



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

油墨中部分重金属的限量

Limits of certain heavy metal in printing ink

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草。

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准由中华人民共和国工业和信息化部提出并归口。

本标准起草单位：国家印刷装璜制品质量监督检验中心、天津东洋油墨有限公司、杭华油墨股份有限公司、上海牡丹油墨有限公司、北京优威科技有限公司、上海油墨泗联化工有限公司、中山大学。

本标准主要起草人：陈晓蕊、张黎明、周梅、龚张水、陈爱军、孙实祥、尤铭鑫、王小妹。

油墨中部分重金属的限制

1 范围

本标准规定了油墨中铅元素、镉元素、汞元素、六价铬以及可溶性重金属（可溶性锑元素、可溶性砷元素、可溶性钡元素、可溶性镉元素、可溶性铬元素、可溶性铅元素、可溶性汞元素、可溶性硒元素）的最大限量要求、样品制备和测定方法。

本标准适用于油墨产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 总则

本标准作为油墨生产及使用的安全通用技术要求。

本标准旨在最大可能地保护人类健康，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 要求

油墨中重金属最大限量应符合表1的要求。

表 1 油墨中重金属的最大限量

单位为毫克每千克

有害元素名称	要求
铅元素	总含量≤100
镉元素	
汞元素	
六价铬	
可溶性锑元素（Sb）	≤60
可溶性砷元素（As）	≤25
可溶性钡元素（Ba）	≤1000
可溶性镉元素（Cd）	≤75
可溶性铬元素（Cr）	≤60
可溶性铅元素（Pb）	≤90
可溶性汞元素（Hg）	≤60

表 1（续）

单位为毫克每千克

有害元素名称	要求
可溶性硒元素（Se）	≤500

5 检验试验方法

5.1 油墨中铅元素、镉元素、汞元素、六价铬的检验试验方法

5.1.1 样品制备

5.1.1.1 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1.1.1.1 硝酸（ HNO_3 ）：优级纯。

5.1.1.1.2 30%过氧化氢（ H_2O_2 ）：分析纯。

5.1.1.1.3 氢氟酸（HF）：优级纯。

5.1.1.1.4 水，达到 GB/T 6682 规定的 3 级纯度。

5.1.1.2 仪器和设备

5.1.1.2.1 烘箱：（0~200）℃，温控精度±2℃。

5.1.1.2.2 压力罐：聚四氟乙烯内胆及不锈钢罐外套。

5.1.1.2.3 电热板（用于酸湿式消解法）或马弗炉（用于灰化法）。

5.1.1.3 测试试样取样程序

将试样搅拌均匀后，在玻璃板上或聚四氟乙烯板上制备厚度适宜的涂膜，待完全干燥后（若烘干，温度为60℃±2℃，或按油墨干燥特性要求使油墨干燥）取油墨样品，在室温下将其粉碎，并通过0.5mm×0.5mm金属筛过筛后待处理。

注：如涂膜不易粉碎成0.5mm×0.5mm，则将样品制成大于1mm×1mm但小于2mm×2mm，再进行测试。

5.1.1.4 样品消解

5.1.1.4.1 压力罐消解法

称取试样0.5g，置于压力罐中，加入8mL硝酸，2mL30%过氧化氢，对于玻璃、陶瓷等含硅质较多的材质，需补加3mL氢氟酸，或根据样品材质，选择合适的加酸方式，使样品充分消解。盖上聚四氟乙烯盖子，拧紧不锈钢罐外套，置于烘箱中，在（180±2）℃条件下加热4h，待压力罐冷却至室温后，将消解液转移至100mL容量瓶中，用水洗涤聚四氟乙烯内胆及盖3次~4次，将洗涤液移入容量瓶中，用水稀释至刻度。如果溶液不清澈或有沉淀产生，过滤、保留滤液待测。同时做试剂空白实验。

5.1.1.4.2 其他消解方法

若能完全消解试样，也可选用其他消解方法如微波消解法、酸湿式消解法、灰化法等手段处理试样。

5.1.2 铅元素的测定

油墨中的铅元素含量按附录A或附录D进行测定。

5.1.3 镉元素的测定

油墨中的镉元素含量按附录A或附录D进行测定。

5.1.4 汞元素的测定

油墨中的汞元素含量按附录B或附录C或附录D进行测定。

5.1.5 六价铬的测定

油墨中的六价铬含量按附录E进行测定。

5.2 可溶性重金属（可溶性锑元素、可溶性砷元素、可溶性钡元素、可溶性镉元素、可溶性铬元素、可溶性铅元素、可溶性汞元素、可溶性硒元素）的检验试验方法

5.2.1 样品制备

5.2.1.1 试剂和材料

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

5.2.1.1.2 盐酸溶液 2: $c(\text{HCl})$ 约等于 2 mol/L 。

5.2.1.1.3 水, 达到 GB/T 6682 规定的 3 级纯度。

5.2.1.2 仪器和设备

5.2.1.2.1 烘箱: $(0 \sim 200)^\circ\text{C}$, 温控精度 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.2.1.2.2 平纹金属丝网不锈钢金属筛规

孔径为 0.5 mm , 其公差见附录J。

5.2.1.2.3 PH 值测试仪

精度为 $\pm 0.2 \text{ pH}$ 单位。

5.2.1.2.4 离心分离机

能高速将固体分离出来。

5.2.1.2.5 恒温搅拌工具

搅拌时温度恒定为 $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.2.1.2.6 比色管 (25 mL 、 50 mL)。

