

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5250—2017

---

### 纺织染整助剂 乙二胺四乙酸盐和 二乙烯三胺五乙酸盐的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries—  
Determination of ethylene diamine tetra acetate and  
diethylene triamine penta acetate

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布





本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口。

本标准起草单位：传化智联股份有限公司、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、南德认证检测（中国）有限公司上海分公司、江苏省检验检疫科学技术研究院。

本标准主要起草人：赵梅、丁友超、姚琨、赵婷、汤娟、谢昱焜、侯建军、曹锡忠、洪颖、周佳、路颖。



## 纺织染整助剂

### 乙二胺四乙酸盐和二乙烯三胺五乙酸盐的测定

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

#### 1 范围

本标准规定了采用气相色谱-质谱（GC/MS）法测定纺织染整助剂中乙二胺四乙酸及其盐类（EDTA）和二乙烯三胺五乙酸及其盐类（DTPA）含量的方法。

本标准适用于气相色谱-质谱法对纺织染整助剂产品中 EDTA 和 DTPA 的测定。

#### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 原理

试样经酸化处理后烘干，在酸性条件下与乙醇进行酯化反应，用正己烷提取生成的 EDTA-乙基酯和 DTPA-乙基酯，用气相色谱-质谱进行定性、定量测定。

#### 4 试剂和材料

4.1 除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

4.2 乙醇：色谱纯。

4.3 正己烷。

4.4 甲酸。

4.5 乙酸。

4.6 氢氧化钠。

4.7 碳酸氢钠。

4.8 无水硫酸钠。

4.9 浓硫酸。

4.10 氮气：纯度 $\geq 99.9\%$ （体积分数）。

4.11 乙二胺四乙酸 (CAS 号: 60-00-4): 纯度 $\geq 99.0\%$  (质量分数)。

4.12 二乙烯三胺五乙酸 (CAS 号: 67-43-6): 纯度 $\geq 99.0\%$  (质量分数)。

4.13 酯化剂: 将 5.0 mL 浓硫酸 (4.9) 和 50  $\mu$ L 乙酸 (4.5) 溶于 100 mL 乙醇 (4.2) 中, 摇匀。

4.14 氢氧化钠溶液 (4 g/L): 称取 4 g 氢氧化钠 (4.6), 用水溶解并定容至 1 000 mL。

4.15 碳酸氢钠溶液 (84 g/L): 称取 84 g 碳酸氢钠 (4.7), 用水溶解并定容至 1 000 mL。

4.16 标准储备溶液: 分别准确称取 100 mg EDTA 和 DTPA (精确至 0.1 mg) 于 100 mL 棕色容量瓶中, 分别用氢氧化钠溶液 (4.14) 溶解并定容至刻度, 配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备溶液。

注: 该溶液保存在 0  $^{\circ}$ C~4  $^{\circ}$ C 的环境中, 有效期为 6 个月。

4.17 混合标准工作溶液: 分别准确移取适量的 EDTA 和 DTPA 标准储备溶液 (4.16), 用氢氧化钠溶液 (4.14) 稀释, 配制成所需浓度的系列标准溶液。

注: 浓度为 1.0 mg/L EDTA 和 4.0 mg/L DTPA 的混合标准工作溶液贮存于 0  $^{\circ}$ C~4  $^{\circ}$ C 的环境中, 有效期为 1 个月。

4.18 pH 广范试纸。

## 5 仪器设备

5.1 气相色谱-质谱仪 (GC/MS): 配有电子轰击离子源 (EI)。

5.2 电热恒温干燥箱: 可在 105  $^{\circ}$ C 控温, 精度 $\pm 1^{\circ}$ C。

5.3 三颈瓶: 约 50 mL。

5.4 球形冷凝管。

5.5 分析天平: 感量为 0.01 g。

5.6 可控温电炉或其他合适的加热装置。

5.7 分液漏斗。

5.8 温度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品前处理

#### 6.1.1 试样制备

称取 1.0 g (精确至 0.01 g) 样品于三颈瓶 (5.3) 中, 适量水溶解后, 用甲酸 (4.4) 调节 pH 至 2.0。将三颈瓶置于电热恒温干燥箱 (5.2) 内, 于 105  $^{\circ}$ C 下烘干。取出三颈瓶, 冷却至室温。

#### 6.1.2 酯化反应

向 6.1.1 的三颈瓶中加入 10 mL 酯化剂 (4.13), 缓慢通入氮气 (4.10), 用电炉 (5.6) 加热并控制反应液温度为 100  $^{\circ}$ C。酯化反应试验装置见图 1, 回流反应 4 h。关闭电炉, 冷却至室温。

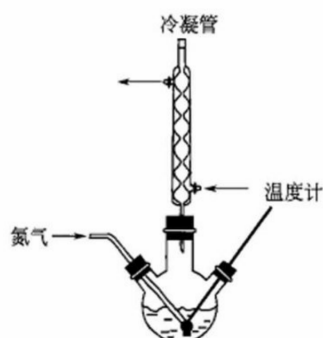


图1 酯化反应试验装置图

### 6.1.3 试样溶液制备

转移 6.1.2 的反应液至分液漏斗 (5.7) 中, 加入碳酸氢钠溶液 (4.15), 直至没有气泡产生, 再加入 2 mL 正己烷 (4.3), 密封分液漏斗, 充分摇振 2 min, 静置分层。舍弃下层液体, 加入适量无水硫酸钠 (4.8), 吸取上层清液供 GC/MS 分析使用。

