

团 体 标 准

T/SATA 073—2024

电子烟雾化物和释放物中烟碱、雾化剂、薄荷醇、杂质和无尼古丁干颗粒的测定

Determination of Nicotine, Atomization Agent, Menthol, Impurities and Nicotine-free Dry Particulate Matter in E-liquids and Vapour Emissions

2024 - 07 - 12 发布

2024 - 07 - 12 实施

目 次

| | |
|--|-----|
| 前言 | III |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语和定义 | 1 |
| 4 测试方法 | 2 |
| 4.1 电子烟雾化物和释放物中烟碱、雾化剂（丙二醇、丙三醇）和杂质（乙二醇、二甘醇、薄荷醇、三乙酸甘油酯）的测定 气相色谱法 | 2 |
| 4.1.1 原理 | 2 |
| 4.1.2 试剂或材料 | 2 |
| 4.1.3 仪器设备 | 2 |
| 4.1.4 测试步骤 | 3 |
| 4.1.5 方法检出限和定量限 | 5 |
| 4.1.6 精密度 | 5 |
| 4.2 电子烟雾化物和释放物中杂质（3-羟基丁酮、2, 3-庚二酮、2, 3-己二酮、羟基丙酮）的测定 气相色谱-质谱法 | 5 |
| 4.2.1 原理 | 5 |
| 4.2.2 试剂或材料 | 6 |
| 4.2.3 仪器设备 | 6 |
| 4.2.4 测试步骤 | 6 |
| 4.2.5 方法检出限和定量限 | 8 |
| 4.2.6 精密度 | 8 |
| 4.3 电子烟雾化物和释放物中杂质（2, 3-丁二酮、2, 3-戊二酮、羟乙醛、异丁醛、丁烯酮）的测定 气相色谱-质谱法 | 9 |
| 4.3.1 原理 | 9 |
| 4.3.2 试剂或材料 | 9 |
| 4.3.3 仪器设备 | 9 |
| 4.3.4 测试步骤 | 9 |
| 4.3.5 方法检出限和定量限 | 11 |
| 4.3.6 精密度 | 12 |
| 4.4 电子烟雾化物和释放物中杂质（乙酰乙酸乙酯）的测定 气相色谱-质谱法 | 12 |
| 4.4.1 原理 | 12 |
| 4.4.2 试剂或材料 | 12 |
| 4.4.3 仪器设备 | 12 |
| 4.4.4 测试步骤 | 13 |
| 4.4.5 方法检出限和定量限 | 15 |
| 4.4.6 精密度 | 15 |
| 4.5 电子烟雾化物和释放物中杂质（乙二醛、丙酮醛）的测定 高效液相色谱法 | 15 |
| 4.5.1 原理 | 15 |
| 4.5.2 试剂或材料 | 15 |

| | | |
|-----------|----------------------------------|----|
| 4.5.3 | 仪器设备 | 15 |
| 4.5.4 | 测试步骤 | 16 |
| 4.5.5 | 方法检出限和定量限 | 18 |
| 4.5.6 | 精密度 | 18 |
| 4.6 | 电子烟雾化物和释放物中水分的测定 卡尔·费休法 | 18 |
| 4.6.1 | 原理 | 18 |
| 4.6.2 | 试剂或材料 | 18 |
| 4.6.3 | 仪器设备 | 19 |
| 4.6.4 | 样品测定 | 19 |
| 4.6.5 | 结果计算与表述 | 20 |
| 4.6.6 | 检出限和定量限 | 21 |
| 4.6.7 | 精密度 | 21 |
| 4.7 | 电子烟雾化物和释放物中的杂质（缩水甘油）的测定 气相色谱-质谱法 | 22 |
| 4.7.1 | 原理 | 22 |
| 4.7.2 | 试剂或材料 | 22 |
| 4.7.3 | 仪器设备 | 22 |
| 4.7.4 | 测试步骤 | 22 |
| 4.7.5 | 方法检出限和定量限 | 24 |
| 4.7.6 | 精密度 | 25 |
| 4.8 | 电子烟雾化物和释放物中的杂质（环氧丙烷）的测定 气相色谱-质谱法 | 25 |
| 4.8.1 | 原理 | 25 |
| 4.8.2 | 材料和试剂 | 25 |
| 4.8.3 | 仪器设备 | 25 |
| 4.8.4 | 测试步骤 | 26 |
| 4.8.5 | 方法检出限和定量限 | 28 |
| 4.8.6 | 精密度 | 28 |
| 4.9 | 电子烟释放物中无尼古丁干颗粒的测定 | 28 |
| 4.9.1 | 原理 | 28 |
| 4.9.2 | 试剂或材料 | 28 |
| 4.9.3 | 仪器设备 | 28 |
| 4.9.4 | 试剂准备 | 29 |
| 4.9.5 | 结果计算与表述 | 29 |
| 4.9.6 | 精密度 | 30 |
| 4.9.7 | 试验报告 | 30 |
| 附录 A（规范性） | 电子烟释放物抽吸程序 | 32 |

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。

本文件由深圳市分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：深圳市计量质量检测研究院、神州经纬技术服务有限公司、深圳市真味生物科技有限公司、深圳市雾羽科技有限公司、深圳麦克维尔科技有限公司基础研究院、恒信永基科技（深圳）有限公司。

本文件主要起草人：吴琛、葛欣宇、马荣芳、吴海涛、冯岸红、林小微、罗安、罗君君、邹军、孙红梅、汤树辉、姚继德、黄慧丽、姚浩宇、张心颖、邓杰、黄开胜、赵彦、姚祖秀、刘诗训、黄梓炜。

电子烟雾化物和释放物中烟碱、雾化剂、薄荷醇、杂质和无尼古丁干颗粒的测定

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了电子烟雾化物和释放物中烟碱、雾化剂、薄荷醇、杂质和无尼古丁干颗粒的捕集和处理方法及分析方法。

本文件适用于电子烟雾化物及其释放物中烟碱、雾化剂、薄荷醇、杂质和无尼古丁干颗粒的测定。

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 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法

GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB/T 16450-2004 常规分析用吸烟机 定义和标准样品

GB 41700-2022 电子烟

ISO 20768（所有部分） 蒸气产品 常规分析吸烟机 定义和标准条件（Vapour products—Routine analytical vaping machine—Definitions and standard conditions）

ISO 20778（所有部分） 香烟 常规分析吸烟机 强烈抽吸模式的定义和标准条件（Cigarettes—Routine analytical cigarette smoking machine—Definitions and standard conditions with an intense smoking regime）

ISO 3308（所有部分） 常规分析卷烟吸烟机 定义和标准条件（Routine analytical cigarette—smoking machine—Definitions and standard conditions）

AFNOR XP D90-300-3-2021（第3部分：释放量的要求和测试方法） 电子烟和电子烟烟液（Electronic cigarettes and E-liquids）

CORESTA Recommended Method No. 81（CRM No. 81）（所有部分） 常规分析吸烟机产生和收集电子烟气溶胶—定义和标准条件（Routine analytical machine for e-cigarette aerosol generation and collection—definitions and standard conditions）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 电子烟 **electronic cigarette**

用于产生气溶胶供人抽吸等的电子传送系统。

注：不包括卷烟。

[来源：GB/T 41700—2022，3.1]

3.2 雾化物 **e-atomization material**

可被电子装置全部或部分雾化为可吸入气溶胶的混合物及辅助物质。

[来源：GB/T 41700—2022，3.2]

3.3 电子烟烟液 e-liquid

液体形态的雾化物。

[来源：GB/T 41700—2022, 3.3]

3.4 烟弹 cartridge

含有雾化物的电子烟组件。

[来源：GB/T 41700—2022, 3.10]

3.5 雾化剂 atomization agent

雾化物中可雾化为气溶胶主体成分的物质。

注：一般为丙二醇、丙三醇和水。

[来源：GB/T 41700—2022, 3.7]

3.6 释放量 emission amount

标准抽吸条件下电子烟释放物中某种或某类物质的量。

[来源：GB/T 41700—2022, 3.11]

3.7 无尼古丁干颗粒 nicotine-free dry particulate matter

总颗粒物的质量减去尼古丁和水的重量后，释放物中的固体和液体残留物的量。

4 测试方法

4.1 电子烟雾化物和释放物中烟碱、雾化剂（丙二醇、丙三醇）和杂质（乙二醇、二甘醇、薄荷醇、三乙酸甘油酯）的测定 气相色谱法

4.1.1 原理

用含内标的异丙醇溶液萃取电子烟雾化物中的待测物；采用玻璃纤维滤片捕集电子烟释放物，用含内标的异丙醇溶液萃取玻璃纤维滤片上的待测物，气相色谱法测定萃取液中的烟碱、丙二醇、丙三醇、乙二醇、二甘醇、薄荷醇和三乙酸甘油酯含量，内标法定量。

4.1.2 试剂或材料

4.1.2.1 异丙醇：色谱纯。

4.1.2.2 内标物：正十七烷，纯度不低于99%。在测定纯度符合要求且不与待测组分同时洗脱的情况下，还可选择2-甲基喹啉、1,3-丁二醇或其他物质作为内标物使用。

4.1.2.3 烟碱：纯度 $\geq 99\%$ 。

4.1.2.4 丙二醇：纯度 $\geq 99.5\%$ 。

4.1.2.5 丙三醇：纯度 $\geq 98\%$ 。

4.1.2.6 乙二醇：纯度 $\geq 99.5\%$ 。

4.1.2.7 二甘醇：纯度 $\geq 98.5\%$ 。

4.1.2.8 薄荷醇：纯度 $\geq 99\%$ 。

4.1.2.9 三乙酸甘油酯：纯度 $\geq 99.5\%$ 。

4.1.3 仪器设备

4.1.3.1 气相色谱仪，配氢火焰离子化检测器。

4.1.3.2 电子烟吸烟机，符合GB 41700要求。

4.1.3.3 分析天平，感量为0.1 mg。

4.1.3.4 振荡器。

4.1.3.5 具塞锥形瓶，规格为50 mL。

- 4.1.3.6 离心管，规格为 50 mL。
- 4.1.3.7 棕色容量瓶，A 级，根据实验需求选用相应的规格。
- 4.1.3.8 移液管或移液器，根据实验需求选用相应的规格。

4.1.4 测试步骤

4.1.4.1 溶液的配制

4.1.4.1.1 内标储备液

称取 2.0 g（精确至 0.0001 g）内标物（4.1.2.2）置于 10 mL 容量瓶中，用异丙醇（4.1.2.1）溶解并定容到刻度，制成浓度为 200 mg/mL 的标准储备液。避光储存于 2 °C~8 °C 条件下，有效期为 6 个月。

