



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

洗涤剂中乙二胺四乙酸（EDTA）、氮川三乙酸（NTA）和二乙烯三胺五乙酸（DTPA）的测定 高效液相色谱法

Determination of ethylenediamine tetraacetic acid, nitrilotriacetic acid and diethylenetriamine pentaacetic acid in detergent-High performance liquid chromatography

（征求意见稿）

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会（SAC/TC272）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

洗涤剂中乙二胺四乙酸（EDTA）、氮川三乙酸（NTA）和二乙烯三胺五乙酸（DTPA）的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了洗涤剂中乙二胺四乙酸、氮川三乙酸及二乙烯三胺五乙酸的高效液相色谱测定方法。本文件适用于洗涤剂中乙二胺四乙酸、氮川三乙酸及二乙烯三胺五乙酸的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经水提取、络合剂络合衍生后，采用高效液相色谱/二极管阵列检测器检测，以保留时间和紫外吸收光谱定性，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯，实验用水均为 GB/T 6682 中规定的一级水。

5.2 乙二胺四乙酸二钠对照物质：（CAS No: 6381-92-6），纯度 $\geq 98\%$ 。

5.3 氮川三乙酸三钠对照物质：（CAS No: 18662-53-8），纯度 $\geq 98\%$ 。

5.4 二乙烯三胺五乙酸五钠对照物质：（CAS No: 140-01-2），纯度 $\geq 98\%$ 。

5.5 甲醇：色谱纯。

5.6 醋酸钠。

5.7 冰醋酸。

5.8 四丁基溴化铵。

5.9 九水合硝酸铁。

5.10 浓盐酸。

5.11 甲酸。

5.12 硝酸铁溶液（0.1 mol/L）：称取 4.04 g 九水合硝酸铁（5.9）至 100 mL 容量瓶，加水溶解，并加入 0.85 mL 浓盐酸（5.10），用水定容至刻度，摇匀。

5.13 流动相：称取约 1.61 g 四丁基溴化铵(5.8)(约 5 mmol/L)和约 6.80 g 醋酸钠(5.6)(约 50 mmol/L)，加水 900 mL，溶解后用冰醋酸(5.7)调节 pH=4.0±0.1，将溶液转移到 1 000 mL 容量瓶中，再加入 50 mL 甲醇，用水稀释至刻度，混匀，0.45 μm 薄膜过滤器过滤，临用前脱气。

5.14 乙二胺四乙酸标准储备溶液(1 000 mg/L)：准确称取乙二胺四乙酸二钠(5.2)对照品适量(精确至 0.1 mg)于 100 mL 棕色容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

5.15 氮川三乙酸标准储备溶液(1 000 mg/L)：准确称取氮川三乙酸三钠(5.3)对照品适量(精确至 0.1 mg)于 100 mL 棕色容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

5.16 二乙烯三胺五乙酸标准储备溶液(1 000 mg/L)：准确称取二乙烯三胺五乙酸五钠(5.4)对照品适量(精确至 0.1 mg)于 100 mL 棕色容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

5.17 微孔滤膜：孔径 0.45 μm，水相。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪：配二极管阵列检测器。

6.2 分析天平：感量为 0.001 g、0.000 1 g。

6.3 氮吹仪。

6.4 涡旋振荡器。

6.5 超声波清洗仪：功率不低于 250 W。

7 测定步骤

7.1 试液的制备

7.1.1 样品提取

准确称取 1.0 g 样品(精确至 0.001 g)至 50 mL 的比色管中，加入 40 mL 水溶解，涡旋 1 min，待衍生化。

7.1.2 衍生化

7.1.2.1 混合标准工作溶液的衍生化

分别准确移取适量的乙二胺四乙酸、氮川三乙酸和二乙烯三胺五乙酸标准溶液至 50 mL 比色管中(使最终标准系列工作溶液中，乙二胺四乙酸的浓度分别为 0.5 mg/L, 2.0 mg/L, 5.0 mg/L, 10.0 mg/L, 20.0 mg/L, 50.0 mg/L; 氮川三乙酸和二乙烯三胺五乙酸的浓度分别为 1.0 mg/L, 2.0 mg/L, 5.0 mg/L, 10.0 mg/L, 20.0 mg/L, 50.0 mg/L)，加入 40 mL 超纯水和 1.0 mL 硝酸铁溶液(5.12)，涡旋混匀，超声 20 min，冷却至室温后，加水定容至刻度，溶液过 0.45 μm 滤膜，待测。

7.1.2.2 试样提取溶液的衍生化

向所得样品提取液(7.1.1)中加入 1.0 mL 硝酸铁溶液(5.12)，涡旋混匀，超声 20 min，冷却至室温后，加水定容至刻度，溶液过 0.45 μm 滤膜，待测。

7.2 空白样液试验

除不加试样外，均按上述步骤操作。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱参考条件:

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱, (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 或等效色谱柱;
- b) 流动相: 5 mmol/L 四丁基溴化铵+50 mmol/L 醋酸钠+5%甲醇 (醋酸 pH 至 4.0) (5.13);
- c) 柱温: 30 ℃;
- d) 流量: 1.0 mL/min;
- e) 进样量: 20 μL;
- f) 紫外检测器波长: 260 nm。

7.3.2 标准曲线的绘制

将混合标准工作溶液依次注入高效液相色谱仪按照7.3.1测试条件进行测定。分别以混合标准系列溶液为横坐标, 对应的衍生物峰面积为纵坐标, 绘制标准工作曲线。乙二胺四乙酸、氮川三乙酸及二乙烯三胺五乙酸衍生物的液相色谱图见附录A中图A.1。

7.3.3 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中按照7.3.1测试条件进行测定, 分别得到试样中乙二胺四乙酸、氮川三乙酸及二乙烯三胺五乙酸衍生物的峰面积, 根据各自标准曲线得到待测液中乙二胺四乙酸、氮川三乙酸及二乙烯三胺五乙酸的质量浓度。乙二胺四乙酸、氮川三乙酸及二乙烯三胺五乙酸衍生物的紫外吸收光谱图见附录A中的图A.2。

8 分析结果的表述

试样中乙二胺四乙酸、氮川三乙酸及二乙烯三胺五乙酸的含量分别按式(1)计算:

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

式中:

- X_i —— 试样中目标物含量, mg/kg;
 c_i —— 试样中目标物衍生物峰面积对应的质量浓度, mg/L;
 c_0 —— 空白试样中目标物的质量浓度, mg/L;
 V —— 试样定容体积, mL;
 f —— 稀释倍数, 不稀释时为1;
 m —— 试样质量, g。

9 检出限和定量限

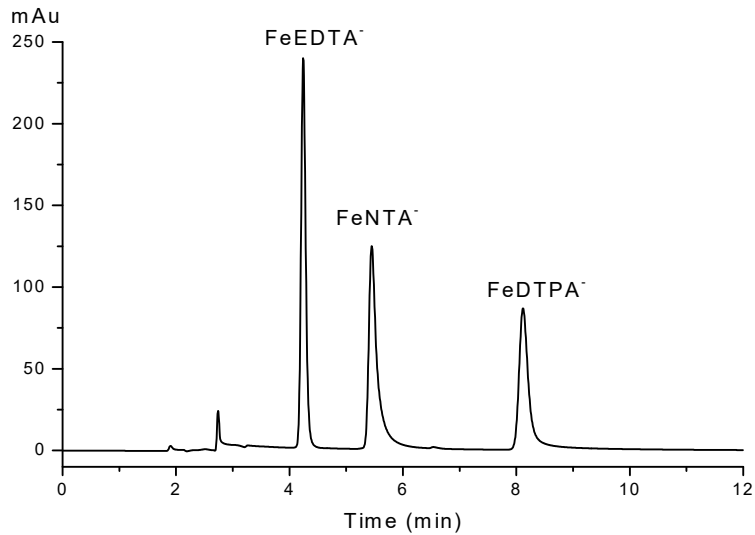
乙二胺四乙酸的检出限为10 mg/kg, 定量限为25 mg/kg; 氮川三乙酸和二乙烯三胺五乙酸的检出限均为20 mg/kg, 定量限均为50 mg/kg。

10 精密度

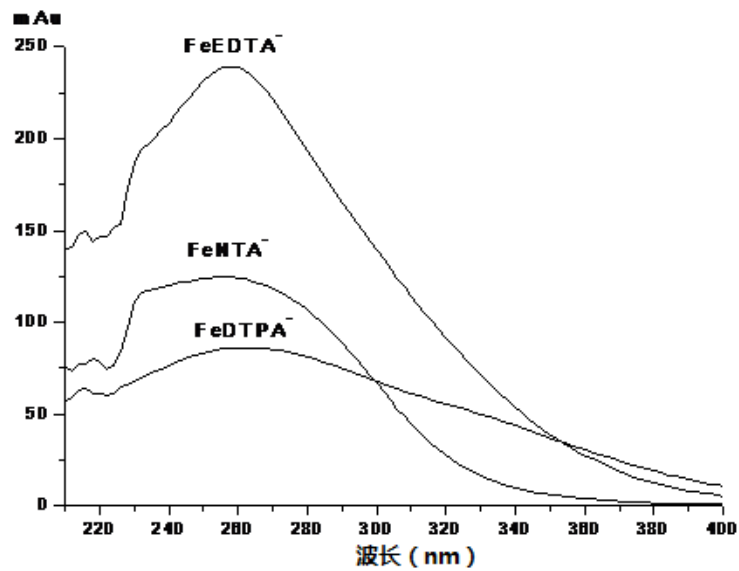
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10%。

附录 A
 (资料性)
 标准溶液色谱图及紫外吸收光谱图

乙二胺四乙酸、氮川三乙酸及二乙烯三胺五乙酸衍生物的液相色谱图见图 A.1，紫外吸收光谱图见图 A.2。



图A.1 目标衍生物液相色谱图



图A.2 目标衍生物紫外吸收光谱图