



中华人民共和国国家标准

GB/T 30799—XXXX
代替 GB/T 30799—2014

洗涤剂试验方法 重金属的测定

The test method of detergents—Determination of heavy metals

(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 30799—2014《食品用洗涤剂试验方法 重金属的测定》，与GB/T 30799—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；
- 增加了石墨炉原子吸收分光光度法（见第5章）；
- 增加了火焰原子吸收分光光度法（见第6章）；
- 增加了电感耦合等离子体质谱法（见第7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 30799—2014；
- 本次为第一次修订。

洗涤剂试验方法 重金属的测定

1 范围

本文件描述了洗涤剂中重金属的试验方法。

本文件适用于洗涤剂（包括食品用洗涤剂）中以铅计的重金属的测定。

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 5009.268 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

《化妆品安全技术规范》卫法监发[2015]268号

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 限量试验

4.1 原理

在弱酸性（ $\text{pH}=3\sim 4$ ）条件下，试样中的重金属离子与硫化氢作用生成棕黑色物质，与同法处理的铅标准溶液比较，做限量试验。

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；

4.2.2 盐酸， $c(\text{HCl})=6\text{ mol/L}$ ，量取 50 mL 盐酸，用水稀释至 100 mL；

4.2.3 盐酸， $c(\text{HCl})=1\text{ mol/L}$ ，量取 8.3 mL 盐酸，用水稀释至 100 mL；

4.2.4 硝酸；

4.2.5 硝酸，1 %溶液，取 1 mL 硝酸加水稀释至 100 mL；

4.2.6 硫酸；

4.2.7 过氧化氢，质量分数 $\omega(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$ ；

4.2.8 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；

4.2.9 氨水，1+2（体积比）水溶液；

4.2.10 冰乙酸，6+100（体积比）水溶液；

4.2.11 甘油；

4.2.12 硫化钠溶液，将5 g硫化钠溶于10 mL水中，加入30 mL甘油，摇匀，装入棕色瓶中密封，避光保存，有效期一个月；

4.2.13 硝酸铅，基准试剂；

4.2.14 铅标准溶液，准确称取在 105 °C干燥 2 h 以上的硝酸铅（4.2.13）0.159 8 g，溶于 10 mL 1 %硝

酸溶液中，定量移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。此溶液 1 mL 中铅的含量为 1.0 mg；

注：亦可使用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准贮备液。根据已知浓度直接稀释配制。

4.2.15 铅标准使用液，准确移取 1.0 mL 铅标准溶液（4.2.14）于 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。此溶液 1 mL 中铅的量为 10 µg，该溶液临用前配制。

4.3 仪器

4.3.1 电热板；

4.3.2 锥形瓶，100 mL；

4.3.3 纳氏比色管，50 mL；

4.3.4 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；

4.3.5 坩埚，50 mL；

4.3.6 水浴锅；

4.3.7 容量瓶，10 mL、25 mL、50 mL、100 mL；

4.3.8 箱式电阻炉。

4.3.9 天平：感量为 0.1 mg 和 1 mg。

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 试样预处理

4.4.1 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。样品如含有乙醇等有机溶剂，先在水浴或电热板上低温挥发。加数粒玻璃珠，加入硝酸（4.2.4）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（4.2.6）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（4.2.4）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 20 mL 水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，用水洗涤锥形瓶数次，合并洗涤液于容量瓶中，加水定容，摇匀。

取同样量的硝酸、硫酸，按上述方法同时做试剂空白试验。

4.4.2 干灰化法

称取 1.0 g 试样（称准至 0.001 g），置于 50 mL 坩埚中。在电热板上小火炭化，取下冷却后加盐酸（4.2.1）和硝酸（4.2.4）各 2 mL，小心加热，直至白色烟雾挥尽蒸发至干，移入 550 °C 箱式电阻炉中灼烧灰化 4 h。取出，如灰化不完全，在电热板上用硝酸（4.2.4）继续灰化至完全。向灰分中加入 2 mL 盐酸（4.2.2）润湿残渣，在水浴上慢慢蒸发至干。用 1 滴盐酸（4.2.1）润湿残渣，加水 10 mL，于水浴上再次加热 2 min，将溶液转至 50 mL 容量瓶中，如有必要须过滤，用少量水洗涤坩埚和滤器，合并洗涤液于容量瓶中，加水定容，摇匀。

