



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3803—2014

---

## 进出口建筑用粘接剂中苯胺类 添加剂的测定

Determination of anilines additives in adhesives used in building for  
import and export

2014-01-13 发布

2014-08-01 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：中华人民共和国厦门出入境检验检疫局检验检疫技术中心。

本标准主要起草人：赖莺、林睿、董清木、丘寅、葛秀秀、黄龙、林伟靖、林海霞。

## 进出口建筑用粘接剂中苯胺类 添加剂的测定

### 1 范围

本标准规定了进出口建筑用粘接剂中三种苯胺类添加剂(*N,N*-二甲基苯胺、*N,N*-二乙基苯胺、苯胺)含量的气相色谱-质谱法(GC-MS)和气相色谱法(GC)。其中气相色谱-质谱法为仲裁法。

本标准适用于进出口建筑用粘接剂中 *N,N*-二甲基苯胺、*N,N*-二乙基苯胺和苯胺含量的测定。

### 2 原理

试样用乙醇超声提取,提取液经过滤后,用气相色谱-质谱法和气相色谱法测定,外标法定量。

### 3 试剂和材料

3.1 乙醇:色谱纯。

3.2 苯胺类添加剂标准品:见附录 A 中表 A.1。

3.3 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取三种苯胺类添加剂标准品各 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,用乙醇定容至刻度。

3.4 标准工作溶液:移取适量标准储备液(3.3),用乙醇(3.1)稀释成适用浓度的标准工作溶液。

3.5 有机相滤膜:0.22  $\mu\text{m}$ 。

### 4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪,配有质谱检测器。

4.2 气相色谱仪,配有氢火焰离子化检测器。

4.3 旋涡混合器。

4.4 超声波清洗器(功率 $\geq 220$  W)。

4.5 台式离心机:转速不低于 4 000 r/min。

4.6 电子天平:感量 0.1 mg。

### 5 分析步骤

#### 5.1 提取

称取经混匀后的样品约 0.5 g(精确至 0.000 1 g),置于 10 mL 具塞比色管,用乙醇(3.1)稀释至刻度。在旋涡混合器(4.3)上混匀后,超声波萃取 15 min,转移至 10 mL 具塞离心管,以 4 000 r/min 的速度离心 8 min,取上清液用 0.22  $\mu\text{m}$  有机滤膜(3.5)过滤,滤液供气相色谱-质谱仪和气相色谱仪测定。

## 5.2 测定

### 5.2.1 气相色谱-质谱法

#### 5.2.1.1 气相色谱-质谱测定参考条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不能给出色谱-质谱分析的普遍参数。下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:固定相为聚乙二醇,30 m×0.25 mm×0.25 μm 毛细管柱或性能类似的分析柱;
- b) 程序升温:初始温度 90 °C,保持 3 min,15 °C/min 升至 140 °C,保持 2 min,30 °C/min 升至 240 °C,保持 8 min;
- c) 进样口温度:250 °C;
- d) 质谱接口温度:280 °C;
- e) 离子源温度:230 °C;
- f) 四极杆温度:150 °C;
- g) 载气:He(纯度>99.999 %),1.0 mL/min 恒流;
- h) 进样量:1 μL;
- i) 进样方式:分流进样,分流比 10:1;
- j) 电离方式:EI;
- k) 溶剂延迟:6 min;
- l) 质谱扫描方式:同时采集全扫描(SCAN)和选择离子模式(SIM)数据;
- m) 全扫描(SCAN)范围:10 m/z~500 m/z;
- n) 选择离子模式(SIM)采集参数:参见表 B.1。

#### 5.2.1.2 定性测定

按照上述条件测定试样和标准工作溶液,如果试样的质量色谱峰保留时间与标准品一致,允许偏差小于±2.5%;定性离子对的相对丰度与浓度相当的标准工作溶液的相对丰度一致,相对丰度允许偏差不超过表 1 规定的范围,则可判断样品中存在相应的被测物。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差/%	±20	±25	±30	±50

