

中华人民共和国行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

生活用纸和纸制品 乙二醛的测定

Tissue paper and disposable products—Determination of glyoxal

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

## 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国造纸工业标准化技术委员会（SAC/TC141）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

# 生活用纸和纸制品 乙二醛的测定

## 1 范围

本文件规定了生活用纸和纸制品中乙二醛的测定方法。

本文件适用于生活用纸和纸制品中乙二醛含量的测定，检出限为 2 mg/kg。

本文件不适用于本色生活用纸和湿巾。

## 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

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

用生理盐水提取待测试样中的乙二醛，乙二醛与2-亚肼基-2, 3-二氢-3-甲基苯并噻唑盐（HMBT）在乙酸溶液中反应成黄色化合物，然后用分光光度计测定溶液的吸光度。对照标准工作曲线，计算试样中乙二醛的含量。

## 5 试剂

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，所用水至少达到GB/T 6682规定的三级纯度蒸馏水或去离子水的要求。

5.1 乙酸（ $\text{CH}_3\text{COOH}$ ），浓度大于 96%。

5.2 2-亚肼基-2, 3-二氢-3-甲基苯并噻唑盐（ $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{C}_1\text{N}_3\text{S}$ ，HMBT）。

5.3 乙酸溶液（1+1），取 500 mL 乙酸（5.1）用 500 mL 水稀释。

5.4 HMBT 溶液，取 0.4 g HMBT（5.2）于 100 mL 容量瓶（6.8）中，用乙酸溶液（5.3）溶解并定容，有效期一周。

5.5 生理盐水，0.9%的氯化钠溶液。

5.6 乙二醛标准溶液（1 mg/mL）

## 6 仪器

- 6.1 分光光度计，波长 405 nm。
- 6.2 分析天平，分度值为 0.1 mg。
- 6.3 恒温振荡水浴，能保持  $(80 \pm 2)$  °C 恒温。
- 6.4 滤膜，孔径 0.45  $\mu\text{m}$ 。
- 6.5 具塞三角烧瓶，容量 250 mL。
- 6.6 具塞三角烧瓶，容量 500 mL。
- 6.7 容量瓶，容量 25 mL。
- 6.8 容量瓶，容量 100 mL。

## 7 试样的采取和制备

- 7.1 从样品中取 5.0 g 左右有代表性的试样并裁切成  $(1 \sim 2)$   $\text{cm}^2$  的小片，然后精确称量其质量（精确至 0.1 mg），置于 500 mL 具塞三角烧瓶（6.6）中。称取和裁切过程中应避免皮肤直接接触样品和试样。
- 7.2 向 500 mL 具塞三角烧瓶（6.6）中加入 250 mL 生理盐水（5.5）后盖上瓶盖。若无游离水出现可以适当增加生理盐水（5.5）的加入量，并在试验报告中注明。
- 7.3 将 500 mL 具塞三角烧瓶（6.6）在室温下放置 24 h，偶尔晃动。提取完成后，用滤膜（6.4）过滤提取液，保留滤液供测试使用。
- 7.4 平行制备两份试样溶液。

## 8 试验步骤

### 8.1 标准工作溶液的制备

乙二醛标准工作溶液（10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ），量取 1.0 mL 乙二醛标准溶液（5.6）到 100 mL 容量瓶（6.8）中，用乙酸溶液（5.3）定容至刻度。

### 8.2 标准工作曲线的绘制

向 6 个 25 mL 容量瓶（6.7）中分别加入 0 mL；0.5 mL；1.0 mL；1.5 mL；2.0 mL 和 3.0 mL 的乙二醛标准工作溶液（8.1），再分别加入 2.5 mL 的 HMBT 溶液（5.4），然后用乙酸溶液（5.3）定容，对应的乙二醛浓度分别为 0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；0.4  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；0.6  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；0.8  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；1.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。将不同浓度的乙二醛溶液转移到 250 mL 具塞三角烧瓶（6.5）中并于  $(80 \pm 2)$  °C 恒温振荡水浴中显色 5 min，取出在流动自来水下冷却 10 min，静置 15 min，将溶液倒入比色皿内在分光光度计（6.1）405 nm 波长处测定吸光度。以乙二醛浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准工作曲线。

### 8.3 乙二醛含量的测定

- 8.3.1 移取试样溶液（7.4）10.0 mL 于 250 mL 具塞三角烧瓶（6.5）中，加入 10.0 mL 乙酸（5.1）、2.5 mL HMBT 溶液（5.4）和 2.5 mL 乙酸溶液（5.3），然后将 250 mL 具塞三角烧瓶（6.5）放入  $(80 \pm 2)$  °C 恒温振荡水浴中显色 5 min，取出在流动自来水下冷却 10 min，静置 15 min，得待测溶液。
- 8.3.2 用 10 mL 生理盐水替换试样溶液，在相同条件下制备样品空白溶液。
- 8.3.3 将待测溶液和样品空白溶液倒入比色皿内，在分光光度计（6.1）405 nm 波长处测定吸光度。

## 9 结果计算

乙二醛含量 $C_m$ 按式(1)计算:

$$C_m = (C - C_0) \times V \times \frac{V_0}{V_1} \times \frac{1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$C_m$ ——试样中的乙二醛含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$C$ ——从标准曲线上读取的乙二醛浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$C_0$ ——从标准曲线上读取的样品空白溶液的乙二醛浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——待测溶液的体积(25.0 mL),单位为毫升(mL);

$V_0$ ——提取液的体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——测试用试样溶液的体积(10.0 mL),单位为毫升(mL);

$m$ ——试样的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于其算术平均值的10%。结果保留一位小数。

## 10 结果确认

如果乙二醛计算结果高于检出限,应按附录A进行定性确认。

若定性确认结果为阴性,结果报告为未检出;若定性确认结果为阳性,则按第9章计算结果报告乙二醛含量。

## 11 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本文件的编号;
- b) 完整识别样品所需的信息;
- c) 乙二醛测试结果;
- d) 测试日期;
- e) 任何与本文件的偏离。

## 附录 A

(规范性)

## 乙二醛定性确认（高效液相色谱法）

## A.1 原理

用生理盐水提取待测试样中的乙二醛，乙二醛与DNPH溶液（ $C_6H_6N_4O_4$ ）发生衍生反应生成乙二醛腙溶液，溶液注入高效液相色谱仪后经 $C_{18}$ 反相色谱柱分离，再用二极管阵列检测器测定。以保留时间和紫外谱图定性确认是否含有乙二醛。

## A.2 试剂

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，所用水应达到GB/T 6682规定的一级水要求。

A.2.1 乙腈（ $CH_3CN$ ），色谱纯。

A.2.2 2,4-二硝基苯肼（ $C_6H_6N_4O_4$ ，DNPH）。

A.2.3 磷酸（ $H_3PO_4$ ）， $\geq 85.0\%$ 。

A.2.4 磷酸溶液（1+4），取10 mL磷酸（A.2.3）加入到40 mL水中，混匀。

A.2.5 DNPH溶液（0.1 g/L），称取0.01 g 2,4-二硝基苯肼（A.2.2）溶于乙腈（A.2.1），加入3滴磷酸溶液（A.2.4），然后将溶液转移至100 mL棕色容量瓶（A.3.5）中并用乙腈（A.2.1）定容。现用现配。

A.2.6 生理盐水，0.9%的氯化钠溶液。

A.2.7 乙二醛标准溶液（1 mg/mL）。

## A.3 仪器

A.3.1 高效液相色谱仪，配置二极管阵列检测器。

A.3.2 分析天平，分度值为0.1 mg。

A.3.3 恒温水浴，能保持（ $70 \pm 2$ ） $^{\circ}C$ 恒温。

A.3.4 滤膜，孔径0.45  $\mu m$ 。

A.3.5 容量瓶，容量10 mL。

A.3.6 棕色容量瓶，容量100 mL。

A.3.7 具塞三角烧瓶，容量250 mL。

A.3.8 具塞三角烧瓶，容量500 mL。

A.3.9 试样瓶，容量5 mL。

## A.4 试样的采取和制备

A.4.1 从样品中取5.0 g左右有代表性的试样并裁切成（1 ~ 2） $cm^2$ 的小片，然后精确称量其质量（精确至0.1mg），置于500 mL具塞三角烧瓶（A.3.8）中。称取和裁切过程中应避免皮肤直接接触样品和试样。

A.4.2 向500 mL具塞三角烧瓶（A.3.8）中加入250 mL生理盐水（A.2.6）后盖上瓶盖。若无游离水出现可以适当增加生理盐水（A.2.6）的加入量。

A. 4.3 将500 mL具塞三角烧瓶（A.3.8）在室温下放置24 h，偶尔晃动。提取完成后，用滤膜（A.3.4）过滤提取液，保留滤液供测试使用。

## A. 5 试验步骤

### A. 5.1 标准工作溶液的制备

乙二醛标准工作溶液（5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ），量取0.05 mL乙二醛标准溶液（A.2.7）到10 mL容量瓶（A.3.5）中，用乙腈（A.2.1）定容至刻度。

### A. 5.2 液相色谱分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不能给出色谱分析的普遍参数，下列参数已被证明对测试是合适的：

- a) 色谱柱：反相  $\text{C}_{18}$  不锈钢柱，2.7  $\mu\text{m}$ ，4.6 mm  $\times$  100 mm 或相当的色谱柱。
- b) 检测波长：440 nm。
- c) 流动相：乙腈+水(75+25)。
- d) 柱温：35 $^{\circ}\text{C}$ 。
- e) 流速：1.0 mL/min。
- f) 进样量：10  $\mu\text{L}$ 。

