

# 《化妆品中人工合成麝香的测定 气相色谱-质谱法》

## 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《化妆品中人工合成麝香的测定 气相色谱-质谱法》国家标准的制定工作，项目编号为 20190947-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，最终形成化妆品中人工合成麝香的检测方法；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《化妆品中人工合成麝香的测定 气相色谱-质谱法》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《化妆品中人工合成麝香的测定 气相色谱-质谱法》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，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~8 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 9 月~2020 年 1 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。

2020 年 2 月~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 5 月，（1）开展外单位验证试验工作；（2）讨论整理验证单位意见；（3）形成征求意见稿上报检标委。

2020 年 6 月，召开标准预审会，根据预审会专家意见进行标准文本和编制说明修改完善后的送审稿正式上报检标委。

### 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周静，标准主要起草人还包括胡守江、兰旭、徐红斌、林艳、冷桃花、何潇俊、翁史昱、周耀斌、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，本课题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。建立检测方法标准技术路线，技术路线图见图 1：

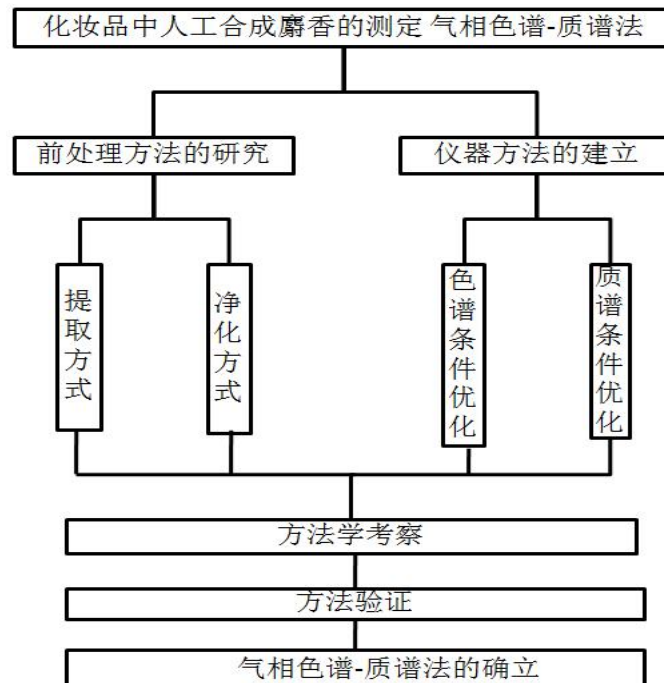


图 1 技术路线图

## 2、标准主要内容的论据

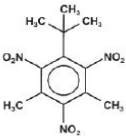
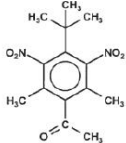
### 2.1 化合物选择依据

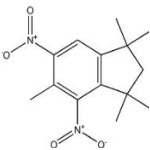
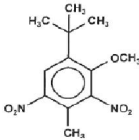
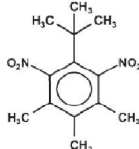
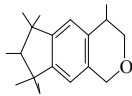
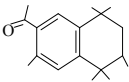
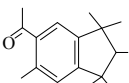
人工合成麝香的物化性质与多环芳烃、多氯联苯等相似，具有亲脂憎水性，在环境中难降解，容易生物富集。自从 1981 年首次报道在日本水域及水生鱼体中检测出二甲苯麝香和

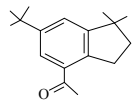
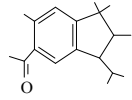
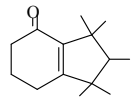
酮麝香，硝基麝香的污染就引起人们的关注。虽然人工合成麝香的诱变性很小，但研究表明它能增强有毒物质的诱变性，而且这种影响在暴露发生很长时间后还能继续。硝基麝香化合物被证实具有生物蓄积作用、遗传毒性和潜在致癌性。鉴于人工合成麝香在环境中具有持久性和环境稳定性等特点，其在自然界中的含量呈上升趋势，因此对环境以及人类健康的危害日趋明显，包括我国在内的许多国家对其使用进行了限制或禁止。国际日用香料香精协会（IFRA）在 1985 年建议葵子麝香因其可引发光过敏反应而不能应用在接触皮肤的加香产品中。1995 年，葵子麝香遭到欧盟全面禁用，3 年后化妆品中禁用物质又添加了伞花麝香和西藏麝香。1990 年，发现二甲苯麝香具有使小鼠致癌作用。2000 年确定酮麝香具有遗传毒性。二甲苯麝香被欧洲化学品管理署（ECHA）列为首批公布（2008 年）的 15 个对环境、人体毒性较大且高风险的高关注化学物质之一，并于 2011 年将二甲苯麝香列入首批 REACH 指令限期禁用物质名单。国际日用香料香精协会最近已将二甲苯麝香列为禁用成分，因此我国国内也在逐步禁止二甲苯麝香的使用。根据我国化妆品安全技术规范（2015 版）的规定，酮麝香的使用限量为香精 1.4%、花露水 0.56%、其它 0.042%（口腔用品除外），二甲苯麝香的限量为香精 1.0%、花露水 0.4%、其它 0.03%（口腔用品除外）。GB/T 22731-2015《日化香精》已将二甲苯麝香列入禁止使用名单。美国环保署在有害物质控制方案中还进一步将佳乐麝香列为重点关注的大产量物质。

因此本标准将目前国内外化妆品中已禁用/限用的 5 种硝基麝香以及应用比较广泛且用量较大的 6 类多环麝香列为目标化合物，通过建立标准方法实现对上述 11 种麝香物质的同步定性定量检测，化合物具体信息见表 1。

表 1 11 种合成麝香化合物基本信息

名称	分子式	分子量	CAS号	结构式	香气特点	应用情况
二甲苯麝香 (MX)	$C_{12}H_{15}N_3O_6$	297.26	81-15-2		具有强烈的麝香气，留香持久	广泛应用于化妆品和皂用香精
酮麝香 (MK)	$C_{14}H_{18}N_2O_5$	294.30	81-14-1		具有幽雅、浓郁的麝香香气，略带天然麝香香韵，柔和、持久	用于调制化妆品和皂用香精

伞花麝香 (MM)	$C_{14}H_{18}N_2O_4$	278.30	116-66-5		有强烈持久的特殊动物香气	用作高档香料的定香剂,常用于高档香水
葵子麝香 (MA)	$C_{12}H_{16}N_2O_5$	268.27	83-66-9		具有强烈的麝香气,有花香气,有花香气,香气接近天然麝香	已停止生产
西藏麝香 (MT)	$C_{13}H_{18}N_2O_4$	266.29	145-39-1		具有甜而柔的天然麝香气	是制造高级香精的重要原料
佳乐麝香 (HHCB)	$C_{18}H_{26}O$	258.40	1222-05-5		具有浓郁纯正的麝香香气,挥发性和扩散性好,留香性突出,稳定性高	有“麝香大王”的美誉,可治疗心肌梗塞
吐纳麝香 (AHTN)	$C_{18}H_{26}O$	258.40	1506-02-1		具有良好的麝香气和优良的定香作用,对酸、碱和光稳定	用于高档化妆品中,也用于洗涤剂 and 织物柔软剂
粉檀麝香 (AHMI)	$C_{17}H_{24}O$	244.37	15323-35-0		具有甘甜的木香香气,香气优于硝基麝香,定香性好,对碱和	已停止生产

萨利麝香 (ADBI)	$C_{17}H_{24}O$	244.37	13171-00 -1		光稳定 具有麝香 样动物香 气,略带粉 香和木香 香气,柔和 且持久 具有纯净 麝香香气,	用作化妆 品和皂用 香精的定 香剂 用于织物、 个人护理 和高档香 精配方中
特拉斯 (ATH)	$C_{18}H_{26}O$	258.40	68140-48 -7		伴随着奶 油香、花香 特征,具持 久留香性	用于高级 香水、化妆 品中
开司米酮/ 开许梅龙 (DPMI)	$C_{14}H_{22}O$	206.32	33704-61 -9		具有浓郁 的麝香、花 香香气	用于高级 香水、化妆 品中

## 2.2 检测方法选择依据

截止到目前,未查阅到国外针对化妆品中多种人工合成麝香的检测标准。国内人工合成麝香物质的方法检测类标准包括:(1)DB 35/T 1610-2016《化妆品中葵子麝香等5种合成麝香的测定 气相色谱-质谱法》;(2)SN/T 4769-2017《洗涤用品中硝基麝香类化合物的测定 气相色谱-质谱法》;(3)SN/T 3123-2012《洗涤用品中二甲苯麝香的测定 气相色谱-质谱/质谱法》。涉及的产品标准包括:(1)QB/T 4652-2014 萨利麝香;(2)QB/T 1026-2011 酮麝香;(3)QB/T 4421-2012 巴西酸乙二醇二酯(麝香-T);(4)QB/T 2547-2002 葵子麝香(废止);(5)QB/T 2546-2002 二甲苯麝香(废止)。上述标准使用的检测仪器基本都是气相色谱-质谱仪(GC-MS),GC-MS方法在合成麝香检测上具有较强的优势,是目前在合成麝香分析中运用最广泛的方法,它同时具有气相毛细管色谱对合成麝香高效的分离性能和质谱对合成麝香高度的定性能力。

由于之前的标准基本仅涉及硝基麝香,缺少对于在国外已经有限用指标的多环麝香的检测,另外方法的检出限较高,无法满足几类禁用麝香的监管需求。因此,本标准是对上述标准的进一步补充和优化整合,通过气相色谱-质谱法(GC-MS)实现化妆品中多种人工合成麝香的高通量准确性和定量。

## 2.3 检测方法建立研究

### 2.3.1 仪器方法的建立

#### 2.3.1.1 毛细管色谱柱与色谱升温程序的优化

参考了其他标准和相关文献报道，并考虑到方法的普及性，本方法首先考虑选用了气相色谱-质谱联用仪最常用的弱极性毛细管色谱柱 HP-5ms（5%苯基-甲基聚硅氧烷），规格为 30m×0.25mm×0.25 $\mu$ m。

通过对化妆品中多种合成麝香检测方法的文献调研，选择其中一篇报道的程序升温条件为优化基础，对程序升温的起始温度、保留时间、升温速率和最终温度进行试验，具体升温程序如下：起始温度 80 $^{\circ}$ C，以 8 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 160 $^{\circ}$ C，保持 1min，以 4 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 175 $^{\circ}$ C，保持 2min，以 3 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 184 $^{\circ}$ C，以 4 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 240 $^{\circ}$ C，以 20 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 280 $^{\circ}$ C。

化合物在 HP-5ms 的色谱柱上基本是按照化合物沸点由低到高出峰的。从图 2 可以看出合成麝香在 10min 以后，柱温箱达到 100 $^{\circ}$ C 左右时开始陆续出峰，在 25min，柱温箱达到 240 $^{\circ}$ C 前完全出峰，合成麝香化合物中除了 ATII、HHCB、AHTN 和 MX 四种之外，其余基本能分开，但是 ATII、HHCB、AHTN 和 MX 的分离度较差，不能满足分析测试要求，因此开展了升温程序的优化。但经过实验发现，无论是通过减缓 170 $^{\circ}$ C~190 $^{\circ}$ C 之间的升温速度，抑或是降低载气流速（从 1.0 mL/min 降至 0.8 mL/min）都无法使其分离度有效改善。

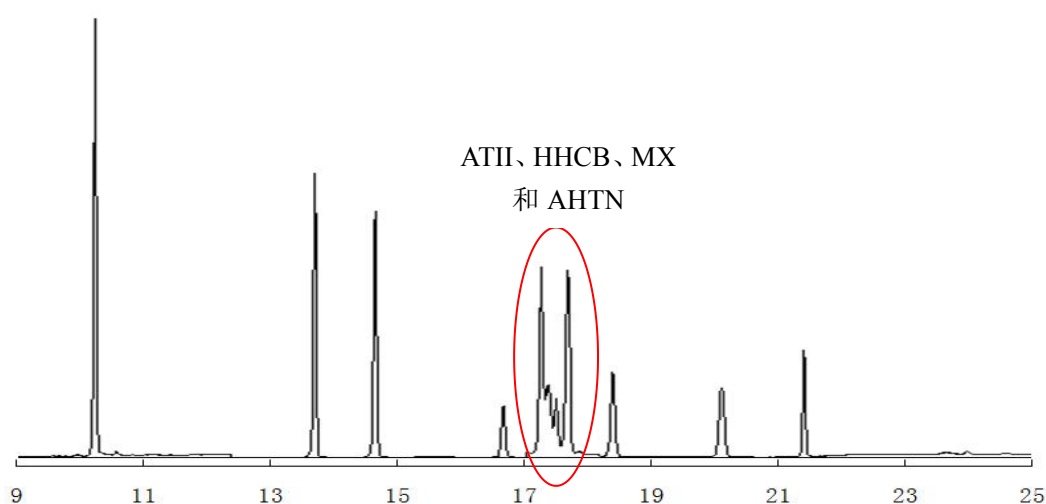


图2 合成麝香在HP-5ms色谱柱上的色谱分离谱图

综上，ATII、HHCB、AHTN 和 MX 的沸点差异不大，无法通过 HP-5ms 柱子达到分离目的，考虑利用这几个物质极性之间的差异，通过改变毛细管柱填料极性而实现分离，继而选择了同样规格不同填料的 DB-1701、VF-WAXms 和 HP-FFAP 三种柱子进行实验，结果发现 VF-WAXms 和 HP-FFAP 的对几种麝香的分离效果明显改善，两根色谱柱的分离度基本一致，但是考虑到 HP-FFAP 非质谱柱，在较高温度下使用时会产生较大的柱流失，造成质谱端污染而影响检测结果。因此，最终将 VF-WAXms 确定为本方法实验用色谱柱。并且

VF-WAXms 色谱柱可以实现佳乐麝香（HHCB）两个同分异构体的基线分离。具体见图 3。

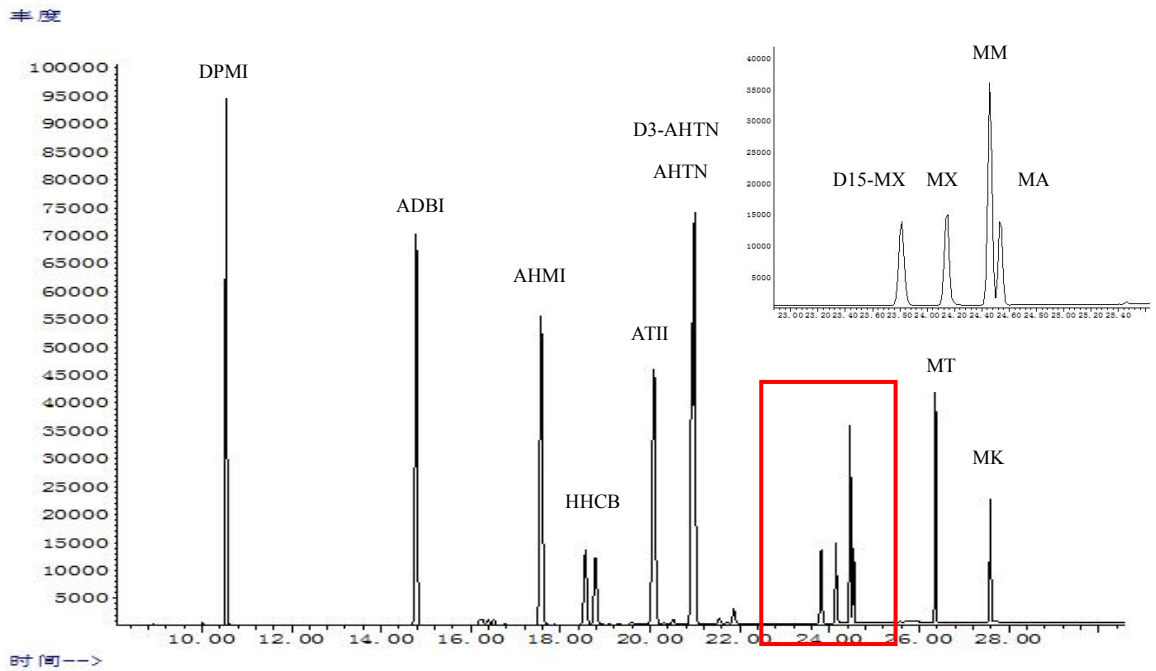


图3 合成麝香及其氘代内标在VF-WAXms色谱柱上的色谱分离谱图

实验室同时还对比了不同厂家的同规格 WAXms (30m×0.25mm×0.25μm) 毛细管色谱柱，发现安捷伦的 VF-WAXms、DB-heavyWAXms 以及热电的 TG-WAXms 在 MM 和 MA 这两个麝香物质的分离上要优于岛津 InertCap pure WAX 以及 RESTEK 的 stabilWAX 色谱柱，具体分离效果谱图见图 4~图 7。

