



RELAZIONE TECNICA

**Caratterizzazione chimico fisica di un filtro per sigaretta
(dispositivo SMOKAT)
PCT IB2018/052448 - 10201800000775 -102017000039687**

Sommario

Introduzione	1
Metodo sperimentale per l'analisi della composizione del fumo di sigaretta	1
Strumentazione impiegata	2
Strumentazione utilizzata per le analisi	2
Risultati sperimentali	3
Risultati di misurazioni effettuate da laboratorio esterno	5
Conclusioni	6
APPENDICE I	7
Cromatogrammi sovrapposti dei composti rilevati nel fumo di sigaretta senza SMOKAT, con SMOKAT in configurazione A, e con SMOKAT in configurazione B per ogni tipologia di sigaretta	7
APPENDICE II	11
Report delle prove effettuate dalla ASL Analytic Service laboratory GmbH.....	11

Introduzione

Il dispositivo SMOKAT è oggetto di brevetto PCTIB2018/052448 - 102018000000775 - 102017000039687 e costituisce un sistema per trattare chimicamente e fisicamente il gas combusto (fumo) di sigaretta.

Scopo della presente attività, (rif Ns. Offerta prot. 64/17 del 10/11/2017), è misurare l'effetto del dispositivo SMOKAT sui principali composti gassosi dei prodotti di combustione di sigaretta (fumo): CH_4 , CO , C_2H_6 e C_3H_8 .

A tale fine sono state effettuate misure gascromatografiche in diverse condizioni operative e con diverse tipologie di sigaretta.

Inoltre, per la determinazione del particolato totale (TPM), della nicotina contenuta nel TPM e del particolato senza nicotina, è stata commissionata una campagna di misure al laboratorio ASL Analytic Service laboratory GmbH di Amburgo della quale si riportano i risultati.

Metodo sperimentale per l'analisi della composizione del fumo di sigaretta

La sperimentazione è stata effettuata per valutare il contenuto dei seguenti composti CH_4 , CO , C_2H_6 e C_3H_8 nel gas combusto di sigaretta con e senza SMOKAT applicato.

SMOKAT dispone di un sistema di regolazione del flusso aspirato; le misure di cui sopra sono state eseguite in due diverse configurazioni del regolatore:

- A. Flusso aspirazione massimo
- B. Flusso aspirazione minimo

La sperimentazione è stata ripetuta per tre tipi di sigarette commerciali: full flavour, mid flavour and light.



Figura 1: particolare del dispositivo SMOKAT.

Le modalità di misura adottate riproducono il consumo di una sigaretta: vengono effettuati 6 aspirazioni (puffs) da 25ml ciascuna ad intervalli di 60 secondi l'una dall'altra come indicato nella norma ISO 3308:2009; il contenuto del sesto puff viene utilizzato per la determinazione della composizione del gas combusto.

Strumentazione impiegata

In figura 2 viene riportata una foto dell'apparato sperimentale utilizzato per il campionamento del fumo di sigaretta.



Figura 2: sistema di campionamento del fumo di sigaretta

Il sistema di campionamento è costituito da una siringa Hamilton a tenuta di gas da 25ml raccordata ad una valvola a sfera a sua volta raccordata alla sigaretta con o senza filtro applicato.

Strumentazione utilizzata per le analisi

Per le analisi è stato utilizzato un gas cromatografo microGC modello CP-4900 della VARIAN (Figura 2) dotato di un rivelatore a conducibilità termica (TCD).



Figura 2: gascromatografo CP-4900 della VARIAN.

Lo strumento permette di analizzare le concentrazioni dei componenti di una miscela gassosa.

Il campione, che viene aspirato dallo strumento per mezzo una pompa, viene immesso attraverso un gas di trasporto (carrier) che costituisce la fase mobile, attraverso delle colonne cromatografiche in cui si trova la fase stazionaria che può essere un solido granulare poroso oppure un liquido. Ciascuna specie chimica depositata sulla fase stazionaria e immessa nella corrente di fase mobile si distribuisce dinamicamente tra le due fasi, in misura proporzionale alla diversa affinità che possiede per esse. Il rilevatore TCD risponde alle differenze di conducibilità termica tra il gas di trasporto e i componenti del campione. In un TCD il segnale generato dal passaggio del gas di trasporto è confrontato con quello di un gas (equivalente) di confronto. Il passaggio dei componenti del campione all'interno del detector provoca uno sbilanciamento del segnale proporzionale alla sua concentrazione. Ogni sostanza in uscita dalla colonna genera dunque un segnale. Quando si misura la concentrazione delle sostanze in uscita dalla colonna si ottiene un cromatogramma che riporta le concentrazioni della sostanza in uscita in funzione del tempo di ritenzione, cioè il tempo impiegato da ogni singolo componente per percorrere l'intera fase stazionaria. I cromatogrammi mostrano il procedere della separazione, con la distribuzione di ogni sostanza secondo picchi di concentrazione di forma gaussiana.

