

张虎, 段沅杏, 杨柳, 等. 加热卷烟气溶胶化学成分分析研究进展 [J]. 中国烟草学报, 2021, 27 (6). ZHANG Hu, DUAN Yuanxing, YANG Liu, et al. Research progress on chemical composition analysis technology of aerosols of heated tobacco products [J]. Acta Tabacaria Sinica, 2021, 27(6). doi: 10.16472/j.chinatobacco.2021.T0062

加热卷烟气溶胶化学成分分析研究进展

张虎^{1,2}, 段沅杏², 杨柳², 申钦鹏², 赵杨², 张俊丰¹, 黄妍^{1*}

1 湘潭大学, 环境与资源学院, 湖南湘潭 411105;

2 云南中烟工业有限责任公司技术中心, 昆明市五华区红锦路367号 650231

摘要: 加热卷烟气溶胶是烟草材料在低温加热后形成的悬浮液滴, 由于没有燃烧行为, 导致加热卷烟气溶胶的物理、化学性质与传统卷烟烟气存在较大的差异, 因此研究传统卷烟烟气的方法不能直接用于加热卷烟气溶胶研究。鉴于此, 本文结合近几年加热卷烟气溶胶研究工作文献, 归纳总结了目前加热卷烟气溶胶化学成分分析常用的抽吸模式、捕集方法和分析检测技术, 为建立更加精准高效的加热卷烟气溶胶检测和质量控制提供参考。

关键词: 加热卷烟; 气溶胶; 抽吸模式; 捕集方法; 检测技术

加热卷烟是利用电子设备加热烟草材料产生可吸入气溶胶的烟草制品^[1-2]。其气溶胶主要成分为水、丙二醇、丙三醇、烟碱和香味物质^[3-4]。此过程没有燃烧行为, 产生的有害物质远低于传统卷烟, 在热物理和热化学方面与传统卷烟存在较大差异^[5-8]。

与传统卷烟相比, 加热卷烟气溶胶中丙二醇、丙三醇的含量远高于香味物质, 采用传统卷烟检测方法测定香味物质, 检测结果远低于实际含量。此外, 传统卷烟的烟气检测方法针对性不强, 不能同时对水分、烟碱、多元醇类进行检测。为了对加热卷烟气溶胶化学成分进行更准确的检测分析, 本文对加热卷烟抽吸模式、气溶胶捕集和分析方法进行了综述。

1 抽吸模式

抽吸模式是影响加热卷烟气溶胶产生的一个关键因素, 不同的抽吸参数会对加热卷烟气溶胶的释放量产生重要影响。Zenzen 等^[9]通过改变抽吸容量、抽吸时间和抽吸间隔研究了 12 种抽吸方式对加热卷烟

气溶胶的影响, 发现不同抽吸条件下气溶胶中烟碱含量差异很大。Mcadam 等^[10]以 GLO 为研究对象, 研究了 15 种抽吸方式对加热卷烟气溶胶释放量的影响, 发现抽吸时间是影响加热卷烟气溶胶释放量的关键因素。Roal 等^[11]以 IQOS 为研究对象, 研究了在 HCI 和 ISO 抽吸模式下加热卷烟气溶胶中各组分的释放量。研究表明, 在两种抽吸模式下气溶胶中活性氧含量没有显著变化, 在 HCI 抽吸模式下总粒相物、烟碱、游离烟碱均高于 ISO 抽吸模式。姜兴义等^[12]以 IQOS 和 GLO 为研究对象, 参考 ISO、HCI 和 CORESTA 推荐的电子烟抽吸模式(抽吸容量 55 mL、抽吸时间 3 s、抽吸间隔 30 s)抽吸加热卷烟, 研究发现抽吸参数对 IQOS 气溶胶中所有组分的释放量均有影响, 其中抽吸间隔影响最大; 而抽吸参数对 GLO 气溶胶中一氧化碳和乙醛释放量有显著影响。Farsalinos 等^[13]参考 HCI 抽吸模式, 按抽吸容量为 55 mL, 抽吸时间为 2 s、4 s, 抽吸间隔为 30 s 的抽吸模式抽吸加热卷烟, 发现在相同抽吸容量下, 延长抽吸时间加热卷烟烟碱的释放量没有显著变化。

基金项目: 云南中烟项目“热效应调控功能材料开发及在加热卷烟中的应用研究”(2020XY03); 云南中烟项目“双重体验的新型烟草制品关键技术开发与应用”(2019XY01)

作者简介: 张虎(1998—), 硕士研究生, Email: 1175599560@qq.com

通讯作者: 黄妍(1975—), Email: xtuhy@163.com

收稿日期: 2021-04-13; **网络出版日期:** 2021-09-24

目前, 虽然 HCI 和 ISO 抽吸模式广泛应用于加热卷烟气溶胶的研究, 但两种抽模式中规定的一些条件并不适用于加热卷烟气溶胶的捕集, 如烟支周围空气的流速控制、通风口堵塞等问题。2020 年, CORESTA^[14] 针对 HCI 模式建议抽吸加热卷烟过程中不需要堵塞通风口、控制空气流速。同时, 建议在烟具振动后再开始收集加热卷烟气溶胶, 在烟具停止加热后再抽吸一口。