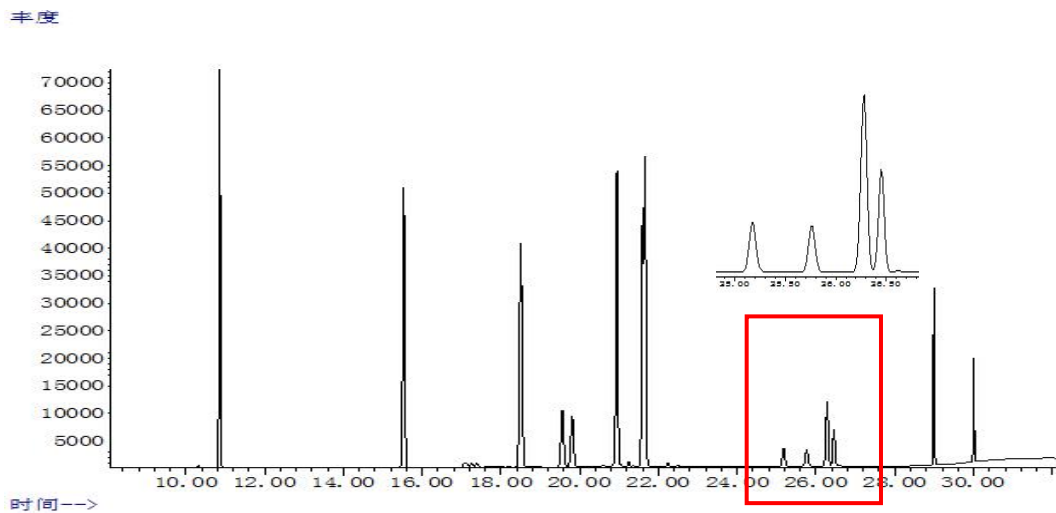


图4 合成麝香及其氘代内标在DB-heavyWAXms色谱柱上的色谱分离谱图

丰度

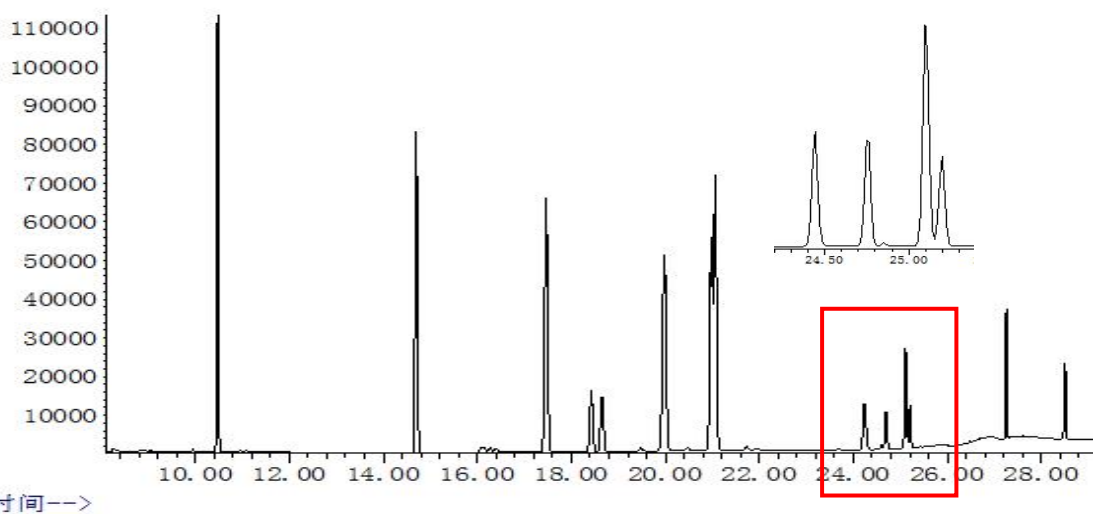


图5 合成麝香及其氘代内标在TG-WAXms色谱柱上的色谱分离谱图

丰度

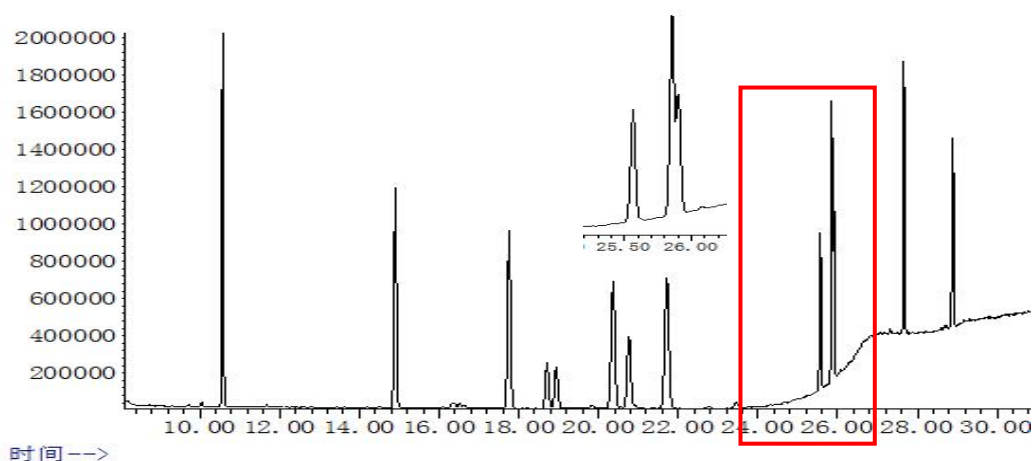


图6 11种合成麝香在stabilWAX 色谱柱上的色谱分离谱图

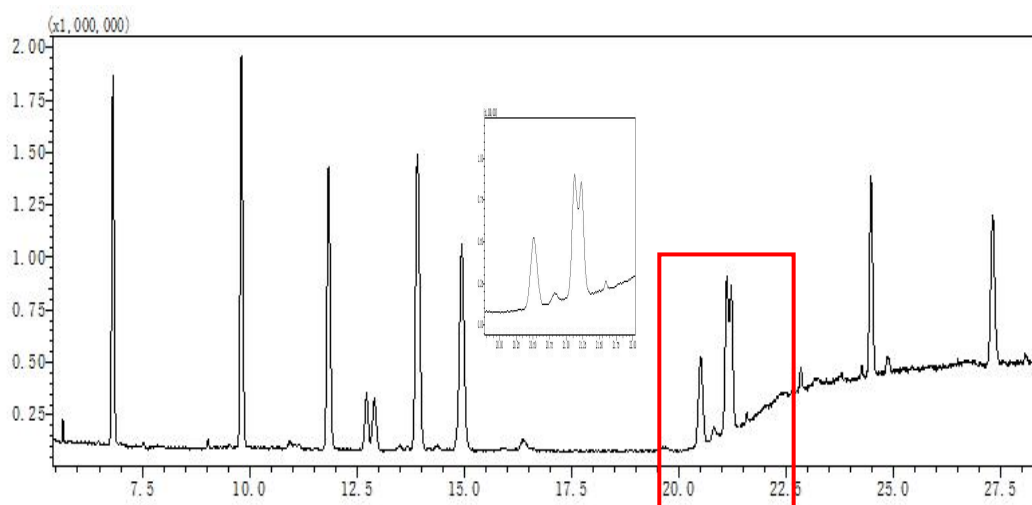


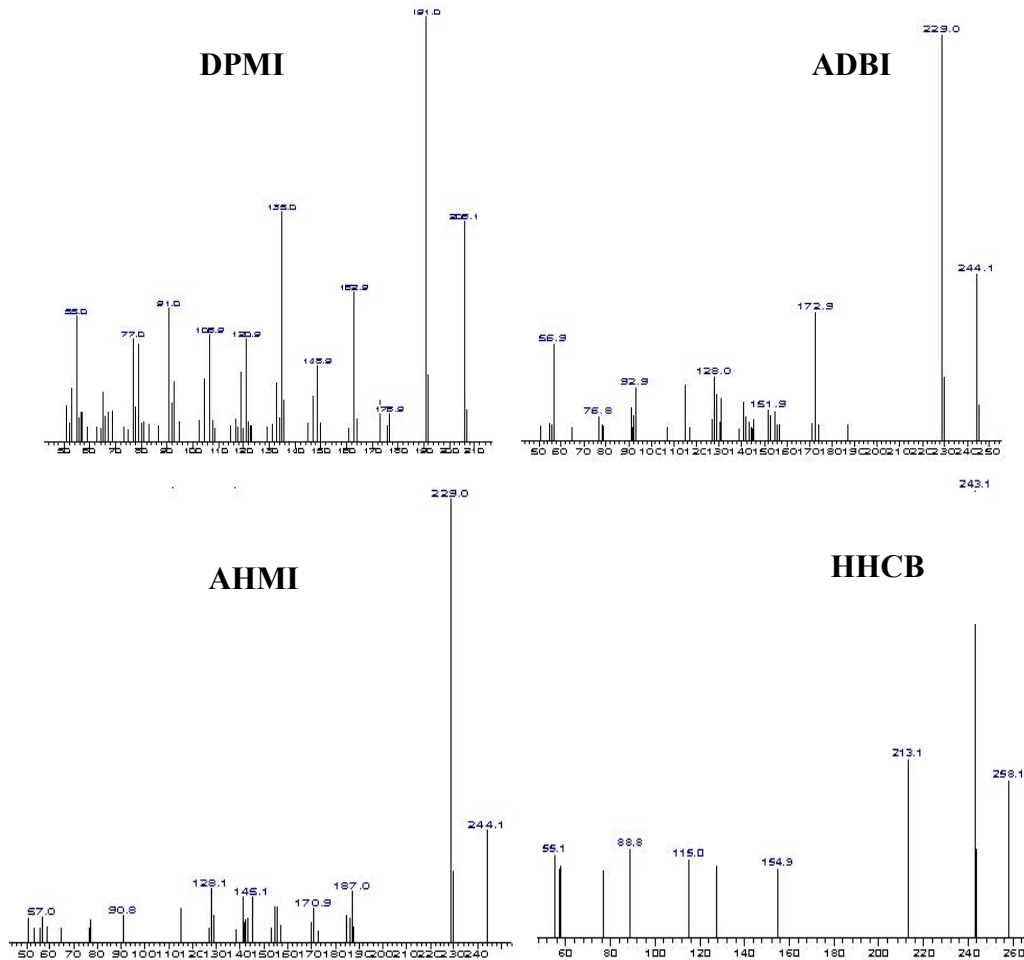
图7 11种合成麝香在InertCap pure WAX色谱柱上的色谱分离谱图

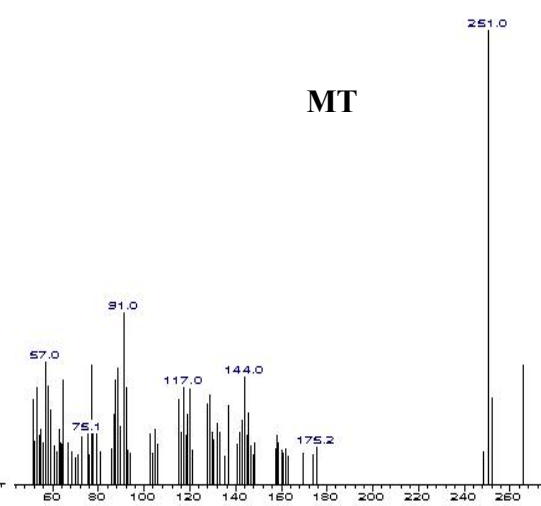
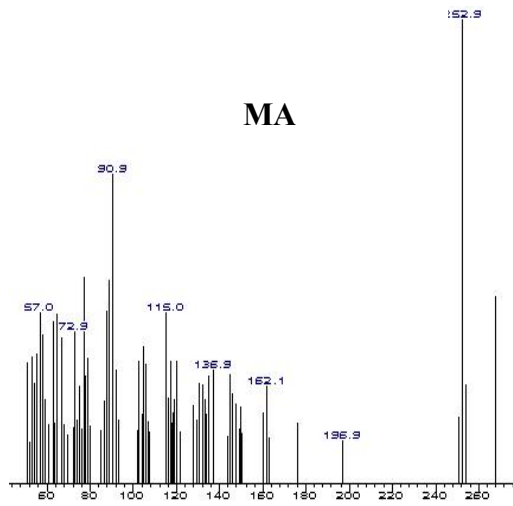
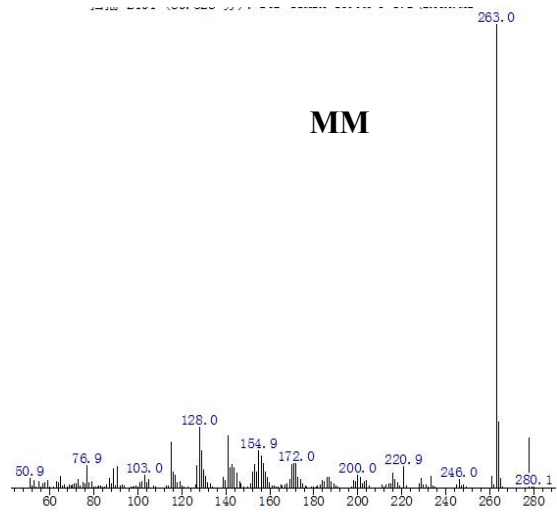
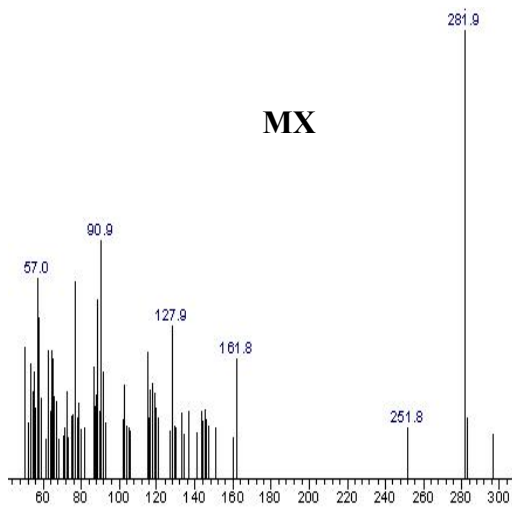
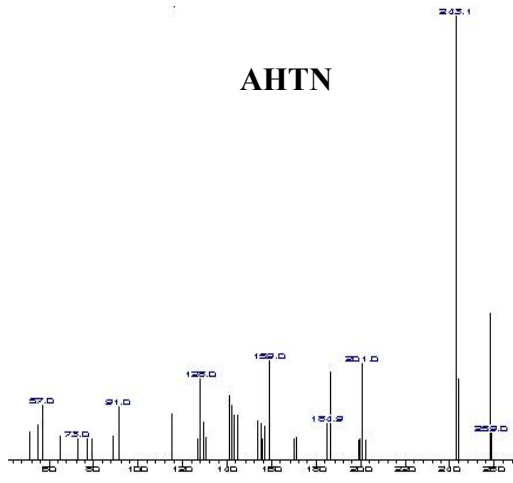
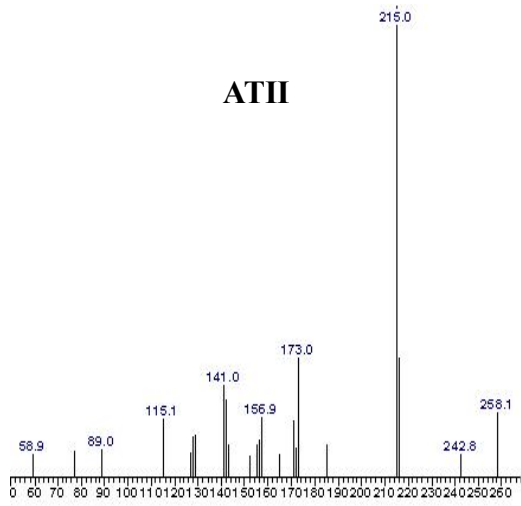


最终实验室在 VF-WAXms 和 TG-WAXms 柱上确定的最优程序升温条件为：起始温度 80℃，以 10℃/min 的速率升至 160℃，以 5℃/min 的速率升至 175℃，保持 5min，以 1℃/min 的速率升至 178℃，保持 1min，以 10℃/min 的速率升至 200℃，保持 2min，以 20℃/min 的速率升至 250℃，保持 5min。后运行：260℃，保持 3min。柱流速保持 1.0 mL/min。11 种合成麝香和 2 种氘代标样的色谱图如图 3 所示。

### 2.3.1.2 质谱条件的建立

为了使化妆品中合成麝香类化合物实现更好地定性和定量，质谱扫描模式采用全扫描 (SCAN) 和选择离子扫描 (SIM) 组合的采集模式。下图图 8 是 11 种合成麝香和 2 种氘代内标的全扫质谱图，根据上述质谱图，可以初步确定 11 种合成麝香和 2 种氘代内标的选择离子模式下的定性和定量离子。一般而言，离子的选取原则是尽量选择质荷比大且响应值高的。选质荷比大是因为小质荷比的离子不具有代表性，很多物质都可以裂解出它，干扰较大。响应值高是为了提高检测限，便于定量。定量离子就是在选的 2-3 个定性离子里选一个，一般选响应值最大的那个，如果有干扰，就选次高的。根据图 8 信息，初步确定的 11 种合成麝香和 2 种氘代内标的定性定量离子见表 2。





