



加热丝材质和雾化温度对电子烟气溶胶 主要成分释放量的影响

段沅杏, 杨威, 朱东来, 杨柳, 李廷华, 陈永宽

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: 为探索加热丝材质和雾化温度对电子烟气溶胶主要成分释放量的影响。利用电子烟综合测试平台, 以组装了静态初始阻值相同的 Ti、Ni200 和 SS316 加热丝电子烟为研究对象, 考察在 180℃ -300℃ 雾化温度范围内电子烟气溶胶中烟碱、丙二醇、丙三醇的释放量变化。结果表明: 1) 三种加热丝动态实时阻值与工作温度呈现较强的正相关; 2) 同一雾化温度下, 静态初始阻值相同的 Ti、Ni200 和 SS316 加热丝雾化烟碱、丙二醇和丙三醇的效率, Ni200 最大, Ti 次之, SS316 最小; 3) 电子烟气溶胶中烟碱、丙二醇和丙三醇释放量均随三种加热丝雾化温度的上升呈现增加趋势, 烟碱释放量在 220 - 240 ℃ 之间快速增加, 之后增幅不大; 4) 随着雾化温度升高到 260 ℃, 丙二醇和丙三醇的相对释放量发生了十分明显的变化, 丙三醇的释放量高于丙二醇释放量。

关键词: 加热丝; 雾化温度; 气溶胶; 电子烟; 烟碱; 丙二醇; 丙三醇; 释放量

引用本文: 段沅杏, 杨威, 朱东来, 等. 加热丝材质和雾化温度对电子烟气溶胶主要成分释放量的影响 [J]. 中国烟草学报, 2018, 24 (3)

自 2004 年问世以来, 经过 10 多年的发展, 电子烟产品已颇具规模。与传统卷烟相比, 电子烟在使用过程中不燃烧烟丝, 有害成分远低于传统卷烟^[1-3]。随着国际控烟力度的加强, 电子烟作为一种“戒烟产品”或“吸烟替代品”在国内外市场的销量快速增加^[4]。电子烟产品形式呈现多元化、个性化发展趋势, 出现了一次性电子烟、注油式电子烟、续液式电子烟等新颖形式, 并不断增加新的附属功能。但总体上, 电子烟雾化器的核心构成基本保持不变, 通过加热元件对电子烟液进行加热雾化形成气溶胶, 气溶胶通过气流的载带作用进入人体口腔^[5]。

由于电子烟烟液在不同的雾化温度范围内会释放出不同品质的气溶胶, 如何在稳定安全的雾化环境下发挥出烟液最佳的口感一直是整个电子烟行业的研发课题。从国内外各大品牌厂商竞相推向市场的产品速率和电子烟玩家们持续不断的追捧热度可鉴“温控”无疑是目前最热的词眼^[6]。温控电子烟是利用某种金

属加热丝的阻值会随其工作温度变化而变化的特性实现在相对恒定的温度条件下雾化电子烟烟液, 以此达到最佳的口感体验。

目前市场主流的温控电子烟产品普遍支持钛、镍、不锈钢加热丝。不同的雾化温度及加热丝类型势必会对抽吸品质和感官体验产生直接影响。经过前期充分技术调研发现, 迄今为止国内外在探究加热丝和雾化温度对电子烟的气溶胶关键成分的影响方面尚缺乏系统的研究。本文旨在弥补前期研究存在的不足, 揭示不同雾化温度条件下, 静态初始阻值相同的钛、镍、不锈钢加热丝对电子烟气溶胶关键成分的影响, 为温控电子烟产品研发提供技术支撑和安全性评价提供参考。

1 材料与方法

1.1 仪器、试剂和材料

电子烟综合测试平台 (上海新型烟草研究所, 型

基金项目: 云南中烟项目“特色功效型电子烟烟油的开发和应用”[2016XY02]; 云南省青年基金项目“电子烟烟液关键成分递送规律研究”[2017FD046]