2 样品捕集

无论是对加热卷烟气溶胶进行定量分析还是进行

体外毒性测试, 捕集加热卷烟气溶胶是必不可少的步骤。合理的样品捕集方法是准确定量分析加热卷烟气溶胶的关键步骤之一, 不同样品捕集方法会对分析结果产生较大影响。如 Schaller 等^[15] 采用剑桥滤片先捕集 IQOS 气溶胶成分再进行分析, Ilies 等^[16] 采用直接进样法测定了 IQOS 释放的挥发性成分, 结果发现, Ilies 鉴定出的 62 种有机化合物中只有 10 种与 Schaller 等人检测出的化合物相同, 这种差异主要源于样品的捕集方法不同。表 1 列出了目前研究人员针对加热卷烟气溶胶中的不同组分建立的不同捕集方法。

表 1 加热卷烟气溶胶不同捕集方法
Tab. 1 Different trapping methods for heated cigarette aerosol

目标分析物	捕集方法	提取方法	分析方法
总颗粒物	剑桥滤片捕集	—	电子天平 ^[17]
烟碱、丙三醇、丙二醇和水	剑桥滤片捕集 / 静电捕集	异丙醇 / 甲醇萃取	GC-FID; GC-TCD ^[18-21]
羰基化合物	吸收瓶捕集	DNPH 溶液吸收	HPLC-UV ^[22-23]
酚类	剑桥滤片捕集	1% 乙酸和 2.5% 甲醇的混合萃取	HPLC-FLD ^[24]
薄荷醇、香味成分	剑桥滤片捕集	无水乙醇溶液萃取	GC-FID; GC-MS ^[25-26]
挥发性有机化合物	剑桥滤片捕集 / 吸附管捕集	甲醇溶液萃取	GC-MS ^[15-16]
氨	静电捕集 / 吸收瓶捕集	水杨酸溶液萃取	IC ^[2]
金属	剑桥滤片捕集	17% 的硝酸溶液提取	ICP-MS ^[27-28]
多环芳烃	吸附管捕集	乙腈溶液提取	UPLC ^[29-31]
烟草特有亚硝胺	剑桥滤片捕集	二氯甲烷溶液萃取	LC-MS/MS ^[32-34]

2.1 剑桥滤片捕集

剑桥滤片捕集是卷烟烟气分析中最常用的捕集方式, 也是捕集加热卷烟气溶胶的可行技术。张丽等^[21] 使用剑桥滤片连接含有异丙醇溶液吸收瓶来收集加热卷烟气溶胶中的丙二醇、丙三醇和烟碱, 结果在吸收液中未检测出丙二醇、丙三醇和烟碱, 说明剑桥滤片可以实现加热卷烟气溶胶中丙二醇、丙三醇和烟碱的有效捕集。此外, 剑桥滤片也是收集加热卷烟气溶胶中酚类和烟草特有亚硝胺的有效方法。McGrath 等^[24] 使用剑桥滤片捕集了烟草在低温热解下产生的酚类物质, 研究了不同种类烟草在 350℃~ 600℃ 下热解生成的酚类物质。Leigh 等^[34] 使用含有氘作内标的醋酸铵溶液, 萃取了剑桥滤片收集的烟草特有亚硝胺,

结果发现加热卷烟产生的烟草特有亚硝胺低于传统卷烟, 但高于电子烟。

2.2 吸收瓶捕集

吸收瓶捕集是通过在吸收瓶中加入特定液体来捕获加热卷烟气溶胶的可溶性物质, 是捕集加热卷烟气溶胶中羰基化合物、氨、非挥发性化合物等化学成分较为成熟的方法。Farlinos 等^[7] 采用含有 DNPH 溶液的吸收瓶捕集了加热卷烟气溶胶中的羰基化合物, 使用高效液相色谱对其进行分析。Ibanez 等^[23] 使用溶液吸收瓶捕集了传统卷烟烟气和加热卷烟气溶胶中的非挥发性化合物, 研究结果表明加热卷烟气溶胶中的非挥发性、非烟碱成分的含量远低于传统卷烟。

2.3 吸附管捕集

吸附管捕集是利用目标分析物与固体吸附剂的吸附性能来收集化合物的方法,常用来分析加热卷烟气溶胶中的挥发性和半挥发性有机物。Uchiyama 等^[30]将 Carboxn572 吸附管和剑桥滤片结合起来捕集加热卷烟气溶胶中的化合物,分析比较了加热卷烟气溶胶和传统卷烟烟气中的化合物。Auer 等^[29]使用 XAD-2 吸附管收集了加热卷烟气溶胶中的多环芳烃,比较加热卷烟和传统卷烟释放的 16 种多环芳烃差异。结果表明,加热卷烟气溶胶中萘的浓度高于传统卷烟,其它的 15 种多环芳烃浓度都远低于传统卷烟。Savareear 等^[31]将 Tenax 吸附管和热脱附结合起来分析了收集加热卷烟产生的 VOCs,发现除了丙三醇和一些呋喃族化合物外,传统卷烟烟气的其它物质的浓度均高于加热卷烟。

2.4 静电捕集

静电捕集是通过静电捕集管产生的电场将带正电荷的微粒捕集在负极上,是捕集卷烟烟气常用的方法,目前在分析加热卷烟气溶胶中的应用较少。Michael 等^[18]使用滤片捕集和静电捕集两种方法捕集加热卷烟气溶胶中的烟碱、丙三醇、丙二醇和水,发现通过静电捕集的水分含量高于滤片捕集的水分含量。

