



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

纸、纸板、纸浆和纸制品 蒽醌含量的测定

Paper, paperboard, pulp and paper products—Determination of anthraquinone content

（征求意见稿）

（本稿完成时间：2026.05）

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 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。

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/TC 141）归口。

本文件起草单位：杭州仕佰特科技有限公司、龙利得文化科技有限公司、河北省产品质量监督检验研究院、中船鹏力（南京）塑造科技集团有限公司、森林包装集团股份有限公司、福建中烟工业有限责任公司、中国制浆造纸研究院有限公司、中轻纸品检验认证有限公司。

本文件主要起草人：王东、郝盼盼、田春、朱勇、郑彦宁、徐龙平、莫梦辉、黄朝章、徐存培、王艳明、朱桥泳、王道铨、詹燕武、张竞帆、谢晶磊。

纸、纸板、纸浆和纸制品 蒽醌含量的测定

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了气相色谱-质谱法和液相色谱法测定纸、纸板、纸浆和纸制品中蒽醌含量的方法。本文件适用于各种纸、纸板、纸浆和纸制品中蒽醌含量的测定，制浆黑液参照执行。

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 450 纸和纸板 试样的采取及试样纵横向、正反面的测定

GB/T 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定

GB/T 740 纸浆 试样的采取

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 气相色谱-质谱法

4.1 原理

用95%的乙醇从纸、纸板、纸浆和纸制品中萃取蒽醌，采用气相色谱-质谱法进行检测，内标法定量。

4.2 试剂和材料

除另有规定，仅使用分析纯试剂。

4.2.1 水，GB/T 6682，一级。

4.2.2 乙醇（C₂H₅OH），95%（体积分数）。

4.2.3 甲苯，纯度≥99%。

4.2.4 蒽-d₁₀ 标准品（CAS 号：1719-06-8），或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.2.5 蒽-d₁₀ 储备溶液：质量浓度为 10 mg/L，或使用有证标准溶液。

4.2.6 蒽-d₁₀ 中间溶液：800 μg/L，将 2 mL 蒽-d₁₀ 储备溶液（4.2.5）移至 25 mL 容量瓶中，加入乙醇定容。

4.2.7 蒽醌 ($C_{14}H_8O_2$)，CAS 号为 84-65-1，纯度 $\geq 97\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.2.8 蒽醌储备溶液：250 mg/L，准确称取 25 mg（精确至 0.1 mg）蒽醌（4.2.7）于 100 mL 容量瓶中，加入适量甲苯（4.2.3）。之后将容量瓶置于超声波清洗器中，待蒽醌完全溶解后，冷却至室温，用乙醇定容至刻度。

4.2.9 蒽醌中间溶液：20 mg/L，移取 800 μ L 蒽醌储备溶液（4.2.8）至 10 mL 容量瓶中，加入乙醇（4.2.2）定容。

4.2.10 蒽醌中间溶液：1 mg/L，移取 500 μ L 蒽醌中间溶液（4.2.9）至 10 mL 容量瓶中，加入乙醇（4.2.2）定容。

4.2.11 蒽醌的校准溶液：分别移取 10 μ L、25 μ L、50 μ L、100 μ L 和 200 μ L 的蒽醌中间溶液（4.2.10）至 5 mL 容量瓶中，向每个容量瓶中加入 125 μ L 的内标中间溶液（4.2.6），用乙醇定容至刻度。校准溶液中的蒽醌浓度分别为 2 μ g/L、5 μ g/L、10 μ g/L、20 μ g/L 和 40 μ g/L，内标物蒽-d10 的浓度为 20 μ g/L。

4.3 仪器和设备

4.3.1 移液器：量程为 10 μ L~100 μ L、100 μ L~1000 μ L 和 0.5 mL~5 mL。

4.3.2 容量瓶：容量为 5 mL、10 mL、25 mL、100 mL 和 250 mL。

4.3.3 天平，分度值为 0.1 mg。

4.3.4 超声波清洗器。

4.3.5 具塞三角烧瓶，500 mL。

4.3.6 恒温水浴槽，精度为 ± 2 $^{\circ}$ C。

4.3.7 过滤装置，配备 G4 玻璃砂芯漏斗、500 mL 过滤瓶和真空泵。

4.3.8 气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）。

4.3.9 其他常用实验室玻璃器皿。

4.4 取样及样品处理

4.4.1 如果是评价一批纸浆，应按 GB/T 740 采取试样。如果试验用于评价一批纸和纸板，应按 GB/T 450 采取试样。如果评价其他类型的样品，应保证所取样品具有代表性。在取样的过程中，应戴干净的手套拿取试样，操作时应小心拿取，防止污染试样，并防止落灰尘。测试前，应按 GB/T 462 测定试样水分。

4.4.2 试样制备完毕至进行分析前，用铝箔或塑料袋包裹起来，贮于具有磨口玻璃塞的广口瓶中。试样制备完毕后应立即进行测定。

4.5 试验步骤

4.5.1 萃取

4.5.1.1 量取 200 mL 的 95%乙醇移至具塞三角烧瓶中，盖上塞子，在通风橱中加热至 60 $^{\circ}$ C。之后称取 10 g（以绝干计）试样剪碎成 1 cm^2 至 2 cm^2 的片状，放入盛有 95%乙醇的具塞三角烧瓶中，盖上塞子，于 60 $^{\circ}$ C 温度下萃取 2 h，不时振荡。将溶液从烧瓶中转移至 250 mL 容量瓶中，并用 60 $^{\circ}$ C 的 95%乙醇冲洗试样 2 次，洗涤液并入容量瓶中。如有必要，用过滤装置过滤提取滤液和洗涤液，滤液转移至 250 mL 容量瓶中。容量瓶中的试液冷却至室温后，用 95%乙醇定容至刻度。

