

《化妆品中禁用物质三氯乙酸的测定》征求意见稿编制说明

一、工作简况

1、任务来源

根据国家标准化管理委员会关于下达 2019 年第一批国家标准制修订计划的通知（国标委发【2019】11 号）要求，上海市质量监督检验技术研究院、中检华纳质量技术中心等承担了《化妆品中禁用物质三氯乙酸的测定》国家标准的制定工作，项目编号为 20190949-T-469。

2、主要工作过程

起草单位收集相关的国内外法规和标准检测方法，通过分析、梳理、整合、研讨的方式确定实验方案及技术路线；研究探讨试验过程中发现的问题，对得到的数据结果进行汇总，最终形成化妆品中三氯乙酸的检测方法；组织 3 家单位对建立的方法进行协同性验证实验，并进一步对分析条件和文本内容进行完善，于 2020 年 6 月形成《化妆品中禁用物质三氯乙酸的测定》标准征求意见稿。

通过向专业标准化技术委员会提出立项申请并通过国家标准委员会的立项审查后，上海市质量监督检验技术研究院、中检华纳质量技术中心等获得了《化妆品中禁用物质三氯乙酸的测定》的标准研制项目。在此期间，从满足实际检测需要出发，开展了国内外相关资料的收集和确认工作，在资料的检索和信息的收集过程中，分析比较了大量的国内国外文献方法，并进行了预实验。在符合标准化工作规划和标准化计划要求的基础上，形成了检测标准方法草案，然后起草小组使用该标准草案对市场上的产品进行了收集和检测，起草小组根据样品检测数据和验证情况对标准文本又进行了修改，具体时间安排如下、；

2019 年 4 月~2019 年 5 月，确定总体工作方案，明确任务分工，召开专家咨询启动会。

2019 年 6 月~2019 年 7 月，查阅收集和整理国内外相关文献和标准资料，购买标准品、试剂等。

2019 年 8 月~2019 年 10 月，（1）优化色谱分离测定条件；（2）研究和建立样品提取净化技术；（3）建立初步的检测方法。

2019 年 11 月~2020 年 3 月，（1）开展验证试验工作；（2）补充完善相关

验证数据；（3）实际样品的检测；（4）分析汇总数据。

2020年3月~2020年4月，开展外单位验证试验工作。

2020年5月~2020年6月，讨论整理验证单位意见，形成征求意见稿上报检标委。

3、主要参加单位和工作组成员等

本标准的起草单位为上海市质量监督检验技术研究院、中检华纳质量技术中心等。

本标准项目负责人为翁史昱、杨保刚、吕庆、张翠格、陆壹、符昌雨、赵艳菊、施敬文、彭亚锋、葛宇等。

二、标准编制原则和主要内容

1、标准编制原则

在编制过程中，本研究组查阅了国内外有关文献资料，参考了各行业部门制定的同类标准方法，遵循“先进性、实用性、统一性、规范性”的原则，注重标准的可操作性，完成了检测方法的研究工作，形成了方法草案和编制说明。本方法的主要参数、公式、性能要求等主要依据 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》的要求进行编写。并且按照 GB/T 27417-2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》对方法学进行了考察。标准制定符合我国国情，方法满足化妆品检验的要求，准确可靠，且具有普遍适用性，易于推广。

2、标准主要内容的论据

2.1 检测方法选择依据

目前，国内外主要检测水中三氯乙酸的含量，如 GB/T 5750.10-2006《生活饮用水标准检验方法 消毒副产物指标》；美国环保局（EPA）EPA 552 [5]，EPA 552.1 [6]，EPA 552.2 [7]，EPA 552.3 [8]，EPA 6251 [9]；国际标准化组织（ISO）颁布的 EN ISO 23631 - 2006 [11]。均采用叔丁基甲醚提取，衍生后，气相色谱分离 ECD 检测器方法、其它文献报道中还有离子色谱法，液相色谱质谱联用法等。本标准参考了相关标准和文献比较了不同方法的优缺点。气相色谱 ECD 法灵敏度高，但化妆品基质比饮用水更复杂，结果容易受到干扰，

离子色谱法不适用于化妆品各种基质的提取和处理，液相色谱质谱联用法设备昂贵，样品同样需要富集净化。

气相色谱质谱法具有分辨率高、灵敏度高、抗干扰能力强等优点，可用于复杂基质中目标化合物的定量和定性分析，避免假阳性的产生。且设备较液相色谱质谱联用仪更便宜，普及率更高。故本研究拟建立通用性及操作性强、快速简便的前处理方法，采用有机溶剂提取，硫酸乙醇酯化衍生，气相色谱质谱法检测的技术来测定化妆品中的三氯乙酸。

2.2 检测方法建立研究

2.2.1 色谱条件的优化

(1) 色谱柱的选择

三氯乙酸经酯化后生成三氯乙酸乙酯，属于弱极性化合物，尝试了 DB-1，DB-5，DB-35 色谱柱来分析。实验表明目标物在三种色谱柱上都能正常出峰，出峰时间有所不同。实验室可根据具体情况择优选取色谱柱。实验室选取 DB-5 (30 m×0.25 mm×0.25 μm) 色谱柱进行下一步实验。

