

《化妆品中八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷  
（D5）的测定 气相色谱法》 编制说明  
（征求意见稿）

# 目 录

一、工作简况	1
1.1 任务来源	1
1.2 主要工作过程	1
1.3 主要参加单位和工作组成员等	1
二、标准编制原则和主要内容	1
2.1 标准编制原则	1
2.2 标准主要内容的论据	2
2.3 解决的主要问题	12
2.4 修订标准时应列出与原标准的主要差异和水平对比	13
三、主要试验（或验证）情况分析、综述结论	13
3.1 试验分析	13
3.2 验证分析	18
四、标准中涉及专利的情况	19
五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况	19
六、与国际、国外对比情况	20
七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性	20
八、重大分歧意见的处理经过和依据	20
九、标准性质的建议说明	20
十、贯彻标准的要求和措施建议	20
十一、废止现行相关标准的建议	20
十二、其他应予说明的事项	20

## 一、工作简况

### 1.1 任务来源

本标准根据《国家标准化管理委员会关于下达 2019 年第四批推荐性国家标准计划的通知》（国标委发[2019]40 号）制订，项目名称为“化妆品中八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）的测定 气相色谱法”，项目编号为 20194289-T-469，主要起草单位为广州质量监督检测研究院等，计划应完成时间为 2021 年 8 月。

### 1.2 主要工作过程

#### （1）起草阶段

2020 年 2 月，按照全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会（SAC/TC374）的要求成立了标准起草工作组，并制订了标准研制计划。

2020 年 3 月-2020 年 5 月，标准起草工作组进行了大量的研究分析、资料查证及方法确认等工作，初步设计了实验方案。

2020 年 6 月-2020 年 12 月，根据实验方案，优化确定色谱分离条件和质谱确证条件，优化确定水剂类、乳液类、膏霜类、洗发乳化妆品产品的提取、测定条件，考察方法的灵敏度、准确性、线性范围和适用性，并组织单位进行方法验证；编写标准征求意见稿和编制说明。组织 3 家有资质检测机构对方法进行验证，提交化妆品检验方法工作组（SAC/TC374/WG14）进行审核，根据审核意见对标准草案进一步修改，形成标准的征求意见稿。

#### （2）征求意见阶段

#### （3）预审查阶段

#### （4）审查阶段

#### （5）报批阶段

### 1.3 主要参加单位和工作组成员等

本标准主要起草单位为广州质量监督检测研究院等。

工作组主要成员：……

## 二、标准编制原则和主要内容

### 2.1 标准编制原则

本标准的制定符合产业发展的原则。本着先进性、科学性、合理性和可操作性的原

则，以及标准的目标、统一性、协调性、适用性、一致性和规范性原则来进行本标准的制定工作。

本标准是按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求编写的。参考了国家食品药品监督管理总局发布的《化妆品中禁用物质和限用物质检测方法验证技术规范》。

## 2.2 标准主要内容的论据

### 2.2.1 标准研制背景

八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）是有机硅行业的重要中间体。目前，该类化合物广泛使用于化妆品和人体护理产品中，与大部分的醇和其他化妆品溶剂有很好的相容性。加拿大政府曾声明，化妆品中常见的两个成分 D4 和 D5 是有毒物质，从而使其成为全球首个对 D4 和 D5 两种物质给予关注的国家。据报道，D4 和 D5 这两种硅氧烷与持久性有机污染物一样，在动物体内难以降解且具有积聚特性。2015 年 4 月 17 日，英国向 ECHA 递交的 XV 卷宗标准表明，使用 D4 和 D5 而将其排放到废水中时对环境带来风险。2016 年 3 月 10 日，RAC（风险评估委员会）得出结论：D4 符合 REACH 下 PBT 和 vPvB 物质的评判标准，而 D5 符合 vPvB 物质的评判标准。相关研究发现，这两种化学物质对动物的繁殖能力造成损害，如发生子宫肌瘤。但是，关于这两种化学物质对人体影响的研究还是很少。在 2018 年 1 月 11 日，欧盟公报（Official Journal of the European Union）公布欧盟委员会（EU）2018/35 号修订案，正式对（EC）No 1907/2006（即 REACH 法规）附录 XVII 进行修订，规定淋洗类化妆品中 D4 和 D5 成分含量须小于 0.1%。目前，我国采用 GB/T 20435-2006《八甲基环四硅氧烷》作为现行标准，该标准选用气相色谱法（归一化法）对 D4 原料含量进行测定，目前尚无化妆品中 D4 和 D5 含量的检测方法标准。因此，为了有效加强化妆品质量监管，促进企业更好地把控产品质量，保证消费者健康安全和环境安全，亟需建立对化妆品中 D4 和 D5 的检测方法标准。

### 2.2.2 标准的技术路线和确定依据

#### 2.2.2.1 主要技术路线

主要技术路线图见图 1。

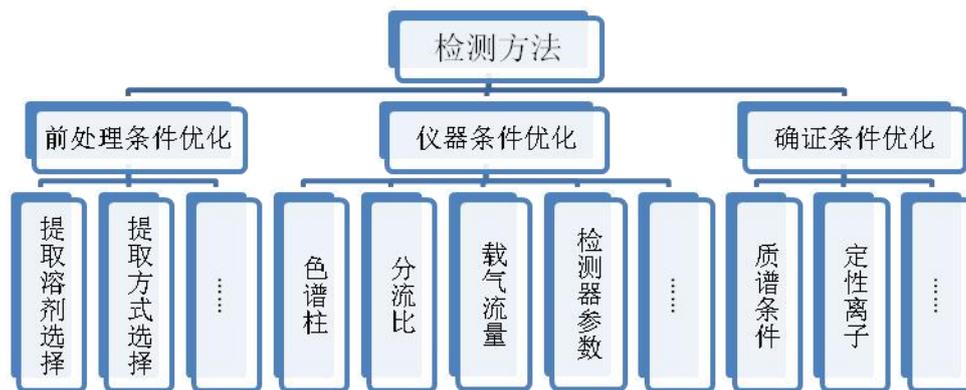


图 1 主要技术路线图

### 2.2.2.2 化合物信息

八甲基环四硅氧烷 (D4) 和十甲基环五硅氧烷 (D5) 的信息和结构式见表 1。

表 1 八甲基环四硅氧烷 (D4) 和十甲基环五硅氧烷 (D5) 的信息和结构式

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子质量	化学结构式
1	八甲基环四硅氧烷 (D4)	Octamethylcyclotetrasiloxane	556-67-2	$C_8H_{24}O_4Si_4$	296.62	
2	十甲基环五硅氧烷 (D5)	Decamethylcyclopentasiloxane	541-02-6	$C_{10}H_{30}O_5Si_5$	370.77	

### 2.2.2.3 前处理条件的优化

#### (1) 溶剂及提取方式的选择

根据文献调研，采用气相色谱法测定各类样品中八甲基环四硅氧烷 (D4) 和十甲基环五硅氧烷 (D5) 含量时，主要采用有机溶剂提取，如甲醇、乙腈、异丙醇、正己烷等。本方法选取基质较为复杂的洁面膏（膏霜）作为研究对象，通过对比不同溶剂及提取方式，得到基质干扰少，提取效率高的溶剂及方式。

本方法对比以下三种提取方式的提取效果，样品溶液用气相色谱仪测定，测定条件：色谱柱：Agilent 19091J-433: HP-5 (30 m×0.25 mm(i.d)×0.25 μm)；载气：氮气，流速 1 mL/min；分流比：5:1；进样口温度：250 °C；进样量：1 μL；程序升温：起始温度为 50 °C，保持 1 min；以 10 °C/min 升温至 180 °C；后运行 250 °C，3 min；进样口温度：250 °C；