4.5.1.2 移取 1 mL 的 95%乙醇提取液（4.5.1.1）置于进样瓶中，加入 25 μ L 的蒽-d10 中间溶液（4.2.6），混合均匀，制成待测溶液，直接进行 GC-MS 分析。

注：若需要，通过稀释容量瓶中的试液（4.5.1.1），以确保待测溶液（4.5.1.2）测试结果在蒽醌校准溶液（4.2.11）范围内。

4.5.1.3 除不加试样外，按上述步骤进行空白试验。

4.5.2 测定

4.5.2.1 气相色谱条件

下列操作条件已被证明对测试是合适的：

- a) 色谱柱：5%二苯基-95%二甲基聚硅氧烷，30 m（柱长）×0.25 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），或同等性能色谱柱；
- b) 载气：氦气（纯度>99.999%），流量 1.0 mL/min；
- c) 进样口温度：280 °C；
- d) 注射量：1 μL，不分流进样；
- e) 线速度：40 cm/s；
- f) 温度程序：100 °C 保持 1 min，以 10 °C/min 升至 240 °C，再以 15 °C/min 升至 290 °C，并保持 15 min；
- g) 接口温度：290 °C。

4.5.2.2 质谱条件：

- a) 离子源：电子轰击离子源（EI）；
- b) 离子源温度：230 °C；
- c) 溶剂延迟：4.5 min；
- d) 蒽醌的定量离子：180 *m/z*；
- e) 蒽醌的定性离子：76 *m/z*、151 *m/z*、152 *m/z*；
- f) 蒽-d10 的定量离子：188 *m/z*。

4.5.3 质谱分析

4.5.3.1 通过用 4.5.2 给出的气相色谱-质谱参考条件，记录蒽醌保留时间和蒽-d10 保留时间以及蒽醌定量离子与其定性离子的比率。通过绘制蒽醌定量离子面积和蒽-d10 定量离子面积的比值与蒽醌校准溶液（4.2.11）中蒽醌和蒽-d10 的相应质量浓度比，构建标准曲线。蒽醌和蒽-d10 的离子流图见附录 A 的图 A.1，质谱图见附录 A 的图 A.2 和图 A.3。

4.5.3.2 将待测溶液（4.5.1.2）按 4.5.2 的条件注入气相色谱-质谱联用仪（4.3.8）。依据校准标准（4.5.3.1）分析确定的保留时间，在色谱图中定位蒽醌和蒽-d10。

4.5.3.3 对相应保留时间的所有信号进行积分，以确定定量离子的峰面积，即蒽醌为 180 *m/z*，蒽-d10 为 188 *m/z*。为了准确识别，将待测溶液（4.5.1.2）中检测到的峰的蒽醌定量离子与其定性离子的比率，与从校准溶液分析中获得的比率进行比较，宜在指定的精度范围内进行匹配，例如 30%。

4.6 结果计算

从纸、纸板、纸浆和纸制品中萃取的蒽醌含量按式（1）进行计算：

$$M(AQ) = \frac{(C_1 - C_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

M (AQ) ——试样中蒽醌含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_I ——由标准曲线得出的试样溶液中对蒽醌的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

C₀ ——由标准曲线得出的空白溶液中对蒽醌的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

V ——萃取所用的溶剂体积，单位为升（L）；

f ——稀释倍数（未做稀释时 $f=1$ ）；

m ——试样的绝干质量，单位为克（g）。

结果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，结果保留至小数点后两位。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的 10%。

4.7 检出限和定量限

气相色谱-质谱法的检出限为 0.02 mg/kg，定量限为 0.05 mg/kg。

5 液相色谱法

5.1 原理

采用液相色谱法测定制浆黑液、纸、纸板、纸浆和纸制品中蒽醌的含量，蒽醌能溶解于乙腈溶液中，用乙腈/水作流动相，用紫外检测器在波长 254 nm 处测定，根据吸收峰面积计算各组分的含量，外标法定量。

5.2 试剂和材料

5.2.1 水，GB/T 6682，一级。

5.2.2 乙腈：色谱纯。

5.2.3 甲苯，纯度 $\geq 99\%$ 。

5.2.4 蒽醌（ $C_{14}H_8O_2$ ），CAS 号为 84-65-1，纯度 $\geq 97\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.2.5 蒽醌标准储备溶液：准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）蒽醌标准品（5.2.4）于 25 mL 容量瓶中，加甲苯（5.2.3）超声溶解，冷却至室温后用乙腈（5.2.2）定容至刻度，摇匀，制成 0.4 mg/mL 的标准储备溶液。

5.2.6 蒽醌标准中间溶液：准确移取 50 μ L 标准储备溶液（5.2.5）于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，摇匀，制成 2.0 mg/L 的标准中间溶液。

5.2.7 蒽醌标准溶液：分别准确移取适量标准中间溶液（5.2.6），用乙腈逐级稀释，配制成浓度为 0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L 的标准溶液。此浓度系列可根据实际需要进行调整。

