



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 26388—XXXX

代替 GB/T 26388—2011

## 表面活性剂中二噁烷残留量的测定 气相色谱法

Determination of dioxane residues in surfactants—Gas chromatographic  
method

(ISO 17280:2015, Surface active agents — Determination of 1,4-dioxan  
residues in surfactants obtained from epoxyethane by gas chromatography,  
MOD)

(送审稿)

××-××-××发布

××-××-××实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件代替GB/T 26388—2011《表面活性剂中二噁烷残留量的测定 气相色谱法》，与GB/T 26388—2011相比，除编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 修改了范围（见第1章，2011年版的第1章）；
- 修改了气质联用方法检出限和定量限（见第1章，2011年版的第1章）；
- 增加了规范性引用文件GB/T 6682（见第2章）；
- 修改了溶剂（见第4章、第6章，2011年版的第4章、第6章）；
- 增加了固体样品的称样指导（见7.2.1.1）；
- 修改了色谱条件（见8.1.1，2011年版8.1.1）；
- 修改了色谱图（见8.1.1图1、8.1.3图2，2011年版8.1.1图1、8.1.3图3）；
- 删除了色谱图（见2011年版8.1.2图2）；
- 修改了重复性、再现性范围（见第11章，2011年版的第11章）；
- 增加了测试报告的要求（见第12章 e）、f））；
- 删除了附录A（见2011年版附录A）；
- 增加了与国际标准条款对照附录A和技术性差异对照附录B（见附录A、附录B）。

本文件修改采用ISO 17280:2015《表面活性剂 气相色谱法测定表面活性剂中1,4-二噁烷残留量》。

本文件与ISO 17280:2015相比，在结构上有较多调整。两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录A。

本文件与ISO 17280:2015相比，存在较多技术差异，在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线（|）进行了标示，这些技术差异及其原因一览表见附录B。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会（SAC/TC272）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2011年首次发布为GB/T 26388—2011；
- 本次为第一次修订。

# 表面活性剂中二噁烷残留量的测定 气相色谱法

## 1 范围

本文件描述了使用气相色谱测定表面活性剂中二噁烷残留量的方法。

本文件适用于以环氧乙烷为原料生产的表面活性剂，如乙氧基化烷基硫酸盐（AES）、聚乙二醇等产品中残留的微量 1,4-二氧六环（1,4-二噁烷）的测定。含此类表面活性剂的个人护理用品及其他种类表面活性剂亦可参考使用本文件确定的方法测定 1,4-二氧六环（1,4-二噁烷）。

本文件规定的测试方法检出限为 1 mg/kg（采用氢火焰离子化检测器）或 0.3 mg/kg（采用质量选择检测器）；定量限为 3 mg/kg 1,4-二噁烷（采用氢火焰离子化检测器）或 1 mg/kg（采用质量选择检测器），当 1,4-二噁烷含量超过 100 mg/kg 时，需要增加标准溶液的浓度或将样品稀释或减量测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13173-2021 表面活性剂 洗涤剂试验方法

## 3 原理

称量样品于顶空瓶中，加入标准溶液或溶剂。将顶空瓶密封放入顶空进样仪器中并达到热平衡。蒸汽相中的气体部分用升温程序，经毛细管柱或填充柱分离，火焰离子检测器检测，内标法或标准加入法定量。

## 4 试剂

4.1 溶剂：水，GB/T 6682 规定的一级水。待测样品水溶性不佳时（如 AES），溶剂可使用 N,N-二甲基甲酰胺（DMF）。也可使用其他替代溶剂，使用前适用性需通过适当验证评估。替代溶剂包括但不限于：

- N,N-二甲基乙酰胺（DMA）；
- 二甲基亚砷（DMSO）；
- 二乙基甲酰胺（DEF）；
- 甲酰胺。

4.2 1,4-二噁烷：纯度 $\geq 98\%$ （ $\rho=1.03\text{ g/mL}$ ， $20^\circ\text{C}$ ）。

4.3 4-甲基-1,3-二噁烷：纯度 $\geq 98\%$ （ $\rho=0.98\text{ g/mL}$ ， $20^\circ\text{C}$ ），内标物。

## 5 仪器

常用实验室仪器和以下各项。

- 5.1 分析天平，感量 0.1 mg。
- 5.2 气相色谱仪，带程序升温装置和氢火焰离子化检测器（FID）或质量选择检测器（MSD）。
- 5.3 顶空进样器。
- 5.4 适合顶空设备使用的 20 mL 玻璃瓶、密封垫及封口钳。
- 5.5 色谱柱：根据检测器类别选择，具体要求见 8.1。
- 5.6 容量瓶：50 mL 和 100 mL。
- 5.7 移液管：1.00 mL±0.01 mL。

6 标准溶液配制

6.1 标准储备液

称取 200 mg±1 mg 的 1,4-二噁烷，用去离子水定容至 50 mL 容量瓶并混匀。此溶液含 1,4-二噁烷 4 mg/mL。

6.2 标准工作溶液

按表 1 移取不同体积的标准储备液（6.1），用去离子水定容并混匀。配制成不同 1,4-二噁烷浓度的标准工作液，用于色谱定量分析。

表 1 各标准工作溶液配制

| 标准工作溶液编号   | A   | B   | C   | D   | E   |
|--|-----|-----|-----|-----|-----|
| 移取标准储备液的体积/mL  | 0.0 | 0.5 | 1.0 | 2.5 | 5.0 |
| 定容体积/mL  | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 1,4-二噁烷/（μg/mL）  | 0   | 20  | 40  | 100 | 200 |
| 注：如果采用 4-甲基-1,3-二噁烷作为内标物（适用于内标法定量），则在定容前向每个容量瓶中加入相同量的 4-甲基-1,3-二噁烷，使各标准工作溶液中最终 4-甲基-1,3-二噁烷含量为 40 μg/mL（可以预先称取 400 mg±1 mg 的 4-甲基-1, 3-二噁烷，水稀释并定容至 100 mL，配制成浓溶液。再分别移取 1.0 mL 加入各标准工作溶液中）。 |     |     |     |     |     |