检测器温度：250 °C；氢气流量：40 mL/min；空气流量：400 mL/min；尾吹气氮气流量：30 mL/min。

方式一：纯溶剂超声提取

称取样品 0.5 g 于 10 mL 具塞比色管中，加入少量提取溶剂（甲醇、乙腈、异丙醇、正己烷）涡旋分散后，继续加入提取溶剂至近刻度，涡旋分散，超声提取 15 min，冷却至室温后，用提取溶剂定容至刻度，涡旋混匀，经 0.22 μm 有机滤膜过滤，滤液作为待测溶液。

方式二：A 溶剂分散后 B 溶剂萃取

称取样品 0.5 g 于 10 mL 塑料离心管中，加入 A 溶剂（甲醇、乙腈）0.5 mL 涡旋分散后，分两次加入 B 溶剂（正己烷）8 mL，每次 4mL，涡旋混匀 3 min，5000 r/min 离心 3 min 后，取上层清液转移至 10 mL 具塞比色管，合并两次上层清液，并用 B 溶剂（正己烷）定容至刻度，涡旋混匀，经 0.22 μm 有机滤膜过滤，滤液作为待测溶液。

方式三：A 溶剂分散后 AB 混合溶剂超声提取

称取样品 0.5 g 于 10 mL 具塞比色管中，加入 A 溶剂（异丙醇）0.5 mL 涡旋分散后，加入 B 溶剂（正己烷）至近刻度，涡旋分散，超声提取 15 min，冷却至室温后，用 B 溶剂定容至刻度，涡旋混匀，静置，取上层溶液经 0.22 μm 有机滤膜过滤，滤液作为待测溶液。

经气相色谱仪测定，发现采用方式一提取时，甲醇、乙腈提取的样品溶液基质干扰多，与 D4、D5 目标峰有重合；异丙醇提取的样品溶液有少量基质干扰，与 D4 目标峰重合；正己烷提取的样品溶液，基质干扰少，但样品分散不好。采用方式二和方式三，样品分散性良好，且得到的样品溶液基质干扰少。不同溶剂及提取方式的样品溶液色谱图和标准溶液色谱图见图 2。

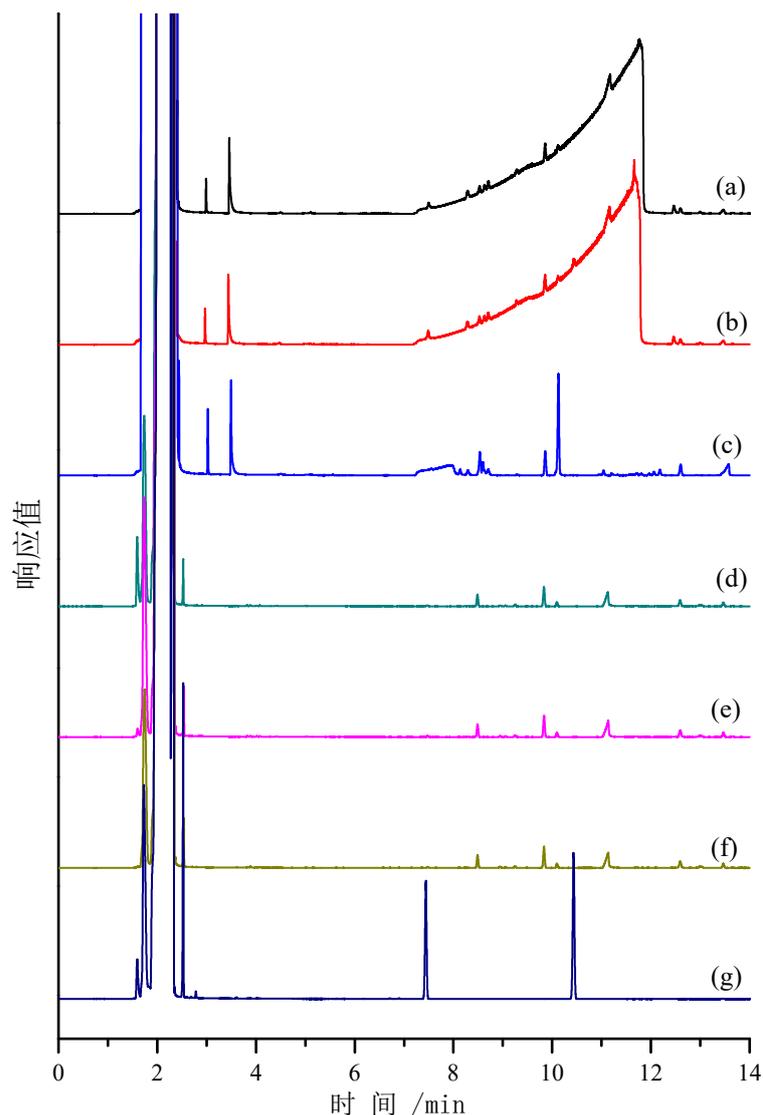


图2 不同溶剂及提取方式的样品溶液色谱图和标准溶液色谱图

(a) 方式一（甲醇）；(b) 方式一（乙腈）；(c) 方式一（异丙醇）；(d) 方式一（正己烷）；  
 (e) 方式二（A: 甲醇, B: 正己烷）(f) 方式三（A 异丙醇, B 正己烷）；(g) D4、D5 标准溶液

进一步对方式二和方式三做加标回收试验，发现两种提取方式的加标回收率均能达到 90%以上，且差别不大。

为了探索基质中大宽峰的成分，采用 GC-MS 全扫模式，采集方式一（甲醇、乙腈）提取的样品溶液总离子流色谱图，得到干扰宽峰的质谱图。通过谱库检索，确认大宽峰为甘油。

由于化妆品原料多为亲水性化合物，甲醇、乙腈对大部分原料有良好的溶解和分散性，采用直接提取时，溶解基质过多，基质复杂时，干扰目标物的测定。异丙醇提取时，也有少量干扰。采用亲脂性的正己烷提取时，干扰非常少。D4、D5 在甲醇、乙腈、异丙

醇、正己烷中均有良好的溶解性。考虑化妆品基质和目标物的溶解性，采用正己烷提取为较优选择，但其对基质的分散性不良，需改进提取方式。

采用方式二和方式三，由于先把样品用相容性良好的溶剂分散，再进行萃取或提取，提高了效率，使目标物充分溶出，得到良好的效果。方式二和方式三均能达到良好的效果，但方式三操作更加简便快捷。综上所述，本方法选择方式三作为样品的前处理方法。

## **(2) 最终确定样品前处理条件**

称取试样约 0.5 g（精确至 0.001 g）于 10 mL 具塞比色管中，加入约 0.5 mL 异丙醇，涡旋分散，加入正己烷至近刻度，涡旋 30 s，超声 15 min，冷却至室温，用正己烷定容至刻度。涡旋混匀，必要时以 5 000 r/min 离心 5 min，取适量上清液经 0.22  $\mu\text{m}$  有机滤膜过滤，滤液作为待测溶液。

### **2.2.2.4 仪器工作条件的优化**

#### **(1) 色谱柱的选择**

本方法比较了三种不同极性色谱柱对八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）分离的情况，选取的色谱柱规格分别为：Agilent 19091N-133: HP-INNOWax（30 m $\times$ 0.25 mm(i.d) $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ）、Agilent 19091J-433: HP-5（30 m $\times$ 0.25 mm(i.d) $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ）和 Agilent 122-7732: DB-1701（30 m $\times$ 0.25 mm(i.d) $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ）。

