

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2401—2009

---

### 玩具中丙烯酰胺的测定

Determination of acrylamide in toys

2009-09-02 发布

2010-03-16 实施

---

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局



## 前 言

本标准参考了 EN 71-10:2005《有机化合物 样品制备和提取》(英文版)中章节 6 和 EN 71-11:2005《有机化合物 分析方法》(英文版)中章节 5.5.1。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国扬州出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:白桦、施军、陈娟、陈明、马强。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

## 玩具中丙烯酰胺的测定

### 1 范围

本标准规定了聚合物玩具材料中丙烯酰胺迁移量的液相色谱测定方法。

本标准适用于聚合物玩具材料中丙烯酰胺迁移量的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 原理

以去离子水作为模拟物提取玩具中的丙烯酰胺(参见附录 A),提取液经滤膜过滤后,用高效液相色谱法进行测定。根据其保留时间定性,外标法定量,液相色谱-质谱法确证。

### 4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 丙烯酰胺标准物质:纯度 $\geq 99.5\%$ 。

4.2 丙烯酰胺标准储备溶液:准确称取适量丙烯酰胺标准物质(精确到 0.1 mg),以水配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液,有效期为 3 个月。根据需要用水稀释成适用浓度的标准工作溶液。

### 5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

5.2 高效液相色谱-质谱联用仪(LC-MS)。

5.3 微量进样器:40  $\mu\text{L}$ 。

5.4 分析天平:可读数至 0.000 1 g。

5.5 萃取瓶:250 mL,带螺口塞。

5.6 不锈钢镊。

5.7 旋转器:能够控制萃取瓶以 60 r/min $\pm$ 5 r/min 的速度上下旋转。

5.8 0.45  $\mu\text{m}$  水系过滤膜。

5.9 溶剂过滤器。

### 6 测定步骤

#### 6.1 试样处理

##### 6.1.1 制样

选择具有代表性的实验样品,切割(尽可能切割样品中较薄的部分)出一块面积为  $10\text{ cm}^2 \pm 1\text{ cm}^2$  的待测样品,待测样品的形状最好为圆形或者直边较少的其他形状。当样品厚度超过 1 mm 时需要将截面面积计入总面积中。如果实验样品的面积小于  $10\text{ cm}^2$  则无需进行切割。

### 6.1.2 提取

使用不锈钢镊(5.6)将切割好的样品放入萃取瓶(5.5)中。加入 100 mL 水,塞紧瓶塞,放入旋转器中,在 60 r/min 转速下提取 60 min±5 min,提取液经滤膜(5.8)过滤后供液相色谱测定。

## 6.2 测定

### 6.2.1 色谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。

- a) 色谱柱:Agilent ZORBAX Bonus-RP C<sub>18</sub>柱,150 mm×4.6 mm,粒径 5 μm,或相当者;
- b) 流动相:水;
- c) 流速:0.85 mL/min;
- d) 检测波长:198 nm;
- e) 柱温:25 ℃;
- f) 进样量:40 μL。

### 6.2.2 标准工作曲线绘制

移取丙烯酰胺标准储备溶液配制成浓度为 0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L 的标准工作溶液。分别取 40 μL 注入液相色谱仪,按色谱条件(6.2.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,与其对应的浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。标准溶液色谱图参见附录 B。

### 6.2.3 试样测定

用微量进样器准确吸取 40 μL 试样溶液(6.1)注入液相色谱仪,按色谱条件(6.2.1)进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积。丙烯酰胺含量高的试样可取适量用水稀释后进行测定。需要时,用液相色谱-质谱法进行确证试验(参见附录 C)。

