

烟草与烟气化学

任举, 谢焰, 张锁慧, 等. 加热模式对薄荷型加热卷烟中主要成分的转移率及逐口释放行为的影响[J]. 中国烟草学报, 2022, 28(6). REN Ju, XIE Yan, Zhang Suohui, et al. Effects of heating mode on the transfer rate and puff-by-puff release of main components in mentholated heated tobacco products[J]. Acta Tabacaria Sinica, 2022, 28(6). doi:10.16472/j.chinatobacco. 2021.T0191

加热模式对薄荷型加热卷烟中主要成分的转移率及逐口释放行为的影响

任举¹, 谢焰¹, 张锁慧¹, 刘鸿², 卢乐华¹, 郑赛晶¹, 高峰涵^{1*}

1 上海新型烟草制品研究院, 上海市浦东科技园区秀浦路 3733 号 201315;

2 上海烟草集团有限责任公司技术中心, 上海市长阳路 717 号 200082

摘 要:【目的】考察不同加热模式下薄荷型加热卷烟烟气中主要成分释放量及转移率变化情况。【方法】以 3 种不同加热模式的烟具 HTP1 (内芯刀片加热)、HTP2 (外围加热)、HTP3、HTP4、HTP5 (内芯针式加热) 和 10 款对应的薄荷型加热卷烟为研究对象, 分析烟支中薄荷醇、烟碱和甘油的含量分布和在加拿大深度抽吸 (HCI) 模式下烟气中薄荷醇、烟碱和甘油的转移率和逐口释放量变化。【结果】①薄荷醇转移率与烟具加热温度、加热模式及烟支中薄荷醇添加位置等因素有关, 内芯刀片式加热卷烟、外围加热卷烟、内芯针式加热卷烟的薄荷醇转移率分别为 27.45%~30.27%、15.81%~17.48%和 13.39%~26.36%, 内芯刀片加热卷烟的薄荷醇转移率高于其他样品。②内芯刀片式加热卷烟薄荷醇逐口释放量均呈先上升后稳定再下降的趋势, 不同薄荷强度口味样品中薄荷醇释放量有较明显差异; 外围加热卷烟薄荷醇逐口释放量均呈先上升后快速下降的趋势, 内芯针式加热卷烟薄荷醇释放量则是先上升后缓慢下降。③内芯刀片加热卷烟的烟碱和甘油转移率高于其他样品。④内芯刀片加热方式结合有序排列薄片的组合, 其烟气中薄荷醇、烟碱和甘油的逐口释放量更平稳。

关键词: 薄荷型加热卷烟; 薄荷醇; 转移率; 逐口释放

薄荷醇是一种被广泛使用的卷烟香味添加剂, 可以降低卷烟抽吸时的刺激性和粗糙感, 对卷烟的风味和感官特性有重要影响^[1-3]。自 2009 年美国 FDA 的烟草控制法案禁止卷烟添加薄荷醇以外的其他香精以来, 薄荷型烟草制品在美国年轻吸烟者中越来越流行^[4], 年轻吸烟者相比中老年吸烟者对薄荷味烟草制品的接受度也更高^[5-6]。为迎合年轻吸烟者对薄荷型加热卷烟的需求, 一些烟草公司通过在滤棒中添加爆珠方式推出酸奶薄荷、柠檬薄荷和草莓薄荷等口味的加热卷烟^[7-9]。

薄荷型加热卷烟的独特香味主要来源于薄荷醇, 由于薄荷醇具有较强挥发性, 它不仅在生产过程中向环境挥发, 储存过程中会在薄片、聚乳酸膜和滤棒间

转移, 烟支加热抽吸过程中会向烟气中转移^[10-11]。由于加热卷烟烟支结构和工作方式与传统卷烟不同, 影响加热卷烟中薄荷醇转移率的因素除烟支发烟段中薄荷醇添加方式和烟具的加热方式外, 还有实验所选用的抽吸模式。菲莫国际 Guy Jaccard 等^[12]采用 HCI 抽吸模式^[13], 即 ISO 深度抽吸模式^[14]考察了 THS2.2 烟草加热系统中薄荷醇的转移率, 烟支中薄荷醇含量为 12.8 mg/cig, 烟气中薄荷醇的转移率为 17%, 与烟碱的转移率相近。菲莫国际的研究聚焦于传统卷烟与加热卷烟中薄荷醇转移率对比, 实验仅选取一款菲莫公司的薄荷型加热卷烟产品, 代表性不足。王紫燕等^[15]使用 HCI 抽吸模式收集传统卷烟和加热卷烟的烟气, 比较传统卷烟和加热卷烟中 9 种凉味剂由发烟段向烟

基金项目: 加热不燃烧卷烟烟气稳定性调控技术研究 (110201901001 (XX-01))

作者简介: 任举 (1982—), 硕士研究生, 工程师, 分析化学, Tel: 021-61661858, Email: renj@sh.tobacco.com.cn

通讯作者: 高峰涵 (1984—), Tel: 021-61661835, Email: gaoyh@sh.tobacco.com.cn

收稿日期: 2021-10-25; 网络出版时间: 2022-08-24

气的转移率,发现对于加热卷烟,凉味剂的转移率随添加量的减少呈递增趋势,但并未分析加热卷烟的加热烟具类型、加热温度、凉味剂的添加方式对其转移率的影响。张丽等^[16]使用两种加热模式的烟具研究不同加热卷烟烟草材料、气溶胶及滤嘴中 1,2-丙二醇、甘油、烟碱及部分香味成分的含量及转移情况,发现不同加热卷烟中各物质转移率的差异较大。目前未见不同加热模式对薄荷醇转移率和逐口释放规律影响的相关研究。在加热卷烟抽吸模式选择上,英美烟草公司 Krishna Prasad 等^[17]对日本用户抽吸行为学研究表明, HCI 抽吸模式适用于加热卷烟产品。ISO 20778—2018 中规定了卷烟的深度抽吸方法,即抽吸间隔 30 s,抽吸时长 2 s,抽吸容量 55 mL,抽吸曲线为钟形曲线^[18]。目前加热型烟草制品的加热时间为 3~4 min,相对而言, HCI 抽吸模式下所捕集的烟气更能客观反映加热烟草产品的实际含量水平。现有研究也显示国

内外加热型卷烟制品研究及测试普遍采用深度抽吸的抽吸参数^[19-20]。

为考察不同加热模式烟具对薄荷型加热卷烟主要成分的转移率和逐口释放规律的影响,本文选取 5 款不同加热模式的加热烟具和其各自对应的薄荷型烟支进行对比,分析加热卷烟烟支各段薄荷醇、烟碱和甘油的含量分布,并在 HCI 抽吸模式下对比不同加热模式下各物质的转移率及逐口释放行为,为薄荷型加热烟支的设计研发提供参考。

