



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4347—2015

---

## 进出口化妆品中氯乙酰胺的 测定 气相色谱法

Determination of 2-chloroacetamide in cosmetic products for  
import and export—Gas chromatography method

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
进出口化妆品中氯乙酰胺的  
测定 气相色谱法  
SN/T 4347—2015

\*

中国标准出版社出版  
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)  
总编室:(010)68533533  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字  
2016年12月第一版 2016年12月第一次印刷  
印数 1—1 100

\*

书号: 155066·2-30879 定价 14.00 元

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：吴莉莉、韩超、谈金辉、张萌萌、邵宏宏、虞燕萍、王轶星、朱胜超。



# 进出口化妆品中氯乙酰胺的 测定 气相色谱法

## 1 范围

本标准规定了进出口化妆品中氯乙酰胺的气相色谱测定方法。  
本标准适用于液体类、膏霜乳液类、固体类化妆品中氯乙酰胺的定量测定。

## 2 方法提要

试样中氯乙酰胺经乙醇超声提取,净化离心过滤后通过 INNOWax 色谱柱进行分离,采用氢火焰离子化检测器进行检测,外标法定量。

## 3 试剂和材料

- 3.1 无水乙醇:色谱纯。
- 3.2 氯乙酰胺标准品:2-Chloroacetamide,  $C_2H_4ClNO$ , CAS 号 79-07-2,纯度 $\geq 99.5\%$ 。
- 3.3 氯乙酰胺标准储备溶液:准确称取适量的氯乙酰胺标准物质(3.2),用无水乙醇(3.1)配制成浓度为 10 mg/mL 的标准储备溶液,0℃~4℃冰箱中保存,有效期 6 个月。
- 3.4 氯乙酰胺标准中间溶液:准确吸取适量的氯乙酰胺标准储备溶液(3.3),用无水乙醇(3.1)配制成浓度为 1 000  $\mu\text{g/mL}$  的标准中间溶液。0℃~4℃冰箱中保存,有效期 3 个月。
- 3.5 氯乙酰胺标准工作溶液:根据需要使用前吸取适量的氯乙酰胺标准中间溶液(3.4),用无水乙醇(3.1)配制成适当浓度的标准工作溶液,0℃~4℃冰箱中保存,临用现配。
- 3.6 微孔过滤膜:有机系,0.45  $\mu\text{m}$ 。

## 4 仪器与设备

- 4.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)。
- 4.2 分析天平:感量 0.001 g。
- 4.3 涡旋混合器。
- 4.4 超声波提取器:带有温度控制,温度偏差 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。
- 4.5 冷冻离心机:转速 8 000 r/min 以上,温控范围-10℃到 40℃。

## 5 试液的制备

### 5.1 试样前处理

#### 5.1.1 液体类化妆品

称取混匀试样 1 g(精确至 0.001 g)于 25 mL 具塞比色管(具 10 mL 刻度)中,加入无水乙醇(3.1)至 10 mL,涡旋混匀 1 min 使试样充分混匀,在 30℃下超声提取 30 min,每隔 5 min 取出振摇以分散样

## SN/T 4347—2015

品,超声后(若超声后溶液体积发生变化,应用无水乙醇定容至刻度)取约 5 mL 溶液于 15 mL 具塞塑料离心管中,以 8 000 r/min 离心 3 min,离心后的上清液经 0.45  $\mu\text{m}$  有机相滤膜(3.6)过滤,所得滤液供气相色谱测定。

## 5.1.2 膏霜乳液类化妆品

称取混匀试样 1 g(精确至 0.001 g)于 25 mL 具塞比色管中,加入无水乙醇(3.1)约 7 mL,剧烈振荡以分散样品,涡旋混匀 1 min 后在 30  $^{\circ}\text{C}$  下超声提取 30 min,每隔 5 min 取出振摇或用玻璃棒搅拌以分散样品,超声后将提取液用漏斗滤入 10 mL 容量瓶中,用少量无水乙醇(3.1)洗涤残渣,定容至刻度,混匀,取约 5 mL 溶液于 15 mL 具塞塑料离心管中,以 8 000 r/min 离心 3 min,离心后置于 -18  $^{\circ}\text{C}$  冰箱中冷冻 1 h,取出后立即在 0  $^{\circ}\text{C}$  8 000 r/min 条件下离心 3 min,离心后的上清液经 0.45  $\mu\text{m}$  有机相滤膜(3.6)过滤,所得滤液供气相色谱测定。