4.1.4.1.2 萃取液

准确移取 2 mL 内标储备液（4.1.4.1.1）于 1 L 容量瓶中，然后用异丙醇（4.1.2.1）稀释到刻度，混合均匀。萃取液应在使用当天配制。

4.1.4.1.3 烟碱、丙二醇、丙三醇、乙二醇、二甘醇、薄荷醇和三乙酸甘油酯标准储备液

分别准确称取适量的烟碱（4.1.2.3）、丙二醇（4.1.2.4）、丙三醇（4.1.2.5）、乙二醇（4.1.2.6）、二甘醇（4.1.2.7）、薄荷醇（4.1.2.8）和三乙酸甘油酯（4.1.2.9）于一个 25 mL 容量瓶中，用异丙醇（4.1.2.1）溶解定容，制成混合标准储备液，此标准储备液中烟碱浓度为 2.0 mg/mL、丙二醇、丙三醇浓度为 20 mg/mL、乙二醇、二甘醇、薄荷醇、三乙酸甘油酯浓度为 1.0 mg/mL。避光储存于 2 °C~8 °C 条件下，有效期为 6 个月。

4.1.4.1.4 烟碱、丙二醇、丙三醇、乙二醇、二甘醇、薄荷醇和三乙酸甘油酯标准工作溶液

将不同体积的标准储备液（4.1.4.1.3）分别移取到 25 mL 容量瓶中，每个容量瓶准确加入 20 mL 萃取液（4.1.4.1.2），用异丙醇（4.1.2.1）定容，制备至少 5 个标准工作溶液。质量浓度范围宜为：烟碱 0.016 mg/mL~0.400 mg/mL，丙二醇、丙三醇 0.160 mg/mL~4.00 mg/mL，乙二醇、二甘醇、薄荷醇、三乙酸甘油酯 0.008 mg/mL~0.200 mg/mL。避光储存于 2 °C~8 °C 条件下，有效期为 1 个月。

4.1.4.2 测试溶液的准备

4.1.4.2.1 雾化物测试溶液

进行分析测试的样品应具有代表性。样品称重前应混合均匀，保证样品的均匀性。试验样品应该避光保存。

称取约 0.1 g（精确至 0.1 mg）样品于 50 mL 具塞锥形瓶（4.1.3.5）中，加入 20 mL 萃取液（4.1.4.1.2），采用振荡器（4.1.3.4）于 160 r/min~180 r/min 转速下振荡约 20 min，置于色谱瓶中待测。

4.1.4.2.2 释放物测试溶液

按照附录 A 要求进行抽吸 50 口，再按照附录 A.4.3 玻璃纤维滤片法要求进行释放物的捕集和处理，抽吸完成后，取出玻璃纤维滤片，用两个四分之一张新的玻璃纤维滤片（A.4.2.4）把捕集器前盖内壁擦拭干净，一并放入 50 mL 离心管（4.1.3.6）中，加入 20 mL 萃取液，振荡萃取约 30 min 后，置于色谱瓶中待测。

注：每次抽吸前应对每口的抽吸容量进行校准，其偏差应符合标准抽吸体积的要求，55.0 mL ± 0.3 mL。

4.1.4.3 气相色谱测试条件

以下分析条件可供参考，采用其他条件应验证其适用性：

- 色谱柱：毛细管色谱柱填料为聚乙二醇固定相，长度 60 m，内径 0.32 mm，膜厚 0.25 μm，或等效柱；
- 进样口温度：280 °C；

- 检测器温度：300 ℃；
- 升温程序：初始温度 100 ℃，保持 1 min，以 40 ℃/min 升至 200 ℃，保持 21 min；
- 进样体积：1.5 μL，分流比 40: 1；
- 载气：氮气，恒流流速为 1 mL/min；
- 尾吹气：氮气，35 mL/min；
- 空气：350 mL/min；
- 氢气：40 mL/min。

4.1.4.4 标准曲线制作

按照气相色谱分析条件（4.1.4.3）测定标准工作溶液（4.1.4.1.4），以各组分和内标物的峰面积比值与含量建立标准工作曲线。

每进行 20 次样品测定后，应加入一个等浓度的标准工作溶液。如果测得值与原值相差超过 5%，则应重新制作标准工作曲线。

4.1.4.5 样品测定

按照气相色谱分析条件（4.1.4）测定样品萃取溶液（4.1.4.2.1、4.1.4.2.2）中各组分含量。每个样品平行测试两次。

除不加样品外，按上述相同步骤备作空白样品。

4.1.4.6 结果计算与表述

4.1.4.6.1 电子烟释放物中烟碱、丙二醇、丙三醇、乙二醇、二甘醇、薄荷醇和三乙酸甘油酯的释放量计算

按公式（1）进行计算：

$$E = (C - C_0) \times V \times d / N \dots\dots\dots (1)$$

式中：

E ——电子烟释放物中待测组分的释放量，单位为微克每口（mg/口）；

C ——从标准曲线上得出的待测组分的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

C_0 ——空白样品中待测组分的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V ——萃取液的体积，单位为毫升（mL）；

d ——稀释因子；

N ——总抽吸口数，单位为口。

4.1.4.6.2 电子烟雾化物中烟碱、丙二醇、丙三醇、乙二醇、二甘醇、薄荷醇和三乙酸甘油酯的含量计算

按公式（2）进行计算：

$$\omega = \rho \times V / m \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω ——电子烟雾化物试样中待测组分的含量，单位为毫克每克（mg/g）；

ρ ——从标准曲线上得出的待测组分浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V ——萃取液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——电子烟雾化物试样质量，单位为克（g）。

4.1.5 方法检出限和定量限

电子烟释放物中烟碱、丙二醇、丙三醇、乙二醇、二甘醇、薄荷醇和三乙酸甘油酯的检出限和定量限（以抽吸 50 口计）见表 1。

表 1 电子烟释放物中烟碱、丙二醇、丙三醇、乙二醇、二甘醇、薄荷醇和三乙酸甘油酯的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/口 | 定量限 mg/口 |
|--------|-------------|-------------|
| 烟碱 | 0.0008 | 0.0024 |
| 丙二醇 | 0.0012 | 0.0036 |
| 丙三醇 | 0.012 | 0.036 |
| 乙二醇 | 0.0012 | 0.0036 |
| 二甘醇 | 0.0012 | 0.0036 |
| 薄荷醇 | 0.0008 | 0.0024 |
| 三乙酸甘油酯 | 0.0016 | 0.0048 |

电子烟雾化物的检出限和定量限见表 2。

表 2 电子烟雾化物中烟碱、丙二醇、丙三醇、乙二醇、二甘醇、薄荷醇和三乙酸甘油酯的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/g | 定量限 mg/g |
|--------|-------------|-------------|
| 烟碱 | 0.4 | 1.2 |
| 丙二醇 | 0.6 | 1.8 |
| 丙三醇 | 6.0 | 18 |
| 乙二醇 | 0.6 | 1.8 |
| 二甘醇 | 0.6 | 1.8 |
| 薄荷醇 | 0.4 | 1.2 |
| 三乙酸甘油酯 | 0.8 | 2.4 |

4.1.6 精密度

4.1.6.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试后的两次独立测试结果的相对差值不大于 10%。

4.1.6.2 再现性

在不同实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按照相同的方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对差值不大于 15%。

4.2 电子烟雾化物和释放物中杂质（3-羟基丁酮、2,3-庚二酮、2,3-己二酮、羟基丙酮）的测定 气相色谱-质谱法

4.2.1 原理

电子烟雾化物中3-羟基丁酮、2,3-庚二酮、2,3-己二酮和羟基丙酮用乙醇提取。电子烟释放物的测定需按标准或客户需求设置吸烟机的抽吸条件,用捕集阱捕集电子烟释放物。采用气相色谱-质谱法进行测定,保留时间和定性离子定性,外标法和定量离子定量。

4.2.2 试剂或材料

- 4.2.2.1 乙醇:色谱纯。
- 4.2.2.2 3-羟基丁酮:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.2.2.3 2,3-庚二酮:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.2.2.4 2,3-己二酮:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.2.2.5 羟基丙酮:纯度 $\geq 98\%$ 。

4.2.3 仪器设备

- 4.2.3.1 气相色谱-质谱联用仪,配备质谱检测器(EI源)。
- 4.2.3.2 棕色容量瓶,A级,根据实验需求选用相应的规格。
- 4.2.3.3 滤膜,0.22 μm 。
- 4.2.3.4 涡旋混匀器,涡旋速度为2000 rpm。
- 4.2.3.5 分析天平,感量为0.1 mg。
- 4.2.3.6 移液管或移液器,根据实验需求选用相应的规格。
- 4.2.3.7 捕集阱。

4.2.4 测试步骤

4.2.4.1 溶液的配制

4.2.4.1.1 混合标准储备液

分别准确称取各化合物标品100 mg(精确至0.1 mg)于100 mL容量瓶中,用乙醇(4.2.2.1)溶解并定容至刻度,制成1000 mg/L的混合标准储备液。避光储存于2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 条件下,有效期为6个月。

4.2.4.1.2 系列标准工作溶液

将不同体积的混合标准储备液(4.2.4.1.1)分别移取到100 mL容量瓶中,乙醇(4.2.2.1)定容至刻度,制备至少5个标准工作溶液。质量浓度范围宜为:0.5 mg/L~20.0 mg/L。避光储存于2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 条件下,有效期为1个月。

4.2.4.2 测试溶液的准备

4.2.4.2.1 雾化物测试溶液

进行分析测试的样品应具有代表性。样品称重前应混合均匀,保证样品的均匀性。试验样品应该避光保存。

称取约0.5 g(精确至0.1 mg)样品于10 mL容量瓶(4.2.3.2)中,加入5 mL乙醇(4.2.2.1),置于涡旋混匀器(4.2.3.4)上摇荡使样品充分混匀,再用乙醇(4.2.2.1)定容至刻度,置于色谱瓶中待测。

4.2.4.2.2 释放物测试溶液

按照附录A要求进行抽吸50口,再按照附录A.4.4捕集阱法要求进行释放物的捕集和处理,抽吸完成后,取下捕集阱(4.2.3.7),静置约20 min。每个捕集阱(4.2.3.7)各移取5 mL溶液于洁净干燥的10 mL容量瓶(4.2.3.2)中,摇匀,置于色谱瓶中待测,必要时,可采用滤膜(4.2.3.3)过滤。

注:每次抽吸前应对每口的抽吸容量进行校准,其偏差应符合标准抽吸体积的要求,55.0 mL \pm 0.3 mL。

4.2.4.3 气相色谱-质谱联用仪测试条件

以下分析条件可供参考,采用其他条件应验证其适用性:

- 进样方式：不分流进样，吹扫流量 50 mL/min，吹扫时间 2 min；
- 进样体积：1 μ L；
- 进样口温度：220 $^{\circ}$ C；
- 色谱柱：6% 氰丙基/苯基、94% 聚二甲基硅氧烷为固定相，长度 60 m，内径 0.32 mm，膜厚 1.8 μ m，或等效柱；
- 载气：氦气，恒流流速为 1.5 mL/min；
- 升温程序：初始温度 55 $^{\circ}$ C，保持 3 min，以 10 $^{\circ}$ C/min 升至 150 $^{\circ}$ C，以 30 $^{\circ}$ C/min 升至 230 $^{\circ}$ C，保持 3 min；
- 检测器类型：单四级杆；
- 四级杆温度：150 $^{\circ}$ C；
- 离子源温度：230 $^{\circ}$ C；
- 溶剂延迟：3.5 min；
- 扫描方式：全扫描（SCAN）+选择离子检测（SIM），全扫描范围为 50- 350 m/z，选择离子检测参数见表 3。