## 6.3 空白试验

除不称取试样外,均按步骤 6.2.1~6.2.3 进行。

## 7 结果计算

扣除空白值后,玩具中丙烯酰胺的迁移量 C(mg/L)可由标准曲线直接读出。

## 8 检出限、回收率及精密度

### 8.1 检出限

本方法对丙烯酰胺的检出限为 0.02 mg/L。

### 8.2 回收率和精密度

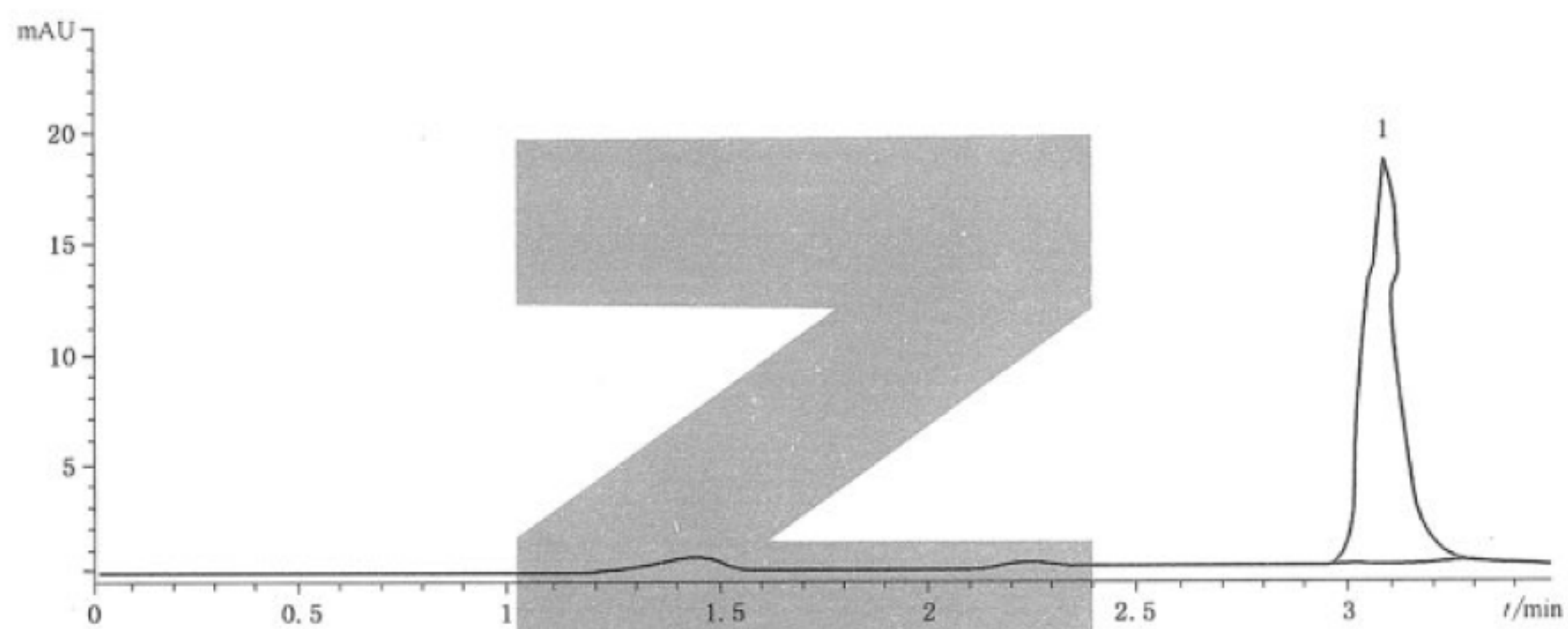
回收率和精密度见附录 D。

附 录 A  
(资料性附录)  
种 类 表

表 A.1 种类表

中 文 名 称	英 文 名 称	CAS
丙烯酰胺	acrylamide	79-06-1

附录 B  
(资料性附录)  
标准品色谱图



1——丙烯酰胺(3.083 min)。

图 B.1 丙烯酰胺标准品色谱图



附录 C  
(资料性附录)  
确证试验

C.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱:Atlantis T3 柱,150 mm×2.1 mm(内径),3 μm(粒径),或相当者;
- b) 流动相:0.1%甲酸水溶液+甲醇=99.5+0.5(体积比);
- c) 流速:0.2 mL/min;
- d) 柱温:30 ℃;
- e) 进样量:20 μL。

C.2 质谱条件

- a) 离子源:ESI;
- b) 离子化模式:正离子模式;
- c) 毛细管电压:4.0 kV;
- d) 锥孔电压:20 V;
- e) 萃取电压:3 V;
- f) 射频透镜电压:0.1 V;
- g) 离子源温度:120 ℃;
- h) 脱溶剂气温度:350 ℃;
- i) 数据采集方式:选择离子监测(MRM)。

C.3 定性测定

进行试样测定时,将样液适当稀释,按液相色谱-质谱条件测定样液和标准工作溶液,如果检出色谱峰的保留时间与标准物质相一致,并且在扣除背景后的样品质谱图中,所选择的离子均出现,而且所选择的离子比与标准物质的相对丰度一致,允许偏差不超过表 C.1 规定的范围,则可判断样品中存在丙烯酰胺。

表 C.1 监测离子

目标物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	相对丰度/%	允许偏差/%
丙烯酰胺	71.8	54.9(10 eV)	100	±25
		27.2(18 eV)	25	

