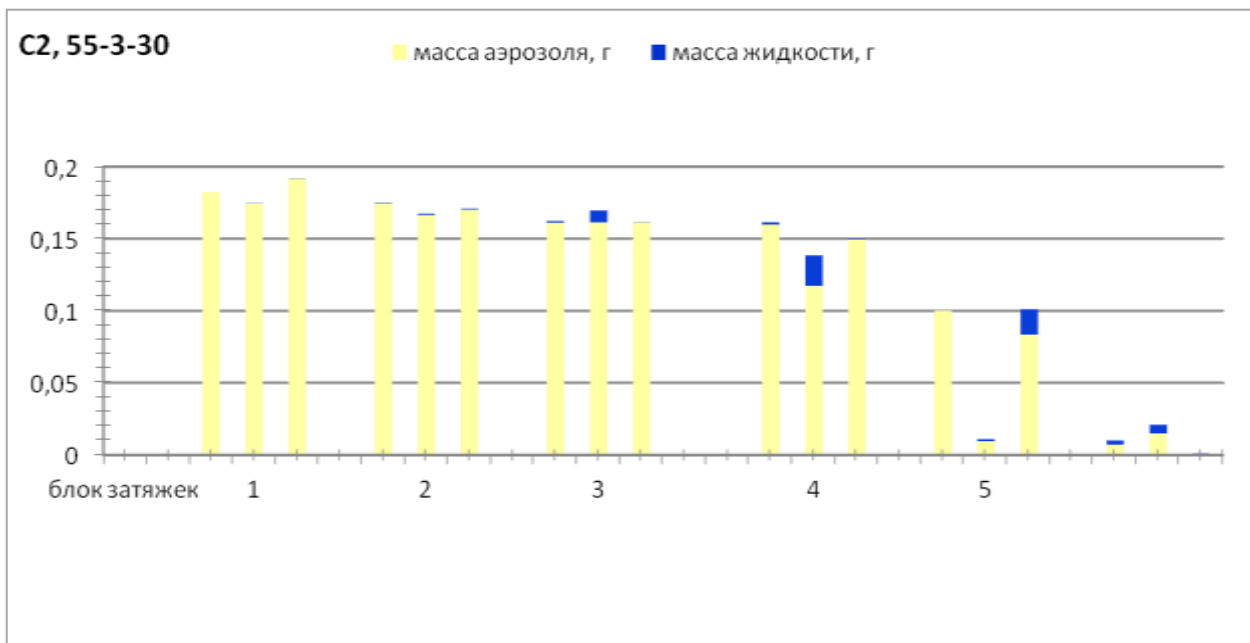


Рисунок 30 – Генерация аэрозоля (жидкость для СДН С2 по режиму CRM-81)

Несмотря на то, что при сборе аэрозоля, полученного из жидкости для СДН С2, одно устройство оказалось бракованным, оставшиеся устройства очень равномерно генерировали аэрозоль все три блока затяжек, а по мере испарения жидкости второе устройство стало отставать в 4-ом и 5-ом блоках, но дошло до финиша.

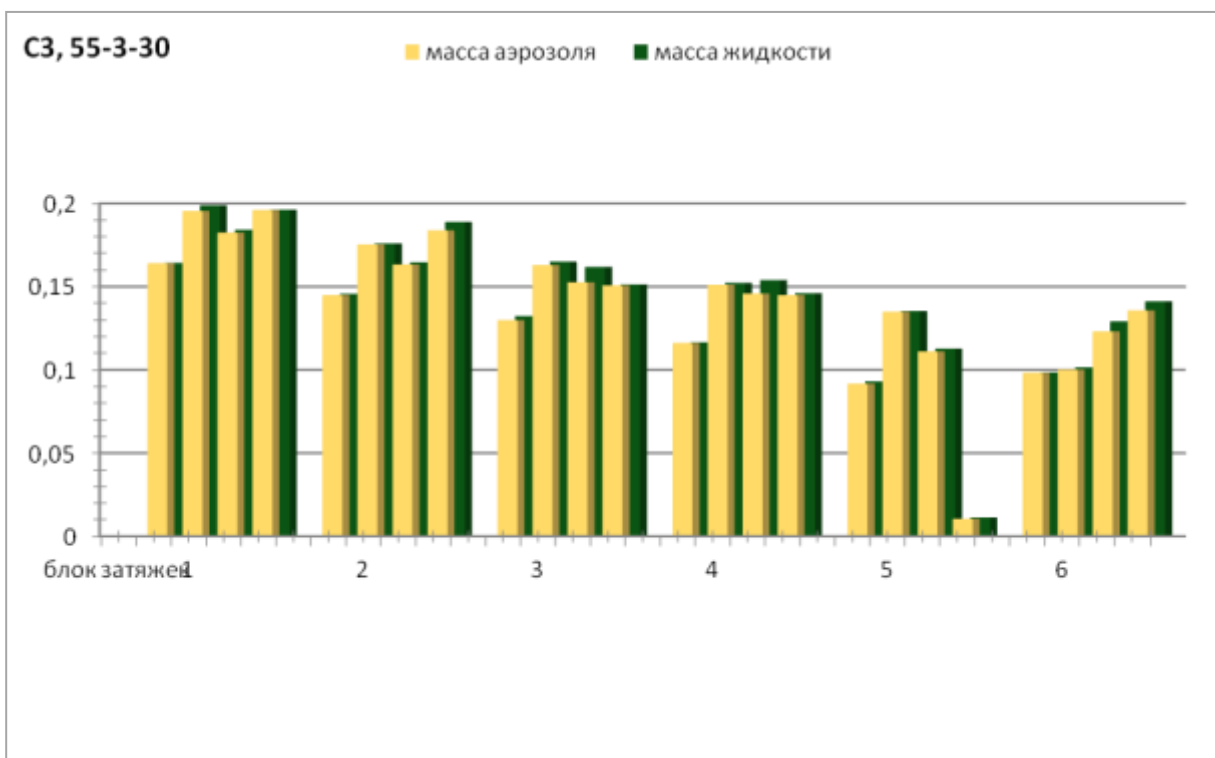


Рисунок 31 – Генерация аэрозоля (жидкость для СДН С3 по режиму CRM-81)

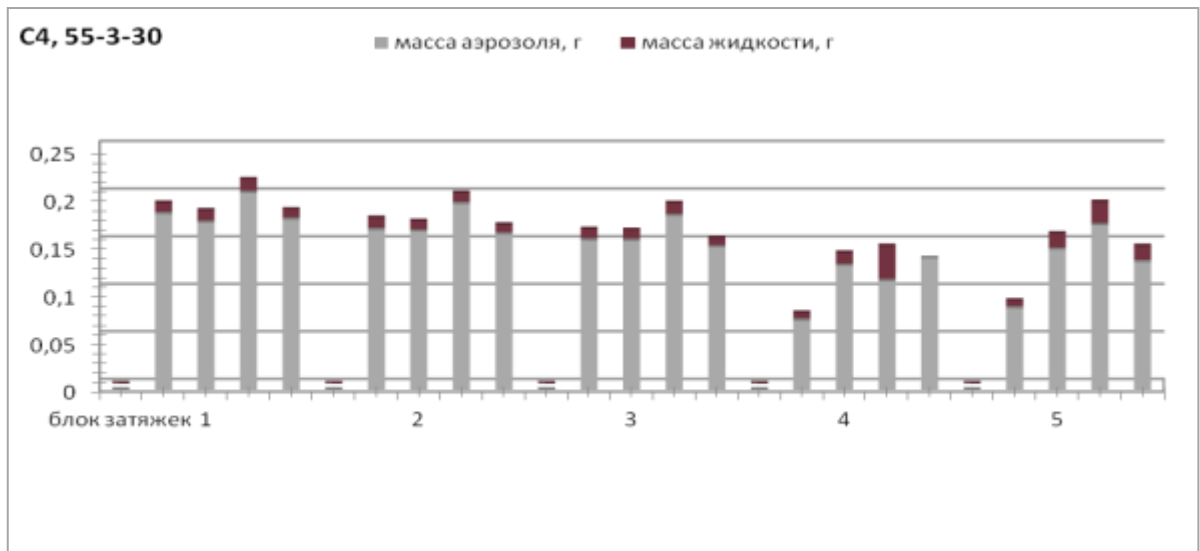


Рисунок 32 – Генерация аэрозоля (жидкость для СДН С1 по режиму CRM-81)

Относительно равномерно происходил сбор аэрозоля и при работе СДН со вкусами жидкости С3 и С4.

Определение содержания никотина, глицерина, пропиленгликоля и монооксида углерода в аэрозоле, полученном при испытании одноразовых СДН LUXLITE, проводили в аэрозоле первого, третьего и пятого блока затяжек. На рисунке 33 представлена диаграмма содержания компонентов аэрозоля по блокам затяжек, режимам сбора аэрозоля и вкусам жидкости.

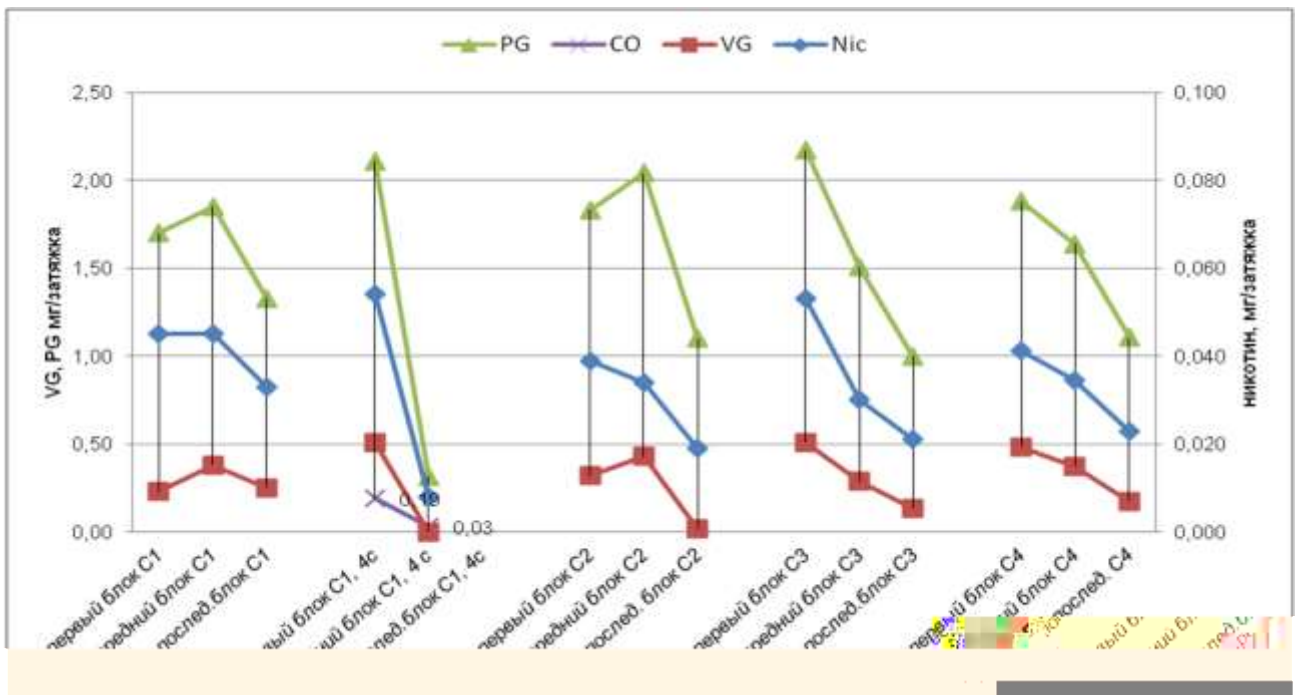


Рисунок 33 – Содержание в аэрозоле одноразовых СДН LUXLITE никотина, глицерина, пропиленгликоля и монооксида углерода по вкусам жидкости и режимам сбора аэрозоля

Как видно из диаграммы, при увеличении продолжительности затяжки до 4 секунд в газовой фазе аэрозоля появляется монооксид углерода. Вероятнее всего при более длительной продолжительности затяжки продуцировать монооксид углерода могут компоненты картриджа в результате перегрева. Как и на диаграмме по сбору аэрозоля в третьем блоке резко снизилось количество аэрозоля, соответственно, и содержание его компонентов. Примерно одинаковое содержание никотина в аэрозоле соответствует его содержанию в образцах жидкости для СДН. Содержание глицерина в аэрозоле ниже, чем пропиленгликоля, что коррелирует с составом жидкости.

Определение содержания карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин) в аэрозоле, генерируемом одноразовыми СДН LUXLITE, проводили в первом, третьем (среднем) и пятом (последнем) блоке затяжек.

Таблица 18 – Содержание карбонильных соединений в аэрозоле LUXLITE

Жидкость в СДН LUXLITE	Анализируемый блок затяжек	Формальдегид, мкг/затяж.		Ацетальдегид, мкг/затяж.		Акролеин, мкг/затяж.	
		среднее значение	ст.отк.	среднее значение	ст.отк.	среднее значение	ст.отк.
American Blend Full (C1)	первый (1)	0,049	0,03	н/о	/	0,005	0,01
	средний (3)	0,102	0,19	н/о	/	0,018	0,03
	последний (5)	0,026	0,03	0,002	0,01	0,032	0,00
American Blend Full (C1) CRM-81 _{эксп}	первый (1)	1,27	0,48	н/о	/	н/о	/
	средний (3)	0,91	0,27	н/о	/	н/о	/
	последний (5)	0,52	0,29	н/о	/	н/о	/
American Blend Light (C2)	первый (1)	0,024	0,03	0,046	0,04	0,034	0,00
	средний (3)	0,022	0,02	0,031	0,04	0,034	0,01
	последний (5)	0,021	0,03	0,007	0,01	0,034	0,00
Aroma Cherry (C3)	первый	0,101	0,17	0,063	0,02	0,043	0,02
	средний (3)	0,031	0,00	0,117	0,05	0,034	0,00
	последний (5)	0,012	0,00	0,112	0,06	0,067	0,04
Breeze Menthol + Grape (C4)	первый (1)	0,014	0,01	0,062	0,03	0,034	0,01
	средний (3)	0,019	0,01	0,030	0,03	0,043	0,02
	последний (5)	0,010	0,02	н/о	/	0,054	0,00

Результаты исследований показали, что при увеличении продолжительности затяжки до 4 секунд, в газовой фазе аэрозоля увеличивается содержание формальдегида. В третьем блоке аэрозоля увеличивается содержание акролеина, и происходит снижение содержания формальдегида.

СДН со сменными картриджами Von Erl My

Проведено исследование состава аэрозоля СДН со сменными картриджами Von Erl My.

На рисунке 34 представлено положение СДН Von Erl My на курительной машине, а в таблице 19 приведен план сбора аэрозоля СДН Von Erl My.

Так как СДН Von Erl My имеет овальный мундштук, то для соединения с ловушкой, содержащей фильтр для сбора аэрозоля, необходимы дополнительные приспособления в виде отрезков гибких шлангов. Для придания горизонтального положения СДН на курительной машине использовались специальные подставки.

Как видно из плана, приведенного в таблице 18, для СДН с картриджами, содержащими жидкость E1, сбор аэрозоля проводился при двух режимах CRM-81 и CRM-81_{эксп}.

Сбор и определение компонентов аэрозоля (никотина, глицерина, пропиленгликоля и монооксида углерода) проводился для типа вкуса E1, E2, E3 и E4 сначала на четырех СДН 1-4. Картриджи с жидкостями разных вкусов вставляли в одни и те же устройства.

Параллельно проводился сбор аэрозоля на шести устройствах 9-14. При этом в СДН попеременно вставляли картриджи с разными вкусами. При последнем цикле сбора аэрозоля во все СДН установили картриджи со вкусом E1 и сбор аэрозоля проводился при экспериментальном режиме сбора аэрозоля с продолжительностью затяжки 4 сек (CRM-81_{эксп}).

Проведенные предварительно испытания показали, что при установленных режимах сбора аэрозоля для одного устройства Von Erl Му может быть произведено не менее 300 затяжек. Жидкую фазу аэрозоля улавливали на фильтры из стекловолокна (Cambridge Filter Pad) диаметром 44 мм. На один фильтр собирали аэрозоль от 50 затяжек.



Рисунок 34 – Сбор аэрозоля СДН Von Erl Му на курительной машине

Для каждого картриджа СДН проводился исчерпывающий сбор аэрозоля.

Баланс испаренной жидкости и собранного аэрозоля проводился для всех блоков затяжек по всем устройствам.

Результаты баланса представлены в таблице 20.

Таблица 19 – План сбора аэрозоля СДН Von Erl Mu со сменными картриджами по содержанию никотина, пропиленгликоля, глицерина, монооксида углерода

Номера устройств		СДН 1 -2 5-6	СДН 3-4 7-8	СДН 9-10	СДН 11-12	СДН 13-14
Raw Тобассо классик Е1	Блоки затяжек для анализа	CRM-81	CRM-81	Е2 CRM-81	Е3 CRM-81	Е4 CRM-81
	первый	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
	средний	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
	последний	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
Lolly Drop мята Е2		CRM-81	CRM-81	Е4 CRM-81	Е2 CRM-81	Е3 CRM-81
	первый	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
	средний	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
	последний	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
Turbo малина- клубника Е3		CRM-81	CRM-81	Е3 CRM-81	Е4 CRM-81	Е2 CRM-81
	первый	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
	средний	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
	последний	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
Kuurada манго-гуава Е4		CRM-81	CRM-81	Е1 CRM-81 _{эксп}	Е1 CRM-81 _{эксп}	Е1 CRM-81 _{эксп}
	первый	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
	средний	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO
	последний	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO	Nic, VG,PG, CO

Таблица 20 – Баланс расходования жидкости для СДН при сборе аэрозоля с использованием устройств 1-8 (1-4) Von Erl Mu с картриджами

Наименование показателей	Повторности (циклы) сбора аэрозоля			
	Смена картриджа (цикл) 1	Смена картриджа (цикл) 2	Смена картриджа (цикл) 3	Смена картриджа (цикл) 4
Количество блоков сбора аэрозоля	6	6	7	6
Количество устройств, шт.	8	4	4	4
Израсходовано жидкости при сборе аэрозоля, г	12,8107	6,7374	6,6198	6,6517
Собрано жидкой фазы аэрозоля, г	11,9287	6,2036	6,0410	5,8772
Отношение израсходованной массы жидкости к массе аэрозоля, %	93,1	92,1	91,3	88,4

Сбор аэрозоля с использованием устройств Von Erl Mu проводился по вышеприведенному плану.

Расход жидкости для СДН при сборе аэрозоля на лабораторной курительной машине на 8 устройствах Von Erl Mu в первой повторности за 6 блоков, т.е. за 300 затяжек (1 блок = 50 затяжек) составил 12,8107 г.

При этом было собрано на фильтр жидкой фазы аэрозоля в количестве 11,9287 г. Отношение израсходованной массы заправленной жидкости к массе полученного жидкого аэрозоля, составило 93,1 %.

Во второй и четвертой повторностях для сбора аэрозоля использовались по 4 устройства Von Erl Mu при тех же режимах, отношение израсходованной массы заправленной жидкости к массе полученного жидкого аэрозоля составило, соответственно, 92,1 % и 88,4%.

В третьей повторности для сбора аэрозоля использовалось 4 устройства Von Erl Mu за 7 блоков, т.е. за 350 затяжек (1 блок = 50 затяжек), отношение израсходованной массы заправленной жидкости к массе полученного жидкого аэрозоля, составило 91,3 %.

В среднем, в данной серии эксперимента отношение израсходованной массы заправленной жидкости к массе полученного жидкого аэрозоля, составило 91,2 %.

На рисунках 35 – 38 приведены диаграммы сбора аэрозоля.

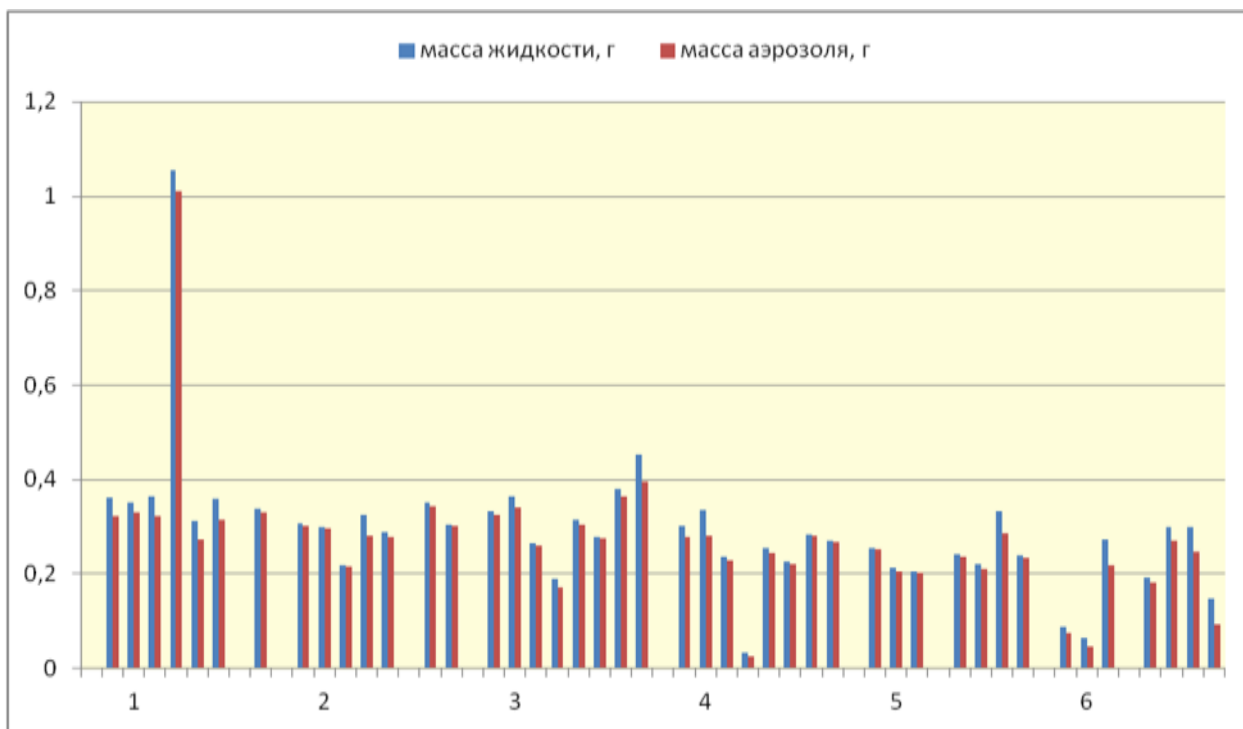


Рисунок 35 – Сбор аэрозоля с картриджем E1 (Raw Tobacco классик) на восьми СДН по режиму CRM-81

На диаграмме отчетливо видно, что на четвертом устройстве произошел заброс жидкости в ловушку. Как поясняют пользователи, это может произойти в случае, если намотка недостаточно прогревается, и жидкость не успевает превратиться в пар. В первом блоке сбора аэрозоля было заменено из-за брака СДН 7. При сборе аэрозоля во вторых 50 затяжках перестало работать устройство 6. После проведения сбора аэрозоля в третьем блоке затяжки все устройства и картриджи при снятии с машины были в жидкости. Всего было собрано шесть блоков аэрозоля по 50 затяжек каждый.

На рисунке 36 приведена диаграмма сбора аэрозоля с картриджем E2 (Lolly Drop мята) на четырех СДН по режиму CRM-81.

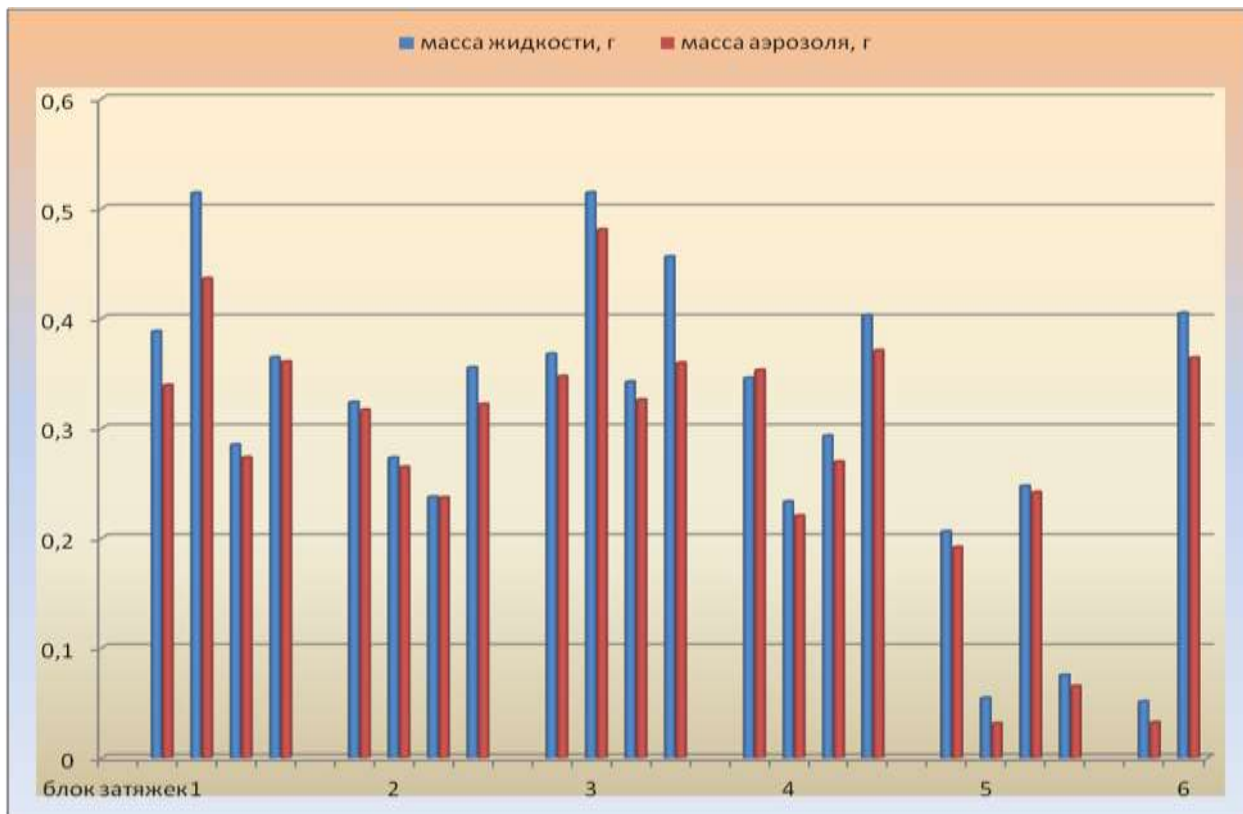


Рисунок 36 – Сбор аэрозоля с картриджем E2 (Lolly Drop мята) на четырех СДН по режиму CRM-81

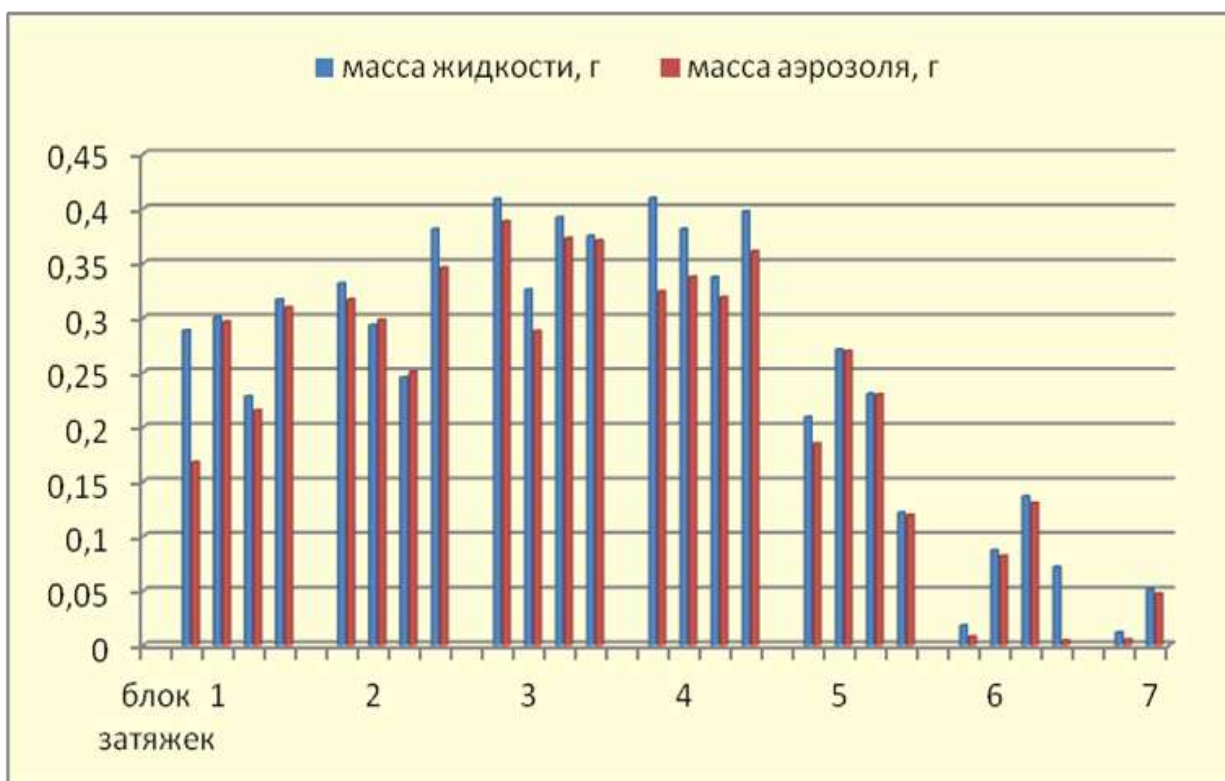


Рисунок 37 – Сбор аэрозоля с картриджем E3 (Turbo малина-клубника) на четырех СДН по режиму CRM-81

Как видно из диаграмм, сбор аэрозоля проходил более равномерно. Все устройства нормально работали, но количество испаряемой жидкости для СДН и генерируемого аэрозоля было неравномерно. Сбор аэрозоля с картриджем E2 закончился на шестом блоке, причем устройства 2 и 4 на шестом блоке уже не генерировали аэрозоль.

Сбор аэрозоля с картриджем E3 (рисунок 37) был произведен за семь блоков, но на седьмом блоке генерировали аэрозоль только 2-е и 3-е устройства.

На рисунке 38 представлена диаграмма сбора аэрозоля с картриджем E4.

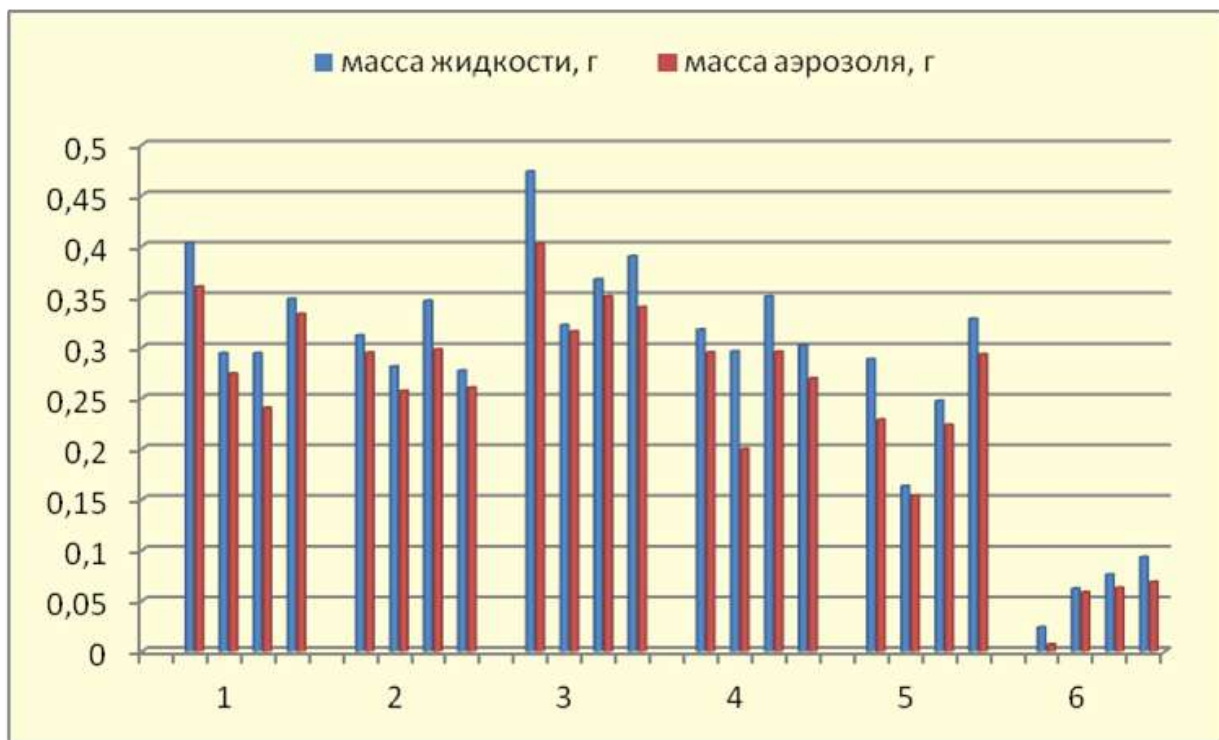


Рисунок 38 – Сбор аэрозоля, картриджи E4 (Kuurada манго-гуава) на четырех СДН по режиму CRM-81

Сбор аэрозоля был проведен за 300 затяжек (6 блоков). Как видно из диаграммы устройства работали не совсем равномерно. Наибольшее количество аэрозоля было собрано в первом и третьем блоке затяжек.

В таблице 21 представлены результаты баланса расходования жидкости для СДН с использованием СДН 9-14.

Таблица 21 – Баланс расходования жидкости для СДН при сборе аэрозоля с использованием СДН №,№ 9-14 Von Erl Mu со сменными картриджами

Наименование показателей	Повторности (циклы) сбора аэрозоля			
	Смена картриджа (цикл) 1	Смена картриджа (цикл) 2	Смена картриджа (цикл) 3	Смена картриджа (цикл) 4
Количество блоков сбора аэрозоля	8	6	7	6
Количество устройств, шт.	6	6	6	6
Израсходовано жидкости при сборе аэрозоля, г	10,2822	10,3117	10,0347	10,5458
Собрано жидкой фазы аэрозоля, г	9,8757	9,4757	8,8184	9,4851
Отношение израсходованной массы жидкости к массе аэрозоля, %	90,05	91,89	87,88	89,94

Во второй серии эксперимента по сбору аэрозоля с использованием устройств Von Erl Mu со сменными картриджами в каждой повторности использовали по 6 устройств.

Сбор аэрозоля в 1 цикле прошел за 8 блоков (400 затяжек), во 2 и 4 повторностях прошел за 6 блоков, т.е. по 300 затяжек. Следует учесть, что при смене картриджа в 4-ом цикле сбор аэрозоля проводился по режиму CRM-81_{эксп.}

В третьей повторности сбор аэрозоля прошел за 7 блоков, т.е. 350 затяжек.

В данной серии эксперимента были получены близкие результаты, в среднем отношение израсходованной массы заправленной в картриджи жидкости для СДН к массе полученного аэрозоля, составило 89,94 %, что на 3 процента меньше, чем на устройствах 1-8 и 1-4.

На рисунках 39-42 представлены диаграммы сбора аэрозоля на устройствах 9-14.

В этих циклах сбора аэрозоля каждые два устройства имели картриджи с разными вкусами (Е2- Е4) и в последующих циклах сбора аэрозоля картриджи меняли согласно плану проведения исследований.

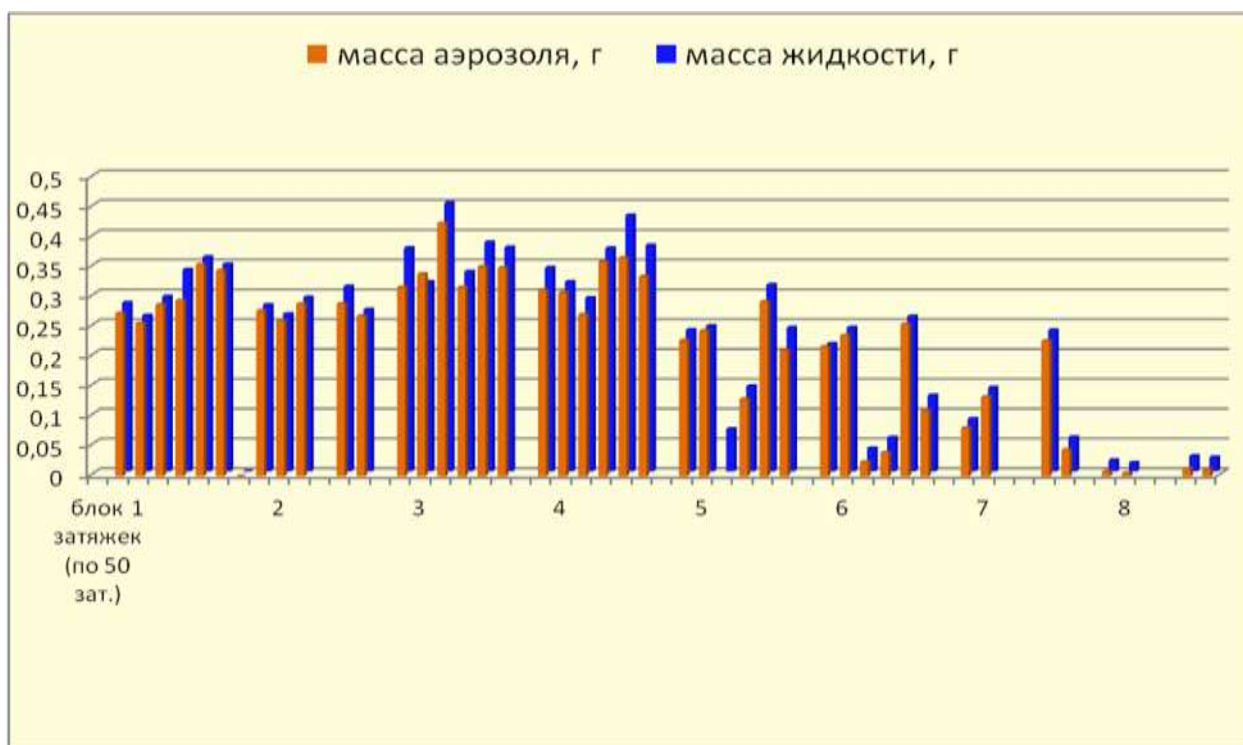


Рисунок 39 – Сбор аэрозоля с картриджами E2, E3, E4 на СДН 9-14 по режиму CRM-81

Как видно из рисунка 39 во втором блоке затыжек СДН № 12 не работало, а в третьем блоке и последующем блоках продолжило работу и на шестом блоке закончило генерировать аэрозоль вместе с устройством № 11. СДН 9-10 и 13-14 закончили работу на восьмом блоке затыжек.

При следующем цикле сбора аэрозоля в СДН попарно были вставлены картриджи с другими вкусами: E4, E2, E3.

Как видно из диаграмм, СДН слажено работали во втором цикле сбора аэрозоля, а в третьем цикле пошел небольшой разнобой. В каждом цикле было собран аэрозоль за шесть блоков затыжек, причем в третьем цикле СДН 12-14 активно генерировали аэрозоль, но на шестом цикле закончили свою работу.



Рисунок 40 – Сбор аэрозоля с картриджами E4, E2, E3 на СДН 9-14 по режиму CRM-81



Рисунок 41 – Сбор аэрозоля с картриджами E3, E4, E2 с использованием СДН 9-14 по режиму CRM-81

При сборе аэрозоля с картриджами, содержащими жидкость E1 с использованием СДН 9-14 по режиму CRM-81_{эксп}, генерация аэрозоля была выше, особенно это заметно на третьем блоке затяжек, и все устройства закончили работу на шестом блоке затяжек.

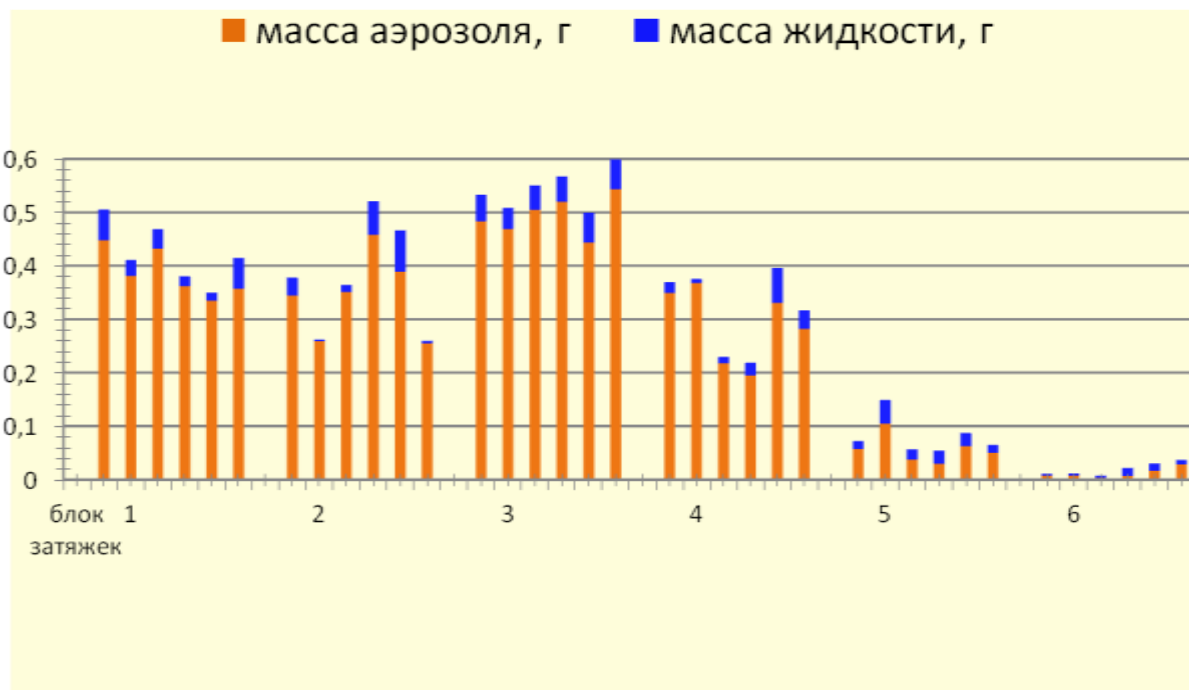


Рисунок 42 – Сбор аэрозоля с картриджами E1 на СДН 9-14 по режиму CRM-81_{эксп}

Определение содержания никотина, глицерина пропиленгликоля и монооксида углерода в аэрозоле, полученном при сборе аэрозоля на СДН Von Erl Mu, проводили в аэрозоле первого, третьего и пятого блока затяжек. На рисунке 43 представлен график, отражающий содержание компонентов аэрозоля по блокам затяжек и вкусам жидкости для устройств 1-4.

Как видно из графика, содержание компонентов аэрозоля имеет достаточно большой коридор колебаний. Следует отметить, что на пятом блоке цикла 1 впервые обнаружено содержание монооксида углерода в газовой фазе аэрозоля с содержанием от 0,33 до 2,01 мг на 50 затяжек. Содержание монооксида углерода от 0,67 до 1,68 в СДН 1, 2 и 4 обнаружено в пятом блоке цикла 2. В пятом, шестом и седьмом блоках цикла 3 содержание СО определено на уровне от 0,34 до 3,02 мг/50 затяжек.

Если в 5 блоке монооксид углерода продуцировали устройства 1 и 4, то в 5-ом и шестом блоке – все СДН. При четвертой перезаправке картриджа в пятом блоке содержание СО в газовой фазе аэрозоля от 1,35 до 2,35 мг/50 затяжек отмечено на всех четырех устройствах.

При режиме сбора аэрозоля CRM-81_{эксп} (время затяжки 4 сек) монооксид углерода содержался в аэрозоле с 4-го по 6 блок в количестве от 0,34 до 3,03 мг/50 затяжек.

В таблице 22 приведены результаты определения содержания никотина, глицерина, пропиленгликоля, монооксида углерода в аэрозоле, собранном с использованием устройств №№ 9-14 Von Erl My.