(2) 进样口温度选择

衍生产物三氯乙酸乙酯分子量 191.44，沸点 168℃。本标准考察了进样口温度为 190℃-250℃时对目标物的影响。结果显示进样口温度过高会造成响应值降低，进样口温度低于 230℃时差异不明显。结果见图 1。本标准采用 210℃作为进样温度。

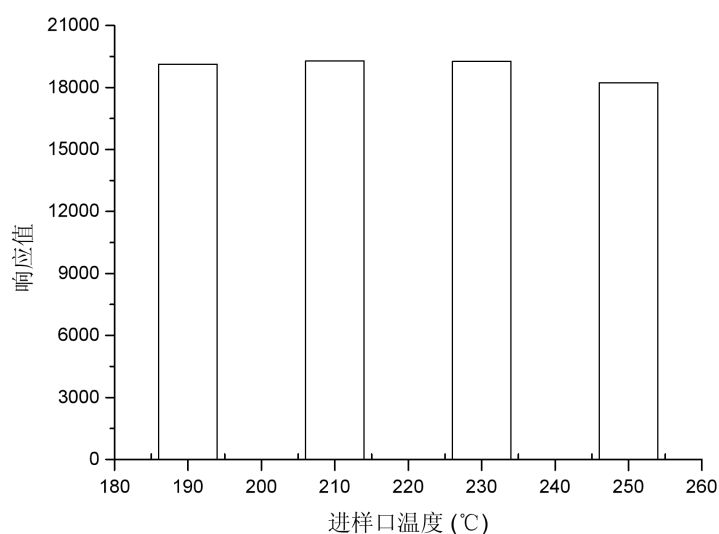


图 1 不同进样口温度对响应值的影响

(3) 色谱参考条件

经过预实验，确定色谱条件可以是目标物和杂质的充分分离。标准品选择离子流见图 2，样品选择离子流图见图 3。

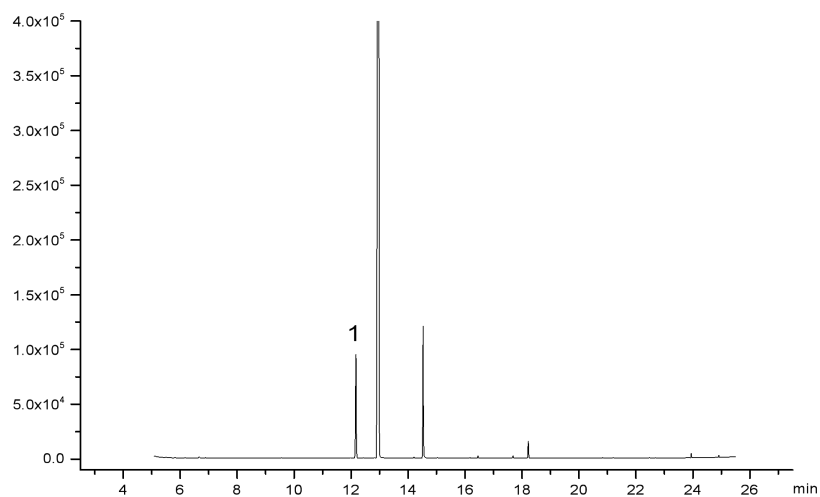


图 2 标准品选择离子流图

注：1 为三氯乙酸衍生物

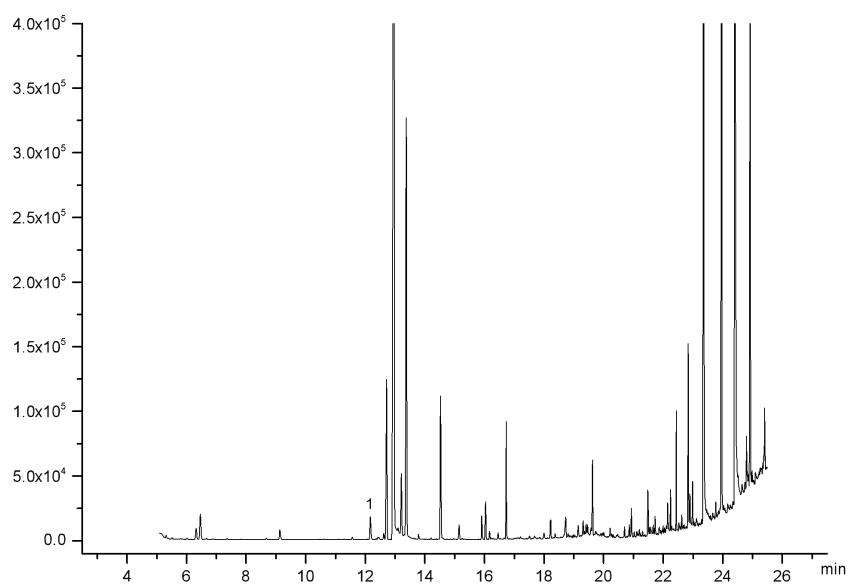


图 3 样品选择离子流图

注：1 为三氯乙酸衍生物

最终确定仪器参考条件为：

气相色谱参考条件

- a) 色谱柱：固定相为含有 5 % 苯基的甲基聚硅氧烷石英毛细管柱（ Φ 0.25 mm \times 30 m，膜厚 0.25 μ m）或性能相当者；
- b) 进样口温度：210 $^{\circ}$ C
- c) 柱温：程序升温，40 $^{\circ}$ C 保持 2 min，5 $^{\circ}$ C/min 至 70 $^{\circ}$ C，20 $^{\circ}$ C/min 至 280 $^{\circ}$ C，保持 3 min。
- d) 载气：高纯氮（纯度 $>$ 99.999 %），流速 1.0 mL/min；
- e) 进样方式：分流进样，分流比 5 : 1；
- f) 进样量：1.0 μ L；

质谱参考条件

- a) 电离方式：电子轰击电离源（EI）；
- b) 电离能量：70 eV；
- c) 传输线温度：280 $^{\circ}$ C；
- d) 离子源温度：230 $^{\circ}$ C；
- e) 监测方式：选择离子监测方式（SIM）；