3 加热卷烟气溶胶的分析与检测

3.1 样品前处理技术

与传统卷烟相比,加热卷烟气溶胶中化合物的含量通常都很低,许多痕量化合物通常不能被检测出来。因此,选择合适前处理方法对加热卷烟气溶胶中痕量化合物的分析非常重要。表 2 归纳了目前常用于加热卷烟气溶胶化合物检测的前处理方法。

表 2 加热卷烟气溶胶分析的前处理方法

Tab. 2 Pretreatment methods for analysis of heated cigarette aerosol

前处理方法	分析对象	原理	缺点
溶剂萃取	1,2 丙二醇、丙三醇、烟碱和水	样品中各组分在溶剂中的溶解度不同	难于找到合适的萃取溶剂 ^[35-36]
同时蒸馏萃取	香味成分如糠醛、新植二烯等	含有样品的水蒸气和萃取剂充分混合,冷凝后两相充分接触,从而实现组分的相转移	加热过程中容易使样品中化合物分解,挥发组分容易损失 ^[37-38]
固相微萃取	香味物质	待测样品与萃取涂层之间的分配平衡	使用寿命不长;定量再现性不好 ^[39-42]
衍生化	醛、酮类香味成分	利用化学变化把化合物转换成具有类似结构的物质	不能用于热不稳定化合物 ^[43-44]
顶空法	挥发性有机物	利用样品的易挥发性	定量不准确;再现性不好 ^[45-47]

Ghsoh 等^[36]为更准确测定加热卷烟气溶胶中的水分,使用原位提取的方法提取了剑桥滤片中的水分,减少了在打开剑桥滤片捕集器以及移取滤片时水分的损失。杨紫刚等^[37]将捕集了香味成分的剑桥滤片进行同时蒸馏萃取,该方法集蒸馏和萃取于一体、耗时短,可有效提取加热卷烟气溶胶中的香味成分。龚淑果等^[42]将固相微萃取与色谱仪器结合起来,使用固相微萃取技术提取加热卷烟产生的香气物质,研究了加热卷烟香气物质逐口释放规律。罗彦波等^[43]使用衍生化方法对加热卷烟产生的醛酮类物质进行处理,增加了醛酮类化合物的离子化效率和质谱响应,解决了醛酮类物质因缺少电离基团而无法被质谱检测的难题。郑绪东等^[47]使用顶空-气相色谱-质谱联用仪

分析了不同温度下加热卷烟烟气成分的释放特性,该方法省去了溶剂萃取繁琐的步骤、有效降低了非挥发性物质和复杂基质对目标分析物的干扰。

3.2 气溶胶化学成分分析

3.2.1 气相色谱法

气相色谱法是一种利用样品中各组分在色谱柱中不同的吸附能力来分离化合物的方法。Farsalinos 等^[13]建立了一种检测加热卷烟气溶胶中烟碱的 GC-NPD 气相色谱法,此方法的平均回收率为 86.85%,重复性为 86.85%,再现性为 86.6%,相对标准偏差为 5.5%~9.7%。王康等^[48]建立了一种同时检测加热卷烟气溶胶丙二醇、丙三醇和烟碱含量的 GC-FID 气相色谱法,其中丙二醇、丙三醇和烟碱的定量限为 0.031 mg/cig、

0.059 mg/cig、0.035 mg/cig, 加标回收率在 95.1% ~ 109.2% 之间, 相对标准偏差在 1.77% ~ 4.28% 之间, 目标物标准工作曲线线性良好, 线性相关系数均大于 0.999。张丽等^[21]建立了一种检测加热卷烟气溶胶中水分的 GC-TCD 气相色谱法, 水分的定量限为 0.28 mg/cig, 加标回收率为 96.7% ~ 101%, 相对标准偏差为 2.4% ~ 6.5%, 水分标准曲线相关系数为 0.9999, 说明该方法能准确定量分析加热卷烟气溶胶中的水分。

对于复杂组分分析, 通常将气相色谱与质谱结合起来。许晓黎等^[49]建立了一种热裂解气相色谱质谱联用法 (PY-GC/MS), 研究加热卷烟中香兰素的转移行为, 定量限为 0.1223 $\mu\text{g/mL}$, 回收率为 90.80%, 相对标准偏差为 7.20%, 目标工作物的标准曲线相关系数为 0.999, 说明此方法适合香兰素的定量研究。Hofer 等^[50]建立了一种 GC-MS 方法, 定量分析了加热卷烟气溶胶中 24 种化合物, 定量限在 0.0005 ~ 20.5 $\mu\text{g/mL}$ 之间, 所有化合物的回收率均在 82.1% ~ 113.8% 之间, 重复性变异系数在 7.9% ~ 17.7% 之间, 中间精密度的变异系数在 8.1% ~ 19.9% 之间。