测定条件：载气：氮气，流速 1 mL/min；分流比：5:1；进样口温度：250  $^{\circ}\text{C}$ ；进样量：1  $\mu\text{L}$ ；程序升温：起始温度为 50  $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min；以 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升温至 140  $^{\circ}\text{C}$ ；后运行 250  $^{\circ}\text{C}$ ，5min；进样口温度：250  $^{\circ}\text{C}$ ；检测器温度：250  $^{\circ}\text{C}$ ；氢气流量：40 mL/min；空气流量：400 mL/min；尾吹气氮气流量：30 mL/min。

#### **a) 标准溶液的分离效果**

取 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的 D4、D5 标准溶液，采用上述三种色谱柱，其余仪器条件相同，上机测定。D4、D5 为弱极性化合物，在 HP-5、DB-1701 色谱柱上保留较好，在 INNOWax 色谱柱上保留较弱，D4 易与溶剂峰重合，无法达到分离效果。D4、D5 标准溶液不同色谱柱测定的色谱图见图 3。

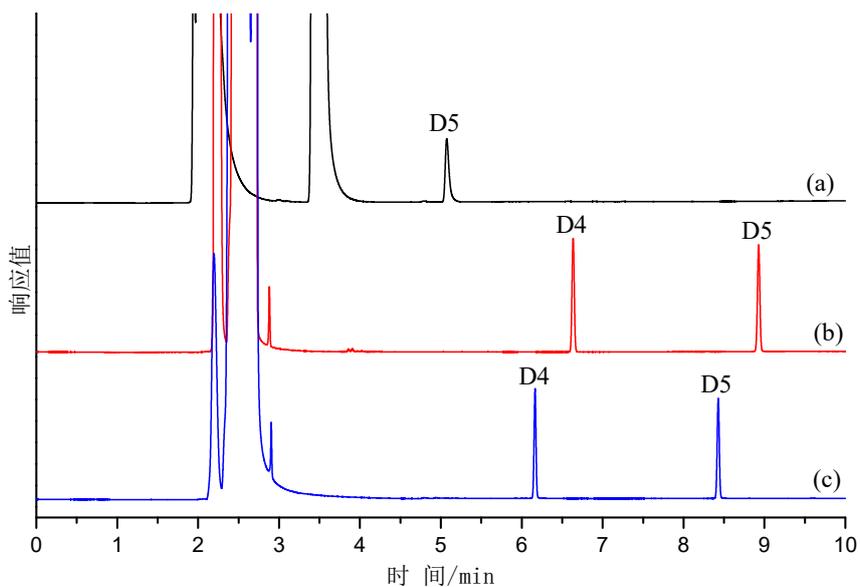


图 3 D4、D5 标准溶液不同色谱柱测定的色谱图  
 (a) HP-INNOWax; (b) HP-5; (c) DB-1701

### b) 基质加标溶液的分​​离效果

取洁面膏（膏霜）样品加入 D4、D5 标准溶液 1000 mg/kg，按上述前处理条件，得到样品加标溶液，上机测定，对比 HP-5 和 DB-1701 色谱柱对基质的分离效果。D4、D5 样品加标溶液不同色谱柱测定的色谱图见图 4。

使用 HP-5 色谱柱时基质杂峰较多，易对目标物产生干扰；使用 DB-1701 色谱柱时目标峰与基质杂峰分离较好，且目标峰峰形尖锐对称。

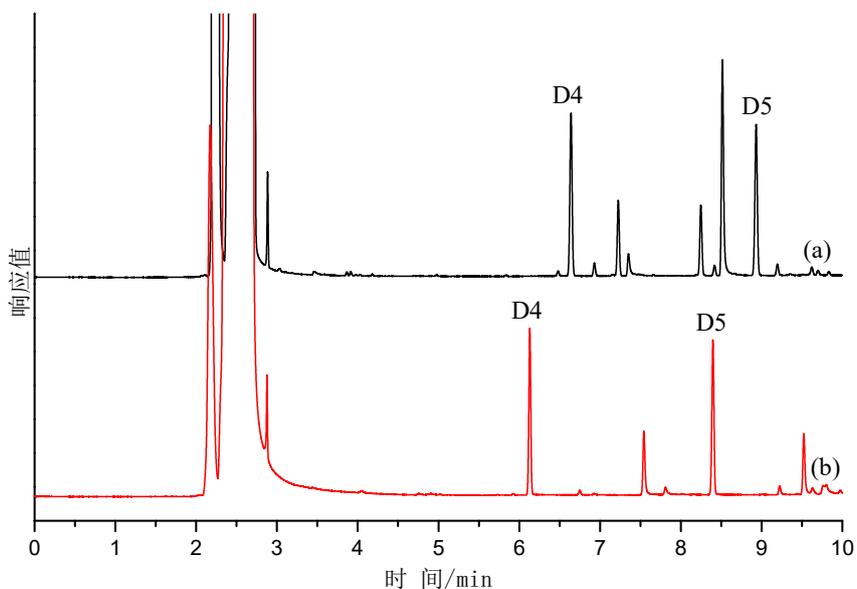


图 4 样品基质加标溶液不同色谱柱测定的色谱图  
 (a) HP-5; (b) DB-1701

### c) 方法特异性分析

采用 DB-1701 色谱柱，测定膏霜、乳液、水剂、洗发乳四种基质空白样品及样品加标溶液，得到不同基质及加标溶液色谱图（见图 5~图 8），结果显示，D4、D5 与基质分离良好，加标回收率大于 90%。