5.2.1.2.7 超声波振荡器。

5.2.1.2.8 漏斗、普通滤纸。

5.2.1.3 测试试样的制备

将试样搅拌均匀后，在玻璃板上或聚四氟乙烯板上制备厚度适宜的涂膜，待完全干燥后（若烘干，温度为 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，或按油墨干燥特性要求使油墨干燥）取油墨样品，在室温下将其粉碎，并通过 $0.5\text{ mm}\times 0.5\text{ mm}$ 金属筛过筛后待处理。

注：如涂膜不易粉碎成 $0.5\text{ mm}\times 0.5\text{ mm}$ ，则将样品制成大于 $1\text{ mm}\times 1\text{ mm}$ 但小于 $2\text{ mm}\times 2\text{ mm}$ ，再进行测试。

5.2.1.4 测试试样的提取程序

将粉碎的试样称取 0.5 g ，放入 25 mL 比色管中，加入 0.07 mol/L 的 HCl 溶液 25 mL ，然后将其摇动 1 min ，检查混合物酸度。如果 pH 值大于 1.5 ，应一边摇动混合物，一边逐滴加入 2 mol/L 的盐酸溶液，使混合物的 pH 达到 $1.0\sim 1.5$ 。混合液要避光存放。在 $(37\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下连续搅拌 1 h ，然后 $(37\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 下静置 1 h 。

使用滤膜过滤器将混合液中的固体物质过滤至另一支 25 mL 比色管中。

必要时使用离心分离机进行分离以去除可见固体物质。分离应在上述静置时间结束后立即进行；离心分离时间不能长于 10 min 。

5.2.2 油墨中可溶性锑元素的测定

油墨中的可溶性锑元素含量按附录F或附录I进行测定。

5.2.3 可溶性砷元素的测定

油墨中可溶性砷元素含量按附录G或附录H或附录I进行测定。

5.2.4 可溶性钡元素的测定

油墨中可溶性钡元素含量按附录F或附录I进行测定。

5.2.5 可溶性镉元素的测定

油墨中可溶性镉元素含量按附录F或附录I进行测定。

5.2.6 可溶性铬元素的测定

油墨中可溶性铬元素含量按附录F或附录I进行测定。

5.2.7 可溶性铅元素的测定

油墨中可溶性铅元素含量按附录F或附录I进行测定。

5.2.8 可溶性汞元素的测定

油墨中可溶性汞元素含量按附录G或附录H或附录I进行测定。

5.2.9 可溶性硒元素的测定

油墨中可溶性硒元素含量按附录G或附录H或附录I进行测定。

6 测试报告

测试报告应至少包括以下内容：

- a) 受检产品名称；
- b) 测试依据及检验方法；

- 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。

附录 A (规范性附录)

用火焰原子吸收分光光度法测定铅元素、镉元素的含量

A.1 范围

本附录规定了用火焰原子吸收分光光度法测定铅元素、镉元素含量的测定方法。
本附录适用于油墨产品。

A.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

A.2.1 硝酸 (HNO_3)：优级纯。

A.2.2 硝酸溶液： $c(\text{HNO}_3) = (0.5 \pm 0.005) \text{ mol/L}$ 。

A.2.3 铅、镉标准溶液：浓度为100 mg/L或1000 mg/L。

A.2.4 水，达到GB/T 6682规定的3级纯度。

A.3 仪器和设备

A.3.1 火焰原子吸收分光光度计：适用于待测重金属的测量波长，并装有一个可通入乙炔和空气的燃烧器。

A.3.2 元素光谱源：铅空心阴极灯、镉空心阴极灯。

A.4 绘制工作曲线及测定

用0.5 mol/L硝酸溶液逐级稀释铅、镉标准溶液，配成下列标准溶液系列：

a) 铅 (mg/L)：0、0.1、0.5、1.0、1.5、2.0；

b) 镉 (mg/L)：0、0.1、0.5、1.0、1.5、2.0。

用火焰原子吸收分光光度计测量标准溶液的吸光度，以铅、镉标准参比溶液的浓度（以 $\mu\text{g/mL}$ 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。

同时测量试样消解液的吸光度。如果铅、镉浓度超出工作曲线最高点浓度值，则应用0.5 mol/L硝酸溶液对试样消解液进行适当稀释后再测定。根据工作曲线和试样消解液的吸光度值，仪器自动给出试样消解液中待测元素的浓度值。

A.5 结果计算

试样中铅、镉含量以质量分数 W 计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按公式 (A.1) 计算：

$$W = \frac{C \times V \times N}{m} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

W ——试样中铅、镉的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——试样消解液测量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——消解液定容体积，单位为毫升（mL）；