- f) 选择监测离子：定量离子 117，定性离子 119、81、29；

三氯乙酸乙酯的离子碎片中 29、82、117、119 丰度比较高，实验发现质荷比 117 的离子干扰最小，因此本标准选择 117 作为定量离子。

根据气相色谱法质谱法技术特点以及欧盟 2002/657/EC 文件中关于质谱技术中相对离子强度范围的最大允许偏差规定，最终确定定性离子丰度比的相对偏差的范围，见表 1：

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	$>$ 50	20~50	10~20	\leq 10
允许的相对偏差/%	\pm 10	\pm 15	\pm 20	\pm 50

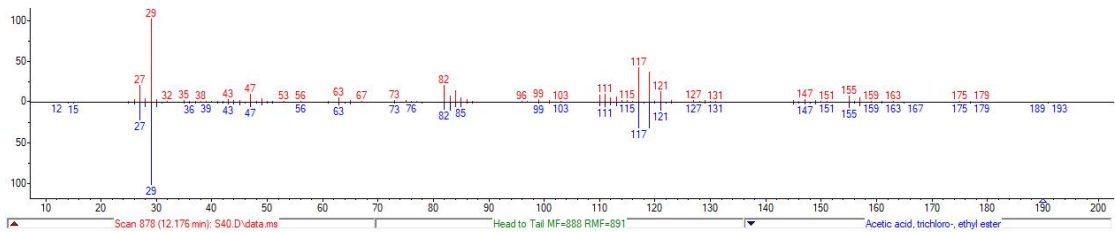


图 4 三氯乙酸乙酯 NIST 谱库检索结果

2.2.2 前处理方法的研究

2.2.2.1 样品制备方法

三氯乙酸沸点较高，难以气化，且直接气化进样对色谱柱有较大伤害，必须经过衍生将其转化为三氯乙酸酯化物。由于化妆品中成分复杂，常含有乙醇，因此本标准选择采用乙醇酯化来避免干扰。

三氯乙酸具有强酸性， pK_a 为 0.63/0.65/0.7，且三氯乙酸带有羧基，在水中溶解度较大。因此必须采用极性较大的有机溶剂，并通过调节 pH 值小于 0.5、并增加离子强度的方法才能有效地将三氯乙酸从水相中萃取出来。本标准采用甲基叔丁基醚作为萃取剂，并对甲基叔丁基醚的萃取效率进行了测定，通过比较萃取 1 次、2 次、3 次后三氯乙酸衍生物的峰面积与三氯乙酸标样直接生产物的峰面积，发现萃取 2 次效率就接近 100%，萃取效果见图 5。因此本标准采用 2 次萃取的方式提取三氯乙酸。

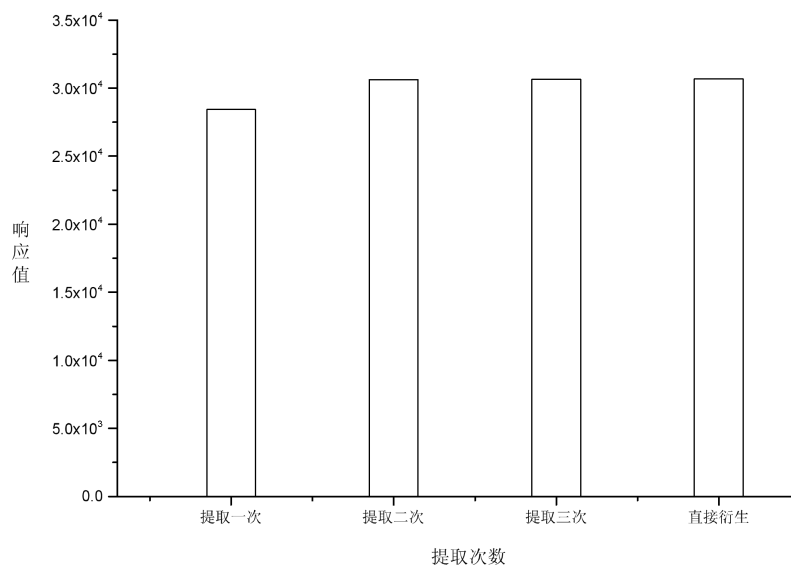


图 5 不同萃取次数对响应值的影响

萃取强化剂的选择，本标准比较了氯化钠和无水硫酸钠，由于无水硫酸钠的溶解度受温度影响较大，在不同环境温度下效果不稳定。因此本标准采用氯化钠作为萃取强化剂。使用前高温烘烤有助于去除可能存在的有机物干扰。