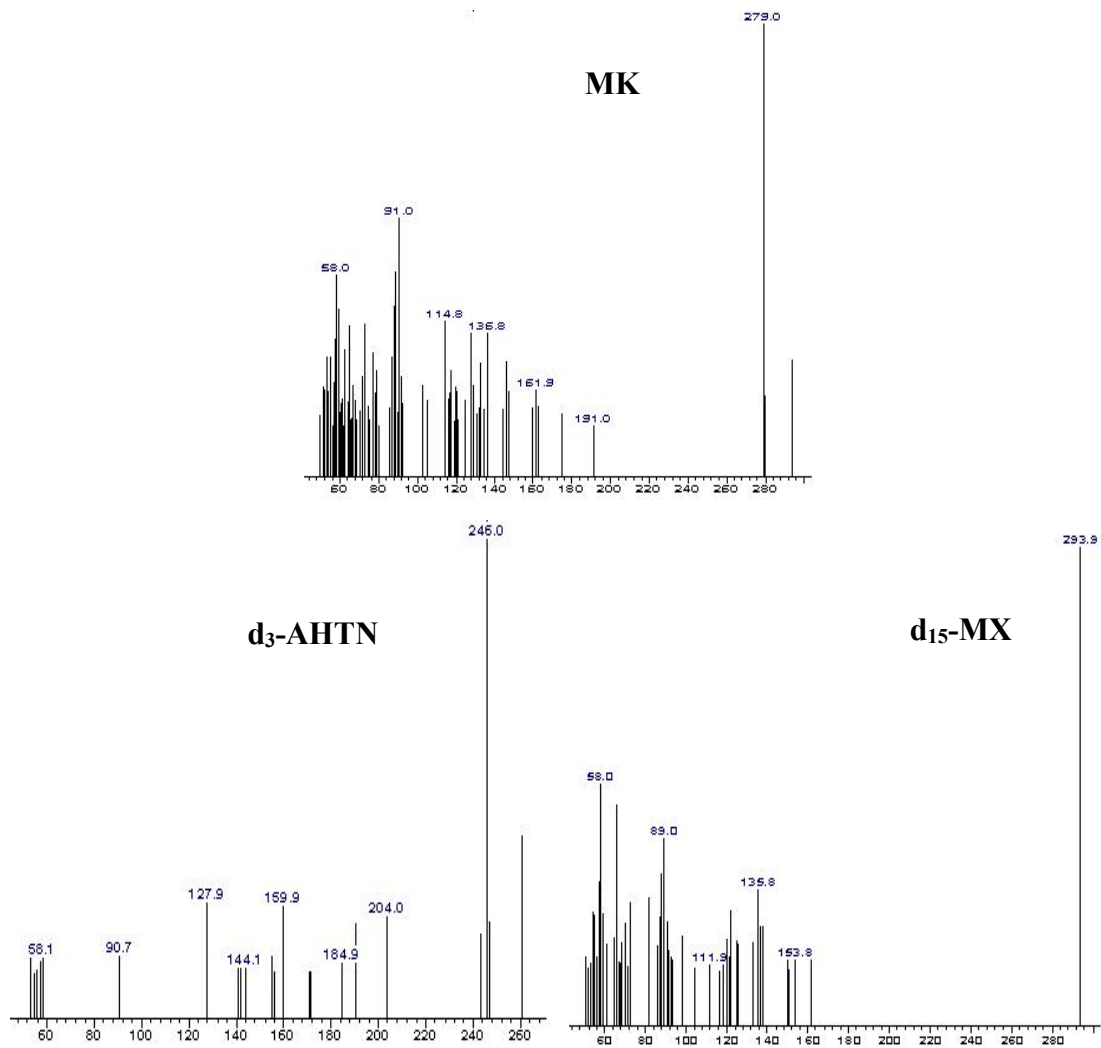


图 8 11 种合成麝香和 2 种氘代内标的全扫质谱图

表 2 初步确立的合成麝香的定量离子和定性离子

序号	化合物名称	定量离子	定性离子
1	开许梅陇 (DPMI)	191	206,163,135
2	萨利麝香 (ADBI)	229	244,173
3	粉檀麝香 (AHMI)	229	244,187
4	佳乐麝香 (HHCB)	243	213,258
5	特拉斯 (ATII)	215	258,173
6	吐纳麝香 (AHTN)	243	258,187,159
7	二甲苯麝香 (MX)	282	297,128
8	伞花麝香 (MM)	263	264,278

9	葵子麝香 (MA)	253	91,268,238
10	西藏麝香 (MT)	251	91,266,252
11	酮麝香 (MK)	279	294,128
12	氘代吐纳麝香 (d <sub>3</sub> -AHTN)	246	261
13	氘代二甲苯麝香 (d <sub>15</sub> -MX)	294	312

初步确立上述质谱条件后, 选取 3-4 个化妆品的水、乳液和膏霜类样品进行加标, 经过前处理后上机检测, 以验证质谱方法的可行性。结果发现, m/z 91 和 m/z /128 在化妆品样品检测中存在较大干扰, 应在方法中尽量避免 (图 9)。

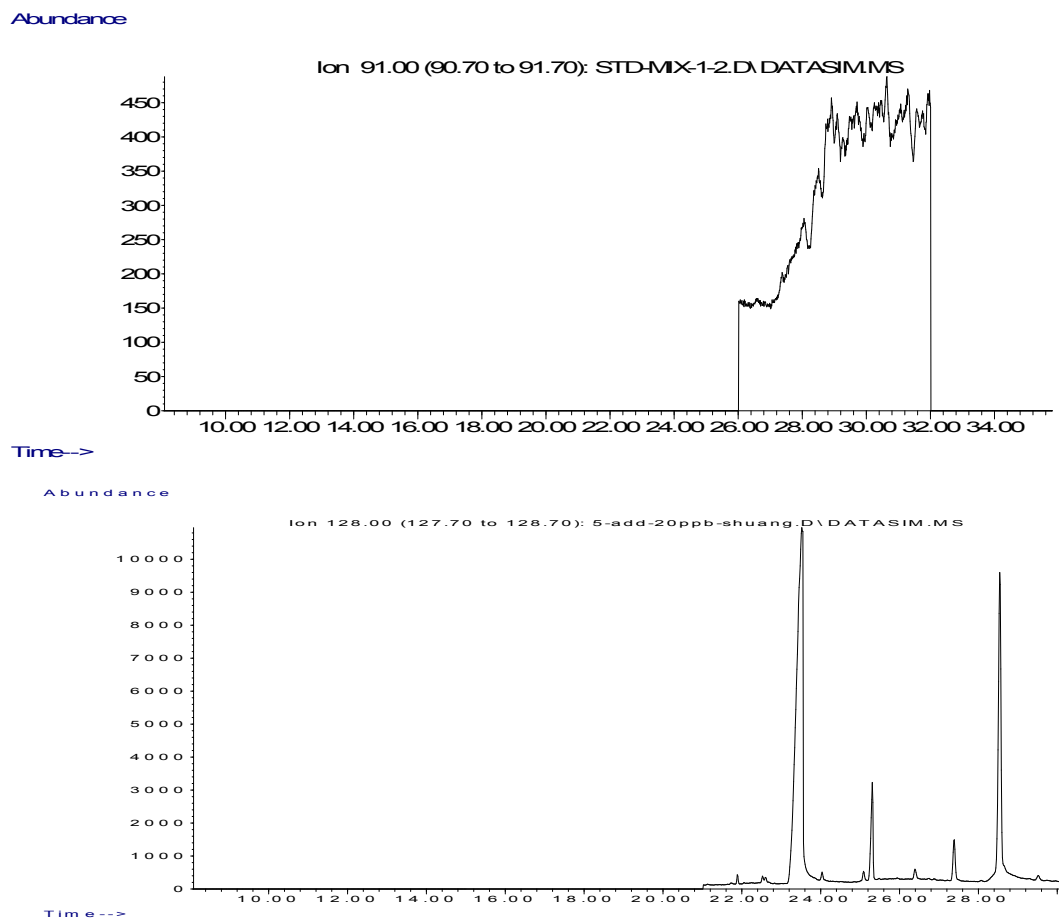


图 9 提取离子 m/z 91 和 m/z /128 的色谱图

另外, 由于吐纳麝香 AHTN 的氘代内标 d<sub>3</sub>-AHTN 与其性质十分相近, 因此在色谱上很难完全分离, 但是质谱可以通过提取特征离子的方式实现化合物的准确定性定量。仪器进样发现, m/z 243 作为 AHTN 丰度最高的碎片离子, 存在部分 d<sub>3</sub>-AHTN 的干扰, 若将其作为定量离子会使结果偏高, 如图 10 所示, 因此选择 m/z 258 作为 AHTN 的定量离子更合适。

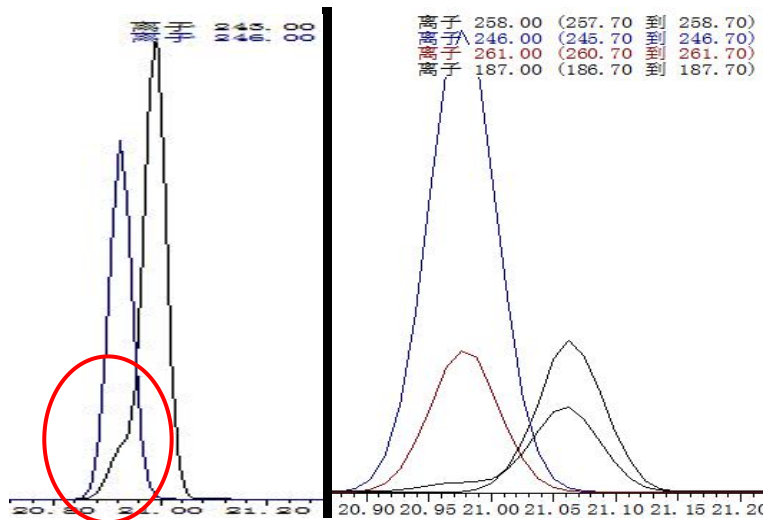


图 10 AHTN 和 d<sub>3</sub>-AHTN 的提取离子谱图

综合考虑上述情况，根据 11 种合成麝香物质的出峰时间，最终在确定了选择离子扫描的分段时间（表 3）的前提下，同时也确立了 11 种合成麝香目标化合物和 2 种氘代内标物的定性和定量离子（表 4）。

表 3 11 种合成麝香和 2 种氘代内标的选择离子扫描时间分段

序号	扫描段起始时间 (min)	目标物质
1	8.00	开许梅陇 (DPMI)
2	12.00	萨利麝香 (ADBI)
3	16.00	粉檀麝香 (AHMI)
		佳乐麝香 (HHCB)
		特拉斯 (ATII)
4	19.50	氘代吐纳麝 (d <sub>3</sub> -AHTN)
		吐纳麝香 (AHTN)
		氘代二甲苯麝 (d <sub>15</sub> -MX)
		二甲苯麝香 (MX)
5	22.00	伞花麝香 (MM)
		葵子麝香 (MA)
		西藏麝香 (MT)
6	26.00	酮麝香 (MK)

表 4 合成麝香的保留时间、定量离子和定性离子

序号	化合物名称	出峰时间	定量离子	定性离子
1	开许梅陇 (DPMI)	10.54	191	206,135
2	萨利麝香 (ADBI)	14.78	229	244,173
3	粉檀麝香 (AHMI)	17.57	229	244,187
4	佳乐麝香 (HHCB)	18.55, 18.79	243	213,258
5	特拉斯 (ATII)	20.08	215	258,173
6	氘代吐纳麝香 (d <sub>3</sub> -AHTN)	20.92	246	261
7	吐纳麝香 (AHTN)	20.99	258	243,187
8	氘代二甲苯麝香 (d <sub>15</sub> -MX)	23.81	294	312
9	二甲苯麝香 (MX)	24.15	282	297,283
10	伞花麝香 (MM)	24.46	263	264,278
11	葵子麝香 (MA)	24.54	253	268,238
12	西藏麝香 (MT)	26.36	251	266,252
13	酮麝香 (MK)	27.58	279	294,280

根据色谱-质谱法技术特点以及欧盟 2002/657/EC 文件中有关质谱法定性判断的标准，最终确定定性离子丰度比的相对偏差的范围，见表 5：

表 5 定性确定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%	≤10%
允许的相对偏差	±10%	±15%	±20%	±50%

### 2.3.2 前处理方法的研究

#### 2.3.2.1 内标物质的选择

在样品的前处理过程中，选取与其结构一致的同位素内标，能在提取及净化过程根据提取净化的效率不同，平行递减。在质谱检测中，选取与其结构一致的同位素内标进行定量，其定量结果可根据不同基质对待测物响应的抑制作用进行平行消减，定量的准确性较高，提高样品检测的精密度，但同位素内标往往价格较高，且选取的种类有限。本方法选用了 d<sub>3</sub>-AHTN 作为 6 种多环麝香，包括 DPMI、ADBI、AHMI、HHCB、ATII 和 AHTN 的内标物质，选择 d<sub>15</sub>-MX 作为 5 种硝基麝香 MX、MM、MA、MT 和 MK 的内标物质，其物理及化学性质基本与目标分析物一致，且在化妆品中不存在该类化合物，因此非常适合作为测定化妆品中合成麝香含量的内标物质。

#### 2.3.2.2 提取溶剂的选择

1, 乳液膏霜类化妆品: 由于乳液膏霜类化妆品的乳化体系类型分水包油和油包水两种, 有些若直接采用溶剂提取, 样品分散性不好, 往往溶剂提取效率偏低, 故本方法采用 1.0 mL 饱和氯化钠水溶液先将样品充分分散后, 再采用有机溶剂分次提取, 以达到更好的提取目的。另外, 化妆品在溶剂提取过程中通常会出现乳化现象, 程度不一。因而, 加入饱和氯化钠水溶液的另一个目的便是使样品中的合成麝香产生盐析, 更好地溶于有机相, 且减少乳化效应的产生。

多环麝香极性较小, 硝基麝香比多环麝香极性略大, 都具有脂溶性, 难溶于水, 在弱极性或非极性溶剂中有较好的溶解度。根据相似相溶原理, 并考虑到提取溶剂的广适性和低毒性, 因此选择了正己烷、乙酸乙酯、乙腈、二氯甲烷、丙酮和甲醇作为提取溶剂, 比较了 6 类提取溶剂对于水剂、乳剂以及膏霜类化妆品中合成麝香的萃取效率, 加标水平为 0.10 mg/kg。结果显示, 二氯甲烷、乙腈、丙酮和甲醇都与样品基质存在部分互溶, 且都有不同程度的乳化现象, 而正己烷和乙酸乙酯对于 11 种合成麝香的提取效率最高。但进样结果显示, 正己烷提取溶剂的干扰和杂质峰较乙酸乙酯的少, 因而选择正己烷作为提取溶剂。各溶剂提取回收率具体见表 6。

表 6 不同提取溶剂下的膏霜类化妆品中 11 种合成麝香的回收率 (% , n=6)

序号 No.	化合物 Compound	正己烷 Hexane	乙酸乙酯 Ethyl	乙腈 Acetonitrile	二氯甲烷 Dichlorometha	丙酮 Acetone
1	开许梅陇	93.8	94.6	86.3	85.4	82.7
2	萨利麝香	96.1	95.2	85.5	83.2	81.1
3	粉檀麝香	93.7	92.8	83.3	80.8	79.9
4	佳乐麝香	99.4	100.7	88.7	86.7	83.5
5	特拉斯	92.9	93.5	82.0	80.6	78.7
6	吐纳麝香	95.5	92.1	86.4	83.5	82.1
7	二甲苯麝香	101.4	100.3	75.8	72.2	70.3
8	伞花麝香	90.8	92.1	73.8	74.9	72.4
9	葵子麝香	97.9	95.9	74.1	75.0	68.5
10	西藏麝香	93.1	94.4	72.9	73.3	65.7
11	酮麝香	92.7	93.1	73.6	71.8	66.4

2, 口红、粉饼等彩妆类化妆品: 口红、粉饼等彩妆类化妆品的主要成分是油脂、蜡质、色素、矿物粉类以及少量的亲油性乳化剂等, 因此可直接加入有机溶剂进行提取。1:1 配比的环己烷: 乙酸乙酯常被用作脂类和色素等含量较高产品基质的首选提取溶剂, 因此本方法中选择在口红和粉饼中直接加入 5mL 环己烷: 乙酸乙酯 (1:1), 经超声处理后, 发现样品底部存在部分不溶物。为了增加溶解度, 继续添加 5mL 环己烷: 乙酸乙酯 (1:1), 结果显示口红和粉饼类样品均可实现全部溶解, 且能满足目标化合物的提取要求 (90%~110%)。

因此针对口红、粉饼等彩妆类化妆品可直接加入 10mL 环己烷：乙酸乙酯（1:1）进行溶解提取处理，具体实验效果见图 11。



图 11 5ml 环己烷：乙酸乙酯（1：1）两次提取效果图

### 2.3.2.3 提取方式的选择

化妆品产品中的待测物有可能包被于化妆品乳化颗粒最内层，直接加入溶剂与样品混合提取，会限制内层待测物提取率。考虑到提取方式的方便性、快捷性，故选取了振荡提取、涡旋提取以及超声提取三种方式，实验结果显示超声提取的提取效率更好。因此，分别试验不同提取温度和超声时间对提取效率的影响以确定最佳条件。考虑某些膏霜类样品的粘度较大，因此以膏状化妆品为加标样品，加入 1.0 mL 饱和氯化钠水溶液和 2mL 正己烷，涡旋混匀后，经超声提取。试验表明，10℃~40℃期间，合成麝香的回收率随着超声温度的上升而不断提高，但温度超出 40℃后，合成麝香的回收率反而呈现轻微下降，这可能与某几个麝香化合物如 DPMI、ADBI 等低沸点易挥发的特性有关，温度越高越易造成其损失。而超声时间上，回收率在前 20min 内一直呈直线上升趋势，到了 20min 后趋于平缓，且 20min~40min 期间，合成麝香的回收率都没有显著性差异。由此得知，40℃下超声提取 20 min 对化妆品样品中 11 种合成麝香的提取效率最高（见图 12）。

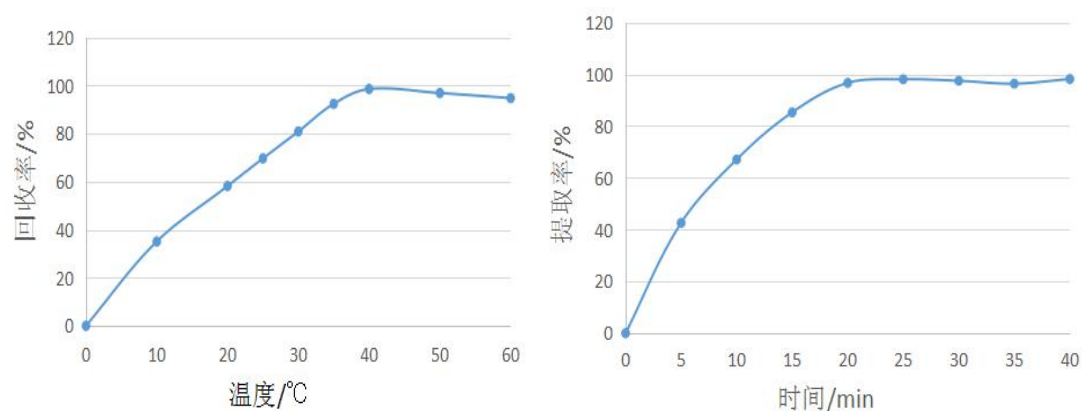


图 12 超声温度和超声时间对回收率的影响

### 2.3.2.4 净化方法的选择

1, 乳液膏霜类化妆品：实验发现，此类产品的正己烷提取液虽然相对而言是回收率最



高也干扰较小的，但由于其基质的复杂性，仍然存在较多杂质峰，对检测会造成一定干扰，且污染检测仪器。为了降低目标化合物的方法回收率损失，减少试剂用量和分析时长，故选择基质分散固相萃取的方式对样品进行净化处理。选取硅胶、中性氧化铝、石墨化炭黑（GCB）、弗洛里硅藻土、C18、NH<sub>2</sub>这7种固相萃取材料进行了对比实验。

