

GCMSMS 法测定婴幼儿用品中甲酰胺含量

GCMSMS-395

摘要： 本文使用岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8050 NX 建立了同时测定婴幼儿用品中甲酰胺含量的定量分析方法。样品经简单的溶剂萃取后，直接上 GCMSMS 分析，利用内标法进行定量。分析结果表明：甲酰胺在 5~200 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，其相关系数 R 均大于 0.999，表明其线性相关系数很好；同时按照 3 S/N（峰到峰计算方式）计算其最低检出限在 0.09 $\mu\text{g/L}$ ；10 $\mu\text{g/L}$ 及 100 $\mu\text{g/L}$ 浓度标样重复进样 6 次，其峰面积的 RSD% 小于 3.04%；在 20 $\mu\text{g/L}$ 及 100 $\mu\text{g/L}$ 加标浓度下，其加标回收率在 102.35%。结果表明该方法操作简单、稳定性好，准确度高，可适用于婴幼儿用品及日化品中甲酰胺含量的测定。

关键词： 三重四极杆气质联用仪 婴幼儿用品 甲酰胺

技术特点：

- ❖ 采用溶剂萃取方式，前处理简单、方便；
- ❖ 利用 GCMSMS 仪器的 MRM 采集方式，可有效减少基质干扰，灵敏度高；
- ❖ 内标法定量，结果准确、可靠；

近日来婴幼儿纸尿裤中甲酰胺残留问题引起社会广泛关注。甲酰胺是一种有机溶剂，被欧盟归类为 1B 类生殖毒性物质，对人类生殖系统存在潜在的危害，欧洲化学品管理局将甲酰胺列入需要高度关注的物质清单中。

我国纸尿裤品类的强制性国家标准 ---GB 15979-2024《一次性使用卫生用品卫生要求》规定，一次性卫生用品不得添加列入《化妆品安全技术规范》的禁用化学物质（碘除外）。而甲酰胺是《化妆品安全技术规范》（2015 年版）表 1 化妆品禁用组分第 651 号条目收录的禁用化学物质。而纸尿裤制作弹性腰围、

防漏隔边所用的发泡材料若搭配低价发泡助剂，高温加工可能会生成甲酰胺，脱挥工序不到位就会造成残留；另一方面，部分企业为压缩成本，复合工序选用含甲酰胺的劣质胶水，或是无纺布柔软处理时使用相关助剂，都有可能让甲酰胺微量留存于成品纸尿裤中。

目前甲酰胺的检测主要采用 GCMS 和 LCMSMS 两种分析技术。而纸尿裤中的甲酰胺检测并未有相关标准。本文采用岛津 GCMSMS 仪器经溶剂萃取前处理方式建立了纸尿裤等婴幼儿用品中甲酰胺的测定方法，该方法操作简单、灵敏度高，结果可靠，可为甲酰胺的测定提供借鉴。

■ 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪

1.2 分析条件

色 谱 柱：	SH-Rtx-Wax, 30 m×0.25 mm×0.25 μm
柱 温 条 件：	50°C (1 min)_10°C /min_180°C _30°C /min_230°C (2 min)
接 口 温 度：	170°C
载 气 控 制 模 式：	恒线速度
线 速 度：	39.7 cm/sec
进 样 方 式：	不分流进样 (1min)
离子化方式：	EI
离子源温度：	200°C
接 口 温 度：	230°C
采 集 方 式：	MRM，化合物信息见表 1

表 1 化合物信息

序号	化合物名称	出峰时间 (min)	定性离子对 (CE)	定量离子对 (CE)
1	甲酰胺	13.129	45>17.1 (6)	45>17.1 (6)
2	甲酰胺- ¹³ C, ¹⁵ N	13.135	47>18.1 (6)	47>18.1 (6)

1.3 样品前处理

准确称取 0.5 g 左右样品于 50 mL 离心管中，准确加入 10 mL 甲醇溶液，超声 40 min 后，离心，取上清液直接上 GCMSMS 分析。

■ 结果与讨论

2.1 标准品溶液色谱图

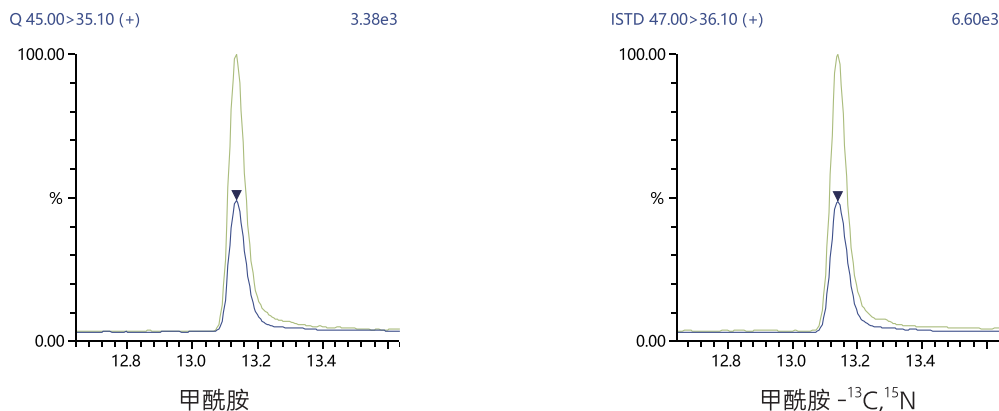


图 1 化合物的质量色谱图 (20 µg/L)