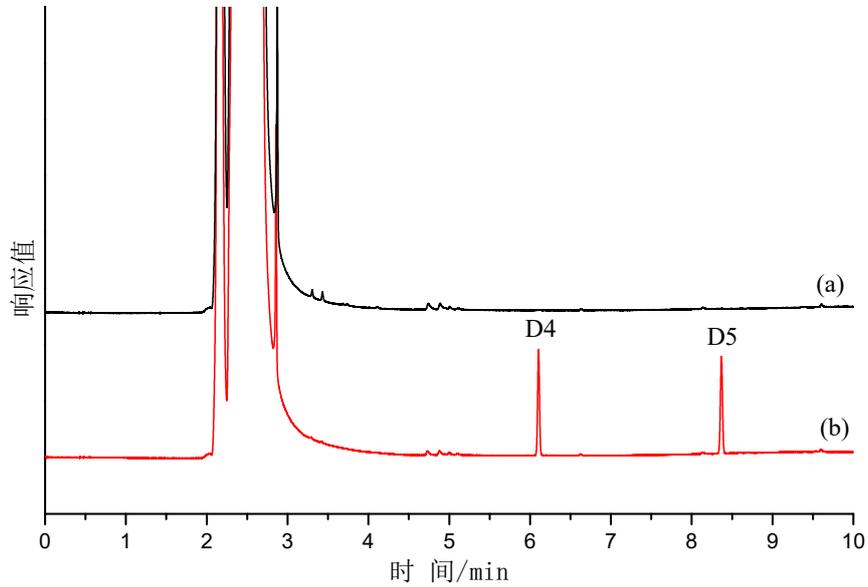


图 5 膏霜样品基质及加标溶液色谱图  
(a) 样品基质； (b) 样品加标

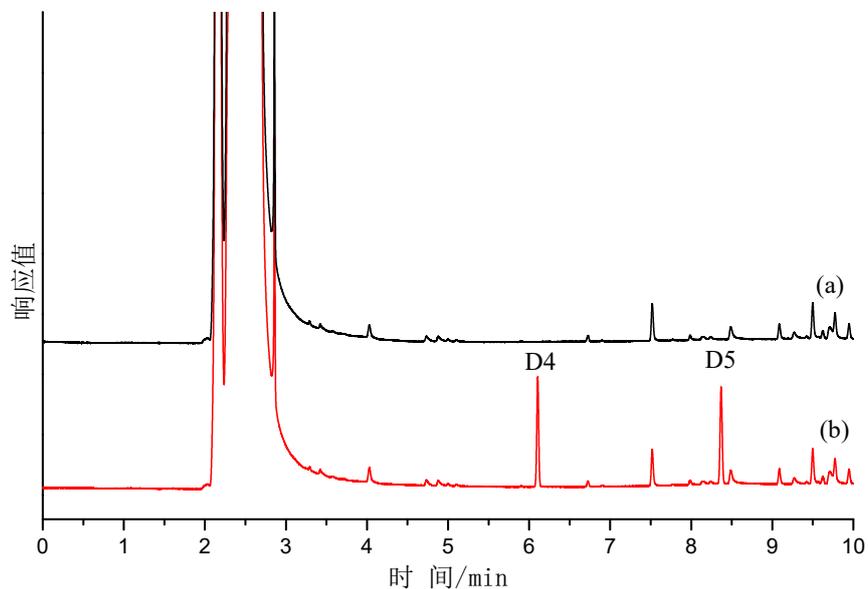


图 6 乳液样品基质及加标溶液色谱图  
(a) 样品基质； (b) 样品加标

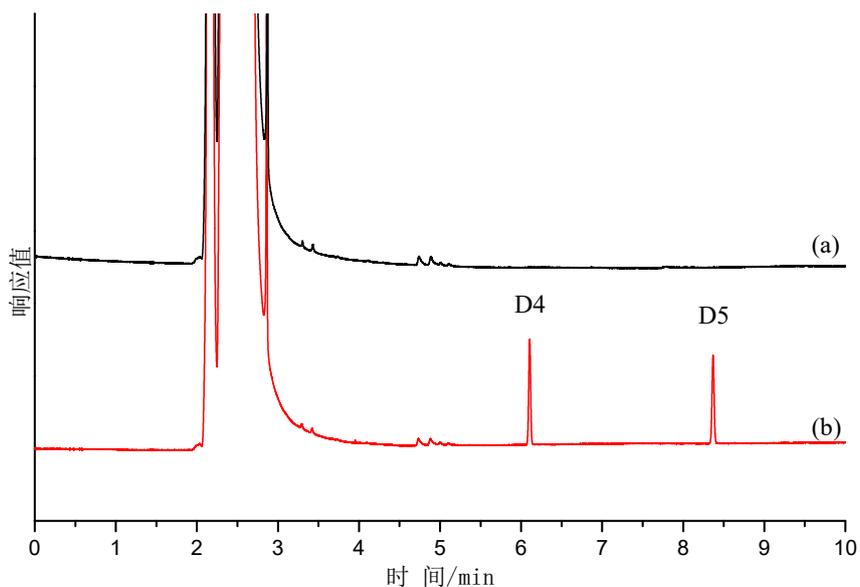


图 7 水剂样品基质及加标溶液色谱图  
(a) 样品基质； (b) 样品加标

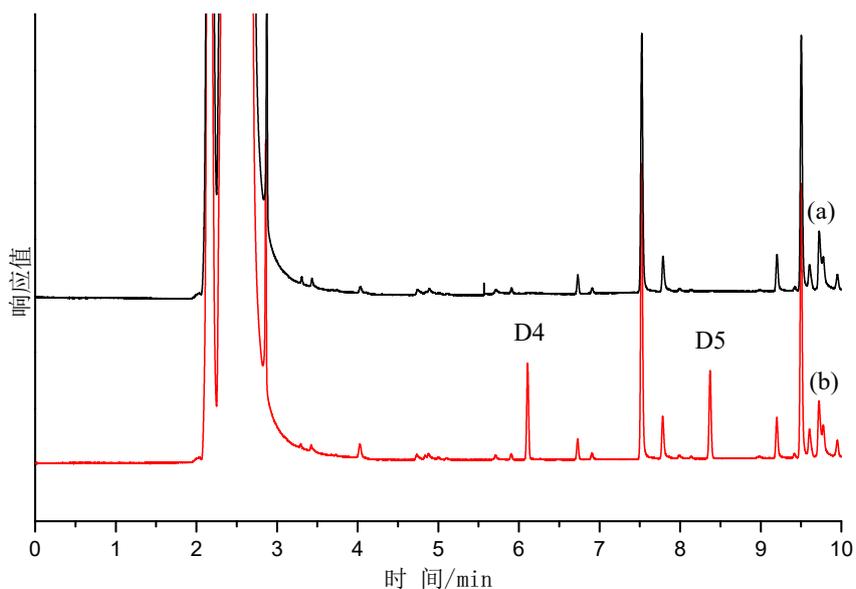


图 8 洗发乳样品基质及加标溶液色谱图  
(a)：样品基质； (b)：样品加标

综上所述，本方法选择 DB-1701 柱作为分析八甲基环四硅氧烷 (D4) 和十甲基环五硅氧烷 (D5) 的色谱柱。

## (2) 最终确定的仪器分析条件

色谱柱：Agilent 122-7732: DB-1701 (30 m×0.25 mm(i.d)×0.25μm)；载气：氮气，流速 1 mL/min；分流比：5:1；进样口温度：250 °C；进样量：1 μL；程序升温：起始温度为 50 °C，保持 1 min；以 10 °C/min 升温至 140 °C；后运行 250 °C，5min；进样口温度：

