

国家标准 GB/T XXXXX-XXXX
《辐射固化涂料中光引发剂含量的测定 气相色谱-
质谱联用法》
(报批稿)

编 制 说 明

《辐射固化涂料中光引发剂含量的测定 气相色谱-质谱联
用法》标准编制组
2021 年 7 月

一、工作简况

(一) 任务来源

1、基本信息

2020 年 8 月国家标准委“关于下达 2020 年第二批推荐性国家标准计划的通知”(国标委发〔2020〕37 号), 推荐性国家标准《辐射固化涂料中光引发剂含量的测定 气相色谱-质谱联用法》获得批准立项, 项目编号为 20202769-T-606, 由全国涂料和颜料标准化技术委员会负责归口, 由常州光辉新材料研究所有限公司、中海油常州涂料化工研究院有限公司负责标准的起草工作, 要求于 2021 年完成报批任务。

2、标准化对象简要情况

1) 概述

大多数的光引发剂是芳香烃的小分子物质, 光引发剂是辐射固化涂料的主要成分之一, 其主要作用是利用它的感光基团在光吸收过程中产生活性成分, 引发单功能、多功能单体的聚合交联反应。光引发剂引起的安全性问题首先出现在 UV 印刷油墨中。2005 年 11 月, 意大利检测发现雀巢奶粉包装材料印刷油墨中的异丙基硫杂蒽酮(2-ITX) 光引发剂渗入牛奶中, 雀巢公司从法国、葡萄牙、西班牙以及意大利召回大批产品, 之后, 国内外开始对光引发剂的安全性越来越重视。由于光引发剂问题发现较晚, 再加上光引发剂种类很多, 所以其毒理研究还缺乏全面的实验数据。毒理学实验表明, 常用的有二苯甲酮(BP) 及其衍生物 4-甲基-二苯甲酮(4-MBP) 具有皮肤接触毒性和致癌性。虽然关于光引发剂的毒理学数据还比较匮乏, 但是其潜在的危害性已经越来越受到人们的重视, 随着辐射固化涂装方式的普遍应用, 做好辐射固化涂料中光引发剂的管控工作是一项重要而紧迫的任务。

2) 现状

为了控制光引发剂的使用, 欧美各国相继颁布法规和许可清单限制光引发剂的使用。2013 年, 欧盟印刷油墨协会针对印刷用油墨中的光引发剂颁布了《低迁移 UV 光引发剂许可使用名单》, 并相应规定了各种低迁移光引发剂的特定迁移限量。2017 年, 我国发布的 GB/T 35602-2017《绿色产品评价 涂料》中已经有光引发剂的相关项目, 该标准明确提出能量固化油墨不添加二苯甲酮(BP)、异丙基硫杂蒽酮(ITX)、2-甲基-1-(4-甲硫基苯基)-2-吗啉基-1-丙酮(907) 作为光引发剂, 同时也对涂膜的残余光引发剂含量进行了限值控制。因目前尚未有相关的标准对涂料中光引发剂含量以及涂膜中残余光引发剂含量进行测定, 其使用量和残余量只能由企业声明, 尚处于无法监管的地步。目前, 我国没有关于涂料中光引发剂含量的测定的国家标准, 为了保护人民的生命健康, 推进辐射固化涂料行业的健康发展, 制订涂料中光引发剂含量的测定的国家标准势在必行。

3) 目的意义

近年来,相关报道和研究表明,辐射固化涂料固化完成后,会残留光引发剂。一些光引发剂的分子量较小,在一定的条件下会发生化学迁移,污染环境,从而对人体的健康造成潜在危害,如辐射固化木器涂料、化妆品包装材料辐射固化涂料、电子产品辐射固化涂料等属于人体密切接触涂料,其涂层中光引发剂的残余含量应该受到控制。因此,利用法规标准对其制定使用限制的重要性的紧迫性凸显。为了更好的对我国涂料的质量做出准确的评判,以指导生产者改进技术配方,使涂料的保护作用更好的应用到我们的实际生活生产中,在2019年全国涂料和颜料标准化技术委员会向国家标准化管理委员会提出了制订该项标准的计划。