2.2 标准曲线和检出限

使用甲醇溶液配制 5、10、20、50、100、200 µg/L 的甲酰胺系列标准溶液，加入 40 µL 浓度为 1 µg/mL 的内标溶液，混匀后，GCMSMS 仪器依次进行分析。以各物质的浓度比做为横坐标，以面积比做为纵坐标，建立标准曲线，其各物质标准曲线相关系数见图 2 所示。甲酰胺检出限按标曲的最低浓度 (5 µg/L) 的 3 倍 S/N 计算 (峰到峰计算方式)，其检出限为：0.09 µg/L。

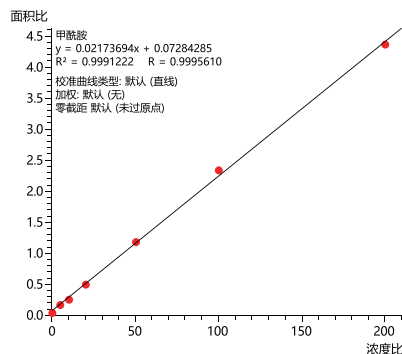


图 2 甲酰胺标准曲线

2.3 重复性测试

将标样浓度为 10 µg/L 及 100 µg/L 的标准溶液连续进样 6 次，以考察仪器的重复性，甲酰胺化合物保留时间及峰面积比的重复性结果见表 2。

表 2 重复性结果统计表 (n=6)

10 µg/L		100 µg/L	
保留时间 RSD%	面积比 RSD%	保留时间 RSD%	面积比 RSD%
0.008	3.04	0.009	2.11

2.4 加标回收

在样品中添加 20 µg/L 及 100 µg/L 的标准溶液, 每个加标浓度重复处理 3 次, 其加标回收率及重复性见表 3 所示。

表 3 加标回收结果 (n=3)

样品测定结果	20 µg/L		100 µg/L	
	平均回收率 %	RSD%	平均回收率 %	RSD%
N.D	102.35	2.49	100.33	1.53

注: N.D 代表未检出

2.5 实际样品测试

称取市售婴儿纸尿裤样品 0.5 g 左右, 按照 1.3 前处理进行处理后, 上 GCMSMS 分析, 其色谱图见图 3 所示, 其样品中未检出甲酰胺物质。

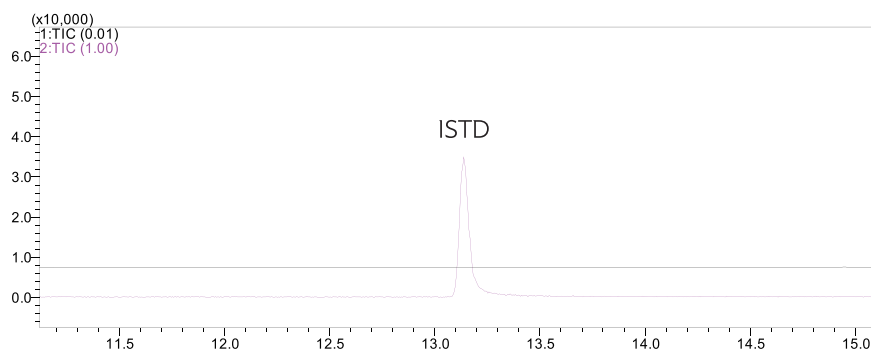


图 3 实际样品 TIC 图

■ 结论

本文使用岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8050 NX 建立了同时测定婴幼儿用品中甲酰胺含量的定量分析方法。样品经简单的溶剂萃取后, 直接上 GCMSMS 分析, 利用内标法进行定量。分析结果表明: 甲酰胺在 5~200 µg/L 浓度范围内, 其相关系数 R 均大于 0.999, 表明其线性相关系数很好; 同时按照 3 S/N (峰到峰计算方式) 计算其最低检出限在 0.09 µg/L; 10 µg/L 及 100 µg/L 浓度标样重复进样 6 次, 其峰面积的 RSD% 小于 3.04%; 在 20 µg/L 及 100 µg/L 加标浓度下, 其加标回收率在 102.35%。结果表明该方法操作简单、稳定性好, 准确度高, 可适用于婴幼儿用品及日化品中甲酰胺含量的测定。

岛津应用云

