

团 体 标 准

T/CECC 002—2021

代替 T/CECC 2-2017

电子雾化液安全技术规范

Technical specification for safety of e-liquid

2021-9-16 发布

2021-9-28 实施

中国电子商会 发布

目 次

前 言	II
引 言	III
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 标签、标识、包装、说明书、运输、贮存	5
附 录 A （规范性） 电子雾化液 禁用物质	7
附 录 B （规范性） 电子雾化液 甲醇、乙二醇、二甘醇的测定	9
附 录 C （规范性） 电子雾化液 羰基化合物的测定	12
附 录 D （规范性） 电子雾化液 苯系物的测定	15
附 录 E （规范性） 电子雾化液 烟碱（尼古丁）的测定	18
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。

本文件代替T/CECC 2-2017《电子烟雾化液规范》，与T/CECC 2-2017相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 对试验方法进行了详细的阐述；
- 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”；
- 增加“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；在技术上必须使用；不会误导消费者；在达到预期效果前提下，应尽量减少使用量。其中：含有烟碱（尼古丁）的电子雾化液的烟碱（尼古丁）原料纯度不得小于 99.5%”的内容；
- 增加“添加剂的使用原则”的内容；
- 增加了理化指标“相对密度、折光指数、动力粘度、酸值、pH 值”的内容，删除了“水分”；
- 增加了杂质限量中“苯系物、羰基化合物、邻苯二价酸酯类物质、烟草特有亚硝胺和重金属”的内容；
- 增加和完善了标签、标识、包装、说明书、运输、贮存的内容；
- 增加了附录 A 电子烟雾化液 禁止添加物质的内容；
- 增加了相应检验方法附录内容。

本文件由中国电子商会电子烟行业委员会提出，由中国电子商会归口。

本文件起草单位：深圳市计量质量检测研究院、恒信永基科技（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、深圳梵活生命科学股份有限公司、深圳市艾普生物科技有限公司、深圳市卡弗瑞森科技有限公司、深圳市吉途科技有限公司、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、深圳中创雾联科技有限公司、东莞市飞灵电子实业有限公司、北京羽衣科技有限公司、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、广州希脉创新科技有限公司、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、深圳易佳特科技有限公司、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、陈劲、赵贯云、李永海、张雪峰、左权、陈家太、郭冰、杨淼文、蔡跃栋、高煜翔、朱雄伟、刘东原、钟家鸣、李旺、陈飞标、朱逢园、朱萧木、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。

引 言

中国是全球雾化电子烟装置的主要生产国、出口国，随着电子信息技术快速迭代及电子烟产业规模的迅速扩张，全球各国对雾化电子烟装置提出更高的质量要求，作为新兴的电子消费品，提高产品质量水平，规范企业生产行为，为企业的生产经营提供可靠安全的产品执行标准，建立行业准入门槛势在必行。电子雾化液是电子烟的重要组成部分，电子雾化液直接影响甚至决定电子烟的种类和口感体验，电子雾化液团体标准制定是电子烟标准化、规范化的前提和首要任务。

为促进电子烟行业的规范发展，结合全球发展趋势和监管要求，在中国电子商会电子烟行业委员会的组织下，整合了国内外关于电子雾化液的定义、要求、试验方法、包装、说明书、运输、贮存等有关资料和要求，对标准T/CECC 2 - 2017《电子烟雾化液规范》进行修订。通过附录的形式规定和明确了更适合电子雾化液产品的检测方法，提出了安全风险评估的要求，并给出禁限用物质清单，便于执行，同时也为后继发展留下更大的空间。



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、通用要求、技术要求、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，不含烟碱（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 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定
- GB 5009.271-2016 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。

注：电子雾化液（含尼古丁）一般也称为：电子烟油、电子烟液、电子烟雾化剂等。

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。

注：雾化电子烟装置一般也称为：电子烟具。

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，烟碱（尼古丁）除外；
- 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）原料纯度不得小于 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℃)	$D_{\text{对样品}} \pm 0.010$	
折光指数 (25℃)	$n_{\text{对样品}} \pm 0.010$	
动力粘度 (25℃) (mPa·S)	$\eta_{\text{对样品}} \pm 20\% \times \eta_{\text{对样品}}$	
酸值 (AV) (mg·KOH/g)	$AV \leq 20$	$AV_{\text{对样品}} \pm 2$
	$AV > 20$	$AV_{\text{对样品}} \pm 10\% \times AV_{\text{对样品}}$
pH值	$pH_{\text{对样品}} \pm 0.5$	
烟碱 (尼古丁)	$pH \geq 6.5$	标示量的95%~105%，且不大于20 mg/mL
	$pH < 6.5$	标示量的95%~105%，且不大于50 mg/mL
1,2-丙二醇	标示量的90%~110%	
丙三醇	标示量的90%~110%	