作者简介: 段沅杏 (1986—), 硕士, 助理研究员, 主要从事新型烟草研究, Email: 442677197@qq.com

通讯作者: 李廷华 (1986—), Email: tinghua_li@aliyun.com

收稿日期: 2017-09-27; **网络出版日期:** 2018-06-19

号 X500E); GC-FID (赛默飞世尔科技有限公司), HY-8 型振荡仪 (常州国华电器有限公司); Ø44 mm 剑桥滤片 (德国 Borgwaldt Technik 公司); 弹性石英毛细管色谱柱 DB-ALC1 (30 m×0.32 mm, 1.8 µm); 0.22µm 有机相滤膜 (上海讯同有限公司); 烟碱 (≥ 99%, 加拿大 TRC 公司); 丙二醇 (> 99.8%, 北京百灵威公司); 丙三醇 (> 99%, 天津致远化学试剂有限公司); 2- 甲基喹啉标准品 (纯度 > 99%, 加拿大 TRC 公司); 1,3- 丁二醇标准品 (纯度 > 99.5%, 加拿大 TRC 公司); 异丙醇 (色谱纯, 美国 Fisher 公司)。

自制续液式温控电子烟 (结构见图 1): 支持钛 (Ti)、镍 200 (Ni200) 和不锈钢 316 (SS316) 加热丝, 通过调节键设定电子烟的雾化温度, 按抽烟键时依据设定的雾化温度, 显示屏左上角显示加热丝类型, 左下角显示实时动态电阻, 中间区域显示输出的实际温度, 右上方为电池电量, 右下方为抽烟时间, 界面显示如图 (); 加热丝: Ti、Ni200 和 SS316 加热丝在常温下静态初始阻值均为 0.4 Ω (通过改变三种加热丝的线圈长度来实现阻值的一致, 加热丝线圈长度 $L_{Ni200} > L_{Ti} > L_{SS316}$); 电子烟烟液样品: 自主研发的电子烟烟液, 烟碱含量为 10mg/g, 丙二醇与丙三醇质量比为 35 : 45。

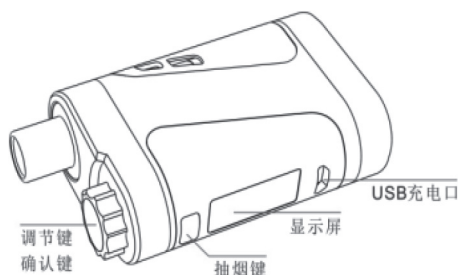


图 1 续液式温控电子烟结构示意图

Fig.1 Structure diagram of liquid refill temperature control e-cigarette

1.2 方法

1.2.1 气溶胶粒相物的捕集

采用电子烟综合测试平台按照 CORESTA 工作小组推荐的电子烟抽吸方法^[7]对电子烟进行抽吸, 采用 Ø44 mm 剑桥滤片捕集气溶胶粒相物 (每抽吸 10 口捕集于 1 个滤片, 抽吸总口数 30 口)。

1.2.2 气溶胶粒相物的分析

参考蔡君兰等^[8]报道的方法对气溶胶中烟碱、1,2- 丙二醇和丙三醇进行定量分析, 即将捕集有气溶胶粒相物的剑桥滤片, 置于 50mL 三角烧瓶中, 加入

10mL 含内标的异丙醇溶液 (溶液中内标物 1,3- 丁二醇的浓度为 1.0 mg/mL, 2- 甲基喹啉的浓度为 0.2mg/mL), 振荡萃取 20min, 取 1 mL 萃取液过滤, 进行 GC-FID 进行分析。配制的烟碱标准工作溶液的质量浓度范围 0.01~1.00 mg/mL, 1,2- 丙二醇和丙三醇标准工作溶液的质量浓度范围 0.04~5.00 mg/mL。

