

中华人民共和国国家标准

GB/T 44165.6—2024

消费品中重点化学物质检测方法 第6部分：丙烯酰胺

Determination of key chemicals in consumer products—
Part 6: Acrylamide

2024-06-29 发布

2024-06-29 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 44165《消费品中重点化学物质检测方法》的第 6 部分。GB/T 44165 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：短链氯化石蜡；
- 第 2 部分：苯乙烯迁移量；
- 第 3 部分：氯代乙烷；
- 第 4 部分：1,4-二氯苯；
- 第 5 部分：苯酚；
- 第 6 部分：丙烯酰胺。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国消费品安全标准化技术委员会(SAC/TC 508)提出并归口。

本文件起草单位：浙江省产品质量安全科学研究院、佛山市顺德区美的洗涤电器制造有限公司、绿城农科检测技术有限公司、广州检验检测认证集团有限公司、厦门市科力电子有限公司、浙江明丰实业股份有限公司、中国标准化研究院、浙江省浦江金垒有限公司、北京市产品质量监督检验研究院、山东省产品质量检验研究院、中国检验检疫科学研究院、国家文教用品质量监督检验中心、深圳市计量质量检测研究院、浙江方信标准技术有限公司。

本文件主要起草人：王瑾、刘霞、裴华、左芳芳、王坤然、许丽丹、陈倩雯、黄石、李俊需、沈中明、房祥静、孙娅娜、周晓明、段琦、张庆、胡艳红、吴芳、江洲、华春翔、孟翠竹、刘小文、裴飞、彭妍妍、张智力、张磊、马萍、冯静、叶如意、赵巍巍、苏雪妍、张宁、高兴、鲁华。

引 言

GB/T 44165《消费品中重点化学物质检测方法》，为 GB/T 39498《消费品中重点化学物质使用控制指南》中相关化学物质提供检测方法。

GB/T 44165 为消费品中化学物质检测的统一或补充方法标准，旨在为尚未有相关检测方法标准的消费品中相关化学物质的监管提供技术支撑，拟由 9 个部分构成：

- 第 1 部分：短链氯化石蜡；
- 第 2 部分：苯乙烯迁移量；
- 第 3 部分：氯代乙烷；
- 第 4 部分：1,4-二氯苯；
- 第 5 部分：苯酚；
- 第 6 部分：丙烯酰胺；
- 第 7 部分：多氯萘；
- 第 8 部分：全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA)；
- 第 9 部分：六溴环十二烷。

消费品中重点化学物质检测方法

第 6 部分：丙烯酰胺

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了采用高效液相色谱串联质谱法测定消费品中丙烯酰胺迁移量和总量的方法。

本文件适用于消费品(除纸制品外)聚合物材料中丙烯酰胺迁移量的测定。

本文件也适用于消费品(除纺织品、纸制品、塑料制品外)中丙烯酰胺总量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

测定丙烯酰胺迁移量时，试样中加入丙烯酰胺- $^{13}\text{C}_3$ 内标，用水作为模拟物进行迁移试验，滤膜过滤待测；测定丙烯酰胺总量时，试样中加入丙烯酰胺- $^{13}\text{C}_3$ 内标，稀释后滤膜过滤待测。待测液以高效液相色谱串联质谱仪的多反应离子监测进行检测，内标法定量。

5 试剂或材料

除非另有说明，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 推荐使用的一级水。

5.1 甲醇：色谱纯。

5.2 甲酸：色谱纯。

5.3 标准品：

5.3.1 丙烯酰胺标准品：纯度为 98%，CAS 号：79-06-1。

5.3.2 丙烯酰胺- $^{13}\text{C}_3$ 标准品：CAS 号：287399-26-2。

5.4 标准储备液：称取适量丙烯酰胺标准品(5.3.1)用甲醇(5.1)配制成质量浓度为 100 mg/L 的标准储备液，置-20℃冰箱中保存，有效期 3 个月。

