



Příloha protokolu k analýze vzorků P7917, P7918 a P7919 .

Identifikace organických sloučenin v náplni pro elektronickou cigaretu a ve vznikajících parách metodou GC/MSD Stanovení nikotinu v náplni

1. Identifikace vzorku

K analýze byly dodány firmou EULIQUID s.r.o. vzorky náplní pro elektronickou cigaretu.

Popis náplní :

1. P7917, popis: MB med 12mg.
2. P7918, popis: třešeň, 24 mg.
3. P7919, popis: vanilka 6 mg, low.
4. Popis: káva, 12mg.
5. Popis: MB, 6mg.
6. Popis MB, 18 mg.

Rozsah analýz:

1. Stanovení nikotinu: položky 1 – 6.
2. Analýza E liquidu GC/MSD screeningem – položka 1-P7917
3. Analýza par z E-cigarety – položka 1-P7917

2. Pracovní postup před analýzou vzorku přístrojem

Pro analýzu GC/MSD byl vždy odměřen dvakrát 1 ml vzorku P7917 náplně, který vážil 1,115g a 1,113 g, do 10 ml odměrné baňky. Vzorky byly rozpuštěny acetonu p.a. a metanolu p.a. Objem rozpuštěného vzorku byl 10 ml. Takto připravené roztoky vzorku byly analyzovány plynovým chromatografem s hmotnostním detektorem.

3. Kvalitativní analýza GC/MS

K analýze byl použit plynový chromatograf CP 3800 a hmotnostní spektrometr typu ion trap Saturn 2000 fy. Varian.

K analýze náplní rozpuštěných v metanolu a acetonu byla použita kapilární kolona DB-5 o délce 60 m, světlosti kolony 0,25 mm a vrstvou stacionárního filmu 0,25 um.

Na chromatografickou kolonu byl dávkován extrakt o objemu 1 ul. Analýza na koloně probíhala v režimu teplotního programu od 60° C, 4 minuty izotermicky do 304° C rychlostí 8° C /min, 4 minut isotermicky při 304° C. Hmotnostní spektra byla měřena od 3 do 35 minuty analýzy v režimu elektronové ionizace (EI, 70 eV) technikou scanu od 40 – 400 hmotnostních jednotek.



4. Výsledky provedené analýzy

V náplni laboratorní označení P7917 byly prokázány tyto organické látky (viz příložený chromatogram a reporty identifikace v databázi spekter):

1. etanol
2. propylenglykol
3. dimethylpyrazin
4. trimethylpyrazin
5. 1-(6-methyl-7-oxabicyklo)ethanon
6. glycerin
7. nikotin
8. vanilin

5. Stanovení nikotinu

V náplni byla kapalinovou chromatografií s UV detektorem stanovena koncentrace nikotinu. 0,1 až 1 ml vzorku byl v různém poměru zředěn 10nM octanem sodným do odměrné baňky. Analýza zředěného vzorku probíhala gradientovou elucí mícháním mobilních fází 10mM octanu amonného v methanolu / 10mM octan amonný ve vodě od 10% do 100% methanolu rychlostí 24% methanolu/minutu, pak izokraticky 6.25 minut. Detektor měřil při vlnové délce 260 nm.

6. Výsledky stanovení nikotinu v náplních 1 - 6

Položka	Lab.označení	Popis	Koncentrace [mg/ml]
1	P7917	MB med 12mg	11,94
2	P7918	třešeň, 24 mg	23,6
3	P7919	vanilka 6 mg, low	6,1
4	-	káva, 12mg	12
5	-	MB, 6mg	6,26
6	-	MB, 18mg	17,9

7. Analýza par z E-cigarety

K analýze par, vycházejících z E – cigarety byl použit vzorek P7917, popis: MB med 12mg. Elektronická cigareta byla dodána zákazníkem ve dvou provedeních: jednoduchý atomizér CE4 a elektronicky řízené s digitálním ukazatelem žhavení vlákna atomizér DSC.



7.1. Popis odběru páry z E-cigarety

E-cigareta, naplněná náplní P7917, byla krátkou hadičkou připojena ke skleněné trubičce s adsorbentem, který sloužil k zachycení látek obsažených v páře. Trubička byla pak připojena k průtokoměru – rotametru a ten k plynovému čerpadlu, které nasávalo vzduch konstantním průtokem 200 ml/min. Atomizér byl třikrát za sebou zapnut po dobu 10 sekund. Vyvíjená pára byla zachycována na trubičku s určitým vhodným sorbentem. Byly používány komerční adsorpční trubičky fy SKC a Supelco s aktivním uhlím, silikagelem a Amberlitem XAD2. Atomizér byl zvážen před a po třetím zapnutí, aby se stanovilo spotřeba E-liquidu při expozici. Spotřebu E-liquidu v jednotlivých atomizérech popisuje následující tabulka.

Atomizer CE4							
trubička	sorbent	doba expozice [s]	hmotnost před expozicí [mg]	hmotnost po expozici [mg]	spotřeba E-liquidu [mg]	rychlost odpařování [mg/s]	objem prosátého vzduchu během expozice [dm ³]
1	Amberlite XAD2	30	12,8379	12,8076	0,03030	0,00101	0,1
2	Silikagel	38	12,8076	12,7767	0,03090	0,00081	0,127
3	Aktivní uhlí	38	12,7767	12,7514	0,02530	0,00067	0,127
Atomizer DSC							
1	Silikagel	30	19,0577	19,0049	0,05280	0,00176	0,1

7.2. Analýza látek zachycených na sorbentech

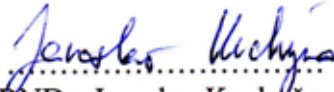
Adsorbenty byly vyjmuty z trubiček do malých lahvíček s teflonovým šroubovacím uzávěrem. Ke každému adsorbentu bylo přidáno 3 ml vhodného organického rozpouštědla. Pro extrakci silikagelu a Amberlite SAD2 byl použit metanol p.a. Pro aktivní uhlí sirouhlík pro GC. Adsorbenty byly extrahovány 2 hodiny za občasných protřepání náplně.

Poté byla provedena analýza metanolových extraktů kapalinovou chromatografií a stanovení nikotinu. Sirouhlíkový extrakt byl analyzován plynovým chromatografem s hmotnostním detektorem dle SOP 18/III za účelem stanovení aromatických uhlovodíků a případně dalších škodlivých těkavých látek.

8. Závěr – vyhodnocení analýz

Nebylo prokázáno, že analyzované vzorky E-liquidů obsahují škodlivé látky typu ftalátů, aromatických uhlovodíků apod. Vzorky obsahují nikotin a látky popsané v odstavci 4. Koncentrace nikotinu v jednotlivých vzorcích E-liquidu je uvedena v tabulce v odstavci 6.

V Paskově 05.11.2012


RNDr. Jaroslav Kuchýňa
vedoucí ZL Paskov
LABTECH s.r.o.



Chromatogram Plot

File: c:\saturday\data\sreening\scr7917meoh.sms
Sample: SCR7917MeOH
Scan Range: 1 - 4136 Time Range: 0.00 - 32.99 min.

Operator: jk
Date: 29.10.2012 12:29
RIC all scr7917meoh.sms



jk