在对加热卷烟气溶胶进行分析时, 为解决一维色谱对挥发性和半挥发性成分分离能力不高, 峰容量小, 分析时间长等问题, 常会使用二维气相色谱来提高分离和分辨能力^[51]。刘鸿等^[52]采用中心切割二维气相色谱-质谱联用 (MD-GC/MS) 研究发现加热卷烟气溶胶中的苯甲醇、苯乙醇、茄酮、新植二烯等成分的释放量与卷烟烟气较为接近, 不同类型的加热卷烟气溶胶主要成分基本一致, 但含氧裂解产物和酚类物质的释放量差异较大。周慧明等^[53]使用中心切割二维气相色谱-质谱联用方法研究了不同丙三醇含量的再造烟叶颗粒在 150°C ~ 350°C 受热后释放的香味成分, 结果表明提高加热温度和增加原料中丙三醇的含量均可以提高香味成分的释放总量。Schwanz 等^[54]采用全二维气相色谱-飞行时间质谱联用技术 (GC $\times$ GC-TOFMS), 结合化学计量学方法, 对不同加热温度下加热再造烟叶产生的气溶胶化学组成进行了分析。结果表明该方法对挥发性组分的峰面积和峰数显示出良好的效率和精度。Savareear 等^[40]建立了一种顶空固相微萃取-全二维气相色谱/飞行时间质谱联用技术 (HS-SPME GC $\times$ GC-TOFMS) 分析了加热卷烟气溶胶中的挥发性和半挥发性物质, 共检测出 205 种物质, 其中 82 种物质是首次在加热卷烟气溶胶中被检测出来, 具有较好的分离度。

3.2.2 液相色谱法

液相色谱法是一种利用目标分析物与固定相之间不同的相互作用力来分离化合物的方法。目前, 液相色谱主要用于加热卷烟气溶胶中羰基化合物和烟草特有亚硝胺的研究。Ishizaki 等^[39]建立了一种在线管内固相微萃取-液相色谱-串联质谱法 (LC-MS/MS) 研究了加热卷烟和传统卷烟烟气中的烟草特有亚硝胺, 该方法具有选择性强、灵敏度高, 不需要预处理和不受其它共存物质干扰的优点。研究表明, 该方法的烟草特有亚硝胺定量限为 8.1 ~ 22.4 pg/cig, 日内精密度和日间精密度分别为 94.2% ~ 114.5% 和 99.3% ~ 118.5%, 工作曲线相关系数 ≥ 0.9998 , 可以准确测定气溶胶中的烟草特有亚硝胺。罗彦波等^[43]采用化学衍生-液相色谱-串联质谱法 (LC-MS/MS) 测定了加热卷烟气溶胶中 9 种醛酮类香味成分。该方法检出限为 0.07 ng/mL ~ 12.66 ng/mL, 相对标准偏差在 0.2% ~ 11.6% 之间, 目标分析物在 3 个加标水平下的回收率为 82.5% ~ 118.0%, 标准曲线相关系数 ≥ 0.9937 。Kim 等^[55]建立了一种高效液相-紫外法 (UPLC-UV), 研究了加热卷烟气溶胶中 6 种羰基化合物, 除了甲醛的响应因子为 25674 ng⁻¹, 其它羰基化合物的响应因子均在 12351 ~ 19519 ng⁻¹ 之间, 6 种羰基化合物的检出限为 0.0024 ~ 0.009 $\mu\text{g/L}$, 相对标准偏差都低于 2%, 标准工作曲线线性相关系数 > 0.99 。

3.2.3 其它方法

除色谱分析方法外, 酶电极法、非色散红外分析法 (NDIR)、核磁共振氢谱 (1H-NMR)、电子顺磁共振 (EPR) 也用于加热卷烟气溶胶分析检测。赵德清等^[56]采用酶电极法测定了加热卷烟烟草材料和气溶胶中丙三醇含量, 该方法检出限和定量限分别为 0.045 mg/mL、0.149 mg/mL, 相对标准偏差为 2.15%, 标准曲线线性相关系数为 0.9998, 重复性良好, 与气相色谱测定丙三醇的结果相比, 没有显著的差异。为了评价加热卷烟 CO 释放特性, 周顺等^[57]建立了一种基于可控等比值法的稳态燃烧热解装置和非散射红外分析仪联用 (SSTF-NDIR) 的方法, 定量分析了加热卷烟 CO 的释放量, 考察了温度、通风条件和烟草材料组成对 CO 释放的影响。Meehan-Atrash 等^[58]采用 1H-NMR 直接测定 IQOS 气溶胶中的游离烟碱, 该方法与 Salman^[11]等测定游离烟碱的方法相比, 减少了溶剂的干扰, 提升了检测结果的准确性。Shein 等^[59]使用 EPR 技术分析对比了传统卷烟、电子烟和

加热卷烟气溶胶中自由基的种类和数量, 研究发现电子烟和加热卷烟气溶胶中的自由基水平不超过传统卷烟的 1%。Zachary 等^[60] 通过 EPR 技术发现粒相自由基只存在于传统卷烟中, 加热卷烟和电子烟气溶胶中的气相自由基水平相似, 但比传统卷烟低了 50 倍左右。