## 5.1.3 固体类化妆品

称取混匀试样(块状试样须事先用研钵碾成粉末后混匀)1 g(精确至 0.001 g)于 15 mL 具塞塑料离心管中,准确加入无水乙醇(3.1)10 mL,涡旋混合 1 min 后在 30  $^{\circ}\text{C}$  下超声提取 30 min,每隔 5 min 取出振摇或用玻璃棒搅拌以分散样品,超声后以 8 000 r/min 离心 3 min,离心后置于 -18  $^{\circ}\text{C}$  冰箱中冷冻 1 h,取出后立即在 0  $^{\circ}\text{C}$  8 000 r/min 条件下离心 3 min,离心后的上清液经 0.45  $\mu\text{m}$  有机相滤膜(3.6)过滤,所得滤液供气相色谱测定。

## 5.2 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤处理。

## 6 测定

## 6.1 气相色谱条件

气相色谱条件如下:

- HP-INNOWax 毛细管色谱柱(30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ),或相当者;
- 柱温 80  $^{\circ}\text{C}$ ,20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 240 $^{\circ}\text{C}$ ,保持 2 min;
- 进样口温度:240  $^{\circ}\text{C}$ ;
- 分流进样:分流比 30:1;
- 进样量:1  $\mu\text{L}$ ;
- 载气(高纯氮气)流速:1.5 mL/min;
- 检测器温度 260  $^{\circ}\text{C}$ ;
- 燃气(氢气)流量 30 mL/min,助燃气(空气)流量 400 mL/min。

## 6.2 试液的测定

将空白试液(5.2)和样品试液(5.1)依次进样,扣除空白值,得到氯乙酰胺的峰面积。待测试液中氯乙酰胺的响应值应在标准工作曲线线性范围内,超过线性范围则应稀释后再进样分析。按上述条件,氯乙酰胺的保留时间约为 6.3 min。氯乙酰胺溶液的标准色谱图参见附录 A。

## 7 试样中氯乙酰胺含量的计算

试样中氯乙酰胺的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c_i - c_0) \times V \times K}{m \times 10\,000}$$

.....( 1 )

式中：

$X$ ——试样中氯乙酰胺的含量，%；

$c_i$ ——试样中氯乙酰胺的峰面积对应的浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$c_0$ ——空白试样中氯乙酰胺的峰面积对应的浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V$ ——试样定容体积，单位为毫升( $\text{mL}$ )；

$K$ ——稀释倍数；

$m$ ——试样质量，单位为克( $\text{g}$ )。

平行测定两次，计算结果以平行测定值的算术平均值表示，平均值保留两位有效数字。

8 定量限和回收率

8.1 定量限

本标准中氯乙酰胺的定量限为 0.05%。

8.2 添加浓度和回收率

本方法添加浓度及回收率的实验数据参见表 1。

表 1 氯乙酰胺在不同基质中回收率范围( $n=7$ )

基质	添加水平/%	回收率范围/%
液体类	0.05	92.0~96.8
	0.3	96.7~99.3
	0.6	95.2~98.5
膏霜乳液类	0.05	93.2~101.2
	0.3	95.7~100.0
	0.6	95.7~99.8
固体类	0.05	94.6~97.6
	0.3	95.3~98.7
	0.6	95.0~99.2

