

# LC-MS/MS 测定食品模拟物中月桂内酰胺的含量

## LCMSMS-899

**摘要：** 本文使用岛津三重四极杆液质联用仪建立了食品模拟物中月桂内酰胺含量的测定方法。实验结果表明，月桂内酰胺物质在 1-100 ng/mL 范围内线性良好，相关系数大于 0.999，不同基质中的曲线各浓度点准确度在 88.4%-93.1% 之间和 87.4%-92.5% 之间；低中高不同浓度的标准品溶液，分别连续进样 6 次，保留时间的 RSD 在 0.34%-0.57% 之间，峰面积的 RSD 在 1.01%-2.37% 之间，表明仪器精密度良好；月桂内酰胺在低中高三个浓度的加标回收率为 87.2%-92.1% 之间，均满足标准要求；可供相关实验人员参考使用。

**关键词：** 三重四极杆液质联用仪 食品接触材料 月桂内酰胺

### 技术特点：

- ❖ 该方法可以实现月桂内酰胺的高灵敏度检测要求。
- ❖ 该方法可以实现月桂内酰胺的快速测定。

月桂内酰胺，别名： $\omega$ -月桂精内酰胺、氮杂环十三烷-2-酮，是合成聚酰胺树脂的单体或共聚单体。聚酰胺材料在食品包装材料中使用广泛，当其与食品接触时，包材中的内酰胺类物质就会迁移至食品中，从而对人体健康造成影响。国内外也在相关行业的法律法规中明确限定了月桂内酰胺的迁移量。

2023 年 9 月 6 日，国家卫健委和国家市场监督管理总局联合发布了关于《食品接触材料及制品中月桂内酰胺迁移量的测定》的国家标准，并计划在 2024 年 3 月 6 日正式实施。本文参照该标准，使用岛津三重四极杆液质联用仪，建立食品模拟物中月桂内酰胺物质的含量测定方法，可供相关实验人员参考使用。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

系统控制器：	CBM-40	柱温箱：	CTO-40C
输液泵：	LC-40B X3	自动进样器：	SIL-40C X3
质谱检测器：	LCMS-8050	色谱工作站：	LabSolutions Ver. 6.108

### 1.2 分析条件

液相色谱条件：

色谱柱：	Shim-pack Velox (100 mm × 2.1 mm I.D., 1.8 $\mu$ m, P/N:227-32007-03, 岛津(上海)实验器材有限公司)		
流动相：	A 相 -0.1% 甲酸水；B 相 -0.1% 甲酸乙腈		
流速：	0.3 mL/min	进样体积：	5 $\mu$ L
柱温：	40°C	洗脱方式：	梯度洗脱
初始浓度：	B 相初始浓度为 40%，时间程序见表 1		

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
0.50	Pumps	Pump B Conc.	40
0.60	Pumps	Pump B Conc.	50