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 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

项目		限值要求 mg/kg
17种邻苯二甲酸酯类物质质量总和 ^a		≤60
4种烟草特有亚硝胺总和 ^b		≤0.05
羰基化合物	甲醛	≤20
	乙醛	≤180
	丙醛	≤20
	丙酮	≤20
	丁醛	≤20
	丙烯醛	≤16
	巴豆醛	≤20
	2-丁酮	≤20
苯系物	苯	不得检出
	甲苯	≤0.7
	乙苯	≤0.3
	二甲苯（含对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯）	≤0.5
重金属	铅（Pb）	≤0.5
	镉（Cd）	≤0.2
	汞（Hg）	≤0.1
	锑（Sb）	≤2.0
	镍（Ni）	≤0.5
	硒（Se）	≤5.0
	钡（Ba）	≤2.5
	铬（Cr）	≤0.3
砷（As）	≤0.2	
^a 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） ^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）。		

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。

6.4 动力粘度

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 标签、标识、包装、说明书、运输、贮存

7.1 标签、标识

7.1.1 标签、标识应标注在包装显眼的位置上。

7.1.2 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。

7.1.3 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。

7.1.4 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。

7.1.5 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。

7.2 包装

7.2.1 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。

7.2.2 产品必须配备防篡改、防破碎和防泄漏包装。

7.2.3 产品必须配备防止儿童开启包装，应符合 GB/T 25163 的规定。

7.2.4 包装储运图示标识应符合 GB/T 191 的规定。

7.3 说明书

7.3.1 产品应提供说明书和产品检验合格证明。

7.3.2 产品说明书应标明的信息包括：

——产品名称、生产商信息；

——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。

7.4 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。产品严禁日晒雨淋，在运输过程中严禁与有毒或有异味的物品混运。

7.5 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 禁用物质

电子雾化液中禁用物质名单见表A.1。

表 A.1 电子雾化液中禁用物质

序号	禁用组分	
1	致癌物、致突变物、致生殖毒性的物质 (CMR1和2)	
2	植物油和矿物油	
3	糖类物质	葡萄糖 (CAS: 14431-43-7)
		果糖 (CAS: 7660-25-5)
		乳糖 (CAS: 63-42-3)
		麦芽糖 (CAS: 16984-36-4)
		蔗糖 (CAS: 57-50-1)
4	甜味剂	安赛蜜 (CAS: 33665-90-6)
		阿斯巴甜 (CAS: 22839-47-0)
		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、精神活性物质、合成代谢物和麻醉物, 如咖啡因、牛磺酸等, 烟碱 (尼古丁) 除外	
7	季铵盐15 (CAS: 4080-31-3)	
8	咪唑烷基脲 (CAS: 39236-46-9)	
9	重氮烷基脲 (CAS: 78491-02-8)	
10	2-溴-2-硝基-1,3-丙醇或2-溴-2-丙二醇 (CAS: 52-51-7)	
11	乙内酰脲或1,3-二羟甲基-5,5-二甲基海因 (CAS: 6440-58-0)	
12	(苯基甲氧基) 甲醇或甲醛苯醇半缩醛 (CAS: 14548-60-8)	
13	羟甲基甘氨酸钠 (CAS: 70161-44-3)	
14	三氯生 (CAS: 3380-34-5)	
15	苯氧乙醇 (CAS: 122-99-6)	
16	长链酯: 对羟基苯甲酸异丙酯及其盐类 (CAS: 4191-73-5), 对羟基苯甲酸异丁酯 (CAS: 4247-02-3), 羟苯甲酸苯酯 (CAS: 17696-62-7), 对羟基苯甲酸苯甲酯 (CAS: 94-18-8) 和对羟基苯甲酸正戊酯 (CAS: 6521-29-5)	
17	异噻唑啉酮 (CAS: 1003-07-2)	
18	乙二醇 (CAS: 107-21-1)	
19	2,3-丁二酮 (CAS: 431-03-8)	
20	2,3-戊二酮 (CAS: 600-14-6)	
21	2,3-己二酮 (CAS: 3848-24-6)	
22	2,3-庚二酮 (CAS: 96-04-8)	
23	维生素E乙酸酯 (CAS: 7695-91-2)	
24	着色剂	
25	总烟草生物碱, 如新烟草碱、二烯烟碱、麦斯明等	
26	水杨酸 (CAS: 69-72-7)	
27	吊白块 (CAS: 149-44-0)	
28	硼砂 (CAS: 12179-04-3)	
29	β -萘酚 (CAS: 135-19-3)	
30	白菖蒲及其提取物	
31	马兜铃酸 (CAS: 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盐 (CAS: 100-88-9)	
35	焦炭酸二乙酯 (CAS: 1609-47-8)	
36	甘素 (CAS: 9005-49-6)	
37	邻氨基苯甲酸肉桂酯 (CAS: 87-29-6)	