丙烯酰胺标准品液相色谱-质谱总离子流图见图 C.1。

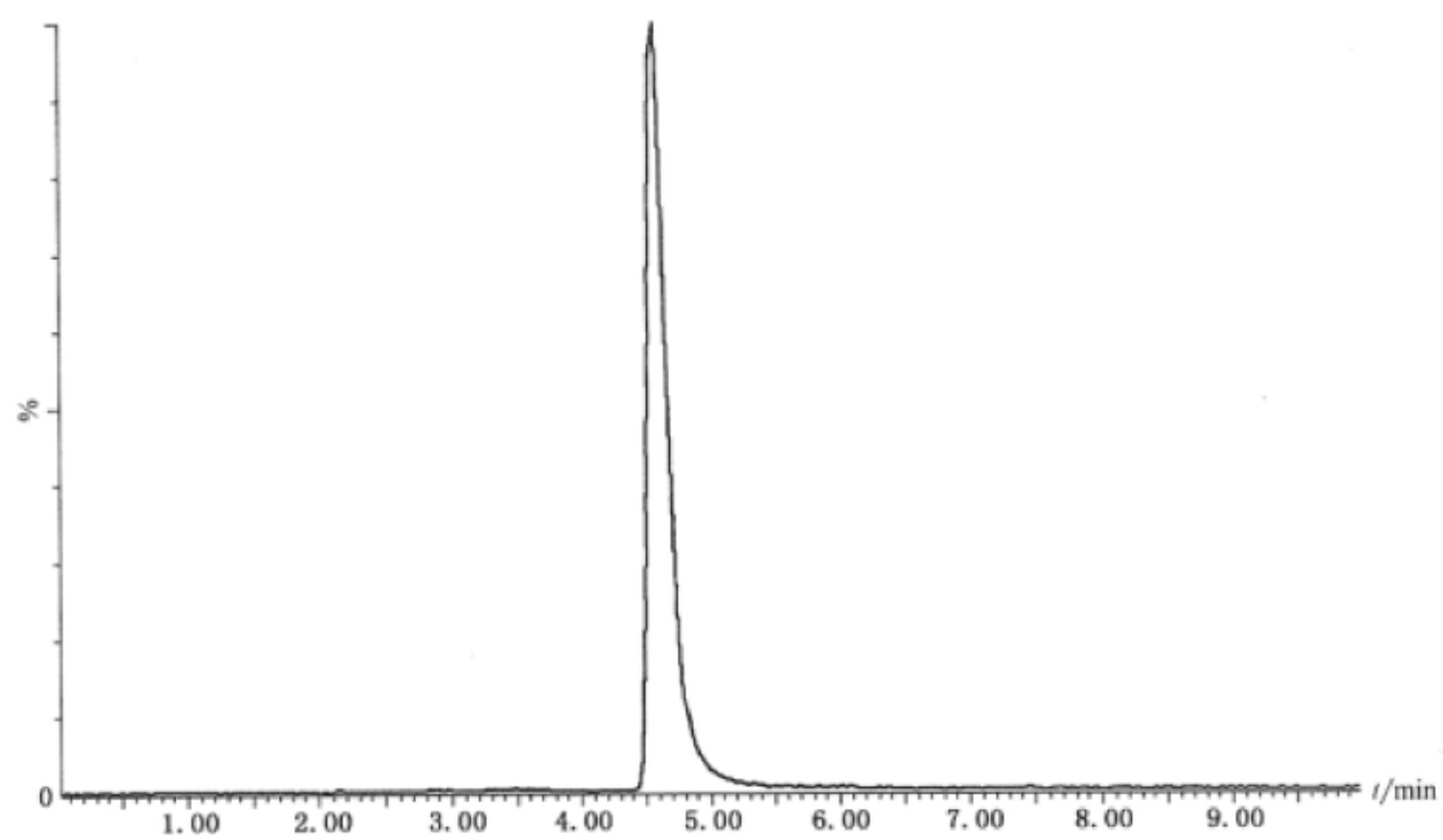


图 C.1 丙烯酰胺标准品液相色谱-质谱总离子流图



附 录 D  
(资料性附录)  
回收率和精密度

表 D.1 丙烯酰胺的回收率和精密度

名 称	添加浓度/(mg/L)	平均回收率/%	相对标准偏差/%
丙烯酰胺	0.02	95.3	2.05
	0.20	99.0	2.85
	1.00	98.7	1.06

\_\_\_\_\_

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

玩具中丙烯酰胺的测定

SN/T 2401—2009

\*

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

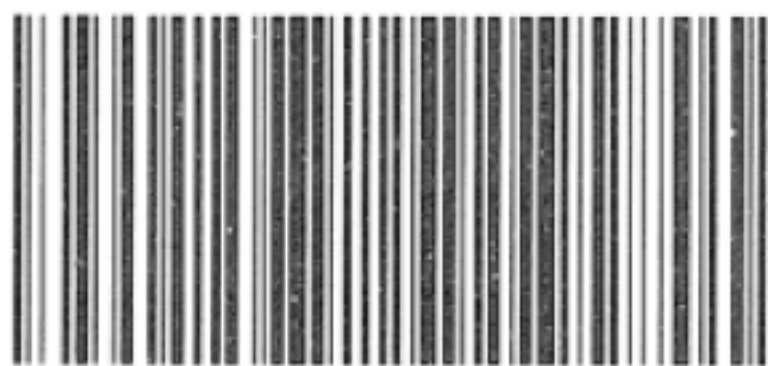
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字

2010年1月第一版 2010年1月第一次印刷

印数 1—2 000

\*

书号: 155066 • 2-20182



SN/T 2401-2009