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。

4.4.3 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。样品如含有乙醇等有机溶剂，先在水浴或电热板上低温挥发。加入硝酸（4.2.4）2.5 mL，过氧化氢（4.2.7）1.0 mL，轻轻晃动，充分摇匀。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 微波消解程序数据

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，于沸水浴中加热10 min，再将消解液转移至50 mL容量瓶中，用水洗涤消解罐，合并洗涤液于容量瓶中，加水定容，摇匀。

注：预处理后的试样溶液亦可根据需要定容至其他容量的容量瓶中。

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。

特别要求：用于限量测试的样品溶液，预处理完成后，应为澄清透明，颜色呈无色或微黄色。如果湿法消解或微波消解对样品预处理不能达到要求时，应使用干灰化法对样品进行预处理。

4.5 测定

4.5.1 A 管溶液

准确移取含铅量相当于指定的重金属限量的铅标准使用溶液（不低于10 μg）于50 mL纳氏比色管中（如试样经处理，须同时吸取与试样溶液等量的试剂空白），加水至25 mL，摇匀，滴加几滴酚酞指示剂，用氨水（4.2.9）或盐酸（4.2.3）调节pH至中性（酚酞红色刚褪去），加入2 mL冰乙酸（4.2.10），用水稀释至 50 mL，摇匀。此时溶液的pH为3.5~4.0。

4.5.2 B 管溶液

取一支与A管配套的纳氏比色管，加入适量（10 mL~20 mL）试样溶液，加水至25 mL，滴加几滴酚酞指示剂，用氨水（4.2.9）或盐酸（4.2.3）调节pH至中性（酚酞红色刚褪去），加入2 mL冰乙酸（4.2.10），用水稀释至50 mL，摇匀。

4.5.3 C 管溶液

取一支与A、B管所配套的纳氏比色管，加入与B管等量的相同的试样溶液，再加入与A管等量的铅标准使用溶液，加水至25 mL，滴加几滴酚酞指示剂，用氨水（4.2.9）或盐酸（4.2.3）调节pH至中性（酚酞红色刚褪去），加入2 mL冰乙酸（4.2.10），用水稀释至50 mL，摇匀。

4.5.4 比色

向各比色管中加2滴硫化钠溶液（4.2.12），充分混合，放置5 min，以白色为背景，从上方和侧面观察目测。B管的色度不得深于A管的色度，C管的色度应与A管的色度相当或深于A管的色度。

5 石墨炉原子吸收分光光度法

5.1 原理

样品经预处理使铅以离子状态存在于样品溶液中，样品溶液中铅离子被原子化后，基态铅原子吸收来自铅空心阴极灯发出的共振线，其吸光度与样品中铅含量成正比。在其他条件不变的情况下，根据测量被吸收后的谱线强度，与标准系列比较进行定量。

本方法对铅的检出限为 $1.00\mu\text{g/L}$ ，定量下限为 $3.00\mu\text{g/L}$ ；取样量为 0.5g 定容至 25mL 时，检出浓度为 0.05mg/kg ，最低定量浓度为 0.15mg/kg 。

5.2 试剂

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯或以上规格，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.2.1 硝酸 ($\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$)，优级纯。