表 3 目标化合物的特征离子

| 化合物名称 | 定量离子 | 定性离子 |
|---------|------|--------|
| 2,3-庚二酮 | 57 | 43, 29 |
| 2,3-己二酮 | 43 | 71, 41 |
| 3-羟基丁酮 | 45 | 43, 29 |
| 羟基丙酮 | 43 | 31, 74 |

4.2.4.4 标准工作曲线制作

按照气相色谱-质谱联用仪测试条件（4.2.4.3）测定标准工作溶液（4.2.4.1.2），每一标准溶液进样三次，取其平均值。以各组分峰面积 A 为纵坐标，相应质量浓度 ρ （mg/L）为横坐标，建立标准工作曲线。

4.2.4.5 样品测定

按照仪器分析条件（4.2.4.3）测定样品溶液（4.2.5.2.1、4.2.5.2.2）中各组分含量。每个样品平行测试两次。

除不加样品外，按上述相同步骤备作空白样品。

4.2.4.6 结果计算与表述

4.2.4.6.1 电子烟释放物中 3-羟基丁酮、2,3-庚二酮、2,3-己二酮和羟基丙酮的含量计算

按公式（3）进行计算：

$$E = (C - C_0) \times V \times d / N \quad (3)$$

式中：

E ——电子烟释放物中待测组分的释放量，单位为微克每口（ μ g/口）；

C ——捕集溶液中待测组分的质量浓度，单位为微克每毫升（ μ g/mL）；

C_0 ——空白捕集液中待测组分的浓度，单位为微克每毫升（ μ g/mL）；

V ——两个捕集管加入乙醇的总体积，单位为毫升（mL）；

d ——稀释因子；

N ——总抽吸口数，单位为口。

4.2.4.6.2 电子烟雾化物中 3-羟基丁酮、2,3-庚二酮、2,3-己二酮和羟基丙酮的含量计算

按公式（4）进行计算：

$$X = (C - C_0) \times V \times d/m \dots\dots\dots (4)$$

式中：

X ——电子烟雾化物中待测组分的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——样品溶液中待测组分的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

C_0 ——空白样品溶液中待测组分的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；

d ——稀释因子；

m ——电子烟雾化物质量，单位为克（g）。

4.2.5 方法检出限和定量限

电子烟释放物中 2,3-庚二酮、2,3-己二酮、3-羟基丁酮和羟基丙酮的检出限和定量限（以抽吸 50 口计）见表 4。

表 4 释放物中 2,3-庚二酮、2,3-己二酮、3-羟基丁酮和羟基丙酮的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/口 | 定量限 mg/口 |
|---------|-------------|-------------|
| 2,3-庚二酮 | 0.00004 | 0.00012 |
| 2,3-己二酮 | 0.00010 | 0.00030 |
| 3-羟基丁酮 | 0.00010 | 0.00030 |
| 羟基丙酮 | 0.00010 | 0.00030 |

电子烟雾化物中 2,3-庚二酮、2,3-己二酮、3-羟基丁酮和羟基丙酮的检出限和定量限见表 5。

表 5 雾化物中 2,3-庚二酮、2,3-己二酮、3-羟基丁酮和羟基丙酮的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/g | 定量限 mg/g |
|---------|-------------|-------------|
| 2,3-庚二酮 | 0.004 | 0.012 |
| 2,3-己二酮 | 0.010 | 0.030 |
| 3-羟基丁酮 | 0.010 | 0.030 |
| 羟基丙酮 | 0.010 | 0.030 |

4.2.6 精密度

4.2.6.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试后的两次独立测试结果的相对差值不大于 10%。

4.2.6.2 再现性

在不同实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按照相同的方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对差值不大于15%。

4.3 电子烟雾化物和释放物中杂质(2,3-丁二酮、2,3-戊二酮、羟乙醛、异丁醛、丁烯酮)的测定 气相色谱-质谱法

4.3.1 原理

电子烟雾化物中2,3-丁二酮、2,3-戊二酮、羟乙醛、异丁醛和丁烯酮用水提取,使用PFBHA进行衍生,正己烷萃取。电子烟释放物需按标准或客户需求设置吸烟机的抽吸条件,用捕集阱捕集电子烟释放物,使用PFBHA进行衍生,正己烷萃取。采用气相色谱-质谱法进行测定,保留时间和定性离子定性,外标法和定量离子定量。

4.3.2 试剂或材料

- 4.3.2.1 乙醇:色谱纯。
- 4.3.2.2 2,3-丁二酮:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.3.2.3 2,3-戊二酮:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.3.2.4 异丁醛:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.3.2.5 羟乙醛:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.3.2.6 丁烯酮:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.3.2.7 正己烷:色谱纯。
- 4.3.2.8 PFBHA(邻-(2,3,4,5,6-五氟苄基)盐酸羟胺):纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.3.2.9 一级水:符合GB/T 6682-1992中一级水要求。

4.3.3 仪器设备

- 4.3.3.1 气相色谱-质谱联用仪,配备质谱检测器(EI源)。
- 4.3.3.2 棕色容量瓶,A级,根据实验需求选用相应的规格。
- 4.3.3.3 滤膜,0.22 μm 。
- 4.3.3.4 涡旋混匀器,涡旋速度为2000 rpm。
- 4.3.3.5 分析天平,感量为0.1 mg。
- 4.3.3.6 移液管或移液器,根据实验需求选用相应的规格。
- 4.3.3.7 捕集阱。
- 4.3.3.8 离心管,规格为15 mL和50 mL。

4.3.4 测试步骤

4.3.4.1 溶液的配制

4.3.4.1.1 衍生化试剂溶液

准确称取PFBHA(4.3.2.8)100 mg(精确至0.1 mg)于5 mL容量瓶中,用水定容至刻度,制成20 mg/mL的衍生化试剂溶液。该衍生化试剂溶液避光储存于2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 条件下,有效期为3个月。

4.3.4.1.2 PFBHA 衍生化合物混合标准工作溶液

分别准确称取各化合物标品10 mg(精确至0.1 mg)于100 mL容量瓶中,加入2.0 mL的衍生化试剂(4.3.5.1.1)室温静置衍生2 h再用一级水(4.3.2.10)定容至刻度,制成100 mg/L的PFBHA衍生化合物混合标准储备液。该标准储备液避光储存于2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 条件下,有效期为6个月。

4.3.4.1.3 PFBHA 衍生化合物混合标准工作溶液

将不同体积的PFBHA衍生化合物混合标准储备液(4.3.4.1.2)分别移取到适当规格容量瓶中,用一级水(4.3.2.10)定容至刻度,制备至少5个PFBHA衍生化合物标准工作溶液。质量浓度范围宜为:0.5 mg/L~20.0 mg/L。避光储存于2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 条件下,有效期为1个月。

4.3.4.2 测试溶液的准备

4.3.4.2.1 雾化物测试溶液

进行分析测试的样品应具有代表性。样品称重前应混合均匀，保证样品的均匀性。试验样品应该避光保存。

准确称取样品 0.5 g (精确到 0.1 mg) 于 10 mL 容量瓶中，加入 0.2 mL 衍生化试剂溶液 (4.3.4.1.1)，加盖密封后置于涡旋振荡器 (4.3.3.4) 中，以 2000 r/min 的速度涡旋振荡提取衍生约 5 min 使样品充分混匀，室温衍生 2 h，再用一级水 (4.3.2.10) 定容至刻度。将衍生后的样品转移到 50 mL 离心管 (4.3.3.8) 中，加入 10 mL 正己烷 (4.3.2.7)，置于涡旋混匀器 (4.2.3.4) 上摇荡使样品充分萃取，取上层有机相于色谱瓶中待测。必要时，可采用滤膜 (4.3.3.3) 过滤。

4.3.4.2.2 释放物测试溶液

按照附录 A 要求进行抽吸 50 口，再按照附录 A.4.4 捕集阱法要求进行释放物的捕集和处理，抽吸完成后，取下捕集阱 (4.3.3.7)，静置约 20 min。每个捕集阱 (4.3.3.7) 各移取 4.9 mL 溶液于洁净干燥的 10 mL 容量瓶 (4.3.3.2) 中加入 PFBHA 衍生化试剂，室温静置衍生 2 h，摇匀，取 5 mL 置于 50 mL 离心管中加入 5 mL 正己烷 (4.3.2.7)，涡旋萃取约 10 min 后，取上清液于色谱瓶中待测，必要时，可采用滤膜 (4.3.3.3) 过滤。

注：每次抽吸前应对每口的抽吸容量进行校准，其偏差应符合标准抽吸体积的要求， $55.0 \text{ mL} \pm 0.3 \text{ mL}$ 。

4.3.4.3 气相色谱-质谱联用仪测试条件

以下分析条件可供参考，采用其他条件应验证其适用性：

- 进样方式：不分流进样，吹扫流量 50 mL/min，吹扫时间 2 min；
- 进样体积：1 μL ；
- 进样口温度：220 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 色谱柱：6% 氰丙基/苯基、94% 聚二甲基硅氧烷为固定相，长度 60 m，内径 0.32 mm，膜厚 1.8 μm ，或等效柱；
- 载气：氦气，恒流流速为 1.5 mL/min；
- 升温程序：初始温度 55 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 3 min，以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 100 $^{\circ}\text{C}$ ，以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 220 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 3 min；
- 检测器类型：单四级杆；
- 四级杆温度：150 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 溶剂延迟：8.5 min；
- 扫描方式：全扫描 (SCAN) + 选择离子检测 (SIM)，全扫描范围为 20 m/z - 300 m/z，选择离子检测参数见表 6。

表 6 目标化合物的特征离子

| 化合物名称 | 定量离子 | 定性离子 |
|---------|------|---------------|
| 2,3-丁二酮 | 181 | 181, 195, 160 |
| 2,3-戊二酮 | 181 | 181, 195, 160 |
| 异丁醛 | 181 | 181, 195, 160 |
| 羟乙醛 | 181 | 181, 195, 160 |
| 丁烯酮 | 181 | 181, 195, 160 |

4.3.4.4 标准工作曲线制作

分别移取 10 mL 各 PFBHA 衍生化合物标准工作溶液 (4.3.4.1.3) 于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 正己烷 (4.3.2.7)，置于涡旋混匀器 (4.2.3.4) 上摇荡使其充分萃取，取上层有机相于色谱瓶中，按照气

