

洗涤用品中致敏性香精（香料）成分的测定

（征求意见稿）编制说明

一、工作简况

1.1 任务来源

本标准根据《国家标准委关于下达2025年第八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]47号）制定，项目名称为“洗涤用品中致敏性香精（香料）成分的测定”，项目编号为20254592-T-607。

1.2 制定背景

洗涤用品是居民日常生活的必需品，洗涤剂、洗衣液、洗衣粉等产品深入到家居生活的各个方面，产品质量与消费者权益息息相关。洗涤用品的社会消耗量很大，具有密切接触人体、使用频率高、随生活污水直接排放等特点，所以，洗涤用品的安全性和环保性需要进行严格规范。

香精作为洗涤用品生产中常见的非功能性助剂，在提升产品使用的感官效果、获得消费者的青睐度方面起着非常重要的积极作用，但是由于香精中所用的某些香料成分存在引发的过敏，因此对其用量管控在非常必要。据统计，在欧盟对香精香料过敏的人群可达到总人口的1%~9%，我国一些医学人士就香精香料会诱发哮喘病，也提出自身的看法，通过人大代表反应问题，呼吁在洗涤用品中限制使用香精香料。

目前国内外常用的香精香料中，已知有24种香料成分存在易致敏的问题。洗涤用品的强制性标准《洗涤用品安全技术规范》(GB 26396)目前已经申请报批，目前已处于待发布状态。该标准将替代原标准GB 26396-2011，其中4.2.1 c) 规定“香精使用符合GB/T 22731中相关类别的限制规定”，但缺少配套的相关致敏性香精香料的检验标准，因此对于洗涤用品中是否存在易致敏香精香料成分，只能从香精生产厂加工环节了解掌握。目前我国对日用香精生产的作为一般化工产品管理，企业的香精产品配方无需特殊审批，同时香精配方作为香精生产企业的核心机密，下游生产企业、消费者等并不了解，由此导致下游企业在生产中无法有效地保证其洗涤用品中不含或含有致敏性香料成分在安全水平之下。因此对洗涤用品中易致敏香精香料的管理监控，需要建立洗本标准检测方法。

1.3 主要工作过程

标准化技术委员会秘书处组织山西省检验检测中心（山西省标准计量技术研究院）、中国日用化学研究院有限公司等机构组建标准起草组，系统梳理与对比分析国内外相关法规及标准检测方法，经系统性论证与多轮研讨制定实验方案及技术路线，针对试验过程中发现的技术问题开展专项研究，在整合实验数据的基础上，最终编制完成本征求意见稿。

二、标准编制原则和主要内容

2.1 标准编制原则

本标准制定遵循“协调性、适用性、科学性、规范性”原则，并着重标准方法的可操作性。标准依据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。

2.2 标准主要内容

本标准主要包括以下内容。

2.2.1 范围

拟制定标准描述了采用气相色谱-质谱联用法（GC-MS）测定洗涤用品中致敏性香精香料含量的方法，适用于日常家庭使用的洗涤用品中苧烯、芳樟醇、2-辛炔酸甲酯、柠檬醛、香茅醇、香叶醇、 α -异甲基紫罗兰酮、苯甲醇、羟基香茅醛、肉桂醛、丁香酚、戊基肉桂醛、茴香醇、肉桂醇、金合欢醇、异丁香酚、己基肉桂醛、香豆素、戊基肉桂醇、苯甲酸苄酯、水杨酸苄酯、肉桂酸苄酯等22种香精香料含量的测定。

2.2.2 主要技术内容

(1) 原理

样品以乙酸乙酯为溶剂提取，采用气相色谱-质谱法测定，以选择离子监测模式进行测定，根据保留时间和特征离子的相对丰度比定性、定量离子峰面积定量，标准曲线法计算含量。

(2) 分析方法

①试样溶液制备：准确称取试样0.5 g（精确至0.0001 g），于15 mL具塞离心管中，加入3mL饱和氯化钠溶液，涡旋1min，再加入5mL乙酸乙酯，涡旋振荡1min，冰浴超声15min（工作频率20~43 KHz，200 W），上清溶液加入2 g无水硫酸钠脱水，取上清液转移至另一10mL具塞比色管中，用乙酸乙酯稀释至刻度，摇匀。经0.22 μm 滤膜过滤，滤液作为待测溶液备用（供试品溶液可根据实际浓度进行适当再稀释）。

②标准工作曲线绘制：将系列标准工作液分别注入气质联用仪中，得到各浓度标准工作液色谱图，测定相应的峰高或峰面积，以标准工作液的浓度为横坐标，以峰高或峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

③定性分析：取待测样品溶液与标准溶液在相同分析条件下测定，若样品中检出色谱峰的保留时间与待测组分标准溶液一致，且样品质谱图中所选择的监测离子均出现，比较样品色谱图中所选择的监测离子的相对丰度比与相当浓度标准溶液的离子相对丰度比，当偏差不超过相应规定，则可判定样品中存在该组分。

④定量分析：定性判定样品中存在待测组分后，根据标准曲线得到样品溶液中待测组分的质量浓度，然后根据定容体积和称样量计算样品中待测组分的含量。

(3) 结果计算

试样中待测组分的含量 (ω) 按式(1)计算:

$$\omega = \frac{\rho \times V \times D}{m} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

ω —试样中待测组分的含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——从标准曲线得到待测组分的质量浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

V —试样溶液体积, 单位为毫升(mL);

D —试样溶液稀释倍数（不稀释则取1）：

m ——试样取样量，单位为克(g)。

(4) 精密度

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，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大于算术平均值的15%。