1 材料与方法

1.1 仪器、试剂与材料

材料:选取 5 种加热烟具 HTP1~HTP5,配套烟支均为薄荷型加热卷烟,其中 HTP1~HTP3 为国外市售产品,HTP4、HTP5 为国内烟草公司试制品,详细信息见表 1。

表 1 5 款加热烟具及配套烟支信息

Tab.1 Specific information about 5 kinds of heating devices and its heatsticks

烟具名称	烟具加热模式	配套烟支	烟支描述	发烟段填充物	滤棒段
HTP1	内芯刀片加热	绿色薄荷 (Menthol)、浅绿淡薄荷 (Mint)、紫葡萄薄荷 (Purple Menthol)	短支	有序排列烟草薄片	空心醋酸纤维滤棒段、排列聚乳酸膜段和实心醋酸纤维滤棒段 ^[21]
HTP2	外围分段加热	Dark Fresh、Intensely Fresh、Spark Fresh	细长支	烟草薄片烟丝	高克重卡纸卷成的空心段、实心醋酸纤维滤棒段 ^[22]
HTP3	内芯针式加热	Change 爆珠型电加热卷烟	短支	有序排列烟草薄片	空心醋酸纤维滤棒段、爆珠加香滤棒段和实心醋酸纤维滤棒段
HTP4	内芯针式加热	电加热卷烟 A	短支	烟草薄片	醋酸纤维空腔滤棒支撑段、醋酸纤维空腔滤棒降温段和醋酸纤维滤棒段
HTP5	内芯针式加热	电加热卷烟 B、C	短支	有序排列烟草薄片	纸管支撑段、相变材料降温段和醋酸纤维滤棒段

仪器:美国 Agilent 公司 7890B 气相色谱仪配备 FID 和 TCD 检测器,分析天平:Mettler-Toledo XPE205,瑞士,感量 0.1 mg。Puffman X500E 转盘式电子烟吸烟机。MILLI-QINTEGRAL 3 超纯水系统。横河 MX100 温度数据采集仪、OMEGA J 型细丝热电偶。

试剂:烟碱:纯度大于 99%,甘油:纯度不低于 99.5%,Dr. Ehrenstorfer;薄荷醇:纯度大于 99%,TCI;1,4-丁二醇:纯度 99%,Sigma-Aldrich;水:实验室一级水,25℃时最低电阻系数为 18.2 MΩ·cm;甲醇:纯度 99%,正己烷、异丙醇:最大水含量为 1.0 mg/mL,RCI Labscan;正十七烷:纯度 99%,Alfa Aesar;氢氧化钠:ACS 级,J&K。

1.2 实验方法和条件

1.2.1 加热卷烟原料中薄荷醇、烟碱和甘油测定

实验开始前,薄荷型加热卷烟样品每个随机取 6 支烟支,分成 2 组,将烟支剥开、爆珠捏爆、滤棒剪碎后,分别称重取样。

烟支原料甘油和薄荷醇测定^[23-25]:称取 1.00 g 样品加入 50 mL 离心管中,加入 25 mL 甲醇萃取液(含 1.50 mg/mL 的 1,4-丁二醇内标)。振荡 2 h 后将萃取液静置 10~15 min,取萃取液过 0.45 μm 有机滤膜,上机测试。甘油标准工作曲线浓度范围为 0.05~2 mg/mL。薄荷醇标准工作曲线浓度范围为 0.005~1 mg/mL。仪器条件:色谱柱:DB-35, 30 m×0.25 mm×0.25 μm;进样口温度为 250℃;升温程序:90℃,

保持 1 min，以 10℃/min 升温至 150℃，保持 3 min，以 30℃/min 升温至 220℃，保持 5 min；检测器：FID，温度：275℃，氢气流量 30 mL/min，空气流量 400 mL/min；载气为氦气（纯度≥99.999%），流速 1.0 mL/min；进样方式：分流，分流比：100:1；进样量：2 μL。

烟支原料烟碱测定为 CORESTA No.62（正己烷）方法，烟碱标准工作曲线浓度范围为 0.225～1.8 mg/mL。

1.2.2 加热卷烟烟气中薄荷醇、烟碱和甘油测定

实验分别考察了加热卷烟烟气中薄荷醇、烟碱和甘油的整支和逐口释放量，按照 HCI 抽吸模式进行抽吸，即抽吸容量 55 mL、抽吸间隔 30 s、抽吸时长 2 s，并用 Φ44 mm 剑桥滤片捕集。加热卷烟整支烟气释放量测定时每组捕集 3 支加热烟支，捕集在一张滤片上，每个样品捕集 3 组。逐口烟气释放量每组捕集 10 支加热烟支，逐口捕集，每张滤片捕集 10 口。

将捕集完的滤片加入 20 mL 异丙醇萃取液（含 1.00 mg/mL 的正十七烷内标），于振荡器上振荡 30 min，静置后取上清液上机测试。甘油的标准曲线浓度范围为 0.05～2 mg/mL，烟碱浓度范围为 0.005～2 mg/mL，薄荷醇浓度范围为 0.005～2 mg/mL。仪器条件：色谱柱：DB-ALC1，30 m×0.32 mm×1.8 μm；进样口温度：250℃；柱温参数：90℃，保持 1 min，以 15℃/min 升温至 120℃，保持 0 min，以 40℃/min 升温至 280℃，保持 2 min；检测器：FID，温度：275℃；载气：氦气（纯度≥99.999%），流速 3.0 mL/min；进

样方式：分流，分流比：25:1；进样量：1 μL。

1.2.3 加热卷烟烟具加热温度的测定

连接热电偶至温度数据采集仪，设置记录的采样频率，选择对应的热电偶规格，设置显示温度的范围，设置完成后，将热电偶探头布在烟具加热体表面，开始采集测温数据，记录烟具稳定工作阶段的加热温度。

1.2.4 转移率的计算

基于加热卷烟烟支与烟气中各物质的测定结果，采用公式（1）计算烟气中各物质的转移率。

$$Y = \frac{C_1}{C_2 + C_3} \times 100 \tag{1}$$

式中 Y：加热卷烟烟气中各物质的转移率，%；
C₁：加热卷烟烟气中各物质释放量，mg/cig；C₂：加热卷烟烟支发烟段中各物质含量，mg/cig；C₃：加热卷烟烟支滤棒段中各物质含量，mg/cig。