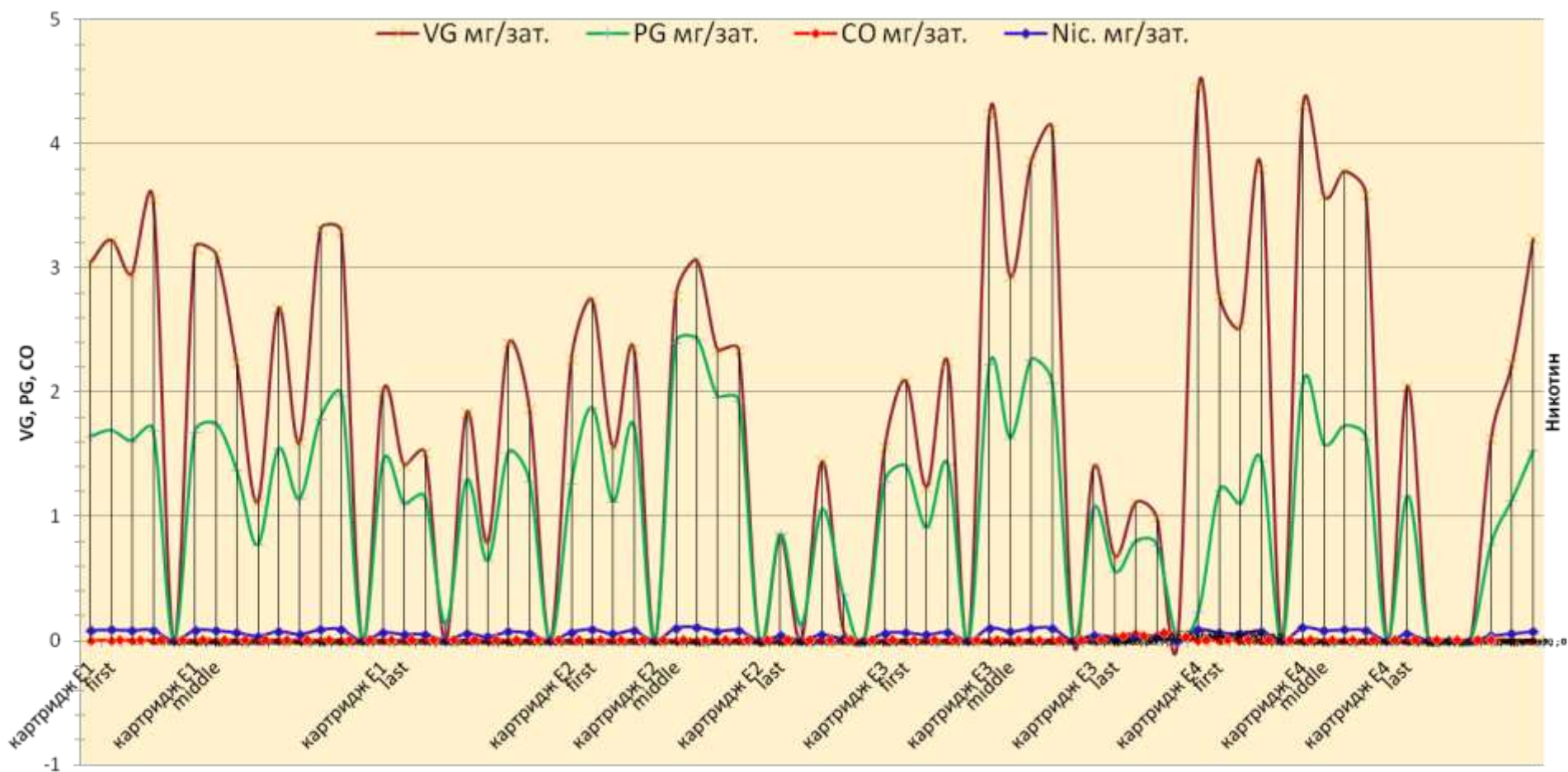


Рисунок 43 - Содержание в аэрозоле СДН Von Erl Му (устройства 1-4) никотина, глицерина, пропиленгликоля и монооксида углерода по вкусу жидкости для СДН и блокам анализа аэрозоля с коридором колебаний

Таблица 22 – Результаты определения содержания никотина, глицерина, пропиленгликоля, монооксида углерода в аэрозоле, собранном с использованием устройств №№ 9-14 СДН Von Erl My

Анализируемый блок затяжек	№ СДН	никотин		глицерин		пропиленгликоль		монооксид углерода	
		мг/зат.	мг/мг аэр.	мг/зат.	мг/мг аэр.	мг/зат.	мг/мг аэр.	мг/50 зат.	мг/зат.
Карт. Е2, Е3, Е4	9	0,033	0,006	2,68	0,49	1,18	0,22	н/о*	н/о
Первый блок	10	0,031	0,006	2,54	0,50	1,09	0,21	н/о	н/о
	11	0,054	0,009	2,89	0,50	1,17	0,20	н/о	н/о
	12	0,055	0,003	3,20	0,54	1,15	0,19	н/о	н/о
	13	0,064	0,009	2,45	0,34	0,50	0,21	н/о	н/о
	14	0,045	0,007	2,50	0,36	1,47	0,21	н/о	н/о
Карт. Е2, Е3, Е4	9	0,038	0,006	3,22	0,52	1,36	0,22	н/о	н/о
Средний блок	10	0,037	0,006	3,02	0,49	1,40	0,23	н/о	н/о
	11	0,068	0,013	2,13	0,39	1,48	0,27	0,33	0,0066
	12	0,027	0,004	1,14	0,16	1,51	0,21	н/о	н/о
	13	0,062	0,009	3,25	0,44	1,50	0,21	н/о	н/о
	14	0,059	0,009	3,50	0,52	1,39	0,21	н/о	н/о
Карт. Е2,Е3,Е4	9	0,008	0,005	0,23	0,14	0,31	0,19	1,31	0,0262
Последний блок	10	0,013	0,005	0,48	0,18	0,55	0,21	1,31	0,0262
	11	0,012	0,011	0,12	0,12	0,27	0,26	0,66	0,0132
	12	0,019	0,007	0,57	0,22			1,33	0,0266
	13	0,032	0,007	1,29	0,28	0,78	0,17	1,97	0,0328
	14	0,006	0,007	0,06	0,06	0,16	0,17	1,64	0,0328
Карт. Е4, Е2, Е3	9	0,064	0,009	2,05	0,28	1,58	0,23	н/о	н/о
Первый блок	10	0,064	0,009	2,23	0,32	1,55	0,22	н/о	н/о
	11	0,045	0,006	3,46	0,48	1,58	0,22	н/о	н/о
	12	0,046	0,006	3,86	0,52	1,65	0,22	н/о	н/о
	13	0,062	0,009	3,46	0,53	1,32	0,20	н/о	н/о

	14	0,134	0,018	2,95	0,41	2,74	0,38	н/о	н/о
	9	0,036	0,006	1,48	0,23	1,23	0,19	н/о	н/о
Карт. Е4, Е2, Е3	10	0,053	0,008	1,72	0,25	1,35	0,20	н/о	н/о
Средний блок	11	0,036	0,005	2,80	0,40	н/о	н/о	н/о	н/о
	12	0,037	0,005	3,05	0,40	1,31	0,17	н/о	н/о
	13	0,051	0,007	2,78	0,40	1,07	0,16	н/о	н/о
	14	0,107	0,015	1,95	0,27	2,65	0,31	н/о	н/о
	9	0,031	0,008	1,11	0,27	1,16	0,28		
Карт. Е4, Е2, Е3	10	0,034	0,010	0,69	0,21	0,94	0,28	0,02	0,0004
Последний блок	11	0,034	0,006	2,19	0,41	1,27	0,24	0,02	0,0004
	12	0,009	0,006	0,21	0,13	0,35	0,22	0,04	0,0008
	13	0,038	0,009	1,67	0,40	0,87	0,21	0,03	0,0006
	14					0,06	0,32	0,02	0,0004
	9	0,085	0,0132	1,9704	0,3067	1,6436	0,2559	н/о	н/о
Карт. Е3,Е4,Е2	10	0,126	0,0182	3,6388	0,5251	2,4012	0,3465	н/о	н/о
Первый блок	11	0,082	0,0088	3,9096	0,419	2,6832	0,2876	н/о	н/о
	12	0,040	0,0066	2,7188	0,453	1,2392	0,2065	н/о	н/о
	13	0,019	0,0028	4,5164	0,6671	1,1036	0,163	н/о	н/о
	14	0,031	0,0119	2,07	0,7974	0,6736	0,2595	н/о	н/о
Карт. Е3,Е4,Е2	9	0,107	0,0165	2,5884	0,3865	2,1676	0,334	н/о	н/о
Средний блок	10	0,113	0,0182	2,9896	0,4808	2,2924	0,3687	н/о	н/о
	11	0,036	0,006	2,4632	0,4107	1,09	0,1817	н/о	н/о
	12	0,088	0,0089	0,5732	0,5767	0,2904	0,2922	н/о	н/о
	13	0,016	0,0028	3,3068	0,5729	0,9828	0,1703	н/о	н/о
	14	0,056	0,0095	3,0804	0,5282	1,2856	0,2254	н/о	н/о

Карт. Е3,Е4,Е2	9	0,090	0,0159	2,0872	0,3669	1,864	0,3277	1,35	н/о
Последний блок	10	0,094	0,0176	1,902	0,3542	1,9172	0,357	0,34	н/о
	11	0,044	0,0059	3,1812	0,4238	1,3268	1,1768	3,03	н/о
	12	0,053	0,006	3,4732	0,3925	1,7796	0,2011	н/о	н/о
	13	0,011	0,0028	1,882	0,466	0,7196	0,1782	1,68	н/о
	14	0,556	0,0098	3,1248	0,5527	1,3088	0,2315	0,1	н/о
Карт. Е1	9	0,104	0,0116	5,1088	0,5703	1,9444	0,2171	н/о	н/о
Первый блок	10	0,092	0,0121	4,6676	0,613	1,6288	0,2139	н/о	н/о
	11	0,104	0,012	4,9476	0,5729	1,8776	0,2174	н/о	н/о
	12	0,089	0,0123	4,2144	0,5827	1,6108	0,2227	н/о	н/о
	13	0,079	0,0118	3,7532	0,5607	1,4472	0,2162	н/о	н/о
	14	0,086	0,012	3,8216	0,5349	1,592	0,2228	н/о	н/о
Карт. Е1	9	0,114	0,0118	5,168	0,5346	2,1968	0,2273	н/о	н/о
Средний блок	10	0,117	0,0125	5,2504	0,5598	2,218	0,2365	н/о	н/о
	11	0,124	0,0122	5,7284	0,5674	2,3964	0,2374	н/о	н/о
	12	0,130	0,0125	4,5508	0,4376	2,5544	0,2456	н/о	н/о
	13	0,109	0,0123	5,022	0,5664	2,0956	0,2364	н/о	н/о
	14	0,145	0,0133	6,0632	0,5578	2,9408	0,2705	н/о	н/о
Карт. Е1	9	0,022	0,0193	0,468	0,4116	0,4916	0,4305	2,69	н/о
Последний блок	10	0,034	0,0164	0,8628	0,4116	0,7704	0,3675	3,03	н/о
	11	0,011	0,0145	0,305	0,4118	0,354	0,4745	4,04	н/о
	12	0,010	0,0164	0,238	0,4116	0,308	0,5274	1,35	н/о
	13	0,022	0,0176	0,515	0,4115	0,482	0,3849	0,24	н/о
	14	0,019	0,0189	0,407	0,4117	0,356	0,3589	1,68	н/о

Примечание - * н/о – не обнаружено

План сбора аэрозоля, генерируемого СДН VON ERL Му со сменными картриджами, для анализа карбонильных соединений представлен в таблице 23.

Таблица 23 – План сбора аэрозоля СДН Von Erl для картриджа E1

Смена картриджа	Метод сбора аэрозоля/ блоки для анализа	СДН 1	СДН 2	СДН 3	СДН 4
Картридж 1		CRM-81	CRM-81	CRM-81	CRM-81
	первый	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	средний	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	последний	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
Картридж 2	первый	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	средний	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	последний	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
Картридж 3	первый	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	средний	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	последний	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
Картридж 4	первый	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	средний	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	последний	карбонилы	карбонилы	карбонилы	карбонилы

Второй этап исследований аэрозоля СДН VON ERL Му со сменными картриджами E2, E3, E4 и E1 (экспериментальный режим) представлен в таблице 24.

Определение содержания карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин) в аэрозоле, генерируемом СДН VON ERL Му со сменяемыми картриджами, проводили в первом (1), среднем (3) и последнем (5) блоке затяжек.

Сбор и определение компонентов аэрозоля, генерируемого картриджем Raw Tobacco (E1), проводился с перезарядкой СДН, на устройствах № 1 – 4.

Сбор и определение компонентов аэрозоля проводился для всех вкусов Raw Tobacco (E1), Lolly Drop (E2), Turbo (E3) и Kuurada (E4) на четырех СДН № 5-7. Картриджи с жидкостями разных вкусов вставляли одни и те же устройства.

Таблица 24 – План сбора аэрозоля СДН VON ERL Му со сменными картриджами E2, E3, E4

Смена картриджа	Метод сбора аэрозоля/ блоки для анализа	СДН 5	СДН 6	СДН 7
Картридж 1		Lolly Drop E2 CRM-81	Turbo E3 CRM-81	Kuurada E4 CRM-81
	первый	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	средний	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	последний	карбонилы	карбонилы	карбонилы
Картридж 2		E4	E2	E3
	первый	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	средний	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	последний	карбонилы	карбонилы	карбонилы
Картридж 3		E3	E4	E2
	первый	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	средний	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	последний	карбонилы	карбонилы	карбонилы
Raw Tobacco E1 CRM-81 _{эксп}				
Картридж 4	первый	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	средний	карбонилы	карбонилы	карбонилы
	последний	карбонилы	карбонилы	карбонилы

Результаты исследований представлены в таблицах 25, 26.

Таблица 25 – Результаты определения содержания карбонильных соединений в аэрозоле, генерируемом СДН Von Erl со сменяемыми картриджами E1

Блоки	СДН Von Erl / Raw Tobacco (E1), мкг/затяжку														
	СДН 1			СДН 2			СДН 3			СДН 4			сред/ст.откд		
	Формаль-дегид	Ацет-альдегид	Акро-леин	Формаль-дегид	Ацет-альдегид	Акро-леин	Формаль-дегид	Ацет-альдегид	Акро-леин	Формаль-дегид	Ацет-альдегид	Акро-леин	Формаль-дегид	Ацет-альдегид	Акролеин
смена картриджа 1															
1	0,009	0,351	0,012	0,009	0,160	0,010	0,009	0,364	0,013	0,010	0,253	0,011	0,01/0,00	0,28/0,09	0,01/ 0,01
3	0,009	0,336	0,017	0,009	0,207	0,012	0,060	0,177	0,013	-	-	-	0,02/0,07	0,25/0,07	0,02/0,00
5	0,058	0,505	0,022	0,021	0,282	0,015	0,103	0,277	0,015	-	-	-	0,05/0,04	0,36/0,11	0,02/0,00
смена картриджа 2															
1	0,200	0,149	0,007	0,157	0,124	0,008	0,214	0,100	0,007	0,178	0,110	0,010	0,190/0,03	0,12/0,02	0,007/0,00
3	0,483	0,209	0,009	0,520	0,214	0,008	0,492	0,196	0,006	0,510	0,185	0,006	0,498/0,02	0,206/0,01	0,007/0,00
5	0,363	0,194	0,003	0,418	0,204	0,009	0,392	0,201	0,006	0,419	0,209	0,006	0,391/0,03	0,200/0,01	0,007/0,00
смена картриджа 3															
1	0,667	0,134	0,011	0,619	0,101	0,011	0,529	0,101	0,011	0,535	0,156	0,007	0,602/0,01	0,312/0,02	0,011/0,00
3	0,563	0,395	0,007	0,904	0,478	0,008	0,535	0,245	0,019	0,747	0,293	0,010	0,667/0,21	0,373/0,12	0,011/0,00
5	0,669	0,395	0,006	0,804	0,440	0,024	0,684	0,338	0,009	0,503	0,293	0,007	0,719/0,01	0,391/0,05	0,013/0,01
смена картриджа 4															
1	0,561	0,208	0,008	0,810	0,195	0,007	0,466	0,204	0,012	0,607	0,219	0,009	0,612/0,18	0,202/0,01	0,009/0,00
3	0,690	0,209	0,009	0,814	0,214	0,008	0,534	0,221	0,006	0,691	0,201	0,007	0,560/0,34	0,203/0,04	0,007/0,00
5	0,728	0,225	0,015	0,812	0,274	0,018	0,770	0,303	0,013	0,676	0,315	0,012	0,770/0,04	0,277/0,02	0,015/0,00

Таблица 26 – Результаты определения содержания карбонильных соединений в аэрозоле, генерируемом СДН Von Erl со сменяемыми картриджами E2, E3, E4 и E1(экспериментальный режим)

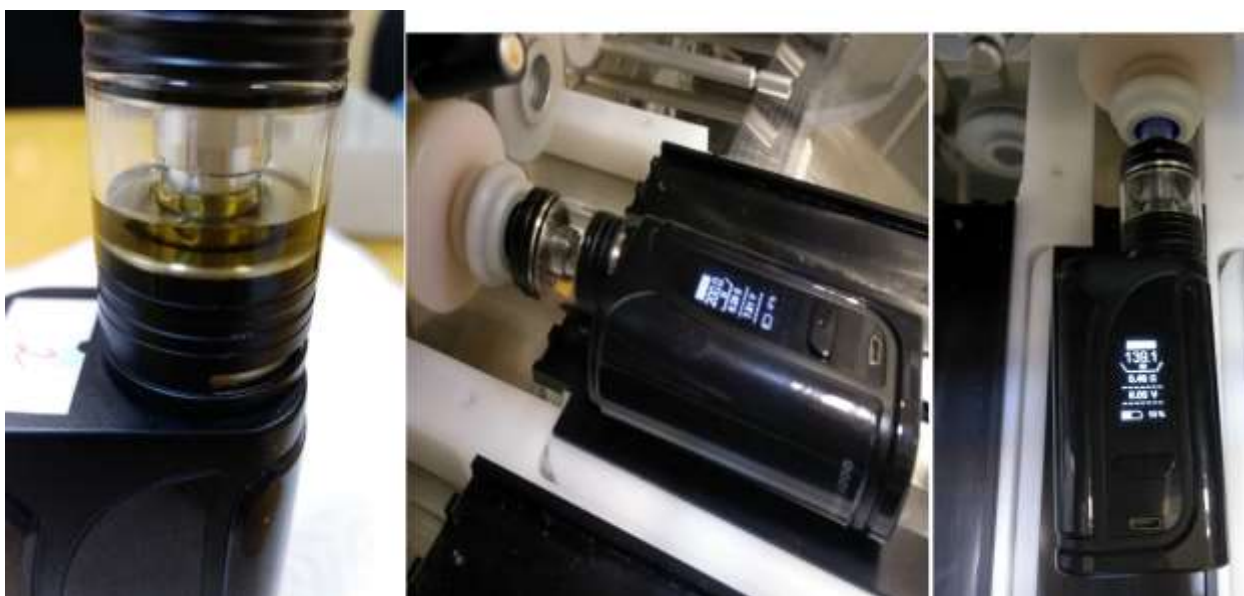
Смена картриджа	блоки для анализа	СДН Von Erl My								
		СДН 5			СДН 6			СДН 7		
		Содержание, мкг/затяж								
		Формальдегид	Ацетальдегид	Акролеин	Формальдегид	Ацетальдегид	Акролеин	Формальдегид	Ацетальдегид	Акролеин
Смена картриджа 1		Lolly Drop E2			Turbo E3			Kuurada E4		
	первый	0,042	0,115	0,012	0,009	0,231	0,015	0,063	0,145	0,018
	средний	0,032	0,115	0,016	0,013	0,236	0,024	0,022	0,169	0,023
	последний	0,034	0,108	0,017	0,387	0,388	0,270	0,127	0,677	0,266
Смена картриджа 2		Kuurada E4			Lolly Drop E2			Turbo E3		
	первый	0,092	0,187	0,027	0,091	0,201	0,019	0,047	0,294	0,034
	средний	0,094	0,204	0,066	0,116	0,236	0,024	0,112	0,321	0,037
	последний	0,154	0,381	0,161	0,131	0,217	0,031	0,396	0,567	0,396
Смена картриджа 3		Turbo E3			Kuurada E4			Lolly Drop E2		
	первый	0,097	0,267	0,027	0,099	0,201	0,021	0,091	0,209	0,029
	средний	0,104	0,306	0,029	0,187	0,225	0,034	0,116	0,253	0,026
	последний	0,389	0,688	0,097	0,225	0,309	0,096	0,131	0,228	0,094
Raw Tobacco E1 CRM-81 _{эксп}										
Смена картриджа 4	первый	1,097	н/о	н/о	1,041	0,163	н/о	1,062	н/о	н/о
	средний	1,108	0,342	н/о	1,050	0,283	н/о	0,994	0,153	н/о
	последний	0,915	0,043	н/о	1,321	0,017	н/о	0,983	0,304	н/о

Результаты исследований показали, что содержание компонентов аэрозоля имеет достаточно большой интервал колебаний, при этом содержание карбонильных соединений имеет тенденцию к увеличению от первого к последнему блоку затяжек, что, вероятно, связано с перегревом устройства к концу тестирования. При генерации аэрозоля в экспериментальном режиме значительно увеличивается содержание формальдегида.

СДН с перезаправляемой емкостью (баком) iКуи i200

Проведено исследование СДН с перезаправляемой емкостью - бакомайзером (баком) iКуи i200.

На рисунке 44 представлено положение СДН iКуи i200 на курительной машине в момент сбора аэрозоля и вид бакомайзера с остатками жидкости.



а)

б)

в)

Рисунок 44 – а) вид бакомайзера с остатками жидкости; б), в) положение СДН iКуи i200 на курительной машине в момент сбора аэрозоля

Для придания горизонтального положения СДН iКуи i200 на курительной машине использовались специальные брекеты.

В таблице 27 приведен план сбора аэрозоля СДН iКуи i200.

Как видно из плана, приведенного в таблице, для СДН с картриджами, содержащими жидкость F1, сбор аэрозоля проводился при двух режимах CRM-81 и CRM-81_{эксп.}

Сбор и определение компонентов аэрозоля (никотина, глицерина, пропиленгликоля и монооксида углерода) для вкуса F1 проводился на восьми СДН 1-8 при режиме CRM-81. Жидкость для СДН заливали в баки одних и тех же устройств одного вкуса.

Также проводился сбор аэрозоля на шести устройствах 9-14. При этом в СДН попеременно в бак заливали жидкости для СДН с разными вкусами.

Таблица 27 – План сбора аэрозоля СДН iКии по содержанию никотина (Nic), глицерина (VG), пропиленгликоля (PG) и монооксида углерода (CO), карбонильных соединений

Номера устройств		СДН 1 -2, 5-6	СДН 3-4, 7-8	СДН 9-10	СДН 11-12	СДН 13-14
Tobacco F1	Блоки затяжек для анализа	CRM-81	CRM-81	F2 CRM-81	G1 CRM-81	G2 CRM-81
	первый	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
	средний	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
	последний	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
Cherry F2		CRM-81	CRM-81	G2 CRM-81	F2 CRM-81	G1 CRM-81
	первый	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
	средний	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
	последний	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
Tabakum extra G1		CRM-81	CRM-81	G1 CRM-81	G2 CRM-81	F2 CRM-81
	первый	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
	средний	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
	последний	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы O	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
Monster 6 Vapor лайм, черника, лимон G2		CRM-81	CRM-81	E1 CRM-81 _{эксп}	E1 CRM-81 _{эксп}	E1 CRM-81 _{эксп}
	первый	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
	средний	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы
	последний	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы	Nic, VG,PG, CO, карбонилы

На последнем цикле сбора аэрозоля во все СДН залили жидкость для СДН F1, и сбор аэрозоля проводился при экспериментальном режиме сбора аэрозоля с продолжительностью затяжки 4 сек (CRM-81_{эксп}).

Проведенные предварительно испытания показали, что при установленных режимах сбора аэрозоля для одной СДН iKuu i200 при положении на курительной машине под углом 45 градусов, на фильтр может быть собран аэрозоль от 10 затяжек, но при горизонтальном положении СДН количество затяжек пришлось сократить вдвое. Жидкую фазу аэрозоля улавливали на традиционные фильтры из стекловолокна (Cambridge Filter Pad) диаметром 44 мм. На один фильтр собирали аэрозоль от 5 затяжек. Исчерпывающий сбор аэрозоля проводился до полного испарения 4 мл жидкости из бака.

Все устройства взвешивали до начала и после процесса сбора аэрозоля.

Баланс испаренной жидкости и собранного аэрозоля проводился для всех блоков затяжек по всем устройствам.

Результаты баланса представлены в таблицах 28, 30.

Таблица 28 – Баланс расходования жидкости для СДН при сборе аэрозоля с использованием СДН iKuu i200 на устройствах №№ 1-8

Наименование показателей	Повторности (циклы) сбора аэрозоля			
	Заправка бака 1	Заправка бака 2	Заправка бака 3	Заправка бака 4
Кол-во блоков сбора аэрозоля	8	11	11	12
Количество устройств, шт.	8	8	8	8
Залито жидкости в бак, г	39,85	39,85	36,24	33,60
Израсходовано жидкости при сборе аэрозоля, г	30,85	30,97	28,25	25,93
Собрано жидкой фазы аэрозоля, г	17,41	17,00	14,64	12,60
Отношение массы залитой жидкости к израсходованной, %	77,4	77,96	77,7	77,2
Отношение израсходованной массы жидкости к массе аэрозоля, %	56,4	51,8	54,9	48,6
Отношение залитой жидкости к массе аэрозоля, %	43,7	40,4	42,6	37,5

Сбор аэрозоля на разных устройствах проходил неравномерно.

Так, в первом цикле устройство 6 закончило свою работу на 6 блоке, устройства 5 и 8 закончили свою работу на 7 блоке, а устройство 7 вышло из строя на 7 блоке.

Во втором цикле устройство 5 не работало в 1 и 2 блоках, устройство 2, 7 и 8 закончили свою работу на 9 блоке, устройства 3 и 4 - на 10 блоке, устройство 1, 5 и 6 на 11 блоке.

В третьем цикле устройство 5 вышло из строя на 8 блоке, устройства 2, 3, 6, 7, 8 закончили свою работу на 10 блоке.

В четвертом цикле в первом блоке вышел из строя и был заменен атомайзер устройства 1, а устройства 5 и 7 не работали. Устройства 5 и 6 закончили свою работу на 8 блоке, устройства 1, 4, 7, 8 - на 10 блоке, а - 2 и 3 устройство - на 12 блоке.

В таблице 29 приведены результаты определения содержания никотина, глицерина, пропиленгликоля, монооксида углерода в аэрозоле, собранном в устройствах 1-8 iКии i200 в пересчете на 5 затяжек.

Таблица 29 – Содержание никотина, глицерина, пропиленгликоля, монооксида углерода в аэрозоле устройств №№ 1-8 iКии i200 (режим CRM-81)

Анализируемые компоненты		Содержание анализируемых компонентов аэрозоля по блокам					
		первый блок		средний блок		последний блок	
		среднее значение	станд. откл.	среднее значение	станд. откл.	среднее значение	станд. откл.
Никотин	мг/затяжку	0,43	0,19	0,46	0,15	0,23	0,09
	мг/мг аэрозоля	0,008	0	0,008	0	0,007	0
Глицерин	мг/затяжку	11,38	6,50	12,17	5,20	4,81	2,40
	мг/мг аэрозоля	0,18	0,06	0,18	0,05	0,13	0,05
Пропилен-гликоль	мг/затяжку	22,27	10,69	25,09	10,06	10,66	4,85
	мг/мг аэрозоля	0,40	0,09	0,42	0,10	0,31	0,07
Монооксид углерода	мг/5затяжек	12,92	12,09	17,73	13,20	24,66	18,67
	мг/1 затяжку	2,58	2,42	3,55	2,64	4,93	3,73

Результаты анализа содержания компонентов аэрозоля, представленные в таблице 29, характеризуют работу СДН iKuu i200 как крайне неравномерную.

Таблица 30 – Баланс расходования жидкости для СДН при сборе аэрозоля с использованием СДН iKuu i200 при анализе жидкостей с разными вкусами (устройства 9-14) и цикл 4 – время затяжки 4 сек.

Наименование показателей	Повторности (циклы) сбора аэрозоля			
	Цикл 1	Цикл 2	Цикл 3	Цикл 4
Кол-во блоков сбора аэрозоля	7	10	15	13
Количество устройств, шт.	6	6	6	6
Залито жидкости в бак, г	28,96	27,91	27,44	36,38
Израсходовано жидкости при сборе аэрозоля, г	22,68	22,74	20,94	23,89
Собрано жидкой фазы аэрозоля, г	14,60	15,57	10,15	12,67
Отношение массы залитой жидкости к израсходованной, %	78,3	81,5	76,3	90,5
Отношение израсходованной массы жидкости к массе аэрозоля, %	64,4	68,5	48,7	53,0
Отношение залитой жидкости к массе аэрозоля, %	50,4	55,8	37,1	48,0

Сбор аэрозоля на разных устройствах проходил неравномерно.

В первом цикле устройства 9 и 14 закончили свою работу на 10 блоке, а 10-13 устройство на 11 блоке.

Во втором цикле устройство 9 закончило свою работу на 7 блоке, 10 и 12 устройство закончили свою работу на 8 блоке, а 11, 13, 14 устройство – на 10 блоке.

В третьем цикле устройство 10 вышло из строя на 7 блоке, устройство 9 закончило свою работу на 11 блоке, а 11-14 устройства на 14 блоке.

В четвертом цикле устройство 12 закончило свою работу на 7 блоке, 10-е устройство – на 8 блоке, 9 и 11 устройства – на 10 блоке, а 13-14 устройство – на 12 блоке.

Результаты баланса демонстрируют следующую статистику. При сборе аэрозоля на устройствах 1-8 соотношение:

– массы залитой жидкости для систем доставки никотина к израсходованной составило от 77 до 78 %;

– массы израсходованной жидкости для систем доставки никотина к массе аэрозоля – от 49 до 56 %;

– массы залитой жидкости для систем доставки никотина к массе аэрозоля – от 37 до 44 %.

При сборе аэрозоля на устройствах 9-14 соотношение:

– массы залитой жидкости для систем доставки никотина к израсходованной составило от 76 до 90 %;

– массы израсходованной жидкости для систем доставки никотина к массе аэрозоля – от 49 до 69 %;

– массы залитой жидкости для систем доставки никотина к массе аэрозоля – от 37 до 56 %.

Необходимо отметить, что на максимальных режимах СДН модели iKuu i200 с бакомайзером Melo 4 не могут не могут обеспечить равномерную работу.

В таблице 31 приведены результаты определения массы аэрозоля и содержания никотина, глицерина, пропиленгликоля и монооксида углерода при сборе аэрозоля на СДН №№ 1-8 при режиме сбора аэрозоля CRM-81.

В таблице 32 приведены результаты статистической обработки данных по первым, средним и последним блокам затяжек всех четырех циклов заправки бака на СДН 1-8 при сборе аэрозоля жидкости для СДН F1 в режиме CRM-81.

Таблица 31 – Содержание никотина, глицерина, пропиленгликоля и монооксида углерода в аэрозоле собранном на СДН №№ 1-8 (режим сбора аэрозоля CRM-81)

Повторности заполнения бака	Анализируемый блок затяжек	Масса аэрозоля		Никотин		Глицерин		Пропиленгликоль		Монооксид углерода	
		г	std*	мг/зат	std	мг/зат	std	мг/зат	std	мг/5зат	std
1	первый	0,39	0,07	0,64	0,14	18,8	5,6	33,78	15,3	22,72	17,7
	средний	0,38	0,03	0,59	0,06	17,6	3,0	36,75	3,0	31,48	17,5
	послед.	0,14	0,05	0,20	0,15	4,5	5,5	8,0	11,1	47,36	30,8
2	первый	0,24	0,18	0,46	0,41	12,5	13,0	24,4	21,0	15,5	22,5
	средний	0,29	0,19	0,56	0,43	14,6	13,9	30,3	22,5	16,8	23,7
	послед.	0,14	0,04	0,19	0,08	3,4	1,7	10,0	6,0	27,7	23,0
3	первый	0,24	0,15	0,33	0,27	7,2	8,2	17,2	13,0	21,0	27,7
	средний	0,21	0,10	0,38	0,26	8,8	8,6	18,7	14,5	16,8	24,0
	послед.	0,32	0,36	0,33	0,25	7,2	7,8	13,7	14,3	1,5	1,2
4	первый	0,19	0,16	0,28	0,38	7,03	12,2	13,7	20,0	2,47	3,6
	средний	0,21	0,13	0,31	0,31	7,7	9,5	14,6	17,4	6,0	9,1
	послед.	0,17	0,05	0,20	0,11	4,1	2,8	9,9	6,9	19,5	23,5

Примечание – std* - стандартное отклонение

Таблица 32 – Интервалы между минимальными и максимальными значениями, коэффициенты вариации результатов определения никотина, глицерина, пропиленгликоля и монооксида углерода в аэрозоле собранном в первых, средних и последних блоках затяжек всех четырех циклов заправки бака на СДН №,№ 1-8 при сборе аэрозоля жидкости F1 в режиме CRM-81

Повторности заполнения бака	Анализируемый блок затяжек	Масса аэрозоля, г		Никотин, мг/зат		Глицерин, мг/зат		Пропиленгликоль, мг/зат.		Монооксид углерода, мг/5 зат.	
		Мин - макс	Коэф. вариации, %	Мин - макс	Коэф. вариации, %	Мин - макс	Коэф. вариации, %	Мин - макс	Коэф. вариации, %	Мин - макс	Коэф. вариации, %
Refill1	первый	0,3-0,6	17	0,5-1,0	22	13-33	31	0,5-56	37	2,0-50	78
	средний	0,34-0,44	9	0,5-0,7	10	13-22	17	32-42	8	2,5-57	47
	послед.	0,09-0,24	74	0,19-0,6	79	0,4-29	104	3,8-50	85	0,2-62	145
Refill2	первый	0,1-0,47	74	0,06-1	88	0,4-29	104	3,8-50	85	0,2-62	145
	средний	0,0-0,6	66	0,15-1,2	76	1,1-35	96	8,8-65	74	0,1-63	140
	послед.	0,1-0,2	28	0,1-0,4	40	1,3-5,4	49	0,2-20	60	1,8-64	84
Refill3	первый	0,1-0,5	63	0,1-0,8	82	0,1-21	112	4,3-38	75	0,7-66	132
	средний	0,1-0,4	49	0,1-0,8	69	0,5-22	98	0,2-41	77	0,9-56	142
	послед.	0,1-1,2	113	0,1-0,8	75	0,8-21	94	0,5-42	104	0,5-3	81
Refill4	первый	0,1-0,5	85	0,02-1,2	138	0,2-36	173	0,14-60	146	0,3-11	145
	средний	0,1-0,4	62	0,1-0,9	98	0,6-27	123	0,1-47	119	0,2-28	153
	послед.	0,07-0,2	28	0,06-0,4	55	0,4-9	69	0,24-20	70	1,8-72	120

Как видно из данных, приведенных в таблице, устройства генерировали аэрозоль очень неравномерно. Коэффициент вариации для собранной на фильтр массе аэрозоля составляет от 9 до 113 % по содержанию:

- никотина	от 10 до 138 %;
- глицерина	от 17 до 173 %;
- пропиленгликоля	от 8 до 146 %;
- монооксида углерода	от 47 до 153 %

При сборе аэрозоля случались перебои в работе СДН. Максимально установленное напряжение в 200 Вт падало в процессе эксплуатации устройства в полтора – два раза, что было видно на дисплее. СДН разогревалась при эксплуатации, и жидкость для СДН начинала протекать через уплотнения.

Из-за недостаточной температуры нагревания или из-за перегрева устройств жидкость для СДН разбрызгивалась, а иногда ее забрасывало в канал машины и приходилось останавливаться, чтобы провести техобслуживание курительной машины.

С учетом изложенных характеристик работы устройств, полученные результаты имеют слишком большой разброс и не могут охарактеризовать работу СДН iKuu i200 как надежную.

В таблице 33 приведены результаты определения содержания массы аэрозоля, никотина, глицерина, пропиленгликоля и монооксида углерода в аэрозоле при различных режимах сбора аэрозоля и с жидкостями для СДН разных вкусов, а на рисунках 45 - 49 – наглядно продемонстрирован разброс результатов при эксплуатации СДН №№ 9-14.

Результаты, полученные при сборе и анализе аэрозоля на содержание определяемых компонентов в жидкой и газовой фазе аэрозоля, на устройствах 9-14 также характеризуются большим разбросом, о чем свидетельствуют величины стандартного отклонения результатов.

Таблица 33 – Среднее содержание массы аэрозоля, никотина, глицерина, пропиленгликоля, монооксида углерода в аэрозоле СДН №, № 9-14 iQuo i200 (режим CRM-81 и CRM-81_{эксп})

Код жидкости, режим	Анализируемый блок затяжек	Масса аэрозоля		Никотин		Глицерин		Пропиленгликоль		Монооксид углерода	
		г	std	мг/зат	std	мг/зат	std	мг/зат	std	мг/5 зат	std
F1 CRM-81 _{эксп}	первый	0,30	0,2	0,4	0,4	13,0	13,8	20,0	21,0	21,9	18,1
	средний	0,30	0,2	0,5	0,5	13,7	18,6	28,4	27,0	17,5	15,3
	послед.	0,17	0,05	0,24	0,11	4,6	2,9	13,0	8,6	19,8	15,5
F2 CRM-81	первый	0,26	0,18	0,23	0,17	9,9	8,13	13,6	15,0	19,7	35,0
	средний	0,36	0,26	0,35	0,31	16,7	16,4	31,1	25,6	11,3	14,1
	послед.	0,17	0,09	0,15	0,13	5,4	5,7	10,6	12,1	17,5	14,0
G1 CRM-81	первый	0,31	0,15	0,14	0,07	23,4	15,6	9,1	7,1	9,9	14,1
	средний	0,32	0,18	0,17	0,07	31,9	19,7	7,5	6,9	10,4	9,0
	послед.	0,15	0,06	0,05	0,01	7,8	3,2	2,8	2,2	26	13,5
G2 CRM-81	первый	0,25	0,15	0,18	0,13	21,2	22,1	7,3	7,7	11,1	14,0
	средний	0,32	0,18	0,18	0,11	28,6	18,7	9,0	8,3	10,5	12,3
	послед.	0,30	0,1	0,2	0,1	25,1	9,4	7,5	7,00	14,1	17,9

Результаты на рисунках 45 - 49 соответствуют плану сбора аэрозоля, т.е. жидкость для СДН с каждым вкусом заливалась в разные устройства. На данных рисунках жидкость для СДН F2, т.е. в первом цикле, заливали в 9 и 10, во втором цикле – в баки устройств 11 и 12, а в третьем цикле – в баки устройств 13 и 14.

Такая последовательность строго соблюдалась по плану исследований по каждому вкусу жидкости для СДН.

Дать оценку полученным результатам не представляется возможным. Можно констатировать, что при сборе аэрозоля жидкости для СДН F2 в первом цикле содержание монооксида углерода в газовой фазе дыма составило для устройства 9 – 1,12 мг/5 затяжек, а устройство 10-е – 90,2 мг/5 затяжек. Образование монооксида углерода прослеживается на этих СДН во всех циклах сбора аэрозоля, и это не зависело от используемой жидкости для СДН.

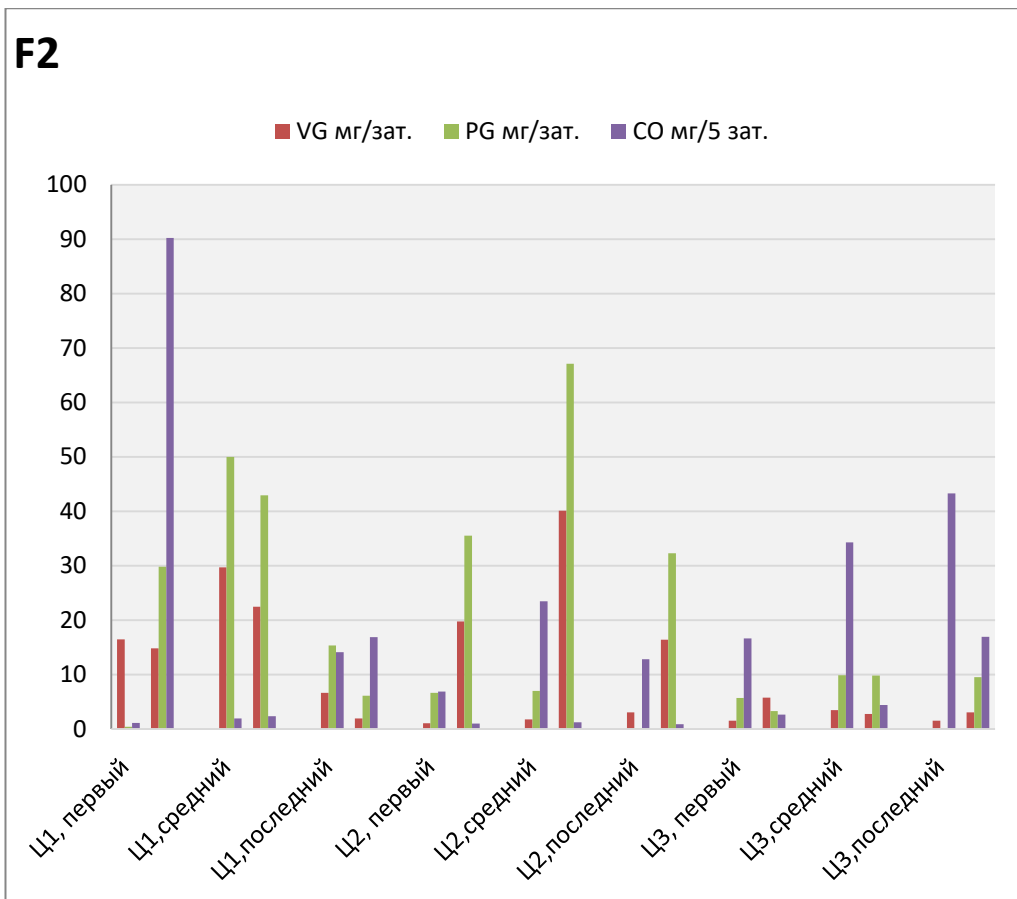


Рисунок 45 – Результаты определения содержания глицерина, пропиленгликоля и монооксида углерода при анализе жидкости F2

Огромный разброс результатов, представленных в таблице 32, наглядно демонстрируют рисунки 45-49, характеризующие определение содержания анализируемых веществ в аэрозоле СДН №№ 9-14 iKuu i200. Результаты, приведенные на графиках, подтверждают крайне неравномерную работу СДН iKuu i200, так как одна и та же жидкость для СДН заливалась в два одинаковых устройства.

