



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۷۶۰۹



کیفیت آب - اندازه گیری شش عامل کمپلکس  
کننده

روش کروماتوگرافی گازی

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحبان مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی



واقصدادی آگاه ومرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد.پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات وپیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح ودر صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ ومنتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی وعمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان



سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها ، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد کیفیت آب - اندازه گیری شش عامل کمپلکس کننده -  
روش کروماتوگرافی گازی

رئیس	بسمت یا نمایندگی
اسدی قشلاق, یعقوب (دکترای شیمی تجزیه)	دانشگاه علم و صنعت ایران
اعضا	
بني تراب, فرانك (فوق لیسانس شیمی)	سازمان آب و فاضلاب روستایی استان آ.ش
سالک زمانی, مریم (فوق لیسانس علوم تغذیه)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان آ.ش
کاظمیان, نعیمه (فوق لیسانس شیمی)	سازمان آب و فاضلاب استان آ.ش
منصوری, یعقوب (دکترای شیمی آلی)	دانشگاه تربیت معلم تبریز
یحیوی, اتابك (لیسانس علوم تغذیه)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان آ.ش
یحیوی, سیامک (لیسانس علوم تغذیه)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان آ.ش
دبیر	
قدیمی کلجاهی, فریده (فوق لیسانس شیمی)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان آ.ش

## فهرست مندرجات ..... صفحه

پیشگفتار

.....

.....

الف.....

۱

هدف.....



.....

۱.....

۲ دامنه

..... کاربرد

.....

۱.....

۳ مراجع الزامي

.....

.....

۲.....

۴ روش

..... آزمون

.....

۴.....

۵

..... برسنجي

.....

۱۸.....



۶ بیان

نتایج.....

.....

۲۳.....

۷ گزارش

آزمون.....

۲۳.....

پیوست الف

.....

۲۵.....

پیوست

ب.....

.....

۲۷..

اعضای سیصدوبیست و ششمین اجلاس هیته کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر

رئیس	سمت یا نمایندگی
آشرفی، فریدون (دکترای شیمی فیزیک)	دانشگاه پیام نور
اعضا	
اسدی قشلاق، یعقوب (دکترای شیمی تجزیه)	دانشگاه علم و صنعت ایران
حاجی نوری، فاطمه (فوق لیسانس شیمی)	مرکز تحقیقات وزارت کار
حسنی، مریم (لیسانس حسابداری)	حسابرسی سازمان حمایت
عباسپور، شهناز (لیسانس شیمی)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران



شرکت آب و فاضلاب استان تهران	عزیزی، کبری (فوق لیسانس مهندسی بهداشت محیط)
اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان آبخ	قدیمی کلجاهی، فریده (فوق لیسانس شیمی)
منشی کمیته ملی	مهدوی، آذر (کمک کارشناس)
	دبیر
نماینده مدیر کل تدوین	<b>فتحي رشتي, ام البنين</b> <b>(لیسانس شیمی)</b>

## پیشگفتار

استاندارد "کیفیت آب- اندازه گیری شش عامل کمپلکس کننده- روش کروماتوگرافی گازی" که توسط کمیسیون فنی مربوطه تهیه و تدوین شده و در سیصد و بیست و ششمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۳/۷/۱۸ مورد تصویب قرار گرفته است اینک به استناد بند یک ماده سه قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استاندارد های ملی ایران در موقع لزوم و تجدید نظر خواهد شد و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ها ارائه شود، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوطه مورد توجه قرار خواهد گرفت بنابر این برای مراجعه به استاندارد های ملی ایران باید از آخرین تجدید نظر آنها بهره گیری کرد.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و



استاندارد ملی کشورهای صنعتی پیشرفته هماهنگی ایجاد شود. منبع و  
ماخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است :

**1-ISO 16588 2002: Water quality-Determination of six complexing agents\_  
Gas-chromatographic method.**

## کیفیت آب-اندازه گیری شش عامل کمپلکس کننده -روش کروماتوگرافی گازی

### ۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه  
گیری عوامل کمپلکس کننده آلی محلول در آب، به روش  
کروماتوگرافی گازی است.

### ۲ دامنه کاربرد

روش تعیین شده در این استاندارد، برای اندازه گیری ترکیب  
های فهرست شده در جدول ۱ کاربرد دارد. در صورتی که حجم  
نمونه آزمایشی بین ۵۰ تا ۱۰۰ میلی لیتر باشد، محدوده  
غلظت بین ۰/۵ تا ۲۰۰ میکروگرم در لیتر می باشد. محدوده  
غلظت، ممکن است هنگام تجزیه محلول های رقیق شده، تغییر



کند. این روش برای آب های آشامیدنی، آب های زیرزمینی، آب های سطحی و فاضلاب ها کاربرد دارد.

یادآوری- توصیه می شود در تجزیه فاضلاب ها، به منظور کاهش اثرات اجزاء تشکیل دهنده نمونه، حجم های کمتری از نمونه، بعنوان مثال ۵ تا ۱۰ میلی لیتر، مورد استفاده قرار گیرد.

میزان جذب سطحی شش عامل کمپلکس کننده روی مواد جامد ته نشین شده، ممکن است ناچیز باشد. سایر عوامل کمپلکس کننده با ترکیب مشابه، در صورتی که طی آماده سازی اولیه<sup>۱</sup>، مشتق سازی<sup>۲</sup> و کروماتوگرافی گازی نمونه، رفتار مشابهی داشته باشند، می توانند با این روش اندازه گیری شوند. این مسئله باید در هر مورد کنترل شود.

جدول ۱- عوامل کمپلکس کننده قابل اندازه گیری با این روش

ردیف	نام	فرمول	وزن مولکولی	*CAS شماره
۱	EDTA- اتیلن دی نیتریلوتترا استیک اسید	$C_{10}H_{16}O_8N_4$	۲۹۲/۲۵	۶۰-۰۰-۴
۲	NTA- نیتریلوتری استیک اسید	$C_6H_9O_6N$	۱۹۱/۱۴	۱۳۹-۱۳-۹
۳	DTPA- دی اتیلن تری نیتریلو پنتا استیک اسید	$C_{14}H_{22}O_{10}N_3$	۳۹۳/۳۵	۶۷-۴۳-۶
۴	MGDA- متیل گلیسین دی استیک اسید	$C_7H_{11}O_6N$	۲۰۵/۱۷	۰۵-۰-۲۹۵۷۸
۵	ADA- $\beta$ - بتا- آلانین دی استیک اسید	$C_7H_{11}O_6N$	۲۰۵/۱۷	۰۷۵-۶-۶۲۴۵





۶	1,3- PDTA دي نیتریلو تترا استیک اسید	۳,۱- پروپیلن	$C_{11}H_{18}O_8N$	۳۰۶/۲۷	۲-۳۶- ۱۹۳۹
* CAS: Chemical Abstracts System					

### ۳ مراجع الزامی

مدارك الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب میشود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/ یا تجدید نظر، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهدا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/ یا تجدید نظر، آخرین چاپ و/ یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۳ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ - آب مورد

مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگیها و روش های آزمون.