4 结论与展望

由于加热卷烟气溶胶是烟草材料受热蒸馏后形成的, 导致加热卷烟气溶胶与传统卷烟烟气有明显的差异, 现有的传统卷烟烟气相关收集、分析方法不能完全适用于加热卷烟的化学成分分析。因此未来的研究应该主要围绕着这四个方面展开: 1) 抽吸模式: 未来应尽快建立标准的加热卷烟抽吸模式, 为加热卷烟气溶胶准确分析提供良好的前提条件; 2) 捕集方式: 吸附管是捕集加热卷烟气溶胶中挥发性成分和半挥发性成分非常有效的方法, 未来的研究可以集中于寻找性能更好的吸附剂, 以扩大目标化化合物的数量。同时, 应进一步研究和完善静电捕集的适用物质分析; 3) 前处理技术: 需要将更多前沿的前处理技术引用到加热卷烟气溶胶的分析中, 以建立更环保、更稳定和更有效的加热卷烟气溶胶前处理技术; 4) 分析方法: 在现有的传统卷烟烟气化学成分检测技术基础上, 对加热卷烟气溶胶的分析方法进行研究、优化和验证。

参考文献

- [1] Breheny D, Adamson J, Azzopardi D, et al. A novel hybrid tobacco product that delivers a tobacco flavour note with vapour aerosol (Part 2): In vitro biological assessment and comparison with different tobacco-heating products [J]. Food and Chemical Toxicology, 2017, 106: 533-546.
- [2] Forster M, Liu C, Duke M G, et al. An experimental method to study emissions from heated tobacco between 100-200°C [J]. Chemistry Central Journal, 2015, 9(1): 1-10.
- [3] Pratte P, Cosandey S, Goujion G C, et al. Investigation of solid particles in the mainstream aerosol of the Tobacco Heating System THS2.2 and mainstream smoke of a 3R4F reference cigarette [J]. Human & Experimental Toxicology, 2017, 36(11): 1115-1120.
- [4] Eaton D, Jakaj B, Forster M, et al. Assessment of tobacco heating product THP1.0. Part 2: Product design, operation and thermophysical characterisation [J]. Regulatory Toxicology & Pharmacology: Rtp, 2018, 93: 4-13.
- [5] Mallock N, Boess L, Burk R, et al. Levels of selected analytes in the emissions of "heat not burn" tobacco products that are relevant to assess human health risks [J]. Archives of Toxicology, 2018, 92: 2145-2149.
- [6] Li X, Luo Y, Jiang X, et al. chemical Analysis and Simulated Pyrolysis of Tobacco Heating System 2.2 Compared to Conventional Cigarettes [J]. Nicotine & Tobacco Research, 2019, 21(1): 111-118.
- [7] Bekki K, Inaba Y, Uchiyama S, et al. Comparison of Chemicals in Mainstream Smoke in Heat-not-burn Tobacco and Combustion Cigarettes [J]. Journal of Uoeh, 2017, 39(3): 201-207.
- [8] Gasparyan H, Mariner D, Wright C, et al. Accurate measurement of main aerosol constituents from heated tobacco products (HTPs): Implications for a fundamentally different aerosol [J]. Regulatory Toxicology & Pharmacology: Rtp, 2018, 99: 131-141.
- [9] Zenzen V, Diekmann J, Gerstenberg B, et al. Reduced exposure evaluation of an Electrically Heated Cigarette Smoking System. Part 2: Smoke chemistry and in vitro toxicological evaluation using smoking regimens reflecting human puffing behavior [J]. Regulatory Toxicology & Pharmacology: Rtp, 2012, 64(2 Suppl): S11-S34.
- [10] Mcadam K, Davis P, Ashmore L, et al. Influence of machine-based puffing parameters on aerosol and smoke emissions from next generation nicotine inhalation products [J]. Regulatory Toxicology & Pharmacology: Rtp, 2019, 101: 156-165.
- [11] Salman R, Talih S, El-hage R, et al. Free-Base and Total Nicotine, Reactive Oxygen Species, and Carbonyl Emissions From IQOS, a Heated Tobacco Product [J]. Nicotine & Tobacco Research, 2019, 21(9): 1285-1288.
- [12] 姜兴益, 李翔宇, 朱凤鹏, 等. 抽吸参数对电加热卷烟主流烟气释放物的影响 [J]. 烟草科技, 2020, 53(09): 54-61. JIANG Xingyi, LI Xiangyu, ZHU Fengpeng, et al. Effects of puffing parameters on mainstream aerosol emissions from electrically heated tobacco products [J]. Tobacco Science & Technology, 2020, 53(9): 54-61.
- [13] Farsalinos K E, Yannovits N, Sarri T, et al. Carbonyl emissions from a novel heated tobacco product (IQOS): comparison with an e-cigarette and a tobacco cigarette [J]. Addiction, 2018, 119: 2099-2106.
- [14] CORESTA. Heated Tobacco Products (HTPs): Standardized Terminology and Recommendations for the Generation and Collection of Emissions [J]. 2020.
- [15] Schaller JP, Keller D, Poget L, et al, et al. Evaluation of the Tobacco Heating System 2.2. Part 2: Chemical composition, genotoxicity, cytotoxicity, and physical properties of the aerosol [J]. Regulatory Toxicology & Pharmacology: Rtp, 2016, 81: S27-S47.
- [16] Ilies B D, Moosakutty S P, Kharbatia N M, et al. Identification of volatile constituents released from IQOS heat-not-burn tobacco HeatSticks using a direct sampling method [J]. Tobacco Control, 2020, 0: 1-7.
- [17] Boué S, Goedertier D, Hoeng J, et al. State-of-the-art methods and devices for the generation, exposure, and collection of aerosols from heat-not-burn tobacco products [J]. Toxicology Research and Application, 2020, 4: 1-40.
- [18] Borgerding M F, Arthur M L, Hicks R D, et al. Cigarette smoke composition. Part 2. Method for determining major components in smoke of cigarettes that heat instead of burn tobacco [J]. Journal - Association of Official Analytical Chemists, 1990, 73(4): 610-615.
- [19] Stabbert R, Voncken P, Rustemeier K, et al. Toxicological evaluation of an electrically heated cigarette. Part 2: Chemical composition of mainstream smoke [J]. Journal of Applied Toxicology, 2003, 23(5): 329-339.
- [20] Crooks I, Neilson L, Scott K, et al. Evaluation of flavourings potentially used in a heated tobacco product: Chemical analysis, in vitro mutagenicity, genotoxicity, cytotoxicity and in vitro tumour promoting activity [J]. Food & Chemical Toxicology, 2018, 118: 940-952.
- [21] 张丽, 王维维, 张小涛, 等. 气相色谱法测定新型卷烟气溶胶中水、烟碱、1, 2-丙二醇和丙三醇的含量 [J]. 理化检验 (化学分册), 2018, 54(10): 1188-1193.