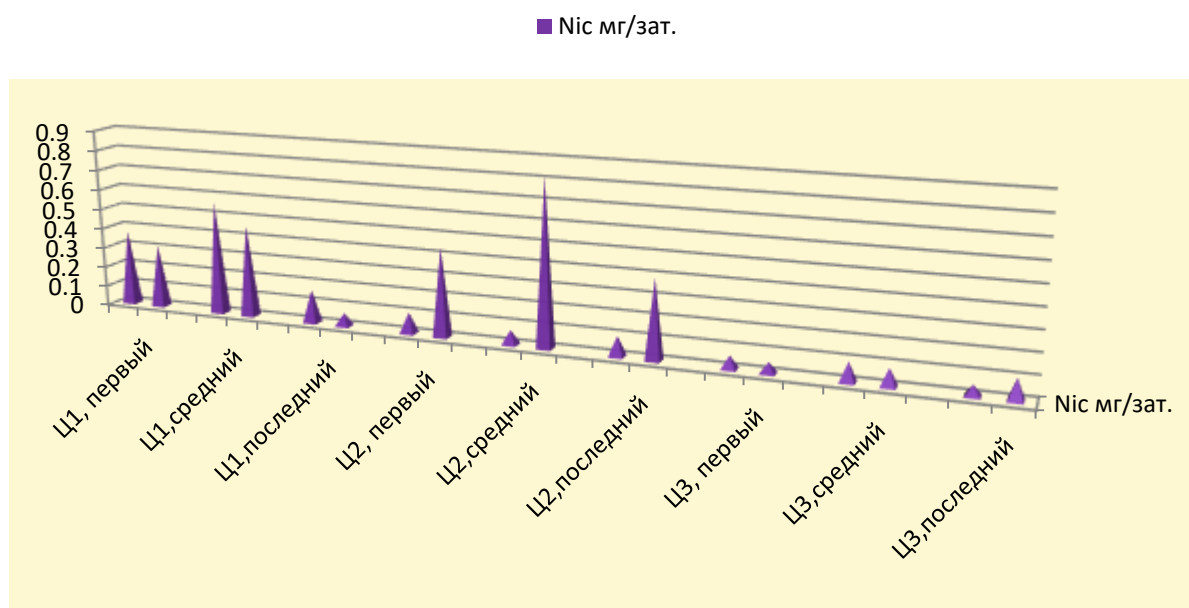
F2

Рисунок 46 – Результаты определения содержания никотина с одним видом жидкости для СДН F2

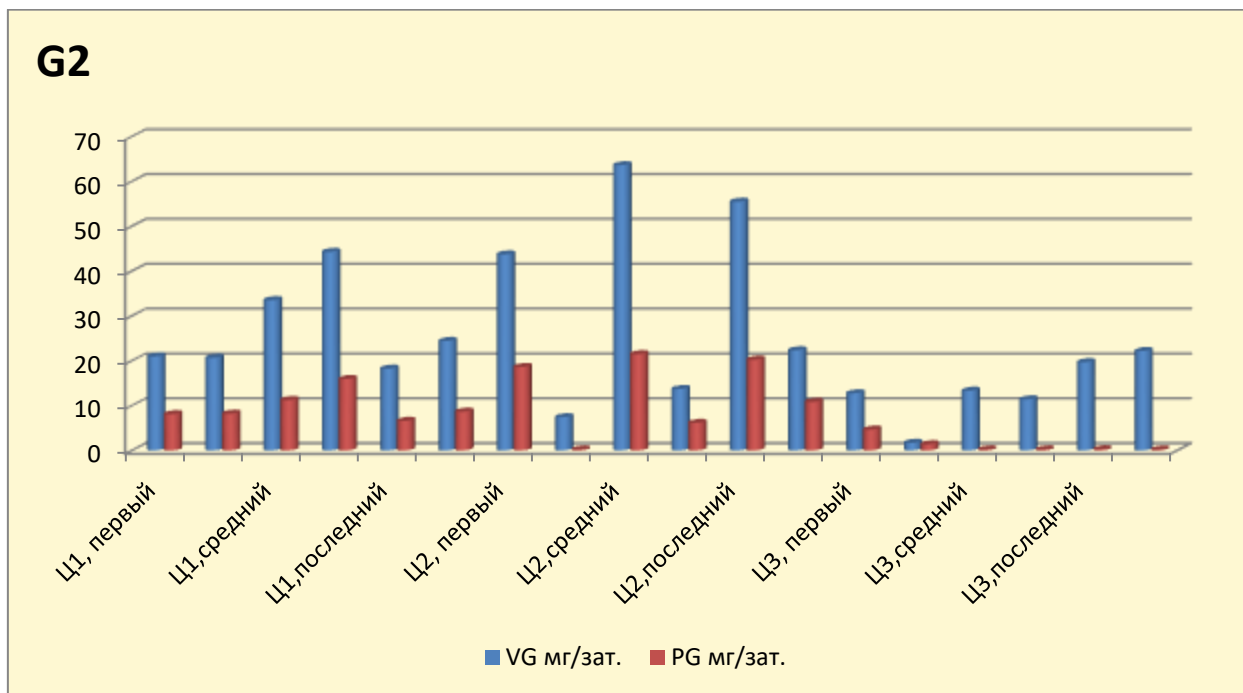
G2

Рисунок 47 – Результаты определения содержания глицерина и пропиленгликоля с одним видом жидкости для СДН G2

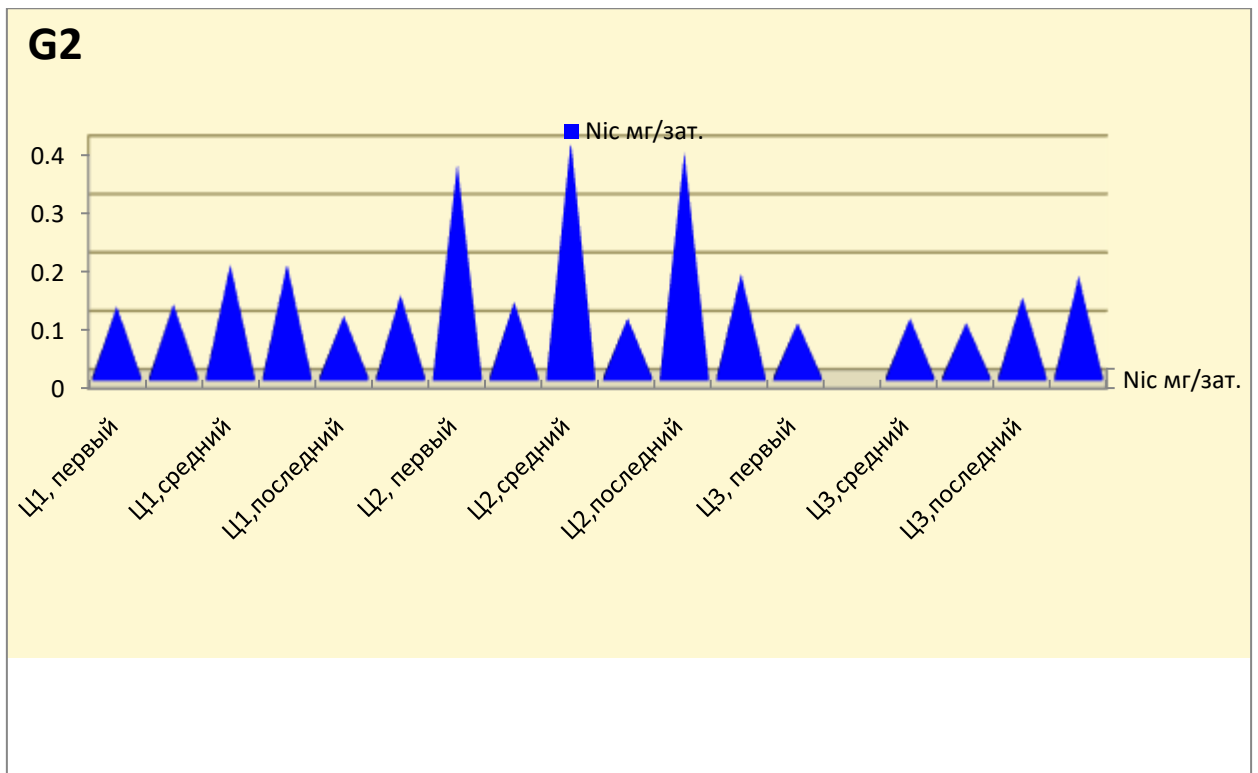


Рисунок 48 – Результаты определения содержания никотина при использовании жидкости для СДН G2

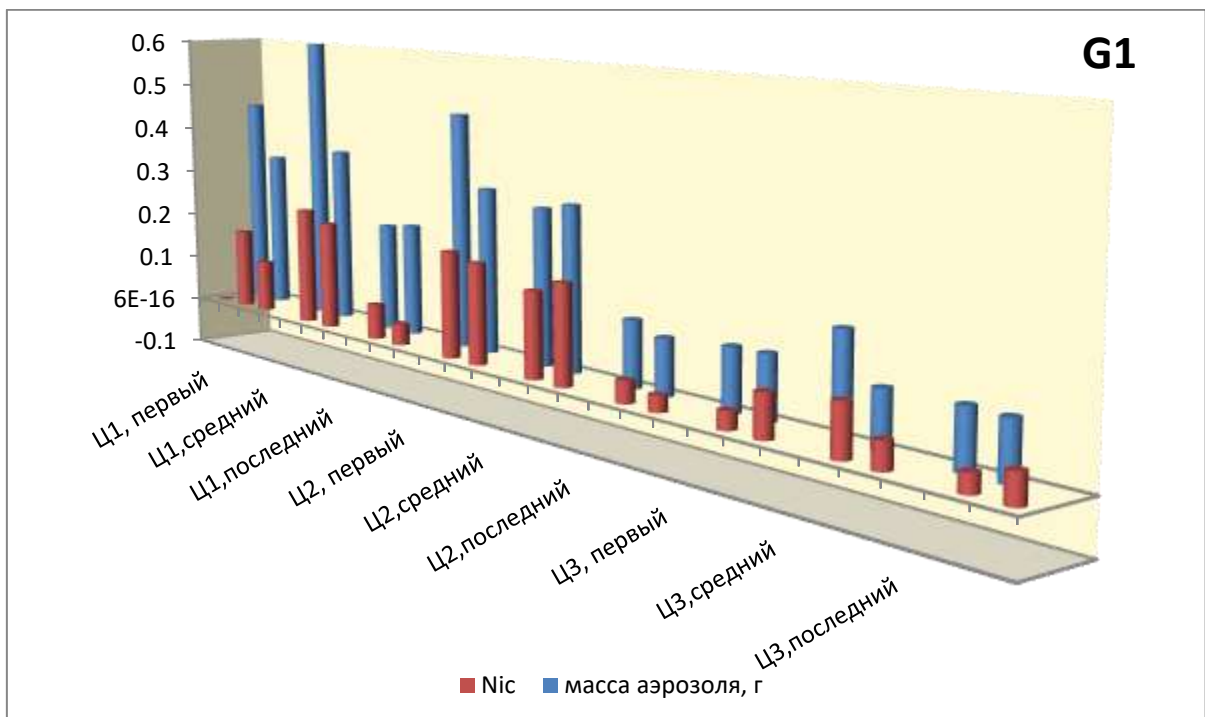


Рисунок 49 – Результаты определения содержания массы аэрозоля и никотина при использовании жидкости для СДН G1

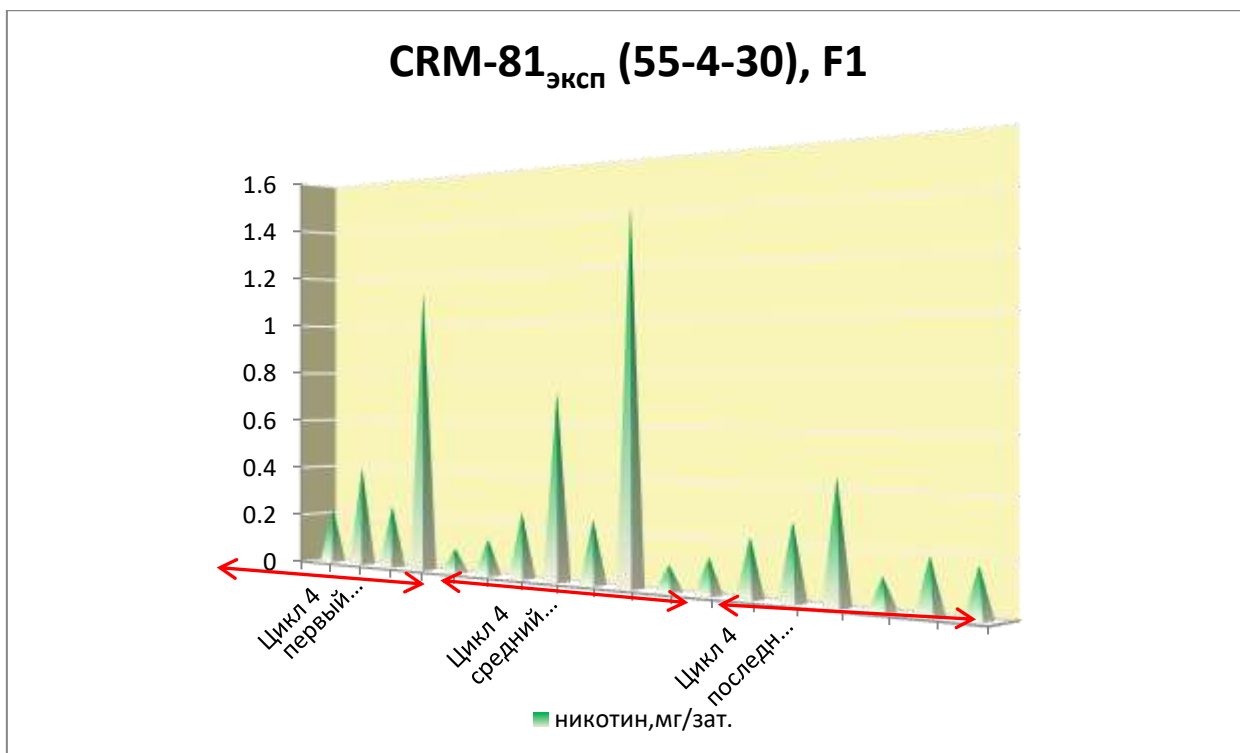


Рисунок 50 – Результаты определения содержания никотина при продолжительности затяжки 4 сек при использовании F1

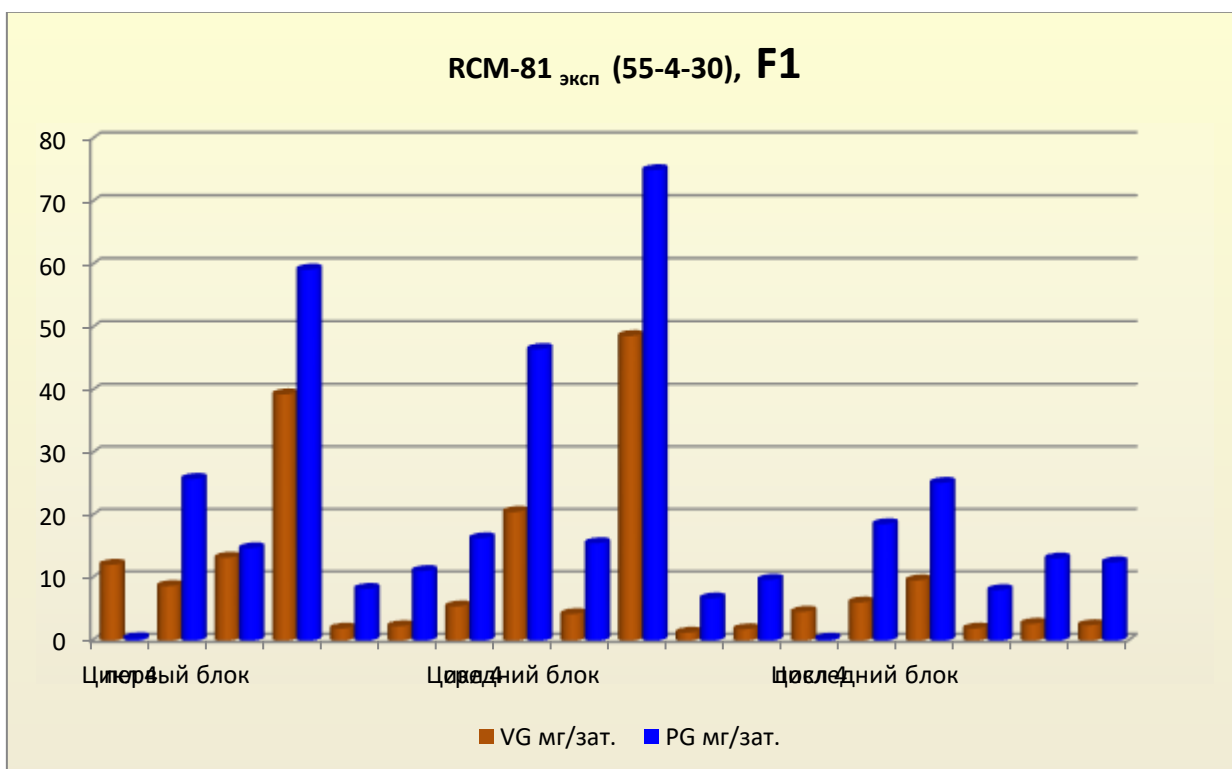


Рисунок 51 – Результаты определения содержания, глицерина и пропиленгликоля при продолжительности затяжки 4 сек при использовании F1

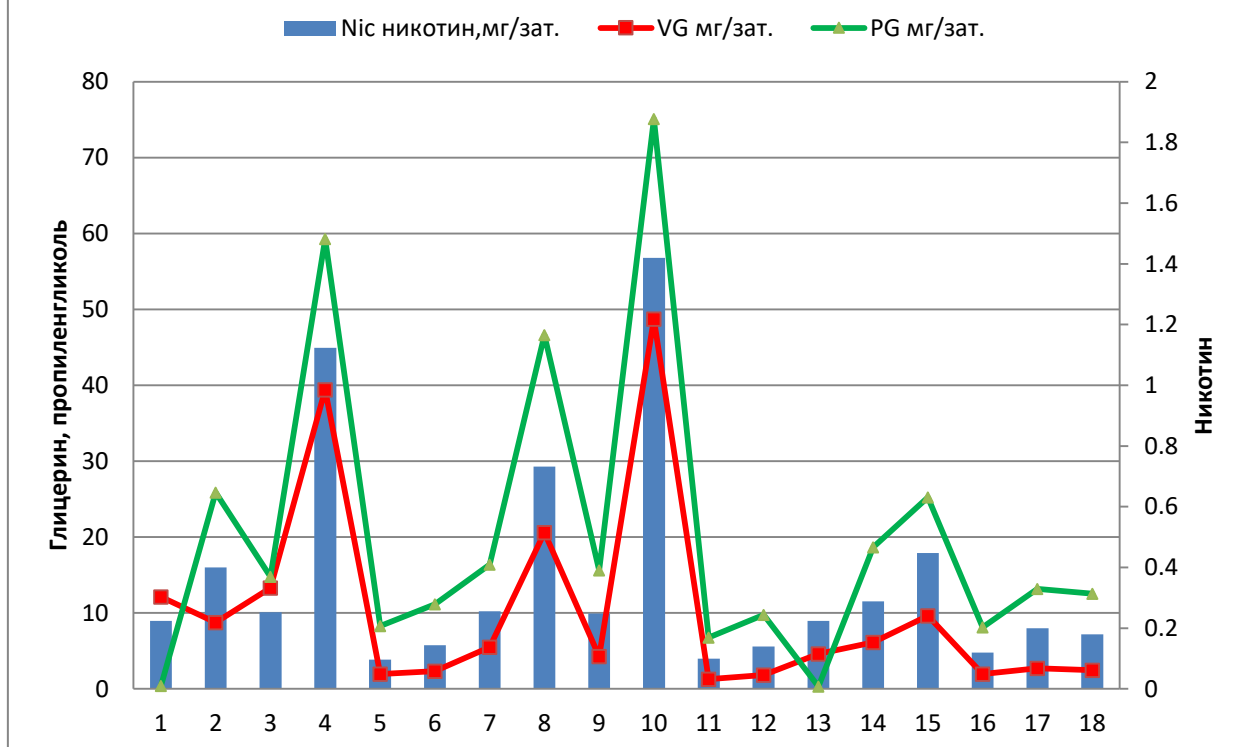
F1

Рисунок 52 – Результаты определения содержания глицерина, пропиленгликоля, никотина при разной продолжительности затяжки, но использовании картриджа с одним видом жидкости F1

Если предыдущие рисунки демонстрировали неоднородную работу устройств, то на диаграмме рисунка 52 все же прослеживается взаимосвязь между содержанием компонентов жидкости для СДН в аэрозоле. В большинстве точек, а каждая точка – это результат генерирования аэрозоля СДН и аналитика, определяющего эти вещества в аэрозоле, обозначены пропорции между содержанием никотина, глицерина и пропиленгликоля в жидкостях для СДН.

По генерации аэрозоля при помощи СДН iKuu i200 необходимо отметить что после снятия устройства и ловушки с собранным аэрозолем, были обнаружены следы гари на фильтре (рисунок 53). Признаки тления подтверждаются результатами по содержанию монооксида углерода.



Рисунок 53 – Следы гари на фильтре после сбора аэрозоля с помощью СДН iKuu i200

План сбора аэрозоля, генерируемого СДН iKuu i200 Melo 4 с перезаряжаемым баком, для определения содержания карбонильных соединений, представлен в таблице 27.

Сбор аэрозоля, генерируемого устройством iKuu i200, проводили при максимальной мощности 200Вт и при полностью закрытом кольце регулировки обдува (вентиляции).

Содержание карбонильных соединений в аэрозоле СДН iKuu i200 представлено в таблице 34.

Существенный разброс результатов получен при анализе аэрозоля на содержание карбониллов в газовой фазе, о чем свидетельствуют величины стандартного отклонения, что характеризует крайне неравномерную работу СДН iKuu i200.

В процессе проведения сбора аэрозоля, максимально установленное напряжение в 200 Вт падало до 130 Вт, кроме того, имело место протекание жидкости через уплотнения в результате разогрева устройства. Несколько раз проводилось дополнительное техобслуживание линейной курительной машины Cerulean SM 405, т.к. жидкость для СДН попадала в канал машины из-за перегрева СДН.

Таблица 34 – Содержание карбонильных соединений в аэрозоле, продуцируемом СДН iKuu i200 с перезаряжаемой емкостью (баком)

Taste	Анализируемый блок затяжек	Формальдегид, мкг/затяж		Ацетальдегид, мкг/затяж		Акролеин, мкг/затяж	
		среднее значение	ст.отк	среднее значение	ст.отк	среднее значение	ст.отк
Tobacco F1 refill 1	Первый	168,412	18,27	н/о	/	33,867	0,68
	Средний	191,592	14,37	н/о	/	35,053	0,55
	Последний	86,999	12,07	н/о	/	32,243	2,21
Tobacco F1 refill 2	Первый	190,659	6,88	н/о	/	30,294	1,19
	Средний	307,773	9,20	н/о	/	33,173	0,67
	Последний	129,055	11,39	н/о	/	29,426	2,10
Tobacco F1 refill 3	Первый	240,021	11,89	н/о	/	38,749	3,42
	Средний	292,866	12,63	н/о	/	36,950	1,07
	Последний	287,431	17,95	н/о	/	33,621	0,83
Tobacco F1 refill 4	Первый	253,030	15,79	н/о	/	36,302	0,99
	Средний	313,987	16,41	н/о	/	33,886	2,01
	Последний	300,298	12,08	н/о	/	39,962	2,39
Tobacco F1 CRM-81 _{эксп}	Первый	198,063	5,38	н/о	/	29,270	0,54
	Средний	361,792	5,33	н/о	/	32,656	0,28
	Последний	316,890	3,42	н/о	/	29,412	0,84
Cherry F2	Первый	240,500	6,22	н/о	/	32,833	1,58
	Средний	183,228	5,37	н/о	/	33,069	0,89
	Последний	178,027	5,44	н/о	/	32,865	0,84
Tabakum extra G1	Первый	290,165	7,47	н/о	/	50,781	1,80
	Средний	244,334	11,86	н/о	/	43,224	0,59
	Последний	189,555	17,93	н/о	/	40,390	0,59
Monster 6 Vapor G2	Первый	181,762	15,48	н/о	/	38,957	0,47
	Средний	180,331	9,99	н/о	/	35,119	0,43
	Последний	114,551	9,30	н/о	/	31,311	2,26

Результаты исследований показали, что при перезарядке бака (четыре цикла заправки бака), разница в количественном содержании карбонильных соединений в аэрозоле, колеблется в большом интервале: формальдегид – от 86,999 до 313,987 мкг/затяж; акролеин – от 29,426 до 39,962 мкг/затяж.

Максимальное содержание формальдегида определено в среднем блоке затяжек жидкости Тобассо F1 при экспериментальном режиме сбора аэрозоля (CRM-81_{эксп}) - 361,792 мкг/затяж, минимальное - в последнем блоке аэрозоля жидкости Тобассо F1 refill 1 - 86,999 мкг/затяж.

Ацетальдегид в аэрозоле, продуцируемом iKuu i200 с исследуемыми жидкостями, не обнаружен.

Максимальное содержание акролеина определено в первом блоке аэрозоля Tabakum extra G1- 50,781 мкг/затяж.

Результаты определения количественного содержания формальдегида и акролеина в газовой фазе, при генерации аэрозоля в экспериментальном режиме (CRM-81 _{эксп}) для iKuu i200, сопоставимы с результатами исследований в режиме CRM-81.

Высокое содержание формальдегида и акролеина в аэрозоле связано с высокой температурой при тестировании устройств, так как карбонильные соединения являются продуктами термического разложения пропиленгликоля и глицерина.

Если сравнивать результаты, полученные при сборе аэрозоля на трех разных моделях СДН, то наиболее равномерно проходил сбор аэрозоля на одноразовых СДН LUXLITE.

1.3 Предложения и рекомендации по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории ЕАЭС

В жидкостях для СДН установлено наличие никотина, пропиленгликоля, глицерина в различных концентрациях. Следует отметить, что содержание никотина, обозначенное на упаковке с жидкостью для СДН большинства торговых марок, выше фактических значений, полученных в результате проведенных исследований. Формальдегид, ацетальдегид, акролеин, нитрозамины (NNN и NNK), бензол, 1,3-бутадиен и бенз[а]пирен в жидкостях для СДН не обнаружены или обнаружены в следовых количествах ниже предела измерения.

В аэрозоле всех видов никотиносодержащей продукции содержится никотин, монооксид углерода, формальдегид, ацетальдегид, акролеин. В аэрозоле некоторых видов НСП содержатся нитроамины (NNN и NNK), бензол, 1,3-бутадиен и бенз[а]пирен. Содержание данных веществ в аэрозолях, образующихся при эксплуатации различных видов НСП,

существенно различается и зависит от конструкции изделий, состава наполнителя и температуры процесса, но в целом находится на значительно меньших уровнях по сравнению с содержанием указанных веществ в сигаретном дыме. Исключение представляют многоразовые СДН iKuu i200, при работе которых в режиме максимальной мощности отмечается крайне высокие уровни монооксида углерода, карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин), свидетельствующие о наличии горения (тления) и пиролизе глицерина и пропиленгликоля.

Проведено сравнение максимального содержания компонентов в аэрозоле НСП и дыме контрольных сигарет 3R4F в пересчете на 100 см³ собранного аэрозоля (таблица 35).

Таблица 35 – Максимальное содержание компонентов аэрозоля никотиносодержащей продукции и содержание компонентов в контрольной сигарете 3R4F

Вещества в аэрозоле	IQOS	Glo	LUXLITE	Von Erl	iKuu i200	3R4F	5% от 3R4F***	25% от 3R4F***
Никотин, мг/100 см ³ аэрозоля	0,193	0,087	0,100	0,264	2,545	0,302	-	-
Монооксид углерода, мг/100 см ³ аэрозоля	0,129	0,049	0,015	0,060	32,727	5,200	0,26	1,3
Бенз[а]пирен, нг/100 см ³ аэрозоля	0,136	0,200	-*	-	-	2,382	0,119	0,595
1,3-бугадиен мкг/100 см ³ аэрозоля	0,042	н/о**	-	-	-	11,764	0,588	2,941
Бензол, мкг/100 см ³ аэрозоля	0,076	0,013	-	-	-	15,127	0,756	3,781
Формальдегид, мкг/100 см ³ аэрозоля	0,753	1,916	2,309	1,940	569,09	12,091	0,604	3,022
Ацетальдегид, мкг/100 см ³ аэрозоля	26,802	21,838	0,213	1,251	н/о	274,527	13,726	68,631
Акролеин, мкг/100 см ³ аэрозоля	2,075	0,791	0,122	0,484	92,72	30,927	1,546	7,731
NNN, нг/100 см ³ аэрозоля	2,291	3,727	-	-	-	53,236	2,661	13,309
NNK, нг/100 см ³ аэрозоля	1,800	1,327	-	-	-	41,145	2,057	10,286

Примечание - * вещество не было обнаружено в жидкости, в аэрозоле не определялось,

** не обнаружено

*** справочно, для расчета диапазонов ПДУ

Таблица 36 – Сравнение содержания компонентов аэрозоля НСП, коммерческих сигарет и контрольных сигарет 3R4F

	3R4F	Rothmans Demi	Winston Blue Compact	Bond Street Blue Compact	LD Blue	Bond Street Blue	IQOS	Glo	LUXLITE	Von Erl My	iKuu i200
Монооксид углерода	100,0%	64,5%	64,7%	66,5%	83,1%	67,9%	2,5%	0,9%	0,3%	1,1%	629%
Бенз[а]пирен	100,0%	85,6%	88,7%	92,0%	100,0%	72,3%	5,7%	8,4%	0,0%	0,0%	0,0%
1,3-бутадиен	100,0%	77,4%	76,5%	75,0%	86,8%	100,5%	0,4%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
Бензол	100,0%	69,4%	62,8%	60,1%	66,5%	70,9%	0,5%	0,1%	0,0%	0,0%	0,0%
Формальдегид	100,0%	84,9%	95,1%	53,3%	98,6%	100,4%	6,2%	15,8%	19,1%	16,0%	5440%
Ацетальдегид	100,0%	61,0%	58,6%	58,8%	75,5%	52,4%	9,8%	8,0%	0,1%	0,5%	0,0%
Акролеин	100,0%	66,9%	68,5%	65,7%	78,8%	57,4%	6,7%	2,6%	0,4%	1,6%	298%
NNN	100,0%	29,9%	77,6%	49,8%	85,2%	45,3%	4,3%	7,0%	0,0%	0,0%	0,0%
NNK	100,0%	18,8%	83,2%	41,9%	83,9%	23,5%	4,4%	3,2%	0,0%	0,0%	0,0%

Как видно из таблиц 35, 36 максимальные значения содержания компонентов аэрозоля никотиносодержащей продукции (кроме iKuи i200) значительно ниже, чем в дыме контрольных сигарет 3R4F, а также коммерческих марок сигарет.

Учитывая разницу потребительских характеристик различных видов никотиносодержащей продукции, обуславливающую необходимость применения различных режимов сбора аэрозоля на курительной машине, предлагается требования по содержанию вредных веществ в составе аэрозоля НСП унифицировать путем приведения к объему продуцируемого аэрозоля, например, на 100 см³.

По результатам анализа возможно введение обязательных требований к никотиносодержащей продукции в части предельно допустимых концентраций в 100 см³ выделяемого аэрозоля и (или) в 1 мл жидкости для СДН приоритетных токсичных компонентов по списку ВОЗ: монооксид углерода, формальдегид, ацетальдегид, акролеин, нитрозонорникотин (NNN), 4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-пиридил-)-1-б бутанон (NNK), бензол, 1,3-бутадиен и бенз[а]пирен, а также предельно допустимых отклонений фактического содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в жидкостях для СДН от их номинального значения. Предельно допустимые уровни содержания токсичных компонентов в аэрозоле НСП могут быть установлены в пределах 5 – 25% от их содержания в дыме контрольной сигареты 3R4F в зависимости от вещества. Приведенные в таблице 35 справочные значения указаны при условии проведения испытаний с помощью методик и оборудования, указанных в данном отчете. Учитывая, что в среднем значения концентраций вредных веществ в контрольной сигарете 3R4F варьируются в пределах $\pm 20\%$, рекомендуется внести соответствующий доверительный интервал. Считаем необходимым проводить измерение и контроль содержания никотина в аэрозоле НСП и жидкостях для СДН.

2 Предложения по применению действующих или разработке новых стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимых для применения и исполнения предлагаемых требований к никотиносодержащей продукции и осуществления оценки соответствия такой продукции

Подробный анализ имеющихся международных стандартов, методик определения токсичных компонентов по списку ВОЗ в табачном дыме и аэрозоле никотиносодержащей продукции выполнен в рамках подготовки отчета по первому этапу НИР: «Анализ основных видов никотиносодержащей продукции, международного опыта и практики ее регулирования», раздел 3.

Для контроля качества никотиносодержащей продукции, исполнения требований безопасности по содержанию токсичных веществ в жидкости для СДН и аэрозоле СДН необходимо применение единых методов испытаний.

Существуют два национальных стандарта – ГОСТ Р 57458-2017 «Табак нагреваемый. Общие технические условия» и ГОСТ Р 58109-2018 «Жидкости для электронных систем доставки никотина. Общие технические условия», которые содержат методы испытаний данной продукции: по содержанию монооксида углерода, массе изделий – для табака нагреваемого и по содержанию никотина – для жидкостей. Другие виды испытаний в национальных или межгосударственных стандартах отсутствуют. Нет единого подхода и на международном уровне.

По результатам работы выработаны следующие предложения по применению действующих или разработке новых стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимых для применения и исполнения предлагаемых требований к никотиносодержащей продукции и осуществления оценки соответствия такой продукции:

– для контроля содержания никотина в жидкости для СДН возможно применение методики, установленной национальным стандартом ГОСТ Р 58109-2018 «Жидкости для электронных систем доставки никотина. Общие технические условия»;

– для контроля содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в жидкости для СДН возможна разработка стандарта на основе метода CORESTA №60 “Determination of 1,2-Propylene Glycol and Glycerol in Tobacco and Tobacco Products by Gas Chromatography”;

– для контроля процесса получения (генерации) аэрозоля НСП необходима разработка стандарта по сбору аэрозоля на курительной машине на основе международного стандарта ИСО 20768:2018 “Vapour Products – Routine Analytical Vaping Machine – Definitions and Standard Conditions” и метода CORESTA №81 “Routine Analytical Machine for E-cigarettes Aerosol Generation and Collection – Definitions and Standard Conditions”;

– для контроля содержания монооксида углерода в аэрозоле НСП возможно применение или адаптация методики, установленной национальным стандартом ГОСТ Р 57458-2017 «Табак нагреваемый. Общие технические условия»;

– для контроля содержания бензола и 1,3-бутадиена в аэрозоле НСП возможна разработка стандарта на основе метода газовой хромато-масс-спектрометрии;

– для контроля содержания бенз[а]пирена в аэрозоле НСП возможна разработка стандарта на основе метода газовой хромато-масс-спектрометрии;

– для контроля содержания карбонильных соединений (формальдегида, ацетальдегида, акролеина) в аэрозоле НСП возможна разработка стандарта на основе метода высоко эффективной жидкостной хроматографии в сочетании с тандемной масс-спектрометрией;

– для контроля содержания табачных специфических нитрозаминов (NNN и NNK) в аэрозоле НСП возможна разработка стандарта на основе

метода высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с тандемной масс-спектрометрией.

При разработке указанных выше стандартов за основу могут быть приняты методы, которые использовались в настоящей научно-исследовательской работе (Приложения А – Р), адаптированные к имеющейся лабораторной базе, на основе стандартных методов ISO, CORESTA.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основании проведенной научно-исследовательской работы по теме: «Проведение исследований рынка новых видов никотиносодержащей продукции, международной практики правового регулирования обращения такой продукции и разработка предложений по установлению в рамках Евразийского экономического союза обязательных требований к новым видам никотиносодержащей продукции и рекомендаций по механизмам их реализации» по 2 этапу «Подготовка предложений и рекомендаций по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории Союза» сделаны следующие выводы:

1. В жидкостях для систем доставки никотина (СДН) установлено наличие никотина, пропиленгликоля, глицерина в различных концентрациях. Следует отметить, что содержание никотина, обозначенное на упаковке с жидкостью для СДН большинства торговых марок, выше фактических значений, полученных в результате проведенных исследований.

2. Установлено, что в аэрозоле никотиносодержащей продукции содержится никотин, глицерин, пропиленгликоль, монооксид углерода, формальдегид, ацетальдегид, акролеин. В аэрозоле некоторых видов никотиносодержащей продукции содержатся нитрозамины (NNN и NNK), бензол, 1,3-бутадиен и бенз[а]пирен. Содержание данных веществ в аэрозолях, образующихся при эксплуатации различных видов никотиносодержащей продукции, существенно различается и зависит от типа конструкции изделий, состава наполнителя и температуры процесса, но в целом находится на значительно меньших уровнях по сравнению с содержанием указанных веществ в сигаретном дыме. Содержание монооксида углерода в исследованных образцах НСП находится на уровне, который подтверждает отсутствие горения и тления в процессе нагрева продукции в нормально функционирующих СДН.

3. По результатам анализа предлагается введение обязательных технических требований к никотиносодержащей продукции в части предельно допустимых концентраций в 100 см³ выделяемого аэрозоля и (или) в 1 мл жидкости для СДН приоритетных токсичных компонентов по списку ВОЗ: монооксид углерода, формальдегид, ацетальдегид, акролеин, нитрозонорникотин (NNN), 4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил-)-1-Бутанон (NNK), бензол, 1,3-бутадиен и бенз[а]пирен; а также предельно допустимых отклонений фактического содержания никотина в жидкости для СДН от их номинального значения. Предельно допустимые уровни содержания токсичных компонентов в аэрозоле НСП могут быть установлены в пределах 5 – 25% от их содержания в дыме контрольной сигареты 3R4F в зависимости от вещества. При этом, для учета воспроизводимости результатов лабораторных измерений рекомендуется ввести доверительный интервал $\pm 20\%$. Считаем необходимым проводить измерение и контроль содержания никотина в аэрозоле НСП и жидкостях для СДН.

4. Выработаны следующие предложения по применению действующих или разработке новых стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимых для применения и исполнения предлагаемых требований к никотиносодержащей продукции и осуществления оценки соответствия такой продукции:

– для контроля содержания никотина в жидкости для СДН возможно применение методики, установленной национальным стандартом ГОСТ Р 58109-2018 «Жидкости для электронных систем доставки никотина. Общие технические условия»;

– для контроля содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в жидкости для СДН возможна разработка стандарта на основе метода CORESTA №60 “Determination of 1,2-Propylene Glycol and Glycerol in Tobacco and Tobacco Products by Gas Chromatography”;

– для контроля процесса получения (генерации) аэрозоля НСП возможна разработка стандарта по сбору аэрозоля на курительной машине на основе международного стандарта ИСО 20768:2018 “Vapour Products – Routine Analytical Vaping Machine – Definitions and Standard Conditions” и метода CORESTA №81 “Routine Analytical Machine for E-cigarettes Aerosol Generation and Collection – Definitions and Standard Conditions”;

– для контроля содержания монооксида углерода в аэрозоле НСП возможно применение или адаптация методики, установленной национальным стандартом ГОСТ Р 57458-2017 «Табак нагреваемый. Общие технические условия»;

– для контроля содержания бензола и 1,3-бутадиена в аэрозоле НСП возможна разработка стандарта на основе метода газовой хромато-масс-спектрометрии;

– для контроля содержания бенз[а]пирена в аэрозоле НСП возможна разработка стандарта на основе метода газовой хромато-масс-спектрометрии;

– для контроля содержания карбонильных соединений (формальдегида, ацетальдегида, акролеина) в аэрозоле НСП возможна разработка стандарта на основе метода высоко эффективной жидкостной хроматографии в сочетании с tandemной масс-спектрометрией;

– для контроля содержания табачных специфических нитрозаминов (NNN и NNK) в аэрозоле НСП возможна разработка стандарта на основе метода высоко эффективной жидкостной хроматографии в сочетании с tandemной масс-спектрометрией.

5. НСП не относится и не может быть отнесена к области применения технического регламента Таможенного союза «Технический регламент на табачную продукцию» (ТР ТС 035/2014). Вместе с тем, требования технического регламента Евразийского экономического союза «О безопасности химической продукции» (ТР ЕАЭС 041/2017) распространяются на некоторые виды никотиносодержащей продукции, но

не устанавливают правил в отношении состава аэрозоля НСП, вдыхаемого потребителем. При разработке отдельных обязательных требований к никотиносодержащей продукции целесообразно частично учесть некоторые положения ТР ЕАЭС 041/2017, одновременно исключив никотиносодержащую продукцию из-под области применения ТР ЕАЭС 041/2017, чтобы сосредоточить требования к такой продукции в одном документе.

Таким образом, выработка предложений и рекомендаций по установлению требований безопасности к никотиносодержащей продукции, выпускаемой в обращение на территории Союза обусловлена необходимостью обеспечения безопасности никотиносодержащей продукции, а также предупреждение действий, вводящих потребителей в заблуждение.

Отсутствие единых обязательных требований к никотиносодержащей продукции, может привести к наполнению рынка Союза продукцией, несущей существенные риски для потребителей, а также вводящей потребителей в заблуждение относительно безопасности продукции.

В этой связи, создание механизмов регулирования в части установления единых обязательных требований к никотиносодержащей продукции представляется крайне важным.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Технический регламент Таможенного союза «Технический регламент на табачную продукцию» (ТР ТС 035/2014)
2. Доклад седьмой сессии Конференции Сторон Рамочной конвенции ВОЗ по борьбе против табака, http://www.who.int/fctc/cop/cop7/COP7_REPORT_RU_Final.pdf
3. Директива №2014/40/ЕС Европейского парламента и Совета Европейского Союза «О сближении законодательных, регламентарных и административных положений государств-членов ЕС в области производства, представления на рынке и продажи табачной продукции и сопутствующих товаров и об отмене Директивы 2001/37/ЕС»
4. Решение, принятое в отношении Инновационных и новых табачных изделий на Восьмой сессии Конференции Сторон Рамочной конвенции ВОЗ по борьбе против табака, [http://www.who.int/fctc/cop/sessions/cop8/FCTC_COP8\(22\)_RU.pdf](http://www.who.int/fctc/cop/sessions/cop8/FCTC_COP8(22)_RU.pdf)
5. ГОСТ Р 58109-2018 «Жидкости для ЭСДН. Общие технические условия».
6. ГОСТ ИСО 3402-2003 «Табак и табачные изделия. Атмосферы для кондиционирования и испытаний»
7. ГОСТ ISO 3308-2015 «Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет (курительная машина). Определения и стандартные условия»;
8. ГОСТ 30571-2003 (ИСО 4387-2000) «Сигареты. Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины»;
9. ГОСТ Р 57458-2017 «Табак нагреваемый. Общие технические условия»

10. CORESTA Recommended Method N° 60 Determination of 1,2-Propylene Glycol and Glycerol in Tobacco and Tobacco Products by Gas Chromatography

11. CORESTA Recommended Method N° 81 Routine Analytical Machine for E-Cigarette Aerosol Generation and Collection – Definitions and Standard Conditions

12. CORESTA Recommended Method No. 82 Determination of benzo[a]pyrene in Tobacco Products by GC-MS.

13. CORESTA Recommended Method No. 70 Tobacco - Determination of Selected Volatile Organic Compounds in Mainstream Cigarette Smoke by GC-MS.

14. CORESTA Recommended Method No. 84 Determination of Glycerin, Propylene Glycol, Water, and Nicotine in the Aerosol of E-Cigarettes by Gas Chromatographic Analysis.

15. Xiangyu Li, PhD, Yanbo Luo, PhD, Xingyi Jiang, BD, Hongfei Zhang, MD, Fengpeng Zhu, MD, Shaodong Hu, MD, Hongwei Hou, PhD, Qingyuan Hu, PhD, Yongqiang Pang, MD «Chemical Analysis and Simulated Pyrolysis of Tobacco Heating System 2.2 Compared to Conventional Cigarettes», *Nicotine & Tobacco Research*, 2018, 1–8 doi:10.1093.

16. Jean-Pierre Schaller, Daniela Keller, Laurent Poget, Pascal Pratte, Etienne Kaelin, Damian McHugh, Gianluca Cudazzo, Daniel Smart, Anthony R. Tricker, Lydia Gautier, Michel Yerly, Roger Reis Pires, Soazig Le Bouhellec, David Ghosh, Iris Hofer, Eva Garcia, Patrick Vanscheeuwijck, Serge Maeder «Evaluation of the Tobacco Heating System 2.2. Part 2: Chemical composition, genotoxicity, cytotoxicity, and physical properties of the aerosol», *Regulatory Toxicology and Pharmacology* 81 (2016) 27-47.

17. Mark Forster, Stacy Fiebelkorn, Caner Yurteri, Derek Mariner, Chuan Liu, Christopher Wright, Kevin McAdam, James Murphy, Christopher «Assessment of novel tobacco heating product THP1.0. Part 3: Comprehensive chemical characterisation of harmful and potentially harmful aerosol emissions» *Regulatory Toxicology and Pharmacology* 93 (2018) 14-33.

18. Nadja Mallock, Lisa Buss, Robert Burk, Martin Danziger, Tanja Welsch, Harald Hahn, Hai-Linh Trieu, Jurgen Hahn, Elke Pieper, Frank Henkler-Stephani, Christoph Hutzler, Andreas Luch «Levels of selected analytes in the emissions of “heat not burn” tobacco products that are relevant to assess human health risks» *Archives of Toxicology* (2018) 92: 2145–2149.

19. G. Jaccard, D. Tabin Djoko, O. Moennikes, C. Jeannet, A. Kondylis, M. Belushkin «Comparative assessment of HPHC yields in the Tobacco Heating System THS2.2 and commercial cigarettes» *Regulatory Toxicology and Pharmacology* 90 (2017) 1-8.

20. Hutzler, C., Paschke, M., Kruschinski, S., Henkler, F., Hahn, J., Luch, A., 2014. Chemical hazards present in liquids and vapors of electronic cigarettes. *Arch. Toxicol.*

21. Goniewicz ML, Kuma T, Gawron M, et al. Nicotine levels in electronic cigarettes. *Nicotine Tob Res* 2013;15:158–66.

22. Pellegrino RM, Tinghino B, Mangiaracina G, et al. Electronic cigarettes: an evaluation of exposure to chemicals and fine particulate matter (PM). *Ann Ig* 2012;24:279–88

23. Etter J, Zather E, Svensson S. Analysis of refill liquids for electronic cigarettes. *Addiction* 2013;108:1671–9.

24. Cameron JM, Howell DN, White JR, et al. Variable and potentially fatal amounts of nicotine in e-cigarette nicotine solutions. *Tob Control* 2014;23:77.

25. Kirschner R, Gerona R, Jacobitz K. Nicotine content of liquid for electronic cigarettes. *Clin Toxicol* 2013;51:684

26. Laugesen M. Safety Report on the Ruyan E-cigarette Cartridge and Inhaled Aerosol. Christchurch: Health New Zealand Ltd., 2008.

27. Cheng, T., 2014. Chemical evaluation of electronic cigarettes. *Tobac. Contr.* 23 (Suppl. 2), 11–17.

28. С.К. Кочеткова, Н.А. Дурунча, Т.А. Пережогина и др. Исследование жидкостей для электронных систем доставки никотина. *Международный научно-исследовательский журнал*. – Екатеринбург, 2017. - № 04 (58). – С.54.

29. Т.А.Пережогина, Н.А. Дурунча, И.М. Остапченко. Определение никотина в коммерческих образцах жидкостей для электронных сигарет НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ. – Майкоп: изд-во ФГБОУ ВО «МГТУ», 2017. – Выпуск 1. - С.48-52.

30. Попова Н.В. Т.А.Пережогина, Н.А. Дурунча. Определение компонентного состава жидкостей для электронных систем доставки никотина (ЭСДН). Журнал «Наука и Мир», 2018. - № 5 (57). – С. 39-42.

31. Пережогина Т.А., Н.А. Дурунча, Л.В. Кокорина. Никотиносодержащие жидкости для ЭСДН. General question of world science. Сборник научных трудов, по материалам международной научно-практической конференции. 31 июля 2018. Изд. «Л-Журнал», 2018. – С.5-8.

32. Goniewicz ML, Knysak J, Gawron M, et al . Levels of selected carcinogens and toxicants in vapour from electronic cigarettes. Tob Control 2014;23:133–9.

33. Laugesen M. Safety Report on the Ruyan E-cigarette Cartridge and Inhaled Aerosol. Christchurch: Health New Zealand Ltd., 2008. <http://www.healthnz.co.nz/>

34. RuyanCartridgeReport30-Oct-08.pdf (accessed 25 Oct 2013).

35. CORESTA Recommended Method No. 84 Determination of Glycerin, Propylene Glycol, Water, and Nicotine in the Aerosol of E-Cigarettes by Gas Chromatographic Analysis.

36. Bao, B., Joza, P., Rickert, W., 2016. Analysis of 21 carbonyl compounds in e-liquids and e-aerosols by gas chromatography-mass spectrometry after PFBHA Derivatization. Paper presented at TSRC 2016

37. Williams, M. & Talbot, P., 2011. Variability among electronic cigarettes in the pressure drop, airflow rate, and aerosol production. Nicotine & Tobacco Research. 13(12), 1276-83.

38. Miller, J.H., Wilkinson, J., Flora, J.W., 2015. Effect of puff duration and puff volume on e-cigarette aerosol collection. Paper presented at CORESTA Smoke Science and Product Technology Joint Study Groups Meeting, October 2015.

39. Farsalinos, K.E., Voudris, V., Poulos, K., 2015. E-cigarettes generate high levels of aldehydes only in 'dry puff' conditions. *Addiction*, 110(8), 1352-1356

40. Eric A Feldman, Chai Yue. E-Cigarette Regulation in China: the Road Ahead. Penn Law: Legal Scholarship Repository 2016.

41. <http://www.chinamarket.com/blog/china-national-standards-for-electronic-cigarette-coming-soon>

ПРИЛОЖЕНИЕ А

МЕТОДИКА

Сбор аэрозоля и определение содержания влажного конденсата в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого), определение содержания монооксида углерода в газовой фазе аэрозоля

1 Назначение

Методика предназначена для проведения процедуры сбора аэрозоля на фильтр из стекловолокна (Cambridge фильтр) для всех типов изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) для последующего анализа никотина, пропиленгликоля, глицерина, бенз[а]пирена, содержащихся в аэрозоле, и определения содержания монооксида углерода в газовой фазе аэрозоля.

2 Область применения

Методика применяется при анализе аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) в соответствии с режимом ISO Intense.

3 Принцип метода

Определение твердо-жидкой фазы аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков проводится гравиметрическим методом по разнице между массой фильтра из стекловолокна до и после сбора аэрозоля на курительной машине. Разница массы соответствует общему содержанию аэрозоля (TPM).

Далее проводится газохроматографическое и хроматомасс-спектрометрическое определение исследуемых компонентов.

Монооксид углерода (CO), содержащийся в газовой фазе аэрозоля, собирается в мешок, определяется в % методом инфракрасной недисперсионной фотометрии и пересчитывается в мг/100 см³.