5.2.2 高氯酸 [$\omega(\text{HClO}_4)=70\%\sim 72\%$]，优级纯。

5.2.3 过氧化氢 [$\omega(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$]，优级纯。

5.2.4 硝酸 (1+1)：取硝酸 (5.2.1) 100 mL ，加水 100 mL ，混匀。

5.2.5 硝酸 (0.5 mol/L)：取硝酸 (5.2.1) 3.2 mL 加入 50 mL 水中，稀释至 100 mL 。

5.2.6 磷酸二氢铵溶液：取磷酸二氢铵 20.0 g 溶于 1000 mL 水中。

5.2.7 铅标准储备溶液：称取纯度为 99.99% 的金属铅 1.000 g ，加入硝酸溶液 (5.2.4) 20 mL ，加热使溶解，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度。亦可采用已知浓度的单元素或多元素有证标准物质溶液。

5.2.8 铅标准系列溶液：取铅标准储备溶液 (5.2.7) 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，加硝酸 (5.2.5) 至刻度。如此经多次稀释成每毫升含 4.00 ng 、 8.00 ng 、 12.00 ng 、 16.00 ng 、 20.00 ng 的铅标准系列溶液。

5.3 仪器和设备

5.3.1 原子吸收分光光度计及其配件

5.4 样品预处理

样品预处理同 4.4。

5.5 仪器参考条件

根据各自仪器性能调至最佳状态。参考条件为波长 283.3 nm ，狭缝 $0.2\text{ nm}\sim 1.0\text{ nm}$ ，灯电流 $5\text{ mA}\sim 7\text{ mA}$ ，干燥温度 120°C ， 20 s ；灰化温度 800°C ，持续 $15\text{ s}\sim 20\text{ s}$ ，原子化温度： $1100^\circ\text{C}\sim 1500^\circ\text{C}$ ，持续 $3\text{ s}\sim 5\text{ s}$ ，背景校正为氘灯或塞曼效应。如样品溶液中铁含量超过铅含量 100 倍，不宜采用氘灯扣除背景法，应采用塞曼效应扣除背景法。

注：可以参考《化妆品安全技术规范》卫法监发[2015]相关建议确定测试条件。

5.6 测定

5.6.1 在“5.5”仪器条件下，取标准系列溶液 (5.2.8) 各 $20\mu\text{L}$ ，分别注入石墨炉，测得其吸光值，得到以铅标准系列浓度为横坐标，吸光值为纵坐标的标准曲线。

5.6.2 试样测定：分别吸取样液和试剂空白液各 $20\mu\text{L}$ ，注入石墨炉，测得其吸光值，代入标准曲线中得到样液中铅含量。

5.6.3 基体改进剂的使用：对有干扰的试样，则注入适量的基体改进剂磷酸二氢铵溶液(5.2.6)（一般为5 μL）消除干扰。绘制铅标准曲线时也要加入与试样测定时等量的基体改进剂磷酸二氢铵溶液。（对于基体改进剂的使用，实验人员也可根据具体情况选择，如硝酸钡等）

5.7 结果计算

试样中铅的含量按式（1）计算。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times K}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——试样中铅的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- ρ ——试样溶液中铅的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- ρ_0 ——试样空白液中铅的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- V ——试样消化液定容体积，单位为毫升（mL）；
- K ——试样稀释倍数；
- m ——试样称取质量或移取体积，单位为克（g）；
- 100 0 ——换算系数。

5.8 精密度

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留两位有效数字。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 火焰原子吸收分光光度法

6.1 原理

样品经预处理使铅以离子状态存在于样品溶液中，样品溶液中铅离子被原子化后，基态铅原子吸收来自铅空心阴极灯发出的共振线，其吸光度与样品中铅含量成正比。在其他条件不变的情况下，根据测量被吸收后的谱线强度，与标准系列比较进行定量。

本方法对铅的检出限为0.15 mg/L，定量下限为0.50 mg/L；取样量为1 g 定容至10 mL时，检出浓度为1.5 mg/kg，最低定量浓度为5 mg/kg。