Nello strumento utilizzato sono stati installati 4 canali:

Canale A → colonna Molsieve MS5A carrier Ar

Canale B → colonna Poraplot PPU carrier He

Canale C → colonna CPSil 5CB carrier He

Canale D → colonna Molsieve MS5A carrier He

Lo strumento è fornito di un software dedicato (SW STAR versione 6.41) che permette l'acquisizione, la gestione e l'analisi dei dati. L'analisi quantitativa effettuata tramite software è basata sul confronto delle aree dei picchi dei cromatogrammi utilizzando, per la calibrazione dello strumento il metodo della standardizzazione esterna con cui è possibile determinare la concentrazione dei soli componenti che interessano. Tale metodo consente di costruire una curva di taratura utilizzando delle miscele standard a concentrazione nota del componente da determinare, di tali miscele si iniettano quantitativi rigorosamente uguali. Automaticamente il software riporta su un grafico le aree dei picchi ottenuti in funzione della concentrazione dello standard corrispondente. Si analizza poi un'aliquota del campione rigorosamente uguale a quelle precedenti, si misura l'area del componente che interessa e, attraverso un confronto automatico, si risale alla sua concentrazione.

Risultati sperimentali

Per ogni tipo di sigaretta, (full flavour, mid flavour and light), sono state effettuate 6 puffs ad intervalli di 60 secondi l'una dall'altra (ISO 3308:2009) nelle seguenti condizioni:

- 1) Sigaretta senza SMOKAT applicato
- 2) Sigaretta con SMOKAT in configurazione A (flusso massimo)
- 3) Sigaretta con SMOKAT in configurazione B (flusso minimo)

La temperatura del gas aspirato (combusto) varia fra **25°C** e **27°C** a seconda delle modalità di aspirazione e della temperatura ambiente. Il gas prelevato alla sesta aspirazione è stato introdotto nel gascromatografo per l'analisi della composizione della miscela in termini di percentuale volumetrica dei seguenti composti commissionati: **metano (CH₄)** e **monossido di carbonio (CO)** rilevati utilizzando il canale A del gascromatografo, **etano (C₂H₆)** e **propano (C₃H₈)** rilevati utilizzando il canale C del gascromatografo. Nella tabella 1 vengono riportati i risultati delle analisi

gascromatografiche effettuati sulle miscele aspirate in termini di concentrazione percentuale in volume (% v/v) dei composti sopraelencati.

Tabella 1: risultati delle analisi gascromatografiche del fumo relativo al sesto puff letre tipologie di sigarettesperimentate senza SMOKAT applicato, con SMOKAT in configurazione A, e con SMOKAT in configurazione B .

		Composizione media %v/v 6° puff (25 ml/puff)				
		Metano (CH ₄)	Monossido di carbonio (CO)	Etano (C ₂ H ₆)	Propano (C ₃ H ₈)	Altro
full flavour	Senza SMOKAT	0,16	1,53	0,74	0,04	97,53
	Con SMOKAT A	0	0	0,15	0,03	99,82
	Con SMOKAT B	0	1,03	0,54	0,04	98,39
mid flavour	Senza SMOKAT	0,07	1,20	0,49	0,05	98,19
	Con SMOKAT A	0	0,23	0,65	0,05	99,07
	Con SMOKAT B	0,04	0,77	0,27	0,05	98,87
light	Senza SMOKAT	0	0,22	1,69	0,06	98,03
	Con SMOKAT A	0	0,22	0,01	0,03	99,74
	Con SMOKAT B	0	0,19	0	0,06	99,75

Nota: si specifica che valori della concentrazione % v/v pari allo 0% indicano concentrazioni al di sotto del limite rilevabile dallo strumento

Risultati di misurazioni effettuare da laboratorio esterno

In data 09/04/2018 è stato commissionata una campagna di misure al laboratorio ASL Analytic Service laboratory GmbH di Amburgo in Germania per determinate i seguenti parametri:

- Particolato totale (TPM);
- Nicotina contenuta nel TPM
- Particolato senza nicotina;

In questo caso le misure sono state effettuate solo sulla sigaretta full flavour avendo maggiori contenuto di nicotina e particolato. Lo SMOKAT è stato configurato con flusso di aspirazione minimo (configurazione B).