250 °C；检测器温度：250 °C；氢气流量：40 mL/min；空气流量：400 mL/min；尾吹气  
氮气流量：30 mL/min。

### 2.2.2.5 质谱确证条件优化

#### (1) 色谱条件的选择

同气相色谱法，载气改为氦气。

#### (2) 质谱条件的选择

根据试验情况，最终确定质谱条件如下：

(a) 离子源温度：230 °C；

(b) 传输线温度：250 °C；

(c) 电离方式：电子轰击源（EI），电离能量为 70 eV；

(d) 采集模式：全扫描（scan），质量数 50 - 500 m/z。

典型标准溶液和样品溶液总离子流色谱图见图 9 和图 12, D4 质谱图见图 10 和图 13,  
D5 质谱图见 11 和图 14。

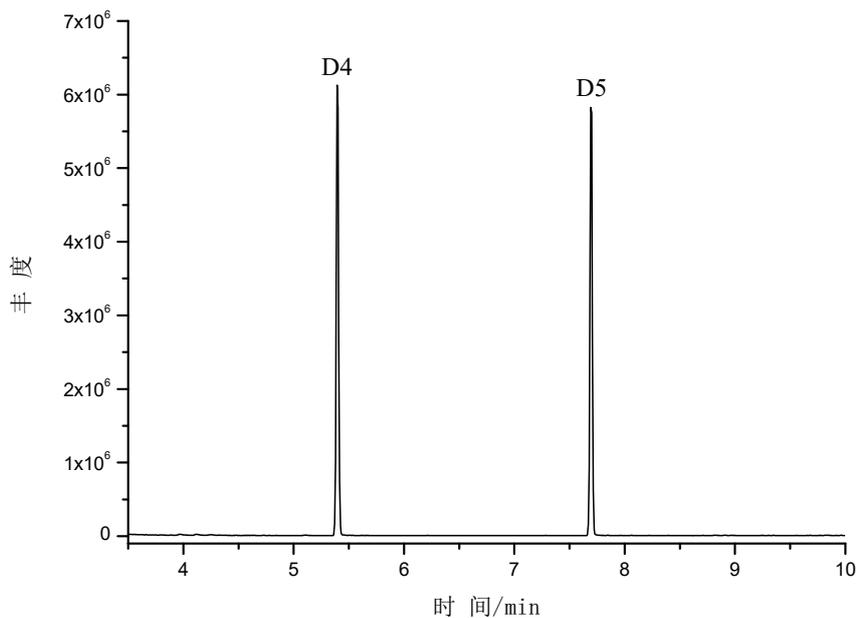


图 9 标准溶液 GC-MS 总离子流色谱图

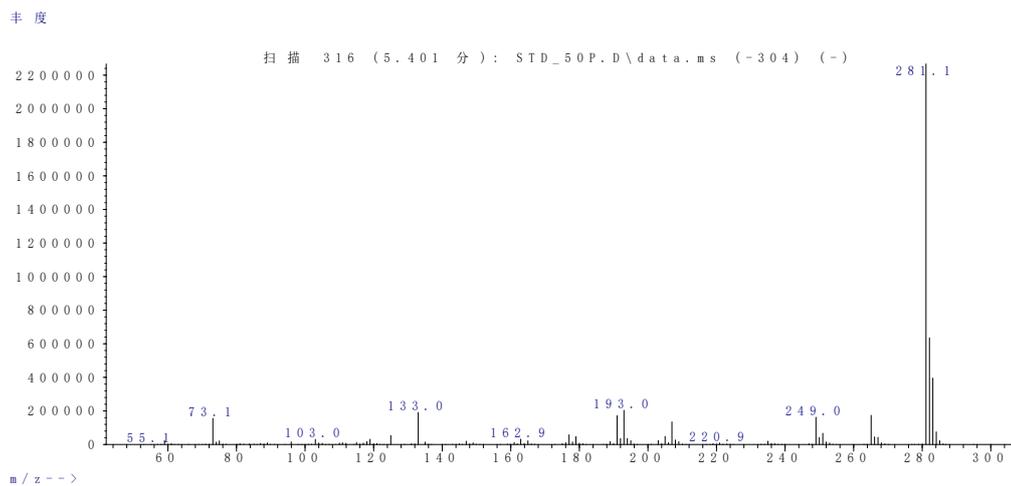


图 10 标准溶液中八甲基环四硅氧烷 (D4) 质谱图

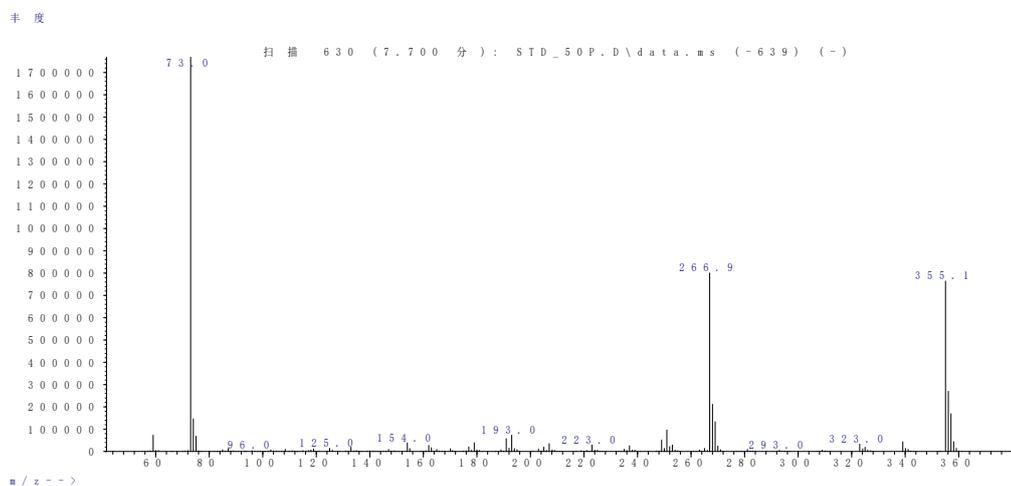


图 11 标准溶液中十甲基环五硅氧烷 (D5) 质谱图

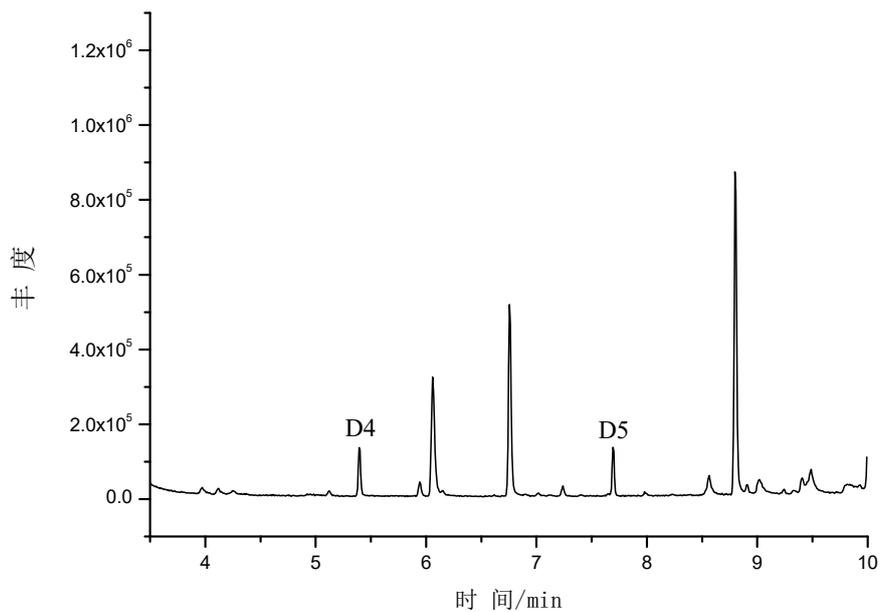


图 12 平衡面霜样品溶液 GC-MS 总离子流色谱图

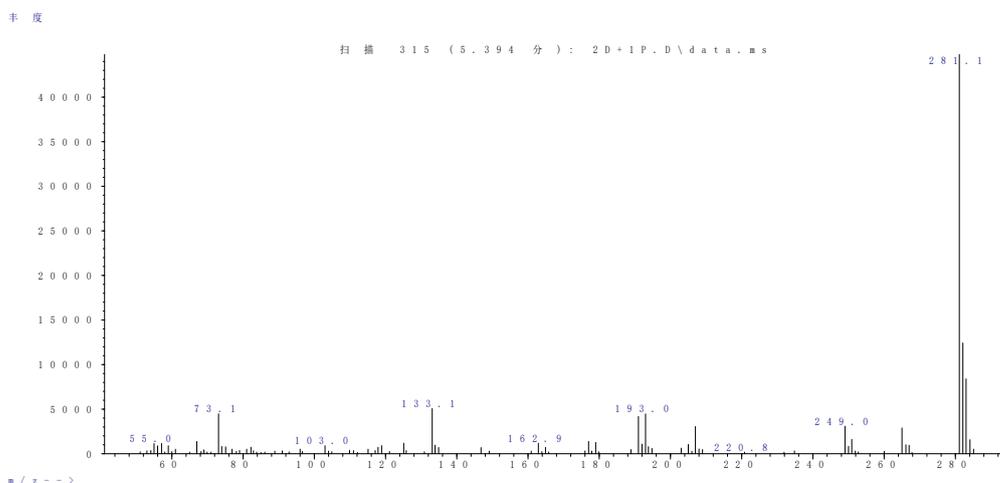


图 13 平衡面霜样品中八甲基环四硅氧烷 (D4) 质谱图

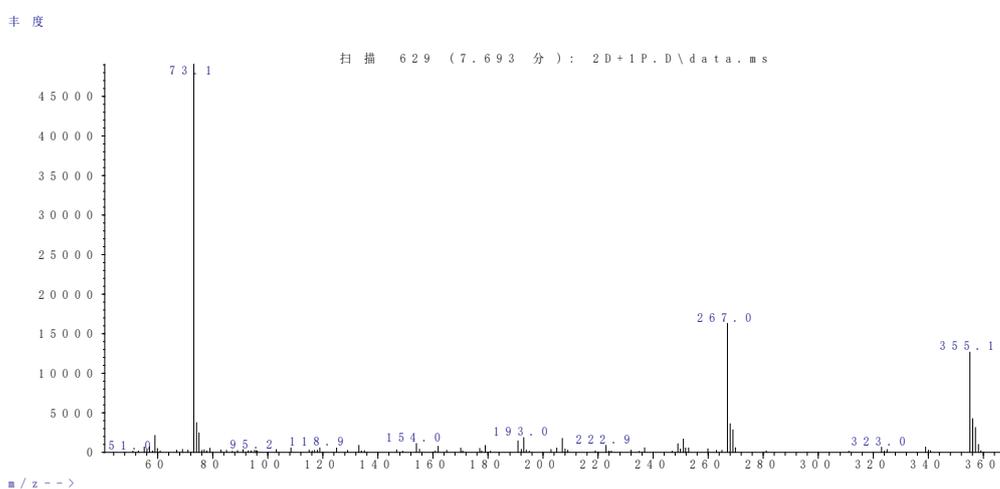


图 14 平衡面霜样品中十甲基环五硅氧烷 (D5) 质谱图

### 2.3 解决的主要问题

本方法通过优化目标化合物的气相色谱和质谱检测参数，以及对不同类型样品的前处理方法进行摸索，最终建立了一套标准性的检测方法，解决的主要问题包括：

- (1) 确定了气相色谱仪和质谱仪的检测参数，包括色谱柱、升温程序、质谱参数等；
- (2) 确定了前处理方法，包括提取溶剂、提取方式的选择；
- (3) 完成了方法学的考察，包括线性范围、方法检出限和定量限、回收率和精密度、方法稳定性等；
- (4) 完成了方法的适用性试验，对市售水剂类、乳液类、膏霜类和洗发乳样品进行了检测。

## 2.4 修订标准时应列出与原标准的主要差异和水平对比

该标准属首次起草，无与原标准的主要差异和水平对比。

## 三、主要试验（或验证）情况分析、综述结论

### 3.1 试验分析

#### 3.1.1 标准曲线的配制和线性关系

标准储备溶液，1000 µg/mL：分别准确称取适量八甲基环四硅氧烷（D4）对照物质和十甲基环五硅氧烷（D5）对照物质，分别用正己烷溶解并定容至 10.0 mL，混匀。

标准工作溶液：分别取适量标准储备溶液于 10.0 mL 容量瓶中混合，用正己烷配制成浓度为 0.5 µg/mL、1.0 µg/mL、5.0 µg/mL、20.0 µg/mL、50.0 µg/mL、100.0 µg/mL 的标准工作溶液。

将处理好的标准工作液按浓度由低到高分别进样测定，线性回归结果见表2。

表 2 线性方程、线性范围、相关系数

化合物	线性范围 (µg/mL)	线性方程	相关系数( $r^2$ )
八甲基环四硅氧烷 (D4)	0.5 - 100.0	$Y=1.514X+0.826$	0.9996
十甲基环五硅氧烷 (D5)	0.5 - 100.0	$Y=1.506X+0.822$	0.9997

#### 3.1.2 检出限和定量限

向空白样品中定量添加八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）混合标准溶液，按标准征求意见稿中前处理方法处理后，考察方法的检出限和定量限。将所得谱图的信噪比大于 3 时八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）的添加量定为方法的检出限；所得谱图的信噪比大于 10 时八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）的添加量定为方法的定量限。确定八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）的方法检出限均为 4 mg/kg，定量限均为 10 mg/kg。

#### 3.1.3 回收率和精密度

平行称取四种基质（水剂、乳液、膏霜、洗发乳）空白样品各6份，每份约0.5 g，共三组，分别定量加入八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）混合标准溶液，添加水平分别为10 mg/kg、200 mg/kg、1000 mg/kg，按试样处理方法处理后进行测定，考察空白加标回收率及相对标准偏差。按试样处理方法处理后进行测定，结果见表3。从表中可看出，不同浓度下的平均加标回收率95.8~104.4%，相对标准偏差为1.25~3.80% ( $n=6$ )。

表3 样品加标回收率测定结果 (n=6)

化妆品 基质	化 合 物	添加浓度 10 mg/kg			添加浓度 200 mg/kg			添加浓度 1000 mg/kg		
