T/CECC

中国电子商会团体标准

T/CECC2—XXXX

电子雾化液安全技术规范

Technical specification for safety of e-liquid

(征求意见稿)

在提交反馈意见时,请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

目 次

前言			Ι
1 范围			1
2 规范性引用文件	·		1
3 术语和定义			1
4 通用要求			2
5 技术要求			3
6 试验方法			4
7 检验规则			5
8 标签、标识、包	、装、说明书、	运输、贮存	6
附录 A (规范性)	电子雾化液	禁止添加物质	8
附录 B (规范性)	电子雾化液	甲醇、乙二醇、二甘醇的测定	10
附录 C (规范性)	电子雾化液	羰基化合物的测定	13
附录 D (规范性)	电子雾化液	苯系物的测定	16
附录 E (规范性)	电子雾化液	烟碱(尼古丁)的测定	19
附录 F (规范性)	电子雾化液	烟草特有亚硝胺的测定	21
附录 G (规范性)	电子雾化液	2,3-丁二酮、2,3-戊二酮、3-羟基丁酮的测定	25

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件与T/CECC 2-2017相比主要有以下差异:

- ——"电子烟雾化液"改为"电子雾化液安全技术规范":
- ——"SZDB/Z 157-2015 电子烟雾化液产品通用技术要求"改为"GB/T 14881 食品产品生产质量规范";
- ——增加了"雾化电子烟装置、基液、添加剂"的内容;
- ——增加了"配方要求"的内容;
- ——"产品生产卫生要求"改为"一般要求";
- ——"电子烟雾化液产品生产卫生要求应满足 SZDB/Z 157-2015 第四条的要求"改为"电子雾化液产品应经过安全性风险评估,确保在正常、合理的及可预见的使用条件下,不得对人体健康产生危害。电子雾化液产品生产应按 GB/T 14881 建立生产规范进行生产,建立批记录制度,包扩原料和产品的批记录,满足产品质量追溯要求。电子雾化液应符合产品质量安全有关要求,经检验合格后方可出厂";
- ——"电子烟雾化液主要由稀释液、调味剂(香精和植物提取物)构成。电子烟雾化液所使用的原料应符合国家和烟草行业的相关规定"改为"电子雾化液主要由基液、添加剂(香精和植物提取物等)构成。所使用的原料应经过安全性风险评估,符合相应国家和烟草行业的相关规定";
- ——"稀释液"改为"基液";
- ——"调味剂"改为"添加剂";
- ——增加"添加剂的使用原则"的内容;
- ——"电子雾化液接触材料要求"改为"电子雾化液包装材料要求";
- ——"为了防止电子烟雾化液接触材料中潜在毒性物质的溶出对电子烟雾化液质量的影响,以下材质不得用于雾化液接触材料:聚氯乙烯(PVC)、聚苯乙烯(PS)、聚碳酸酯(PC)、丙烯腈/丁二烯/苯乙烯共聚物(ABS)、苯乙烯/丙烯腈共聚物(SAN)、聚乙烯(POM)。使用的玻璃材料应符合 GB 4806.5-2016 中第 3、 4、 5 章的要求;使用的塑料材料应符合 GB 4806.7-2016 中第 2、 3、 4、 5 章的要求使用金属材料应符合 GB4806.9-2016 中第 3、4、5 章要求"改为"直接接触电子雾化液产品的包装材料应当安全,不得与电子雾化液发生化学反应,不得迁移或释放对人体产生危害的有毒有害物质,使用的材料应经过充分的安全评估,并符合 GB 4806.1 的相应要求";
- ——"澄清、无异物、不分层"改为"符合同一型号标样,均匀一致,澄清、无异物、不分层"**;**
- ——"无异味、不霉变"改为"符合同一型号标样,无异味、无霉变";
- ——增加了理化指标"相对密度、折光指数、粘度、酸值、pH 值"的内容;
- ——增加了杂质限量"苯系物、丙醛、丙酮、丁醛、巴豆醛、2-丁酮、2,3-戊二酮、3-羟基丁酮、 汞、铬、镉、镍、锑、硒、钡"的内容;
- ——增加了详细具体的"17种邻苯二甲酸酯类物质和4种烟草特有亚硝胺"的内容;
- ——"色状和感官技术要求"改为"感官测试";
- ——增加了测试方法"相对密度、折光指数、粘度、酸值、pH值"的内容;
- ——"甲醇的测定、乙二醇、二甘醇的测定"改为"甲醇、乙二醇、二甘醇";
- ——"2,3-丁二酮的测定、甲醛、乙醛、丙烯醛"改为"羰基化合物";
- ——增加了测试方法"苯系物、烟碱(尼古丁)、烟草特有亚硝胺"的内容;

- ——"重金属含量(以 Pb 计)"改为"重金属";
- ——增加测试方法"2,3丁二酮、2,3-戊二酮、3-羟基丁酮"的内容;
- ——增加了"检验规则"的内容;
- ——"配料表"改为"成分表";增加了"其中,香精中的香料、辅助成分、载体可以不标注各自的成分,而采用"香精"这个词语列在成分表中"的内容;
- ——增加了"电子雾化液的包装应有良好的密封性,在储存、使用过程中不应漏液"的内容;
- ——增加了"产品必须配备防篡改、防破碎和防泄漏包装"的内容:
- ——增加了"说明书"的内容;
- ——增加了附录的内容。

本文件由中国电子商会提出并归口。

本文件起草单位:深圳市计量质量检测研究院、恒信永基(深圳)有限公司、深圳雾芯科技有限公司、深圳麦克韦尔科技有限公司、深圳市真味生物科技有限公司、深圳就活生命科学股份有限公司、深圳市艾普生物科技有限公司、深圳市吉迩科技有限公司、深圳市合元科技有限公司、江苏聚为电子科技集团有限公司、深圳市卓力能技术有限公司、深圳市赛尔美电子科技有限公司、深圳尊一品科技有限公司、北京奇雾科技有限公司、深圳雷炎科技有限公司、深圳小野科技有限公司、唯它(北京)科技有限公司、深圳雪雾科技有限公司、深圳可逸雾化科技有限公司、东莞飞灵电子实业有限公司、深圳市华诚达精密工业有限公司、湖北允升科技工业园有限公司、芯唐电子科技(深圳)有限公司、广州希脉商贸有限公司、珠海汉格能源科技有限公司、东莞市亿海电子有限公司、深圳市博迪科技开发有限公司、深圳市康尔科技有限公司、普瑞斯生物科技(湖南)有限公司、深圳市艾维普思科技有限公司、深圳市康尔科技有限公司、深圳市新宜康科技股份有限公司、深圳市爱卓依科技有限公司、深圳格林韵达科技有限公司、广东思格雷电子科技股份有限公司

本文件主要起草人:黄开胜、赵彦、姚继德、闻一龙,姜兴涛、杨勇、刘海利、潘卫东、王鑫、朱 庆平、赖国银、冯岸红、吴志波、邹军、华健、宋丽娜、杨鹏、赵贯云、李永海、张雪峰、左权、陈家 太、杨淼文、蔡跃栋、高煜翔、朱雄伟、刘东原、钟家鸣、李旺、朱逢园、陈平、廖承刚、贾雪巍、李 健锋、胡常青、陈镇江、刘翔、刘团芳、欧阳俊伟、朱晓春、李建伟、王羲之、林汉钟、黄桂花、欧俊 彪、敖伟诺。