使用乙醇酯化的反应温度需要高于甲醇，由于乙醇的沸点为 78 °C，综合相关资料，本标准考察了衍生温度在 50 °C-80 °C 条件下的衍生效果，结果见图 6。结果显示衍生温度达到 70 °C 后，峰面积不再有显著增加。本标准选择 70 °C 作为衍生温度。

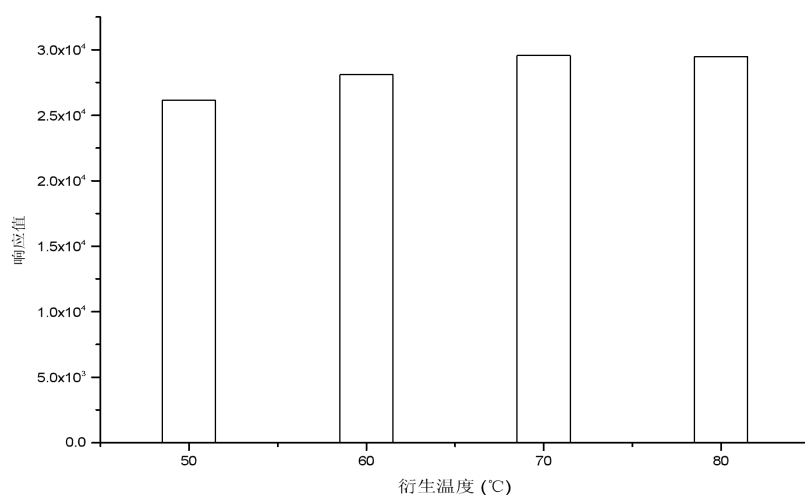


图 6 不同衍生温度对响应值的影响

衍生时间对衍生反应起重要的作用，时间太短会导致酯化反应不完全，本标准考察了衍生时间 0.5 h-2 h 的衍生效果，结果见图 7。衍生 1 小时后峰面积达到最大，衍生时间过长峰面积会下降。本标准选择衍生时间为 1h。

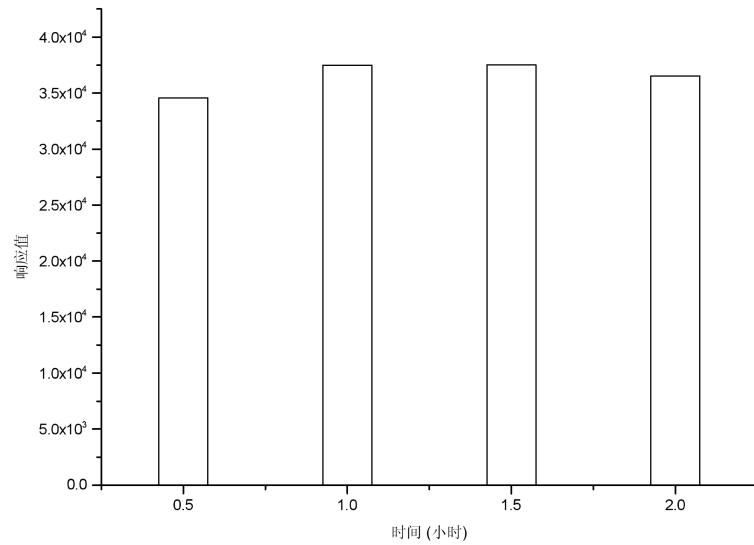


图 7 衍生时间对响应值的影响

硫酸是衍生反应中非常重要的因素，主要起催化和吸收水分的作用。参考相关资料，初步确定硫酸的用量在反应体积的 10 %-40 %。在衍生温度为 70 ℃，衍生 1 h 的条件下，考察了加入不同硫酸量的衍生效果。结果显示硫酸用量增加，响应值增加，当硫酸用量大于 0.6 mL 时，响应值趋于稳定。本标准选择硫酸添加量为 0.7 mL。

