《化妆品中烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐含量的测定　高效液相色谱串联质谱法》 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 标准研制背景.....2
2.3 标准的技术路线和确定依据.....3
2.3.1 主要技术路线.....3
2.3.2 化合物信息.....4
2.3.3 仪器参数的选择与优化.....5
2.3.4 前处理条件的选择与优化.....9
2.4 解决的主要问题.....9
2.5 修订标准时应列出与原标准的主要差异和水平对比.....10
三、主要试验（或验证）情况分析、综述结论.....10
3.1 试验分析.....10
3.1.1 方法特异性.....10
3.1.2 线性关系.....13
3.1.3 检出限和定量限.....14
3.1.4 回收率和精密度.....14
3.1.5 精密度.....16
3.1.6 稳定性.....18
3.1.7 实际样品检测情况.....19
3.2 验证分析.....21
3.2.1 测试样品.....21
3.2.2 验证结果.....21
四、标准中涉及专利的情况.....23
五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况.....23

六、与国际、国外对比情况.....24
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.....24
八、重大分歧意见的处理经过和依据.....24
九、标准性质的建议说明.....24
十、贯彻标准的要求和措施建议.....24
十一、废止现行相关标准的建议.....24
十二、其他应予说明的事项.....24

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）进行制订，项目名称为“化妆品中烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐含量的测定 高效液相色谱串联质谱法”，项目编号为20194290-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1月-5月，成立标准制定工作组，初步设计实验方案。根据国标委发[2019]40号通知以及项目归口管理方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，项目承担单位组成标准编制工作小组，查询、收集、研究、分析国内外标准及相关资料，并结合实验室的条件、化妆品基质特性、烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的理化性质，初步设计了实验方案。

2020年6月-2020年12月，开展实验研究，形成征求意见稿。根据初步设计的实验方案，优化确定色谱分离条件和质谱检测条件，优化确定水剂类、乳液类、膏霜类、发用淋洗类化妆品的提取、净化条件，考察方法的灵敏度、准确性、线性范围和适用性，编制标准草案和编制说明初稿。在组织 3 家有资质检测机构对方法进行验证后，对标准草案和编制说明进一步修改，形成征求意见稿。将征求意见稿提交化妆品检验方法工作组（SAC/TC374/WG14）审核，并根据审核意见进一步修改完善，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，同时参考了原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 标准研制背景

烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐是一类季铵盐类阳离子表面活性剂，具有广谱抗菌活性，在化妆品中常作为防腐剂使用。此外，该类化合物具有良好的吸附性，对物质较强的吸附作用能在物质表面聚集一层膜，从而具有柔软、抗静电、乳化、分散、增溶等功能，因此常作为调理剂广泛用于个人护理用品中，尤其在洗发护发用品中使用较多。然而，季铵盐类化合物对眼睛、皮肤、呼吸道存在一定的刺激性，可能引发人类视力减退、皮肤过敏、哮喘等症状，对人类健康具有潜在威胁。

对于化妆品中烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的使用，欧盟化妆品法规(EC) No 1223/2009 中规定，烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯（溴）化铵为化妆品中准用防腐剂，其最大允许使用浓度为 0.1%（总量），并列明使用成分为十二烷基三甲基氯（溴）化铵、十六烷基三甲基氯（溴）铵、十八烷基三甲基氯（溴）化铵和二十二烷基三甲基氯化铵；我国《化妆品安全技术规范》（2015 年版）也规定了烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵溴化物或氯化物作为准用防腐剂时，在化妆品中的最大允许使用浓度总量不得超过 0.1%，同时还规定，烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵氯化物作为限用组分时，在驻留类产品中的最大允许使用浓度为 0.25%，对于淋洗类产品则规定：十六、十八烷基三甲基氯化铵的最大允许使用浓度为 2.5%（以单一或其和计），二十二烷基三甲基氯化铵的最大允许使用浓度为 5.0%（以单一或与十六烷基三甲基氯化铵和十八烷基三甲基氯化铵的合计），且十六、十八烷基三甲基氯化铵烷基三甲基氯化铵个体浓度之和不超过 2.5%。虽然《化妆品安全技术规范》（2015 年版）中未完整列明具体化合物，但我国《已使用化妆品原料名称目录》（2015 年版）（以下简称“目录”）中覆盖的烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵溴化物或氯化物除了 (EC) No 1223/2009 中涉及的 7 种外（目录中名称分别为：月桂基三甲基氯（溴）化铵、西曲氯（溴）铵、硬脂基三甲基氯（溴）化铵、山嵛基三甲基氯化铵），还有十四烷基三甲基溴化铵

（目录中名称为：肉豆蔻基三甲基溴化铵）。此外，十六烷基三甲基铵甲基硫酸盐、十八烷基三甲基铵甲基硫酸盐、二十二烷基三甲基铵甲基硫酸盐也在目录中（目录中名称分别为：西曲铵甲基硫酸盐、硬酯基三甲基铵甲基硫酸盐、山嵛基三甲基铵甲基硫酸盐）。进一步对实际化妆品样品的标签进行调研，结果显示，样品标签上涉及的烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐主要有西曲氯（溴）铵、硬脂基三甲基氯化铵、山嵛基三甲基氯化铵、月桂基三甲基氯（溴）化铵、硬脂基三甲基溴化铵、山嵛基三甲基铵甲基硫酸盐。基于以上调研结果，本项目选取五类烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐（十二烷基三甲基铵盐、十四烷基三甲基铵盐、十六烷基三甲基铵盐、十八烷基三甲基铵盐、二十二烷基三甲基铵盐）作为研究对象建立检测方法。

关于烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的检测，目前文献报道的方法主要有高效液相色谱法、气相色谱/质谱法、液相色谱/串联质谱法，主要涉及食品、化妆品、消毒产品及环境领域的相关检测。由于烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的化学结构中无发色基团，在紫外检测器中通常只检测到末端吸收，而化妆品样品基质较为复杂，因此采用高效液相色谱法测定化妆品中烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐时，易出现杂质干扰，难于准确定性和定量；采用气相色谱/质谱法分析时，烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐类物质易在进样口分解，方法的稳定性和准确性难于把握；液相色谱/串联质谱法具有特异性强、灵敏度高等特点，适用于化妆品中烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐类物质的分析。

目前欧盟和我国均有化妆品中烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的使用限量要求，但尚无配套的检测方法标准，因此，有必要建立化妆品中烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的检测方法标准，为相关化妆品质量安全监管和产品质量控制提供技术支持。

2.3 标准的技术路线和确定依据

2.3.1 主要技术路线

主要技术路线图见图 1。

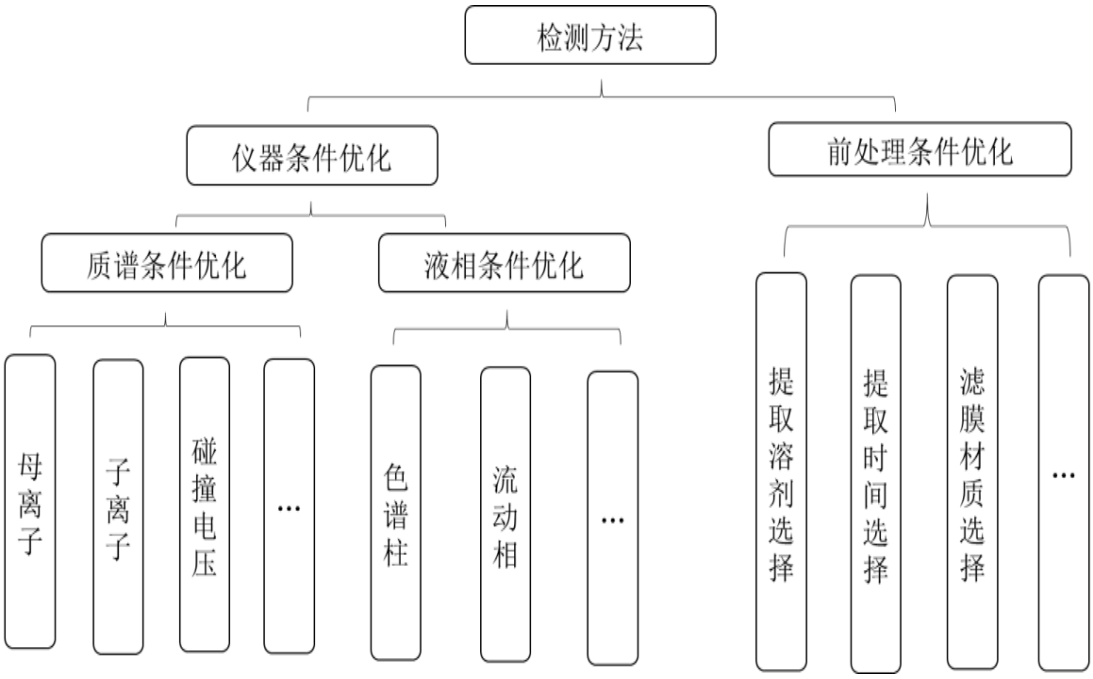
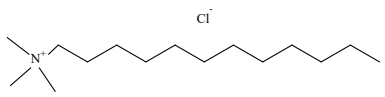
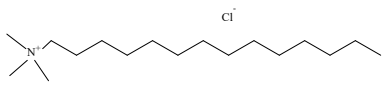
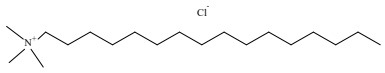
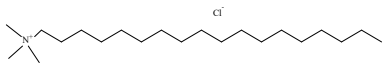
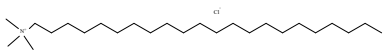