4 Материалы, оборудование и реактивы

4.1.1 Оборудование:

- Фильтрующие диски из стекловолокна (Cambridge фильтры) диаметром 44 мм в соответствии со спецификациями ISO 3308;

- Четвертые части фильтрующих дисков;
- Пластиковые держатели фильтров (негигроскопичные) для фильтров из стекловолокна (ISO 4387 и ISO 3308) или аналог;
- Металлические держатели фильтров (негигроскопичные) для фильтров из стекловолокна и неопрена (ISO 4387 и ISO 3308) или аналог;
- Металлические колпачки с мембраной для закрывания металлических держателей фильтров;
- Пластиковые держатели изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков типа Cerulean (арт. 33571) или аналог с 4 лабиринтными уплотнениями (арт. LS5.5GN 66334 для уплотнений зеленого цвета, LS6.5BE — синего цвета);
- Металлические держатели изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков типа Borgwaldt или аналог (арт. 80213400) с 4 лабиринтными уплотнениями (арт. 80210290 для уплотнений синего цвета, 80210280 для уплотнений зеленого цвета) и одним неопреновым уплотнением (арт. T4, для уплотнений синего цвета 80210331, T3 для уплотнений зеленого цвета 80210321);
- Пинцет;
- Держатель фильтра металлический негигроскопичный для фильтра из стекловолокна диаметром 92 мм (ISO 4387 и ISO 3308);
- Одноразовые перчатки из нитрила для выемки фильтрующих дисков из уловителя;
- Перчатки хлопчатобумажные антистатические для взвешивания уловителей;
- Емкости типа SCHOTT из темного стекла или прозрачные, или аналоги, с нарезными пробками и мембраной, или тубы Filtrona из темного стекла или прозрачные, или аналоги, на 20 мл, а также соответствующие мембраны;
- Цвет нарезных пробок емкостей SCHOTT обозначает тип анализа:
 - Красный цвет: ТРМ, вода, никотин, глицерин;
 - Желтый цвет: флаконы с бланками;

- Мембрана из бутилкаучука диаметром 42 мм и максимальной толщиной 2 мм;

- Хлопчатобумажная нить черного цвета, 100% хлопка (Артикул: Gutermann № 5201 или аналог);

- Самоклеящиеся этикетки для идентификации образцов.

4.1.2 Приборы:

- Курительная машина линейного типа Serulean 20 портов;

- СО-анализатор;

- Система вентиляции и кондиционирования воздуха, способная поддерживать температуру (Т) $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ при $60\% \pm 5\%$ относительной влажности (ОВ) вокруг курительной машины, в соответствии с ISO 3402;

- Климатизационная камера на $22^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ и $60\% \pm 3\%$ ОВ для кондиционирования изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков перед тестированием;

- Сертифицированный барометр точностью 0,1 кПа;

- Весы-анализатор точностью $\pm 0,0002$ г;

- Ионизатор для снятия электростатического заряда с держателей фильтров.

4.1.3 Химические вещества:

- Изопропанол безводный;

- n-Гептадекан;

- Этанол;

- Газ-эталон монооксида углерода уровня 1%; 3%; 5,5% ;7,5%.

4.4 Порядок выполнения операций

- Необходимо использовать нитриловые перчатки во время выполнения всех операция для защиты рук от воздействия химических веществ;

- Ношение халата и защитных очков является обязательным во время всех операций с использованием растворителей.

4.2.1 Отбор образцов

При случайном смешивании образцов из разных блоков необходимо выбросить образцы и заменить их новыми.

4.2.3 Подготовка курительных машин

Проводится в зависимости от типа используемой машины.

Перед началом анализа тубы и емкости SCHOTT из темного стекла высушить в сушильном шкафу в течение часа при 100°C, затем выдержать в течение ночи перед использованием при 60°C.

При выемке из сушильного шкафа необходимо сразу закрыть емкости соответствующей мембраной/пробкой и выждать не менее 30 минут до вставки фильтрующих дисков, чтобы они остыли до температуры окружающей среды.

Подготовка держателей фильтров и фильтрующих дисков

- Во время выполнения всех операций ношение перчаток является обязательным во избежание попадания веществ на пальцы;
- Выдерживать фильтрующие диски (Cambridge фильтры) в кондиционированном помещении при влажности 60% ± 3% и температуре 22°C ± 1°C в течение минимум 12 часов;
- Диски помещаются в открытый контейнер в условиях комнатной температуры климатизационной камеры;
- Запрещается подготовка фильтрующих дисков в помещении для тестирования. Перед каждым днем проведения тестирования необходимое количество дисков извлекается из камеры. Если после окончания тестирования фильтры остаются, их необходимо выбросить;
- Вставить фильтрующий диск в держатель так, чтобы шершавая сторона была повернута в сторону подачи аэрозоля;
- Всегда оставлять используемые держатели в атмосфере испытательной лаборатории;
- Очищать используемые пластиковые держатели фильтров спиртом в течение дня между операциями тестирования;

- Перед тем как вставить новый фильтрующий диск, необходимо просушить пластиковые держатели фильтров в течение минимум 15 минут при комнатной температуре;
- Взвешивание проводить в течение не более 30 минут перед соответствующей операцией тестирования.

Существует два типа держателей фильтров для линейных курительных машин.

Пластиковые держатели фильтров, используемые для улавливания с фильтрами Cambridge или с фильтрами Cambridge и промывочными флаконами.

Металлические держатели фильтров с перегородками из неопрена, используемые для улавливания НС, глицерина, ментола, триацетина, ПГ.

Такие ловушки требуют осуществления экстрагирования на месте, то есть раствор проходит через уловитель посредством двух шприцов.

4.2.4 Количество определений

Если особые положения по плану проведения исследований отсутствуют, руководствуются ГОСТами.

4.2.5 Ежедневная проверка (или согласно использованию)

Контроль Т, ОВ и Р (атмосферного давления) в лаборатории и климатизационной камере проводится с помощью системы мониторинга, регистрация результатов мониторинга заносится в журнал контроля лабораторных условий тестирования.

4.2.6 Процедура тестирования

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

Контроль утечки

В зависимости от типа используемой машины: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине»

Контроль объема затяжки

В зависимости от типа используемой машины: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

Допуск для затяжки: $\pm 0,2$ мл для объема до 60 мл, $\pm 0,4$ мл для большего объема.

Если отклонение объема не соответствует норме, отрегулировать машину: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации курительной машины».

Взвешивание ловушек

В зависимости от типа используемой машины: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

Металлические ловушки взвешивать с металлическими пробками и перегородками. Ловушки необходимо заменить после взвешивания.

Внимание: следить, чтобы не выпал неопределенный диск.

Контрольное тестирование и образцы

В зависимости от типа используемой машины: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

- Вставить фильтрующий диск в держатель. Предварительно выдержать диск в климатизационной камере.
- Вставить фильтрующий диск в держатель так, чтобы шершавая сторона была повернута в сторону подачи аэрозоля.

- После взвешивания ловушки и контроля утечек и объемов можно переходить к тестированию согласно методу эксплуатации курительной машины.

- По окончании тестирования осуществить промывочные затяжки.
- Извлечь ловушку из машины, закрыть пробкой с герметичным колпачком.

- Взвесить ловушку.
- Извлечь фильтрующий диск, не касаясь конденсата.
- Сложить и поместить фильтр в емкость типа SCHOTT так, чтобы он касался стенок. На емкость предварительно наклеить идентификационную этикетку для процедуры тестирования.

- Если конденсат присутствует на оборотной стороне фильтрующего диска, диск необходимо выбросить.

Конденсат на оборотной стороне фильтрующего диска свидетельствует о перегрузке фильтра или недостаточной герметичности уловителя.

- Очистить внутренние поверхности ловушки с помощью двух четвертых частей чистого фильтрующего диска. Первая четвертая часть используется для внутренней стороны спереди, вторая — для конуса в передней части ловушки.

- Закрыть емкость типа SCHOTT.
- Идентифицировать порт-образец, наклеив этикетку со следующими обозначениями: «№ исследования»;

«Наименование используемой курительной машины и ее идентификатор: «Дата» и «Виза».

4.2.7 Курительные машины линейного типа

Подготовка бланков

Каждый бланк включает чистый фильтрующий диск, который вставляется во флакон. Флакон необходимо сразу закрыть. Диски берут из одного контейнера в течение всего дня исследования.

При использовании металлических ловушек каждый бланк включает чистый фильтрующий диск, который вставляется в металлический держатель фильтров, закрывается с помощью перегородки из неопрена и двух пробок.

Примечание: при использовании металлических ловушек очень осторожно извлечь держатель изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков во избежание повреждения неопрена. Закрывать металлическими колпачками.

- Взвесить по очереди ловушки.
- При использовании пластиковых ловушек:
 - Извлечь по очереди фильтрующие диски из ловушки, не касаясь конденсата.
 - Сложить фильтр, очистить внутренние поверхности ловушки и конус держателя изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков.

Образцы перерабатываются в лаборатории перед добавлением растворителя.

- Идентифицировать порт-образец, наклеив этикетку со следующими обозначениями: «№ исследования»;

4.3 Расчеты и регистрация результатов

Расчет монооксида углерода (СО)

Вычисление среднего объема монооксида углерода на 100 см³ аэрозоля

Средний объем монооксида углерода на 100 см³ аэрозоля V_{100} , см³, вычисляются по формуле:

$$V_{100} = \frac{C \cdot (N + N_0) \cdot p \cdot T_0 \cdot V_1}{N \cdot p_0 \cdot (t + T_0) \cdot 100}, \quad (1)$$

где C – объемная доля монооксида углерода, считанная с анализатора, %;

N – общее число затяжек, исключая очищающие, на канал;

N_0 – общее число очищающих затяжек на канал;

p – давление окружающего воздуха, кПа;

T_0 – температура тройной точки воды, К;

V_1 – расчетный объем аэрозоля, см³, $V_1 = 100$ см³;

p_0 – стандартное атмосферное давление, кПа;

t – окружающая температура, °С.

При вычислении могут быть использованы следующие округленные значения:

p_0 (101,3 кПа) и T_0 (273 К).

Вычисление средней массы монооксида углерода на 100 см³ аэрозоля.

Среднюю массу монооксида углерода m_{100} на 100 см³, мг, вычисляют по формуле:

$$m_{100} = V_{100} \cdot \frac{M_{CO}}{V_M}, \quad (2)$$

где V_{100} – средний объем монооксида углерода по формуле (1), см³;

M_{CO} – молярная масса монооксида углерода, г/моль;

V_M – молярный объем идеального газа, дм³/моль.

При вычислении могут быть использованы следующие округленные значения:

M_{CO} (28 г/моль) и V_M (22,4 дм³/моль).

Расчет ТРМ – влажного конденсата

$$m_{tpm} = (m_1 - m_2) \times 1000 / n,$$

где

m_1 : масса в мг уловителя до тестирования;

m_2 : масса в мг уловителя после тестирования;

n: количество протестированных изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков на ловушку.

4.4 Область испытаний, повторяемость, воспроизводимость

4.4.1 Ограничения при приемке

Если план тестирования включает контрольное тестирование, убедиться, что значения находятся в пределах нормы, установленной используемой системой мониторинга, и соответствуют режиму тестирования. Если контрольное тестирование предусмотрено спецификациями, продолжить тестирование других продуктов. В случае необходимости уведомить ответственное лицо лаборатории, которое принимает решение о приемке результатов.

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ И ОБОЗНАЧЕНИЯ

ГОСТ ISO 3308-2015 «Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет. Определения и стандартные условия»

ГОСТ ИСО 3402-2003 «Табак и табачные изделия. Атмосферные условия для кондиционирования и испытаний»

ГОСТ 30571-2003 (ИСО 4387:2000) «Сигареты. Определение содержания общего и не содержащего никотина сухого вещества с применением обычного аналитического устройства для прокуривания сигарет»

ГОСТ 31630-2012 (ИСО 8454:2007) «Сигареты. Определение монооксида углерода в газовой фазе сигаретного дыма»

ГОСТ Р 57458-2017 «Табак нагреваемый. Общие технические условия»

°С - градус Цельсия

мм Н₂О - Миллиметр водного столба - единица измерения сопротивления затяжке

Р - Атмосферное давление

Уловитель аэрозоля - Состоит из негигроскопичного держателя фильтра, фильтрующего диска диаметром 44 мм

ПГ - Пропиленгликоль

Газовая фаза - это часть аэрозоля, которая проходит через уловитель

s - отклонение (стандартное)

SC – Компонент аэрозоля

T - Температура

TIM - Контроль испытуемого образца, группа по приемке, подготовке и упаковке образцов

NC - никотин, СО

TRM - Общее содержание влажного конденсата

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

МЕТОДИКА

Сбор аэрозоля и определение содержания влажного конденсата в аэрозоле жидкостей для систем доставки никотина (СДН)

1 Назначение

Методика предназначена для проведения процедуры сбора аэрозоля на фильтр из стекловолокна (Cambridge фильтр) для жидкостей для систем доставки никотина (СДН) и определения компонентов газовой фазы аэрозоля (монооксида углерода).

2 Область применения

Методика применяется при сборе аэрозоля жидкости для СДН в соответствии с методом Coresta № 81, который описывает генерирование и сбор аэрозоля СДН в соответствии с режимом ISO Intense.

3 Принцип метода

Определение твердо-жидкой фазы аэрозоля жидкости для СДН проводится гравиметрическим методом по разнице между массой фильтра из стекловолокна до и после сбора аэрозоля на курительной машине. Разница массы соответствует общему содержанию аэрозоля (TPM). Параметры метода сбора аэрозоля жидкости для СДН: профиль затяжки – прямоугольный, длительность затяжки 3 сек., объем затяжки $55 \pm 0,3$ мл.

Перед сбором аэрозоля необходимо изучить инструкцию по работе с СДН, а также подготовить устройство к работе, предварительно его зарядить и соединить мундштуком с уловителем курительной машины. СДН располагается на курительной машине горизонтально. Если СДН активируется кнопкой, то необходимо активировать его в момент начала затяжки, удерживая кнопку на протяжении затяжки $3 \pm 0,1$ сек, и прекратить активацию в момент окончания затяжки.

Далее проводится газохроматографическое определение исследуемых компонентов.

Монооксид углерода (СО), содержащийся в газовой фазе аэрозоля, собирается в мешок и определяется в % методом инфракрасной недисперсионной фотометрии и пересчитывается в мг/зат.

Приблизительное время для подготовки курительной машины и оборудования:

- измерение воздушного потока - 30 минут;
- контроль калибровки СО-анализатора - 15 минут.

Время тестирования образца зависит от количества затяжек, режима и специфических ограничений, налагаемых на продукт.

4 Оборудование, приборы, химические вещества, стандарты, справочная документация

4.1.1 Оборудование:

- Фильтрующие диски из стекловолокна диаметром 44 мм в соответствии со спецификациями ISO 3308;
- Четвертые части фильтрующих дисков;
- Пластиковые держатели фильтров (негигроскопичные) для фильтров из стекловолокна (ISO 4387 и ISO 3308) или аналог;
- Металлические держатели фильтров (негигроскопичные) для фильтров из стекловолокна и неопрена (ISO 4387 и ISO 3308) или аналог;
- Металлические колпачки с мембраной для закрывания металлических держателей фильтров;
- Пластиковые держатели типа Cerulean (арт. 33571) или аналог с 4 лабиринтными уплотнениями (арт. LS5.5GN 66334 для уплотнений зеленого цвета, LS6.5BE — синего цвета);
- Металлические держатели типа Borgwaldt или аналог (арт. 80213400) с 4 лабиринтными уплотнениями (арт. 80210290 для уплотнений синего цвета, 80210280 для уплотнений зеленого цвета) и одним неопреновым уплотнением (арт. Т4, для уплотнений синего цвета 80210331, Т3 для уплотнений зеленого цвета 80210321);
- Пинцет;

- Держатель фильтра металлический негигроскопичный для фильтра из стекловолокна диаметром 92 мм (ISO 4387 и ISO 3308);
 - Одноразовые перчатки из нитрила для выемки фильтрующих дисков из ловушки;
 - Перчатки хлопчатобумажные антистатические для взвешивания уловителей;
 - Емкости типа SCHOTT из темного стекла или прозрачные, или аналоги, с нарезными пробками и мембраной, или тубы Filtrona из темного стекла или прозрачные, или аналоги на 20 мл, а также соответствующие мембраны;
 - Цвет нарезных пробок емкостей SCHOTT обозначает тип анализа:
 - Красный цвет: ТРМ, вода, никотин, глицерин;
 - Желтый цвет: флаконы с бланками;
 - Мембрана из бутылкаучука диаметром 42 мм и максимальной толщиной 2 мм;
 - Хлопчатобумажная нить черного цвета, 100% хлопка (Артикул: Gutermann № 5201 или аналог);
 - Самоклеящиеся этикетки для идентификации образцов.
- 4.1.2 Приборы:
- Курительная машина линейного типа Serulean 20 портов;
 - СО-анализатор;
 - Система вентиляции и кондиционирования воздуха, способная поддерживать температуру (Т) $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ при $60\% \pm 5\%$ относительной влажности (ОВ) вокруг курительной машины, в соответствии с ISO 3402;
 - Климатизационная камера на $22^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ и $60\% \pm 3\%$ ОВ для выдерживания СДН перед тестированием;
 - Сертифицированный барометр точностью 0,1 кПа;
 - Весы-анализатор точностью $\pm 0,0002$ г;
 - Ионизатор для снятия электростатического заряда с держателей фильтров.

4.1.3 Химические вещества:

- Изопропанол безводный;
- n-Гептадекан;
- Этанол;
- Газ-эталон монооксида углерода уровня 1%; 3%; 5,5%;7,5%.

4.4 Порядок выполнения операций

- Необходимо использовать нитриловые перчатки во время выполнения всех операция для защиты рук от воздействия химических веществ;
- Ношение халата и защитных очков является обязательным во время всех операций с использованием растворителей.

4.2.1 Отбор образцов

При случайном смешивании образцов из разных блоков необходимо выбросить образцы и заменить их новыми.

4.2.3 Подготовка курительных машин

В зависимости от типа используемой машины.

Перед началом анализа тубы и емкости SCHOTT из темного стекла высушить в сушильном шкафу в течение часа при 100°C, затем выдержать в течение ночи перед использованием при 60°C.

При выемке из сушильного шкафа необходимо сразу закрыть емкости соответствующей мембраной/пробкой и выждать не менее 30 минут до вставки фильтрующих дисков, чтобы они остыли до температуры окружающей среды.

Подготовка держателей фильтров и фильтрующих дисков

- Во время выполнения всех операций ношение перчаток является обязательным во избежание попадания веществ на пальцы.
- Выдержать фильтрующие диски из стекловолокна (Cambridge фильтры Ø 44 мм) в кондиционированном помещении при влажности 60% ± 3% и температуре 22°C ± 1°C в течение минимум 12 часов.
- Диски помещаются в открытый контейнер в условиях комнатной температуры климатизационной камеры.

- Запрещается подготовка фильтрующих дисков в помещении для тестирования. Перед каждым днем проведения тестирования необходимое количество дисков извлекается из камеры. Если после окончания тестирования фильтры остаются, их необходимо выбросить.
- Вставить фильтрующий диск в держатель так, чтобы шершавая сторона была повернута в сторону подачи аэрозоля.
- Всегда оставлять используемые держатели в атмосфере испытательной лаборатории.
- Очищать используемые пластиковые держатели фильтров спиртом в течение дня между операциями тестирования.
- Перед тем как вставить новый фильтрующий диск, необходимо просушить пластиковые держатели фильтров в течение минимум 15 минут при комнатной температуре.
- Взвешивание проводить в течение не более 30 минут перед соответствующей операцией тестирования.

Существует два типа держателей фильтров для линейных курительных машин.

Пластиковые держатели фильтров, используемые для улавливания с фильтрами Cambridge или с фильтрами Cambridge и промывочными флаконами.

Металлические держатели фильтров с перегородками из неопрена, используемые для улавливания НС, глицерина, ментола, триацетина, ПГ.

Такие ловушки требуют осуществления экстрагирования *на месте*, то есть, раствор проходит через уловитель посредством двух шприцов.

4.2.4 Количество определений

Если особые положения по плану проведения исследований отсутствуют, руководства ГОСТами.

4.2.5 Ежедневная проверка (или согласно использованию)

Контроль Т, ОВ и Р (атмосферного давления) в лаборатории и климатизационной камере проводится с помощью системы мониторинга,

регистрация результатов мониторинга заносится в журнал контроля лабораторных условий тестирования.

4.2.6 Процедура тестирования

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

Контроль утечки

В зависимости от типа используемой машины: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине»

Контроль объема затяжки

В зависимости от типа используемой машины: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

Допуск для затяжки: $\pm 0,2$ мл для объема до 60 мл, $\pm 0,4$ мл для большего объема.

Если отклонение объема не соответствует норме, отрегулировать машину: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации курительной машины».

Взвешивание ловушек

В зависимости от типа используемой машины: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

Металлические ловушки взвешиваются с металлическими пробками и перегородками. Ловушки необходимо заменить после взвешивания.

Внимание: следить, чтобы не выпал неопределенный диск.

Контрольное тестирование и образцы

В зависимости от типа используемой машины: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

- Вставить фильтрующий диск в держатель. Предварительно выдержать диск в климатизационной камере.
- Вставить фильтрующий диск в держатель так, чтобы шершавая сторона была повернута в сторону подачи аэрозоля.
- После взвешивания ловушки и контроля утечек и объемов можно переходить к тестированию согласно методу эксплуатации курительной машины.
- По окончании тестирования осуществить промывочные затяжки.
- Извлечь ловушку из машины, закрыть пробкой с герметичным колпачком.
- Взвесить ловушку.
- Извлечь фильтрующий диск, не касаясь конденсата.
- Сложить и поместить фильтр в емкость типа SCHOTT так, чтобы он касался стенок. На емкость предварительно наклеить идентификационную этикетку для процедуры тестирования.
- Если конденсат присутствует на оборотной стороне фильтрующего диска, диск необходимо выбросить.

Конденсат на оборотной стороне фильтрующего диска свидетельствует о перегрузке фильтра или недостаточной герметичности ловушки.

- Очистить внутренние поверхности ловушки с помощью двух четвертых частей чистого фильтрующего диска. Первая четвертая часть используется для внутренней стороны спереди, вторая — для конуса в передней части ловушки.
- Закрыть емкость типа SCHOTT.
- Идентифицировать порт-образец, наклеив этикетку со следующими обозначениями: «№ исследования»;

«Наименование используемой курительной машины и ее идентификатор: «Дата» и «Виза».

4.2.7 Курительные машины линейного типа

Подготовка бланков

Каждый бланк включает чистый фильтрующий диск, который вставляется во флакон. Флакон необходимо сразу закрыть. Диски берут из одного контейнера в течение всего дня исследования.

При использовании металлических ловушек каждый бланк включает чистый фильтрующий диск, который вставляется в металлический держатель фильтров, закрывается с помощью перегородки из неопрена и двух пробок.

Примечание: при использовании металлических ловушек очень осторожно извлечь держатель во избежание повреждения неопрена. Закрывать металлическими колпачками.

- Взвесить по очереди ловушки.
- При использовании пластиковых ловушек:
 - Извлечь по очереди фильтрующие диски из ловушки, не касаясь конденсата.
 - Сложить фильтр, очистить внутренние поверхности ловушки и конус держателя .

Образцы перерабатываются в лаборатории перед добавлением растворителя.

- Идентифицировать порт-образец, наклеив этикетку со следующими обозначениями: «№ исследования»;

4.3 Расчеты и регистрация результатов

Расчет монооксида углерода (СО)

Вычисление среднего объема монооксида углерода на СДН

Средний объем монооксида углерода на СДН $V_{\text{сдн}}$, см³, вычисляют по формуле

$$V_{\text{сдн}} = \frac{C V N p T_0}{S 100 p_0 (t + T_0)} \quad (1)$$

где :

C - объемная доля монооксида углерода, считанная с анализатора, %;

V- объем затяжки, см³;

N- число затяжек, включая очищающие;

p- давление окружающего воздуха, кПа;

T_o- температура тройной точки воды, К;

S – число затяжек, исключая очищающие затяжки;

p_o - стандартное атмосферное давление, кПа;

t- окружающая температура, °С.

При вычислении могут быть использованы следующие значения:

V-55 см³ и округленные значения p_o (101,3 кПа) и T_o(273 К).

Вычисление средней массы монооксида углерода на СДН

Среднюю массу монооксида углерода на СДН m_{сдн}, мг вычисляют по формуле:

$$m_{\text{сдн}} = V_{\text{сдн}} \frac{M_{\text{CO}}}{V_M} \quad (2)$$

где :

V_{сдн} - средний объем монооксида углерода на СДН по формуле (1), см³;

M_{CO} - молярная масса монооксида углерода, г/моль;

V_M - молярный объем идеального газа, дм³/моль.

При вычислении могут быть использованы следующие округленные значения: M_{CO} (28 г/моль) и V_M (22,4 дм³/моль).

Расчет ТРМ – влажного конденсата

$$m_{\text{трм}} = (m_1 - m_2) \times 1000/n,$$

где:

m₁ - масса в мг ловушки до тестирования;

m_2 - масса в мг ловушки после тестирования;

n - количество протестированных СДН на ловушку.

4.4 Область испытаний, повторяемость, воспроизводимость

4.4.1 Ограничения при приемке

Если план тестирования включает контрольное тестирование, убедиться, что значения находятся в пределах нормы, установленной используемой системой мониторинга, и соответствуют режиму тестирования. Если контрольное тестирование предусмотрено спецификациями, продолжить тестирование других продуктов. В случае необходимости уведомить ответственное лицо лаборатории, которое принимает решение о приемке результатов.

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ И ОБОЗНАЧЕНИЯ

ГОСТ ISO 3308-2015 «Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет. Определения и стандартные условия»

ГОСТ ИСО 3402-2003 «Табак и табачные изделия. Атмосферные условия для кондиционирования и испытаний»

ГОСТ 30571-2003 (ИСО 4387:2000) «Сигареты. Определение содержания общего и не содержащего никотина сухого вещества с применением обычного аналитического устройства для прокуривания сигарет»

ГОСТ 31630-2012 (ИСО 8454:2007) «Сигареты. Определение монооксида углерода в газовой фазе сигаретного дыма»

ГОСТ Р 57458-2017 «Табак нагреваемый. Общие технические условия»

СДН – система доставки никотина

°С - градус Цельсия

мм Н₂О - Миллиметр водного столба - единица измерения сопротивления затяжке

Р - Атмосферное давление

Уловитель аэрозоля - Состоит из негигроскопичного держателя фильтра, фильтрующего диска диаметром 44 мм

ПГ - Пропиленгликоль

Газовая фаза - это часть аэрозоля, которая проходит через уловитель

s - отклонение (стандартное)

SC - Компонент аэрозоля

T - Температура

TIM - Контроль испытуемого образца, группа по приемке, подготовке и упаковке образцов

NC - никотин, СО

TRM - Общее содержание влажного конденсата

ПРИЛОЖЕНИЕ В

МЕТОДИКА

Определение содержания летучих органических веществ (1,3-бутадиена и бензола) в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого)

1. Назначение метода

Метод предназначен для определения содержания 1,3-бутадиена и бензола в газовой фазе аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) с помощью ГХ/МС.

2. Область применения

Методика применяется при анализе газовой фазы аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) в режиме сбора аэрозоля ISO Intense.

3 Принцип метода

Метод основан на хроматомассспектрометрическом определении 1,3-бутадиена и бензола в экстракте, полученном в результате улавливания газовой фазы аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков в охлаждаемые ловушки (барботеры), содержащие метанол.

4. Оборудование, приборы, химические вещества, стандарты, справочная документация

4.1 Материалы:

- виалы на 2 мл с завинчивающейся крышкой из темного стекла;
- пред-колонка: деактивированная капиллярная колонка длиной 2 м из кварцевого стекла диаметром 0,25 мм или эквивалент, плотно подсоединенные к основной колонке;
- капиллярная колонка с фазой DB-WAXERT, длиной 30 м и диаметром 0,25 мм с толщиной слоя 0,5 микрон;
- лайнер 3-4 мм Супелко или эквивалент;
- инжектор и трансферлайн (то, по чему идет проба);
- встряхиватель;

- 25 мл ВЖХ фильтр, нейлон 0,25 микрометров;
- 5 мл или 20 мл одноразовый шприц;
- микропипетки, объемом 10-100 мкл, 100-1000 мкл;
- мерные колбы на 10, 25, 50 и 100 мл;
- аналитические весы Метлер с погрешностью взвешивания 0,1 мг;
- виалы с завинчивающимися крышками из темного стекла для SPME на 10 мл и 20 мл, Супелко или аналог.

4.2 Оборудование:

- газовый хроматограф Shimadzu QP-2010 PLUS с испарителем с разделением и без разделения потока (split/splitless injector);
- лайнер 3-4 мм, Супелко или аналог;
- ферулы Shimadzu;
- инжектор: SGE Analytical Science #GVF 16-004 VERPEL или эквивалент;
- микрошприц 10A-N-S-0.63 SGE Analytic# 221-34618SG или эквивалент.

4.3.Перечень химических и стандартных веществ

Таблица 1- Список химических веществ и реагентов

Наименование стандартных веществ	CAS #	Поставщик	№ по каталогу	Условия хранения
Бензол (+99,9 %)	71-43-2	Fluka	12540	комнат. т-ра
1,3-бутадиен (99%, 12 мг/мл в метаноле)	106-99-0	Restek	565537	- 20 °С
Бензол D6	1076-43-3	Aldrich	175870	комнат. т-ра
Метанол, 99,9 %	67-56-1		34960	комнат. т-ра
Гелий	7440-59-7			комнат. т-ра

5 Отбор образцов

5.1 Подготовка образцов.

Процесс тестирования изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков проводится по методике тестирования.

В каждой серии тестирования используется два холостых образца и метанол для экстракции. Анализ проводится для того, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений. Метанол поместить в 10 мл виалы из темного стекла с завинчивающейся крышкой. Все образцы, если они не были

проанализированы сразу, хранить для анализа при температуре - 80 ° С до 17 дней. Полка, на которой хранятся образцы, идентифицируется с указанием № исследования или проекта, исполнителя и даты приготовления образца.

Когда образцы достигнут соответствующей температуры (около 1 часа) перемешать их путем осторожного вращения, и затем образцы довести до нужного объема. Эту стадию подготовки записать в журнал «Результаты, связанные с подготовкой к анализу летучих веществ в аэрозоле».

Виалы пронумеровать следующим образом: три последние цифры - № образца с последующим «__X», где X – номер повторности, например: 35_1 (1-я повт.); 35_2 (2-я повт.).

5.2 Подготовка виал для инъекций:

Для образца, холостого образца и стандартов:

- 1 мл образца (или холостого образца, или стандарта) с помощью пипетки внести в виалу для автосамплера;
- с помощью пипетки добавить 50 мкл внутреннего стандарта. Виалы осторожно перемешать.

Виалы с не проанализированными образцами, стандартами, холостыми образцами могут храниться в течение 6 дней при комнатной температуре, данные о хранении заносятся в журнал.

Полка, на которой хранятся образцы, идентифицируется с указанием № исследования или проекта, ФИО исполнителя, даты приготовления образца и номера пачки или партии.

6 Подготовка оборудования

В таблицах 2-5 приведены параметры настройки ГХ-МС Shimadzu QP-2010 PLUS и программирование температуры ГХ.

Таблица 2 - Параметры настройки ГХ-МС Shimadzu QP-2010 PLUS

	Параметры	Летучие в-ва	
Параметры автосамплера	промывка растворителем до анализа # of Rinses with Solvent (Pre-run)	3	
	промывка растворителем после анализа # of Rinses with Solvent (Post-run)	4	
	Промывка образцом # of Rinses with Sample	2	
	Скорость плунжера Plunger Speed (Suction)	Высокая	
	Viscosity Comp. Time Вязкость комп. время	0,2 сек	
	Plunger Speed (Injection) Скорость поршня (впрыска)	Высокая	
	Syringe Insertion Speed Скорость движения шприца	Высокая	
	Injection Mode Модель инъекции	0: Normal	
	Pumping Times Время накачивания	5	
	Inj. Port Dwell Time Время задержки порта	0.3 sec	
	Terminal Air Gap Терминал разрыва воздуха	Да	
	Plunger Washing Speed Скорость поршня промывочная	Высокая	
	Washing volume Промывочный объем	8 мкл	
	Syringe Suction Position Всасывающий шприц (позиция)	0.0 mm	
	Параметры газожидкостного хроматографа	Syringe Injection Position Шприц для инъекций (позиция)	0.0 mm
		Solvent Selection Выбор растворителя	All A,B,C
Injection volume Объем инъекции		1 мкл	
Column Oven Temp. Температура колонки		40	
Injection Temp.		250	
Carrier Gas Газ-носитель		Split	
Flow Control Mode Режим управления потоком		Linear Velocity	
Pressure Давление		90 kPa	
Total Flow Общий поток		79.2 mL/min	
Column Flow Поток в колонке		1.49 mL/min	
Linear Velocity Линейная скорость		42.7 cm/sec	
Purge Flow Движение потока		3.0 mL/min	
Split Ratio Деление-соотношение		50	
Total Program Time Общее время программы	15.50 min		
Параметры масс-	Ion source Temp Температура ионного источника	230 °C	

спектрометра	Interface Temp. Температура интерфейса	240 °C
	Solvent Cut Time Растворитель (время)	1 min
	Micro Scan Width Микро-скан пик	0 amu
	Detector Gain mode Режим усиления детектора	Relative
	Detector Gain Усиление детектора	0.8* kV

Таблица 3- Программирование температуры ГХ при определении ЛОВ

Скорость, °C/мин	Конечная температура, °C	Время нагрева, мин
нет	40	2,5
30	250	6

Таблица 4 - Метод МС SIM при определении ЛОВ

Вещества	Время начала, мин	Время окончания, мин	модель	Время события, сек	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z	Ch4 m/z	Ch5 m/z
1,3 бутадиен	1.00	2.00	SIM	0.20	54	53	51	67	68
Бензол- D6 бензол									
Бензол- D6 бензол	3.90	4.30	SIM	0.20	77	78	84	56	нет
бензол									

Таблица 5 - Параметры МС при определении ЛОВ

Вещества	№ сегмента	Время старта, мин	Ион квантификатор	Ион квалификатор	Внутренний стандарт
			m/z	m/z	
1,3 бутадиен	1	1.0	54	51/53	Бензол-D6
			67	68	Бензол-D6
Бензол-D6 бензол	2	3.9	84	56	-
бензол			78	77	Бензол-D6

7 Подготовка растворов

Перед каждой серией определений необходимо подготовить стандартные растворы с 3-го по 6-ой, смесь стандартных растворов для стандартов с 1-го по 2-ой из 6-го стандарта и смешанный раствор внутреннего стандарта для образцов и стандартов.

7.1 Подготовка раствора внутреннего стандарта

Взвесить 50 ± 5 мг Бензола-D6 в небольшой стаканчик и затем количественно перенести его в 25 мл мерную колбу, содержащую 15-20 мл

метанола с помощью метанола, довести до метки метанолом и перемешать. Хранить раствор в 10 маркированных 2 мл виалах из темного стекла с закручивающимися крышками. *Максимальное время хранения – 18 дней при температуре -20°C.*

7.2 Смешанный раствор внутреннего стандарта для образцов и стандартов

В 25 мл мерную колбу, содержащую 10-15 мл метанола, перенести 100 мкл раствора внутреннего стандарта (7.1) и довести до метки метанолом. *Раствор готовится в день проведения анализа.*

7.3 Подготовка стандартного раствора 1,3-бутадиена

В 25 мл мерную колбу взвесить 300 ± 30 мг 1,3-бутадиена, долить до метки метанолом и перемешать. *Раствор готовится в день проведения анализа.* Если 1,3-бутадиен находится в баллоне, то в предварительно взвешенную 25 мл мерную колбу, содержащую примерно 15 мл метанола, ввести 1,3-бутадиен в количестве 300 ± 30 мг (периодически взвешивая), долить до метки метанолом и перемешать. *Раствор готовится в день проведения анализа.*

7.4 Подготовка стандартного раствора бензола

В 25 мл мерную колбу взвесить 65 ± 6 мг бензола и довести до метки метанолом (концентрация 25 мг/мл). *Раствор готовится в день проведения анализа.*

7.5 Раствор смеси стандартов

В 100 мл мерную колбу, содержащую 80 мл метанола перенести 800 мкл стандартного раствора 1,3-бутадиена (7.3), затем 1000 мкл стандартного раствора бензола (7.4), довести до метки метанолом и тщательно перемешать. *Раствор смеси стандартов хранить в 9-ти 10 мл маркированных виалах из темного стекла с закручивающейся крышкой до 18 дней при температуре -20°C.*

7.6 Подготовка ряда калибровочных растворов

Таблица 6 – Концентрация стандартных растворов

№ калибр. раствора	Общий объем раствора, мл	Количество стандартного раствора, мл	Концентрация стандартных растворов, мкг/мл		
			1,3-бутадиен	бензол	бензола-D6
1	10	0,1 мл калибровочного раствора № 6	0,048	0,013	0,381
2	10	0,2 мл калибровочного раствора № 6	0,095	0,026	0,381
3	10	0,1 мл раствора смеси стандартов (7.5)	0,950	0,260	0,381
4	25	0,5 мл раствора смеси стандартов (7.5)	1,901	0,520	0,381
5	10	0,4 мл раствора смеси стандартов (7.5)	3,802	1,040	0,381
6	10	0,5 мл раствора смеси стандартов (7.5)	4,752	1,300	0,381

Ряд калибровочных растворов начать готовить с калибровочного раствора № 6. Объем растворов довести до метки метанолом и тщательно перемешать. Хранить в 10-20 мл виалах с закручивающейся крышкой. Растворы готовятся в день проведения анализа.

7.7 Подготовка калибровочных растворов для хроматографирования

В 2 мл виалы для хроматографирования перенести 1мл калибровочного раствора (№№ 1- 6) и добавить 50 мкл смешанного раствора внутреннего стандарта для образцов и стандартов (7.2).

Приготовление раствора **CTRL**: к 1 мл калибровочного раствора № 4 добавить 50 мкл смешанного раствора внутреннего стандарта для образцов и стандартов (7.2).

7.8 Количество определений

Анализ аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков проводить в четырех повторностях для каждого образца.

Таблица 7 - Типичный порядок запуска поледовательности:

Лин.	Образец	№ виалы	Описание	Вид анализа веществ
1	Метанол 1	90	Метанол 1	Летучие вещества
2	Стандарт 1	2	Стандарт 1	
3	Стандарт2	3	Стандарт 2	
4	Стандарт 3	4	Стандарт 3	
5	Стандарт 4	5	Стандарт 4	
6	Стандарт 5	6	Стандарт 5	
7	Стандарт 6	7	Стандарт 6	
8	Метанол 2	91	Methanol 2	
9	Метанол 3	92	Methanol 3	
10	Образец 1	11	Повторность1	
11	Образец 2	12	Повторность 1	
12	Образец 3	13	Повторность1	
13	Контроль 1	15	Стандарт 4	
14	Образец 1	17	Повторность 2	
15	Образец 2	18	Повторность 2	
16	Образец 3	19	Повторность 2	
17	Контроль 2	22	Стандарт 4	
18	Образец1	24	Повторность 3	
19	Образец 2	25	Повторность 3	
20	Образец 3	26	Повторность 3	
...	Контроль 4	...	Стандарт 4	

8 Проверка результатов

- Проверить калибровочную кривую для каждого соединения: коэффициент корреляции r^2 должен быть выше 0,995, за исключением бутадиена, для которого коэффициент корреляции может быть ниже (r^2 может быть до 0,985).

- Процент относительного отклонения концентрации (% RCR) рассчитывается для оценки степени отклонения реально определяемой концентрации от заложенной в калибровочном графике:

$$\%RCR = \frac{(RC-NC)}{NC} \times 100$$

где:

RC = реальная концентрация, мкг/мл;

NC = номинальная концентрация (заложенная в калибровочном графике), мкг/мл.

- Калибровочные стандарты уровней от 2 до 6 должны иметь % RCR, не превышающий ± 10 % номинальной концентрации для каждого аналита за исключением бутадиена, для которого применимы более высокие значения. Калибровочный стандарт 1 уровня должен иметь значение % RCR, не превышающее ± 25 % номинальной концентрации каждого аналита.

- Правильность калибровки постоянно проверяется во время анализа путем проверки контрольного калибровочного стандарта. Значение концентрации каждого контрольного стандарта должно находиться в пределах ± 15 % от его теоретического значения.

9 Расчеты и запись результатов

- Для каждого соединения уравнение регрессии имеет линейный вид:

$$\frac{A_a}{A_{ISTD}} = b + pC_a$$

где:

A_a : интегрированная площадь искомого аналита;

A_{ISTD} : интегрированная площадь соответствующего внутреннего стандарта;

C_a : концентрация искомого аналита;

b : точка пересечения графика с осью у;

p : наклон прямой.

- Для каждого образца и каждого соединения средняя концентрация холостых проб вычитается (если она выше чем предел определения данного компонента или соединения).

- Концентрации искомых соединений в образце, находящемся в растворе, определяются по методу внутреннего стандарта с использованием линейных уравнений регрессии, полученных из калибровочных кривых:

$$C_a \text{ (мкг/мл)} = \frac{\frac{Aa_{sample}}{A_{ISTDsample}} - b}{p}$$

где:

Aa_{sample} : интегрированная площадь искомого анализа;

$A_{ISTDsample}$: интегрированная площадь соответствующего внутреннего стандарта;

C_a (мкг/мл): концентрация искомого анализа в виале для хроматографирования.

Концентрация компонента вычисляется по формуле:

$$C \text{ (мкг/шт.)} = C_a \frac{V}{n}$$

где:

V – экстракционный объем, используемый во время тестирования, мл;

n – количество изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков, протестированных на одну повторность;

C_a - концентрация искомого анализа в виале для хроматографирования (мкг/мл).

10 Безопасность

ВНИМАНИЕ: Этот метод может включать использование опасных веществ и / или оборудования. Перед использованием этого метода пользователь отвечает за установление правил безопасности и гигиены труда, а также применимости нормативных требований.

11 Калибровка и обслуживание приборов

1 - автонастройки МСД (масс-спектрометр детектор согласно спецификации);

2 - калибровочная кривая должна выполняться с каждой серией образцов.

11.1 Техническое обслуживание

11.1.1 Пригодность

Этот тест пригодности применим к Shimadzu ГХ / МС, чтобы контролировать работу хроматографической системы.

Контрольный раствор (стандарт 4) используется для оценки эффективности работы прибора.

Следующие ключевые показатели эффективности считаются:

- Форма пика (контроль впрыска): хроматограмма;
- Ширина пика (хроматографический контроль)
- Отношение сигнала шума (мониторинг обнаружения)

Испытания являются успешным, когда соблюдаются следующие критерии

Таблица 8 - Предел пригодности работы прибора

	Допустимый предел			
	Толуол	Акрилонитрил	Нафталин	Пиридин
Хроматограмма [NA]	$0.96 \leq x \leq 1.07$	$0.97 \leq x \leq 1.10$	$0.94 \leq x \leq 1.10$	$0.95 \leq x \leq 1.16$
Ширина пика на высоте 50%	$x \leq 0.018$	$x \leq 0.018$	$x \leq 0.017$	$x \leq 0.023$
S/N [dB]	$x \geq 150$	$x \geq 225$	$x \geq 944$	$x \geq 11498$

Таблица 9 - Предел пригодности работы прибора

	Допустимый предел			
	Толуол	Акрилонитрил	Нафталин	Пиридин
Хроматограмма [NA]	$0.96 \leq x \leq 1.05$	$0.97 \leq x \leq 1.07$	$0.94 \leq x \leq 1.07$	$0.96 \leq x \leq 1.17$
Ширина пика [min]	$x \leq 0.018$	$x \leq 0.019$	$x \leq 0.017$	$x \leq 0.024$
S/N [dB]	$x \geq 422$	$x \geq 267$	$x \geq 1090$	$x \geq 17751$

11.1.2 Обслуживание и периодичность

Тип	Задача	Периодичность
Автоматическая система впрыска	Промыть вials метанолом	Каждая партия
Шприц	Проверка шприца	Перед тем как запустить последовательность
Инжектор Split / Splitless	Замена септы	Замена после каждых двух партий анализов
	Замена лайнера	Замена после каждых двух партий анализов
Предв. колонка	Замена пред. колонки	Замена после каждых двух партий анализов
	Проверка герметич.	После замены колонки
MS	Выполните настройку	Перед каждой партией
	Очистите источник ионов	Когда параметры не соответствуют требованиям

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

МЕТОДИКА

Определение содержания летучих органических веществ в жидкостях для систем доставки никотина (СДН)

1 Назначение и область применения

Метод предназначен для определения содержания 1,3-бутадиена и бензола в жидкостях для систем доставки никотина (СДН) с помощью ГХ/МС.

2 Принцип метода

Метод основан на хроматомасспектрометрическом определении 1,3-бутадиена и бензола с использованием бензола D6 в качестве внутреннего стандарта.

3 Материалы, оборудование и реактивы

3.1 Материалы:

- виалы на 2 мл с завинчивающейся крышкой из темного стекла;
- пред-колонка: деактивированная капиллярная колонка длиной 2 м из кварцевого стекла диаметром 0,25 мм или эквивалент, плотно подсоединенные к основной колонке;
- капиллярная колонка с фазой DB-WAXERT, длиной 30 м и \varnothing 0,25 мм с толщиной слоя 0,5 микрон;
- лайнер 3-4 мм Supelco или эквивалент;
- встряхиватель;
- 25 мл ВЖХ фильтр, нейлон 0,25 микрон;
- 5 мл или 20 мл одноразовый шприц;
- микропипетки, объемом 10-100 мкл, 100-1000 мкл;
- мерные колбы на 10, 25, 50 и 100 мл;
- аналитические весы с погрешностью взвешивания 0,1 мг;
- виалы с завинчивающимися крышками из темного стекла для SPME на 10 мл и 20 мл, Supelco или аналог.

3.2 Оборудование:

- газовый хроматограф Shimadzu QP-2010 PLUS с испарителем с разделением и без разделения потока (split/splitless injector);
- лайнер 3-4 мм, Supelco или аналог;
- ферулы Shimadzu;
- инжектор: SGE Analytical Science #GVF 16-004 VERPEL или эквивалент;
- микрошприц 10A-N-S-0.63 SGE Analytic# 221-34618SG или эквивалент.

3.3. Перечень химических и стандартных веществ

Таблица 1- Список химических веществ и реагентов

Наименование стандартных веществ	CAS #	Поставщик	№ по каталогу	Условия хранения
Бензол (+99,9 %)	71-43-2	Fluka	12540	комнат. т-ра
1,3-бутадиен (99%, 12 мг/мл в метаноле)	106-99-0	Restek	565537	- 20 °С
Бензол D6	1076-43-3	Aldrich	175870	комнат. т-ра
Метанол, 99,9 %	67-56-1		34960	комнат. т-ра
Гелий	7440-59-7			комнат. т-ра

4 Отбор образцов

Подготовка образцов:

- Взвесить $1,0 \pm 0,1$ г жидкости для СДН в 10 мл мерную колбу и довести до метки метанолом. Тщательно перемешать раствор.

