

天津海关工业产品安全技术中心 检验报告

第 1 页/共 6 页

检验受理编号: JF202100027

样品中文名称	韩辰怡美拓蓄清颜膏	样品数量及规格	1个, 14.5ml/个
进口产品外文名称	TARELAC REPAIR SPOT	生产日期或批号	AGVSC194
颜色和物态	黄绿色膏体	保质期或限期使用日期	20220726
受理日期	2021年01月11日	检验完成日期	2021年01月18日
检验项目	苯酚、二甘醇		
检验依据	《化妆品安全技术规范》(2015年版)、GB/T 21842-2008		
送检单位	郑州韩辰怡美商贸有限公司		
地址	河南自贸试验区郑州片区(郑东)商务外环路18号楼2509室		
生产企业	SLC CO.,Ltd		
地址	59-9, Biseul-ro 262-gil, Nongong-eup, Dalseong-gun, Daegu-si, Korea		
境内责任人	郑州韩辰怡美商贸有限公司		
地址	河南自贸试验区郑州片区(郑东)商务外环路18号楼2509室		

结果汇总:

根据客户委托, 对送检样品进行检测, 结果见续页。

备注:

申请企业: 株式会社拉本韩辰怡美

地址: 600, Gangnam-daero, Gangnam-gu, seoul, Republic of Korea

(本页以下空白)

授权签字人

赵琢

2021年01月19日



天津海关工业产品安全技术中心

检验报告

检验受理编号: JF202100027

第 2 页/共 6 页

样品中文名称	韩辰怡美拓蓄清颜膏	样品数量及规格	1个, 14.5ml/个
进口产品外文名称	TARELAC REPAIR SPOT	生产日期或批号	AGVSC194
颜色和物态	黄绿色膏体	保质期或限期使用日期	20220726
受理日期	2021年01月11日	检验完成日期	2021年01月18日
检验项目	苯酚、二甘醇		
检验依据	《化妆品安全技术规范》(2015年版)、GB/T 21842-2008		
送检单位	郑州韩辰怡美商贸有限公司		
地址	河南自贸试验区郑州片区(郑东)商务外环路18号楼2509室		
生产企业	SLC CO.,Ltd		
地址	59-9, Biseul-ro 262-gil, Nongong-eup, Dalseong-gun, Daegu-si, Korea		
境内责任人	郑州韩辰怡美商贸有限公司		
地址	河南自贸试验区郑州片区(郑东)商务外环路18号楼2509室		

检验结果:

理化检验结果

检验项目	单位	检验结果	检验方法	方法检出浓度	限值
苯酚	mg/kg	<2	第四章 2.26 第一法 高效液相色谱-二极管阵列检测器法	2	/
二甘醇	g/kg	<0.05	GB/T 21842-2008 气相色谱法	0.05	/

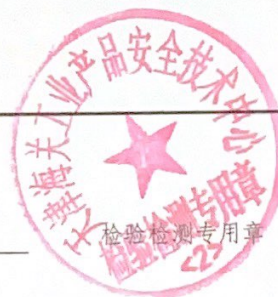
注: 检验方法见附件。

(本页以下空白)

授权签字人

赵琦

2021年01月19日



天津海关工业产品安全技术中心

检验报告

检验受理编号: JF202100027

第 3 页/共 6 页

附件:

苯酚检测涉及相关信息:

一、方法提要

样品中苯酚经甲醇提取,用高效液相色谱仪分离,二极管阵列检测器检测,根据保留时间及紫外吸收光谱图定性、峰面积量,气相色谱-质谱确证。取样量为1g时,检出浓度为2 μ g/g,最低定量浓度为7 μ g/g。

二、试剂

(一) 甲醇, 色谱纯。

(二) 苯酚标准溶液[ρ (苯酚)=1g/L], 本溶液于4 $^{\circ}$ C暗处保存, 有效期1个月。

三、仪器

高效液相色谱仪, 二极管阵列检测器。

四、分析步骤

(一) 样品预处理

准确称取样品约1.0g于具塞比色管中, 必要时在水浴上馏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, 取上清液过0.45 μ m滤膜, 滤液作为样品待测溶液。

(二) 色谱参考条件

色谱柱: Eclipse Plus-C₁₈柱, 4.6mm \times 250mm, 5 μ m;

流动相: 甲醇+水=50+50;

流速: 1.0 mL/min;

柱温: 25 $^{\circ}$ C;

