



2015002832Z



中国认可  
国际互认  
检测  
TESTING  
CNAS L 1587

国家食品药品监督管理局认定  
化妆品卫生安全性检验机构  
(认定日期: 2011年8月)

苏州出入境检验检疫局检验检疫综合技术中心  
**检 验 报 告**

检验受理编号    HWB201712456

样品中文名称    迪沙菲密亚海洋生物滢润保湿精华霜

申请企业        威海迪素制药有限公司



二〇一七年十月十八日

# 声 明

- 一、本检验报告仅对送检样品负责。
- 二、本检验报告涂改增删无效，未加盖单位公章无效，复印件无效。
- 三、本检验报告自出具之日起二年内有效。
- 四、本检验报告及我单位名称不得用于产品标签、广告、评优及商品宣传等。
- 五、本检验报告一式三份，二份交送检单位，一份由我单位存档。

联系地址：苏州市吴中区吴中大道 1368 号检测中心

苏州市吴中区吴中大道越旺智慧谷 A2 楼

检验地址：苏州市吴中区吴中大道越旺智慧谷 A2 楼

邮政编码：215104

联系电话：0512-67080658, 0512-67082598, 0512-67082698





中国认可  
国际互认  
检测  
TESTING  
CNAS L 1587

苏州出入境检验检疫局检验检疫综合技术中心

## 检验报告

检验受理编号: HWB201712456

第 1 页 / 共 6 页

样品中文名称	迪沙菲密亚海洋生物滢润保湿精华霜		
样品数量及规格	30g/瓶 × 10 瓶	生产日期或批号	SJ001
颜色和物态	白色霜状	保质期或限期使用日期	20200917
接样日期	2017.09.27	检验项目	卫生安全性试验
检验完成日期	2017.10.14	检验依据	《化妆品安全技术规范》(2015年版) GB/T21842-2008
申请企业	威海迪素制药有限公司		
地址	山东省威海市文登经济开发区天润路 268 号		

### 检验结论:

根据《化妆品安全技术规范》(2015年版)和 GB/T21842-2008,对送检样品进行卫生安全性试验,在本单位试验条件下,试验结果表明:

微生物学指标:菌落总数、耐热大肠菌群、铜绿假单胞菌、金黄色葡萄球菌、霉菌和酵母菌总数符合《化妆品安全技术规范》(2015年版)要求。

卫生化学指标:汞、砷、铅、镉、苯酚、二噁烷含量均符合《化妆品安全技术规范》(2015年版)要求,二甘醇检验结果为未检出。

### 毒理学试验:

1. 多次皮肤刺激性试验结果为:无刺激性。

(本检验报告仅对送检样品负责)

授权签字人 陈少波 鞠慧萍 2017年 10月 18日





# 检验报告

检验受理编号: HWB201712456

第 2 页 / 共 6 页

样品中文名称	迪沙菲密亚海洋生物滢润保湿精华霜		
样品数量及规格	30g/瓶 × 2 瓶	生产日期或批号	SJ001
颜色和物态	白色霜状	保质期或限期使用日期	20200917
接样日期	2017.09.27	检验项目	微生物检验项目
检验完成日期	2017.10.03	检验依据	《化妆品安全技术规范》(2015年版)
申请企业	威海迪素制药有限公司		
地址	山东省威海市文登经济开发区天润路 268 号		

## 检验结果:

### 微生物检验结果

检验项目	检验结果	限值
菌落总数 (CFU/g 或 CFU/mL)	< 10	≤ 1000
霉菌和酵母菌总数 (CFU/g 或 CFU/mL)	< 10	≤ 100
耐热大肠菌群/g (或 mL)	未检出	不得检出
金黄色葡萄球菌/g (或 mL)	未检出	不得检出
铜绿假单胞菌/g (或 mL)	未检出	不得检出

(以下空白)

授权签字人

*鞠慧萍*

2017年 10月 18日





检验报告

检验受理编号: HWB201712456

第 3 页 / 共 6 页

样品中文名称	迪沙菲密亚海洋生物滢润保湿精华霜		
样品数量及规格	30g/瓶 × 3瓶	生产日期或批号	SJ001
颜色和物态	白色霜状	保质期或限期使用日期	20200917
接样日期	2017.09.27	检验项目	卫生化学检验项目
检验完成日期	2017.10.14	检验依据	《化妆品安全技术规范》(2015年版) GB/T21842-2008
申请企业	威海迪素制药有限公司		
地址	山东省威海市文登经济开发区天润路 268 号		