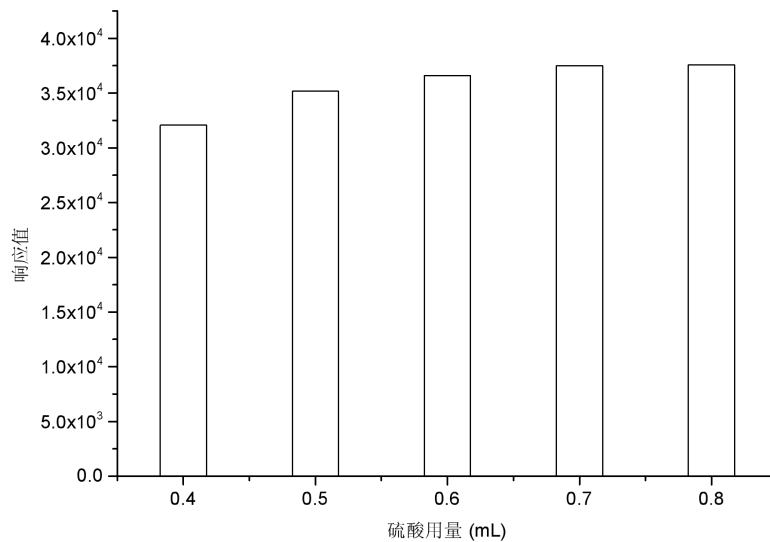


图 8 硫酸用量对响应值的影响

2.3 方法的性能参数验证

2.3.1 标准曲线及线性范围

对三氯乙酸标准工作溶液在 0.25 µg/mL~20 µg/mL 范围进行测定, 以三氯乙酸浓度为横坐标, 定量离子峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 结果为 $y = 1923.6x + 183.31$, $r^2=0.9999$ 。

表 2 三氯乙酸标准曲线测定结果表

三氯乙酸浓度 (µg/mL)	三氯乙酸峰面积			峰面积平均值
0.25	625	632	617	625
0.5	1198	1225	1268	1230
1.0	2153	2186	2143	2161
2.0	4098	4083	3958	4046
5.0	9948	9902	9881	9910
10.0	19536	19387	19285	19403
20.0	38935	38537	38416	38629

由表 2 可知, 三氯乙酸在 0.25 µg/mL~20 µg/mL 浓度范围内线性良好, r^2 均可达到 0.9999。实际应用过程中, 各检测化合物在不同品牌和型号的质谱仪存在响应差异。因此, 在实际样品测定中, 可根据样品浓度或各仪器响应强度选择不同的线性范围对其进行准确定量, 或将样品进行适当稀释后进样。

2.3.2 检出限及定量限

本标准考察了水基、膏霜、乳液类三种典型的可能违法添加的基质的最低检出浓度和最低定量浓度。取空白基质进行加标实验, 加标浓度为 0.3 mg/kg, 定量限为 1.0 mg/kg。结果见表 3-表 6。综合考虑不同基质的影响, 暂定各基质的检出限为 0.3 mg/kg, 定量限为 1.0 mg/kg。

表 3 水基类化妆品定性限和定量限加标结果

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
样品信噪比	6.4	9.1	4.5	5.8	7.1	6.2	8.5	7.9	8.8	7.1
平均信噪比	7.1									
测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
样品信噪比	20.4	15.6	18.3	14.9	18.7	22.3	19.4	16.1	16.8	18.6
平均信噪比	18.1									

表 4 膏霜类化妆品定性限和定量限加标结果

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
样品信噪比	5.6	5.7	4.8	8.2	7.1	6.9	8.0	8.9	8.4	7.2
平均信噪比	7.1									
测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
样品信噪比	21.7	18.9	20.6	22.4	18.9	23.3	20.2	17.5	24.6	23.8
平均信噪比	21.2									

表 5 乳液类化妆品定性限和定量限加标结果

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
样品信噪比	5.3	5.1	3.9	4.8	5.7	6.8	7.1	5.2	4.9	7.2
平均信噪比	5.6									
测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
样品信噪比	15.9	17.5	16.3	19.2	14.7	16.6	15.7	13.8	18.5	23.8
平均信噪比	17.2									

2.3.3 精密度与回收率

选择水基、膏霜、乳液类三种基质，按照 1.0 mg/kg、2.0 mg/kg、10.0 mg/kg 含量水平添加三氯乙酸，采用加标回收的方式进行平行测定，计算添加水平测定结果的相对标准偏差（RSD）。结果显示方法的精密度可满足分析的要求，方法回收率在 90%-110%之间，符合相关标准的规定。详见表 7-表 9。

表 7 水基质三氯乙酸测定精密度和回收率结果

加标水平 mg/kg	1.0		2.0		10.0	
测定次数	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %
1	1.05	105	1.95	97.5	9.42	94.2
2	1.04	104	1.98	99	9.83	98.3
3	0.975	97.5	2.01	100.5	9.97	99.7
4	0.983	98.3	2.05	102.5	9.35	93.5
5	1.02	102	1.94	97	9.67	96.7
6	0.965	96.5	2.03	101.5	9.84	98.4
7	1.03	103	1.97	98.5	9.52	95.2
平均值	1.01	100.9	1.99	99.5	9.66	96.6
RSD (%)	3.38		2.07		2.43	