Nella tabella che segue si ripartano i risultati di tale sperimentazione dedotti dalle relazioni del Laboratorio ASL Analytic Service laboratory GmbH per le analisi sulla sigaretta senza SMOKAT (n. analisi 180405/05-1) e per le analisi con SMOKAT in configurazione B (n. analisi 180405/05-2).

Tabella 2: Risultati delle analisi effettuate dal laboratorio tedesco ASL sulla sigaretta full flavour senza SMOKAT e con SMOKAT in configurazione B

		TPM [mg/cig]	Nicotina [mg/cig]	Particolato secco senza nicotina [mg/cig]
full flavour	Senza SMOKAT	8	0.5	6
	Con SMOKAT B	6	0.4	5

La strumentazione di misura impiegata nel laboratorio ASL è la Smoking machine RM 200 A (Borgwaldt-KC) con smoke trap "Central filter 92 mm".

In Appendice I vengono riportati per ogni tipologia di sigaretta i cromatogrammi sovrapposti dei composti rilevati nel fumo di sigaretta senza SMOKAT, con SMOKAT in configurazione A, e con SMOKAT in configurazione B.

In Appendice II vengono riportati i report delle prove effettuate dalla ASL Analytic Service laboratory GmbH

Conclusioni

Per ognuna delle tipologie di sigarette sperimentate, si osserva che l'impiego di SMOKAT produce i seguenti principali effetti sulla composizione dei gas aspirati:

Per le sigarette tipo full flavour

L'applicazione del filtro SMOKAT in configurazione A produce:

1. riduzione totale (sotto il limite di sensibilità dello strumento) del contenuto di **CH₄ ovvero metano**;
2. riduzione totale (sotto il limite di sensibilità dello strumento) del contenuto di **CO ovvero monossido di carbonio**;
3. riduzione di circa l'80% di **C₂H₆ ovvero etano**;
4. riduzione del 25% di **C₃H₈ ovvero propano**

L'applicazione del filtro SMOKAT in configurazione B produce:

1. riduzione totale (sotto il limite di sensibilità dello strumento) del contenuto di **CH₄ ovvero metano**;
2. riduzione totale (sotto il limite di sensibilità dello strumento) di circa il **33%** del contenuto di **CO ovvero monossido di carbonio**;
3. riduzione di circa il **27%** del contenuto di **C₃H₈ ovvero propano**.
4. **riduzione del 25% del particolato totale TPM**
5. **riduzione del 20% della nicotina**
6. **riduzione del 17% del particolato secco senza nicotina**

Per le sigarette tipo mid flavour

L'applicazione del filtro SMOKAT in configurazione A (flusso aspirazione massimo) produce:

1. riduzione di circa il **43%** del contenuto di **CH₄ ovvero metano**;
2. una riduzione di circa il **36%** del contenuto di **CO ovvero monossido di carbonio**;

L'applicazione del filtro SMOKAT in configurazione B (flusso aspirazione minimo) produce:

1. una riduzione totale del contenuto di **CH₄ ovvero metano**;
2. una riduzione totale di circa il **33%** del contenuto di **CO ovvero monossido di carbonio**;
3. una riduzione di circa il **45%** del contenuto di **C₂H₆ ovvero etano**

Per le sigarette tipo light

L'applicazione del filtro SMOKAT in configurazione A produce:

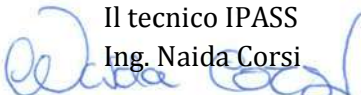
1. una riduzione di circa il **99%** del contenuto di **C₂H₆**
2. una riduzione di circa il **50%** del contenuto di **C₃H₈**;

L'applicazione del filtro SMOKAT in configurazione B produce:

1. una riduzione totale di circa il **14%** del contenuto di **CO ovvero monossido di carbonio**;
2. una riduzione totale (sotto il limite di sensibilità dello strumento) del contenuto di **C₂H₆ ovvero etano**

