

iCAP RQ ICPMS分析电子烟油及烟气中金属杂质

王其枫 王艳萍 荆淼

赛默飞世尔科技(中国)有限公司, 上海 100000

关键词

ICPMS, 电子烟油, 电子烟气, 重金属, 六价铬

前言

电子烟是一种模仿卷烟的电子产品, 有着与卷烟一样的外观、烟雾、味道和感觉。它是通过雾化等手段, 将尼古丁等变成蒸汽后, 让用户吸食的一种产品。电子烟并不安全, 研究显示, 电子烟的气溶胶中发现了有毒物质与污染物, 目前市面上绝对大多数电子烟都含有尼古丁, 接触尼古丁本身就会产生健康风险。电子烟的二手烟也不安全, 有研究显示, 相比卷烟, 电子烟又新增了乙二醛等有毒物质, 一些金属等物质的浓度, 比如镍和铬, 甚至比传统卷烟产生的烟雾浓度还要高。表1和表2是现行的电子烟油和电子烟气重金属的限量标准。

表1 电子烟油现有相关限度标准—重金属部分

Type	Category	Test Items	GB	FDA	TPD	Remark
烟油类	Heavy Metals	Cd (Cadmium) 镉	0.2 mg/kg	√	√	GB管控 6种
		Cr (Chromium) 铬	0.3 mg/kg	√	√	
		Pb (Lead) 铅	0.5 mg/kg	√	√	
		Ni (Nickel) 镍	0.5 mg/kg	√	√	
		Sb (Antimony) 锑	x	x	√	
		As (Arsenic) 砷	0.2 mg/kg	x	√	
	重金属	Fe (Iron) 铁	x	x	√	FDA提到 4种
		Al (Aluminum) 铝	x	x	√	
		Sn (Tin) 锡	x	x	√	
		Hg (Mercury) 汞	0.1 mg/kg	x	√	
		Cu (Copper) 铜	x	x	√	

表2 电子烟释放物重金属限量

Category	Test Items	Limit (ug/100口)	Test Method
Heavy Metals 重金属	Cd (Cadmium) 镉	0.2	GB5009.268
	Cr (Chromium) 铬	0.3	
	Pb (Lead) 铅	0.5	
	Ni (Nickel) 镍	0.5	
	Sb (Antimony) 锑	2	
	As (Arsenic) 砷	0.2	
	Hg (Mercury) 汞	0.1	

实验方法

1.1 仪器与试剂

- 1.1.1 iCAP RQ ICPMS (Thermo Scientific)
- 1.1.2 ICS-600 (Thermo Scientific)
- 1.1.3 超纯水机 (Fisher Scientific)
- 1.1.4 硝酸 (Fisher Scientific)
- 1.1.5 氨水 (Sigma)
- 1.1.6 Dionex AG7(4.0*50mm)阴离子交换柱 (Thermo Scientific)
- 1.1.7 元素标准溶液 (Inorganic, SPEX)
- 1.1.8 20~100 L、200~1000 L 微量移液器 (Fisher Scientific)
- 1.1.9 50 mL、100 mL HPDE 瓶 (NALGENE; Fisher Scientific)

1.2 标准曲线

多元素混合标液: 采用2% HNO₃ 逐级稀释混合标准溶液, 其中Cr, Fe, Ni, As, Cd, Sn, Sb, Pb元素工作曲线各元素的含量分别为0、1、5.0、10.0、50.0 μg/L, 单独配制Hg标准曲线, 以1% 的HCl配制成0、0.10、0.50、1.0、2.0、5.0 μg/L。

在线内标校正溶液: 用2% HNO₃ 溶液稀释得到20 μg/L 混合元素内标液 (Ge、Rh、In、Bi), 通过三通在线加入内标。

1.3 样品前处理

电子烟油采用超纯水直接稀释20倍测定Cr, Fe, Ni, As, Cd, Sn, Sb, Hg, Pb和六价铬。

电子烟气采用专用吸烟机产生烟气, 再通过5%硝酸溶液收集烟气金属元素后直接测定。

1.4 仪器条件

采用Thermo Scientific iCAP RQ ICP-MS 进行所有测试。所用的进

样系统包括标准的Peltier冷却石英流雾室、玻璃同心雾化器和可拆卸石英炬管（2.5 mm 内径，石英中心管）。标准的镍采样锥和截取锥。仪器使用纯氦作为碰撞气体，以单一动能歧视（KED）碰撞池模式运行。ICPMS和离子色谱ICS-600的仪器参数如下表3和表4：