### A. 5.3 试样衍生溶液的制备

取1.0 mL试样溶液（A.4.3）于5 mL试样瓶（A.3.9）中，加入2.0 mL DNPH溶液（A.2.5）并混合均匀后置于（70 $\pm$ 2） $^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中反应150 min。此溶液冷却至室温后用滤膜（A.3.4）过滤，得试样衍生溶液。

### A. 5.4 标准衍生溶液的制备

用1.0 mL乙二醛标准工作溶液（A.5.1）代替试样溶液（A.4.3）按A.5.3方法制备标准衍生溶液。

### A. 5.5 定性分析

将标准衍生溶液和试样衍生溶液分别注入高效液相色谱仪中进行上机测试，对比结果的保留时间和紫外谱图。

### A. 5.6 乙二醛的定性确认

若试样衍生溶液测试结果的保留时间或紫外谱图与标准衍生溶液不一致，则判定乙二醛检测结果为阴性。

若试样衍生溶液测试结果的保留时间和紫外谱图均与标准衍生溶液一致，则判定乙二醛检测结果为阳性。

# 《生活用纸和纸制品 乙二醛的测定》行业标准编制说明

## (征求意见稿)

### 一、工作简况

#### 1、任务来源

乙二醛又称草酸醛，为无色或黄色有潮解性的结晶或液体，溶于乙醇、醚和水，分子式为  $C_2H_2O_2$ ，是分子结构最简单的脂肪族二元醛，由于分子中含有 2 个羰基，因而具有一些特殊的化学性质，使其在纺织、印刷、制药、轻工等方面广泛使用。在造纸领域，将乙二醛添加到纸浆中，可提高纸张的湿强度，使其抗皱能力增强；由乙二醛、聚乙烯醇和水混合制成的施胶剂，可提高纸张对多种有机溶剂的抗侵蚀能力；乙二醛用作淀粉、纤维素、改性淀粉以及聚醋酸乙烯等的交联剂，可提高纸张表面抗水和耐水性能。乙二醛已逐步成为理想的绿色环境友好型造纸助剂。然而，乙二醛对人体具有一定的毒性和刺激性，可通过吸入、摄入或经皮肤吸收等方式进入人体，引发皮炎，对眼睛、黏膜和上呼吸道具有刺激作用，可与 DNA 反应，导致其断裂或变异，诱发癌细胞生成。

国外对乙二醛的开发应用较早，主要用于高级纸张、餐巾纸、包装纸与商标用纸等产品的生产过程中，国内造纸行业也在加快高附加值乙二醛下游产品的开发与利用。随着乙二醛在造纸领域的应用范围和用量逐渐增加，纸产品中含有乙二醛的风险也越来越大。生活用纸、食品包装用纸作为安全性要求较高的纸质消费品，如果产品中残留有乙二醛，很可能对消费者带来危害。欧盟 2009 年 7 月发布的 2009/568/EC 生活用纸生态标签指令中，对生活用纸安全评价做出了明确规定，限制乙二醛含量为  $1.5\text{mg}/\text{dm}^2$ ，我国的 GB/T 35613—2017《绿色产品评价 纸和纸制品》中也将乙二醛含量作为生活用纸的绿色产品评价标准之一，要求其应  $\leq 1.5\text{mg}/\text{dm}^2$ 。德国有相关的测定标准，DIN 54603: 2008-08《纸、纸板和纸浆中乙二醛含量的测定》。

目前，造纸行业还没有相关的测试方法标准，无法了解产品中乙二醛含量和是否存在风险的情况。《加强消费品标准化建设行动方案》中指出，要夯实消费品标准化发展基础，强化检测方法标准研制，提升检测技术的水平，同时，本标准的制定符合“关于印发贯彻实施《国家标准化发展纲要》行动计划的通知”中不断提升消费品标准水平，加强消费品安全标准制修订的原则。

2024年5月，工业和信息化部办公厅发布了2024年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知（工信厅科函〔2024〕191号），项目计划号为2024-0702T-QB《生活用纸和纸制品 乙二醛的测定》，项目周期24个月，计划完成时间为2026年5月。

## 2、主要起草过程

- (1) 2024年7月，成立标准起草小组，征集验证样品，并制定标准工作计划。
- (2) 2024年10月，检索、分析国内外相关标准和资料，初步确定标准内容。
- (3) 2024年12月，召开起草小组研讨会，明确标准主要技术内容以及验证实验方案。
- (4) 2025年1~11月，开展验证实验，经过多次研究和讨论，完成标准征求意见稿。

## 二、标准编制原则和主要内容的论据，解决的主要问题

### 1、标准编制原则

本标准按照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》以及GB/T 20001《标准编写规则》给出的规则起草。起草过程中所做工作，符合《中华人民共和国标准化法》等相关法律法规。本标准的制定是在相关技术资料、试验数据支撑的基础上，结合当前生产及市场需求，充分考虑产品的安全性和实用性编制而成。符合产业发展的原则，标准制定过程中本着先进性、科学性、合理性和可操作性原则。

### 2、标准主要内容

本文件描述了采用两步法（分光光度法定量测定+高效液相色谱法定性确认）测定生活用纸和纸制品中乙二醛的方法，主要内容包括原理、试剂、仪器、试样的采取和制备、试验步骤、结果计算、规范性附录（乙二醛的定性确认）。

本文件适用于纸巾、卫生纸、擦手纸、纸尿裤、女性卫生裤、卫生巾等生活用纸和纸制品中乙二醛含量的测定，不包括本色生活用纸和湿巾。

### 3、确定依据

目前，乙二醛含量的测定方法主要有滴定法、比色法和高效液相色谱法，适用于不同样品基质和含量范围，其中，滴定法适用于高浓度乙二醛含量的测定，比色法和高效液相色谱法适用于微量乙二醛的测定，不同方法涉及的标准如下：

标准编号	标准名称	使用方法
HG/T 5275—2017	工业用乙二醛水溶液	滴定法
SN/T 4389-2015	生活用纸中乙二醛含量的测定	分光光度法
HG/T 4450-2012	纺织染整助剂 树脂整理剂中游离乙二醛的测定	HMBT 比色法
SN/T 4670-2016	进出口纺织品 乙二醛、甲醛、戊二醛的测定	液相 高效液相色谱法

生活用纸和纸制品中乙二醛的测定属于微量分析范畴。比色法具有检出限低、准确度和重现性好的特点，但易受样品中有色物质干扰；高效液相色谱法虽具备高准确度的优势，但易受到样品中其他醛类化合物的干扰。为充分整合两种方法的核心技术优势，实现测定结果的精准性与可靠性，本标准采用“比色法定量测定-高效液相色谱法定性确认”的两步法技术方案，用于生活用纸及纸制品中乙二醛含量的测定。

### 三、主要试验（或验证）情况的分析

#### 1 分光光度计法定量测定

乙二醛与 2-亚肼基-2, 3-二氢-3-甲基苯并噻唑盐（HMBT）在乙酸溶液中反应生成黄色化合物，在特定波长 405nm 下，其吸光度与浓度呈线性关系。通过优化反应体系溶剂配比、提取液体积及反应条件等参数，以提升测试结果的准确性与稳定性，建立稳定可靠的乙二醛含量定量测定方法。

##### 1.1 前处理条件

前处理条件借鉴 SN/T 4389—2015，考虑到卫生用品高吸水性的特性，以生理盐水代替水，以确保实验过程中有足够的游离水用于检测，用微孔滤膜过滤。

##### 1.2 线性关系验证

配制乙二醛标准溶液浓度梯度（0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ），按显色步骤反应后，在 405nm 波长下测定吸光度，以浓度为横坐标、吸光度为纵坐标绘制标准曲线，计算回归方程及相关系数（ $R^2$ ）。

