



中华人民共和国国家标准

GB/T 34405—2017

家用纸制品中丙烯酰胺迁移量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination for migration of acrylamide in household papers—
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) method

2017-09-29 发布

2018-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会(SAC/TC 374)提出并归口。

本标准起草单位:广州质量监督检测研究院、中检华纳(北京)质量技术中心有限公司、中检联盟(北京)质检技术研究院有限公司、广东昱升卫生用品实业有限公司、浙江虎跃包装材料有限公司、通标标准技术服务(上海)有限公司、谱尼测试集团股份有限公司、义乌市产品(商品)质量监督检验研究院。

本标准主要起草人:谢文斌、刘冬虹、熊小婷、贾芳、吴玉銮、戴航、胡晓露、陈朝坚、麦庆枚、王正林、朱慧君、宋薇、韦顺文。

家用纸制品中丙烯酰胺迁移量的测定

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了家用纸制品中丙烯酰胺在人工汗液中迁移量的液相色谱-三重四极杆串联质谱仪(LC-MS/MS)测定方法。

本标准适用于纸巾纸(纸面巾、纸餐巾、纸手帕等)、湿纸巾(湿巾、婴儿湿巾)、卫生纸、卫生巾、纸尿裤等家用纸制品中丙烯酰胺迁移量的检测,其中卫生巾和纸尿裤产品仅适用于与皮肤接触的外包覆层部分的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 3922—2013 纺织品 色牢度试验 耐汗渍色牢度

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

在模拟人体接触条件下,测定迁移至浸泡液中的丙烯酰胺含量。在 LC-MS/MS 的电喷雾电离(ESI)正离子模式下,多反应监测(MRM)扫描,以保留时间及离子对比比例定性,以氘代丙烯酰胺作为内标定量。

4 试剂

4.1 水

GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 甲醇

色谱纯。

4.3 甲酸

色谱纯。

4.4 标准物质

丙烯酰胺(CAS 79-06-1),含量大于 98%。

4.5 内标物质

氘代丙烯酰胺(2,3,3-D3 丙烯酰胺,CAS 122775-19-3),含量大于 98%。

GB/T 34405—2017

4.6 人工汗液

现配现用,配制方法按照 GB/T 3922—2013 中的 4.4。

4.7 标准溶液的配制

4.7.1 标准贮备液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):准确称取丙烯酰胺标准品(4.4)10.0 mg(精确到 0.01 mg),用甲醇溶解、定容至 10 mL,−18 $^{\circ}\text{C}$ 下保存。

4.7.2 内标贮备液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):准确称取氘代丙烯酰胺(4.5)10.0 mg(精确到 0.01 mg),用甲醇溶解、定容至 10 mL,−18 $^{\circ}\text{C}$ 下保存。

4.7.3 标准工作液:吸取适量的标准贮备液(4.7.1),用水稀释成浓度分别为 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。

4.7.4 内标工作液(20 $\mu\text{g/mL}$):吸取适量的内标贮备液(4.7.2),用水稀释制备。

4.7.5 标准工作曲线溶液:准确吸取标准工作液(4.7.3)50 μL 和内标工作液(4.7.4)50 μL ,用人工汗液定容至 50 mL,即得丙烯酰胺加入量为 0.05 μg 、0.10 μg 、0.25 μg 、1.0 μg 、2.5 μg 、5.0 μg 的标准工作曲线溶液(含 1.0 μg 内标)。

5 仪器设备

5.1 液相色谱-三重四极杆串联质谱仪:配有电喷雾离子源(ESI)。

5.2 分析天平:感量分别为 0.000 1 g 和 0.000 01 g。

5.3 恒温水浴锅:精度为 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 滤膜:0.22 μm 。

6 分析步骤

6.1 样品预处理

纸巾纸、湿纸巾、卫生纸样品取其中一张(卷纸类取其中一节)进行检测,纸尿裤、卫生巾样品剥离可接触人体皮肤的外包覆层进行检测。

称取 0.5 g~2.0 g 样品(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 烧杯中,按每克试样加 25 mL 人工汗液计,加入预热至 37 $^{\circ}\text{C}$ 的人工汗液适量,加入内标工作液(4.7.4)50 μL ,缓慢摇晃,使样品被完全浸透,(37 \pm 2) $^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴锅中静置适宜时间(纸巾纸、湿纸巾和卫生纸样品为 10 min,纸尿裤和卫生巾样品为 4 h),冷却至室温,摇匀,取约 1 mL 过 0.22 μm 滤膜,待测。