序号	禁用组分
38	黄樟素 (CAS: 94-59-7)
39	正二氢愈创酸 (CAS: 500-38-9)
40	硫脲 (CAS: 62-56-6)

全国团体标准信息平台

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0.0001 g）异丁醇（B.2.5）置于100 mL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℃~4℃条件下，有效期为3个月。

B.2.7 标准储备液

分别准确称取0.1 g（精确至0.0001 g）甲醇（B.2.2）、乙二醇（B.2.3）、二甘醇（B.2.4）于100 mL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0 μL、50 μL、100 μL、200 μL、500 μL、1000 μL的标准储备液（B.2.5）于10 mL容量瓶中，再分别准确加入200 μL内标储备液（B.2.6），用乙醇（B.2.1）稀释定容，得到浓度为0 mg/L、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0.1 mg。

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，10 mL。

B.3.4 涡旋振荡器，最大涡旋速度不小于2000 r/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0.0001 g）电子雾化液于10 mL容量瓶（B.3.3）中，加入200 μL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2000 r/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)]或相当者；
- 进样口温度：260 ℃；
- 检测器温度：275 ℃；
- 进样体积为 1.0 μL，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 6 min；
- 载气：氮气，恒流流速为 1.0 mL/min；
- 尾吹气：20 mL/min；
- 空气：450 mL/min；
- 氢气：40 mL/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) × 0.25 μm (膜厚)]或相当者；
- 采用程序升温：初始温度 40 ℃，保持 4 min，10 ℃/min 速率升至 120 ℃保持 0 min，30 ℃/min 速率至 230 ℃，保持 3 min；
- 载气：氮气，恒流流速为 1.0 mL/min；
- 进样口温度：280 ℃；
- 载气：氦气，恒流流速，1 mL/min；
- 进样量 1.0 μL，分流比 10:1；
- 传输线温度：230 ℃；
- 电离方式：EI，电离电压 70 eV；
- 离子源温度：230 ℃；
- 四级杆温度：150 ℃；
- 溶剂延迟：3.0 min；
- 扫描方式：选择离子检测，各组分特征离子选择见表 B.1。

表 B.1 目标化合物的特征离子

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	甲醇	31:32(100:74)	31	32
2	乙二醇	31:33(100:36)	31	33
3	二甘醇	45:75(100:22)	45	75

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

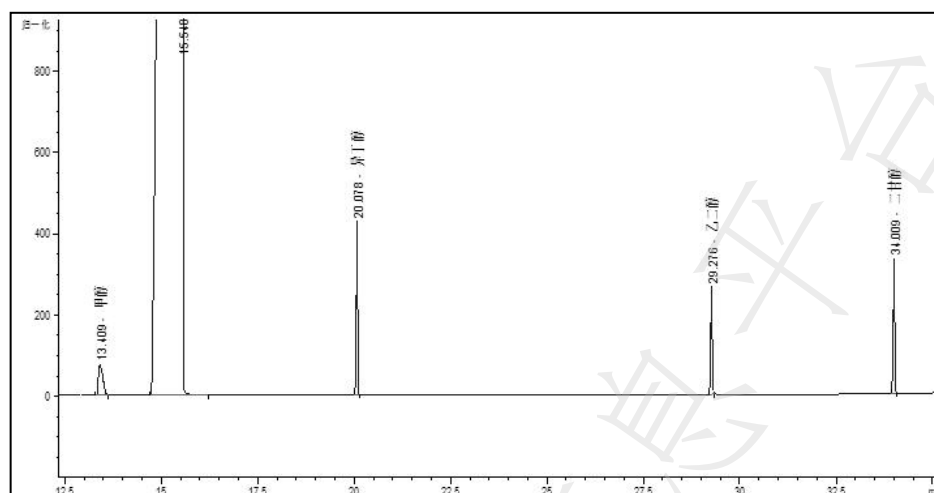
相对离子丰度 (K)	K>50%	50%≥K>20%	20%≥K>10%	K≤10%
允许的最大偏差	±10%	±15%	±20%	±50%

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.4.3.4 谱图



图B.1 甲醇、乙二醇、二甘醇标准物质色谱图

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：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \times K \dots\dots\dots (B.1)$$

