

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3006—2011

---

### 包装材料用油墨中有机挥发物的测定 气相色谱法

Determination of volatile organic compounds in printing inks used for packaging materials—Gas chromatography method

2011-09-09 发布

2012-04-01 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：林振兴、袁丽凤、邬蓓蕾、华正江、徐善浩、孙君猛。

# 包装材料用油墨中有机挥发物的测定

## 气相色谱法

### 1 范围

本标准规定了包装材料用油墨中有机挥发物的气相色谱测定法。

本标准适用于有机挥发物含量大于或等于 0.1% (质量分数) 的包装材料用油墨的测试。

### 2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 2.1

**有机挥发物** **volatile organic compounds; VOC**

在 101.3 kPa 标准压力下,任何熔点低于室温而初沸点低于或等于 250 °C 的有机化合物总称。

### 3 原理

试样用溶剂稀释后,注入气相色谱使样品中各种有机挥发物分离,对各种有机挥发物进行定性后,再用内标法对有机挥发物进行定量测定。

### 4 试剂和材料

4.1 载气:氮气或氦气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

4.2 燃气:氢气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

4.3 助燃气:空气。

4.4 辅助气体:氮气或氦气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

4.5 内标物:试样中不存在的化合物,且能够在色谱图上与其他成分完全分离。纯度 $\geq 99\%$ ,或已知纯度。例如:异丁醇、乙二醇单丁醚、乙二醇二甲醚或二乙二醇二甲醚等。

4.6 校准化合物:本标准中可能使用的校准化合物参见附录 A。校准化合物的纯度 $\geq 99\%$ ,或已知纯度。

注:附录 A 中的校准化合物为油墨中可能存在的有机挥发物,可根据试样中有机挥发物定性的结果,选择合适的校准化合物。

4.7 稀释溶剂:用于稀释试样的有机溶剂,不应含有任何干扰测试的物质,纯度 $\geq 99\%$ ,或已知纯度。例如:乙腈、甲醇或四氢呋喃等溶剂。在实际样品分析时需要根据样品的定性结果进行选择,不能选择可能干扰有机挥发物分析的化合物做溶剂。

4.8 标记物:用于按 VOC 定义区分 VOC 组分与非 VOC 组分的化合物。本标准中正十四烷(沸点 252.6 °C)用作非极性柱上分析时使用的标记物,己二酸二乙酯(沸点 251 °C)用作极性柱上分析时使用的标记物。

## 5 仪器和设备

### 5.1 气相色谱仪,具有以下配置:

- 配置分流/不分流进样口,并且汽化室内衬可更换;
- 配置程序升温控制系统;
- 配置质谱仪(MS)或火焰离子化检测器(FID);
- 色谱柱:苯基改性或不改性的聚二甲基硅氧烷毛细管柱或聚乙二醇毛细管柱。

### 5.2 微量进样针:10 $\mu\text{L}$ 。

### 5.3 具塞玻璃离心试管:25 mL。

### 5.4 配样瓶:约 20 mL 的玻璃瓶,具有可密封的瓶盖。

### 5.5 天平:感量 0.1 mg。

## 6 分析步骤

### 6.1 推荐使用的色谱条件

#### 6.1.1 色谱条件 1 如下:

- a) 色谱柱(基本柱):聚二甲基硅氧烷毛细管柱,30 m $\times$ 0.32 mm(内径) $\times$ 1.0  $\mu\text{m}$ ,或相当者;
- b) 进样口温度:250  $^{\circ}\text{C}$ ;
- c) FID 检测器温度:260  $^{\circ}\text{C}$ ;
- d) 柱温:40  $^{\circ}\text{C}$  保持 4 min,然后以 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 230  $^{\circ}\text{C}$  保持 10 min;
- e) 载气流量 3.0 mL/min;
- f) 分流比:分流进样,分流比 30 : 1;
- g) 进样量:1.0  $\mu\text{L}$ 。

#### 6.1.2 色谱条件 2 如下:

- a) 色谱柱(确认柱):聚乙二醇毛细管柱,30 m $\times$ 0.32 mm(内径) $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ,或相当者;
- b) 进样口温度:250  $^{\circ}\text{C}$ ;
- c) FID 检测器温度:260  $^{\circ}\text{C}$ ;
- d) 柱温:60  $^{\circ}\text{C}$  保持 4 min,然后以 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 230  $^{\circ}\text{C}$  保持 10 min;
- e) 载气流量 3.0 mL/min;
- f) 分流比:分流进样,分流比 30 : 1;
- g) 进样量:1.0  $\mu\text{L}$ 。

注:也可根据所用气相色谱仪的性能及待测试样的实际情况选择最佳的气相色谱测试条件。

### 6.2 定性分析

6.2.1 定性鉴定试样中有无 4.6 中的校准化合物。优先选用的方法是气相色谱-质谱联用。也可以利用带火焰离子化检测器(FID)的气相色谱仪,使用 6.1 中给出的气相色谱测试条件,分别记录 4.6 中校准化合物在两根色谱柱上的色谱图,对被测试样进行双柱定性。

6.2.2 如果出现 4.6 中校准化合物之外的化合物,并且其含量大于 1%,则利用气相色谱-质谱联用定性该化合物,并利用纯度大于 99%或已知纯度的该化合物作为校准化合物测定其相对于内标物的相对校正因子,然后测定其含量;如果出现 4.6 中校准化合物之外的化合物,而其含量小于或等于 1%,则假设其相对于内标物的校正因子为 1。