5.5 内标储备液：称取适量丙烯酰胺- $^{13}\text{C}_3$ 标准品(5.3.2)用甲醇(5.1)配制成质量浓度为 100 mg/L 的

内标标准储备液,置-20℃冰箱中保存,有效期3个月。

5.6 内标工作液:称取1.0 mL 丙烯酰胺内标储备液(5.5)用甲醇(5.1)稀释至刻度得到10 mg/L的内标工作液,临用时配制。

5.7 标准系列工作溶液:取适量上述标准储备液(5.4),转移至10 mL容量瓶中,加入0.1 mL内标工作液(5.6)用水稀释得到质量浓度为2.5 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L、100 μg/L的丙烯酰胺标准系列工作溶液,内标浓度为100 μg/L,临用时配制。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱串联质谱仪:配有三重四极杆质谱检测器。

6.2 电子分析天平:精确至0.000 1 g。

6.3 水平振荡仪:不低于60 r/min。

6.4 超声波清洗器。

6.5 涡旋振荡器。

6.6 离心机:不低于10 000 r/min。

6.7 滤膜:聚醚砜微孔滤膜,0.22 μm。

7 样品与试样

7.1 迁移量的测定

7.1.1 试样制备

用合适的裁剪工具获取表面积为 $(10 \pm 1) \text{ cm}^2$ 的测试试样。当测试部分的厚度大于1 mm时,则应将厚度考虑在内。测试部分的边缘在外观上需光滑。如果实验室样品的表面积小于 10 cm^2 ,则测试试样时无须对试样进行切割,整体进行测试。-20℃冷冻保存。

7.1.2 试样迁移

用镊子将测试试样放入萃取瓶中。加入100 mL水,同时加入0.1 mL内标储备液(5.5),将萃取瓶密封,在室温下以 $(60 \pm 5) \text{ r/min}$ 的速率水平振荡 $(60 \pm 5) \text{ min}$ 。

取适量迁移液用滤膜(6.7)过滤后,按照第8章进行测定。

7.2 总量的测定

试样混匀后,准确称取1.0 g(精确至0.000 1 g)于离心管中,加入8 mL水,同时加入0.1 mL内标工作液(5.6)涡旋振荡1 min,在超声波清洗器中超声60 min,冷却至室温后,以10 000 r/min的转速离心10 min,取上清液至10 mL容量瓶中,并用水定容至刻度。

取适量萃取液用滤膜(6.7)过滤后,按照第8章进行测定。

8 试验步骤

8.1 仪器条件

测试结果取决于所使用的仪器,无法给出高效液相色谱串联质谱仪通用参数。下列给出的参数已被证明是可行的:

a) 色谱柱: C_{18} (2.1 mm×100 mm,1.5 μm)或相当者;

- b) 流动相:甲醇+水[含 0.1%(体积分数)甲酸]=90+10;
- c) 流速:0.2 mL/min;
- d) 柱温:40 ℃;
- e) 进样体积:5 μL;
- f) 电离方式:电喷雾电离源(ESI+);
- g) 检测方式:多反应离子监测(MRM);
- h) 锥孔电压:40 V;
- i) 碰撞能量:12 eV;
- j) 丙烯酰胺母离子:72 *m/z*,子离子:44 *m/z*,55 *m/z*(定量离子);
- k) 丙烯酰胺-¹³C3 母离子:75 *m/z*,子离子:43 *m/z*,58 *m/z*(定量离子)。

8.2 定性分析

按上述分析条件(8.1)对标准溶液及待测溶液进行分析,试样检出的色谱峰的保留时间与标准样品相一致,并且扣除背景后的试样质谱图中,所选离子均出现,且所选的离子相对丰度比与浓度相当的标准样品的离子相对丰度比相一致(允许偏差见表 1),则可判断样品中存在丙烯酰胺。试剂空白同样进样测定,试剂空白不能检出有对被测组分有干扰的物质,丙烯酰胺及丙烯酰胺-¹³C3 的谱图见附录 A。