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)；
- c_0 ：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)；
- K ：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1 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%。

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

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 结果；
- 与本方法规定的分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 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 甲醇, 色谱纯。

C.2.4 磷酸, 纯度不低于85%。

C.2.5 吡啶, 纯度不低于99%。

C.2.6 2, 4-二硝基苯肼(DNPH), 使用前应经乙腈重结晶。

C.2.7 甲醛、乙醛、丙醛、丙酮、丙烯醛、丁醛、巴豆醛、2-丁酮的DNPH衍生物, 纯度不低于97%。

C.2.8 10%磷酸水溶液

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

C.2.9 衍生化试剂

称取4.5 g DNPH(C.2.7)溶解于200 mL乙腈(C.2.2)中, 加入20 mL 10%磷酸水溶液(C.2.10), 转移入500 mL容量瓶中, 加入约250 mL水(C.2.1), 用乙腈(C.2.2)定容。配制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.2.10 标准工作溶液的配制**C.2.10.1 8种羰基化合物的DNPH衍生物储备液**

分别准确称取25.0 mg(精确至0.1 mg) 甲醛、乙醛、丙醛、丙酮、丙烯醛、丁醛、巴豆醛、2-丁酮的DNPH衍生物(C.2.7)至25 mL的棕色容量瓶中, 用乙腈(C.2.2)溶解定容, 得到浓度均为1 mg/mL的标准储备液。避光贮存于-18℃条件下, 有效期为6个月。

C.2.10.2 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衍生物标准储备液(C.2.10.1)各1.0 mL至100 mL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℃条件下, 有效期为6个月。

C.2.10.3 混合标准工作溶液

分别准确移取0 μL、50 μL、100 μL、200 μL、500 μL、1000 μL、2000 μL混合标准储备液(C.2.10.2)至7个10 mL棕色容量瓶中, 用乙腈(C.2.2)稀释定容, 得到浓度分别为0 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 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0.1 mg。

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, 0.45 μm。

C.3.4 棕色容量瓶, A级, 1 mL。

C.4 分析步骤

C.4.1 样品前处理

准确称取0.1 g (精确至0.1mg) 电子雾化液于1mL棕色容量瓶 (C.3.4) 中, 加入约0.8 mL衍生化试剂 (C.2.9), 摇匀, 室温放置20 min, 加入50 μ L吡啶 (C.2.5), 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 250mm (长度) \times 4.6mm (内径), 5.0 μ m (粒径) 或等效柱;
- 流动相 水/甲醇;
- 洗脱: 均相梯度洗脱, 30%水/70%甲醇;
- 柱温: 30 $^{\circ}$ C;
- 柱流量: 1.0 mL/min;
- 进样体积: 10 μ L;
- 检测器: 紫外检测器, 检测波长为 360nm。

C.4.4 标准工作曲线制作

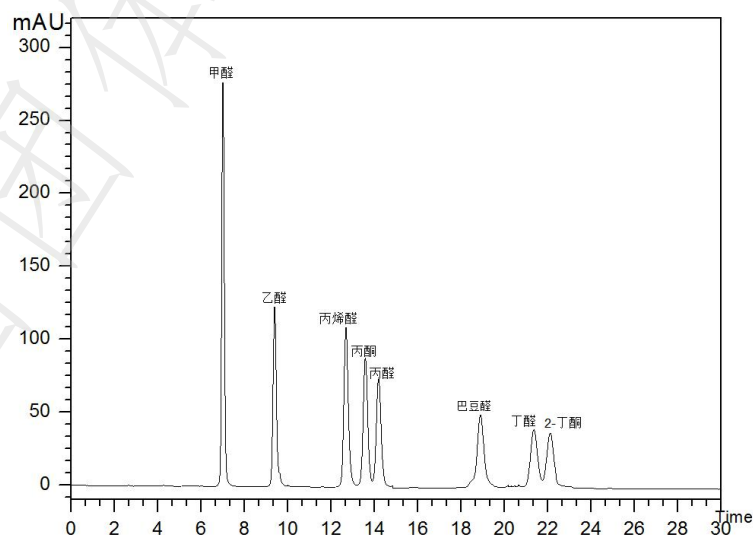
采用液相色谱分析条件 (C.4.3) 对系列标准工作溶液 (C.2.10.3) 进行测定, 纵坐标为目标化合物峰面积, 横坐标为目标化合物浓度, 建立标准工作曲线, 线性相关系数 R^2 应大于0.99。

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。

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.4.6 谱图



图C.1 羰基化合物标准物质液相色谱图

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、巴豆醛和2-丁酮的浓度按式 (C.1) 计算得出:

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (C. 1)$$

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0.1 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%。