2 结果与讨论

2.1 烟液测试样品的选取

对国内外市售的各品牌电子烟液样品进行调研, 发现大多数样品采用的溶剂是丙二醇和丙三醇的混合溶液, 烟碱含量范围为 0 mg/g~18 mg/g。不同的样品通过调节三者的比例来实现电子烟烟液在甜度、击喉感和烟雾量方面的平衡, 故丙二醇和丙三醇二者比例存在很大的差异性, 多数样品的丙三醇含量略高于丙二醇。通过感官评价发现当丙二醇与丙三醇质量比为 35 : 45 时, 抽吸体验比较好。综合考虑市场调研和电子烟感官评价, 采用自主研发的电子烟烟液样品 (烟碱含量为 10 mg/g, 丙二醇与丙三醇质量比为 35 : 45) 作为测试样品来探索加热丝和雾化温度对气溶胶关键成分的影响。

2.2 不同雾化温度下加热丝阻值的变化

在组装了静态初始阻值均为 0.4 Ω 的 Ti、Ni200 和 SS316 加热丝雾化器的自制续液式温控电子烟储液腔中分别准确注入 2 mL 电子烟烟液, 考察设定雾化温度值为 180、200、220、240、260、280、300 °C 抽吸电子烟时的动态阻值, 见图 2。三种加热丝的动态实时阻值监测结果表明: 同一雾化温度下, Ni200 的阻值最大, Ti 次之, SS316 最小, $R_{Ni200} > R_{Ti} > R_{SS316}$ 。将三种加热丝动态实时阻值与工作温度线性拟合发现都呈现较强的正相关, 见表 1。当加热丝温

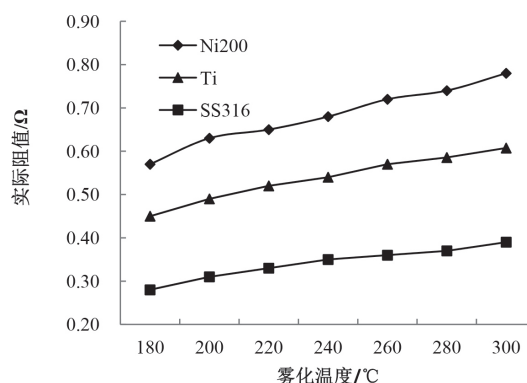


图 2 加热丝阻值变化与雾化温度的关系

Fig.2 Relationship between heating coil resistance and atomization temperature

度升高时,金属内部的自由电子运动随雾化温度加剧,使加热丝的电阻随温度而呈线性变化,而电阻与发热丝电阻温度系数存在一定的正相关性,电阻温度系数

Ni200 (6×10^{-3}) 最大, Ti 电阻温度系数 (3.66×10^{-3}) 次之, SS316 电阻温度系数 (0.88×10^{-3}) 最小, 故导致同一雾化温度下动态阻值 $R_{Ni200} > R_{Ti} > R_{SS316}$ 。

表 1 加热丝阻值变化与雾化温度的线性拟合

Tab.1 Linear fitting between heating coil resistance change and atomization temperature

雾化加热丝材料	线性关系	相关系数 (r)
Ti	$R_{Ti}=0.0255T(^{\circ}C)+0.4357$	0.9835
Ni200	$R_{Ni200}=0.0329T(^{\circ}C)+0.55$	0.9851
SS316	$R_{SS316}=0.0171T(^{\circ}C)+0.2729$	0.9697

2.3 不同加热丝和雾化温度下气溶胶关键成分释放量比较研究

按照 CORESTA 推荐的抽吸方法抽吸组装了静态初始阻值均为 $0.4\ \Omega$ Ti、Ni200 和 SS316 雾化器加热丝的电子烟, 考察三种加热丝在雾化温度为 180、200、220、240、260、280、300 $^{\circ}C$ 下电子烟气溶胶关键成分释放量, 见图 3, 4, 5。由图可以看出: 1) 同一雾化温度下, 静态初始阻值相同的 Ti、Ni200 和 SS316 加热丝雾化烟碱、丙二醇和丙三醇的效率, Ni200 最大, Ti 次之, SS316 最小; 2) 电子烟气溶胶中烟碱、丙二醇和丙三醇释放量均随三种加热丝雾化温度的上升呈现增加趋势, 烟碱释放量在 220~240 $^{\circ}C$ 温度范围内快速增加, 之后增幅不大。