4) 当前国际水平

欧美各国相继颁布法规和许可清单限制光引发剂的使用。欧盟等许多国家对二苯甲酮及MBP在食品包装印刷油墨中迁移总量规定小于0.6mg/kg。各国对引发剂限制的相关法规如下:瑞士法规:RS817.023.21 V2016,该法令附录6的第V部分规定了96种许可使用印刷油墨中的光引发剂物质,并规定了其特定迁移限量(SML)要求。雀巢公司以瑞士817.023.21 V2016条例为基础,建立了一套食品包装用油墨雀巢指引《Nestle Guidance Note on Packaging Inks》,对于光引发剂进行了限用说明。欧盟印刷油墨协会(EuPIA)针对印刷用油墨中的光引发剂颁布了《低迁移UV光引发剂许可使用名单》,并相应规定了各种低迁移光引发剂的迁移限量(SML)要求。欧盟委员会食物链和动物健康常务委员会(SCFCAH)规定食品接触材料用的印刷油墨中二苯甲酮的特定迁移限量为0.6mg/kg。

随着国内外相关部门和专家学者对光引发剂的高度重视,其检测方法的研究已成热点。但欧美各国还未出台相应的测试方法,国内的检测方法研究一直走在国际前沿。近年来,在食品接触材料、印刷油墨、纸张等领域已出台针对光引发剂检测的方法标准,我国出台了若干个标准,如SN/T 3388-2012《食品接触材料 高分子材料食品模拟液中二苯甲酮和4-甲基二苯甲酮的测定 高效液相色谱法》、SN/T 3550-2013《食品接触材料 纸、再生纤维材料4,4'-一双(二甲氨基)二苯酮和4,4'-一双(二乙基氨基)二苯酮的测定GC-MS法》和SN/T 3551-2013《食品接触材料 纸、再生纤维材料二苯甲酮和4-甲基二苯甲酮的测定GC-MS法》;《YQ/T 31-2013 卷烟条与盒包装纸中光引发剂的测定 气相色谱-质谱联用法》;国外的一些企业机构也出台了相关的标准或文件,如宜家IKEA公司的《表面涂层和贴面的总体要求AA-163938-10 v2015》、雀巢公司以瑞士RS817.023.21法令为基础,建立了《食品包装用油墨雀巢指引》,涉及油墨使用的光引发剂、溶剂等,对其进行了限用说明。

(二) 主要工作过程

1、起草阶段（2021.1~2020.6）

1) 起草工作组

接到上级部门的标准项目批准立项文件后，标委会秘书处立即开始了标准修订的前期准备工作。为使该标准的修订能充分体现先进性，邀请了来自涂料研究、生产、检验、使用等方面的代表参加该标准的修订工作。为确保标准水平并考虑标准发布后的影响和声誉，凡被邀请的企业均是具备管理规范、已有相当生产规模和市场占有率、具有良好社会形象等条件，且敢于承担社会责任、在行业中能引领技术进步、产品质量达到较高水平的骨干企业。标准工作组由中海油常州涂料化工研究院有限公司、国恒信（常州）检测认证技术有限公司、深圳广田高科新材料有限公司、常州光辉新材料研究有限公司、瑞通高分子科技（浙江）有限公司、邦弗特新材料股份有限公司、湖北固润科技股份有限公司、浙江佑谦特种材料有限公司、江南大学、广州市龙珠化工有限公司、常州强力电子新材料股份有限公司、湖南松井新材料股份有限公司、上海市涂料研究有限公司、厦门百安兴新材料有限公司、山东齐鲁漆业有限公司、上海海关等单位组成。

2) 分工情况

经过协商，由中海油常州涂料化工研究院有限公司和常州光辉新材料研究有限公司负责国内外相关标准资料的研究，国恒信（常州）检测认证技术有限公司、江南大学、上海市涂料研究有限公司负责样品的验证试验，其他工作组成员负责行业调研并提供日常工作中遇到的标准问题。工作组成员为周湘玲、赵绍洪、胡基如、徐新祥、余宗萍、成伟、张冬明、李时珍、邓宇飞、陈梦茹、刘仁、朱叶、韩旭东、张学龙、伍松、张卫群、戴燕中、甘勇强、孟凡斌、程欲晓等，其中周湘玲负责标准的编制工作，赵绍洪负责国内外相关标准资料的研究，其他人员负责提供标准的修改意见和建议。