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

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 结果；
- 与本方法规定的分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 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0.05 g 苯-d₆（D.2.9）于100 mL容量瓶中，精确至0.0001 g，用乙醇（D.2.2）溶解定容，配成浓度为0.5 mg/L 苯-d₆（内标）的内标储备液。储存于0℃~4℃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-d₆（内标）浓度为0.5 mg/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0.0001 g）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100 mL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℃~4℃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）用萃取溶液（D.2.11）逐级稀释得到浓度为1.0 mg/L的混合标准溶液。分别准确移取0 μL、50 μL、100 μL、200 μL、500 μL、1000 μL的混合标准溶液于10 mL容量瓶中，用萃取溶液（D.2.11）稀释定容，得到浓度为0 mg/L、0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/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0.1 mg。
- D.3.2 气相色谱-质谱联用仪。
- D.3.3 容量瓶，A级，10.0 mL。
- D.3.4 漩涡振荡器，最大涡旋速度不小于2000 r/min。
- D.3.5 滤膜，有机相，0.45 μm。

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(D.3.4)中,以2000r/min的速度涡旋振荡提取10min,采用有机滤膜(D.3.5)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6%氰丙基苯基-甲基聚硅氧烷,规格为60m(长度)×0.25mm(内径)×0.25μm(膜厚)或相当者;
- 程序升温:起始温度50℃,保持1min,以8℃/min的速率升至100℃,再以30℃/min的速率升至220℃,保持5min;
- 进样口温度:240℃;
- 载气:氦气,恒流流速,1mL/min;
- 进样量1.0μL,分流比10:1;
- 传输线温度:230℃;
- 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:4.0min;
- 扫描方式:选择离子检测,各组分特征离子选择见表D.1。

表D.1 目标化合物及内标的特征离子

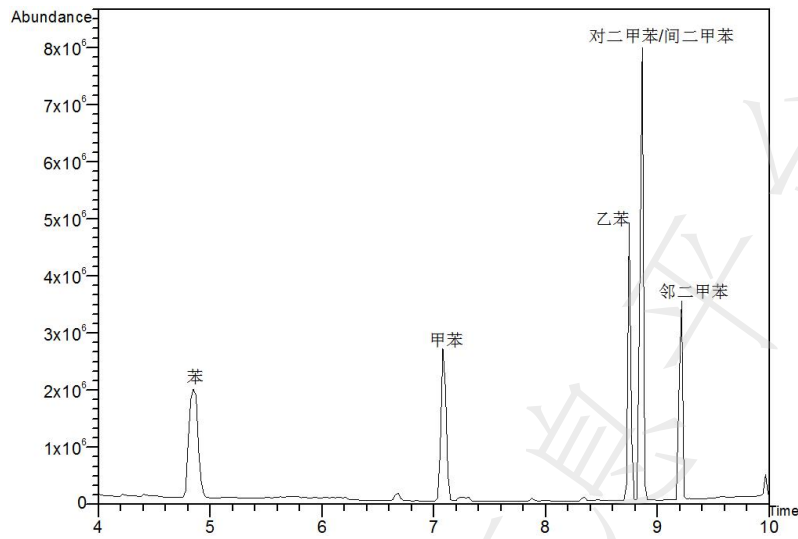
序号	化合物名称	特征离子及其丰度比	定量离子	定性离子
1	苯-d ₆ (内标)	84:83(100:70)	84	83
2	苯	78:77:51(100:28:22)	78	77,51
3	甲苯	91:92:65(100:77:12)	91	92,65
4	乙苯	91:106:51(100:28:11)	91	106,51
5	对二甲苯	91:106:105:77(100:68:28:11)	91	106,105,77
6	间二甲苯	91:106:105:77(100:52:23:12)	91	106,105,77
7	邻二甲苯	91:106:105:77(100:50:20:13)	91	106,105,77

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。

D.4.5 谱图



图D.1 苯系物标准物质气相色谱图

D.4.6 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

电子雾化液中苯系物按式（D.1）计算得出：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (D.1)$$

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 ：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）。

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/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0.2mg/kg，其他苯系物的检出限均为0.05mg/kg。

D.7 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 结果；
- 与本方法规定的分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 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

采用含有内标的异丙醇溶液稀释样品，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。

E.2 试剂

E.2.1 异丙醇：色谱纯。

E.2.2 烟碱（尼古丁）标准物质：纯度 $\geq 99.9\%$ 或已知浓度。

E.2.3 正十七碳烷，纯度 $\geq 99.9\%$ 。

E.2.4 烟碱（尼古丁）标准储备液

准确称取0.5 g（精确至0.0001 g）烟碱（尼古丁）（E.2.2）于50 mL容量瓶中，用异丙醇（E.2.1）溶解定容，得到浓度为10 mg/mL的标准储备液。储存于2℃~4℃条件下，有效期为6个月。