- ZHANG Li, WANG Weiwei, ZHANG Xiaotao, et al. GC Determination of Water, Nicotine, 1,2-Propylene Glycol and Glycerol in the Aerosol of Heat-not-Burn Cigarettes. *Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis*, 2018, 54(10): 1188-1193.
- [22] Dusautior R, Zarcone G, Verrielle M, et al. Comparison of the chemical composition of aerosols from heated tobacco products, electronic cigarettes and tobacco cigarettes and their toxic impacts on the human bronchial epithelial BEAS-2B cells [J]. *Journal of Hazardous Materials*, 2021, 401.
- [23] Ibañez M P, Martin D, González A G, et al. A Comparative Study of Non-Volatile Compounds Present in 3R4F Cigarettes and iQOS Heatsticks Utilizing GC-MS [J]. *American Journal of Analytical Chemistry*, 2019, 10(03): 76-85.
- [24] McGrath T E, Brown A P, Meruva N K, et al. Phenolic compound formation from the low temperature pyrolysis of tobacco [J]. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 2009, 84(2): 170-178.
- [25] Jaccard G, Belushkin M, Jeannet C, et al. Investigation of menthol content and transfer rates in cigarettes and Tobacco Heating System 2.2 [J]. *Regulatory Toxicology & Pharmacology: Rtp*, 2019, 101: 48-52.
- [26] 王紫燕, 韩敬美, 袁大林, 等. 电加热卷烟和传统卷烟中凉味剂转移率比较 [J]. *烟草科技*, 2020, 53(10): 46-55.
- WANG Ziyang, HAN Jingmei, YUAN Dalin, et al. Transfer rates of cooling agents in electrically heated cigarettes and combustible cigarettes [J]. *Tobacco Science & Technology*, 2020, 53(10): 46-55.
- [27] Koutela N, Fernandez E, Saru M L, et al. A comprehensive study on the leaching of metals from heated tobacco sticks and cigarettes in water and natural waters [J]. *Science of The Total Environment*, 2020, 134.
- [28] Ruprecht A A, Demarco C, Saffari A, et al. Environmental pollution and emission factors of electronic cigarettes, heat-not-burn tobacco products, and conventional cigarettes [J]. *Aerosol Science and Technology*, 2017, 51(6): 674-684.
- [29] Aure R, Concha-Lozano N, Jacot-Sadowski I. Heat-not-burn tobacco cigarettes: smoke by any other name [J]. *Jama Intern Medicine*, 2017, 177: 1050-1052.
- [30] Uchiyama S, Noguchi M, Takagi N, et al. Simple Determination of Gaseous and Particulate Compounds Generated from Heated Tobacco Products [J]. *Chemical Research in Toxicology*, 2018, 31(7): 585-593.
- [31] Savareer B, Escobar-arnanz J, Brokl M, et al. Non-targeted analysis of the particulate phase of heated tobacco product aerosol and cigarette mainstream tobacco smoke by thermal desorption comprehensive two-dimensional gas chromatography with dual flame ionisation and mass spectrometric detection [J]. *Journal of Chromatogr A*, 2019, 1603: 327-337.
- [32] Jaccard G, Kondylis A, Gundz I, et al. Investigation and evaluation of the transfer of TSNA from tobacco to cigarette mainstream smoke and to the aerosol of a heated tobacco product, THS2.2 [J]. *Regulatory Toxicology & Pharmacology: Rtp*, 2018, 97: 103-109.
- [33] Jeong W T, Cho H K, Lee H R, et al. Comparison of the content of tobacco alkaloids and tobacco-specific nitrosamines in 'heat-not-burn' tobacco products before and after aerosol generation [J]. *Inhalation Toxicology*, 2018, 30: 527-533.
- [34] Leigh N J, Palumbo M N, Marino A M, et al. Tobacco-specific nitrosamines (TSNA) in heated tobacco product IQOS [J]. *Tobacco Control*, 2018, 27(Suppl 1): s37-s48.