		回收率 (%)	平均 回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	RSD (%)
水剂	D4	98.3	97.9	2.17	100.0	97.7	2.87	103.5	98.5	3.04
		96.5			93.5			98.0		
		96.7			99.3			94.9		
		97.5			94.9			97.2		
		102.0			100.0			100.3		
		96.5			98.6			97.2		
	D5	99.3	97.8	1.48	96.7	98.2	2.25	102.0	97.9	2.56
		95.7			97.5			96.8		
		98.9			100.4			94.9		
		97.6			101.1			96.4		
		96.4			98.2			98.2		
		98.6			95.3			99.3		
乳液	D4	101.3	97.6	2.42	102.9	101.0	3.49	103.6	101.9	2.58
		96.5			105.8			104.8		
		97.6			102.2			104.1		
		99.0			100.7			99.5		
		96.7			95.7			98.5		
		94.4			98.6			100.9		
	D5	104.2	100.0	2.37	101.1	100.4	3.03	103.3	102.3	1.66
		99.3			105.5			104.3		
		98.4			101.1			103.3		
		101.3			98.2			101.0		
		98.9			96.7			99.7		
		97.9			99.6			102.4		
膏霜	D4	96.9	98.2	1.81	100.0	101.6	1.87	104.6	102.1	3.80
		96.2			102.2			103.6		
		96.9			98.6			104.8		
		99.3			102.9			103.6		
		99.4			103.6			94.6		
		100.6			102.2			101.2		
	D5	94.2	95.8	2.19	100.4	101.5	2.01	105.3	103.4	2.35
		92.7			103.3			103.9		
		98.2			100.4			105.5		
		95.9			99.6			104.6		
		97.8			104.7			99.2		
		96.1			100.4			101.9		
洗发乳	D4	93.9	96.7	1.81	102.1	103.4	1.52	105.7	103.6	1.86
		97.0			102.7			105.0		
		96.9			104.9			105.0		
		96.9			101.2			102.0		
		99.3			104.3			101.0		
		96.0			104.9			102.6		
	D5	103.3	104.4	1.25	100.4	103.8	2.90	104.2	102.8	2.33
		103.8			108.1			105.4		
		105.3			106.1			105.0		
		102.7			100.7			100.6		
		105.9			103.3			99.7		
		105.4			104.0			102.0		

取浓度为0.5 mg/L与50 mg/L的标准工作溶液各连续进样6次，得到峰面积，峰面积的RSD作为标准溶液的日内精密度。将浓度为0.5 mg/L与50 mg/L标准工作溶液连续三天每天连续进样6次，作为标准溶液的日间精密度。日内、日间精密度结果见表4。

表4 精密度试验结果 (n=6)

	浓度	0.5 mg/L		50 mg/L	
	化合物	D4 (峰面积)	D5 (峰面积)	D4 (峰面积)	D5 (峰面积)
第一天	1	0.791	0.782	74.56	73.78
	2	0.767	0.802	75.62	74.38
	3	0.785	0.793	75.83	73.91
	4	0.767	0.786	74.95	73.88
	5	0.776	0.812	73.86	75.62
	6	0.795	0.788	75.66	76.35
日内精密度RSD (%)		1.54	1.42	1.03	1.44
第二天	7	0.781	0.795	75.61	75.12
	8	0.773	0.801	75.45	75.38
	9	0.758	0.785	76.01	75.66
	10	0.786	0.776	75.88	74.85
	11	0.795	0.795	76.21	75.03
	12	0.754	0.788	75.35	75.45
第三天	13	0.794	0.802	76.12	76.02
	14	0.781	0.793	76.32	75.87
	15	0.813	0.799	75.95	75.34
	16	0.793	0.789	76.49	76.45
	17	0.799	0.804	76.88	75.67
	18	0.803	0.812	76.52	74.85
日间精密度RSD (%)		2.02	1.24	0.97	1.07