相色谱分析条件（4.3.4.3）测定，每一标准溶液进样三次，取其平均值。以各组分峰面积 A 为纵坐标，相应质量浓度 ρ （mg/L）为横坐标，建立标准工作曲线。

4.3.4.5 样品测定

按照仪器分析条件（4.3.4.3）测定样品萃取溶液（4.3.4.2.1、4.3.4.2.2）中各组分含量。每个样品平行测试两次。

除不加样品外，按上述相同步骤备作空白样品。

4.3.4.6 结果计算与表述

4.3.4.6.1 电子烟释放物中 2,3-丁二酮，2,3-戊二酮，羟乙醛二聚体、异丁醛和丁烯酮的含量计算

按公式（5）进行计算：

$$E = (C - C_0) \times V \times d / N \quad (5)$$

式中：

E ——电子烟释放物中待测组分的释放量，单位为微克每口（ $\mu\text{g}/\text{口}$ ）；

C ——捕集溶液中待测组分的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

C_0 ——空白捕集液中待测组分的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V ——两个捕集管加入乙醇的总体积，单位为毫升（mL）；

d ——稀释因子；

N ——总抽吸口数，单位为口。

4.3.4.6.2 电子烟雾化物中 2,3-丁二酮，2,3-戊二酮，羟乙醛、异丁醛和丁烯酮的含量计算

按公式（6）进行计算：

$$X = (C - C_0) \times V \times d / m \quad (6)$$

式中：

X ——电子烟雾化物中待测组分的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——样品溶液中待测组分的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

C_0 ——空白样品溶液中待测组分的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；

d ——稀释因子；

m ——电子烟雾化物质量，单位为克（g）。

4.3.5 方法检出限和定量限

电子烟释放物中 2,3-丁二酮，2,3-戊二酮，羟乙醛、异丁醛和丁烯酮的检出限和定量限（以抽吸 50 口计）见表 7。

表7 释放物中2,3-丁二酮,2,3-戊二酮,羟乙醛、异丁醛和丁烯酮的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/口 | 定量限 mg/口 |
|---------|-------------|-------------|
| 2,3-丁二酮 | 0.00004 | 0.00012 |
| 2,3-戊二酮 | 0.00004 | 0.00012 |
| 异丁醛 | 0.00004 | 0.00012 |
| 羟乙醛 | 0.00010 | 0.00030 |
| 丁烯酮 | 0.00010 | 0.00030 |

电子烟雾化物中2,3-丁二酮,2,3-戊二酮,羟乙醛、异丁醛和丁烯酮的检出限和定量限见表8。

表8 雾化物中2,3-丁二酮,2,3-戊二酮,羟乙醛、异丁醛和丁烯酮的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/g | 定量限 mg/g |
|---------|-------------|-------------|
| 2,3-丁二酮 | 0.004 | 0.012 |
| 2,3-戊二酮 | 0.004 | 0.012 |
| 异丁醛 | 0.004 | 0.012 |
| 羟乙醛 | 0.010 | 0.030 |
| 丁烯酮 | 0.010 | 0.030 |

4.3.6 精密度

4.3.6.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按照相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试后的两次独立测试结果的相对差值不大于10%。

4.3.6.2 再现性

在不同实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按照相同的方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对差值不大于15%。

4.4 电子烟雾化物和释放物中杂质(乙酰乙酸乙酯)的测定 气相色谱-质谱法

4.4.1 原理

电子烟雾化物中的乙酰乙酸乙酯用乙醇提取,电子烟释放物需按标准或客户需求设置吸烟机的抽吸条件,用捕集阱捕集电子烟释放物。采用气相色谱-质谱法进行测定,保留时间和定性离子定性,外标法和定量离子定量。

4.4.2 试剂或材料

4.4.2.1 乙醇:色谱纯。

4.4.2.2 乙酰乙酸乙酯:纯度 $\geq 98\%$,CAS:141-97-9。

4.4.2.3 氦气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.4.3 仪器设备

4.4.3.1 气相色谱-质谱联用仪,具有以下配置:

- 分流/不分流进样口,并且其气化室的内衬管可更换;
- 程序升温控制器;
- 检测器,质谱(EI源);
- 色谱柱,能够使被测物呈现良好的峰型以及达到足够的分离度;
- 进样器,容量至少为进样量的2倍。

- 4.4.3.2 电子烟吸烟机，符合 GB 41700 要求。
- 4.4.3.3 棕色容量瓶，A 级，根据实验需求选用相应的规格。
- 4.4.3.4 滤膜，0.22 μm 。
- 4.4.3.5 涡旋混匀器，涡旋速度为 2000 rpm。
- 4.4.3.6 分析天平，感量为 0.1 mg。
- 4.4.3.7 4.4.3.7 移液管或移液器，根据实验需求选用相应的规格，使用前需校准。
- 4.4.3.8 捕集阱。

4.4.4 测试步骤

4.4.4.1 溶液的配制

4.4.4.1.1 乙酰乙酸乙酯标准储备液

准确称取乙酰乙酸乙酯标品（精确至 0.1 mg）10 mg 于 10 mL 容量瓶中，用乙醇（4.4.2.1）定容至刻度，制成 1000 mg/L 的标准储备液。该标准储备液于 $(4 \pm 4)^\circ\text{C}$ 条件下避光保存，有效期为 3 个月。

4.4.4.1.2 乙酰乙酸乙酯标准一级储备液

准确移取标准储备液（4.4.4.1.1）1.00 mL 于 10 mL 容量瓶中，用乙醇（4.4.2.1）定容至刻度，得到 100 mg/L 的标准一级储备液。该标准储备液于 $(4 \pm 4)^\circ\text{C}$ 条件下避光保存，有效期为 3 个月。

4.4.4.1.3 系列标准工作溶液

将不同体积的标准一级储备液（4.4.4.1.2）分别移取到 10 mL 容量瓶中，乙醇（4.4.2.1）定至刻度，制备至少 5 个标准工作溶液。质量浓度范围宜为：0.5 mg/L~20.0 mg/L 避光储存于 $(4 \pm 4)^\circ\text{C}$ 条件下，有效期为 1 个月。

4.4.4.2 测试溶液的准备

4.4.4.2.1 雾化物测试溶液

进行分析测试的样品应具有代表性。样品称重前应混合均匀，保证样品的均匀性。试验样品应该避光保存。

称取约 0.5 g（精确至 0.1 mg）样品于 10 mL 容量瓶（4.4.3.3）中，加入 5 mL 乙醇（4.4.2.1），置于涡旋混匀器（4.4.3.5）上摇荡使样品充分混匀，再用乙醇（4.4.2.1）定容至刻度，置于色谱瓶中待测。

4.4.4.2.2 释放物测试溶液

按照附录A要求进行抽吸 50 口，再按照附录A.4.4 捕集阱法要求进行释放物的捕集和处理，抽吸完成后，取下捕集阱（4.4.3.8），静置约 20 min。每个捕集阱（4.4.3.8）各移取 5 mL 溶液于洁净干燥的 10 mL 容量瓶（4.4.3.3）中，摇匀，置于色谱瓶中待测，必要时，可采用滤膜（4.4.3.4）过滤。

注：每次抽吸前应对每口的抽吸容量进行校准，其偏差应符合标准抽吸体积的要求， $55.0\text{ mL} \pm 0.3\text{ mL}$ 。

4.4.4.3 气相色谱-质谱联用仪测试条件

以下分析条件可供参考，采用其他条件应验证其适用性：

- 进样方式：不分流进样，吹扫 50 mL/min，2 min；
- 进样体积：1 μL ；
- 进样口温度：220 $^\circ\text{C}$ ；
- 色谱柱：6% 氰丙基/苯基、94% 聚二甲基硅氧烷为固定相，长度 60 m，内径 0.32 mm，膜厚 1.8 μm ，或等效柱；
- 载气：氦气，恒流流速为 1.2 mL/min；
- 升温程序：初始温度 55 $^\circ\text{C}$ ，保持 3 min，以 5 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至 100 $^\circ\text{C}$ ，以 30 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至 220 $^\circ\text{C}$ ，保持 3 min；

- 检测器类型：单四级杆；
- 离子源温度：230 ℃；
- 溶剂延迟：2.8 min；
- 扫描方式：全扫描（SCAN）+选择离子检测（SIM），全扫描范围为 50 m/z-350 m/z，选择离子检测参数见表 9。

表 9 目标化合物的特征离子

| 化合物名称 | 定量离子 | 定性离子 |
|--------|------|--------|
| 乙酰乙酸乙酯 | 43 | 29, 85 |

4.4.4.4 标准工作曲线的制作

按照色谱分析条件（4.4.4.3）测定标准工作溶液（4.4.4.1.3），每一标准溶液进样三次，取其平均值。以各组份峰面积A为纵坐标，相应质量浓度 ρ （mg/L）为横坐标，建立标准工作曲线。

4.4.4.5 样品测定

按照气相色谱分析条件（4.4.4.3）测定样品溶液（4.4.4.2.1、4.4.4.2.2）中各组分含量。每个样品平行测试两次。

除不加样品外，按上述相同步骤备作空白样品。

4.4.4.6 结果计算与表述

4.4.4.6.1 电子烟释放物中乙酰乙酸乙酯的含量计算

按公式（7）进行计算：

$$E = (C - C_0) \times V \times d / N \dots\dots\dots (7)$$

式中：

E ——电子烟释放物中待测组分的释放量，单位为微克每口（ $\mu\text{g}/\text{口}$ ）；

C ——捕集溶液中待测组分的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

C_0 ——空白捕集液中待测组分的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V ——两个捕集管加入乙醇的总体积，单位为毫升（mL）；

d ——稀释因子；

N ——总抽吸口数，单位为口。

4.4.4.6.2 电子烟雾化物中乙酰乙酸乙酯含量的计算

按公式（8）进行计算：

$$X = (C - C_0) \times V \times d / m \dots\dots\dots (8)$$

式中：

X ——电子烟雾化物中待测组分的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——样品溶液中待测组分的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

C_0 ——空白样品溶液中待测组分的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——两个捕集管加入乙醇的总体积，单位为毫升（mL）；

d ——稀释因子；

m ——电子烟雾化物质量，单位为克（g）。

4.4.5 方法检出限和定量限

电子烟释放物中乙酰乙酸乙酯的检出限和定量限（以抽吸 50 口计）见表 10。

表 10 电子烟释放物中乙酰乙酸乙酯的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/口 | 定量限 mg/口 |
|--------|-------------|-------------|
| 乙酰乙酸乙酯 | 0.0002 | 0.0006 |

电子烟雾化物中乙酰乙酸乙酯的检出限和定量限见表 11。

表 11 电子烟雾化物中乙酰乙酸乙酯的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/g | 定量限 mg/g |
|--------|-------------|-------------|
| 乙酰乙酸乙酯 | 0.02 | 0.06 |

4.4.6 精密度

4.4.6.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试后的两次独立测试结果的相对差值不大于 10%。

4.4.6.2 再现性

在不同实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按照相同的方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对差值不大于 15%。

4.5 电子烟雾化物和释放物中杂质（乙二醛、丙酮醛）的测定 高效液相色谱法

4.5.1 原理

酸性条件下，2,4-二硝基苯肼与电子雾化液中的乙二醛和丙酮醛反应生成2,4-二硝基苯肼衍生化合物。电子烟释放物按标准或客户需求设置吸烟机的抽吸条件，用装有2,4-二硝基苯肼捕集液的捕集阱收集电子烟释放物，采用高效液相色谱仪分析，保留时间定性，外标法定量，测定样品溶液中乙二醛和丙酮醛的含量。