2 结果与讨论

2.1 方法验证

2.1.1 薄荷醇、烟碱和甘油的测定工作曲线、检出限和定量限

将系列标准工作溶液进气相色谱分析，采用内标法制定标准工作曲线。以各目标物的峰面积与内标的峰面积之比与各目标物浓度与内标浓度之比进行线性回归分析，得到各个目标化合物标准工作曲线及相关系数，并将最小浓度的标准溶液进样 10 次，计算测定结果的标准偏差，分别以标准偏差的 3 倍和 10 倍确定检测限和定量限，结果见表 2。

表 2 薄荷醇、烟碱和甘油的校正曲线相关参数
Tab.2 Calibration curve related parameters of menthol, nicotine and glycerol

样品基质	化合物	线性范围/（mg/mL）	回归方程	可决系数 R ²	检测限 LOD/ （烟气：mg/cig 原料 及滤棒：mg/g）	定量限 LOQ/ （烟气：mg/cig 原料 及滤棒：mg/g）
烟气	薄荷醇	0.005～2	Y=0.8398x+0.000608	0.9999	0.0013	0.0042
	烟碱	0.005～2	Y=0.7409x+0.000463	0.9999	0.0049	0.016
	甘油	0.05～2	Y=0.2728x-0.00409	0.9999	0.015	0.049
原料及滤棒	薄荷醇	0.005～2	Y=1.3056x+0.000133	0.9998	0.0022	0.0074
	甘油	0.05～2	Y=0.4668x-0.00206	0.9994	0.065	0.22
	烟碱	0.225～1.8	Y=0.00144x-0.00972	0.9999	0.15	0.49

2.1.2 回收率和精密度

将样品按照 1.2 试验方法进行处理和检测，连续测定 3 d，每天测定 6 平行，以考察方法的精密度。表 3

结果显示，日内精密度和日间精密度均小于 10%，说明方法的精密度和稳定性较好。

表 3 薄荷醇、烟碱和甘油测定结果的日内精密度和日间精密度
Tab.3 Intra and inter-day precision of analytical results of menthol, nicotine and glycerol (n=6)

样品基质	化合物	精密度/%	
		日内 (n=6)	日间 (n=3)
烟气	薄荷醇	3.4	5.8
	甘油	4.2	7.1
	烟碱	3.1	5.4
原料	薄荷醇	1.3	4.5
	甘油	2.6	5.8
	烟碱	1.7	5.0
滤棒	薄荷醇	1.4	3.7
	甘油	0.8	4.4
	烟碱	1.1	3.9

按照加热卷烟烟气中薄荷醇、甘油和烟碱的测定方法,及烟草原料中薄荷醇、甘油、烟碱的测定方法,分别对样品添加低、中、高 3 水平的薄荷醇、甘油、烟碱的标准溶液,3 水平加标量分别约为实测样品含

量的 0.5 倍、0.8 倍和 1.2 倍,每个水平测定 6 平行,对加标后的样品进行前处理和气相色谱分析,计算加标回收率及精密度。结果如表 4 所示。

表 4 薄荷醇、烟碱和甘油的加标回收率及精密度 (n=6)
Tab.4 Recovery and precision of menthol, nicotine and glycerol (n=6)

样品 基质	化合物	样品含量/(烟气: mg/cig 原料及滤 棒: mg/g)	添加量/(烟气: mg/cig 原料及滤棒: mg/g)			计算值/(烟气: mg/cig 原料及滤棒: mg/g)			回收率/%			精密度/%		
			低	中	高	低	中	高	低	中	高	低	中	高
烟气	薄荷醇	0.99	0.51	0.81	1.22	1.48	1.76	2.17	96.1	95.3	96.1	1.8	2.5	3.1
	甘油	3.87	2.03	3.25	4.88	6.01	7.23	8.79	105.5	103.3	99.9	7.7	5.1	1.2
	烟碱	1.04	0.53	0.80	1.20	1.58	1.84	2.27	99.8	99.8	101.3	5.7	2.6	3.3
原料	薄荷醇	3.32	1.82	2.61	5.21	5.08	5.89	8.36	97.1	96.3	95.4	1.8	2.2	2.2
	甘油	15.47	6.04	10.06	20.13	21.28	25.01	34.78	99.0	101.6	99.6	1.7	1.4	2.2
	烟碱	3.01	1.95	2.49	3.85	4.96	5.43	6.86	97.3	97.8	96.4	1.6	1.8	2.1
滤棒	薄荷醇	9.31	5.21	7.73	10.43	14.81	16.78	20.45	96.9	96.8	94.5	1.2	1.0	1.2
	甘油	2.09	1.15	1.68	2.52	3.21	3.81	4.64	97.7	101.8	103.8	1.5	1.8	0.9
	烟碱	-	4.04	7.27	11.31	4.17	6.96	10.90	103.2	95.7	96.4	1.8	1.0	1.2

2.2 加热卷烟烟支中薄荷醇、烟碱和甘油含量分布

加热卷烟结构可分为填充烟草薄片或烟丝的发烟段和用于支撑、降温和过滤的滤棒段。5 款烟具配套烟支的详细信息见表 1。

实验分别检测样品烟支发烟段和滤棒段薄荷醇、烟碱和甘油含量。由表 5 可知,各烟支中甘油和烟碱主要存在发烟段,但薄荷醇在发烟段滤棒段均有分布。不同加热卷烟的烟支结构不同,薄荷醇添加量和添加位置也有差异。其中 HTP1、HTP2、HTP4 和 HTP5 配套烟支的薄荷醇在发烟段和滤棒段中均有分布,

HTP3 配套爆珠型烟支的薄荷醇仅存在于滤棒段爆珠;HTP1、HTP4 配套烟支滤棒段中薄荷醇含量稍高于发烟段薄荷醇含量;HTP2 配套 3 款烟支滤棒段薄荷醇含量稍低于其发烟段薄荷醇含量;HTP5 配套的烟支 B 薄荷醇滤棒段中含量与其发烟段中薄荷醇含量相当,烟支 C 滤棒段薄荷醇含量高于其发烟段薄荷醇含量。总体上,与 HTP1 配套的 Menthol 和 Purple Menthol 口味烟支中薄荷醇含量较高,与 HTP2 配套的 Intensely Fresh 烟支次之,与 HTP3 配套烟支中薄荷醇含量较低,与 HTP4、HTP5 配套的 3 种烟支中薄荷醇含量最低。

表 5 加热烟支中薄荷醇、烟碱和甘油含量分布
Tab.5 Distribution of menthol, nicotine and glycerol in heatsticks