结果表明，石墨化炭黑粉末是一款简单、高效的净化材料。弗洛里硅藻土和硅胶对 DPMI 存在吸附作用，中性氧化铝、C18 和 NH<sub>2</sub> 的净化效果不明显，杂质干扰峰仍较多。进一步试验表明石墨化炭黑粉末的净化效果与加入量相关，随着石墨化炭黑粉末加入量的增大，基质干扰逐渐减少，但当继续增加量时，干扰减少无明显变化。综合考虑，当石墨化炭黑粉末加入量为 0.1g 时，乳液膏霜类化妆品中 11 种合成麝香的干扰最小，且目标物质的仪器峰面积响应达到最大化，因此石墨化炭黑粉末的最佳加入量定为 0.1g。

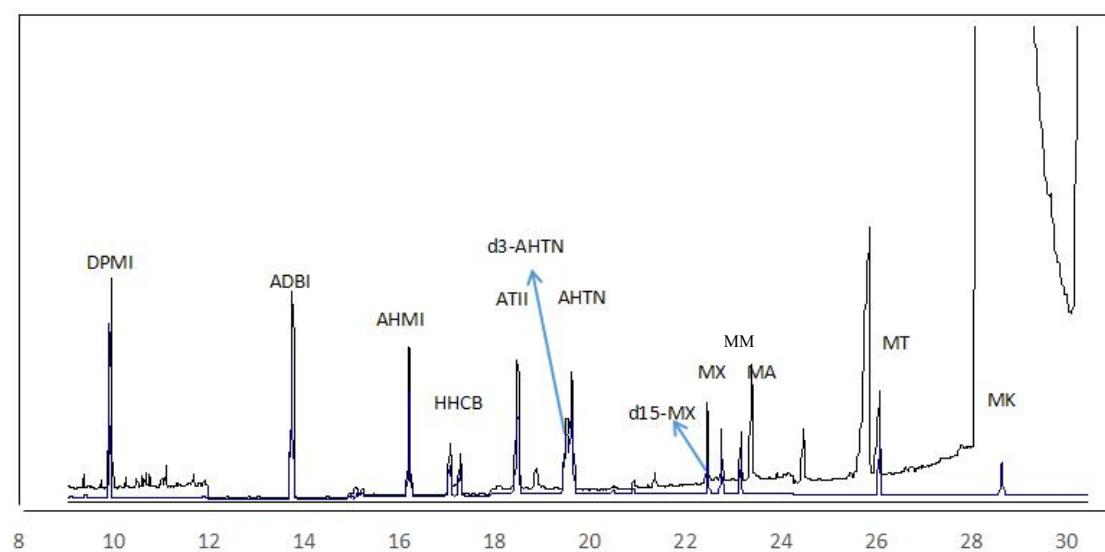


图 13 石墨化炭黑粉末对面霜中 11 种合成麝香的净化效果色谱对比图

## 2, 口红、粉饼等彩妆类化妆品:

口红、粉饼等彩妆类化妆品的净化首先考虑采用膏霜类化妆品的净化方法，在样品提取液中加入 0.1 g 石墨化炭黑粉末，涡旋震荡离心，结果显示由于彩妆类产品的色素含量较高，0.1g 石墨化炭黑净化效果有限，因此进一步增加石墨化炭黑的加入量至 0.2g，但净化效果与膏霜类样品一致，增加石墨化炭黑同样无法进一步改善净化效果。净化效果如图 14 所示。

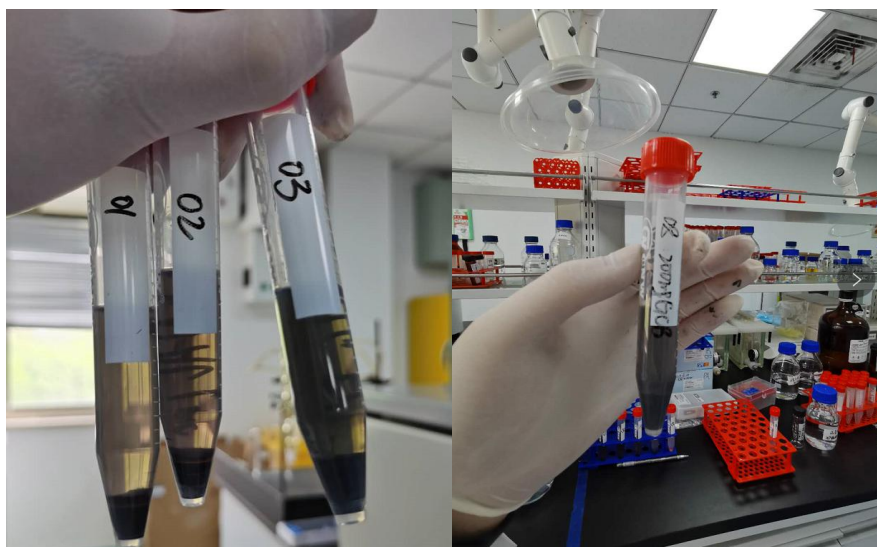


图 14 石墨化碳黑粉末对口红中 11 种合成麝香的净化效果图

考虑到聚酰胺固相萃取填料 (PA) 对于色素优越的净化性能, 因此在上述 0.1g 石墨化炭黑净化的基础上, 再加入 0.1g 聚酰胺进行二次净化, 结果显示聚酰胺加入后色素净化效果提高, 如图 15 所示。并且实验证明, 酸化乙腈条件下的聚酰胺净化步骤的合成麝香回收率优于未酸化效果, 尤其对于几种多环麝香的提高效果更明显, 回收率数据比较详见表 7。因此最终确定对于口红、粉饼等彩妆类化妆品采取 100mgGCB 和 100mgPA, 同时加入 2ml 2.0%甲酸乙腈的两步净化步骤作为最终的实验条件。

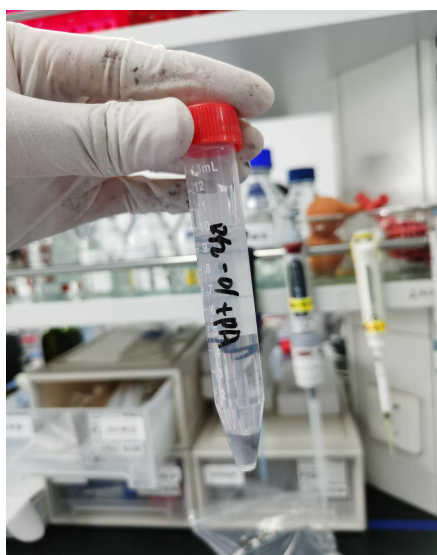


图 15 石墨化碳黑粉末对口红中 11 种合成麝香的净化效果图

表 7 酸化条件对口红中 11 种合成麝香的回收率影响 (加标量 0.1mg/kg)

化合物	回收率 (%)	
	100mgGCB+100mgPA	100mgGCB+100mgPA, 加入 2ml 2.0%甲酸乙腈

开许梅陇 (DPMI)	69.5	85.5
萨利麝香 (ADBI)	68.6	89.2
粉檀麝香 (AHMI)	65.0	85.7
佳乐麝香 (HHCB)	85.4	90.8
特拉斯 (ATH)	71.1	85.0
吐纳麝香 (AHTN)	81.4	96.8
二甲苯麝香 (MX)	90.1	104.5
伞花麝香 (MM)	89.6	101.1
葵子麝香 (MA)	96.3	98.0
西藏麝香 (MT)	90.4	101.6
酮麝香 (MK)	91.1	98.6

## 2.4 方法的性能参数验证

### 2.4.1 检出限、标准曲线和线性范围

色谱分析检出限定义为响应值为三倍基线噪音时所需的样品量。计算公式如下：

$$D = \frac{3N}{S} = \frac{3h_{\text{噪音}}}{h_{\text{试样}}/c}$$

式中：D——检出限， g/L

N——基线噪音， mAU

S——仪器灵敏度， mAU\*mL/ g

h 噪音——基线噪音的峰高， mAU

h 试样——试样的峰高， mAU

c——被检物质的含量， g/L

基质加标溶液的浓度为 0.10 mg/kg，进样量为 1.0μL，样品取样量为 0.25 g，最后定容体积 1.0 mL。按检出限定义，11 种合成麝香在此分析条件下的检出限数据如下：

表 8 11 种合成麝香定性检出限

化合物名称	定性检出限 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)
	9.2	8.5	9.5	8.6	9.8	9.0	
开许梅陇 (DPMI)	9.2	8.5	9.5	8.6	9.8	9.0	9.1
萨利麝香 (ADBI)	11.6	11.0	12.6	11.1	12.3	12.2	11.8
粉檀麝香 (AHMI)	13.0	13.6	12.5	12.7	13.4	13.8	13.2
佳乐麝香 (HHCB)	29.6	29.7	30.4	28.6	29.2	29.9	29.6
特拉斯 (ATH)	15.0	15.5	14.4	15.7	14.8	15.4	15.1
吐纳麝香 (AHTN)	11.7	12.4	12.2	11.0	11.7	12.4	11.9
二甲苯麝香 (MX)	29.6	29.8	29.4	30.5	29.0	29.7	29.7
伞花麝香 (MM)	25.5	25.9	26.0	24.6	25.4	24.3	25.3

葵子麝香 (MA)	30.2	29.4	29.1	31.0	29.5	30.4	29.9
西藏麝香 (MT)	25.8	26.2	26.3	24.9	26.6	25.1	25.8
酮麝香 (MK)	27.1	28.5	27.8	27.0	27.4	28.1	27.7

定量检出限定义为响应值为十倍基线噪音时所需的样品量，11种合成麝香的定量检出限见表9。

表9 11种合成麝香定量检出限

化合物名称	定量检出限 (µg/kg)						平均值 (µg/kg)
开许梅陇 (DPMI)	30.7	28.3	31.7	28.7	32.5	30.0	30.3
萨利麝香 (ADBI)	38.7	36.7	42.0	37.0	41.0	40.7	39.4
粉檀麝香 (AHMI)	43.3	45.3	41.7	42.3	44.8	46.0	43.9
佳乐麝香 (HHCB)	98.7	99.0	101.3	95.3	97.3	99.7	98.6
特拉斯 (ATII)	50.0	51.7	48.0	52.3	49.3	51.3	50.4
吐纳麝香 (AHTN)	39.0	41.2	40.8	36.7	38.9	41.3	39.7
二甲苯麝香 (MX)	98.7	99.3	98.0	101.7	96.7	99.0	98.9
伞花麝香 (MM)	85.0	86.3	86.7	82.0	84.7	81.0	84.3
葵子麝香 (MA)	100.7	98.0	97.0	103.3	98.3	101.3	99.8
西藏麝香 (MT)	86.0	87.3	87.7	83.0	88.7	83.7	86.1
酮麝香 (MK)	90.3	95.0	92.7	90.0	91.3	93.7	92.2

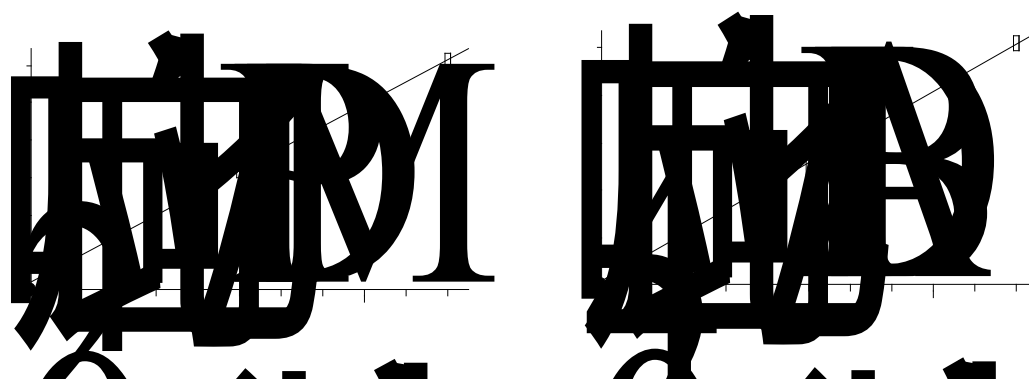
从表9数据看，11种合成麝香定量检出限平均值基本均小于0.10 mg/kg，能够达到禁用物质的检测需求。为了该方法今后的进一步标准化，以取整为原则，最终11种合成麝香的检出限确定为表10所列数值。

线性范围是指试样量与响应讯号之间保持线性关系的范围。取10.0 mg/L的11种合成麝香混合标准工作液，按逐级稀释的方法准确吸取一定量的混合标准溶液，加入同等质量浓度的氘代麝香内标，配制成标准系列溶液。浓度点分别为0.025 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L，内标浓度均为0.1 mg/L。在优化的最佳实验条件下，将配制好的系列标准溶液分别进样并计算。以目标化合物峰面积/内标物质峰面积的比值为纵坐标，以标准溶液浓度/内标物质浓度的比值为横坐标，绘制标准曲线。经线性回归后求得相关系数。11种合成麝香在0.025 mg/L~0.50 mg/L浓度范围内线性关系良好，相关系数(R<sup>2</sup>)均>0.99。表明在此条件下试验的线性很好。11种合成麝香的标准曲线方程、相关系数及检出限和定量限参见表10。

表10 11种合成麝香的标准曲线方程和检出限

化合物名称	工作曲线	R <sup>2</sup>	线性范围 (mg/L)	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)
-------	------	----------------	-------------	-------------	-------------

开许梅陇 (DPMI)	$Y=0.592X+0.101$	0.9994	0.025~0.50	0.015	0.05
萨利麝香 (ADBI)	$Y=0.997X+0.0753$	0.9991	0.025~0.50	0.015	0.05
粉檀麝香 (AHMI)	$Y=1.25X+0.0861$	0.9991	0.025~0.50	0.015	0.05
佳乐麝香 (HHCB)	$Y=0.237X+0.0401$ $Y=0.220X+0.0343$	0.9994 0.9993	0.025~0.50	0.03	0.10
特拉斯 (ATII)	$Y=1.140X+0.0751$	0.9993	0.025~0.50	0.015	0.05
吐纳麝香 (AHTN)	$Y=1.010X+0.180$	0.9992	0.025~0.50	0.015	0.05
二甲苯麝香 (MX)	$Y=0.644X+0.0572$	0.9995	0.025~0.50	0.03	0.10
伞花麝香 (MM)	$Y=1.530X+0.0726$	0.9993	0.025~0.50	0.03	0.10
葵子麝香 (MA)	$Y=0.501X+0.048$	0.9997	0.025~0.50	0.03	0.10
西藏麝香 (MT)	$Y=1.370X+0.0964$	0.9995	0.025~0.50	0.03	0.10
酮麝香 (MK)	$Y=0.834X+0.116$	0.9994	0.025~0.50	0.03	0.10



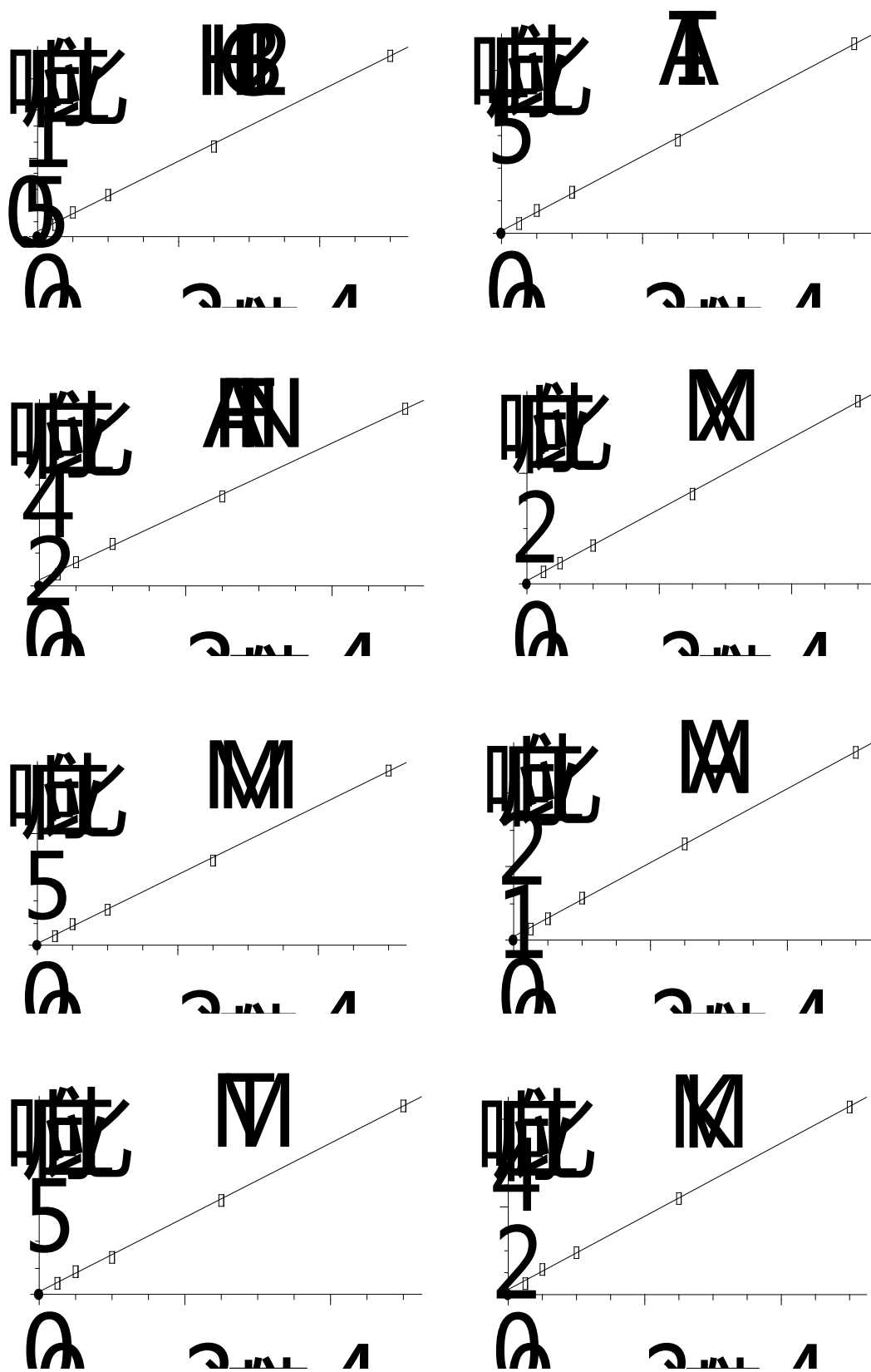


图16 11种合成麝香的标准曲线图

#### 2.4.2 方法的精密度和回收率

将三个浓度点（0.10 mg/kg，0.50 mg/kg 和 1.00 mg/kg）的 11 种合成麝香混标加标的空

白化妆品样品按前处理方法提取并分别进样测定，每个浓度点 6 平行，计算得到 11 种合成麝香的加标回收率及方法精密度（相对标准偏差，RSD）数据。膏霜类化妆品的加标回收率与精密度数据见表 11~13，口红的加标回收率与精密度数据见表 14~16。由表可见，化妆品中 11 种合成麝香的加标回收率在 80.1%~102.2%之间，相对标准偏差（RSD）在 1.50%~4.85%之间，可满足试验的要求。本方法准确性好，精密度高，可满足同时检测化妆品中 11 种合成麝香成分的要求。