6.2 仪器参考条件

6.2.1 液相色谱参考条件,如下:

- a) 色谱柱:AQ,2.1 mm \times 50 mm,3.5 μm ,或其他等效色谱柱;
- b) 流动相:A 相 0.1%甲酸水溶液;B 相 0.1%甲酸甲醇溶液,梯度洗脱条件见表 1;
- c) 流速:0.3 mL/min;
- d) 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 进样量:5 μL 。

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	98	2
1.5	98	2
2	30	70
3	30	70
3.1	98	2
5	98	2

6.2.2 质谱/质谱参考条件,如下:

- a) 离子源:电喷雾源(ESI),正离子模式;
- b) 扫描方式:多反应监测(MRM);
- c) 毛细管电压:3.0 kV;
- d) 干燥气:氮气,温度 300 ℃,流速 14 L/min,压力 0.17 MPa;
- e) 雾化气:氮气,温度 300 ℃,流速 11 L/min;
- f) 碰撞气:氮气;
- g) 丙烯酰胺及其内标的保留时间、定性离子对、定量离子对、碎裂电压和碰撞能量参见表 2。

表 2 丙烯酰胺及其内标的质谱分析条件

化合物	母离子 <i>m/z</i>	子离子 <i>m/z</i>	碎裂电压 V	碰撞能量 eV	保留时间 min
丙烯酰胺	72	55* (100)	380	10	2.13
		27(20)	380	20	
内标(氘代丙烯酰胺)	75	58* (100)	380	8	2.11
注:标*为定量离子。					

6.3 定性分析

分别将待测液(6.1)和标准工作曲线溶液(4.7.5)注入液相色谱-三重四极杆串联质谱仪中,以保留时间及碎片离子的相对丰度比定性,待测液中目标化合物的保留时间与标准溶液中目标化合物的保留时间一致(相对偏差在±2.5%以内),同时待测液中目标化合物的相应监测离子丰度比与标准溶液中目标化合物的监测离子相对丰度比一致(最大允许偏差见表 3),则可判定样品中存在丙烯酰胺。丙烯酰胺及其内标的质谱图参见附录 A。

表 3 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%~50%	>10%~20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

6.4 定量分析

将标准工作曲线溶液(4.7.5)按 6.2 的测定条件,浓度由低到高进行测定,以标准工作曲线溶液(4.7.5)中丙烯酰胺的加入量为横坐标,以丙烯酰胺(72>55)和氘代丙烯酰胺(75>58)的峰面积比为纵坐标绘制标准工作曲线。

将试样溶液按 6.2 的测定条件进行测定,测得丙烯酰胺(72>55)和氘代丙烯酰胺(75>58)的峰面积比,根据标准工作曲线得到待测液中丙烯酰胺的含量。

6.5 空白试验

空白试验,除不称取试样外,均按 6.1~6.4 进行。

6.6 结果计算

按式(1)计算试样中丙烯酰胺的迁移量。

$$X = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X ——试样中丙烯酰胺迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- m₀ ——由标准工作曲线测得空白试验中丙烯酰胺的含量,单位为微克(μg);
- m₁ ——由标准工作曲线测得待测液中丙烯酰胺的含量,单位为微克(μg);
- m ——样品取样量,单位为克(g)。

当计算结果大于或等于 1 时,保留三位有效数字;当计算结果小于 1 时,保留至小数点后三位。

7 允许差和检出限

在重复性条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。
本方法的检出限为 0.005 mg/kg,定量限为 0.025 mg/kg。

附 录 A
(资料性附录)

