

纺织品中丙烯酰胺和N-羟甲基丙烯酰胺的定量分析检测

Quantitation of Acrylamide and N-Hydroxymethyl Acrylamide in Textiles by LC-MS/MS

陈玉锟, 刘冰洁, 郭立海

Chen Yukun, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX中国应用技术中心

Key word: Acrylamide, N-Hydroxymethyl acrylamide, Textiles

1 前言

丙烯酰胺在纺织品的生产加工过程中用作上浆剂、抗静电剂、粘合剂、稳定剂等；而 N-羟甲基丙烯酰胺常作为交联剂，用于纤维改性、染料及纺织染整助剂的加工等。因此纺织品中可能残留有丙烯酰胺和 N-羟甲基丙烯酰胺。丙烯酰胺具有显著的致癌性，已被列为2类致癌物；N-羟甲基丙烯酰胺则对眼睛、皮肤、上呼吸道及粘膜有刺激作用。由于这两者对人体健康的危害性，其已被欧盟REACH法规列入SVHC (substances of very high concern) 清单^[1]。且已有相应法规规定了其在纺织品中的检测浓度：Bluesign® 限用物质清单 (RSL) v14.0中规定丙烯酰胺为纺织品禁用物质^[1]，最大检测浓度不超过1 mg/kg；Oeko-Tex标准规定了N-羟甲基丙烯酰胺在纺织品中的添加上限为1000 mg/kg^[2]。

目前对于纺织品中丙烯酰胺和 N-羟甲基丙烯酰胺的检测方法主要是气相色谱-质谱联用法 (GC-MS) 和高效液相色谱法 (HPLC)。但这两种方法对于检测这两种化合物均有缺点：GC-MS需柱前衍生，前处理复杂；HPLC法虽然不需要衍生，但检测丙烯酰胺类化合物灵敏度差。因此建立一个高效、前处理简便及灵敏度高的检测方法十分重要。

2 实验方法

2.1 样品前处理

取代表性纺织品样品，将其剪碎至5×5 mm及以下。称取1.0 g (精确至1 mg) 试样，置于玻璃管中，加入10 mL乙腈超声萃取。取0.5 mL上清液过0.22 μm 滤膜后移至1.5 mL进样瓶中，用水定容至1 mL后混匀上机检测。

2.2 液相条件

液相色谱仪：SCIEX ExionLC™系统

色谱柱：C18 色谱柱

流速：0.3 mL/min

流动相A：水 (0.2 mM碳酸氢铵) 流动相B：乙腈

柱温：35°C

洗脱程序：梯度洗脱 (如表1)

表1. 流动相洗脱程序

Time (min)	A%	B%
0	95	5
0.5	95	5
2	5	95
4	5	95
4.1	95	5
6	95	5

2.3 质谱条件

电离模式：ESI正模式

离子源参数：

气帘气 (CUR)：35 psi

碰撞气 (CAD)：9

离子源温度 (TEM)：550 °C

离子喷雾电压 (IS)：5500 V

雾化气 (Gas1)：55 psi

辅助加热气 (Gas2)：55 psi

表2. 离子对信息表

化合物	Q1	Q3	DP	CE
丙烯酸胺	72.1	55.1	40	16
	72.1	44.1	40	24
N-羟甲基丙烯酰胺	102.1	55.1	40	18
	102.1	84.1	40	7

3 实验结果

丙烯酸胺和N-羟甲基丙烯酰胺在 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 范围内具有良好的线性关系 ($r > 0.997$)。连续6次进样的RSD分别为1.85%和1.73%，重复性好。

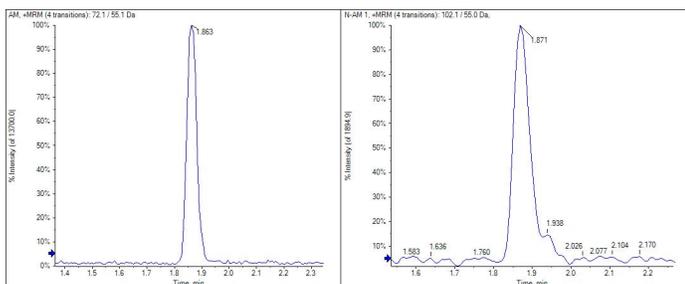


图1. 丙烯酸胺 (左) 和N-羟甲基丙烯酰胺 (右) 的提取离子色谱图

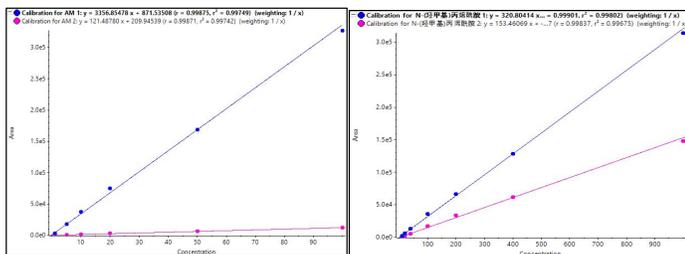


图2. 丙烯酸胺 (左) 和N-羟甲基丙烯酰胺 (右) 的标准曲线图

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-31916-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话: 010-5808-1388
传真: 010-5808-1390
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话: 021-2419-7201
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)

总结

建立了一种基于SCIEX LC-MS/MS分析纺织品中丙烯酸胺和N-羟甲基丙烯酰胺的检测方法。该方法的灵敏度高、重复性好。本方法 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 级别的检出限远低于GB/T 30166-2013《纺织品 丙烯酸胺的测定》中丙烯酸胺1 mg/kg的测定下限^[3]，也能完全满足Oeko-Tex标准中N-羟甲基丙烯酰胺1000 mg/kg的限量要求^[2]。

参考文献

- [1] European Chemicals Agency. Candidate List of substances of very high concern for Authorisation [EB/OL]. <https://www.echa.europa.eu/candidate-list-table>
- [2] Bluesign® 限用物质清单[EB/OL]. <https://www.bluesign.com/en/downloads/>
- [3] International Association for Research and Testing in the Field of Textile Ecology. Oeko-Tex Standard 100 [EB/OL]. <https://www.oeko-tex.com>
- [4] GB/T 30166-2013 纺织品 丙烯酸胺的测定 [S]