### 6.2 标准工作溶液酯化

准确移取 1 mL 混合标准工作溶液 (4.17) 于三颈瓶 (5.3) 中, 按 6.1 处理后, 供 GC/MS 分析使用。

### 6.3 气相色谱-质谱分析方法

#### 6.3.1 GC/MS 分析条件

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

- a) 毛细管色谱柱: DB-5MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm, 或相当者;
- b) 进样口温度: 240 °C;
- c) 柱温: 100 °C 保持 1 min, 以 60 °C/min 的速率升温至 200 °C 保持 5 min, 以 50 °C/min 的速率升温至 280 °C 保持 15 min;
- d) 离子源温度: 230 °C;
- e) 质谱接口温度: 280 °C;
- f) 质量扫描范围: (50~500) amu;
- g) 质谱检测模式: 选择反应监测 (SIM) 模式, 质谱监测离子见表 1;
- h) 进样方式: 不分流进样;
- i) 载气: 氦气 [ $\geq 99.999\%$  (体积分数)], 流量为 1.0 mL/min;
- j) 进样量: 1 μL;
- k) 离子源: 电子轰击离子源 (EI);
- l) 电离能量: 70 eV。

表1 EDTA-乙基酯和 DTPA-乙基酯的 GC/MS 分析特征离子

检测物质	定性离子 $m/z$	定量离子 $m/z$
EDTA-乙基酯	130, 202, 331	202
DTPA-乙基酯	216, 331, 460	331

### 6.3.2 GC/MS 定性定量分析

酯化后的标准工作溶液（6.2）和试样溶液（6.1），在设定的 GC/MS 条件下（6.3.1）分别进样、测定。通过比较试样溶液与标准工作溶液中被测组分色谱峰的保留时间以及质谱中特征离子的相对丰度比值进行定性分析。以系列标准工作溶液的浓度为横坐标，以 EDTA-乙基酯或 DTPA-乙基酯的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。根据试样溶液中被测组分的峰面积，在标准工作曲线上求得试样溶液中 EDTA 或 DTPA 的浓度。

注：采用上述分析条件时，EDTA-乙基酯和 DTPA-乙基酯的 GC/MS 分析总离子流图参见附录 A。

### 6.4 空白试验

除不加入试样外，其他均按上述步骤执行。

## 7 结果计算和表示

### 7.1 结果计算

样品中 EDTA 或 DTPA 的含量以质量分数  $X$  计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（1）计算，扣除相应的空白值：

$$X = \frac{A_c VF}{A_s m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A$ ——试样溶液中 EDTA-乙基酯或 DTPA-乙基酯的色谱峰面积；

$A_s$ ——标准工作溶液中 EDTA-乙基酯或 DTPA-乙基酯的色谱峰面积；

$c$ ——标准工作溶液的浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$V$ ——试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$F$ ——稀释因子；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

### 7.2 结果表示

试验结果以样品中 EDTA 或 DTPA 的含量（mg/kg）表示，计算结果保留至小数点后 1 位。低于测定低限（8.1）时，试验结果为“未检出”。

## 8 测定低限、回收率和精密度

### 8.1 方法的测定低限

本方法 EDTA 的检出限为 0.5 mg/kg，DTPA 的检出限为 2.0 mg/kg。

### 8.2 回收率

本方法的回收率在 80 %～110 %之间。

### 8.3 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同的设备、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相对标准偏差不大于 10 %。以大于这两个测定值的



算术平均值的 10 % 的情况不超过 5 % 为前提。

## 9 试验报告

试验报告至少应给出下述内容：

- a) 样品的描述；
- b) 本标准的编号；
- c) 使用的分析仪器方法；
- d) 试验结果；
- e) 与本标准的差异；
- f) 试验日期。

附 录 A

(资料性附录)

EDTA-乙基酯和 DTPA-乙基酯的 GC/MS 分析总离子流图

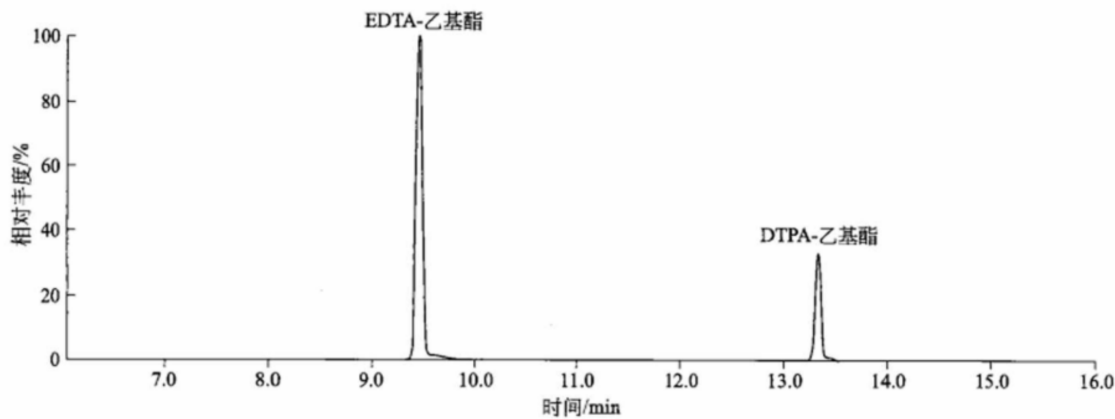


图 A. 1 EDTA-乙基酯和 DTPA-乙基酯的 GC/MS 分析总离子流图



中华人民共和国

化工行业标准

纺织染整助剂

乙二胺四乙酸盐和二乙烯三胺五乙酸盐、  
氨氮、二氢化牛脂基二甲基氯化铵的测定  
(2017)

HG/T 5250~5252—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张2½ 字数52.9千字

2018年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2436

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：36.00元

版权所有 违者必究