3) 调查研究过程（现状、重点问题、难点问题、解决方案）

为了使标准具有科学性、操作步骤更加规范，缩小人员之间操作误差，标准修订工作组做了大量的工作，查阅了国内外有关“光引发剂”的标准和文献、仪器设备等，并进行了深入详细的分析研究，我国出台的方法标准基本上只测定制品中残余的光引发剂含量，同时测定的品种相对较少，国外的限制文件则不涉及测试方法，仅从项目上进行了限值，这些标准或文献资料对涂料领域的方法测定有一定的参考作用，但是涂料是一个更宽广、基体更复杂的品种，为了弥补各自的缺点，提高光引发效率和扩大其使用范围，很多情况下需要多种光引发剂配合使用，所以多种光引发剂同时检测是发展趋势。另外，我国现有的标准体系既关心涂料产品中的有害物质含量，也关注涂膜的残余有害物质含量，势必对涂料产品中的光引发剂含量和涂膜中残余的光引发剂含量都有检测

的需要。为了使标准具有科学性、操作步骤更加规范，缩小人员之间操作误差，标准修订工作组做了大量的工作，查阅了国内外有关“光引发剂含量测定”的标准和文献、仪器设备等，并进行了深入详细的分析研究，特别对气相色谱-质谱联用仪测定光引发剂含量的方法进行细致认真地研究，仪器操作方面不存在问题，涂料的前处理用乙酸丁酯进行溶解，而涂膜中的光引发剂含量测定原有如下几种方案：

1、测定涂膜中的光引发剂的迁移量，参考 SN/T 3388-2012 《食品接触材料 高分子材料食品模拟液中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮的测定 高效液相色谱法》中的前处理方法，将整个涂膜浸泡在 10% 的乙醇溶液中 24h，测定乙醇溶液中的光引发剂含量，再转换计算到涂膜中的光引发剂的含量。

2、测定涂膜中的光引发剂的残余量，参考 SN/T 3550-2013 《食品接触材料 纸、再生纤维材料 4，4'-双（二甲氨基）二苯酮和 4，4'-双（二乙基氨基）二苯酮的测定 GC-MS 法》中的前处理方法，将涂膜粉碎后乙酸丁酯进行萃取，将萃取液进行浓缩，测定萃取液中的光引发剂浓度，计算涂膜中的光引发剂含量。

3、测定涂膜中的光引发剂的残余量，将涂膜剪成一定的规格尺寸，在 150℃ 或 180℃ 温度下，用顶空气相色谱—质谱联用仪直接测定涂膜中的光引发剂含量。

经过前期研究探讨，决定采用第 2 种方案测定涂膜中的光引发剂的残余量。

4) 验证过程（或试验过程）[验证单位、验证（试验）内容、验证（试验数据分析）、验证评价]

两个实验室按照标准中的试验方法对涂料中的光引发剂含量和涂膜中光引发剂含量的测定进行了一些试验，数据汇总如下：

表 1 1#实验室测试的涂料试样中光引发剂（184）的含量

涂料试样	184 光引发剂含量(%)		平均值(%)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		
A	2.18	2.19	2.185	0.23
B	3.51	3.53	3.52	0.28
C	1.47	1.48	1.475	0.34
D	1.50	1.48	1.49	0.67
E	1.46	1.47	1.465	0.34
F	1.49	1.48	1.485	0.34

表 2 2#实验室测试的涂料试样中光引发剂（184）的含量

涂料试样	184 光引发剂含量(%)		平均值(%)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		
A	2.08	2.19	2.135	2.58
B	3.41	3.53	3.47	1.73
C	1.47	1.52	1.495	1.67
D	1.6	1.56	1.58	1.27
E	1.49	1.54	1.515	1.65
F	1.55	1.58	1.565	0.96

