



中华人民共和国国家标准

GB/T 30797—XXXX
代替 GB/T 30797—2014

洗涤剂试验方法 总砷的测定

The test method of detergents—Determination of total arsenic

(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 30797—2014《食品用洗涤剂试验方法 总砷的测定》，与GB/T 30797—2014相比，除编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了适用范围（见第1章，2014年版的第1章）
- 更改了试样预处理；
- 删除了银盐法（见2014年版的第5章）
- 增加了电感耦合等离子体质谱法（见第6章）。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品用洗涤消毒产品标准化技术委员会（SAC/TC395）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：

- 2014年首次发布为GB/T 30797—2014；
- 本次为第一次修订。

洗涤剂试验方法 总砷的测定

1 范围

本文件描述了洗涤剂中总砷的 4 种测定方法，即氢化物发生原子吸收法、氢化物发生原子荧光法、电感耦合等离子体质谱法和砷斑法。

本文件适用于洗涤剂（包括食品用洗涤剂）中总砷的测定。砷斑法适用于总砷的限量测定，其他方法适用于总砷的定量测定。

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 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.268 食品安全国家标准 食品中多元素的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 第一法 氢化物发生原子荧光法

4.1 原理

在酸性条件下，五价砷被硫脲—抗坏血酸还原为三价砷，然后与由硼氢化钾与酸作用产生的大量新生态氢反应，生成气态的砷化氢，被载气输入石英管炉中，受热后分解为原子态砷，在砷空心阴极灯发射光谱激发下，产生原子荧光，在一定浓度范围内，其荧光强度与砷含量成正比，与标准系列比较定量。若取 1 g 样品，本方法检出浓度为 0.01 $\mu\text{g/g}$ ，最低定量浓度为 0.04 $\mu\text{g/g}$ 。

4.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2.1 盐酸，优级纯；

4.2.2 盐酸，1+10（体积比）水溶液；

4.2.3 硝酸，优级纯；

4.2.4 硫酸，优级纯；

4.2.5 硫酸，1+15（体积比）水溶液；

4.2.6 氢氧化钠，5 g/L 溶液，称取 0.5 g 氢氧化钠溶解于 100 mL 水中；

4.2.7 氢氧化钠，200 g/L 溶液，称取 200 g 氢氧化钠溶解于 1 L 水中；

- 4.2.8 硼氢化钾, 15 g/L 溶液, 称取 1.5 g 硼氢化钾溶解于 100 mL 的氢氧化钠溶液中 (4.2.6), 过滤, 储存于塑料瓶中, 冰箱中可保存一周;
- 4.2.9 过氧化氢, 质量分数 ω (H_2O_2) =30 %;
- 4.2.10 硫脲-抗坏血酸混合溶液, 称取 12.5 g 硫脲 $[(\text{NH}_2)_2\text{CS}]$, 加 70 mL 水, 溶解后加入 12.5 g 抗坏血酸, 稀释到 100 mL, 储存于棕色瓶中, 冰箱中可保存一个月;
- 4.2.11 氧化镁;
- 4.2.12 六水硝酸镁溶液 (500 g/L): 称取六水硝酸镁 500 g, 加水溶解稀释至 1 L;
- 4.2.13 酚酞指示剂, 1 g/L 乙醇溶液, 称取 0.1 g 酚酞溶于 100 mL 95 %乙醇;
- 4.2.14 尿素, 500 g/L 溶液, 称取 5.0 g 尿素溶解于 10 mL 水中, 临用前配制;
- 4.2.15 砷标准储备液, 准确称取经 150 °C 干燥 2 h 或在硫酸干燥器中干燥过的三氧化二砷 0.132 g (称准至 0.001 g), 加 5 mL 氢氧化钠溶液 (4.2.7), 溶解后滴加几滴酚酞指示剂, 用硫酸溶液 (4.2.5) 中和至中性, 再加入 10 mL 硫酸溶液 (4.2.5), 用煮沸冷却后的水定容至 1 000 mL, 混匀, 此溶液含砷为 100 mg/L, 贮存于棕色玻璃具塞瓶中 (亦可使用已知浓度的砷单元素有证标准溶液直接稀释配制);
- 4.2.16 砷标准工作液, 100 $\mu\text{g/L}$ 溶液, 取砷标准储备液 (4.2.15) 用水逐级稀释至 100 $\mu\text{g/L}$, 此标准溶液应当日配制使用。

4.3 仪器

- 4.3.1 原子荧光光度计;
- 4.3.2 流动注射氢化物发生器;
- 4.3.3 电热板;
- 4.3.4 锥形瓶, 100 mL;
- 4.3.5 压力自控微波消解系统, 带有高压密闭消解罐、聚四氟乙烯溶样杯等配套设备;
- 4.3.6 坩埚, 50 mL;
- 4.3.7 水浴锅;
- 4.3.8 容量瓶, 50 mL;
- 4.3.9 箱式电阻炉。
- 4.3.10 天平。