### 5.2.2 气相色谱法

#### 5.2.2.1 气相色谱测定参考条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不能给出色谱-质谱分析的普遍参数。下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:固定相为聚乙二醇,30 m×0.25 mm×0.25 μm 毛细管柱或性能类似的分析柱;
- b) 程序升温:初始温度 90 °C,保持 3 min,15 °C/min 升至 140 °C,保持 2 min,30 °C/min 升至 240 °C,保持 8 min;
- c) 进样口温度:250 °C;
- d) 检测器:260 °C;

- e) 载气:氮气,纯度≥99.999 %;流速 1 mL/min;
- f) 氢气流量:30 mL/min;
- g) 空气流量:400 mL/min;
- h) 进样量:1 μL;
- i) 分流比:10 : 1。

5.2.3 定量测定

根据试样中被测物的含量,选取响应值相近的标准工作液进行分析。以目标化合物的峰面积为纵坐标,浓度为横坐标绘制标准工作曲线,外标法定量。标准工作液和样液中待测物的响应值均应在仪器线性响应范围内,如果含量超过标准曲线范围,应用乙醇(3.1)稀释到适当浓度后分析。标准工作溶液与样液等体积穿插进样测定。在上述色谱条件下,三种苯胺类化合物标准溶液的气相色谱-质谱选择离子监测图参见图 C.1,气相色谱图参见图 D.1。

5.3 空白试验

除不加试样外,均按上述操作步骤进行。

6 结果计算

按式(1)计算试样中苯胺类添加剂的含量  $X_i$ 。

$$X_i = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中:  
 $X_i$  ——试样中被测组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);  
 $c$  ——样液中被测组分浓度,单位为毫克每升(mg/L);  
 $c_0$  ——空白试验被测组分浓度,单位为毫克每升(mg/L);  
 $V$  ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);  
 $m$  ——试样质量,单位为克(g);  
 $f$  ——稀释因子。  
计算结果保留两位有效数字。

7 测定低限

本方法对三种苯胺类添加剂的测定低限见表 2。

表 2 三种苯胺类添加剂的测定低限

单位为毫克每千克(mg/kg)

序号	化合物名称	气相色谱-质谱法	气相色谱法
1	N,N-二甲基苯胺	1	10
2	N,N-二乙基苯胺	1	10
3	苯胺	2	10

SN/T 3803—2014

## 8 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的 10%;在再现性条件下,两个实验室测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 15%。

附 录 A  
(规范性附录)  
标准物质基本信息

标准物质的基本信息见表 A.1。

表 A.1 标准物质基本信息

序号	化合物名称	英文名称	CAS 号	纯度
1	<i>N,N</i> -二甲基苯胺	<i>N,N</i> -dimethylaniline	121-69-7	≥99%
2	<i>N,N</i> -二乙基苯胺	<i>N,N</i> -diethylaniline	91-66-7	≥99%
3	苯胺	Aniline	62-53-3	≥99%

SN/T 3803—2014

附 录 B  
(资料性附录)

标准物质选择离子模式(SIM)采集参数

标准物质选择离子模式(SIM)采集参数见表 B.1。

表 B.1 标准物质选择离子模式(SIM)采集参数

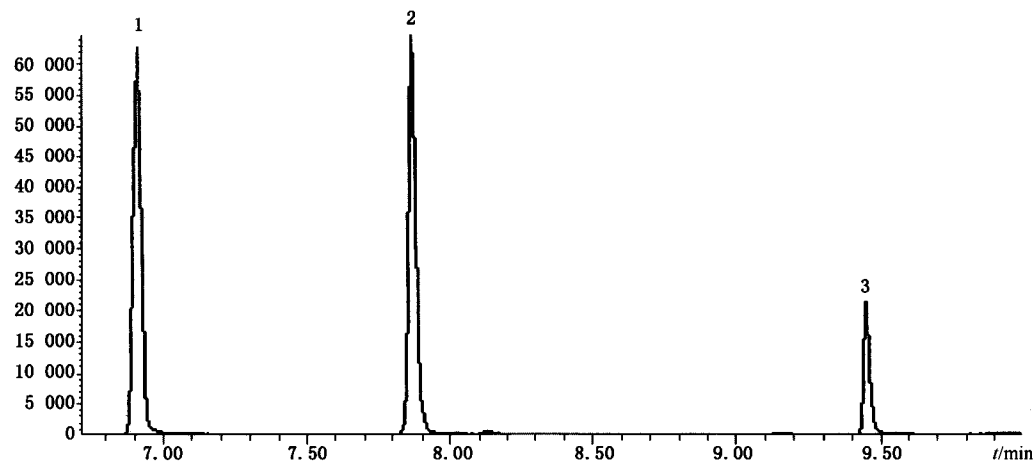
物质名称	定量离子 <i>m/z</i>	参照离子 1 <i>m/z</i>	参照离子 2 <i>m/z</i>	参照离子 3 <i>m/z</i>	丰度比
<i>N,N</i> -二甲基苯胺	120	77	104	—	100 : 21.5 : 13.4
<i>N,N</i> -二乙基苯胺	134	106	149	77	100 : 40.9 : 30.3 : 23.1
苯胺	93	66	39	—	100 : 33.3 : 9.2