标准物质总离子流质谱图(TIC)和提取离子(定量)质谱图

标准物质总离子流质谱图(TIC)和提取离子(定量)质谱图见图 A.1。

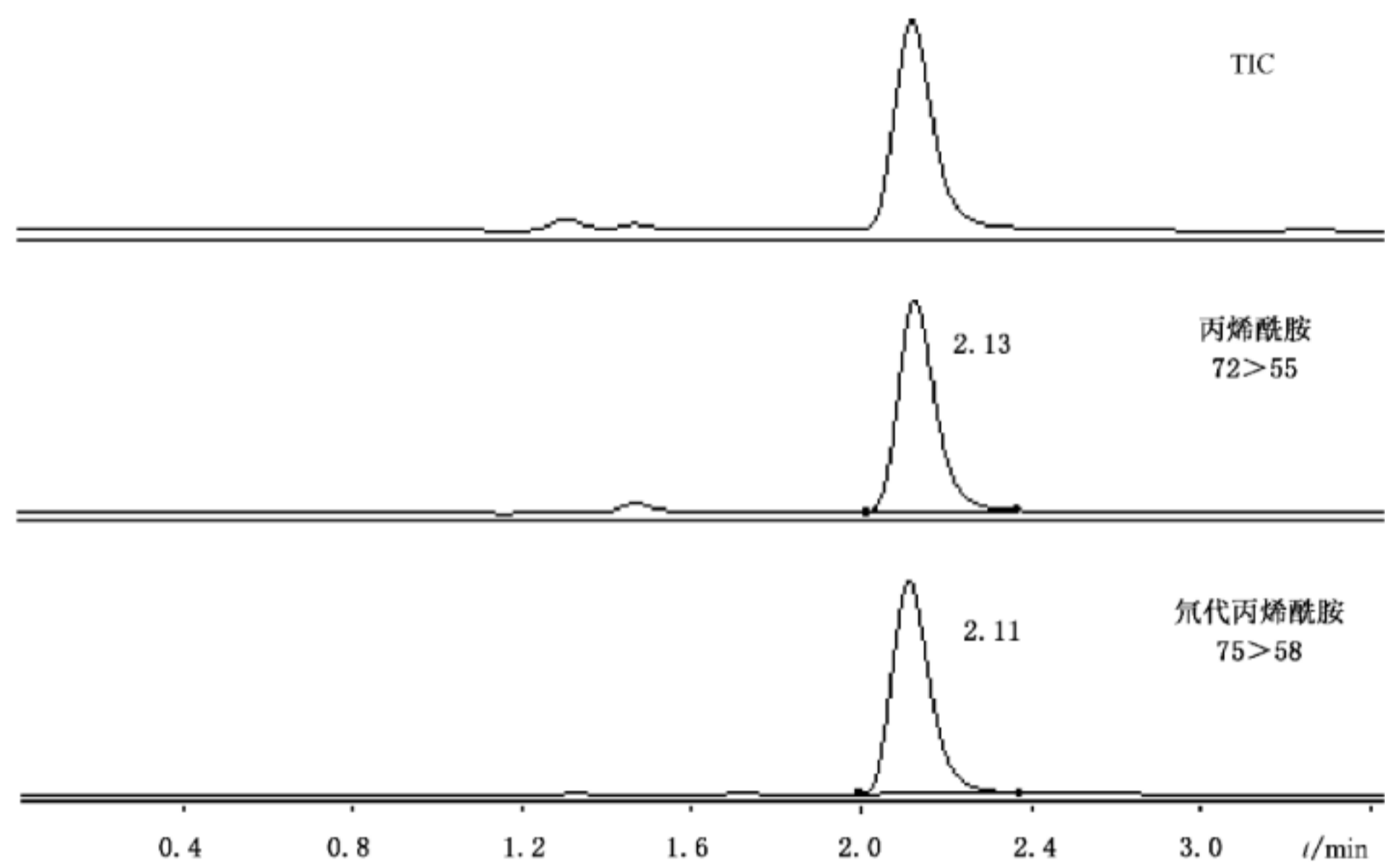


图 A.1 丙烯酰胺及其内标(氘代丙烯酰胺)的总离子流质谱图(TIC)和提取离子(定量)质谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
家用纸制品中丙烯酰胺迁移量的测定
液相色谱-串联质谱法
GB/T 34405—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年10月第一版

*

书号: 155066 • 1-57313

版权专有 侵权必究



GB/T 34405—2017