(5) 附录

见附录。

三、主要试验（验证）情况

3.1 检测方法选择

气相色谱法（GC）、气相色谱-质谱联用法（GC-MS）、液相色谱-质谱联用法（LC-MS/MS）等是目前香精香料检验时应用最为广泛的主流检测技术。目前国内关于日化产品中的香精香料检测方法，主要是化妆品领域的，所用检测设备主要气相色谱-质谱仪、气相色谱仪等，这些方法可为本标准的研制提供参考。由于标准的检测对象是洗涤用品中苧烯等22种香精香料，且要实现同时检测，因此要兼顾考察高分离能力和定性准确性，同时也要考虑方法的普及性。

气相色谱 - 质谱联用法 (GC-MS) 兼具气相色谱的高效分离能力与质谱的高灵敏度定性定量优势，能够有效排除样品基质干扰，精准识别并测定目标组分，确保检测结果的准确性与可靠性，且气质联用仪在多数检验机构（包括第三方检验机构）都已标配，方法库也已成熟，完全能够满足日常检验需求，因此本标准最终选择采用气相色谱串联质谱仪对洗涤用品中22种香精香料进行定性和定量测定。

3.2 检测方法的建立和试验过程

3.2.1 提取溶剂的选择

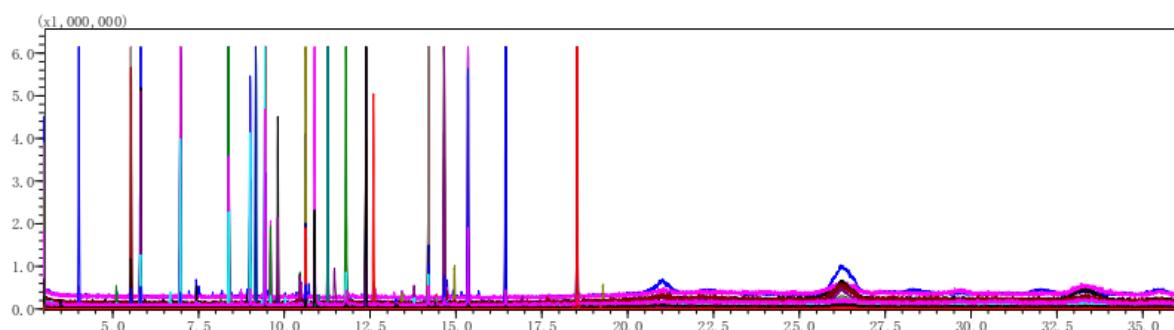
香精香料中的成分可分为极性和非极性两类，需匹配对应极性的溶剂，非极性/弱极性成分（如萜烯类、芳香烃类、酯类、醚类），优先选择正己烷、石油醚、环己烷、乙醚等非极性溶剂；极性成分（如醇类、醛类、有机酸类、酚类），需选择乙醇、甲醇、乙酸乙酯、二氯甲烷等极性溶剂；复杂成分体系（同时含极性和非极性成分），可采用混合溶剂，如正己烷-乙酸乙酯、石油醚-乙醇，通过调整比例优化萃取效果。

依据现有标准方法与文献报道，无水乙醇、乙酸乙酯或甲醇常被选作提取溶剂，研究比较了对照品在乙醇、甲醇、乙酸乙酯中的溶解性，结果表明各对照品在三者中均溶解性良好。此外，鉴于洗涤用品剂型多样，洗衣粉等粉状洗涤剂中含有大量无机助剂，而凝珠产品则包含作为水溶性高分子包膜的聚乙烯醇，考虑到乙酸乙酯属于中等极性溶剂，兼容性强，是香精香料检测中常用的“万能溶剂”之一。因此，经综合考量，选择乙酸乙酯作为提取溶剂，可在充分提取目标分析物的同时，有效降低无机盐组分及聚乙烯醇的带入量。

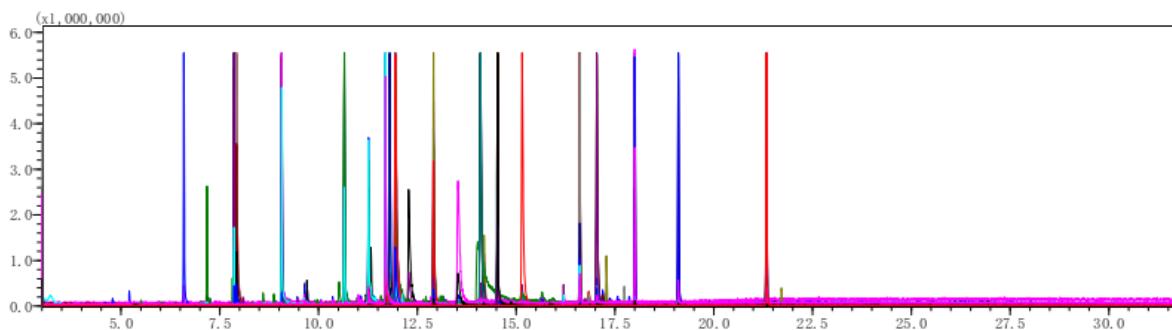
3.2.2 色谱柱的选择

选择色谱柱时遵循满足目标化合物的分离需求，同时匹配质谱检测器的特性，兼顾分离效率、分析速度和方法稳定性原则，试验比较了非极性色谱柱（100%二甲基聚硅氧烷）、中等级性色谱柱（5%苯基-95%甲基聚硅氧烷）和强极性色谱柱（100%聚乙二醇）3种极性的色谱柱，色谱柱规格均为，结果发现非极性柱DB-1，整体出峰时间偏短，对香茅醇和香叶醇、茴香醇和肉桂醇等组分没有完全分离，无法准确定量；弱极性柱DB-5也存在对部分物质无法完全分离的情况，主要集中在10-15min之间的组分，如：柠檬醛、香茅醇、香叶醇等组分，而且部分峰没有洗脱完全，存在严重的拖尾；极性柱SH-Rtx-Wax，各物质峰形好，分离度高，响应强度大，尤其对香精香料中的醇、醛、酚、酯等组分有很好的分离效果。因此选择规格为 $30\text{m}\times 0.25\text{mm}\times 0.25\mu\text{m}$ 的强极性色谱柱（100%聚乙二醇）作为本方法的色谱柱。