注: 试验中所用玻璃仪器需用 10 %~20 %硝酸浸泡 24 h 以上, 用自来水反复冲洗后, 用符合 GB/T 6682 的三级水冲洗干净。

4.4 步骤

4.4.1 样品预处理

4.4.1.1 HNO₃-H₂SO₄湿式消解法

称取1.0 g试样（称准至0.001 g），置于100 mL锥形瓶中。加数粒玻璃珠，加入硝酸（4.2.3）8 mL~12 mL，放置片刻后，置于电热板上缓缓加热，反应开始后移去热源，稍冷后沿瓶壁加入硫酸（4.2.4）2 mL。继续加热至消解液5 mL左右时，若消解液中仍有未分解物质或色泽变深，取下放冷，补加硝酸（4.2.3）2 mL~4 mL，如此反复，直至溶液澄清或微黄，并且硫酸的白色烟雾开始冒出。消解过程中注意避免炭化。放置冷却后加水20 mL继续加热至产生白烟。至少重复加水加热至产生白烟两次。冷却后，将消解液转移到50 mL容量瓶中，用盐酸溶液（4.2.2）洗涤锥形瓶数次，合并洗涤液于容量瓶中，加入硫脲-抗坏血酸混合溶液（4.2.10）2 mL，并用盐酸溶液（4.2.2）定容，摇匀，静置15 min使还原完全。

取同样量的硝酸、硫酸，按上述方法同时做试剂空白试验。

4.4.1.2 干灰化法

称取1.0 g试样（称准至 0.001 g），置于50 mL坩埚中。加入2 mL六水硝酸镁溶液（4.2.12）并混匀，低温蒸干，将1.0 g氧化镁（4.2.11）仔细覆盖在干渣上，于电热板上炭化至无黑烟，移入550 ℃箱式电阻炉中灼烧灰化4 h。取出，向灰分中加入5 mL水润湿，然后用20 mL盐酸（4.2.1）分数次溶解灰分。将溶液转至50 mL容量瓶中，用盐酸溶液（4.2.2）洗涤坩埚数次，合并洗涤液于容量瓶中，加入硫脲-抗坏血酸混合溶液（4.2.10）2 mL，并用盐酸溶液（4.2.2）定容，摇匀，静置15 min使还原完全。

在试样灰化的同时，另取一只坩埚，按上述方法同时做试剂空白试验。

4.4.1.3 微波消解法

称取1.0 g试样（称准至0.001 g），置于清洗好的聚四氟乙烯溶样杯内。加入硝酸（4.2.3）2.5 mL，过氧化氢（4.2.9）1.0 mL，轻轻晃动，充分混匀。放置至少30 min进行预处理，把聚四氟乙烯溶样杯放进预先准备好的干净的高压密闭溶样罐中，拧上罐盖（不要拧的过紧）。微波消解采用梯度升温升压的方式，具体控制步骤参见表1（可以根据仪器和样品情况适当变动，保证消解完全）。

表1 微波消解程序

步骤	温度/℃	压力/atm	时间/min	功率/W
1	80	8	2.0	600
2	120	12	2.5	600
3	200	18	2.5	700

消解完成后，冷却至室温，取出消解罐，加入尿素2.5 mL（4.2.14）并置于沸水浴中加热10 min，再将消解液转移至50 mL容量瓶中，并用盐酸溶液（4.2.2）洗涤溶样杯数次，合并洗涤液于容量瓶中，加入硫脲-抗坏血酸混合溶液（4.2.10）2 mL，用盐酸溶液（4.2.2）定容，摇匀，静置15 min使还原完全。

取同样量的硝酸、过氧化氢，按上述方法同时做试剂空白试验。

4.4.2 仪器条件

按仪器说明书调整好仪器工作条件。

注：参考GB/T 5009.11相关建议确定测试条件。

4.4.3 标准曲线

同4.4.3配制标准系列溶液，用原子荧光光度计和流动注射氢化物发生器测定标准系列溶液的荧光强度，以荧光强度为纵坐标，砷含量（ng/mL）为横坐标，绘制标准曲线。

注：依据样品消解溶液中元素质量浓度水平，适当调整标准系列中各元素质量浓度范围。

4.4.4 测定

用原子荧光光度计测定经4.4.1处理后的试样溶液及空白溶液的荧光强度，由标准曲线查出测试溶液中砷的浓度。

4.5 结果计算

试样中砷含量 c 以微克每克表示，按式（1）计算：

$$c = \frac{(E_1 - E_0) \times V}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——试样中砷含量，单位为微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）

E_1 ——试样溶液中砷的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

E_0 ——空白溶液中砷的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V ——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

4.6 精密度和准确度

4.6.1 HNO₃-H₂SO₄湿式消解法

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算数平均值的10%，以大于这两个测定值的算数平均值的10%的情况不超过5%为前提。

方法回收率为83%~101%。

4.6.2 干灰化法

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算数平均值的15%，以大于这两个测定值的算数平均值的15%的情况不超过5%为前提。

方法回收率为81%~101%。

4.6.3 微波消解法

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算数平均值的 10%，以大于这两个测定值的算数平均值的 10 %的情况不超过 5 %为前提。