表 3 两个实验室测试的涂料试样中光引发剂（184）的数据

涂料试样	184 光引发剂含量(%)		平均值(%)	相对偏差(%)
	1#实验室	2#实验室		
A	2.185	2.135	2.16	1.16
B	3.52	3.47	3.495	0.72
C	1.475	1.495	1.485	0.67
D	1.49	1.58	1.535	2.93
E	1.465	1.515	1.49	1.68
F	1.485	1.565	1.525	2.62

从表 1～表 3 的数据可以得出：涂料产品中的光引发剂含量比较大，实验室内部的相对偏差（重复性）和实验室间的相对偏差（再现性）都比较小。

表 4 1#实验室测试的涂料试样中光引发剂（907）的含量

涂料试样	907 光引发剂含量(%)		平均值(%)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		

A	-	-	-	-
B	-	-	-	-
C	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
D	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
E	-	-	-	-
F	-	-	-	-

表 5 2#实验室测试的涂料试样中光引发剂（907）的含量

涂料试样	907 光引发剂含量(%)		平均值(%)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		
A	-	-	-	-
B	-	-	-	-
C	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
D	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
E	-	-	-	-
F	-	-	-	-

从验证试验样品提供单位提供的配方可以得知 C、D 试样中加入了 907 光引发剂，但两个试验室测试结果均为未检出。由此可知试样中的光引发剂在放置过程中会逐渐减少。

表 6 1#实验室测试的涂料试样中光引发剂（BP）的含量

涂料试样	BP 光引发剂含量(%)		平均值(%)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		
A	-	-	-	-
B	-	-	-	-
C	-	-	-	-
D	-	-	-	-
E	0.712	0.710	0.711	0.14
F	1.75	1.76	1.755	0.28

表 7 2#实验室测试的涂料试样中光引发剂（BP）的含量

涂料试样	BP 光引发剂含量(%)		平均值(%)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		
A	-	-	-	-
B	-	-	-	-
C	-	-	-	-
D	-	-	-	-
E	0.839	0.807	0.823	1.94
F	1.55	1.63	1.59	2.52

表 8 两个实验室测试的涂料试样中光引发剂（BP）的数据

涂料试样	BP 光引发剂含量(%)		平均值(%)	相对偏差(%)
	1#实验室	2#实验室		

A	-	-	-	-
B	-	-	-	-
C	-	-	-	-
D	-	-	-	-
E	0.711	0.823	0.767	7.30
F	1.755	1.59	1.6725	4.93

从表 61~表 8 的数据可以得出：涂料产品 E 中的光引发剂含量相对小，实验室间的相对偏差（再现性）相对大一点。

表 9 1#实验室测试的涂膜试样中光引发剂（184）的含量

涂膜试样	184 光引发剂含量(mg/kg)		平均值(mg/kg)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		
A600	2.64×10^3	2.85×10^3	2.745×10^3	3.83
A1200	787	811	799	1.50
B600	9.97×10^3	1.00×10^4	9.985×10^3	0.15
B1200	4.88×10^3	5.16×10^3	5.02×10^3	2.79
C600	1.28×10^3	1.28×10^3	1.28×10^3	0
C1200	445	473	459	3.05
D600	2.39×10^3	2.56×10^3	2.475×10^3	3.43
D1200	1.57×10^3	1.40×10^3	1.485×10^3	5.72
E600	5.00×10^3	5.05×10^3	5.025×10^3	0.50
E1200	2.24×10^3	2.28×10^3	2.26×10^3	0.88
F600	3.17×10^3	3.20×10^3	3.185×10^3	0.47
F1200	2.04×10^3	2.04×10^3	2.04×10^3	0

表 10 2#实验室测试的涂膜试样中光引发剂（184）的含量

涂膜试样	184 光引发剂含量(mg/kg)		平均值(mg/kg)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		
A600	2.94×10^3	2.82×10^3	2.88×10^3	2.08
A1200	762	803	782.5	2.62
B600	9.47×10^3	9.67×10^3	9.57×10^3	1.04
B1200	4.82×10^3	5.19×10^3	5.005×10^3	3.70
C600	1.21×10^3	1.32×10^3	1.265×10^3	4.35
C1200	497	508	502.5	1.09
D600	2.55×10^3	2.76×10^3	2.655×10^3	3.95
D1200	1.59×10^3	1.68×10^3	1.635×10^3	2.75
E600	5.04×10^3	5.15×10^3	5.095×10^3	1.08
E1200	2.14×10^3	2.08×10^3	2.11×10^3	1.42
F600	3.37×10^3	3.59×10^3	3.48×10^3	3.16
F1200	2.06×10^3	2.23×10^3	2.145×10^3	3.96