6.2 试剂

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯或以上规格，水为GB/T 6682规定的一级水。

6.2.1 硝酸（ $\rho_{20}=1.42$ g/mL），优级纯。

6.2.2 高氯酸[ω （HClO₄）=70%~72%]，优级纯。

6.2.3 过氧化氢[ω （H₂O₂）=30%]，优级纯。

6.2.4 硝酸（1+1）：取硝酸（6.2.1）100 mL，加水 100 mL，混匀。

6.2.5 铅标准储备溶液：称取纯度为99.99 %的金属铅1.000 g，加入硝酸溶液（6.2.4）20 mL，加热使溶解，移入1 L容量瓶中，用水稀释至刻度。亦可采用已知浓度的单元素或多元素有证标准物质溶液。

6.2.6 铅标准系列溶液：取铅标准储备溶液（6.2.5）10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，加硝酸（6.2.4）2 mL，用水稀释至刻度。如此经多次稀释成每毫升含 0.50 μg、1.00 μg、2.00 μg、4.00 μg、6.00 μg 的铅标准系列溶液。

6.2.7 甲基异丁基酮（MIBK）。

6.2.8 盐酸溶液（7 mol/L）：取优级纯浓盐酸（ $\rho_{20}=1.19\text{ g/mL}$ ）30 mL，加水至 50 mL。

6.3 仪器和设备

6.3.1 原子吸收分光光度计及其配件

6.4 样品预处理

样品预处理同 4.4。

6.5 仪器参考条件

根据各自仪器性能调至最佳状态。参考条件为波长283.3 nm，狭缝0.2 nm~1.0 nm，灯电流2 mA~4 mA，持续3 s~5 s，背景校正为氘灯或塞曼效应。如样品溶液中铁含量超过铅含量100 倍，不宜采用氘灯扣除背景法，应采用塞曼效应扣除背景法。

6.6 测定

6.6.1 在“6.5”仪器条件下，在扣除背景吸收下，分别测定铅标准系列、空白和样品溶液。如样品溶液中铁含量超过铅含量100倍，不宜采用氘灯扣除背景法，应采用塞曼效应扣除背景法，或按6.6.2预先除去铁。绘制浓度-吸光度标准曲线，计算样品中铅含量。

6.6.2 将标准、空白和样品溶液转移至蒸发皿中，在水浴上蒸发至干。加入盐酸（6.2.8）10 mL溶解残渣，转移至分液漏斗，用等量的MIBK（6.2.7）萃取二次，保留盐酸溶液。再用盐酸（6.2.8）5 mL洗MIBK层，合并盐酸溶液，必要时赶酸，定容。按仪器操作程序，进行测定。

6.7 结果计算

试样中铅的含量按式（2）计算

$$\omega = \frac{(C_1 - C_0) \times V_1 \times K}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中： ω ——试样中铅元素含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_1 ——试样溶液中铅元素质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

C_0 ——试样空白液中铅元素质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_1 ——试样消化液定容体积，单位为毫升（mL）；

K ——试样稀释倍数；

m ——试样称取质量或移取体积，单位为克（g）。

6.8 精密度

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留两位有效数字。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 %。

7 电感耦合等离子体质谱法

7.1 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。

7.2 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。

- 7.2.1 硝酸（HNO₃）：优级纯或更高纯度。
- 7.2.2 氩气（Ar）：氩气（≥99.995%）或液氩。
- 7.2.3 氦气（He）：氦气（≥99.995%）。
- 7.2.4 硝酸溶液（5+95）：取 50 mL 硝酸，缓慢加入 950 mL 水中，混匀。
- 7.2.5 铅元素贮备液（1 000 mg/L 或 100 mg/L）：采用已知浓度的单元素有证标准物质溶液。
- 7.2.6 内标元素贮备液（1 000 mg/L）：钪、锆、铟、铈、铕、铋等采用已知浓度的单元素或多元素有证标准物质溶液。
- 7.2.7 铅标准工作溶液配制：吸取适量铅单元素标准贮备液或多元素混合标准贮备液，用硝酸溶液（5+95）（7.2.4）逐级稀释配成标准工作溶液系列，质量浓度分别为 1.00 μg/L、5.00 μg/L、10.00 μg/L、30.00 μg/L、50.00 μg/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。