7 样品准备

7.1 样品处理

按照 GB/T 13173-2021 第 4 章制备和贮存测试样品。

7.2 制备测试样品溶液

7.2.1 标准加入法

7.2.1.1 分别在三个顶空样品瓶中加入 2.00 g±0.01 g 试样,对于 1,4-二噁烷含量少于 20 mg/kg 的样品,按 7.2.1.2 的程序测定.对于 1,4-二噁烷含量为 20 mg/kg~100 mg/kg 的样品按 7.2.1.3 的程序测定。

注：固体样品按照 7.2.1.1 步骤称取 1.00 g±0.01 g 试样，加 1mL 去离子水后按照 7.2.1.2 的程序进行。

7.2.1.2 用 1 mL 的移液管加下面的试剂到顶空样品瓶中：

- a) 第一个瓶中加入 1.00 mL $\pm$ 0.01 mL 的标准溶液 A，立即加盖密封，剧烈摇晃至混合均匀；
- b) 第二个瓶中加入 1.00 mL $\pm$ 0.01 mL 的标准溶液 B，立即加盖密封，剧烈摇晃至混合均匀，此溶液含加入的 1,4-二噁烷 10 mg/kg；
- c) 第三个瓶中加入 1.00 mL $\pm$ 0.01 mL 的标准溶液 C，立即加盖密封，剧烈摇晃至混合均匀，此溶液含加入的 1,4-二噁烷 20 mg/kg。

7.2.1.3 用 1 mL 的移液管加下面的试剂到顶空样品瓶中：

- a) 第一个瓶中加入 1.00 mL $\pm$ 0.01 mL 的标准溶液 A，立即加盖密封，剧烈摇晃至混合均匀；
- b) 第二个瓶中加入 1.00 mL $\pm$ 0.01 mL 的标准溶液 D，立即加盖密封，剧烈摇晃至混合均匀，此溶液含加入的 1,4-二噁烷 50 mg/kg；
- c) 第三个瓶中加入 1.00 mL $\pm$ 0.01 mL 的标准溶液 E，立即加盖密封，剧烈摇晃至混合均匀。此溶液含加入的 1,4-二噁烷 100 mg/kg。

## 7.2.2 内标法

对于 8.2 中描述的已知响应因子和内标标准因子的试样可用以下方法测定：

称取 2.00 g $\pm$ 0.01 g 试样于顶空瓶中，再加入 1.00 mL $\pm$ 0.01 mL 的标准溶液 A，立即加盖密封，剧烈摇晃至混合均匀。用于色谱测定。

注：采用内标法测定时，需使用 4-甲基-1,3-二噁烷作内标物。

## 8 程序

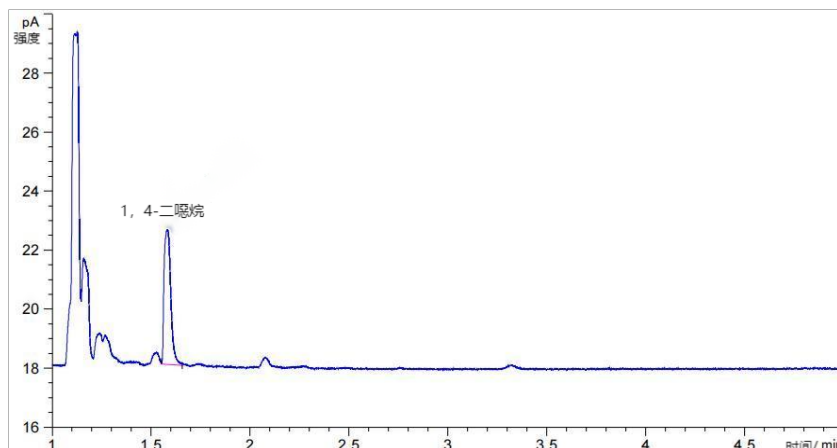
### 8.1 色谱条件

色谱条件的选择取决于所用的仪器，可对下面所给出的条件进行一定的变更，以便为测定混合物提供合适的分离条件。

8.1.1 下面的条件适用于气相色谱-火焰离子化（GC/FID）毛细管柱分离，图 1 为典型样品示例图：

- a) 进样口温度 200℃；
- b) 色谱柱：30 m $\times$ 0.32 mm (id) 熔融硅毛细管柱（膜厚度：0.25  $\mu$ m），5%苯基硅酮和 95%甲基硅酮作固定相或相当者；
- c) 柱设置如下：
  - 1) 初始温度 60℃保持 3 min；
  - 2) 初始升温速率为 4℃/min 到中间温度 80℃；
  - 3) 最后升温速率为 30℃/min 到最终温度 300℃；
  - 4) 保持最终温度 5 min。
- d) 载气：N<sub>2</sub> 或 He，流速 10 mL/min；
- e) 检测器温度 325℃；

f) 顶空进样条件应按仪器供应商推荐进行优化, 试样在 70℃ 下平衡 30min;



g) 进样时间 1 min, 进样 1 mL。

图 1 典型测试样品的 FID 气相色谱图 (毛细管柱)

8.1.2 下面的条件适用于气相色谱-火焰离子化 (GC/FID) 填充柱分离:

- a) 进样口温度 200℃;
- b) 色谱柱及设置: 2 m×3 mm (id) 不锈钢柱填充柱, 填充 0.246 mm~0.198 mm 的 GDX-103 固定相或相当者, 180℃恒温;
- c) 检测器温度 350℃;
- d) 载气: N<sub>2</sub> 或 He, 流速 30 mL/min;
- e) 顶空进样条件应按仪器供应商推荐进行优化, 试样在 70℃ 下平衡 30 min;
- f) 进样时间 1 min, 进样 1 mL。

8.1.3 下面的条件适用于气相色谱-质谱 (GC/MSD) 分离, 图 2 为典型样品示例图:

- a) 色谱柱: HP-5 MS, 30 m×320 μm×0.25 μm 或相当者;
- b) 载气: He, 流速 1.0 mL/min;
- c) 柱温: 60℃恒温;
- d) 进样口温度: 200℃;
- e) 离子源温度: 230℃;
- f) 顶空进样条件应按仪器供应商推荐进行优化, 试样在 70℃ 下平衡 30 min;
- g) 进样时间 1 min, 进样 1 mL;
- h) 分流比: 1:1;
- i) 电离方式: 电子轰击电离 (EI), 电离能量 70 eV;
- j) 采用选择离子监测 (SIM) 方式, 二噁烷定性离子  $m/z$  为 43、57、58, 定量离子  $m/z$  为 88, 4-甲基-1,3-二噁烷定性离子  $m/z$  为 55、57、72, 定量离子  $m/z$  为 101。

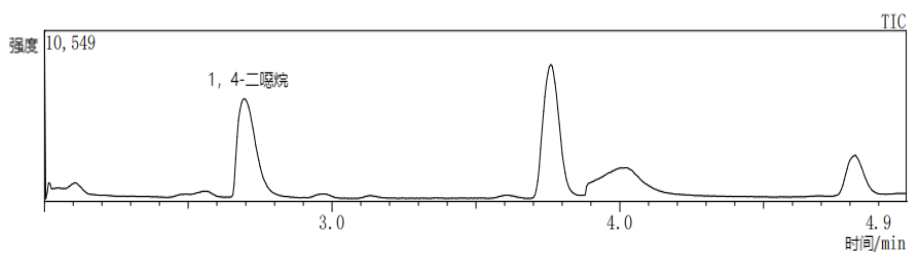


图 2 典型测试样品的气质联用总离子色谱图

8.2 相关响应因子

根据 8.3.1 用标准加入程序测定试样中 1,4-二噁烷的含量，计算结果为毫克每千克，在 10.1 中详述。

注：也可直接用已知浓度的 1,4-二噁烷和 4-甲基-1,3-二噁烷混标测定相关响应因子，但需要使用与测试样品相同，但不含有 1,4-二噁烷的表面活性剂作底物，以保证汽液平衡环境的一致性。

相关响应因子  $k$  用式（1）计算：

$$k = \frac{A_1 c_2}{A_2 c_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $A_1$ —— 4-甲基-1,3-二噁烷内标物的峰面积；
- $A_2$ —— 1,4-二噁烷的峰面积；
- $c_2$ —— 样品中 1,4-二噁烷的浓度，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $c_1$ —— 样品中 4-甲基-1,3-二噁烷内标物的浓度（按表 1 注的说明使用内标物，浓度则为 20mg/kg），单位为毫克每千克（mg/kg）。

8.3 检测

8.3.1 标准加入法

如 7.2.1 中的描述制备样品混合物，将样品瓶放入顶空进样设备，按照 8.1 中给出的色谱条件进行分析。

8.3.2 内标法

如 7.2.2 中描述的样品混合物，将样品瓶放入顶空进样设备，按照 8.1 中给出的色谱条件进行分析。

9 色谱评价

参考图 1 或图 2 确定试样中的组分，并根据色谱峰面积的数据确定 1,4-二噁烷和 4-甲基-1,3-二噁烷（如未使用 4-甲基-1,3-二噁烷，则无相应的色谱峰）的峰面积。

10 结果表述

10.1 标准加入法

以 1,4-二噁烷组分浓度为自变量、峰面积为因变量，采用一元线性回归方式计算拟合

曲线方程，以峰面积取零代入获得的方程中计算 1,4-二噁烷组分浓度。或者作峰面积（Y 轴）对 1,4-二噁烷组分浓度（X 轴）的拟合曲线（直线），外推此直线与 X 轴相交（见图 3），此交点即样品中 1,4-二噁烷的浓度  $c_2$ ，以 mg/kg 表示。