## 结果讨论

### 2.1 色谱图

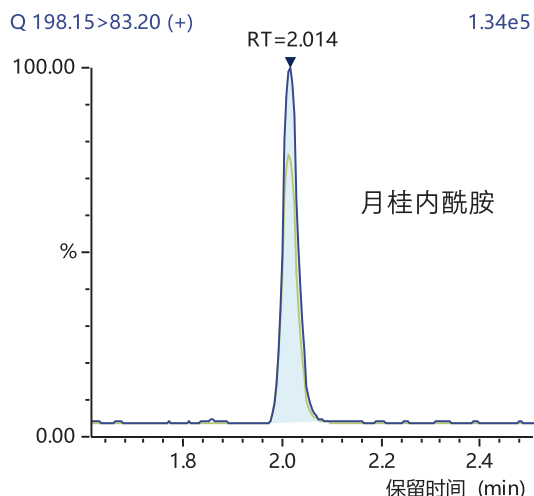


图2 10%乙醇基质标液中月桂内酰胺 (5 ng/mL) 色谱图

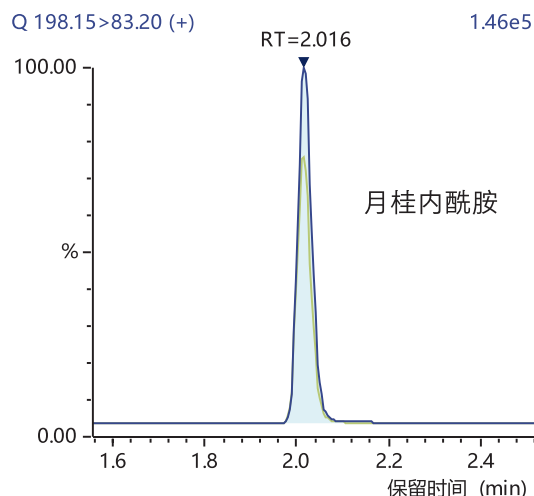


图3 4%乙酸基质标液中月桂内酰胺 (5 ng/mL) 色谱图

### 2.2 校准曲线及其检出限

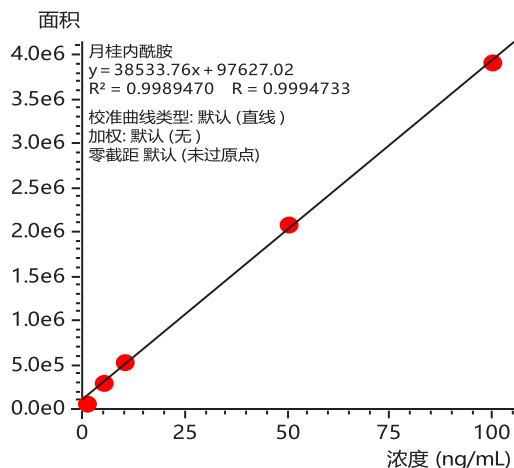


图4 10%乙醇溶液基质中月桂内酰胺校准曲线

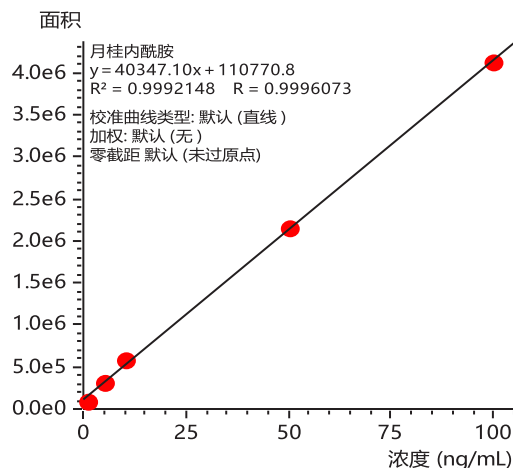


图5 4%乙酸溶液基质中月桂内酰胺校准曲线

按照 1.3 制备月桂内酰胺为 1、5、10、50、100 ng/mL 的食品模拟物基质标准工作溶液，使用外标法拟合工作曲线，目标物质的线性相关系数大于 0.999，准确度分别为 88.4%-93.1% 和 87.4%-92.5% 之间且线性良好，校准曲线见图 4 与图 5。按 1.2 中的分析条件进行上机实测，确定月桂内酰胺的实测 LOQ 为 1 ng/mL，优于 GB 31604.56-2023《食品接触材料及制品中月桂内酰胺迁移量的测定》中 3 ng/mL 的测定低限要求，具体结果见表 3。

表3 校准曲线及定量限结果

化合物名称	基质溶液	线性范围 (ng/mL)	准确度 (%)	相关系数 R	定量限 (ng/mL)
月桂内酰胺	10% 乙醇溶液	1-100	88.4%-93.1%	0.9994	1.0
	4% 乙酸溶液		87.4%-92.5%	0.9996	

### 2.3 重复性考察

分别取低、中、高三个浓度的 10% 乙醇和 4% 乙酸食品模拟物标准溶液，连续进样 6 次，仪器精密度实验考察结果见表 4。该结果中，月桂内酰胺物质保留时间的 RSD 在 0.34%-0.57% 范围，峰面积的 RSD 在 1.01%-2.37% 范围，表明仪器的精密度良好。

表 4 重复性测定结果 (n=6)

名称	10% 乙醇食品模拟物基质标准溶液						4% 乙醇食品模拟物基质标准溶液					
	1 ng/mL		10 ng/mL		100 ng/mL		1 ng/mL		10 ng/mL		100 ng/mL	
标准液	RT	Area	RT	Area	RT	Area	RT	Area	RT	Area	RT	Area
RSD (%)	0.34	1.01	0.39	2.23	0.49	2.37	0.41	1.58	0.46	1.88	0.57	1.39

### 2.4 加标回收率考察

分别以 10% 乙醇和 4% 乙酸作为食品模拟物溶液为例，按照 1.4 的前处理方法，得到迁移后的食品模拟物溶液，月桂内酰胺在三个加标浓度的水平下 (2 ng/mL、20 ng/mL 和 80 ng/mL)，进行加标回收率实验，结果见表 5。每个样品平行测定 3 次，测定结果显示，食品模拟物样本的低中高三个浓度梯度的加标回收率范围为 87.2%-92.1% 可以满足该检测方法的条件要求。