方法回收率为93 % ~ 102 %。

5 第二法 氢化物发生原子吸收法

5.1 原理

试样经预处理后，试样溶液中的砷在高酸性条件下被硫脲-抗坏血酸还原为三价砷，然后被硼氢化钾与酸作用产生的新生态氢还原为砷化氢，砷化氢被载气导入被加热的“T”型石英管原子化器，砷被原子化，砷空心阴极灯发射的特征谱线。在一定浓度范围内，吸光度与样品砷含量成正比。与标准系列比较定量。若取 1 g 样品，本方法检出浓度为 0.075 μg/g，最低定量浓度为 0.25 μg/g。

5.2 仪器

4.3.1 原子吸收分光光度计；

4.3.2 流动注射氢化物发生器；

5.3 步骤

5.3.1 样品预处理

样品预处理同 4.4.1

5.3.2 仪器条件

按仪器说明书调整好仪器工作条件，操作条件的选择取决于所用的仪器，可对下面给出的条件进行一定的变更，以便有效测定。

参考条件：砷灯电流6 mA，积分时间15 s，延迟时间7 s，载气流量180 mL/min，发生器电压110 V。

5.3.3 标准曲线

分别移取砷标准工作溶液（4.2.16）0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL于6 个50 mL容量瓶中，加入硫脲-抗坏血酸混合溶液（4.2.10）2 mL，用盐酸溶液（4.2.2）定容，摇匀，静置 15 min使还原完全。用原子吸收分光光度计和流动注射氢化物发生器测定标准系列溶液的吸光度，以吸光度为纵坐标，砷含量（ng/mL）为横坐标，绘制标准曲线。

注：依据样品消解溶液中元素质量浓度水平，适当调整标准系列中各元素质量浓度范围。

5.3.4 测定

用原子吸收分光光度计和流动注射氢化物发生器测定经4.4.1处理后的试样溶液和空白溶液的吸光度，由标准曲线查出测试溶液中砷的浓度。

5.4 结果计算

砷含量计算同4.5中式（1）。

5.6 精密度和准确度

精密度与准确度同4.6。

6 第三法 电感耦合等离子体质谱法

6.1 原理

试样经消解后，由电感耦合等离子体质谱仪测定，以元素特定质量数（质荷比， m/z ）定性，采用外标法，以待测元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度成正比进行定量分析。

6.2 试剂

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

6.2.1 硝酸（ HNO_3 ）：优级纯或更高纯度；

6.2.2 氩气（Ar）：氩气（ $\geq 99.995\%$ ）或液氩；

6.2.3 氦气（He）：氦气（ $\geq 99.995\%$ ）；

6.2.4 硝酸溶液（5+95）：取50 mL硝酸，缓慢加入950 mL水中，混匀；

6.2.5 砷元素贮备液（1 000 mg/L或100 mg/L）：已知浓度的单元素有证标准贮备液；

6.2.6 内标元素贮备液（1 000 mg/L）：钪、锆、铟、铈、镱、铋等，已知浓度的单元素或多元素有证标准贮备液；

6.2.7 砷标准工作溶液配制：吸取适量砷单元素标准贮备液，用硝酸溶液（5+95）（6.2.4）逐级稀释配成标准工作溶液系列，质量浓度为1.00 $\mu\text{g/L}$ 、5.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.00 $\mu\text{g/L}$ 、30.00 $\mu\text{g/L}$ 、50.00 $\mu\text{g/L}$ 。

注：依据样品消解溶液中元素质量浓度水平，适当调整标准系列中各元素质量浓度范围。

6.2.8 内标使用液：取适量内标单元素贮备液或内标多元素标准贮备液（推荐使用锆、铈或铟），用硝酸溶液（5+95）（6.2.4）配制合适浓度的内标使用液，由于不同仪器采用的蠕动泵管内径有所不同，当在线加入内标时，需考虑内标元素在样液中的浓度，样液混合后的内标元素参考浓度范围为25 $\mu\text{g/L}$ ~100 $\mu\text{g/L}$ 。低质量数元素可以适当提高使用液浓度。

注：内标溶液在配制混合标准工作溶液和样品消化液中手动定量加入或由仪器在线加入。

6.3 仪器和设备

6.3.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）。

6.4 试样预处理

样品预处理同 4.4.1。

6.5 仪器参考条件

6.5.1 仪器参考条件见表 2。元素分析模式为普通/碰撞反应池。

注：参考GB/T5009.268相关建议确定测试条件。

表 2 电感耦合等离子体质谱仪操作参考条件

参数名称	参数	参数名称	参数
射频功率	1 500 W	雾化器	高盐/同心雾化器
等离子体气流量	15 L/min	采样锥/截取锥	镍/铂锥
载气流量	0.80 L/min	采样深度	8 mm~10 mm
辅助气流量	0.40 L/min	采集模式	跳峰（Spectrum）
氦气流量	4 mL/min~5 mL/min	检测方式	自动
雾化室温度	2 ℃	每峰测定点数	1~3
样品提升速率	0.3 r/s	重复次数	2~3
注：对没有合适消除干扰模式的仪器，需采用干扰校正方程对测定进行校正，砷元素干扰推荐的校正方程为： [⁷³ As]=[75]-3.127 8×[77]+1.017 7[78]			