4.5.2 试剂或材料

4.5.2.1 乙腈：色谱纯。

4.5.2.2 一级水：符合 GB/T 6682-1992 中一级水规格。

4.5.2.3 磷酸：纯度不低于 85%。

4.5.2.4 吡啶：纯度不低于 99%。

4.5.2.5 2,4-二硝基苯肼盐酸盐 (DNPH-HCl)，纯度不低于 98%。

4.5.2.6 乙二醛：纯度≥98%，CAS：107-22-2。

4.5.2.7 丙酮醛：纯度≥98%，CAS：78-98-8。

4.5.3 仪器设备

4.5.3.1 高效液相色谱仪，具有以下配置：

- a) 柱温箱;
- b) 洗脱控制器;
- c) 检测器, 紫外检测器;
- d) 色谱柱, 能够使被测物呈现良好的峰型以及达到足够的分离度;
- e) 进样器, 容量至少为进样量的 2 倍。

4.5.3.2 电子烟吸烟机, 符合 GB 41700 要求。

4.5.3.3 棕色容量瓶, A 级, 根据实验需求选用相应的规格。

4.5.3.4 滤膜, 0.22 μm 。

4.5.3.5 涡旋混匀器, 涡旋速度为 2000 rpm。

4.5.3.6 分析天平, 感量为 0.1 mg。

4.5.3.7 移液管或移液器, 根据实验需求选用相应的规格, 使用前需校准。

4.5.3.8 捕集阱。

4.5.4 测试步骤

4.5.4.1 溶液的配制

4.5.4.1.1 10% 磷酸水溶液

移取 29.4 mL 的 85% 的磷酸 (4.5.2.3) 至 250 mL 容量瓶中, 用一级水 (4.5.2.2) 稀释定容, 有效期为 6 个月。

4.5.4.1.2 DNPH 衍生化试剂

称取 1.0 g DNPH-HCl (4.5.2.5) 于 2 L 烧杯中, 加入 500 mL 乙腈 (4.5.2.1) 和 40 mL 磷酸水溶液 (4.5.4.1.1), 溶解后加入 500 mL 水 (4.5.2.2), 混合均匀。配制的溶液转入棕色试剂瓶中避光储存, 有效期为 1 周。

注: 当空白样品中目标化合物的含量超过方法定量限时, 该衍生化试剂应重新配制。

4.5.4.1.3 混合标准储备液

分别准确称取乙二醛 (4.5.2.6) 和丙酮醛 (4.5.2.7) 标准品适量 (精确至 0.0001 g), 用一级水 (4.5.2.2) 稀释定容, 制成 1000 mg/L 的混合标准储备液。该标准储备液于 2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 条件下避光保存, 有效期为 3 个月。

4.5.4.1.4 DNPH 衍生化合物标准储备液

移取 0.1 mL 混合标准储备液 (4.5.4.1.3) 于 10 mL 棕色容量瓶中, 加入 5 mL DNPH 衍生化试剂 (4.5.4.1.2), 摇匀, 室温反应 30 min。加入 0.25 mL 吡啶 (4.5.2.4), 用乙腈 (4.5.2.1) 定容至刻度。避光储存于 2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 条件下, 有效期为 3 个月。

4.5.4.1.5 系列标准工作溶液

将不同体积的混合标准储备液 (4.5.4.1.4) 分别移取到 10 mL 容量瓶中, 用乙腈 (4.5.2.1) 定至刻度, 制备至少 5 个标准工作溶液。质量浓度范围宜为: 0.02 mg/L~1.0 mg/L。避光储存于 2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 条件下, 有效期为 1 个月。

4.5.4.2 测试溶液的准备

4.5.4.2.1 雾化物测试溶液

准确称取样品 (精确到 0.1 mg) 0.5 g 于 10 mL 容量瓶中, 加入 5 mL DNPH 衍生化试剂 (4.5.4.1.2), 摇匀, 室温反应约 30 min。加入 0.25 mL 吡啶 (4.5.2.4), 用乙腈 (4.5.2.1) 定容至刻度, 振荡使样品充分混匀。用 0.22 μm 滤膜 (4.5.3.4) 过滤于色谱瓶中, 待测。如果样品需要保存, 则需在 (4 \pm 4) $^{\circ}\text{C}$ 下避光保存。

4.5.4.2.2 释放物测试溶液

附录 A 要求进行抽吸 50 口，再按照附录 A.4.4 捕集阱法要求进行释放物的捕集和处理，抽吸完成后，取下捕集阱（4.5.3.8），静置约 20 min。每个捕集阱（4.5.3.8）各移取 4.75 mL 溶液于洁净干燥的 10 mL 容量瓶（4.5.3.3）中加入 0.5 mL 吡啶（4.5.2.4），摇匀，取适量置于色谱瓶中待测，必要时，可采用滤膜（4.5.3.4）过滤。

注：每次抽吸前应对每口的抽吸容量进行校准，其偏差应符合标准抽吸体积的要求，55.0 mL ± 0.3 mL。

4.5.4.3 高效液相色谱仪测试条件

以下分析条件可供参考，采用其他条件应验证其适用性：

- 进样体积：5 μL；
- 柱温：室温；
- 柱流量：1 mL/min；
- 色谱柱：氨基甲酸酯基键合碳 18 为固定相，长度 150 mm，内径 3 mm，膜厚 1.7 μm，或等效柱；
- 洗脱程序：均相梯度洗脱，70% 乙腈和 30% 水；
- 检测波长：437 nm。

4.5.4.4 标准工作曲线制作

按照仪器分析条件（4.5.4.3）对系列标准工作溶液（4.5.4.1.5）进行测定，以目标化合物的峰面积与含量建立标准工作曲线，线性相关系数 r 应大于 0.99。

4.5.4.5 样品测定

按照液相色谱分析条件（4.5.4.3）样品溶液（4.5.4.2.1、4.5.4.2.2）中各组分含量。每个样品平行测试两次。

除不加样品外，按上述相同步骤备作空白样品。

4.5.4.6 结果计算与表述

4.5.4.6.1 电子烟释放物中乙二醛和丙酮醛的含量计算

按公式（9）进行计算：

$$E = (C - C_0) \times V \times d / N / 1000 \quad (9)$$

式中：

E ——电子烟释放物中待测组分的释放量，单位为微克每口（μg/口）；

C ——捕集溶液中待测组分的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

C_0 ——空白捕集液中待测组分的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——两个捕集管加入乙醇的总体积，单位为毫升（mL）；

d ——稀释因子；

N ——总抽吸口数，单位为口。

4.5.4.6.2 电子烟雾化物中乙二醛和丙酮醛的含量计算

按公式（10）进行计算：

$$X = (C - C_0) \times V \times d / m / 1000 \quad (10)$$

式中：

X ——电子烟雾化物中待测组分的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——样品溶液中待测组分的浓度，单位为毫克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

C_0 ——空白样品溶液中待测组分的浓度，单位为毫克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V ——两个捕集管加入乙醇的总体积，单位为毫升（mL）；

d ——稀释因子；

m ——电子烟雾化物质量，单位为克（g）。

4.5.5 方法检出限和定量限

电子烟释放物中乙二醛和丙酮醛的检出限和定量限（以抽吸 50 口计）见表 12。

表 12 释放物中乙二醛和丙酮醛的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 $\mu\text{g}/\text{口}$ | 定量限 $\mu\text{g}/\text{口}$ |
|-------|-------------------------------|-------------------------------|
| 乙二醛 | 0.01 | 0.03 |
| 丙酮醛 | 0.01 | 0.03 |

电子烟雾化物的检出限和定量限见表13。

表 13 雾化物中乙二醛和丙酮醛的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/kg | 定量限 mg/kg |
|-------|--------------|--------------|
| 乙二醛 | 1.0 | 3.0 |
| 丙酮醛 | 1.0 | 3.0 |

4.5.6 精密度

4.5.6.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试后的两次独立测试结果的相对差值不大于 10%。

4.5.6.2 再现性

在不同实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按照相同的方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对差值不大于 15%。

4.6 电子烟雾化物和释放物中水分的测定 卡尔·费休法

4.6.1 原理

根据碘与水和二氧化硫发生化学反应，在有吡啶和甲醇共存时，1 mol 碘只与 1 mol 水作用，反应式如下：



用已知碘浓度滴定度的卡尔·费休试剂滴定，根据滴定剂消耗的体积，计算出被测物质中水的含量。

采用参照CORESTA Recommended Method No. 81和ISO 20768，按需求设置吸烟机的抽吸条件，用玻璃纤维滤片捕集电子烟释放物，用含内标的异丙醇溶剂萃取玻璃纤维滤片中的目标物，采用卡尔·费休法测定萃取液中的水分含量。

4.6.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 4.6.2.1 无水甲醇：若水的质量分数大于 0.05%，用 4A 分子筛（5.4）脱水，按每毫升溶剂 0.1 g 分子筛的比例加入，放置 24 h 以上。
- 4.6.2.2 容量法单组份滴定剂：5 mg 水/L。
- 4.6.2.3 三级水：符合 GB/T 6682-1992 中三级水规格。
- 4.6.2.4 4A 分子筛：在 (500±50) °C 的高温炉中灼烧 2 h，于干燥器（不得放置干燥剂）中冷却至室温。
- 4.6.2.5 正十七烷：色谱纯，纯度≥99%，CAS：629-78-7。
- 4.6.2.6 异丙醇，色谱纯。

4.6.3 仪器设备

- 4.6.3.1 分析天平，感量为 0.1 mg。
- 4.6.3.2 卡尔·费休水分测定仪。
- 4.6.3.3 振荡器。
- 4.6.3.4 电子烟吸烟机，符合 GB 41700 要求。
- 4.6.3.5 电热鼓风干燥箱。
- 4.6.3.6 马弗炉。
- 4.6.3.7 离心管，规格为 50 mL。
- 4.6.3.8 移液管或移液器，根据实验需求选用相应的规格，使用前需校准。
- 4.6.3.9 干燥器。
- 4.6.3.10 密度仪。

注：除移液管或移液器（5.8）等玻璃量器外，水分分析中使用的所有器皿需要在 105 °C 的电热鼓风干燥箱中干燥 1~2 h。电子烟吸烟机（5.4）中的配件如夹持器、抽吸连接管需要在 40 °C~50 °C 的电热鼓风干燥箱中干燥 1~2 h。

4.6.4 样品测定

4.6.4.1 滴定度测试

打开工作站，点击打开配置菜单，观察仪器连接状态是否正常。仪器连接正常后，在运行界面中选择滴定度测试，向滴定杯中加入约 50 mL 的无水甲醇（4.6.2.1）。点击开始，此时仪器会自动开始平衡。等待平衡结束后，点击开始键，使用分析天平（4.6.3.1）称取 0.01 g 水于滴定杯中，使用减重法记录移取水的质量并且输入至对话框中。点击 OK 键后仪器开始滴定，等待测试结束。待仪器平衡后继续下一次滴定，平行测定 3 次。标定结束后，可在数据库菜单查看相应的数据结果，选择最后一个标定的数据，查看相关系数 RSD，RSD≤1% 即可认为标定数据准确可靠。取 3 次滴定度的平均值作为最终滴定度，用于样品水分的计算。