Perugia 07/05/2018

Il tecnico IPASS
Ing. Naida Corsi



APPENDICE I

Cromatogrammi sovrapposti dei composti rilevati nel fumo di sigaretta senza SMOKAT, con SMOKAT in configurazione A, e con SMOKAT in configurazione B per ogni tipologia di sigaretta

full flavour



Figura I: full flavour - cromatogramma canale A (CH₄ e CO)

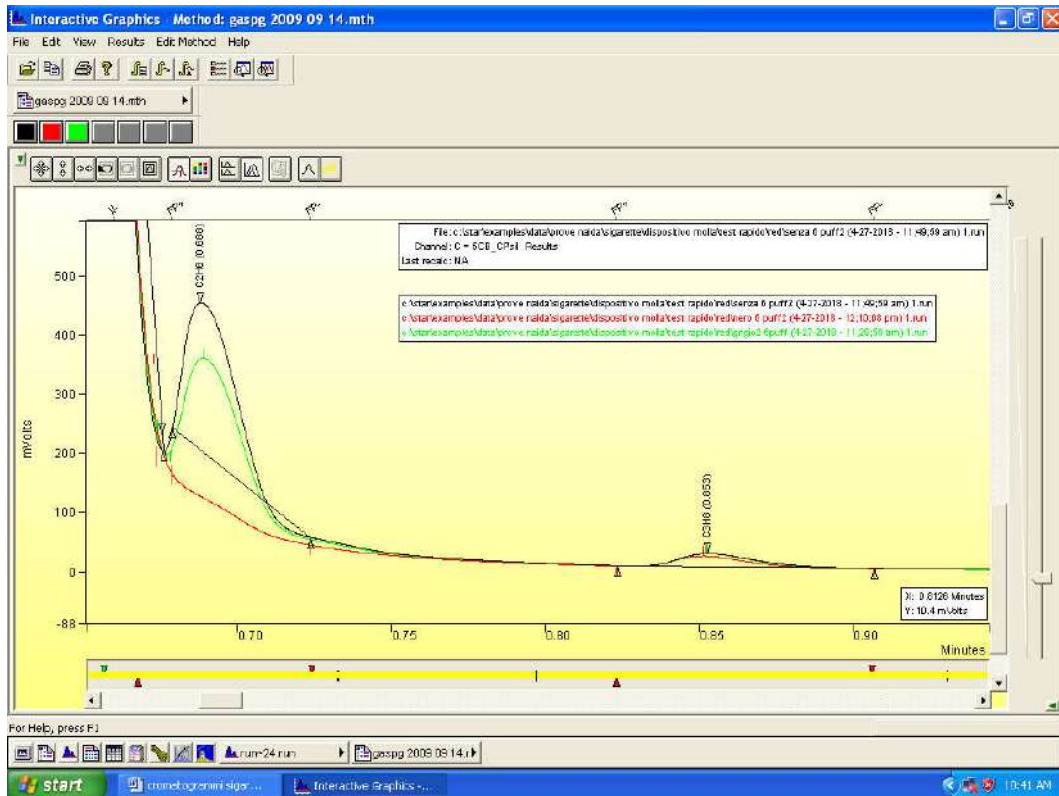


Figura II: full flavour - cromatogramma canale C (C₂H₆ e C₃H₈)