N ——消解液稀释倍数；

m ——试样称样质量，单位为克（g）。

附 录 B
(规范性附录)
用原子荧光光度法测定汞元素的含量

B.1 范围

本附录规定了用原子荧光光度法测定汞元素含量的测定方法。
本附录适用于油墨产品。

B.2 试剂和材料

B.2.1 硝酸 (HNO_3)：优级纯。

B.2.2 硝酸溶液： $c(\text{HNO}_3) = (0.5 \pm 0.005) \text{ mol/L}$ 。

B.2.3 30%过氧化氢：分析纯。

B.2.4 5%盐酸 (HCl) 溶液。

B.2.5 氢氟酸：分析纯。

B.2.6 氢氧化钠：分析纯。

B.2.7 氢氧化钠溶液 (5 g/L)：称取5.0 g氢氧化钠，溶于水中，稀释至1000 mL，混匀。

B.2.8 硼氢化钠 (NaBH_4)：分析纯。

硼氢化钠溶液 (0.2 g/L)：称取0.1 g硼氢化钠溶于500 mL氢氧化钠溶液中，混匀，配置后应马上使用。

B.2.9 汞标准储备液：浓度为1 mg/mL。

B.2.10 汞标准使用液：浓度为0.5 $\mu\text{g/mL}$ ，用汞标准储备液逐级稀释配置，用硝酸溶液(B.2.2)定容。

B.2.11 水，达到GB/T 6682规定的3级纯度。

B.2.12 氩气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

B.3 仪器和设备

原子荧光光度计：配备汞空心阴极灯。

仪器参考条件：光电倍增管负高压：220V；汞空心阴极灯电流：10mA；原子化器高度：10mm；氩气流速：载气500 mL/min，屏蔽气900 mL/min；测量方式：标准曲线法；读数方式：峰面积；载液：5%盐酸溶液。

注：由于仪器型号不同，仪器分析条件应设置本仪器所提示的分析条件，仪器稳定后，测标准系列，至标准曲线的相关系数 $r > 0.999$ 后测试样，试样前处理适用于任何型号的原子荧光仪。

B.4 标准溶液系列配置

分别移取0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL汞标准使用液于一组50 mL容量瓶中，用硝酸溶液（B.2.2）稀释至刻度，摇匀。该标准溶液系列的汞浓度分别为0.0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 ng/mL。汞标准使用液于一组50 mL容量瓶中，用硝酸溶液（B.2.2）稀释至刻度，摇匀。该标准溶液系列的汞浓度分别为0.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 ng/mL。汞的参比溶液应在当天使用当天配制。

B.5 绘制曲线及测定

同时测量标准溶液和试样消解液的荧光强度，以汞标准参比溶液的浓度（以ng/mL计）为横坐标，以相应的荧光强度值减去空白试验溶液的荧光强度值为纵坐标绘制曲线。根据工作曲线和试样消解液的荧光强度，仪器自动给出试样消解液中待测元素的浓度值。

B.6 结果计算

用原子荧光分光光度计测量消解液的荧光强度，根据标准曲线计算出消解液中汞的浓度。如果消解液中汞的浓度超出标准曲线最高点浓度值，则应用硝酸溶液（B.2.2）对消解液进行适当稀释后再测定。试样中汞含量以质量分数 W 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（B.1）计算：

$$W = \frac{C \times V \times N \times 10^{-3}}{m} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

W ——试样中汞的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——从标准曲线计算得出的样液浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V ——消解液定容体积，单位为毫升（mL）；

N ——消解液稀释倍数；

m ——试样称样质量，单位为克（g）。

附录 C

(规范性附录)

用原子吸收分光光度计与氢化物发生器联用法测定汞元素的含量

C.1 范围

本附录规定了用原子吸收分光光度计与氢化物发生器联用法测定汞元素含量的测定方法。
本附录适用于油墨产品。

C.2 试剂和材料

C.2.1 盐酸 (HCl)：优级纯。

C.2.2 硫酸 (H_2SO_4)：优级纯。

4%硫酸溶液：量取4 mL硫酸，溶于水中，稀释至100 mL，加入适量高锰酸钾，以颜色微紫为准。

C.2.3 高锰酸钾：分析纯。

C.2.4 硼氢化钾：分析纯。

C.2.5 氢氧化钠：分析纯。

C.2.6 硼氢化钾溶液 (0.1 g/L)：称取2g硼氢化钾放入塑料瓶中，再加入0.2 g氢氧化钠，加蒸馏水定容至200 mL，混匀，配置后应马上使用。

C.2.7 汞标准储备液：浓度为1 mg/mL。

C.2.8 汞标准使用液：浓度为1 $\mu\text{g/mL}$ ，用汞标准储备液逐级稀释配置，用4%硫酸溶液定容。

C.2.9 水，达到GB/T 6682规定的3级纯度。

C.3 仪器和设备

C.3.1 火焰原子吸收分光光度计：适用于待测重金属的测量波长。

仪器参考条件：波长：253.7 nm；载气流量：(100–150) mL/min；载液：1%盐酸溶液；硼氢化钾溶液1；发生器后通气管：关闭；原子化温度：室温。

注：由于仪器型号不同，仪器分析条件应设置本仪器所提示的分析条件，仪器稳定后，测标准系列，至标准曲线的相关系数 $r > 0.999$ 后测试样，试样前处理适用于任何型号的氢化物发生器。

C.3.2 元素光谱源：汞空心阴极灯。

C.4 标准溶液系列配置

分别移取0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL汞标准使用液于一组100 mL容量瓶中，用4%硫酸溶液稀释至刻度，摇匀。该标准溶液系列的汞浓度分别为0.0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 ng/mL。汞的参比溶液应在当天使用当天配制。

C.5 绘制曲线及测定

同时测量标准溶液和试样消解液的吸光度，以汞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。根据工作曲线和试样消解液的吸光度，仪器自动给出试样消解液中待测元素的浓度值。