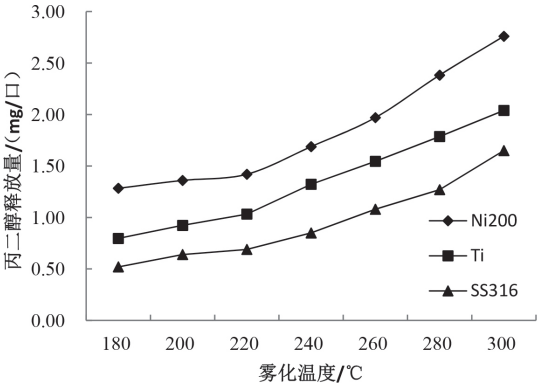


图 4 相等阻值的不同加热丝和雾化温度对丙二醇释放量的影响

Fig.4 Influence of heating coils with identical resistance and atomization temperature on the yield of propylene glycol

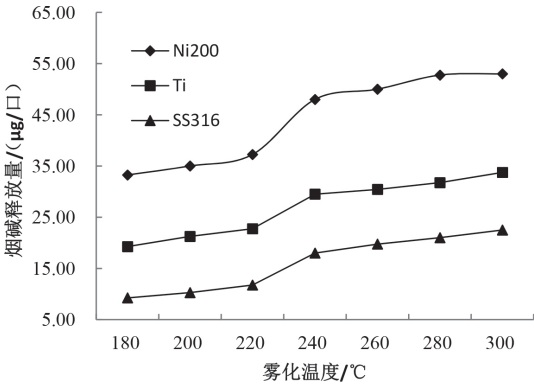


图 3 相等阻值的不同加热丝和雾化温度对烟碱释放量的影响

Fig.3 Influence of heating coils with identical resistance and atomization temperature on the yield of nicotine

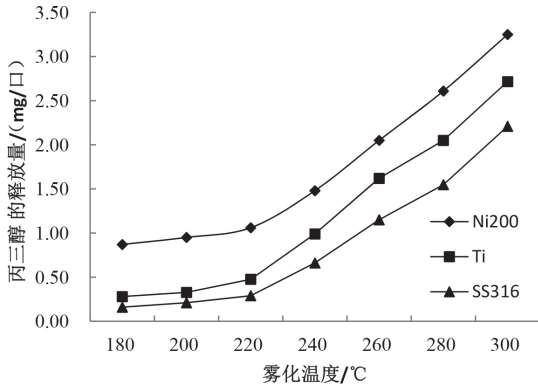


图 5 相等阻值的不同加热丝和雾化温度对丙三醇释放量的影响

Fig.5 Influence of heating coils with identical resistance and atomization temperature on the yield of glycerin

在同一雾化温度下,采用 Ni200 加热丝,电子烟气溶胶的烟碱、丙二醇和丙三醇释放量比 Ti 加热丝和 SS316 加热丝大。这主要与加热丝材质本身有关。为使三种加热丝静态初始阻值相同,需改变加热丝线圈的接触面积来改变电阻(根据公式 $\rho=R \cdot S/L$ (R 电阻、 S 截面积、 L 长度、 ρ 电阻率)),而三种雾化器加热丝的电阻率 $\rho_{Ni200} < \rho_{Ti} < \rho_{SS316}$,故同温下随着加热丝线圈长度增大($L_{Ni200} > L_{Ti} > L_{SS316}$),烟碱、丙二醇和丙三醇释放量也随之增大。