表 11 两个实验室测试的涂膜试样中光引发剂（184）的数据

涂膜试样	184 光引发剂含量(mg/kg)		平均值(mg/kg)	相对偏差(%)
	1#实验室	2#实验室		
A600	2.745×10^3	2.88×10^3	2.8125×10^3	2.40
A1200	799	782.5	790.75	1.04
B600	9.985×10^3	9.57×10^3	9.7775×10^3	2.12
B1200	5.02×10^3	5.005×10^3	5.0125×10^3	0.15
C600	1.28×10^3	1.265×10^3	1.2725×10^3	0.59
C1200	459	502.5	480.75	4.52
D600	2.475×10^3	2.655×10^3	2.565×10^3	3.51
D1200	1.485×10^3	1.635×10^3	1.56×10^3	4.81
E600	5.025×10^3	5.095×10^3	5.06×10^3	0.69
E1200	2.26×10^3	2.11×10^3	2.185×10^3	3.43
F600	3.185×10^3	3.48×10^3	3.3325×10^3	4.43
F1200	2.04×10^3	2.145×10^3	2.0925×10^3	2.51

从表 9～表 11 的数据可以得出：相比于涂料产品，涂膜产品中的光引发剂含量实验室内部的相对偏差（重复性）和实验室间的相对偏差（再现性）都比较大。

表 12 1#实验室测试的涂膜试样中光引发剂（907）的含量

涂膜试样	907 光引发剂含量(mg/kg)		平均值(mg/kg)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		

A600	-	-	-	-
A1200	-	-	-	-
B600	-	-	-	-
B1200	-	-	-	-
C600	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
C1200	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
D600	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
D1200	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
E600	-	-	-	-
E1200	-	-	-	-
F600	-	-	-	-
F1200	-	-	-	-

表 13 2#实验室测试的涂膜试样中光引发剂（907）的含量

涂膜试样	907 光引发剂含量(mg/kg)		平均值(mg/kg)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		
A600	-	-	-	-
A1200	-	-	-	-
B600	-	-	-	-
B1200	-	-	-	-
C600	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
C1200	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
D600	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.

D1200	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
E600	-	-	-	-
E1200	-	-	-	-
F600	-	-	-	-
F1200	-	-	-	-

两个试验室的涂膜试样 C600、C1200、D600、D1200 中均未检出光引发剂 907。

表 14 1#实验室测试的涂膜试样中光引发剂（BP）的含量

涂膜试样	BP 光引发剂含量(mg/kg)		平均值(mg/kg)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		
A600	-	-	-	-
A1200	-	-	-	-
B600	-	-	-	-
B1200	-	-	-	-
C600	-	-	-	-
C1200	-	-	-	-
D600	-	-	-	-
D1200	-	-	-	-
E600	5.56×10^3	5.57×10^3	5.565×10^3	0.09

E1200	4.45×10^3	4.55×10^3	4.50×10^3	1.11
F600	1.62×10^4	1.68×10^4	1.65×10^4	1.82
F1200	1.73×10^4	1.71×10^4	1.72×10^4	0.58

表 15 2#实验室测试的涂膜试样中光引发剂（BP）的含量

涂膜试样	BP 光引发剂含量(mg/kg)		平均值(mg/kg)	相对偏差(%)
	第一次	第二次		
A600	-	-	-	-
A1200	-	-	-	-
B600	-	-	-	-
B1200	-	-	-	-
C600	-	-	-	-
C1200	-	-	-	-
D600	-	-	-	-
D1200	-	-	-	-
E600	6.39×10^3	6.59×10^3	6.49×10^3	1.54
E1200	4.95×10^3	5.15×10^3	5.05×10^3	1.98
F600	1.95×10^4	2.08×10^4	2.015×10^4	3.23
F1200	2.06×10^4	2.11×10^4	2.085×10^4	1.20