E.2.5 内标储备液

准确称取0.5 g（精确至0.0001 g）正十七碳烷（E.2.3）置于100 mL容量瓶中，用异丙醇（E.2.1）溶解定容。储存于2℃~4℃条件下，有效期为6个月。

E.2.6 烟碱（尼古丁）标准工作溶液

分别准确量取0 μ L、10 μ L、20 μ L、50 μ L、100 μ L、200 μ L、500 μ L的烟碱（尼古丁）标准储备液（E.2.3）于10 mL容量瓶中，再分别准确加入100 μ L内标储备液（E.2.5），用异丙醇（E.2.1）稀释并定容至刻度，得到浓度为0 mg/mL、0.01 mg/mL、0.02 mg/mL、0.05 mg/mL、0.1 mg/mL、0.2 mg/mL、0.5 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0.1 mg。

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10 mL、50 mL、100 mL。

E.4 分析步骤**E.4.1 样品前处理**

准确量取2 mL电子雾化液于50 mL容量瓶（E.3.3）中，加入0.5 mL内标储备液（E.2.5），以异丙醇（E.2.1）定容，加盖密封后混匀，取溶液至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，固定相为聚乙二醇，规格为[60 m(长度) \times 0.25 mm(内径) \times 0.25 μ m(膜厚)]，或相当者；
- 进样口温度：250℃；
- 检测器温度：280℃；
- 进样体积为1.0 μ L，分流比10:1；
- 采用程序升温：初始温度160℃，保持9 min，10℃/min，至250℃，保持6 min；

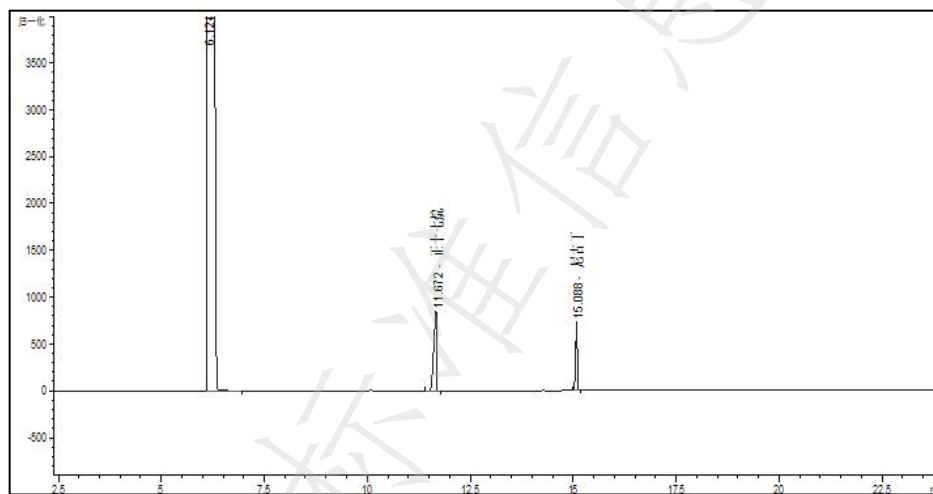
- 载气：氮气，恒流流速为 1.0 mL/min；
- 尾吹气：20 mL/min；
- 空气：450 mL/min；
- 氢气：40 mL/min。

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.2.6) 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。

E.4.5 谱图



图E.1 尼古丁标准物质气相色谱图

E.4.6 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.5 结果计算与表述

电子雾化液中烟碱（尼古丁）按式 (E.1) 计算得出：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{V_1} \times K \quad \text{..... (E.1)}$$

式中：

- x_i ：电子雾化液中目标化合物浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；
- 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/mL)；
- c_0 ：空白试验中目标化合物测定浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；
- V ：样品定容体积，单位为毫升 (mL)；
- V_1 ：样品取样体积，单位为毫升 (mL)；
- K ：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 0.01 mg/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.6 方法检出限

本方法尼古丁的检出限为 0.25 mg/mL。

E.7 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 结果；
- 与本方法规定的分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 实验日期；
- 测定人员。