**3-2** ISO 5667-1:1980, Water quality\_ Sampling\_ Part 1: Guidance on the design of sampling programmes .

**3-3** ISO 5667-2:1991, Water quality\_ Sampling\_ Part 2: Guidance on sampling techniques.

یادآوری-کاربران این استاندارد باید به کارهای معمول آزمایشگاهی ، آشنا باشند. برقراری مسائل مربوط به ایمنی و سلامتی و اطمینان از پیروی آن ها از قوانین ملی، بر عهده کاربر می باشد.

#### ۴ روش آزمون

#### ۱-۴ اساس کار

نمونه مورد آزمون با فرم آلدئید پایدار شده و تا خشک شدن، تبخیر می شود. اسید هیدروکلریک یا اسید فرمیک به آن اضافه شده و نمونه دوباره تا خشک شدن، تبخیر می شود. سپس عوامل کمپلکس کننده به استرهای نرمال پروپیل، ایزوپروپیل یا نرمال بوتیل تبدیل می شوند. به مخلوط آب اضافه کرده و استرها با هگزان نرمال استخراج و با روش کروماتوگرافی



گازی، جدا سازی و شناسایی می شوند و مقدار آن ها با آشکارساز حساس به نیتروژن یا طیف سنج جرمی، اندازه گیری می شود.

در تمام مراحل اندازه گیری، برای اندازه گیری EDTA، DTPA و 1,3-PDTA از ترکیب ۲،۱ - پروپیلن دی نیتریلو تتر استیک اسید (1,2-PDTA) بعنوان استاندارد داخلی، استفاده می شود. در صورتی که، از آشکارساز حساس به نیتروژن استفاده شود، هیتادکان نیتریل و/یا اکتادکان نیتریل، بعنوان استاندارد شاهد در کروماتوگرافی گازی استفاده می شود. اگر آشکارساز، طیف سنج جرمی باشد، ۱-کلروتترا دکان می تواند به عنوان استاندارد شاهد استفاده شود.

همچنین، استانداردهای نشاندار شده با کربن ۱۳، می توانند بعنوان جایگزین برای استاندارد داخلی مورد استفاده قرار گیرند.

## ۲-۴ مزاحمت ها

با وجود پایداری کمپلکس های این عوامل کمپلکس کننده، کمپلکس های آن با فلزات سنگین، به غیر از بیسموت،



شکسته شده و عوامل کمپلکس کننده اندازه گیری می شوند. کاهش مقدار عوامل کمپلکس کننده در نمونه های دارای بیسموت، در غلظت های بالاتر از ۱۰۰ میکروگرم در لیتر، قابل انتظار می باشد.

برای نمونه های با غلظت های بالای نمک (بیشتر از ۲ گرم در لیتر کلرید سدیم، با هدایت الکتریکی حدود ۴۰۰ میلی زیمنس بر متر) تبخیر کامل تا خشک شدن ممکن است مشکل باشد، با این حال خارج کردن کامل آب برای استری کردن بعدی، ضروری می باشد. بنابراین، نمونه ها باید رقیق شوند، یا از حجم کمتری استفاده شود.

برای نمونه های حاوی یون های کلسیم با غلظت های بالاتر از ۲۰۰ میلی گرم در لیتر، کاهش در مقدار EDTA مشاهده می شود.

#### ۳-۴ مواد لازم

همه مواد لازم باید عاری از ناخالصی هایی باشند که می توانند بر روی واکنش، مزاحمت ایجاد کنند. در طول مدت آزمون فقط از آب بدون یون طبق (بند ۳-۴-۱) استفاده کنید. ۳-۴-۱ آب بدون یون، آب نوع ۱ برابر استاندارد بند ۳-۱.



۲-۳-۴ گاز های حامل کروماتوگرافی گازی و طیف سنجی جرمی  
، طبق دستورالعمل سازنده .

۳-۳-۴ نیتروژن ، با خلوص ۹۹/۹۹۶ % یا بیشتر .

۴-۳-۴ نرمال پروپانل یا ایزو پروپانل یا نرمال بوتانل  
برای تهیه واکنشگر استری کردن (بند  
۴-۳-۶) .

۵-۳-۴ استیل کلرید .

۶-۳-۴ واکنشگر استری کردن .

در داخل بشر ۴۰۰ میلی لیتری ، ۹۰ میلی لیتر نرمال پروپانل  
یا ایزوپروپانل یا نرمال بوتانل (بند  
۴-۳-۴) را با ۱۰ میلی لیتر استیل کلرید (بند ۴-۳-۵)  
همراه با به هم زدن ، با احتیاط مخلوط کنید .

هشدار- گرمای قابل ملاحظه ای حاصل می شود .

اگر این مخلوط در دمای اتاق نگهداری شود ، حداقل به مدت  
یک ماه پایدار می باشد .

۷-۳-۴ ترکیبات مرجع .

۱-۷-۳-۴ نیتریلو تری استیک اسید (NTA) ،  $C_6H_9O_6N$  با خلوص  
۹۹ % یا بیشتر .



۲-۷-۳-۴ اتیلن دی نیتریلو تترآ استیک اسید (EDTA)  $O_8 N_2$  ,  
 $C_{10}H_{16}$  , با خلوص ۹۹٪ یا بیشتر.

۳-۷-۳-۴ دی اتیلن تری نیتریلو پنتا استیک اسید (DTPA)  
 $C_{14}H_{23}O_{10}N_3$  , با خلوص ۹۹٪ یا بیشتر.