电子雾化液安全技术规范

1 范围

本文件规定了电子雾化液的术语和定义、通用安全要求、试验方法、标签、标识、包装、说明书、运输、贮存等要求。

本文件适用于电子雾化液产品,不含尼古丁的产品参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 191 包装储运图示标识
- GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验菌落总数测定
- GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验大肠菌群计数
- GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验霉菌和酵母计数
- GB 4806.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求
- GB 5009.237 食品安全国家标准 食品pH值的测定
- GB 5009.268 食品安全国家标准 食品中多元素的测定
- GB 5009.271 食品安全国家标准 食品中邻苯二甲酸酯的测定
- GB 5749 生活饮用水卫生标准
- GB/T 10247 粘度测定方法
- GB/T 11540 香料相对密度的测定
- GB/T 14454.4 香料折光指数的测定
- GB/T 14455.5 香料酸值或含酸量的测定
- GB/T 14881 食品产品生产质量规范
- GB/T 25163 防止儿童开启包装可重新盖紧包装的要求与试验方法
- GB 29216 食品安全国家标准 食品添加剂丙二醇
- GB/T 29950 食品安全国家标准 食品添加剂甘油
- GB 30616 食品安全国家标准 食品用香精
- YC/T 164 烟用香精
- YC/T 242 烟用香精乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇含量测定气相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3. 1

电子雾化液 e-liquid

可被雾化电子烟装置转化为可吸入气溶胶的含有烟碱(尼古丁)的液体或凝胶。

3. 2

雾化电子烟装置 electronic atomizer

将电子雾化液转化为可吸入气溶胶的电子装置。

3.3

基液 base liquid

电子雾化液中由甘油、丙二醇和水等构成的溶液。

3.4

添加剂 additives

添加到基液中用于提供香味等生理感受或防止变质等功能作用的物质。

4 通用要求

4.1 一般要求

电子雾化液产品应经过安全性风险评估,确保在正常、合理的及可预见的使用条件下,不得对人体健康产生危害。

电子雾化液产品应按GB/T 14881建立生产规范进行生产,建立批记录制度,包括原料和产品的批记录,满足产品质量追溯要求。

电子雾化液应符合产品质量安全有关要求,经检验合格后方可出厂

4.2 配方要求

电子雾化液中不得使用附录A中的物质,禁用物质包括但不限于:

- a) 声称有益健康、增加能量或减少危害等有特殊功能的物质;
- b) 单纯染色用途的物质;
- c) 有致癌、致突变、生物毒性或呼吸系统毒性的物质;
- d) 与增加活力有关的刺激性化合物;
- e) 成瘾性的物质:
- f) 以治疗或非治疗形式引起人类健康风险的物质;
- g) 若技术上无法避免禁用物质作为杂质带入产品时,有限量规定的应符合本标准规定;未规定限量的,应进行安全风险评估,确保在正常、合理及可预见的适用条件下不得对人体健康产生危害。

4.3 原料要求

4.3.1 概述

电子雾化液主要由基液、添加剂(香精和植物提取物等)构成。所使用的原料应经过安全性风险评估,符合相应国家或烟草行业的相关规定。

4.3.2 基液要求

基液要求包括:

- a) 水应符合 GB 5749 的规定;
- b) 丙二醇应符合 GB 29216 的规定;
- c) 丙三醇应符合 GB/T 29950 的规定。

4.3.3 添加剂要求

添加剂的使用原则:

- a) 在正常及可预见的使用条件下,不会增加使用者的健康风险;
- b) 在技术上必须使用;
- c) 不会误导消费者;
- d) 在达到预期效果前提下,应尽量减少使用量。其中:
 - 1) 含有烟碱(尼古丁)的电子雾化液的烟碱(尼古丁)原料纯度不得少于99.5%;
 - 2) 植物提取物应符合 GB 2760 的规定;
 - 3) 食用香精应符合 GB 30616 的规定;

4) 烟用香精应符合 YC/T 164 的规定。

4.4 包装材料要求

直接接触电子雾化液产品的包装材料应当安全,不得与电子雾化液发生化学反应,不得迁移或释放对人体产生危害的有毒或有害物质,使用的材料应经过充分的安全风险评估,并符合GB 4806.1的相应要求。

5 技术要求

5.1 感官指标

感官指标应符合表1规定。

表1 感官指标

项目	要求
色状	符合同一型号标样,均匀一致,澄清、 无异物、不分层
香气	符合同一型号标样,无异味、无霉变

5.2 理化指标

理化指标应符合表2规定。

表2 理化指标

项目	限值要求
相对密度(25℃/25℃)	D _{对照品} ± 0. 010
折光指数 (25℃)	n _{对照品} ± 0. 010
动力黏度 (25℃) (mPa•S)	η _{对照品} ± 20%
酸值(AV)(mgKOH/g)	AV≤20时,AV _{对照品} ±2%×AV _{对照品}
致但(AV)(IIIgNOII/g)	AV>20时,AV _{对照品} ×AV _{对照品}
pH值	рH _{对照品} ± 0.5
烟碱 (尼古丁)	标示量的90%~110%,且不大于20mg/mL(pH≥6.5)
/\Δ'\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\	标示量的90%~110%,且不大于50mg/mL(pH<6.5)
1,2-丙二醇	标示量的80%~120%
丙三醇	标示量的80%~120%

5.3 杂质限量

杂质限量应符合表3规定。

表3 杂质限量要求

项目		限值要求
以 自		mg/kg
甲醇		≤100
乙二醇		≤250
二甘醇		≤250
2,3-丁二酮		€20
2,3-戊二酮		€20
3-羟基丁酮		€20
17种邻苯二甲酸酯类物质质量总和 ^a		€60
	甲醛	€20
羰基化合物	乙醛	≤180
	丙醛	€20

项目		限值要求
		mg/kg
	丙酮	€20
	丁醛	€20
	丙烯醛	€20
	巴豆醛	€20
	2-丁酮	€20
苯系物	苯	≤ 0. 2
	甲苯	≤0.7
	乙苯	≤0.3
	二甲苯(含对二甲苯、间二甲苯、邻二	≤ 0. 5
	甲苯)	
	铅 (Pb)	≤ 0. 5
	镉 (Cd)	≤0.2
	汞 (Hg)	≤ 0. 1
	锑 (Sb)	≤2.0
重金属	镍(Ni)	≤0.5
	硒 (Se)	≤ 5. 0
	钡 (Ba)	≤2.5
	铬 (Cr)	≤0.3
	砷 (As)	≤0.2
4种烟草特有	≤0.05	

[&]quot;邻苯二甲酸酯类物质包括:邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)、邻苯二甲酸二苯酯(DPHP)、邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二乙酯(DEP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸二戊酯(DPP)、邻苯二甲酸二己酯(DHXP)、邻苯二甲酸二壬酯(DNP)、邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)、邻苯二甲酸二环己酯(DCHP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯(DMEP)、邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯(DEEP)、邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯(DBEP)、邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯(BMPP)

5.4 微生物学指标要求

微生物指标应符合表4规定。

表4 微生物指标限值

微生物指标	限值
菌落总数 (CFU/g)	≤100
大肠菌群(MPN/g)	≤30
霉菌和酵母 (CFU/g)	≤100

6 试验方法

6.1 感官测试

取试样适量,置于清洁、干燥的比色管中,在自然光线下,观察色泽和状态;并嗅闻气味。

6.2 相对密度

按GB/T 11540 规定的方法进行测定。

6.3 折光指数

按GB/T 14454.4规定的方法进行测定。

^b 烟草特有亚硝胺包括: N-亚硝基降烟碱(NNN)、4-(甲基亚硝胺基)-1-(3-吡啶基)-1-丁酮(NNK)、N-亚硝基 假木贼碱(NAB)、N-亚硝基新烟碱(NAT)。