表 8 膏霜基质三氯乙酸测定精密度和回收率结果

加标水平 mg/kg	1.0	2.0	10.0
---------------	-----	-----	------

测定次数	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %
1	0.962	96.2	1.86	93.0	9.76	97.6
2	0.936	93.6	1.96	98.0	9.34	93.4
3	0.927	92.7	1.90	95.0	9.51	95.1
4	0.951	95.1	1.91	95.5	9.27	92.7
5	0.928	92.8	1.94	97.0	9.35	93.5
6	0.949	94.9	1.85	92.5	9.60	96.0
7	0.924	92.4	1.83	91.5	9.42	94.2
平均值	0.940	94.0	1.89	94.6	9.46	94.6
RSD (%)	1.55		2.55		1.81	

表 9 乳液基质三氯乙酸测定精密度和回收率结果

加标水平 mg/kg	1.0		2.0		10.0	
测定次数	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %
1	0.932	93.2	1.86	93	9.35	93.5
2	0.928	92.8	1.89	94.5	9.84	98.4
3	0.946	94.6	1.94	97	9.56	95.6
4	0.933	93.3	1.92	96	9.38	93.8
5	0.940	94	1.95	97.5	9.75	97.5
6	0.957	95.7	1.85	92.5	9.23	92.3
7	0.926	92.6	1.89	94.5	9.62	96.2
平均值	0.937	93.7	1.90	95.0	9.53	95.3
RSD (%)	1.18		2.02		2.34	

2.3.4 稳定性试验

制备好的三氯乙酸标准溶液以及各基质加标样品溶液在 24 小时内连续进样，考察标准品溶液及样品溶液的稳定性。

2.3.4.1 标准溶液稳定性

将制备好的不同浓度标准溶液在 24 小时内连续进样测定，结果显示三氯乙酸衍生物的稳定较好，详见表 10。

表 10 标准溶液的稳定性

时间 小时	峰面积		
	1.0 mg/kg	2.0 mg/kg	10.0 mg/kg
0	1198	2153	9948
4	1226	2168	10065

8	1182	2103	9982
16	1212	2182	10106
24	1187	2179	9967
平均值	1201	2157	10014
RSD (%)	1.51	1.50	0.68

2.3.4.2 试样溶液稳定性

将制备好的加标样品溶液，在 24 小时内连续进样测定，结果显示试液基质中三氯乙酸衍生物的稳定性良好，见表 11。

表 11 试样溶液稳定性结果表

时间 小时	峰面积		
	1.0 mg/kg	2.0 mg/kg	10.0 mg/kg
0	1035	2106	9825
4	1037	2068	9793
8	999	2081	9843
16	1086	2143	9905
24	1037	2157	9862
平均值	1039	2111	9846
RSD (%)	2.98	1.82	0.42

2.3.5 标准溶液保存期稳定性

将配制好的三氯乙酸标准储备溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）置-18 $^{\circ}\text{C}$ 条件下密封保存，将上述溶液在一定时间（1 月、2 月、3 月、4 月、6 月）取出稀释成浓度为 20.0 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液，与新制备标准溶液相同的分析条件下进行测定，查看储备液与新配标准溶液峰面积比值。实验结果显示新旧标准溶液的峰面积比值为 $1.0 \pm 5\%$ ，表明三氯乙酸溶液稳定性良好。试验结果图示见图 9：

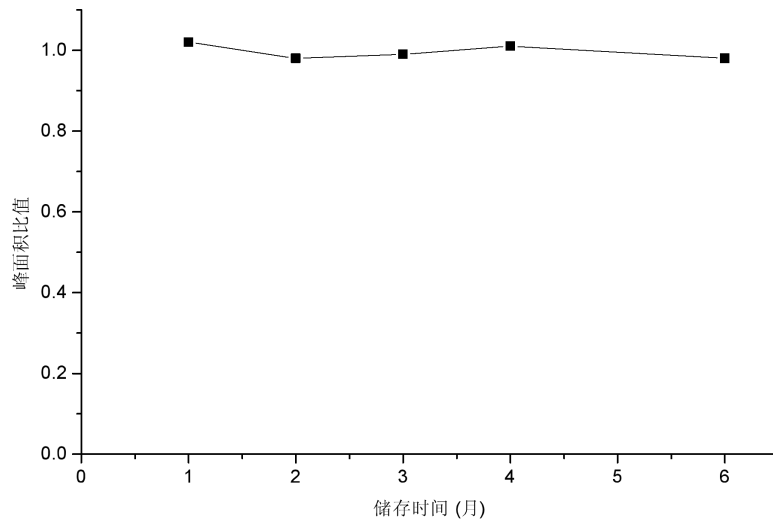


图 9 储备液的稳定性实验

三、实际样品检验

为了解三氯乙酸在我国化妆品中的使用情况，本研究还选取了 50 个样本进行了样品检测，结果均为未检出。

为验证本方法的有效性和适用性，由中国检验认证集团上海有限公司、普研（上海）标准技术服务有限公司和上海净畅检测科技有限公司进行了验证，结果证明见本方法线性关系良好，检出限、定量限、精密度、回收率符合相关规定要求，具体数据下表。