检验结果:

卫生化学检验结果

检验项目	单位	检验结果	检验方法	方法检出浓度	限值
汞	mg/kg	未检出	氢化物原子荧光光度法	0.002	≤1
砷	mg/kg	未检出	氢化物原子荧光光度法	0.01	≤2
铅	mg/kg	未检出	火焰原子吸收分光光度法	1.5	≤10
镉	mg/kg	未检出	火焰原子吸收分光光度法	0.18	≤5
苯酚	mg/kg	未检出	高效液相色谱-二极管阵列检测器法	2	不得检出
二噁烷	μg/g	未检出	气相色谱-质谱法	1	≤30
二甘醇	g/kg	未检出	气相色谱-质谱法	0.03	—

备注: 汞检验结果低于方法检出浓度 0.002mg/kg 为未检出。  
 砷检验结果低于方法检出浓度 0.01mg/kg 为未检出。  
 铅检验结果低于方法检出浓度 1.5mg/kg 为未检出。  
 镉检验结果低于方法检出浓度 0.18mg/kg 为未检出。  
 苯酚检验结果低于方法检出浓度 2mg/kg 为未检出。  
 二噁烷检验结果低于方法检出浓度 1 μg/g 为未检出。  
 二甘醇检验结果低于方法检出浓度 0.03g/kg 为未检出。  
 风险物质检验方法及二甘醇检验方法的有效性验证报告见附件。

(以下空白)

授权签字人

陈少波

2017年 10月 18日





中国认可  
国际互认  
检测  
TESTING  
CNAS L 1587

苏州出入境检验检疫局检验检疫综合技术中心

## 检验报告

检验受理编号: HWB201712456

第 4 页 / 共 6 页

样品中文名称	迪沙菲密亚海洋生物滢润保湿精华霜		
样品数量及规格	30g/瓶 × 2 瓶	生产日期或批号	SJ001
颜色和物态	白色霜状	保质期或限期使用日期	20200917
接样日期	2017.09.27	检验项目	毒理学试验项目
检验完成日期	2017.10.14	检验依据	《化妆品安全技术规范》(2015年版)
申请企业	威海迪素制药有限公司		
地址	山东省威海市文登经济开发区天润路 268 号		

根据《化妆品安全技术规范》(2015年版),对送检样品进行毒理学试验,在本单位试验条件下,试验结果表明:

1. 多次皮肤刺激性试验结果为: 无刺激性。

(本检验报告仅对送检样品负责)

授权签字人 鞠慧萍 2017年 10月 18日





中国认可  
国际互认  
检测  
TESTING  
CNAS L 1587

苏州出入境检验检疫局检验检疫综合技术中心

## 检验报告

检验受理编号: HWB201712456

第 5 页 / 共 6 页

样品中文名称	迪沙菲密亚海洋生物滢润保湿精华霜		
样品数量及规格	30g/瓶 × 2 瓶	生产日期或批号	SJ001
颜色和物态	白色霜状	保质期或限期使用日期	20200917
接样日期	2017.09.27	检验项目	多次皮肤刺激性试验
检验完成日期	2017.10.14	检验依据	《化妆品安全技术规范》(2015年版)
申请企业	威海迪素制药有限公司		
地址	山东省威海市文登经济开发区天润路 268 号		

### 材料和方法:

#### 1. 受试物

受试物		对照物 (使用)	
名称	迪沙菲密亚海洋生物滢润保湿精华霜	名称	生理盐水
来源	威海迪素制药有限公司	来源	安徽双鹤药业有限责任公司
批号	SJ001	批号	170212PQ
配制	成品	配制	成品
保存	室温	保存	室温

#### 2. 动物和饲养环境

来源	苏州高新区镇湖实验动物科技有限公司	品系	新西兰白兔			
种属	穴兔属	数量	4			
级别	普通级	标记	2456-1	2456-2	2456-3	2456-4
生产许可证号	SCXK (苏) 2013-0002	性别	雄	雄	雌	雌

动物房合格证号	SYXK (苏) 2016-0051	饲养环境	
室温范围	16~26℃	换气	10~20 次/小时
采光控制	12 小时明/暗循环	相对湿度范围	40~70%
饲料	苏州高新区镇湖实验动物科技有限公司	饮水	自由饮水