۴-۷-۳-۴ متیل گلیسین دی استیک اسید (MGDA)  $C_7H_{11}O_6N$  ,

۵-۷-۳-۴ بتا-آلانین دی استیک اسید ( $\beta$ -ADA)  $C_7H_{11}O_6N$  ,

۶-۷-۳-۴ ۱، ۳- پروپیلن دی نیتریلو تترآ استیک اسید (1,3-)  
PDAT ,  $C_{11}H_{18}O_8N_2$  , با خلوص ۹۹٪ یا بیشتر.

۷-۷-۳-۴ ترکیبات مرجع نشاندار شده با کربن ۱۳ ,  
همانگونه که در بند ۱-۷-۳-۴ تا  
۶-۷-۳-۴ فهرست شده اند (اختیاری).

۸-۳-۴ استانداردهای شاهد<sup>۱</sup> و استاندارد داخلی<sup>۲</sup>.

۱-۸-۳-۴ اکتا دکان نیتریل ,  $C_{18}H_{35}N$  , با خلوص بیشتر  
از ۹۸٪ .

۲-۸-۳-۴ هپتادکان نیتریل ,  $C_{17}H_{33}N$  , با خلوص بیشتر از  
۹۸٪ .



۳-۸-۳-۴ -۱ کلرو تترا دکان ،  $C_{14}H_{29}Cl$  ، با خلوص بیشتر از ۹۸٪ .

۴-۸-۳-۴ -۲، ۱ پروپیلن دی نیتریلو تترا استیک اسید (1,2-PDTA) ،  $C_{11}H_{18}O_8N_2$  ، با خلوص بیشتر از ۹۸٪ .

۹-۳-۴ فرمآلدئید ، محلول آبی ۳۷٪ حجمی .

۱۰-۳-۴ نرمال هگزان

۱۱-۳-۴ سولفات سدیم ، بدون آب .

۱۲-۳-۴ محلول هیدروکسید سدیم با غلظت ۱ مول بر لیتر .

۱۳-۳-۴ اسید هیدروکلریک ، با غلظت ۵ مول بر لیتر .

۱۴-۳-۴ اسید هیدرو کلریک ، با غلظت ۱ مول بر لیتر .

۱۵-۳-۴ اسید فرمیک ، محلول آبی ۵۰٪ حجمی

۱۶-۳-۴ محلول های ذخیره به منظور برسنجی<sup>۱</sup> ، با غلظت ۱ گرم بر لیتر .

محلول های ذخیره با غلظت ۱ گرم در لیتر را به روش زیر تهیه کنید. ۱۰۰ میلی گرم از هر عامل کمپلکس کننده (بند ۴-

۱-۷-۳ تا ۶-۷-۳-۴ و ۴-۸-۳-۴) را در داخل بالن های حجمی

۱۰۰ میلی لیتری وزن کنید و در ۲ میلی لیتر محلول



هیدروکسید سدیم (بند ۳-۴-۱۲) حل کنید و با آب (بند ۳-۴-۳-۱) تا خط نشانه، به حجم برسانید.

محلول ها را در بطری های شیشه ای قهوه ای، در یخچال، نگهداری کنید، محلول های ذخیره حداقل به مدت سه ماه پایدار می باشند.

۱۷-۳-۴ محلول های ذخیره حد واسط<sup>۱</sup>، با غلظت های ۱ میلی گرم بر لیتر و ۱۰ میلی گرم بر لیتر.

قبل از تجزیه هر سری، محلول های ذخیره حد واسط ۱۰ میلی گرم در لیتر و ۱ میلی گرم در لیتر را با رقیق کردن محلول های ذخیره ۱ گرم در لیتر (بند ۳-۴-۱۶) با آب (بند ۳-۴-۱) تهیه کنید.

۱۸-۳-۴ استاندارد شاهد نیتریل، محلول ۰/۵ میلی گرم بر لیتر در هگزان.

۱۰۰ میلی گرم اکتا دکان نیتریل (بند ۳-۴-۸-۱) و / یا هپتادکان نیتریل (بند ۳-۴-۸-۲) را در ۱۰۰ میلی لیتر نرمال هگزان (بند ۳-۴-۱۰) حل کنید.

محلول را در یخچال، در دمای ۴ درجه سلسیوس نگهداری کنید. این محلول حداقل به مدت سه ماه پایدار می باشد.





قبل از استفاده، محلول را تا ۰/۵ میلی گرم در لیتر رقیق کنید.

۴-۳-۱۹ استاندارد شاهد ۱- کلروتترا دکان، محلول ۰/۵ میلی گرم بر لیتر در هگزان.

۱۰۰ میلی گرم ۱- کلروتترا دکان (بند ۴-۳-۸-۳) را در ۱۰۰ میلی لیتر نرم‌سال هگزان (بند ۴-۳-۱۰) حل کنید.

محلول را در یخچال، در دمای ۴ درجه سلسیوس نگهداری کنید. این محلول حداقل به مدت سه ماه پایدار می باشد. قبل از استفاده، محلول را تا ۰/۵ میلی گرم در لیتر رقیق کنید.

#### ۴-۴ وسایل لازم

۴-۴-۱ وسایل شیشه ای، فقط برای اندازه گیری عوامل کمپلکس کننده، مورد استفاده قرار گیرد.

استفاده از پاک‌کننده ها، ممکن است باعث آلودگی شود. در صورت بروز آلودگی، وسایل شیشه ای را با هیدروکسید سدیم (بند ۴-۳-۱۲) شستشو دهید.

۴-۴-۲ حمام فراصوتی<sup>۱</sup>.



۳-۴-۴ دستگاه گرم کننده ، بهتر است از گرمخانه آزمایشگاهی<sup>۱</sup> برای تبخیر نمونه های آب تا خشک شدن ، استفاده شود .

۴-۴-۴ تجهیزات لازم برای عبور نیتروژن با جریان قابل تنظیم روی نمونه های آب که طی تبخیر در دستگاه گرم کننده (بند ۳-۴-۴) استفاده می شود .

۵-۴-۴ تبخیر کن چرخان .

۶-۴-۴ قطعه گرم کننده<sup>۲</sup> ، برای استری کردن نمونه ها در شیشه های نمونه (بند ۸-۴-۴) در دمای  $(90 \pm 3)$  درجه سلسیوس مناسب است .

طی فرآیند استری کردن ، شیشه های نمونه را تا نصف حجم آن ها داخل قطعه گرم کننده قرار دهید (از حلقه های فلزی برای نگه داشتن آن ها در جای خود استفاده کنید) .