图 1　主要技术路线图

2.3.2 化合物信息

本项目选择五种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵用于建立检测方法，相关化合物信息见表 1。

表 1 五种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵化合物信息

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	结构式	相对分子质量
1	十二烷基三甲基氯化铵	Dodecyl trimethyl ammonium chloride	112-00-5	$C_{15}H_{34}ClN$		263.89
2	十四烷基三甲基氯化铵	Tetradecyl trimethyl ammonium chloride	4574-04-3	$C_{17}H_{38}ClN$		291.94
3	十六烷基三甲基氯化铵	Hexadecyl trimethyl ammonium chloride	112-02-7	$C_{19}H_{42}ClN$		320.00
4	十八烷基三甲基氯化铵	Octadecy trimethyl ammonium chloride	112-03-8	$C_{21}H_{46}ClN$		348.05
5	二十二烷基三甲基氯化铵	Docosyl trimethyl ammonium chloride	17301-53-0	$C_{25}H_{54}ClN$		404.16

2.3.3 仪器参数的选择与优化

2.3.3.1 质谱参数的优化

烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐在溶液中主要以烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵根阳离子形式存在，容易得到$[M-X]^+$分子离子峰，更适合在电喷雾离子源正离子（ESI^+）模式下检测。实验中通过注射针泵分别将 1 μg/mL 的五种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵标准溶液注入到质谱中，均可获得高响应强度的$[M-X]^+$母离子峰，通过软件分析各化合物的特征碎片离子，结果发现五种化合物的碎片离子中响应强度最大的子离子均为 m/z 57 和 60，说明五种化合物在 ESI^+模式下均易发生 α 碎裂，得到$[(CH_3)_3NH]^+$和$[(CH_3)_2\ CH_2N]^+$的子离子。分别针对两对子离子优化去簇电压、碰撞电压等质谱参数，以获得最佳响应。

2.3.3.2 离子源温度的选择

考察了 500 ℃、550 ℃、600 ℃三个离子源温度对目标物响应强度的影响。实验结果显示，随着温度的升高，所有目标物响应均呈增强趋势，离子源温度为 500 ℃时,目标物响应强度明显低于 550 ℃和 600 ℃时的强度，离子源温度设置为 550 ℃时，目标物响应强度明显较 550 ℃时强，但仍稍低于 600 ℃时强度。因此，选择 600 ℃作为本方法的离子源温度。

2.3.3.3 流动相的选择

考察了四组不同流动相（①0.1%甲酸水溶液+0.1%甲酸乙腈溶液、②10 mmol/L 乙酸铵水溶液+乙腈、③10 mmol/L 乙酸铵水溶液（含 0.1%甲酸）+乙腈、④10 mmol/L 乙酸铵水溶液（含 0.1%甲酸）+ 0.1%甲酸乙腈溶液）对目标物的峰形和强度的影响。采用 Waters BEH C18 色谱柱（100 mm×2.1 mm，1.7 μm）进行色谱分离，结果如图 2 所示。对比发现，采用流动相①、②和③时，所有目标物均拖尾，最后出峰的二十二烷基三甲基氯化铵拖尾最严重；流动相③较流动相①相比，所有化合物出峰时间提前，峰形相似，峰强度相近；流动相②较流动相①相比，所有化合物出峰时间均拖后，半峰宽变宽，拖尾更严重且峰响应强度降低；采用流动相④时，峰拖尾现象明显得到改善，5 种化合物均可获得较好峰形。对上述结果进行分析，可能的原因为：5 种化合物都具有长直碳链，在 C18 色谱柱上保留能力较强，在酸性条件下，化合物以离子态存在于溶液中，在色谱柱上的保留减弱，出峰提前；此外，烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵离子可能与固定相颗粒表面的硅醇基作用，导致目标物二次保留，引起色谱峰出现拖尾现象，而在流动相中加入具有竞争作用的乙酸铵，可有效改善二次保留引起的峰拖尾现象。

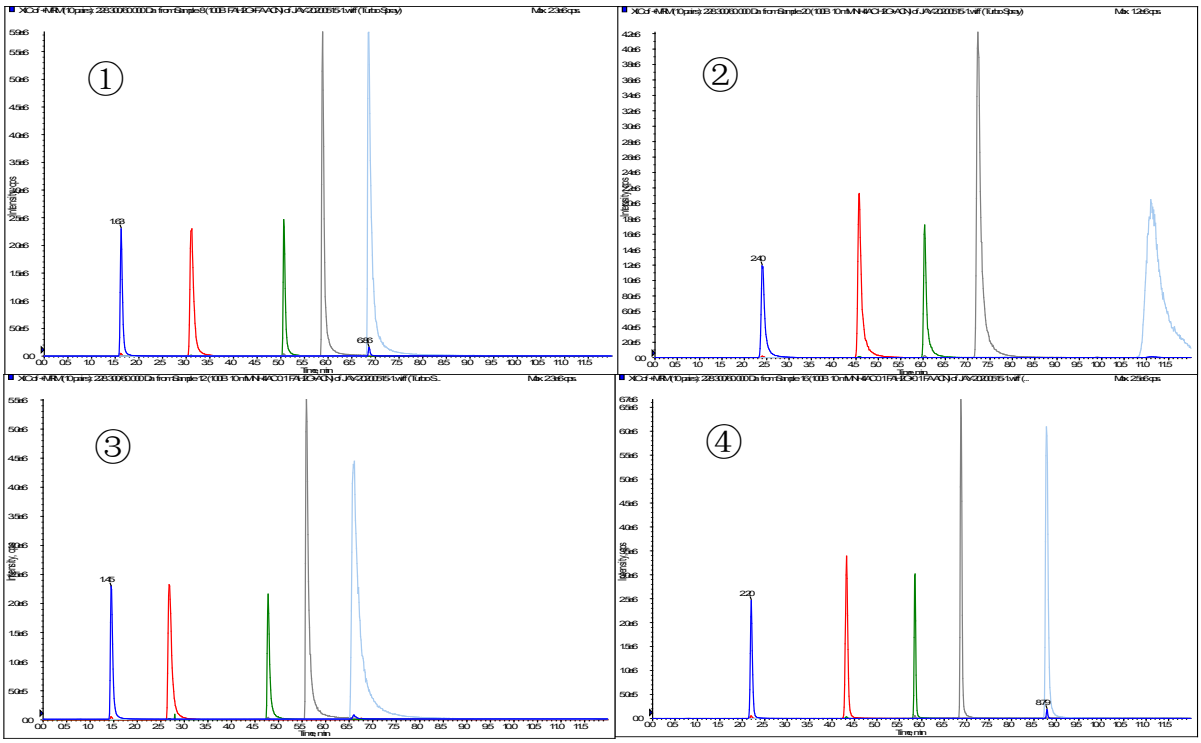


图 2　不同流动相目标物分离情况

（①0.1%甲酸水溶液+0.1%甲酸乙腈溶液、②10 mmol/L 乙酸铵水溶液+乙腈、③10 mmol/L 乙酸铵水溶液（含 0.1%甲酸）+乙腈、④10 mmol/L 乙酸铵水溶液（含 0.1%甲酸）+ 0.1%甲酸乙腈溶液）

在流动相④的基础上进一步考察比较了不同乙酸铵浓度（10 mmol/L、15 mmol/L、20 mmol/L）对目标物峰形及强度的影响。结果发现，采用以上三种不同乙酸铵浓度的溶液作为流动相时，得到色谱图基本一致，即目标物出峰时间、峰形及强度基本一致。考虑到乙酸铵浓度越高越容易在高比例有机相中结晶析出，进而可能会磨损液相柱塞杆密封垫或在质谱离子源口析出结晶，因此，本实验选取 10 mmol/L 乙酸铵水溶液（含 0.1%甲酸）+ 0.1%甲酸乙腈溶液作为流动相。