全国团体标准信息平台

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：1020719-68-9，纯度不低于99%。

F.2.6 氘代-N-亚硝基新烟碱（NAT-d₄），CAS：1020719-69-0，纯度不低于99%。

F.2.7 氘代-4-（甲基亚硝胺基）-1-（3-吡啶基）-1-丁酮（NNK-d₄），CAS：764661-24-7，纯度不低于99%。

F.2.8 氘代-N-亚硝基降烟碱（NNN-d₄），CAS：66148-19-4，纯度不低于99%。

F.2.9 N-亚硝基假木贼碱（NAB），CAS：37620-20-5，纯度不低于98%。

F.2.10 N-亚硝基新烟碱（NAT），CAS：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：64091-91-4，纯度不低于98%。

F.2.12 N-亚硝基降烟碱（NNN），CAS：80508-23-2，纯度不低于98%。

F.2.13 0.1mol/L乙酸铵溶液

称取3.85 g（精确到0.0001 g）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.2.14 内标溶液**F.2.14.1 内标储备液**

各称取10.0 mg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1.0 mg/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.2.14.2 一级混合内标溶液

分别移取1.0 mL 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 μg/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.2.14.3 二级混合内标溶液

移取10.0 mL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 μg/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.2.15 标准溶液**F.2.15.1 标准储备液**

准确称取10.0 mg（精确到0.1 mg）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1.0 mg/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. 2. 15. 2 一级混合标准液

分别移取1.0 mL的NAB、NAT、NNK和NNN的标准储备液（F. 2. 15. 1）至100 mL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. 2. 15. 3 二级混合标准液

移取10.0 mL一级混合标准溶液（F. 2. 15. 2）至100 mL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 μg/mL的二级混合标准溶液。该溶液于-18 ℃条件下避光保存，有效期为3个月。

F. 2. 15. 4 系列标准工作溶液

移取0 μL、10 μL、20 μL、50 μL、100 μL、200 μL、500 μL的二级标准溶液（F. 2. 15. 3）至100 mL的容量瓶中，再分别加入100 μL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 ng/mL、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. 3 仪器与材料

F. 3. 1 液相色谱-串联质谱联用仪。

F. 3. 2 电子天平，感量为0.1 mg。

F. 3. 3 容量瓶，A级，规格为10 mL。

F. 3. 4 漩涡振荡器，最大涡旋速度不小于2000 r/min。

F. 3. 5 滤膜，水相，0.22 μm。

F. 4 分析步骤

F. 4. 1 样品前处理

准确称取1.0 g（精确至0.0001 g）电子雾化液，置入10 mL容量瓶中（F. 3. 3）中，加入10.0 μL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）定容至刻度，加盖密封后置于漩涡振荡器（F. 3. 4）中，以2000 r/min的速度涡旋振荡提取30 min，萃取液过滤膜（F. 3. 5）后待测。

F. 4. 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. 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：

- C18 色谱柱，规格为[100 mm（长度）×3.0 mm（内径），2.7 μm（粒径）]或等效柱；
- 流动相 A：0.01 mol/L 乙酸铵溶液；
- 流动相 B：乙腈溶液；
- 柱温：40 ℃；
- 柱流量：0.3 mL/min；
- 进样体积：5 μL；
- 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, %
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

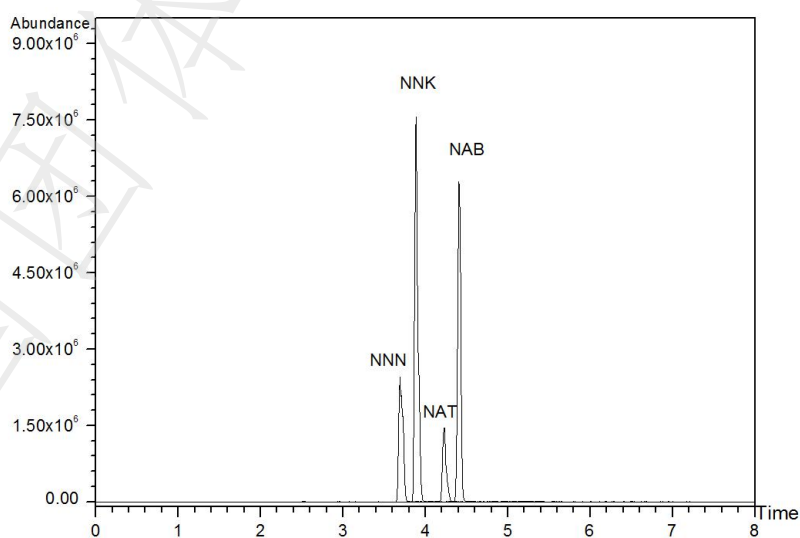
化合物	离子对 (碰撞能, eV)	
	定量	定性
NNN	178.1/148.2 (15)	178.1/120.1 (15)
NNN-d4	182.1/152.2 (15)	-
NNK	208.1/122.1 (16)	208.1/106.1 (16)
NNK-d4	212.1/126.1 (16)	-
NAT	190.1/160.1 (15)	190.1/106.1 (15)
NAT-d4	194.1/164.1 (15)	-
NAB	192.1/162.2 (17)	192.1/133.1 (17)
NAB-d4	196.1/166.2 (17)	-