6.5.2 测定参考条件：在仪器调谐达到测定要求后，编辑测定方法。

6.6 标准曲线的制作

将标准工作溶液依次注入电感耦合等离子体质谱仪中，测定砷元素和内标元素的信号响应值。以砷元素的浓度为横坐标，砷元素与所选内标元素响应信号值的比值为纵坐标，绘制标准曲线。

6.7 试样溶液的测定

将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体质谱仪中，测定溶液中砷元素和内标元素的信号响应值，根据标准曲线得到消解液中砷元素的浓度。

6.8 分析结果的表述

试样中砷含量按式（2）计算：

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times K}{w \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X ——试样中待测元素含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

ρ ——试样溶液中砷元素质量浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——试样空白液中砷元素质量浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$);

V_l ——试样消化液定容体积, 单位为毫升 (mL);

K ——试样稀释倍数;

w ——试样称取质量或移取体积, 单位为克 (g);

1 000 ——换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

6.9 精密度

样品中砷含量大于 1 mg/kg 时, 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%; 小于或等于 1 mg/kg 且大于 0.1 mg/kg 时, 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15 %; 小于或等于 0.1 mg/kg 时, 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20 %。

6.10 检出限和定量限

固体样品 0.5 g 定容体积至 50 mL, 检出限为 0.002 mg/kg, 定量限为 0.005 mg/kg。液体样品 2 mL 定容体积至 50 mL, 检出限为 0.000 5 mg/kg, 定量限为 0.002 mg/kg。

7 第四法 砷斑法

7.1 原理

样品消解后, 用碘化钾、氯化亚锡将五价砷还原为三价砷, 然后与锌粒和酸产生的新生态氢生成砷化氢气体, 再与溴化汞试剂生成黄色至橙色的色斑, 与标准砷斑比较定量。本方法检出浓度为 2.5 $\mu\text{g/g}$ 。

7.2 试剂

7.2.1 溴化汞, 50 g/L 乙醇溶液;

7.2.2 溴化汞试纸, 剪成直径 20 mm 的滤纸圆片, 在溴化汞乙醇溶液 (7.2.1) 中浸渍 1 h 以上, 保存于冰箱中, 临用前取出于暗处阴干备用。

7.2.3 乙酸铅饱和吸收棉, 溶解 50 g 三水合乙酸铅于 250 mL 水中, 将脱脂棉以此溶液浸透后, 压去多余溶液, 使其疏松, 在 80 $^{\circ}\text{C}$ 以下的烘箱中干燥后, 储存于玻璃具塞瓶中;

7.2.4 碘化钾, 165 g/L 溶液, 称取碘化钾 16.5 g, 溶于 100 mL 水中, 储存于棕色瓶中;

7.2.5 碘化钾，165 g/L 溶液，称取碘化钾 16.5 g，溶于 100 mL 水中，储存于棕色瓶中；

7.2.6 无砷锌粒，粒度 0.8mm ~ 1.8 mm；

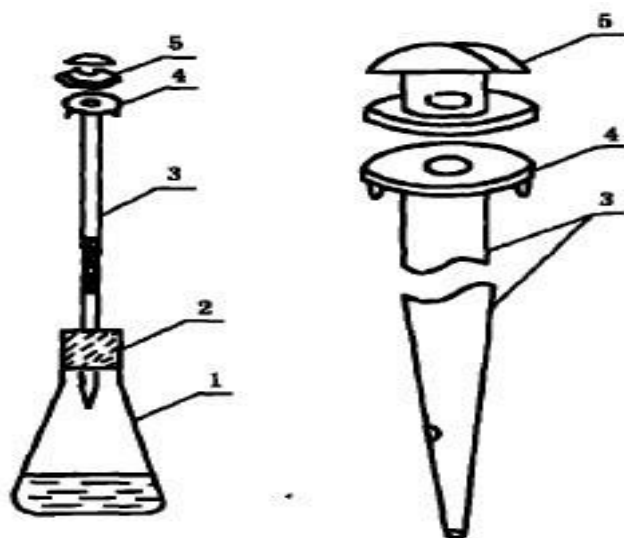
7.2.7 砷标准工作液，1.0 mg/L 溶液，取砷标准储备液（4.2.15）用水逐级稀释至 1.0 mg/L，应当日配制使用。

7.3 仪器

7.3.1 测砷装置，见图 2。

装置中的玻璃测砷管全长180 mm，上粗下细，自管口向下至 140 mm一段的内径约为6.5 mm，自此以下逐渐狭细，末端内径约为1 mm ~ 3 mm，近末端10 mm处有孔，直径2 mm，狭细部分紧密插入橡皮塞中，使下部小孔伸出橡皮塞。上部较粗部分装入乙酸铅饱和吸收棉（7.2.3），长50 mm ~ 60 mm，上端至管口处至少30 mm，测砷管顶端为圆形扁平的管口，上面磨平，下面两侧各有一耳，为固定玻璃帽用。