Mid flavour

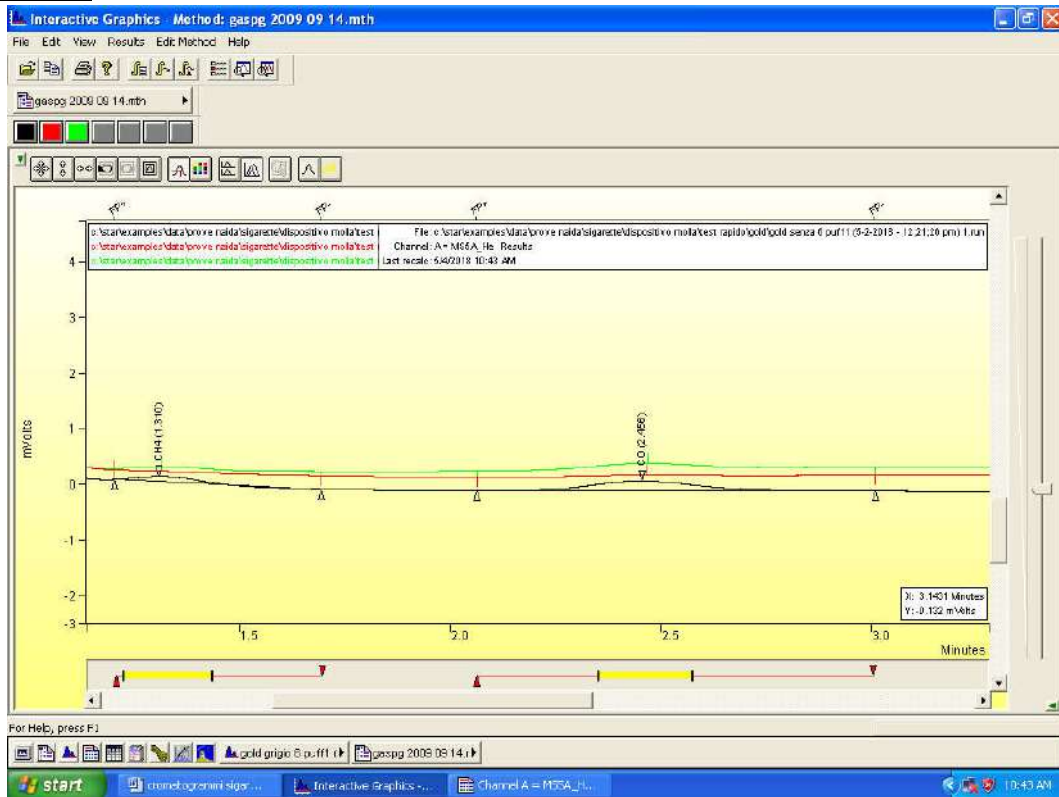


Figura III: Mid flavour- cromatogramma canale A (CH₄ e CO)

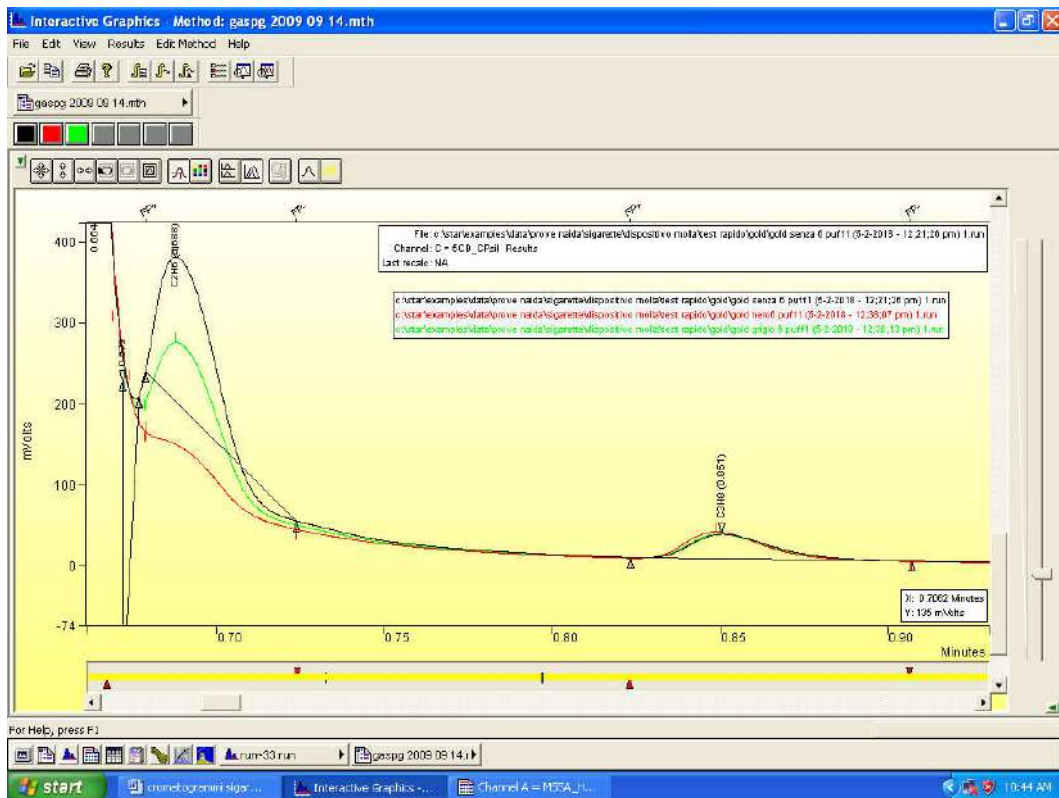


Figura IV: Mid flavour- cromatogramma canale C (C₂H₆ e C₃H₈)