۷-۴-۴ پیپت های ۰/۱ تا ۱۰ میلی لیتری ، یا توزیع کننده<sup>۳</sup> .

۸-۴-۴ ظرف های شیشه ای با درپوش پوشش داده شده با تفلون<sup>۴</sup> ، ۳ و ۱۲ میلی لیتری .

۹-۴-۴ pH متر ، با دقت ۰/۱ ± .

---

2-Oven  
3-Heating Block  
4-Dispenser  
5-Disposable vials with PTFE-lined septa



- ۱۰-۴-۴ بشرهای ۴۰۰ میلی لیتری.
- ۱۱-۴-۴ کروماتوگراف گازی با آشکار ساز طیف سنج جرمی.
- ۱۲-۴-۴ کروماتوگراف گازی با آشکار ساز حساس به نیتروژن (NPD)<sup>۱</sup>.
- ۱۳-۴-۴ ستون موئین<sup>۲</sup> برای کروماتوگرافی گازی، ساخته شده از سیلیکای گداخته، با طول ۲۰ تا ۳۰ متر، قطر داخلی ۰/۲۵ تا ۰/۳۳ میلی متر، که دارای فاز ثابت بعنوان مثال ۱۰۰ در صد دی متیل سیلوان در صد دی متیل پلای سیلوکسان یا آمیزه ای از ۹۵ در صد دی متیل پلای سیلوکسان و ۵ درصد دی فنیل سیلوکسان، با ضخامت فیلم ۰/۱ تا ۰/۳ میکرو متر باشد (به پیوست الف مراجعه شود).
- ۱۴-۴-۴ سرنگ های میکرولیتری، با اندازه های مناسب.
- ۱۵-۴-۴ بالن های حجمی، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری.
- ۱۶-۴-۴ استوانه های مدرج، ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتری.
- ۱۷-۴-۴ دستگاه اندازه گیری هدایت الکتریکی.
- ۱۸-۴-۴ ریز جداکننده<sup>۳</sup>.

---

1-Nitrogen-Phosphorus Detector

2- Capillary column

3-Microseparator



#### ۵-۴ نمونه برداری و پایدارسازی نمونه

نمونه برداری را مطابق استاندارد بند ۲-۳ و ۳-۳ انجام دهید.

نمونه ها را در بطری های شیشه ای یا پلاستیکی بریزید. برای تمیز کردن بطری ها، به بند ۱-۴-۴ مراجعه کنید. به منظور جلوگیری از کاهش مقدار بعضی از عوامل کمپلکس کننده، در اثر فرآیند تخریب بیولوژیکی<sup>۱</sup>، بعد از نمونه برداری، بلافاصله محلول فرم آلدئید (بند ۴-۳-۹) را با نسبت ۱ به ۱۰۰ به آن بیفزائید.

نمونه های پایدار شده را در دمای ۴ درجه سلسیوس، در تاریکی نگهدارید. نمونه های پایدار شده را بیشتر از یک ماه نگهداری نکنید.

#### ۶-۴ روش اجرای آزمون

۱-۶-۴ آماده سازی اولیه نمونه

نمونه های مورد آزمون را مستقیماً از نمونه های ته نشین شده بردارید. نمونه، می تواند سانتریفوژ شود.

کربن آلی حل شده<sup>۱</sup> و هدایت الکتریکی نمونه را اندازه گیری کنید.

میزان جذب سطحی شش عامل کمپلکس کننده روی مواد جامد ته نشین شده، ممکن است ناچیز باشد. با این حال، اگر روش برای سایر عوامل کمپلکس کننده به کار رود، باید برای هر ترکیب کنترل شود. اگر کربن آلی حل شده، کمتر از ۲۰ میلی گرم در لیتر باشد، هنگام اندازه گیری عوامل کمپلکس کننده، ترکیب 1,2-PDTA (یا ترکیبات نشاندار شده با کربن ۱۳) را بعنوان استاندارد داخلی (بند ۵-۲) با غلظت های مشابه با عوامل کمپلکس کننده اضافه کنید.

۵۰ تا ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه را، ترجیحاً در یک گرمخانه آزمایشگاهی (بند ۴-۴-۳) تا خشک شدن، تبخیر کنید. باقی مانده را در ۱۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک (بند ۴-۳-۳-۱۴) یا اسید فرمیک (بند ۴-۳-۱۵) حل کرده و آن را به ظرف شیشه ای ۱۲ میلی لیتری (بند ۴-۴-۸) انتقال دهید. نمونه اسیدی شده را تا خشک شدن، در یک قطعه گرم کننده (بند ۴-۴-۶) یا تبخیرکن چرخان (بند ۴-۴-۵) در دمای  $(3 \pm 90)$  درجه سلسیوس، تحت جریان مداوم نیتروژن، تبخیر کنید.



در حالتی که غلظت کربن آلی حل شده بیشتر از ۲۰ میلی گرم در لیتر باشد، از حجم نمونه کمتری استفاده کنید، به طوری که مقدار مطلق کربن آلی حل شده بیشتر از ۲ میلی گرم نباشد. به علاوه، در صورتی که غلظت نمک بالا باشد، روش را اصلاح کنید (بند ۴-۱). حجم کمتری از نمونه، می تواند مستقیماً به ظرف های شیشه ای ۱۲ میلی لیتری انتقال یافته و اسید هیدروکلریک به آن اضافه شود.

فاضلاب هایی که به شدت قلیایی باشند، نیاز به مقدار اسید هیدروکلریک بیشتری دارند.

۴-۶-۲ استری کردن نمونه

۲ میلی لیتر واکنشگر استری کردن (بند ۴-۳-۶) به باقیمانده خشک شده بند ۴-۶-۱ اضافه کنید. درپوش ظرف شیشه ای را بسته و آن را تا نیمی از حجم در قطعه گرم کننده در دمای  $(90 \pm 3)$  درجه سلسیوس، حداقل به مدت ۳۰ دقیقه برای استرهای بوتیل، یا حداقل به مدت ۳ ساعت برای استرهای پروپیل قرار دهید.

استرهای بوتیل خیلی راحت تر، استخراج می شوند ولی به دلیل نقطه جوش بالا، به ویژه برای ترکیب DTPA، به هنگام



اندازه گیری به روش کروماتوگرافی گازی، مشکلاتی را به  
وجود

می آورند.