F.4.4 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 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。

F.4.5 谱图



图F.1 四种特有亚硝胺标准物质液相色谱图

F.4.6 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.5 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:

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (F. 1)$$

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);
- c_i : 样品溶液中目标化合物测定浓度, 单位为纳克每毫升 (ng/mL);
- c_0 : 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0.01 ng/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.6 方法检出限

本方法4种亚硝胺的检出限均为1.0ng/g。

F.7 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- 试验对象;
- 所使用的标准 (包括发布或出版年号);
- 结果;
- 与本方法规定的分析步骤的差异;
- 观察到的异常现象;
- 实验日期;
- 测定人员。

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: 431-03-8，纯度不低于98%。

G.2.5 2,3-戊二酮，CAS: 600-14-6，纯度不低于98%。

G.2.6 3-羟基丁酮，CAS: 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(G.2.4)，2,3-戊二酮(G.2.5)，3-羟基丁酮(G.2.6)标准品50mg(精确至0.0001g)分别于50mL容量瓶中，用丙二醇/丙三醇(80/20)混合溶液定容，制成1000mg/L的储备液。该标准储备液于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)1000μL于10mL容量瓶，用乙醇溶液定容，制成100mg/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.2.5.2)0mL、0.02mL、0.04mL、0.05mL、0.1mL和0.2mL于10mL容量瓶中，使用乙醇(G.2.1)定容至刻度，得到浓度为0mg/L、0.2mg/L、0.4mg/L、0.5mg/L、1.0mg/L和2.0mg/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 漩涡振荡器，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0.0001 g) 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), 以2000 r/min的速度涡旋振荡提取5 min, 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

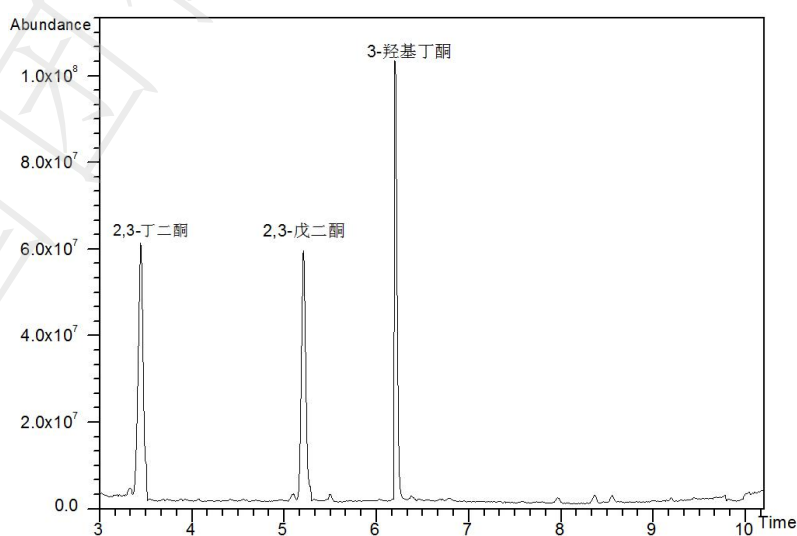
以下分析条件可供参考, 采用其他条件应验证其适用性:

- 6%氰丙基苯基-甲基聚硅氧烷石英毛细管色谱柱或同效柱;
- 程序升温: 初始柱温 65 °C, 保持 1 min, 以 5 °C/min 升温至 100 °C, 再以 30 °C/min 升温至 220 °C, 保持 2 min;
- 进样口温度: 240 °C;
- 载气: 氦气, 恒流流速, 1 mL/min;
- 进样量 1.0 μ L, 分流比 10:1;
- 传输线温度: 230 °C;
- 离子源温度: 230 °C;
- 溶剂延迟: 2.8 min;
- 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	特征离子及其丰度比	定量离子	定性离子
1	2,3-丁二酮	43:86 (100:18)	86	43
2	2,3-戊二酮	43:57:100 (100:32:11)	43	57, 100
3	3-羟基丁酮	45:43:88 (100:88:9)	45	43, 88

G. 4. 4 谱图



图G.1 2,3-丁二酮, 2,3-戊二酮和3-羟基丁酮标准物质气相色谱图

G.4.5 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：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (G.1)$$

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）；
- c_0 ：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 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 结果；
- 与本方法规定的分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 实验日期；
- 测定人员。