样品名称	发烟段/（mg/cig）			滤棒段/（mg/cig）			烟支总量/（mg/cig）		
	甘油	烟碱	薄荷醇	甘油	烟碱	薄荷醇	甘油	烟碱	薄荷醇
Mint	40.53	4.76	2.42	2.68	-	3.56	43.21	4.76	5.98
Menthol	44.10	5.47	4.74	2.59	-	5.85	46.69	5.47	10.59
Purple Menthol	41.69	4.56	4.57	2.42	-	5.01	44.11	4.56	9.58
Dark Fresh	31.66	2.00	3.78	2.60	-	2.42	34.26	2.00	6.20
Intensely Fresh	31.88	1.99	4.18	2.52	-	2.48	34.40	1.99	6.66
Spark Fresh	31.40	2.06	3.31	2.48	-	2.24	33.88	2.06	5.55
Change 爆珠型	52.45	4.08	0.00	4.87	-	4.39	57.32	4.08	4.39
国产 A	65.74	3.00	0.30	0.35	-	1.07	66.09	3.00	1.37
国产 B	65.55	2.94	0.44	0.59	-	0.40	66.14	2.94	0.84
国产 C	65.32	3.10	0.47	0.58	-	0.65	65.90	3.10	1.12

2.3 不同加热模式下加热卷烟烟气中薄荷醇、烟碱和甘油的转移率

加热烟具加热模式和稳定工作阶段加热温度（以下简称加热温度）不同，会直接影响发烟段烟丝或薄片受热区域和受热温度，从而影响烟气中薄荷醇、烟碱和甘油的释放量。本研究选取 3 种不同加热模式的烟具，在 HCI 抽吸模式下对比各自烟气中薄荷醇、烟碱和甘油的转移率。各烟具信息见表 6。

表 6 5 款加热烟具信息
Tab.6 Specific information about 5 kinds of e-HTP devices

烟具	加热模式	加热温度/℃	抽吸口数/（口/支）
HTP1	内芯刀片加热	350 ^[22]	12
HTP2	外围加热	240±5 ^[25]	9
HTP3	内芯针式加热	350	10
HTP4	内芯针式加热	320	8
HTP5	内芯针式加热	350	8

各加热卷烟样品薄荷醇、烟碱、甘油在烟支和烟气中的含量及转移率见表 7。可知，HTP1 电加热卷烟的薄荷醇、烟碱和甘油转移率均高于其他 4 款加热卷烟。各加热卷烟的薄荷醇转移率 HTP1 最高、HTP5 次之、HTP2 和 HTP3 相当、HTP4 最低。同一加热烟具对应的匹配烟支之间薄荷醇、烟碱和甘油转移率无较大差异。

（1）烟具加热温度是影响薄荷醇、烟碱和甘油转移率的重要因素。相同加热模式下甘油的转移率与烟具加热温度正相关。HTP3、HTP5 的加热温度为 350℃，

HTP4 的加热温度为 320℃，HTP3 和 HTP5 烟具对应样品的甘油转移率高于 HTP4。而 HTP4 的烟碱转移率与 HTP5 的一款烟支烟碱转移率较接近，说明除器具加热温度，影响转移率的还有其他因素，如烟支结构、滤棒对烟气中各物质的截留、烟支加热是否充分等。HTP1、HTP5 烟具加热温度为 350℃，外围加热 HTP2 烟具加热温度远低于 HTP1 烟具加热温度，使得 HTP2 烟支发烟段、醋酸纤维滤棒段受热温度较低，故 HTP2 样品烟气中薄荷醇转移率低于 HTP1。

（2）在加热温度相同条件下，烟具加热模式影响薄荷醇的转移率。内芯刀片加热模式 HTP1 配套有序排列烟草薄片烟支比内芯针式加热模式 HTP5 配套有序排列烟草薄片烟支的薄荷醇转移率较高，烟碱和甘油的转移率也呈现相似规律，说明内芯刀片与有序排列烟草薄片结合的加热效率高于内芯针式加热模式。

（3）薄荷醇的添加位置影响其转移率。HTP3 和 HTP5 器具的加热温度、加热模式及发烟段薄片填充方式都一致，HTP3 配套烟支的薄荷醇转移率低于 HTP5 配套烟支。由于 HTP3 配套加热卷烟的薄荷醇仅分布在爆珠滤棒段，薄荷醇的释放主要受烟气温度影响，HTP3 烟气经过降温段后，爆珠滤棒段的薄荷醇受热温度降低，会影响薄荷醇释放。同样，HTP4 配套烟支的薄荷醇大部分分布在滤棒段，薄荷醇的释放受滤棒段气温度的影响，转移率较低。

即烟具加热温度、加热模式对薄荷醇、烟碱和甘油的转移率有影响，且烟支中薄荷醇添加位置对其转移率有影响。

表 7 加热卷烟中各物质含量及转移率

Tab.7 Contents and transfer rates of menthol, nicotine and glycerol in e-HTPs

样品名称	烟支总量/(mg/cig)			烟气/(mg/cig)			转移率/%		
	甘油	烟碱	薄荷醇	甘油	烟碱	薄荷醇	甘油	烟碱	薄荷醇
HTP1+Mint	43.21	4.76	5.98	4.02	1.63	1.81	9.30	34.24	30.27
HTP1+Menthol	46.69	5.47	10.59	4.34	1.71	3.07	9.30	31.26	28.99
HTP1+Purple Menthol	44.11	4.56	9.58	4.13	1.53	2.63	9.36	33.55	27.45
HTP2+Dark Fresh	34.26	2.00	6.20	2.52	0.39	0.98	7.36	19.50	15.81
HTP2+Intensely Fresh	34.40	1.99	6.66	2.48	0.38	1.13	7.21	19.10	16.97
HTP2+Spark Fresh	33.88	2.06	5.55	2.71	0.41	0.97	8.00	19.90	17.48
HTP3+Change 爆珠型	57.32	4.08	4.39	3.55	1.00	0.72	6.19	24.51	16.40
HTP4+国产 A	66.09	3.00	1.37	2.9	0.62	0.18	4.39	20.64	13.39
HTP5+国产 B	66.14	2.94	0.84	5.24	0.69	0.22	7.92	23.44	26.36
HTP5+国产 C	65.90	3.10	1.12	4.43	0.61	0.24	6.72	19.67	21.66

2.4 加热卷烟烟气中薄荷醇、烟碱及甘油逐口释放行为

为考察 3 种不同烟具加热条件下各加热卷烟逐口抽吸烟气中薄荷醇、烟碱及甘油的逐口释放行为, 每组随机选取 10 支加热烟支, 用剑桥滤片捕集其逐口抽吸烟气, 分析其薄荷醇、烟碱和甘油的逐口释放量。

