

ICS 87.080
分类号: A17
备案号: 23387-2008

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB 2930.1—2008

油墨中某些有害元素的限量及其测定方法 第 1 部分: 可溶性元素

**Limits and determination method of certain toxic elements in printing ink
Part 1: Soluble elements**

2008-02-01 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本部分的全部技术内容为强制性。

QB 2930《油墨中某些有害元素的限量及其测定方法》分为二个部分：

——第1部分：可溶性元素；

——第2部分：铅、汞、镉、六价铬。

本部分为QB 2930的第1部分。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国油墨标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家印刷装潢制品质量监督检验中心、北京优威科技有限公司、天津东洋油墨有限公司、上海牡丹油墨有限公司、杭华油墨化学有限公司、天津天女化工集团股份有限公司、叶氏油墨（中山）有限公司、太原高氏劳瑞油墨化学有限公司、上海油墨泗联化工有限公司、上海 DIC 油墨有限公司、海盐华达油墨化学有限公司、中山大学化学学院高分子研究所油墨/涂料中心。

本部分主要起草人：苏传健、刘德文、周梅、方安国、黄荣海、杜仲江、吴少棠、高永峰、李明玉、柴莹、张跃成、王小妹。

本部分首次发布。

油墨中某些有害元素的限量及其测定方法

第1部分：可溶性元素

1 范围

本部分规定了油墨中可溶性元素（锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞、硒）的最大限量要求，样品制备和测定方法。

本部分适用于油墨产品，油墨印刷制品也可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 总则

本部分为油墨生产及使用的安全通用技术要求。

本部分旨在最大可能地保护人体的生命和健康，减少对环境的污染和破坏，不应损害使用者或第三者的安全或健康。

4 技术要求

油墨中可溶性元素的最大限量（mg/kg）见表1。

表1

单位为毫克每千克

锑 (Sb)	砷 (As)	钡 (Ba)	镉 (Cd)	铬 (Cr)	铅 (Pb)	汞 (Hg)	硒 (Se)
60	25	1000	75	60	90	60	500

5 方法提要

对于油墨及油墨印刷制品，直接采用酸溶出方法处理，用0.07mol/L的HCl（模拟人体胃酸）将试样中的锑、钡、镉、铬、铅、硒、汞、砷溶出，然后将溶出液导入火焰原子吸收分光光度计和原子荧光分光光度计或ICP电感耦合等离子体原子发射分光光度计进行检测。

6 原则

可溶性元素是模拟材料在吞咽后与胃酸持续接触一段时间的条件下，从油墨中提取出的溶出物，采用检出限适当的分析方法定量测定可溶性元素的含量。

7 样品制备

7.1 油墨

7.1.1 测试试样取样程序

将试样搅拌均匀后，在玻璃板上制备涂膜，待完全干燥后取样（若烘干，则温度不应超过80℃），在室温下将其粉碎，并通过0.5mm金属筛过筛后待处理。

注：如涂膜不易粉碎成0.5mm，可不过筛直接进行样品处理。

7.1.2 提取程序

将粉碎的试样称取0.5g，放入25mL比色管中，加入0.07mol/L的HCl溶液25mL，用超声波振荡器震荡30min，然后在室温下静置1h，过滤至另一支25mL比色管中。

7.2 油墨印刷制品

如印刷品上的油墨涂层可单独移取，则测试试样按7.1.2进行提取；如印刷品上的油墨涂层不能单独移取，则按7.2.1进行提取。

7.2.1 提取程序

在这种情况下，测试试样从印刷品上直接提取，使测试试样同时包括含涂层部位的代表性试样。将移取的测试试样称取1.0g，放入25mL比色管中，加入25mL水，充分浸渍，得到均匀混合物。将混合物定量转移到50mL比色管中，加入0.14mol/L的盐酸溶液25mL，用超声波振荡器震荡1h，然后在室温下静置1h，过滤至另一支50mL比色管中。

8 检验方法

8.1 可溶性元素锑、钡、镉、铬、铅、硒的检验方法

8.1.1 试剂和材料

分析测试中须使用合格的分析纯试剂。

8.1.1.1 盐酸溶液 1: $c(\text{HCl}) = (0.07 \pm 0.005) \text{ mol/L}$;