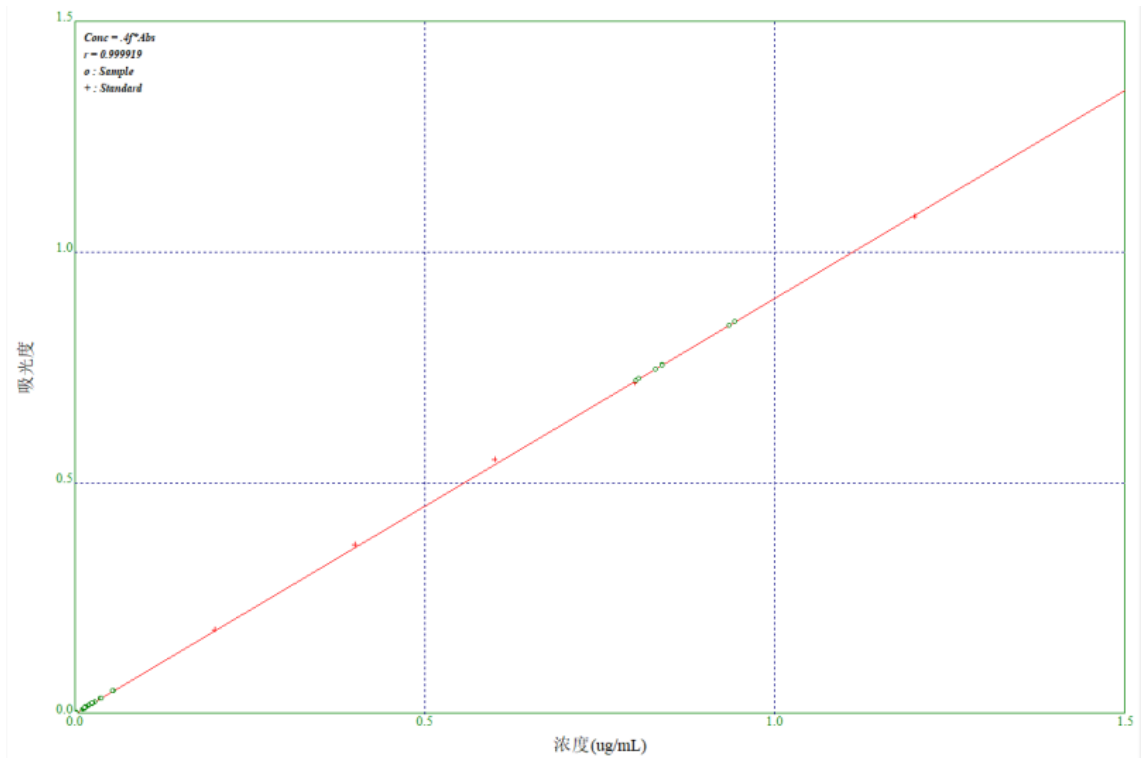


图 1 乙二醛标准曲线

样品名称	405.0nm	Abs (eff)	ug/mL
Standard-1	0.0003	0.0003	0.0000
Standard-2	0.1817	0.1817	0.2000
Standard-3	0.3663	0.3663	0.4000
Standard-4	0.5491	0.5491	0.6000
Standard-5	0.7156	0.7156	0.8000
Standard-6	1.0764	1.0764	1.2000

图 2 乙二醛标准曲线浓度与吸光度

$R^2 \geq 0.999$ , 说明在 0-1.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内, 吸光度与浓度呈良好线性关系, 满足痕量定量对线性的要求。

### 1.3 反应体系溶剂的验证

参照 SN/T 4389—2015《生活用纸中乙二醛含量的测定 分光光度法》, 为保证试样溶液与标准曲线溶液反应体系中乙酸浓度一致, 对乙酸加入量进行了调整, 在试样测定步骤中调整为加入 10mL 乙酸, 使定容后试样溶液反应体系中乙酸与水体积比为 1+1。但在乙二醛含量测试过程中, 发现样品试液产生气泡现象, 不能排除其会影响测试结果,

见图 3。



图 3 试样溶液产生气泡现象

尝试通过降低反应体系中的乙酸浓度避免气泡产生，不同乙酸浓度对样品和标准曲线的影响结果见表 1 和表 2。

表 1 不同乙酸浓度下样品和标准曲线的测试结果

序号	乙酸与水体积比	样品试液现象	标准曲线线性 r
1	1+1	有气泡现象	0.9999
2	1+2	无气泡现象	0.9908
3	1+3	无气泡现象	0.7682

表 2 不同乙酸浓度下标准曲线的吸光度结果

标准溶液 (ug/mL)	吸光度		
	乙酸与水体积比 1+1	乙酸与水体积比 1+2	乙酸与水体积比 1+3
0	0.0004	0.0002	0.0004
0.2	0.1731	0.1713	0.1027
0.4	0.3434	0.3258	0.0662
0.6	0.5140	0.4280	0.0400
0.8	0.6754	0.4991	0.1620
1.0	0.8219	0.6376	0.5471

由表 1 和表 2 可知，低乙酸浓度反应体系中，样品溶液没有气泡现象，成功解决了试验过程中的气泡干扰问题。但反应体系中乙酸浓度对标准曲线线性及吸光度影响显著。乙酸与水体积比 1+1 时，标准曲线线性  $r=0.9999$ ，吸光度随标液浓度呈规律梯度递增；乙酸与水体积比 1+2 时，标准曲线线性下降， $r=0.9908$ ；乙酸与水体积比 1+3 时，标准

曲线线性显著变差， $r=0.7682$ ，且吸光度与标液浓度无规律对应。这表明反应体系中乙酸浓度过低会影响标准曲线线性。

本标准选择乙酸与水体积比 1+1 为反应体系溶剂，优化其他反应条件来解决样品试液产生气泡的问题。

#### 1.4 提取液体积与反应条件的验证

在乙酸与水体积比 1+1 的反应体系中，考察不同提取液体积与反应条件对成人纸尿裤样品测试结果的影响，测试结果见表 3。

表 3 不同提取液体积与反应条件下成人纸尿裤样品的测试结果

序号	提取液体积 (mL)	反应条件	样品试液现象	加标回收率 (%)
1	5	80°C烘箱静置 5min	无气泡现象	75.4
2	5	80°C水浴振荡 5min	无气泡现象	80.2
3	10	80°C烘箱静置 5min	有气泡现象	数据异常
4	10	80°C水浴振荡 5min	无气泡现象	92.7

结果显示，当提取液体积为 5mL 时，80°C烘箱静置 5min 与水浴振荡 5min 样品试验均无气泡现象，但后者加标回收率高于前者，表明振荡可促进充分反应。提取液体积 10mL 时，80°C烘箱静置 5min 样品试液产生气泡且数据异常；80°C水浴振荡 5min 样品试液无气泡，加标回收率达 92.7%，推测烘箱静置导致局部反应剧烈释气，水浴振荡使反应均匀，且 10mL 提取液更充足。

因此，本标准选择提取液体积为 10mL 和 80°C水浴振荡 5min 的反应条件。

#### 1.5 精密度验证

选取两种样品，分别加入 1mg/kg 的乙二醛标准品，按本标准方法分别测定 10 次乙二醛含量，计算 10 次结果的相对标准偏差 (RSD)。

表 4 精密度测试数据与 RSD

测试名称	成人纸尿裤 测试结果 (mg/kg)	纸巾 测试结果 (mg/kg)
测试 1	2.2716	1.7237
测试 2	2.2889	1.8421
测试 3	2.3321	1.7368
测试 4	2.3563	1.7895
测试 5	2.3679	1.7763

测试 6	2.3653	1.7895
测试 7	2.3926	1.8553
测试 8	2.4047	1.7895
测试 9	2.4163	1.7632
测试 10	2.4011	1.7763
RSD	0.0491	0.0408

从表 4 可知，两种样品的 RSD 均小于 5%，表明本标准方法操作重复性好，仪器与人员操作误差在可接受范围。

### 1.6 回收率测试

分别取成人纸尿裤、纸巾和本色纸样品，进行加标回收试验。向已知乙二醛含量的三个样品中，分别加入低、中、高三个水平（1mg/kg、40mg/kg、120mg/kg）的乙二醛标准品，每个水平进行两平行测试，测定加标后含量并计算回收率。

表 5 成人纸尿裤、纸巾及本色纸样品加标回收率的测试结果

样品名称	加标水平	加标回收率(%)
成人纸尿裤	低	96.9
	中	100.5
	高	95.1
纸巾	低	98.6
	中	101.5
	高	104.8
本色纸	低	76.3
	中	78.5
	高	79.1

成人纸尿裤、纸巾的回收率在 95.1%~104.8%，满足测试要求。

本色生活用纸加标回收率较低，可能是由于在测试过程中，试样发生轻微脱色，对衍生后试样吸光度产生了干扰，进而影响了检测结果的准确定

### 1.7 检出限测试

根据 GB/T 27417—2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》中 5.4.2.2 的方法确定方法检出限，向不同基质样品中加入最低可接受浓度（1mg/kg）的乙二醛标准溶液，独立测试 10 次，计算 10 次测试结果的标准偏差，以样品空白值与 4.65 倍标准偏差

的和作为方法检出限（LOD）。测试结果显示，某款吸收性卫生用品的 LOD 结果最高，为 1.59mg/kg，考虑到基质效应的不确定性，因此将方法检出限定为 2.0mg/kg。

## 2 高效液相色谱法定性确认

### 2.1 DNPH 溶液配制方法优化

在 60℃恒温水浴衍生反应 30min 的条件下，考察不同 DNPH 溶液配制方法对标准曲线测试结果的影响，DNPH 溶液的具体配制方法见表 6，测试结果见表 7。

表 6 DNPH 溶液的配制方法

DNPH 溶液	DNPH 溶液浓度	定容方法
DNPH-1	0.1g/L	用内含 3 滴 20%磷酸的乙腈定容。
DNPH-2	0.1g/L	用内含 0.5%冰乙酸的乙腈溶液定容。
DNPH-3	0.5g/L	用内含 0.5%冰乙酸的乙腈溶液定容。
DNPH-4	0.5g/L	用 40mL 内含 0.5%冰乙酸的乙腈溶液溶解后，水定容。

表 7 不同 DNPH 溶液配制方法的测试结果

序号	DNPH 溶液	测试结果
1	DNPH-1	目标物衍生后色谱图呈单峰；0~3 μg/mL 浓度范围内标准曲线 $r=0.9991$ ；5 μg/mL 及以上浓度标液的峰面积偏低。
2	DNPH-2	目标物衍生后，色谱图中未出现目标峰。
3	DNPH-3	目标物衍生后，色谱图中未出现目标峰。
4	DNPH-4	目标物衍生后色谱图呈单峰，峰面积较小，标准曲线无良好线性关系。