表 12 方法的标准曲线

浓度 ng/mL	0.25	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0
验证机构 1 响应值	1595	3234	6574	12974	32103	66242
标准曲线 $y = 6608.7x - 198.47$ 相关系数 $r=0.9998$						
验证机构 2 响应值	998	2047	4135	8037	22453	44992
标准曲线 $y = 4444.4x - 227.86$ 相关系数 $r=0.9996$						
验证机构 3 响应值	1826	3581	7092	14589	34826	69814
标准曲线 $y = 6959.6x + 205.78$ 相关系数 $r=0.9999$						

表 13 方法检出限、定量限

验证机构	产品种类	加标水平 mg/kg	测定次数	1	2	3	4	5	6
1	化妆水	0.30	信噪比	9.5	13.5	11.4	8.2	14.0	15.7
			平均值	12.1					
		1.0	信噪比	28.6	36.2	33.4	29.7	37.4	35.1
			平均值	33.4					
	膏霜	0.30	信噪比	8.6	7.2	10.8	13.1	12.4	7.9
			平均值	10.0					
		1.0	信噪比	35.7	33.9	31.7	28.4	27.6	29.8
			平均值	31.2					
	乳液	0.30	信噪比	9.5	8.2	7.7	11.5	10.3	8.9
			平均值	9.4					
		1.0	信噪比	29.1	33.4	35.2	31.8	32.7	30.7
			平均值	32.1					
2	化妆水	0.30	信噪比	11.0	8.3	7.1	13.2	6.8	9.8
			平均值	9.37					
		1.0	信噪比	28.6	36.2	33.4	29.7	37.4	35.1
			平均值	31.1					
	膏霜	0.30	信噪比	8.6	7.2	10.8	13.1	12.4	7.9
			平均值	8.07					
		1.0	信噪比	35.7	33.9	31.7	28.4	27.6	29.8
			平均值	24.2					
	乳液	0.30	信噪比	11.7	15.3	10.5	8.6	8.2	9.8
			平均值	10.7					
		1.0	信噪比	40.5	35.2	39.1	36.7	33.0	31.5
			平均值	36.0					
3	化妆水	0.30	信噪比	11.5	13.2	14.8	10.2	9.8	9.5
			平均值	11.5					
		1.0	信噪比	36.8	35.9	40.5	32.1	31.4	35.5
			平均值	35.4					
	膏霜	0.30	信噪比	12.5	10.2	8.5	9.5	11.4	9.6
			平均值	10.3					
		1.0	信噪比	30.2	29.5	28.8	33.4	35.2	26.9
			平均值	30.7					
	乳液	0.30	信噪比	9.2	8.8	10.6	5.8	6.7	7.6
			平均值	8.1					
		1.0	信噪比	26.2	30.5	28.4	23.4	22.8	27.8
			平均值	26.5					

表 14 化妆水三氯乙酸测定精密度和回收率结果

验证机构	加标水平 mg/kg	1.0		2.0		10.0	
	测定次数	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %
1	1	1.04	104	1.89	94.7	9.43	94.3
	2	1.03	103	1.90	95.1	9.99	99.9
	3	1.01	101	1.86	93.1	9.47	94.7
	4	1.01	101	1.82	91.3	10.3	103
	5	0.954	95.4	1.94	97.2	10.5	105
	6	0.998	99.8	1.96	98.3	9.73	97.3
	平均值	1.01	101	1.90	94.8	9.90	99.0
	RSD (%)	2.99		2.71		4.43	
2	1	0.925	92.5	2.02	101.0	9.24	92.4
	2	0.936	93.6	1.93	96.5	9.21	92.1
	3	1.04	104	1.94	97.0	9.83	98.3
	4	0.981	98.1	1.89	94.5	9.51	95.1
	5	0.932	93.2	1.91	95.5	9.22	92.2
	6	0.943	94.3	1.93	96.5	9.35	93.5
	平均值	0.960	96.0	1.94	96.8	9.39	93.9
	RSD (%)	4.59		2.30		2.58	
3	1	1.06	106	1.94	97.0	9.23	92.3
	2	1.02	102	2.03	101.5	9.77	97.7
	3	0.985	98.5	1.89	94.5	9.54	95.4
	4	0.976	97.6	1.95	97.5	9.25	92.5
	5	1.01	101	1.98	99.0	9.62	96.2
	6	1.05	105	2.02	101.0	9.84	98.4
	平均值	1.02	102	1.97	98.4	9.54	95.4
	RSD (%)	3.32		2.68		2.69	

表 15 膏霜三氯乙酸测定精密度和回收率结果

验证机构	加标水平 mg/kg	1.0		2.0		10.0	
	测定次数	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %
1	1	0.962	96.2	1.95	97.5	9.43	94.3
	2	0.924	92.4	1.86	93.0	9.32	93.2
	3	0.965	96.5	1.88	94.0	9.51	95.1
	4	0.935	93.5	1.94	97.0	9.22	92.2