薄荷醇逐口释放量如图 1 所示, 与内芯刀片加热烟具 HTP1 配套的 3 个加热卷烟 Mint、Menthol 和 Purple Menthol 中薄荷醇逐口释放量呈先上升后稳定再下降的趋势, 不同薄荷强度口味样品中薄荷醇释放量有较明显差异。与外围加热烟具 HTP2 配套的 3 个

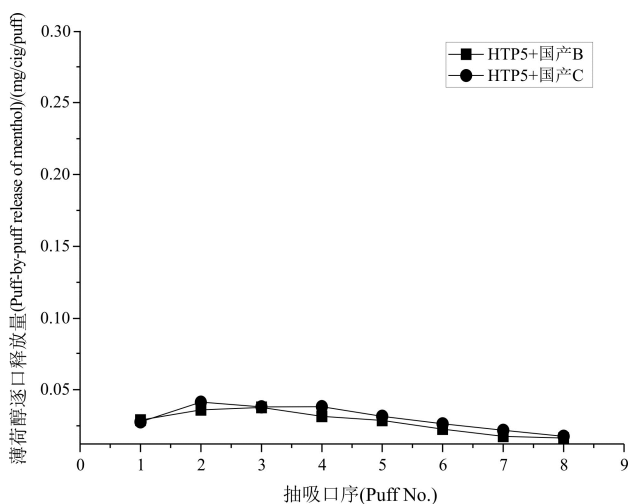
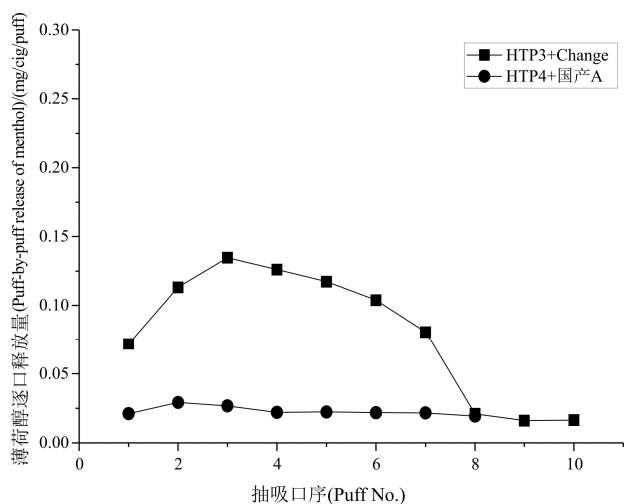
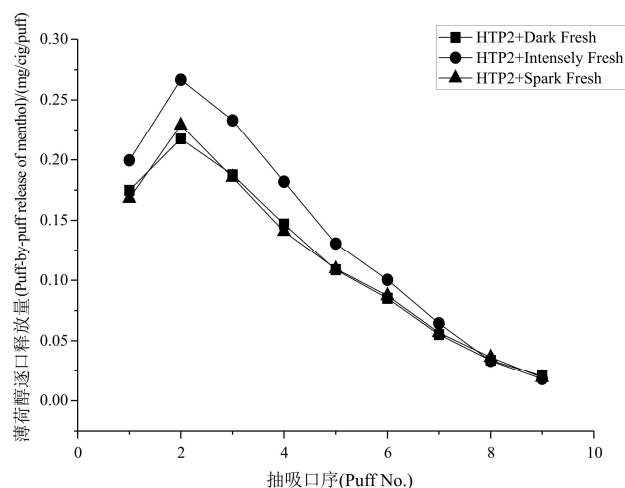
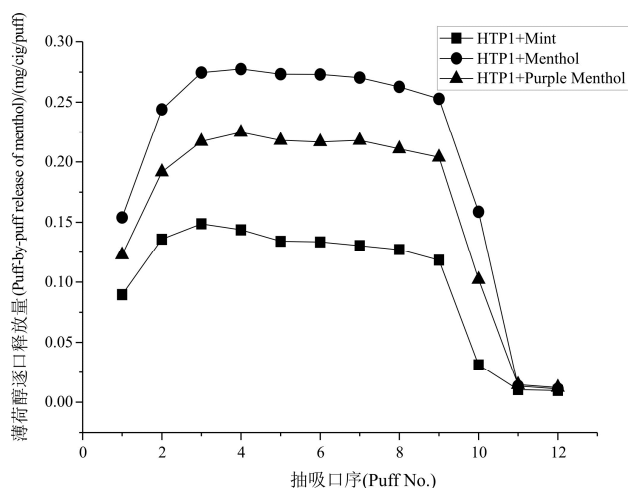


图 1 烟气中薄荷醇的逐口释放

Fig.1 Puff-by-puff release of menthol in smoke

加热卷烟 Dark Fresh、Intensely Fresh 和 Spark Fresh 中薄荷醇释放量呈先上升后快速下降的趋势，Intensely Fresh 样品逐口薄荷醇含量稍高于另外 2 个加热卷烟。内芯针式加热烟具 HTP3、HTP4 和 HTP5 配套的加热卷烟中薄荷醇释放量则是先上升后缓慢下降。在相同加热模式下加热的样品具有类似的薄荷醇逐口释放行为。

烟碱和甘油逐口释放量如图 2、3 所示，HTP1 加热卷烟烟气中烟碱和甘油逐口释放量呈先上升后稳定再下降趋势，与其薄荷醇释放行为一致。HTP2 加热卷烟烟气中烟碱逐口释放量呈先上升后下降后再上升再下降趋势；甘油是先上升后缓慢下降的趋势。这些结论与龚淑果等^[26]研究结论一致，HTP1 加热卷烟的

逐口释放量整体较平稳。内芯针式加热 HTP3 和 HTP5 加热卷烟烟气中烟碱和甘油则是平缓上升后逐渐下降。HTP4 的烟碱和甘油逐口释放行为与其他样品均不相同，呈现稳步上升的趋势，而其他样品烟碱逐口释放量则是先增大后减小，推测可能是其加热时间较短，该试验抽吸条件下 HTP4 匹配烟支样品烟碱和甘油未释放完全；HTP4 薄荷醇的逐口释放行为与烟碱和甘油不同，呈现逐步下降的趋势，由于薄荷醇沸点（212℃）低于烟碱（247℃）和甘油（290℃），更容易受热释放出来，当然各物质的逐口释放行为受其在烟支中的分布位置和滤棒对其截留影响^[12]，是多种因素共同作用的结果。