结果显示，DNPH-1 衍生后色谱图呈单峰，0~3μg/mL 浓度范围标准曲线线性良好（ $r=0.9991$ ），但 5μg/mL 及以上浓度标液峰面积偏低，见图 6；DNPH-2 与 DNPH-3 均未出现目标峰；DNPH-4 虽呈单峰，但峰面积较小且标准曲线无良好线性。

综上，选择 0.1 g/L DNPH 溶液（以含 3 滴 20%磷酸的乙腈定容配制）开展后续研究，优化标准曲线线性范围。

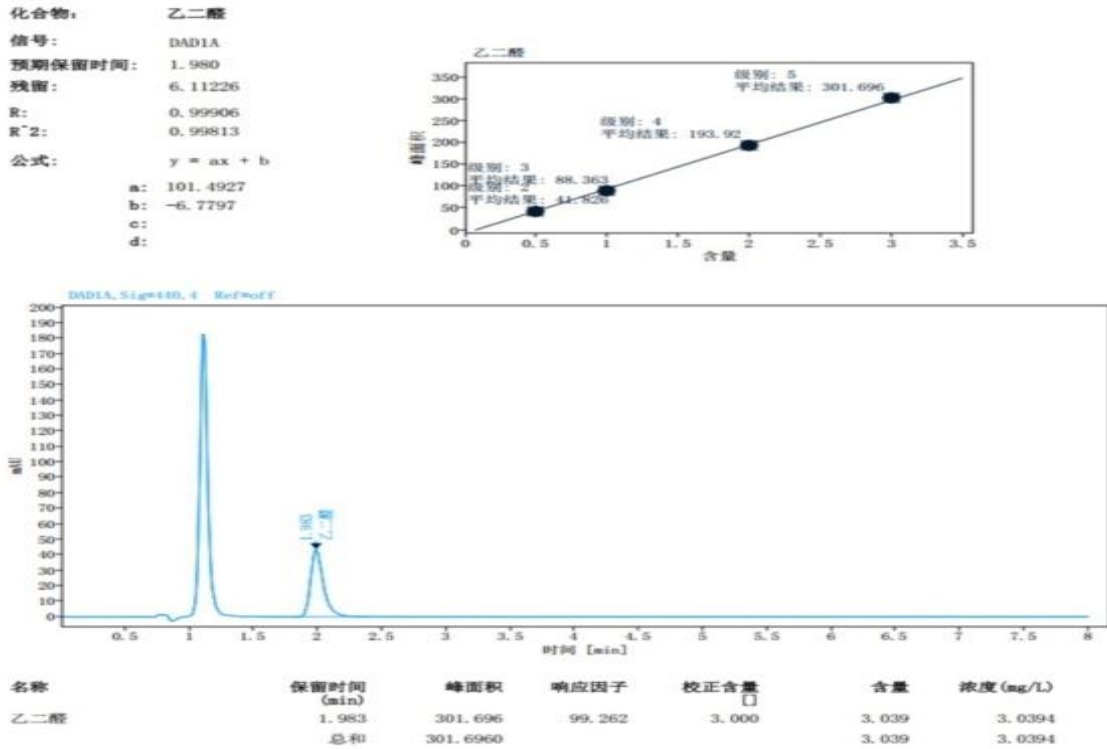


图 4 DNP-1 溶液配制方法的标准曲线与色谱图

## 2.2 衍生反应条件优化

采用 0.1g/LDNP-1 溶液（以含 3 滴 20%磷酸的乙腈定容配制），考察不同衍生反应条件对 0~10 $\mu$ g/mL 浓度范围乙二醛标准曲线的影响，测试结果见表 8。

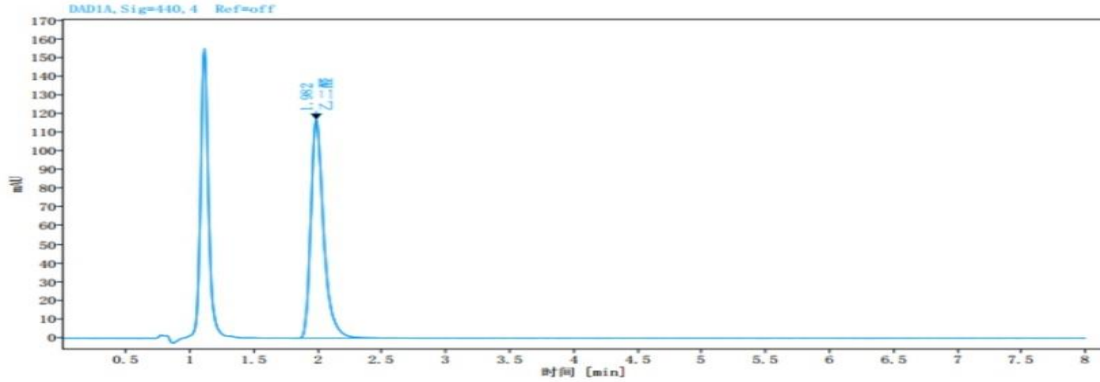
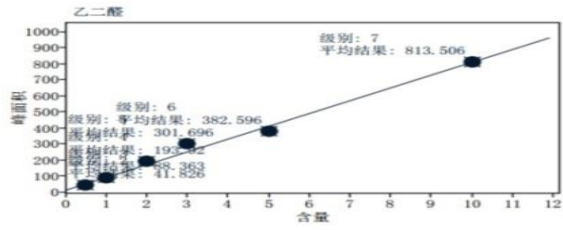
表 8 不同衍生反应条件的测试结果

序号	衍生反应条件	标液浓度 ( $\mu$ g/mL) 与峰面积							标准曲线线性 r
		0	0.5	1.0	2.0	3.0	5.0	10.0	
1	60 $^{\circ}$ C恒温水浴 30min	0	41.8	88.4	193.9	301.7	382.6	813.5	0.9957
2	70 $^{\circ}$ C恒温水浴 150min	0	61.2	120.7	241.9	369.2	592.4	1134.3	0.9996

结果显示，60 $^{\circ}$ C恒温水浴 30min 衍生反应条件的标准曲线线性相关系数  $r=0.9957$ ，其中 5 $\mu$ g/mL、10 $\mu$ g/mL 标液峰面积偏低，见图 5；70 $^{\circ}$ C恒温水浴 150min 衍生反应条件的标准曲线线性  $r=0.9996$ ，峰面积显著提升且线性更优，见图 6。

综上，选择 70 $^{\circ}$ C恒温水浴 150min 衍生反应条件为最佳条件。

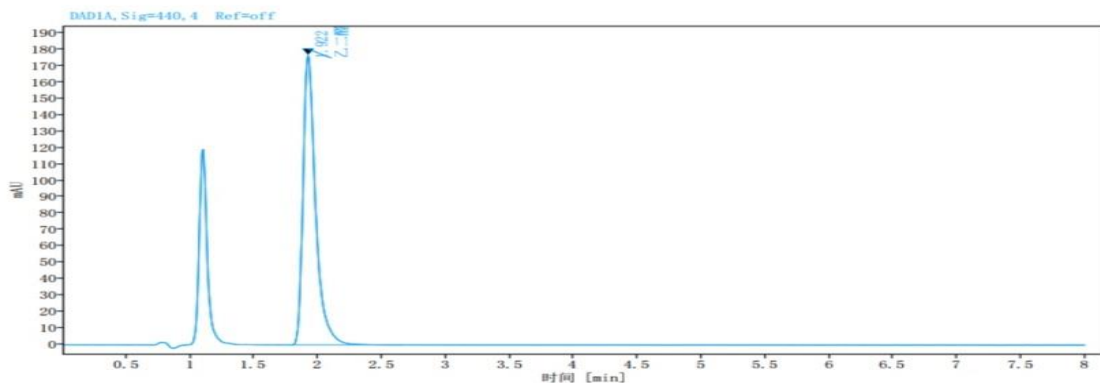
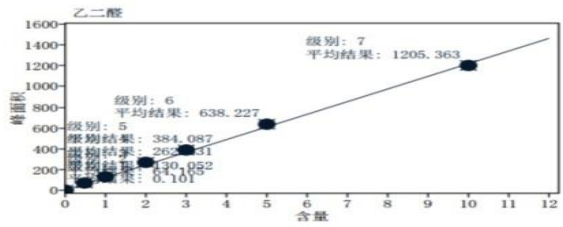
化合物: 乙二醛  
 信号: DAD1A  
 预期保留时间: 1.980  
 残留: 28.39682  
 R: 0.99572  
 R<sup>2</sup>: 0.99146  
 公式:  $y = ax + b$   
 a: 79.9624  
 b: 14.6735  
 c:  
 d:



名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量	含量	浓度 (mg/L)
乙二醛	1.982	813.506	81.431	10.000	9.990	9.9901
	总和	813.5063			9.990	9.9901

图5 60°C恒温水浴 30min 衍生反应条件的标准曲线与色谱图

化合物: 乙二醛  
 信号: DAD1A  
 预期保留时间: 1.920  
 残留: 16.80274  
 R: 0.99960  
 R<sup>2</sup>: 0.99919  
 公式:  $y = ax + b$   
 a: 122.6889  
 b: 0.0000  
 c:  
 d:



名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量	含量	浓度 (mg/L)
乙二醛	1.922	1205.363	122.689	10.000	9.825	9.8246
	总和	1205.3634			9.825	9.8246

图6 70°C恒温水浴 150min 衍生反应条件的标准曲线与色谱图

### 2.3 检测波长的选择

采用最佳条件: 0.1 g/L DNPH 溶液 (以含 3 滴 20% 磷酸的乙腈定容配制), 70°C 恒

温水浴 150min 衍生反应条件，对乙二醛标准溶液进行多波长扫描分析，检测波长范围设定为 420 nm ~490 nm，色谱图见图 7。

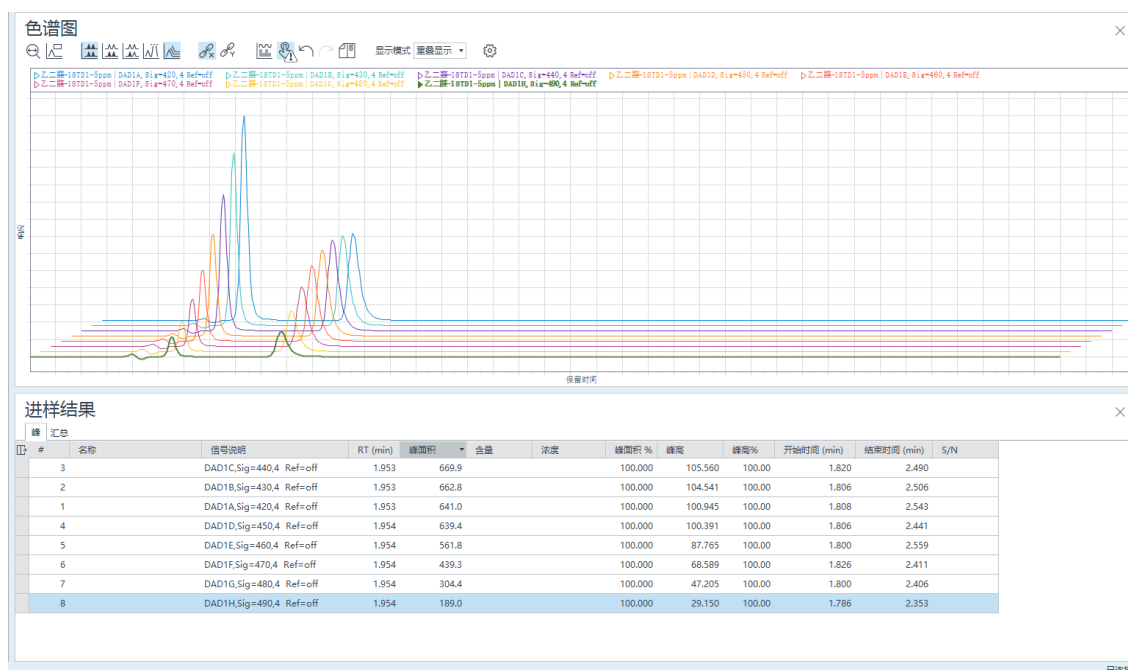


图 7 乙二醛标准溶液多波长分析色谱图

色谱图显示 440 nm 为最高响应波长，后续试验均以该波长作为检测波长。

## 2.4 样品测试

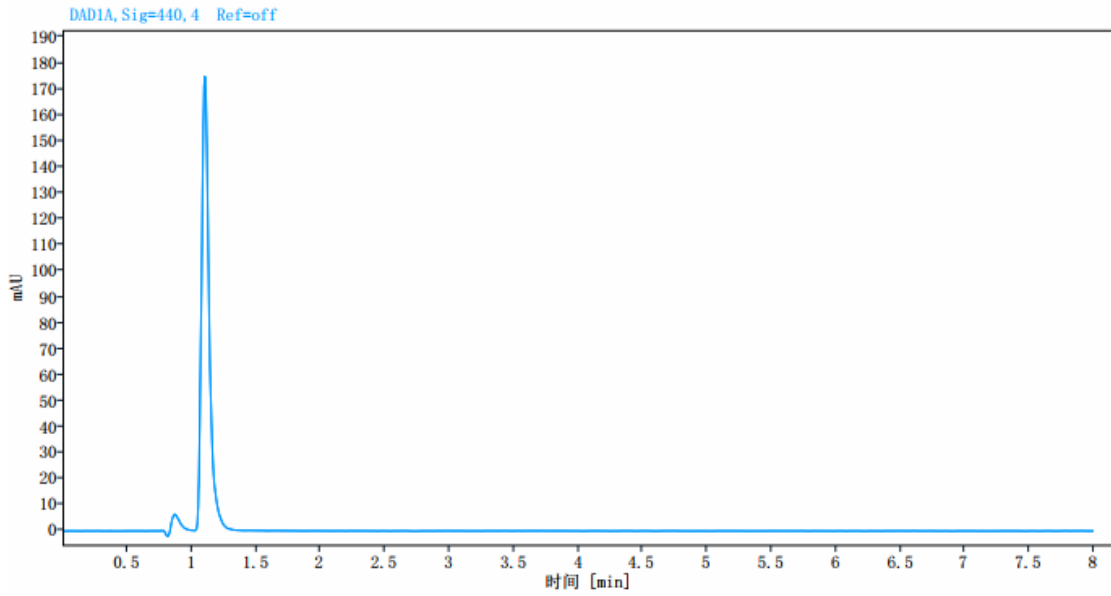
采用最佳条件：0.1 g/L DNPH 溶液（以含 3 滴 20%磷酸的乙腈定容配制），70°C 恒温水浴 150min 衍生反应条件，对成人纸尿裤、纸巾、本色纸进行样品测试和样品加标回收测试，测试结果见表 9，色谱图见图 8~图 10 以及图 12~图 14。

表 9 样品和样品加标回收的测试结果

样品名称	样品测试结果 (µg/mL)	样品加标回收率 (%)
成人纸尿裤	未检出	48.7
纸巾	未检出	99.2
本色纸	未检出	90.0

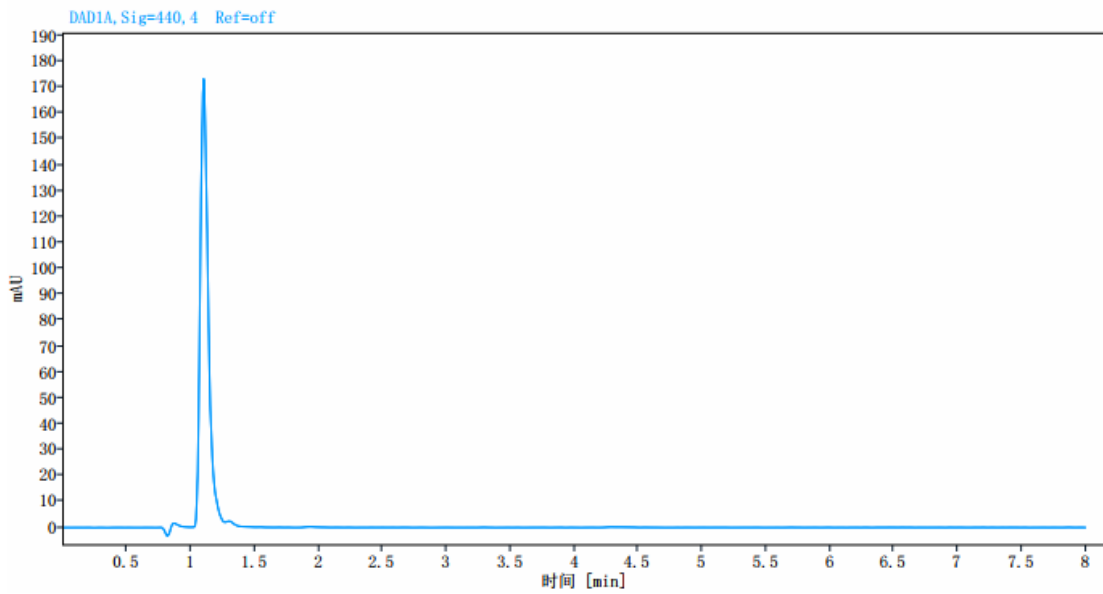
结果显示，三类样品均未检出乙二醛，加标后均在约 2min 处出现吸收峰，表明所建高效液相色谱法可实现乙二醛定性检测。