表3 iCAP RQ ICP-MS仪器主要参数

Parameter	Value	Parameter	Value
Analyzer Pressure Readback (mbar)	5E-07	Plasma Power (W)	1550
Spray Chamber Temperature (°C)	2	Auxilliary Flow (L/min)	0.80
Cool Flow (L/min)	14	Nebulizer Flow (L/min)	1.01
Peristaltic Pump Speed (rpm)	40.0	Torch Vertical Position	-0.8
Q Cell gas (mL/min)	4.3	KED	3

表4 ICS-600 色谱条件

IC600	
柱子	Dionex AG7(4.0*50mm)
洗脱	等度
流动相	70mmol/L NH4NO3 调节pH7.1
流速	1.0mL/min
进样体积	100uL
持续时间	150s

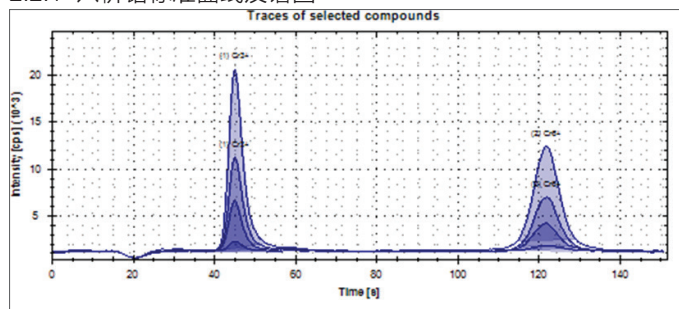
实验结果及讨论

2.1 电子烟油重金属的测定结果及加标回收实验

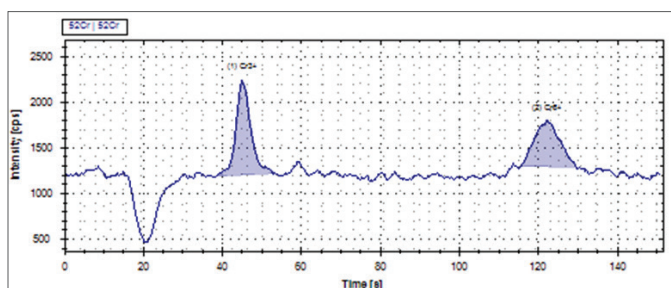
元素/ug/kg	样1	样2	样2+5ppb	加标回收率	方法检出限 MDL
Cr	0.21	0.19	5.48	105.6%	0.18
Fe	12.35	11.57	17.88	107.9%	0.75
Ni	0.51	0.53	5.31	96.4%	0.08
As	3.51	3.82	9.13	103.5%	0.14
Cd	<MDL	<MDL	5.47	109.4%	0.02
Sn	2.51	10.32	14.87	97.1%	0.08
Sb	1.04	1.51	5.99	92.0%	0.02
Hg	<MDL	<MDL	4.77	95.4%	0.02
Pb	0.35	0.38	5.81	107.9%	0.02