6.4 动力黏度

按GB/T 10247规定的旋转法进行测定。

6.5 酸值

按GB/T 14455.5规定的方法进行测定。

6.6 pH值

直接取原液,按GB 5009.237规定的方法进行测定。

6.7 1,2-丙二醇、丙三醇

按YC/T 242规定的方法进行测定。

6.8 甲醇、乙二醇、二甘醇

按附录B规定的方法进行测定。

6.9 邻苯二甲酸酯类

按GB 5009.271-2016规定的第二法进行测定。

6.10 羰基化合物

按附录C规定的方法进行测定。

6.11 苯系物

按附录D规定的方法进行测定。

6.12 重金属

按GB 5009.268-2016中第一法规定的方法进行测定。

6.13 烟碱(尼古丁)

按附录E规定的方法进行测定。

6.14 烟草特有亚硝胺

按附录F规定的方法进行测定。

6. 15 2, 3-丁二酮、2, 3-戊二酮、3-羟基丁酮

按附录G规定的方法进行测定。

6.16 菌落总数

按GB 4789.2规定的方法进行测定。

6.17 大肠菌群

按GB 4789.3规定的方法进行测定。

6.18 霉菌和酵母

按GB 4789.15规定的方法进行测定。

7 检验规则

7.1 检验分类

产品检验分交收检验、型式检验和监督检验。

7.2 交收检验

交收检验项目由双方协商确定。

7.3 型式检验

型式检验项目为第4章中的内容,有下列情况之一,应进行型式检验:

- ——新产品试制鉴定时;
- ——连续生产半年时:
- ——停产三个月后,恢复生产时;
- ——原料、生产工艺有较大改变或变化后;
- ——出现严重质量问题时:
- ——国家质量监督部门提出进行型式检验要求时。

7.4 监督检验

监督检验项目由国家或行业质量监督机构确定。

7.5 判定和复检规则

所检项目中有一项或一项以上不符合第4章中的规定,应进行复检,复检样品从备用样品中抽取,若复检结果仍不合格,则判该指标不合格;若复检合格,应重新抽样,进行二次复检,复检合格,则判该指标合格。

在保质期内,供需双方对产品质量有异议时,可共同协商解决或委托具有资质的第三方机构复检和 判定。

8 标签、标识、包装、说明书、运输、贮存

8.1 标签、标识

- 8.1.1 标签、标识应标注在包装显眼的位置上
- 8.1.2 产品销售包装标签、标识应包括产品名称、规格、特征风味、丙三醇/丙二醇比例、烟碱(尼古丁)含量、成分表、生产者或制造商的名称、地址和执行标准、生产日期和保质期(或生产批号和限用日期)、产品的使用和贮存方法、注意事项、警示语等。其中,香精中的香料、辅助成分、载体可以不标注各自的成分,而采用"香精"这个词语列在成分表中。
- 8.1.3 产品外包装上必须注明远离儿童和宠物,并警示产品不能吞咽及长时间皮肤接触。如:远离儿童与宠物,谨防吞咽,避免长时间皮肤接触。
- 8.1.4 产品外包装必须注明"本产品不建议孕妇、慢性病患者、皮肤易过敏者使用"及"禁止向未满十八周岁的青少年销售"等警示字样。
- 8.1.5 产品外包装上需注明"产品含有烟碱(尼古丁)、烟碱(尼古丁)具有成瘾性"警示语,不含烟碱(尼古丁)的电子雾化液产品不做要求。

8.2 包装

- 8.2.1 电子雾化液的包装应有良好的密封性,在储存、使用过程中不应漏液。
- 8.2.2 产品必须配备防篡改、防破碎和防泄漏包装。
- 8.2.3 产品必须配备防止儿童开启包装,应符合 GB/T 25163 的规定。
- 8.2.4 包装储运图示标识应符合 GB/T 191 的规定。

8.3 说明书

- 8.3.1 产品应提供说明书和产品检验合格证明。
- 8.3.2 产品说明书应标明的信息包括:
 - ——产品名称、生产商信息:
 - 一一主要成分:

- ——注意事项,包括使用时的注意事项和禁忌,对特定高危人群的警告,可能产生的副作用,发 生误服或皮肤接触时的应急处理措施;
- ——废弃物处置方法。

8.4 运输

运输工具必须清洁、卫生,产品搬运时应轻拿轻放,按标识堆放。产品严谨日晒雨淋,在运输过程中严谨与有毒或有异味的物品混运。

8.5 贮存

置于干燥、通风、避光的常温仓库内,按批号离地、离墙存放,不得与有毒有害的物品混存。

附 录 A (规范性) 电子雾化液 禁止添加物质

电子雾化液中禁用物质名单见表A.1。

表A. 1 电子雾化液中禁止添加物质

序号	禁用组分		
1	致癌物、致突变物、致生物	直毒性的物质(CMR1和2)	
2	植物油和矿物油		
		葡萄糖 (CAS: 14431-43-7)	
		果糖 (CAS: 7660-25-5)	
3 糖类物质	乳糖 (CAS: 63-42-3)		
		麦芽糖(CAS: 16984-36-4)	
		蔗糖 (CAS: 57-50-1)	
		安赛蜜(CAS: 33665-90-6)	
,	Thuk Zul	阿斯巴甜 (CAS: 22839-47-0)	
4	甜味剂	糖精钠 (CAS: 128-44-9)	
		甜菊糖(CAS: 57817-89-7)	
5	膳食补充物质,如	维生素、矿物质等	
6	药物、精神药物、合成代谢物和	中麻醉物,如咖啡因、牛磺酸等	
7	季铵盐15 (CAS	: 4080-31-3)	
8	咪唑烷基脲(CAS	5: 39236-46-9)	
9	重氮烷基脲(CAS	S: 78491-02-8)	
10	2-溴-2-硝基-1,3-丙醇或2-溴		
11	乙内酰脲或1,3-二羟甲基-5,5-1		
12	(苯基甲氧基)甲醇或甲醛苄酮		
13	羟甲基甘氨酸钠 ((
14	三氯生(CAS3380-34-5)		
15	苯氧乙醇 (CAS122-99-6)		
	长链酯: 对羟基苯甲酸异丙酯及其盐类(CAS: 4191-73-5), 对羟基苯甲酯		
16 丁酯 (CAS: 4247-02-3) , 羟苯甲酸苯酯 (CAS: 17696-62-			
17	苯甲酯 (CAS: 94-18-8) 和对羟基苯甲酸正戊酯 (CAS: 6521-29-5) 异噻唑啉酮 (CAS: 1003-07-2)		
17	乙二醇(CAS: 100~0(~2)		
18	2,3-丁二酮 (CAS: 431-03-8)		
19 20	2,3-戊二酮(CA 2,3-戊二酮(CA		
20	2,3 人二酮(CA 2,3-己二酮(CA		
22	2,3-庚二酮(CA		
23	维生素E乙酸酯((
24	着色		
25	总烟草生物碱,如新烟草		
26	水杨酸(CAS		
27	吊白块(CAS:		
28	硼砂 (CAS: 1		
29	β-奈酚 (CAS:		
30	白菖蒲及	其提取物	
31	马兜铃酸(CAS	5: 313-67-7)	
32	一氯乙酸(CAS	: 5278-95-5)	
33	香豆素(CAS	: 91-64-5)	
34	环己基氨基磺酸及其		
35	焦炭酸二乙酯(C	AS: 1609-47-8)	
36	甘素 (CAS:	·	
37	邻氨基苯甲酸肉桂酮		
38	黄樟素(CAS	: 94-59-7)	

T/CECC2—XXXX

序号	禁用组分	
39	正二氢愈创酸((CAS: 500-38-9)
40	硫脲 (CAS:	62-56-6)

附 录 B (规范性)

电子雾化液 甲醇、乙二醇、二甘醇的测定

B. 1 原理

采用含有内标的乙醇溶液稀释样品,使用带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪(GC-FID)测定,内标法定量,采用气相色谱-质谱确证阳性结果。