表 11 膏霜类化妆品中 0.10 mg/kg 合成麝香的加标回收率和精密度数据(n=6)

化合物名称	加标量 0.10 mg/kg	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD (%)
开许梅陇 (DPMI)	测定值 (mg/kg)	0.0853	0.0822	0.0866	0.0801	0.0836	0.0857	0.0839	2.91
	回收率 (%)	85.3	82.2	86.6	80.1	83.6	85.7	83.9	
萨利麝香 (ADBI)	测定值 (mg/kg)	0.0898	0.0861	0.0913	0.0945	0.0913	0.0924	0.0909	3.10
	回收率 (%)	89.8	86.1	91.3	94.5	91.3	92.4	90.9	
粉檀麝香 (AHMI)	测定值 (mg/kg)	0.0912	0.0907	0.0866	0.0901	0.0886	0.0877	0.0892	2.03
	回收率 (%)	91.2	90.7	86.6	90.1	88.6	87.7	89.2	
佳乐麝香 (HHCB)	测定值 (mg/kg)	0.0875	0.0922	0.0930	0.0894	0.0869	0.0908	0.0900	2.75
	回收率 (%)	87.5	92.2	93.0	89.4	86.9	90.8	90.0	
特拉斯 (ATII)	测定值 (mg/kg)	0.0823	0.0862	0.0809	0.0814	0.0858	0.0848	0.0836	2.77
	回收率 (%)	82.3	86.2	80.9	81.4	85.8	84.8	83.6	
吐纳麝香 (AHTN)	测定值 (mg/kg)	0.0873	0.0888	0.0864	0.0912	0.0978	0.0944	0.0910	4.85
	回收率 (%)	87.3	88.8	86.4	91.2	97.8	94.4	91.0	
二甲苯麝香 (MX)	测定值 (mg/kg)	0.0905	0.0917	0.0944	0.0925	0.0887	0.0932	0.0918	2.21
	回收率 (%)	90.5	91.7	94.4	92.5	88.7	93.2	91.8	
伞花麝香 (MM)	测定值 (mg/kg)	0.0899	0.0921	0.0908	0.0876	0.0914	0.0869	0.0898	2.34
	回收率 (%)	89.9	92.1	90.8	87.6	91.4	86.9	90.7	
葵子麝香 (MA)	测定值 (mg/kg)	0.0856	0.0874	0.0891	0.0903	0.0849	0.0862	0.0873	2.41
	回收率 (%)	85.6	87.4	89.1	90.3	84.9	86.2	87.3	
西藏麝香 (MT)	测定值 (mg/kg)	0.0824	0.0808	0.0892	0.0835	0.0823	0.0857	0.0840	3.61
	回收率 (%)	82.4	80.8	89.2	83.5	82.3	85.7	84.0	
酮麝香 (MK)	测定值 (mg/kg)	0.0819	0.0906	0.0855	0.0832	0.0874	0.0829	0.0853	3.86
	回收率 (%)	81.9	90.6	85.5	83.2	87.4	82.9	85.3	

回收率 (%)	81.9	90.6	85.5	83.2	87.4	82.9	85.3
---------	------	------	------	------	------	------	------

表 12 膏霜类化妆品中 0.50 mg/kg 合成麝香的回收率和精密度数据(n=6)

化合物名称	加标量 0.50 mg/kg	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD (%)
开许梅陇 (DPMI)	测定值 (mg/kg)	0.439	0.447	0.450	0.488	0.452	0.451	0.455	3.76
	回收率 (%)	87.8	89.4	90.0	97.6	90.4	90.2	90.9	
萨利麝香 (ADBI)	测定值 (mg/kg)	0.457	0.491	0.490	0.488	0.452	0.451	0.472	4.25
	回收率 (%)	91.4	98.2	98.0	97.6	90.4	90.2	94.3	
粉檀麝香 (AHMI)	测定值 (mg/kg)	0.469	0.474	0.481	0.465	0.472	0.461	0.470	1.50
	回收率 (%)	93.8	94.8	96.2	93.0	94.4	92.2	94.1	
佳乐麝香 (HHCB)	测定值 (mg/kg)	0.471	0.466	0.499	0.487	0.479	0.455	0.476	3.29
	回收率 (%)	94.2	93.2	99.8	97.4	95.8	91.0	95.2	
特拉斯 (ATII)	测定值 (mg/kg)	0.459	0.463	0.478	0.452	0.467	0.449	0.461	2.29
	回收率 (%)	91.8	92.6	95.6	90.4	93.4	89.8	92.3	
吐纳麝香 (AHTN)	测定值 (mg/kg)	0.466	0.502	0.470	0.457	0.471	0.495	0.477	3.70
	回收率 (%)	93.2	100.4	94.0	91.4	94.2	99.0	95.4	
二甲苯麝香 (MX)	测定值 (mg/kg)	0.511	0.474	0.487	0.462	0.507	0.478	0.487	3.95
	回收率 (%)	102.2	94.8	97.4	92.4	101.4	95.6	97.3	
伞花麝香 (MM)	测定值 (mg/kg)	0.461	0.472	0.451	0.480	0.479	0.486	0.472	2.80
	回收率 (%)	92.2	94.4	90.2	96.0	95.8	97.2	94.3	
葵子麝香 (MA)	测定值 (mg/kg)	0.452	0.468	0.455	0.471	0.483	0.464	0.466	2.43
	回收率 (%)	90.4	93.6	91.0	94.2	96.6	92.8	93.1	
西藏麝香 (MT)	测定值 (mg/kg)	0.448	0.431	0.459	0.426	0.445	0.422	0.439	3.29
	回收率 (%)	89.6	86.2	91.8	85.2	89.0	84.4	87.7	
酮麝香 (MK)	测定值 (mg/kg)	0.436	0.419	0.427	0.421	0.416	0.439	0.426	2.21
	回收率 (%)	87.2	83.8	85.4	84.2	83.2	87.8	85.3	

表 13 膏霜类化妆品中 1.00 mg/kg 合成麝香的回收率和精密度数据(n=6)

化合物名称	加标量 1.00 mg/kg	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD (%)
-------	-------------------	---	---	---	---	---	---	-----	---------



开许梅陇 (DPMI)	测定值 (mg/kg)	0.953	0.922	0.866	0.901	0.936	0.857	0.906	4.24
	回收率 (%)	95.3	92.2	86.6	90.1	93.6	85.7	90.6	
萨利麝香 (ADBI)	测定值 (mg/kg)	0.919	0.874	0.923	0.935	0.907	0.894	0.909	2.42
	回收率 (%)	91.9	87.4	92.3	93.5	90.7	89.4	90.9	
粉檀麝香 (AHMI)	测定值 (mg/kg)	0.902	0.895	0.923	0.911	0.934	0.914	0.913	1.54
	回收率 (%)	90.2	89.5	92.3	91.1	93.4	91.4	91.3	
佳乐麝香 (HHCB)	测定值 (mg/kg)	0.945	0.922	0.93	0.899	0.935	0.918	0.925	1.71
	回收率 (%)	94.5	92.2	93.0	89.9	93.5	91.8	92.5	
特拉斯 (ATII)	测定值 (mg/kg)	0.913	0.892	0.909	0.928	0.941	0.893	0.913	2.12
	回收率 (%)	91.3	89.2	90.9	92.8	94.1	89.3	91.3	
吐纳麝香 (AHTN)	测定值 (mg/kg)	0.922	0.894	0.914	0.931	0.978	0.949	0.931	3.14
	回收率 (%)	92.2	89.4	91.4	93.1	97.8	94.9	93.1	
二甲苯麝香 (MX)	测定值 (mg/kg)	0.870	0.909	0.914	0.923	0.877	0.936	0.905	2.88
	回收率 (%)	87.0	90.9	91.4	92.3	87.7	93.6	90.5	
伞花麝香 (MM)	测定值 (mg/kg)	0.912	0.897	0.922	0.931	0.875	0.864	0.900	2.95
	回收率 (%)	91.2	89.7	92.2	93.1	87.5	86.4	90.0	
葵子麝香 (MA)	测定值 (mg/kg)	0.867	0.889	0.924	0.874	0.895	0.869	0.886	2.43
	回收率 (%)	86.7	88.9	92.4	87.4	89.5	86.9	88.6	
西藏麝香 (MT)	测定值 (mg/kg)	0.854	0.862	0.812	0.835	0.866	0.879	0.851	2.84
	回收率 (%)	85.4	86.2	81.2	83.5	86.6	87.9	85.1	
酮麝香 (MK)	测定值 (mg/kg)	0.908	0.916	0.849	0.832	0.844	0.871	0.870	4.02
	回收率 (%)	90.8	91.6	84.9	83.2	84.4	87.1	87.0	

表 14 口红中 0.10 mg/kg 合成麝香的加标回收率和精密度数据(n=6)

化合物 名称	加标量 0.10 mg/kg	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD (%)
		测定值 (mg/kg)	0.0892	0.0837	0.0861	0.0854	0.0847		
回收率 (%)	89.2	83.7	86.1	85.4	84.7	87.4	86.1	2.80	
测定值 (mg/kg)	0.0882	0.0842	0.0894	0.0866	0.0847	0.0901	0.0872		2.80
回收率 (%)	88.2	84.2	89.4	86.6	84.7	90.1	87.2		

粉檀麝香 (AHMI)	测定值 (mg/kg)	0.0904	0.0896	0.0876	0.0912	0.0877	0.0858	0.0887	2.29
	回收率 (%)	90.4	89.6	87.6	91.2	87.7	85.8	88.7	
佳乐麝香 (HHCB)	测定值 (mg/kg)	0.0892	0.0903	0.0917	0.0881	0.0813	0.0869	0.0879	4.15
	回收率 (%)	89.2	90.3	91.7	88.1	81.3	86.9	87.9	
特拉斯 (ATII)	测定值 (mg/kg)	0.0858	0.0907	0.0861	0.0911	0.0878	0.0848	0.0877	3.02
	回收率 (%)	85.8	90.7	86.1	91.1	87.8	84.8	87.7	
吐纳麝香 (AHTN)	测定值 (mg/kg)	0.0892	0.0835	0.0913	0.0907	0.0827	0.0884	0.0876	4.19
	回收率 (%)	89.2	83.5	91.3	90.7	82.7	88.4	87.6	
二甲苯麝香 (MX)	测定值 (mg/kg)	0.0918	0.0895	0.0901	0.0932	0.0912	0.0848	0.0901	3.22
	回收率 (%)	91.8	89.5	90.1	93.2	91.2	84.8	90.1	
伞花麝香 (MM)	测定值 (mg/kg)	0.0821	0.0874	0.0895	0.0831	0.0881	0.0869	0.0862	3.40
	回收率 (%)	82.1	87.4	89.5	83.1	88.1	86.9	86.2	
葵子麝香 (MA)	测定值 (mg/kg)	0.0828	0.0812	0.0875	0.0909	0.0875	0.0827	0.0854	4.40
	回收率 (%)	82.8	81.2	87.5	90.9	87.5	82.7	85.4	
西藏麝香 (MT)	测定值 (mg/kg)	0.0822	0.0843	0.0857	0.0911	0.0824	0.0829	0.0848	3.98
	回收率 (%)	82.2	84.3	85.7	91.1	82.4	82.9	84.8	
酮麝香 (MK)	测定值 (mg/kg)	0.0833	0.0871	0.0844	0.0827	0.0897	0.0884	0.0859	3.35
	回收率 (%)	83.3	87.1	84.4	82.7	89.7	88.4	85.9	

表 15 口红中 0.50 mg/kg 合成麝香的回收率和精密度数据(n=6)

化合物 名称	加标量 0.50 mg/kg	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD (%)
开许梅陇 (DPMI)	测定值 (mg/kg)	0.456	0.469	0.471	0.468	0.492	0.459	0.469	2.70
	回收率 (%)	91.2	93.8	94.2	93.6	98.4	91.8	93.8	
萨利麝香 (ADBI)	测定值 (mg/kg)	0.467	0.481	0.459	0.479	0.484	0.462	0.472	2.26
	回收率 (%)	93.4	96.2	91.8	95.8	96.8	92.4	94.4	
粉檀麝香 (AHMI)	测定值 (mg/kg)	0.477	0.469	0.473	0.482	0.449	0.467	0.470	2.43
	回收率 (%)	95.4	93.8	94.6	96.4	89.8	93.4	93.9	
佳乐麝香 (HHCB)	测定值 (mg/kg)	0.482	0.471	0.463	0.447	0.455	0.484	0.467	3.16

	回收率 (%)	96.4	94.2	92.6	89.4	91	96.8	93.4	
特拉斯 (ATII)	测定值 (mg/kg)	0.461	0.492	0.472	0.458	0.467	0.448	0.466	3.22
	回收率 (%)	92.2	98.4	94.4	91.6	93.4	89.6	93.3	
吐纳麝香 (AHTN)	测定值 (mg/kg)	0.492	0.507	0.483	0.501	0.475	0.457	0.486	3.76
	回收率 (%)	98.4	101.4	96.6	100.2	95	91.4	97.2	
二甲苯麝 香 (MX)	测定值 (mg/kg)	0.459	0.487	0.463	0.494	0.462	0.471	0.473	3.08
	回收率 (%)	91.8	97.4	92.6	98.8	92.4	94.2	94.5	
伞花麝香 (MM)	测定值 (mg/kg)	0.443	0.447	0.456	0.438	0.475	0.449	0.451	2.89
	回收率 (%)	88.6	89.4	91.2	87.6	95.0	89.8	90.3	
葵子麝香 (MA)	测定值 (mg/kg)	0.442	0.438	0.469	0.457	0.429	0.438	0.446	3.30
	回收率 (%)	88.4	87.6	93.8	91.4	85.8	87.6	89.1	
西藏麝香 (MT)	测定值 (mg/kg)	0.452	0.421	0.439	0.447	0.461	0.435	0.443	3.17
	回收率 (%)	90.4	84.2	87.8	89.4	92.2	87	88.5	
酮麝香 (MK)	测定值 (mg/kg)	0.458	0.426	0.433	0.467	0.455	0.446	0.448	3.49
	回收率 (%)	91.6	85.2	86.6	93.4	91	89.2	89.5	

表 16 口红中 1.00 mg/kg 合成麝香的回收率和精密度数据(n=6)

化合物名称	加标量 1.00 mg/kg	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD (%)
开许梅陇 (DPMI)	测定值 (mg/kg)	0.941	0.935	0.964	0.974	0.907	0.942	0.944	2.49
	回收率 (%)	94.1	93.5	96.4	97.4	90.7	94.2	94.4	
萨利麝香 (ADBI)	测定值 (mg/kg)	0.905	0.919	0.954	0.947	0.922	0.932	0.930	1.97
	回收率 (%)	90.5	91.9	95.4	94.7	92.2	93.2	93.0	
粉檀麝香 (AHMI)	测定值 (mg/kg)	0.945	0.966	0.987	0.925	0.911	0.964	0.950	2.98
	回收率 (%)	94.5	96.6	98.7	92.5	91.1	96.4	95.0	
佳乐麝香 (HHCB)	测定值 (mg/kg)	0.925	0.931	0.907	0.967	0.994	0.975	0.950	3.55
	回收率 (%)	92.5	93.1	90.7	96.7	99.4	97.5	95.0	
特拉斯 (ATII)	测定值 (mg/kg)	0.963	0.928	0.994	0.972	0.928	0.955	0.957	2.69
	回收率 (%)	96.3	92.8	99.4	97.2	92.8	95.5	95.7	
吐纳麝香	测定值	0.918	0.954	0.927	0.966	0.974	0.938	0.946	2.34