Подготовка виал для инъекций:

- Для образца жидкости для СДН, холостого образца и стандартов:
 - 1 мл образца (или холостого образца, или стандарта) с помощью пипетки внести в 2 мл виалу для автосамплера;
 - с помощью пипетки добавить 50 мкл внутреннего стандарта.

Виалы осторожно перемешать.

Виалы пронумеровать следующим образом: три последние цифры - № образца с последующим «__X», где X – номер повторности, например: 35_1 (1-я повт.); 35_2 (2-я повт.).

Виалы с не проанализированными образцами, стандартами, холостыми образцами могут храниться в течение 6 дней при комнатной температуре, данные о хранении заносятся в журнал.

Полка, на которой хранятся образцы, идентифицируется с указанием № исследования или проекта, ФИО исполнителя, даты приготовления образца и номера пачки или партии.

5 Подготовка оборудования

В таблицах 2-5 приведены параметры настройки ГХ-МС Shimadzu QP-2010 PLUS и программирование температуры ГХ.

Таблица 2 - Параметры настройки ГХ-МС Shimadzu QP-2010 PLUS

	Параметры	Летучие в-ва
Параметры автосамплера	промывка растворителем до анализа # of Rinses with Solvent (Pre-run)	3
	промывка растворителем после анализа # of Rinses with Solvent (Post-run)	4
	Промывка образцом # of Rinses with Sample	2
	Скорость плунжера Plunger Speed (Suction)	Высокая
	Viscosity Comp. Time Вязкость комп. время	0,2 сек
	Plunger Speed (Injection) Скорость поршня (впрыска)	Высокая
	Syringe Insertion Speed Скорость движения шприца	Высокая
	Injection Mode Модель инъекции	0: Normal
	Pumping Times Время накачивания	5
	Inj. Port Dwell Time Время задержки порта	0.3 sec
	Terminal Air Gap Терминал разрыва воздуха	Да
	Plunger Washing Speed Скорость поршня промывочная	Высокая
	Washing volume Промывочный объем	8 мкл
	Syringe Suction Position Всасывающий шприц (позиция)	0.0 mm
	Параметры газожидкостного хроматографа	Syringe Injection Position Шприц для инъекций (позиция)
Solvent Selection Выбор растворителя		All A,B,C
Injection volume Объем инъекции		1 мкл
Column Oven Temp. Температура колонки		40
Injection Temp.		250
Carrier Gas		Split

	Газ-носитель		
	Flow Control Mode Режим управления потоком	Linear Velocity	
	Pressure Давление	90 kPa	
	Total Flow Общий поток	79.2 mL/min	
	Column Flow Поток в колонке	1.49 mL/min	
	Linear Velocity Линейная скорость	42.7 cm/sec	
	Purge Flow Движение потока	3.0 mL/min	
	Split Ratio Деление-соотношение	50	
	Total Program Time Общее время программы	15.50 min	
	Параметры масс-спектрометра	Ion source Temp Температура ионного источника	230 °C
		Interface Temp. Температура интерфейса	240 °C
Solvent Cut Time Растворитель (время)		1 min	
Micro Scan Width Микро-скан пик		0 amu	
Detector Gain mode Режим усиления детектора		Relative	
Detector Gain Усиление детектора		0.8* kV	

Таблица 3 - Программирование температуры ГХ при определении ЛОВ

Скорость, °C/мин	Конечная температура, °C	Время нагрева, мин
нет	40	2,5
30	250	6

Таблица 4 - Метод MS SIM при определении ЛОВ

Вещества	Время начала, мин	Время окончания, мин	модель	Время события, сек	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z	Ch4 m/z	Ch5 m/z
1,3 бутадиен	1.00	2.00	SIM	0.20	54	53	51	67	68
Бензол- D6	3.90	4.30	SIM	0.20	77	78	84	56	нет
бензол									

Таблица 5 - Параметры МС при определении ЛОВ

Вещества	№ сегмента	Время старта, мин	Ион	Ион	Внутренний стандарт
			квантификатор	квалификатор	
			m/z	m/z	
1,3-бутадиен	1	1.0	54	51/53	Бензол-D6
			67	68	Бензол-D6
Бензол-D6	2	3.9	84	56	-
бензол			78	77	Бензол-D6

6 Подготовка растворов

Перед каждой серией определений необходимо подготовить стандартные растворы с 3-го по 6-ой, смесь стандартных растворов для стандартов с 1-го по 2-ой из 6-го стандарта и смешанный раствор внутреннего стандарта для образцов и стандартов.

6.1 Подготовка раствора внутреннего стандарта

Взвесить 50 ± 5 мг Бензола-D6 в небольшой стаканчик и затем количественно перенести его в 25 мл мерную колбу, содержащую 15-20 мл метанола, довести до метки метанолом и перемешать. Хранить раствор в 10 маркированных 2 мл виалах из темного стекла с закручивающимися крышками. *Максимальное время хранения – 18 дней при температуре -20°C .*

6.2 Смешанный раствор внутреннего стандарта для образцов и стандартов

В 25 мл мерную колбу, содержащую 10-15 мл метанола, перенести 100 мкл раствора внутреннего стандарта (6.1) и довести до метки метанолом. *Раствор готовится в день проведения анализа.*

6.3 Подготовка стандартного раствора 1,3-бутадиена

В 25 мл мерную колбу взвесить 300 ± 30 мг 1,3-бутадиена, долить до метки метанолом и перемешать. *Раствор готовится в день проведения анализа.* Если 1,3-бутадиен находится в баллоне, то в предварительно взвешенную 25 мл мерную колбу, содержащую примерно 15 мл метанола, ввести 1,3-бутадиен в количестве 300 ± 30 мг (периодически взвешивая),

долить до метки метанолом и перемешать. *Раствор готовится в день проведения анализа.*

6.4 Подготовка стандартного раствора бензола

В 25 мл мерной колбе взвесить 65 ± 6 мг бензола и довести до метки метанолом (концентрация 25 мг/мл). *Раствор готовится в день проведения анализа.*

6.5 Раствор смеси стандартов

В 100 мл мерную колбу, содержащую 80 мл метанола перенести 800 мкл стандартного раствора 1,3-бутадиена (6.3), затем 1000 мкл стандартного раствора бензола (6.4), довести до метки метанолом и тщательно перемешать. *Раствор смеси стандартов хранить в 9-ти 10 мл маркированных виалах из темного стекла с закручивающейся крышкой до 18 дней при температуре - 20°C.*

6.6 Подготовка ряда калибровочных растворов

Таблица 6 – Концентрация стандартных растворов

№ калибр. раствора	Общий объем раствора, мл	Количество стандартного раствора, мл	Концентрация стандартных растворов, мкг/мл		
			1,3-бутадиен	бензол	бензола-D6
1	10	0,1 мл калибровочного раствора № 6	0,048	0,013	0,381
2	10	0,2 мл калибровочного раствора № 6	0,095	0,026	0,381
3	10	0,1 мл раствора смеси стандартов (6.5)	0,950	0,260	0,381
4	25	0,5 мл раствора смеси стандартов (6.5)	1,901	0,520	0,381
5	10	0,4 мл раствора смеси стандартов (6.5)	3,802	1,040	0,381
6	10	0,5 мл раствора смеси стандартов (6.5)	4,752	1,300	0,381

Ряд калибровочных растворов начать готовить с калибровочного раствора № 6. Объем растворов довести до метки метанолом и тщательно перемешать. Хранить в 10-20 мл виалах с закручивающейся крышкой. *Растворы готовятся в день проведения анализа.*

6.7 Подготовка калибровочных растворов для хроматографирования

В 2 мл виалы для хроматографирования перенести 1мл калибровочного раствора (№№ 1- 6) и добавить 50 мкл смешанного раствора внутреннего стандарта для образцов и стандартов (6.2).

Приготовление раствора CTRL: к 1 мл калибровочного раствора № 4 добавить 50 мкл смешанного раствора внутреннего стандарта для образцов и стандартов (6.2).

6.8 Количество определений

Анализ проводить в четырех повторностях для каждого образца.

Таблица 7 - Типичный порядок запуска последовательности:

Лин.	Образец	№ виалы	Описание	Вид анализа веществ
1	Метанол 1	90	Метанол 1	Летучие вещества
2	Стандарт 1	2	Стандарт 1	
3	Стандарт2	3	Стандарт 2	
4	Стандарт 3	4	Стандарт 3	
5	Стандарт 4	5	Стандарт 4	
6	Стандарт 5	6	Стандарт 5	
7	Стандарт 6	7	Стандарт 6	
8	Метанол 2	91	Methanol 2	
9	Метанол 3	92	Methanol 3	
10	Образец 1	11	Повторность1	
11	Образец 2	12	Повторность 1	
12	Образец 3	13	Повторность1	
13	Контроль 1	15	Стандарт 4	
14	Образец 1	17	Повторность 2	
15	Образец 2	18	Повторность 2	
16	Образец 3	19	Повторность 2	
17	Контроль 2	22	Стандарт 4	
18	Образец1	24	Повторность 3	
19	Образец 2	25	Повторность 3	
20	Образец 3	26	Повторность 3	
...	Контроль 4	...	Стандарт 4	

8 Проверка результатов

- Проверить калибровочную кривую для каждого соединения: коэффициент корреляции r^2 должен быть выше 0,995, за исключением бутадиена, для которого коэффициент корреляции может быть ниже (r^2 может быть до 0,985).
- Процент относительного отклонения концентрации (% RCR) рассчитывается для оценки степени отклонения реально определяемой концентрации от заложенной в калибровочном графике.

$$\%RCR = \frac{(RC-NC)}{NC} \times 100$$

где:

RC = реальная концентрация, мкг/мл;

NC = номинальная концентрация (заложенная в калибровочном графике), мкг/мл.

- Калибровочные стандарты уровней от 2 до 6 должны иметь % RCR, не превышающий ± 10 % номинальной концентрации для каждого аналита за исключением бутадиена, для которого применимы более высокие значения. Калибровочный стандарт 1 уровня должен иметь значение % RCR, не превышающее ± 25 % номинальной концентрации каждого аналита.
- Правильность калибровки постоянно проверяется во время анализа путем анализа контрольного калибровочного стандарта. Значение концентрации каждого контрольного стандарта должно находиться в пределах ± 15 % от его теоретического значения.

9 Расчеты и запись результатов

- Для каждого соединения уравнение регрессии имеет линейный вид:

$$\frac{A_a}{A_{ISTD}} = b + pC_a$$

где:

A_a : интегрированная площадь искомого аналита;

A_{ISTD} : интегрированная площадь соответствующего внутреннего стандарта;

C_a : концентрация искомого аналита;

b : точка пересечения графика с осью y ;

p : наклон прямой.

Для каждого образца и каждого соединения средняя концентрация холостых проб вычитается (если она выше чем предел определения данного компонента или соединения).

Концентрации искомых соединений в образце, находящемся в растворе, определяются по методу внутреннего стандарта с использованием линейных уравнений регрессии, полученных из калибровочных кривых.

$$C_a \text{ (мкг/мл)} = \frac{\frac{Aa_{sample}}{A_{ISTDsample}} - b}{p}$$

где:

Aa_{sample} : интегрированная площадь искомого аналита;

$A_{ISTDsample}$: интегрированная площадь соответствующего внутреннего стандарта;

C_a (мкг/мл): концентрация искомого аналита в виале для хроматографирования.

Концентрация компонента вычисляется по формуле:

$$C \text{ (мкг/г)} = C_a \frac{V}{m}$$

где:

V – экстракционный объем, мл;

m – масса навески жидкости, г;

C_a - концентрация искомого аналита в виале для хроматографирования (мкг/мл).

10. Безопасность

ВНИМАНИЕ: Этот метод может включать использование опасных веществ и / или оборудования. Перед использованием этого метода пользователь отвечает за установление правил безопасности и гигиены труда, а также применимости нормативных требований.

11 Калибровка и обслуживание приборов

1 - автонастройки МСД (масс-спектрометр детектор согласно спецификации);

2 - калибровочная кривая должна выполняться с каждой серией образцов.

11.1 Техническое обслуживание

11.1.1 Пригодность

Этот тест пригодности применим к Shimadzu ГХ / МС, чтобы контролировать работу хроматографической системы.

Контрольный раствор (стандарт 4) используется для оценки эффективности работы прибора.

Следующие ключевые показатели эффективности считаются:

- Форма пика (контроль впрыска): хроматограмма;
- Ширина пика (хроматографический контроль)
- Отношение сигнала шума (мониторинг обнаружения)

11.1.2 Обслуживание и периодичность

Тип	Задача	Периодичность
Автоматическая система впрыска	Промыть виалы метанолом	Каждая партия
Шприц	Проверка шприца	Перед тем как запустить последовательность
Инжектор Split / Splitless	Замена септы	Замена после каждых двух партий анализов
	Замена лайнера	Замена после каждых двух партий анализов
Предв. колонка	Замена пред.колонки	Замена после каждых двух партий анализов
	Проверка герметич.	После замены колонки
MS	Выполнить настройку	Перед каждой партией
	Очистить источник ионов	Когда параметры не соответствуют требованиям

ПРИЛОЖЕНИЕ Д

МЕТОДИКА

Определение содержания полициклических ароматических углеводородов (бенз[а]пирена) в жидкостях для систем доставки никотина (СДН)

1 Назначение метода

Метод предназначен для определения содержания полициклических ароматических углеводородов (бенз[а]пирена) в жидкостях для систем доставки никотина (СДН).

2 Область применения

Метод применяется для анализа жидкости для систем доставки никотина (СДН) на содержание полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) - бенз[а]пирена.

3 Принцип метода

Метод основан на извлечении ПАУ из жидкости для СДН н-гексаном с последующим определением методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с ионизационным детектором в режиме SIM.

4 Материалы, оборудование и реактивы

4.1 Материалы, оборудование

- Газожидкостный хроматограф Shimadzu с автосамплером, испарителем с делением и без деления потока и ионизационным масс-спектрометром с ионизационным детектором;
- Капиллярная колонка: DB-17ms колонка, 30m x 0,25 мм ID x 0.15µm;
- Микрошприц на 10 мкл для автосамплера;
- Лайнер: Split 3.4mm , Shimadzu;
- Ферулы Shimadzu, Brechbühler;
- Септы для Shimadzu;
- Сосуды из темного стекла СТС 10 мл и 20 мл;
- Магнитные резьбовые колпачки для СТС , Sil / PTFE;
- Боросиликатные трубки 10-100 мм;

- Концентратор-выпариватель Биотейж;
- Встряхиватель;
- Мерные цилиндры;
- Виалы из темного стекла для автосамплера;
- Мерные пипетки на 100-1000 мкл, 10-100 мкл;
- Пипетки на 0,5-5 мл и 1-10 мл;
- Мерные колбы на 10 мл, 50 мл, 100 мл, 1000 мл;
- Аналитические весы с погрешностью взвешивания 0,1 мг;
- Лодочки для взвешивания;
- Пипетки Пастера;
- Вставки в виалы Agilent No. 5181-1270.

4.2 Реактивы и стандартные вещества

- н-Гексан;
- Сверхчистая вода;
- Тoluол;
- Бенз[а]пирен;
- Изооктан;
- Бенз[а]пирен D12;
- Полиэтиленгликоль;
- Бутиловый спирт;
- Гелий.

5 Подготовка образца

5.1 Взвесить 2 г жидкости для СДН во флаконе из темного стекла объемом 20 мл.

5.2 Добавить 100 мкл (микропипеткой) *внутреннего стандартного раствора В1(п. 8.1.2)* во флакон.

5.3 Добавить 5 мл сверхчистой воды и 6 мл н-гексана во флакон.

5.4 Встряхнуть раствор в течение 30 ± 10 мин при приблизительно 250 об/мин.

5.5 Собрать верхнюю органическую фазу с помощью пипетки Пастера

в испарительную трубку, содержащую 50 мкл **раствора А (п. 7.1)**.

5.6 Добавить 6 мл н-гексана во флакон, содержащий водный раствор, и встряхнуть раствор в течение 30 ± 10 мин, при приблизительно 250 об/мин.

5.7 Собрать верхнюю органическую фазу с помощью пипетки Пастера и объединить ее с первым экстрактом в испарительной трубке.

5.8 Испарить содержимое при 60°C в течение примерно 5-10 минут. Испарительная трубка содержит каплю экстракта в конце процесса испарения.

5.9 Добавить 400 мкл **изооктана** и 20 мкл **стабилизирующего раствора полиэтиленгликоля** (микропипеткой) в трубке, содержащей каплю экстракта.

5.10 Полученную аликвоту перенести в ГХ виалу со вставкой, используя пипетку Пастера.

Маркировать виалы соответствующим образом.

Образцы готовы для ГХ-МС анализа.

Виалы с непроколотыми мембранами (септами) для анализа жидкости для СДН сохраняют стабильность в автосамплере до 3 дней при температуре 10°C .

Переподготовленные ГХ виалы следует проанализировать заново.

6 Подготовка ГХ-МС

Параметры ГХ-МС метода приведены в таблицах 1-6.

Таблица 1 - Установочные требования к автосамплеру

Вводимый объем	1 мкл
Объем воздуха	0 мкл
Предварительная очистка растворителем 1(изооктан)	0
Предварительная очистка растворителем 2(изооктан)	2
Предварительная очистка образцом	1
Объем заполнения	3 мкл
Скорость заполнения	1 мкл/сек
Ход поршня при заполнении	3
	0 миллисекунд

Ввод	ГЖХ ввод 1
Скорость ввода	50 мкл/сек
Пауза перед вводом	0 миллисекунд
Пауза после ввода	0 миллисекунд
очистка после ввода растворителем 1(изооктан)	2
очистка после ввода растворителем 2 (изооктан)	2
Температура подставки автосамплера	10 °С

Таблица 2 - Установочные требования к вводу пробы

Тип испарителя	Split/splitless
Температура испарителя	320 °С
Модель испарителя	splitless
Модель контроля потока	Линейная скорость
Давление	128,3 кило паскалей
Общая скорость потока газа	67,0 мл/мин
Скорость газа через колонку	2,00 мл/мин
Линейная скорость	51,9 см/сек
Скорость продувочного газа	5,0 мл/мин
Величина деления потока (split ratio)	30,0
Импульс давления (Pulse pressure)	200 кило паскалей
Импульс времени (Pulse time)	0,5 мин
Газ-носитель	гелий
Предохранитель потока газа-носителя (carrier gas saver)	Включен (On)
Предохранение отношения потока (Sever flow ratio)	10
Сбережение времени (Sever time)	10 мин

Таблица 3 - Установочные требования к газо-жидкостному хроматографу

Время уравнивания	2,00 мин
Выход ГХ на режим	57,83 мин
Общее время выхода на режим перед введение проб	65 мин

Таблица 4 - Программирование температуры термостата хроматографа

Скорость (°С/мин)	Температура, °С	Время выдерживания, мин
нет	70	2,0
40,0	210	0,0
2,5	270	0,0
3,0	325	10,0

Таблица 5 - Установочные требования к масс-спектрометрическому детектору

Ionization mode (Режим ионизации)	EI
Autotune mode (Режим автоматической настройки)	High sensitivity (Высокая чувствительность)
Ion source temperature (Температура источника иона)	300 C
Interfase temperature (Interfase температура)	325 C
Solvent cut time (Растворитель сократить время)	8
Micro-scan width (ширина микро сканирование)	0u
Detector gain voltage (Детектор усиления напряжения)	Relative to tune (Относительно настройки)
Detector voltage (Детектор напряжения)	0.12 kV *2
Acquisition mode (Acquisition режим)	SIM (СИМ)
MS Program (Программа MS)	Yes: @9.00 min => Filament ON (Накаливание Вкл.) @57.00 min => Filament OFF (Накаливание Выкл.)

Таблица 6 - Параметры масс-спектрометрирования

Event # (Событие #)	Start time, min (Время начала мин)	End time, min (Время окончания, мин)	Event time, sec (Время события, сек)	Compounds (соединения)	Quantifier ions (Квантификатор ионов)	Qualifier ions (Квалификатор ионов)
3	18.0	29.0	0.40	Бенз[а]пирен- D12	264.00	265.00
				Бенз[а]пирен	252.00	250.00

7 Приготовление растворов

7.1 Раствор А: Смесь гексан:октанол-1 (1:1):

Приготовить смешиванием 4 мл (дозатор на 1-10 мл) гексана с 4 мл (дозатор на 1-10 мл) октанола-1 в виале на 10 мл из темного стекла. Если требуется другой общий объем смеси, то объем каждого растворителя необходимо пропорционально уменьшить или увеличить. Этот раствор стабилен в течение 24 дней при комнатной температуре.

7.2 Стабилизирующий раствор полиэтиленгликоля:

С помощью пипетки Пастера отвесить 50 мг (± 5 мг) полиэтиленгликоля в 20 мл виалу из темного стекла с 18 мл (дозатор на 1-10 мл) бутилового спирта. Раствор стабилен с течение 24 дней при комнатной температуре.

8 Приготовление стандартных растворов и внутренних стандартов

8.1 Приготовление растворов внутреннего стандарта

8.1.1 Раствор внутреннего стандарта A1 :

Взвесить 10 мг (± 1 мг) бенз[а]пирена D₁₂ в мерную колбу на 100 мл, довести до объема *толуолом*. *Этот раствор использовать только в день приготовления.*

8.1.2 Раствор внутреннего стандарта B1:

Перенести 1000 мкл (микропипетка на 100-1000 мкл) раствора **внутреннего стандарта A1 (п.8.1.1)** в 100 мл мерную колбу и довести до метки *изооктаном* (концентрация – 1,00 мкг/мл). Раствор стабилен в течение 12 недель при хранении в морозильной камере холодильника при -20 °С в колбах из темного стекла.

8.2 Приготовление стандартных растворов

8.2.1 Стандартный раствор A2 (100 мкг/мл):

10 мг (± 1 мг) бенз[а]пирена взвесить в мерную колбу на 100 мл, довести до метки *толуолом* и перемешать. *Этот раствор использовать только в день приготовления.*

8.2.2 Стандартный раствор B2 (40 мкг/мл):

Перенести 4000 мкл **стандартного раствора A2 (п. 8.2.1)** (микропипеткой) в мерную колбу объемом 10 мл, довести до метки *изооктаном*. Раствор стабилен в течение 12 недель при хранении в морозильной камере холодильника при -20 °С в колбах из темного стекла.

Растворы для калибровки.

Для стандартных уровней от 2 по 7 микропипеткой перенести различные объемы *стандартного раствора B2 (40 мкг/мл)(п. 8.2.2)* в мерные колбы на 25 мл в соответствии с таблицей 7. Для *стандартного уровня 1*

микропипеткой перенести 25 мкл *стандартного раствора В2* в мерную колбу на 50 мл. Мерные колбы доливать до метки *изооктаном*. *Эти растворы использовать только в день приготовления.*

Таблица 7 - Объемы стандартного раствора для построения калибровки

Уровень	Общий объем раствора, мл	Объем стандартного раствора, мкл	Концентрация стандартных растворов, нг/мл	Концентрация стандартных растворов в виалах, нг/обр.
1	50	25	20	2
2	25	25	40	4
3	25	75	120	12
4	25	300	480	48
5	25	500	800	80
6	25	750	1200	120
7	25	1000	1600	160

Подготовка виал для калибровки

В маркированные виалы для автосамплера вносят:

- 100 мкл изооктана,
- 50 мкл соответствующего стандартного раствора для калибровки,
- 50 мкл раствора внутреннего стандарта **В1(п. 8.1.2)**
- 10 мкл стабилизирующего раствора полиэтиленгликоля.

Стандарты готовы для ГЖХ-МС анализа.

Виалы с непроколотыми мембранами (септами) стандартных растворов сохраняют стабильность в автосамплере до 3 дней при температуре 10 °С.

Число определений

Анализ жидкости для СДН проводится в четырех повторностях для каждого образца.

Проверить калибровочные кривые для каждого компонента: коэффициент корреляции r^2 должен быть равен или быть больше, чем 0,995 для всех компонентов.

Процент относительного отклонения концентрации (%RCR или %Diff) рассчитывается для оценки степени отклонения реально определяемой концентрации от заложенной в калибровочном графике.

$$\%RCR = \frac{(RC-NC)}{NC} \times 100$$

где:

RC = реальная концентрация, нг/образец;

NC = номинальная концентрация (заложенная в калибровочном графике), нг/образец.

Все калибровочные стандарты имеют %Diff, не превышающий $\pm 15\%$ от номинальной концентрации, за исключением стандарта 1, для которого значение %Diff не превышает $\pm 20\%$ для каждого анализа.

Правильность калибровки постоянно проверяется во время анализа путем анализа контрольного калибровочного стандарта. Значение концентрации каждого контрольного стандарта должно находиться в пределах $\pm 15\%$ от его теоретического значения.

9 Расчеты и запись результатов

Уравнение регрессии имеет линейный вид:

$$\frac{A_{PAH}}{A_{ISTD}} = b + pC_{PAH}$$

где:

A_{PAH} : интегрированная площадь ПАУ в стандартном растворе;

A_{ISTD} : интегрированная площадь внутреннего стандарта в стандартном растворе;

C_{PAH} : концентрация ПАУ в стандартном растворе;

b : точка пересечения графика с осью y ;

p : наклон прямой.

Концентрация ПАУ в образцах в виалах для хроматографирования определяется по методу внутреннего стандарта с использованием уравнения линейной регрессии, полученного из калибровочной кривой.

$$C \text{ (нг/образец)} = \frac{\frac{A_{sample}}{A_{ISTDsample}} - b}{p}$$

Где:

A_{sample} : интегрированная площадь ПАУ в образце;

$A_{ISTDsample}$: интегрированная площадь внутреннего стандарта в образце;

$C \text{ (нг/образец)}$: концентрация ПАУ в виале для ввода в хроматограф.

Концентрация бенз[а]пирена в жидкости для СДН вычисляется по формуле:

$$C \text{ (нг/г)} = C_a \frac{1}{m}$$

где:

m – масса жидкости, г;

C_a - концентрация искомого анализа в виале для хроматографирования (нг/образец).

ПРИЛОЖЕНИЕ Е

МЕТОДИКА

Определение содержания полициклических ароматических углеводородов (бенз[а]пирена) в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП)

1 Назначение метода

Метод предназначен для определения содержания полициклических ароматических углеводородов – ПАУ – (бенз[а]пирена) в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП).

2 Область применения

Метод применяется для анализа аэрозоля никотиносодержащей продукции (НСП) на содержание полициклических ароматических углеводородов (бенз[а]пирена).

3 Принцип метода

Метод основан на извлечении гексаном ПАУ из аэрозоля, собранного на кембриджский фильтр, с последующим хроматомассспектрометрическим определением.

4 Материалы, оборудование и реактивы

4.1 Материалы, оборудование

- Газожидкостный хроматограф Shimadzu с автосамплером, испарителем с делением и без деления потока и ионизационным масс-спектрометром с ионизационным детектором;
- Капиллярная колонка: DB-17ms колонка, 30m x 0,25 мм ID x 0.15µm;
- Микрошприц на 10 мкл для автосамплера;
- Лайнер: Split 3.4mm , Shimadzu;
- Ферулы Shimadzu, Brechbühler;
- Септы для Shimadzu;
- Виалы из темного стекла 10 мл и 20 мл;
- Магнитные резьбовые колпачки для СТС , Sil / PTFE;
- Боросиликатные трубки 10-100 мм;

- Концентратор-выпариватель Биотейж;
- Встряхиватель;
- Мерные цилиндры;
- Виалы для автосамплера на 2 мл из темного стекла;
- Микропипетки на 100-1000 мкл, 10-100 мкл;
- Пипетки на 0,5-5 мл и 1-10 мл;
- Мерные колбы на 10, 25, 50, 100, 1000 мл;
- Аналитические весы с погрешностью взвешивания 0,1 мг;
- Лодочки для взвешивания;
- Пипетки Пастера;
- Вставки в виалы Agilent No. 5181-1270.

4.2 Реактивы и стандартные вещества

- Бенз[а]пирен;
- Изооктан;
- Бенз[а]пирен D12;
- Гексан;
- Октанол;
- Полиэтиленгликоль;
- Бутиловый спирт;
- Гелий.

5 Подготовка образца

Сбор аэрозоля для определения полициклических углеводородов проводится согласно Рабочей инструкции на курительную машину.

5.1 Добавить 100 мкл раствора внутреннего стандарта **В1** (п. 8.1.2) непосредственно на фильтр из стекловолокна (Cambridge фильтр) в колбе для сбора аэрозоля.

5.2 Затем в колбу добавить 15 мл гексана и встряхивать 30 ± 10 минут при частоте 250 об/минуту.

5.3 Перенести экстракт в выпарную трубку, содержащую 50 мкл раствора **А** (п. 7.1) (микропипеткой на 10-100 мкл).

5.4 Выпаривать раствор при температуре 60° С в течение 5-10 минут. Выпаривают раствор примерно до объема капли.

5.5 В выпарную трубку добавить 400 мкл (микропипетка на 100-1000 мкл) изооктана и 20 мкл (микропипетка на 10-100 мкл) стабилизирующего раствора полиэтиленгликоля (**п. 7.2**). Полученную аликвоту перенести в ГХ виалу со вставкой, используя пипетку Пастера.

Маркировать виалы соответствующим образом.

Образцы готовы для ГХ-МС анализа.

Виалы с непроколотыми мембранами (септами) для анализа аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков сохраняют стабильность в автосамплере до 3 дней при температуре 10°С.

Переподготовленные ГХ виалы следует проанализировать заново.

6 Подготовка ГХ-МС

Параметры ГХ-МС метода приведены в таблицах 1-6.

Таблица 1 - Установочные требования к автосамплеру

Вводимый объем	1 мкл
Объем воздуха	0 мкл
Предварительная очистка растворителем 1(изооктан)	0
Предварительная очистка растворителем 2(изооктан)	2
Предварительная очистка образцом	1
Объем заполнения	3 мкл
Скорость заполнения	1 мкл/сек
Ход поршня при заполнении	3
	0 миллисекунд
Ввод	ГЖХ ввод 1
Скорость ввода	50 мкл/сек
Пауза перед вводом	0 миллисекунд
Пауза после ввода	0 миллисекунд
очистка после ввода растворителем 1(изооктан)	2
очистка после ввода растворителем 2 (изооктан)	2
Температура подставки автосамплера	10 □С

Таблица 2 - Установочные требования к вводу пробы

Тип испарителя	Split/splitless
Температура испарителя	320 °C
Модель испарителя	splitless
Модель контроля потока	Линейная скорость
Давление	128,3 кило паскалей
Общая скорость потока газа	67,0 мл/мин
Скорость газа через колонку	2,00 мл/мин
Линейная скорость	51,9 см/сек
Скорость продувочного газа	5,0 мл/мин
Величина деления потока (split ratio)	30,0
Импульс давления (Pulse pressure)	200 кило паскалей
Импульс времени (Pulse time)	0,5 мин
Газ-носитель	гелий
Предохранитель потока газа-носителя (carrier gas saver)	Включен (On)
Предохранение отношения потока (Sever flow ratio)	10
Сбережение времени (Sever time)	10 мин

Таблица 3 - Установочные требования к газо-жидкостному хроматографу

Время уравнивания	2,00 мин
Выход ГХ на режим	57,83 мин
Общее время выхода на режим перед введением проб	65 мин

Таблица 4 - Программирование температуры термостата хроматографа

Скорость (°C/мин)	Температура, °C	Время выдерживания, мин
нет	70	2,0
40,0	210	0,0
2,5	270	0,0
3,0	325	10,0

Таблица 5 - Установочные требования к масс-спектрометрическому детектору

Ionization mode (Режим ионизации)	EI
Autotune mode (Режим автоматической настройки)	High sensitivity (Высокая чувствительность)
Ion source temperature (Температура источника иона)	300 °C
Interfase temperature (Interfase температура)	325 °C
Solvent cut time (Растворитель сократить время)	8
Micro-scan width (ширина микро сканирование)	0u
Detector gain voltage (Детектор усиления напряжения)	Relative to tune (Относительно настройки)
Detector voltage (Детектор напряжения)	0.12 kV *2
Acquisition mode (Acquisition режим)	SIM (СИМ)
MS Program (Программа MS)	Yes: @9.00 min => Filament ON (Накаливание Вкл.) @57.00 min => Filament OFF (Накаливание Выкл.)

Таблица 6 - Параметры масс-спектрометрирования

Event # (Событие #)	Start time, min (Время начала мин)	End time, min (Время окончания, мин)	Event time, sec (Время события, сек)	Compounds (соединения)	Quantifier ions (Квантификатор ионов)	Qualifier ions (Квалификатор ионов)
3	18.0	29.0	0.40	Бенз[а]пирен - D12	264.00	265.00
				Бенз[а]пирен	252.00	250.00

7 Приготовление растворов

7.1 Раствор А: Смесь гексан:октанол-1 (1:1):

Приготовить смешиванием 4 мл (дозатор на 1-10 мл) гексана с 4 мл (дозатор на 1-10 мл) октанола-1 в виале на 10 мл из темного стекла. Если требуется другой общий объем смеси, то объем каждого растворителя необходимо пропорционально уменьшить или увеличить. Раствор стабилен в течение 24 дней при комнатной температуре.

7.2 Стабилизирующий раствор полиэтиленгликоля:

С помощью пипетки Пастера отвешивают 50 мг (\pm 5 мг) полиэтиленгликоля в 20 мл виалу из темного стекла с 18 мл (дозатор на 1-10 мл) бутилового спирта. Раствор стабилен с течение 24 дней при комнатной температуре.

8 Приготовление стандартных растворов и внутренних стандартов

8.1 Приготовление растворов внутреннего стандарта

8.1.1 Раствор внутреннего стандарта A1:

Взвесить 10 мг (± 1 мг) бенз[а]пирена D₁₂ в мерную колбу на 100 мл, довести до объема *толуолом*. Этот раствор используется только в день приготовления.

8.1.2 Раствор внутреннего стандарта B1:

Перенести микропипеткой 1000 мкл раствора **внутреннего стандарта A1 (п. 8.1.1)** в 100 мл мерную колбу и довести до метки *изооктаном* (концентрация – 1,00 мкг/мл). Раствор стабилен в течение 12 недель при хранении в морозильной камере холодильника при температуре -20°C в колбах из темного стекла.

8.2 Приготовление стандартных растворов

8.2.1 Стандартный раствор A2 (100 мкг/мл):

10 мг (± 1 мг) бенз[а]пирена взвесить в мерную колбу на 100 мл, довести до метки *толуолом* и перемешать. Этот раствор используется только в день приготовления.

8.2.2 Стандартный раствор B2 (40 мкг/мл):

Перенести 4000 мкл **стандартного раствора A2 (п. 8.2.1)** (микропипеткой) в мерную колбу объемом 10 мл, довести до метки *изооктаном*. Раствор стабилен в течение 12 недель при хранении в морозильной камере холодильника при температуре -20° С в колбах из темного стекла.

8.3 Приготовление растворов для калибровки

Для стандартных уровней со 2 по 7 микропипеткой переносят различные объемы *стандартного раствора B2 (40 мкг/мл) (п. 8.2.2)* в мерные колбы на 25 мл в соответствии с таблицей 7. Для *стандартного уровня 1* микропипеткой переносят 25 мкл *стандартного раствора B2* в мерную колбу на 50 мл. Мерные колбы доливают до метки *изооктаном*. Растворы используются только в день приготовления.

Таблица 7 - Объемы стандартного раствора для построения калибровки

Уровень	Общий объем раствора, мл	Объем стандартного раствора, мкл	Концентрация стандартных растворов, нг/мл	Концентрация стандартных растворов в виалах, нг/обр.
1	50	25	20	2
2	25	25	40	4
3	25	75	120	12
4	25	300	480	48
5	25	500	800	80
6	25	750	1200	120
7	25	1000	1600	160

Подготовка виал для калибровки

В маркированные виалы для автосамплера вносят:

- 100 мкл изооктана,
- 50 мкл соответствующего стандартного раствора для калибровки,
- 50 мкл раствора внутреннего стандарта **В1 (п. 8.1.2)**,
- 10 мкл стабилизирующего раствора полиэтиленгликоля.

Стандарты готовы для ГЖХ-МС анализа.

Виалы с непроколотыми мембранами (септами) стандартных растворов сохраняют стабильность в автосамплере до 3 дней при температуре 10° С.

Анализ аэрозоля изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков проводится в четырех повторностях для каждого образца.

Проверяем калибровочные кривые для каждого компонента: коэффициент корреляции r^2 должен быть равен или быть больше, чем 0,995 для всех компонентов.

Процент относительного отклонения концентрации (% RCR или % Diff) рассчитывается для оценки степени отклонения реально определяемой концентрации от заложенной в калибровочном графике:

$$\%RCR = \frac{(RC-NC)}{NC} \times 100$$

где:

RC = реальная концентрация, нг/образец;

NC = номинальная концентрация (заложенная в калибровочном графике), нг/образец.

Все калибровочные стандарты должны иметь % Diff, не превышающий ± 15 % от номинальной концентрации, за исключением стандарта 1, для которого значения % Diff не превышают ± 20 % для каждого аналита.

Правильность калибровки постоянно проверяется во время анализа путем анализа контрольного калибровочного стандарта. Значение концентрации каждого контрольного стандарта должно находиться в пределах ± 15 % от его теоретического значения.

9 Расчеты и запись результатов

Уравнение регрессии имеет линейный вид:

$$\frac{A_{PAH}}{A_{ISTD}} = b + pC_{PAH}$$

где:

A_{PAH} : интегрированная площадь полиароматического соединения в стандартном растворе;

A_{ISTD} : интегрированная площадь внутреннего стандарта в стандартном растворе;

C_{PAH} : концентрация полиароматического соединения в стандартном растворе;

b : точка пересечения графика с осью у;

p : наклон прямой.

Концентрация полиароматических соединений в образцах в виалах для хроматографирования определяется по методу внутреннего стандарта с использованием уравнения линейной регрессии, полученного из калибровочной кривой.

$$C \text{ (нг/образец)} = \frac{\frac{A_{sample}}{A_{ISTDsample}} - b}{p}$$

где:

A_{sample} : интегрированная площадь полиароматических соединений в образце;

$A_{ISTDsample}$: интегрированная площадь внутреннего стандарта в образце;

$C \text{ (нг/образец)}$: концентрация полиароматических соединений в вials для ввода в хроматограф.

Концентрация бенз[а]пирена на шт. вычисляется по формуле:

$$C \text{ (нг/шт.)} = C_a \frac{1}{n}$$

где:

n – количество изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков, протестированных на одну повторность;

C_a - концентрация искомого аналита в вials для хроматографирования (нг/образец).

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж

МЕТОДИКА

Определение содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП)

1 Назначение и область применения

Методика используется для определения содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП).

Методика основана на методе CORESTA № 84 «Determination of glycerin, propylene glycol, water, and nicotine in the aerosol of e-cigarettes by gas chromatographic analysis».

2 Принцип метода

Метод основан на извлечении никотина, глицерина, пропиленгликоля из раствора экстрагентом и количественном определении их содержания газохроматографическим методом.

3 Материалы, оборудование и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

- Газовый хроматограф, оснащенный пламенно-ионизационным детектором и записывающим устройством.
- Колонка капиллярная, позволяющая количественно разделять пики экстрагента, внутреннего стандарта, анализируемых веществ и других сопутствующих компонентов, тип SOLGEL-WAX (30m×0.32mm×1.8µm).
- Курительная машина по ГОСТ Р ИСО 3308-2015.
- Встряхиватель электромеханический по НД.
- Весы аналитические по НД с погрешностью взвешивания до 0,0001 г.
- Фильтры стекловолкнистые (кембриджские), диаметр 44 мм по НД.
- Микрошприц на 10 мкл типа МШ-10.

- Колбы конические со шлифом вместимостью 100 см³, ГОСТ 25336-82 или по НД.
- Колбы мерные со шлифом вместимостью 100 см³, 1000 см³, ГОСТ 1770-74 или по НД.
- Пипетки мерные, ГОСТ Р ИСО 1769-94 или по НД.
- Пробирки мерные с притертыми пробками на 15-20 мл, ГОСТ 17070-74.

Все средства измерений, используемые в методике, должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке.

Возможно использование средств измерений и оборудования, имеющих технические и метрологические характеристики не хуже указанных.

4 Реактивы и растворы

- Газ-носитель - гелий по НД (CAS:7440-59-7).
- Дополнительные газы – воздух и водород (CAS: 1333-74-0) высокой степени чистоты для пламенно-ионизационного детектора.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501-2005 (ИСО 3696:1987).
- Изопропиловый спирт (хч или абсолютный) по НД (CAS: 67-63-0).
- Внутренний стандарт для определения никотина, глицерина, пропиленгликоля - хинальдин по НД, степень чистоты не менее 99 % (CAS: 91-63-4).
 - Глицерин (CAS: 56-81-5), степень чистоты не менее 99 %.
 - Пропиленгликоль (CAS: 57-55-6), степень чистоты не менее 99 %.
 - Никотин (CAS: 54-11-5), степень чистоты не менее 98 %.
- Экстрагирующий раствор: 0,5 г хинальдина растворить в изопропиловом спирте в мерной колбе со шлифом вместимостью 1000 см³.

Перед началом проведения работ реактивы, экстрагент и растворы, хранившиеся при низкой температуре перед употреблением, должны быть выдержаны не менее двух часов в лабораторных условиях ($t = 22 \pm 2$) ° С.

5 Условия хроматографирования

Условия хроматографирования должны обеспечивать количественное разделение пиков внутреннего стандарта, никотина, глицерина, пропиленгликоля и других сопутствующих компонентов.

Условия хроматографирования:

Колонка	SOLGEL-WAX (30m×0.32mm×1.8µm)
Детектор	ПИД
Газ-носитель	Гелий, 20 мл/мин
Скорость потока воздуха	200 мл/мин
Скорость потока водорода	20 мл/мин
Температура инжектора	250 °С
Температура детектора	250 °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

6 Выполнение измерений

6.1 Построение калибровочного графика

6.1.1 Приготовление растворов для калибровки

6.1.1.1 Исходный стандартный раствор никотина, глицерина, пропиленгликоля (концентрация никотина - 1,5 мг/мл, глицерина – 10,0 мг/мл, пропиленгликоля –10,0 мг/мл): в мерную колбу со шлифом вместимостью 100 см³ взвесить 0,2778 г салицилата никотина (или 150 мг препарата никотина) с точностью 0,0001 г, взвесить 1 г глицерина, 1 г пропиленгликоля. Содержимое колбы довести до метки экстрагирующим раствором (п. 4.9) и тщательно перемешать.

6.1.1.2 Растворы для калибровки: в мерные пробирки на 10 мл с притертыми пробками (для 1 калибровочного раствора – 20 мл) поместить различные количества (0,1 мл; 1,0 мл; 3,0 мл; 5,0 мл; 7,0 мл) исходного стандартного раствора никотина, глицерина, пропиленгликоля, приготовленного по п.6.1.1.1, содержимое пробирок доводят до 10 мл (для

1 калибровочного раствора до 20 мл) экстрагирующим раствором с внутренним стандартом, приготовленным по п. 4.9 и тщательно перемешать. Полученные растворы (включая исходный стандартный раствор никотина, глицерина, пропиленгликоля (п. 6.1.1.1)) с содержанием никотина 0,0075 мг/мл – 1,5 мг/мл, глицерина 0,12 мг/мл - 10 мг/мл и пропиленгликоля 0,12 мг/мл - 10 мг/мл использовать для построения калибровочного графика (6 точек калибровочного графика).

Объемы и концентрации растворов могут быть изменены при необходимости с сохранением точности. Калибровочные растворы, в случае необходимости, хранят в темном месте при температуре $(4\pm 2)^\circ\text{C}$.

Аликвотную часть (1 мкл) каждого калибровочного раствора ввести в газовый хроматограф. Регистрировать площади (или высоты) пиков никотина, глицерина, пропиленгликоля и внутреннего стандарта. Анализ каждого калибровочного раствора проводить минимум два раза.

Калибровочный раствор должен периодически запускаться как неизвестный образец во время анализа для подтверждения правильности определения никотина, глицерина, пропиленгликоля.

6.1.2 Построение калибровочного графика выполняют в соответствии с инструкцией и программой используемого хроматографа. Калибровочный график должен быть линейным, а линия регрессии должна проходить через начало координат.

Если коэффициент определения (R^2) меньше, чем 0,995 – необходимо повторить калибровку.

6.2 Проведение анализа

6.2.1 Подготовка пробы для анализа

6.2.1.1 После сбора аэрозоля фильтр из ловушки поместить в коническую колбу объемом 100 см³, приливают 20 мл экстрагирующего раствора (п.4.9) и встряхивать в течение 30 минут.

Максимальное время хранения экстрактов – 48 часов при комнатной температуре в защищенном от света месте.

6.2.2 Газохроматографический анализ

6.2.2.1 Аликвотную пробу экстракта (1 мкл) ввести в газовый хроматограф. По окончании анализа снять данные о количестве никотина, глицерина, пропиленгликоля в анализируемой пробе (мг/мл).

6.3 Расчет количества никотина в аэрозоле (N) проводить по уравнениям (1) и (2):

$$N \text{ мг/мгАСМ} = \frac{C \times V}{m_{АСМ}} \quad (1)$$

или

$$N \text{ мг/зат} = \frac{C \times V}{n} \quad (2)$$

где C – количество никотина, определенное по калибровочному графику или уравнению регрессии, мг/мл;

V - объем экстрагирующего раствора, добавленный к собранному аэрозолю, мл (20 мл);

$m_{АСМ}$ - масса собранного аэрозоля, мг;

n – количество затяжек, шт. (50 штук) или количество изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков, ст. (5 изделий).

Расчет массы аэрозоля ($m_{АСМ}$) проводят по уравнению (3):

$$m_{АСМ} \text{ мг} = m_1 - m_0 \quad (3)$$

где m_1 – вес ловушки с фильтром после сбора аэрозоля, мг;

m_0 – вес ловушки с фильтром до сбора аэрозоля, мг.

Расчет количества глицерина и пропиленгликоля проводится аналогично расчету содержания никотина в аэрозоле НСП.

Анализ повторить не менее двух раз. Результат определения выразить в мг/АСМ, мг/затяжку, мг/шт. с точностью до 0,001. За окончательный результат принимается среднее арифметическое двух параллельных определений с точностью до 0,01.