### 6.3 校准

6.3.1 校准溶液的配制:分别称取一定量(精确至 0.1 mg)6.2 中鉴定出的各种校准化合物于配样瓶(5.4)中,称取的质量与待测试样中各自的含量应在同一个数量级,再加入 0.1 g(精确至 0.1 mg)的内标物,加入稀释溶剂(4.7)至总体积为 20 mL,密封配样瓶,并摇匀。

6.3.2 校正因子的测定:参照 6.1 给出的色谱条件,将 1  $\mu$ L 的校准溶液注入气相色谱仪中,记录色谱图。按式(1)分别计算各种化合物的相对校正因子:

$$R_i = \frac{A_{is} \times m_{ci}}{A_{ci} \times m_{is}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$R_i$  ——化合物  $i$  的相对校正因子;

$A_{is}$  ——内标物的峰面积;

$m_{ci}$  ——校准混合物中化合物  $i$  的质量,单位为克(g);

$A_{ci}$  ——内标物的峰面积;

$m_{is}$  ——校准混合物中内标物的质量,单位为克(g)。

$R_i$  值取两次测定结果的平均值,其相对偏差应小于 5%,保留 3 位有效数字。

### 6.4 试样的测定

6.4.1 试样的配制:称取搅拌均匀后的试样 1.0 g(精确至 0.1 mg),加入 0.1 g(精确至 0.1 mg)内标物(4.5)于玻璃离心试管中,加入稀释溶剂至总体积为 20 mL,摇匀,离心分离后上清液供气相色谱分析。

6.4.2 将标记物(4.8)注入气相色谱仪中,记录其在色谱柱上的保留时间,以便按 VOC 的定义确定色谱图中的积分终点。

6.4.3 将 1  $\mu$ L 试样溶液(6.4.1)注入气相色谱仪中,记录色谱图并记录各种保留时间低于标记物的化合物的峰面积(除稀释溶剂外),然后按式(2)计算得到各种化合物的质量分数。

$$\omega_i = \frac{A_i \times m_s \times R_i}{m \times A_s} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\omega_i$  ——试样中被测化合物  $i$  的质量分数,单位为克每克(g/g);

$A_i$  ——被测化合物  $i$  的峰面积;

$m_s$  ——内标物的质量,单位为克(g);

$R_i$  ——被测化合物  $i$  的相对校正因子;

$m$  ——测试试样的质量,单位为克(g);

$A_s$  ——内标物的峰面积。

## 7 结果计算

试样中有机挥发物(VOC)的含量按式(3)计算:

$$\omega_{(VOC)} = \sum \omega_i \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$\omega_{(VOC)}$  ——试样中的有机挥发物(VOC)含量,%(质量分数);

$\omega_i$  ——试样中被测化合物  $i$  的质量分数,单位为克每克(g/g)。

取两次测试结果的平均值,对于结果大于 1%(质量分数)的,精确到 0.1%(质量分数);对于结果小

于或等于 1%(质量分数)的,精确到 0.01%(质量分数)。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 5%。

### 8.2 再现性

在不同的实验室,由不同操作者使用不同设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

## 附录 A

(资料性附录)

## 标准中可能使用的校准化合物

表 A.1 标准中可能使用的校准化合物

序号	校准化合物	序号	校准化合物
1	正己烷	25	乙二醇单丁醚
2	正庚烷	26	乙二醇丁醚醋酸酯
3	苯	27	乙二醇单乙醚
4	甲苯	28	乙二醇乙醚醋酸酯
5	乙苯	29	二乙二醇单丁醚
6	二甲苯	30	二乙二醇单甲醚
7	甲醇	31	二乙二醇丁醚醋酸酯
8	乙醇	32	二乙二醇乙醚醋酸酯
9	异丙醇	33	乙二醇单异丙醚
10	正丙醇	34	乙二醇单异丙醚醋酸酯
11	异丁醇	35	乙二醇单乙酸酯
12	正丁醇	36	乙二醇二乙酸酯
13	异戊醇	37	1-乙氧基-2-丙醇
14	丙酮	38	2-乙氧基丙烷
15	2-丁酮	39	丙二醇单甲醚
16	乙酸甲酯	40	丙二醇单乙醚
17	乙酸乙酯	41	3-甲氧基丁酯
18	醋酸异丙酯	42	1-甲氧基-2-丙醇
19	乙酸正丙酯	43	2-甲氧基-1-丙醇
20	醋酸正丁酯	44	丙二醇甲醚醋酸酯
21	乙酰丙酮	45	异佛尔酮
22	丁内酯	46	4-甲基-2-戊酮
23	环己酮	47	4-甲氧基-4-甲基-2-戊酮
24	二丙酮醇	48	1-乙氧基-2-吡咯烷酮

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
包装材料用油墨中有机挥发物的测定  
气相色谱法  
SN/T 3006—2011

\*

中国标准出版社出版  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

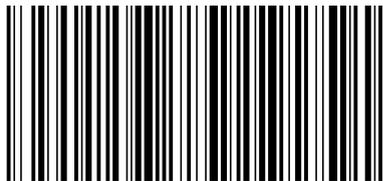
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字

2012年3月第一版 2012年3月第一次印刷

印数 1—1 600

\*

书号: 155066·2-23032 定价 16.00 元



SN/T 3006-2011