(AHTN)	(mg/kg)								
	回收率 (%)	91.8	95.4	92.7	96.6	97.4	93.8	94.6	
二甲苯麝香	测定值 (mg/kg)	0.907	0.935	0.897	0.955	0.963	0.924	0.930	2.80
(MX)	回收率 (%)	90.7	93.5	89.7	95.5	96.3	92.4	93.0	
伞花麝香	测定值 (mg/kg)	0.912	0.889	0.934	0.906	0.942	0.922	0.918	2.11
(MM)	回收率 (%)	91.2	88.9	93.4	90.6	94.2	92.2	91.8	
葵子麝香	测定值 (mg/kg)	0.847	0.839	0.924	0.881	0.897	0.849	0.873	3.85
(MA)	回收率 (%)	84.7	83.9	92.4	88.1	89.7	84.9	87.3	
西藏麝香	测定值 (mg/kg)	0.908	0.934	0.874	0.896	0.922	0.897	0.905	2.34
(MT)	回收率 (%)	90.8	93.4	87.4	89.6	92.2	89.7	90.5	
酮麝香	测定值 (mg/kg)	0.908	0.926	0.859	0.872	0.841	0.878	0.881	3.56
(MK)	回收率 (%)	90.8	92.6	85.9	87.2	84.1	87.8	88.1	

#### 2.4.3 稳定性

将制备好的混合标准溶液以及样品基质加标溶液在 24 小时内连续 6 次进样数据的标准偏差作为日内稳定性结果，并在第 2 天和第 3 天再次连续进样（每次 6 针），其数据偏差作为日间稳定性结果。

##### 2.4.3.1 标准溶液稳定性

将制备好的 0.1 mg/L 标准溶液在 24h 内以及第 2 天和第 3 天连续进样测定，结果显示 11 种合成麝香的日内和日间稳定性都较好，详见下表 17 和表 18。

表 17 标准溶液的日内稳定性

化合物	峰面积（浓度 0.1 mg/L）								
	0h	2h	4h	8h	16h	24h	平均	RSD (%)	
开许梅陇 (DPMI)	21036	20889	22341	21657	20983	20097	21167	3.59	
萨利麝香 (ADBI)	35699	34774	36895	35779	33298	36601	35508	3.70	
粉檀麝香 (AHMI)	46436	43489	45521	44987	46358	45542	45389	2.38	
佳乐麝香 (HHCB)	1	9492	9225	9389	9798	9557	9192	9442	2.39
	2	8888	8869	8568	8321	8987	8474	8685	3.08
特拉斯 (ATII)	43334	42287	41895	43065	40028	44789	42566	3.75	
吐纳麝香 (AHTN)	38216	36398	39387	37581	35294	36642	37253	3.90	
二甲苯麝香 (MX)	5769	5598	5876	5654	5398	5884	5697	3.27	
伞花麝香 (MM)	12145	11895	12997	12054	12227	12198	12253	3.13	
葵子麝香 (MA)	4517	4490	4641	4562	4573	4342	4521	2.25	
西藏麝香 (MT)	12241	12088	12065	12387	11546	12187	12086	2.39	
酮麝香 (MK)	7695	7998	7559	7869	7423	7354	7650	3.30	

表 18 标准溶液的日间稳定性

化合物		峰面积 (浓度 0.1 mg/L)				
		第 1 天	第 2 天	第 3 天	平均	RSD (%)
开许梅陇 (DPMI)		21167	22085	20989	21414	2.75
萨利麝香 (ADBI)		35508	33752	34992	34751	2.60
粉檀麝香 (AHMI)		45389	43521	45933	44948	2.81
佳乐麝香 (HHCB)	1	9442	9091	9707	9413	3.28
	2	8685	8332	8886	8634	3.25
特拉斯 (ATII)		42566	41009	43841	42472	3.34
吐纳麝香 (AHTN)		37253	35398	36112	36254	2.58
二甲苯麝香 (MX)		5697	5559	5353	5536	3.13
伞花麝香 (MM)		12586	11898	11954	12146	3.15
葵子麝香 (MA)		4588	4492	4375	4485	2.38
西藏麝香 (MT)		12252	12741	13065	12686	3.23
酮麝香 (MK)		7650	7355	7906	7637	3.61

2.4.3.2 试样溶液稳定性

选择空白化妆品样品，加入 11 种合成麝香混标，进行前处理后进样测定，加标浓度为 0.1 mg/kg，考察日内和日间的测定稳定性，结果如下。

表 19 加标样品的日内稳定性

化合物		峰面积 (浓度 0.1 mg/kg)							RSD (%)
		0h	2h	4h	8h	16h	24h	平均	
开许梅陇 (DPMI)		6116	6321	6091	6452	6229	6338	6258	2.22
萨利麝香 (ADBI)		8795	8817	8452	8694	8391	8947	8683	2.52
粉檀麝香 (AHMI)		12676	12123	13324	12957	13079	12367	12754	3.55
佳乐麝香 (HHCB)	1	2568	2681	2493	2667	2530	2701	2607	3.36
	2	2394	2254	2424	2389	2451	2518	2405	3.65
特拉斯 (ATII)		11826	11058	11828	10775	10946	11574	11335	4.11
吐纳麝香 (AHTN)		9827	9695	9471	9523	9979	9614	9685	1.98
二甲苯麝香 (MX)		1853	1778	1784	1934	1969	1866	1864	4.14
伞花麝香 (MM)		3336	3397	3542	3229	3431	3207	3357	3.78
葵子麝香 (MA)		1266	1198	1234	1315	1337	1188	1256	4.86
西藏麝香 (MT)		3260	3057	3128	3394	3287	3307	3239	3.83
酮麝香 (MK)		2323	2397	2205	2187	2451	2299	2310	4.49

表 20 加标样品的日间稳定性

化合物	峰面积 (浓度 0.1 mg/L)
-----	-------------------

		第 1 天	第 2 天	第 3 天	平均	RSD (%)
开许梅陇 (DPMI)		6258	6321	6649	6409	3.28
萨利麝香 (ADBI)		8683	8414	8907	8668	2.85
粉檀麝香 (AHMI)		12754	13497	13605	13285	3.49
佳乐麝香 (HHCB)	1	2607	2811	2718	2712	3.77
	2	2405	2522	2604	2510	3.98
特拉斯 (ATII)		11335	10758	11154	11082	2.66
吐纳麝香 (AHTN)		9685	9109	9801	9532	3.89
二甲苯麝香 (MX)		1864	1925	1971	1920	2.80
伞花麝香 (MM)		3357	3210	3502	3356	4.35
葵子麝香 (MA)		1256	1356	1335	1316	3.99
西藏麝香 (MT)		3239	3107	3358	3235	3.88
酮麝香 (MK)		2310	2412	2507	2410	4.08

上述数据表明,连续 3 天该方法测定加标样品的相对标准偏差值均小于 4.35%,说明该方法连续 3 天对化妆品中 11 种合成麝香的测试结果稳定。

### 2.3.5.3 标准溶液保存期稳定性

将配制好的合成麝香标准储备液 (100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 溶剂: 乙酸乙酯) 置  $-20^{\circ}\text{C}$  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、5 月、6 月) 后, 稀释成浓度为 1  $\text{mg}/\text{L}$  的工作溶液, 通过与新购入的 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标液储备液稀释成的 1  $\text{mg}/\text{L}$  浓度工作溶液在相同的气质分析条件下进行比较, 考察合成麝香标准储备液的保存期稳定性, 试验结果如图 17。

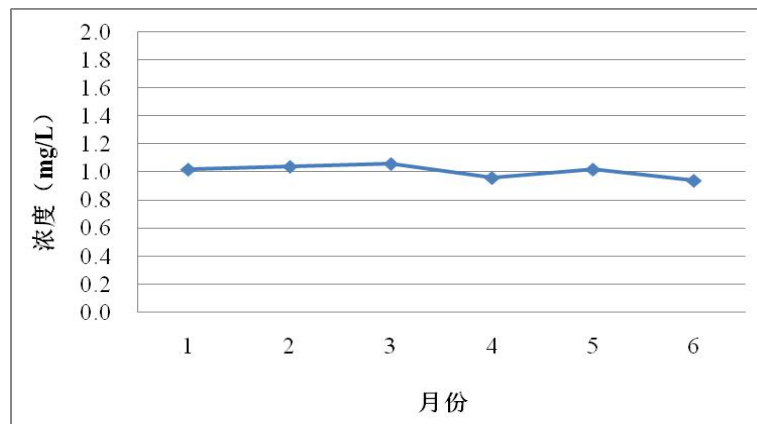


图 17 储备液的稳定性实验

由上图可以看出, 对于高浓度的储备液在冷冻条件下储存 6 个月, 标液的稳定性较好。

## 3、实际样品检验

为广泛了解化妆品中合成麝香的添加情况, 标准制定过程中在市场上采购了 100 个样本进行了合成麝香的含量检测, 结果见表 21。

表 21 样品检测结果

序	样品	DPMI	ADBI	AHMI	HHCB	ATII	AHTN	MX	MM	MA	MT	MK
---	----	------	------	------	------	------	------	----	----	----	----	----

号	名称											
1	花香水 润保湿 面膜	<0.05	<0.05	0.8	499.9	6.0	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
2	底妆修 颜液	<0.05	<0.05	<0.05	387.7	<0.05	119.2	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
3	滋润霜	<0.05	<0.05	<0.05	304.0	<0.05	4.1	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
4	禅香沐 浴露	<0.05	<0.05	<0.05	229.9	<0.05	5.7	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
5	亮白净 化无暇 裸妆霜	<0.05	<0.05	<0.05	123.1	<0.05	2.8	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
6	滋润养 护系列 护发液	<0.05	<0.05	<0.05	110.9	<0.05	2.7	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
7	药用洗 手液	6.0	<0.05	<0.05	104.6	<0.05	10.8	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
8	纯植沐 浴胶	<0.05	<0.05	<0.05	102.1	24.0	70.9	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
9	活肤亮 颜粉底 乳液	<0.05	<0.05	<0.05	96.3	<0.05	3.3	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
10	婴儿洗 发沐浴 露	<0.05	<0.05	<0.05	92.0	<0.05	29.3	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
11	希思黎 缘月沐 浴露	225.8	<0.05	<0.05	90.3	<0.05	2.0	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
12	剃须膏	<0.05	<0.05	<0.05	79.6	<0.05	1.5	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
13	两相宜 洗发沐 浴	<0.05	<0.05	<0.05	73.4	<0.05	1.8	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
14	炫亮润 发精华 素	<0.05	<0.05	<0.05	48.2	0.2	0.7	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
15	白皙焕 彩沐浴 露	<0.05	<0.05	<0.05	44.2	<0.05	0.4	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
16	女士香 氛	<0.05	<0.05	<0.05	30.6	<0.05	0.4	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
17	净透亲 肤粉底	<0.05	<0.05	<0.05	25.0	<0.05	0.4	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10

	液											
18	人参凝萃焕颜修护霜	<0.05	5.6	<0.05	23.4	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
19	辰享气韵生睡眠面膜	<0.05	<0.05	<0.05	21.6	<0.05	0.9	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
20	气垫修颜隔离乳	<0.05	<0.05	<0.05	21.1	<0.05	0.3	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
21	染后护色护发乳	<0.05	<0.05	<0.05	15.7	<0.05	0.1	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
22	奇异果亮白精华乳	<0.05	<0.05	<0.05	12.8	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
23	婴儿洗发沐浴露	<0.05	<0.05	<0.05	12.3	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
24	纯白清香香体乳	<0.05	<0.05	<0.05	10.3	<0.05	0.4	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
25	护发素	<0.05	<0.05	<0.05	9.3	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
26	自生水凝保湿修护乳	<0.05	<0.05	<0.05	9.1	<0.05	0.5	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
27	活水生肌眼霜	<0.05	<0.05	<0.05	8.8	<0.05	1.2	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
28	眼颊彩（青绿色）	<0.05	<0.05	<0.05	6.6	<0.05	0.1	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
29	修护营养护发素	<0.05	<0.05	<0.05	5.6	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
30	羊乳幼儿面部乳液	<0.05	<0.05	<0.05	5.3	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
31	婴儿保湿润肤乳液	<0.05	<0.05	<0.05	1.4	<0.05	0.3	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
32	夜间修护锁水面膜	<0.05	<0.05	<0.05	1.3	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10



33	舒颜紧致晚霜	<0.05	<0.05	<0.05	1.2	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
34	密集修护精华露	<0.05	<0.05	<0.05	1.2	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
35	精纯胶原立颜精华液	<0.05	<0.05	<0.05	0.9	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
36	精纯胶原立颜凝霜	<0.05	<0.05	<0.05	0.7	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
37	美白乳霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	51.7	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
38	不脱色眼唇卸妆液	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	3.3	0.5	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
39	除臭棒	98.1	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
40	樱花味沐浴露	10.0	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
41	BB霜	4.8	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
42	染膏深橘红金	3.2	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
43	维生素B5保湿面膜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
44	美白活力祛斑面膜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
45	钻石璀璨水合面膜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
46	赋颜紧致眼霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
47	抗皱紧致修护眼霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
48	薄荷润肤乳	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
49	维他命唇部护理霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
50	舒缓修复面霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10

51	杏仁润手霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
52	优雅润泽面霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
53	紧塑双层修护眼霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
54	圣罗兰纯色唇釉	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
55	思敏全三重修护霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
56	海盐洁面膏	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
57	深度滋养柔润手霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
58	八倍凝水霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
59	光彩立现睡眠面膜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
60	婴儿保湿润肤霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
61	润肤乳	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
62	卓颜抗皱精华素	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
63	优悦活颜柔肤乳	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
64	柠檬绿茶护手霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
65	特安舒护面霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
66	唇彩	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
67	眉形修正液	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
68	靓丽唇彩	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10

69	特润修护肌透精华液	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	92.1	<0.10	<0.10
70	细嫩柔白防晒乳	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
71	亮润粉霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
72	御庭兰花柔肤水	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
73	活力亮白精华液	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
74	润泽面霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
75	绿茶护手霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
76	保湿洁面乳	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
77	立体丰盈啫喱膏	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
78	滋养润发精华素	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
79	染发膏	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
80	伊采染发膏	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
81	亮果磨砂洁面乳	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
82	驻颜精华露	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
83	香体露	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
84	男士沐浴露	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
85	清透莹润洁面乳	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
86	婴儿洗发沐浴露	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10

87	剃须膏	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
88	杏仁润肤霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
89	银杏净颜洗面奶	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
90	八倍凝水霜	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
91	洗甲水	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
92	茶树泡沫洗手液	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
93	爽身走珠乳液	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
94	丝柔亮滑眼影组	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
95	水动力精粹保湿乳液	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
96	蜜粉	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
97	温和洁肤水	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
98	亮彩眼影	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
99	凝水活采泡沫洁面乳	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
100	面容一洗白	<0.05	<0.05	<0.05	<0.10	<0.05	<0.05	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10

实验结果显示,目前市场上销售的化妆品产品中合成麝香类物质的检出率较高。在所检的100批次样品中,总共有43批次样品中检出合成麝香类物质。其中检出率最高的是佳乐麝香(HHCB),36批次样品中有检出,检出率达到36%,含量范围在0.7 mg/kg~499.9 mg/kg之间;其次是27批次样品检出吐纳麝香(AHTN),检出率达到27%,含量范围在0.1 mg/kg~119.2 mg/kg之间;6批次样品中检出开许梅陇(DPMI),检出率为6%,含量范围在3.2 mg/kg~225.8 mg/kg之间;4批次样品检出特拉斯(ATII),检出率为4%,含量范围在0.2 mg/kg~24.0 mg/kg之间;萨利麝香(ADBI)、粉檀麝香(AHMI)、葵子麝香(MA)和酮麝香(MK)都仅在1批次样品中有检出,四个麝香的含量分别为5.6 mg/kg、0.8 mg/kg、92.1 mg/kg和5.0 mg/kg;二甲苯麝香(MX)、伞花麝香(MM)和西藏麝香(MT)在所有样品中均未检出。

共有 28 批次样品中检出 2 种或 2 种以上麝香物质，其中有一批次样品中检出同时含有 4 种合成麝香物质，另有 3 批次样品同时检出 3 种合成麝香。这种情况说明合成麝香在配方使用上存在混合使用的现状，因此多种合成麝香同时检测的方法标准是十分必要的。

按照我国《化妆品安全技术规范》（2015 版）和《欧盟化妆品法规》中对禁限用麝香的规定，发现此次检测样品中检出了一个禁用麝香——葵子麝香（MA），这可能是由于目前化妆品中没有相关的检测标准，因而造成目前仍然存在厂家违法使用禁用麝香的现象。样品中酮麝香的检出浓度未超出《化妆品安全技术规范》（2015 版）中的限量值。另外，实验发现化妆品中多环麝香的检出率明显高于硝基麝香，说明多环麝香已逐渐取代了硝基麝香的市场，而且随着目前各项法规对硝基麝香控制范围和力度的加大，今后多环麝香的市场还会更大。但是值得注意的是，虽然多环麝香的毒性可能低于硝基麝香，但是它们在化妆品中的检出含量，尤其是佳乐麝香（HHCB），远高于硝基麝香，若不控制其添加量和添加范围，同样会造成严重的环境和人体健康危害，但是目前还没有相关的法规约束，需要引起监管部门的重视。

#### 4、多实验室验证

为验证本方法的有效性和适用性，课题组邀请华东理工大学（验证单位 1）、国家香料香精化妆品质量监督检验中心（验证单位 2）、上海海关技术中心（验证单位 3）、3 家机构对本方法进行验证，验证内容为本方法的线性范围、定量限、回收率和精密度。

准确称取 0.25 g（精确至 0.01 g）样品，分别添加合成麝香标准混合溶液低、中、高三种水平的样品各一式 3 份，按本方法进行加标回收率实验，计算平均回收率和相对标准偏差，考察方法的适用性，验证试验的结果见表 22~表 30。

3 家参与单位检测化合物在 0.025~0.5 mg/L 的线性范围内线性关系良好；各合成麝香物质的灵敏度均能达到方法检测限要求；各添加水平的平均回收率范围为 80.5%~99.3%；各添加水平精密度范围为 0.89%~5.82%，均能满足方法规定的精密度要求。方法验证结果表明本方法的灵敏度、准确度和精密度均满足定性定量的要求，适于化妆品中多种合成麝香的同时检测。