三种加热丝在雾化温度小于 220 °C 时,气溶胶中的烟碱、丙二醇、丙三醇变化不大,这可能是由于三种成分的沸点分别为 247 °C、188 °C、290 °C,低于沸点难以雾化变成气态的缘故。

2.4 同一加热丝不同雾化温度下气溶胶中丙二醇、丙三醇变化规律

对同一种加热丝在雾化温度为 180、200、220、240、260、280、300 °C 下丙二醇和丙三醇释放量进行研究,见图 6, 7, 8。由图可知:三种加热丝随着雾化温度升高,丙二醇释放量高于丙三醇释放量,当温度达到 260 °C 后,烟液溶剂中丙二醇和丙三醇的相对释放量发生了十分明显的变化,丙三醇的释放量高于丙二醇释放量,这可能是因为电子烟烟液中单位质量中丙二醇含量低于丙三醇的缘故。

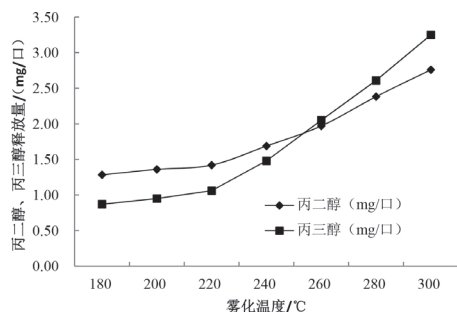


图 6 Ni200 加热丝在不同雾化温度下丙二醇和丙三醇的释放量

Fig.6 Influence of Ni200 heating coil on the yields of propylene glycol and glycerin under different atomization temperatures

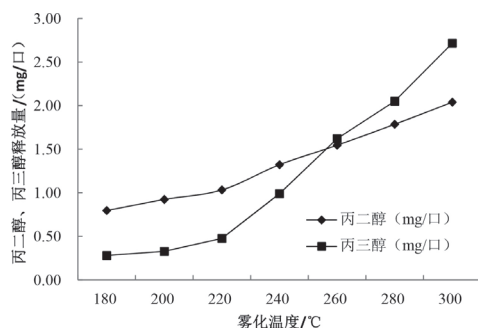


图 7 Ti 加热丝在不同雾化温度下丙二醇和丙三醇的释放量

Fig.7 Influence of Ti heating coil on the yields of propylene glycol and glycerin under different atomization temperatures

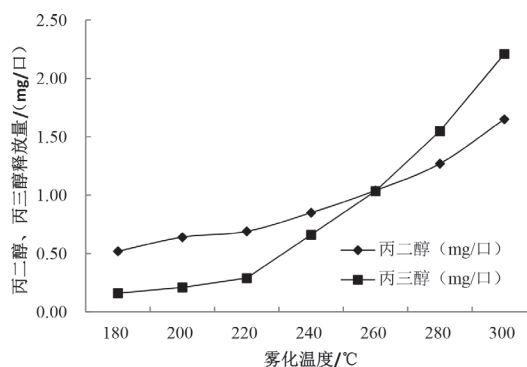


图 8 SS316 加热丝在不同雾化温度下丙二醇和丙三醇的释放量

Fig.8 Influence of SS316 heating coil on the yields of propylene glycol and glycerin under different atomization temperatures

3 结论

本文通过电子烟综合测试平台探索了电子烟液在不同加热丝和雾化温度下电子烟气溶胶关键成分释放量的影响。研究表明:三种加热丝动态实时阻值与工作温度呈现较强的正相关;同一雾化温度下,采用 Ni200 作为加热丝,电子烟气溶胶的烟碱、丙二醇和丙三醇释放量是最大的;烟碱在雾化温度为 220 - 240 °C 之间释放量速度最快;当雾化温度升高到 260 °C,丙三醇相对释放量高于丙二醇。

通过本研究,我们不难发现在不同的加热丝和不同的雾化温度范围内电子烟烟液会释放出不同口感的气溶胶。电子烟烟液配方是影响抽吸品质和感官体验核心,“温控”则是必要保障。在温控电子烟产品设计时可根据个人的对烟雾量和口感的需求来选择加热丝材料和控制雾化温度范围,以达到最佳的个人体验。综合考虑这些因素对温控电子烟产品设计具有一定的指导意义。