2.3.3.4 色谱柱的选择

在 3.3.3 的基础上，对比考察了 Waters BEH C18 色谱柱（100 mm×2.1 mm，1.7 μm）、Phenomenex Kinetex C18 色谱柱（100 mm×3 mm，2.6 μm）、Agilent Poroshell EC C18 色谱柱（5 mm×3 mm，2.7 μm）、Waters BEH C8 色谱柱（100 mm×2.1 mm，1.7 μm）4 种色谱柱对目标物的分离情况。结果发现，目标化合物在 4 种色谱柱上均能实现有效分离，且都能获得良好峰型。考虑到 C18 柱对化妆品基质中的杂质成分具有更好的分离效果，且 C18 柱的通用性更强，本方法选取 C18 色谱柱进行分析。

2.3.3.5 最终确定的仪器条件

2.3.3.5.1 最终确定的液相色谱条件

液相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：C_{18}柱，100 mm × 2.1 mm（内径），1.7 μm，或柱效相当者；

b) 流动相：A：10 mmol/L乙酸铵水溶液（含0.1%甲酸），B：0.1%甲酸乙腈溶液，梯度洗脱，梯度洗脱程序见表2；

c) 柱温：30 ℃；

d) 进样体积：2 μL。

表 2 液相色谱梯度洗脱程序

时间 min	流速 mL/min	流动相A %	流动相B %
0	0.3	40	60
7	0.3	25	75
8	0.3	5	95
13	0.3	5	95
13.1	0.3	40	60
16	0.3	40	60

2.3.3.5.2 最终确定的质谱条件

质谱参考条件如下：

a) 电离方式：电喷雾电离，正离子模式；

b) 喷雾电压：5 000 V；

c) 干燥气压力：0.45 MPa；

d) 气帘气压力：0.21 MPa；

e) 碰撞气压力：0.06 MPa；

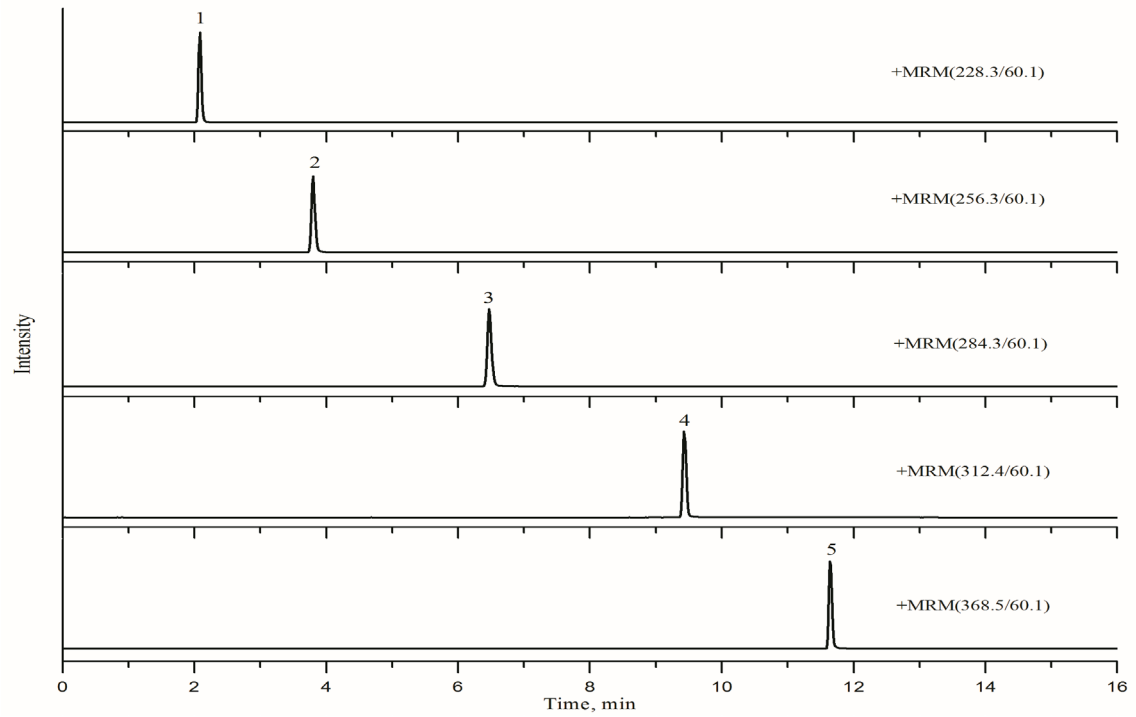
f) 离子源温度：600 ℃；

g) 扫描模式：多反应监测（MRM）模式，五种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的质谱参数见表3。

表 3　五种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的质谱参数

序号	化合物名称	母离子 *m/z*	定性离子 *m/z*	定量离子 *m/z*	碰撞电压 V	去簇电压 V
1	十二烷基三甲基铵盐	228.3	60.1	60.1	55	80
			57.1		28	
2	十四烷基三甲基铵盐	256.3	60.1	60.1	61	80
			57.1		32	
3	十六烷基三甲基铵盐	284.3	60.1	60.1	73	80
			57.1		36	
4	十八烷基三甲基铵盐	312.4	60.1	60.1	70	80
			57.1		55	
5	二十二烷基三甲基铵盐	368.4	60.1	60.1	75	80
			57.1		65	

最终优化条件后的多反应监测色谱图如图 3 所示：



标引序号说明：

1——十二烷基三甲基铵盐；

2——十四烷基三甲基铵盐；

3——十六烷基三甲基铵盐；

4——十八烷基三甲基铵盐；

5——二十二烷基三甲基铵盐。

图 3　五种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱图

2.3.4 前处理条件的选择与优化

2.3.4.1 提取溶剂的选择

5 种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐具有亲水亲油的两亲特性，易溶于水和有机溶剂。考虑到采用水作为提取溶剂时，化妆品样品中的极性化合物会随目标物被提取出来，通过液相色谱串联质谱分析时，杂质会对目标物产生基质干扰，因此，本方法选择有机溶剂作为提取剂。对比考察了甲醇、乙腈两种有机溶剂对目标物的提取效率，结果发现，甲醇和乙腈的提取效果都很好，两种溶剂对 5 种目标物的提取回收率均在 85%以上。考虑到乙腈毒性更大且价格更高，因此本方法选取甲醇作为提取溶剂。

2.3.4.2 提取时间的选择

超声提取是实验室经常使用的样品提取方式，操作简单易实现。本方法选取了超声提取方式进行样品的前处理。对于超声提取，超声时间是影响目标物提取效率的关键因素。本试验对比考察了不同超声时间（15 min、20 min、25 min、30 min）对目标物的提取效果。结果发现，超声时间达到 20min 时，5 种目标物的提取回收率均可达到 85%以上，进一步增加超声时间对提取效果影响不大，因此本方法选取 20 min 作为超声提取时间。

2.3.4.3 滤膜材质的选择

滤膜的材质也可能影响分析准确性。本试验对比考察了尼龙和聚偏二氟乙烯（PVDF）两种材质的有机滤膜对三种基质较为复杂的化妆品样品（膏霜、洗面奶、洗发露）中目标物过滤效果的影响。结果发现，采用尼龙滤膜过滤，所考察样品基本可获得较好回收率结果；但是采用 PVDF 滤膜过滤时，部分样品的回收率结果不佳，不能满足分析方法要求。综上，本方法选取尼龙材质的滤膜用于过滤样液。

2.3.4.4 最终确定的前处理方法

称取试样约 0.25 g（精确至 0.001 g）于 25 mL 具塞比色管中，加入约 20 mL 甲醇，涡旋 30 s，超声提取 20 min，静置冷却至室温，用甲醇定容至刻度，混匀。取此样液 1 mL，用甲醇稀释至 10 mL，混匀，经 0.22 μm 有机滤膜过滤，滤液供高效液相色谱串联质谱仪测定。

2.4 解决的主要问题

本研究通过文献调研，确定检测化合物类别为十二烷基三甲基铵盐、十四烷基三甲基铵盐、十六烷基三甲基铵盐、十八烷基三甲基铵盐、二十二烷基三甲基铵盐 5 种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐，并采用其氯化物作为标准物质，优化液相色谱分离条件和三重

四极杆质谱检测条件，同时对样品的前处理方法进行了探索，最终建立了一套标准化的检测方法，解决的主要问题包括：

（1）优化了高效液相色谱串联质谱仪的检测参数，包括色谱柱、洗脱梯度、流动相、离子源参数、质谱参数等；

（2）确定了前处理方法，包括提取溶剂、提取时间及滤膜材质的选择；

（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、乳液、膏霜、发用产品等化妆品样品进行了检测。

2.5 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 方法特异性

10.0 μg/L 混合标准工作溶液色谱图、四种空白基质（水剂、乳液、膏霜、洗发露）样液色谱图、四种空白基质加标样液（10.0 μg/L）色谱图分别见图 4~图 12。从图中可以看出，在优化色谱条件下，四种空白基质均未对目标峰产生干扰。