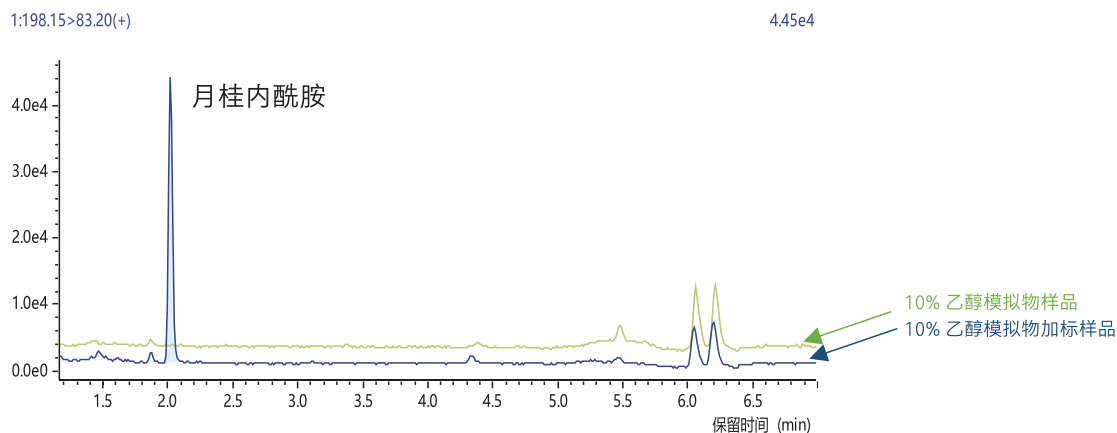


图 6 10% 乙醇食品模拟物样品与加标样品 (2 ng/mL) 的质量色谱叠放图

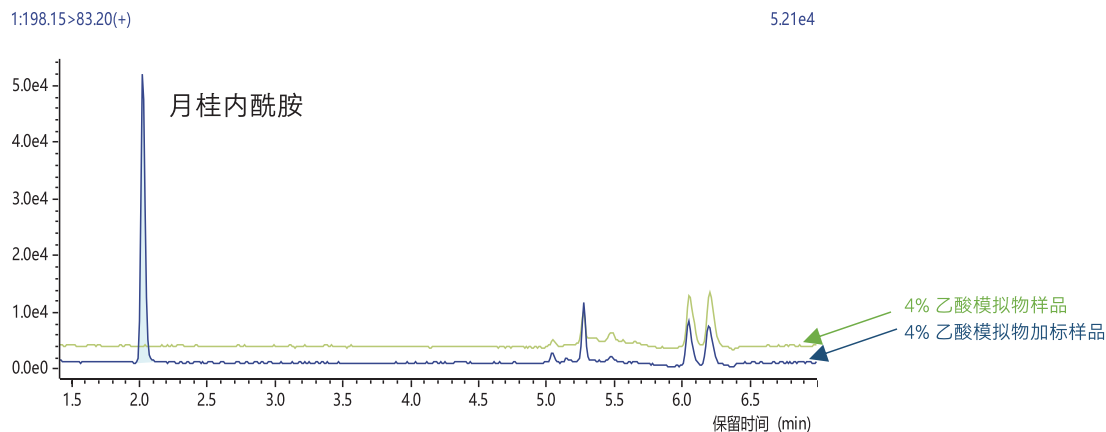


图 7 4% 乙酸食品模拟物样品与加标样品 (2 ng/mL) 的质量色谱叠放图

表 5 回收率测定结果 (n=3)

样品名称	10% 乙醇食品模拟物			4% 乙酸食品模拟物			
	样品结果	N.D.	N.D.	100 ng/mL	1 ng/mL	10 ng/mL	100 ng/mL
加标浓度 (ng/mL)	2	20	80	2	20	80	
平均回收率 (%)	92.1	91.3	89.4	88.5	91.9	87.	

N.D.: 表示未检出。

## ■ 结论

本文使用岛津超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪 LCMS-8050 建立了食品模拟物中月桂内酰胺物质的测定方法。实验结果表明, 月桂内酰胺物质在 1-100 ng/mL 的浓度范围内线性关系良好, 不同基质中的线性相关系数均大于 0.999, 曲线各浓度点准确度在 88.4%-93.1% 和 87.4%-92.5% 之间; 在标准溶液连续进样 6 次的重复性考察中, 月桂内酰胺物质保留时间的 RSD 在 0.34%-0.57% 范围, 峰面积的 RSD 在 1.01%-2.37% 范围, 表明仪器的精密度良好; 分别在 10% 乙醇和 4% 乙酸食品模拟物溶液中进行低中高三个浓度的加标回收率实验, 月桂内酰胺回收率在 87.2%-92.1% 之间; 月桂内酰胺的 LOQ 为 1 ng/mL; 测试结果均满足 GB 31604.56-2023 《食品接触材料及制品中月桂内酰胺迁移量的测定》标准要求; 该实验方法可以用于相关行业的质量控制及分析检验工作。

岛津应用云