7.2.8 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（推荐使用铕或铋），用硝酸溶液（5+95）（7.2.4）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 μg/L~100 μg/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。

7.3 仪器和设备

7.3.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）。

7.4 试样预处理

样品预处理同 4.4

7.5 仪器参考条件

7.5.1 仪器参考条件见表 2。元素分析模式为普通/碰撞反应池。

注：可以参考GB/T 5009.268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~5mL/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，铅元素干扰推荐的校正方程为： [²⁰⁸ Pb]=[206]+[207]+[208]			

7.5.2 测定参考条件：在仪器调谐达到测定要求后，编辑测定方法。

7.6 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，测定铅元素和内标元素的信号响应值。以铅元素的浓度为横坐标，铅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。

7.7 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，测定溶液中铅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铅元素的浓度。

7.8 分析结果的表述

试样中铅含量按 5.7 式（1）计算。

7.9 精密度

样品中铅含量大于 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 %。

7.10 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 0.02 mg/kg，定量限为 0.05 mg/kg。液体样品 2 mL 定容体积至 50 mL，检出限为 0.005 mg/kg，定量限为 0.02 mg/kg。

国家标准《洗涤剂试验方法 重金属的测定》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 20252761-T-607，项目名称《洗涤剂试验方法 重金属的测定》，修订 GB/T 30799-2014《食品洗涤剂试验方法 重金属的测定》。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，对当前食品用洗涤剂中重金属（以铅计）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《洗涤剂试验方法 重金属的测定》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 1 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 5009.268 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

《化妆品安全技术规范》卫法监发[2015]268 号

2、主要内容

原标准 2014 年发布执行，规定了食品用洗涤剂中重金属的限量测定方法，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）；
- 增加了石墨炉原子吸收分光光度法；（见第5章）；
- 增加了火焰原子吸收分光光度法；（见第6章）；
- 增加了电感耦合等离子体质谱法（见第7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，其中洗涤剂中微量重金属就是一种常常存在的有害物质。众所周知，重金属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，在洗涤剂标准中对重金属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重金属含量的基础。

重金属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重金属含量作为产品的重要指标，对产品中重金属进行了严格的规定。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和总铅的限定值都做了明确的规定；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）；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，其中铅的限量值由2007版的40mg/kg降低为10mg/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重金属有明确要求，GB/T 30799-2014《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，分别要求重金属含量限量为30 mg/kg和100 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）版要求重金属以铅计含量为10mg/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 30799-2014《食品洗涤剂试验方法 重金属的测定》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，因此这次标准修订，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，主要的改动部分有五个，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；一个是对限量试验中样品预处理后溶液的颜色提出了要求，必须达到要求才能进行下一步的比色。另外增加了三种定量检测的方法，即石墨炉原子吸收分光光度法、火焰原子吸收分光光度法、电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）。

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，能适应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铅，固体样品 0.5 g 定容体积至 50 mL，检出限为 0.02 mg/kg，定量限为 0.05 mg/kg。液体样品 2 mL 定容体积至 50 mL，检出限为 0.005 mg/kg，定量限为 0.02 mg/kg。

检出限比石墨炉原子吸收、火焰原子吸收检出限低得多，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昂贵，但也是进行痕量分析的一项重要检测方法。表 1 中给出了 ICP-MS 测定各种元素的检出限及定量限。

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

以火焰原子吸收为例,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.标准曲线范围验证

将标准系列工作液引入原子吸收光谱仪中,测定相应的不同浓度标准的吸光度,以标准工作液中铅含量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。标准曲线数据及检验结果见表2。线性相关系数为0.9999,特征浓度为0.1976 μg/mL。