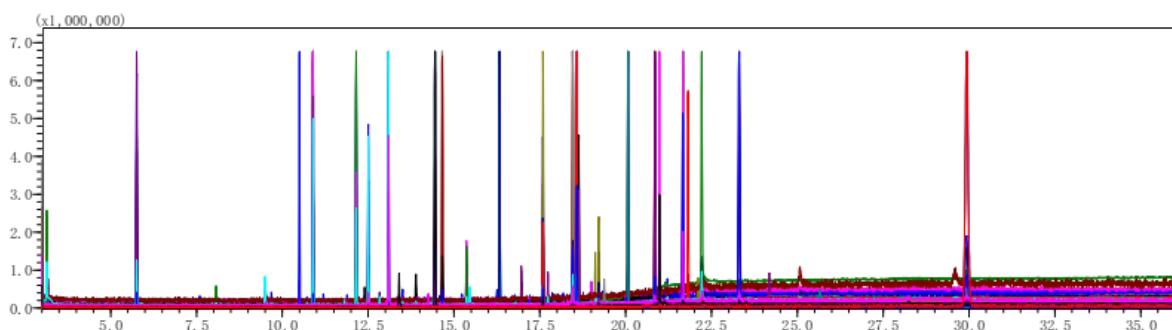
DB-1



DB-5



SH-Rtx-Wax



3.2.3 色谱参考条件

由于测试条件取决于所使用的仪器，因此本标准以资料性附录的方式给出了气相色谱-质谱联用仪的建议分析条件，该条件经过系统性研究证明是合适的。

综合考量样品溶解度、色谱分离度、分析时间及质谱兼容性等关键指标，最终确立的色谱分析条件如下：

3.2.3.1 色谱柱：100%聚乙二醇毛细管柱（ $30\text{m}\times 0.25\text{mm}\times 0.25\mu\text{m}$ ），或等效色谱柱；

3.2.3.2 色谱柱升温程序：初始温度 50°C ，保持3min，以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至 230°C ，保持10min；

3.2.3.3 进样口温度： 230°C ；

3.2.3.4 离子源温度： 250°C ；

3.2.3.5 色谱-质谱接口温度： 250°C ；

3.2.3.6 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ ，流速 $2.0\text{mL}/\text{min}$ ；

3.2.3.7 电离方式：EI；

3.2.3.8 电离能量： 70eV ；

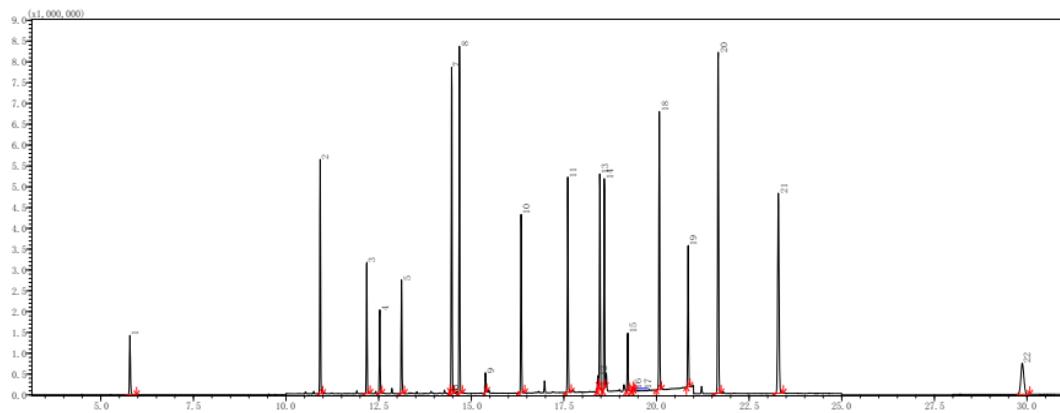
3.2.3.9 进样方式：分流进样，分流比 $10:1$ ；

3.2.3.10进样量：1.0 μ L；

3.2.3.11测定方式：选择离子检测（SIM），选择检测离子（m/z）见表1。

表1 检测离子参数

组分名称	定量离子	定性离子	
苧烯	93	121	136
芳樟醇	71	93	121
2-辛炔酸甲酯	95	123	111
柠檬醛	69	94	109
香茅醇	69	95	123
香叶醇	69	93	81
α -异甲基紫罗兰酮	135	150	107
苯甲醇	79	108	107
羟基香茅醛	59	71	96
肉桂醛	131	132	103
丁香酚	164	131	103
戊基肉桂醛	129	117	145
茴香醇	138	109	121
肉桂醇	92	134	115
金合欢醇	69	81	41
异丁香酚	164	131	137
己基肉桂醛	129	216	117
香豆素	146	118	90
戊基肉桂醇	133	148	115
苯甲酸苄酯	105	212	194
水杨酸苄酯	91	228	92
肉桂酸苄酯	192	193	238



1 苯烯: 5.737; 2 芳樟醇: 10.878; 3 2-辛炔酸甲酯: 12.138; 4 柠檬醛: 12.494;
 5 香茅醇: 13.494; 6 香叶醇: 14.386; 7 α -异甲基紫罗兰酮: 14.432; 8 苯甲醇: 14.647;
 9 羟基香茅醛: 15.349; 10 肉桂醛: 16.314; 11 丁香酚: 17.575; 12 戊基肉桂醛: 18.446;
 13 茴香醇: 18.567; 14 肉桂醇: 18.622; 15 异丁香酚: 19.199;
 16 金合欢醇: 19.351; 17 己基肉桂醛: 19.380; 18 香豆素: 20.060;
 19 戊基肉桂醇: 20.837; 20 苯甲酸苄酯: 21.650; 21 水杨酸苄酯: 23.291; 22 肉桂酸苄酯: 29.892。