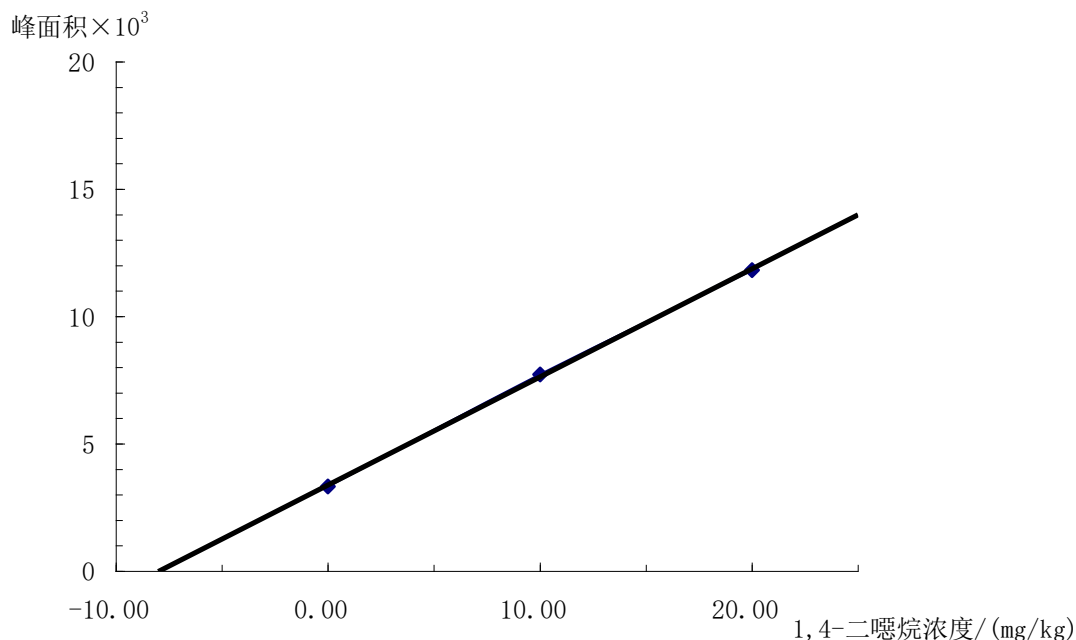


图 3 峰面积与 1,4-二噁烷浓度的拟合曲线图例

采用标准加入法计算结果时，拟合曲线方程的相关系数应在 0.995 以上，否则需要重新制样测定，必要时增加 1~2 个测试点。

## 10.2 内标法

样品中 1,4-二噁烷的含量  $c_2$  (mg/kg) 按式 (2) 计算：

$$c_2 = \frac{A_2 k c_1}{A_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$A_1$ ——4-甲基-1,3-二噁烷内标物的峰面积；

$A_2$ ——1,4-二噁烷的峰面积；

$k$ ——相关响应因子；

$c_1$ ——样品中 4-甲基-1,3-二噁烷内标物的浓度（按表 1 注的说明使用内标物，浓度则为 20mg/kg），单位为毫克每千克（mg/kg）。

## 11 精密度

### 11.1 重复性

由同一操作者在同一实验室用相同的仪器在短时间内用相同的方法测定同一测试样品，两次独立测试结果之间的绝对差值不超过重复性限  $r$ ，超过重复性限  $r$  情况不超过 5%。相



对重复性限可以允许为：

当样品中 1,4-二噁烷浓度 $\leq 20$  mg/kg 时，为 18%；

当样品中 1,4-二噁烷浓度 $> 20$  mg/kg 时，为 8%。

## 11.2 再现性

由不同操作者在不同实验室用不同的仪器用相同的方法测定同一测试样品，两次独立测试结果之间的绝对差值不超过再现性限  $R$ ，超过再现性限  $R$  情况不超过 5%。相对再现性限（以 1, 4-二噁烷浓度百分比计算）可以允许到 40%。

## 12 测试报告

测试报告应包含下列信息：

- a) 所有能反映样品的必要信息；
- b) 所用方法；
- c) 结果和所用检测程序；
- d) 没有按照此标准或标准中参考的其他操作细节，或其他任选的相关操作 and 所有可能影响结果的附件；
- e) 采样方式与采样日期；
- f) 样品接收日期与分析日期。

附录 A  
(资料性附录)

本标准章条与有关 ISO 标准的对应信息

A.1 本标准与ISO 17280：2015章条对照

本标准与ISO 17280：2015相比章条对照见表A.1。

表A.1 本标准与ISO 17280：2015章条编号对照一览表

| 本标准章条编号   | 对应的国际标准章条编号 |
|-----------|-------------|
| 1         | 1           |
| 2         | 2           |
| 3         | 3           |
| 4         | 4           |
| 5         | 5           |
| 6         | 6.1         |
| 7.1~7.2.1 | 7.1~7.2.1   |
| 7.2.2     | 7.3.2       |
| 8.1.1     | 8           |
| 8.1.2     | ——          |
| 8.1.3     | ——          |
| 8.2       | 6.2/7.3.1   |
| 8.3.1     | 7.2.2       |
| 8.3.2     | 7.3.3       |
| 9         | 9           |
| 10.1      | 7.2.3       |
| 10.2      | 7.3.4       |
| 11        | 10          |
| 12        | 11          |

附录 B  
(资料性附录)