B. 2 试剂

- B. 2.1 乙醇,色谱纯。
- B. 2. 2 甲醇, 纯度不低于99.9%。
- B. 2. 3 乙二醇, 纯度不低于99. 9%。
- B. 2. 4 二甘醇,纯度不低于99. 9%。
- B. 2. 5 异丁醇, 纯度不低于99. 9%。

B. 2. 6 内标储备液

准确称取 $0.1\ g$ (精确至0.0001g)异丁醇(B.2.5)置于100mL容量瓶中,用乙醇(B.2.1)溶解定容,得到浓度为 $1000\ mg/L$ 的内标储备液。储存于 $2\mathbb{C}\sim 4\mathbb{C}$ 条件下,有效期为3个月。

B. 2.7 标准储备液

分别准确称取0.1g(精确至0.0001g)甲醇(B.2.2)、乙二醇(B.2.3)、二甘醇(B.2.4)于100mL 容量瓶中,用乙醇(B.2.1)溶解定容,得到浓度均为1000~mg/L的甲醇、乙二醇和二甘醇混合储备液。储存于2℃~4℃条件下,有效期为3个月。

B. 2. 8 标准工作溶液

分别移取50μL、100μL、200μL、500μL、1000μL的标准储备液(B. 2. 5)于10mL容量瓶中,再分别准确加入200μL内标储备液(B. 2. 6),用乙醇(B. 2. 1)稀释定容,得到浓度为5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L和100 mg/L系列标准溶液。即配即用。

B.3 仪器与材料

- B. 3.1 分析天平, 感量为0.1mg。
- B. 3. 2 气相色谱仪,配置有氢火焰离子化检测器,进样口应具有分流进样方式。进样口、柱箱和检测器应分别配有独立可控制的加热单元。
- B. 3. 3 容量瓶, A级, 10mL、100mL。
- B. 3. 4 涡旋振荡器,最大涡旋速度不小于2000r/min。

B. 4 分析步骤

B. 4.1 样品前处理

准确称取1.0 g(精确至0.0001g)电子雾化液于10mL容量瓶(B.3.3)中,加入 200μ L内标储备液(B.2.6)后,以乙醇 (B.2.1) 定容至刻度,加盖密封后置于涡旋振荡器 (B.3.4) 中,以2000r/min的速度涡旋振荡提取10 min,取萃取液转移到色谱分析瓶中进行仪器分析。

B. 4. 2 空白实验

在不添加样品的情况下,重复B.4.1试验过程,进行样品空白试验。

B. 4. 3 测定

B. 4. 3. 1 气相色谱条件

以下分析条件可供参考,采用其他条件应验证其适用性:

- ——推荐使用毛细管色谱柱,固定相为 PEG-20M, 规格为[30m(长度) × 0.25mm(内径) × 0.25μm (膜厚)];
- ——进样口温度: 260℃;
- ——检测器温度: 275℃;
- ——进样体积为 1.0uL, 分流比 10:1;
- ——采用程序升温: 初始温度 40℃, 保持 12min, 10℃/min, 至 200℃, 保持 3min, 10℃/min 至 250℃, 保持 6min。
- ——载气: 氮气,恒流流速为1.0mL/min;
- ——尾吹气: 20mL/min;
- ——空气: 450mL/min;
- ——氢气: 40mL/min。

B. 4. 3. 2 定性分析

按上述分析条件(B. 4. 3. 1)对标准溶液及样品溶液进行分析,采用色谱峰的保留时间进行定性。必要时,可采用气相色谱-质谱法进一步确证。气相色谱-质谱法的参考条件如下:

- ——色谱柱: 固定相为聚乙二醇, 规格为[30m(长度)×0.25mm(内径)×0.25μm(膜厚)] 或 相当者:
- ——采用程序升温: 初始温度 40℃, 保持 4min, 10℃/min 速率升至 120℃保持 0min, 30℃/min 速率至 230℃, 保持 3min。
- ——载气: 氮气, 恒流流速为 1.0mL/min;
- ——讲样口温度: 240℃:
- ——载气: 氦气,恒流流速,1mL/min;
- ——进样量 1.0uL, 分流比 10:1;
- ——传输线温度: 210℃;
- ——电离方式: EI, 电离电压 70eV;
- ——离子源温度: 230℃;
- ——四级杆温度: 150℃;
- ——溶剂延迟: 3.0min;
- ——扫描方式:选择离子检测,各组分特征离子选择见表 B.1。

特征离子及其丰度比 序号 化合物名称 定量离子 定性离子 31:32(100:74) 1 甲醇 31 32 2 乙二醇 31:33(100:36) 31 33 45:75(100:22) 二甘醇

表B. 1 目标化合物的特征离子

在相同的试验条件下,如样品中检出的色谱峰的保留时间与标准溶液中对应成分一致,且所选择的监测离子对的相对丰度比与相当浓度标准溶液的离子对相对丰度比的偏差不超过表B. 2规定范围,则可判断样品中存在相应的物质。

表B. 2 结果确证时相对离子丰度比的最大允许偏差

相对离子丰度(K)	K>50%	50%≥K>20%	20%≥K>10%	K≤10%
允许的最大偏差	±10%	±15%	±20%	±50%

B. 4. 3. 3 定量分析

采用气相色谱分析条件 (B. 4. 3. 1) 对系列标准工作溶液 (B. 2. 6) 进行测定,纵坐标为目标化合物峰面积与内标物峰面积的比值,横坐标为目标化合物浓度,建立标准工作曲线,线性相关系数 R^2 应大于 0.999。

每进行20次样品测定后,应加入一个中等浓度的工作标准溶液,如果测得的值与原值相差超过5%,则应重新进行整个标准工作曲线的制作。

B. 5 结果计算与表述

电子雾化液中甲醇、乙二醇、二甘醇按式(B.1)计算得出:

$$Xi = \frac{(Ci-C0) \times V}{m}$$
 (B. 1)

式中:

- ——x_i:电子雾化液中目标化合物浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ——c_i:样品溶液中目标化合物测定浓度,单位为毫克每毫升(mg/L);
- ——c₀: 空白试验中目标化合物测定浓度,单位为毫克每毫升(mg/L);
- ——V:样品溶液体积,单位为毫升(mL);
- ——m:电子雾化液质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果,精确到1mg/kg。 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

B. 6 方法检出限

本方法甲醇、乙二醇和二甘醇的检出限均为50 mg/kg。

B. 7 试验报告

试验报告应说明:

- ——识别被测样品需要的所有信息;
- ——参照本方法所使用的试验方法;
- ——测定结果,包括各单次测定结果及其平均值;
- 一一与本方法规定的分析步骤的差异;
- ——在试验中观察到的异常现象;
- 一一实验日期;
- ——测定人员。

附 录 C (规范性) 电子雾化液 羰基化合物的测定

C. 1 原理

酸性条件下,2,4-二硝基苯肼与电子雾化液中的羰基化合物反应生成2,4-二硝基苯肼衍生化合物,采用高效液相色谱仪分析,测定样品溶液中羰基化合物的含量。

C. 2 试剂

- C. 2. 1 水, GB/T 6682, 一级。
- C. 2. 2 乙腈,色谱纯(或分析纯经重蒸后使用)。
- C. 2. 3 磷酸, 纯度不低于85%。
- C. 2. 4 吡啶, 纯度不低于99%。
- C. 2. 5 四氢呋喃, 色谱纯。
- C. 2. 6 异丙醇, 色谱纯。
- **C. 2.7** 2, 4-二硝基苯肼 (DNPH), 使用前应经乙腈重结晶。
- C. 2. 8 甲醛、乙醛、丙醛、丙酮、丙烯醛、丁醛、巴豆醛、2-丁酮的DNPH衍生化合物,纯度不低于97%。