Light

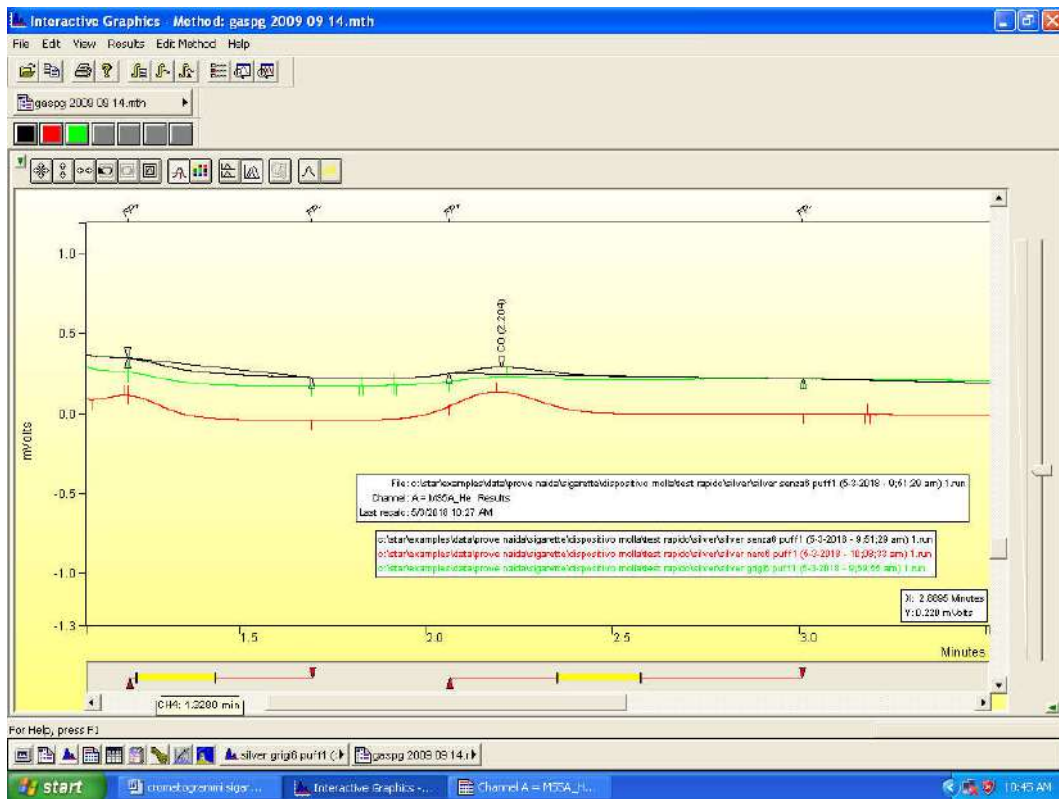


Figura V: light- cromatogramma canale A (CH_4 e CO_2)