7 Требования безопасности и к квалификации операторов

К проведению измерений по методике допускается персонал, соблюдающий все правила и требования безопасности при работе в химической лаборатории, изучивший инструкции по эксплуатации применяемого при измерениях оборудования, изучивший настоящую методику измерений и допущенный к выполнению измерений методом газовой хроматографии.

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 25336-82, «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры»;

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия»;

ГОСТ Р ИСО 1769-94, «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки»

CAS-номер: 7440-59-7, «Гелий, марка «А»

ГОСТ Р 52501-2005 (ИСО 3696:1987), «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»

ГОСТ 6909-72, «Вода дистиллированная. Технические условия»

ТУ 6-09-4424-87, «Хинальдин (2-метилхинолин) чистый»

№ООН 1657 (UN1657), «Никотина салицилат»

CAS-номер: 56-81-5, «Глицерин», степень чистоты не менее 99 %.

CAS-номер: 57-55-6, «Пропиленгликоль», степень чистоты не менее 99 %.

CAS-номер: 54-11-5, «Никотин», степень чистоты не менее 99 %.

CORESTA № 62 «Determination of nicotine in tobacco and tobacco products by gas chromatographic analysis»

CORESTA № 84 «Determination of glycerin, propylene glycol, water, and nicotine in the aerosol of e-cigarettes by gas chromatographic analysis»

ПРИЛОЖЕНИЕ И

МЕТОДИКА

Определение содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в жидкости для систем доставки никотина (СДН)

1 Назначение и область применения

Методика используется для определения содержания никотина, глицерина и пропиленгликоля в жидкости для систем доставки никотина (СДН).

2 Принцип метода

Методика основана на методе «ISO/DIS 20714:2018(E) E-liquid — Determination of nicotine, propylene glycol and glycerol in liquids used in electronic nicotine delivery devices — Gas chromatographic method».

3 Материалы, оборудование и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

- Газовый хроматограф, оснащенный пламенно-ионизационным детектором и записывающим устройством.
- Колонка капиллярная, позволяющая количественно разделять пики экстрагента, внутреннего стандарта, анализируемых веществ и других сопутствующих компонентов, тип SOLGEL-WAX (30m×0.32mm×1.8µm).
- Встряхиватель электромеханический по НД.
- Весы аналитические по НД с погрешностью взвешивания до 0,0001г.
- Микрошприц на 10 мкл типа МШ-10.
- Колбы конические со шлифом вместимостью 100 см³, ГОСТ 25336-82 или по НД.
- Колбы мерные со шлифом вместимостью 100 см³, 1000 см³, ГОСТ 1770-74 или по НД.
- Пипетки мерные, ГОСТ Р ИСО 1769-94 или по НД.
- Пробирки мерные с притертыми пробками на 15-20 мл, ГОСТ 17070-74.

Все средства измерений, используемые в методике, должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке.

Возможно использование средств измерений и оборудования, имеющих технические и метрологические характеристики не хуже указанных.

4 Реактивы и растворы

4.1 Газ-носитель - гелий по НД (CAS: 7440-59-7).

4.2 Дополнительные газы – воздух и водород (CAS: 1333-74-0) высокой степени чистоты для пламенно-ионизационного детектора.

4.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501-2005 (ИСО 3696:1987).

4.4 Изопропиловый спирт (хч или абсолютированный) по НД (CAS: 67-63-0).

4.5 Внутренний стандарт для определения никотина, глицерина, пропиленгликоля - хинальдин по НД, степень чистоты не менее 99 % (CAS: 91-63-4).

4.6 Глицерин (CAS: 56-81-5), степень чистоты не менее 99 %.

4.7 Пропиленгликоль (CAS: 57-55-6), степень чистоты не менее 99 %.

4.8 Никотин (CAS: 54-11-5), степень чистоты не менее 98 %.

4.9 Экстрагирующий раствор: 0,5 г хинальдина растворить в изопропиловом спирте в мерной колбе со шлифом вместимостью 1000 см³.

Перед началом проведения работ реактивы, экстрагент и растворы, хранившиеся при низкой температуре перед употреблением, должны быть выдержаны не менее двух часов в лабораторных условиях ($t = 22 \pm 2$) °С.

5 Условия хроматографирования

Условия хроматографирования должны обеспечивать количественное разделение пиков внутреннего стандарта, никотина, глицерина, пропиленгликоля и других сопутствующих компонентов.

Условия хроматографирования:

Колонка капиллярная	SOLGEL-WAX (30m×0.32mm×1.8µm)
Детектор	ПИД
Газ-носитель	Гелий, 20 мл/мин
Скорость потока воздуха	200 мл/мин
Скорость потока водорода	20 мл/мин
Температура инжектора	250 °С
Температура детектора	250 °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

6 Выполнение измерений

6.1 Построение калибровочного графика

6.1.1 Приготовление растворов для калибровки

6.1.1.1 Исходный стандартный раствор никотина, глицерина, пропиленгликоля (концентрация никотина - 1,5 мг/мл, глицерина – 10,0 мг/мл, пропиленгликоля – 10,0 мг/мл): в мерную колбу со шлифом вместимостью 100 см³ взвесить 0,2778 г салицилата никотина (или 150 мг препарата никотина) с точностью 0,0001 г, взвесить 1 г глицерина, 1 г пропиленгликоля. Содержимое колбы довести до метки экстрагирующим раствором (п. 4.9) и тщательно перемешать.

6.1.1.2 Растворы для калибровки: в мерные пробирки на 10 мл с притертыми пробками (для 1-го калибровочного раствора – 20 мл) помещают различные количества (0,1 мл; 1,0 мл; 3,0 мл; 5,0 мл; 7,0 мл) исходного стандартного раствора никотина, глицерина, пропиленгликоля, приготовленного по п.6.1.1.1, содержимое пробирок доводят до 10 мл (для 1 калибровочного раствора до 20 мл) экстрагирующим раствором с внутренним стандартом, приготовленным по п. 4.9 и тщательно перемешивают. Полученные растворы (включая исходный стандартный раствор никотина, глицерина, пропиленгликоля (п. 6.1.1.1)) с содержанием никотина 0,0075 мг/мл – 1,5 мг/мл, глицерина 0,12 мг/мл - 10 мг/мл и пропиленгликоля 0,12 мг/мл - 10 мг/мл используют для построения калибровочного графика (6 точек калибровочного графика).

Объемы и концентрации растворов могут быть изменены при необходимости с сохранением точности. Калибровочные растворы, в случае необходимости, хранят в темном месте при температуре $(4\pm 2)^\circ\text{C}$.

Аликвотную часть (1 мкл) каждого калибровочного раствора вводят в газовый хроматограф. Регистрируют площади (или высоты) пиков никотина, глицерина, пропиленгликоля и внутреннего стандарта. Анализ каждого калибровочного раствора проводят минимум два раза.

Калибровочный раствор должен периодически запускаться как неизвестный образец во время анализа для подтверждения правильности определения никотина, глицерина, пропиленгликоля.

6.1.2 Построение калибровочного графика выполняют в соответствии с инструкцией и программой используемого хроматографа. Калибровочный график должен быть линейным, а линия регрессии должна проходить через начало координат.

Если коэффициент определения (R^2) меньше, чем 0,995 – необходимо повторить калибровку.

6.2 Проведение анализа

6.2.1 Подготовка пробы для анализа

6.2.1.1 Перед взятием навески выдержать анализируемую жидкость для СДН при комнатной температуре. Взвесить 1 г образца исследуемой жидкости для СДН в конической колбе объемом 100 см³, прилить 10 мл экстрагирующего раствора (п.4.9), хорошо перемешать и сразу проводить хроматографический анализ.

При необходимости хранить образец при температуре от 2 °С до 8 °С в защищенном от света месте.

6.2.2 Газохроматографический анализ

6.2.2.1 Аликвотную пробу экстракта (1 мкл) вводят в газовый хроматограф. По окончании анализа снимают данные о количестве никотина, глицерина, пропиленгликоля в анализируемой пробе жидкости для СДН.

6.3 Расчет количества никотина, пропиленгликоля и глицерина (W) в образце жидкости для СДН проводить по уравнению (1):

$$W \text{ мг/г} = \frac{C \times V}{m} \quad (1)$$

где C – концентрация искомого компонента (никотина, глицерина, пропиленгликоля), определенная по калибровочному графику или уравнению регрессии, мг/мл;

V - объем экстрагирующего раствора, добавленный к образцу жидкости для СДН, мл (10 мл);

m - масса навески жидкости для СДН, мг;

Анализ повторяют не менее двух раз. За окончательный результат принимается среднее арифметическое двух параллельных определений с точностью до 0,01.

7 Требования безопасности и к квалификации операторов

К проведению измерений по методике допускается персонал, соблюдающий все правила и требования безопасности при работе в химической лаборатории, изучивший инструкции по эксплуатации применяемого при измерениях оборудования, изучивший настоящую методику измерений и допущенный к выполнению измерений методом газовой хроматографии.

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 25336-82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры»;

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия»;

ГОСТ Р ИСО 1769-94 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки»

CAS-номер:7440-59-7 «Гелий, марка «А»

ГОСТ Р 52501-2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»

ГОСТ 6909-72 «Вода дистиллированная. Технические условия»

ТУ 6-09-4424-87 «Хинальдин (2-метилхинолин) чистый»

№ООН 1657 (UN1657) «Никотина салицилат»

CAS-номер: 56-81-5 «Глицерин», степень чистоты не менее 99 %.

CAS-номер: 57-55-6 «Пропиленгликоль», степень чистоты не менее 99 %.

CAS-номер: 54-11-5 «Никотин», степень чистоты не менее 98 %

CAS-номер: 67-63-0 «Изопропиловый спирт» (хч или абсолютированный) по НД

ПРИЛОЖЕНИЕ К

МЕТОДИКА

Определение содержания карбонильных соединений в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого)

1 Назначение и область применения

Метод применим для количественного определения карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин) в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии.

2 Принцип метода

Аэрозоль изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков поглощается DNPН раствором при тестировании на курительной машине.

Аэрозольный экстракт анализируется на ВЭЖХ с МС-МС детектированием на электроспревом источнике в режиме отрицательной полярности.

Результаты предоставляются в мкг на шт. для каждого вещества.

3 Материалы, оборудование и реактивы

- ВЭЖХ-МС/МС
- ВЭЖХ аналитическая колонка: Waters Acquity BEH C₁₈ 1.7 мкм, 2,1 x 50мм
- ВЭЖХ защитная колонка: Waters Acquity BEH C₁₈ 1.7 мкм, 2.1 x 5 мм
- Waters Acquity фильтр перед колонкой 2 мкм, 2.1 мм с защитным фильтром
- Виалы затемненные с завинчивающейся крышкой Agilent на 2 мл
- Набор полиэфирэфиркетонных игл I-класса на 10 мкл
- Крышки тефлоновые завинчивающиеся, Agilent 9 мм
- Фильтрующая система

- Omnipore гидрофильная тефлоновая мембрана: 0.2 мкм, 47 мм, плоская, белая, Millipore
- Эксикатор с силикагелем в качестве осушителя
- Цилиндры
- Микропипетки Eppendorf на 10-100, 100-1000 мкл, 0.5-2.5, 1-10 мл
- Микропипетки Eppendorf T.I.P.S. на 10-200, 50-1000 мкл, 0.5-2.5, 1-10 мл
- Колба мерная класса А с притертой стеклянной пробкой: 10, 25, 100, 200, 1000 и 2000 мл
- Vortex миксер
- Ультразвуковая баня
- Весы аналитические XP205DR (с точностью 0.1 мг)
- Стакан химический на 50, 100, 250 и 1000 мл
- Воронка фильтровальная
- Пипетка Пастера

Химические реактивы

Название вещества	CAS #	Поставщик	Номер артикула	Условия хранения
DNPH раствор формальдегида	1081-15-8	Supelco	CRM47177	Холодильник
DNPH раствор ацетальдегида	1019-57-4	Supelco	CRM4M7340	Холодильник
DNPH раствор 2-бутанона	1020719-69-0	Supelco	CRM47344	Холодильник
Пиридин, ЧДА	110-86-1	Sigma-Aldrich	360570	Комнатная температура
Хлорная кислота, 60%, ЧДА	7601-90-3	Sigma-Aldrich	311413	Комнатная температура
2,4-Динитрофенил-гидразин (DNPH), увлажненный водой, $\geq 99.0\%$	119-26-6	Sigma-Aldrich	04732	Комнатная температура
Ацетонитрил, LC-MS Chromasolv	75-05-8	Fluka	34967	Комнатная температура
Ацетат аммония, bioUltra, $\geq 99.0\%$	631-61-8	Fluka	09689	Эксикатор при комн. температуре
Вода, LC-MS Chromasolv	7732-18-5	Fluka	34860	Комнатная температура

Метанол, Chromasolv	LC-MS	67-56-1	Fluka	34966	Комнатная температура
Деионизованная вода		NA	Лаб. дистил.	NA	Комнатная температура
Аргон		7440-37-1	Carbagas	P0022S10R2A0 01	Комнатная температура

4 Приготовление растворов и сред

4.1 Базовый раствор карбонильных соединений

Необходимый целевой объем сертифицированных стандартов DNPН-производных карбонильных соединений, который нужно добавить, вычисляется по следующей формуле, принимая во внимание целевую концентрацию, представленную в таблице 1:

$$V_{\text{карбони́лыDNPН}} = ([\text{Карбони́лы}]_{\text{цел}} \times V_{\text{фин}}) / [\text{Карбони́лыDNPН}]_{\text{нач.}},$$

где $[\text{Карбони́лы}]_{\text{цел}}$ – целевая концентрация стандартов DNPН-производных карбонильных соединений в базовом растворе карбонильных соединений;

$[\text{Карбони́лыDNPН}]_{\text{нач.}}$ – фактическая начальная концентрация сертифицированных стандартных растворов DNPН-производных карбонильных соединений;

$V_{\text{фин}}$ – необходимый конечный объем базового раствора карбонильных соединений;

$V_{\text{карбони́лыDNPН}}$ – объем базового раствора сертифицированных стандартов DNPН-производных карбонильных соединений.

Предупреждение: перед приготовлением растворов выдерживать ампулы вне холодильника при комнатной температуре хотя бы 2 часа. Убедиться, что ни один из компонентов раствора не кристаллизовался внутри ампулы в течение хранения. Если необходимо, осторожно нагреть (менее 40 °С) ампулу и потрясти ее для растворения кристаллов. Если это не помогло, поместить ампулу в ультразвуковую баню. Убедиться, что капли раствора отсутствуют на горлышке ампулы.

Пример приготовления раствора на 10 мл (все карбонильные соединения, за исключением ацетальдегида, добавляются в одну колбу)

Открыть ампулу и перелить раствор в виалу или химический стакан, используя пипетку Пастера. Если используется более одной ампулы на одно соединение, то соединить содержимое всех ампул в одной виале для каждого вещества.

Приготовить базовый раствор карбонильных соединений, добавляя необходимое количество сертифицированных стандартов DNPH-производных карбонильных соединений, в одну мерную колбу, содержащую 1 мл ацетонитрила (см. табл. 1). Перемешать раствор, осторожно вращая колбу. Довести до метки ацетонитрилом и хорошо перемешать.

Полученный раствор хранится 57 дней в морозильнике холодильника

Таблица 1 - Примеры приготовления базовых растворов карбонильных соединений.

Вещество	Фактическая начальная концентрация, мкг/мл	Целевой объем на конечные 10 мл, мл	Целевая концентрация карбонильных соединений, мкг/мл
Формальдегид-DNHP	100.0	1.440	14.40
Ацетальдегид-DNHP	1000.0	0.960	96.00
Акролеин-DNHP	1000.0	0.144	14.39

4.2 Базовый раствор ацетальдегида

Целевой объем сертифицированного стандарта DNPH-производного ацетальдегида, который нужно добавить, вычисляется по предыдущей формуле, принимая во внимание целевую концентрацию, представленную в табл.2.

Раствор хранится 44 дня в морозильнике холодильника.

Пример приготовления раствора на 10 мл

Открыть ампулу и перелить раствор в виалу или химический стакан, используя пипетку Пастера. Если используется более одной ампулы на одно соединение, то соединить содержимое всех ампул в одной виале для каждого вещества.

Приготовить базовый раствор ацетальдегида, добавляя необходимое количество сертифицированных стандартов DNPH-производных карбонильных соединений, в мерную колбу, содержащую 7 мл ацетонитрила (см. табл. 2). Перемешать раствор, осторожно вращая колбу. Разбавить до метки ацетонитрилом и хорошо перемешать.

Таблица 2 - Пример приготовления базового раствора ацетальдегида

Вещество	Фактическая начальная концентрация, мкг/мл	Целевой объем на конечные 10мл, мл	Целевая концентрация ацетальдегида, мкг/мл
Ацетальдегид-DNHP	1000.0	1.600	160

Начальная концентрация карбонильных соединений – это концентрация производных карбонильных соединений, указанная поставщиком в сертификате об анализе.

5 Калибровочные стандарты (1-7)

Калибровочные стандарты (1-7) получают разбавлением базового раствора карбонильных соединений и базового раствора ацетальдегида.

Разбавлять растворы в мерной колбе на 10 мл, содержащей 7 мл 25 мМ раствора DNPH (содержащий 4.76% пиридина), используя пипетки и объемы, представленные в табл. 3.

Разбавить до метки 25 мМ раствором DNPH, содержащего 4.76% пиридина, и хорошо перемешать.

Полученные концентрации стандартов 1-7 представлены в табл.4.

Хранить растворы в морозильнике в течение 21 дня.

Таблица 3 - Приготовление калибровочных растворов 1-7

Стандарт	Базовый раствор карбонильных соединений		Базовый раствор ацетальдегида	
	Нужный объем пипетки	Необходимый объем, мкл	Нужный объем пипетки	Необходимый объем, мкл
1	10-100 мкл	42	10-100 мкл	16
2	100-1000 мкл	243	100-1000 мкл	221
3	100-1000 мкл	445	100-1000 мкл	427
4	100-1000 мкл	646	100-1000 мкл	633
5	100-1000 мкл	847	100-1000 мкл	839
6	0.5-2.5 мл	1050	0.5-2.5 мл	1046
7	0.5-2.5 мл	1250	0.5-2.5 мл	1250

Таблица 4 - Концентрации калибровочных растворов карбонильных соединений

Вещество	Std1, мкг/мл	Std2, мкг/мл	Std3, мкг/мл	Std4, мкг/мл	Std5, мкг/мл	Std6, мкг/мл	Std7, мкг/мл
Формальдегид	0.060	0.350	0.640	0.930	1.220	1.512	1.800
Ацетальдегид	0.256	3.536	6.832	10.218	13.424	16.736	20.000
Акролеин	0.060	0.350	0.640	0.929	1.218	1.510	1.798

6 Промежуточные растворы

6.1 Раствор 2.0 М хлорной кислоты для 25 мМ раствора DNPH

Необходимый объем 60% хлорной кислоты для приготовления 2.0 М раствора вычисляется по формуле:

$$V_{\text{хлорная кислота 60\%}} = ([\text{Хлорная кислота}]_{\text{целевая}} \times M \times V_{\text{цел.}}) / (\text{density} \times \text{Purity}\%) = (2.0 \times 100.46 \times V_{\text{цел.}}) / (1.664 \times 0.6),$$

Где $[\text{Хлорная кислота}]_{\text{целевая}}$ – концентрация раствора, моль/л

M – молекулярная масса хлорной кислоты, г/моль

Density – плотность хлорной кислоты, г/мл

$V_{\text{цел.}}$ - целевой конечный объем раствора хлорной кислоты

$\text{Purity}\%$ - чистота хлорной кислоты.

Пример приготовления конечного раствора на 500 мл:

В мерную колбу на 500 мл налить 200 мл воды LC-MS чистоты. Отмерить 100 мл 60% хлорной кислоты в мерном цилиндре. Перелить в

мерную колбу. Разбавить деионизованной водой до метки и хорошо перемешать.

Хранить раствор в темном месте при комнатной температуре в течение 29 дней.

6.2 25 мМ раствор DNPH

Необходимое количество DNPH рассчитывают по формуле:

$$m_{\text{DNPH}} = M / ((100 - \text{Содержание воды}/100) \times \text{Purity}\% ([\text{DNPH}]_{\text{цел.}}/1000) \times V_{\text{цел.}}),$$

где $[\text{DNPH}]_{\text{цел.}}$ – целевая концентрация DNPH, моль/л

M – молекулярная масса DNPH, 198.14 г/моль

$V_{\text{цел.}}$ - целевой конечный объем раствора DNPH.

Объем добавляемого 2.0 М раствора хлорной кислоты соответствует 1,5 % от конечного объема.

Пример приготовления конечного раствора на 2000 мл с DNPH (40% воды) и чистотой 99,6%:

В мерную колбу на 2 л налить 1700 мл ацетонитрила, добавить 17 ± 1 г DNPH. Добавить 30 мл 2.0 М раствора хлорной кислоты. Взбалтывать до полного растворения кристаллов DNPH. Поместить в ультразвуковую баню при необходимости. Разбавить до метки ацетонитрилом и хорошо перемешать. Перелить раствор в затемненную стеклянную тару.

Раствор DNPH должен использоваться в течение 5 дней после приготовления.

Хранить в затемненной стеклянной таре при комнатной температуре.

Примечание:

Чистый DNPH и его растворы потенциально взрывоопасны. Перед помещением растворов DNPH в ультразвуковую баню необходимо убедиться, что весь DNPH находится в ацетонитриле. Проверить горлышко колбы на чистоту.

Один и тот же раствор DNPH должен использоваться при приготовлении рабочих калибровочных растворов и образцов.

Перед приготовлением нового раствора с новым DNPH необходимо его проанализировать на наличие примесей. Только после этого его можно использовать для приготовления калибровочных растворов и образцов.

6.3 25 мМ раствор DNPH, содержащий 4,76% пиридина

Добавить 4,76% пиридина по объему к необходимому объему 25 мМ раствора DNPH.

Хранить в затемненной стеклянной таре при комнатной температуре.

Срок хранения раствора соответствует сроку годности 25 мМ раствора DNPH.

Пример приготовления конечного раствора на 50 мл:

В мерную колбу на 50 мл налить 35 мл 25 мМ раствора DNPH. Добавить подходящей пипеткой 2.38 мл пиридина. Перемешать раствор. Довести до метки 25 мМ раствором DNPH и хорошо перемешать. Перелить раствор в затемненную стеклянную тару.

7 Подвижная фаза

7.1 Подвижная фаза А1 (10 мМ раствора ацетата аммония/ацетонитрил 65/35 V/V)

Налить 1300 мл воды LC-MS класса в мерный цилиндр на 2 л и перелить в бутылку на 2 л. Взвесить 1.00 ± 0.02 г ацетата аммония и добавить в бутылку с водой. Осторожно перемешать взбалтыванием (поместить в ультразвуковую баню, если необходимо).

Налить 700 мл ацетонитрила в мерный цилиндр на 1 л и перелить в бутылку с раствором ацетата аммония. Хорошо перемешать.

Профильтровать полученный раствор через Millipore мембрану с размером пор 0.22 мкм и фильтрат перелить в затемненную стеклянную тару.

Срок хранения раствора составляет 29 дней.

7.2 Подвижная фаза В

100 % ацетонитрила LC-MS класса.

Хранить при комнатной температуре.

7.3 Подвижная фаза A2 (вода/ацетонитрил 90/10 V/V)

В мерный цилиндр на 1 л налить 900 мл воды LC-MS класса. Перелить в бутылку и добавить 100 мл ацетонитрила LC-MS класса. Хорошо перемешать.

Срок хранения – 2 месяца при комнатной температуре.

8 Промывочные растворы

8.1 Strong Needle Wash (промывочный раствор иглы)

100 % ацетонитрила LC-MS класса.

Хранить при комнатной температуре.

8.2 Weak Needle Wash (ацетонитрил/вода 95:5 V/V) (промывочный раствор иглы)

В мерный цилиндр на 1 л налить 950 мл ацетонитрила LC-MS класса. Перелить в бутылку и добавить 50 мл воды LC-MS класса. Хорошо перемешать.

Срок хранения – 2 месяца при комнатной температуре.

8.3 Промывочный раствор уплотнителя (метанол/вода 90:10 V/V)

В мерный цилиндр на 1 л налить 900 мл метанола LC-MS класса. Перелить в бутылку и добавить 100 мл воды LC-MS класса. Хорошо перемешать.

Срок хранения – 2 месяца при комнатной температуре.

9 Базовый раствор внутреннего стандарта

9.1 Базовый раствор внутреннего стандарта 1 (0.2 мг/мл)

В мерную колбу на 25 мл пипеткой добавить приблизительно от 1 до 2 мл 25 мМ раствора DNPH. Обнулить тару и добавить 5 ± 1 мг Пропиональдегида-D₂. Хорошо взболтать и подождать 10 мин. По истечении 10 минут добавить 1.25 мл пиридина пипеткой на 500-2500 мкл. Разбавить до метки 25 мМ раствором DNPH.

Срок хранения раствора составляет 22 дня в холодильнике.

9.2 Базовый раствор внутреннего стандарта 2 (1 мкг/мл)

Готовить базовый раствор внутреннего стандарта 2, исходя из реальной концентрации базового раствора внутреннего стандарта 1.

Целевая концентрация должна составить 1 мкг/мл и конечный объем – 100 мл.

В мерную колбу на 100 мл добавить 70 мл ацетонитрила. Добавить 0.5 мл базового раствора внутреннего стандарта 1 пипеткой на 100-1000 мкл. Разбавить до метки ацетонитрилом и хорошо перемешать. Работать только пипеткой из стекла.

Хранить раствор в течение 22 дней в холодильнике.

9.3 Рабочие стандарты (STD1-STD7)

В виалу налить 1 мл калибровочного стандарта (1-7). Добавить 500 мкл базового раствора внутреннего стандарта 2. Хорошо перемешать Vortex миксером.

Рабочие стандарты устойчивы в течение 75 часов в проколотой или непроколотой виале.

Виалы должны находиться в автосэмплере при 15 ± 4 °C.

10 Подготовка образцов

Для приготовления образца 3R4F и холостого образца 3R4F смешать 100 мкл раствора аэрозоля, 900 мкл 25 мМ раствора DNPH, содержащего 4.76 % пиридина, и добавить 500 мкл базового раствора внутреннего стандарта 2. Хорошо перемешать Vortex миксером. Соответствующие коэффициенты разведения приведены в табл.5.

Для приготовления образца НСП и холостого образца НСП смешать 1 мл аэрозольного раствора и добавить 500 мкл базового раствора внутреннего стандарта 2 в виале. Хорошо перемешать Vortex миксером.

Соответствующие коэффициенты разведения в 25 мМ растворе DNPH, содержащего 4,76 % пиридина, приведены в табл.5.

Если необходимы другие коэффициенты разведения для проведения анализа, то они рассчитываются по следующей формуле:

$$F_{\text{разв.}} = (V_{\text{погл. раств.}}(\text{мл}) + V_{\text{пиридина}}(\text{мл})) / V_{\text{погл. раств.}}(\text{мл}) \times (V_{\text{образца}}(\text{мл}) + V_{\text{DNPH}}(\text{мл})) / V_{\text{образца}}(\text{мл})$$

Разбавлять в 25 мМ растворе DNPH, содержащего 4.76 % пиридина, может понадобиться в зависимости от концентрации карбонильных соединений.

Необходимо разбавлять растворы до добавления базового раствора внутреннего стандарта 2.

Таблица 5 - Коэффициенты разведения для образцов разного типа

Тип аэрозоля	Тип образца	Коэффициент разведения
Главная струя	3R4F и холостой 3R4F	10.5
Главная струя	НСП и холостой НСП	1.05

Образцы 3R4F, НСП и холостые образцы с внутренним стандартом устойчивы в течение 75 часов в прокалotted или непроколotted виале.

Виалы должны находиться в автосэмплере при 15±4 °С.

Образцы 3R4F, НСП и холостые образцы устойчивы в течение 21 дня в морозильной камере холодильника.

11 Настройки приборов

Настройки приборов проводится в соответствии с табл.6 – 10.

Таблица 6 - Метод 1

Настройки сэмплера	
Время анализа	5 мин
Режим инъекции	Неполная петля с переполнением иглы
Объем вводимой пробы	1 мкл
Объем впрыскивания шприцом	100 мкл
Объем пробоотборной петли	2 мкл
Промывочный раствор Strong иглы	Ацетонитрил
Объем промывочного раствора Strong иглы	400 мкл
Промывочный раствор Weak иглы	Ацетонитрил/Вода (95/5% по объему)
Объем промывочного раствора Weak иглы	1200 мкл
Расположение иглы (снизу)	5.0 мм
Температура виального отсека	15±4 °С

Таблица 7 - Метод 2

Настройки управления растворами и колонок	
Колонка	Waters Acquity ВЕН C ₁₈ 1.7 мкм, 2.1 x 50 мм
Защитная колонка	Waters Acquity ВЕН C ₁₈ 1.7 мкм, 2.1 x 5 мм
Проходной фильтр	Waters Acquity Frit 0.2 мкм, 2.1 мм с защитным фильтром
Элюент	Подвижная фаза А1: 10 мМ раствор ацетата аммония в воде/ ацетонитрил 65/35 % по объему Подвижная фаза В1: Ацетонитрил
Линейная скорость потока	0.5 мл/мин
Режим потока	Градиентный
Старт градиентного режима	При инъекции
Продолжительность градиентного режима	5 мин
Промывочный раствор уплотнителя	Метанол/Вода 90/10 по объему
Время промывки уплотнителя	5 мин
Температура термостата колонки	40±5 °С
Разделение потока после колонки	1:5

Таблица 8 - Настройки градиентного режима ВЭЖХ

Время (мин)	А1 (%)	В1 (%)	Curve
0.0	100	0	6
2.0	77	23	6
3.7	77	23	6
3.8	0	100	6
4.8	0	100	6
5.0	100	0	6

Таблица 9 - Настройки масс-спектрометра

Источник ионизации	Электроспрей
Полярность ионизации	Отрицательная
Тип сканирования	MRM
Время исследования	10 мин
Название файла метода	Карбонилы_tune.ipr
Капиллярное напряжение	2.3 кВ
Напряжение на конусе	40 В
Source Offset (Коррекция источника?)	40 В
Температура десольватации	400 °С
Скорость потока газа десольватации	800 л/ч
Скорость потока газа у конуса	150 л/ч
Температура источника	150 °С
Скорость потока газа для соударений	0.17 мл/мин
Давление газа распылителя	7 бар
Угол раскрытия датчика	6.18
Высота зонда	6.0

Таблица 10 - Параметры DNPH-производных карбонильных соединений

Вещество	М, г/моль	Родитель- ский ион, m/z	Оскол. ион, m/z	Энергия соударе- ний, эВ	Напряже- ние конуса, В	Время выдерж- ки, с	Кол./ кач. ион
Формальде- гид-DNPH	210.15	208.9	163.1	10.0	35.0	Auto Dwell	Кол.
		208.9	133.1	13.0	35.0	Auto Dwell	Кач.
Ацет- альдегид- DNPH	224.18	223.2	163.1	12.0	30.0	Auto Dwell	Кол.
		223.2	151.1	10.0	30.0	Auto Dwell	Кач.
Акролеин- DNPH	236.15	235.2	163.1	15.0	30.0	Auto Dwell	Кол.
		235.2	158.1	12.0	30.0	Auto Dwell	Кач.

12 Количество измерений

По данной методике необходимо провести 4 измерения одного образца.

13 Проведение эксперимента

Затемненные виалы с экстрактом аэрозоля (см. пробоподготовка) устанавливаются в ВЭЖХ-МС в очередности, показанной в табл.8.

Анализ проводится на приборе по ранее созданному методу с настройками, указанными в п.10 «Настройки приборов».

Таблица 11 - Пример выполнения эксперимента на приборе

Линия	Тип	Название	Номер виалы	Описание
1	Кондиционирование	Cond1	1	Std 1 or old monitor
2	Кондиционирование	Cond2	1	Std 1 or old monitor
3	Кондиционирование	Cond3	1	Std 1 or old monitor
4	Калибровка	Std 1	2	Калибровка
...
10	Калибровка	Solution	8	Калибровка
11	Blank	Blank01	9	25 мМ раствор DNHP с пиридином
12	Blank	Blank01	10	Smoking Blank
13	Blank	Blank02	11	Smoking Blank
14	Blank	Blank1 monitor	12	Smoking Blank
15	Blank	Blank2 monitor	13	Smoking Blank
16	Monitor	Monitor 1a	14	Replicate 1

17	Образец	Sample 1a	15	Replicate 1
18	Образец	Sample 2a	16	Replicate 1
19	Образец	Sample 3a	17	Replicate 1
20	Образец	Sample 4a	18	Replicate 1
21	Monitor	Monitor 1b	19	Replicate 2
22	Образец	Sample 1b	20	Replicate 2
23	Образец	Sample 2b	21	Replicate 2
24	Образец	Sample 3b	22	Replicate 2
25	Образец	Sample 4b	23	Replicate 2
26	Контроль	STD control a	5	STD control 1
27	Monitor	Monitor 1c	24	Replicate 3
28	Образец	Sample 1c	25	Replicate 3
29	Образец	Sample 2c	26	Replicate 3
30	Образец	Sample 3c	27	Replicate 3
31	Образец	Sample 4c	28	Replicate 3
...	
	Промывка	Wash	...	Ацетонитрил

Рабочий стандарт 4 используется в качестве стандартного контроля и должен анализироваться через каждые 10 образцов (холостые образцы не учитываются).

14 Калибровка

Линейная или квадратичная регрессия рассчитывается в программе TargetLynx компании MassLynx.

Таблица 12 - Параметры построения калибровочной кривой

Вещество	Внутренний стандарт	Тип регрессии	Weighting factor
Формальдегид-DNPH	Пропиональдегид-D ₂	Линейная	1/x
Ацетальдегид-DNPH	Пропиональдегид-D ₂	Квадратичная	1/x
Акролеин-DNPH	Пропиональдегид-D ₂	Квадратичная	1/x

Калибровочная кривая строится перед каждым полным исследованием.

15 Расчеты

- Для каждого образца и каждого вещества средняя концентрация холостой пробы вычитается, если она превышает предел количественного определения.

- В программе TargetLynx компании MassLynx вычисляются концентрации каждого аналита на мл в образце.

- Вычисление концентрации определяемого аналита на шт. производят по формуле:

$$\text{Conc}_{\text{car}} (\text{мкг/шт.}) = \text{conc}_{\text{car}} (\text{мкг/мл}) \times F_{\text{разв.}} \times V_{\text{погл. раств.}} (\text{мл})/n,$$

где $\text{conc}_{\text{car}} (\text{мкг/мл})$ – концентрация карбонильного соединения в образце, вычисленная по калибровочной кривой

$\text{Conc}_{\text{car}} (\text{мкг/шт.})$ – концентрация карбонильного соединения в образце

n – количество протестированных изделий в одном параллельном опыте

$F_{\text{разв}}$ - коэффициент разведения

$V_{\text{погл. раств.}} (\text{мл})$ – объем экстрагируемого раствора во всех поглотительных растворах в одном параллельном опыте.

16 Проверка результатов

Процент относительной концентрации остатка (%RCR) вычисляется по формуле:

$$\%RCR = (RC - NC) / NC \times 100,$$

где RC – концентрация, рассчитанная по результат измерений (нг/мл)

NC – номинальная концентрация (нг/мл).

- На первом уровне калибровки значение %RCR не должно превышать $\pm 15\%$ номинальной концентрации. Для остальных калибровочных стандартов %RCR не должен превышать $\pm 10\%$.

- Коэффициент корреляции для каждого соединения должен превышать 0.995.

- Корректность калибровки последовательно проверяется в ходе анализа образцов за счет проверки калибровочного контрольного стандарта. Каждый контрольный стандарт должен иметь отклонение не более $\pm 10\%$ от теоретического значения.

- Необходимо проверять отклик (площадь пика вещества деленная на площадь пика внутреннего стандарта) каждого образца. Если значение отклика превышает последнее значение стандарта, то образец необходимо разбавить.

17 Дополнительная проверка на чувствительность

Проверка на чувствительность осуществляется сравнением отношения кол./кач. ионов в аэрозольной матрице с полученным отношением для калибровочных стандартов.

Стандартные значения данных отношений представлены в табл.13.

Таблица 13 - Стандартные значения отношения кол./кач. ионов

Вещество	Значение отношения
Формальдегид-DNPH	2.003 - 2.170
Ацетальдегид-DNPH	0.940 - 1.033
Акролеин-DNPH	0.759 - 0.868
Пропиональдегид-D ₂	2.741 - 3.035

18 Обслуживание ВЭЖХ-МС

Таблица 14 - Основные процедуры по обслуживанию ВЭЖХ-МС

Элемент	Процедура	Периодичность повторения
Капилляр МС	Замена	Когда сигнал становится низким или сильно меняется
Конус МС	Чистка или замена	Каждые 6-8 партий
Source housing MS	Чистка	Каждые 6-8 партий
Защитная колонка, фильтр перед колонкой	Замена	Если начальное давление превышает 8500 psi или если требуется
Колонка	Выход на рабочий режим	20 мин при линейной скорости потока 500 мкл/мин: фаза А – 100%
Колонка	Замена/регенерация	После использования промывать ацетонитрилом Для регенерации колонки надо промывать ее в течение 4 минут водой: ацетонитрил (90:10 V/V) (500 мкл/мин). Увеличивать постепенно концентрацию ацетонитрила до 100%. Промывать 100% ацетонитрила в течение 4 минут (500 мкл/мин).
Колонка	Хранение	Хранить колонку при неиспользовании более 4 дней в 100% ацетонитрила.

19 Тест на соответствие заданным требованиям

Тест на соответствие заданным требованиям считается пройденным, если выполняются условия, представленные в табл.15.

Таблица 15 - Условия прохождения теста на соответствие заданным требованиям

Площадь пика ацетона	Ширина пика ацетона
$x > 426202$	$x < 4.367$

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ И ОБОЗНАЧЕНИЯ

ISO 3308:2000 – Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет (курительная машина). Определения и стандартные условия

ISO 3402:1999 – Табак и табачные изделия. Атмосферы для кондиционирования и испытаний

SO 4387:2000 – Сигареты. Определение содержания общего и не содержащего никотина сухого вещества с применением обычной аналитической курительной машины

ISO 8243: 2006 – Сигареты. Отбор Проб

LC-MS – жидкостный хроматограф тандемный с масс-спектрометром

ВЭЖС-МС – высокоэффективный жидкостной хроматограф с масс-спектрометром

DNPН - 2,4 - Динитрофенилгидразин

ПРИЛОЖЕНИЕ Л

МЕТОДИКА

Определение содержания карбонильных соединений в жидкости для систем доставки никотина (СДН) и в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП)

1 Назначение и область применения

Метод применим для количественного определения карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин) в жидкости для систем доставки никотина (СДН) и в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП) с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии.

2 Принцип метода

Аэрозоль от жидкости для СДН поглощается DNPH раствором при тестировании на курительной машине.

Жидкость для СДН разводится DNPH раствором с дериватизацией пиридином.

Экстракт анализируется на ВЭЖХ с МС-МС детектированием на электроспревом источнике в режиме отрицательной полярности.

Результаты предоставляются: для аэрозоля - в мкг на затяжку для каждого вещества; для жидкости - в мкг на г смеси для каждого вещества.

3 Материалы, оборудование и реактивы

- ВЭЖХ-МС/МС
- ВЭЖХ аналитическая колонка: Waters Acquity BEH C₁₈ 1.7 мкм, 2.1 x 50 мм
- ВЭЖХ защитная колонка: Waters Acquity BEH C₁₈ 1.7 мкм, 2.1 x 5 мм
- Waters Acquity фильтр перед колонкой 2 мкм, 2.1 мм с защитным фильтром
- Виалы затемненные с завинчивающейся крышкой Agilent на 2 мл
- Набор полиэфирэфиркетонных игл I-класса на 10 мкл
- Крышки тефлоновые завинчивающиеся, Agilent 9 мм
- Фильтрующая система

- Omnipore гидрофильная тефлоновая мембрана: 0.2 мкм, 47 мм, плоская, белая, Millipore
- Эксикатор с силикагелем в качестве осушителя
- Цилиндры
- Микропипетки Eppendorf на 10-100, 100-1000 мкл, 0.5-2.5, 1-10 мл
- Микропипетки Eppendorf ep T.I.P.S. на 10-200, 50-1000 мкл, 0.5-2.5, 1-10 мл
- Колба мерная класса А с притертой стеклянной пробкой: 10, 25, 100, 200, 1000 и 2000 мл
- Vortex миксер
- Ультразвуковая баня
- Весы аналитические XP205DR (с точностью 0.1 мг)
- стакан химический на 50, 100, 250 и 1000 мл
- Воронка фильтровальная
- Пипетка Пастера

Химические реактивы

Название вещества	CAS #	Поставщик	Номер артикула	Условия хранения
DNPН раствор формальдегида	1081-15-8	Supelco	CRM47177	Холодильник
DNPН раствор ацетальдегида	1019-57-4	Supelco	CRM4M7340	Холодильник
DNPН раствор 2-бутанона	1020719-69-0	Supelco	CRM47344	Холодильник
Пиридин, ЧДА	110-86-1	Sigma-Aldrich	360570	Комнатная температура
Хлорная кислота, 60%, ЧДА	7601-90-3	Sigma-Aldrich	311413	Комнатная температура
2,4-Динитрофенил-гидразин (DNPН), увлажненный водой, ≥99.0%	119-26-6	Sigma-Aldrich	04732	Комнатная температура
Ацетонитрил, LC-MS Chromasolv	75-05-8	Fluka	34967	Комнатная температура

Ацетат аммония, bioUltra, ≥99.0%	631-61-8	Fluka	09689	Экдикатор при комн. температуре
Вода, LC-MS Chromasolv	7732-18-5	Fluka	34860	Комнатная температура
Метанол, LC-MS Chromasolv	67-56-1	Fluka	34966	Комнатная температура
Деионизованная вода	NA	Лаб. дистиллят оп	NA	Комнатная температура
Аргон	7440-37-1	Carbagas	P0022S10R2A00 1	Комнатная температура

4 Приготовление растворов и сред

4.1 Базовый раствор карбонильных соединений

Необходимый целевой объем сертифицированных стандартов DNPН-производных карбонильных соединений, который нужно добавить, вычисляется по следующей формуле, принимая во внимание целевую концентрацию, представленную в таблице 7:

$$V_{\text{карбонилыDNPН}} = ([\text{Карбонилы}]_{\text{цел}} \times V_{\text{фин}}) / [\text{КарбонилыDNPН}]_{\text{нач.}}$$

где $[\text{Карбонилы}]_{\text{цел}}$ – целевая концентрация стандартов DNPН-производных карбонильных соединений в базовом растворе карбонильных соединений;

$[\text{КарбонилыDNPН}]_{\text{нач.}}$ – фактическая начальная концентрация сертифицированных стандартных растворов DNPН-производных карбонильных соединений;

$V_{\text{фин}}$ – необходимый конечный объем базового раствора карбонильных соединений;

$V_{\text{карбонилыDNPН}}$ – объем базового раствора сертифицированных стандартов DNPН-производных карбонильных соединений.

Предупреждение: перед приготовлением растворов выдерживать ампулы вне холодильника при комнатной температуре хотя бы 2 часа. Убедиться, что ни один из компонентов раствора не кристаллизовался внутри ампулы в течение хранения. Если необходимо, осторожно нагреть (менее 40

°С) ампулу и потрясти ее для растворения кристаллов. Если это не помогло, поместить ампулу в ультразвуковую баню. Убедиться, что капли раствора отсутствуют на горлышке ампулы.

Пример приготовления раствора на 10 мл (все карбонильные соединения, за исключением ацетальдегида, добавляются в одну колбу)

Открыть ампулу и перелить раствор в виалу или химический стакан, используя пипетку Пастера. Если используется более одной ампулы на одно соединение, то соединить содержимое всех ампул в одной виале для каждого вещества.

Приготовить базовый раствор карбонильных соединений, добавляя необходимое количество сертифицированных стандартов DNPH-производных карбонильных соединений, в одну мерную колбу, содержащую 1 мл ацетонитрила (см. табл. 1). Перемешать раствор, осторожно вращая колбу. Довести до метки ацетонитрилом и хорошо перемешать.

Полученный раствор хранится 57 дней в морозильнике холодильника.

Таблица 1 - Примеры приготовления базовых растворов карбонильных соединений.

Вещество	Фактическая начальная концентрация, мкг/мл	Целевой объем на конечные 10 мл, мл	Целевая концентрация карбонильных соединений, мкг/мл
Формальдегид-DNHP	100.0	1.440	14.40
Ацетальдегид-DNHP	1000.0	0.960	96.00
Акролеин-DNHP	1000.0	0.144	14.39

4.2 Базовый раствор ацетальдегида

Целевой объем сертифицированного стандарта DNPH-производного ацетальдегида, который нужно добавить, вычисляется по предыдущей формуле, принимая во внимание целевую концентрацию, представленную в табл.2.

Раствор хранится 44 дня в морозильнике холодильника.

Пример приготовления раствора на 10 мл

Открыть ампулу и перелить раствор в виалу или химический стакан, используя пипетку Пастера. Если используется более одной ампулы на одно соединение, то соединить содержимое всех ампул в одной виале для каждого вещества.

Приготовить базовый раствор ацетальдегида, добавляя необходимое количество сертифицированных стандартов DNPН-производных карбонильных соединений, в мерную колбу, содержащую 7 мл ацетонитрила (см. табл. 2). Перемешать раствор, осторожно вращая колбу. Разбавить до метки ацетонитрилом и хорошо перемешать.

Таблица 2 - Пример приготовления базового раствора ацетальдегида

Вещество	Фактическая начальная концентрация, мкг/мл	Целевой объем на конечные 10мл, мл	Целевая концентрация ацетальдегида, мкг/мл
Ацетальдегид-DNPH	1000.0	1.600	160

Начальная концентрация карбонильных соединений – это концентрация непроизводных карбонильных соединений, указанная поставщиком в сертификате об анализе.

5 Калибровочные стандарты (1-7)

Калибровочные стандарты (1-7) получают разбавлением базового раствора карбонильных соединений и базового раствора ацетальдегида.

Разбавлять растворы в мерной колбе на 10 мл, содержащей 7 мл 25 мМ раствора DNPН (содержащий 4.76% пиридина), используя пипетки и объемы, представленные в табл. 3.

Разбавить до метки 25 мМ раствором DNPН, содержащего 4.76% пиридина, и хорошо перемешать.

Полученные концентрации стандартов 1-7 представлены в табл.4.