5.3 仪器和设备

5.3.1 液相色谱仪，配有二极管阵列检测器或紫外检测器。

5.3.2 微量注射器，20 μ L。

5.3.3 容量瓶，容量为 10 mL 和 25 mL。

5.3.4 具塞广口瓶，容量为 60 mL。

5.3.5 聚四氟乙烯过滤器，孔径为 0.45 μ m。

5.3.6 超声仪。

5.3.7 天平，分度值为 0.1 mg。

5.4 取样及样品处理

同 4.4。

5.5 试验步骤

5.5.1 液相色谱分析条件

按仪器说明书设置测试条件，下列操作条件已被证明对测试是合适的：

- a) 色谱柱，C₁₈（5 μm，4.6 mm×150 mm）或性能相当者；
- b) 检测波长：254 nm；
- c) 流动相：乙腈+水（60+40）；
- d) 柱温：30 ℃；
- e) 流动相流速：1.5 mL/min；
- f) 进样量：20 μL。

5.5.2 标准曲线的绘制

按 5.5.1 所列测定条件，取 20 μL 标准溶液（5.2.7）注入液相色谱仪进行检测。以蒽醌浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，得到线性方程。蒽醌的色谱图见附录 A 的图 A.4。

5.5.3 试样的测定

5.5.3.1 若样品为制浆黑液，将黑液试样置于超声浴中处理约 5 min，使试样充分均匀。吸取 1 mL 黑液于 25 mL 容量瓶中，先加入约 10 mL 乙腈，超声使蒽醌充分溶解，冷却至室温后用乙腈定容至刻度，摇匀。经 0.45 μm 聚四氟乙烯滤膜过滤，取滤液作为液相色谱分析试样。

5.5.3.2 若样品为纸浆、纸、纸板或纸制品，称取 1 g（精确至 0.1 mg）试样，置于 60 mL 具塞广口瓶中，向瓶中加入 25 mL 乙腈，将瓶塞塞紧后，置于超声浴中处理 10 min。然后用 0.45 μm 孔径的聚四氟乙烯过滤器过滤，取滤液作液相色谱分析试样。

5.5.3.3 将 5.5.3.1 或 5.5.3.2 中的滤液按 5.5.1 分析条件进行测定，以保留时间定性，以色谱峰面积定量。

5.5.3.4 除不加试样外，按上述步骤进行空白试验。

5.6 结果计算

5.6.1 从制浆黑液中萃取的蒽醌含量按式（2）进行计算：

$$M(\text{AQ}) = \frac{(C_1 - C_0) \times V \times f}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$M(\text{AQ})$ ——试样中的蒽醌含量，单位为毫克每升（mg/L）；

C_1 ——由标准曲线得出的试样溶液中对蒽醌的质量浓度，单位为微克每升（mg/L）；

C_0 ——由标准曲线得出的空白溶液中对蒽醌的质量浓度，单位为微克每升（mg/L）；

V ——萃取所用的溶剂体积，单位为毫升（mL）；

f ——稀释倍数（未做稀释时 $f=1$ ）；

V_0 ——试样的体积，单位为毫升（mL）。

5.6.2 从纸、纸板、纸浆和纸制品中萃取的蒽醌含量按式（3）进行计算：

$$M(\text{AQ}) = \frac{(C_2 - C_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$M(\text{AQ})$ ——试样中 D 蒽醌含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_2 ——由标准曲线得出的试样溶液中对蒽醌的质量浓度，单位为微克每升（mg/L）；

C_0 ——由标准曲线得出的空白溶液中对应蒽醌的质量浓度，单位为微克每升（mg/L）；

V ——萃取所用的溶剂体积，单位为毫升（mL）；

f ——稀释倍数（未做稀释时 $f=1$ ）；

m ——试样的绝干质量，单位为克（g）。

5.6.3 结果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，结果保留至小数点后两位。

5.6.4 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的 10%。

5.7 检出限和定量限

液相色谱法的检出限为 0.20 mg/kg，定量限为 0.50 mg/kg。

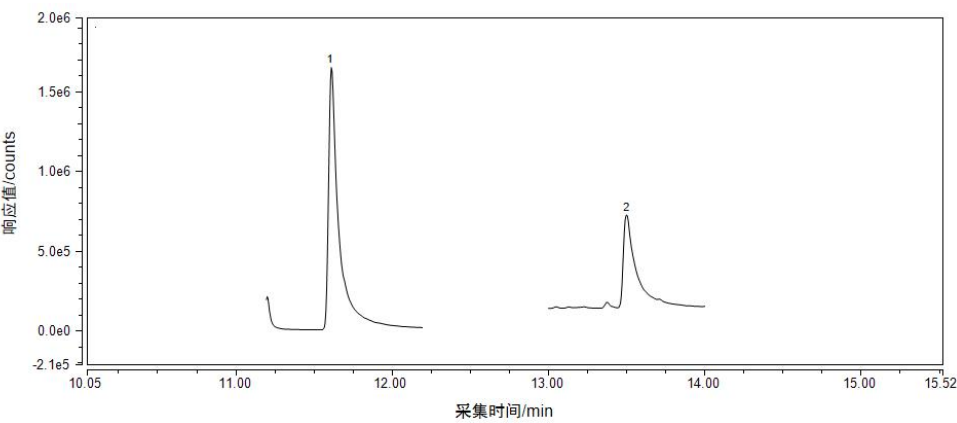
6 试验报告

测试报告应包括以下内容：

- a) 本文件编号；
- b) 完整识别试样所需的全部信息；
- c) 使用的方法（气相色谱-质谱法或液相色谱法）；
- d) 试验的日期和地点；
- e) 样品中蒽醌含量的测定结果及偏差；
- f) 任何偏离本文件以及可能影响测定结果的操作。