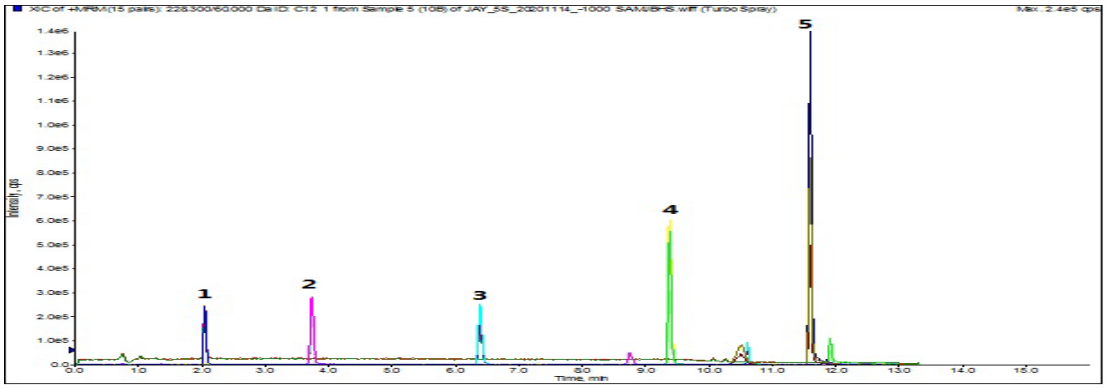


图 4　10.0 μg/L 混合标准工作溶液色谱图

（1——十二烷基三甲基氯化铵，2——十四烷基三甲基氯化铵，3——十六烷基三甲基氯化铵，4——十八烷基三甲基氯化铵，5——二十二烷基三甲基氯化铵）

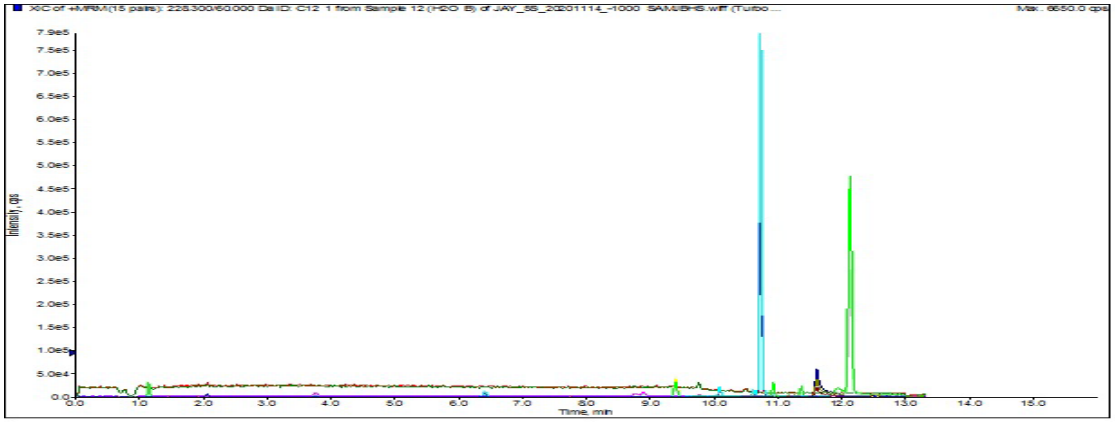


图 5　空白基质（水剂）样液色谱图

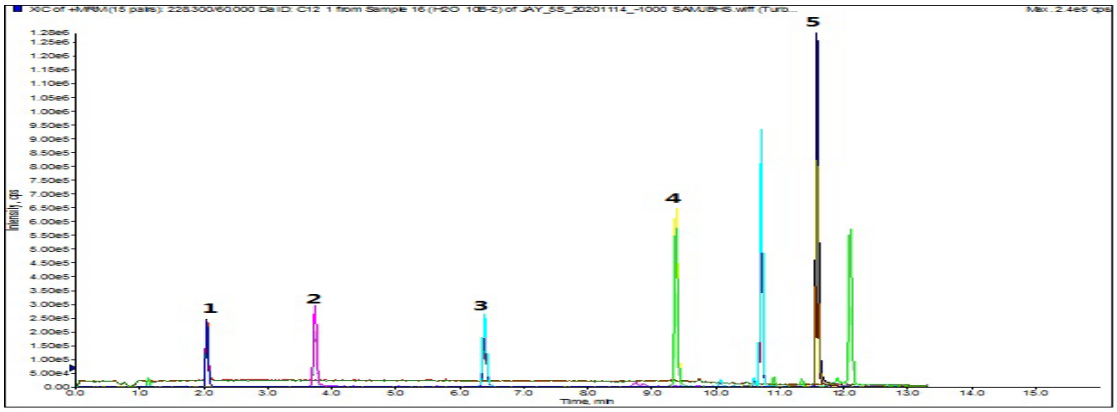


图 6　空白基质（水剂）加标样液（10.0 μg/L）色谱图

（1——十二烷基三甲基氯化铵，2——十四烷基三甲基氯化铵，3——十六烷基三甲基氯化铵，4——十八烷基三甲基氯化铵，5——二十二烷基三甲基氯化铵）

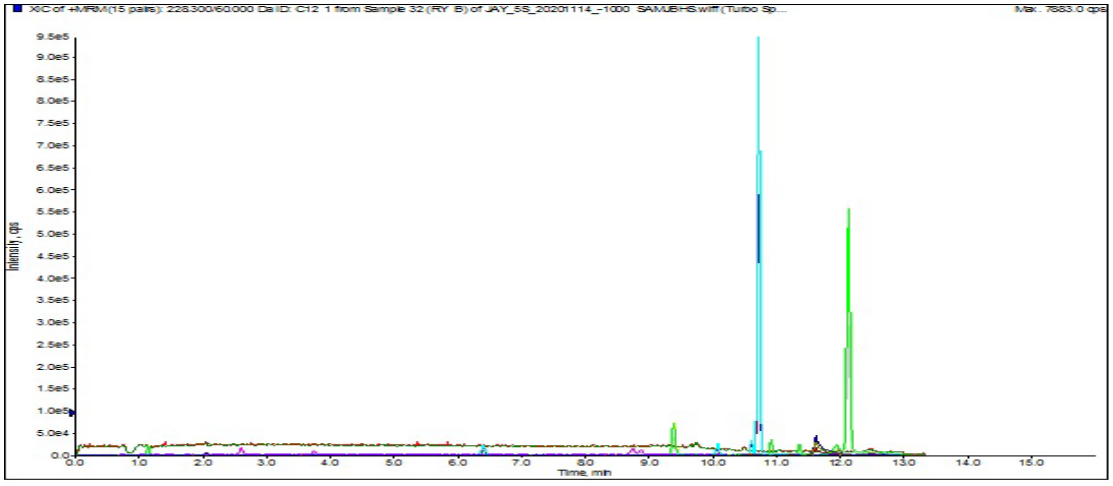


图 7　空白基质（乳液）样液色谱图

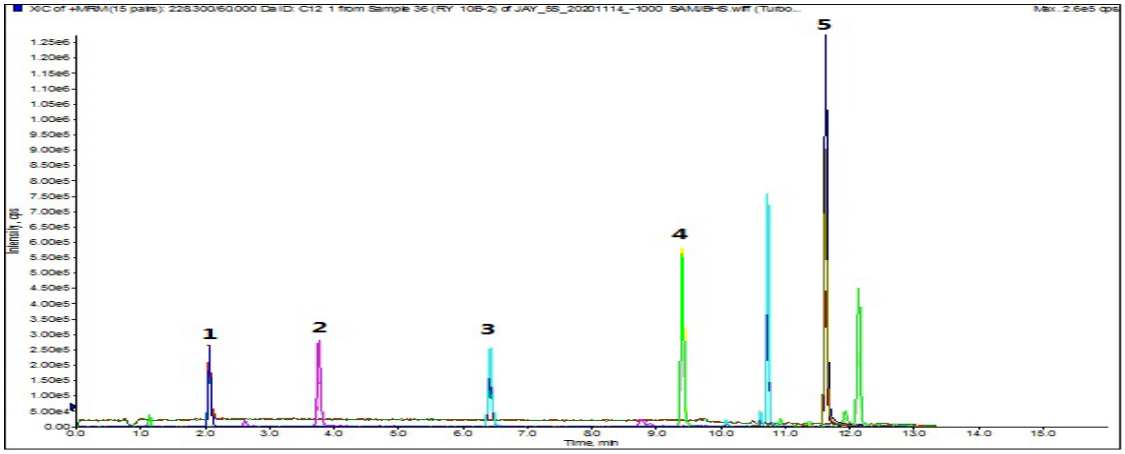


图 8　空白基质（乳液）加标样液（10.0 μg/L）色谱图

（1——十二烷基三甲基氯化铵，2——十四烷基三甲基氯化铵，3——十六烷基三甲基氯化铵，4——十八烷基三甲基氯化铵，5——二十二烷基三甲基氯化铵）

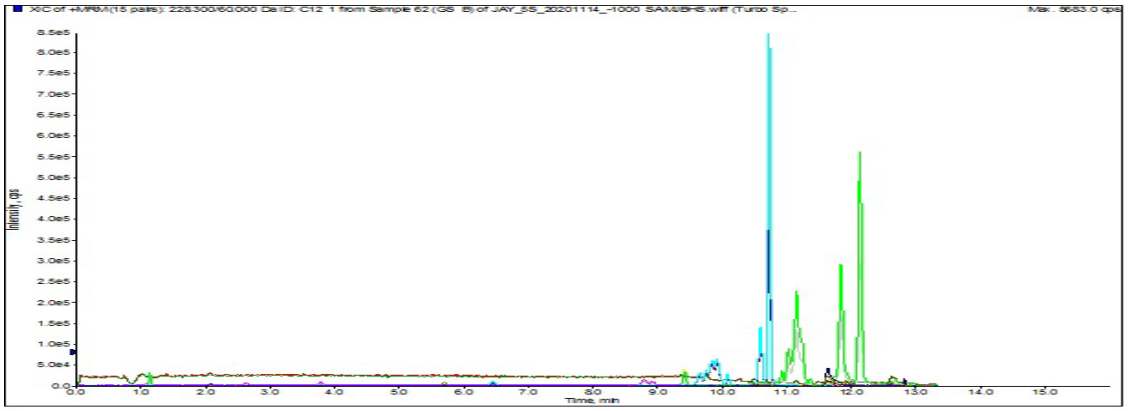


图 9　空白基质（膏霜）样液色谱图

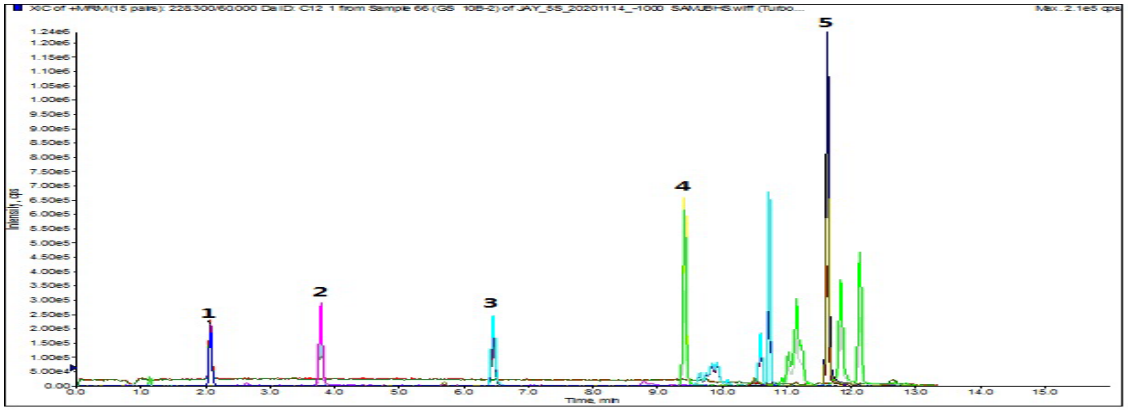


图 10　空白基质（膏霜）加标样液（10.0 μg/L）色谱图

（1——十二烷基三甲基氯化铵，2——十四烷基三甲基氯化铵，3——十六烷基三甲基氯化铵，　4——十八烷基三甲基氯化铵，5——二十二烷基三甲基氯化铵）

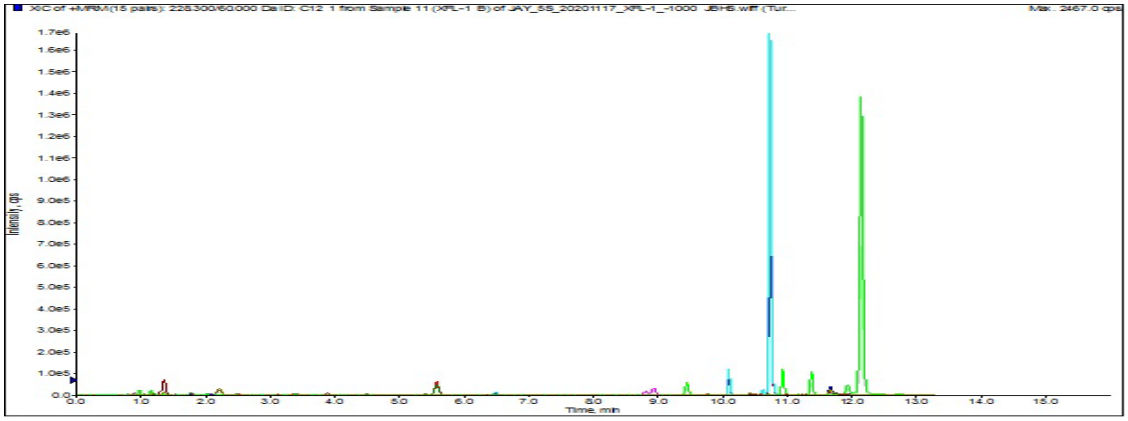


图 11　空白基质（洗发露）样液色谱图

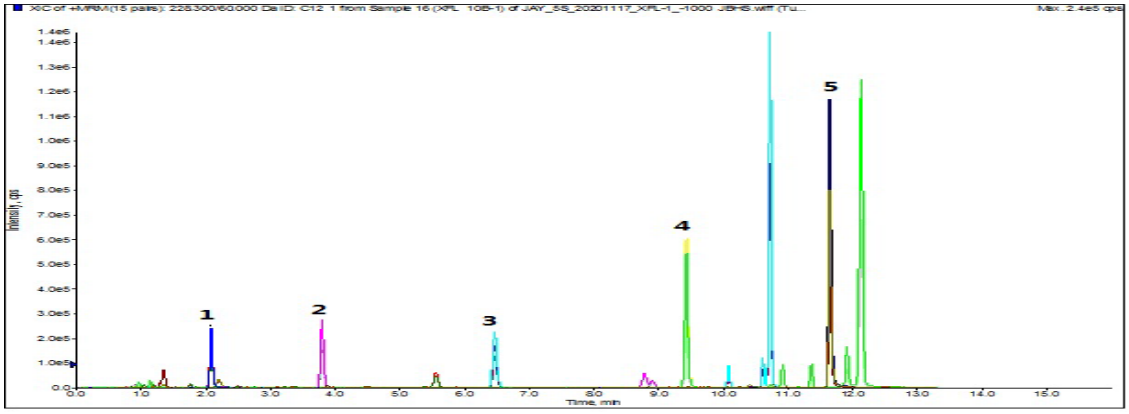


图 12　空白基质（洗发露）加标样液（10.0 μg/L）色谱图