表 22 验证单位 1 在水乳化妆品中的验证结果

化合物	添加浓度	测定结果 (mg/kg)				平均回收率	RSD
		1	2	3	平均值		
开许梅陇 (DPMI)	0.1 mg/kg	0.0896	0.0825	0.0867	0.086	86.3%	4.14%
	0.5 mg/kg	0.494	0.473	0.485	0.484	96.8%	2.18%
	1.0 mg/kg	0.915	0.923	0.869	0.902	90.2%	3.23%
萨利麝香 (ADBI)	0.1 mg/kg	0.0887	0.0818	0.0901	0.087	86.9%	5.12%
	0.5 mg/kg	0.476	0.490	0.468	0.478	95.6%	2.33%

	1.0 mg/kg	0.992	0.887	0.933	0.937	93.7%	5.62%
粉檀麝香 (AHMI)	0.1 mg/kg	0.0920	0.0971	0.0869	0.092	92.0%	5.54%
	0.5 mg/kg	0.497	0.448	0.481	0.475	95.1%	5.26%
	1.0 mg/kg	0.921	0.908	0.900	0.910	91.0%	1.17%
佳乐麝香 (HHCB)	0.1 mg/kg	0.0859	0.0921	0.0932	0.090	90.4%	4.35%
	0.5 mg/kg	0.506	0.467	0.497	0.490	98.0%	4.17%
	1.0 mg/kg	0.950	0.924	0.973	0.949	94.9%	2.58%
特拉斯 (ATII)	0.1 mg/kg	0.0835	0.0827	0.0897	0.085	85.3%	4.49%
	0.5 mg/kg	0.496	0.457	0.484	0.479	95.8%	4.17%
	1.0 mg/kg	0.951	0.869	0.960	0.927	92.7%	5.41%
伞花麝香 (MM)	0.1 mg/kg	0.0921	0.0835	0.0854	0.087	87.0%	5.19%
	0.5 mg/kg	0.487	0.462	0.438	0.462	92.5%	5.30%
	1.0 mg/kg	0.887	0.896	0.939	0.907	90.7%	3.06%
吐纳麝香 (AHTN)	0.1 mg/kg	0.0817	0.0885	0.0849	0.085	85.0%	4.00%
	0.5 mg/kg	0.467	0.451	0.447	0.455	91.0%	2.33%
	1.0 mg/kg	0.905	0.880	0.900	0.895	89.5%	1.48%
二甲苯麝香 (MX)	0.1 mg/kg	0.0952	0.0910	0.0910	0.093	93.4%	2.32%
	0.5 mg/kg	0.521	0.489	0.479	0.496	99.3%	4.42%
	1.0 mg/kg	0.867	0.909	0.954	0.910	91.0%	4.78%
葵子麝香 (MA)	0.1 mg/kg	0.0886	0.0884	0.0853	0.087	87.4%	2.12%
	0.5 mg/kg	0.475	0.482	0.465	0.474	94.8%	1.80%
	1.0 mg/kg	0.897	0.993	0.912	0.934	93.4%	5.53%
西藏麝香 (MT)	0.1 mg/kg	0.0845	0.0884	0.0827	0.085	85.2%	3.42%
	0.5 mg/kg	0.486	0.501	0.497	0.495	98.9%	1.57%
	1.0 mg/kg	0.847	0.869	0.942	0.886	88.6%	5.61%
酮麝香 (MK)	0.1 mg/kg	0.0889	0.0951	0.0876	0.091	90.5%	4.43%
	0.5 mg/kg	0.475	0.495	0.476	0.482	96.4%	2.34%
	1.0 mg/kg	0.982	0.960	0.897	0.946	94.6%	4.66%

表 23 验证单位 1 在膏霜化妆品中的验证结果

化合物	添加浓度	测定结果 (mg/kg)				平均回收率	RSD
		1	2	3	平均值		
开许梅陇 (DPMI)	0.1 mg/kg	0.0894	0.0827	0.0869	0.086	86.3%	3.92%
	0.5 mg/kg	0.492	0.474	0.486	0.484	96.8%	1.89%

	1.0 mg/kg	0.912	0.920	0.875	0.902	90.2%	2.66%
萨利麝香 (ADBI)	0.1 mg/kg	0.0825	0.0848	0.0830	0.083	83.4%	1.45%
	0.5 mg/kg	0.473	0.512	0.462	0.482	96.5%	5.45%
	1.0 mg/kg	0.930	0.856	0.910	0.899	89.9%	4.26%
粉檀麝香 (AHMI)	0.1 mg/kg	0.0875	0.0909	0.0909	0.090	89.8%	2.19%
	0.5 mg/kg	0.495	0.468	0.479	0.481	96.1%	2.82%
	1.0 mg/kg	0.952	0.886	0.970	0.936	93.6%	4.73%
佳乐麝香 (HHCB)	0.1 mg/kg	0.0818	0.0820	0.0836	0.082	82.5%	1.20%
	0.5 mg/kg	0.513	0.497	0.483	0.498	99.5%	3.02%
	1.0 mg/kg	0.951	0.897	0.895	0.914	91.4%	3.47%
特拉斯 (ATII)	0.1 mg/kg	0.0831	0.0824	0.0867	0.084	84.1%	2.74%
	0.5 mg/kg	0.429	0.436	0.453	0.439	87.9%	2.81%
	1.0 mg/kg	0.857	0.863	0.900	0.873	87.3%	2.67%
伞花麝香 (MM)	0.1 mg/kg	0.0842	0.0893	0.0911	0.088	88.2%	4.06%
	0.5 mg/kg	0.467	0.438	0.469	0.458	91.6%	3.79%
	1.0 mg/kg	0.889	0.954	0.907	0.917	91.7%	3.66%
吐纳麝香 (AHTN)	0.1 mg/kg	0.0895	0.0875	0.0946	0.091	90.5%	4.04%
	0.5 mg/kg	0.460	0.516	0.497	0.491	98.2%	5.80%
	1.0 mg/kg	0.895	0.845	0.817	0.852	85.2%	4.64%
二甲苯麝香 (MX)	0.1 mg/kg	0.0853	0.0901	0.0845	0.087	86.6%	3.50%
	0.5 mg/kg	0.500	0.445	0.474	0.473	94.6%	5.82%
	1.0 mg/kg	0.864	0.897	0.940	0.900	90.0%	4.23%
葵子麝香 (MA)	0.1 mg/kg	0.0863	0.0847	0.0885	0.087	86.5%	2.21%
	0.5 mg/kg	0.425	0.451	0.453	0.443	88.6%	3.53%
	1.0 mg/kg	0.872	0.969	0.921	0.921	92.1%	5.27%
西藏麝香 (MT)	0.1 mg/kg	0.0842	0.0880	0.0824	0.085	84.9%	3.37%
	0.5 mg/kg	0.481	0.516	0.492	0.496	99.3%	3.61%
	1.0 mg/kg	0.848	0.904	0.894	0.882	88.2%	3.39%
酮麝香 (MK)	0.1 mg/kg	0.0980	0.0971	0.0953	0.097	96.8%	1.42%
	0.5 mg/kg	0.465	0.492	0.476	0.478	95.5%	2.84%
	1.0 mg/kg	0.882	0.867	0.895	0.881	88.1%	1.59%

表 24 验证单位 1 在彩妆化妆品中的验证结果

化合物	添加浓度	测定结果 (mg/kg)				平均回收率	RSD
		1	2	3	平均值		
开许梅陇 (DPMI)	0.1 mg/kg	0.0840	0.0931	0.0872	0.088	88.1%	5.24%
	0.5 mg/kg	0.486	0.475	0.510	0.490	98.1%	3.65%
	1.0 mg/kg	0.910	0.865	0.878	0.884	88.4%	2.62%
萨利麝香 (ADBI)	0.1 mg/kg	0.0857	0.0836	0.0854	0.085	84.9%	1.34%
	0.5 mg/kg	0.487	0.459	0.476	0.474	94.8%	2.98%
	1.0 mg/kg	0.857	0.878	0.845	0.860	86.0%	1.94%
粉檀麝香 (AHMI)	0.1 mg/kg	0.0910	0.0865	0.0879	0.088	88.5%	2.60%
	0.5 mg/kg	0.457	0.502	0.466	0.475	95.0%	5.01%
	1.0 mg/kg	0.910	0.940	0.948	0.933	93.3%	2.15%
佳乐麝香 (HHCB)	0.1 mg/kg	0.0842	0.0896	0.0885	0.087	87.4%	3.26%
	0.5 mg/kg	0.476	0.494	0.505	0.492	98.3%	2.98%
	1.0 mg/kg	0.890	0.857	0.898	0.882	88.2%	2.47%
特拉斯 (ATII)	0.1 mg/kg	0.0841	0.0885	0.0884	0.087	87.0%	2.89%
	0.5 mg/kg	0.425	0.476	0.444	0.448	89.7%	5.75%
	1.0 mg/kg	0.882	0.941	0.953	0.925	92.5%	4.11%
伞花麝香 (MM)	0.1 mg/kg	0.0887	0.0819	0.0867	0.0858	85.8%	4.07%
	0.5 mg/kg	0.467	0.429	0.438	0.445	88.9%	4.47%
	1.0 mg/kg	0.894	0.937	0.886	0.906	90.6%	3.03%
吐纳麝香 (AHTN)	0.1 mg/kg	0.0832	0.0887	0.0849	0.086	85.6%	3.29%
	0.5 mg/kg	0.459	0.491	0.456	0.469	93.7%	4.14%
	1.0 mg/kg	0.910	0.886	0.890	0.895	89.5%	1.44%
二甲苯麝香 (MX)	0.1 mg/kg	0.0852	0.0878	0.0823	0.085	85.1%	3.23%
	0.5 mg/kg	0.423	0.470	0.431	0.441	88.3%	5.70%
	1.0 mg/kg	0.832	0.870	0.863	0.855	85.5%	2.37%
葵子麝香 (MA)	0.1 mg/kg	0.0831	0.0894	0.0932	0.089	88.6%	5.76%
	0.5 mg/kg	0.411	0.434	0.440	0.428	85.7%	3.57%
	1.0 mg/kg	0.841	0.805	0.829	0.825	82.5%	2.22%
西藏麝香 (MT)	0.1 mg/kg	0.0853	0.0832	0.0875	0.085	85.3%	2.52%
	0.5 mg/kg	0.462	0.450	0.452	0.455	90.9%	1.41%
	1.0 mg/kg	0.851	0.863	0.891	0.868	86.8%	2.36%
酮麝香 (MK)	0.1 mg/kg	0.0820	0.0841	0.0893	0.085	85.1%	4.41%
	0.5 mg/kg	0.491	0.486	0.479	0.485	97.1%	1.24%
	1.0 mg/kg	0.823	0.851	0.856	0.843	84.3%	2.11%



表 25 验证单位 2 在水乳化妆品中的验证结果

化合物	添加浓度	测定结果				平均回收率	RSD
		1	2	3	平均值		
开许梅陇 (DPMI)	0.1 mg/kg	0.0938	0.0924	0.0961	0.0941	94.1%	1.99%
	0.5 mg/kg	0.462	0.471	0.488	0.474	94.7%	2.79%
	1.0 mg/kg	0.951	0.967	0.986	0.968	96.8%	1.81%
萨利麝香 (ADBI)	0.1 mg/kg	0.0948	0.0981	0.0919	0.0949	94.9%	3.27%
	0.5 mg/kg	0.457	0.481	0.473	0.470	94.1%	2.60%
	1.0 mg/kg	0.929	0.878	0.903	0.903	90.3%	2.82%
粉檀麝香 (AHMI)	0.1 mg/kg	0.0932	0.0948	0.0896	0.0925	92.5%	2.88%
	0.5 mg/kg	0.473	0.484	0.465	0.474	94.8%	2.01%
	1.0 mg/kg	0.912	0.891	0.903	0.902	90.2%	1.17%
佳乐麝香 (HHCB)	0.1 mg/kg	0.0899	0.0932	0.095	0.0927	92.7%	2.79%
	0.5 mg/kg	0.466	0.482	0.439	0.462	92.5%	4.70%
	1.0 mg/kg	0.935	0.971	0.917	0.941	94.1%	2.92%
特拉斯 (ATII)	0.1 mg/kg	0.0893	0.0955	0.0882	0.0910	91.0%	4.32%
	0.5 mg/kg	0.477	0.442	0.429	0.449	89.9%	5.53%
	1.0 mg/kg	0.907	0.926	0.976	0.934	93.6%	3.81%
伞花麝香 (MM)	0.1 mg/kg	0.0904	0.0894	0.0882	0.0893	89.3%	1.23%
	0.5 mg/kg	0.475	0.481	0.469	0.475	95.0%	1.26%
	1.0 mg/kg	0.942	0.994	0.957	0.964	96.4%	2.78%
吐纳麝香 (AHTN)	0.1 mg/kg	0.0871	0.0858	0.0894	0.0874	87.4%	2.09%
	0.5 mg/kg	0.439	0.487	0.464	0.463	92.7%	5.18%
	1.0 mg/kg	0.911	0.889	0.937	0.912	91.2%	2.63%
二甲苯麝香 (MX)	0.1 mg/kg	0.0925	0.0911	0.0904	0.0913	91.3%	1.17%
	0.5 mg/kg	0.511	0.482	0.497	0.497	99.3%	2.92%
	1.0 mg/kg	0.966	0.875	0.904	0.915	91.5%	5.08%
葵子麝香 (MA)	0.1 mg/kg	0.0887	0.0924	0.0893	0.0901	90.1%	2.20%
	0.5 mg/kg	0.432	0.451	0.475	0.453	90.5%	4.76%
	1.0 mg/kg	0.895	0.909	0.921	0.908	90.8%	1.43%
西藏麝香 (MT)	0.1 mg/kg	0.0874	0.0867	0.0912	0.0884	88.4%	2.74%
	0.5 mg/kg	0.459	0.471	0.449	0.460	91.9%	2.40%
	1.0 mg/kg	0.894	0.906	0.917	0.906	90.6%	1.27%

酮麝香 (MK)	0.1 mg/kg	0.0894	0.0831	0.0905	0.0877	87.7%	4.55%
	0.5 mg/kg	0.437	0.444	0.461	0.447	89.5%	2.76%
	1.0 mg/kg	0.907	0.929	0.872	0.903	90.3%	3.18%

表 26 验证单位 2 在膏霜化妆品中的验证结果

化合物	添加浓度	测定结果 (mg/kg)				平均回收率	RSD
		1	2	3	平均值		
开许梅陇 (DPMI)	0.1 mg/kg	0.0904	0.0887	0.0927	0.0906	90.6%	2.22%
	0.5 mg/kg	0.457	0.462	0.448	0.456	91.1%	1.56%
	1.0 mg/kg	0.931	0.902	0.924	0.919	91.9%	1.65%
萨利麝香 (ADBI)	0.1 mg/kg	0.0951	0.0879	0.0928	0.0919	91.9%	4.00%
	0.5 mg/kg	0.457	0.453	0.436	0.449	89.7%	2.49%
	1.0 mg/kg	0.925	0.896	0.911	0.911	91.1%	1.59%
粉檀麝香 (AHMI)	0.1 mg/kg	0.0891	0.0914	0.0926	0.0910	91.0%	1.95%
	0.5 mg/kg	0.438	0.474	0.463	0.458	91.7%	4.03%
	1.0 mg/kg	0.932	0.893	0.918	0.914	91.4%	2.16%
佳乐麝香 (HHC B)	0.1 mg/kg	0.0891	0.0932	0.0873	0.0899	89.9%	3.36%
	0.5 mg/kg	0.467	0.455	0.448	0.457	91.3%	2.10%
	1.0 mg/kg	0.912	0.925	0.889	0.909	90.9%	2.01%
特拉斯 (ATII)	0.1 mg/kg	0.0882	0.0914	0.0926	0.0907	90.7%	2.51%
	0.5 mg/kg	0.449	0.468	0.475	0.464	92.8%	2.90%
	1.0 mg/kg	0.895	0.913	0.921	0.910	91.0%	1.46%
伞花麝香 (MM)	0.1 mg/kg	0.0884	0.0856	0.0936	0.0892	89.2%	4.55%
	0.5 mg/kg	0.455	0.497	0.469	0.474	94.7%	4.51%
	1.0 mg/kg	0.984	0.967	0.938	0.963	96.3%	2.42%
吐纳麝香 (AHTN)	0.1 mg/kg	0.0875	0.0883	0.0897	0.0885	88.5%	1.26%
	0.5 mg/kg	0.474	0.467	0.438	0.460	91.9%	4.15%
	1.0 mg/kg	0.901	0.879	0.934	0.905	90.5%	3.06%
二甲苯麝香 (MX)	0.1 mg/kg	0.0851	0.0869	0.0924	0.0881	88.1%	4.32%
	0.5 mg/kg	0.451	0.437	0.475	0.454	90.9%	4.23%
	1.0 mg/kg	0.862	0.933	0.902	0.899	89.9%	3.96%
葵子麝香 (MA)	0.1 mg/kg	0.0845	0.0865	0.0827	0.0846	84.6%	2.25%
	0.5 mg/kg	0.445	0.431	0.471	0.449	89.8%	4.52%
	1.0 mg/kg	0.894	0.866	0.905	0.888	88.8%	2.26%

西藏麝香 (MT)	0.1 mg/kg	0.0842	0.0875	0.0898	0.0872	87.2%	3.23%
	0.5 mg/kg	0.425	0.458	0.433	0.439	87.7%	3.92%
	1.0 mg/kg	0.891	0.865	0.874	0.877	87.7%	1.51%
酮麝香 (MK)	0.1 mg/kg	0.0817	0.0881	0.0821	0.0840	84.0%	4.27%
	0.5 mg/kg	0.436	0.459	0.476	0.457	91.4%	4.39%
	1.0 mg/kg	0.868	0.867	0.925	0.887	88.7%	3.74%