表 1 质谱选择离子相对丰度允许偏差

%

相对丰度	$k>50$	$20<k\leq 50$	$10<k\leq 20$	$k\leq 10$
允许偏差	±20	±25	±30	±50

8.3 定量分析

在 8.1 仪器条件下,取标准系列工作溶液(5.7)分别进样,以标准工作溶液浓度为横坐标,以对应丙烯酰胺与内标物丙烯酰胺-¹³C3 峰面积比为纵坐标,绘制标准曲线,线性相关系数大于 0.99,内标法定量。

8.4 空白试验

除不加试样外,均按照第 7 章和第 8 章的分析步骤进行。

9 数据处理

9.1 迁移量

按公式(1)计算试样中丙烯酰胺的迁移量:

$$X=(\rho_1-\rho_0)\times f \qquad \qquad \qquad \dots\dots\dots(1)$$

X ——试样中丙烯酰胺的迁移量,单位为微克每升(μg/L);
*ρ*₁ ——依据标准曲线获得的试样溶液中丙烯酰胺的质量浓度,单位为微克每升(μg/L);
*ρ*₀ ——依据标准曲线获得的空白试液中丙烯酰胺的质量浓度,单位为微克每升(μg/L);
f ——稀释倍数。
检测结果保留 3 位有效数字。

9.2 总量

按公式(2)计算试样中丙烯酰胺的总量:

$$w = \frac{\rho \times V \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000}$$

.....(2)

式中:

- w —— 试样中丙烯酰胺的总量,单位为微克每千克($\mu\text{g/kg}$);
- ρ —— 依据标准曲线获得的试样溶液中丙烯酰胺的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- V —— 定容体积,单位为毫升(mL);
- f —— 稀释倍数;
- m —— 试样取样量,单位为克(g);
- 1 000 —— 单位换算因子。

检测结果保留 3 位有效数字。

10 方法检出限及定量限

本方法对试样迁移液丙烯酰胺迁移量的检出限为 $1.0\ \mu\text{g/L}$,定量限为 $2.5\ \mu\text{g/L}$;对丙烯酰胺含量的检出限为 $10\ \mu\text{g/kg}$,定量限为 $25\ \mu\text{g/kg}$ 。

11 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

12 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试验样品的描述;
- b) 本文件编号;
- c) 试验结果;
- d) 与分析步骤的差异;
- e) 在试验中观察到的异常现象;
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性)
丙烯酰胺标准物质