C.6 结果计算

用原子吸收分光光度计测量消解液吸光度，根据标准曲线计算出消解液中汞的浓度。如果消解液中汞的浓度超出标准曲线最高点浓度值，则应用4%硫酸溶液对消解液进行稀释后再测定。试样中汞含量以质量分数 W 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（C.1）计算：

$$W = \frac{C \times V \times N \times 10^{-3}}{m} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

W ——试样中汞的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——从标准曲线计算得出的样液浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V ——消解液定容体积，单位为毫升（mL）；

N ——消解液稀释倍数；

m ——试样称样质量，单位为克（g）。

附录 D

(规范性附录)

用电感耦合等离子体原子发射法测定铅元素、镉元素、汞元素的含量

D.1 范围

本附录规定了用电感耦合等离子体原子发射法测定铅元素、镉元素、汞元素含量的测定方法。
本附录适用于油墨产品。

D.2 试剂和材料

D.2.1 盐酸 (HCl): 优级纯。

D.2.2 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = (0.07 \pm 0.005) \text{ mol/L}$ 。

D.2.3 铅、镉、汞标准溶液: 浓度为100 mg/L或1000 mg/L。

D.2.4 水: 至少达到GB/T 6682规定的3级纯度。

D.2.5 氩气: 纯度 $\geq 99.99\%$ 。

D.3 仪器和设备

D.3.1 孔径为0.5 mm的金属筛、漏斗、普通滤纸。

D.3.2 容量瓶 (25 mL、50 mL、100 mL)。

D.3.3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-OES)。

参考仪器条件: 等离子气流量: 15 L/min; 辅助气流量: 1.5 L/min; 雾化气压力: 200 KPa。

注: 由于仪器型号不同, 仪器分析条件应设置本仪器所提示的分析条件。

D.3.4 分析天平, 精确到0.1 mg。

D.3.5 移液管 (5 mL、10 mL)。

D.3.6 移液枪

D.4 绘制工作曲线及测定

用盐酸溶液 (D.2.2) 逐级稀释铅、镉、汞标准溶液, 配成下列标准溶液系列 (参考浓度):

铅 (mg/L): 0、0.1、0.5、1.0、1.5、2.0;

镉 (mg/L): 0、0.1、0.5、1.0、1.5、2.0;

汞 (mg/L): 0、0.1、0.5、1.0、1.5、2.0。

用ICP-OES测量标准溶液的光谱强度, 以标准参比溶液的浓度 (以 $\mu\text{g/mL}$ 计) 为横坐标, 以相应的光谱强度值减去空白试验溶液的光谱强度值为纵坐标绘制曲线。

同时测量试样消解液的光谱强度。如果溶液的浓度超出工作曲线最高点浓度值，则应对试样消解液用盐酸溶液（D. 2. 2）稀释后再测定。根据工作曲线和试样消解液的光谱强度，仪器自动给出试样消解液中待测元素的浓度值。

D. 5 结果计算

试样中铅、镉、汞的含量按公式(D. 1)计算：

$$W = \frac{C \times V \times N}{m} \dots\dots\dots (D. 1)$$

式中：

W ——试样中铅、镉、汞的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——试样消解液测量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——消解液定容体积，单位为毫升（mL）；

N ——消解液稀释倍数；

m ——试样称样质量，单位为克（g）。

附 录 E
(规范性附录)
六价铬的检验方法

E.1 范围

本附录规定了油墨中六价铬的限量要求，样品制备和测定方法。
本附录适用于油墨产品。

E.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

E.2.1 硝酸：优级纯。

E.2.2 硫酸：优级纯。

E.2.3 氢氧化钠。

E.2.4 无水碳酸钠。

E.2.5 磷酸氢二钾。

E.2.6 磷酸二氢钾。

E.2.7 重铬酸钾：基准物质。

E.2.8 二苯碳酰二肼。

E.2.9 丙酮。

E.2.10 硫酸溶液（1+9）（V/V）。

E.2.11 硝酸溶液（5 mol/L）：量取31mL硝酸加到69 mL水中，混匀。不应使用有棕色烟雾的硝酸来配制。

E.2.12 浸提液：称取20.0 g氢氧化钠和30.0 g无水碳酸钠，用水溶解后移入1000 mL容量瓶中并稀释至刻度，摇匀，转移至塑料瓶中保存，使用前检查pH是否大于等于11.5，如果小于11.5则应废弃重配。

E.2.13 缓冲液：溶解87.09 g磷酸氢二钾和68.04 g磷酸二氢钾于水中，移入1000 mL容量瓶中并用水稀释至刻度（此缓冲液pH=7）。

E.2.14 六价铬标准储备液，100 mg/L：准确称取于120 °C下烘干2h后的重铬酸钾0.2828 g，用水溶解后移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

E.2.15 六价铬标准溶液，5.0 mg/L：吸取5.0 mL标准储备液于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用时现配。

E. 2.16 二苯碳酰二肼（DPC）显色剂：称取0.5 g二苯碳酰二肼溶于100 mL丙酮中，保存在棕色瓶中。溶液褪色时，应重新配制。

E. 2.17 水：至少达到GB/T 6682规定的3级纯度。

E. 3 仪器和设备

E. 3.1 紫外可见分光光度计。

E. 3.2 震荡水浴锅。

E. 3.3 酸度计。

E. 4 分析步骤

E. 4.1 样品制备

将试样搅拌均匀后，在玻璃板上或聚四氟乙烯板上制备厚度适宜的涂膜，待完全干燥（若烘干，则温度不得超过80℃，或按油墨干燥特性要求使油墨干燥）后取油墨样品，在室温下将其粉碎，并通过0.5 mm×0.5 mm金属筛过筛后待处理。