装置中的玻璃帽应下面磨平，上面有弯月形凹槽，中央有圆孔，直径6.5 mm。使用时将玻璃帽盖在测砷管的管口，使圆孔互相吻合，中间夹一片溴化汞试纸（7.2.2），用橡皮圈或其它适宜的方法将玻璃帽与测砷管固定。



1—100 mL 锥形瓶；2—橡皮塞，中间有一孔；3—玻璃测砷管；4—管口；5—玻璃帽

图 2 测砷装置

7.4 步骤

7.4.1 样品预处理

样品预处理同4.4.1。

7.4.2 测定

分别移取0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL砷标准工作液（7.2.7）（相当于含0 μg、0.5 μg、1.0 μg、2.0 μg的砷）于4 个测砷装置的锥形瓶中，加5 mL盐酸（4.2.1）；移取适量体积试样溶液（相当

于0.2 g洗涤剂)和相同体积空白溶液于不同测砷装置的锥形瓶中,加3.5 mL盐酸(4.2.1)。向每个锥形瓶中加入水使总体积为40 mL,加入 5 mL碘化钾溶液(7.2.4)和0.5 mL氯化亚锡酸性溶液(7.2.5),摇匀,室温下静置10 min。各加入3 g锌粒(7.2.6),立即装上预先装有乙酸铅饱和吸收棉(7.2.3)及溴化汞试纸(7.2.2)的测砷管,25℃ ~ 30℃避光放置 1 h。取出反应后的溴化汞试纸,比较试样砷斑、空白砷斑与标准砷斑的色泽深浅,由标准砷斑的砷含量(μg)确定试样溶液、空白溶液的砷含量(μg)。

7.5 结果计算

样品中砷的含量以微克每克表示,按式(3)计算:

$$\omega = \frac{(A_1 - A_0) \times V_2}{m \times V_3} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ω ——样品中砷含量,单位为微克每克(μg/g)

A_1 ——测定用试样溶液中砷的含量,单位为微克(μg);

A_0 ——测定用空白溶液中砷的含量,单位为微克(μg);

V_2 ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——测定时移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

7.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算数平均值的20%,以大于这两个测定值的算数平均值的20%的情况不超过5%为前提。

国家标准《洗涤剂试验方法 总砷的测定》编制说明

(送审稿)

一、工作概况

1、任务来源

本项目是国家标准化管理委员会 2025 年国家标准制修订项目，计划编号为 20252760-T-607，项目名称《洗涤剂试验方法 总砷的测定》，修订 GB/T 30797-2014《食品洗涤剂试验方法 总砷的测定》。主要起草单位：中国日用化学研究院有限公司等，项目实施周期 16 个月。

2、主要工作过程

起草阶段：

项目下达后，标委会秘书处组织参加起草单位成立标准制定工作组，对当前洗涤剂中总砷的测定进行了调研，并且检索了国内外技术资料。在此基础上编制出《食品洗涤剂试验方法 总砷的测定》标准征求意见稿，报标委会秘书处。

征求意见阶段：

2025 年 12 月 10 日，标委会在山西省太原市召开标准审查会，标委会对本标准进行征求意见；同时通过全国标准信息公共服务平台向社会公开征求意见，通过网络方式向行业主管部门、企业事业单位、社会组织、消费者组织和科研机构等相关方征求意见。共收到 2 个单位提出的 3 条意见，工作组整理分析后，采纳 3 条，并对标准征求意见稿进行了补充、修改，于 2026 年 03 月完成了标准送审稿，提交标委会秘书处。

审查阶段：

报批阶段：

3、主要参加单位和工作组成员及其所作的工作

二、标准编制原则和主要内容

1、标准编制原则

本标准的制定符合产业发展的原则，本着先进性、科学性、合理性和可操作性的原则以及标准的目标、统一性、协调性、适用性、一致性和规范性原则来进行本标准的制定工作。

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 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.268 食品安全国家标准 食品中多元素的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

2、主要内容

原标准 2014 年发布执行，规定了洗涤剂中总砷的 4 种测定方法，即氢化物发生原子吸收法、

氢化物发生原子荧光法、银盐法和砷斑法。本次修订主要变动内容有：

- 更改了适用范围（见第1章，2014年版的第1章）；
- 修改了规范性引用文件（见第2章，2014版第2章）；
- 修改了样品预处理方法（见第4章，2014年版的第3章）；
- 删除了银盐法（2014年版第5章）
- 增加了电感耦合等离子体质谱法（见第6章）
- 按GB/T 1.1—2020要求对文件重新进行编辑性修改。