C. 2. 9 10%磷酸水溶液

移取29.4mL的85%的磷酸(C.2.3)至250mL容量瓶中,用水(C.2.1)稀释定容,有效期为6个月。

C. 2. 10 衍生化试剂

称取4.5gDNPH(C. 2.7)溶解于200mL乙腈(C. 2.2)中,加入20mL10%磷酸水溶液(C. 2.10),转移入500mL容量瓶中,加入约250mL水(C. 2.1),用乙腈(C. 2.2)定容。配置完的溶液应储存在棕色试剂瓶中避光保存,有效期为6个月。

C. 2. 11 标准工作溶液的配制

C. 2. 11. 1 8 种羰基化合物的 DNPH 衍生化合物储备液

分别准确称取25.0mg(精确至0.1mg)甲醛、乙醛、丙醛、丙酮、丙烯醛、丁醛、巴豆醛、2-丁酮的DNPH衍生化合物(C. 2.8)至25mL的棕色容量瓶中,用乙腈(C. 2.2)溶解定容,得到浓度均为1mg/mL的标准储备液。避光储存于-18°C条件下,有效期为6个月。

C. 2. 11. 2 混合标准储备液

分别准确移取甲醛、乙醛、丙醛、丙酮、丙烯醛、丁醛、巴豆醛、2-丁酮的DNPH衍生化合物标准储备液(C. 2. 11. 1)各1. 0mL至100mL棕色容量瓶中,用乙腈(C. 2. 2)稀释定容,得到浓度均为10~mg/L的混合标准溶液。避光贮存于-18°C条件下,有效期为6个月。

C. 2. 11. 3 混合标准工作溶液

分别准确移取50μL、100μL、200μL、500μL、1000μL、2000μL混合标准储备液(C. 2. 11. 2)至7个 10mL棕色容量瓶中,用乙腈(C. 2. 2)稀释定容,得到浓度分别为O. 05mg/L、<math>O. 1mg/L、O. 2 mg/L、O. 5 mg/L、1.0 mg/L和2.0 mg/L系列标准工作溶液。现配现用。

C. 3 仪器与材料

- C. 3.1 分析天平,感量为0.1mg。
- C. 3. 2 高效液相色谱仪, 具有柱温箱、梯度洗脱功能、紫外检测器。
- C. 3. 3 聚四氟乙烯 (PTFE) 滤膜, 0. 45um。

C. 4 分析步骤

C. 4.1 样品前处理

准确称取0.1g(精确至0.1mg)电子雾化液于1m层色容量瓶中,加入约0.8mL衍生化试剂(C. 2.10),摇匀,室温放置20min,加入50μL吡啶(C. 2.4),用乙腈(C. 2.2)稀释定容至刻度,经PTFE滤膜(C. 3.3)过滤后,置于色谱瓶中待测。

C. 4. 2 空白实验

在不添加样品的情况下,重复C.4.1试验过程,进行样品空白试验。

C. 4. 3 高效液相色谱分析

以下分析条件可供参考,采用其他条件应验证其适用性:

- ——色谱柱: C18 色谱柱, 规格为 150mm(长度) ×4.6mm(内径), 5.0µm(粒径)或等效柱;
- ——流动相 A: 水-乙腈-四氢呋喃-异丙醇(63-27-9-1);
- ——流动相 B: 水-乙腈-四氢呋喃-异丙醇(40-58-1-1);
- ——流动相 C: 乙腈;
- ——柱温: 50℃;
- ——柱流量: 1.25mL/min;
- ——进样体积: 5μL;
- ——梯度: 见表 C. 1;
- ——后运行时间: 2min;
- ——检测器: 紫外检测器, 检测波长为 365nm。

时间,min	流动相 A,%	流动相 B,%	流动相 C,%
0.0	95	0	5
1.0	95	0	5
16.0	70	30	0
19.0	40	60	0
27.0	40	60	0
33.0	0	100	0
35.0	0	0	100
37.0	0	0	100
37.01	95	0	5
40.0	95	0	5

表0.1 高效液相色谱淋洗梯度

C. 4. 4 标准工作曲线制作

采用液相色谱分析条件(C. 4. 3)对系列标准工作溶液(C. 2. 12. 5)进行测定,纵坐标为目标化合物峰面积,横坐标为目标化合物浓度,建立标准工作曲线,线性相关系数户。应大于0. 99。

每进行20次样品测定后,应加入一个中等浓度的工作标准溶液,如果测得的值与原值相差超过5%,则应重新进行整个标准工作曲线的制作。

C. 4. 5 样品测定

按照液相色谱分析条件(C. 4. 3)测定样品溶液(C. 4. 1)中目标化合物浓度。如样品的测定浓度超出标准工作曲线的范围,应将样品进行稀释后重新进样。

C.5 结果计算与表述

电子雾化液中甲醛、乙醛、丙醛、丙酮、丙烯醛、丁醛、巴豆醛、2-丁酮和2,3-丁二酮的浓度按式(C.1)计算得出:

$$Xi = \frac{(Ci - C0) \times V}{m} \tag{C. 1}$$

式中:

- —— x_i : 电子雾化液中目标化合物浓度,单位为毫克每千克(mg/kg); —— c_i : 样品溶液中目标化合物测定浓度,单位为毫克每升(mg/L); —— c_0 : 空白试验中目标化合物测定浓度,单位为毫克每升(mg/L); ——V: 样品溶液体积,单位为毫升(mL); ——m: 电子雾化液质量,单位为克(g)。
- 以两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果,精确到0.1mg/kg。 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

C.6 方法检出限

本方法羰基化合物的检出限均为0.5 mg/kg。

C. 7 试验报告

试验报告应说明:

- ——识别被测样品需要的所有信息;
- ——参照本方法所使用的试验方法;
- ——测定结果,包括各单次测定结果及其平均值;
- ——与本方法规定的分析步骤的差异;
- ——在试验中观察到的异常现象;
- 一一实验日期;
- ——测定人员。

附 录 D (规范性) 电子雾化液 苯系物的测定

D. 1 原理

用含有内标的乙醇溶液萃取样品中的苯、甲苯、乙苯和二甲苯,气相色谱-质谱联用仪测定,内标法定量。

D. 2 试剂

- D. 2. 1 水, GB/T 6682, 一级。
- D. 2. 2 乙醇, 色谱纯。
- D. 2. 3 苯, 纯度不低于99%。
- D. 2. 4 甲苯, 纯度不低于99%。
- D. 2.5 乙苯, 纯度不低于99%。
- D. 2.6 邻二甲苯,纯度不低于99%。
- D. 2.7 间二甲苯, 纯度不低于99%。
- D. 2.8 对二甲苯, 纯度不低于99%。
- D. 2.9 苯-d₆ (内标), 纯度不低于99%。

D. 2. 10 内标储备液

准确称取0.05g 苯 $-d_6$ (D. 2.9) 于100mL容量瓶中,精确至0.0001g,用乙醇 (D. 2.2) 溶解定容,配成浓度为0.5g/L 苯 $-d_6$ (内标)的内标储备液。储存于0°C~4°C条件下,有效期为6个月。

D. 2. 11 萃取溶液

将内标储备液(D. 2.10)逐级稀释配成苯-d。(内标)浓度为0.5mg/L的乙醇溶液。

D. 2. 12 混合标准工作溶液

D. 2. 12. 1 混合标准储备液

各称取约0.05 g(精确至0.0001g)的苯(D.2.3)、甲苯(D.2.4)、乙苯(D.2.5)、邻二甲苯(D.2.6)、间二甲苯(D.2.7)、对二甲苯(D.2.8)于100mL的容量瓶中,用萃取溶液(D.2.11)溶解定容,配成各组分浓度约为500 mg/L混合标准储备液。储存于0° \mathbb{C} ~4° \mathbb{C} 条件下,有效期为6个月。