注：如涂膜不易粉碎成0.5 mm×0.5 mm，则将样品制成大于1 mm×1 mm但小于2 mm×2 mm，再进行测试。

E. 4.2 样品浸提

准确称取0.5 g样品于锥形瓶中，加入25 mL浸提液和0.5 mL缓冲液，浸提液需完全浸没样品，充分摇匀。在90℃~95℃水浴（或震荡水浴锅）中连续搅拌1.5 h。取出，冷却至室温，过滤，用水洗涤锥形瓶和样品，将滤液和洗涤液收集到烧杯中。滴加5 mol/L硝酸，用酸度计将溶液pH值控制在（7.5±0.5），如果出现絮状沉淀，需再过滤，留取滤液。若滤液带有明显颜色，则需用固相萃取如C-18柱等合适方式进行脱色后再进行显色。同时做试剂空白实验。

E. 4.3 显色

加2.0 mL二苯碳酰二肼显色剂到滤液中，混匀，滴加硫酸溶液（E. 2.10），使滤液pH值达到（2±0.5），然后将滤液全部转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。摇匀，放置（5~10）min。

E. 4.4 标准溶液

分别吸取0.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL六价铬标准溶液至100 mL容量瓶中，加水50 mL，加2.0 mL显色剂，混匀，滴加2滴硫酸溶液，使滤液pH值达到（2±0.5），用水稀释至刻度。此标准系列含六价铬浓度分别为0.0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mg/L。摇匀，放置（5~10）min。

标准溶液和浸出液的显色反应要同时进行。

E. 4.5 测定

用1 cm吸收池，在吸收波长540 nm处用紫外可见分光光度计测量标准溶液的吸光度值，以吸光度值对应浓度值绘制标准曲线。

在同样条件下读取样品浸出液的吸光度，根据标准曲线计算浸出液中六价铬浓度。如果浸出液的吸光度超出标准曲线最高浓度点的吸光度，则应对浸出液进行适当稀释后再测定。显色后的溶液应在当日测定完毕。

E. 4. 6 结果计算

样品中六价铬含量以质量分数 W 计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按公式 (E. 1) 计算：

$$W = \frac{(A - B) \times V \times N}{m} \dots\dots\dots (E. 1)$$

式中：

- W ——样品中六价铬浓度，单位为毫克每千克 (mg/kg) ；
 A ——从标准曲线计算得出的浸出液浓度，单位为毫克每升 (mg/L) ；
 B ——从标准曲线计算得出的空白溶液浓度，单位为毫克每升 (mg/L) ；
 V ——浸出液定容体积，单位为毫升 (mL) ；
 N ——浸出液稀释倍数；
 m ——样品称样质量，单位为克 (g) 。

附录 F

（规范性附录）

用火焰原子吸收分光光度法测定可溶性铈元素、可溶性钡元素、可溶性镉元素、可溶性铬元素、可溶性铅元素的含量

F.1 范围

本附录规定了用火焰原子吸收分光光度法测定可溶性铈元素、可溶性钡元素、可溶性镉元素、可溶性铬元素、可溶性铅元素含量的测定方法。

本附录适用于油墨产品。

F.2 试剂和材料

F.2.1 盐酸（HCl）：优级纯。

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

F.2.2 五种可溶性元素的标准溶液：浓度为100 mg/L或1000 mg/L。

F.2.3 水：至少达到GB/T 6682规定的3级纯度。

F.2.4 乙炔。

F.2.5 压缩空气（由空气压缩机提供）。

F.2.6 一氧化二氮（笑气，纯度大于95%）。

F.3 仪器和设备

F.3.1 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/笑气的燃烧器，原子吸收光谱仪必须带有空气/笑气自动转化器和乙炔/笑气燃烧保护装置。

F.3.2 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、铈空心阴极灯。

F.3.3 移液管（5 mL、10 mL）。

F.3.4 容量瓶（100 mL）。

F.4 标准溶液的配制

五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100 mL容量瓶中注入不同体积的每一种元素的标准溶液，然后用0.07 mol/L的盐酸溶液将每个容量瓶中的溶液稀释至刻度，并充分摇匀。

以下是五种可溶性元素标准参比溶液的建议浓度表。

表 F.1 标准参比溶液

标准参比溶液的序号 (No.)	标准参比溶液中相应的铅浓度 ($\mu\text{g/mL}$)
0	0
1	0.5
2	1.0
3	2.5
注：0号为空白试验溶液。	

表 F.2 标准参比溶液

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	0.5
2	1.0
3	2.0
注：0号为空白试验溶液。	

表 F.3 标准参比溶液

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	0.5
2	1.0
3	2.0
注：0号为空白试验溶液。	

表 F.4 标准参比溶液

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	2
2	5
3	10
4	20
注 1：0 号为空白试验溶液。	
注 2：在最终溶液中加入 1%KCl 为消电离剂。	

表 F.5 标准参比溶液

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	0.5
2	1.0
3	2.0
注：0号为空白试验溶液。	

F.5 光谱测定

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：283.3 nm、铬：357.9 nm、镉：228.8 nm、钡：553.6 nm、铈：217.6 nm）。