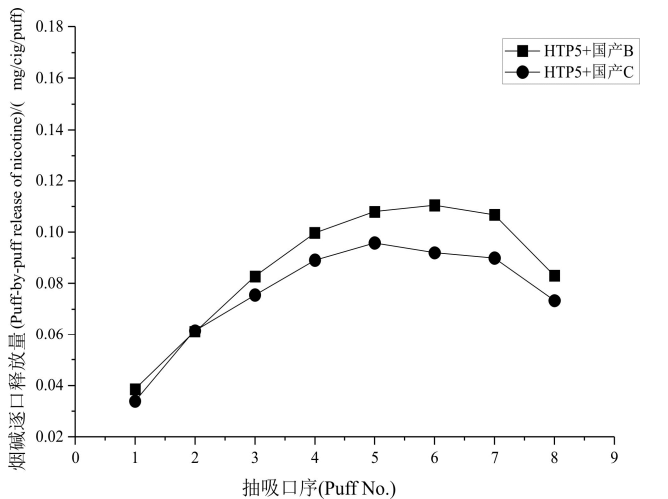
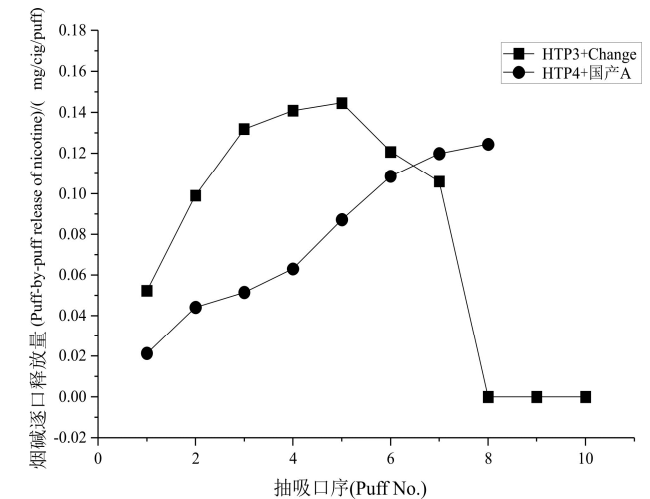
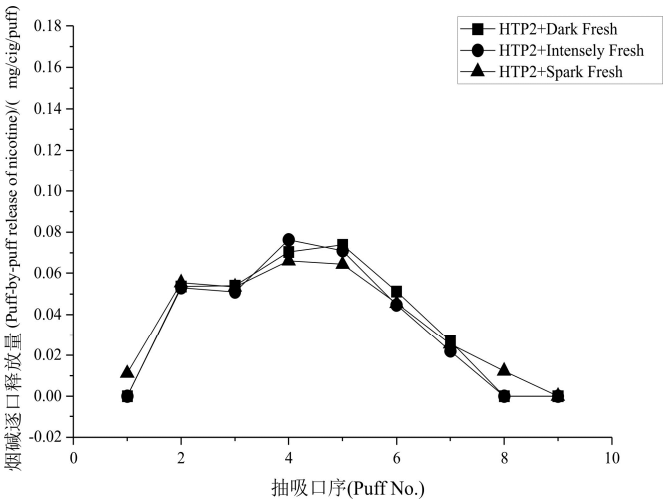
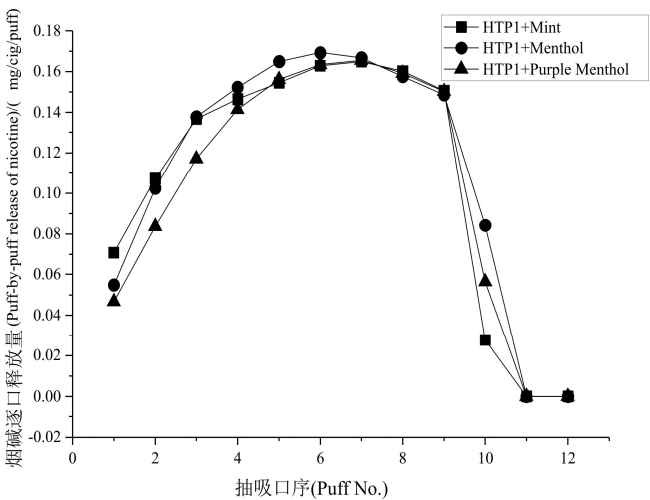