二、主要试验（或验证）情况

随着科学技术的日益发展和人们物质、文化生活水平的不断提高，洗涤剂已成为人们日常生活中不可缺少的必需品。然而，这些洗涤剂使用时直接或间接与人体接触，由于洗涤剂使用原料的复杂性、对生产设备的一定腐蚀性或其它途径难免引入一些对人体潜在的、有害的物质，有时会给人体的身体健康带来严重威胁，其中洗涤剂中微量砷就是一种常常存在的有害物质。众所周知，砷元素如果超过一定的限量，会对人体构成必然的危害，它们会积蓄于人的肝、肾、脾、肺中，从而引起慢性中毒。因此，在洗涤剂标准中对砷进行限量是非常必要的，而建立一个科学准确的测定方法是控制洗涤剂中砷含量的基础。

砷对人体的累积毒性一旦制造成损害是无法逆转的，儿童尤甚。目前越来越多的行业领域已将砷含量作为产品的重要指标，对产品中砷含量进行了严格的规定。如纺织行业 GB/T 18885-2020《生态纺织品技术要求》和 Oeko-Tex Standard 100 认证对不同对象纺织品可萃取重金属（包含砷在内的10种重金属）都做了明确的规定；饰品行业：GB 28480-2012《饰品 有害元素限量的规定》中也规定了饰品中有害元素的种类及其限量，适用于各种材质的饰品（珠宝玉石除外），包括重金属总量和溶出量都作出了规定；玩具材料行业：2024年1月18日，美国消费品安全（CPSC）批准将修订后的 ASTM F963-23 作为 16 CFR 1250《玩具安全条例》的强制性玩具标准，于2024年4月20日生效。欧盟玩具 EN 71-3: 2019 对用于生产玩具的材料中的多种重金属含量进行了限定。我国玩具标准 GB 6675.1-2025 中也明确规定了重金属的最大允许限量值；化妆品行业：《化妆品安全技术规范》（2015）中对重金属的限值和检测方法都做了明确的规定，其中砷的限量值由2007版的10mg/kg降低为2mg/kg；染料行业：强制性国家标准 GB 20814-2014《染料产品中重金属元素的限量及测定》规定了各类剂型的商品染料中12种重金属元素的允许含量及其测定方法。

由此可见，安全问题越来越被关注，在目前的洗涤行业中，国家对食品用洗涤剂中砷含量有明确要求，GB/T 30797-2014《食品洗涤剂试验方法 重金属的测定》中规定食品用洗涤剂可分为A类和B类，分别要求砷含量限量为3.0 mg/kg和5.0 mg/kg。其他洗涤剂如沐浴剂、洗手液、洗发液等这些与人体直接接触的产品按化妆品要求也有明确规定，《化妆品安全技术规范》（2015）版要求砷含量为2 mg/kg。但是像洗衣粉、洗衣液、肥皂、玻璃清洗剂、灶台清洗剂等这些产品还没有明确规定，但是这些产品和人体也存在直接或间接的接触，这些产品的安全性必将是会被人们所关注到的。这些产品与食品用洗涤剂、洗发水、沐浴剂这些产品具有相似的配方原理或相同的原料，使用的原料范围比食品用洗涤剂、化妆品更广一些，为了安全考虑，这些洗涤剂产品的安全性也必将被人们所关注。表面活性剂是洗涤剂的重要组成部分，目前已有部分产品例如十二烷基硫酸钠、脂肪

烷基三甲基卤化铵及脂肪烷基二甲基苄基卤化铵、天然脂肪醇（用于化妆品时）、烷基糖苷（用于化妆品时）等对重金属和砷均有限量要求，测试方法为 GB/T 30797-2014《食品洗涤剂试验方法 总砷的测定》或《化妆品安全技术规范》（2015）版。表面活性剂、水、设备是产品中重金属来源的重大贡献者，作为同原料或同机理复配的其他洗涤剂产品的安全性能将是人们关注的方向。参考食品用洗涤剂和化妆品的前处理方法，我们又做了一些其他洗涤剂如洗衣粉、洗衣液、玻璃清洗剂、肥皂等其他产品，这些样品前处理方法同样也适用于绝大多数洗涤剂，因此这次修订，将标准的适用范围由原来的食品用洗涤剂扩大到洗涤剂。

日常及工业用洗涤剂种类繁多，大致可分为：

日常清洁类：洗衣皂、肥皂、洗衣粉、皂粉、洗衣液、衣领净、洗衣凝珠、洗洁精、柔顺剂、油烟净、玻璃清洗剂、衣物功能护理剂、衣物除菌剂、漂渍液、家具清洁剂、厨房清洁剂、浴室清洁剂、卫生间清洁剂等。

工业专用类：金属清洗剂、皮革清洗剂、船舶冷却器清洗剂、甲板清洗剂、皮革光亮剂、模具清洗剂、斑点清洗剂、列车锅炉专用清洗剂、电子器械元件清洗剂、除锈剂、硬表面清洗剂等等。

洗涤剂除了种类繁多外，形态也多种多样，这些洗涤剂都和人类的生活息息相关，是人们接触比较大的品类，安全问题势必成为关注的要点。

这次标准的修订，主要的改动部分有四个，一是更改了适用范围，将适用范围由食品用洗涤剂更改为洗涤剂；二是样品预处理方法中干灰化法的一个调整（见第4章，2014年版的第3章），三是删除了银盐法（见2014年版第5章），四是增加电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）的测试方法（见第7章）。