本标准章条与有关 ISO 标准的对应信息

B.1 本标准与ISO 17280：2015技术性差异

本标准与ISO 17280：2015相比技术性差异及其原因见表B.1。

表B.1 本标准与ISO 17280：2015技术性差异及其原因一览表

| 本标准章条号  | 本标准的内容   | ISO章条编号 | ISO 17280：2015内容                        | 原因   |
|---------|--|---------|---|--|
| 1       | 1、范围：增加含此类表面活性剂的护理用品及其他种类表面活性剂亦可参考使用本文件<br>2、增加气质联用法 | 1       | 无                                       | 1、根据国内实际情况及试验验证，方法适用。<br>2、保留2011版标准包含气质联用方法           |
| 2       | GB/T 6682 、 GB/T 13173-2021                          | 2       | ISO 607、ISO 3696和 ISO 5725-2            | 两项国家标准修改采用对应的国际标准，根据实际标准情况删除了ISO 5725-2                |
| 4       | 除非另有说明，分析中仅使用确认的分析纯或以上规格的试剂，水为GB/T 6682规定的一级水        | 4/4.3   | 分析过程中仅使用公认的分析纯试剂，所用水质应符合ISO 3696规定的3级标准 | 标准规定使用一级水，用作仪器分析的试验溶剂；N,N-二甲基甲酰胺（DMF）具有毒性，体系需要时，作为备选溶剂 |
| 5.2     | 带程序升温装置和氢火焰离子化检测器（FID）或质量选择检测器（MSD）                  | 5.2     | 配备程序升温装置和火焰离子化检测器(FID)                  | 增加质谱检测器  |
| 7.2.1.1 | 增加注，对于固体样品称样量进行规定                                    | 无       | 无                                       | 符合实际使用情况   |
| 8.1.1   | 进样口温度200℃，程序升温60℃保持3min……                            | 8       | 进样温度250℃；程序升温 50℃保持 1min……              | 色谱条件为推荐使用，根据仪器实际情况进行调整优化                               |
| 8.1.1   | 色谱柱固定相：5%苯基硅酮和95%甲基硅酮作固定相或相当者                        | 5.7     | 固定相为硝基对苯二甲酸改性聚乙二醇                       | 推荐色谱柱固定相改为非极性，适用性更强                                    |
| 8.1.2   | 增加填充柱色谱条件  | 无       | 无                                       | 增加填充柱条件下色谱条件   |
| 8.1.3   | 增加气质联用法的色谱条件   | 无       | 无                                       | 增加选择性  |
| 8.2     | $k = \frac{A_1 c_2}{A_2 c_1}$                        | 7.3.1   | $k = \frac{A_2 c_2}{A_1 c_1}$           | 两式呈倒数关系，调整计算公式，维持原国家标准方式                               |

|      |   |       |   |                       |
|------|---|-------|---|-----------------------|
| 10.2 | 二噁烷含量计算公式：<br>$c_2 = \frac{A_2 k c_1}{A_1}$ | 7.3.4 | 二噁烷含量计算公式：<br>$c_1 = \frac{A_1 c_2}{k A_2}$ | 与8.2呼应，结果一致，故国家标准保持不变 |
|------|---|-------|---|-----------------------|

\_\_\_\_\_

# 《表面活性剂中二噁烷残留量的测定 气相色谱法》

## 编制说明

### 一、工作简况

#### 1、任务来源

本项目是根据国家标准化管理委员会关于下达 2025 年第六批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知（国标委发[2025]34 号），计划编号为 20252782-T-607，项目名称“表面活性剂中二噁烷残留量的测定 气相色谱法”，主要起草单位：中国日用化学研究院有限公司、中轻检验认证（太原）有限公司等，计划应完成时间为 2026 年 7 月。

#### 2、工作过程

**起草阶段：**2025 年 8 月-10 月，全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会成立标准起草工作组，结合国际标准 ISO 17280 标准文本及实际检测工作基础上，编制标准草案初稿。

**征求意见阶段：**2025 年 12 月 11 日在太原召开标准征求意见会议，会上代表提出 2 条意见。标准编制组对 2 条意见进行确认，均予采纳。

**送审阶段：**

**报批阶段：**

#### 3、主要参加单位和工作组成员及其所作的工作

中国日用化学研究院有限公司、中轻检验认证（太原）有限公司负责对方法的实际情况进行测试、组织标准起草及数据、文本的核对等。

### 二、标准编制原则和主要内容

#### 1、编制原则

本标准起草过程中，主要按 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》进行编写。本标准制定过程中，主要参考了以下标准或文件：

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13173 表面活性剂 洗涤剂试验方法

#### 2、标准研究的主要内容

该标准首次制定并发布于 2011 年，本次为第一次修订。本标准保留原版本二噁烷的测试方法——毛细管柱和填充柱、气相色谱法和气质联用法。

鉴于试验所用溶剂 N,N-二甲基甲酰胺（DMF）对眼、皮肤和呼吸道有刺激作用。蒸气可引起眼、上呼吸道轻、中度刺激症状。污染皮肤可致轻、重不等的灼伤，皮肤起皱，肤色发白，伴有灼痛感，严重者可使皮肤肿胀，剧烈灼痛。污染眼引起灼痛、流泪、结膜充血；严重者可引起角膜坏死。

实验中与包括酸、碱、卤化试剂、氧化剂和还原剂等多种物质也并不兼容，DMF 在酸的存在下水解得到二甲胺（ $\text{Me}_2\text{NH}$ ）和甲酸（ $\text{HCOOH}$ ），在酸（尤其是强酸）存在下，DMF 的水解会很危险，因为水解产物  $\text{HCOOH}$  会进一步分解，释放出不可冷凝的气体，例如  $\text{CO}$ 、 $\text{CO}_2$ 、 $\text{H}_2$  等。如果反应系统未正确排气和惰性化，可能会导致反应堆过压甚至着火，从而大大增加危险的严重性。在碱

性环境中，DMF 同样存在安全隐患。纯 DMF 在强碱如氢氧化钾（KOH）、氢氧化钠（NaOH）或氢化钙（CaH<sub>2</sub>）的作用下，于常温环境中长时间存放会发生显著分解，原位生成 Me<sub>2</sub>NH。1982 年，美国某化学技术公司在进行一项中试规模的缩合反应实验时使用了 NaH 与 DMF 混合体系，反应温度开始保持在 50℃，但随后体系自发升温至 75℃，使用冷凝循环设备也无济于事，继而发生爆炸。

食品工具和工业设施用酸性、碱性清洗剂需要按照 GB 14930.1 的要求测试二噁烷，本试验在顶空瓶中进行，当待测物为强酸性、碱性时，会出现上述问题，无法及时排出气体，会导致胀瓶，有发生爆炸的风险。实验室经试验验证，使用水作溶剂也能达到较好测试结果，因此对试验溶剂进行修订，改为去离子水。

本文件代替GB/T 26388—2011《表面活性剂中二噁烷残留量的测定 气相色谱法》，与GB/T 26388—2011相比，除编辑性改动外，主要技术变化及原因如下：