图1 苯烯等22种易致敏香精香料混合标准溶液总离子流图

3.2.4 混合标准储备溶液的制备

准确称取各组分标准品约10mg（精确到0.00001 g），置于同一10mL容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并定容，得混合标准贮备溶液。精密量取混合标准贮备溶液1.0mL置于10mL容量瓶中，用乙酸乙酯稀释至刻度，摇匀即得混合标准储备溶液。

3.2.5 特异性考察

准确称取洗涤剂、洗衣液、洗衣粉标准样品各2份至15mL具塞塑料离心管中，分别向其中1份加入混合标准储备溶液0.5mL，加入3mL饱和氯化钠溶液，涡旋1min，再加入5mL乙酸乙酯，涡旋振荡1min，冰浴超声15min，上清溶液加入2 g无水硫酸钠脱水，取上清液转移至另一10mL具塞比色管中，用乙酸乙酯稀释至刻度，摇匀。经0.22 μm 滤膜过滤，滤液作为待测溶液备用。结果见图1-图3。

结果表明样品基质对苯烯等22种物质的测定无干扰。

3.2.6 检出限和定量下限

准确吸取混合标准储备溶液，逐步稀释，取信噪比 ≥ 3 时的最小浓度为仪器检出限，取信噪比 ≥ 10 时的最小浓度为仪器定量限，得到各物质的检出限和定量下限，按照取样量为0.5g，定容至10mL换算后得到各物质的检出浓度和最低定量浓度，见表2。

表2 各组分的检出浓度、最低定量浓度

组分名称	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	最低定量限 ($\mu\text{g/mL}$)	检出浓度 ($\mu\text{g/g}$)	最低定量浓度 ($\mu\text{g/g}$)
苧烯	0.005	0.015	0.1	0.3
芳樟醇	0.02	0.06	0.4	1.2
2-辛炔酸甲酯	0.01	0.03	0.2	0.6
柠檬醛	0.02	0.06	0.4	1.2
香茅醇	0.02	0.06	0.4	1.2
香叶醇	0.2	0.6	4	12
α -异甲基紫罗兰酮	0.005	0.015	0.1	0.3
苯甲醇	0.005	0.015	0.1	0.3
羟基香茅醛	0.2	0.6	4	12
肉桂醛	0.01	0.03	0.2	0.6
丁香酚	0.05	0.15	1	3
戊基肉桂醛	0.02	0.06	0.4	1.2
茴香醇	0.01	0.03	0.2	0.6
肉桂醇	0.02	0.06	0.4	1.2
金合欢醇	0.2	0.6	4	12
异丁香酚	0.2	0.6	4	12
己基肉桂醛	0.05	0.15	1	3
香豆素	0.01	0.03	0.2	0.6
戊基肉桂醇	0.05	0.15	1	3
苯甲酸苄酯	0.01	0.03	0.2	0.6
水杨酸苄酯	0.05	0.15	1	3
肉桂酸苄酯	0.05	0.15	1	3

3.2.7 工作曲线线性考察

配制质量浓度约为1.0mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、8.0 mg/L、10.0 mg/L的苧烯等22种物质系列标准工作溶液，按3.2.3所述的条件进行测定，以溶液浓度为横坐标，以各物质的定量离子提取离子图的色谱峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，经线性拟合得到回归方程，见表3，研究表明，苧烯等22种物质在1.0~10.0 mg/L范围内线性关系良好。

表3 线性范围及相关系数

编号	被测物名称	线性范围下限	线性范围上限	线性方程	线性相关
		(mg/L)	(mg/L)		系数R ²
(1)	苧烯	1.122	11.22	y=512759×x-35412	0.9995
(2)	芳樟醇	1.160	11.60	y=577614×x-38030	0.9998
(3)	2-辛炔酸甲酯	1.324	13.24	y=265399×x-33082	0.9993
(4)	柠檬醛	1.277	12.77	y=257436×x-33496	0.9994
(5)	香茅醇	1.024	10.24	y=456092×x-46382	0.9995
(6)	香叶醇	1.012	10.12	y=94789×x-22804	0.9987
(7)	α-异甲基紫罗兰酮	1.302	13.02	y=907774×x-120266	0.9995
(8)	苯甲醇	1.359	13.59	y=772932×x-76029	0.9996
(9)	羟基香茅醛	0.7200	7.200	y=105307×x+3271	0.9990
(10)	肉桂醛	1.250	12.50	y=562812×x-68693	0.9994
(11)	丁香酚	1.267	12.67	y=606531×x-54481	0.9999
(12)	戊基肉桂醛	0.8020	8.020	y=428958×x-31665	0.9995
(13)	茴香醇	1.528	15.28	y=528721×x-83801	0.9997
(14)	肉桂醇	1.229	12.29	y=533138×x-72141	0.9995
(15)	异丁香酚	1.227	12.27	y=350276×x-22610	0.9998
(16)	金合欢醇	1.522	15.22	y=15653×x-4189	0.9982
(17)	己基肉桂醛	0.8755	8.755	y=375922×x-46644	0.9992
(18)	香豆素	1.330	13.30	y=637999×x-71998	0.9998
(19)	戊基肉桂醇	1.331	13.31	y=547393×x-67505	0.9996
(20)	苯甲酸苄酯	1.141	11.41	y=1283308×x-84547	0.9986
(21)	水杨酸苄酯	0.8825	8.825	y=2304986×x-231617	0.9998
(22)	肉桂酸苄酯	1.047	10.47	y=351240×x-2327	0.9948