附 录 A
(资料性)
蒽醌和蒽-d10的离子流图、质谱图和色谱图

蒽醌和蒽-d10的离子流图见图A. 1，蒽醌和蒽-d10的质谱图见图A. 2和图A. 3。

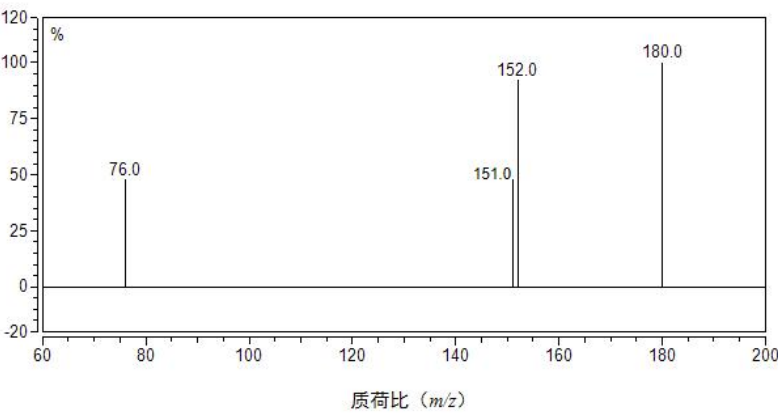


标引序号说明:

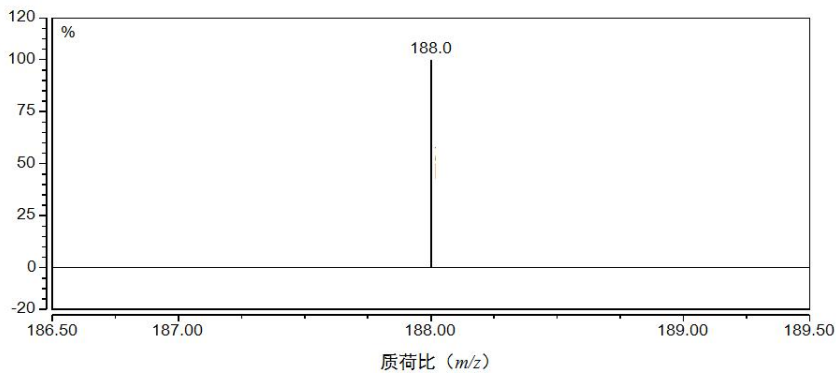
1——蒽-d10;

2——蒽醌。

图A. 1 蒽醌（40 $\mu\text{g/L}$, m/z 180）和蒽-d10（20 $\mu\text{g/L}$, m/z 188）的提取离子流图

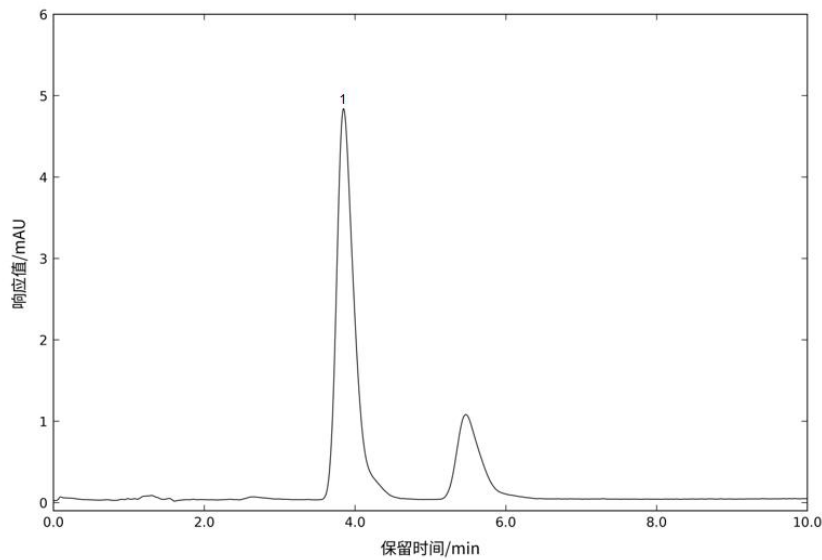


图A. 2 蒽醌（40 $\mu\text{g/L}$ ）的质谱图



图A.3 蒽-d10 (20 μg/L) 的质谱图

蒽醌的色谱图见图A. 4。



标引序号说明：
1——蒽醌。

图A. 4 蒽醌 (0.1 mg/L) 的色谱图

《纸、纸板、纸浆和纸制品 蒽醌含量的测定》

国家标准编制说明（征求意见稿）

一、工作简况

1 任务来源

2025 年 3 月，国家标准化管理委员会批准下达该标准制修订计划项目，计划项目号：20250881-T-607，计划要求制定《纸、纸板、纸浆和纸制品 蒽醌含量的测定》国家标准。

2 制定背景

蒽醌是重要的化工原料和有机中间体，广泛用于造纸工业、合成染料、农作物保护、医药等领域。从 20 世纪 70 年代开始，蒽醌即作为化学助剂用于碱法蒸煮制浆。蒽醌作为蒸煮助剂，不仅可以降低用碱量、加快脱木素反应，还可以缩短蒸煮时间、提高制浆得率、提高纸浆的某些物理强度指标，蒽醌也被认为是最经济有效的蒸煮助剂。

我国是蒽醌生产和出口大国，蒽醌生产厂家有 30 多家，蒽醌年产量达 12 万吨以上。近些年来，随着《国务院关于加快建立健全绿色低碳循环发展经济体系的指导意见》、《“十四五”全国清洁生产推行方案》和《制浆造纸行业清洁生产评价指标体系》等环保政策及文件的下达，社会对安全环保生产的关注度提升，对制浆造纸废水废液中各类化学物质含量提出了限制，其中纸、纸板、纸浆和纸制品等可能会长期接触人体的产品中有害物含量也引起了广泛关注。相关毒理学研究表明，长期接触蒽醌会引起过敏性湿疹、鼻炎和支气管哮喘。鉴于蒽醌及其衍生物在废水、大气、土壤、食品包装和实际食品中的检出报道情况，有必要重视其对环境 and 公共健康的影响。