盐酸溶液 2: $c(\text{HCl}) = (0.14 \pm 0.005) \text{ mol/L}$;

硝酸溶液: $c(\text{HNO}_3) = (0.5 \pm 0.005) \text{ mol/L}$ 。

8.1.1.2 六种可溶性元素的标准溶液。

8.1.1.3 水: 至少达到 GB/T 6682 规定的 3 级纯度。

8.1.1.4 乙炔。

8.1.1.5 压缩空气（由空气压缩机提供）。

8.1.2 仪器和设备

8.1.2.1 比色管（25mL、50mL）。

8.1.2.2 超声波振荡器。

8.1.2.3 孔径为 0.5mm 的金属筛、漏斗、普通滤纸。

8.1.2.4 火焰原子吸收分光光度计: 适用于待测可溶性元素的测量波长，并装有一个可通入乙炔和空气的燃烧器。

8.1.2.5 元素光谱源: 铅空心阴极灯、铬空心阴极灯、镉空心阴极灯、钡空心阴极灯、锑空心阴极灯、硒空心阴极灯。

8.1.2.6 移液管（5mL、10mL）。

8.1.2.7 容量瓶（100mL）。

8.1.3 标准曲线的绘制

8.1.3.1 标准参比溶液的制备

六种可溶性元素的参比溶液应在当天使用当天配制。

用移液管分别向100mL容量瓶中注入不同体积的每一种元素的标准溶液，然后用0.5mol/L的硝酸溶液将每个容量瓶中的溶液稀释至刻度，并充分摇匀。

六种可溶性元素标准参比溶液的建议浓度见表2、表3、表4、表5、表6、表7。

表2

标准参比溶液序号 (No.)	标准参比溶液中相应的铅浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)
0	0
1	0.5
2	1
3	2.5

注：0号为空白试验溶液。

表3

标准参比溶液的序号 (No.)	标准参比溶液中相应的铬浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)
0	0
1	0.1
2	0.2
3	0.5

注：0号为空白试验溶液。

表4

标准参比溶液的序号 (No.)	标准参比溶液中相应的镉浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)
0	0
1	0.1
2	0.2
3	0.5

注：0号为空白试验溶液。

表5

标准参比溶液的序号 (No.)	标准参比溶液中相应的钡浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)
0	0
1	5
2	10
3	20

注：0号为空白试验溶液。

表6

标准参比溶液的序号 (No.)	标准参比溶液中相应的铈浓度/ (μg/mL)
0	0
1	5
2	10
3	20

注：0号为空白试验溶液。

表7

标准参比溶液的序号 (No.)	标准参比溶液中相应的硒浓度/ (μg/mL)
0	0
1	5
2	10
3	20

注：0号为空白试验溶液。

8.1.3.2 光谱测量

将金属光谱源安装在火焰原子吸收分光光度计上并于最佳条件时测定。按照仪器使用说明调节该仪器，为取得最大的吸光度，测量不同的元素应调节单色器至相应的波长处（铅：283.3nm，铬：357.9nm，镉：228.8nm，钡：553.6nm，铈：217.6nm，硒：196.0nm）。

根据吸气器——燃烧器的特性，调节乙炔和空气的流量，并点燃火焰，设置读数范围，使浓度最大的标准参比溶液给出一个满刻度偏转。

分别使各个标准参比溶液以浓度上升的顺序通过抽吸进入火焰，在每次测定之间，都要吸入水使之通过燃烧器，并且每次必须保持相同的吸入率。

8.1.3.3 标准曲线

以六种可溶性元素标准参比溶液的浓度（以μg/mL计）为横坐标，以相应的吸光度值减去空白试验溶液的吸光度值为纵坐标绘制曲线。

8.1.4 测定及结果计算

按8.1.3.2所述调整火焰原子吸收分光光度计后，首先测盐酸的吸光度，然后对每个试验溶液的吸光度测量三次，随后再测盐酸溶液。

试样中可溶性元素含量按公式（1）计算：

$$w = \frac{c \times V \times N}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w——可溶性元素含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- c——从校准曲线计算得出的样液浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- N——稀释倍数；
- m——试样质量，单位为克（g）；
- V——试样体积，单位为毫升（mL）