2.2 电子烟油六价铬测定结果

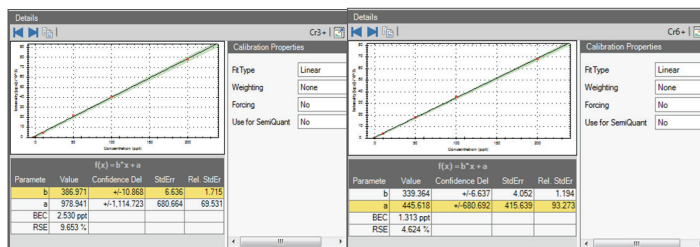
2.2.1 六价铬标准曲线及谱图



标准曲线叠加图

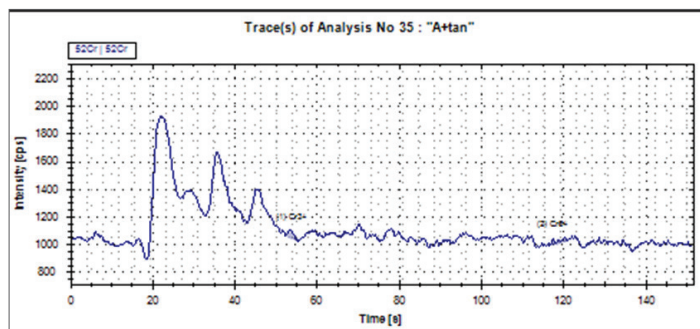


标准点5ppt色谱图

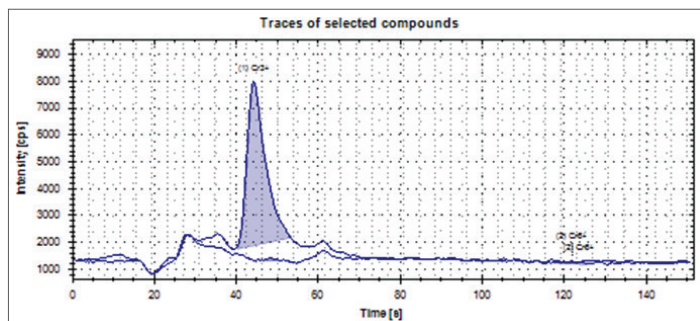


2.2.2 样品结果

称取0.5g电子烟油样品4稀释20倍直接上IC-ICPMS测定，发现实际样品完全没有三价六价铬。



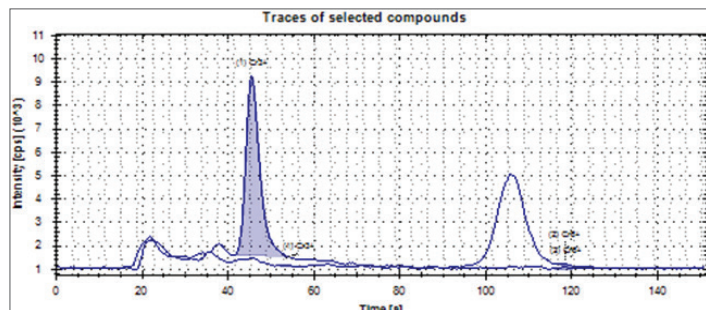
样品4色谱图



样品4+100ppt色谱图

加入100ppt的三价和六价铬标准品，发现三价铬回收率84%，但六价铬回收率为零。分析其原因可能是样品中有有机酸导致络合了六价铬，不能在色谱柱上保留，或者不能完全保留在色谱柱，不能被流动相洗脱。

2.2.3 方法改进



考虑到以上原因在样品中加入释放剂盐10mM，测定样品加标结果如下，三价铬和六价铬回收率可以达到80%以上，满足分析需求。

样品测定结果

样品ug/kg	三价铬	六价铬	检出限MDL
样4	0.14	<MDL	0.10
样4+0.1ppb回收率	84%	82%	/

2.3 电子烟气重金属收集和测定方案

可以采用专用吸烟机产生烟气，再通过5%硝酸溶液收集烟气金属元素后直接测定。



2.3.1 电子烟气重金属测定结果

元素	样3 (ug/100口)
Cr	0.02
Ni	0.04
As	0.03
Sb	0.08
Cd	ND
Pb	0.02
Hg	ND

结论

电子烟油采用超纯水稀释20倍直接进样，分析了Cr, Fe, Ni, As, Cd, Sn, Sb, Hg, Pb等几大重金属；电子烟油中六价铬采用IC-ICPMS测定；电子烟气采用专用吸烟机产生烟气，再通过5%硝酸溶液收集烟气金属元素后直接测定。该方案可以满足客户对电子烟油和烟气中重金属的定量准确分析。



赛默飞
官方微信

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com