اجازه دهید تا ظرف شیشه ای حاوی نمونه تا دمای اتاق سرد  
شود، در آنرا باز کرده و ۱ میلی لیتر از محلول ۰/۵ میلی  
گرم در لیتر استاندارد شاهد نیتریل (بند ۴-۳-۱۸) (در  
صورت استفاده از آشکارساز حساس به نیتروژن) یا استاندارد  
شاهد ۱- کلروتترادکان (بند ۴-۳-۱۹) (در صورت استفاده از  
آشکارساز طیف سنج جرمی) در هگزان به داخل آن اضافه کرده  
و به شدت تکان دهید. محتویات را به بالن حجمی ۵۰ میلی  
لیتری انتقال داده و به آن ۱ میلی لیتر محلول هیدروکسید  
سدیم (بند ۴-۳-۱۲) اضافه کنید. ظرف شیشه ای را چندین  
مرتبه با آب شستشو داده، آب شستشو را به بالن حجمی  
اضافه کنید و تا خط نشانه با آب به حجم برسانید و به مدت  
۱ دقیقه، به شدت به هم بزنید. پس از جدا سازی فاز،  
بلافاصله، تا حد امکان، لایه آلی را با استفاده از پی پت  
یا یک ریز جداکننده (بند ۴-۴-۱۸) برداشته و به ظرف شیشه  
ای ۳ میلی لیتری



(بند ۴-۴-۸) انتقال دهید و به آن ۰/۵ گرم سولفات سدیم (بند ۴-۳-۱۱) را اضافه کنید و به مدت ۵ تا ۱۰ دقیقه به هم بزنید و فاز آلی استخراج شده خشک را به ظرف ۳ میلی لیتری دیگری (بند ۴-۴-۸) انتقال دهید. مایع استخراجی می تواند حداکثر به مدت ۲ هفته در یخچال نگهداری شود. در غلظت های پایین (۱ تا ۱۰ میکروگرم در لیتر) حجم مایع استخراجی را با استفاده از جریان نیتروژن به حدود یک دهم، کاهش دهید.

۳-۶-۴ اندازه گیری به روش کروماتوگرافی گازی

به منظور جلوگیری از کاهش<sup>۱</sup> مقدار ترکیبات مورد نظر (به ویژه برای ترکیب های با نقطه جوش بالاتر) طی تزریق نمونه، استفاده از سیستم بخار سرد<sup>۲</sup> یا تزریق سرد در داخل ستون<sup>۳</sup>، برتری دارد.

از ستون های موئین استفاده کنید. فقط از فازهای ساکن تثبیت شده<sup>۴</sup>، به دلیل پایداری حرارتی بالای آن ها، (به پیوست الف مراجعه شود) استفاده کنید. قبل از تجزیه،

- 
- 1- Discrimination
  - 2- Cold-Vapour system
  - 3- Cold on column injection
  - 4- Immobilized





شرایط را بهینه کنید و اجازه دهید سیستم کروماتوگرافی گازی به تعادل برسد.

۴-۶-۴ شناسایی عوامل کمپلکس کننده

۴-۶-۶-۱ کلیات

عوامل کمپلکس کننده در نمونه را با مقایسه زمان بازداری کروماتوگرام ها با زمان بازداری کروماتوگرام های حاصل شده از محلول های برسنجی، شناسایی کنید. اگر کروماتوگرام شامل هیچ پیکری در زمان بازداری ماده ویژه نباشد، ترکیب را به عنوان ماده ناشناخته ثبت کنید. اگر یک پیک در فاصله زمان بازداری یک ماده مشخص ظاهر شود، احتمال وجود ترکیب در مخلوط امکان پذیر است. برای شناسایی ترکیب، بررسی های بیشتری انجام دهید.

۴-۶-۶-۲ شناسایی عوامل کمپلکس کننده با استفاده از

آشکارساز حساس به نیتروژن

برای شناسایی و اندازه گیری کمی با کروماتوگراف گازی مجهز به آشکارساز حساس به نیتروژن<sup>۱</sup>، حداقل ۲ ستون با قطبیت متفاوت را به کار ببرید. اگر زمان بازداری یک ترکیب، در مقایسه با ترکیب مرجع، بیشتر از ۰/۰۳ دقیقه



اختلاف نداشته باشد، ترکیب، شناخته شده در نظر گرفته می شود.

برای نمونه هایی با بافت با غلظت پائین اجزاء<sup>۱</sup> و یا نمونه هایی که اطلاعات مربوط به منشا اجزاء آن ها در دسترس باشد، شناسایی، با به کار بردن فقط یک ستون، می تواند با احتمال بالایی انجام گیرد.

۴-۶-۳ شناسایی عوامل کمپلکس کننده با استفاده از

#### آشکارساز طیف سنج جرمی

هر یک از عوامل کمپلکس کننده در نمونه، به عنوان شناخته شده مد نظر قرار می گیرند اگر:

الف) زمان بازداری پیک های مربوطه در کروماتوگرام های حاصل از کل یون های طیف جرمی<sup>۲</sup> یا یون های انتخابی طیف جرمی<sup>۳</sup>، مشابه زمان بازداری پیک های حاصل شده توسط محلول برسنجی باشد؛ و

ب) طیف جرمی با زمینه اصلاح شده<sup>۴</sup> برای ترکیب مرجع با طیف جرمی با زمینه اصلاح شده برای عامل کمپلکس کننده مورد شناسایی، منطبق باشد؛ یا

---

2- Low matrix concentration  
3-Total-ion-current  
4- Selective-ion-current  
1-Complete background-corrected

پ) شدت نسبی پیک ها برای حداقل دو یون مولکول کاملاً مشخص شده یا اجزاء یونی ترکیب مرجع ( به جدول ۲ مراجعه شود) با طیف جرمی عامل کمپلکس کننده مورد شناسایی، منطبق باشد.