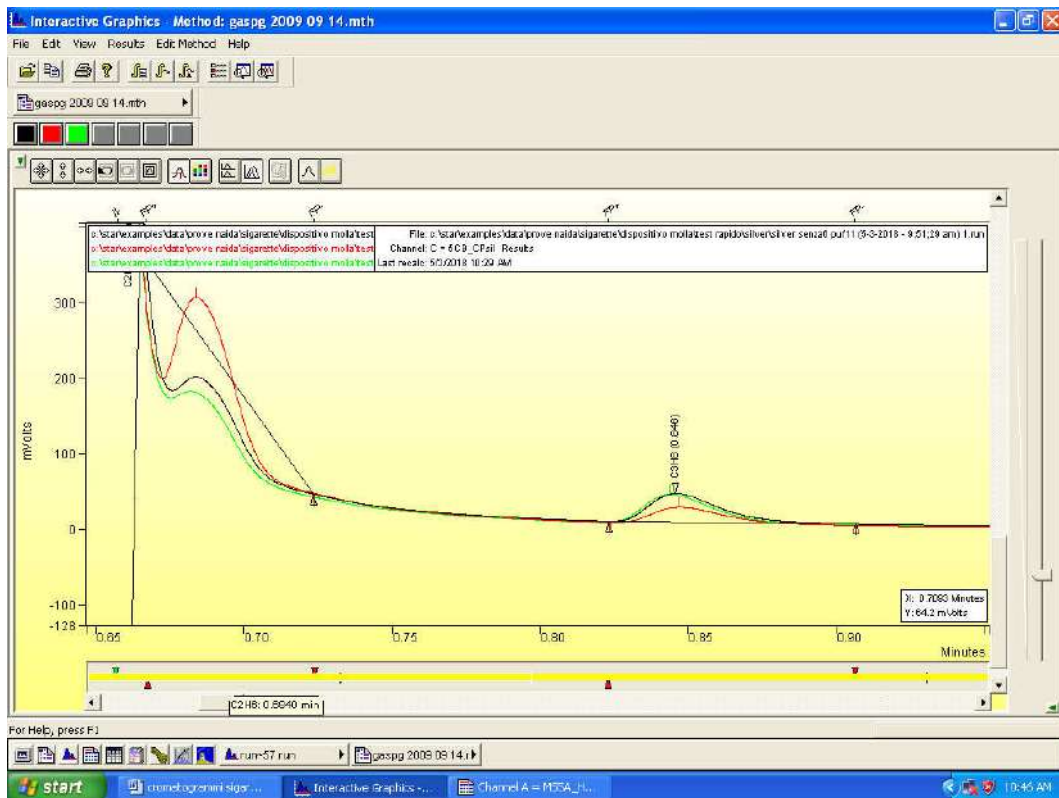
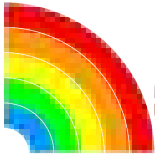


Figura VI: light- cromatogramma canale C (C_2H_6 e C_3H_8)



APPENDICE II

Report delle prove effettuate dalla ASL Analitic Service laboratory GmbH



ASL Analytic Service Laboratory GmbH

Origin: BTS Srl
Via M. Calari 11
40011 Anzola dell'Emilia (BO)

Analysis report Italy April 11, 2018

Name **FULL FLAVOUR(*)** with filter

Packing hardbox
Date of delivery April 04, 2018
Quantity 120 Cigarettes
Analysis-No. 180405/05-2
Date of analysis 09.04. - 10.04.2018

Order Determination of TPM and NFDPM (based on ISO 4387)
Determination of nicotine content in smoke condensates (ISO 10315)
Determination of carbon monoxide (CO) in vapour phase of smoke
(based on ISO 8454)
Based on ASL method QE-16/VA-01-PA-K01,K04

Results

Type of smoking machine Smoking machine RM200 A (Borgwaldt -KC) smoke trap
" Central Filter 92 mm "

Number of cigarettes smoked 2 smoking runs 20 cigarettes
total 40 cigarettes

Cigarette weight mean: 866 mg

Puff number 6,0

Total particulate matter (TPM) mean: 6 mg/cig.

Nicotine in TPM mean: 0,4 mg/cig.

Nicotine-free dry PM mean: 5 mg/cig.

Carbon monoxide mean: 6 mg/cig.

1/2



ASL Analytic Service Laboratory GmbH

Origin: BTS Srl
Via M. Calari 11
40011 Anzola dell'Emilia (BO)

Analysis report Italy April 11. 2018

Name **FULL FLAVOUR(*)**

Packing hardbox
Date of delivery April 04. 2018
Quantity 120 Cigarettes
Analysis-No. 180405/05-1
Date of analysis 09.04. - 10.04.2018

Order **Determination of TPM and NFDPM (based on ISO 4387)**
Determination of nicotine content in smoke condensates (ISO 10315)
Determination of carbon monoxide (CO) in vapour phase of smoke (based on ISO 8454)
Based on ASL method QE-16/VA-01-PA-K01,K04

Results

Type of smoking machine Smoking machine RM200 A (Borgwaldt -KC) smoke trap " Central Filter 92 mm "

Number of cigarettes smoked 2 smoking runs 20 cigarettes
total 40 cigarettes

Cigarette weight mean: 872 mg

Puff number 6,0

Total particulate matter (TPM) mean: 8 mg/cig.

Nicotine in TPM mean: 0,5 mg/cig.

Nicotine-free dry PM mean: 6 mg/cig.

Carbon monoxide mean: 7 mg/cig.