一、样品的预处理方法的主要改动为将干灰化法中“加入 3.0 g 硝酸镁”改为“2 mL 500 g/L 六水硝酸镁溶液”，这主要是参考《化妆品安全技术规范》（2015）中 1.4 砷中样品预处理方法，加入六水硝酸镁溶液更有利于样品与硝酸镁充分混合均匀。另一处改动为将硫脲-抗坏血酸混合溶液（12.5 g 硫脲+2.5 g 抗坏血酸）/100 mL 的浓度改为（12.5 g 硫脲+12.5 g 抗坏血酸）/100 mL，同时加入量也从 10 mL 降低为 2 mL。

二、银盐法是一种经典的测砷方法，需要用到的设备有测砷装置和分光光度计。此法的重现性和回收率均较好，相对氢化物原子吸收、原子荧光、ICP-MS 等仪器分析方法设备成本更低，且简易灵敏。银盐法虽然在成本上占较大优势，但是受限于测砷装置的反应需要，一个装置只能反应一个样品，且反应时长长达 1h，时间成本较高，不适合批量做样。另外需要使用剧毒试剂三氯甲烷作为溶剂，从环保角度考虑，该方法在有仪器法的情况下可不采用，故删除该方法。

三、另外就是增加了电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）的测试方法，其特点为：

- 1、可测定的元素面宽，可达80余个元素。
- 2、多元素同时测定，包括同位素分析，有机物中金属元素的形态分析。
- 3、灵敏度高，检出限低。可以测量ppb以及ppb以下浓度的微量元素。
- 4、选择性好，谱线干扰少。
- 5、动态线性范围宽：可达8个数量级
- 6、在大气压下进样，便于与其他进样进行技术联用

7、可进行多元素同时快速分析，可使用同位素稀释法与多种分离技术及进样方法相结合，能适用于复杂体系的痕量或超痕量元素分析。

GB/T 5009.268 中第一法 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）。用该方法测定样品中砷以固体样品 0.5 g 定容体积至 50 mL 计算，检出限为 0.002 mg/kg，定量限为 0.005 mg/kg。液体样品以 2 mL 定容体积至 50 mL 计算，检出限为 0.0005 mg/L，定量限为 0.002 mg/L。检出限比氢化物发生原子吸收、氢化物发生原子荧光、银盐法的检出限低得多，更适合一些微量元素的分析，它还可以进行多元素同时分析，省时省力，虽然价格较原子吸收和原子荧光昂贵，但也是进行痕量分析的一项重要检测方法。表 1 为 ICP-MS 对各种元素的检出限和定量限。

表 1 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）检出限及定量限

序号	元素名称	元素符号	检出限 1 mg/kg	检出限 2 mg/L	定量限 1 mg/kg	定量限 2 mg/L
1	硼	B	0.1	0.03	0.3	0.1
2	钠	Na	1	0.3	3	1
3	镁	Mg	1	0.3	3	1
4	铝	Al	0.5	0.2	2	0.5
5	钾	K	1	0.3	3	1
6	钙	Ca	1	0.3	3	1
7	钛	Ti	0.02	0.005	0.05	0.02
8	钒	V	0.002	0.000 5	0.005	0.002
9	铬	Cr	0.05	0.02	0.2	0.05
10	锰	Mn	0.1	0.03	0.3	0.1
11	铁	Fe	1	0.3	3	1
12	钴	Co	0.001	0.000 3	0.003	0.001
13	镍	Ni	0.2	0.05	0.5	0.2
14	铜	Cu	0.05	0.02	0.2	0.05
15	锌	Zn	0.5	0.2	2	0.5
16	砷	As	0.002	0.000 5	0.005	0.002
17	硒	Se	0.01	0.003	0.03	0.01
18	锶	Sr	0.2	0.05	0.5	0.2
19	钼	Mo	0.01	0.003	0.03	0.01
20	镉	Cd	0.002	0.000 5	0.005	0.002
21	锡	Sn	0.01	0.003	0.03	0.01
22	锑	Sb	0.01	0.003	0.03	0.01
23	钡	Ba	0.02	0.005	0.05	0.02
24	汞	Hg	0.001	0.000 3	0.003	0.001
25	铊	Tl	0.000 1	0.000 03	0.000 3	0.000 1
26	铅	Pb	0.02	0.005	0.05	0.02

以氢化物原子荧光为例，对标准曲线范围、检出限、精密度和回收率进行验证，并做了多种实际样品。

1、标准曲线范围的验证

标准曲线中砷浓度范围为 2μg/L~10μg/L，含 5 个校准标准浓度点。将标准系列工作液引入原子荧光光谱仪中，测定相应的不同浓度标准的荧光强度，以标准工作液中砷含量为横坐标，以荧光强度为纵坐标，绘制标准曲线。标准曲线数据及检验结果见表 1，仪器工作站输出标准曲线见附件。线性相关系数为 0.9980。