جدول ۲- اجزاء یونی مشاهده شده در طیف جرمی ترکیبات مرجع

اجزاء اصلی m/z			ترکیب مرجع
استر نرمال بوتیل	استر ایزو پروپیل	استر نرمال پروپیل	
۲۵۸ <sup>۲</sup> , ۱۵۸ (۵۱۶), ۴۱۵,	۳۷۳, ۲۳۰ <sup>۲</sup> (۴۶۰),	۲۳۰ <sup>۲</sup> , ۱۴۶ (۴۶۰), ۳۷۳,	EDTA
۲۵۸ <sup>۲</sup> , ۱۵۸ (۳۵۹),	, ۲۳۰ <sup>۲</sup> , ۱۴۶ (۳۱۷)	۲۳۰ <sup>۲</sup> , ۱۴۶ (۳۱۷),	NTA
۴۱۵ <sup>۲</sup> , ۲۷۲, ۱۵۸ (۷۴۳),	, ۳۷۳ <sup>۲</sup> , ۲۴۴ (۶۷۳), ۵۱۶	۳۷۳ <sup>۲</sup> , ۲۴۴ (۶۷۳),	DTPA
, ۲۷۲ <sup>۲</sup> , ۲۱۶ (۳۷۳)	, ۲۴۴ <sup>۲</sup> , ۱۶۰ (۳۳۱)	۲۴۴ <sup>۲</sup> , ۱۶۰ (۳۳۱),	MGDA
, ۲۷۲ <sup>۲</sup> , ۲۵۸ (۳۷۳)	۲۴۴ <sup>۲</sup> , ۱۶۰ (۳۳۱),	, ۲۳۰, ۱۶۰ (۳۳۱), ۲۴۴ <sup>۲</sup>	$\beta$ -ADA
, ۱۸۴, ۱۵۸ <sup>۲</sup> (۵۳۰)	, ۲۳۰, ۱۴۴ <sup>۲</sup> (۴۷۴)	, ۲۳۰, ۱۴۴ <sup>۲</sup> (۴۷۴)	1,3-PDTA
, ۴۲۹, ۲۷۲ <sup>۲</sup> (۵۳۰)	۲۴۴ <sup>۲</sup> , ۲۱۶, ۱۶۰ (۴۷۴),	, ۲۴۴ <sup>۲</sup> , ۱۶۰ (۴۷۴), ۳۸۷	1,2-PTDA (استاندارد داخلی)
نسبت جرم به بار. عدد داخل پرانتز جرم مولکولی استر می باشد. ۲ اجزاء یونی با بیشترین فراوانی.			

جدول ۳- اجزاء یونی مشاهده شده در طیف جرمی ترکیبات مرجع نشاندار شده با کربن ۱۳

اجزاء اصلی m/z			ترکیب مرجع
استر نرمال بوتیل	استر ایزو پروپیل	استر نرمال پروپیل	
(۵۲۰), ۴۱۹, ۲۶۰	, ۳۷۷, ۲۳۲ (۴۶۴)	, ۲۳۲ (۴۶۴), ۳۷۷	<sup>۱۳</sup> C-EDTA
(۳۶۲), ۲۶۱, ۱۶۱	, ۲۳۳, ۱۴۹ (۳۲۰)	, ۲۳۳, ۱۴۷ (۳۲۰)	<sup>۱۳</sup> C- NTA
, ۵۷۷, ۴۱۸, ۲۷۴ (۷۴۸)	, ۵۲۱, ۳۷۶, ۲۴۴ (۶۷۸)	, ۵۲۱, ۳۷۶, ۲۴۴ (۶۷۸)	<sup>۱۳</sup> C- DTPA
, ۲۷۴, ۲۱۸, ۱۷۲ (۳۷۵)	, ۲۴۴, ۱۶۲ (۳۳۳)	, ۲۴۴, ۱۵۸ (۳۳۳)	<sup>۱۳</sup> C- MGDA
, ۲۷۴, ۲۶۰, ۱۷۴ (۳۷۵)	, ۲۴۴, ۱۶۲ (۳۳۳)	, ۲۴۴, ۱۶۰ (۳۳۳)	<sup>۱۳</sup> C- $\beta$ -ADA



۱۶۰ , ۱۸۶ , ۲۶۰ (۵۳۴) , ۴۳۳	۲۳۲ , ۳۹۱ (۴۷۸)	۲۳۲ , ۳۹۱ (۴۷۸) ,	<sup>۱۳</sup> C-1,3- PDTA
--------------------------------	--------------------	----------------------	---------------------------

۴-۶-۵ اندازه گیری نمونه تهی<sup>۱</sup>

امکان آلودگی شیشه آلات (بند ۴-۴-۱) و واکنشگرها را به طور مرتب با اندازه گیری های تهی, کنترل کنید.

در مورد نمونه های تهی, کلیه مراحل را همانند روش توضیح داده شده برای نمونه های مورد آزمون در بندهای ۴-۶-۱ تا ۴-۶-۳ انجام دهید.

به هنگام استفاده از ۵۰ میلی لیتر نمونه, مقدار اندازه گیری شده برای نمونه تهی نباید بیشتر از ۰/۵ میکروگرم در لیتر برای هر یک از عوامل کمپلکس کننده باشد.

## ۵ برسنجی

### ۵-۱ تهیه محلول های برسنجی

محلول های برسنجی را با رقیق کردن محلول های ذخیره عوامل کمپلکس کننده (بند ۴-۳-۱۶) تهیه کنید. برسنجی باید به طور یکنواخت, محدوده کاری را پوشش دهد.

محلول ها را در روز آزمایش تهیه کنید. برای یک منحنی برسنجی, در محدوده ۵ تا ۱۰۰ میکروگرم در لیتر, از غلظت



هاي داده شده در جدول ۴ و يا براي يك منحنی برسنجی در محدوده ۰/۵ تا ۱۰ میکرو گرم در لیتر، از غلظت هاي داده شده در جدول ۵ استفاده کنید و به هر محلول ۲ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۵ مول در لیتر (بند ۴-۳-۱۳) یا اسید فرمیک (بند ۴-۳-۱۵) بیفزایید.

جدول ۴-مثالهایی از محلول های برسنجی (۵ میکروگرم در لیتر تا ۱۰۰ میکروگرم در لیتر)

غلظت در ۵۰ میلی لیتر محلول برسنجی میکروگرم در لیتر	جرم ترکیب مرجع در حجم برداشته شده میکروگرم	حجم لازم از محلول ذخیره با غلظت ۱۰ میلی گرم در لیتر میکرو لیتر
۵	۰/۲۵	۲۵
۱۰	۰/۵	۵۰
۲۰	۱/۰	۱۰۰
۴۰	۲/۰	۲۰۰
۶۰	۳/۰	۳۰۰
۸۰	۴/۰	۴۰۰
۱۰۰	۵/۰	۵۰۰

## ۲-۵ برسنجی با استاندارد داخلی یا استاندارد شاهد

شرط استفاده از یک استاندارد داخلی، این است که عملکرد شیمیایی و جداسازی آن به وسیله کروماتوگرافی گازی بسیار نزدیک به ترکیب مورد اندازه گیری بوده، یا حداقل مشابه با آن باشد و در نمونه اصلی نیز موجود نباشد. در اندازه



گیری DTPA, EDTA و 1,3-PDTA از ترکیب 1,2-PDTA به عنوان استاندارد داخلی در تمام مراحل استفاده کنید. در اندازه گیری NTA و بتا-ADA و MGDA یک استاندارد شاهد به کار ببرید.