（1——十二烷基三甲基氯化铵，2——十四烷基三甲基氯化铵，3——十六烷基三甲基氯化铵，4——十八烷基三甲基氯化铵，5——二十二烷基三甲基氯化铵）

3.1.2　线性关系

在优化的色谱和质谱条件下，将质量浓度为 10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L、80.0 μg/L、100.0 μg/L 的系列混合标准工作溶液由低到高进行测定，以混合标准工作溶液的质量浓度为横坐标，以各目标物的定量离子对色谱峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，得到线性回归方程和相关系数。结果如表 4 所示，所有目标物在质量浓度为 10.0 μg/L~100.0 μg/L 范围内呈现良好的线性，相关系数均大于 0.9990。

表 4　五种化合物的线性方程和相关系数

化合物	线性范围（μg /L）	线性方程	相关系数 (r)
十二烷基三甲基氯化铵	10.0~100.0	$Y=6.30290e^4x+7.98359e^4$	0.9996
十四烷基三甲基氯化铵	10.0~100.0	$Y=6.20821e^4x+4.86129e^4$	0.9993
十六烷基三甲基氯化铵	10.0~100.0	$Y=5.23893e^4x+5.26177e^4$	0.9992
十八烷基三甲基氯化铵	10.0~100.0	$Y=1.61657e^5x+5.31351e^5$	0.9991
二十二烷基三甲基氯化铵	10.0~100.0	$Y=2.71323e^5x+1.24607e^6$	0.9990

3.1.3　检出限和定量限

对水剂、乳液、膏霜及洗发露四种空白基质样品进行烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵的加标回收试验，添加适量的混合标准溶液，按照试样前处理方法和仪器条件进行测定，以信噪比 S/N ≥ 3 确定方法检出限，以信噪比 S/N ≥ 10 确定方法定量限，最终确定方法的检出限均为 3.00 μg/g，定量限均为 10.0 μg/g。