#### 3. 试验方法

对委托人送检的迪沙菲密亚海洋生物滢润保湿精华霜依据《化妆品安全技术规范》(2015年版)进行多次皮肤刺激性试验。

试验前将实验动物背部脊柱两侧被毛剪掉,去毛范围各为 3cm × 3cm,涂敷面积 2.5cm × 2.5cm。

取受试物 0.5g 涂敷在一侧皮肤上,然后用二层纱布和一层玻璃纸覆盖,再用无刺激性胶布和绷带加以固定。另一侧皮肤涂生理盐水作为对照,每天涂敷 1 次,连续涂敷 14d。从第二天开始,每次敷用前剪毛,用温水清除残留受试物。一小时后观察结果,按规范中表 1 评分,对照区和试验区同样处理。并根据公式进行计算平均积分,按规范中表 2 进行刺激强度分级。(转下页)



# 检验报告

检验受理编号: HWB201712456

第 6 页 / 共 6 页

(接上页)  
试验结果

### 受试物对家兔多次皮肤刺激性试验结果

涂抹天 数	动物数 (只)	皮肤刺激性反应积分					
		样品			对照		
		红斑	水肿	总分	红斑	水肿	总分
1	4	0	0	0	0	0	0
2	4	0	0	0	0	0	0
3	4	0	0	0	0	0	0
4	4	0	0	0	0	0	0
5	4	0	0	0	0	0	0
6	4	0	0	0	0	0	0
7	4	0	0	0	0	0	0
8	4	0	0	0	0	0	0
9	4	0	0	0	0	0	0
10	4	0	0	0	0	0	0
11	4	0	0	0	0	0	0
12	4	0	0	0	0	0	0
13	4	0	0	0	0	0	0
14	4	0	0	0	0	0	0
14天每只动物积分均值		0	0	0	0	0	0
每天每只动物积分均值		0	0	0	0	0	0

检验结论: 未见其他毒性, 受试物对家兔多次皮肤刺激性试验结果为无刺激性。



授权签字人

鞠慧萍

2017年 10月 18日





附件:

### 一、苯酚检验方法:《化妆品安全技术规范》(2015年版) 2.26

仪器名称及编号: 高效液相色谱仪

1、样品预处理: 按照《化妆品安全技术规范》(2015年版)要求, 准确称取样品 1g(精确到 0.0001g)于具塞比色管中, 必要时, 置水浴去除乙醇等挥发性有机溶剂。用甲醇定容至 10mL, 常温超声提取 15min, 取上层清液过 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤。滤液作为样品待测溶液。

2、液相色谱条件:

色谱柱: C18 柱, 250mm $\times$ 4.6mm $\times$ 5 $\mu$ m;

流动相: 甲醇+水=60+40;

流速: 1.0mL/min;

柱温: 25 $^{\circ}$ C;

检测器类型: DAD检测器, 检测波长280nm;

进样量: 5 $\mu$ L。

3、测定

在“2”色谱条件下, 取混合标准系列溶液分别进样, 记录色谱图, 以混合标准系列溶液浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制氢醌、苯酚标准曲线。

取样品待测溶液进样, 记录色谱图, 测得峰面积, 根据标准曲线得到样品待测溶液中氢醌、苯酚的浓度。按“4”计算样品中氢醌、苯酚的含量。

4、分析结果的表述

$$\omega = \frac{\rho \times V}{m}$$

式中:  $\omega$ —样品中氢醌或苯酚的质量分数,  $\mu$ g/g;

$m$ —样品取样量, g。

$\rho$ —从标准曲线得到待测组分的质量浓度, mg/L;

$V$ —样品定容体积, mL;

测定过程中, 如果有阳性结果, 须用气相色谱-质谱法确认。

气相色谱-质谱参考条件:

色谱柱: DB-1 30m $\times$ 0.250mm $\times$ 0.25 $\mu$ m;

柱箱温度: 50 $^{\circ}$ C (1min), 以6 $^{\circ}$ C/min 的速度升温至190 $^{\circ}$ C (2min);

进样口温度: 250 $^{\circ}$ C; 分流比: 1: 30; 载气流速: 1mL/min。

离子源: 电子轰击离子源(EI); 离子源温度: 230 $^{\circ}$ C; 四级杆温度: 150 $^{\circ}$ C;

传输线温度: 260 $^{\circ}$ C; 电离能量: 70eV; 载气: 氮气;