欧盟认为蒽醌具有致癌性，将其视为农药的一种，2013 年下半年起逐步加大了对输欧产品蒽醌残留量的检测力度；国际癌症研究机构将蒽醌划分为“对人类可能致癌”（2B）类。目前尚无针对纸、纸板、纸浆和纸制品中蒽醌含量检测的国家或行业标准方法，有必要制定该标准以填补行业空白，引入气相色谱质谱法和液相色谱法等提升检测特异性和结果准确性的方法，实现对造纸领域各类产品中蒽醌含量的有效监测和全面评估。

3 主要起草过程

(1) 2025 年 3 月, 该项目计划下达;

(2) 2025 年 4 月~9 月, 全国造纸工业标准化技术委员会在微信公众号及其他网站公开征集标准起草单位, 并成立标准起草小组;

(3) 2025 年 9 月~2026 年 5 月, 起草小组对蒽醌的相关测试方法进行调研, 收集了国内外相关技术文献和资料, 在草案的基础上, 标准起草小组组织进行了试验验证, 根据试验数据对标准草案进行完善, 并在此期间召开了起草小组研讨会, 于 5 月形成标准征求意见稿。

4 主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

本标准由杭州仕佰特科技有限公司牵头, 龙利得文化科技有限公司、河北省产品质量监督检验研究院、中船鹏力(南京)塑造科技集团有限公司、森林包装集团股份有限公司、福建中烟工业有限责任公司、中国制浆造纸研究院有限公司、中轻纸品检验认证有限公司等多家企业和研究机构共同参加起草。

主要成员: 王东、郝盼盼、田春、朱勇、郑彦宁、徐龙平、莫梦辉、黄朝章、徐存培、王艳明、朱桥泳、王道铨、詹燕武、张竞帆、谢晶磊。

所做的工作: 王东作为标准起草工作的总负责人, 全面统筹技术路线的制定、标准文本的起草、征求意见的组织与汇总, 以及对标准草案的制定与完善工作。郝盼盼、田春、朱勇、郑彦宁主要负责技术资料的搜集、整理与分析, 为标准的科学性提供支持。徐龙平、莫梦辉、黄朝章、徐存培、王艳明承担验证试验的具体实施与数据分析任务, 确保方法内容的可靠性与适用性。朱桥泳、王道铨、詹燕武、张竞帆、谢晶磊负责开展相关调研工作, 并在标准起草与审核过程中提供必要协助, 共同保障标准编制工作的顺利推进。

二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据

1 编制原则

本标准依据 GB/T 1.1—2020 给出的规则起草, 秉持科学性、实用性和协调性原则。针对纸浆、纸、纸板及纸制品的基质特性, 确定气相色谱-质谱法和液相色谱法为核心检测方法, 充分覆盖造纸行业全品类产品检测场景。气相色谱-质谱法灵敏度高、特异性强, 适合痕量蒽醌的定量分析; 液相色谱法操作简便、成本较低, 适合常规检测需求。通过多轮试验优化前处理条件、仪器参数与定量方式, 确保方法检出限满足行业检测与质量管控需求。

2 主要内容及其确定依据

本标准规定了纸、纸板、纸浆和纸制品中蒽醌含量的测定方法，包括气相色谱-质谱法（GC-MS）和液相色谱法（HPLC）两种方法。气相色谱-质谱法以 95% 乙醇萃取蒽醌，采用蒽-d10 为内标，通过质量比和相对校正因子计算蒽醌含量；液相色谱法以乙腈萃取蒽醌，采用紫外检测器在 254 nm 波长处检测，外标法定量。标准内容依据造纸行业产品检测需求和国内外蒽醌管控趋势，经方法学验证和实际样品检测确定核心技术参数。

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益和社会效益

1 试验验证的分析、综述报告

1.1 气相色谱-质谱法（GC-MS）试验验证

1.1.1 标准曲线

分别配制浓度为 2 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、40 μg/L、80 μg/L 和 100 μg/L 的蒽醌标准工作液，以蒽-d10 为内标（浓度 20 μg/L），按浓度由低到高依次注入气相色谱-质谱仪进行分析。以蒽醌峰面积为纵坐标，蒽醌标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线，气相色谱-质谱法蒽醌标准曲线及校正数据如图 1 所示。

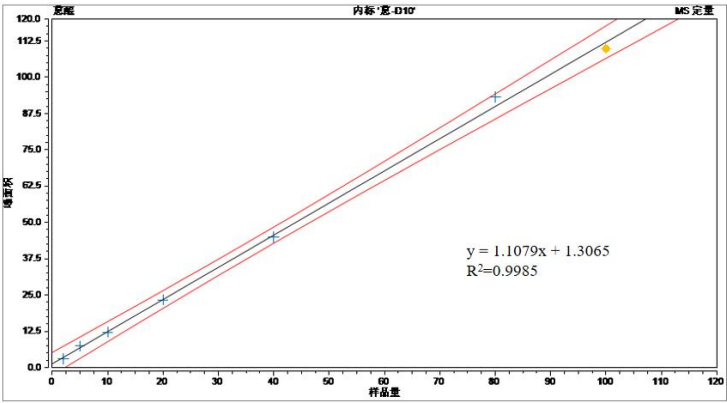


图 1 气相色谱-质谱法蒽醌标准曲线

从线性方程及相关系数分析得出，蒽醌标准曲线线性方程和相关系数均能够满足测试的需要。蒽醌标准品的气相色谱-质谱法色谱图如图 2 所示，蒽醌保留时间约为 13.484 min，内标物蒽-d10 保留时间约为 11.615 min，两者分离效果良好。