表 27 验证单位 2 在彩妆化妆品中的验证结果

化合物	添加浓度	测定结果 (mg/kg)				平均回收率	RSD
		1	2	3	平均值		
开许梅陇 (DPMI)	0.1 mg/kg	0.0894	0.0863	0.0897	0.0885	88.5%	2.13%
	0.5 mg/kg	0.449	0.465	0.461	0.4583	91.7%	1.82%
	1.0 mg/kg	0.901	0.853	0.873	0.8757	87.6%	2.75%
萨利麝香 (ADBI)	0.1 mg/kg	0.0878	0.0891	0.0904	0.0891	89.1%	1.46%
	0.5 mg/kg	0.461	0.452	0.471	0.4613	92.3%	2.06%
	1.0 mg/kg	0.941	0.897	0.874	0.9040	90.4%	3.77%
粉檀麝香 (AHMI)	0.1 mg/kg	0.0866	0.0849	0.0897	0.0871	87.1%	2.80%
	0.5 mg/kg	0.425	0.469	0.454	0.4493	89.9%	4.98%
	1.0 mg/kg	0.912	0.906	0.896	0.9047	90.5%	0.89%
佳乐麝香 (HHCB)	0.1 mg/kg	0.0864	0.0919	0.0847	0.0877	87.7%	4.29%
	0.5 mg/kg	0.432	0.459	0.427	0.4393	87.9%	3.92%
	1.0 mg/kg	0.889	0.935	0.908	0.9107	91.1%	2.54%
特拉斯 (ATII)	0.1 mg/kg	0.0818	0.0835	0.0868	0.0840	84.0%	3.03%
	0.5 mg/kg	0.439	0.468	0.449	0.4520	90.4%	3.26%
	1.0 mg/kg	0.823	0.849	0.896	0.8560	85.6%	4.32%
伞花麝香 (MM)	0.1 mg/kg	0.0827	0.0896	0.0833	0.085	85.2%	4.49%
	0.5 mg/kg	0.438	0.467	0.449	0.451	90.3%	3.24%
	1.0 mg/kg	0.897	0.934	0.927	0.919	91.9%	2.14%
吐纳麝香 (AHTN)	0.1 mg/kg	0.0822	0.0908	0.0848	0.0859	85.9%	5.13%
	0.5 mg/kg	0.417	0.461	0.434	0.4373	87.5%	5.07%
	1.0 mg/kg	0.831	0.858	0.899	0.8627	86.3%	3.97%
二甲苯麝香 (MX)	0.1 mg/kg	0.0836	0.0888	0.0812	0.0845	84.5%	4.60%
	0.5 mg/kg	0.433	0.417	0.448	0.4327	86.5%	3.58%
	1.0 mg/kg	0.803	0.867	0.839	0.8363	83.6%	3.84%

葵子麝香 (MA)	0.1 mg/kg	0.0806	0.0844	0.0835	0.0828	82.8%	2.40%
	0.5 mg/kg	0.415	0.437	0.404	0.4187	83.7%	4.01%
	1.0 mg/kg	0.854	0.841	0.809	0.8347	83.5%	2.77%
西藏麝香 (MT)	0.1 mg/kg	0.0815	0.0803	0.0797	0.0805	80.5%	1.14%
	0.5 mg/kg	0.422	0.464	0.453	0.4463	89.3%	4.88%
	1.0 mg/kg	0.829	0.803	0.864	0.8320	83.2%	3.68%
酮麝香 (MK)	0.1 mg/kg	0.0841	0.0819	0.0852	0.0837	83.7%	2.01%
	0.5 mg/kg	0.421	0.456	0.435	0.4373	87.5%	4.03%
	1.0 mg/kg	0.822	0.811	0.875	0.8360	83.6%	4.09%

表 28 验证单位 3 在水乳化妆品中的验证结果

化合物	添加浓度	测定结果 (mg/kg)				平均回收率	RSD
		1	2	3	平均值		
开许梅陇 (DPMI)	0.1 mg/kg	0.0869	0.0852	0.0876	0.0866	86.6%	1.43%
	0.5 mg/kg	0.449	0.437	0.458	0.448	89.6%	2.35%
	1.0 mg/kg	0.951	0.932	0.896	0.926	92.6%	3.02%
萨利麝香 (ADBI)	0.1 mg/kg	0.0878	0.0881	0.0913	0.0891	89.1%	2.18%
	0.5 mg/kg	0.467	0.491	0.486	0.481	96.3%	2.63%
	1.0 mg/kg	0.929	0.878	0.903	0.903	90.3%	2.82%
粉檀麝香 (AHMI)	0.1 mg/kg	0.0902	0.0917	0.0896	0.0905	90.5%	1.20%
	0.5 mg/kg	0.479	0.484	0.471	0.478	95.6%	1.37%
	1.0 mg/kg	0.912	0.890	0.903	0.902	90.2%	1.23%
佳乐麝香 (HHCB)	0.1 mg/kg	0.0895	0.0912	0.0923	0.0910	91.0%	1.55%
	0.5 mg/kg	0.461	0.476	0.479	0.472	94.4%	2.04%
	1.0 mg/kg	0.955	0.942	0.937	0.945	94.5%	0.98%
特拉斯 (ATII)	0.1 mg/kg	0.0853	0.0872	0.0879	0.0868	86.8%	1.55%
	0.5 mg/kg	0.469	0.473	0.480	0.474	94.8%	1.17%
	1.0 mg/kg	0.915	0.896	0.906	0.906	90.6%	1.05%
伞花麝香 (MM)	0.1 mg/kg	0.0825	0.0854	0.0861	0.0847	84.7%	2.25%
	0.5 mg/kg	0.482	0.493	0.474	0.483	96.6%	1.98%
	1.0 mg/kg	0.956	0.934	0.966	0.952	95.2%	1.76%
吐纳麝香 (AHTN)	0.1 mg/kg	0.0871	0.0858	0.0894	0.0874	87.4%	2.09%
	0.5 mg/kg	0.476	0.501	0.474	0.484	96.7%	3.11%
	1.0 mg/kg	0.925	0.884	0.904	0.904	90.4%	2.27%

二甲苯麝香 (MX)	0.1 mg/kg	0.0925	0.0911	0.0904	0.0913	91.3%	1.17%
	0.5 mg/kg	0.501	0.484	0.497	0.494	98.8%	1.80%
	1.0 mg/kg	0.876	0.919	0.904	0.900	90.0%	2.43%
葵子麝香 (MA)	0.1 mg/kg	0.0866	0.0884	0.0893	0.0881	88.1%	1.56%
	0.5 mg/kg	0.472	0.462	0.475	0.470	93.9%	1.45%
	1.0 mg/kg	0.877	0.899	0.921	0.899	89.9%	2.45%
西藏麝香 (MT)	0.1 mg/kg	0.0854	0.0848	0.0872	0.0858	85.8%	1.46%
	0.5 mg/kg	0.468	0.451	0.479	0.466	93.2%	3.03%
	1.0 mg/kg	0.874	0.866	0.842	0.861	86.1%	1.93%
酮麝香 (MK)	0.1 mg/kg	0.0869	0.0901	0.0875	0.0882	88.2%	1.93%
	0.5 mg/kg	0.476	0.459	0.467	0.467	93.5%	1.82%
	1.0 mg/kg	0.928	0.906	0.879	0.904	90.4%	2.71%

表 29 验证单位 3 在膏霜化妆品中的验证结果

化合物	添加浓度	测定结果 (mg/kg)				平均回收率	RSD
		1	2	3	平均值		
开许梅院 (DPMI)	0.1 mg/kg	0.0849	0.0872	0.0896	0.0872	87.2%	2.69%
	0.5 mg/kg	0.429	0.447	0.468	0.4480	89.6%	4.36%
	1.0 mg/kg	0.921	0.902	0.857	0.8933	89.3%	3.68%
萨利麝香 (ADBI)	0.1 mg/kg	0.0852	0.0884	0.0903	0.0880	88.0%	2.93%
	0.5 mg/kg	0.437	0.451	0.426	0.4380	87.6%	2.86%
	1.0 mg/kg	0.903	0.865	0.911	0.8930	89.3%	2.75%
粉檀麝香 (AHMI)	0.1 mg/kg	0.0857	0.0909	0.0899	0.0888	88.8%	3.11%
	0.5 mg/kg	0.459	0.486	0.477	0.4740	94.8%	2.90%
	1.0 mg/kg	0.925	0.866	0.907	0.8993	89.9%	3.36%
佳乐麝香 (HHC B)	0.1 mg/kg	0.0881	0.0922	0.0863	0.0889	88.9%	3.40%
	0.5 mg/kg	0.451	0.479	0.438	0.4560	91.2%	4.59%
	1.0 mg/kg	0.915	0.872	0.859	0.8820	88.2%	3.32%
特拉斯 (ATII)	0.1 mg/kg	0.0813	0.0842	0.0876	0.0844	84.4%	3.74%
	0.5 mg/kg	0.429	0.463	0.435	0.4423	88.5%	4.10%
	1.0 mg/kg	0.875	0.836	0.906	0.8723	87.2%	4.02%
伞花麝香 (MM)	0.1 mg/kg	0.0817	0.0894	0.0874	0.0862	86.2%	4.64%
	0.5 mg/kg	0.470	0.499	0.456	0.475	95.0%	4.60%
	1.0 mg/kg	0.911	0.936	0.977	0.942	94.2%	3.54%

吐纳麝香 (AHTN)	0.1 mg/kg	0.0851	0.0857	0.0894	0.0867	86.7%	2.69%
	0.5 mg/kg	0.466	0.451	0.479	0.4653	93.1%	3.01%
	1.0 mg/kg	0.905	0.854	0.871	0.8767	87.7%	2.96%
二甲苯麝香 (MX)	0.1 mg/kg	0.0835	0.0861	0.0854	0.0850	85.0%	1.58%
	0.5 mg/kg	0.481	0.454	0.447	0.4607	92.1%	3.90%
	1.0 mg/kg	0.846	0.879	0.904	0.8763	87.6%	3.32%
葵子麝香 (MA)	0.1 mg/kg	0.0836	0.0874	0.0858	0.0856	85.6%	2.23%
	0.5 mg/kg	0.452	0.412	0.435	0.4330	86.6%	4.64%
	1.0 mg/kg	0.827	0.869	0.821	0.8390	83.9%	3.12%
西藏麝香 (MT)	0.1 mg/kg	0.0824	0.0808	0.0842	0.0825	82.5%	2.06%
	0.5 mg/kg	0.418	0.451	0.429	0.4327	86.5%	3.88%
	1.0 mg/kg	0.884	0.864	0.849	0.8657	86.6%	2.03%
酮麝香 (MK)	0.1 mg/kg	0.0809	0.0871	0.0835	0.0838	83.8%	3.71%
	0.5 mg/kg	0.456	0.429	0.467	0.4507	90.1%	4.34%
	1.0 mg/kg	0.828	0.876	0.859	0.8543	85.4%	2.85%

表 30 验证单位 3 在彩妆化妆品中的验证结果

化合物	添加浓度	测定结果 (mg/kg)				平均回收率	RSD
		1	2	3	平均值		
开许梅陇 (DPMI)	0.1 mg/kg	0.0804	0.0831	0.0827	0.0821	82.1%	1.78%
	0.5 mg/kg	0.468	0.457	0.451	0.459	91.7%	1.88%
	1.0 mg/kg	0.901	0.856	0.887	0.881	88.1%	2.61%
萨利麝香 (ADBI)	0.1 mg/kg	0.0875	0.0863	0.0904	0.0881	88.1%	2.39%
	0.5 mg/kg	0.488	0.452	0.471	0.470	94.1%	3.83%
	1.0 mg/kg	0.875	0.907	0.854	0.879	87.9%	3.04%
粉檀麝香 (AHMI)	0.1 mg/kg	0.0901	0.0856	0.0877	0.0878	87.8%	2.56%
	0.5 mg/kg	0.455	0.472	0.461	0.463	92.5%	1.86%
	1.0 mg/kg	0.911	0.904	0.894	0.903	90.3%	0.95%
佳乐麝香 (HHC B)	0.1 mg/kg	0.0824	0.0869	0.0858	0.0850	85.0%	2.76%
	0.5 mg/kg	0.467	0.449	0.455	0.457	91.4%	2.01%
	1.0 mg/kg	0.869	0.875	0.908	0.884	88.4%	2.38%
特拉斯 (ATII)	0.1 mg/kg	0.0814	0.0858	0.0848	0.0840	84.0%	2.75%
	0.5 mg/kg	0.452	0.467	0.449	0.456	91.2%	2.11%

	1.0 mg/kg	0.828	0.841	0.853	0.841	84.1%	1.49%
伞花麝香 (MM)	0.1 mg/kg	0.0841	0.0807	0.0859	0.084	83.6%	3.16%
	0.5 mg/kg	0.475	0.454	0.467	0.465	93.1%	2.28%
	1.0 mg/kg	0.914	0.927	0.895	0.912	91.2%	1.76%
吐纳麝香 (AHTN)	0.1 mg/kg	0.0832	0.0878	0.0844	0.0851	85.1%	2.80%
	0.5 mg/kg	0.457	0.471	0.465	0.464	92.9%	1.51%
	1.0 mg/kg	0.901	0.868	0.899	0.889	88.9%	2.08%
二甲苯麝香 (MX)	0.1 mg/kg	0.0825	0.0887	0.0832	0.0848	84.8%	4.00%
	0.5 mg/kg	0.432	0.407	0.418	0.419	83.8%	2.99%
	1.0 mg/kg	0.823	0.807	0.836	0.822	82.2%	1.77%
葵子麝香 (MA)	0.1 mg/kg	0.0813	0.0849	0.0832	0.0831	83.1%	2.17%
	0.5 mg/kg	0.411	0.443	0.404	0.419	83.9%	4.96%
	1.0 mg/kg	0.814	0.805	0.829	0.816	81.6%	1.49%
西藏麝香 (MT)	0.1 mg/kg	0.0835	0.0823	0.0857	0.0838	83.8%	2.06%
	0.5 mg/kg	0.426	0.405	0.412	0.414	82.9%	2.58%
	1.0 mg/kg	0.815	0.836	0.819	0.823	82.3%	1.35%
酮麝香 (MK)	0.1 mg/kg	0.0802	0.0814	0.0839	0.0818	81.8%	2.31%
	0.5 mg/kg	0.421	0.406	0.439	0.422	84.4%	3.92%
	1.0 mg/kg	0.832	0.811	0.855	0.833	83.3%	2.64%

#### 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

人工合成麝香因其特殊香味以及具有良好的提香和定香能力，因而被作为天然麝香的廉价替代品被广泛应用于日用化工行业。目前常用的人工合成麝香主要包括硝基麝香和多环麝香，这两类麝香的市场用量占合成麝香总用量的 95%以上。人工合成麝香的物化性质与多环芳烃、多氯联苯等相似，具有亲脂憎水性，在环境中难降解，容易生物富集，且多种麝香陆续被证实具有致敏性、遗传毒性和潜在致癌性，因此包括我国在内的许多国家和地区对其在化妆品中的使用进行了限制。

《欧盟化妆品法规》规定：葵子麝香、西藏麝香和伞花麝香禁止用于化妆品；酮麝香在成品化妆品（不包括口腔护理品）中的最大允许含量为：细腻香薰 1.4%，淡香水，其他产品 0.042%；二甲苯麝香在成品化妆品（不包括口腔护理品）中的最大允许含量为：细腻香薰 1.0%，淡香水 0.4%，其他产品 0.03%；吐纳麝香在成品化妆品（不包括口腔护理品）中的最大允许含量为：免洗产品 0.1%，水洗产品 0.2%；其中免洗产品不包括氢醇产品 1%，

细腻香薰 2.5%，香膏 0.5%；粉檀麝香只能用于免洗或者水洗产品，其中免洗产品最大允许含量为 2%。根据我国《化妆品安全技术规范》(2015 版)的规定，伞花麝香、葵子麝香和西藏麝香也已被列为禁用物质。酮麝香的使用限量为香精 1.4%、花露水 0.56%、其他 0.042%（口腔用品除外），二甲苯麝香的限量为香精 1.0%、花露水 0.4%、其他 0.03%（口腔用品除外）。

《化妆品中人工合成麝香的测定 气相色谱-质谱法》中涉及的 11 种合成麝香物质涵盖了所有《化妆品安全技术规范》(2015 版)中对合成麝香类物质有禁、限用规定的种类，同时还增加了欧盟涉及限用的麝香以及市场上用量较大的几种麝香种类。确定了标准方法的适用范围及定量限等，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合成麝香的检测提供标准依据，从而规范相关行业对该类物质在化妆品中的使用行为。

## **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与测试的国外样品、样机的相关数据对比情况**

国外尚无化妆品中合成麝香测定的标准方法。

国内方法类标准包括：（1）DB 35/T 1610-2016 《化妆品中葵子麝香等 5 种合成麝香的测定 气相色谱-质谱法》；（2）SN/T 4769-2017《洗涤用品中硝基麝香类化合物的测定 气相色谱-质谱法》；（3）SN/T 3123-2012 《洗涤用品中二甲苯麝香的测定.气相色谱-质谱/质谱法》。涉及的产品标准包括：（1）QB/T 4652-2014 萨利麝香；（2）QB/T 1026-2011 酮麝香；（3）QB/T 4421-2012 巴西酸乙二醇二酯（麝香-T）；（4）QB/T 2547-2002 葵子麝香（废止）；（5）QB/T 2546-2002 二甲苯麝香（废止）。

本标准与现有国内方法类标准相比，增加了检测目标物，同时提高了检测灵敏度，优化了前处理方法，可实现各类化妆品中多种合成麝香灵敏、快速、准确的高通量测定。

## **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、准确性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，预期不会引起较大的社会风险。

## **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。