质量数范围: 30~300; 扫描方式: 全扫描模式; 溶剂延迟: 3min。

### 二、二噁烷检验方法:《化妆品安全技术规范》(2015年版) 2.19 第二法 气相色谱-质谱法

仪器: 顶空-气相色谱质谱仪

1、样品预处理: 称取样品 2g(精确到 0.001g), 置于顶空进样瓶中, 加入 1g 氯化钠, 加入 8mL 水, 密封后超声, 轻轻摇匀, 置于顶空进样器中, 待测。

当样品中二噁烷含量超过标准曲线范围后, 应对样品进行适当稀释并选择合适的标准曲线范围进行检测。

2、仪器条件

2.1 顶空进样条件:

汽化室温度: 70 $^{\circ}$ C; 定量管温度: 150 $^{\circ}$ C; 传输线温度: 200 $^{\circ}$ C;

振荡情况：振荡；汽液平衡时间：40min；进样时间：1min。

## 2.2 气相色谱-质谱条件：

色谱柱：HP-5MS UI 30m×0.250mm×0.25μm

程序升温：35℃（6min） $\xrightarrow{30^\circ\text{C}/\text{min}}$  220℃（6min）；

载气：氦气； 流速：1.0mL/min； 电离能量：70eV；

进样口温度：210℃； 离子源温度：230℃；

接口温度：280℃； 测定方式：选择离子；

溶剂延迟：3min； 进样方式：分流进样（分流比 20:1）

测定方式：选择离子检测（SIM），选择检测离子（m/z）见表 1。

表 1 检测离子和离子相对丰度比

注：选择检测离子中带“\*”的为定量离子

检测离子（m/z）	离子相对丰度比（%）	允许相对偏差（%）
88*	100	
58	相当浓度标准品测定离子相对丰度比	±20
43	相当浓度标准品测定离子相对丰度比	±25

## 3、测定

### 3.1 定性

在“2”气相色谱-质谱气质条件下，对待测溶液进行测定，如果检出色谱峰的保留时间与二噁烷标准溶液一致，并且在扣除背景后，样品质谱图中所选择的检测离子均出现，而且检测离子相对丰度比与相当浓度标准溶液的离子相对丰度比一致（见表 1），则可以判定样品中存在二噁烷。

### 3.2 定量

在“2”气相色谱-质谱气质条件下，取系列浓度基质标准溶液分别进样，进行质谱分析，以系列基质标准溶液的浓度为横坐标，定量离子（m/z）88 的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，其线性相关系数  $r > 0.99$ 。取待测溶液进样，测得峰面积，根据基质标准曲线，得到待测溶液中二噁烷的浓度。计算样品中二噁烷的含量。

## 4 计算

$$\omega = \frac{\rho \times 2.0 \times D}{m}$$

式中： $\omega$  —— 化妆品中二噁烷的质量分数， $\mu\text{g}/\text{g}$ ；  
 $\rho$  —— 从标准曲线得到待测组分的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{g}$ ；  
 $m$  —— 样品取样量， $\text{g}$ ；  
 $D$  —— 稀释倍数（不稀释则取 1）。

## 三、二甘醇检验方法：GB/T21842-2008

仪器：气相色谱质谱联用仪

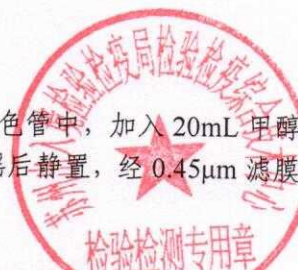
1、样品提取：称取 2g 样品（精确至 0.01g），于 25mL 具塞比色管中，加入 20mL 甲醇，以玻璃棒间歇搅拌，超声提取 10min，用甲醇定容至 25mL，振摇后静置，经 0.45μm 滤膜过滤后待测。

### 2、仪器条件

气相色谱柱：HP-INNOWAX（30m×320μm×0.25μm）或其他相当注效的色谱柱；

柱温：程序升温；起始温度为 50℃，保持 3min，然后以每分钟 20℃ 的速度升至 230℃，保持 3min。

载气：氦气，流速：1.5mL/min；



进样口温度: 250℃;

离子源温度: 200℃;

接口温度: 250℃;

离子源电压: EI离子源, 70eV;

测定方式: 选择离子监测 (SIM), m/z45、75和76; 定量离子m/z45;

进样方式: 分流进样 (分流比20:1);