Хранить растворы в холодильнике в течение 21 дня.

Таблица 3 - Приготовление калибровочных растворов 1-7

Стандарт	Базовый раствор карбонильных соединений		Базовый раствор ацетальдегида	
	Нужный объем пипетки	Необходимый объем, мкл	Нужный объем пипетки	Необходимый объем, мкл
1	10-100 мкл	42	10-100 мкл	16
2	100-1000 мкл	243	100-1000 мкл	221
3	100-1000 мкл	445	100-1000 мкл	427
4	100-1000 мкл	646	100-1000 мкл	633
5	100-1000 мкл	847	100-1000 мкл	839
6	0.5-2.5 мл	1050	0.5-2.5 мл	1046
7	0.5-2.5 мл	1250	0.5-2.5 мл	1250

Таблица 4 - Концентрации калибровочных растворов карбонильных соединений

Вещество	Std1, мкг/мл	Std2, мкг/мл	Std3, мкг/мл	Std4, мкг/мл	Std5, мкг/мл	Std6, мкг/мл	Std7, мкг/мл
Формальдегид	0.060	0.350	0.640	0.930	1.220	1.512	1.800
Ацетальдегид	0.256	3.536	6.832	10.218	13.424	16.736	20.000
Акролеин	0.060	0.350	0.640	0.929	1.218	1.510	1.798

6 Промежуточные растворы

6.1 Раствор 2.0 М хлорной кислоты для 25 мМ раствора DNPH

Необходимый объем 60% хлорной кислоты для приготовления 2.0 М раствора вычисляется по формуле:

$$V_{\text{хлорная кислота 60\%}} = ([\text{Хлорная кислота}]_{\text{целевая}} \times M \times V_{\text{цел.}}) / (\text{density} \times \text{Purity\%}) = (2.0 \times 100.46 \times V_{\text{цел.}}) / (1.664 \times 0.6),$$

Где $[\text{Хлорная кислота}]_{\text{целевая}}$ – концентрация раствора, моль/л

M – молекулярная масса хлорной кислоты, г/моль

Density – плотность хлорной кислоты, г/мл

$V_{\text{цел.}}$ - целевой конечный объем раствора хлорной кислоты

Purity\% - чистота хлорной кислоты.

Пример приготовления конечного раствора на 500 мл:

В мерную колбу на 500 мл налить 200 мл воды LC-MS чистоты. Отмерить 100 мл 60% хлорной кислоты в мерном цилиндре. Перелить в

мерную колбу. Разбавить деионизованной водой до метки и хорошо перемешать.

Хранить раствор в темном месте при комнатной температуре в течение 29 дней.

6.2 25 мМ раствор DNPH

Необходимое количество DNPH рассчитывают по формуле:

$$m_{\text{DNPH}} = M / ((100 - \text{Содержание воды}/100) \times \text{Purity}\% ([\text{DNPH}]_{\text{цел.}}/1000) \times V_{\text{цел.}}),$$

где $[\text{DNPH}]_{\text{цел.}}$ – целевая концентрация DNPH, моль/л

M – молекулярная масса DNPH, 198.14 г/моль

$V_{\text{цел.}}$ - целевой конечный объем раствора DNPH.

Объем добавляемого 2.0 М раствора хлорной кислоты соответствует 1,5 % от конечного объема.

Пример приготовления конечного раствора на 2000 мл с DNPH (40% воды) и чистотой 99.6%:

В мерную колбу на 2 л налить 1700 мл ацетонитрила, добавить 17 ± 1 г DNPH. Добавить 30 мл 2.0 М раствора хлорной кислоты. Взбалтывать до полного растворения кристаллов DNPH. Поместить в ультразвуковую баню при необходимости. Разбавить до метки ацетонитрилом и хорошо перемешать. Перелить раствор в затемненную стеклянную тару.

Раствор DNPH должен использоваться в течение 5 дней после приготовления.

Хранить в затемненной стеклянной таре при комнатной температуре.

Примечание:

Чистый DNPH и его растворы потенциально взрывоопасны. Перед помещением растворов DNPH в ультразвуковую баню необходимо убедиться, что весь DNPH находится в ацетонитриле. Проверить горлышко колбы на чистоту.

Один и тот же раствор DNPH должен использоваться при приготовлении рабочих калибровочных растворов и образцов.

Перед приготовлением нового раствора с новым DNPH необходимо его проанализировать на наличие примесей. Только после этого его можно использовать для приготовления калибровочных растворов и образцов.

6.3 25 мМ раствор DNPH, содержащий 4.76% пиридина

Добавить 4.76% пиридина по объему к необходимому объему 25 мМ раствора DNPH.

Хранить в затемненной стеклянной таре при комнатной температуре.

Срок хранения раствора соответствует сроку годности 25 мМ раствора DNPH.

Пример приготовления конечного раствора на 50 мл:

В мерную колбу на 50 мл налить 35 мл 25 мМ раствора DNPH. Добавить подходящей пипеткой 2.38 мл пиридина. Перемешать раствор. Довести до метки 25 мМ раствором DNPH и хорошо перемешать. Перелить раствор в затемненную стеклянную тару.

7 Подвижная фаза

7.1 Подвижная фаза A1 (10 мМ раствора ацетата аммония/ацетонитрил 65/35 V/V)

Налить 1300 мл воды LC-MS класса в мерный цилиндр на 2 л и перелить в бутылку на 2 л. Взвесить 1.00 ± 0.02 г ацетата аммония и добавить в бутылку с водой. Осторожно перемешать взбалтыванием (поместить в ультразвуковую баню, если необходимо).

Налить 700 мл ацетонитрила в мерный цилиндр на 1 л и перелить в бутылку с раствором ацетата аммония. Хорошо перемешать.

Профильтровать полученный раствор через Millipore мембрану с размером пор 0.22 мкм и фильтрат перелить в затемненную стеклянную тару.

Срок хранения раствора составляет 29 дней.

7.2 Подвижная фаза B

100 % ацетонитрила LC-MS класса.

Хранить при комнатной температуре.

7.3 Подвижная фаза A2 (вода/ацетонитрил 90/10 V/V)

В мерный цилиндр на 1 л налить 900 мл воды LC-MS класса. Перелить в бутылку и добавить 100 мл ацетонитрила LC-MS класса. Хорошо перемешать.

Срок хранения – 2 месяца при комнатной температуре.

8 Промывочные растворы

8.1 Strong Needle Wash (промывочный раствор иглы)

100 % ацетонитрила LC-MS класса.

Хранить при комнатной температуре.

8.2 Weak Needle Wash (ацетонитрил/вода 95:5 V/V) (промывочный раствор иглы)

В мерный цилиндр на 1 л налить 950 мл ацетонитрила LC-MS класса. Перелить в бутылку и добавить 50 мл воды LC-MS класса. Хорошо перемешать.

Срок хранения – 2 месяца при комнатной температуре.

8.3 Промывочный раствор уплотнителя (метанол/вода 90:10 V/V)

В мерный цилиндр на 1 л налить 900 мл метанола LC-MS класса. Перелить в бутылку и добавить 100 мл воды LC-MS класса. Хорошо перемешать.

Срок хранения – 2 месяца при комнатной температуре.

9 Базовый раствор внутреннего стандарта

9.1 Базовый раствор внутреннего стандарта 1 (0.2 мг/мл)

В мерную колбу на 25 мл пипеткой добавить приблизительно от 1 до 2 мл 25 мМ раствора DNPH. Обнулить тару и добавить 5 ± 1 мг Пропиональдегида-D₂. Хорошо взболтать и подождать 10 мин. По истечению 10 минут добавить 1.25 мл пиридина пипеткой на 500-2500 мкл. Разбавить до метки 25 мМ раствором DNPH.

Срок хранения раствора составляет 22 дня в холодильнике.

9.2 Базовый раствор внутреннего стандарта 2 (1 мкг/мл)

Готовить базовый раствор внутреннего стандарта 2, исходя из реальной концентрации базового раствора внутреннего стандарта 1.

Целевая концентрация должна составить 1 мкг/мл и конечный объем – 100 мл.

В мерную колбу на 100 мл добавить 70 мл ацетонитрила. Добавить 0.5 мл базового раствора внутреннего стандарта 1 пипеткой на 100-1000 мкл. Разбавить до метки ацетонитрилом и хорошо перемешать.

Хранить раствор в течение 22 дней в холодильнике.

9.3 Рабочие стандарты (STD1-STD7)

В виалу налить 1 мл калибровочного стандарта (1-7). Добавить 500 мкл базового раствора внутреннего стандарта 2. Хорошо перемешать Vortex миксером.

Рабочие стандарты устойчивы в течение 75 часов в прокалотой или непрокалотой виале.

Виалы должны находиться в автосэмплере при 15 ± 4 °С.

10 Подготовка образцов

10.1 Аэрозольный экстракт жидкости для СДН

Аэрозоль генерируются на линейной курительной машине в режиме CORESTA: объем - 55мл, продолжительность затяжки - 3 сек, частота - 30 сек, профиль затяжки - квадрат.

Основной аэрозоль из определения собрать в ловушку из 3 барбатов подключенных к каждому каналу. Каждый барбатов содержит 10 мл 25 мМ раствора DNPH с 1,5% хлорной кислоты. Сбор в барбаты осуществляется при температуре окружающей среды.

После сбора аэрозоля, максимум через 15 минут после окончания, в каждый барбатов добавить 500 мкл пиридина. Затем содержимое трех барбатов слить в одну колбу и добавить 500 мкл базового раствора внутреннего стандарта 2. Хорошо перемешать. Соответствующие коэффициенты разведения приведены в табл.5.

10.2 Подготовка жидкости для СДН

Ввести 150 мкл жидкости в 10 мл мерную колбу и записать вес. Затем заполнить до объема 25 мМ раствором DNPH 1,5% хлорной кислоты.

Процесс дериватизации проходит в течение 1 часа, затем необходимо добавить 500 мкл пиридина. Хорошо перемешать. Дальнейшие этапы пробоподготовки аналогичны (подготовка ЖХ-флаконов с добавлением 500 мкл базового раствора внутреннего стандарта 2).

Соответствующие коэффициенты разведения в 25 мМ растворе DNPH, содержащего 4,76 % пиридина, приведены в табл.5.

Если необходимы другие коэффициенты разведения для проведения анализа, то они рассчитываются по следующей формуле:

$$F_{\text{разв.}} = (V_{\text{погл. раств.}}(\text{мл}) + V_{\text{пиридина}}(\text{мл})) / V_{\text{погл. раств.}}(\text{мл}) \times (V_{\text{образца}}(\text{мл}) + V_{\text{DNPH}}(\text{мл})) / V_{\text{образца}}(\text{мл})$$

В зависимости от концентрации карбонильных соединений может понадобиться разбавление в 25 мМ растворе DNPH, содержащего 4,76 % пиридина.

Необходимо разбавлять растворы до добавления базового раствора внутреннего стандарта 2.

Таблица 5 - Коэффициенты разведения для образцов разного типа

Тип аэрозоля	Тип образца	Коэффициент разведения
Главная струя	3R4F и холостой 3R4F	10.5
Главная струя	НСП и холостой НСП	1.05

Образцы жидкости для СДН, аэрозоля и холостые образцы с внутренним стандартом устойчивы в течение 75 часов в проколотой или непроколотой виале.

Виалы должны находиться в автосэмплере при 15±4 °С.

Образцы 3R4F, НСП и холостые образцы устойчивы в течение 21 дня в холодильнике.

11 Настройки приборов

Настройки приборов проводится в соответствии с табл.6 – 10.

Таблица 6 - Метод 1

Настройки сэмплера	
Время анализа	5 мин
Режим инъекции	Неполная петля с переполнением иглы
Объем вводимой пробы	1 мкл
Объем впрыскивания шприцом	100 мкл
Объем пробоотборной петли	2 мкл
Промывочный раствор Strong иглы	Ацетонитрил
Объем промывочного раствора Strong иглы	400 мкл
Промывочный раствор Weak иглы	Ацетонитрил/Вода (95/5% по объему)
Объем промывочного раствора Weak иглы	1200 мкл
Расположение иглы (снизу)	5.0 мм
Температура колонки	15±4 °C

Таблица 7 - Метод 2

Настройки управления растворами и колонок	
Колонка	Waters Acquity VEN C ₁₈ 1.7 мкм, 2.1 x 50 мм
Защитная колонка	Waters Acquity VEN C ₁₈ 1.7 мкм, 2.1 x 5 мм
Проходной фильтр	Waters Acquity Frit 0.2 мкм, 2.1 мм с защитным фильтром
Элюент	Подвижная фаза А1: 10 мМ раствор ацетата аммония в воде/ ацетонитрил 65/35 % по объему
	Подвижная фаза В1: Ацетонитрил
Линейная скорость потока	0.5 мл/мин
Режим потока	Градиентный
Старт градиентного режима	При инъекции
Продолжительность градиентного режима	5 мин
Промывочный раствор уплотнителя	Метанол/Вода 90/10 по объему
Время промывки уплотнителя	5 мин
Температура термостата колонки	40±5 °C
Разделение потока после колонки	1:5

Таблица 8 - Настройки градиентного режима ВЭЖХ

Время (мин)	A1 (%)	B1 (%)	Curve
0.0	100	0	6
2.0	77	23	6
3.7	77	23	6
3.8	0	100	6
4.8	0	100	6
5.0	100	0	6

Таблица 9 - Настройки масс-спектрометра

Источник ионизации	Электроспрей
Полярность ионизации	Отрицательная
Тип сканирования	MRM
Время исследования	10 мин
Название файла метода	Карбонилы_tune.ipr
Капиллярное напряжение	2.3 кВ
Напряжение на конусе	40 В
Source Offset (Коррекция источника?)	40 В
Температура десольватации	400 °С
Скорость потока газа десольватации	800 л/ч
Скорость потока газа у конуса	150 л/ч
Температура источника	150 °С
Скорость потока газа для соударений	0.17 мл/мин
Давление газа распылителя	7 бар
Угол раскрыва датчика	6.18
Высота зонда	6.0

Таблица 10 - Параметры DNPН-производных карбонильных соединений

Вещество	М, г/моль	Родитель- ский ион, m/z	Оскол. ион, m/z	Энергия соударе- ний, эВ	Напряже- ние конуса, В	Время выдерж- ки, с	Кол./ кач. ион
Формальде- гид-DNPН	210.15	208.9	163.1	10.0	35.0	Auto Dwell	Кол.
		208.9	133.1	13.0	35.0	Auto Dwell	Кач.
Ацет- альдегид- DNPН	224.18	223.2	163.1	12.0	30.0	Auto Dwell	Кол.
		223.2	151.1	10.0	30.0	Auto Dwell	Кач.
Акролеин- DNPН	236.15	235.2	163.1	15.0	30.0	Auto Dwell	Кол.
		235.2	158.1	12.0	30.0	Auto Dwell	Кач.

12 Количество измерений

По данной методике необходимо провести 4 измерения одного образца.

13 Проведение эксперимента

Затемненные виалы с экстрактом аэрозоля (см. пробоподготовка) устанавливаются в ВЭЖХ-МС в очередности, показанной в табл. 8.

Анализ проводится на приборе по ранее созданному методу с настройками, указанными в п.10 «Настройки приборов».

Таблица 11 - Пример выполнения эксперимента на приборе

Линия	Тип	Название	Номер виалы	Описание
1	Кондиционирование	Cond1	1	Std 1 or old monitor
2	Кондиционирование	Cond2	1	Std 1 or old monitor
3	Кондиционирование	Cond3	1	Std 1 or old monitor
4	Калибровка	Std 1	2	Калибровка
...
10	Калибровка	Solution	8	Калибровка
11	Blank	Blank01	9	25 мМ раствор DNHP с пиридином
12	Blank	Blank01	10	Smoking Blank
13	Blank	Blank02	11	Smoking Blank
14	Blank	Blank1 monitor	12	Smoking Blank
15	Blank	Blank2 monitor	13	Smoking Blank
16	Monitor	Monitor 1a	14	Replicate 1
17	Образец	Sample 1a	15	Replicate 1
18	Образец	Sample 2a	16	Replicate 1
19	Образец	Sample 3a	17	Replicate 1
20	Образец	Sample 4a	18	Replicate 1
21	Monitor	Monitor 1b	19	Replicate 2
22	Образец	Sample 1b	20	Replicate 2
23	Образец	Sample 2b	21	Replicate 2
24	Образец	Sample 3b	22	Replicate 2
25	Образец	Sample 4b	23	Replicate 2
26	Контроль	STD control a	5	STD control 1
27	Monitor	Monitor 1c	24	Replicate 3
28	Образец	Sample 1c	25	Replicate 3
29	Образец	Sample 2c	26	Replicate 3
30	Образец	Sample 3c	27	Replicate 3
31	Образец	Sample 4c	28	Replicate 3
...
	Промывка	Wash	...	Ацетонитрил

Рабочий стандарт 4 используется в качестве стандартного контроля и должен анализироваться через каждые 10 образцов (холостые образцы не учитываются).

14 Калибровка

Линейная или квадратичная регрессия рассчитывается в программе TargetLynx компании MassLynx.

Таблица 12. Параметры построения калибровочной кривой

Вещество	Внутренний стандарт	Тип регрессии	Weighting factor
Формальдегид-DNPH	Пропиональдегид-D ₂	Линейная	1/x
Ацетальдегид-DNPH	Пропиональдегид-D ₂	Квадратичная	1/x
Акролеин-DNPH	Пропиональдегид-D ₂	Квадратичная	1/x

Калибровочная кривая строится перед каждым полным исследованием.

15 Расчеты

- Для каждого образца и каждого вещества средняя концентрация холостой пробы вычитается, если она превышает предел количественного определения.
- В программе TargetLynx компании MassLynx вычисляются концентрации каждого аналита на мл в образце.
- Вычисление концентрации определяемого аналита производят по формуле:

$$C_{\text{сиг}} (\text{мкг/сиг}) = c_{\text{сиг}} (\text{мкг/мл}) \times F_{\text{разв.}} \times V_{\text{погл. раств.}} (\text{мл})/n,$$

где $c_{\text{сиг}} (\text{мкг/мл})$ – концентрация карбонильного соединения в образце, вычисленная по калибровочной кривой

$C_{\text{сиг}} (\text{мкг/сиг})$ – концентрация карбонильного соединения в образце

n – количество протестированных образцов в одном параллельном опыте

$F_{\text{разв.}}$ - коэффициент разведения

$V_{\text{погл. раств.}} (\text{мл})$ – объем экстрагируемого раствора во всех поглотительных растворах в одном параллельном опыте.

16 Проверка результатов

Процент относительной концентрации остатка (%RCR) вычисляется по формуле:

$$\%RCR = (RC - NC) / NC \times 100,$$

где RC – концентрация, рассчитанная по результатам измерений (нг/мл)

NC – номинальная концентрация (нг/мл).

- На первом уровне калибровки значение %RCR не должно превышать $\pm 15\%$ номинальной концентрации. Для остальных калибровочных стандартов %RCR не должен превышать $\pm 10\%$.

- Коэффициент корреляции для каждого соединения должен превышать 0.995.

- Корректность калибровки последовательно проверяется в ходе анализа образцов за счет проверки калибровочного контрольного стандарта. Каждый контрольный стандарт должен иметь отклонение не более $\pm 10\%$ от теоретического значения.

- Необходимо проверять отклик (площадь пика вещества деленная на площадь пика внутреннего стандарта) каждого образца. Если значение отклика превышает последнее значение стандарта, то образец необходимо разбавить.

17 Дополнительная проверка на чувствительность

Проверка на чувствительность осуществляется сравнением отношения кол./кач. ионов в аэрозольной матрице с полученным отношением для калибровочных стандартов.

Стандартные значения данных отношений представлены в табл.13.

Таблица 13 - Стандартные значения отношения кол./кач. ионов

Вещество	Значение отношения
Формальдегид-DNPH	2.003 - 2.170
Ацетальдегид-DNPH	0.940 - 1.033
Акролеин-DNPH	0.759 - 0.868
Пропиональдегид-D ₂	2.741 - 3.035

18 Обслуживание ВЭЖХ-МС

Таблица 14 - Основные процедуры по обслуживанию ВЭЖХ-МС

Элемент	Процедура	Периодичность повторения
Капилляр МС	Замена	Когда сигнал становится низким или сильно меняется
Конус МС	Чистка или замена	Каждые 6-8 партий
Source housing MS	Чистка	Каждые 6-8 партий
Защитная колонка, фильтр перед колонкой	Замена	Если начальное давление превышает 8500 psi или если требуется
Колонка	Выход на рабочий режим	20 мин при линейной скорости потока 500 мкл/мин: фаза А – 100%
Колонка	Замена/регенерация	После использования промывать ацетонитрилом Для регенерации колонки надо промывать ее в течение 4 минут водой: ацетонитрил (90:10 V/V) (500 мкл/мин). Увеличивать постепенно концентрацию ацетонитрила до 100%. Промывать 100% ацетонитрила в течение 4 минут (500 мкл/мин).
Колонка	Хранение	Хранить колонку при неиспользовании более 4 дней в 100% ацетонитрила.

19 Тест на соответствие заданным требованиям

Тест на соответствие заданным требованиям считается пройденным, если выполняются условия, представленные в табл.15.

Таблица 15 - Условия прохождения теста на соответствие заданным требованиям

Площадь пика ацетона	Ширина пика ацетона
$x > 426202$	$x < 4.367$

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ И ОБОЗНАЧЕНИЯ

ISO 3308:2000 – Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет (курительная машина). Определения и стандартные условия

ISO 3402:1999 – Табак и табачные изделия. Атмосферы для кондиционирования и испытаний

ВЭЖС-МС – высокоэффективный жидкостной хроматограф с масс-спектрометром

DNPH - 2,4 – Динитрофенилгидразин

ПРИЛОЖЕНИЕ М

МЕТОДИКА

Определение содержания нитрозаминов в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого).

1 Назначение и область применения

Метод применим для определения нитрозоаминов в аэрозоле изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого).

2 Принцип метода

Метод основан на получении аэрозоля от изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) - стиков с помощью курительной машины и сбором на кембриджский фильтр.

Нитрозамины экстрагируют из кембриджского фильтра 100 мМ раствором ацетата аммония, содержащим внутренние стандарты. Аликвота фильтруется, и экстракт анализируется на ВЭЖХ с МС-МС детектированием на электроспреевом источнике в режиме положительной полярности.

Результаты предоставляются в нг на шт. для каждого вещества.

3 Материалы, оборудование и реактивы

- ВЭЖХ-МС/МС с функцией дегазации растворов
- ВЭЖХ аналитическая колонка: Supelco Discovery HS-C18 колонка, 50 x 2.1 мм ID x 3 мкм
- ВЭЖХ защитная колонка: Waters Symmetry C-18 колонка, 3.5 мкм WAT106127
- Фильтр перед колонкой: Фильтр с концевым соединением 0.5 мкм PEEK Upchurch Scientific
- Виалы затемненные с завинчивающейся крышкой на 2 мл, Agilent № 5182-0716
- Крышки Agilent синие № 5182-0723
- Микропипетка Eppendorf на 100-1000 мкл
- Макропипетка Socorex на 1-10 мл

- Макропипетка Socorex на 1000 мл
- Макропипетка Socorex на 500 мл
- Микропипетка Eppendorf на 2500 мкл
- QualiTips 1-10 мл Socorex 3x 100/bag, part# 312.10, Millian
- Микропипетка Eppendorf ep T.I.P. S500-250 мкл (part# 0030.073.347),

Millian

- Колба мерная класса А: 25, 50 и 500 мл
- Пипетки мерные класса А: 1.0, 2.0, 4.0, 10.0 и 20.0 мл
- Миксер Vortex
- Баня ультразвуковая
- Весы аналитические XP205DR (с точностью 0.1 мг)
- Мембрана для фильтрования растворителей Millipore № FHUP04700
- Chromafil Xtra-PVDF, 0.45 мкм, Macherey-Nagel: 729 219 400
- Шприцы одноразовые

Химические реактивы

Название вещества	CAS #	Поставщик	Номер артикула	Условия хранения
N-Нитрозоникотин (NNN), чистота >96%	53759-22-1	MRIGlobal	359	Холодильник
4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил)-1-Бутанон (NNK), чистота >98%	64091-91-4	MRIGlobal	366	Холодильник
4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил-D ₄)-1-Бутанон (D ₄ -NNK), чистота >98%	764661-24-7	Cambridge Isotope Laboratories	DLM-7475-0	Холодильник
N-нитрозоникотин-2,4,5,6-D ₄ (D ₄ -NNN), чистота 98%	66148-19-4	Cambridge Isotope Laboratories	DLM-7474-0	Холодильник
Уксусная кислота, ЧДА, 99.8%	64-19-7	Fluka	45731	Комнатная температура
Ацетат аммония, bioUltra, ≥99.0%	631-61-8	Sigma	09689	Эксикатор при комн.

				температуре
Ацетонитрил, LC-MS Chromasolv	75-05-8	Fluka	34967	Комнатная температура
Метанол, LC-MS Chromasolv	67-56-1	Fluka	34860	Комнатная температура
Дихлорметан, ХЧ	75-09-2	Sigma	66740	Комнатная температура
Гексан, ХЧ	110-54-3	Sigma	32293	Комнатная температура
Ацетон, ХЧ	67-64-1	Sigma	00585	Комнатная температура
Этанол, 96%	64-17-5	Brenntag	82352-150	Комнатная температура
Деионизованная вода	NA	Лаб. дистилятор	NA	Комнатная температура
Аргон	7440-37-1	Carbagas	P0022S10 R2A001	Комнатная температура

4 Приготовление сред и растворов

4.1 Подвижная фаза А

100 % деионизованной воды. Срок хранения 2 дня после получения.

4.2 Подвижная фаза Б

В мерную колбу на 1 л. в 500 мл метанола добавить 1 мл уксусной кислоты. Довести метанолом до метки и хорошо перемешать.

Хранить раствор в стеклянной бутылке со шлифом при комнатной температуре. Срок хранения раствора совпадает с указанием срока хранения реактива.

Добавлять уксусную кислоту, основываясь на конечном объеме раствора, необходимого на все исследования.

4.3 Промывочный раствор

100 % метанол.

Хранить при комнатной температуре. Срок хранения – 1 год с даты производства.

4.4 Экстрагент (0,1 М ацетата аммония с внутренними стандартами)

В мерную колбу на 1 л к 500 мл деионизованной воды добавить 7,70±0,1 г ацетата аммония (округлять до 0,01 г) Добавить 10 мл промежуточного раствора внутреннего стандарта. Довести водой до метки и хорошо перемешать.

Хранить раствор в затемненной стеклянной бутылке в холодильнике. Срок хранения 1 месяц после приготовления.

Необходимый объем промежуточного раствора внутреннего стандарта, добавляемый в экстрагент, составляет 1 % от общего объема раствора.

4.5 Экстрагент (0,1 М раствор ацетата аммония)

В мерную колбу на 200 мл внести 100 мл деионизованной воды и растворить 1,54±0,05 г ацетата аммония (округлять к до 0,01 г). Довести водой до метки и хорошо перемешать.

Хранить при обычной температуре в стеклянной бутылке со шлифом. Срок хранения – 1 неделя после приготовления.

Примечание:

При приготовлении стандартных растворов использовать пипетки только класса А или АS вместо микропипеток. Это повышает точность отбора растворов.

4.6 Внутренние стандартные растворы

4.6.1 Исходные растворы внутренних стандартов нитрозоаминов:

D₄-NNN, D₄-NNK (40 мкл/мл каждый)

В колбе на 100 мл отдельно растворить 4,0±0,1 мг D₄-NNN, D₄-NNK в 50 мл ацетонитрила. Довести ацетонитрилом до метки и хорошо перемешать. Перелить в 100 мл затемненную стеклянную тару с пробкой, покрытой тефлоном.

Хранить в затемненной таре в холодильнике до 3 месяцев.

4.6.2 Промежуточный раствор внутренних стандартов

В колбе на 100 мл в 50 мл ацетонитрила добавить пипеткой класса А 5 мл каждого исходного раствора внутреннего стандарта. Довести до метки ацетонитрилом и хорошо размешать.

Хранить в затемненной стеклянной таре в холодильнике до 3 месяцев.

4.7 Стандартные растворы нитрозоаминов

4.7.1 Исходные стандартные растворы нитрозоаминов NNN, NNK (40 мкл/мл каждый)

В колбе на 250 мл отдельно растворить 10 ± 0.1 мг NNN, NNK в 100 мл ацетонитрила.

Довести каждый раствор до метки ацетонитрилом и хорошо перемешать. Перелить в 100 мл затемненную стеклянную тару с пробкой, покрытой тефлоном.

Хранить в затемненной стеклянной таре в холодильнике до 3 месяцев.

4.7.2 Промежуточные стандартные растворы нитрозоаминов

В колбе на 100 мл, в 50 мл раствора (30% ацетонитрила/70% воды) добавить 1 мл каждого исходного раствора нитрозоаминов пипеткой класса А. Довести до метки раствором (30% ацетонитрила / 70% воды) и хорошо перемешать.

Хранить в затемненной стеклянной таре в холодильнике до 3 месяцев.

4.8 Рабочие стандарты нитрозоаминов

В 10 мл (или 20 мл для std5) 100 мМ раствора ацетата аммония добавить пипеткой класса А 1 мл (или 2 мл для std5) промежуточного раствора внутренних стандартов. Необходимые объемы стандартного раствора нитрозоаминов и ацетонитрила в соответствии с таблицей 6 добавить к полученному раствору. Довести до метки деионизованной водой.

Хранить стандарты в затемненной стеклянной таре в холодильнике до 3 месяцев. NNN, NNK устойчивы в течение 24 часов в автосэплере при комнатной температуре.

Таблица 1 - Приготовление рабочих стандартов

Объем (мл)	std 1	std 2	std 3	std 4	std 5	std 6
100 мМ раствор ацетата аммония	10.0	10.0	10.0	10.0	20.0	10.0
Промежуточный раствор внутренних стандартов	1	1	1	1	2	1
Промежуточный стандартный раствор нитрозоаминов	0.25	1	2	5	20	20
Ацетонитрил	10	10	10	9	14	2.5
Вода	Разбавить до конечного объема					
Конечный объем	100	100	100	200	100	100

Таблица 2 - Концентрации рабочих стандартных растворов (нг/мл)

	std 1	std 2	std 3	std 4	std 5	std 6
NNN	1	4	8	20	40	80
NAT	1	4	8	20	40	80
D ₄ -NNN	20	20	20	20	20	20
D ₄ -NNK	20	20	20	20	20	20

4.9 Раствор для мытья лабораторной посуды

Приготовить 1 л раствора, смешивая 250 мл дихлорметана, этанола, гексана и ацетона.

5 Пробоподготовка

- Каждую серию тестирования образцов 2 чистых кембриджских фильтра прогонять и проверять на отсутствие примесей в ходе процесса сбора аэрозоля.

- Объем экстракционного раствора на 1 матрицу для традиционной сигареты составляет 20 мл, для изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков – 10 мл.

- Перемешивать в течение **60±30** мин. на перемешивающем устройстве при скорости 250 об/мин.

- В затемненную виалу автодозатора отфильтровать приблизительно 5 мл экстрактов аэрозоля через фильтр с диаметром пор 0,45 мкм, используя одноразовый шприц.

NNK, NNN устойчивы в течение 48 часов в аэрозольных матрицах в автодозаторе при комнатной температуре.

Аэрозольная матрица остается устойчивой в течение 28 дней при хранении в холодильнике.

6 Настройки приборов

Настройка приборов производится в соответствии с табл. 3 – 7.

Таблица 3 - Настройка автосэмплера ВЭЖХ

Accella AS (у нас Dionex Ultimate 3000)	
Объем вводимой пробы	10 мкл (с полным заполнением петли)
Объем пробоотборной петли	10 мкл
Скорость впрыска шприца (мкл/с)	8
Объем промывки (мкл)	1000
Источник промывки	Стеклянная бутылка
Содержимое промывочной бутылки	Метанол
Скорость промывки (мкл/с)	100
Время переключения между виалами после инъекции (мин)	0
Контроль температуры колонны	20 °С
Контроль термостата колонны	100 °С

Таблица 4 - Настройки ВЭЖХ

Accella 1250 pump (у нас Dionex Ultimate 3000 pump)	
Колонка	Supelco Discovery HS-C18 колонка, 50 x 2.1 мм ID x 3 мкм
Защитная колонка	Waters Symmetry C-18 колонка, 3.5 мкм WAT106127
Проходной фильтр	Фильтр с концевым соединением 0.5 мкм PEEK Upchurch Scientific
Линейная скорость потока	220 мкл/мин
Режим потока	Градиентный
Подвижная фаза	Подвижная фаза А: MilliQ вода Подвижная фаза В: 0.1 % уксусной кислоты в метаноле (%об./об.)
Начальные настройки	Accella AS injection logic (у нас другие)

Таблица 5 - Настройки масс-спектрометра

TSQ Vantage Thermo Instrument (у нас TSQ Quantiva Thermo Instrument)	
Источник ионизации	Электроспрей
Тип метода	EZ метод
Полярность ионизации	Положительная
Тип сканирования	SRM
Время исследования	10 мин
Название файла метода	TSNA_2016.TSQTune
Давление защитного газа	35 относительных единиц
Давление доп. газа	10 относительных единиц
Капиллярное напряжение	3500 В
Ток разряда	4 В
Температура капилляра	350 °С
Температура испарителя	270 °С
Декластеризационное напряжение	Не используется
Q2 газ для соударений	1.5 мТорр
Давление ионного продувочного газа	0 относительных единиц
Ширина пика хроматографа (сек)	5
Время цикла (сек)	0.300
Ширина пика	Q1 (FWHM): 0.70 Q3 (FWHM): 0.70

Таблица 6 - Настройки градиентного режима ВЭЖХ

Время мин	А %	В %	Линейная скорость потока мкл/мин
0	97	3	220
0.05	97	3	220
3.0	10	90	220
4.0	10	90	220
5.0	1	99	220
6.0	97	3	220
12.0	97	3	220

Таблица 7 - Параметры SRM сканирования масс-спектрометра

Соединение	Родительский ион [m/z]	Дочерний ион [m/z]	Энергия соударений [В]	S-Lens	Кол./кач. ион
D ₄ -NNN	182.12	124.10	19	41	Кач.
D ₄ -NNN		152.12	10	41	Кол.
NNN	178.09	120.10	20	54	Кач.
NNN		148.10	10	54	Кол.
D ₄ -NNK	212.13	83.20	37	57	Кач.
D ₄ -NNK		126.10	15	57	Кол.
NNK	208.10	79.20	35	52	Кач.
NNK		122.00	15	52	Кол.

7 Проведение эксперимента

Затемненные виалы с экстрактом аэрозоля (п.4 «Пробоподготовка») установить в ВЭЖХ-МС в очередности, показанной в табл. 8.

Анализ проводить на приборе по ранее созданному методу с настройками, указанными в п.5 «Настройки прибора».

Таблица 8 - Пример выполнения эксперимента на приборе

Линия	Тип	Название	Номер виалы	Описание
1	Образец	Conditioning	1	Std 1 or std 5
2	Образец	Conditioning	1	Std 1 or std 5
3	Образец	Conditioning	1	Std 1 or std 5
4	Калибровка	Std 1	2	Калибровка
...
9	Калибровка	Std 6	7	Калибровка
10	Blank	Blank 1	8	Blank
11	Blank	Blank 2	9	Blank
12	Образец	Monitor 1	10	Replicate 1
13	Образец	Sample 1	11	Replicate 1
14	Образец	Sample 2	12	Replicate 1
15	Образец	Sample 3	13	Replicate 1
16	Образец	Sample 4	14	Replicate 1
17	Control	Std5 Control	6	Std control
18	Образец	Monitor 2	15	Replicate 2
19	Образец	Sample 1	16	Replicate 2
20	Образец	Sample 2	17	Replicate 2
21	Образец	Sample 3	18	Replicate 2
22	Образец	Sample 4	19	Replicate 2
23	Control	Std5 Control	6	Std control
24	Образец	Monitor 3	20	Replicate 3
...	
...	Control	Std5 Control	6	Std control
Последний	Rinse	rinse	54	Ацетонитрил

Калибровочный стандарт 5 используется в качестве контрольного стандарта и должен прокалываться через каждые 5 образцов (холостые опыты не считаются)

8 Количество измерений

Необходимо провести по данной методике 4 измерения одного образца.

9 Калибровка

Калибровочная кривая строится после каждого полного исследования

10 Расчеты

Регрессия для каждого соединения имеет линейную зависимость, (используя $1/x$):

$$A_{\text{std}}/A_{\text{ISTD}} = b + pC_{\text{std}} ,$$

где A_{std} – площадь пика вещества в рабочем стандартном растворе

A_{ISTD} – площадь пика внутреннего стандарта в рабочем стандартном растворе

C_{std} – концентрация вещества в рабочем стандартном растворе

b – свободный член

p – угловой коэффициент

- Для каждого образца и каждого вещества средняя концентрация холостой пробы вычитается, если она превышает предел количественного определения.

- Концентрация аналита в образце определяется методом внутренних стандартов, используя линейное уравнение регрессии, полученное из калибровочной кривой.

- Результаты предоставляются в нг/шт. вместе со значением стандартного квадратичного отклонения.

Вычисление концентрации определяемого аналита на шт. производят по формуле:

$$C_{\text{Comp}}(\text{нг/шт.}) = (C_{\text{Comp}}(\text{нг/мл}) \times V_{\text{ext}})/n ,$$

Где $C_{\text{Comp}}(\text{нг/шт.})$ – концентрация определяемого аналита в образце

$C_{\text{Comp}}(\text{нг/мл})$ – концентрация определяемого аналита в виале, определяемая по калибровочной кривой

V_{ext} – объем экстрагируемого раствора (мл)

n – количество протестированных образцов

11 Проверка результатов

Процент относительной концентрации остатка (%RCR) вычисляется по формуле:

$$\%RCR = (RC - NC) / NC \times 100,$$

Где RC – концентрация, рассчитанная по результатам измерений (нг/мл)

NC – номинальная концентрация (нг/мл).

- На первом уровне калибровки значение %RCR не должно превышать $\pm 15\%$ номинальной концентрации. Для остальных калибровочных стандартов %RCR не должен превышать $\pm 10\%$.
- Коэффициент корреляции для каждого соединения должен превышать 0.995.
- Корректность калибровки последовательно проверяется в ходе анализа образцов за счет проверки калибровочного контрольного стандарта. Каждый контрольный стандарт должен иметь отклонение не более $\pm 10\%$ от теоретического значения.
- Для каждого образца площадь пика обнаруживаемого соединения должна находиться в диапазоне, покрываемым от Std1 до Std 6, чтобы определить его количественное содержание.
- Концентрация каждого соединения высчитывается по собственному внутреннему стандарту.

12 Обслуживание ВЭЖХ-МС

Таблица 9 - Основные процедуры по обслуживанию ВЭЖХ-МС

Элемент	Процедура	Периодичность повторения
Капилляр МС	Промывка водой, метанолом и ацетонитрилом	Каждые 300 инъекций, замена воды раствором 5% HNO ₃ , если необходимо
Конус МС	Чистка	Каждые 300 инъекций
Фильтр перед колонкой	Замена	Каждые 20 полных исследований или при наличии неправильной формы пика (коэлюция неизвестной примеси с NAB в STD 1)
Защитная колонка	Замена	Если начальное давление превышает 60 бар или при наличии неправильной формы пика после замены фильтра

		перед колонкой
Колонка	Выход на рабочий режим	15 мин при линейной скорости потока 220 мкл/с: фаза А - 97%, фаза В - 3%
Колонка	Замена	Если начальное давление превышает 60 бар или при наличии неправильной формы пика после замены фильтра перед колонкой
Колонка	Чистка	Промывка метанолом и водой после завершения анализов

13 Испытания на соответствие заданным требованиям

Standart 5 используется для проверки качества получаемых анализов.

NAT используется в качестве репрезентативного вещества среди нитрозоаминов.

ОБОЗНАЧЕНИЯ:

NNN – нитрозоникотин

NNK – 4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил)-1-Бутанон

NAT – нитрозоанатабин

NAV – нитрозоанабазин

ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография

МС – масс-спектрометр

ПРИЛОЖЕНИЕ Н

МЕТОДИКА

Определение содержания нитрозаминов в жидкости для систем доставки никотина (СДН) и в аэрозоле никотиносодержащей продукции (НСП).

1 Назначение и область применения

Метод применим для определения нитрозаминов (NNN и NNK) в жидкости для систем доставки никотина (СДН) и аэрозоле никотиносодержащей продукции.

2 Принцип метода

Метод основан на получении аэрозоля НСП с помощью курительной машины с последующим сбором на кембриджский фильтр.

Нитрозамины экстрагируют из кембриджского фильтра раствором ацетата аммония, содержащим внутренние стандарты. Аликвота фильтруется, и экстракт анализируется с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии Thermo Scientific (хроматограф UHPLC Dionex UltiMate 3000 и масс-спектрометр TSQ Quantiva) детектированием на электроспревом источнике в режиме положительной полярности.

Результаты предоставляются в нг/мл и нг/г для каждого вещества.

3 Материалы, оборудование и реактивы

- ВЭЖХ-МС/МС с функцией дегазации растворов
- Luna Omega 1.6 μm C18 100 Å, LC Column 100 x 2.1 mm, Phenomenex Арт. 00D-4742-AN
- Картриджи ВЭЖХ защитной колонки: SecurityGuard ULTRA Cartridges, UHPLC Fully Porous C18 for 2.1mm ID Columns, Phenomenex Арт. AJ0-9502
- Фильтр перед колонкой ВЭЖХ: SecurityGuard ULTRA Holder, for UHPLC Columns 2.1 to 4.6mm ID, Phenomenex Арт. AJ0-9000
- Виалы затемненные с завинчивающейся крышкой на 2 мл, Agilent № 5182-0716
- Крышки Agilent синие № 5182-0723
- Колба мерная класса А: 25, 50 100, 250 и 1000 мл

- Микропипетка Eppendorf на 100 мкл, 1000 мкл, 2500 мкл
- Макропипетка на 5 мл и 10 мл
- Шприцы одноразовые
- Цилиндр: 1л и 2л
- Chromafil Xtra-PVDF 0.45 мкм, Macherey-Nagel: артик. 729 219 400

Таблица 1 - Химические реактивы

Название вещества	CAS #	Поставщик	Номер артикула	Условия хранения
N-Нитрозоникотин (NNN), чистота >96%	53759-22-1	MRI Global	359	Холодильник
4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил)-1-Бутанон (NNK), чистота >98%	64091-91-4	MR Global	366	Холодильник
N-нитрозоникотин-2,4,5,6-D ₄ (D ₄ -NNN), чистота 98%	66148-19-4	Cambridge Isotope Laboratories	DLM-7474-0	Холодильник
4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил-D ₄)-1-Бутанон (D ₄ -NNK), чистота >98%	764661-24-7	Cambridge Isotope Laboratories	DLM-7475-0	Холодильник
Уксусная кислота, ЧДА, 99.8%	64-19-7	Fluka	45731	Комнатная температура
Муравьиная кислота	64-18-6	Merck	5.43804	Комнатная температура
Ацетат аммония BioUltra, ≥99.0%	631-61-8	Sigma	09689	Комнатная температура
Ацетонитрил, LC-MS Chromasolv	75-05-8	Fluka	34967	Эксикатор при комн. температуре
Деионизированная вода	NA	Supergradient	NA	Комнатная температура

4 Аналитический метод

Разработка метода выполнена на ВЭЖХ-МС/МС системе с использованием ионизации нагретым электроспреем (HESI) в положительном режиме.

Система состоит из хроматографа UHPLC Dionex UltiMate 3000 и масс-спектрометра TSQ Quantiva.

5 Инструментальные параметры метода

Параметры метода описаны в табл. 2 - табл. 7.

Таблица 2 - Параметры инжектора (СТС PAL)

Параметры	Значение
Скорость проведения	2 $\mu\text{L/s}$
Распределение скорости	5 $\mu\text{L/s}$
Режим промывки	после
Время промывки	10 s
Скорость промывки	25 $\mu\text{L/s}$
Смещение прокола	0 μm

Таблица 3 - Параметры ВЭЖХ для метода

Параметры	Значение
Eluent A (Port A1)	10 mM ammonium acetate (pH 5) / Acetonitrile 95/5 (v/v)
Eluent B (Port B1)	Ацетонитрил с 0,1% муравьиной кислоты
Промывочный раствор для Авто инжектора	Ацетонитрил / вода – 95 / 5% (v/v)
Температура колонки	70 °C
Температура образца	15 °C \pm 1°C
Время выполнения	12 min
Расход	300 $\mu\text{L/s}$
Объем впрыска	10 μL

Таблица 4 – Настройки градиентного режима

Время, мин	Расход, $\mu\text{L/min}$	Eluent A1 , %	Eluent B1, %
0.00	300	100	0
5.5	300	100	0
8.5	300	80	20
9.0	300	80	20
10.0	300	100	0
12.0	300	100	0

Таблица 5 – Настройки масс-спектрометра

Параметры	Значение
Полярность ионизации	Электроспрей HESI
Полярность	Положительная
Напряжение капиллярное	3100 V
Напряжение	Static
Защитный газ	30 отн.ед
Вспомогательный газ	10 отн.ед
Продувочный газ	0 отн.ед
Температура трубки	220 °C
Температура испарителя	350 °C

Таблица 6 – Направление положения клапана Valve

Время, мин	Позиция
0.00	холостой
7.00	Инъекция
11.50	холостой

Таблица 7 – Параметры сканирования TSNA масс-спектрометра

Соединение	Родительский ион, m/z	Дочерний ион, m/z	Энергия соударений (V)	Кол/кач. ион
NNN	178.0	148.1	10.2	Кол.
D4-NNN	182.1	152.1	10.2	Кол.
NNK	208.0	122.0	12.7	Кол.
D4-NNK	212.1	126.2	12.7	Кол.

6 Способ завершения работы

Рекомендовано использование изократического раствора ACN/вода 5/95% в течение как минимум 5 мин и после этого закончить градиентом ACN/вода 70:30%.

7 Пробоподготовка

7.1. Подготовка растворов

7.1.1 Подвижная фаза A1:

10 мг ацетат аммония / уксусная кислота/ вода / 5% ACN с pH 5

Пример приготовления 1л: В мерную колбу объемом 1 л в 500 мл деионизированной воды добавить 489,3 мг ацетата аммония, 208,9 мкл уксусной кислоты и 50 мл ACN, хорошо перемешать. Окончательно, заполнить деионизированной водой.

