

# ICPMS-2030 测定电子雾化液中 9 种重金属元素含量

ICPMS-167

**摘要：** 本文结合中国电子商会团体标准《电子雾化液安全技术规范》（征求意见稿）的要求，参考 GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第一法，使用岛津 ICPMS-2030 系列，对多种电子雾化液中的重金属元素进行测定，实验结果表明，该方法操作简便，仪器在 0~50  $\mu\text{g/L}$  范围内线性良好，检出限低，加标回收率在 90.6%~108% 之间，可满足电子雾化液中 9 种重金属元素的测定。

**关键词：** ICPMS-2030 系列 电子雾化液 重金属

电子雾化液是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。其主要成分是食用级或者医药级别的丙三醇（也称甘油），1,2-丙二醇（一般不用 1,3-丙二醇）和聚乙二醇，以及烟草专用香精，为了口感更贴近香烟，也会添加烟碱成分。烟碱等有害物质易引发人体慢阻肺、慢性支气管炎、甚至肺癌等肺部疾病，受到人们高度关注。而重金属元素作为电子雾化液中可能存在的危害物，同样会危害到人体的健康。

由于电子烟的迅猛发展以及自身存在的各种安全性问题，越来越多的国家和社会组织已经正在制定标准，把电子烟纳入监管范畴。中国电子商会正在制定的团体标准《电子雾化液安全技术规范》（征求意见稿）对电子雾化液中的多项杂质成分做了严格的限量要求，

其中，重金属元素铅、镉、汞、锑、镍、硒、钡、铬和砷等 9 个元素被列入限值范围，要求汞含量不高于 0.1 mg/kg，砷和镉含量不高于 0.2 mg/kg，铬含量不高于 0.3 mg/kg，镍和铅含量不高于 0.5 mg/kg，锑含量不高于 2.0 mg/kg，钡含量不高于 2.5 mg/kg，硒含量不高于 5.0 mg/kg。

本文根据《电子雾化液安全技术规范》（征求意见稿）要求，参考 GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，建立了使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪应对电子雾化液分析的方法，并对 5 种电子雾化液进行测定，方法简单、方便，能够有效地监控电子雾化液中 9 种重金属元素的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿为塑料材质，使用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用硝酸为电子级试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品前处理

移取电子雾化液试样 2.00 mL 于微波消解内罐中，加入 5 mL 硝酸，加盖放置 3 h 后，旋紧罐盖，置于微波消解仪中进行消解（升温程序见表 1）。消解结束冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，用少量水冲洗内盖，将消解罐放置控温电热板上，于 100 $^{\circ}\text{C}$  加热 30 min，超纯水定容至 50 mL，摇匀待测，同时制备样品空白和加标样品。

表 1 微波消解升温程序

程序	温度 / $^{\circ}\text{C}$	升温时间 /min	恒温时间 /min
1	0~120	5	5
2	120~150	5	10
3	150~190	5	20

#### 1.4 仪器参数

等离子体参数:

高频功率: 1.2 kW

辅助气流速: 1.1 L/min

炬管类型: Mini

雾化室: 旋流

采样深度: 5.0 mm

碰撞条件 1:

碰撞气体: He

池电压: -21 V

碰撞条件 2:

碰撞气体: He

池电压: -70 V

等离子体气流速: 8.0 L/min

载气流速: 0.7 L/min

雾化器类型: 同心

雾室温度: 5 °C

高频频率: 27.12 MHz

碰撞气流速: 6 mL/min

能量过滤器电压: 7.0 V

碰撞气流速: 7 mL/min

能量过滤器电压: 8.0 V

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 5% HNO<sub>3</sub> 的 As、Ba、Cd、Cr、Ni、Pb、Sb 和 Se 元素系列标准溶液于 50 mL 容量管中, 配制浓度如表 2 所示。加入 1 mg/L 的 Au 作为稳定剂, 单独配置 Hg 元素系列标准溶液如表 3。内标元素 <sup>72</sup>Ge, <sup>115</sup>In, <sup>209</sup>Bi 浓度为 0.2 mg/L, 采用内标组件在线添加。

表 2 标准溶液浓度及分析质量数

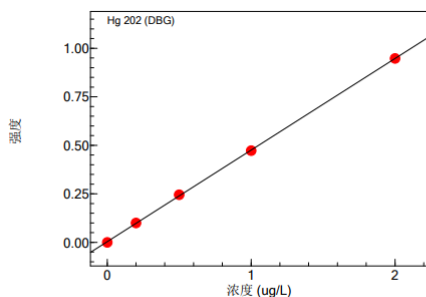
元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度 (µg/L)						
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
As*	75	0	0.10	1.00	5.00	10.0	25.0	50.0
Ba	137	0	0.10	1.00	5.00	10.0	25.0	50.0
Cd	111	0	0.10	1.00	5.00	10.0	25.0	50.0
Cr	52	0	0.10	1.00	5.00	10.0	25.0	50.0
Ni	60	0	0.10	1.00	5.00	10.0	25.0	50.0
Pb	208	0	0.10	1.00	5.00	10.0	25.0	50.0
Sb	121	0	0.10	1.00	5.00	10.0	25.0	50.0
Se*	78	0	0.10	1.00	5.00	10.0	25.0	50.0