D. 2. 12. 2 混合标准工作溶液

将混合标准储备液(D. 2. 12. 1)以萃取溶液(D. 2. 11)逐级稀释得到浓度为1. 0mg/L的混合标准溶液。分别准确移取 50μ L、 100μ L、 200μ L、 500μ L、 1000μ L的混合标准溶液于10mL容量瓶中,以萃取溶液(D. 2. 11)稀释定容,得到浓度为0.005mg/L 、0.01mg/L、0.02 mg/L、0.05mg/L和0.1 mg/L的系列标准工作溶液。现配现用。

D. 3 仪器与材料

- D. 3.1 分析天平,感量为0.1mg。
- D. 3. 2 气相色谱-质谱联用仪。
- D. 3. 3 容量瓶, A级, 10.0mL。
- D. 3.4 漩涡振荡器,最大涡旋速度不小于2000r/min。
- D. 3. 5 滤膜,有机相, 0. 45 µ m。

D. 4 分析步骤

D. 4.1 样品前处理

准确称取1.0g(精确至0.0001g)电子雾化液于10.0mL容量瓶(D. 3.3)中,加入萃取溶液(D. 2.11) 定容至刻度,加盖密封后置于涡旋振荡器中,以2000r/min 的速度涡旋振荡提取10min,采用有机滤膜过滤后进行仪器分析。

D. 4. 2 空白实验

在不添加样品的情况下,重复D.4.1试验过程,进行样品空白试验。

D. 4.3 气相色谱-质谱分析

以下分析条件可供参考,采用其他条件应验证其适用性:

- ——推荐使用毛细管色谱柱,固定相为聚乙二醇,规格为 30m (长度) × 0.25mm (内径) × 0.25mm (膜厚)或相当者;
- ——程序升温: 起始温度 40°C,保持 3min,以 10°C/min 的速率升至 130°C,保持 3min,再以 20°C/min 的速率升至 200°C,保持 5min;
- ——进样口温度: 240℃;
- ——载气: 氦气, 恒流流速, 1mL/min;
- ——进样量 1.0uL, 分流比 10:1;
- ——传输线温度: 240℃;
- ——电离方式: EI, 电离电压 70eV;
- ——离子源温度: 230℃;
- ——四级杆温度: 150℃;
- ——溶剂延迟: 2.5min;
- ——扫描方式:选择离子检测,各组分特征离子选择见表 D.1。

序号	化合物名称	特征离子及其丰度比	定量离子	定性离子
1	苯-d ₆ (内标)	84:3 (100:70)	84	83
2	苯	78:51(100:16)	78	51
3	甲苯	91:51(100:4)	91	51
4	乙苯	91:106 (100:37)	91	106
5	对二甲苯	91:106:77:51(100:53:13:9)	91	106
6	间二甲苯	91:106:77:51(100:55:12:8)	91	106
7	邻二甲苯	91:106:77:51(100:51:11:8)	91	106

表D. 1 目标化合物及内标的特征离子

D. 4. 4 标准工作曲线制作

采用气相色谱-质谱分析条件 (D. 4. 3) 对系列标准工作溶液 (D. 2. 12. 2) 进行测定,纵坐标为目标化合物峰面积与内标物峰面积的比值,横坐标为目标化合物浓度,建立标准工作曲线,线性相关系数 R^2 应大于0. 99。

每进行20次样品测定后,应加入一个中等浓度的工作标准溶液,如果测得的值与原值相差超过5%,则应重新进行整个标准工作曲线的制作。

D. 4.5 样品测定

按照气相色谱-质谱分析条件(D. 4. 3)测定样品溶液(D. 4. 1)中目标化合物浓度。如样品的测定浓度超出标准工作曲线的范围,应将样品进行稀释后重新进样。

D.5 结果计算与表述

电子雾化液中苯按式(D.1)计算得出:

$$Xi = \frac{(cCi - C0) \times V}{m}$$
 (D. 1)

式中:

——xi:电子雾化液中目标化合物浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

——c _i :样品溶液中目标化合物测定浓度,单位为毫克每升(mg/L);	
——c₀:空白试验中目标化合物测定浓度,单位为毫克每升(mg/L);	
——V:萃取溶液体积,单位为毫升(mL);	
——m:电子雾化液质量,单位为克(g)。	
两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果,精确到0.01mg/kg。	

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

D.6 方法检出限

本方法中苯的检出限为0.2 mg/kg, 其他苯系物的检出限均为0.05 mg/kg。

D. 7 试验报告

试验报告应说明:

- ——识别被测样品需要的所有信息;
- ——参照本方法所使用的试验方法;
- ——测定结果,包括各单次测定结果及其平均值;
- 一一与本方法规定的分析步骤的差异;
- ——在试验中观察到的异常现象;
- 一一实验日期;
- ——测定人员。

附 录 E (规范性) 电子雾化液 烟碱(尼古丁)的测定

E. 1 原理

量取一定量的电子雾化液样品,用甲醇溶解后过滤膜,采用气相色谱仪进行测定,外标法定量。

E. 2 试剂

- E. 2.1 甲醇: 色谱纯。
- E. 2. 2 烟碱(尼古丁)标准物质: 纯度≥99. 9%或已知浓度。

E. 2. 3 烟碱(尼古丁)标准储备液

准确称取0.5g(精确至0.0001g)烟碱(尼古丁)于50mL容量瓶中,用甲醇(E.2.1)溶解定容,得到浓度为10mg/mL的标准储备液。储存于2 $\mathbb{C} \sim 4$ \mathbb{C} 条件下,有效期为6 个月。

E. 2. 4 烟碱 (尼古丁) 标准工作溶液

分别准确量取10 μL、20 μL、50 μL、100 μL、200 μL、500 μL的烟碱(尼古丁)标准储备液(E. 2. 3)于10mL容量瓶中,用甲醇(E. 2. 1)稀释并定容至刻度,得到浓度为0. $0.1 \, \text{mg/mL}$ 、0. $0.2 \, \text{mg/mL}$ 、0. $0.5 \, \text{mg/mL}$ 的烟碱(尼古丁)系列标准工作溶液。

E. 3 仪器与材料

- E. 3.1 分析天平,精度0.1mg。
- E. 3. 2 气相色谱仪,配置有氢火焰离子化检测器,进样口应具有分流进样方式。进样口、柱箱和检测器应分别配有独立可控制的加热单元。
- E. 3.3 容量瓶, 规格为10mL、50mL。
- E. 3.4 涡旋振荡器,最大涡旋速度不小于2000r/min。

E. 4 分析步骤

E. 4.1 样品前处理

准确量取2mL电子烟烟液于50mL容量瓶(E.3.3)中,以甲醇(E.2.1)定容,加盖密封后置于涡旋振荡器(E.3.4)中,以2000r/min的速度涡旋振荡提取10min,取溶液色谱分析瓶中进行仪器分析。

E. 4. 2 空白实验

在不添加样品的情况下,重复试验过程,进行样品空白试验。

E. 4. 3 气相色谱条件

以下分析条件可供参考,采用其他条件应验证其适用性:

- ——推荐使用毛细管色谱柱,固定相为 PEG-20M, 规格为[30m(长度) × 0.25mm(内径) × 0.25 μm(膜厚)],或相当者:
- ——进样口温度: 250℃;
- ——检测器温度: 280℃;
- ——进样体积为 1.0µL, 分流比 10:1;
- ——采用程序升温:初始温度 160℃,保持 9min,10℃/min,至 250℃,保持 6min。
- ——载气: 氮气, 恒流流速为 1.0mL/min;
- ——尾吹气: 20mL/min;
- ——空气: 450mL/min;
- ——氢气: 40mL/min。

E. 4. 4 标准工作曲线制作

采用气相色谱分析条件(E. 4. 3)对系列标准工作溶液(E. 2. 4)进行测定,纵坐标为目标化合物峰面积,横坐标为目标化合物浓度,建立标准工作曲线,线性相关系数R2应大于0. 999。