7.1.2 Подвижная фаза В1:

0,1% муравьиная кислота в ацетонитриле (ACN)

- Пример приготовления 1л: В мерную колбу объемом 1 л, добавить 500 mL ACN и 1 mL муравьиной кислоты, тщательно смешать. Заполнить до конечного объема ACN.
- Стабильность устанавливается на срок годности, указанный поставщиком на ацетонитрил (ЖХ-МС класс).

7.1.3 Промывочный раствор

Для авто-инжектора: вода/ацетонитрил - 95/5%

Пример приготовления 1 л: готовить во флаконе путем смешивания 950 мл деионизированной воды и 50 мл ACN с помощью соответствующего цилиндра.

7.1.4 Раствор для пробоподготовки при сборе аэрозоля.

Экстракция раствора (раствор 100 мм ацетат аммония с ISTD)

Пример приготовления 1 л: Взвесить 7.70 г \pm 0,1 г ацетата аммония, поместить в мерную колбу емкостью 1 л, содержащую примерно 500 мл деионизированной воды. Затем добавить 10 мл промежуточного раствора ISTD, окончательно заполнить деионизированной водой.

Раствор устойчив до 30 дней в холодильнике.

7.1.5 Раствор для подготовки стандартных препаратов и жидкостей для СДН:

- 100 мм раствор ацетата аммония

Пример приготовления 1 л: взвесить 7,70 г \pm 0,1 г ацетата аммония, добавить в мерную колбу объемом 1 л, содержащую примерно 500 мл деионизированной воды. Окончательно заполнить деионизированной водой.

Раствор стабилизирован до 7 дней на комнатной температуре.

- Ацетонитрил /вода - 30:70 v/v

Пример для приготовления 100 мл: готовить в бутылке, смешивая 70 мл деионизированной воды и 30 мл АСН с помощью соответствующего цилиндра.

7.2 Подготовка стандартов

Исходные растворы каждого аналита и ISTD готовы (рис.1). Эти растворы после разбавления являются промежуточными растворами. Окончательно, стандарты тарировки подготовлены при использовании двух растворов TSNA и исходного раствора ISTD.

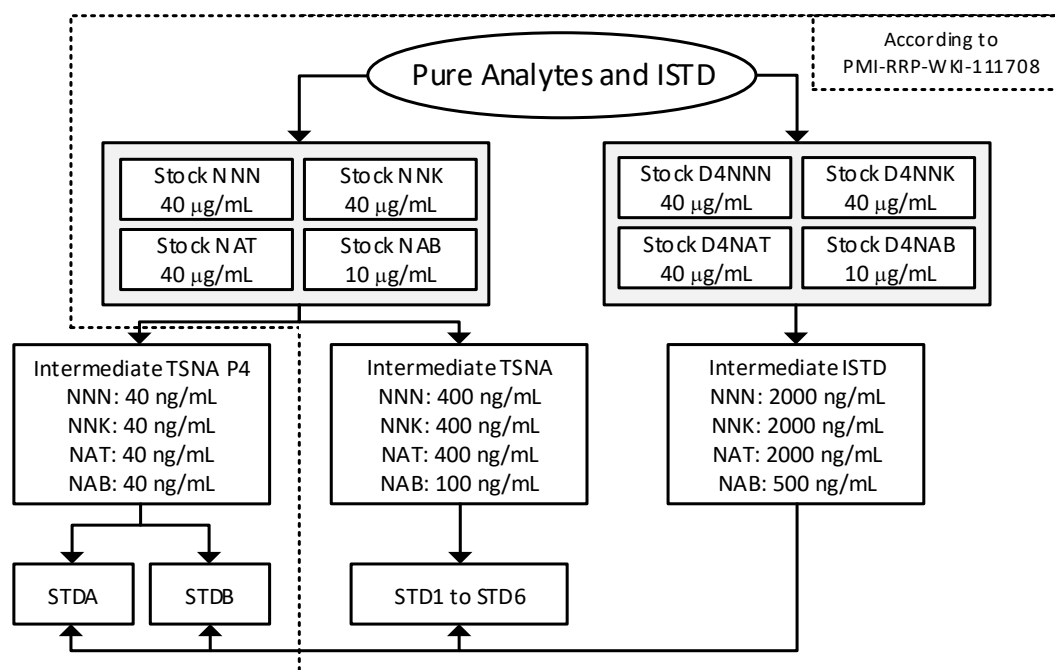


Рисунок 1 – Итоговая калибровочная подготовка стандартов

7.3 Стандартные растворы нитрозоаминов.

7.3.1 Исходные стандартные растворы нитрозоаминов (TSNA)

Пример для приготовления 250 мл раствора NNN и NNK .

Растворить отдельно 10.0 мг ± 0.1 мг NNN и NNK в стеклянной колбе объемом 250 мл, содержащей приблизительно 100 мл ацетонитрила каждая. Затем заполнить каждую до объема ацетонитрилом АСН.

Растворы стабильны до 200 дней в холодильнике.

Теоретическая концентрация: NNN - 40 мкг/мл, NNK - 40 мкг/мл.

7.3.2 Промежуточные стандартные растворы нитрозоаминов TSNA 1

Пример для приготовления 100 мл: В мерную колбу объемом 100 мл, содержащую примерно 50 мл раствора АСN/ вода (30%/70% V:V), добавить 1,0 мл каждого исходного растворов TSNA. Заполнить до объема раствором АСN/ вода (30%: 70%) и перемешать.

Этот раствор устойчив до 200 дней в холодильнике.

Теоретическая концентрация: NNN - 400 нг/мл, NNK - 400 нг/мл.

7.3.3. Промежуточные стандартные растворы нитрозоаминов TSNA 2

Пример для приготовления 100 мл: в мерную колбу объемом 100 мл, содержащую приблизительно 50 мл раствора АСN/ вода / 30%: 70%, добавить 100 мкл NNN и NNK. Заполните до объема раствором АСN: вода / 30%: 70%.

Теоретическая концентрация: NNN - 40 нг/мл, NNK -40 нг/мл.

7.4 Раствор ISTD.

7.4.1 Исходные растворы ISTD

Пример для приготовления 100 мл растворов D₄-NNN, D₄-NNK.

Взвесить отдельно 4,0 мг ± 0,1 мг D₄-NNN и D₄-NNK. Добавить в мерную колбу объемом 100 мл, содержащую примерно 50 мл ацетонитрила каждая. Затем заполните до объема ацетонитрилом.

Эти растворы стабильны до 200 дней в холодильнике.

Теоретическая концентрация: D₄-NNN - 40 мкг/мл, D₄-NNK - 40 мкг/мл

7.4.2 Промежуточный ISTD

Пример для приготовления 100 мл:

В мерную колбу объемом 100 мл, содержащую примерно 50 мл ацетонитрила, добавить 5,0 мл каждого исходного раствора ISTD. Заполните до объема ацетонитрилом.

Этот раствор устойчив до 200 дней в холодильнике.

Теоретическая концентрация: NNN - 2.0 мкг / мл, NNK - 2.0 мкг / мл

7.5 Рабочие стандарты TSNA

Пример для приготовления 100 мл: рабочие стандарты TSNA подготовлены в склянках объемом 100 mL и содержат 10 mL раствора

ацетата аммония 100 mM. Добавить пипеткой 1,0 мл промежуточного раствора ISTD. Добавить необходимые объемы промежуточного раствора TSNA и ацетонитрила, в соответствии с табл.8. Окончательно заполнить до метки деионизованной водой.

Рабочие стандарты STD1 к STD6 стабильны до 169 дней в холодильнике. Для STDA и STDB необходимо готовить свежие рабочие стандарты для каждой последовательности.

Рабочие стандартные растворы индивидуально положить в LC-виалы для анализа. Дополнительная обработка не требуется.

Таблица 8 – Приготовление рабочих стандартов

Volume (mL)	STD A	STD B	STD 1	STD 2	STD 3 (Control)	STD 4	STD 5	STD 6
Промежуточный TSNA 2	0.250	0.625	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
Промежуточный TSNA 1	N/A	N/A	0.250	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0
Ацетат аммония	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
Промежуточный ISTD	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
Ацетонитрил	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	9.00	7.00	2.50
Деионизованная вода	Заполнить до конечного объема							
Конечный объем	100	100	100	100	100	100	100	100

7.5.1 Диапазон концентраций

Для того, чтобы иметь возможность количественно оценить TSNA в очень низкой концентрации для матрицы жидкости ждя СДН, создана новая калибровочная кривая:

- отправной точкой было использование от STD 1 до STD 6 из настоящего метода для TSNA.
- STD A и B были добавлены к исходной кривой, чтобы уменьшить предел количественной оценки (LOQ).

В табл. 9 и табл. 10 описаны уровни концентрации в нг/мл и нг/г согласно подготовки жидкости для СДН (см. п. 11).

Таблица 9 - Концентрации рабочих стандартных растворов TSNA (нг/мл)

№	Standard Name	Теоретическая концентрация, ng/mL	
		NNN	NNK
1	Standard A	0.10	0.10
2	Standard B	0.25	0.25
3	Standard 1	1.00	1.00
4	Standard 2	4.00	4.00
5	Standard 3	8.00	8.00
6	Standard 4	20.00	20.00
7	Standard 5	40.00	40.00
8	Standard 6	80.00	80.00

Таблица 10 - Концентрации рабочих стандартных растворов TSNA, преобразованные в нг/г (жидкость)

Level	Standard Name	Теоретическая концентрация, ng/g	
		NNN	NNK
1	Standard A	3.0	3.0
2	Standard B	7.5	7.5
3	Standard 1	30.0	30.0
4	Standard 2	120.0	120.0
5	Standard 3	240.0	240.0
6	Standard 4	600.0	600.0
7	Standard 5	1200.0	1200.0
8	Standard 6	2400.0	2400.0

8 Пробоподготовка

8.1 Подготовка аэрозоля НСП

Аэрозоль генерируются на линейной курительной машине по методу CORESTA 81 и собирается по актуальному для TSNA методу. Настройки курительной машины для генерации аэрозоля:

- Основной аэрозоль из тестовых заданий, улавливается на один кембриджский фильтр CFP 44 мм диаметра,
- Используется режим (50 затяжек – 1 накопление, объем затяжки - 55мл, продолжительность - 3 сек, частота - 30 сек, профиль затяжки - прямоугольный).

CFP с дисперсной фазой аэрозоля из каждой генерации реплицируют, вводят в 20 мл янтарные виалы, снабженные перегородкой.

Целевые аналиты извлечь из CFP, погруженного в 5 мл экстракционного раствора, при перемешивании в течение 60 ± 30 мин при скорости 250 об/мин.

После экстракции в янтарную колбу объемом 10 мл фильтровать образец через фильтр 0,45 мкм, с помощью одноразового шприца.

Оценить раствор, полученный путем помещения выделенного аэрозоля накануне в LC-пробирку.

NNK, NNN устойчивы в течение 48 часов в аэрозольных матрицах в автодозаторе при комнатной температуре.

Аэрозольная матрица остается устойчивой в течение 28 дней при хранении в холодильнике.

8.2 Подготовка жидкости для СДН

Пробоподготовка для жидкости с использованием мерной колбы производится в соответствии с табл. 11.

Таблица 11 - Рекомендуемая пробоподготовка для жидкости

Ожидаемое количество никотина в образце max,	Количество, (мг)	Промежуточный объем ISTD (мл)	Объем ацетата аммония	Конечный объем, (мл)	Ожидаемый предел количественного определения (нг/г)
2 %	2500	0.100	Заполнить до объема	10	0.4
5 %	1000	0.100	Заполнить до объема	10	1
10 %	500	0.100	Заполнить до объема	10	2

9 Проведение эксперимента

Затеменные виалы с экстрактом аэрозоля или жидкости для СДН (п.8 «Пробоподготовка») устанавливаются в ВЭЖХ-МС в очередности, показанной в табл. 12.

Анализ проводится на приборе с настройками, указанными в п.6 «Настройки прибора».

Таблица 12 - Пример выполнения эксперимента на приборе

Линия	Тип	Название	Номер виалы	Описание
1	Образец	Conditioning	1	Std 1 or std 5
2	Образец	Conditioning	1	Std 1 or std 5
3	Образец	Conditioning	1	Std 1 or std 5
4	Калибровка	Std 1	2	Калибровка
...
9	Калибровка	Std 6	7	Калибровка
10	Blank	Blank 1	8	Blank
11	Blank	Blank 2	9	Blank
12	Образец	Monitor 1	10	Replicate 1
13	Образец	Sample 1	11	Replicate 1
14	Образец	Sample 2	12	Replicate 1
15	Образец	Sample 3	13	Replicate 1
16	Образец	Sample 4	14	Replicate 1
17	Control	Std5 Control	6	Std control
18	Образец	Monitor 2	15	Replicate 2
19	Образец	Sample 1	16	Replicate 2
20	Образец	Sample 2	17	Replicate 2
21	Образец	Sample 3	18	Replicate 2
22	Образец	Sample 4	19	Replicate 2
23	Control	Std5 Control	6	Std control
24	Образец	Monitor 3	20	Replicate 3
...	
...	Control	Std5 Control	6	Std control
Последний	Rinse	rinse	54	Ацетонитрил

Калибровочный стандарт 5 используется в качестве контрольного стандарта и должен прокалываться через каждые 5 образцов (холостые опыты не считаются)

10 Количество измерений

Необходимо провести по 4 измерения одного образца.

11 Калибровка

Калибровочная кривая строится после каждого полного исследования

12 Расчеты

Регрессия для каждого соединения имеет линейную зависимость:

$$A_{\text{std}}/A_{\text{ISTD}} = b + rC_{\text{std}},$$

где A_{std} – площадь пика вещества в рабочем стандартном растворе

A_{ISTD} – площадь пика внутреннего стандарта в рабочем стандартном растворе

C_{std} – концентрация вещества в рабочем стандартном растворе

b – свободный член

r – угловой коэффициент

- Для каждого образца и каждого вещества средняя концентрация холостой пробы вычитается, если она превышает предел количественного определения.

- Концентрация аналита в образце определяется методом внутренних стандартов, используя линейное уравнение регрессии, полученное из калибровочной кривой.

- Результаты предоставляются в нг/сиг вместе со значением стандартного квадратичного отклонения.

Вычисление концентрации определяемого аналита производят по формуле:

$$C_{\text{Comp}}(\text{нг/сиг}) = (C_{\text{Comp}}(\text{нг/мл}) \times V_{\text{ext}}),$$

Где $C_{\text{Comp}}(\text{нг/сиг})$ – концентрация определяемого аналита в образце

$C_{\text{Comp}}(\text{нг/мл})$ – концентрация определяемого аналита в виале, определяемая по калибровочной кривой

V_{ext} – объем экстрагируемого раствора (мл)

13 Проверка результатов

Процент относительной концентрации остатка (%RCR) вычисляется по формуле:

$$\%RCR = (RC - NC) / NC \times 100,$$

Где RC – концентрация, рассчитанная по результатам измерений (нг/мл)

NC – номинальная концентрация (нг/мл).

- На первом уровне калибровки значение %RCR не должно превышать $\pm 15\%$ номинальной концентрации. Для остальных калибровочных стандартов %RCR не должен превышать $\pm 10\%$.
- Коэффициент корреляции для каждого соединения должен превышать 0.995.
- Корректность калибровки последовательно проверяется в ходе анализа образцов за счет проверки калибровочного контрольного стандарта. Каждый контрольный стандарт должен иметь отклонение не более $\pm 10\%$ от теоретического значения.
- Для каждого образца площадь пика обнаруживаемого соединения должна находиться в диапазоне, покрываемым от Std1 до Std 6, чтобы определить его количественное содержание.
- Концентрация каждого соединения высчитывается по собственному внутреннему стандарту.

14 Обслуживание ВЭЖХ-МС

Таблица 13 - Основные процедуры по обслуживанию ВЭЖХ-МС

Элемент	Процедура	Периодичность повторения
Капилляр МС	Промывка водой, метанолом и ацетонитрилом	Каждые 300 инъекций, замена воды раствором 5% HNO ₃ , если необходимо
Конус МС	Чистка	Каждые 300 инъекций
Фильтр перед колонкой	Замена	Каждые 20 полных исследований или при наличии неправильной формы пика (коэлюция неизвестной примеси с NAB в STD 1)
Защитная колонка	Замена	Если начальное давление превышает 60 бар или при наличии неправильной формы пика после замены фильтра перед колонкой
Колонка	Выход на рабочий режим	15 мин при линейной скорости потока 220 мкл/с: фаза А - 97%, фаза В - 3%
Колонка	Замена	Если начальное давление превышает 60 бар или при наличии неправильной формы пика после замены фильтра перед колонкой
Колонка	Чистка	Промывка метанолом и водой после завершения анализов

15 Испытания на соответствие заданным требованиям

Standart 5 используется для проверки качества получаемых анализов.

ОБОЗНАЧЕНИЯ:

NNN – нитрозоникотин

NNK – 4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил)-1-Бутанон

ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография

МС – масс-спектрометр

ПРИЛОЖЕНИЕ П

МЕТОДИКА

Сбор твердожидкой фазы главной струи аэрозоля никотиносодержащей продукции (НСП) для определения содержания нитрозаминов

1 Назначение и область применения

Метод применим для процедуры сбора твердожидкой фазы главной струи аэрозоля на фильтр из стекловолокна (Cambridge фильтр) для всех видов никотиносодержащей продукции (НСП) вне зависимости от конструкции системы доставки никотина для определения содержания нитрозоаминов TSNA (NNN – нитрозоникотин, NNK–4-(N-метил-N-нитрозамино-)-1-(3-Пиридил-)-1-Бутанон), содержащихся в аэрозоле.

2 Принцип метода

Определение твердо-жидкой фазы главной струи аэрозоля проводится гравиметрическим методом по разнице между массой фильтра из стекловолокна до тестирования на курительной машине и после тестирования. Полученная разница массы соответствует общему содержанию частиц твердо-жидкой фазы главной струи аэрозоля (TPM), выраженной в мг/шт. Время тестирования образца зависит от количества затяжек, режима тестирования и специфических ограничений налагаемых на НСП.

Затем производится анализ содержания нитрозоаминов (NNN, NNK) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии детектированием на электроспреевом источнике в режиме положительной полярности.

Результаты предоставляются в нг/затяжку и нг/г для каждого вещества.

3 Материалы и оборудование

Исследования необходимо проводить в лаборатории с системой отопления, вентиляции и кондиционирования воздуха, для поддержания температуры $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ при относительной влажности ($60\% \pm 5\%$) вокруг курительной машины, в соответствии с ISO 3402.

- Линейная курительная машина Cerulean 405 - 5 портов

- Эксикатор для выдерживания изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков ЭСНТ перед тестированием.
- Сертифицированный барометр точностью 0,1 кПа.
- Аналитические весы с точностью $\pm 0,0002$ г.
- Фильтрующие диски из стекловолокна диаметром 44 мм в соответствии со спецификациями ISO 3308
- Пластиковые держатели фильтров (негигроскопичные) для фильтров из стекловолокна (ISO 4387 и ISO 3308) или аналог
- Пластиковые держатели для Cerulean 405 (арт. 33571) или аналог с 4 лабиринтными уплотнениями
- Пинцет
- Одноразовые перчатки из нитрила для выемки фильтрующих дисков из уловителя
- Перчатки хлопчатобумажные антистатические для взвешивания уловителей
- Емкости типа SCHOTT из темного стекла или прозрачные, или аналоги, с нарезными пробками и мембраной, или тубы Filtrona из темного стекла или прозрачные, или аналоги, на 20 мл, а также соответствующие мембраны.
- Мембрана из бутылкаучука диаметром 42 мм и максимальной толщиной 2 мм
- Хлопчатобумажная нить черного цвета, 100% хлопка (Артикул: Gutermann № 5201 или аналог)

Примечание:

Необходимо использовать нитриловые перчатки во время выполнения всех операций для защиты рук от воздействия химических веществ.

Ношение халата и защитных очков является обязательным во время всех операций с использованием растворителей.

4 Подготовка к проведению анализа.

4.1 Подготовка колб типа SCHOTT

Перед началом анализа тубы и емкости Schott из темного стекла высушить в сушильном шкафу в течение часа при 100°C, затем выдерживать в течение ночи перед использованием при 60°C. При выемке из сушильного шкафа необходимо сразу закрыть емкости соответствующей мембраной/пробкой и выждать не менее 30 минут до вставки фильтрующих дисков, чтобы они остыли до температуры окружающей среды.

4.2 Подготовка держателей фильтров и фильтрующих дисков

Необходимо выдержать фильтрующие диски (Cambridge фильтр) в кондиционированном помещении при влажности $60\% \pm 3\%$ и температуре $22^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ в течение минимум 12 часов. Используемые держатели оставлять в атмосфере испытательной лаборатории.

Вставить фильтрующий диск в держатель так, чтобы шершавая сторона была повернута в сторону подачи аэрозоля.

Очищать используемые пластиковые держатели фильтров спиртом в течение дня между операциями тестирования.

Перед тем как вставить новый фильтрующий диск, необходимо просушить пластиковые держатели фильтров в течение минимум 15 минут при комнатной температуре.

Примечание: Взвешивание проводится в течение не более 30 минут перед соответствующей операцией тестирования.

5 Количество определений

Если особые положения по плану проведения исследований отсутствуют, определяется НД

6 Ежедневная проверка

6.1 Лабораторные условия машинного тестирования.

Контроль температуры, влажности окружающей среды и атмосферного давления в лаборатории проводить с помощью системы мониторинга. Регистрация результатов мониторинга заносится в журнал контроля лабораторных условий тестирования.

6.2 Процедура тестирования

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине»

6.3 Контроль утечки

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине»

6.4 Контроль объема затяжки

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

Допуск для затяжки: $\pm 0,2$ мл для объема до 60 мл.

Если отклонение объема не соответствует норме, отрегулировать машину: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации курительной машины».

6.5 Взвешивание уловителей

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

6.6 Контрольное тестирование и образцы

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

6.7 Подготовка пластиковых уловителей:

- Извлечь по очереди фильтрующие диски из ловушки, не касаясь конденсата.
- Сложить фильтр, очистить внутренние поверхности ловушки.

7 Порядок тестирования

- Вставить фильтрующий диск в держатель так, чтобы шершавая сторона была повернута в сторону подачи аэрозоля.
- После взвешивания уловителя и контроля утечек и объемов, произвести тестирование согласно методу эксплуатации курительной машины.
- По окончании тестирования осуществить промывочные затяжки.

- Извлечь уловитель из машины, закрыть пробкой с герметичным колпачком, и взвесить.
- Извлечь фильтрующий диск, не касаясь конденсата.
- Сложить и поместить фильтр в емкость типа SCHOTT, закрыть емкость.
- Идентифицировать порт-образец, наклеив этикетку со следующими обозначениями: «№ исследования» и «Дата».

Примечание: Конденсат на оборотной стороне фильтрующего диска свидетельствует о перегрузке фильтра или недостаточной герметичности уловителя.

8 Подготовка бланков

Каждый бланк включает чистый фильтрующий диск, который вставляется во флакон. Флакон необходимо сразу закрыть. Диски берут из одного контейнера в течение всего дня исследования.

9 Расчеты и регистрация результатов

$$TPM = (m_1 - m_0)/N,$$

где m_0 - масса в мг уловителя до тестирования;

m_1 - масса в мг уловителя после тестирования;

N - количество протестируемых шт./затяжек на уловитель.

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ И ОБОЗНАЧЕНИЯ

ГОСТ ISO 3308 «Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет. Определения и стандартные условия»

ГОСТ ISO 3402 «Табак и табачные изделия. Атмосферные условия для кондиционирования и испытаний»

ГОСТ ISO 4387-2000 «Сигареты. Определение содержания общего и не содержащего никотина сухого вещества с применением обычного аналитического устройства для раскуривания сигарет»

°C - градус Цельсия

P - Атмосферное давление

Уловитель аэрозоля - Состоит из негигроскопичного держателя фильтра, фильтрующего диска диаметром 44 мм

SC - Компонент аэрозоля

T - Температура

TPM - Общее содержание частиц или необработанного конденсата

TSNA - Специфичные для табака нитрозамины

NNN – нитрозоникотин

NNK – 4-(N-метил-N-нитроамино)-1-(3-Пиридил)-1-Бутанон.

ПРИЛОЖЕНИЕ Р

МЕТОДИКА

Сбор газовой фазы аэрозоля никотиносодержащей продукции (НСП) для определения содержания карбонильных соединений

1 Назначение и область применения

Метод применим для процедуры сбора аэрозоля всех видов никотиносодержащей продукции вне зависимости от конструкции системы доставки никотина в промывочные флаконы, для определения содержания карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин).

2 Принцип метода

Аэрозоль улавливается в промывочные флаконы (барботеры). Полученный экстракт используется для анализа содержания карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин) на ВЭЖХ с МС-МС детектированием на электроспревом источнике в режиме отрицательной полярности.

3 Материалы и оборудование

Исследования необходимо проводить в лаборатории с системой отопления, вентиляции и кондиционирования воздуха, для поддержания температуры $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ при относительной влажности ($60\% \pm 5\%$) вокруг курительной машины, в соответствии с ISO 3402.

3.1 Оборудование и приборы

- Линейная курительная машина Cerulean 405 - 5 портов
- Эксикатор для выдерживания изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков ЭСНТ перед тестированием.
- Сертифицированный барометр точностью 0,1 кПа.
- Сертифицированный диспенсер
- Мерные колбы для контроля объема
- Стеклянные промывочные флаконы объемом 20 мл
- Пластиковые зажимы или аналоги для закрывания флаконов

- Стеклянные тубы для подсоединения промывочных флаконов к задней панели машины

- Стеклянные рукава U образной формы
- Микропипетки 1000 мкл
- Макропипетки 1 - 10 мл
- Насадка для микропипетки и макропипетки
- Резьбовой флакон из янтарного стекла 20 мл
- Нарезные пробки
- Одноразовые перчатки из нитрила

3.2 Подготовка курительной машины и оборудования

Аэрозоль генерируется на линейной курительной машине в режиме Coresta: объем - 55мл, продолжительность затяжки - 3 сек, частота - 30 сек, профиль затяжки - квадрат.

Таблица 1 – Время для подготовки курительной машины

Измерение воздушного потока	30 мин
Подготовка диспенсера промывочных флаконов, подключение к машине, контроль утечек и объемов	30 мин

Время тестирования образца зависит от количества затяжек и режима сбора аэрозоля на курительной машине . Cerulean 405.

Примечание:

Необходимо использовать нитриловые перчатки во время выполнения всех операций для защиты рук от воздействия химических веществ.

Ношение халата и защитных очков является обязательным во время всех операций с использованием растворителей.

4 Подготовка инструмента к проведению анализа.

4.1 Подготовка курительной машины

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

4.2 Подготовка колпака

- максимально освободить пространство под колпаком для обеспечения оптимальной вентиляции

- установить оборудование под колпаком

4.3 Подготовка диспенсера

- перелить раствор для улавливания в бутылку для диспенсера
- отрегулировать объем диспенсера
- проверить объем в трех мерных колбах
- повторить операцию перед заполнением бланка 2 и в течение дня
- срок стабильности раствора для улавливания 24 час.

4.4 Подготовка флаконов и промывочных флаконов

- подготовить промывочные флаконы по 20 мл
- подготовить флаконы из янтарного стекла и пробки.

5 Количество определений

Если особые положения по плану проведения исследований отсутствуют, определяется НД

6 Ежедневная проверка

6.1 Лабораторные условия машинного тестирования

Контроль температуры, влажности окружающей среды и атмосферного давления в лаборатории проводится с помощью системы мониторинга. Регистрация результатов мониторинга заносится в журнал контроля лабораторных условий тестирования.

6.2 Процедура тестирования

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

7 Подготовка бланков

Подготовка бланков осуществляется следующим образом: бланк 1 – до начала тестирования, бланк 2 в конце дня тестирования

- подготовить 2 промывочных флакона по 20 мл;

- в каждый флакон налить до 10 мл раствора для улавливания с помощью диспенсера;
- закрыть промывочные флаконы, закрепить зажимом, подключить к курительной машине;
- осуществить визуальную проверку;
- идентифицировать флаконы из янтарного стекла на 20 мл.

7.1 Контроль утечки

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине»

7.2 Контроль объема затяжки

См. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации к курительной машине».

Допуск для затяжки: $\pm 0,2$ мл для объема до 60 мл.

Если отклонение объема не соответствует норме, отрегулировать машину: см. соответствующую главу Рабочей инструкции «Руководство по эксплуатации курительной машины».

7.3 Бланк 1

- использовать 2 первых промывочных флакона на 20 мл в качестве первой серии;
- провести контроль утечки и контроль объема (мин 6 затяжек);
- снять стеклянную трубу и отсоединить промывочные флаконы;
- пройти под вентиляционный шкаф, провести экстракцию;
- снять головку промывочного флакона. Открыть промывочные флаконы по очереди;
- добавить 500 мкл пиридина в каждый флакон;
- заменить насадку пипеток между промывочными флаконами;
- смешать содержимое двух (для изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков) или трех промывочных флаконов в колбе типа SCHOTT;

- перелить 20мл раствора во флакон из янтарного стекла с наклеенной идентификационной этикеткой;

Примечание: пиридин добавлять не более чем через 15 мин после последней промывочной затяжки.

- закрыть флаконы нарезными пробками;
- отсоединить шланги промывочных флаконов.

7.4 Бланк 2

- переделать бланк (бланк 2) в конце процедуры тестирования;
- установить промывочные флаконы на 20 мл;
- провести контроль утечки и совершить 6 промывочных затяжек;
- далее согласно **Бланк 1**;
- идентифицировать бланк.

Передать для анализа содержания карбонильных соединений (формальдегид, ацетальдегид, акролеин) на ВЭЖХ с МС-МС детектированием на электроспревом источнике в режиме отрицательной полярности.

8 Контрольное тестирование и образцы

См. соответствующие этапы (гл. 7)

- подготовить необходимое количество промывочных флакона по 20 мл и готовки флакона;
- в каждый флакон налить 10 мл раствора для улавливания с помощью диспенсера;
- закрыть промывочные флаконы, закрепить зажимом, подключить к курительной машине;
- осуществить визуальную проверку;
- идентифицировать промывочные флаконы, указав номер порта;
- после установки промывочных флакона и провешения контроля утечки и контроля объемов, перейти к машинному тестированию;
- после окончания тестирования, осуществить пять промывочных затяжек;

- отсоединить стеклянную трубу, отсоединить промывочные флаконы;
- поместить промывочные флаконы на штатив, соблюдая порядок расположения;
- пройти под вентиляционный шкаф, провести экстракцию;
- снять головки первых промывочных флаконов;
- добавить 500 мкл пиридина в каждый флакон;
- заменить насадки пипеток между промывочными флаконами;
- повторить операцию для каждой серии флаконов;
- смешать содержимое двух (для изделий с нагреваемым табаком (табака нагреваемого) – стиков) или трех промывочных флаконов в колбе типа SCHOTT;
- перелить 20мл раствора во флакон из янтарного стекла с наклеенной идентификационной этикеткой;
- закрыть флаконы нарезными пробками;
- отсоединить шланги промывочных флаконов;
- вылить остатки экстракта из промывочных флаконов;
- замочить головки и корпуса промывочных флаконов в пластиковом баке со спиртом, промыть;
- идентифицировать порт образец.

Передать для анализа на ВЭЖХ с МС-МС.

9 Безопасность

Предупреждение: данный метод может включать использование опасных веществ.

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ И ОБОЗНАЧЕНИЯ

ГОСТ ISO 3308 «Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет. Определения и стандартные условия»

ГОСТ ISO 3402 «Табак и табачные изделия. Атмосферные условия для кондиционирования и испытаний»

Промывочная затяжка – затяжка в конце тестирования после окончания улавливания аэрозоля

°С - градус Цельсия

DNPH - 2,4-Динитрофенилгидразин

Мл – миллилитр

газовая фаза – часть аэрозоля, попавшая в уловитель, и поступающая в промывочные флаконы

T - Температура

ПРИЛОЖЕНИЕ С

Анализ международного опыта и практики регулирования никотиносодержащей продукции (НСП) в Китае

В рамках отчета о первом этапе научно-исследовательской работы ФГБНУ ВНИИТТИ проанализировал международный подход к регулированию никотиносодержащей продукции, а именно подход к регулированию никотиносодержащей продукции, который принят в некоторых странах Европейского союза, Великобритании, США и Новой Зеландии. Учитывая тот факт, что Китайская Народная Республика является одним из крупнейших производителей и импортеров жидкостей для систем доставки никотина и одноразовых СДН, ФГБНУ ВНИИТТИ приводит краткий анализ регулирования НСП в этой стране.

В Китае в настоящее время законодательно такая продукция не регулируется, стандарты на нее отсутствуют. Более того, эти изделия не подпадают под определение табачных, лекарственных или медицинских. Некоторые изготовители никотиносодержащей продукции проводят добровольную сертификацию, предоставляя продавцам документы, подтверждающие, что продукция прошла тестирование или одобрена китайскими или международными организациями [18].

Однако в 2018 году стало известно [19], что правительственные структуры Китая начали разработку национальных стандартов на электронные сигареты и жидкости для них, которые, как ожидается, должны вступить в силу в течение двух лет. Соответствующее официальное заявление появилось на веб-сайте Национальной платформы государственных услуг по разработке стандартов. Разработчиком национального стандарта выступит национальный технический комитет по табаку в партнерстве с различными исследовательскими институтами. Известно, что проекты стандартов установят требования к максимальной концентрации никотина в жидкости для СДН, к ее ингредиентам, к упаковке и маркировке, а также к условиям хранения и транспортировки.

ПРИЛОЖЕНИЕ Т

Анализ возможности регулирования жидкостей для СДН техническим регламентом Евразийского экономического союза «О безопасности химической продукции» (ТР ЕАЭС 041/2017)

В рамках отчета по первому этапу научно-исследовательской работы «Анализ основных видов никотиносодержащей продукции, международного опыта и практики ее регулирования»¹ ФГБНУ ВНИИТТИ провел анализ положений законодательства ЕАЭС, а именно технического регламента Таможенного союза «Технический регламент на табачную продукцию» (ТР ТС 035/2014) на предмет возможного соответствия и возможности регулирования никотиносодержащей продукции данным актом Евразийского экономического союза, и пришел к выводу, что никотиносодержащая продукция не относится и не может быть отнесена к области применения «Технического регламента на табачную продукцию» (ТР ТС 035/2014).

Аналогичного анализа требует вопрос о применимости положений технического регламента Евразийского экономического союза «О безопасности химической продукции» (ТР ЕАЭС 041/2017) к никотиносодержащей продукции.

Согласно ТР ЕАЭС 041/2017, химическая продукция – это химическое вещество или смесь, в свою очередь «химическое вещество – химические элементы и (или) их соединения, находящиеся в естественном состоянии или полученные в результате любого производственного процесса, включая любые добавки, необходимые для обеспечения стабильности, и любые примеси, обусловленные процессом получения химической продукции, исключая любой растворитель, который можно отделить без нарушения стабильности химического вещества или изменения его состава (к химическим веществам относится химическая продукция, в которой химическое вещество присутствует в концентрации 80 процентов (по массе)

¹ Глава 2, часть 2.2 Сравнение видов никотиносодержащей продукции с традиционными табачными изделиями

и более, при этом оставшиеся 20 процентов (по массе) и менее считаются примесями и (или) добавками)». На основании анализа различных видов никотиносодержащей продукции, проведенном ФГБНУ ВНИИТТИ, можно утверждать, что изделия с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) и комбинированные изделия содержат табак. Табак – растительный материал, который добавляется в процессе производства соответствующих видов никотиносодержащей продукции намеренно, не является ни химическим веществом (элементом), ни добавкой, необходимой для обеспечения стабильности, ни примесью, обусловленной процессом получения химической продукции. Таким образом, изделия с нагреваемым табаком (табак нагреваемый) и комбинированные изделия не являются химической продукцией в значении ТР ЕАЭС 041/2017.

Как отмечалось ранее, жидкость для системы доставки никотина (жидкость для СДН) представляет собой вид никотиносодержащей продукции, а именно раствор (жидкость или гель), предназначенный для эксплуатации путем вдыхания потребителем аэрозоля, содержащего никотин. На основании анализа рынка никотиносодержащей продукции, результаты которого зафиксированы в отчете по первому этапу научно-исследовательской работы², можно сделать вывод о существовании систем доставки никотина двух типов – открытого или закрытого. Закрытый тип СДН представляет собой такой тип системы, для которой действия потребителя либо не предусмотрены, либо ограничены только сменой картриджа (примерами таких систем являются одноразовые СДН – электронные сигареты и СДН со сменными картриджами). Открытый тип СДН представляет собой тип системы, в которой потребитель может самостоятельно перезарядить жидкостью емкость для жидкости (бак) и настраивать режимы работы СДН.

² Глава 2, часть 2.1.1 Никотиносодержащие жидкости и системы доставки никотина

Согласно пункту 7 Приложения 1 к ТР ЕАЭС 041/2017³, действие ТР ЕАЭС 041/2017 не распространяется на продукцию в составе изделий, которая в процессе обращения на таможенной территории Союза не изменяет свой химический состав и агрегатное состояние, не подвержена процессам деструкции и окисления, не образует пыли, паров и аэрозолей, содержащих химические вещества, представляющие опасность в отношении жизни и здоровья человека, жизни и здоровья животных и растений, окружающей среды, имущества.

Жидкость для СДН закрытого типа герметично упакована в картриджи, не изменяет свой химический состав и агрегатное состояние произвольно (без воздействия СДН при эксплуатации потребителем). Потребитель или продавец не имеют непосредственного доступа к жидкости для СДН в картриджах. Таким образом, жидкость для СДН закрытого типа исключена из сферы действия ТР ЕАЭС 041/2017.

Жидкость для СДН открытого типа, как правило, расфасована в контейнеры. Такая жидкость используется для самостоятельной заправки СДН потребителем и теоретически может быть модифицирована потребителем по своему усмотрению, то есть ее химический состав может быть изменен.

Таким образом, на основании анализа понятийного аппарата ТР ЕАЭС 041/2017 можно сделать вывод, что жидкости для СДН открытого типа могут быть предметом регулирования ТР ЕАЭС 041/2017. При этом никотиносодержащая продукция иных видов (в частности, изделия из нагреваемого табака (табак нагреваемый), комбинированные изделия, жидкости для СДН закрытого типа) находятся за пределами сферы действия ТР ЕАЭС 041/2017 и остаются не урегулированными.

³ Перечень химической продукции, на которую действие технического регламента Евразийского экономического союза «О безопасности химической продукции» (ТР ЕАЭС 041/2017) не распространяется

Представляется, что никотиносодержащая продукция должна регулироваться как единая категория товаров в рамках отдельного технического регламента.

Представляется, что регулирование НСП в рамках ТР ЕАЭС 041/2017 недостаточно для обеспечения безопасности продукции для населения.

Как было определено ФГБНУ ВНИИТТИ в рамках проведенного исследования, одним из характеризующих признаков никотиносодержащей продукции является образование аэрозоля, вдыхаемого потребителем. Конечным продуктом потребления никотиносодержащей продукции является не никотиносодержащая продукция, а аэрозоль, полученный в результате нагревания или иного воздействия СДН на наполнитель. По мнению ФГБНУ ВНИИТТИ, изучения и регулирования требует именно состав аэрозоля, т.е. конечного продукта, вдыхаемого потребителем. Требования безопасности должны быть установлены, в первую очередь, в отношении веществ, входящих в состав аэрозоля.

ТР ЕАЭС 041/2017 устанавливает требования в отношении химической продукции, но не в отношении химических веществ или смесей, образующихся в процессе ее использования. Таким образом, аэрозоль НСП, который вдыхает потребитель, оказывается за пределами требований ТР ЕАЭС 041/2017.

ТР ЕАЭС 041/2017 устанавливает требования к химической продукции и направлен как на регулирование применения химической продукции в процессе промышленного производства, так и на регулирование продукции для потребителей.

Предполагаемое регулирование никотиносодержащей продукции должно быть нацелено главным образом на защиту потребителя – физического лица: в частности, требования по безопасности должны включать в себя требования по безопасности аэрозоля никотиносодержащей продукции, вдыхаемого потребителем; маркировка продукции должна быть

направлена на информирование потребителя о характеристиках продукции и т.д.

Представляется, что в этой части требования ТР ЕАЭС 041/2017 хотя и могут формально быть применены к отдельным видам никотиносодержащей продукции, в целом не направлены на регулирование потребительских товаров. Представляется, что регулирование НСП должно осуществляться в отдельном техническом регламенте, который корректно отражал бы особенности регулирования товаров подобного свойства, обусловленные их эксплуатацией потребителями – физическими лицами.

Как указано в Решении Совета ЕЭК от 3 марта 2017 года №19, ТР ЕАЭС 041/2017 вступает в силу со 2 июня 2021 года при условии, что ЕЭК совместно с правительствами государств-членов Союза разработает и утвердит порядок формирования и ведения реестра химических веществ и смесей Союза и порядок нотификации новых химических веществ, обеспечив их вступление в силу до 1 декабря 2018 года. На данный момент указанные документы находятся на этапе обсуждения правительствами государств – членов ЕАЭС, и вступление их в силу до 1 декабря 2018 года представляется нереализуемым. Учитывая, что Решением Совета ЕЭК от 18 апреля 2018 г. №44 были одобрены новые типовые схемы оценки соответствия, в соответствие с которыми должны быть приведены все технические регламенты ЕАЭС, представляется, что вступление в силу ТР ЕАЭС 041/2017 может быть отложено на неопределенный срок.

При этом, как было установлено ФГБНУ ВНИИТТИ в ходе анализа, рынок никотиносодержащей продукции развивается в государствах-членах Союза достаточно быстро. Представляется, что никотиносодержащая продукция как категория потребительских товаров, которые не являются безвредными для человека, нуждается в техническом регулировании. С учетом неопределенности срока вступления в силу ТР ЕАЭС 041/2017 целесообразным представляется рассмотреть возможность подготовки отдельного технического регламента на никотиносодержащую продукцию.

После вступления в силу специального технического регламента никотиносодержащая продукция должна быть прямо исключена из сферы действия ТР ЕАЭС 041/2017.

В соответствии с разделом I ТР ЕАЭС 041/2017 в отношении отдельных видов химической продукции, являющейся объектом регулирования иных технических регламентов Союза, устанавливающих конкретные требования к этим видам химической продукции, действие ТР ЕАЭС 041/2017 распространяется в части, касающейся требований к классификации, предупредительной маркировке и паспорту безопасности химической продукции, в случае, если указанные требования не установлены иными техническими регламентами Союза.

Представляется целесообразным установить в техническом регламенте на никотиносодержащую продукцию единые правила классификации и маркировки, которые применялись бы единообразно ко всем видам такой продукции. При разработке таких правил могут быть учтены, в частности, и некоторые положения ТР ЕАЭС 041/2017. Это позволило бы обеспечить равные условия для конкурирующих продуктов разного вида на рынке, а также предоставление полной информации о продукции потребителям по единому формату, что помогло бы предупредить возможное введение потребителей в заблуждение относительно свойств отдельных видов никотиносодержащей продукции.

При этом применение к некоторым видам никотиносодержащей продукции требований по классификации и маркировке, установленных ТР ЕАЭС 041/2017, в дополнение к аналогичным требованиям технического регламента на никотиносодержащую продукцию представляется нецелесообразным. Дублирование требований приведет к излишней нагрузке на бизнес, которая не будет способствовать достижению цели обеспечения безопасности продукции для потребителя. Кроме того, это будет означать, что жидкости для СДН открытого типа (попадающие в предмет регулирования ТР ЕАЭС 041/2017) окажутся в рамках менее благоприятного

регулирования по сравнению с конкурирующими с ними видами никотиносодержащей продукции.

В соответствии с ТР ЕАЭС 041/2017 к продукции, в отношении которой действуют специальные регламенты, указанный ТР ЕАЭС применяется в случае, если указанные требования не установлены иными техническими регламентами Союза. Это означает, что вопрос о применимости требований ТР ЕАЭС 041/2017 в отношении продукции, для которой действуют специальные технические регламенты, будет фактически решаться в каждом отдельном случае органами исполнительной власти в ходе правоприменения.

Для того, чтобы избежать произвольного применения правил технических регламентов и разного толкования одних и тех же норм в разных ситуациях представляется целесообразным прямо исключить никотиносодержащую продукцию из сферы действия ТР ЕАЭС 041/2017.

Аналогичное решение было принято при разработке ТР ЕАЭС 041/2017 в отношении парфюмерно-косметической продукции: в отношении такой продукции действует специальный технический регламент, устанавливающий как правила безопасности, так и правила маркировки такой продукции. При этом некоторые виды парфюмерно-косметической продукции подпадают под определение химической продукции в ТР ЕАЭС 041/2017. Парфюмерно-косметическая продукция прямо исключена из сферы действия ТР ЕАЭС 041/2017.

Проведенные в рамках данной научно-исследовательской работы исследования позволяют утверждать, что никотиносодержащая продукция является отдельной категорией, требующей отдельного технического регулирования. Ввиду этого целесообразно устанавливать единые требования ко всей категории, без исключения для отдельных ее видов.

На основании проведенного анализа положений ТР ЕАЭС 041/2017 на предмет возможного соответствия и возможности регулирования

никотиносодержащей продукции данным актом Евразийского экономического союза можно сделать следующие выводы:

- 1) Никотиносодержащая продукция не входит в область применения технического регламента Евразийского экономического союза «О безопасности химической продукции» (ТР ЕАЭС 041/2017), за исключением жидкостей для СДН открытого типа;
- 2) ТР ЕАЭС 041/2017 не устанавливает требований в отношении аэрозоля никотиносодержащей продукции, что представляется необходимым для обеспечения безопасности такой продукции;
- 3) ТР ЕАЭС 041/2017 не направлен на регулирование потребительских товаров, к которым относится никотиносодержащая продукция;
- 4) Срок вступления в силу ТР ЕАЭС 041/2017 остается неопределенным. С учетом роста рынка никотиносодержащей продукции в государствах-членах Союза представляется целесообразным разработать специальный технический регламент в отношении такой категории товаров, предусмотрев четкий механизм введения таких технических правил в действие;
- 5) При создании отдельного регулирования никотиносодержащей продукции целесообразно частично учесть и некоторые положения ТР ЕАЭС 041/2017, чтобы сосредоточить требования к такой продукции в одном документе. При подготовке специального технического регламента в отношении никотиносодержащей продукции, такая продукция должна быть прямо исключена из сферы действия ТР ЕАЭС 041/2017.