- 根据行业实际使用情况，该方法同样适用于终端产品及其他类型表面活性剂中二噁烷的测定，据此修改了范围（见第1章，2011年版的第1章）；
- 修改了气质联用方法检出限和定量限（见第1章，2011年版的第1章）；
- 增加了规范性引用文件GB/T 6682（见第2章）；
- 鉴于DMF具有毒性、且与相关产品的相容性不佳，修改了溶剂，使用去离子水做溶剂，对试验人员更加友好，测试结果与原方法基本一致，能够满足实际需要（见第4章、第6章，2011年版的第4章、第6章）；
- 根据检测过程中样品的形态对方法的适用性，增加了固体样品的称样指导（见7.2.1.1）；
- 原标准中色谱柱为50 m×0.53 mm(id)融熔硅毛细管柱(膜厚度：5.0 μm)，改为了更为常用的：30m×0.32mm（id）融熔硅毛细管柱（膜厚度：0.25μm）规格（见8.1.1，2011年版8.1.1）；
- 溶剂更换，据此修改了色谱图（见8.1.1图1、8.1.3图2，2011年版8.1.1图1、8.1.3图3）；
- 删除了填充柱条件的色谱图（见2011年版8.1.2图2）；
- 按照国际标准数据，修改了重复性、再现性范围（见第11章，2011年版的第11章）；
- 按照国际标准文本框架，增加了测试报告的要求（见第12章 e）、f））；
- 根据标准实际使用情况，删除了一元线性方程的计算方法附录A（见2011年版附录A）；
- 增加了与国际标准条款对照附录A和技术性差异对照附录B（见附录A、附录B）。

三、主要试验的分析

1、实验测试数据

（1）试剂分别为水和 DMF 的测试结果

表 1 不同溶剂条件对实际样品测定 1，4-二噁烷含量结果比较（气相色谱）

| 样品      | DMF 为溶剂测定结果<br>/mg/kg | 去离子水为溶剂测定<br>结果/mg/kg |
|---------|-----------------------|-----------------------|
| 1#（洗发水） | 2.16                  | 2.13                  |
| 2#（洗手液） | 3.92                  | 3.11                  |
| 3#（餐洗）  | 2.15                  | 2.13                  |
| 4#（AES） | 12.3                  | 12.9                  |

表 2 不同溶剂条件对餐洗样品测定 1，4-二噁烷含量结果比较（气质联用）

| 样品     | DMF 为溶剂测定结果<br>/mg/kg | 去离子水为溶剂测定<br>结果/mg/kg |
|--------|-----------------------|-----------------------|
| 1#（餐洗） | 1.19                  | 1.03                  |
| 2#（餐洗） | 1.16                  | 1.03                  |
| 3#（餐洗） | 1.37                  | 1.36                  |
| 4#（餐洗） | 1.59                  | 1.86                  |

表 3 不同溶剂条件对 AES 样品测定 1，4-二噁烷含量结果比较（气质联用）

| 样品      | DMF 为溶剂            |            | 去离子水为溶剂            |            |
|---------|--------------------|------------|--------------------|------------|
|         | 色谱数据               | 测定结果/mg/kg | 色谱数据               | 测定结果/mg/kg |
| 1#（AES） | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg | 6.16       | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg | 3.6        |
|         | 峰面积                |            | 峰面积                |            |
|         | 0 7445             |            | 0 7228             |            |
|         | 10.4 18833         |            | 10.35 23565        |            |
| 2#（AES） | 20.8 31748         | 9.93       | 20.7 43659         | 6.28       |
|         | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            |
|         | 峰面积                |            | 峰面积                |            |
|         | 0 11625            |            | 0 10898            |            |
| 3#（AES） | 10.4 24046         | 11.59      | 10.35 29609        | 8.95       |
|         | 20.8 36233         |            | 20.7 49127         |            |
|         | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            |
|         | 峰面积                |            | 峰面积                |            |
| 4#（AES） | 0 15195            | 17.53      | 0 14538            | 10.8       |
|         | 10.2 30130         |            | 10.35 31904        |            |
|         | 20.4 43100         |            | 20.7 49127         |            |
|         | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            |
| 5#（AES） | 峰面积                | 3.33       | 峰面积                | 0.68       |
|         | 0 14987            |            | 0 18190            |            |
|         | 10.2 22625         |            | 10.35 34808        |            |
|         | 20.4 31834         |            | 20.7 51493         |            |
|         | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            |
|         | 峰面积                |            | 峰面积                |            |
|         | 0 3458             |            | 0 1887             |            |
|         | 10.2 15414         |            | 10.35 26354        |            |
|         | 20.4 25982         |            | 20.7 51682         |            |
|         | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            |
|         | 峰面积                |            | 峰面积                |            |
|         | 0 3458             |            | 0 1887             |            |
|         | 10.2 15414         |            | 10.35 26354        |            |
|         | 20.4 25982         |            | 20.7 51682         |            |
|         | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            | 二噁烷<br>含量<br>mg/kg |            |
|         | 峰面积                |            | 峰面积                |            |

（2）以水为溶剂加标回收率测试

表 4 AES 样品加标检测数据表

| 样品  | 样品本底值<br>/mg/kg | 加标水平<br>/mg/kg | 测试含量<br>/mg/kg | 加标回收率<br>/% |
|-----|-----------------|----------------|----------------|-------------|
| AES | 4.64            | 30             | 34.59          | 99.85       |
|     |                 | 50             | 52.70          | 96.13       |
|     |                 | 80             | 85.61          | 101.22      |