4.6.4.2 电子烟雾化物水分测试

确认标定结果后，回到工作平台，点击停止键，然后选择水分测试方法。点击开始键，运行方法，待仪器平衡后，称取适量的样品于滴定杯中，使用减重法记录质量，开始测定。仪器开始滴定，等待测试结束，记录消耗卡尔费休试剂的体积。

注：适量的样品指消耗卡尔费休试剂 0.5 mL~2 mL 的样品量。

4.6.4.3 电子烟释放物水分测试

4.6.4.3.1 试剂准备

4.6.4.3.1.1 正十七烷内标储备液

准确称取 2.0 g±0.1 g（精确至 0.1 mg）正十七烷内标物（4.6.2.5）置于 10 mL 容量瓶中，用异丙醇（4.6.2.6）溶解并定容得到浓度为 200 mg/mL 的标准储备液。储存于 2 °C~8 °C 条件下，有效期为 3 个月。

4.6.4.3.1.2 萃取液

准确移取将 2 mL 正十七烷内标储备液 (4.6.4.3.1.1) 移入 1 L 容量瓶中, 然后用异丙醇 (4.6.2.6) 稀释到刻度, 混合均匀。萃取液根据需要配制, 但应与正十七烷内标储备液 (4.6.4.3.1.1) 同时配制。向配制好的萃取液中加入 4A 分子筛, 如水的质量分数大于 0.05%, 按每毫升溶剂 0.1 g 分子筛的比例加入, 放置 24 h 以上备用。

移取适量的萃取液, 使用密度仪进行密度测试。

注1: 如水分测试与尼古丁、丙二醇、丙三醇同时测试, 萃取液需要加内标; 若仅测水分, 则可用异丙醇或甲醇做萃取液。

注2: 移液时使用的移液管或移液器 (4.6.3.8) 需要润洗, 向量器内加液至约三分之一, 尽量使量器内壁的每一处都接触到液体, 然后把液体放掉。重复该操作 2-3 次, 即可加液至满刻度进行工作。

注3: 溶液配制过程应避免长时间暴露在空气中, 移液过程中勿将溶剂至于敞口烧杯或其他敞口容器中, 以减少空气中的水分对测试结果影响。

4.6.4.3.2 释放物测试溶液

按照附录 A 要求进行抽吸 50 口, 再按照附录 A.4.3 玻璃纤维滤片法要求进行释放物的捕集和处理, 抽吸完成后, 取出玻璃纤维滤片, 用两个四分之一张新的玻璃纤维滤片 (A.4.2.4) 把捕集器前盖内壁擦拭干净, 一并放入 50 mL 离心管 (4.6.3.7) 中, 加入 20 mL 萃取液, 振荡萃取约 30 min 后, 置于色谱瓶中待测。

每次捕集需进行空白试验, 在不放置电子烟的情况下, 采用上述相同的方法和步骤制备空白样品。

注: 每次抽吸前应对每口的抽吸容量进行校准, 其偏差应符合标准抽吸体积的要求, $55.0 \text{ mL} \pm 0.3 \text{ mL}$ 。

4.6.4.3.2.1 释放物水分测试

按照 4.6.4.1 进行水分测定仪准备和滴定度的测试后, 确认标定结果后, 点击停止键, 选择水分测试方法。点击开始键, 运行方法, 待仪器平衡显示 OK 后, 称取适量的样品于滴定杯中, 使用减重法记录质量并且仪器中, 点击 OK 键。仪器开始滴定, 等待测试结束, 待仪器平衡后继续测试。所有样品分析结束后点击停止键结束进程。

注1: 玻璃纤维滤片应在测试条件的环境中储存至少 24 h。

注2: 应确保玻璃纤维滤片的萃取的释放物不会超过滤片的最大容量。

注3: 对于所有操作步骤, 实验员应戴上合适的手套以防止污染。玻璃纤维滤片应在收集后尽快进行处理, 以防止吸水或失水。

注4: 适量的样品指消耗卡尔费休试剂 0.5 mL~2 mL 的样品量。

4.6.5 结果计算与表述

4.6.5.1 水分滴定度 T 计算

按式 (11) 计算卡尔费休试剂的水分滴定度:

$$T = \frac{m_1}{V_1} \times 1000 \quad (11)$$

式中:

T —— 滴定度, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

m_1 —— 标定时滴定杯中水的质量, 单位为克 (g);

V_1 —— 消耗卡尔费休滴定液的体积, 单位为毫升 (mL)。

4.6.5.2 雾化物中水分计算

按式 (12) 计算雾化物中水分含量。

$$\omega = \frac{T \times V_2}{m_2 \times 1000} \times 100\% \quad (12)$$

式中:

ω ——雾化物中水分的含量% (m/m)；

T ——滴定度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

V_2 ——消耗KF滴定液体积，单位为毫升 (mL)；

m_2 ——雾化物的质量，单位为克 (g)。

4.6.5.3 释放物中水分计算

释放物中水分含量按式 (13) 计算：

$$\omega = \frac{T \times V_2}{m_2} \times m_3 \quad (13)$$

式中：

ω ——释放物中水分的含量，毫克每收集 (mg/collection)；

T ——滴定度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

V_2 ——消耗滴定液体积，单位为毫升 (mL)；

m_2 ——释放物萃取液称样量，单位为克 (g)；

m_3 ——释放物萃取液质量，单位为克 (g)。

4.6.5.4 每口释放物水分计算

如需计算每口释放物水分含量，可按式 (14) 进行：

$$X = \frac{\omega}{N} \quad (14)$$

式中：

X ——每口电子烟释放物中水分含量，单位为毫克每口 (mg/puff)；

ω ——式3中释放物水分总量，单位为毫克 (mg)；

N ——抽吸口数，单位为口 (puff)。

4.6.6 检出限和定量限

本方法的检出限和定量限分别见表 14 和表 15。

表 14 雾化物中水分方法检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/kg | 定量限 mg/kg |
|-------|--------------|--------------|
| 水 | 20 | 50 |

表 15 释放物中水分方法检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 mg/collection | 定量限 mg/collection |
|-------|----------------------|----------------------|
| 水 | 0.4 | 1.0 |

4.6.7 精密度

4.6.7.1 重复性

同一操作者，在同一实验室，使用同一仪器，按照相同方法，对同一试样连续测得的两个试验结果之差不应超过 $0.03813X^{0.6}$ 。其中X为两个试验结果的平均值。

4.6.7.2 再现性

不同操作者，在不同的实验室，使用不同仪器，按照相同的方法，对同一试样测得的两个单一、独立的试验结果之差不超过 $0.4243X^{0.6}$ 。其中X为两个试验结果的平均值。

4.7 电子烟雾化物和释放物中的杂质（缩水甘油）的测定 气相色谱-质谱法

4.7.1 原理

电子烟雾化物中缩水甘油用含内标的萃取液（基体为异丙醇）提取。电子烟释放物参照ISO 20768和CORESTA Recommended Method No. 81，按标准和客户需求设置吸烟机的抽吸条件，用稀释溶剂萃取玻璃纤维滤片中的缩水甘油，气相色谱-质谱法测定萃取液中的待测组分含量，保留时间和定性离子定性，外标法和定量离子定量。

4.7.2 试剂或材料

- 4.7.2.1 异丙醇：色谱纯。
- 4.7.2.2 缩水甘油：纯度 $\geq 99.8\%$ ，CAS：556-52-5。
- 4.7.2.3 缩水甘油-D5：纯度 $\geq 98.1\%$ ，CAS：1246819-20-4。
- 4.7.2.4 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.7.3 仪器设备

- 4.7.3.1 气相色谱-质谱联用仪，具有以下配置：
 - a) 冷柱头（COC）进样口；
 - b) 程序升温控制器；
 - c) 检测器，质谱（MS）；
 - d) 色谱柱，能够使被测物呈现良好的峰型以及达到足够的分离度；
 - e) 进样器，容量至少为进样量的2倍。
- 4.7.3.2 电子烟吸烟机，符合GB 41700要求。
- 4.7.3.3 棕色容量瓶，A级，根据实验需求选用相应的规格。
- 4.7.3.4 分析天平，感量为0.1 mg。
- 4.7.3.5 移液管或移液器，根据实验需求选用相应的规格，使用前需校准。
- 4.7.3.6 色谱进样瓶。
- 4.7.3.7 离心管，规格50 mL。

4.7.4 测试步骤

4.7.4.1 溶液的配制

4.7.4.1.1 内标储备液

准确称取10 mg 缩水甘油-D5，置于10 mL容量瓶中，用异丙醇定容至刻度，得到1000 $\mu\text{g/mL}$ 的内标储备液。转移至10 mL带聚四氟乙烯盖子的棕色玻璃瓶中，并置于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存，有效期为1个月。

4.7.4.1.2 一级内标溶液

准确移取1 mL 缩水甘油-D5内标储备液(4.7.4.1.1)，置于10 mL容量瓶中，用异丙醇定容至刻度，得到100 $\mu\text{g/mL}$ 的一级内标溶液。转移至10 mL带聚四氟乙烯盖子的棕色玻璃瓶中，并置于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存，有效期为1个月。

4.7.4.1.3 缩水甘油标准储备液

准确称取 100 mg 缩水甘油，置于 10 mL 容量瓶中，用异丙醇定容至刻度，得到 10000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。转移至 10 mL 带聚四氟乙烯盖子的棕色玻璃瓶中，并置于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存，有效期为 1 个月。

4.7.4.1.4 缩水甘油一级标准溶液

准确移取 1 mL 缩水甘油标准储备液(4.7.4.1.3)，置于 100 mL 容量瓶中，用异丙醇定容至刻度，再分别准确加入 100 μL 一级内标溶液。转移至 40 mL 带聚四氟乙烯盖子的棕色玻璃瓶中，并置于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存，有效期为 1 个月。

4.7.4.1.5 缩水甘油标准工作溶液

将不同体积的缩水甘油一级标准溶液(4.7.4.1.4)分别置于 10 mL 容量瓶中，再分别准确加入 100 μL 一级内标溶液(4.7.4.1.2)，用异丙醇定容至刻度，制备至少 5 个标准工作溶液。质量浓度范围宜为 0.150 $\mu\text{g/mL}$ ~10.0 $\mu\text{g/mL}$ 。储存于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存，有效期为 1 个月。

4.7.4.2 测试溶液的准备

4.7.4.2.1 雾化物测试溶液

进行分析测试的样品应具有代表性。样品称重前应混合均匀，保证样品的均匀性。试验样品应该避光保存。

准确称取 $20\pm 2.0\text{ mg}$ 电子烟雾化物样品于锥形瓶中，并记录质量。加入 10 mL 异丙醇和 100 μL 一级内标溶液(4.7.4.1.2)，加盖密封后，采用振荡器于 160 r/min~200 r/min 转速下振荡约 20 min。直接取样，进行气相色谱-质谱分析。