3.2.8 准确度

准确称取洗涤剂、洗衣液、洗衣粉标准样品各4份，分别向其中2份加入混合标准储备溶液0.1mL，向另外2份中加入混合标准储备溶液0.5mL，其余制备过程同特异性，各基质中添加水平在20μg/g和10μg/g进行，计算添加水平的回收率和测定结果的相对标准偏差（RD），考察方法的准确度。各基质样品在添加水平上方法的准确度可满足分析的要求。结果见表4～表9。

表4 洗衣液基质中苧烯等22种物质加标测定准确度结果（低浓度）

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
苧烯	样品①	11.61	11.22	103.4	103.4	0.1
	样品②	11.60	11.22	103.4		
芳樟醇	样品①	12.04	11.60	103.8	103.7	0.1
	样品②	12.03	11.60	103.7		
2-辛炔酸甲酯	样品①	13.74	13.24	103.8	101.0	2.7
	样品②	13.01	13.24	98.3		
柠檬醛	样品①	12.90	12.77	101.0	100.9	0.2
	样品②	12.86	12.77	100.7		
香茅醇	样品①	9.34	10.24	91.2	91.3	0.1
	样品②	9.36	10.24	91.4		
香叶醇	样品①	16.48	10.11	162.9	162.8	0.1
	样品②	16.45	10.11	162.7		
α -异甲基紫罗兰酮	样品①	13.64	13.02	104.7	104.0	0.8
	样品②	13.43	13.02	103.2		
苯甲醇	样品①	14.27	13.59	105.0	104.9	0.1
	样品②	14.24	13.59	104.8		
羟基香茅醛	样品①	6.022	7.200	83.6	83.6	0.1
	样品②	6.022	7.200	83.6		
肉桂醛	样品①	13.16	12.50	105.3	105.3	0.1
	样品②	13.14	12.50	105.2		
丁香酚	样品①	12.96	12.67	102.3	102.3	0.1
	样品②	12.96	12.67	102.3		
戊基肉桂醛	样品①	8.727	8.020	108.8	108.8	0.1
	样品②	8.723	8.020	108.8		
茴香醇	样品①	16.34	15.28	106.9	105.6	1.2
	样品②	15.94	15.28	104.3		
肉桂醇	样品①	13.19	12.29	107.3	106.8	0.5
	样品②	13.06	12.29	106.2		
金合欢醇	样品①	12.08	15.22	79.4	79.3	0.1
	样品②	12.05	15.22	79.2		
异丁香酚	样品①	12.26	12.27	99.9	99.4	0.5

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
己基肉桂醛	样品②	12.14	12.27	98.9		
	样品①	9.253	8.755	105.7	105.7	0.1
香豆素	样品②	9.264	8.755	105.8		
	样品①	13.49	13.30	101.4	101.3	0.2
戊基肉桂醇	样品②	13.45	13.30	101.1		
	样品①	13.87	13.31	104.2	104.2	0.1
苯甲酸苄酯	样品②	13.86	13.31	104.1		
	样品①	11.90	11.41	104.3	104.2	0.1
水杨酸苄酯	样品②	11.88	11.41	104.1		
	样品①	9.560	8.825	108.3	105.2	3.0
肉桂酸苄酯	样品②	9.006	8.825	102.1		
	样品①	14.41	12.83	112.3	112.0	0.3
	样品②	14.33	12.83	111.7		

表5 洗衣液基质中苧烯等22种物质加标测定准确度结果(高浓度)

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
苧烯	样品①	53.76	56.10	95.8		
	样品②	53.57	56.10	95.5	95.7	0.2
芳樟醇	样品①	58.21	58.00	100.4		
	样品②	57.97	58.00	100.0	100.2	0.2
2-辛炔酸甲酯	样品①	66.15	66.20	99.9		
	样品②	65.87	66.20	99.5	99.7	0.2
柠檬醛	样品①	61.93	63.85	97.0		
	样品②	61.75	63.85	96.7	96.8	0.2
香茅醇	样品①	49.98	51.20	97.6		
	样品②	49.76	51.20	97.2	97.4	0.2
香叶醇	样品①	53.51	50.57	105.8		
	样品②	53.30	50.57	105.4	105.6	0.2
α -异甲基紫罗兰酮	样品①	64.58	65.10	99.2		
	样品②	64.00	65.10	98.3	98.8	0.5

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
苯甲醇	样品①	68.27	67.95	100.5	100.3	0.2
	样品②	68.00	67.95	100.1		
羟基香茅醛	样品①	26.64	36.00	74.0	74.3	0.4
	样品②	26.86	36.00	74.6		
肉桂醛	样品①	60.98	62.48	97.6	97.4	0.2
	样品②	60.73	62.48	97.2		
丁香酚	样品①	62.88	63.35	99.3	98.8	0.4
	样品②	62.34	63.35	98.4		
戊基肉桂醛	样品①	40.86	40.10	101.9	100.8	1.1
	样品②	40.00	40.10	99.8		
茴香醇	样品①	77.46	76.40	101.4	101.2	0.2
	样品②	77.15	76.40	101.0		
肉桂醇	样品①	62.06	61.45	101.0	100.2	0.8
	样品②	61.12	61.45	99.5		
金合欢醇	样品①	60.94	76.10	80.1	80.1	0.1
	样品②	60.93	76.10	80.1		
异丁香酚	样品①	61.67	61.35	100.5	100.2	0.3
	样品②	61.24	61.35	99.8		
己基肉桂醛	样品①	43.39	43.78	99.1	98.9	0.2
	样品②	43.21	43.78	98.7		
香豆素	样品①	65.19	66.50	98.0	97.3	0.7
	样品②	64.27	66.50	96.6		
戊基肉桂醇	样品①	65.44	66.55	98.3	98.1	0.3
	样品②	65.11	66.55	97.8		
苯甲酸苄酯	样品①	57.40	57.05	100.6	100.9	0.2
	样品②	57.68	57.05	101.1		
水杨酸苄酯	样品①	44.53	44.13	100.9	100.9	0.1
	样品②	44.55	44.13	101.0		
肉桂酸苄酯	样品①	56.81	64.15	88.6	88.3	0.2
	样品②	56.54	64.15	88.1		