2、气相色谱和气质联用色谱图

图 1 为用水作为溶剂，经气相色谱（毛细管柱）-顶空进样得到的色谱图。

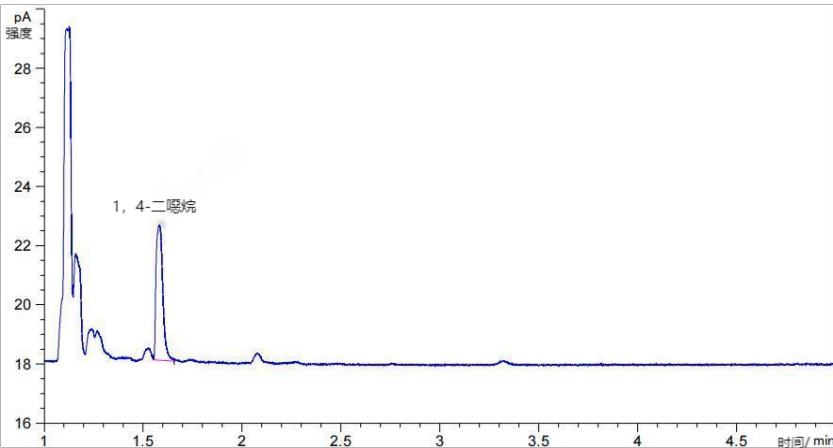


图 1 典型测试样品的 FID 气相色谱（毛细管柱）

图 2 为用水作为溶剂，经气质联用（毛细管柱）-顶空进样得到的总离子色谱图。

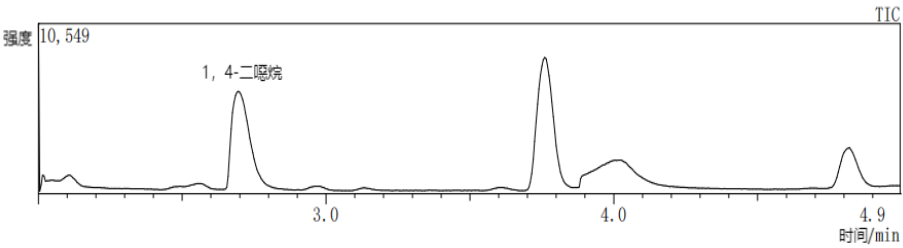


图 2 典型测试样品的气质联用总离子色谱图

3、典型样品标准曲线

表 5 实际样品测试标准曲线数据表（气相色谱）

| 浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ） | 含量（ $\text{mg/kg}$ ） | 峰面积  |
|------------------------|----------------------|------|
| 0                      | 0                    | 9.4  |
| 5.252                  | 2.626                | 10.5 |
| 13.13                  | 6.565                | 12.3 |
| 26.26                  | 13.13                | 14.4 |
| 65.65                  | 32.825               | 21.4 |
| 131.3                  | 65.65                | 34.7 |



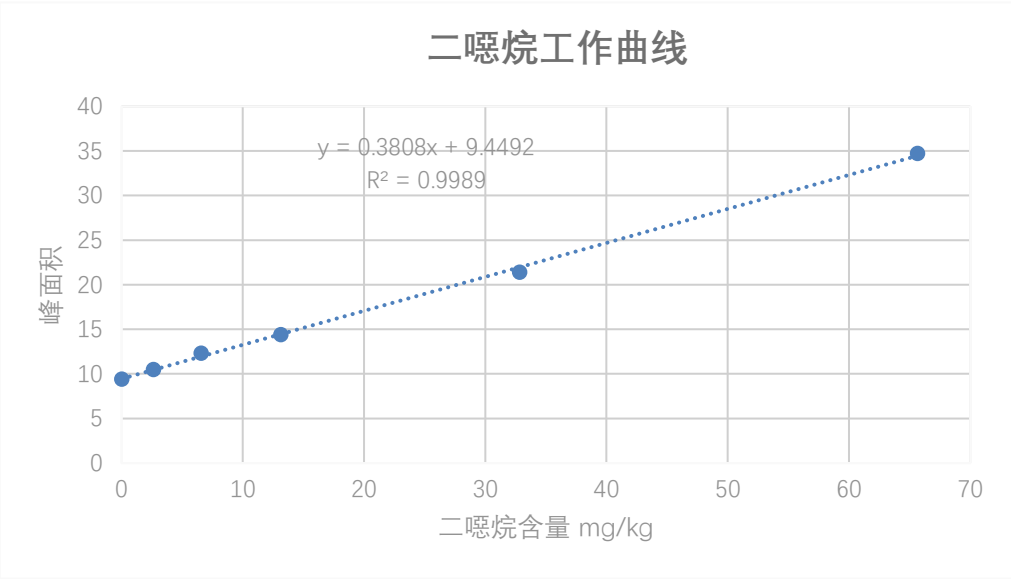


图 3 典型测试样品的标准曲线（气相色谱）

表 6 实际样品测试标准曲线数据表（气质联用）

| 浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ） | 含量（ $\text{mg/kg}$ ） | 峰面积   |
|------------------------|----------------------|-------|
| 0                      | 0                    | 11625 |
| 5.2                    | 10.4                 | 24046 |
| 10.4                   | 20.8                 | 36233 |