图 2 烟气中烟碱的逐口释放
Fig.2 Puff-by-puff release of nicotine in smoke

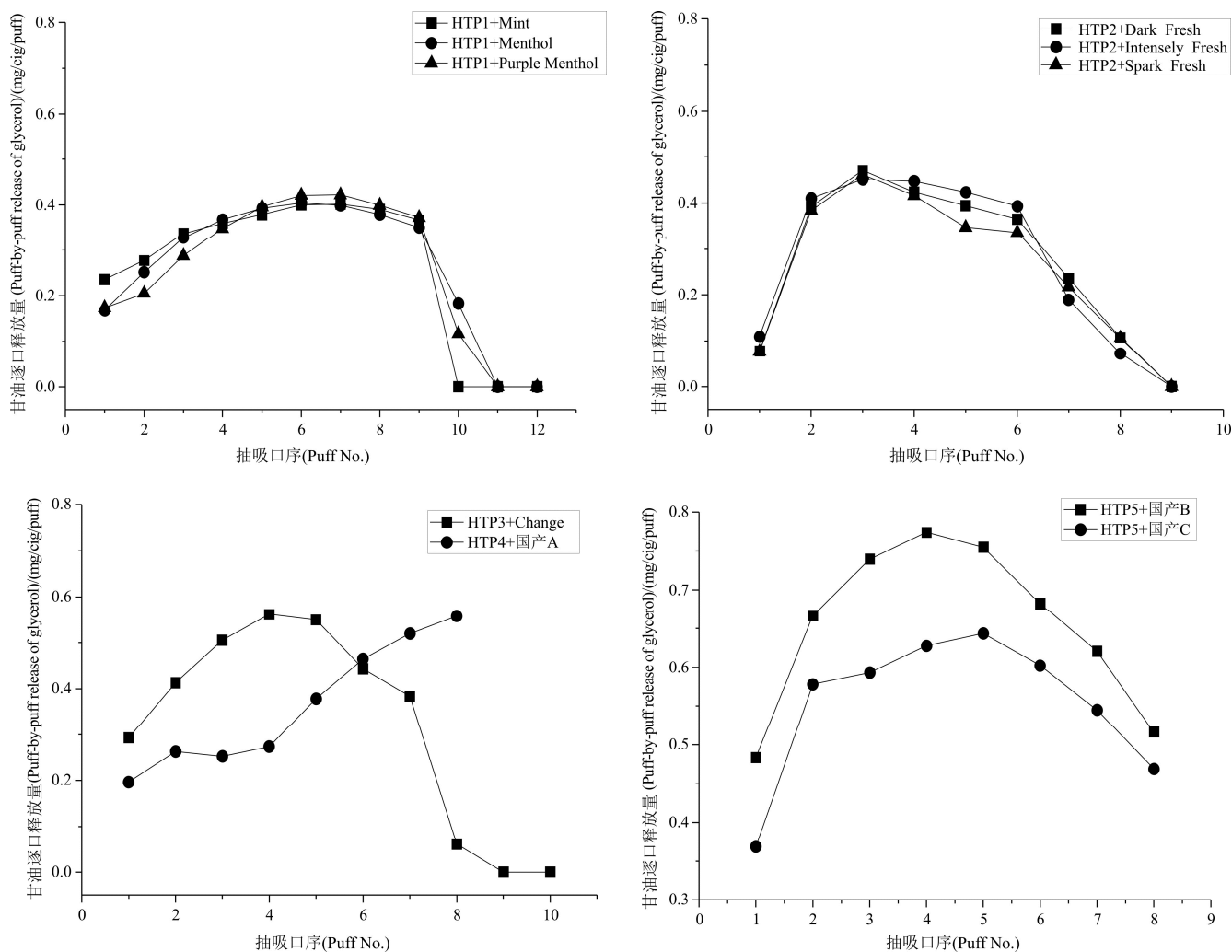


图3 烟气中甘油的逐口释放
Fig.3 Puff-by-puff release of glycerol in smoke

3 结论

本文以3种不同加热模式的烟具和10款薄荷型加热卷烟为研究对象,考察不同加热卷烟烟支中薄荷醇、烟碱和甘油含量的分布,并在HCl抽吸模式下,分析了5款烟具加热各自薄荷型卷烟烟支烟气中薄荷醇、烟碱和甘油释放量、转移率及逐口释放行为。

(1) HTP1 样品烟气中薄荷醇转移率均要高于HTP2、HTP3、HTP4和HTP5样品,这与烟具加热温度、加热模式有关,也与烟支中薄荷醇添加量及其分布位置有关。内芯刀片式加热卷烟HTP1的薄荷醇转移率为27.45%~30.27%,外围加热卷烟HTP2的薄荷醇转移率为15.81%~17.48%,内芯针式加热卷烟HTP3、HTP4、HTP5的薄荷醇转移率为13.39%~

26.36%。

(2) 薄荷醇逐口释放量受烟具影响较明显,内芯刀片加热烟具HTP1烟气中薄荷醇逐口释放量呈先上升后持续稳定再下降的趋势,不同强度薄荷口味样品中薄荷醇释放量分级较明显。外围加热烟具HTP2烟气中薄荷醇释放量呈先上升后快速下降趋势。内芯针式加热烟具HTP3、HTP4和HTP5烟气中薄荷醇释放量则是先上升后缓慢下降。

(3) 10个加热卷烟样品的烟碱仅分布在发烟段,甘油绝大部分分布在发烟段。内芯刀片加热卷烟的烟碱和甘油转移率高于其他样品。

(4) 内芯刀片加热烟具HTP1与其配套的烟支烟气中主要成分逐口释放量较其他加热模式的烟具及其配套烟支组合更平稳。

本研究可为加热烟具加热模式与加热温度设计以及烟支薄荷醇添加方式提供参考, 另外烟气中各化合物的转移率与烟支结构、滤嘴结构及其材料对烟气的截留等因素的相关性有待进一步研究。

参考文献

- [1] Lawrence D, Cadman B, Hoffman AC. Sensory properties of menthol and smoking topography[J]. *Tobacco Induced Diseases*. 2011, 9 (Suppl 1):S3.
- [2] Garten S, Falkner RV. Continual smoking of mentholated cigarettes may mask the early warning symptoms of respiratory disease[J]. *Preventive Medicine*. 2003, 37(4):291-296.
- [3] Narendra K., Meruva, M.T., Smith E.P., et al. Quantitative Determination of Menthol in a Single Puff of Mainstream Cigarette Smoke[J]. *Contributions to Tobacco Research*, 2013, 25(5): 528-534.
- [4] U.S. Department of Health and Human Services (USDHHS). A Report of the Surgeon General: Preventing Tobacco Use Among Youth and Young Adults: We CAN Make the Next Generation Tobacco-Free (Consumer Booklet)[R]. Atlanta, GA: US Dept of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention, National Center for Chronic Disease Prevention and Health Promotion, Office on Smoking and Health; 2012.
- [5] Substance Abuse and Mental Health Services Administration (SAMHSA). The NSDUH Report: Recent Trends in Menthol Cigarette Use. Rockville, MD: U.S. Department of Health and Human Services[R], Substance Abuse and Mental Health Services Administration, Center for Behavioral Health Statistics and Quality; 2011.
- [6] Substance Abuse and Mental Health Services Administration (SAMHSA). National Survey on Drug Use and Health, 2014. [Public Use Data File]. ICPSR36361-v1. Ann Arbor, MI: Inter-university Consortium for Political and Social Research[R], 2016-03-22. <http://doi.org/10.3886/ICPSR36361.v1>. Analysis ran on April 25, 2016 using SDA 3.5: Tables.
- [7] Pierpaolo M, Felix B, Hayley W, et al. Intent to Use for a New Menthol Heat Sticks Variant in Japan[R]. PMI science 2017, Philip Morris International Management S.A.
- [8] Farsalinos KE, Romagna G, Tsiapras D, et al. Impact of flavour variability on electronic cigarette use experience: an internet survey[J]. *Int J Environ Res Public Health*. 2013, 10(12): 7272-7282.
- [9] Litt MD, Duffy V, Oncken C. Cigarette smoking and electronic cigarette vaping patterns as a function of e-cigarette flavourings[J]. *Tobacco Control*. 2016, 25: ii67-ii72.
- [10] 朱景溯, 曹伏军, 蒋成勇, 等. 活性炭复合滤嘴对卷烟中薄荷醇转移行为的影响[J]. *中国烟草学报*, 2019, 25(1): 15-18.
- ZHU Jingsu, CAO Fujun, JANG Chengyong, et al. Effect of activated carbon filter on migration of menthol in cigarette. *Acta Tabacaria Sinica*, 2019, 25(1): 15-18.
- [11] Miyauchi, M.C.A., Hasegawa, T., Shirai, A. et al. Prediction of menthol distribution during storage of mentholated cigarette packs (SSPT 23). In: CORESTA Meeting, Aix-en-Provence.
- [12] Guy J., Maxim B., Cyril J., etc. Investigation of menthol content and transfer rates in cigarettes and Tobacco Heating System 2.2[J]. *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, 2019, 101: 48-52.
- [13] Health Canada. Determination of “tar, nicotine and carbon monoxide” in mainstream tobacco smoke [EB/OL. (1999-12-15)] 2017-12-01. http://www.hc-sc.gc.ca/hc-ps/alt_formats/hecs-sesc/pdf/tobac-tabac/legislation/reg/indust/method/-main-principal/nicotineeng.pdf.
- [14] M. Belushkin, M. Esposito, G. Jaccard, et al. Role of testing standards in smoke-free product assessments[J]. *Regulatory Toxicology and Pharmacology* 2018, 98: 1-8.
- [15] 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.
- [16] 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(3): 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.
- [17] Jodie G, Krishna P, Sandra S, et al. Assessment of tobacco heating product THP1.0. Part 8: Study to determine puffing topography, mouth level exposure and consumption among Japanese users[J]. *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, 2018, 93: 84-91.
- [18] ISO 20778: 2018(E) Cigarettes-Routine analytical cigarette smoking machine-Definitions and standard conditions with an intense smoking regime[S].
- [19] Kanae B., Yohei I., Shigehisa U., et al. Comparison of chemicals in mainstream smoke in heat-not-burn tobacco and combustion cigarettes[J]. *Journal of University of Occupational and Environmental Health*, 2017, 39(3): 201-207.
- [20] 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(3): 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.
- [21] YC/T285—2009 卷烟配方烟丝中薄荷醇的测定气相色谱法[S]. YC/T285-2009 Cigarettes-Determination of menthol in blending cut tobacco-Gas chromatographic method[S].
- [22] Schaller J.P., Keller D., Poget L., 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 and Pharmacology*, 2016(81): S27-S47.
- [23] Determination of 1, 2-Propylene Glycol and Glycerol in Tobacco and Tobacco Products by Gas Chromatography, CORESTA recommended method N° 60, July 2015.
- [24] 林文强, 欧亚非, 王瑞玲, 等. 薄荷型卷烟和主流烟气中薄荷醇分析及其转移的研究[J]. *化学研究与应用*, 2010, 22(9): 1122-1125.
- LIN Wenqiang, OU Yafei, WANG Ruiling, et al. Analysis of menthol in mentholated cigarettes and mainstream smoke and determination of transfer rate in smoke [J]. *Chemical Research and Application*, 2010, 22(9): 1122-1125.
- [25] Eaton D., Jakaj B., Forster M., et al. Assessment of tobacco heating