注：仲裁检验时建议采用ICP-MS（电感耦合等离子体原子发射分光光度计-质谱联用）进行检测。

8.2 可溶性元素汞、砷的检验方法

8.2.1 试剂和材料

分析测试中须使用合格的分析纯试剂。

- 8.2.1.1 盐酸溶液 1: $c(\text{HCl}) = (0.07 \pm 0.005) \text{ mol/L}$;
 盐酸溶液 2: $c(\text{HCl}) = (0.14 \pm 0.005) \text{ mol/L}$;
 硝酸溶液: $c(\text{HNO}_3) = (0.5 \pm 0.005) \text{ mol/L}$ 。

8.2.1.2 二种可溶性元素的标准溶液。

8.2.1.3 水: 至少达到 GB/T 6682 规定的 3 级纯度。

8.2.1.4 乙炔。

8.2.1.5 压缩空气 (由空气压缩机提供)。

8.2.2 仪器

8.2.2.1 比色管 (25mL、50mL)。

8.2.2.2 超声波振荡器。

8.2.2.3 孔径为 0.5mm 的金属筛、漏斗、普通滤纸。

8.2.2.4 原子荧光光度计: 适用于砷、汞测量波长, 并装有一个可通入乙炔和空气的燃烧器。

8.2.2.5 元素光谱源: 汞空心阴极灯、砷空心阴极灯。

8.2.2.6 移液管 (5mL、10mL)。

8.2.2.7 容量瓶 (100mL)。

8.2.3 标准曲线的绘制

8.2.3.1 标准参比溶液的制备

砷、汞元素的参比溶液应在当天使用当天配制。

用移液管分别向 100mL 容量瓶中注入不同体积的每一种元素的标准溶液, 然后用 0.5mol/L 的硝酸溶液将每个容量瓶中的溶液稀释至刻度, 并充分摇匀。

砷、汞标准参比溶液的建议浓度见表 8、表 9。

表 8

标准参比溶液的序号 (No.)	标准参比溶液中相应的砷浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)
0	0
1	0.5
2	1.5
3	2.5

注: 0 号为空白试验溶液。

表 9

标准参比溶液的序号 (No.)	标准参比溶液中相应的汞浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)
0	0
1	5
2	10
3	20

注: 0 号为空白试验溶液。

8.2.3.2 标准曲线

同时测量标准溶液和试样的荧光强度, 以两种可溶性元素标准参比溶液的浓度 (以 ng/mL 计) 为横坐标, 以相应的吸光度值减去空白试验溶液的吸光度值为纵坐标绘制曲线。

8.2.4 测定及结果计算

对每个试验溶液的吸光度测量三次，根据标准曲线计算出试样中砷、汞的浓度。如果试样中砷、汞的浓度超出校准曲线最高点浓度值，则应对试样进行适当稀释后再测定。试样中砷、汞含量以质量分数 w 计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按公式 (2) 计算：

$$w = \frac{c \times V \times N \times 10^{-3}}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w ——试样中砷、汞的含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；
- c ——从校准曲线计算得出的样液浓度，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；
- V ——试样体积，单位为毫升 (mL)；
- N ——试样稀释倍数；
- m ——试样称样质量，单位为克 (g)。

注：仲裁检验时建议采用ICP-MS（电感耦合等离子体原子发射分光光度计-质谱联用）进行检测。

9 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

- a) 受检产品名称；
- b) 测试依据或检验方法；
- c) 元素分析测定结果的校正值，用毫克元素/千克材料表示，并说明本测试结果是溶液中该元素的含量；
- d) 实验结果；
- e) 偏离测试依据的任何实验条件；
- f) 由于协议或其他原因产生与规定测试程序的差异；
- g) 测试日期；
- h) 测试用仪器。

参考文献

1. GB 6675 国家玩具安全技术规范
 2. EN 71-3 玩具安全标准 第3部分：某些元素的转移
-