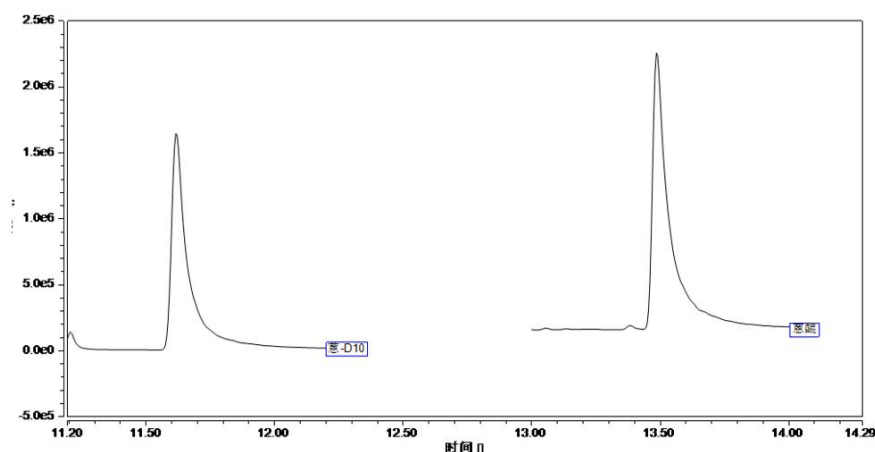


图 2 蒎醌标准品的气相色谱-质谱法色谱图

1.1.2 检出限（LOD）和定量限（LOQ）

检出限和定量限是评价分析方法灵敏度的关键性能指标。本标准依据 GB/T 27417-2017 中信噪比法进行评估，以 3 倍信噪比（ $S/N \geq 3$ ）对应的浓度为方法检出限（LOD），以 10 倍信噪比（ $S/N \geq 10$ ）对应的浓度为方法定量限（LOQ）。气相色谱-质谱法最低标准曲线浓度点（ $2 \mu\text{g/L}$ ）的信噪比（ S/N ）实测值为 12.0。据此，按 $\text{LOD} = C \times 3 / (S/N)$ 和 $\text{LOQ} = C \times 10 / (S/N)$ 进行折算，其中 C 为最低标准浓度点浓度。按标准规定的取样量 10 g、萃取溶剂定容体积 250 mL 计算， $\text{LOD} (\text{mg/kg}) = \text{LOD} (\mu\text{g/L}) \times 0.250/10 = 0.013 \text{ mg/kg}$ ， $\text{LOQ} (\text{mg/kg}) = \text{LOQ} (\mu\text{g/L}) \times 0.250/10 = 0.042 \text{ mg/kg}$ ，考虑到不同实验室仪器状态和操作条件的差异，以及日常检测中基质效应的波动，为确保方法在实际应用中的可靠性，将检出限和定量限分别定为 0.02 mg/kg 和 0.05 mg/kg，结果如表 1 所示。

表 1 气相色谱-质谱法检出限和定量限

化合物	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)
蒎醌	0.02	0.05

上述结果表明，气相色谱-质谱法的检出限远低于通常的蒎醌关注水平，具备对纸、纸板、纸浆和纸制品中痕量蒎醌进行可靠定量的能力。质谱检测器的高选择性和选择离子监测（SIM）模式的应用是实现低检出限的关键因素，蒎醌特征离子 m/z 180 的高信噪比保证了低浓度区间的检测可靠性。

1.1.3 精密度测试

精密度是衡量方法重复性和稳定性的重要指标。由于前期筛查发现正常纸浆样品中蒽醌含量极低，气相色谱-质谱法检测多个纸浆样品结果均为未检出（<LOD），因此本次精密度验证采用阴性样品加标回收方式进行。以 1000 mg/L 蒽醌标准溶液为加标用标液，向纸巾样品中加入适量标液，经 95%乙醇于 60 °C 萃取 2 h 后定容至 250 mL，按标准规定的 GC-MS 方法进行测定，结果如表 2 所示。

表 2 气相色谱-质谱法精密度验证数据

样品类型	测试次数	测定结果（μg/L）	平均值（μg/L）	RSD（%）
纸巾	1#	79.17	79.05	2.5
	2#	79.75		
	3#	79.64		
	4#	77.98		
	5#	82.74		
	6#	77.01		
	7#	77.07		

结果显示，气相色谱-质谱法对纸巾样品的精密度 RSD 为 2.5%，满足 GB/T 27417—2017 要求。

1.1.4 加标回收率

考虑到正常样品中蒽醌多为未检出，本次验证采用阴性样品加标回收方式。分别向四类样品中加入已知体积的 1000 mg/L 蒽醌标准溶液，经 95%乙醇萃取后定容至 250 mL 进行 GC-MS 测定。根据加标体积和定容体积折算理论加标浓度，计算加标回收率，结果如表 3 所示。

表 3 气相色谱-质谱法加标回收数据

样品类型	加标量（μL）	理论浓度（μg/L）	平均测定值（μg/L）	回收率（%）	RSD（%）
纸（n=7）	20	80	79.05	96.3~103.4	2.5
纸板（n=2）	20	80	80.38	100.5	0.02
纸浆（n=2）	25	100	96.00	95.4~96.6	0.9
纸制品（n=2）	18	72	73.30	99.9~103.7	2.7