3.1.4　回收率和精密度

平行称取四种空白基质（水剂、乳液、膏霜、洗发露）样品各 6 份，每份约 0.25 g，共三组，分别加入适量混合标准溶液，使得添加水平分别为 10.0 μg/g、100.0 μg/g、2.50×10^4 μg/g（定量限、10 倍定量限、《化妆品安全技术规范》（2015 年版）中较高限量值），按“试样制备”处理后进行测定，结果见表 5 至表 8。从表中可以看出，四种基质在不同加标浓度下目标物的平均回收率为 89.1%~109.1%，相对标准偏差为 0.8%~4.9%。结果表明，本方法准确可靠，精密度高。

表 5　水剂基质加标回收率测定结果（*n=6*）

基质	化合物	添加浓度 (μg/g)	回收率 (%)						平均 回收率（%）	RSD（%）
水剂	十二烷基三甲基氯化铵	10.0	95.3	92.5	94.0	101.1	103.5	94.1	96.7	4.6
		100	101.9	101.9	102.8	98.1	97.9	104.3	101.2	2.6
		2.50×10^4	98.7	106.2	101.9	99.2	97.0	106.9	101.6	4.1
	十四烷基三甲基氯化铵	10.0	90.6	96.2	88.1	94.2	96.2	87.4	92.1	4.3
		100	99.2	105.7	101.8	99.9	100.4	102.4	101.6	2.3
		2.50×10^4	103.1	104.0	105.1	103.3	99.8	103.5	103.1	1.7

基质	化合物	添加浓度 (μg/g)	回收率 (%)						平均 回收率（%）	RSD（%）
	十六烷基三甲基氯化铵	10.0	93.6	99.2	96.0	96.2	90.3	90.3	94.3	3.8
		100	102.8	104.7	100.3	100.4	98.8	100.8	101.3	2.1
		2.50×10^4	102.9	105.8	104.7	102.8	100.3	104.4	103.5	1.9
	十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	92.3	100.6	93.8	96.1	88.7	89.4	93.5	4.8
		100	94.7	98.2	95.2	94.1	93.4	95.3	95.1	1.7
		2.50×10^4	99.0	102.1	100.1	95.9	99.9	102.3	99.9	2.4
	二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	87.7	94.4	87.0	88.4	88.7	89.6	89.3	3.0
		100	92.3	92.2	91.4	92.3	91.0	92.9	92.0	0.8
		2.50×10^4	100.5	101.6	100.9	95.9	100.0	100.3	99.9	2.0

表 6　乳液基质加标回收率测定结果（*n=6*）

基质	化合物	添加浓度 (μg/g)	回收率 (%)						平均 回收率（%）	RSD（%）
乳液	十二烷基三甲基氯化铵	10.0	94.8	97.4	96.1	100.0	90.2	97.3	96.0	3.5
		100	103.5	100.4	95.5	98.0	95.1	95.6	98.0	3.4
		2.50×10^4	102.8	98.0	100.1	97.9	105.0	98.8	100.4	2.8
	十四烷基三甲基氯化铵	10.0	96.3	94.9	90.7	97.4	96.8	89.4	94.2	3.6
		100	100.7	98.6	94.5	98.5	99.0	104.4	99.3	3.3
		2.50×10^4	106.9	99.7	100.9	102.6	103.1	103.3	102.7	2.4
	十六烷基三甲基氯化铵	10.0	93.0	100.6	94.1	102.7	95.2	92.0	96.3	4.5
		100	106.6	95.4	92.8	97.7	96.9	100.7	98.4	4.9
		2.50×10^4	103.2	101.7	102.9	103.3	105.2	98.4	102.5	2.2
	十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	86.1	91.3	91.7	93.7	87.7	86.5	89.5	3.5
		100	96.8	86.3	86.2	87.9	87.5	89.7	89.1	4.5
		2.50×10^4	102.9	102.6	99.0	102.0	105.6	97.4	101.6	2.9
	二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	89.9	89.2	93.3	96.1	87.6	88.4	90.7	3.6
		100	91.8	86.6	87.6	89.9	88.9	90.0	89.1	2.1
		2.50×10^4	91.7	98.3	96.2	97.5	99.0	94.7	96.2	2.8

表 7　膏霜基质加标回收率测定结果（*n=6*）

基质	化合物	添加　浓度 (μg/g)	回收率 (%)						平均 回收率（%）	RSD（%）
膏霜	十二烷基三甲基氯化铵	10.0	98.1	88.6	88.9	89.4	87.9	93.1	91.0	4.3
		100	94.6	87.7	92.4	88.9	87.6	89.5	90.1	3.1

		2.50×10^4	100.0	98.9	103.0	100.2	104.3	100.3	101.1	2.0
	十四烷基三甲基氯化铵	10.0	94.1	94.0	90.6	95.0	96.2	101.9	95.3	3.9
		100	91.2	89.7	97.6	89.0	91.0	92.2	91.8	3.4
		2.50×10^4	101.4	98.8	104.2	95.9	101.6	100.6	100.4	2.8
	十六烷基三甲基氯化铵	10.0	96.1	93.1	88.8	90.1	88.4	96.1	92.1	3.8
		100	91.0	91.9	97.3	93.5	90.5	88.4	92.1	3.3
		2.50×10^4	98.0	100.8	105.3	103.4	100.6	103.1	101.9	2.5
	十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	96.9	92.7	88.4	89.1	88.7	92.6	91.4	3.6
		100	93.5	90.1	96.5	92.3	93.6	89.3	92.6	2.8
		2.50×10^4	101.3	99.9	103.0	100.2	99.9	102.0	101.0	1.3
	二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	95.2	97.0	97.5	90.1	90.1	88.4	93.0	4.3
		100	87.3	89.0	91.5	93.0	88.2	96.7	91.0	3.9
		2.50×10^4	97.3	94.4	100.2	97.2	95.8	99.1	97.3	2.2

表 8　洗发露基质加标回收率测定结果（*n=6*）

基质	化合物	添加　浓度 (μg/g)	回收率 (%)						平均 回收率（%）	RSD（%）
洗发露	十二烷基三甲基氯化铵	10.0	95.0	103.5	103.6	98.8	100.9	94.9	99.4	3.9
		100	96.4	102.7	96.7	100.2	97.6	98.0	98.6	2.5
		2.50×10^4	103.3	110.6	107.9	108.4	101.8	109.5	106.9	3.3
	十四烷基三甲基氯化铵	10.0	96.7	101.0	106.1	106.5	100.5	99.0	101.6	3.9
		100	99.7	101.3	100.5	98.9	100.5	99.8	100.1	0.8
		2.50×10^4	102.8	109.3	105.7	111.7	101.8	110.1	106.9	3.8
	十六烷基三甲基氯化铵	10.0	100.8	108.8	112.5	103.1	109.8	102.6	106.3	4.4
		100	97.7	108.4	100.4	98.7	97.9	96.9	100.0	4.3
		2.50×10^4	108.0	111.9	111.5	106.6	104.9	111.5	109.1	2.7
	十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	99.0	104.2	111.4	102.8	101.9	103.9	103.8	4.0
		100	97.5	102.8	98.5	91.7	94.8	96.6	97.0	3.8
		2.50×10^4	99.2	109.0	108.6	110.9	101.4	107.4	106.1	4.4
	二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	99.0	103.4	101.2	101.7	102.6	101.9	101.6	1.5
		100	99.3	98.0	92.1	97.6	93.6	99.8	96.8	3.3
		2.50×10^4	104.1	105.5	108.8	107.7	101.4	104.6	105.4	2.5

3.1.5 精密度

3.1.5.1 日内精密度

选取混合标准溶液 10.0 μg/L、100.0 μg/L 作为低、高两个浓度水平，于同一日内连续测定 6 次，记录各目标物定量离子对峰面积，并计算其相对标准偏差（RSD）。如表 9

所示，同一日内，所有目标物定量离子对峰面积相对标准偏差均小于 3.3%，表明该方法测定烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵日内精密度高。

表 9　日内精密度（*n*=6）

化合物	浓度 (μg/L)	峰面积						平均峰面积	RSD（%）
		1	2	3	4	5	6		
十二烷基三甲基氯化铵	10.0	7.66E+05	7.78E+05	7.91E+05	8.05E+05	7.85E+05	7.90E+05	7.86E+05	1.7
	100	7.47E+06	7.66E+06	7.29E+06	7.22E+06	7.33E+06	7.39E+06	7.39E+06	2.1
十四烷基三甲基氯化铵	10.0	7.64E+05	7.67E+05	7.28E+05	7.29E+05	7.47E+05	7.26E+05	7.44E+05	2.5
	100	7.53E+06	7.60E+06	7.22E+06	7.01E+06	7.36E+06	7.08E+06	7.30E+06	3.3
十六烷基三甲基氯化铵	10.0	6.61E+05	6.49E+05	6.25E+05	6.42E+05	6.57E+05	6.72E+05	6.51E+05	2.5
	100	6.48E+06	6.33E+06	6.31E+06	6.31E+06	6.07E+06	6.17E+06	6.28E+06	2.3
十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	2.31E+06	2.27E+06	2.30E+06	2.23E+06	2.26E+06	2.26E+06	2.27E+06	1.3
	100	1.91E+07	1.89E+07	1.86E+07	1.86E+07	1.85E+07	1.88E+07	1.88E+07	1.2
二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	4.66E+06	4.82E+06	4.49E+06	4.47E+06	4.52E+06	4.57E+06	4.59E+06	2.9
	100	2.99E+07	2.97E+07	2.93E+07	2.93E+07	2.98E+07	2.92E+07	2.95E+07	1.0