表 16 2#实验室测试的涂膜试样中光引发剂（BP）的含量

涂膜试样	BP 光引发剂含量(mg/kg)		平均值(mg/kg)	相对偏差(%)
	1#实验室	2#实验室		
A600	-	-	-	-
A1200	-	-	-	-
B600	-	-	-	-
B1200	-	-	-	-
C600	-	-	-	-
C1200	-	-	-	-
D600	-	-	-	-
D1200	-	-	-	-
E600	5.565×10^3	6.49×10^3	6.0275×10^3	7.67
E1200	4.50×10^3	5.05×10^3	4.775×10^3	5.76
F600	1.65×10^4	2.015×10^4	1.8325×10^4	9.96
F1200	1.72×10^4	2.085×10^4	1.9025×10^4	9.59

从表 14~表 16 的数据可以得出：涂膜产品中的光引发剂 BP 的实验室内部的相对偏差（重复性）比较小，但实验室间的相对偏差（再现性）比较大。

由于光引发剂物质的特殊性，其在自然条件下会衰减或分解，无法测试其回收率。

5) 工作组讨论稿

根据收集的行业和专家的意见采用气相色谱-质谱联用法测定涂料产品中的光引发剂含量和涂膜中残余的光引发剂含量，2021 年 4 月初完成了工作组讨论稿。

4 月 15 日下午在常州召开了《辐射固化涂料中光引发剂含量的测定 气相色谱-质谱联用法》标准工作组会议，共有 13 家企业和研究机构的 21 名代表参加了本次会议。会上就《辐射固化涂料中光引发剂含量的测定 气相色谱-质谱

联用法》标准的内容进行了详细讨论。结合会上讨论情况，进行了以下修改：

- (1) 将适用范围“适用于辐射固化涂料及相关材料中光引发剂含量的测定”改为“适用于辐射固化涂料及相关材料中挥发性光引发剂含量的测定”；
- (2) 考虑到某些光引发剂的热不稳定性，增加超声提取过程中的水浴温度（60±5）℃的温度控制。

会后共收集到由2家标准起草单位提供的各类样品18个。验证试验单位按照会议确定的验证试验方案于2021年6月底完成了验证试验工作。根据验证试验统计结果及对结果的分析，常州涂料化工研究院有限公司组织相关人员认真讨论并确定了试验方法，并据此编写了标准征求意见稿和编制说明。

二、国家标准编制原则、标准体系和确定国家标准主要内容

（一）国家标准编制原则（总体原则、特殊性原则）

本标准的修订遵循技术先进，接轨国际的原则，以“科学性、实用性、统一性、规范性”为目标。制订后的标准方便我国涂料生产方、使用方和检测机构进行涂料和涂膜中光引发剂含量的测定，为我国涂料行业配方设计、有害物质含量检测提供指南，能更好的为行业服务，保护人民的生命健康，推进辐射固化涂料行业的健康发展。

（二）标准体系

目前涂料和颜料领域归口的现有国家标准334项、现有行业标准186项，其中涂料细分领域现有国家标准292项（8项为强制性，286项为推荐性）、现有行业标准129项（均为推荐性）；颜料细分领域现有国家标准42项（均为推荐性）、现有行业标准57项（均为推荐性）。

涂料和颜料领域现有国家标准的结构为基础通用标准17项、产品标准66项、方法标准205项、管理标准46项，各类标准的占比为基础通用标准5.1%、产品标准19.8%、方法标准61.4%、管理标准13.8%。

涂料和颜料领域现有行业标准的基础通用标准1项、产品标准151项、方法标准34项、管理标准0项，各类标准的占比为基础通用标准0.5%、产品标准81.2%、方法标准18.3%、管理标准0%。

本项目为制订现行标准GB/T XXXX-XXXX《辐射固化涂料中光引发剂含量的测定 气相色谱-质谱联用法》，该标准项目在涂料标准体系中属于通用试验方法标准，体系编号为01-005-01-03-02。

（三）确定国家标准制订主要内容(如参数、试验方法等)的论据(包括试验、统计数据)