A.1 丙烯酰胺标准物质的总离子流图见图 A.1。

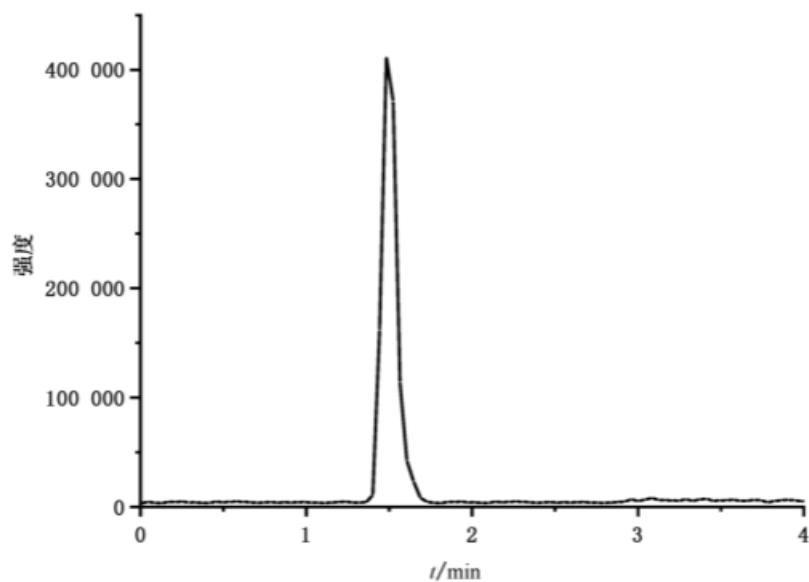


图 A.1 丙烯酰胺标准物质的总离子流图

A.2 丙烯酰胺-¹³C₃ 标准物质的总离子流图见图 A.2。

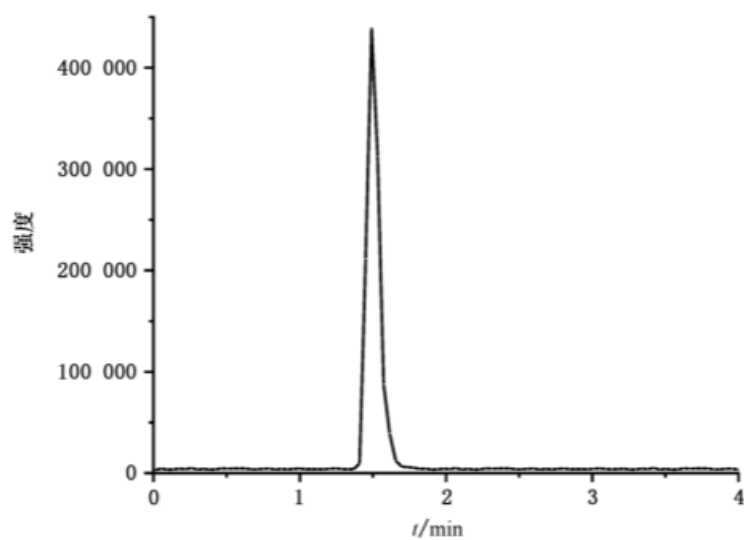


图 A.2 丙烯酰胺-¹³C₃ 标准物质的总离子流图

A.3 丙烯酰胺标准物质的 MRM 图见图 A.3。

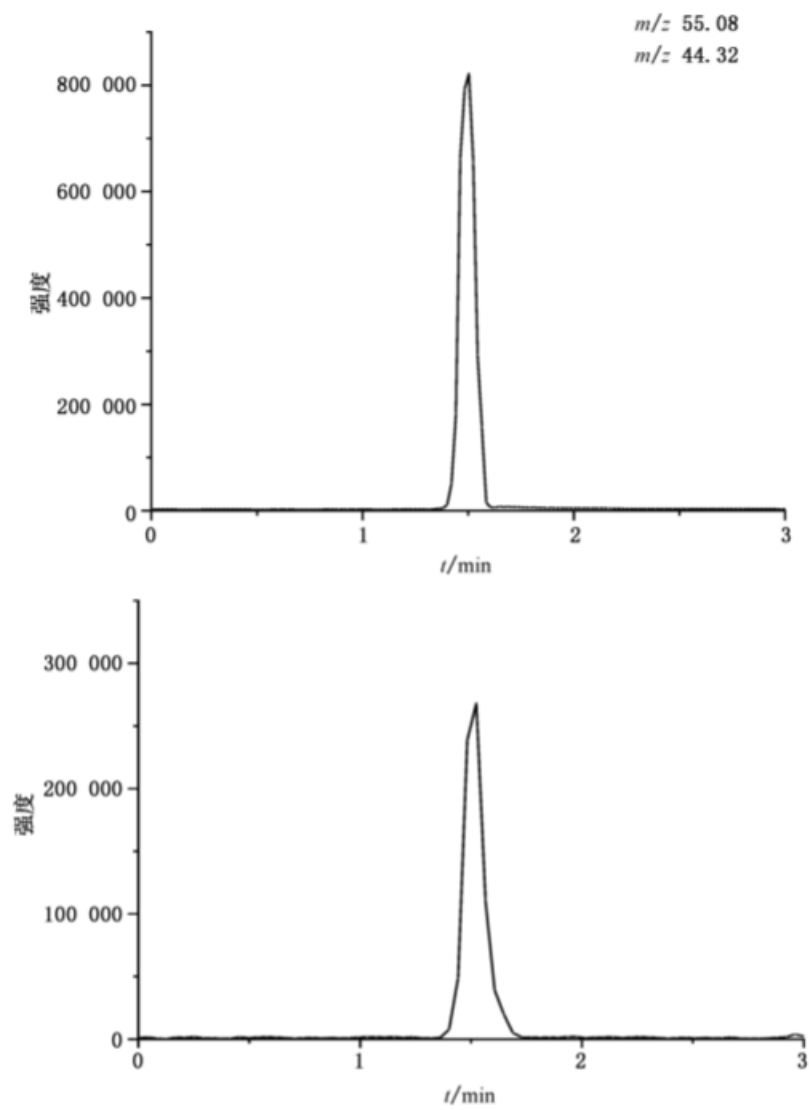


图 A.3 丙烯酰胺标准物质的 MRM 图($72\ m/z > 55\ m/z$ 、 $72\ m/z > 44\ m/z$)