3.1.5.2 日间精密度

选取混合标准溶液 10.0 μg/L、100.0 μg/L 作为低、高两个浓度水平，连续 3 日测定，同日内连续测定 6 次，记录每日各目标物定量离子对峰面积平均值，并计算其相对标准偏差（RSD）。如表 10 所示，连续 3 日内，所有目标物定量离子对峰面积相对标准偏差均小于 5.4%，表明该方法测定烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵日间精密度高。

表 10　日间精密度（*n*=6）

化合物	浓度 (μg/L)	峰面积			平均峰面积	RSD（%）
		1 d	2 d	3 d		
十二烷基三甲基氯化铵	10.0	7.86E+05	7.49E+05	7.32E+05	7.55E+05	3.7
	100	7.39E+06	7.16E+06	7.09E+06	7.21E+06	2.2
十四烷基三甲基氯化铵	10.0	7.44E+05	7.38E+05	7.09E+05	7.30E+05	2.6
	100	7.30E+06	7.07E+06	7.03E+06	7.14E+06	2.0
十六烷基三甲基氯化铵	10.0	6.51E+05	6.29E+05	6.00E+05	6.27E+05	4.1
	100	6.28E+06	6.14E+06	5.86E+06	6.09E+06	3.5
十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	2.27E+06	2.21E+06	2.12E+06	2.20E+06	3.5
	100	1.88E+07	1.86E+07	1.77E+07	1.83E+07	3.2
二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	4.59E+06	4.53E+06	4.15E+06	4.42E+06	5.4
	100	2.95E+07	2.93E+07	2.79E+07	2.89E+07	3.0

3.1.6 稳定性

3.1.6.1 日内稳定性

选取混合标准溶液10.0 μg/L、100.0 μg/L作为低、高两个浓度水平，常温（25 ℃）放置1 d，分别于第0 h、6 h、12 h、24 h进行测定，标准曲线法定量。结果如表11所示，对于低、高两浓度水平，所有目标物常温放置24 h内，测得浓度相对标准偏差小于5.6%，表明烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵日内稳定性良好

表11　低、高浓度混合标准溶液日内稳定性结果

化合物	浓度 (μg/L)	实测浓度（μg/L）				平均浓度 (μg/L)	RSD（%）
		0 h	6 h	12 h	24 h		
十二烷基三甲基氯化铵	10.0	9.6	10.1	9.9	10.0	9.9	2.2
	100	100.0	100.9	98.0	99.2	99.5	1.3
十四烷基三甲基氯化铵	10.0	11.0	11.4	11.1	10.0	10.9	5.6
	100	99.9	98.6	102.1	98.8	99.9	1.6
十六烷基三甲基氯化铵	10.0	10.4	10.0	9.9	10.2	10.1	2.2
	100	98.0	95.3	96.8	97.9	97.0	1.3
十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	10.2	9.3	9.5	10.3	9.8	5.3
	100	93.9	90.4	92.7	94.2	92.8	1.8
二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	9.4	9.5	9.1	9.0	9.3	2.5
	100	91.1	87.8	91.1	90.2	90.0	1.7

3.1.6.2 日间稳定性

选取混合标准溶液10.0 μg/L、100.0 μg/L低、高两个浓度水平，常温（25 ℃）放置0 d、1 d、2 d、3 d，分别于第0 d、1 d、2 d、3 d测定混合标准溶液中目标物浓度，标准曲线法定量。结果如表12所示，对于低、高两浓度水平，所有目标物常温放置3 d，测得浓度相对标准偏差小于6.8%，表明烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵日间稳定性良好。

表 12　低、高浓度混合标准溶液日间稳定性结果

化合物	浓度 (μg/L)	实测浓度（μg/L）				平均浓度 (μg/L)	RSD（%）
		0 d	1 d	2 d	3 d		
十二烷基三甲基氯化铵	10.0	9.6	10.0	10.0	9.8	9.8	1.9
	100	100.0	99.2	103.7	103.5	101.6	2.3
十四烷基三甲基氯化铵	10.0	11.0	10.0	10.6	10.3	10.5	4.0
	100	99.9	98.8	106.1	97.7	100.6	3.8
十六烷基三甲基氯	10.0	10.4	10.2	11.0	10.4	10.5	3.3

化合物	浓度（μg/L）	实测浓度（μg/L）				平均浓度（μg/L）	RSD（%）
化铵	100	98.0	97.9	105.1	98.0	99.8	3.6
十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	10.2	10.3	10.6	9.3	10.1	5.4
	100	93.9	94.2	98.3	95.1	95.4	2.1
二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	9.4	9.0	10.5	9.8	9.7	6.8
	100	91.1	90.2	92.8	91.7	91.5	1.2

3.1.7 实际样品检测情况

收集水剂、乳液、膏霜、面膜、洗面奶、洗发乳等类型化妆品样品 85 批次，采用本方法进行烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的测定。结果显示，65 批次标签成分表中未标注烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的样品，结果均未检出烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐；另有 20 批次标签成分表中标注有某种或某几种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐的样品，结果均有检出，检出成分中除标签标注的烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐外，还检出其他某一种或几种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐，具体结果见表 13。对测定结果进行进一步分析，通过与第 20 批次样品（XX 洗发露）的生产企业进行沟通，确认样品中相关原料的添加情况如下：样品中添加了山嵛基三甲基氯化铵原料，添加量为 0.5%，原料纯度为 79%。采用本方法对企业提供的原料样品进行测定，结果见表 13 中第 21 号样品“XX 洗发露添加原料”。测定结果显示，原料中除含有山嵛基三甲基氯化铵（二十二烷基三甲基氯化铵）外，还含有其他 4 种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐。对测定结果进行对比分析，发现产品中的烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐含量与原料中相关成分含量呈明显对应关系。结果说明样品中检出的其他 4 种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐成分均来源于山嵛基三甲基氯化铵原料。

表 13　成分标注样品检测结果

序号	产品名称	C_{12}（μg/g）	C_{14}（μg/g）	C_{16}（μg/g）	C_{18}（μg/g）	C_{22}（μg/g）	总量（%）	标注成分
1	XX 控油修护头皮清洁膜	8.82	<10.0	**5.76×10^3**	191	**2.09×10^3**	0.80	山嵛基三甲基铵甲基硫酸盐、西曲氯铵
2	XX 酸性护理发膜	153	76.2	**2.08×10^4**	**1.13×10^4**	69.0	3.24	硬酯基三甲基氯化铵、西曲氯铵
3	XX 红石榴精油护发霜	71.2	61.7	**1.01×10^4**	224	**3.32×10^3**	1.38	西曲氯铵、西曲铵甲基硫酸盐、山嵛基三甲基氯化铵
4	XX 黑钻石精油护发霜	108	317	**1.50×10^4**	11.3	--	1.55	西曲氯铵

序号	产品名称	C_{12}（μg/g）	C_{14}（μg/g）	C_{16}（μg/g）	C_{18}（μg/g）	C_{22}（μg/g）	总量（%）	标注成分
5	XX 迷迭莱姆精油护发素	106	331	**9.73×10^3**	247	3.27×10^3	1.37	西曲氯铵、西曲铵甲基硫酸盐
6	XX 护发乳	--	--	4.13×10^3	**1.06×10^4**	15.8	1.48	硬酯基三甲基氯化铵
7	XX 苦参修护发膜	19.1	38.45	**7.38×10^3**	246	--	0.77	西曲氯铵
8	XX 去死皮啫喱	**1.37×10^4**	299	<10.0	--	--	1.40	月桂基三甲基氯化铵
9	XX 爽滑修护护发乳	21.5	30.9	**5.54×10^3**	**8.11×10^3**	**6.80×10^3**	2.05	硬酯基三甲基氯化铵、山嵛基三甲基氯化铵、西曲氯铵
10	XX 无硅油丰盈润发素	4.72	16.0	4.15×10^3	**1.43×10^4**	--	1.84	硬酯基三甲基氯化铵
11	XX 头皮净透修护按摩膏	155	39.4	33.9	1.55	**1.93×10^4**	2.11	山嵛基三甲基氯化铵
12	XX 透明质酸补水发膜	136	37.9	196	**1.91×10^3**	**1.97×10^4**	2.20	山嵛基三甲基氯化铵、硬酯基三甲基氯化铵
13	XX 舒缓丝盈平衡洗发乳	--	--	**202**	--	--	0.02	西曲氯铵
14	XX 柔顺滋养平衡润发素	47.1	19.9	75.2	--	**1.67×10^4**	1.68	山嵛基三甲基铵甲基硫酸盐
15	XX 苦参修护发膜	27.0	31.5	**7.28×10^3**	640	--	0.80	西曲氯铵
16	XX 补水亮泽平衡洗发乳	--	--	**126**	--	--	0.01	西曲氯铵
17	XX 柔顺滋养结构素	116	31.2	68.9	1.29×10^3	**1.61×10^4**	1.76	山嵛基三甲基氯化铵
18	XX 强韧润发乳	28.4	12.6	44.4	--	**1.19×10^4**	1.19	山嵛基三甲基铵甲基硫酸盐
19	XX 氨基酸洗发露	--	--	**446**	--	--	0.04	西曲氯铵
20	XX 洗发露	25.6	<10.0	<10.0	265	**3.91×10^3**	0.42	山嵛基三甲基氯化铵
21	XX 洗发露添加原料	5.25×10^3	1.40×10^3	1.16×10^3	5.22×10^4	7.89×10^5	--	山嵛基三甲基氯化铵