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。

测试钡元素时，样品最终测试溶液中加入1%KCl消电离剂，并使用乙炔/笑气的燃烧器进行测试，调节乙炔和笑气流量，推荐乙炔流量为6 L/min，笑气流量为10 L/min。

F.6 标准曲线及测定

测量五种可溶性元素标准参比溶液的吸光度，以五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。同时测量试样溶液的吸光度。如果试样溶液的浓度超出工作曲线最高点浓度值，则应对试样溶液用0.07 mol/L的盐酸溶液稀释后再测定。根据工作曲线和试样溶液的吸光度，仪器自动给出试样溶液中待测元素的浓度值。

F.7 测定及结果计算

试样中可溶性元素含量按公式（F.1）计算：

$$W = \frac{C \times V \times N}{m} \dots\dots\dots (F.1)$$

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）。

附录 G (规范性附录)

用原子荧光光度法测定可溶性汞元素、可溶性砷元素、可溶性硒元素的含量

G.1 范围

本附录规定了用原子荧光光度法测定可溶性汞元素、可溶性砷元素、可溶性硒元素含量的测定方法。
本附录适用于油墨产品。

G.2 试剂和材料

G.2.1 盐酸 (HCL): 优级纯。

G.2.2 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = (0.07 \pm 0.005) \text{ mol/L}$ 。

G.2.3 5%盐酸 (HCl) 溶液。

G.2.4 氢氧化钠: 分析纯。

G.2.5 氢氧化钠溶液 (5 g/L): 称取5.0 g氢氧化钠, 溶于水中, 稀释至1000 mL, 混匀。

G.2.6 硼氢化钠 (NaBH_4): 分析纯。

G.2.7 硼氢化钠溶液 (0.2 g/L): 称取0.1 g硼氢化钠溶于500 mL氢氧化钠溶液中, 混匀, 配置后应马上使用。

G.2.8 汞、砷、硒标准储备液: 浓度为1 mg/mL。

G.2.9 汞、砷、硒标准使用液: 浓度为0.5 $\mu\text{g/mL}$, 用汞标准储备液逐级稀释配置, 用盐酸溶液 (G.2.2) 定容。

G.2.10 水, 达到GB/T 6682规定的3级纯度。

G.2.11 氩气: 纯度 $\geq 99.99\%$ 。

G.3 仪器和设备

G.3.1 原子荧光光度计: 适用于砷、汞、硒测量波长, 配备汞空心阴极灯、砷空心阴极灯、硒空心阴极灯。

G.3.1.1 汞元素检测的仪器参考条件: 光电倍增管负高压: 220 V; 汞空心阴极灯电流: 10 mA; 原子化器高度: 10 mm; 氩气流速: 载气500 mL/min, 屏蔽气900 mL/min; 测量方式: 标准曲线法; 读数方式: 峰面积; 载液: 5%盐酸溶液。

G.3.1.2 砷元素检测的仪器参考条件: 光电倍增管负高压: 240 V; 砷空心阴极灯电流: 60 mA; 原子化器高度: 8 mm; 氩气流速: 载气400 mL/min, 屏蔽气900 mL/min; 测量方式: 标准曲线法; 读数方式: 峰面积; 载液: 5%盐酸溶液。

G.3.1.3 硒元素检测的仪器参考条件：光电倍增管负高压：240 V；砷空心阴极灯电流：60 mA；原子化器高度：8 mm；氩气流速：载气500 mL/min，屏蔽气900 mL/min；测量方式：标准曲线法；读数方式：峰面积；载液：5%盐酸溶液。

注：由于仪器型号不同，仪器分析条件应设置本仪器所提示的分析条件，仪器稳定后，测标准系列，至标准曲线的相关系数 $r > 0.999$ 后测试样，试样前处理适用于任何型号的原子荧光仪。

G.3.2 移液管（5 mL、10 mL）。

G.3.3 容量瓶（100 mL）。

G.4 标准参比溶液的配制

砷、汞、硒元素的参比溶液应在当天使用当天配制。

用移液管分别向100 mL容量瓶中注入不同体积的每一种元素的标准溶液，然后用0.07 mol/L的盐酸溶液将每个容量瓶中的溶液稀释至刻度，并充分摇匀。

以下是砷、汞、硒标准参比溶液的建议浓度表。

表 G.1 标准参比溶液

标准参比溶液的序号（No.）	标准参比溶液中相应的砷浓度（ng/mL）
0	0
1	5
2	10
3	20
注：0号为空白试验溶液	

表 G.2 标准参比溶液

标准参比溶液的序号（No.）	标准参比溶液中相应的汞浓度（ng/mL）
0	0
1	5
2	10
3	20
注：0号为空白试验溶液	

表 G.3 标准参比溶液

标准参比溶液的序号（No.）	标准参比溶液中相应的硒浓度（ng/mL）
0	0
1	5
2	10
3	20
注：0号为空白试验溶液	

G.5 标准曲线

同时测量标准溶液和试样溶液的荧光强度，以三种可溶性元素标准参比溶液的浓度（以ng/mL计）为横坐标，以相应的荧光强度值减去空白试验溶液的荧光强度值为纵坐标绘制曲线。根据工作曲线和试样溶液的荧光强度，仪器自动给出试样溶液中待测元素的浓度值。