结果显示，气相色谱-质谱法对四类样品的加标回收率范围为 95.4%~103.7%，

满足 GB/T 27417—2017 要求。值得注意的是，纸浆样品的平均回收率略低于其他基质（约 96%），这可能与纸浆纤维基质对蒽醌的吸附作用较强有关，醇溶液在萃取过程中需与纤维素基质竞争解吸蒽醌分子，但该回收率水平仍完全满足定量分析要求。

1.2 液相色谱法（HPLC）试验验证

1.2.1 标准曲线

分别配制浓度为 0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L 和 2.0 mg/L 的蒽醌标准工作液，按浓度由低到高依次注入液相色谱仪进行分析，以峰面积为纵坐标、蒽醌标准溶液浓度为横坐标绘制标准曲线，标准曲线信息如图 3 所示。

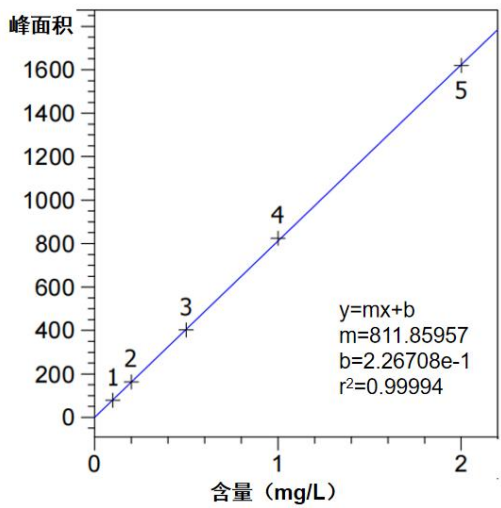


图 3 液相色谱法蒽醌标准曲线

从线性方程及相关系数分析得出，液相色谱法蒽醌标准曲线在（0.1~2.0）mg/L 范围内线性关系良好，相关系数达 0.99994，完全满足定量分析对线性的要求。与气相色谱-质谱法相比，液相色谱法的线性范围覆盖了更高浓度区间，更适合蒽醌含量较高的样品（如制浆黑液）的分析。

液相色谱法蒽醌纸浆样品色谱图如图 4 所示，蒽醌保留时间约为 3.874 min，出峰尖锐对称，基线分离良好，紫外检测器在 254 nm 波长处对蒽醌具有较强的吸收响应（蒽醌的共轭蒽醌母核结构使其在 254 nm 处具有强紫外吸收）。

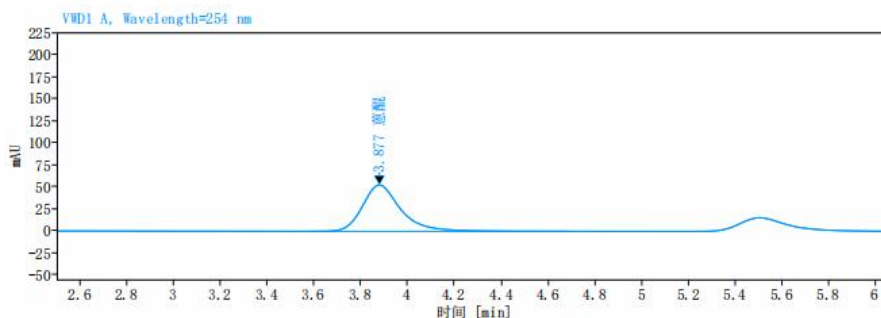


图 4 液相色谱法蒽醌纸浆样品色谱图

1.2.2 检出限（LOD）和定量限（LOQ）

液相色谱法采用与气相色谱-质谱法相同的信噪比法评估检出限和定量限。液相色谱法 0.01 mg/L 浓度点蒽醌色谱峰的信噪比（S/N）实测值为 6.8。按标准规定的取样量 1 g、乙腈萃取后定容体积 25 mL 计算， $LOD(mg/kg)=LOD(mg/L) \times 25/1=0.11\text{ mg/kg}$ ， $LOQ(mg/kg)=LOQ(mg/L) \times 25/1=0.37\text{ mg/kg}$ ，考虑到不同实验室仪器状态和操作条件的差异，以及日常检测中基质效应的波动，为确保方法在实际应用中的可靠性，将检出限和定量限分别定为 0.20 mg/kg 和 0.50 mg/kg，结果如表 4 所示。

表 4 液相色谱法检出限和定量限

化合物	检出限（mg/kg）	定量限（mg/kg）
蒽醌	0.20	0.50

液相色谱法的检出限和定量限高于气相色谱-质谱法，但对于制浆黑液及蒽醌含量较高的样品，仍可满足实际检测需求。两种方法在灵敏度上形成互补，适用于不同检测场景。

1.2.3 精密度测试

采用与气相色谱-质谱法相同的加标验证策略，以 1000 mg/L 蒽醌标准溶液为加标用标液，向纸巾样品中加入适量标液，经乙腈超声萃取 10 min 后定容至 25 mL，按标准规定的 HPLC 方法进行测定，进行 9 次平行测定，结果如表 5 所示。

表 5 液相色谱法精密度验证数据

样品类型	测试次数	测定结果（mg/L）	平均值（μg/L）	RSD（%）
------	------	------------	-----------	--------

纸巾	1#	0.739	0.738	0.12
	2#	0.737		
	3#	0.737		
	4#	0.737		
	5#	0.739		
	6#	0.737		
	7#	0.737		
	8#	0.737		
	9#	0.738		