其中，纸巾、本色纸加标回收率均≥90%，成人纸尿裤加标回收率仅 48.7%，本研究定量准确性有待优化，需进一步改进以提升回收率。



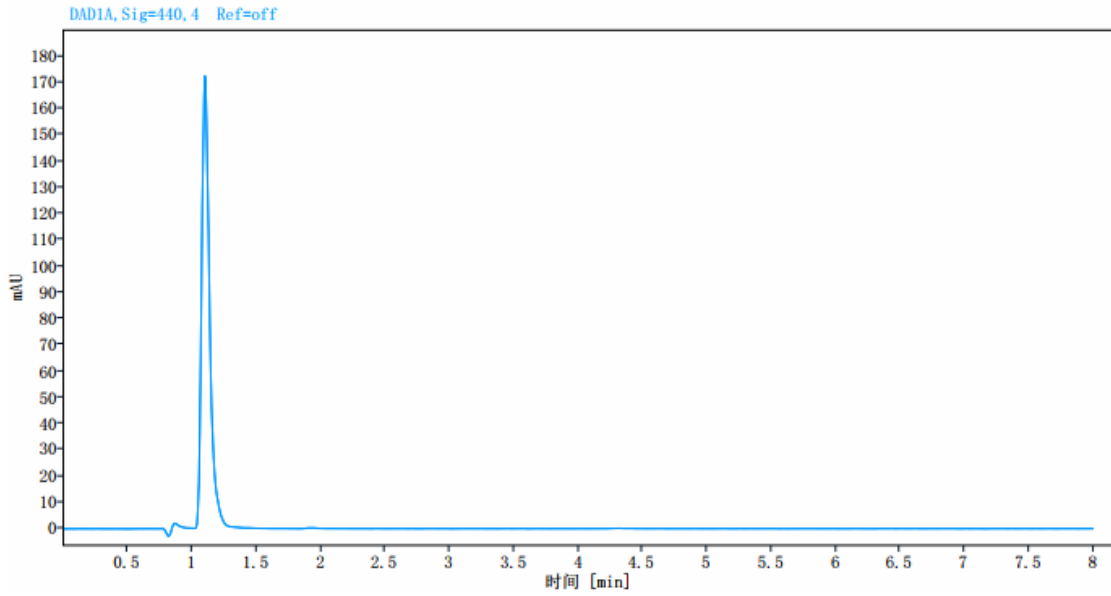
名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量 <input type="checkbox"/>	含量	浓度
未知						
乙二醛	丢失					
	总和					

图 8 成人纸尿裤样品色谱图



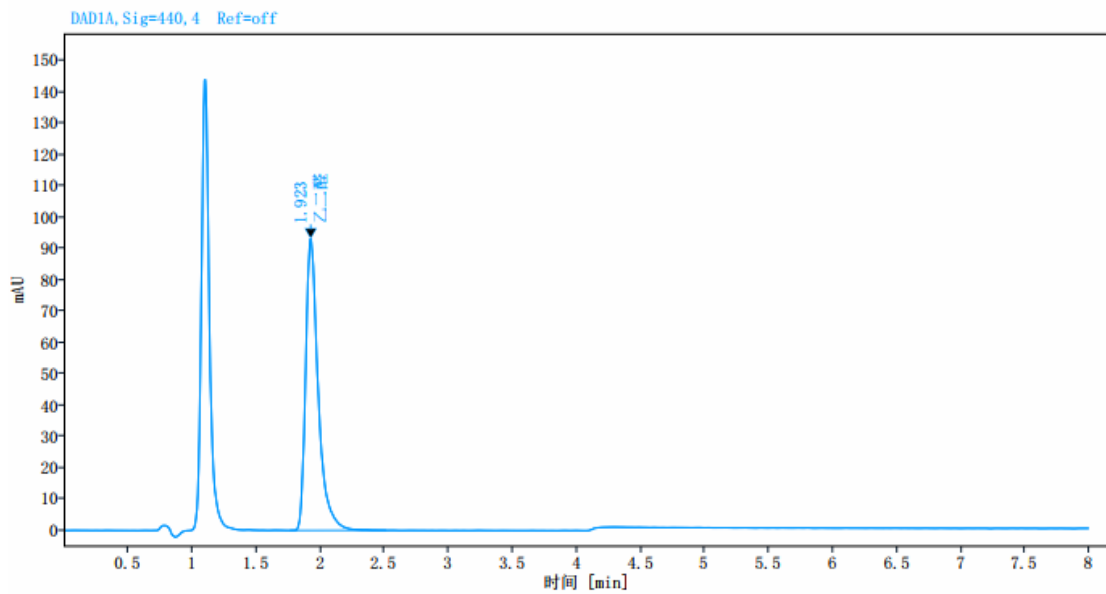
名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量 <input type="checkbox"/>	含量	浓度
未知						
乙二醛	丢失					
	总和					

图 9 纸巾样品色谱图



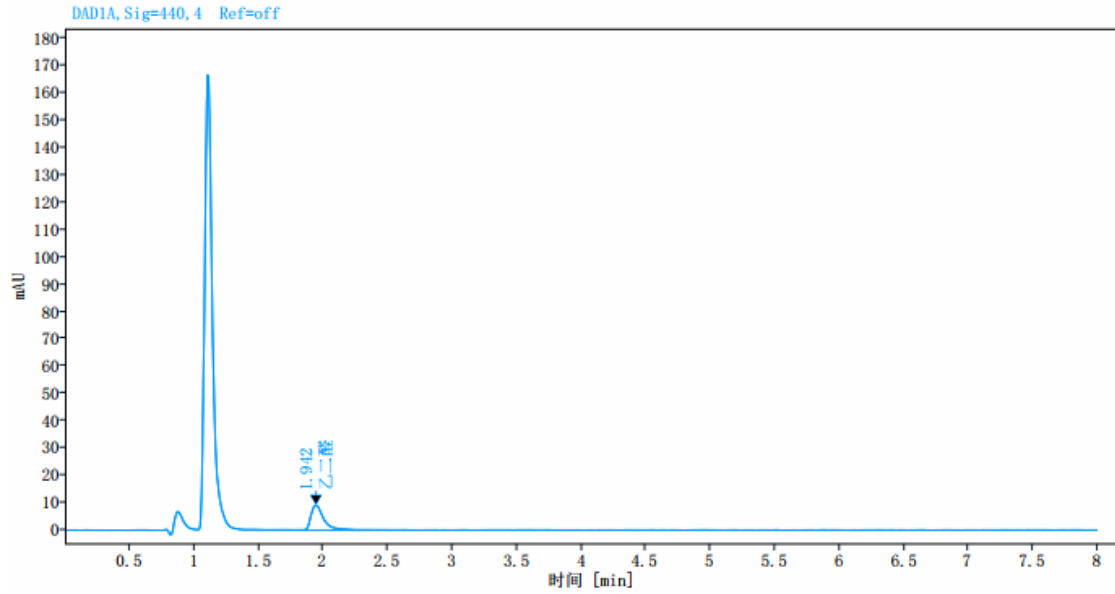
名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量	含量	浓度
未知						
乙二醛	丢失					
	总和					

图 10 本色纸样品色谱图



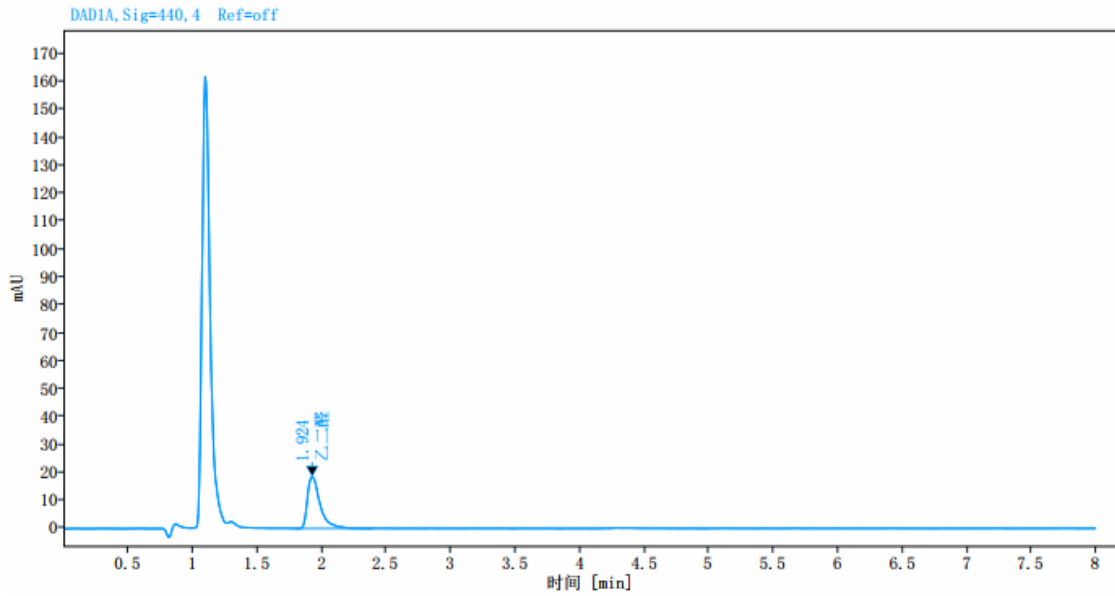
名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量	含量	浓度 (mg/L)
乙二醛	1.923	638.164	127.633	5.000	5.000	5.0000
	总和	638.1644			5.000	5.0000