4.7.4.2.2 释放物测试溶液

按照附录 A 要求进行抽吸 50 口，再按照附录 A.4.3 玻璃纤维滤片法要求进行释放物的捕集和处理，抽吸完成后，取出玻璃纤维滤片，用两个四分之一张新的玻璃纤维滤片(A.4.2.4)把捕集器前盖内壁擦拭干净，一并放入 50 mL 离心管(4.7.3.7)中，加入 20 mL 萃取液，振荡萃取约 30 min 后，置于色谱瓶中待测。

注：每次抽吸前应对每口的抽吸容量进行校准，其偏差应符合标准抽吸体积的要求， $55.0\text{ mL}\pm 0.3\text{ mL}$ 。

4.7.4.3 气相色谱-质谱联用仪测试条件

以下分析条件可供参考，采用其他条件应验证其适用性：

- 进样方式：跟随柱箱；
- 隔垫吹扫流量：15 mL/min；
- 色谱柱：6% 氰丙基/苯基、94% 聚二甲基硅氧烷为固定相，长度 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 1.40 μm ，或等效柱；
- 载气：氦气，恒流流速为 1.1 mL/min；
- 升温程序：初始温度 $37\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min，以 $15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，以 $50\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 $260\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保持 2 min；
- 检测器类型：单四级杆；
- 四级杆温度： $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 离子源温度： $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 扫描方式：全扫描(SCAN)+选择离子检测(SIM)，全扫描范围为 50-350 m/z，选择离子检测参数见表 16。

表 16 目标化合物的特征离子

| 化合物名称 | 定量离子 | 定性离子 |
|---------------------|------|--------|
| 缩水甘油 | 31 | 43 |
| 缩水甘油-D ₃ | 33 | 46, 47 |

4.7.4.4 标准工作曲线制作

用气相色谱-质谱联用仪测定缩水甘油标准工作溶液(4.7.5.1.5),得到缩水甘油和内标的积分峰面积。用缩水甘油峰面积与内标峰面积的比值作为纵坐标,浓度与内标浓度比值作为横坐标,建立缩水甘油的校准曲线,线性相关系数 r 应大于 0.99。

4.7.4.5 样品的测定

按照气相色谱分析条件(4.7.4.3)测定样品萃取溶液(4.7.4.2.1、4.7.4.2.2)中各组分含量。每个样品平行测试两次。

除不加样品外,按上述相同步骤备作空白样品。

4.7.4.6 结果计算与表述

4.7.4.6.1 电子烟释放物中的缩水甘油的含量计算

按公式(15)进行计算:

$$E = (C - C_0) \times V \times d / N \dots\dots\dots (15)$$

式中:

E ——电子烟释放物中待测组分的释放量,单位为微克每口($\mu\text{g}/\text{口}$);

C ——捕集溶液中待测组分的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

C_0 ——空白捕集液中待测组分的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——捕集溶液的定容体积,单位为毫升(mL);

d ——稀释因子;

N ——总抽吸口数,单位为口。

4.7.4.6.2 电子烟雾化物中的缩水甘油的含量计算

按公式(16)进行计算:

$$X = (C - C_0) \times V \times d / m \dots\dots\dots (16)$$

式中:

X ——电子烟雾化物中待测组分的含量,单位为微克每克($\mu\text{g}/\text{g}$);

C ——样品溶液中待测组分的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

C_0 ——空白基质样品溶液中待测组分的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——样品溶液的体积,单位为毫升(mL);

d ——稀释因子;

m ——电子烟雾化物质量,单位为克(g)。

4.7.5 方法检出限和定量限

电子烟释放物中缩水甘油的检出限和定量限(以抽吸 50 口计)见表 17。

表 17 释放物中缩水甘油的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 $\mu\text{g}/\text{口}$ | 定量限 $\mu\text{g}/\text{口}$ |
|-------|-------------------------------|-------------------------------|
| 缩水甘油 | 0.0180 | 0.0600 |

电子烟雾化物中缩水甘油的检出限和定量限见表 18。

表 18 雾化物中缩水甘油的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 $\mu\text{g}/\text{mg}$ | 定量限 $\mu\text{g}/\text{g}$ |
|-------|--------------------------------|-------------------------------|
| 缩水甘油 | 0.0225 | 0.075 |

4.7.6 精密度

4.7.6.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试后的两次独立测试结果的相对差值不大于 10%。

4.7.6.2 再现性

在不同实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按照相同的方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对差值不大于 15%。

4.8 电子烟雾化物和释放物中的杂质（环氧丙烷）的测定 气相色谱-质谱法

4.8.1 原理

电子烟雾化物中的环氧丙烷用含内标的萃取液提取。电子烟释放物参照 ISO 20768 和 CORESTA Recommended Method No. 81，按标准或客户需求设置吸烟机的抽吸条件，用玻璃纤维滤片捕集电子烟释放物，两个串联的吸收瓶捕集目标化合物。采用气相色谱-质谱法测定萃取液中的待测组分含量，保留时间和定性离子定性，外标法和定量离子定量。

4.8.2 材料和试剂

- 4.8.2.1 异丙醇：色谱纯。
- 4.8.2.2 环氧丙烷：纯度 $\geq 99.9\%$ ，CAS：75-56-9。
- 4.8.2.3 环氧丙烷-D6：纯度 $\geq 98.0\%$ ，CAS：202468-69-7。
- 4.8.2.4 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.8.3 仪器设备

4.8.3.1 气相色谱-质谱联用仪，具有以下配置：

- a) 分流进样口，并且其气化室的内衬管可更换；
 - b) 程序升温控制器；
 - c) 检测器，质谱（MS）；
 - d) 色谱柱，能够使被测物呈现良好的峰型以及达到足够的分离度；
 - e) 进样器，容量至少为进样量的 2 倍。
- 4.8.3.2 电子烟吸烟机，GB 41700 要求。
 - 4.8.3.3 棕色容量瓶，A 级，根据实验需求选用相应的规格。
 - 4.8.3.4 分析天平，感量为 0.1 mg。
 - 4.8.3.5 移液管或移液器，根据实验需求选用相应的规格，使用前需校准。
 - 4.8.3.6 色谱进样瓶。
 - 4.8.3.7 离心管，规格 50 mL。

4.8.4 测试步骤

4.8.4.1 溶液的配制

4.8.4.1.1 环氧丙烷标准储备液

准确称取 100 mg 环氧丙烷，置于 10 mL 棕色容量瓶（4.8.3.3）中，用异丙醇（4.8.2.1）定容至刻度，得到 10000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。转移至 10 mL 带聚四氟乙烯盖子的棕色玻璃瓶中，并置于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存，有效期为 1 个月。

4.8.4.1.2 环氧丙烷一级标准溶液

准确移取 1 mL 环氧丙烷标准储备液（4.8.4.1.1），置于 100 mL 容量瓶（4.8.3.3）中，用异丙醇（4.8.2.1）定容至刻度，得到 100 $\mu\text{g/mL}$ 的一级标准溶液。转移至 40 mL 带聚四氟乙烯盖子的棕色玻璃瓶中，并置于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存，有效期为 1 个月。

4.8.4.1.3 环氧丙烷标准工作溶液

分别移取 25.0 μL 、50.0 μL 、100 μL 、200 μL 、500 μL 、1000 μL 的环氧丙烷一级标准溶液（4.8.4.1.2）置于 10 mL 容量瓶（4.8.3.3）中，用异丙醇（4.8.2.1）定容至刻度，得到 0.250 $\mu\text{g/mL}$ 、0.500 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液，现配现用。

注：如果有必要，各化合物的标准溶液浓度范围可适当调整。

4.8.4.2 测试溶液的准备

4.8.4.2.1 雾化物测试溶液

进行分析测试的样品应具有代表性。样品称重前应混合均匀，保证样品的均匀性。试验样品应该避光保存。

准确称取 $20\pm 2.0\text{ mg}$ 电子烟雾化物样品于锥形瓶中，并记录质量。加入 10 mL 异丙醇，加盖密封后，采用振荡器于 160 r/min~200 r/min 转速下振荡约 20 min。直接取样，进行气相色谱-质谱分析。

4.8.4.2.2 释放物测试溶液

按照附录 A 要求进行抽吸 50 口，再按照附录 A.4.3 玻璃纤维滤片法要求进行释放物的捕集和处理，抽吸完成后，取出玻璃纤维滤片，用两个四分之一张新的玻璃纤维滤片（A.4.2.4）把捕集器前盖内壁擦拭干净，一并放入 50 mL 离心管（4.8.3.7）中，加入 20 mL 萃取液，振荡萃取约 30 min 后，置于色谱瓶中待测。

注：每次抽吸前应对每口的抽吸容量进行校准，其偏差应符合标准抽吸体积的要求， $55.0\text{ mL}\pm 0.3\text{ mL}$ 。

4.8.4.3 气相色谱-质谱联用仪测试条件

以下分析条件可供参考，采用其他条件应验证其适用性：

- 进样方式：分流进样，分流比 10:1；
- 进样体积：1 μL ；
- 进样口温度：150 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 色谱柱：聚乙二醇作为固定相，长度 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm ，或等效柱；
- 载气：氦气，恒流流速为 1.0 mL/min；
- 升温程序：初始温度 40 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 9 min，以 40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 220 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min；
- 检测器类型：单四级杆；
- 四级杆温度：150 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 扫描方式：全扫描（SCAN）+选择离子检测（SIM），全扫描范围为 50 m/z-350 m/z，选择离子检测参数见表 19。

表 19 目标化合物的特征离子

| 化合物名称 | 定量离子 | 定性离子 |
|-------|------|------|
| 环氧丙烷 | 43 | 58 |

4.8.4.4 标准工作曲线制作

用气相色谱-质谱联用仪测定环氧丙烷标准工作溶液（4.8.4.1.3），得到环氧丙烷的积分峰面积。用积分面积作为纵坐标，以待测物浓度作为横坐标，建立环氧丙烷的校准曲线，线性相关系数 r 应大于 0.99。

每进行 20 次样品测定后，应加入一个等浓度的标准工作溶液。如果测得值与原值相差超过 5%，则应重新制作标准工作曲线。

4.8.4.5 样品测定

按照气相色谱分析条件（4.8.4.3）测定样品萃取溶液（4.8.4.2.1、4.8.4.2.2）中各组分含量。每个样品平行测试两次。

除不加样品外，按上述相同步骤备作空白样品。

4.8.4.6 结果计算与表述

4.8.4.6.1 电子烟释放物中的环氧丙烷的含量计算

按公式（17）进行计算：

$$E = (C - C_0) \times V \times d / N \quad (17)$$

式中：

E ——电子烟释放物中待测组分的释放量，单位为微克每口（ $\mu\text{g}/\text{口}$ ）；

C ——捕集溶液中待测组分的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

C_0 ——空白捕集液中待测组分的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V ——捕集溶液的定容体积，单位为毫升（ mL ）；

d ——稀释因子；

N ——总抽吸口数，单位为口。

4.8.4.6.2 电子烟雾化物中的环氧丙烷的含量计算

按公式（18）进行计算：

$$X = (C - C_0) \times V \times d / m \quad (18)$$

式中：

X ——电子烟雾化物中待测组分的含量，单位为微克每克（ $\mu\text{g}/\text{g}$ ）；

C ——样品溶液中待测组分的浓度，单位为毫克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

C_0 ——空白基质样品溶液中待测组分的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V ——样品溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；

d ——稀释因子；

m ——电子烟雾化物质量，单位为克（g）。

4.8.5 方法检出限和定量限

电子烟释放物中环氧丙烷的检出限和定量限（以抽吸 50 口计）见表 20。

表 20 释放物中环氧丙烷的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 $\mu\text{g}/\text{口}$ | 定量限 $\mu\text{g}/\text{口}$ |
|-------|-------------------------------|-------------------------------|
| 环氧丙烷 | 0.1 | 0.3 |