表6 洗涤剂基质中苧烯等22种物质加标测定准确度结果(低浓度)

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
苧烯	样品①	12.20	11.22	108.7	109.6	0.8
	样品②	12.40	11.22	110.5		
芳樟醇	样品①	12.45	11.60	107.3	109.0	1.6
	样品②	12.85	11.60	110.8		
2-辛炔酸甲酯	样品①	14.53	13.24	109.7	109.0	0.6
	样品②	14.34	13.24	108.3		
柠檬醛	样品①	9.527	12.77	74.6	76.1	2.0
	样品②	9.911	12.77	77.6		
香茅醇	样品①	11.12	10.24	108.6	107.9	0.6
	样品②	10.98	10.24	107.2		
香叶醇	样品①	10.91	10.11	107.8	106.5	1.3
	样品②	10.64	10.11	105.2		
α -异甲基紫罗兰酮	样品①	14.35	13.02	110.3	109.5	0.6
	样品②	14.17	13.02	108.8		
苯甲醇	样品①	14.67	13.59	107.9	107.2	0.6
	样品②	14.48	13.59	106.5		
羟基香茅醛	样品①	6.338	7.200	88.0	83.0	6.0
	样品②	5.616	7.200	78.0		
肉桂醛	样品①	13.76	12.50	110.1	109.8	0.2
	样品②	13.69	12.50	109.6		
丁香酚	样品①	13.50	12.67	106.6	105.9	0.6
	样品②	13.33	12.67	105.2		
戊基肉桂醛	样品①	8.991	8.020	112.1	111.4	0.6
	样品②	8.876	8.020	110.7		
茴香醇	样品①	17.14	15.28	112.2	109.5	2.4
	样品②	16.33	15.28	106.9		
肉桂醇	样品①	13.67	12.29	111.2	112.3	1.0
	样品②	13.93	12.29	113.4		
金合欢醇	样品①	13.26	15.22	87.1	86.5	0.6

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
异丁香酚	样品②	13.09	15.22	86.0		
	样品①	12.04	12.27	98.1	97.5	0.6
	样品②	11.88	12.27	96.8		
己基肉桂醛	样品①	9.929	8.755	113.4	112.8	0.6
	样品②	9.819	8.755	112.2		
香豆素	样品①	14.63	13.30	110.0	107.9	1.9
	样品②	14.08	13.30	105.9		
戊基肉桂醇	样品①	14.30	13.31	107.4	107.2	0.2
	样品②	14.24	13.31	107.0		
苯甲酸苄酯	样品①	12.12	11.41	106.2	107.2	1.0
	样品②	12.35	11.41	108.2		
水杨酸苄酯	样品①	10.09	8.825	114.3	111.4	2.6
	样品②	9.576	8.825	108.5		
肉桂酸苄酯	样品①	14.97	12.83	116.7	115.8	0.7
	样品②	14.75	12.83	115.0		

表7 洗涤剂基质中苧烯等22种物质加标测定准确度结果(高浓度)

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
苧烯	样品①	58.94	56.10	105.1	105.6	0.5
	样品②	59.58	56.10	106.2		
芳樟醇	样品①	61.47	58.00	106.0	106.1	0.1
	样品②	61.59	58.00	106.2		
2-辛炔酸甲酯	样品①	69.76	66.20	105.4	105.5	0.1
	样品②	69.88	66.20	105.6		
柠檬醛	样品①	65.05	63.85	101.9	102.1	0.2
	样品②	65.29	63.85	102.3		
香茅醇	样品①	54.48	51.20	106.4	106.5	0.1
	样品②	54.58	51.20	106.6		
香叶醇	样品①	60.55	50.57	119.7	119.8	0.1
	样品②	60.64	50.57	119.9		

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
α-异甲基紫罗兰酮	样品①	68.57	65.10	105.3	105.4	0.1
	样品②	68.71	65.10	105.5		
苯甲醇	样品①	71.51	67.95	105.2	105.3	0.1
	样品②	71.57	67.95	105.3		
羟基香茅醛	样品①	38.13	36.00	105.9	106.6	0.7
	样品②	38.65	36.00	107.4		
肉桂醛	样品①	65.54	62.48	104.9	105.0	0.1
	样品②	65.61	62.48	105.0		
丁香酚	样品①	65.84	63.35	103.9	103.8	0.1
	样品②	65.71	63.35	103.7		
戊基肉桂醛	样品①	42.83	40.10	106.8	106.0	0.8
	样品②	42.19	40.10	105.2		
茴香醇	样品①	80.99	76.40	106.0	106.1	0.1
	样品②	81.15	76.40	106.2		
肉桂醇	样品①	64.47	61.45	104.9	104.9	0.1
	样品②	64.40	61.45	104.8		
金合欢醇	样品①	67.05	76.10	88.1	88.2	0.1
	样品②	67.17	76.10	88.3		
异丁香酚	样品①	59.99	61.35	97.8	97.9	0.1
	样品②	60.10	61.35	98.0		
己基肉桂醛	样品①	46.52	43.78	106.3	106.5	0.2
	样品②	46.70	43.78	106.7		
香豆素	样品①	68.99	66.50	103.7	103.8	0.1
	样品②	69.13	66.50	104.0		
戊基肉桂醇	样品①	69.77	66.55	104.8	104.6	0.2
	样品②	69.52	66.55	104.5		
苯甲酸苄酯	样品①	60.98	57.05	106.9	107.0	0.1
	样品②	61.10	57.05	107.1		
水杨酸苄酯	样品①	47.39	44.13	107.4	108.0	0.5
	样品②	47.89	44.13	108.5		
肉桂酸苄酯	样品①	57.87	64.15	90.2	90.2	0.1