注: \* 为选用碰撞条件 2 进行分析

表 3 Hg 标准溶液浓度及分析质量数

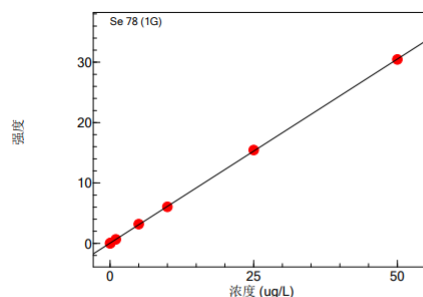
元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度 (µg/L)				
		Blank	STD7	STD8	STD9	STD10
Hg	202	0	0.20	0.50	1.00	2.00

## 2.2 部分元素标准曲线图



浓度 =  $2.118987 \times 10^{-00082602}$   
 $r = 0.99995$  BEC = 0.0082602 (ug/L)  $3\sigma = 0.0035237$  (ug/L)  $10\sigma = 0.0117457$  (ug/L)

图 1 Hg 元素的标准曲线



浓度 =  $1.639962 \times 10^{-00700356}$   
 $r = 0.99997$  BEC = 0.0700356 (ug/L)  $3\sigma = 0.0348019$  (ug/L)  $10\sigma = 0.1160063$  (ug/L)

图 2 Se 元素的标准曲线

## 2.3 检出限

按照实验方法对样品空白进行 11 次测定，以移取液体样品 2 mL 经过前处理消解最终定容至 50 mL 计算各元素的方法检出限及定量限，结果见表 4。

表 4 9 种元素检出限结果 (mg/L)

元素	校正内标	方法检出限	GB 5009.268 检出限	方法定量限	GB 5009.268 定量限
As	<sup>72</sup> Ge	0.0005	0.0005	0.002	0.002
Ba	<sup>115</sup> In	0.0009	0.05	0.003	0.02
Cd	<sup>115</sup> In	0.0004	0.0005	0.001	0.002
Cr	<sup>72</sup> Ge	0.0003	0.02	0.0009	0.05
Hg	<sup>209</sup> Pb	0.0001	0.0003	0.0004	0.001
Ni	<sup>72</sup> Ge	0.001	0.05	0.004	0.20
Pb	<sup>209</sup> Pb	0.0003	0.005	0.001	0.02
Sb	<sup>115</sup> In	0.0003	0.003	0.0008	0.01
Se	<sup>72</sup> Ge	0.0007	0.003	0.003	0.01

## 2.4 样品分析结果及加标回收率

使用 ICPMS-2030 系列测定了 5 种电子雾化液样品中的 9 种重金属元素含量，为考察方法的准确性，对样品进行加标回收，加标回收率在 90.6%~108% 之间，满足 GB/T 27404-2008 《实验室质量控制规范 食品理化检测附录 F 的要求。实验结果见表 5。

表 5 电子雾化液样品分析结果及加标回收率

样品	项目	As	Ba	Cd	Cr	Hg	Ni	Pb	Sb	Se
西瓜味 雾化液	样品含量 (μg/L)	0.06	0.30	N.D.	0.18	N.D.	0.75	0.14	0.09	0.05
	加标量 (μg/L)	2.00	2.00	2.00	2.00	1.00	2.00	2.00	2.00	2.00
	加标回收率 (%)	108	93.3	99.2	103	95.8	95.9	97.3	95.9	107
	RSD (%) (n=3)	1.89	2.47	2.05	0.27	1.99	1.62	0.39	3.07	1.71
芒果味 雾化液	样品含量 (μg/L)	N.D.	0.66	N.D.	0.08	N.D.	0.19	0.09	0.12	0.06
	加标量 (μg/L)	2.00	2.00	2.00	2.00	1.00	2.00	2.00	2.00	2.00
	加标回收率 (%)	101	97.1	96.2	105	90.6	97.2	98.4	95.2	104
	RSD (%) (n=3)	1.67	3.95	2.91	2.34	2.12	0.92	0.63	1.88	1.86

草莓棉花 糖味 雾化液	样品含量 (µg/L)	0.51	0.80	0.01	0.19	N.D.	0.04	1.67	1.24	0.49
	加标量 (µg/L)	2.00	2.00	2.00	2.00	1.00	2.00	2.00	2.00	2.00
	加标回收率 (%)	95.4	97.0	99.4	108	93.2	100	99.5	91.5	100
	RSD (%) (n=3)	3.08	1.09	1.01	3.22	3.40	0.86	1.20	1.06	3.78
荔枝梅果 冰味 雾化液	样品含量 (µg/L)	0.62	0.27	N.D.	0.61	N.D.	0.26	0.42	0.09	0.62
	加标量 (µg/L)	2.00	2.00	2.00	2.00	1.00	2.00	2.00	2.00	2.00
	加标回收率 (%)	96.2	102	102	103	94.4	102.3	97.9	99.1	102
	RSD (%) (n=3)	1.83	2.63	1.95	2.06	0.65	3.54	0.62	0.66	2.66
奇异果苹 果味 雾化液	样品含量 (µg/L)	0.63	0.47	0.01	0.31	N.D.	0.09	1.13	0.07	0.64
	加标量 (µg/L)	2.00	2.00	2.00	2.00	1.00	2.00	2.00	2.00	2.00
	加标回收率 (%)	98.3	104	99.8	102	91.9	100	96.5	91.2	107
	RSD (%) (n=3)	0.52	1.95	1.55	2.02	0.48	2.12	1.11	1.60	3.68

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

参考国家标准 GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，采用硝酸体系微波消解处理电子雾化液样品，建立了岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定电子雾化液中 9 种重金属元素含量的分析方法。该方法操作简便、快速，线性相关系数良好，相关系数大于 0.9995，各元素检出限低，精密度高，相对标准偏差 (RSD, n=3) 小于 3.95%，测试结果准确，可适用于电子雾化液中多种重金属元素含量的测定。

岛津应用云