	5	0.994	99.4	1.83	91.5	9.37	93.7
	6	0.927	92.7	1.84	92.0	9.41	94.1
	平均值	0.951	95.1	1.88	94.2	9.38	93.8
	RSD (%)	2.87		2.70		1.06	
2	1	1.03	103	1.84	92.0	10.1	101
	2	0.98	98	1.83	91.5	9.55	95.5
	3	1.02	102	1.91	95.5	9.36	93.6
	4	0.952	95.2	1.95	97.5	9.81	98.1
	5	0.934	93.4	1.82	91.0	9.47	94.7
	6	0.968	96.8	1.94	97.0	10.3	103
	平均值	0.981	98.1	1.88	94.1	9.77	97.7
	RSD (%)	3.85		3.11		3.83	
3	1	0.941	94.1	1.93	96.5	9.26	92.6
	2	0.929	92.9	1.82	91.0	9.84	98.4
	3	0.953	95.3	1.85	92.5	9.96	99.6
	4	0.923	92.3	1.84	92.0	9.38	93.8
	5	0.924	92.4	1.87	93.5	9.51	95.1
	6	0.967	96.7	1.96	98.0	9.73	97.3
	平均值	0.940	94.0	1.88	93.9	9.61	96.1
	RSD (%)	1.88		2.92		2.85	

表 16 乳液三氯乙酸测定精密度和回收率结果

验证机构	加标水平 mg/kg	1.0		2.0		10.0	
	测定次数	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %	测定结果 mg/kg	回收率 %
1	1	1.06	106	2.04	102	9.73	97.3
	2	1.07	107	1.95	97.5	10.2	102
	3	1.02	102	2.01	100.5	10.5	105
	4	0.998	99.8	1.94	97	9.84	98.4
	5	1.03	103	2.03	101.5	10.4	104
	6	1.06	106	1.97	98.5	10.3	103
	平均值	1.04	104	1.99	99.5	10.2	102
	RSD (%)	2.71		2.13		3.05	
2	1	0.918	91.8	1.89	94.5	9.23	92.3
	2	0.931	93.1	1.88	94.0	9.77	97.7
	3	0.907	90.7	1.84	92.0	9.54	95.4
	4	0.926	92.6	1.89	94.5	9.25	92.5
	5	0.967	96.7	1.83	91.5	9.62	96.2
	6	0.946	94.6	1.90	95.0	9.84	98.4
	平均值	0.933	93.3	1.87	93.6	9.54	95.4

	RSD (%)	2.29		1.56		2.69	
3	1	1.05	105	1.99	99.5	9.36	93.6
	2	1.02	102	2.04	102.0	9.24	92.4
	3	1.04	104	1.93	96.5	9.51	95.1
	4	0.967	96.7	1.97	98.5	9.73	97.3
	5	1.05	105	1.94	97.0	9.98	99.8
	6	1.01	101	1.98	99.0	9.67	96.7
	平均值	1.02	102	1.98	98.8	9.58	95.8
	RSD (%)	3.11		1.99		2.80	

四、标准中涉及专利和知识产权说明

该标准内容不涉及专利。

五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况

三氯乙酸急性毒性 LD50: 3300 mg/kg (大鼠经口); 刺激性: 家兔经皮: 210 µg, 轻度刺激。家兔经眼: 3500 µg (5s), 重度刺激; 具有致敏作用; 致畸性; 可造成 DNA 损伤。IARC 致癌性评论: G3。三氯乙酸通常作为药品用于治疗尖锐湿疣等皮肤病。我国《化妆品安全技术规范》(2015 年版) 将三氯乙酸列为禁用物质。欧盟的化妆品和巴西发布的个人护理产品、化妆品和香水中禁用化学物质清单中也包含三氯乙酸。

如果三氯乙酸在普通化妆品中滥用, 可能对消费者身体健康造成危害。因此为了促进我国化妆品行业健康持续地发展, 保护消费者的利益, 同时为我国政府有关监管部门提供执法的技术支持, 有必要开发化妆品中三氯乙酸的测定方法。本标准根据化妆品产品特点以及可能存在滥用的领域制定。通过相应的标准化研究对方法学指标进行验证, 确认了本标准的可行性。本标准方法可为化妆品中三氯乙酸的检测提供标准依据, 从而为《化妆品安全技术规范》规范的执行提供依据。

六、采用国际标准和国外先进标准情况, 与国际、国外同类标准水平的对比情况, 国内外关键指标对比分析或与测试的国外样品、样机的相关数据对比情况

国内外尚无化妆品中三氯乙酸的测定气相色谱质谱法的国家标准方法, 查阅到的文献方法主要有水、尿液中三氯乙酸的测定方法主要为气相色谱-ECD 法、气相色谱质谱法、液相色谱-串联质谱法等。

七、标准体系中的位置，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

本标准技术指标符合我国现行相关法律、法规、规章及相关标准要求。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准按照 GB/T 27417-2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》对方法的定量限、线性范围、精密度、回收率等方法学参数进行了实验室内的验证，并根据国标制定要求在多家实验室进行了实验室间方法学验证、标准文本征求意见等工作，均未发生重大意见分歧。

九、标准性质的建议和说明

建议本标准以推荐性国家标准的形式发布。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准于发布日期半年后实施。全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会负责组织该项标准的宣贯工作。

十一、废止现行相关标准的建议

该标准属首次起草，无现行相关标准废止。

十二、其它应予说明的事项

无。