جدول ۵-مثالهایی از محلول های برسنجی (۰/۵ میکروگرم در لیتر تا ۱۰ میکروگرم در لیتر)

غلظت در ۵۰ میلی لیتر محلول برسنجی میکروگرم در لیتر	جرم ترکیب مرجع در حجم برداشته شده میکروگرم	حجم لازم از محلول ذخیره با غلظت ۱ میلی گرم میکرو لیتر
۰/۵	۰/۰۲۵	۲۵
۱	۰/۰۵	۵۰
۲	۰/۱	۱۰۰
۴	۰/۲	۲۰۰
۶	۰/۳	۳۰۰
۸	۰/۴	۴۰۰
۱۰	۰/۵	۵۰۰

یادآوری - نتایج آزمون های بین آزمایشگاهی نشان داده است که برای NTA و بتا-ADA و MGDA استاندارد داخلی مفیدی وجود ندارد.

به داخل نمونه های مورد آزمون و به هر یک از محلول های برسنجی , حجم های یکسان از محلول 1,2-PDTA یا محلول استاندارد شاهد اضافه کنید. به عنوان مثال ۲۰۰ میکرو لیتر از محلول برسنجی ۱۰ میلی گرم در لیتر (بند ۴-۳-۱۷) معادل ۲ میکروگرم , را اضافه کنید.



یادآوری - حجم مشابهی از نمونه های مورد آزمون و محلول برسنجی را بکار ببرید.

نمونه های مورد آزمون و محلول های برسنجی را مطابق بند ۴-۶-۱ آماده کنید و استری کردن و استخراج آن ها را مطابق بند ۴-۶-۲ انجام دهید.

منحنی های برسنجی حاصل از کروماتوگرام ها را به شکل زیر به دست آورید:

الف) ارتفاع یا سطح پیک ها را برای مواد مورد سنجش و استاندارد داخلی یا استاندارد شاهد، اندازه گیری کنید.

ب) نسبت مقادیر اندازه گیری شده را برای مواد مورد سنجش و استانداردها محاسبه کنید.

پ) با استفاده از این نسبت ها و غلظت های مربوطه، بهترین خط مستقیم را با به کار گیری رابطه زیر به دست آورید:

$$y_i = m_i \times \rho_i + b_i$$

که در آن:

$y_i$ : نسبت سطح یا ارتفاع پیک محاسبه شده برای استرهای پروپیل یا بوتیل عامل کمپلکس کننده  $i$  به سطح یا ارتفاع استاندارد داخلی؛



$\rho_i$  : غلظت عامل کمپلکس کننده  $i$  , بر حسب میکروگرم در لیتر؛

$m_i$  : شیب منحنی برسنجی برای عامل کمپلکس کننده  $i$  , بر حسب لیتر

در میکروگرم , (بستگی به فاکتور جواب برای عامل کمپلکس کننده مربوطه دارد)؛

$b_i$  : عرض از مبدا منحنی برسنجی برای عامل کمپلکس کننده  $i$  ؛ است.

عوامل کمپلکس کننده نشان دار شده با کربن ۱۳ , به عنوان استاندارد داخلی بسیار مناسب می‌باشند.

### ۳-۵ محاسبه

اگر مقدار اندازه گیری شده در محدوده برسنجی باشد , فقط غلظت عامل کمپلکس کننده  $\rho$  , را در نمونه آب محاسبه کنید . نتایج را فقط برای نمونه های بازیافتی از استاندارد داخلی به مقدار حداقل ۶۰% , محاسبه کنید . این معیار , زمانی حاصل می شود که نسبت شدت سیگنال 1,2- PDTA و استاندارد های شاهد در مرحله کروماتوگرافی گازی در نمونه





هاي مورد آزمون و نسبت شدت آن ها در محلول هاي برسنجي  
بيشتر از ۰/۶ باشد. معادله ۱ مي توان به شكل زير نوشت:

$$\rho_i = \frac{y_i - b_i}{m_i}$$

که با استفاده از آن  $\rho$  براي هر عامل کمپلکس کننده قابل  
محاسبه است.

اگر مقادير نسبت  $y$  از کروماتوگرام هاي به دست آمده از  
نمونه هاي آزمون که به روش توضيح داده شده در بند ۵-۲  
تهيه شده اند، حاصل شوند، غلظت هاي عوامل کمپلکس کننده  
در نمونه ها، مستقيماً براي حجم نمونه ۵۰ ميلي ليتري، به  
دست مي آيد. اگر حجم هاي متفاوتي از نمونه، براي برسنجي  
و اندازه گيري به کار رود، بايد در محاسبه منظور گردد.

## ۶ بيان نتايج

غلظت هر کدام از عوامل کمپلکس کننده را بر حسب ميکروگرم  
در ليتر تا دو رقم با معني بيان کرده و با تقريب ۰/۱  
ميکروگرم در ليتر، گرد کنيد.

مثال ۱ NTA ۷/۱ ميکروگرم در ليتر

مثال ۲ EDTA ۶۱ ميکروگرم در ليتر



## ۷ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۷ شماره استاندارد ملی؛
- ۲-۷ مشخصات نمونه آب؛
- ۳-۷ جزئیات مربوط به آماده سازی اولیه نمونه و نوع آشکارساز مورد استفاده؛
- ۴-۷ ترکیبات مرجع مورد استفاده؛
- ۵-۷ جزئیات مربوط به روش برسنجی مورد استفاده؛
- ۶-۷ نتایج، همانگونه که در بند ۵ مشخص شده است؛
- ۷-۷ هر گونه انحراف از روش آزمون که ممکن است بر روی نتیجه آزمون تاثیر داشته باشد.
- ۸-۷ تاریخ انجام آزمون.