图 11 5ppm 乙二醛标准溶液色谱峰



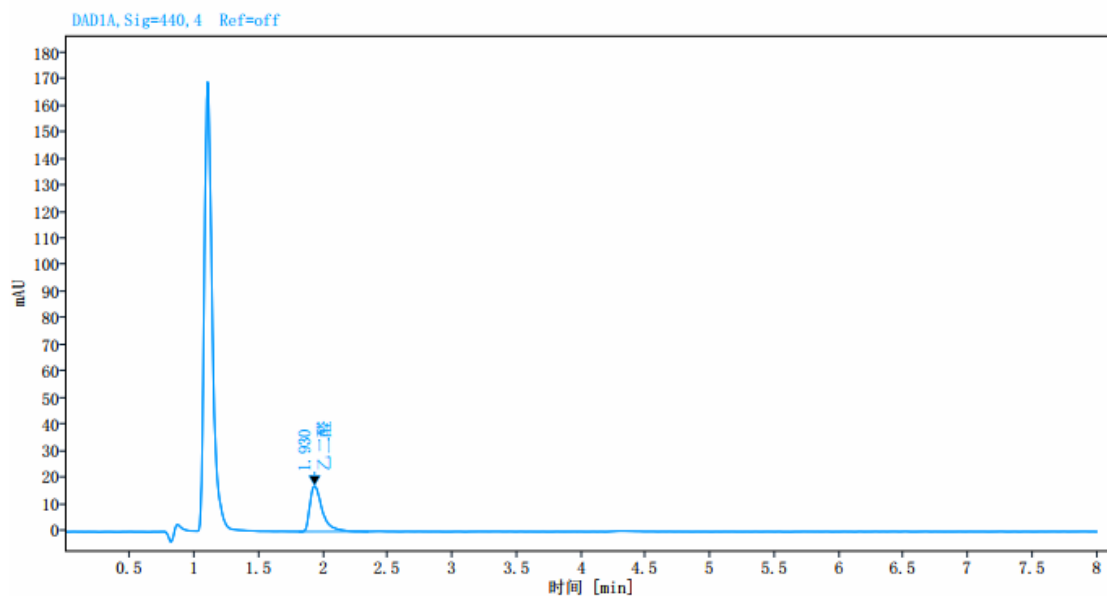
名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量	含量	浓度 (mg/L)
乙二醛	1.942	62.208	127.633	□	0.487	0.4874
	总和	62.2081			0.487	0.4874

图 12 成人纸尿裤样品加标回收色谱图



名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量	含量	浓度 (mg/L)
乙二醛	1.924	126.551	127.633	□	0.992	0.9915
	总和	126.5509			0.992	0.9915

图 13 纸巾样品加标回收色谱图



名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量	含量	浓度 (mg/L)
乙二醛	1.930	114.815	127.633		0.900	0.8996
	总和	114.8145			0.900	0.8996

图 14 本色纸样品加标回收色谱图

## 2.5 乙二醛定性测试

分别测试乙二醛标准品、生活用纸和纸制品样品和样品加标试液，记录光谱图、色谱图并对比保留时间。

从图乙二醛标准品与样品加标试液光谱图一致；色谱峰保留时间与加标样品中目标峰保留时间偏差 $\leq 2\%$ ，空白样品提取液样品和样品加标试液在目标峰位置无干扰峰，证明高效液相色谱法定性测定乙二醛满足要求。

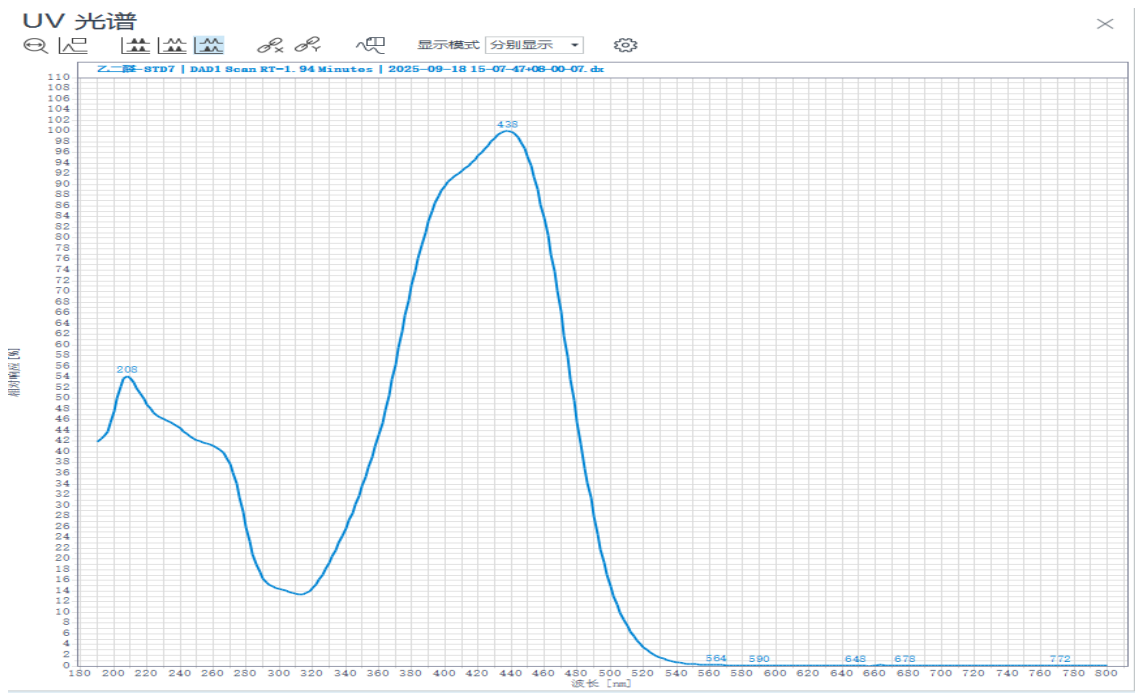


图 15 标准溶液光谱图

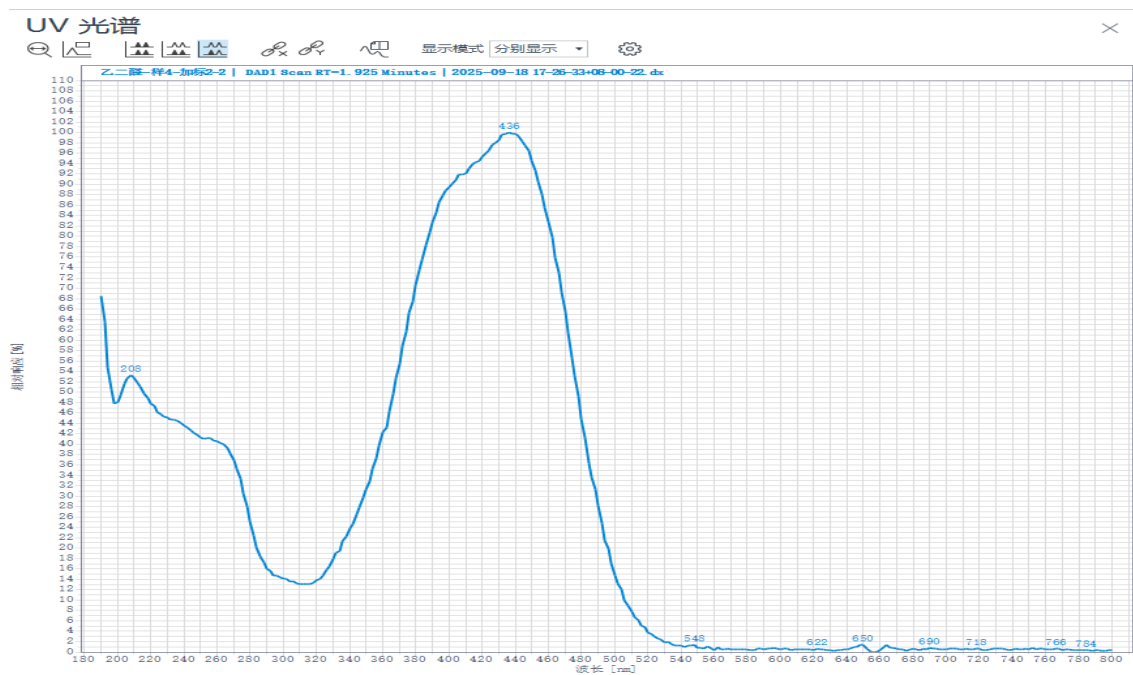
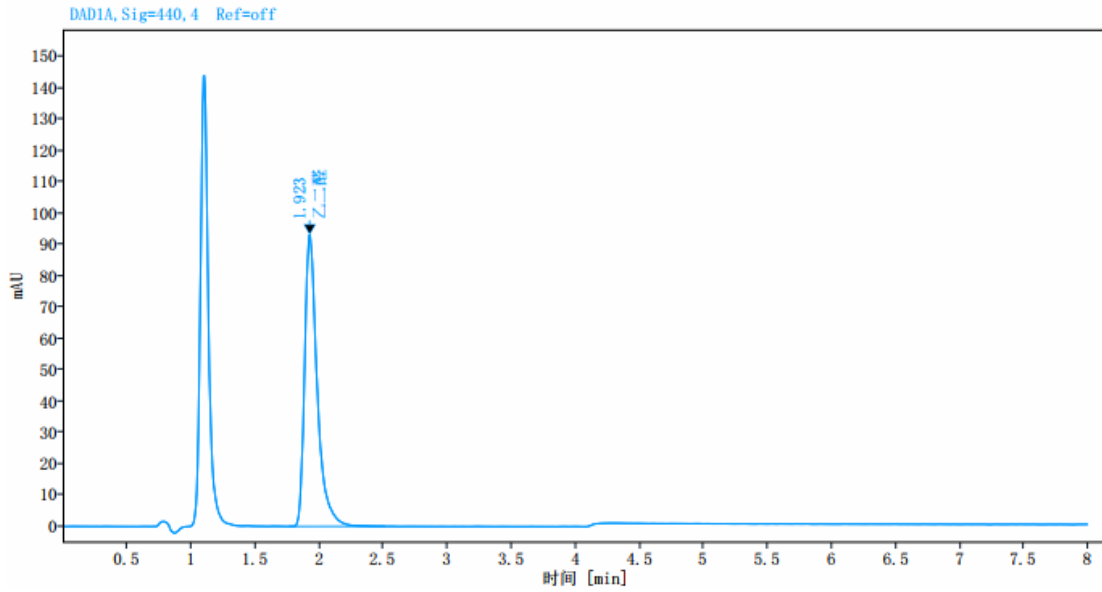
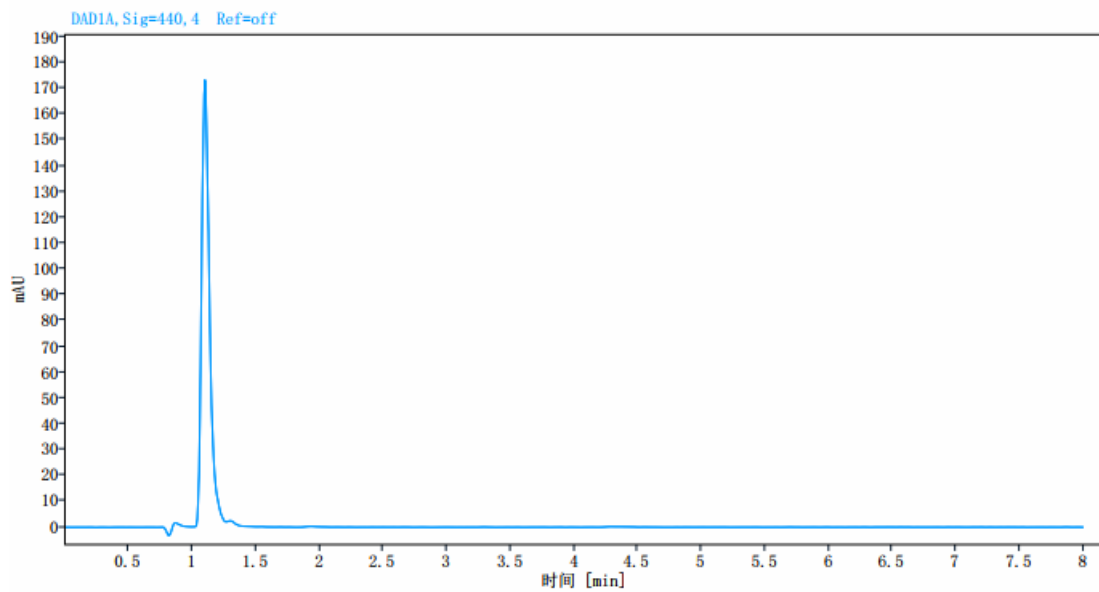