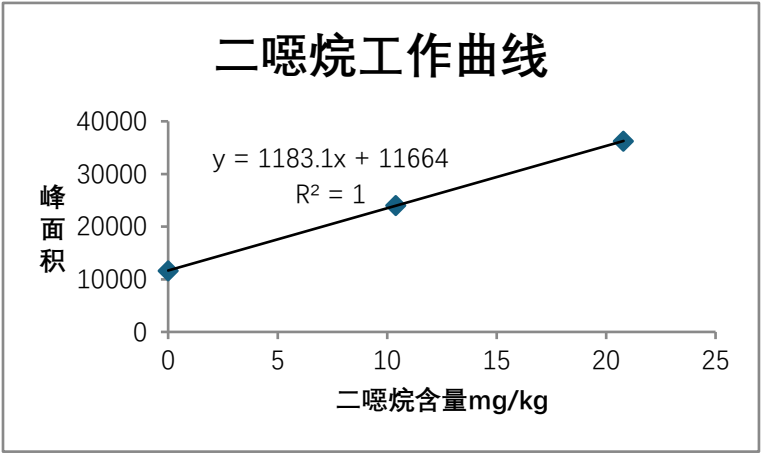


图 4 典型测试样品的标准曲线（气质联用）

3、检出限和定量限

表 7 水为溶剂重复测定 10 次检测限及定量限（气相色谱）

| 测试次数 | 二噁烷含量 $\text{mg/kg}$ | 平均值 $\text{mg/kg}$ | 标准偏差 $\text{mg/kg}$ | 相对标准偏差% | 检出限（3 倍标准偏差） $\text{mg/kg}$ | 定量限（10 倍标准偏差） $\text{mg/kg}$ |
|------|----------------------|--------------------|---------------------|---------|-----------------------------|------------------------------|
|------|----------------------|--------------------|---------------------|---------|-----------------------------|------------------------------|

|    |       |       |       |      |      |      |
|----|-------|-------|-------|------|------|------|
| 1  | 2.577 | 2.547 | 0.146 | 5.72 | 0.44 | 1.46 |
| 2  | 2.879 |       |       |      |      |      |
| 3  | 2.414 |       |       |      |      |      |
| 4  | 2.414 |       |       |      |      |      |
| 5  | 2.462 |       |       |      |      |      |
| 6  | 2.462 |       |       |      |      |      |
| 7  | 2.577 |       |       |      |      |      |
| 8  | 2.695 |       |       |      |      |      |
| 9  | 2.530 |       |       |      |      |      |
| 10 | 2.462 |       |       |      |      |      |

表 8 水为溶剂重复测定 10 次检测限及定量限（气质联用）

| 测试次数 | 二噁烷含量<br>mg/kg | 平均值<br>mg/kg | 标准偏差<br>mg/kg | 相对标准偏差% | 检出限<br>（3 倍标准偏差）<br>mg/kg | 定量限<br>（10 倍标准偏差）<br>mg/kg |
|------|----------------|--------------|---------------|---------|---------------------------|----------------------------|
| 1    | 2.827419494    | 2.71         | 0.064         | 2.36    | 0.19                      | 0.64                       |
| 2    | 2.750752559    |              |               |         |                           |                            |
| 3    | 2.751526619    |              |               |         |                           |                            |
| 4    | 2.75815194     |              |               |         |                           |                            |
| 5    | 2.7126792      |              |               |         |                           |                            |
| 6    | 2.673063742    |              |               |         |                           |                            |
| 7    | 2.679492673    |              |               |         |                           |                            |
| 8    | 2.704393341    |              |               |         |                           |                            |
| 9    | 2.655567919    |              |               |         |                           |                            |
| 10   | 2.599914639    |              |               |         |                           |                            |

四、标准中如果涉及专利，应有明确的知识产权说明

未涉及专利等知识产权问题。

五、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况

1，4 - 二噁烷作为某些表面活性剂生产过程中的副产物，对产品质量安全有隐患，相关企业也投入了资源进行必要的检测。这些企业通过与科研机构合作，不断提升测定的准确性和效率，以满足市场对于表面活性剂质量把控的严格需求。

在推广应用论证方面，该测定技术更加环保，对测试人员友好，测试结果与原方法保持一致，能够帮助企业及时调整生产工艺，降低有害物质含量，提升产品质量。

预期达到的经济效益十分可观。一方面，企业通过准确测定表面活性剂中 1，4 - 二噁烷含量，避免了因产品质量不达标而引发的市场风险和法律纠纷，减少了潜在的经济损失。另一方面，高质量的产品能够获得更高的市场定价，为企业带来更丰厚的利润。同时，随着该测定技术的广泛应用，还将带动相关测定设备制造、技术服务等行业的发展，形成良好的产业协同效应，推动整个表面活性剂行业向更加绿色、安全、可持续的方向发展。

## 六、采用国际标准和国外先进标准情况

本标准修改采用国际标准 ISO 17280。

本标准制定过程中未测试国外的样品。

本标准水平为国内先进水平。

## 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

与洗涤剂行业相关法律法规、规章协调一致，未发生冲突。

## 八、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧意见。

## 九、标准性质的建议说明

标准性质是国家推荐性标准。

## 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。

## 十一、废止现行相关标准的建议

无。

## 十二、其它应予说明的事项

无。

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：表面活性剂中二噁烷残留量的测定 气相色谱法

起草单位：中国日用化学研究院有限公司等

共 1 页第 1 页

承办人：李晓睿 电话：18234114856 2026 年 2 月 26 日填写

| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容          | 提出单位   | 处理意见及理由 |
|----|--------|---------------|--------|---------|
| 1  | 范围     | 明确方法的检出限和定量限  | 中轻日化科技 | 采纳      |
| 2  | 5.7    | 气体密封注射器修改为移液管 | 中轻绍兴化工 | 采纳      |

说明：① 发送《征求意见稿》的单位数：个；  
② 收到《征求意见稿》后回函的单位数：个；  
③ 收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：个；  
④ 没有回函的单位数：个。  
⑤ 提出意见数量：2 个；  
⑥ 标准起草单位处理结果：采纳 2 个，未采纳 0 个；  
⑦ 标准化技术委员会审查意见：采纳 2 个，未采纳 0 个。