- [35] 张丽, 王维维, 张小涛, 等. 加热不燃烧卷烟气溶胶中主要成分的转移行为 [J]. *烟草科技*, 2019, 52(03): 46-55.
- ZHANG Li, WANG Weiwei, ZHANG Xiaotao, et al. Transfer behavior of main aerosol components in heat-not-burn tobacco products [J]. *Tobacco Science & Technology*, 2019, 52(3): 46-55.
- [36] Ghosh D, Jeannet C. An Improved Cambridge Filter Pad Extraction Methodology to Obtain More Accurate Water and "Tar" Values: In Situ Cambridge Filter Pad Extraction Methodology [J]. *Beitrage zur Tabakforschung International/ Contributions to Tobacco Research*, 2014, 26(2): 38-49.
- [37] 杨紫刚, 杨双艳, 郭军亮, 等. 加热不燃烧卷烟在不同空气流烟气成分分析 [J]. *安徽农业科学*, 2019, 47(24): 187-191.
- YANG Zigang, YANG Shuangyan, GUO Junliang, et al. Analysis of smoke components of heat-non-burn cigarettes in different air streams [J]. *Journal of Anhui Agricultural Sciences*, 2019, 47(24): 187-191.
- [38] 王颖, 杨文彬, 王冲, 等. 加热不燃烧卷烟产品主流烟气中香味成分的比较 [J]. *食品与机械*, 2019, 35(06): 64-68.
- WANG Ying, YANG Wenbin, WANG Chong, et al. Comparative analysis of the aroma components in mainstream aerosol of heat-not-burn tobacco products [J]. *Food & Machinery*, 2019, 35(06): 64-68.
- [39] Ishizaki A, Kataoka H. A sensitive method for the determination of tobacco-specific nitrosamines in mainstream and sidestream smokes of combustion cigarettes and heated tobacco products by online in-tube solid-phase microextraction coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Analytica Chimica Acta*, 2019, 1075: 98-105.
- [40] Savareear B, Lizak R, Brokl M, et al. Headspace solid-phase microextraction coupled to comprehensive two-dimensional gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry for the analysis of aerosol from tobacco heating product [J]. *Journal of Chromatography A*, 2017, 1520: 135-142.
- [41] Chen Cai, LUO Wentai, Isabelle M, et al. The stereoisomers of menthol in selected tobacco products: A brief report [J]. *Nicotine & Tobacco Research*, 2011, 13(8): 741-745.
- [42] 龚淑果, 刘巍, 黄平, 等. 加热不燃烧卷烟烟气主要成分的逐口释放行为 [J]. *烟草科技*, 2019, 52(02): 62-71.
- GONG Shuguo, LIU Wei, HUANG Ping, et al. Puff-by-puff release of main aerosol components from two commercial heat-not-burn tobacco products [J]. *Tobacco Science & Technology*, 2019, 52(2): 62-71.
- [43] 罗彦波, 陈小静, 李翔宇, 等. 化学衍生-液相色谱-串联质谱法测定加热卷烟烟气中的醛酮类香味成分 [J]. *分析化学*, 2020, 48(06): 794-801.
- LUO Yanbo, CHEN Xiaojing, LI Xiangyu, et al. Determination of Aldehyde and Ketone Flavor Compounds in Mainstream Smoke of Heated Tobacco Products by Chemical Derivatization-Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry [J]. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 2020, 48(06): 794-801.
- [44] 柴国璧, 朱浩, 张启东, 等. 同时测定加热非燃烧卷烟主流烟气中 14 种酸味成分的方法: 中国, CN106841441B [P]. 2018-10-09.
- CHAI Guobi, ZHU Hao, ZHANG Qidong, et al. Method for simultaneous determination of 14 sour components in mainstream smoke of heated non combustion cigarettes: China, CN106841441B [P]. 2018-10-09.
- [45] Snow N H, Slack G C. Head-space analysis in modern gas chromatography [J]. *Trac Trends in Analytical Chemistry*, 2002, 21(9-10): 608-617.
- [46] 杨继, 汤建国, 尚善斋, 等. 利用顶空-GC/MS 法对比新型卷烟和传统卷烟的挥发性成分 [J]. *烟草科技*, 2015, 48(11): 39-45.
- YANG Ji, TANG Jianguo, SHANG Shanzhai, et al. Comparative Analysis of Volatile Components in Novel and Traditional Cigarettes by HS-GC/MS [J]. *Tobacco Science & Technology*, 2015,