注：1.C_{12} 、C_{14} 、C_{16}、 C_{18}、C_{22} 分别代表十二烷基三甲基氯化铵、十四烷基三甲基氯化铵、十六烷基三甲基氯化铵、十八烷基三甲基氯化铵、二十二烷基三甲基氯化铵。

2.表中数值结果均以烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵表示。

3.2 验证分析

3.2.1 测试样品

对 4 种化妆品基质（水剂、乳液、膏霜、洗发露）进行加标回收实验，每种基质 3 个添加水平，分别为 10.0 μg/g、100 μg/g、2.50×10^4 μg/g，每个水平分别平行测定 6 次。

3.2.2 验证结果

邀请了广东产品质量监督检验研究院、广州市药品检验所、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。3 家验证结果表明，5 种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵在 10.0~100.0 μg/L 范围内线性关系良好。目标物在方法给出的检出限浓度均可检出，方法给定的检出限合理。在不同化妆品基质中不同添加浓度水平下，3 家实验室对于 5 种烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基氯化铵的平均加标回收率在 87.1%~113.4%之间，相对标准偏差在 0.82%~6.94%之间（$n=6$），具体结果见表 14~17。结果表明，该方法准确可靠，精密度高。

表 14　三家实验室验证结果（水剂）

化合物	添加浓度 (μg/g)	广东产品质量监督检验研究院		广州市药品检验所		中国广州分析测试中心	
		平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）
十二烷基三甲基氯化铵	10.0	103.3	3.4	96.9	1.7	89.4	2.45
	100	99.4	1.4	102.8	3.2	92.2	1.54
	2.50×10^4	98.4	1.7	104.7	0.9	96.0	2.34
十四烷基三甲基氯化铵	10.0	102.4	1.3	96.7	2.0	89.3	2.60
	100	102.2	1.8	104.2	2.9	92.6	1.68
	2.50×10^4	102.3	1.8	103.8	0.5	97.2	1.95
十六烷基三甲基氯化铵	10.0	101.2	3.7	100.4	0.8	90.6	4.08
	100	102.4	0.6	105.2	1.4	87.1	1.58
	2.50×10^4	101.1	1.9	103.5	1.2	91.5	1.22
十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	101.8	2.0	98.5	5.4	89.1	1.40
	100	104.6	2.2	106.5	3.6	93.0	0.82
	2.50×10^4	104.1	2.3	101.2	0.9	92.5	1.96
二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	99.1	2.8	98.3	1.8	89.7	2.56
	100	96.9	3.2	104.9	2.5	91.7	1.77

化合物	添加浓度 (μg/g)	广东产品质量监督检验研究院		广州市药品检验所		中国广州分析测试中心	
		平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）
	2.50×10^4	104.6	1.5	102.2	0.8	98.2	2.62

表 15　三家实验室验证结果（乳液）

化合物	添加浓度 (μg/g)	广东产品质量监督检验研究院		广州市药品检验所		中国广州分析测试中心	
		平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）
十二烷基三甲基氯化铵	10.0	96.3	2.4	94.3	3.0	108.0	0.84
	100	92.7	1.9	98.5	4.1	111.0	1.59
	2.50×10^4	94.3	2.2	104.6	1.5	99.2	3.75
十四烷基三甲基氯化铵	10.0	99.0	2.0	94.7	4.6	107.1	2.89
	100	93.1	0.8	100.1	3.6	113.4	1.31
	2.50×10^4	93.4	0.7	104.8	1.4	98.1	1.59
十六烷基三甲基氯化铵	10.0	101.1	2.8	96.5	4.7	108.3	4.61
	100	94.1	2.9	100.1	2.6	102.8	1.67
	2.50×10^4	95.9	2.0	106.9	3.6	92.8	1.99
十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	103.1	4.5	94.1	3.8	103.6	1.57
	100	100.1	1.2	99.0	3.4	112.6	1.49
	2.50×10^4	98.4	1.8	100.8	0.7	94.8	0.96
二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	102.7	0.8	98.8	2.3	103.2	3.10
	100	103.2	1.9	99.5	3.4	104.9	3.54
	2.50×10^4	104.4	1.6	106.0	2.5	101.7	1.80

表 16　三家实验室验证结果（膏霜）

化合物	添加浓度 (μg/g)	广东产品质量监督检验研究院		广州市药品检验所		中国广州分析测试中心	
		平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）
十二烷基三甲基氯化铵	10.0	102.2	1.7	102.7	3.0	100.5	5.55
	100	99.2	1.2	100.7	2.9	107.2	2.32
	2.50×10^4	99.2	1.8	104.2	3.3	98.5	2.98
十四烷基三甲基氯化铵	10.0	101.4	1.7	103.1	2.5	96.7	5.36
	100	104.1	1.0	101.0	2.3	104.0	2.05
	2.50×10^4	103.1	1.4	106.7	3.5	100.1	2.26
十六烷基三甲基氯化铵	10.0	101.0	2.8	103.6	3.1	100.6	6.94
	100	102.3	2.0	103.9	4.9	94.0	1.02
	2.50×10^4	102.9	2.4	104.4	1.6	91.6	1.11

化合物	添加浓度 (μg/g)	广东产品质量监督检验研究院		广州市药品检验所		中国广州分析测试中心	
		平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）
十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	100.3	2.4	102.4	3.9	96.0	5.89
	100	102.2	1.8	101.2	4.3	103.6	1.82
	2.50×10^4	100.2	2.6	102.8	1.4	97.3	2.10
二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	102.2	2.6	104.0	3.3	98.5	6.90
	100	99.2	1.3	100.2	2.9	104.3	2.76
	2.50×10^4	99.2	2.3	104.6	1.9	104.2	2.76

表 17　三家实验室验证结果（洗发露）

化合物	添加浓度 (μg/g)	广东产品质量监督检验研究院		广州市药品检验所		中国广州分析测试中心	
		平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）	平均回收率（%）	RSD（%）
十二烷基三甲基氯化铵	10.0	91.3	1.3	98.7	3.0	106.3	3.05
	100	94.3	0.5	101.9	1.7	111.1	2.50
	2.50×10^4	94.5	0.9	104.0	2.9	94.8	2.27
十四烷基三甲基氯化铵	10.0	91.4	1.1	102.8	3.8	105.5	2.44
	100	93.9	2.7	106.5	1.5	107.6	2.09
	2.50×10^4	92.8	2.6	103.6	2.1	93.7	2.69
十六烷基三甲基氯化铵	10.0	95.0	2.0	104.8	1.9	106.0	1.87
	100	94.8	1.6	109.3	3.2	103.3	1.14
	2.50×10^4	92.3	1.7	103.2	1.8	93.0	2.49
十八烷基三甲基氯化铵.	10.0	93.4	2.3	103.0	5.1	108.3	1.44
	100	95.9	2.2	106.0	1.8	112.1	1.03
	2.50×10^4	92.9	2.2	101.0	1.8	91.1	1.46
二十二烷基三甲基氯化铵	10.0	96.4	0.8	107.0	3.4	111.4	1.61
	100	96.3	1.5	106.6	1.4	112.4	1.59
	2.50×10^4	96.7	1.7	102.7	2.0	99.5	3.11

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

我国现行《化妆品安全技术规范》(2015 年版)明确将烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵溴化物或氯化物列为化妆品准用防腐剂，烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵氯化物列为化妆品限用组分，同时，欧盟化妆品法规(EC) No 1223/2009 也将烷基（C_{12}~C_{22}）三甲基铵溴化物或氯

化物列为化妆品准用防腐剂。然而，目前国内尚未建立统一的化妆品中烷（C_{12}~C_{22}）三甲基铵盐标准检测方法，本标准的制订将为监管部门、检验机构及化妆品企业实施产品质量监控提供有力技术支持。

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。

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