product THP1.0. Part 2: Product design, operation and thermophysical characterization[J]. Regulatory Toxicology and Pharmacology, 2018(93):4-13.

- [26] 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(2): 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.

Effects of heating mode on the transfer rate and puff-by-puff release of main components in mentholated heated tobacco products

REN Ju¹, XIE Yan¹, ZHANG Suohui¹, LIU Hong², LU Lehua¹, ZHENG Saijing¹, GAO Yihan^{*1}

¹ Shanghai New Tobacco Product Research Institute, Shanghai 201315, China;

² Technology Center, Shanghai Tobacco Group Co., Ltd, Shanghai 200082, China

Abstract: Mentholated electrically heated tobacco product (e-HTP) as a typical e-HTP consumable account for a certain market share in many countries. However, there are few studies on menthol content in e-HTPs and the effect of heating mode on menthol transfer rate. In order to investigate the menthol content of the e-HTPs and the transfer rate of menthol from heatstick to the smoke, 10 samples of mentholated e-HTPs with three kinds of commercial heating devices (Internal Blade Heating HTP1, Peripheral Heating HTP2 and Internal Needle Heating HTP3, HTP4 and HTP5) were studied under HCI puffing regime. In addition, the puff-by-puff release of menthol was measured. The results showed that: (1) The transfer rate of menthol was related to heating temperature, heating mode and distribution of menthol in heatsticks, transfer rate of HTP1s ranged from 27.45%-30.27%, transfer rate of HTP2s ranged from 15.81%-17.48%, transfer rate of HTP3, HTP4 and HTP5s ranged from 13.39%-26.36%, transfer rate of HTP1s under internal blade heating was higher than under other heating modes; and (2) The puff-by-puff release of menthol in HTP1 smoke increased first, then stabilized and finally decreased. The release amount of menthol in the samples with different menthol strength was obviously graded. The release of menthol in HTP2 smoke increased first and then decreased rapidly. The release of menthol in HTP3, HTP4 and HTP5 smoke increased first and then decreased slowly. (3) Transfer rate of nicotine and glycerol was higher in HTP1s than in the others; (4) On the whole, the combination of the internal blade heating and the orderly folded tobacco sheet leads to stable puff-by-puff release amounts of nicotine, glycerin and menthol.

Keywords: mentholated heated tobacco products; menthol; transfer rate; puff-by-puff release

*Corresponding author. Email: gaoyh@sh.tobacco.com.cn

《烟草科技》2022 年第 10 期目次

· 烟草农学

- 复合亚氯酸钠灭活烟草花叶病毒的机理分析
..... 杨明明, 陈泽鹏, 邓海滨, 等
- 烟草 *DELLA* 基因家族的克隆与表达模式分析
..... 蔡健宇, 余 婧, 张景云, 等
- 巨大芽胞杆菌 (*Bacillus megaterium*, Bm) 的抑菌活性及定殖规律分析 谢 强, 夏建华, 徐传涛, 等
- 外源酶制剂对雪茄茄芯烟叶化学成分和感官品质的影响
..... 郑霖霖, 赵 亮, 蔡兴华, 等
- 广西烟草一种斑枯病新病原菌的鉴定
..... 范东升, 张得平, 蓝达愉, 等
- 烟草根细胞原生质体的制备 翟 妞, 徐国云, 张 慧, 等

· 烟草化学

- 在线固相萃取-离子色谱法测定再造烟叶浆料中的 17 种有机酸
..... 李华雨, 李晓瑜, 刘 宁, 等
- 硫酸-甲醇衍生化对烟草中乙酰丙酸质量分数测定的影响
..... 刘瑞红, 谢复炜, 王晓瑜, 等

基于改进 TOPSIS 方法的烤烟化学品质综合评价

- 张勇刚, 任志广, 张晓兵, 等
- 混合溶剂对烟用香精闪点的影响
..... 许建营, 屈 展, 姬凌波, 等

· 烟草工艺

- 不同规格卷烟物理参数量化关系研究
..... 陈 闯, 胡 锐, 方 鼎, 等
- 基于干燥动力学的烟草含水率快速检测方法
..... 王 乐, 毕思强, 邓国栋, 等

· 设备与仪器

- 基于深度神经网络的卷烟燃烧锥落头检测和分类识别
..... 钟 宇, 周建良, 徐 燕, 等
- ZJ116B 型卷接机组滤嘴供应系统的改进
..... 潘恒乐, 邓 灿, 李小平
- YB45 细支烟包装机烟包烘干装置的改进
..... 黄小平, 严 斌, 马存国, 等