参考文献

- [1] Burstyn I. Peering through the mist: systematic review of what the chemistry of contaminants in electronic cigarettes tells us about health risks[J]. BMC Public Health, 2014,14:18.
- [2] Goniewicz M L, Knysak J, Gawron M, et al. Levels of selected carcinogens and toxicants in vapor from electronic cigarettes[J/OL]. Tobacco Control, 2013. <http://dx.doi.org/10.1136/tobaccocontrol-2012-050859>.
- [3] Cressey D. Regulation stacks up for e-cigarettes: devices may be the 'healthy' future of smoking--or a menace[J]. Nature, 2013, 501(7468): 473-474.
- [4] 李保江. 全球电子烟市场发展、主要争议及政府管制[J]. 中国烟草学报, 2014, 20(4): 101-107.
LI Baojiang. A global perspective on electronic cigarette's future development and related controversial and regulatory issues[J]. ACTA TABACARIA SINICA, 2014, 20(4): 101-107.

- [5] Rachel G, Neal B, Stanton A G. Background paper on e-cigarettes(Electronic nicotine delivery systems)[M]. San Francisco: Center for tobacco control research and education university of California, 2013:6.
- [6] 蒸汽多. 解读温控真正的含义 电子烟口感的未来 .<http://1vp.me/6304.html>.
- [7] Coresta Recommended Method No 81.Routine analytical machine for e-cigarette aerosol generation and collection-definitions and standard conditions. https://www.coresta.org/sites/default/files/technical_documents/main/CRM_81.pdf.
- [8] 蔡君兰, 陈黎, 彭斌, 等. 气相色谱法同时测定电子烟烟液中的烟碱, 1, 2- 丙二醇和丙三醇 [J]. 中国烟草学报, 2016, 22(5): 1-9. CAI Junlan, CHEN Li, PENG Bin, et al. Simultaneous determination of nicotine, 1,2-propylene glycol and glycerol in e-liquids with gas chromatography method[J]. ACTA TABACARIA SINICA, 2016, 22(5): 1-9.

Effects of material of heating wire and vaporization temperature on main components in e-cigarette aerosol

DUAN Yuanxing, YANG Wei, ZHU Donglai, YANG Liu, LI Tinghua*, CHEN Yongkuan
R&D Center, China Tobacco Yunnan Industrial Co., Ltd., Kunming 650231, China

Abstract: An electronic cigarette comprehensive test platform was used to study effects of heating wire made with different materials, i.e. Ti, Ni200 and SS316L, and vaporization temperatures, ranging from 180°C to 300°C, on release of nicotine, propylene glycol and glycerin in e-cigarette. Results showed that: 1) The dynamic real-time resistance of these three heating wire materials was positively correlated with vaporization temperature. 2) Under same temperature condition and static initial resistance, e-cigarette with Ni200 heating wire delivered maximum nicotine, propylene glycol and propylene glycol, followed by e-cigarette with Ti heating coil and SS316 heating coil. 3) Yields of nicotine, propylene glycol, glycerin were positively proportional to temperature. Yield of nicotine increased rapidly at 220-240 °C, and then slowed down with further increase of temperature. 4) As temperature increased to 260°C, yields of propylene glycol and glycerin were significantly changed, while yield of glycerin was higher than propylene glycol.

Keywords: heating wire; vaporization temperature; aerosol; e-cigarette; nicotine; propylene glycol; propylene glycol; release amount

Citation: DUAN Yuanxing, YANG Wei, ZHU Donglai, et al. Effects of material of heating wire and vaporization temperature on main components in e-cigarette aerosol [J]. Acta Tabacaria Sinica, 2018,24(3)

*Corresponding author. Email: tinghua_li@aliyun.com