附 录 C  
(资料性附录)

三种苯胺类添加剂标准溶液的气相色谱-质谱选择离子监测图

三种苯胺类添加剂标准溶液的气相色谱-质谱选择离子监测图如图 C.1 所示。



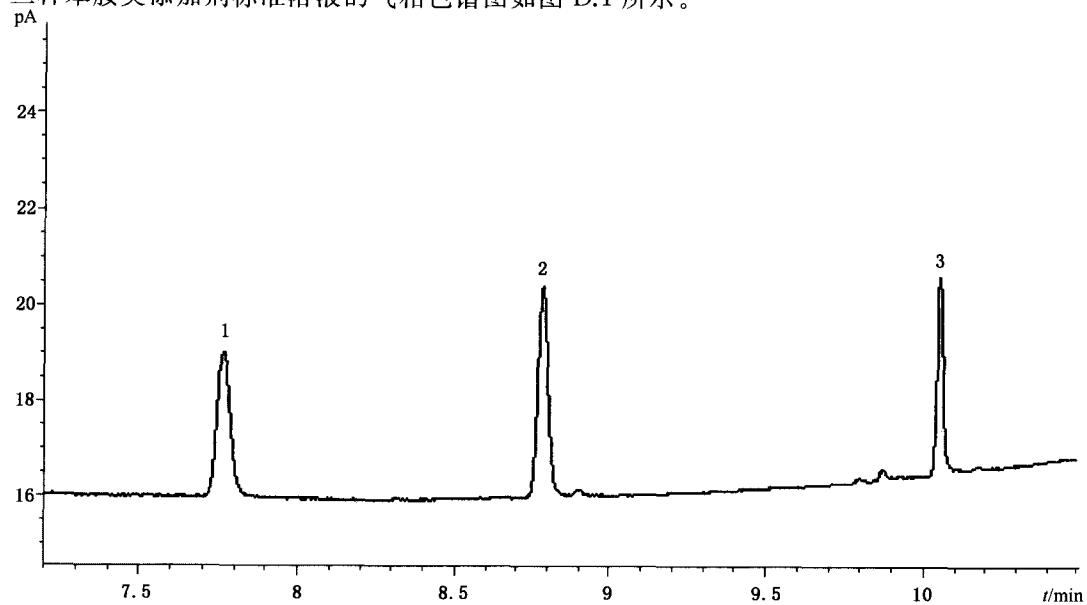
说明：  
1——*N,N*-二甲基苯胺；  
2——*N,N*-二乙基苯胺；  
3——苯胺。

图 C.1 三种苯胺类添加剂标准溶液的气相色谱-质谱选择离子监测图(5 mg/L)

附 录 D  
(资料性附录)

三种苯胺类添加剂标准溶液的气相色谱图

三种苯胺类添加剂标准溶液的气相色谱图如图 D.1 所示。



说明：

- 1——*N,N*-二甲基苯胺；
- 2——*N,N*-二乙基苯胺；
- 3——苯胺。

图 D.1 三种苯胺类添加剂标准溶液的气相色谱图(5 mg/L)