- 48(11): 39-45.
- [47] 郑绪东, 李志强, 王程娅, 等. 不同加热温度下电加热不燃烧卷烟烟气释放特性研究 [J]. 安徽农业科学, 2018, 46(36): 168-71.
ZHENG Xudong, LI Zhiqiang, WANG Chengya, et al. Study on release characteristics of electrically heat-not-burn cigarette smoke under different heating temperatures[J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2018, 46(36): 168-71.
- [48] 王康, 柳均, 肖少红, 等. GC-TCD 法同时检测加热不燃烧卷烟气溶胶水分, 及烟碱、丙三醇、1,2-丙二醇、三乙酸甘油酯和薄荷醇的释放量 [J]. 烟草科技, 2019, 52(03): 63-68.
WANG Kang, LIU Jun, XIAO Shaohong, et al. Simultaneous determination of moisture content and deliveries of nicotine, glycerol, 1, 2-propylene glycol, glycerol triacetate and menthol in aerosol from heat-not-burn tobacco products by GC-TCD method[J]. Tobacco Science & Technology, 2019, 52(3): 63-68.
- [49] 许晓黎, 马晓龙, 雷萍, 等. 热裂解气相色谱质谱法研究香兰素在加热不燃烧卷烟中的转移行为 [J]. 纸和造纸, 2019, 38(05): 33-36.
XU Xiaoli, MA Xiaolong, LEI Ping, et al. Study on transfer behavior of vanillin in heat-not-burn cigarette by py-GC/MS[J]. Paper and Paper Making, 2019, 38(05): 33-36.
- [50] Hofer I, Gautier L, Sauter E C, et al. A Screening Method by Gas Chromatography-Mass Spectrometry for the Quantification of 24 Aerosol Constituents from Heat-Not-Burn Tobacco Products [J]. Beitrage zur Tabakforschung International/Contributions to Tobacco Research, 2019, 28(7): 317-328.
- [51] 荆磊磊, 刘春波, 张凤梅, 等. 二维色谱分析技术及其在烟草行业中的应用 [J]. 江西农业学报, 2016, 28(04): 57-65.
JING Leilei, LIU Chunbo, ZHANG Fengmei, et al. Two-dimensional chromatography and its application in tobacco industry[J]. Acta Agriculturae Jiangxi, 2016, 28(04): 57-65.
- [52] 刘鸿, 陶立奇, 陆怡峰, 等. 加热烟草制品 (HTPs) 气溶胶成分的 MD-GC/MS 分析 [J]. 中国烟草学报, 2020, 26(03): 9-14.
LIU Hong, TAO Liqi, LU Yifeng, et al. Composition analysis of heated tobacco products (HTPs) aerosol by MDGC/MS. Acta Tabacaria Sinica, 2020, 26(3): 9-14.
- [53] 周慧明, 华青, 陶立奇, 等. 加热非燃烧状态下再造烟叶颗粒香味成分的释放行为 [J]. 烟草科技, 2019, 52(05): 67-76.
ZHOU Huiming, HUA Qing, TAO Liqi, et al. Release behaviors of aroma components from reconstituted tobacco particles under heat-not-burn condition[J]. Tobacco Science & Technology, 2019, 52(5): 67-76.
- [54] Schwanz T G, Nespeca M G, Cardoso D J, et al. GC×GC-TOFMS and chemometrics approach for comparative study of volatile compound release by tobacco heating system as a function of temperature [J]. Microchemical Journal, 2020, 159: 105578.
- [55] Kim Y H, An Y J. Development of a standardized new cigarette smoke generating (SNCSG) system for the assessment of chemicals in the smoke of new cigarette types (heat-not-burn (HNB) tobacco and electronic cigarettes (E-Cigs)) [J]. Environmental Research, 2020, 185:109413.
- [56] 赵德清, 邓永, 郭林青, 等. 酶电极法快速测定加热卷烟中的甘油含量 [J]. 中国烟草学报, 2020, 26 (6): 11-17.
ZHAO Deqing, DENG Yong, GUO Linqing, et al. Rapid determination of glycerol in HTP cigarette with enzyme electrode method. Acta Tabacaria Sinica, 2020, 26(6): 11-17.
- [57] Zhou S, Wang X, Ning M, et al. Quantitative evaluation of CO yields for the typical flue-cured tobacco under the heat-not-burn conditions using SSTF [J]. Thermochimica Acta, 2015, 608: 7-13.
- [58] Meehan-Atrsh J, Duell A K, Mcwhirter K J, et al. Free-Base Nicotine Is Nearly Absent in Aerosol from IQOS Heat-Not-Burn Devices, As Determined by (1)H NMR Spectroscopy [J]. Chemical Research in Toxicology, 2019, 32(6): 974-976.
- [59] Shein M, Jeschke G. Comparison of Free Radical Levels in the Aerosol from Conventional Cigarettes, Electronic Cigarettes, and Heat-Not-Burn Tobacco Products [J]. Chemical Research in Toxicology, 2019, 32(6): 1289-1298.
- [60] Bitzer Z T, Goel R, Trushin N, et al. Free Radical Production and Characterization of Heat-Not-Burn Cigarettes in Comparison to Conventional and Electronic Cigarettes [J]. Chemical Research in Toxicology, 2020, 33(7): 1882-1887.

Research progress on chemical composition analysis technology of aerosols of heated tobacco products

ZHANG Hu^{1,2}, DUAN Yuanxing², YANG Liu², SHEN Qinpeng²,

ZHAO Yang², ZHANG Junfeng¹, HUANG Yan^{1*}

1 Xiangtan University, Department of Environment and Resources, Xiangtan 411105, Hunan, China;

2 R&D Center of China Tobacco Yunnan Industrial Co., Ltd., NO.367 HongJin Road, Kunming 650231, China

Abstract: Heated cigarette aerosol is a suspended liquid droplet formed after tobacco material is heated at low temperature. Since there is no burning behavior, the physical and chemical properties of heated cigarette aerosols are quite different from those of traditional cigarette smoke. Therefore, the research method of traditional cigarette smoke cannot be directly used to heated cigarette aerosol. In view of this, this paper reviews the literatures on heated cigarette aerosol in recent years, summarizes the current commonly used puffing modes, collection methods and analysis and detection technologies of heated cigarette aerosol, in order to establish a more accurate and efficient detection and quality control technology system of heated cigarette aerosol.

Keywords: heated tobacco products; aerosol; puffing mode; collection method; detection technology