### 3.1.4 稳定性

取浓度为0.5 mg/L与50 mg/L的标准工作溶液，常温（25 °C）放置3d，分别于0h、2h、4h、8h、12h、24h、48h、72h进行测定，将测得峰面积代入标准曲线计算被测物质的浓度，计算浓度值的RSD 以考察被测物质在日内和三日间的稳定性。化合物的日内、日间稳定性结果见表5。

表5 稳定性试验结果

浓度 (mg/L)	化合物	放置 0h	放置 2h	放置 4h	放置 8h	放置 12h	放置 24h	日内 RSD (%)	放置 48h	放置 72h	日间 RSD (%)
0.5	D4	0.498	0.491	0.502	0.491	0.497	0.503	1.04	0.505	0.506	0.71
	D5	0.493	0.495	0.497	0.499	0.502	0.508	1.08	0.503	0.504	1.27
50	D4	49.38	49.78	49.28	49.56	49.92	49.87	0.54	49.78	49.89	0.48
	D5	49.56	49.66	49.53	49.41	49.67	49.68	0.21	49.69	49.78	0.18

### 3.1.5 实际样品测定

采用本方法对 43 批次化妆品（其中 9 批次水剂，8 批次乳液，19 批次膏霜，7 批次洗发乳）进行八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）含量的测定。结果显示，共 13 批次样品检出含 D4 和（或）D5，具体见表 6。样品典型色谱图见图 15~图 18。

表6 实际样品测定结果

序号	样品名称	基质	D4 测定结果 (mg/kg)	D5 测定结果 (mg/kg)
1	护发霜	膏霜	750	$8.01 \times 10^3$
2	温和洁面乳	膏霜	未检出	12.3
3	润发精华素	洗发乳	51.2	101
4	去屑控油洗发乳	洗发乳	31.4	16.3
5	焗油洗发露	洗发乳	225	73.2
6	平衡面霜	膏霜	18.3	22.1
7	修护乳液	乳液	210	203
8	透红霜	膏霜	120	137
9	保湿霜	膏霜	12.2	$2.52 \times 10^4$
10	BB 霜	膏霜	69.6	$3.35 \times 10^4$
11	防晒露	乳液	未检出	$1.79 \times 10^4$
12	隔离乳	乳液	109	$7.59 \times 10^4$
13	防晒霜	膏霜	167	$5.17 \times 10^4$
14	小梦熊护臀膏	膏霜	未检出	未检出
15	御泥坊洁面乳	膏霜	未检出	未检出
16	香水搓泥宝	膏霜	未检出	未检出
17	平衡洁面乳	膏霜	未检出	未检出
18	精华磨砂膏	膏霜	未检出	未检出
19	洗面奶	膏霜	未检出	未检出
20	洁面膏	膏霜	未检出	未检出
21	祛痘霜	膏霜	未检出	未检出
22	活细胞亮颜霜	膏霜	未检出	未检出
23	洁面膏	膏霜	未检出	未检出
24	祛斑润肤霜	膏霜	未检出	未检出
25	洁面乳	膏霜	未检出	未检出
26	防晒乳液	乳液	未检出	未检出
27	光感赋活精华乳	乳液	未检出	未检出
28	洁面慕斯	乳液	未检出	未检出
29	生机精粹乳	乳液	未检出	未检出
30	甄颜乳液	乳液	未检出	未检出
31	抗菌洗手液	水剂	未检出	未检出
32	柠檬护手洗洁精	水剂	未检出	未检出
33	餐具净洗洁精	水剂	未检出	未检出
34	消毒洗手液	水剂	未检出	未检出
35	洗手液	水剂	未检出	未检出
36	平衡爽肤水	水剂	未检出	未检出
37	柔肤水	水剂	未检出	未检出
38	精粹水	水剂	未检出	未检出
39	透肌水	水剂	未检出	未检出
40	丰盈香氛洗发水	洗发乳	未检出	未检出

序号	样品名称	基质	D4 测定结果 (mg/kg)	D5 测定结果 (mg/kg)
41	氨基酸修护洗发水	洗发乳	未检出	未检出
42	皇后牌洗发乳	洗发乳	未检出	未检出
43	精油洗发露	洗发乳	未检出	未检出