附 录 A  
(资料性附录)  
氯乙酰胺溶液的标准色谱图

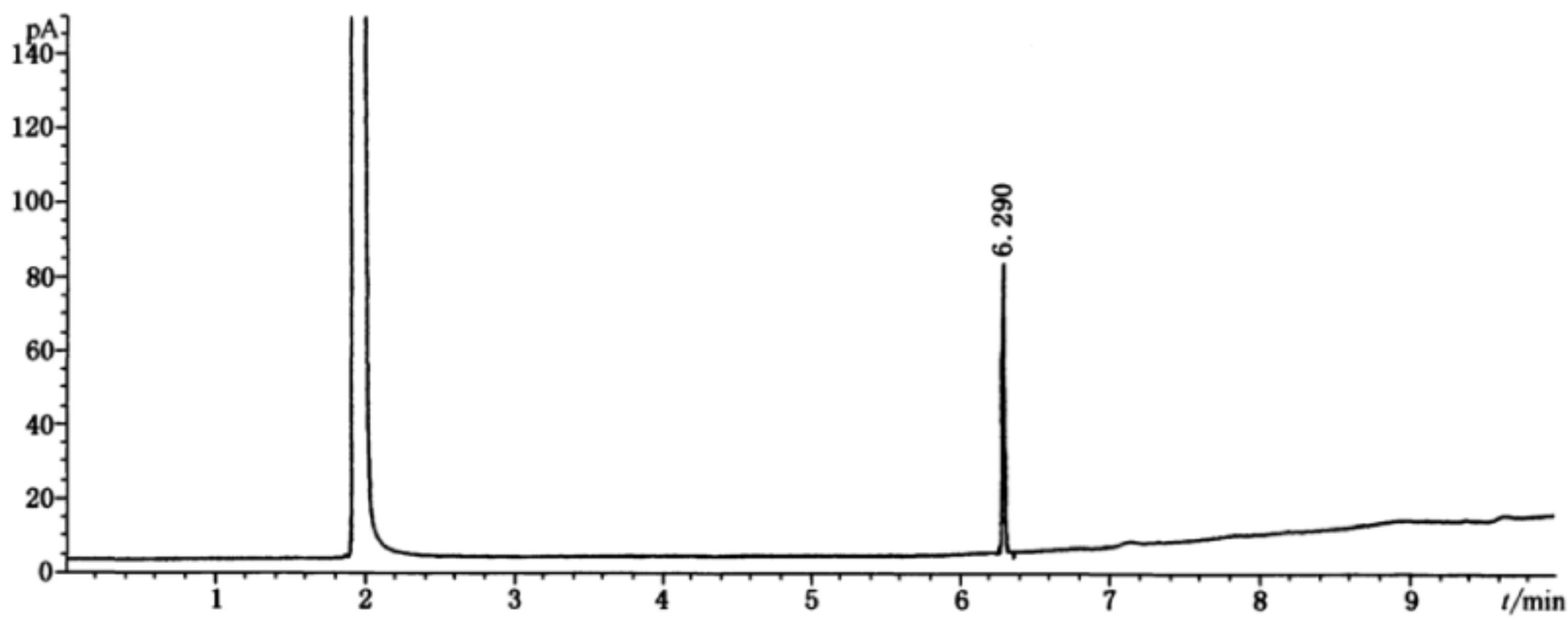
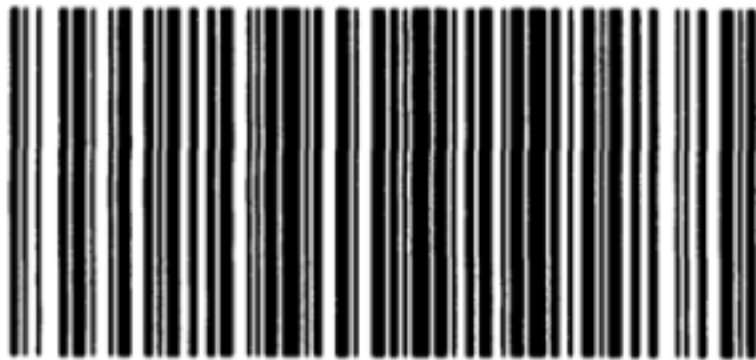


图 A.1 氯乙酰胺溶液的标准色谱图

\_\_\_\_\_



SN/T 4347-2015

书号:155066 • 2-30879

定价: 14.00 元