电子烟雾化物中环氧丙烷的检出限和定量限见表 21。

表 21 雾化物中环氧丙烷的检出限和定量限

| 化合物名称 | 检出限 $\mu\text{g}/\text{mg}$ | 定量限 $\mu\text{g}/\text{g}$ |
|-------|--------------------------------|-------------------------------|
| 环氧丙烷 | 2.5 | 7.5 |

4.8.6 精密度

4.8.6.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试后的两次独立测试结果的相对差值不大于 10%。

4.8.6.2 再现性

在不同实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按照相同的方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对差值不大于 15%。

4.9 电子烟释放物中无尼古丁干颗粒的测定

4.9.1 原理

按标准或客户需求设置吸烟机的抽吸条件，在吸烟机上抽吸电子烟，同时用玻璃纤维滤片收集总颗粒物，称取总颗粒物的质量。萃取总颗粒物用于气相色谱法测定尼古丁含量和卡尔·费休法测定水分。

4.9.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.9.2.1 容量法单组份滴定剂：5 mg 水/L。

4.9.2.2 三级水：符合 GB/T 6682-1992 中三级水规格。

4.9.2.3 4A 分子筛：在 (500 ± 50) °C 的高温炉中灼烧 2 h，于干燥器（不得放置干燥剂）中冷却至室温。

4.9.2.4 正十七烷：色谱纯，纯度 $\geq 99\%$ ，CAS：629-78-7。

4.9.2.5 异丙醇：色谱纯。

4.9.2.6 烟碱：纯度 $\geq 99\%$ ，CAS：54-11-5。

4.9.2.7 氮气：纯度大于 99.995%。

4.9.2.8 氢气：纯度大于 99.995%。

4.9.2.9 空气：硅胶除水。

4.9.2.10 无水甲醇：若水的质量分数大于 0.05%，用 4A 分子筛（5.4）脱水，按每毫升溶剂 0.1 g 分子筛的比例加入，放置 24 h 以上。

4.9.3 仪器设备

- 4.9.3.1 分析天平，感量为 0.1 mg。
- 4.9.3.2 卡尔·费休水分测定仪。
- 4.9.3.3 振荡器。
- 4.9.3.4 电子烟吸烟机，符合 GB 41700 要求。
- 4.9.3.5 电热鼓风干燥箱。
- 4.9.3.6 马弗炉。
- 4.9.3.7 离心管，规格为 50 mL。
- 4.9.3.8 移液管或移液器，根据实验需求选用相应的规格，使用前需校准。
- 4.9.3.9 干燥器。
- 4.9.3.10 气相色谱仪。

注：除移液管或移液器（5.8）等玻璃量器外，水分分析中使用的所有器皿需要在 105 ℃ 的电热鼓风干燥箱中干燥 1 h~2 h。电子烟吸烟机（5.4）中的配件如夹持器、抽吸连接管需要在 40 ℃~50 ℃ 的电热鼓风干燥箱中干燥 1 h~2 h。

4.9.4 试剂准备

4.9.4.1 正十七烷内标储备液

准确称取 2.0 g±0.1 g（精确至 0.1 mg）正十七烷内标物（4.9.2.5）置于 10 mL 容量瓶中，用异丙醇（4.9.2.6）溶解并定容得到浓度为 200 mg/mL 的标准储备液。储存于 2 ℃~8 ℃ 条件下，有效期为 3 个月。

4.9.4.2 萃取液

将 2 mL 正十七烷内标储备液（4.9.4.1）移入 1 L 容量瓶中，然后用异丙醇（4.9.2.5）稀释到刻度，混合均匀。萃取液根据需要配制，但应与正十七烷内标储备液（4.9.4.1）同时配制。向配制好的萃取液中加入 4A 分子筛，如水的质量分数大于 0.05%，按每毫升溶剂 0.1 g 分子筛的比例加入，放置 24 h 以上备用。移取适量的萃取液，用密度仪测试密度。

注1：移液时使用的移液管或移液器（4.9.3.8）需要润洗，向量器内加液至约三分之一，尽量使量器内壁的每一处都接触到液体，然后把液体放掉。重复该操作 2~3 次，即可加液至满刻度进行工作。

注2：溶液配制过程应避免长时间暴露在空气中，移液过程中勿将溶剂至于敞口烧杯或其他敞口容器中，以减少空气中的水分对测试结果影响。

4.9.4.3 试样制备

按照附录 A 要求进行抽吸 50 口，再按照附录 A.4.3 玻璃纤维滤片法要求进行释放物的捕集和处理，抽吸完成后，取出玻璃纤维滤片，用两个四分之一张新的玻璃纤维滤片（A.4.2.4）把捕集器前盖内壁擦拭干净，一并放入 50 mL 离心管（4.9.3.7）中，加入 20 mL 萃取液，振荡萃取约 30 min 后，置于色谱瓶中待测。

每次捕集需进行空白试验，在不放置电子烟的情况下，采用上述相同的方法和步骤制备空白样品。

4.9.4.4 释放物水分测试

按照 4.6 测定释放物水分含量。

4.9.4.5 释放物烟碱测试

按照 4.1 测定释放物烟碱含量。

4.9.5 结果计算与表述

4.9.5.1 颗粒物总量计算

按式（19）计算释放物中颗粒物总量：

$$m_{TPM} = m_2 - m_1 \dots\dots\dots (19)$$

式中：

m_{TPM} ——总颗粒物的质量，单位为毫克（mg）；

m_1 ——抽吸前夹持器的质量，单位为毫克（mg）；

m_2 ——抽吸后夹持器的质量，单位为毫克（mg）。

4.9.5.2 干颗粒物总量计算

按式（20）计算释放物中干颗粒物含量。

$$m_D = m_{TPM} - m_3 \quad \dots\dots\dots (20)$$

式中：

m_D ——释放物中干颗粒物的质量 mg，单位为毫克（mg）；

m_{TPM} ——总颗粒物的质量，单位为毫克（mg）；

m_3 ——释放物中水分的质量，单位为毫克（mg）。

4.9.5.3 无尼古丁干颗粒物计算

按式（21）计算释放物中无尼古丁干颗粒物含量。

$$m_G = m_D - m_4 \quad \dots\dots\dots (21)$$

式中：

m_G ——释放物中无烟碱干颗粒物的质量，单位为毫克（mg）；

m_D ——释放物中干颗粒物的质量，单位为毫克（mg）；

m_4 ——释放物烟碱质量，单位为毫克（mg）。

4.9.6 精密度

4.9.6.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试后的两次独立测试结果的相对差值不大于 10%。

4.9.6.2 再现性

在不同实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按照相同的方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对差值不大于 15%。

4.9.7 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- 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；
- 试验日期；

——试验人员。

全国团体标准信息平台

附录 A
(规范性)
电子烟释放物抽吸程序

A.1 抽吸准备

将雾化电子烟装置插入夹持器，插入时应避免漏气，放置方向应确保是电子烟雾化液正常供液，且吸烟机能够正常触发雾化电子烟装置的触发开关。

A.2 抽吸条件

依据要求设置抽吸条件，通常推荐的抽吸条件有GB 41700附录D电子烟标准抽吸条件；CRM No. 81常规分析吸烟机产生和收集电子烟气溶胶 - 定义和标准条件；ISO 20768蒸气产品 常规分析吸烟机 定义和标准条件等，亦可参照客户要求设置，需在测试报告中注明具体抽吸条件。经典抽吸条件见表A.1。同时，测量前，应在吸烟机抽吸端口和测量装置间的气路中串接(1000±50) Pa压降装置，以调节抽吸容量符合对应的标准要求。此外，选择对应标准使用时，环境要求要符合对应的标准的要求。如果对应的标准有抽吸角度的要求或者客户有抽吸角度要求，需按照对应的角度进行抽吸。

表 A.1 经典抽吸条件

| 抽吸参数 | 参考标准 |
|--|--------------------|
| 1、抽吸模式：梯形 2、抽吸持续时间：3.0 s±0.1 s 3、抽吸频率：30.0 s±0.5 s 4、抽吸容量：55.0 mL±0.6 mL 5、最大抽吸速率：18.3 mL/s±1.8 mL/s | ISO 20768/GB 41700 |
| 1、抽吸模式：梯形 2、抽吸持续时间：3.0 s±0.1 s 3、抽吸频率：30.0 s±0.5 s 4、抽吸容量：55.0 mL±0.3 mL 5、最大抽吸速率：18.5 mL/s±1.0 mL/s | CRM No. 81 |

A.3 样品的准备

电子烟烟弹应在密封的条件下，在测试环境大气中放置至少12 h进行温湿度平衡。可充电电子烟应在试验前应将电池充满。

如果样品进气口可调节，应将其调至全开。对于功率可调节的电子烟样品，采用最大功率。

A.4 释放物的捕集和处理**A.4.1 仪器设备**

- a) 电子烟吸烟机；
- b) 振荡器；
- c) 容量瓶，规格 10 mL；
- d) 离心管，规格 50 mL；
- e) 捕集阱；
- f) 移液器。

A.4.2 试剂与材料

- a) 萃取液；
- b) 捕集液；
- c) 滤膜；

d) 玻璃纤维滤片。

A. 4.3 玻璃纤维滤片法

将玻璃纤维滤片（A. 4. 2. 4）安装到电子烟吸烟机（A. 4. 1. 1）上，按A. 2设置的标准抽吸条件进行电子烟的抽吸。

A. 4.4 捕集阱法

用移液器（A. 4. 1. 6）分别准确移取 35 mL 捕集液于两个捕集阱（A. 4. 1. 5）中，将两个捕集阱串联后安装到吸烟机（A. 4. 1. 1）上，按B. 2设置的标准抽吸条件进行电子烟的抽吸。抽吸完成后，取下捕集阱（A. 4. 1. 5），静置约 20 min。每个捕集阱（A. 4. 1. 5）各移取 5 mL 溶液于洁净干燥的 10 mL 容量瓶（A. 4. 1. 3）中，摇匀，置于色谱瓶中待测，必要时，可采用滤膜（A. 4. 2. 3）过滤。

每次捕集需进行空白试验，在不放置电子烟的情况下，采用上述相同的方法和步骤制备空白样品。