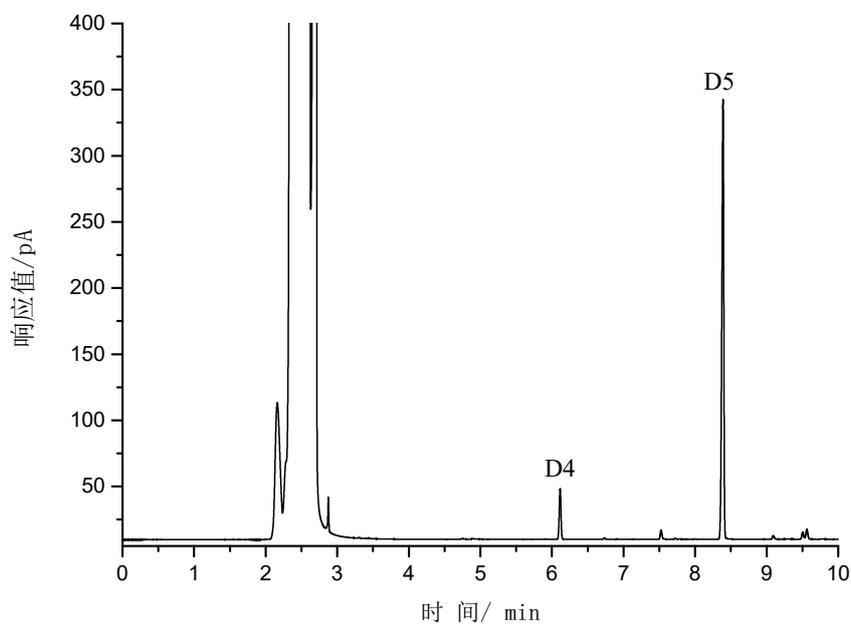


图 15 护发霜样品色谱图

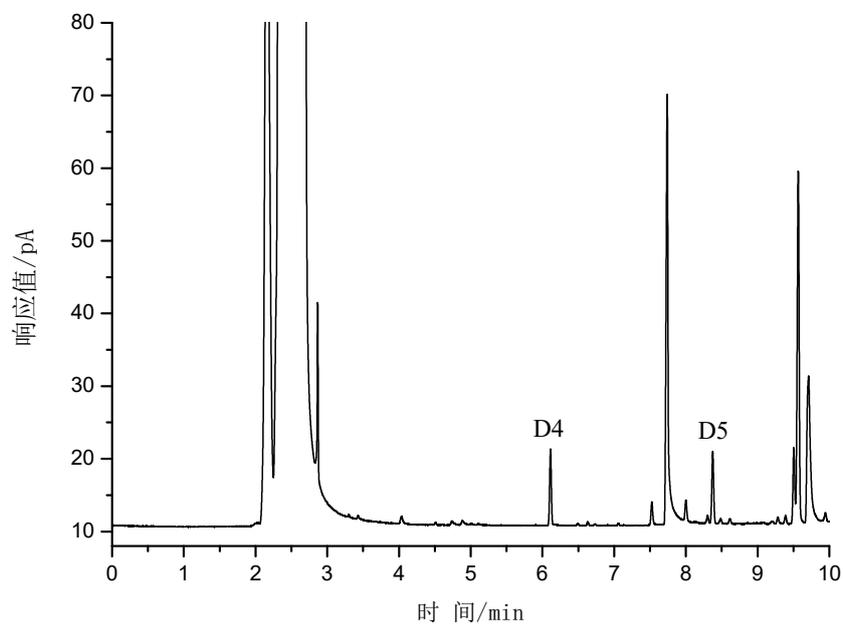


图 16 修护乳液样品色谱图

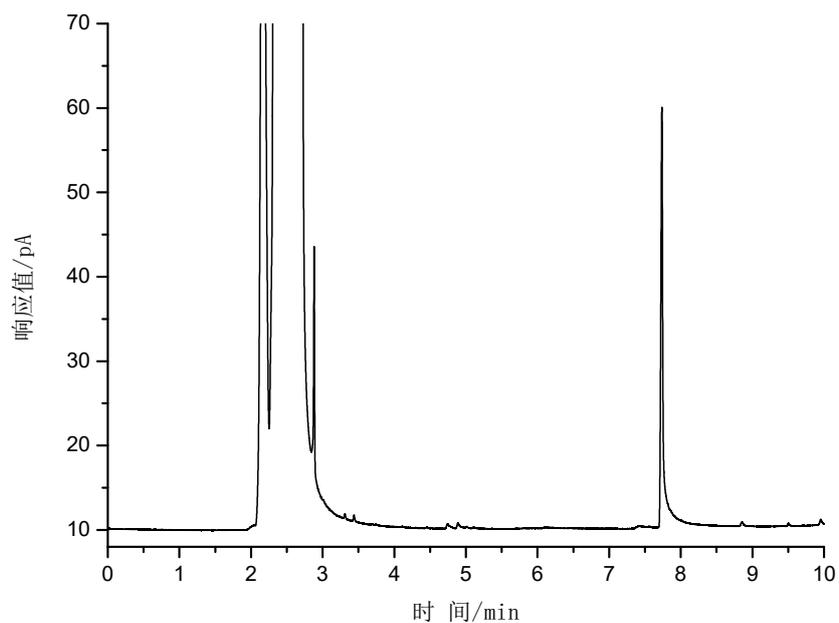


图 17 平衡爽肤水样品色谱图

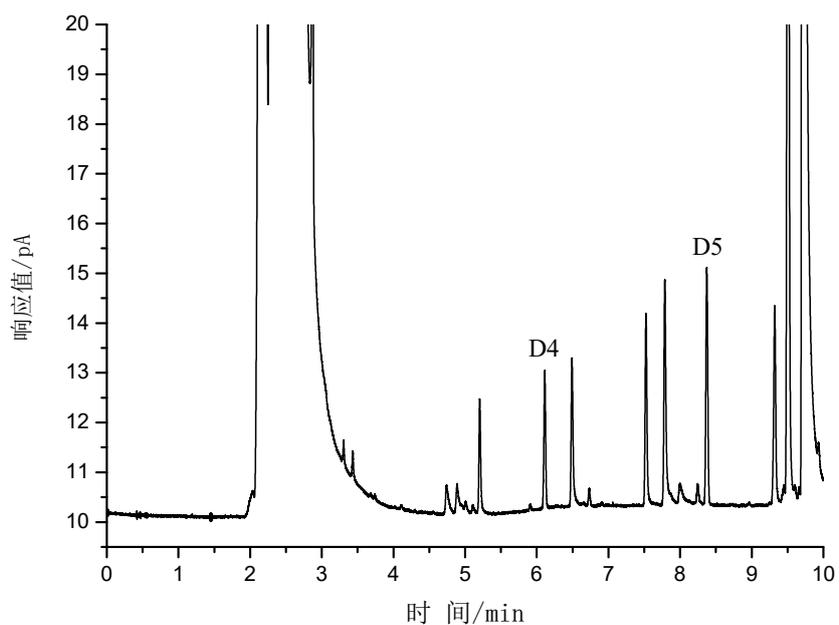


图 18 润发精华素样品色谱图

### 3.2 验证分析

本方法邀请广州市药品检验所、广东产品质量监督检验研究院、中国广州分析测试中心 3 家实验室对本标准方法的线性、检出限和定量限、方法回收率和精密度进行验证及实际样品测定。3 家验证结果表明，八甲基环四硅氧烷 (D4) 和十甲基环五硅氧烷 (D5) 在  $0.5 \sim 100 \mu\text{g/mL}$  质量浓度范围内线性关系良好。目标化合物均可达到方法给出的检出限和定量限。

3家验证单位测得八甲基环四硅氧烷（D4）和十甲基环五硅氧烷（D5）在三水平添加范围内平均加标回收率在94.2~106.0%之间，相对标准偏差在0.42~4.10%（n=6）之间，具体结果见表7。结果表明，该方法准确可靠，精密度高。

表7 验证结果汇总表（n=6）

化妆品基质	化合物	添加值 (mg/kg)	单位 1		单位 2		单位 3	
			平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
水剂	D4	10	100.6	1.2	97.0	3.34	102.7	1.01
		200	98.3	1.7	102.0	1.68	101.0	2.02
		1000	99.2	0.8	100.9	2.22	105.8	1.59
	D5	10	99.5	0.7	96.6	2.99	103.9	0.42
		200	99.3	2.0	102.4	1.66	100.4	2.23
		1000	99.2	1.1	101.2	2.24	106.0	1.62
乳液	D4	10	99.6	0.8	96.2	3.52	97.7	1.06
		200	97.5	1.1	95.9	3.43	105.4	1.00
		1000	102.9	1.9	94.2	1.70	104.6	2.60
	D5	10	100.4	3.2	98.2	3.91	103.9	0.42
		200	97.3	1.1	96.8	1.85	105.5	1.22
		1000	100.6	1.6	95.2	3.75	104.9	2.67
膏霜	D4	10	100.3	0.8	97.0	4.10	99.9	1.83
		200	98.8	0.8	100.0	2.79	102.9	2.06
		1000	102.6	1.5	98.2	1.99	102.4	3.24
	D5	10	99.7	1.0	98.7	3.39	102.1	1.86
		200	98.8	0.6	97.8	3.17	102.4	2.19
		1000	101.9	1.5	96.1	2.67	102.3	2.89
洗发乳	D4	10	100.2	0.8	98.2	2.68	104.5	1.46
		200	97.1	1.4	95.0	2.51	104.0	2.27
		1000	101.8	1.9	97.8	3.45	103.1	2.57
	D5	10	100.5	1.4	97.1	4.00	104.2	1.64
		200	98.6	2.0	97.0	1.94	103.6	2.33
		1000	101.8	2.3	96.0	2.72	103.1	2.53

#### 四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

#### 五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况

本标准的制订，可为广大化妆品行业的检测机构和企业用户提供一种快捷简便、准确高效的测定方法；对于保证化妆品质量，保障消费者的身心健康，以及完善化妆品检

验标准体系，都具有重要意义。通过制订该标准，可以更好地为行业、企业服务，有利于产业结构调整 and 升级。

2020年11月20日芬兰通报了因产品含有八甲基环四硅氧烷而拒绝进口该润肤/护发油的事件。本标准的制定可以提升日化行业的质量安全和风险控制能力，避免同类事件发生，保障相关化妆品生产企业健康有序发展，具有明显的社会效益，同时创造一定的经济效益。

## 六、与国际、国外对比情况

本标准制定过程中未查到同类国际、国外标准。

本标准没有采用国际标准。

本标准水平为国内先进水平。

## 七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

## 八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

## 九、标准性质的建议说明

建议本标准的性质为推荐性国家标准。

## 十、贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准批准发布6个月后实施。

为了贯彻实施本国家标准，待标准批准发布后，建议组织相关生产、检验等相关单位进行宣贯培训工作。

## 十一、废止现行相关标准的建议

无。

## 十二、其他应予说明的事项

无。

国家标准编制工作小组

2020年12月