表2 标准曲线检验结果表

标液序号	X (μg/mL)	Y
1	0.5	0.0092
2	1.0	0.0180
3	2.0	0.0354
4	4.0	0.0694
5	6.0	0.1034

工作曲线方程	$A=0.0172X+0.0006$
相关系数 r	0.9999
特征浓度	0.1976

注：X—铅标液的浓度；Y—吸光度

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 $0.084 \mu\text{g/mL}$ ，满足试验测试要求。

表 3 检出限验证结果表

次数	吸光度
1	0.0002
2	0.0007
3	0.0007
4	-0.0002
5	-0.0006
6	0.0004
7	0.0006
8	-0.0005
9	0.0002
10	-0.0004
11	-0.0001
标准偏差 S_0	0.000481
检出限 $\mu\text{g/mL}$	0.084

注：检出限 $Q_L=3S_0/b$ ，b为斜率

3、精密度及回收率验证

空白样品中添加3个浓度水平的标准液测定回收率，平行测定6次，得到方法的回收率及精密度数据如下。

表 4 回收率及精密度测试及统计结果表

样品	称样量 (g)	定容体积 (mL)	吸光度	含量C (μg)	回收率 (%)	回收率 平均值 (%)	RSD (%)
空白样品 (样1)	1.0025	10	-0.0004	未检出	/	/	/
	1.0042		-0.0002	未检出	/	/	/
加标样 (样2，加标 量 $0.5 \mu\text{g/mL}$)	1.0037	10	0.0091	0.494	98.8	95.3	3.20
	1.0003		0.0089	0.483	96.6		
	1.0070		0.0090	0.488	97.6		
	1.0002		0.0086	0.465	93.0		
	1.0024		0.0088	0.477	95.4		
	1.0058		0.0084	0.453	90.6		
加标样 (样3，加标 量 $2 \mu\text{g/mL}$)	1.0002	10	0.0341	1.948	97.4	97.3	1.39
	1.0018		0.0344	1.965	98.3		

	1.0027		0.0348	1.988	99.4		
	1.0023		0.0336	1.919	95.9		
	1.0054		0.0336	1.919	95.9		
	1.0014		0.0340	1.942	97.1		
加标样（样4， 加 标 量 4μg/mL）	1.0011	10	0.0672	3.872	96.8	96.4	1.07
	1.0024		0.0669	3.855	96.4		
	1.0009		0.0677	3.901	97.5		
	1.0012		0.0672	3.872	96.8		
	1.0010		0.0656	3.780	94.5		
	1.0007		0.0670	3.860	96.5		

4、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	铅含量（mg/kg）	样品名称	铅含量（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）	2.2	家具清洁剂	未检出
餐具洗涤盐	4.6	卫生间清洁剂	未检出
洗衣粉	4.3	油烟净	2.2
洗衣液	未检出	漂泽液	未检出
衣领净	未检出	皮革光亮剂	未检出
中草药祛痘皂	29.4	斑点去除剂	2.3
衣物除菌剂	未检出	洗手液	未检出
洗碗凝珠	2.7	列车锅炉专用清洗剂	未检出
洗发盐	2.5	烟熏炉清洁剂	5.7
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 30799-2014。

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 重金属的测定

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：郑养珍 电话：0351-2023927 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	2 规范性引用文件	引用文件按标准号数字大小排列	洗涤协会	采纳
2	4 限量试验	将限量试验定为仲裁方法	洗涤协会	不采纳，标准本身为多种试验方法组合，不存在方法主次问题，具体产品执行层面应由产品标准作出规定
3	6.2.6	铅标准系利溶液浓度错误	洗涤协会	采纳，输入错误，已改正

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：1 个；

④ 没有回函的单位数：78 个。

⑤ 提出意见数量：3 个；

⑥ 标准起草单位处理结果：采纳 2 个，不采纳 1 个；

⑦ 标准化技术委员会审查意见：