G.6 测定及结果计算

对每个试验溶液的荧光强度测量三次，根据标准曲线计算出试样中砷、汞、硒的浓度。如果试样中砷、汞、硒的浓度超出校准曲线最高点浓度值，则应对试样用0.07 mol/L盐酸溶液适当稀释后再测定。试样中砷、汞、硒含量以质量分数 W 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（G.1）计算：

$$W = \frac{C \times V \times N \times 10^{-3}}{m} \dots\dots\dots (G.1)$$

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）。

附 录 H

(规范性附录)

用原子吸收分光光度计与氢化物发生器联用法测定可溶性汞元素、可溶性硒元素、可溶性砷元素的含量

H.1 范围

本附录规定了用原子吸收分光光度计与氢化物发生器联用法测定可溶性汞元素、可溶性硒元素、可溶性砷元素含量的测定方法。

本附录适用于油墨产品。

H.2 试剂和材料

H.2.1 盐酸(HCl)：优级纯。

H.2.2 10%盐酸溶液：量取10 mL盐酸，溶于水中，定容至100 mL。

H.2.3 1%盐酸溶液：量取1 mL盐酸，溶于水中，定容至100 mL。

H.2.4 20%盐酸溶液：量取20 mL盐酸，溶于水中，定容至100 mL。

H.2.5 硫酸(H₂SO₄)：优级纯。

H.2.6 4%硫酸溶液：量取4 mL硫酸，溶于水中，稀释至100 mL，加入适量高锰酸钾，以颜色微紫为准。

H.2.7 高锰酸钾：分析纯。

H.2.8 硼氢化钾：分析纯。

H.2.9 氢氧化钠：分析纯。

H.2.10 碘化钾：分析纯。

H.2.11 抗坏血酸：分析纯。

H.2.12 硼氢化钾溶液1：称取2 g硼氢化钾放入塑料瓶中，再加入0.2 g氢氧化钠，加蒸馏水定容至200 mL，混匀，配置后应马上使用。

H.2.13 硼氢化钾溶液2：称取3 g硼氢化钾放入塑料瓶中，再加入0.6 g氢氧化钠，加蒸馏水定容至200 mL，混匀，配置后应马上使用。

H.2.14 汞、砷、硒标准储备液：浓度为1 mg/mL。

H.2.15 汞标准使用液(1 μg/mL)：吸取0.1 mL 1mg/mL汞标准储备液，用4%硫酸溶液定容至100 mL容量瓶中。

H.2.16 砷标准使用液(1 μg/mL)：将0.1 mL 1mg/mL的砷标液放入100 mL的容量瓶中，加入0.8 g碘化钾和(60~70) mL的10%盐酸溶液，放置电热板上加热至微沸，放凉后加入0.3 g抗坏血酸，最后用10%盐酸定容至100 mL，放置在茶色瓶中避光保存。

H. 2. 17 硒标准使用液（1 $\mu\text{g/mL}$ ）：将10 mL 0.1 mg/mL的硒标液和10mL的浓盐酸放入烧杯中放置电热板上加热至微沸，放置于聚四氟乙烯或聚乙烯瓶中。取2 mL移入100 mL的容量瓶中，加入已配置好的20%盐酸溶液定容至100 mL。

H. 2. 18 水，达到GB/T 6682规定的3级纯度。

H. 2. 19 氩气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

H. 3 仪器和设备

H. 3. 1 火焰原子吸收分光光度计：适用于待测重金属的测量波长，配有汞空心阴极灯、砷空心阴极灯、硒空心阴极灯。

H. 3. 1. 1 汞元素检测的仪器参考条件：波长：253.7 nm；载气氩气流量：（100–150）mL/min；载液：1%盐酸溶液；硼氢化钾溶液1（H. 2. 12）；发生器后通气管：关闭；原子化温度：室温。

H. 3. 1. 2 砷元素检测的仪器参考条件：波长：193.7 nm；载气氩气流量：（150–180）mL/min；载液：1%盐酸溶液；硼氢化钾溶液2（H. 2. 13）；发生器后通气管：开通；原子化温度：900 $^{\circ}\text{C}$ 。

H. 3. 1. 3 硒元素检测的仪器参考条件：波长：196.0 nm；载气氩气流量：（150–180）mL/min；载液：1%盐酸溶液；硼氢化钾溶液2（H. 2. 13）；发生器后通气管：开通；原子化温度：850 $^{\circ}\text{C}$ 。

注：由于仪器型号不同，仪器分析条件应设置本仪器所提示的分析条件，仪器稳定后，测标准系列，至标准曲线的相关系数 $r > 0.999$ 后测试样，试样前处理适用于任何型号的氢化物发生器。

H. 3. 2 移液管（5 mL、10 mL）。

H. 3. 3 容量瓶（100 mL）。

H. 3. 4 聚四氟乙烯或聚乙烯瓶。

H. 3. 5 电热板。

H. 4 标准溶液系列配置

H. 4. 1 汞标准溶液的配制

分别移取0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL汞标准使用液于一组100mL容量瓶中，用4%硫酸溶液稀释至刻度，摇匀。该标准溶液系列的汞浓度分别为0.0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 ng/mL。汞的参比溶液应在当天使用当天配制。

H. 4. 2 砷标准溶液的配制

分别移取0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL砷标准使用液于一组100mL容量瓶中，用10%盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。该标准溶液系列的砷浓度分别为0.0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 ng/mL。砷的参比溶液应在当天使用当天配制。