检测器: 二极管阵列检测器, 检测波长280nm。

(三) 标准曲线的制备

用苯酚标准溶液[ρ (苯酚)=1g/L]溶液配成含苯酚为10.0、50.0、100、200mg/L的系列标准溶液。依次从系列标准溶液中取5 μ L注入高效液相色谱仪, 记录各次色谱峰面积, 并绘制峰面积——苯酚浓度(mg/L)标准曲线。

(四) 测定

取待测溶液5 μ L注入高效液相色谱仪, 记录色谱图, 测得峰面积, 根据校准曲线得到样品待测溶液中苯酚的浓度。

五、计算

$$\omega(\text{苯酚}) = \frac{\rho V}{m}$$

式中: ω (苯酚)——样品中苯酚的质量分数, μ g/g;

ρ ——测试溶液中苯酚的质量浓度, mg/L;

V ——样品定容体积, mL;

m ——样品取样量, g。

天津海关工业产品安全技术中心

检验报告

检验受理编号: JF202100027

第 4 页/共 6 页

如果检测为阳性结果,应采用气相色谱-质谱法进行确证。

六、参考色谱条件:

色谱柱: DB-1 (30m×0.25mm), 或等效色谱柱; 进样口温度: 250°C; 柱箱温度: 50°C (1min), 以6°C/min的速度升温至190°C (2min); 界面温度: 230°C; 分流比: 30: 1; 柱前压: 100kPa。

七、参考质谱条件:

质量数范围: 30—300; 扫描速度: 50amu/s; 溶剂切割时间: 4min; 开始采集时间: 5min; 检测口电压: 1.4kV。

二甘醇检测涉及相关信息:

二甘醇检验方法: GB/T 21842-2008

主要仪器: 气相色谱仪

1、样品处理: 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

色谱柱: HP-INNOWAX 毛细管柱[30m×0.32mm×0.5μm]

色谱柱温度: 程序升温: 140°C保持 3min, 以 8°C/min 升至 220°C, 保持 5 分钟

载气: 氮气, 纯度≥99.99%, 流速: 1.5mL/min

进样口温度: 250°C

检测器温度: 300°C

进样方式: 分流进样 (分流比: 2:1)

进样体积: 1μL

3 测定: 吸取试样液和系列标准工作溶液各 1μL 注入气相色谱仪, 以峰面积与标准系列比较定量。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:

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

式中:

X—二甘醇的含量, 单位为克每千克 (g/kg)

c—从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度, 单位为毫克每毫升 (mg/mL)

V—样品定容体积, 单位为毫升 (mL)

f—试样稀释倍数

m—试样的质量, 单位为克 (g)

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 (水乳类、膏霜类和粉类) 的有效性。

2、内容:

验证方法在精密度、准确度和方法检出限在不同化妆品基质中的有效性。

天津海关工业产品安全技术中心

检验报告

检验受理编号: JF202100027

第 5 页/共 6 页

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, 振摇后静置, 经 0.45 μ m 滤膜过滤后待测。

3.2 仪器条件

3.2.1 色谱柱: HP-INNOWAX 毛细管柱[30m \times 0.32mm \times 0.5 μ m]

3.2.2 色谱柱温度: 程序升温: 140 $^{\circ}$ C 保持 3min, 以 8 $^{\circ}$ C/min 升至 220 $^{\circ}$ C, 保持 5 分钟

3.2.3 载气: 氮气, 纯度 \geq 99.99%, 流速: 1.5mL/min

3.2.4 进样口温度: 250 $^{\circ}$ C

3.2.5 检测器温度: 300 $^{\circ}$ C

3.2.6 进样方式: 分流进样 (分流比: 2:1)

3.2.7 进样体积: 1 μ L

4. 验证方案

4.1 线性范围

根据样品中目标物的含量: 选取适合于样品中目标物测试的线性范围, 需确定 6 个浓度点, 用甲醇配置稀释成浓度为: 4, 5, 10, 20, 40, 50 μ g/mL 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 0.05g/kg, 计算出该浓度的信噪比, 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	CAS 号
二甘醇	99.5%	111-46-6

天津海关工业产品安全技术中心 检验报告

检验受理编号: JF202100027

第 6 页/共 6 页

5.2 验证数据

序号	基质类别	相关系数 (r2)	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
1	水乳类	0.997	0.05	97.58	4.63	0.05
			0.10	99.40	2.86	
			0.50	100.07	2.16	
2	膏霜类	0.997	0.05	103.98	4.28	0.05
			0.10	99.76	1.96	
			0.50	100.52	0.78	
3	粉类	0.997	0.05	96.95	4.04	0.05
			0.10	99.74	1.66	
			0.50	98.06	0.56	

6. 验证结论

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（水乳性、膏霜类和粉类）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。

(本页以下空白)