1、技术路线

目前，国内还没有针对涂料中光引发剂含量的测定的国家标准。查阅各类文献获悉，目前测定材料中光引发剂的方法很多，如用超高效液相色谱/二极管和荧光检测器检测；或用液相色谱/串联质谱等液相色谱的方法来检测；也有采

用气相色谱/FID 法；或者气相色谱/质谱法等气相色谱的方法来检测，由于液相色谱的普及性和适用范围窄，目前国内外的研究基本上是以气相色谱法推进的。由于涂料产品复杂，前处理是整个检测方法的重点和难点。合适的前处理技术能够恰当溶解样品，剔除杂质干扰，取得样品清液，是进一步准确分析的关键。气相色谱具有高选择性、高分辨率和高灵敏度的特性，用质谱（如 EI 源）作为检测器时，能够得到大的分子离子峰和很少的碎片离子，所以用 GC-MS 测定时能够得到很高的灵敏度，在定量方面更准确。随着光引发剂毒理数据的日趋完善，相应的监控将越来越严格。质谱作为一种高灵敏度、高选择性的检测技术，能够满足光引发剂的检测要求。

2、论据

以乙酸丁酯等合适的溶剂作为提取溶剂，超声提取试样中的光引发剂。提取液定容后，用气相色谱-质谱联用仪（GC/MS）进行检测，外标法定量。

3、参加验证试验单位

国恒信（常州）检测认证技术有限公司、江南大学、上海市涂料研究所有限有限公司负责样品的验证试验。

三、主要试验（或验证）的分析、综述报告、技术经济论证、预期的经济效果

1、对重要步骤过程的分析

1) 涂膜试样中的光引发剂的提取

索氏提取方法是提取一般固体试样中被测物质的常见方法，但光引发剂对光、热反应灵敏，且索氏提取一般时间都比较长，故索氏提取方法不适用于本标准方法。将乙酸丁酯稀释的试验样品用超声波萃取仪在水浴温度（ 60 ± 5 ）℃的条件下超声提取 1h，将上层清液移置于 25 mL 容量瓶中。沉降部分再用乙酸丁酯超声提取 30 min，再注入气质联用仪进行测试。各实验室试验结果的重复性和再现性都比较好。

2) 重复性限 r

从验证试验的数据看，实验室内部的相对偏差最大值为 5.72%，考虑到验证试验数据少，参与的试验室少，代表性不强，因此标准中的重复性限为两次测试结果的相对偏差不大于 10%。

3) 再现性限 R

从验证试验的数据看，实验室间的相对偏差最大值为 9.96%，考虑到验证试验数据少，参与的试验室少，代表性不强，因此标准中的再现性限为不同的实验室的两次独立测试结果的相对偏差不大于 20%。

2、技术经济论证

本标准中的试验方法，填补了国际上在涂料领域光引发剂含量测试方法的空白，实施后可引用于强制标准及法律法规中，解决了国际法律法规中目前只有限定值，没有统一的测试方法的境况。

3、预期达到的经济效益

本标准的制订和发布，将很好地适应我国涂料行业的发展形势，对指导生产者改进技术配方、改善产品稳定性，规范和提高产品质量，适应技术和经济的发展有着很好的促进作用；本标准在全国范围实施后，将取得明显的经济效益和社会效益。

四、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况（一致性程度、标准水平、对标情况）

未查询到相关测试方法的国际标准和国外先进标准。本标准无法提供与国际、国外同类标准水平的对比情况。

五、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

本标准符合现行法律、法规和规章的要求，与其它相关标准和强制性标准之间均不存在矛盾之处。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

七、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

本标准作为通用试验方法标准，不涉及人体健康及人身安全，标准属性为推荐性。

八、贯彻国家标准的要求和措施建议

建议在本标准实施前在行业内进行广泛宣贯，让相关单位和机构及时了解标准的最新信息，熟悉检测新技术并能更好地应用于日常质量控制之中，推动标准的顺利实施，以使该国家标准在今后得到更广泛的使用，为涂料设计提供数据支撑，为涂料生产方、使用方、检测机构提供方法指导，促进我国涂料行业健康快速的发展。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予说明的事项

无。