H. 4. 3 硒标准溶液的配制

分别移取0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL硒标准使用液于一组100 mL容量瓶中，用20%盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。该标准溶液系列的砷浓度分别为0.0、10.0、20.0、30.0、40.0、50.0 ng/mL。砷的参比溶液应在当天使用当天配制。

H.5 绘制曲线

测量标准溶液的吸光度，以汞、砷、硒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。

H.6 测定

H.6.1 汞的测定

按H.3.1.1调节好仪器后，将试样提取液直接进样，根据工作曲线和试样溶液的吸光度，仪器自动给出试样溶液中待测元素的浓度值。

H.6.2 砷的测定

将待测定的试样提取液加碘化钾到浓度为0.5%–1%（V/V），放置电热板上加热至微沸，加抗坏血酸到浓度为0.2%–0.3%（V/V），然后用10%盐酸溶液定容至容量瓶中。按H.3.1.2调节好仪器后进样，根据工作曲线和试样溶液的吸光度，仪器自动给出试样溶液中待测元素的浓度值。

H.6.3 硒的测定

将待测定的试样提取液加浓盐酸（1:1）放入烧杯中，放置电热板上加热至微沸，微沸数分钟后放凉，用20%盐酸溶液定容，定容后放置于聚四氟乙烯或聚乙烯瓶中。按H.3.1.3调节好仪器后进样，根据工作曲线和试样溶液的吸光度，仪器自动给出试样溶液中待测元素的浓度值。

H.7 结果计算

用原子吸收分光光度计测量试样吸光度，根据标准曲线计算出试样溶液中汞、砷、硒的浓度。如果试样溶液中汞、砷、硒的浓度超出标准曲线最高点浓度值，则应对试样溶液进行适当稀释后再测定。试样中汞、砷、硒含量以质量分数 W 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（C.1）计算：

$$W = \frac{C \times V \times N \times 10^{-3}}{m} \dots\dots\dots (H.1)$$

式中：

W ——试样中汞、砷、硒的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——从标准曲线计算得出的样液浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V ——试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

N ——试样溶液稀释倍数；

m ——试样称样质量，单位为克（g）。

附 录 I

（规范性附录）

用电感耦合等离子体原子发射法测定可溶性锑元素、可溶性砷元素、可溶性钡元素、可溶性镉元素、可溶性铬元素、可溶性铅元素、可溶性汞元素、可溶性硒元素的含量

I.1 范围

本附录规定了用电感耦合等离子体原子发射法测定可溶性锑元素、可溶性砷元素、可溶性钡元素、可溶性镉元素、可溶性铬元素、可溶性铅元素、可溶性汞元素、可溶性硒元素含量的测定方法。

本附录适用于油墨产品。

I.2 试剂和材料

I.2.1 盐酸：优级纯。

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

I.2.2 八种可溶性元素的标准溶液。

I.2.3 水：至少达到GB/T 6682规定的3级纯度。

I.2.4 氩气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

I.3 仪器和设备

I.3.1 比色管（25 mL、50 mL）。

I.3.2 容量瓶（25 mL、50 mL、100 mL）。

I.3.3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP-OES）。

参考仪器条件：等离子气流量：15 L/min；辅助气流量：1.5 L/min；雾化气压力：200 KPa。

注：由于仪器型号不同，仪器分析条件应设置本仪器所提示的分析条件。

I.3.4 分析天平，精确到0.1 mg。

I.3.5 移液管（5 mL、10 mL）。

I.3.6 移液枪。

I.4 标准参比溶液的配制

用移液枪分别向6个100 mL容量瓶中注入不同体积的每一种元素的标准溶液或标准储备溶液，然后用0.07 mol/L的盐酸溶液将每个容量瓶中的溶液稀释至刻度，并充分摇匀。

以下是八种可溶性元素标准参比溶液的建议浓度表。

表 I.1 八种可溶性元素标准参比溶液的建议浓度表

标准参比溶液的序号 (No.)	锑、砷、钡、铅、硒的浓度 (μg/mL)	镉、铬、汞的浓度 (μg/mL)
0	0	0
1	0.5	0.1
2	1.0	0.2
3	2.0	0.3
4	3.0	0.5
5	5.0	1.0

I.5 标准曲线

用ICP-OES分析8种元素标准参比溶液，以可溶性元素标准参比溶液的浓度（以 μg/mL计）为横坐标，以相应的光谱强度值减去空白试验溶液的光谱强度值为纵坐标绘制曲线。

同时测量试样溶液的光谱强度。如果溶液的浓度超出工作曲线最高点浓度值，则应用0.07 mol/L的盐酸溶液对试样溶液进行适当稀释后再测定。根据工作曲线和试样溶液的光谱强度值，计算试样溶液中待测元素的浓度值。

I.6 测定及结果计算

试样中可溶性元素含量按公式 (I.1) 计算：

$$W = \frac{C \times V \times N}{m} \dots\dots\dots (I.1)$$

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)；

V ——试样体积，单位为毫升 (mL)；

N ——稀释倍数；

m ——试样质量，单位为克 (g)。

附 录 J
(规范性附录)
测试用筛规要求

表 J.1 测试用筛规的尺寸和公差

单位为毫米

额定孔径尺寸	测试用筛规筛额定 金属丝直径	公差		
		每个筛孔尺寸的最 大偏差	平均孔径公差	中等偏差 (6%以下 的孔径应大于额定 孔径与下列数值之 和)
0.500	0.315	+0.090	±0.018	+0.054