A.4 丙烯酰胺-¹³C3 标准物质的 MRM 图见图 A.4。

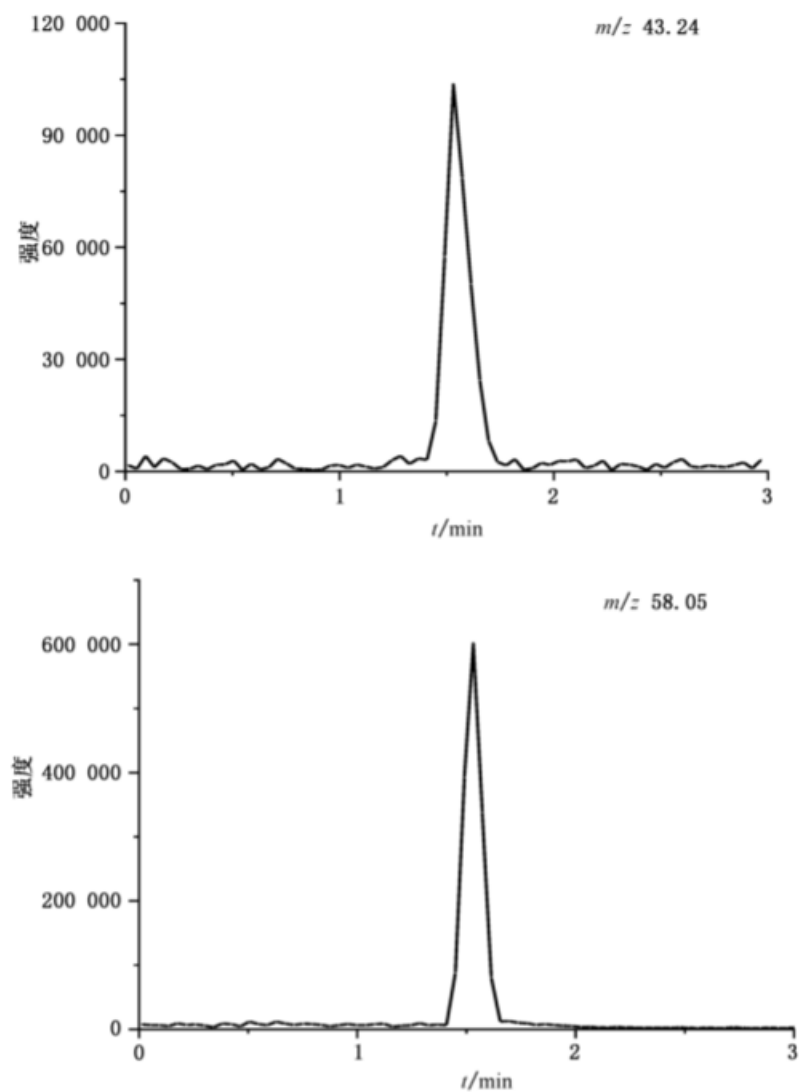


图 A.4 丙烯酰胺-¹³C3 标准物质的 MRM 图($72\ m/z > 43\ m/z$ 、 $72\ m/z > 58\ m/z$)

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
消费品中重点化学物质检测方法
第 6 部分：丙烯酰胺
GB/T 44165.6—2024

*

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.net.cn

服务热线: 400-168-0010

2024 年 6 月第一版

*

书号: 155066 · 1-76017

版权专有 侵权必究



GB/T 44165.6—2024