表 1 标准曲线检验结果表

标液序号	X（μg/L）	Y
1	2.0	137.88
2	4.0	277.93
3	6.0	375.98
4	8.0	497.77
5	10.0	627.54
工作曲线方程	$Y = 59.9580x + 23.6720$	
相关系数 r	0.9980	

注：X—砷标液的浓度；Y— 荧光强度

2、方法检出限验证

在仪器最佳条件下对空白溶液连续进行 11 次测量，并求出其标准偏差 S_0 ，计算仪器的检出限为 0.1426 μg/L，满足试验测试要求。

表 2 检出限验证结果表

次数	荧光强度
1	0.48
2	-0.05
3	0.98
4	0.79
5	0.99
6	2.03
7	0.89
8	1.42
9	5.81
10	7.83
11	6.97
标准偏差 S_0	2.85
检出限 μg/L	0.1426

注：检出限 $QL = 3S_0/b$ ，b 为斜率

3、测量重复性

在仪器最佳条件下对质量浓度为 10.0μg/L 的标准溶液连续进行 7 次重复测量，并求出其相对标准偏差 RSD 为 1.26%<3%，满足试验测试要求。

表 3 测量重复性验证结果表

次数	荧光强度
1	596.62

2	616.45
3	606.68
4	612.87
5	617.61
6	618.16
7	609.36
相对标准偏差 RSD%	1.26

4、回收率验证

在不同样品中添加不同水平的标准溶液测定回收率，得到方法的回收率数据如下。

表 4 回收率统计结果表

样品	称样量 (g)	定容体积 (mL)	荧光强度	含量 C (μg/L)	加标液浓 度 C (μg/L)	加标液 体积 V (mL)	回收率 (%)
样品 1	1.0016	25	5.18	未检出	/	/	/
	1.0021		4.54	未检出	/	/	/
样品 1 加标	1.0034	25	452.86	7.158	100.0	2.00	89.50
	1.0015		450.16	7.113	100.0	2.00	88.91
样品 2	1.0077	25	5.099	未检出	/	/	/
	1.0056		5.159	未检出	/	/	/
样品 2 加标	1.0031	25	257.33	3.897	100.0	1.00	97.42
	1.0007		260.12	3.944	100.0	1.00	98.60
样品 3	1.0014	25	4.516	未检出	/	/	/
	1.0025		1.266	未检出	/	/	/
样品 3 加标	1.0030	25	132.81	1.820	100.0	0.50	91.00
	1.0017		130.70	1.785	100.0	0.50	89.25

5、实际样品测试

选取不同形态的实际样品进行测试，测试结果见表 5。

表 5 不同实际样品的测试结果

样品名称	砷含量 (mg/kg)	样品名称	砷含量 (mg/kg)
餐具洗涤剂 (A 类)	未检出	玻璃清洗剂	未检出

餐具洗涤剂（B类）	未检出	家具清洁剂	未检出
餐具洗涤盐	0.02	卫生间清洁剂	未检出
洗衣粉	0.02	油烟净	未检出
洗衣液	未检出	漂渍液	未检出
衣领净	未检出	皮革光亮剂	未检出
中草药祛痘皂	0.49	斑点去除剂	0.02
衣物除菌剂	未检出	洗手液	未检出
洗碗凝珠	0.04	列车锅炉专用清洗剂	未检出
洗发盐	0.02	烟熏炉清洁剂	0.12
沐浴剂	未检出	电子器械元件清洗剂	未检出
洗发水	未检出	除锈剂	未检出
注：低于最低检出浓度均为未检出。			

四、标准中如果涉及专利

本标准中不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况、对产业发展的作用等情况

本标准的修订过程中做了市场商品的数据调研和大量的实验验证、与生产企业和下游用户进行了充分的讨论。

六、采用国际标准和国外先进标准情况

无

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

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准性质的建议说明

建议本标准的性质为推荐性国家标准。

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

本标准发布实施后，代替 GB/T 30797-2014。

十二、其它应予说明的事项

无

标准编制小组
2026 年 03 月

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：洗涤剂试验方法 总砷的测定

起草单位：中国日用化学研究院有限公司等

承办人：郑养珍

电话：0351-2023927

共 1 页 第 1 页

2025 年 12 月 10 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	4.4.1.1	加入硫脲-抗坏血酸的量	洗涤协会	采纳，改变硫脲-抗化血酸的浓度后未改变添加的量
2	4.3	4.3.4 后无 4.3.5	纳爱斯	采纳，输入错误
3	7.2.6	无砷锌粒的粒度	洗涤协会	采纳，输入错误

说明：① 发送《审定意见稿》的单位数：79 个（参加会议单位，未统计网上公开征求意见单位）；

② 收到《审定意见稿》后回函的单位数：1 个；

③ 收到《审定意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：2 个；

④ 没有回函的单位数：77 个。

⑤ 提出意见数量：3 个；

⑥ 标准起草单位处理结果：采纳 3 个；

⑦ 标准化技术委员会审查意见：