进样体积: 1μL。

3、测定: 吸取试样液和系列标准工作溶液各 1μL 注入气质联用仪中, 以标样的保留时间和监测离子 (m/z45、75 和 76) 定性。待测样品中三个离子 (m/z45、75 和 76) 的丰度比不得超过标准溶液的相同离子丰度比的 20%。采用外标法以定量离子 (m/z45) 峰面积定量。如试样液响应值超出标准系列响应值, 则需将试样稀释适宜倍数后进样。

4、计算

$$\omega = \frac{c \times V \times f}{m}$$

式中:  $\omega$ ——二甘醇的含量, g/kg

m——样品取样量, g

c——从标准曲线得到待测组份的质量浓度, mg/mL

f——稀释倍数

V——样品定容体积, mL

## 关于化妆品中二甘醇含量测定方法的有效性验证报告

### 1 目的

验证 GB/T 21842-2008 牙膏中二甘醇的测定方法对于测定二甘醇在各类化妆品基质 (水基类、膏霜类和乳液类) 的有效性。

### 2 内容

验证方法在精密度、准确度和方法检出限方面在不同化妆品基质中的有效性。

### 3 分析步骤

#### 3.1 试样提取

称取 2g 样品 (精确至 0.01g), 于 25mL 具塞比色管中, 加入 20mL 甲醇, 以玻璃棒间歇搅拌, 超声提取 10min, 用甲醇定容至 25mL, 震荡后静置, 经 0.45μm 滤膜过滤后待测。

#### 3.2 仪器条件

3.2.1 色谱柱: HP-INNOWAX 30m×320μm×0.25μm

3.2.2 柱温: 程序升温, 初始温度 50℃, 保持 3min, 然后以 20℃/min 升温到 230℃, 保持 3min ;

3.2.3 载气: 氦气, 流速 1.5mL/min;

3.2.4 进样口温度: 250℃;

3.2.5 离子源温度: 200℃;

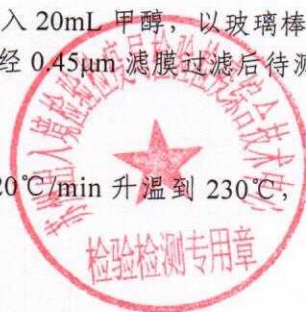
3.2.6 接口温度: 250℃;

3.2.7 离子源电压: EI 离子源, 70eV;

3.2.8 测定方式: 选择离子监测 (SIM), m/z45、75 和 76; 定量离子 m/z45;

3.2.9 溶剂延迟: 5min;

3.2.10 进样方式: 分流进样, 分流比 20: 1;



#### 4 验证方案

##### 4.1 线性范围:

根据样品中的目标物含量, 选取合适于样品中目标物测试的线性范围。需确定 7 个浓度点, 用甲醇配制稀释成浓度为 1, 5, 10, 50, 100, 200, 500mg/L 的标准工作溶液, 绘制标准曲线, 确定线性范围。

##### 4.2 精密度和准确度:

针对每一类化妆品基质, 选检出限的一倍、两倍、十倍, 对样品进行加标, 每个浓度点测试 6 次, 计算出平均加标回收率 R 和变异系数 CV%, 通过这两个数值, 确定精密度和准确度。

##### 4.3 方法检出限:

针对每一类化妆品基质, 进行加标, 加标浓度为 0.03g/kg, 计算出该浓度时的信噪比, 从而判定是否可以达到标准规定的检出限。

#### 5 验证结果

##### 5.1 标准物质信息

名称	规格	溶剂	编号
二甘醇	99.30%	甲醇	HX-C-B5039-00922-3

##### 5.2 验证数据

序号	基质类别	相关系数 ( $r^2$ )	加标浓度 (g/kg)	准确度(平均回收率%)	实验室内 变异系数 (CV%)	方法检出 限(g/kg)
1	水基类	0.9996	0.03	99.59	1.63	0.03
			0.06	97.11	1.66	0.03
			0.30	100.24	1.29	0.03
2	膏霜类	0.9996	0.03	99.23	1.89	0.03
			0.06	98.34	2.43	0.03
			0.30	99.76	1.42	0.03
3	乳液类	0.9996	0.03	98.56	1.67	0.03
			0.06	101.33	1.52	0.03
			0.30	100.15	1.98	0.03

#### 6. 验证结论

参考 GB/T 21842-2008 牙膏中二甘醇的测定方法测试各类化妆品基质(水基类、膏霜类和乳液类)中的二甘醇含量, 符合 GB/T 27404-2008 附录 F 检测方法确认的技术要求中的各项规定, 所以该方法运用在化妆品中二甘醇的测定是有效的。