每进行20次样品测定后,应加入一个中等浓度的工作标准溶液,如果测得的值与原值相差超过5%,则应重新进行整个标准工作曲线的制作。

E. 4.5 定量分析

按照气相色谱分析条件(E. 4. 3)测定样品溶液(E. 4. 1)中目标化合物浓度。如样品的测定浓度超出标准工作曲线的范围,应将样品进行稀释后重新进样。

E. 4. 6 结果计算与表述

采用外标法测定电子雾化液中烟碱(尼古丁),以标准工作溶液的浓度为横坐标、烟碱(尼古丁)峰标准物质峰面积为纵坐标做图,得到标准曲线回归方程。将样品溶液中检测出的烟碱(尼古丁)的峰面积代入标准曲线,即可得样品溶液中烟碱(尼古丁)的质量浓度,将样品溶液中烟碱(尼古丁)的质量浓度扣除空白后代入公式(E.1)即可计算出电子雾化液中烟碱(尼古丁)的含量。

$$\rho = (C - C0) \times 25 \times d$$
 (E. 1)

式中:

- ——ρ:样品中烟碱(尼古丁)的含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- ——C: 样品溶液中烟碱(尼古丁)的测定浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- ——C₀: 空白溶液中烟碱(尼古丁)的测定浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- ——d:稀释倍数。

以两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果,精确到0.01mg/mL。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

E.5 方法检出限

本方法尼古丁的检出限为0.25 mg/mL。

E. 6 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- 一一试样描述;
- ——使用的标准(包括发布或出版年号);
- ——试验结果;
- ——与规定的分析步骤的差异;
- ——在试验中观察到的异常现象;
- 一一实验日期;
- ——测定人员。

附 录 F (规范性) 电子雾化液 烟草特有亚硝胺的测定

F. 1 原理

用乙酸铵溶液提取电子雾化液中烟草特有亚硝胺,采用液相色谱-串联质谱仪进行测定,内标法定量。

F. 2 试剂

- F. 2.1 水, GB/T6682, 一级。
- F. 2. 2 乙腈,色谱纯(或分析纯经重蒸后使用)。
- F. 2. 3 乙酸铵, 纯度不低于98%。
- F. 2. 4 乙酸, 纯度不低于98%。
- F. 2.5 氘代-N-亚硝基假木贼碱 (NAB-d₄), CAS号1020719-68-9, 纯度不低于99%。

- F. 2.9 N-亚硝基假木贼碱(NAB), CAS号37620-20-5, 纯度不低于98%。
- F. 2. 10 N-亚硝基新烟碱(NAT), CAS号71267-22-6, 纯度不低于98%。
- F. 2. 11 4- (甲基亚硝胺基)-1- (3-吡啶基)-1-丁酮 (NNK), CAS号64091-91-4, 纯度不低于98%。
- F. 2. 12 N-亚硝基降烟碱(NNN), CAS号80508-23-2, 纯度不低于98%。

F. 2. 13 0. 1mol/L乙酸铵溶液

称取3.85g(精确到0.0001g)乙酸铵(F.2.3),用水(F.2.1)完全溶解后,转移至500 mL容量瓶中,用水(F.2.1)定容至刻度。

F. 3 内标溶液

F. 3. 1. 1 内标储备液

各称取10.0mg的NAB-d₄(F. 2. 5)、NAT-d₄(F. 2. 6)、NNK-d₄(F. 2. 7)和NNN-d₄(F. 2. 8),用乙腈(F. 2. 2)完全溶解后,分别转移至4个10 mL棕色容量瓶中,用乙腈(F. 2. 2)定容,配制得到浓度均为1.0mg/mL的内标储备液。该内标储备溶液于-18℃条件下避光保存,有效期为6个月。

F. 3. 1. 2 一级混合内标溶液

分别移取1.0mL NAB-d₄、NAT-d₄、NNK-d₄和NNN-d₄的内标储备液(F. 2. 14. 1)至100 mL棕色容量瓶中,用乙腈(F. 2. 2)定容,配制成NAB-d₄、NAT-d₄、NNK-d₄和NNN-d₄浓度均为10.0 μ g/mL的一级混合内标溶液。该溶液于-18℃条件下避光保存,有效期为6个月。

F. 3. 1. 3 二级混合内标溶液

移取10.0mL一级混合内标溶液(F. 2. 14. 2)至100 mL棕色容量瓶中,用乙腈(F. 2. 2)定容,配制成NAB-d₄、NAT-d₄、NNK-d₄和NNN-d₄浓度均为1.0 μ g/mL的二级混合内标溶液。该溶液于-18℃条件下避光保存,有效期为3个月。

F. 3. 2 标准溶液

F. 3. 2. 1 标准储备液

准确称取10.0mg (精确到0.1mg)的NAB (F. 2.9)、NAT (F. 2.10)、NNK (F. 2.11)和NNN (F. 2.12),用乙腈 (F. 2.2)完全溶解后,分别转移至4个10 mL棕色容量瓶中,用乙腈 (F. 2.2)定容,配制成浓度均为1.0mg/mL的标准储备液。该标准储备液于-18℃条件下避光保存,有效期为6个月。

F. 3. 2. 2 一级混合标准液

分别移取1.0mL、1.0mL、1.0mL和1.0mL NAB、NAT、NNK和NNN的标准储备液(F. 2. 15. 1)至100mL 棕色容量瓶中,用乙腈(F. 2. 2)定容,配制成NAB、NAT、NNK和NNN浓度分别为10.0 μg/mL、10.0μg/mL、10.0μg/mL和10.0μg/mL的一级混合标准溶液。该溶液于-18℃条件下避光保存,有效期为6个月。

F. 3. 2. 3 二级混合标准液

移取10.0mL一级混合标准溶液(F. 2. 15. 2)至100mL棕色容量瓶中,用乙腈(F. 2. 2)定容,配制成 NAB、NAT、NNK和NNN浓度分别为1.0 μ g/mL、1.0 μ g/mL、1.0 μ g/mL和1.0 μ g/mL的二级混合标准溶液。该溶液于-18 $^{\circ}$ 条件下避光保存,有效期为3个月。

F. 3. 2. 4 系列标准工作溶液

移取10 μL、20 μL、50 μL、100 μL、200 μL、500 μL的二级标准溶液(F. 2. 15. 3)至100mL的容量瓶中,再分别加入100μL二级混合内标溶液(F. 2. 14. 3),用0. 1 mol/L乙酸铵溶液(F. 2. 13)定容,得到浓度分别为0. 1 ng/mL、0. 2 ng/mL、0. 5 ng/mL、1. 0 ng/mL、2. 0 ng/mL、5. 0 ng/mL系列标准工作溶液。

F. 4 仪器与材料

- F. 4.1 液相色谱-串联质谱联用仪。
- F. 4.2 电子天平,感量为0.1mg。
- F. 4. 3 容量瓶, A级, 规格为10.0mL、100mL。
- F. 4.4 漩涡振动器,最大涡旋速度不小于2000r/min。
- F. 4.5 滤膜, 水相, 0.22 μm。

F. 5 分析步骤

F. 5. 1 样品前处理

准确称取1.0g(精确至0.0001g)电子雾化液,置入10mL容量瓶中(F.3.3)中,加入10.0 μ L二级混合内标溶液(F.2.14.3),用0.1 μ C乙酸铵溶液(F.2.13)定容至刻度,加盖密封后置于涡旋振荡器(F.3.4)中,以2000 μ C河流的速度涡旋振荡提取30 μ C河流,萃取液过滤膜(F.3.5)后待测。

F. 5. 2 空白试验

在不添加样品的情况下,重复F.4.1试验过程,进行样品空白试验。

F. 5. 3 仪器分析

以下分析条件可供参考,采用其他条件应验证其适用性:

- ——C18 色谱柱, 规格为[100mm(长度)×3.0mm(内径), 2.7μm(粒径)]或等效柱;
- ——流动相 A: 0.01mo1/L 乙酸铵溶液;
- ——流动相 B: 0.1%乙酸乙腈溶液;
- ——柱温: 40℃;
- ——柱流量: 0.4mL/min;
- ——进样体积: 5μL;
- ——梯度: 见表 F. 1;
- ——多反应监测参数: 见表 F.2。

表F. 1 液相色谱仪淋洗梯度

时间, min	流动相 A,%	流动相 B,%

时间, min	流动相 A,%	流动相 B,%
0	90	10
2. 0	60	40
4.0	40	60
6. 0	10	90
9. 0	10	90
9. 5	90	10
15.0	90	10

表F. 2 多反应检测参数

化合物	离子对(碰撞能,eV)	
	定量	定性
NNN	178. 1>148. 2 (15)	178. 1>120. 1 (15)
NNN-d4	182. 1>152. 2 (15)	-
NNK	208. 1>122. 1 (16)	208. 1>106. 1 (16)
NNK-d4	212. 1>126. 1 (16)	1
NAT	190. 1>160. 1 (15)	190. 1>106. 1 (15)
NAT-d4	194. 1>164. 1 (15)	-
NAB	192. 1>162. 2 (17)	192. 1>133. 1 (17)
NAB-d4	196. 1>166. 2 (17)	-

F. 5. 4 标准工作曲线制作

采用仪器分析条件(F. 4. 3)对系列标准工作溶液(F. 2. 15. 4)进行测定,纵坐标为目标化合物峰面积与内标物峰面积的比值,横坐标为目标化合物浓度,建立标准工作曲线,线性相关系数R²应大于0. 99。

每进行20次样品测定后,应加入一个中等浓度的工作标准溶液,如果测得的值与原值相差超过5%,则应重新进行整个标准工作曲线的制作。

F. 5. 5 样品测定

按照仪器分析条件(F.4.3)测定样品溶液(F.4.1)中目标化合物浓度。如样品的测定浓度超出标准工作曲线的范围,应将样品进行稀释后重新进样。

F. 6 结果计算与表述

电子雾化液中烟草特有亚硝胺按式(F.1)计算得出:

$$Xi = \frac{(Ci-Co)\times V}{m} - \dots - (F. 1)$$

式中:

- ——x_i:电子雾化液中目标化合物浓度,单位为纳克每克(ng/g);
- ——ci:样品溶液中目标化合物测定浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- ——c₀:空白试验中目标化合物测定浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- ——V:萃取液体积,单位为毫升(mL);
- ——m: 电子雾化液质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果,精确到0.01ng/g。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

F.7 方法检出限

本方法4种亚硝胺的检出限均为1.0 ng/g。

F.8 检验报告

试验报告应说明:

- ——识别被测样品需要的所有信息;
- ——参照本方法所使用的试验方法;

- ——测定结果,包括各单次测定结果及其平均值;
- ——与本方法规定的分析步骤的差异;
- ——在试验中观察到的异常现象; ——实验日期。

附 录 G (规范性)

电子雾化液 2,3-丁二酮、2,3-戊二酮、3-羟基丁酮的测定

G. 1 原理

用乙醇稀释电子雾化液,混匀过滤后采用气相色谱-质谱仪进行测定,外标法定量。

G. 2 试剂

- G. 2.1 乙醇,色谱纯。
- G. 2. 2 丙二醇, 色谱纯。
- G. 2. 3 丙三醇, 色谱纯。
- G. 2. 4 2, 3-丁二酮, CAS号431-03-8, 纯度不低于98%。
- G. 2.5 2,3-戊二酮,CAS号600-14-6,纯度不低于98%。
- G. 2.6 3-羟基丁酮, CAS号513-86-0, 纯度不低于98%。

G. 2.7 标准溶液

G. 2. 7. 1 标准储备液

准确称取2,3-丁二酮,2,3-戊二酮,3-羟基丁酮标准品50mg分别于50mL容量瓶中,用丙二醇/甘油(80/20)混合溶液定容,制成1000mg/L的储备液。该内标储备溶液于4℃条件下避光保存,有效期为3个月。

G. 2. 7. 2 标准中间溶液

准确移取上述标准储备液(G. 2. 5. 1) 1000uL于10mL容量瓶,用乙醇溶液定容,制成100 mg/L的标准中间溶液。

G. 2. 7. 3 系列标准工作溶液

依次移取标准中间溶液(G.5.2.2)0.02 mL、0.04 mL、0.05 mL、0.1 mL和0.2 mL于10 mL容量瓶中,使用乙醇定容至刻度,得到浓度为0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L和2.0 mg/L系列标准工作溶液。

G.3 仪器与材料

- G. 3.1 气相色谱-质谱联用仪。
- G. 3. 2 电子天平, 感量为0.1mg。
- G. 3. 3 容量瓶, A级, 规格为10mL、50mL。
- G.3.4 漩涡振动器,最大涡旋速度不小于2000r/min。

G. 4 分析步骤

G. 4.1 样品前处理

准确称取1.0 g (精确至0.0001g) 电子雾化液于10mL容量瓶中(G.3.3),用乙醇定容至刻度,加盖密封后置于涡旋振荡器(G.3.4)中,以2000r/min的速度涡旋振荡提取5min,取萃取液转移到色谱分析瓶中进行仪器分析。

G. 4. 2 空白试验

在不添加样品的情况下,重复G.4.1试验过程,进行样品空白试验。

G. 4. 3 仪器分析

以下分析条件可供参考,采用其他条件应验证其适用性:

——6%氰丙基苯基-甲基聚硅氧烷石英毛细血管色谱柱或同效柱;

- ——程序升温:初始柱温 60℃,保持 2min,以 10℃/min 升温至 120℃,保持 2min。再以 25℃/min 升温至 240℃,保持 12min;
 ——进样口温度: 240℃;
 ——载气: 氦气,恒流流速,1mL/min;
 —进样量 1.0μL,分流比 20:1;
- ——传输线温度: 280℃;
- ——离子源温度: 230℃;
- ——溶剂延迟: 7min;
- ——扫描方式:选择离子检测,各组分特征离子选择见表 G.1。

表G. 1 目标化合物的特征离子

序号	化合物名称	定性离子,m/z	定量离子,m/z
1	2,3-丁二酮	86, 43	86
2	2,3-戊二酮	100, 57	100
3	3-羟基丁酮	88, 46	88

G. 4. 4 样品测定

按照仪器分析条件(G.4.3)测定样品溶液(G.4.1)中目标化合物浓度。如样品的测定浓度超出标准工作曲线的范围,应将样品进行稀释后重新进样。

G. 5 结果计算与表述

电子雾化液中目标化合物含量按式(G.1)计算得出:

$$X_i = \frac{\text{(Ci-C0)} \times \text{V}}{\text{m}}$$
 (G. 1)

式中:

- ——x_i:电子雾化液中目标化合物含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ——c_i:样品溶液中目标化合物测定浓度,单位为微克每毫升(ug/mL);
- ——co:空白试验中目标化合物测定浓度,单位为微克每毫升(ug/mL);
- ——V:溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- ——m: 电子雾化液质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果,精确至0.01 mg/kg。 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

G.6 方法检出限

本方法3种化合物的检出限均为2.0 mg/kg。

G.7 检验报告

试验报告应说明:

- ——识别被测样品需要的所有信息;
- ——参照本方法所使用的试验方法;
- ——测定结果,包括各单次测定结果及其平均值;
- ——与本方法规定的分析步骤的差异;
- ——在试验中观察到的异常现象;
- 一一实验日期;
- ——测定人员。