结果显示，液相色谱法对纸巾样品的精密度 RSD 为 0.12%，满足 GB/T 27417—2017 要求。

1.2.4 加标回收率

向四类样品中分别加入已知体积的 1000 mg/L 蒽醌标准溶液，经乙腈超声萃取后定容至 25 mL 进行 HPLC 测定，计算加标回收率，结果如表 6 所示。

表 6 液相色谱法加标回收数据

样品类型	加标量 (μL)	理论浓度 (mg/L)	平均测定值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%)
纸 (n=7)	18	0.72	0.738	102.4~102.6	0.12
纸板 (n=2)	25	1.00	0.933	93.3	0.00
纸浆 (n=2)	20	0.80	0.846	105.6~105.8	0.08
纸制品 (n=2)	18	0.72	0.746	103.2~103.9	0.47

结果显示，液相色谱法对四类样品的加标回收率范围为 93.3%~105.8%，满足 GB/T 27417—2017 对化学分析方法加标回收率的要求。纸板样品回收率为 93.3%，略低于其他基质，可能与食品包装纸表面涂层或填料对蒽醌的吸附或对乙腈萃取效率的影响有关，但该回收率仍在可接受范围内。纸浆样品回收率约 105.7%，略偏高，推测与纸浆纤维在超声作用下释放微量基质干扰物有关，但偏差幅度不影响定量准确性。

1.3 两种方法检测性能比较与适用性分析

综合上述试验验证结果，两种方法的主要检测性能参数比较如表 7 所示。

表 7 两种方法检测性能比较

性能参数	气相色谱-质谱法	液相色谱法
线性范围	2~100 µg/L	0.1~2.0 mg/L
线性相关系数	$r = 0.99925$	$r = 0.99994$
检出限 (mg/kg)	0.02	0.20
定量限 (mg/kg)	0.05	0.50
精密度	0.02%~2.7%	0.00%~0.47%
加标回收率	95.4%~103.7%	93.3%~105.8%
定量方式	内标法 (葱-d10)	外标法

从表 7 可以看出，两种方法各有侧重，气相色谱-质谱法灵敏度更高，检出限和定量限约为液相色谱法的 1/10，且质谱的多离子确证机制有利于复杂基质中葱醌的准确定性，适用于痕量分析和争议仲裁；液相色谱法精密度更优，操作相对简便，仪器成本较低，适用于企业日常质控和常规检测。本标准同时纳入两种方法，使用者可根据检测目的、样品类型和实验室条件选择。当检测结果存在争议时，以气相色谱-质谱法为仲裁方法。

1.4 样品测试

起草组采用上述两种方法对多种样品进行了葱醌含量的测定。前期利用气相色谱-质谱法对多种市售纸浆样品进行筛查，结果见表 8。

表 8 气质法葱醌含量测定结果

编号	样品名称	测试结果
1#	漂白浆	未检出 (定量限为 0.05 mg/kg)
2#	防油纸	未检出 (检出限为 0.16 mg/kg)
3#	木浆	未检出 (检出限为 0.02 mg/kg)
4#	竹浆	
5#	蔗渣浆	
6#	麻浆	
7#	草浆	

由于前期筛查表明市售样品中葱醌含量普遍低于检出限，本次验证采用向阳

性样品中添加定量蒽醌标准溶液的方式，自行制备了纸、纸板、纸浆和纸制品四类代表性已知浓度的阳性测试样品，各样品均进行两次独立测定，结果见表 9。

表 9 蒽醌含量测定结果

测试方法	样品类型	制备浓度 (μg/L)	测定结果 (μg/L)	平均值 (μg/L)	偏差 (%)
气相色谱-质谱法	纸巾	80.00	82.74	79.05	7.25
			77.01		
	纸板	80	80.40	80.38	0.04
			80.37		
	纸浆	100	96.62	96.00	1.30
			95.37		
	纸制品	72	74.68	73.30	3.78
			71.91		
液相色谱法	纸巾	720	739	738	0.27
			737		
	纸板	1000	933	933	0.00
			933		
	纸浆	800	845	846	0.12
			846		
	纸制品	720	743	746	0.67
			748		

验证结果表明，两种方法对各类样品基质均具有良好的适用性、准确性和可靠性，两次独立测定结果的偏差均小于算术平均值的 10%，可满足纸、纸板、纸浆和纸制品中蒽醌含量的日常检测和质量监控需求。

2 预期的经济、社会和生态效益

本标准通过规范纸、纸板、纸浆和纸制品中蒽醌含量的测定方法，为行业提供统一的检测依据，减少因方法差异导致的贸易争议和重复检测成本，提升我国纸浆及纸制品在国际市场的竞争力。标准的发布为监管部门提供了执法技术支撑，有利于加强食品接触用纸制品中蒽醌残留的质量监督，保障消费者健康安全。统一的检测方法也将提升各检测机构结果的一致性和公信力，推动食品接触材料安

全管理体系的完善。标准实施后可引导企业精准控制蒽醌用量，推动造纸行业绿色转型和清洁生产目标的实现。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

本标准未以国际标准为基础起草，因此未引用或采用国际国外标准。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准与现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在起草过程中未发现重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准在起草过程中未发现涉及专利的情况。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

该标准发布后，建议组织标准宣贯推动标准的实施，建议发布后6个月实施。该标准为制定标准，无废止现行相关标准的情况。

十、其他应当说明的事项

标准计划下达时，牵头起草单位为中国制浆造纸研究院有限公司，在标准起草过程中，杭州仕佰特科技有限公司承担了本标准的主要试验验证及文本编制工作。因此对标准牵头单位进行了调整，由中国制浆造纸研究院有限公司调整为杭州仕佰特科技有限公司。

标准起草工作组

2026年5月