

SN

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
国家质量监督检验检疫总局 发布

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, $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准中间溶液。 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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, $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存,临用现配。

3.6 微孔过滤膜:有机系, $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 。

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 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.5 冷冻离心机:转速 8 000 r/min 以上,温控范围 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 到 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

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 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下超声提取 30 min,每隔 5 min 取出振摇以分散样

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 μm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 ℃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 ℃冰箱中冷冻1 h,取出后立即在0 ℃ 8 000 r/min条件下离心3 min,离心后的上清液经0.45 μm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 ℃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 ℃冰箱中冷冻1 h,取出后立即在0 ℃ 8 000 r/min条件下离心3 min,离心后的上清液经0.45 μm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:

- a) HP-INNOWax毛细管色谱柱(30 m×0.32 mm×0.25 μm),或相当者;
- b) 柱温80 ℃,20 ℃/min升至240 ℃,保持2 min;
- c) 进样口温度:240 ℃;
- d) 分流进样:分流比30:1;
- e) 进样量:1 μL;
- f) 载气(高纯氮气)流速:1.5 mL/min;
- g) 检测器温度260 ℃;
- h) 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:

$$X = \frac{(c_i - c_0) \times V \times K}{m \times 10\,000} \dots\dots\dots (1)$$

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($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

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($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V ——试样定容体积，单位为毫升(mL)；

K ——稀释倍数；

m ——试样质量，单位为克(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

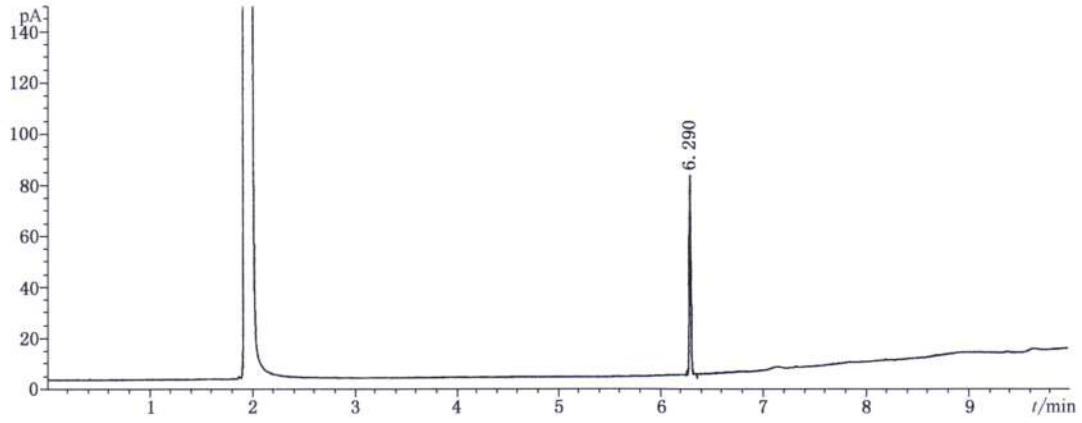


图 A.1 氯乙酰胺溶液的标准色谱图