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
	样品②	57.86	64.15	90.2		

表8 洗衣粉基质中苧烯等22种物质加标测定准确度结果(低浓度)

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
苧烯	样品①	11.65	11.22	103.9	104.4	0.5
	样品②	11.78	11.22	105.0		
芳樟醇	样品①	12.03	11.60	103.7	104.3	0.5
	样品②	12.16	11.60	104.8		
2-辛炔酸甲酯	样品①	13.91	13.24	105.1	105.9	0.8
	样品②	14.14	13.24	106.8		
柠檬醛	样品①	13.653	12.77	106.9	105.0	1.9
	样品②	13.156	12.77	103.0		
香茅醇	样品①	10.51	10.24	102.6	101.1	1.4
	样品②	10.21	10.24	99.7		
香叶醇	样品①	11.49	10.11	113.5	114.2	0.5
	样品②	11.61	10.11	114.8		
α -异甲基紫罗兰酮	样品①	13.33	13.02	102.4	102.8	0.4
	样品②	13.44	13.02	103.2		
苯甲醇	样品①	15.77	13.59	116.0	114.6	1.2
	样品②	15.39	13.59	113.3		
羟基香茅醛	样品①	7.152	7.200	99.3	100.4	1.1
	样品②	7.304	7.200	101.4		
肉桂醛	样品①	13.17	12.50	105.4	105.9	0.5
	样品②	13.31	12.50	106.5		
丁香酚	样品①	12.51	12.67	98.7	98.4	0.3
	样品②	12.43	12.67	98.1		
戊基肉桂醛	样品①	8.500	8.020	106.0	108.7	2.5
	样品②	8.932	8.020	111.4		
茴香醇	样品①	15.93	15.28	104.2	104.5	0.3
	样品②	16.01	15.28	104.8		

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
肉桂醇	样品①	12.81	12.29	104.3	103.2	1.0
	样品②	12.55	12.29	102.1		
金合欢醇	样品①	12.76	15.22	83.8	84.3	0.5
	样品②	12.89	15.22	84.7		
异丁香酚	样品①	11.89	12.27	96.9	98.0	1.1
	样品②	12.16	12.27	99.1		
己基肉桂醛	样品①	9.224	8.755	105.4	105.5	0.2
	样品②	9.257	8.755	105.7		
香豆素	样品①	13.40	13.30	100.8	101.2	0.4
	样品②	13.51	13.30	101.6		
戊基肉桂醇	样品①	13.28	13.31	99.8	99.6	0.1
	样品②	13.24	13.31	99.5		
苯甲酸苄酯	样品①	11.83	11.41	103.6	102.5	1.1
	样品②	11.56	11.41	101.3		
水杨酸苄酯	样品①	9.353	8.825	106.0	104.7	1.3
	样品②	9.121	8.825	103.4		
肉桂酸苄酯	样品①	14.17	12.83	110.5	111.0	0.5
	样品②	14.30	12.83	111.5		

表9 洗衣粉基质中苧烯等22种物质加标测定准确度结果(高浓度)

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
苧烯	样品①	58.23	56.10	103.8	103.4	0.4
	样品②	57.77	56.10	103.0		
芳樟醇	样品①	58.96	58.00	101.7	100.9	0.7
	样品②	58.12	58.00	100.2		
2-辛炔酸甲酯	样品①	66.88	66.20	101.0	100.4	0.6
	样品②	66.08	66.20	99.8		
柠檬醛	样品①	65.11	63.85	102.0	101.6	0.4
	样品②	64.64	63.85	101.2		
香茅醇	样品①	50.90	51.20	99.4	98.9	0.5

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
香叶醇	样品②	50.35	51.20	98.3		
	样品①	50.53	50.57	99.9	99.1	0.8
α -异甲基紫罗兰酮	样品②	49.68	50.57	98.2		
	样品①	64.14	65.10	98.5	97.7	0.8
苯甲醇	样品②	63.10	65.10	96.9		
	样品①	76.25	67.95	112.2	111.5	0.7
羟基香茅醛	样品②	75.26	67.95	110.8		
	样品①	35.54	36.00	98.7	98.0	0.7
肉桂醛	样品②	35.02	36.00	97.3		
	样品①	62.40	62.48	99.9	99.4	0.4
丁香酚	样品②	61.85	62.48	99.0		
	样品①	61.90	63.35	97.7	97.7	0.1
戊基肉桂醛	样品②	61.94	63.35	97.8		
	样品①	40.31	40.10	100.5	99.8	0.7
茴香醇	样品②	39.74	40.10	99.1		
	样品①	74.77	76.40	97.9	97.3	0.6
肉桂醇	样品②	73.95	76.40	96.8		
	样品①	60.70	61.45	98.8	98.1	0.7
金合欢醇	样品②	59.91	61.45	97.5		
	样品①	63.45	76.10	83.4	82.8	0.7
异丁香酚	样品②	62.63	76.10	82.3		
	样品①	60.02	61.35	97.8	97.2	0.7
己基肉桂醛	样品②	59.22	61.35	96.5		
	样品①	43.11	43.78	98.5	97.8	0.7
香豆素	样品②	42.53	43.78	97.2		
	样品①	65.46	66.50	98.4	97.4	1.1
戊基肉桂醇	样品②	64.05	66.50	96.3		
	样品①	63.61	66.55	95.6	95.0	0.7
苯甲酸苄酯	样品②	62.78	66.55	94.3		
	样品①	57.61	57.05	101.0	100.3	0.7
	样品②	56.81	57.05	99.6		