图 16 样品加标光谱图



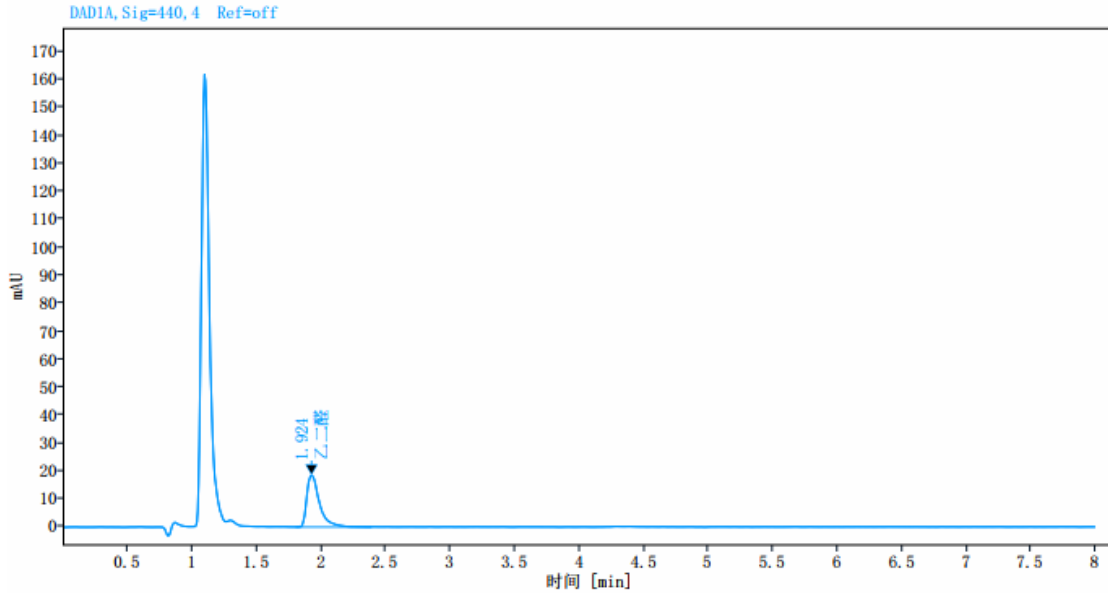
名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量	含量	浓度 (mg/L)
乙二醛	1.923	638.164	127.633	5.000	5.000	5.0000
	总和	638.1644			5.000	5.0000

图 17 5ppm 乙二醛标准溶液色谱峰



名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量	含量	浓度
未知						
乙二醛	丢失					
	总和					

图 18 样品色谱峰



名称	保留时间 (min)	峰面积	响应因子	校正含量	含量	浓度 (mg/L)
乙二醛	1.924	126.551	127.633	□	0.992	0.9915
	总和	126.5509			0.992	0.9915

图 19 样品加标色谱峰

若试样衍生溶液测试结果的保留时间或紫外谱图与标准衍生溶液不一致，则判定乙二醛检测结果为阴性。若试样衍生溶液测试结果的保留时间和紫外谱图均与标准衍生溶液一致，则判定乙二醛检测结果为阳性。

#### 四、标准中涉及专利的情况

本标准起草过程中未发现涉及专利的情况。

#### 五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况

本次《生活用纸和纸制品 乙二醛的测定》标准制定，从检测方法、适用范围等维度优化完善，明确覆盖卫生纸、纸尿裤等多品类产品，开发分光光度定量与高效液相色谱定性组合方案，提高标准科学性和适用性，为行业规范发展提供技术支撑。

标准制定后，通过精准检测控制乙二醛残留，降低消费者皮肤刺激、过敏风险，尤其保障婴幼儿、老人等敏感人群健康；对医疗、餐饮等场景用纸加强管控，减少公共卫生安全隐患，切实保护消费者权益。

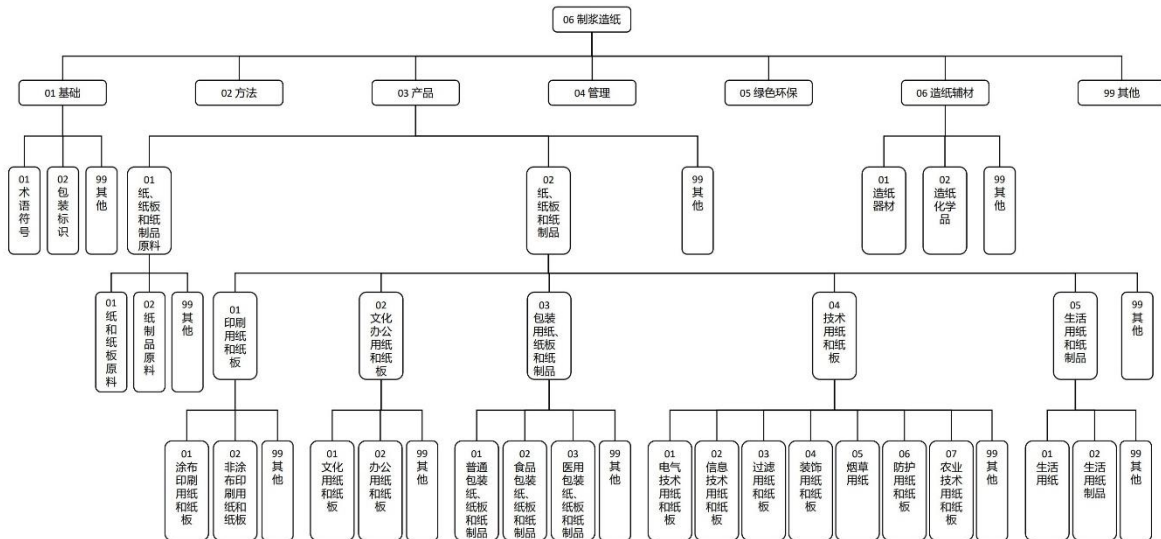
#### 六、与国际、国外对比情况

国外非常关注乙二醛情况，欧盟 2009 年 7 月发布的 2009/568/EC 生活用纸生态标签指令中，对生活用纸安全评价做出了明确规定，限制乙二醛含量不得超过  $1.5\text{mg}/\text{dm}^2$ 。

乙二醛的检测方法标准主要有德国标准 DIN 54603: 2008-08《纸、纸板和纸浆中乙二醛

含量的测定》。

## 七、在标准体系中的位置，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



本标准属于 05 生活用纸和纸制品。

## 八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在起草过程中未出现重大分歧意见。

## 九、标准性质的建议说明

建议本标准的性质为推荐性行业标准。

## 十、废止现行相关标准的建议

无。

## 十一、贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准发布6个月后实施。

## 十二、其他应予说明的事项

无。

《生活用纸和纸制品 乙二醛的测定》行业标准起草小组

2025 年 12 月