

F-HZ-HJ-SZ-ISO-038

水质—络合剂的测定—气相色谱法

1 适用范围

本方法适用于饮用水、地下水、废水中浓度范围在 $0.5\mu\text{g/L} \sim 200\mu\text{g/L}$ 的可溶有机络合剂的测定(采样体积 $50\text{mL} \sim 100\text{mL}$)。包括 EDTA、NTA、DTPA、MGDA、 β —ADA、1,3—PDTA。

2 原理概要

用甲醛稳定试样,加入盐酸或甲酸蒸发至干。络合剂酯化成正丙基、异丙基或正丁基酯。加入水,用正己烷萃取酯,用气相色谱分离,用氮检测器或质谱鉴定。

在整个过程中使用 1,2—二氨基丙烷—N N N N —四乙酸 (DPTA) 作为内标物测定 EDTA、DPTA 和 1,3—PDTA。当使用氮检测器时,使用十七烷基腈或十八烷基腈作为气相色谱的控制标准 (control standard), 如果用质谱检测, 则用 1—氯十四烷作控制标准。

3 主要仪器和试剂

3.1 仪器

只能用玻璃容器。

超声波池,蒸发用的加热块,可调氮气流量的汽提装置,旋转式汽化器,加热装置,吸移管,带聚四氟乙烯隔膜的单向管瓶,烧杯,有质谱检测器的气相色谱,有氮检测器的气相色谱,气相色谱的毛细管柱,微升注射器,烧瓶,量筒,电导率检测装置,微分离器。

3.2 主要试剂

水要用去离子水或 ISO 3696 中所述的一级水。

气相色谱和质谱所用的气,正丙醇、异丙醇或正丁醇,乙酰氯,酯化试剂。(99%) 次氨基三乙酸 (NTA), (99%) 乙二胺四乙酸 (EDTA), (99%) 二亚乙基三胺五乙酸 (DTPA), 甲基甘氨酸二乙酸 (MGDA), β —丙氨酸二乙酸 (β —ADA), (99%) 1,3—丙烯二次氨基四乙酸 (1,3—PDTA), (>98%) 1,2—二氨基丙烷—N N N N —四乙酸 (DPTA), (>98%) 十八烷基腈, (>98%) 十七烷基腈, (>98%) 1—氯十四烷, 37% 的甲醛溶液, 正己烷, 无水硫酸钠, 1mol/L 氢氧化钠溶液, 5mol/L 盐酸, 1mol/L 盐酸, 50% (V/V) 甲酸溶液。

4 过程简述

4.1 采样

采样参照 ISO 5667-1 和 ISO 5667-2。

用玻璃或塑料瓶子取样。为了防止一些络合剂生物降解造成的损失,应在采样后立即加入甲醛溶液。

4.2 样品的前处理

测试样品的 DOC 和电导率。加入内标物 DPTA。将 $50\text{mL} \sim 100\text{mL}$ 的样品蒸干,残留物用盐酸或甲酸溶解,定量的转移到 12mL 的管瓶中。将酸化的样品在通有连续氮气流的条件 下蒸干。

4.3 样品的酯化

4.4 测试

用气相色谱进行测定。需校准和做空白实验。

5 来源

国际标准化组织, ISO/DIS 16588