组分名称	样品编号	测得量(μg)	加入量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RD(%)
水杨酸苄酯	样品①	42.17	44.13	95.6	96.9	1.4
	样品②	43.35	44.13	98.2		
肉桂酸苄酯	样品①	53.60	64.15	83.6	82.3	1.5
	样品②	52.02	64.15	81.1		

3.2.9 精密度

分别取准确度测定中洗涤剂、洗衣液、洗衣粉低浓度水平和高浓度水平的基质加标样品，分别连续进样6次，计算取相对标准偏差（RSD），结果见表10。

表10 基质样品中苧烯等22种物质加标测定精密度结果

被测物名称	洗衣液/RSD(%)		洗涤剂/RSD(%)		洗衣粉/RSD(%)	
	低浓度	高浓度	低浓度	高浓度	低浓度	高浓度
苧烯	2.6	0.9	5.1	4.4	2.4	1.1
芳樟醇	1.0	0.5	0.9	0.8	1.0	0.7
2-辛炔酸甲酯	2.7	1.2	5.9	1.2	3.6	1.8
柠檬醛	2.0	1.0	1.7	0.9	5.4	5.4
香茅醇	2.6	0.8	1.8	1.0	6.3	4.3
香叶醇	1.4	0.8	4.4	1.6	3.8	1.1
α-异甲基紫罗兰酮	1.8	1.6	4.1	1.5	2.6	4.1
苯甲醇	5.6	1.5	2.1	1.3	0.9	0.7
羟基香茅醛	1.5	1.1	1.8	0.7	0.8	0.9
肉桂醛	0.7	1.5	2.1	0.9	0.4	1.0
丁香酚	1.4	1.7	2.1	1.0	1.9	0.9
戊基肉桂醛	1.5	1.4	2.5	0.9	0.8	0.8
茴香醇	2.6	0.4	1.8	0.8	0.3	2.6
肉桂醇	4.0	1.0	2.4	0.4	0.7	1.4
异丁香酚	3.0	1.1	4.6	1.9	0.9	1.8
金合欢醇	1.0	0.6	3.7	0.8	5.9	5.6
己基肉桂醛	3.7	1.8	2.8	0.3	1.7	1.5
香豆素	1.8	1.2	1.3	0.7	1.8	0.7
戊基肉桂醇	2.2	0.6	1.8	0.8	4.4	1.4

被测物名称	洗衣液/RSD(%)		洗涤剂/RSD(%)		洗衣粉/RSD(%)	
	低浓度	高浓度	低浓度	高浓度	低浓度	高浓度
苯甲酸苄酯	1.4	0.7	4.6	0.7	4.6	3.8
水杨酸苄酯	3.0	0.5	1.5	0.8	3.7	2.6
肉桂酸苄酯	3.3	1.4	2.9	0.8	2.8	1.9

四、标准中涉及专利和知识产权说明

该标准内容不涉及专利。

五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况

《洗涤用品安全技术规范》（以下简称《规范》）作为强制性国家标准即将颁布实施，该标准将成为洗涤用品行业的基础性安全规范。将替代原标准GB 26396-2011，其中4.2.1 c) 规定“香精使用符合GB/T 22731中相关类别的限制规定”，而在GB/T 22731《日用香精》中规定了125种香料在12类应用日用香精的产品的最高限量，本方法针对的洗涤用品对应其中第10类产品，检测对象属于我国《儿童化妆品技术指导原则》规定的国内外权威机构发布的可能易致敏香料组分，对人体造成致敏的可能性较大，但目前缺乏洗涤剂中该类香料的检验标准，因此制订本标准能够填补相关检验标准的空白。

本标准的制定将为《规范》的有效实施提供监管依据，以确保对洗涤产品中致敏性香精香料含量的准确监测，同时填补配套检测方法的空白。该标准的实施预计将产生显著社会效益：一方面，可为政府监管部门提供科学、统一、规范的检测依据，强化对洗涤用品中有害物质残留的风险管控，保障消费者使用安全，降低生态环境风险；另一方面，能够引导并规范生产企业严格遵守《规范》要求，提升生产工艺与质量控制水平，推动洗涤用品行业向更安全、环保、高效方向转型升级，增强产品市场竞争力。从长远发展来看，标准的实施有助于提升行业整体技术门槛，促进技术创新与产品升级，为行业的健康可持续发展奠定更为坚实的基础。

六、与国际、国外对比情况

欧盟指令EC No.648/2004求，家用及工业用洗涤剂中 26 种致敏香料含量 $\geq 0.01\%$ 时必须标注，本方法中的22种香料均在上述26中致敏香料目录中。

在表面活性剂和洗涤用品国际标准体系下，尚没有上述22种致敏性香精香料的检测方法标准。

七、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

拟制定的标准符合《中华人民共和国标准化法实施条例》第三章第十一条的规定，属于需要在全国范围内统一的通用的试验、检验方法。

国家标准《洗涤用品安全技术规范》已完成公示及审定，已上报至相关政府部门。该标准是对GB/T 26396-2011版的修订，在GB/T 26396-2011版及强制性标准修订版中，对洗涤用品所用香精要求符合GB/T 22731《日用香精》的规定。在GB/T 22731《日用香精》标准中对洗涤用品中所用香精中的香料成分按不同品种规定了限值，拟制定的标准属于待发布的强制性标准《洗涤用品安全技术规范》的配套标准，为判定洗涤用品是否满足限值要求提供了手段。可以保证新制定的《洗涤用品安全技术规范》有效实施。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准性质的建议和说明

建议本标准以推荐性国家标准的形式发布。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准于发布3个月后实施。全国表面活性剂和洗涤剂标准化技术委员会负责组织该项标准的宣贯工作。

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。