### پیوست الف

مثالهایی از ستون ها ، کروماتوگرام ها و طیف های جرمی (اطلاعاتی)

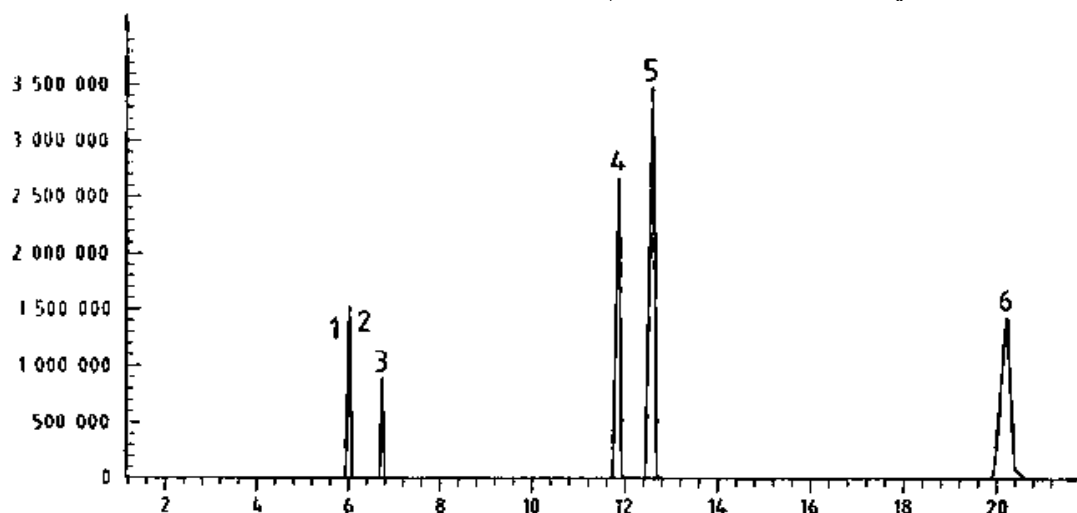
الف.۱- مثالهایی از ستون ها

جدول الف.۱ مثالهایی از ستون های موئین کروماتوگرافی گازی

نام تجاری	فاز ثابت	جنس ستون
Durabond-1,HP-1	۱۰۰٪ دی متیل پلی	سیلیکای گداخته

	سیلوکسان	
Durabond-5,SE-54	۹۵٪ دی متیل پلی سیلوکسان + ۵٪ دی فنیل پلی سیلوکسان	سیلیکای گداخته
OV-17,DB-17,HP-17	۵۰٪ دی متیل پلی سیلوکسان + ۵۰٪ دی فنیل پلی سیلوکسان	سیلیکای گداخته

## الف. ۲- مثالی از کروماتوگرام

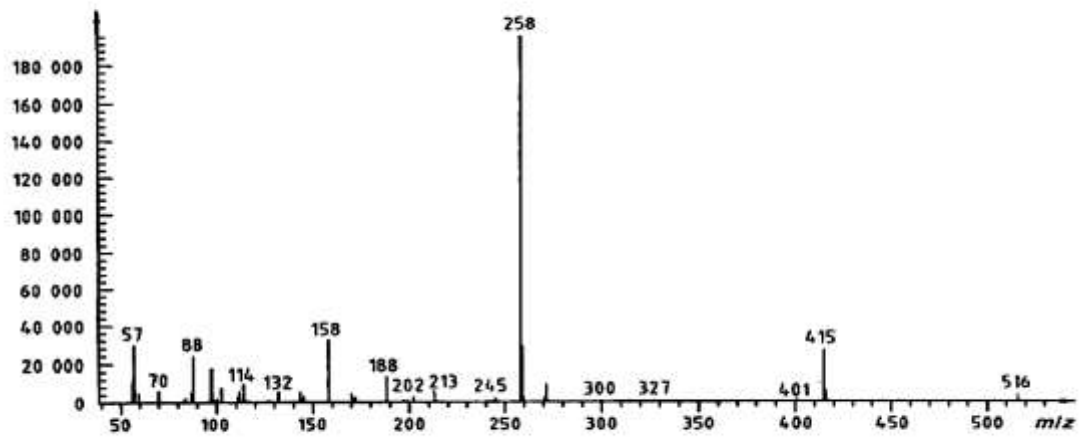


زمان بازداري به دقیقه

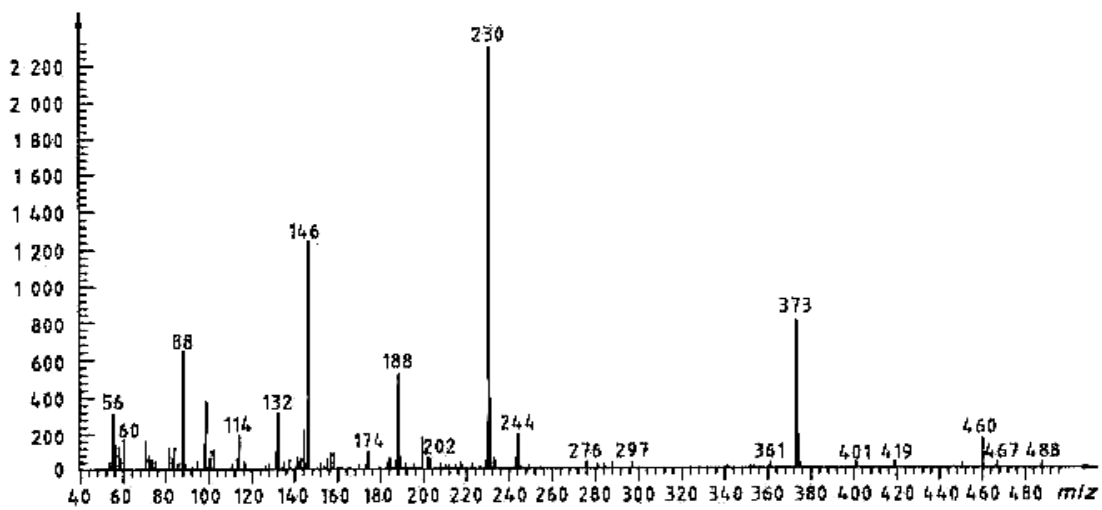
پیک ۱ مربوط به NTA, پیک ۲ مربوط به MGDA, پیک ۳ مربوط به  $\beta$ -ADA, پیک ۴ مربوط به EDTA, پیک ۵ مربوط به  $\alpha$ -PDTA, پیک ۶ مربوط به  $\alpha$ -PDTA شرایط گاز کروماتوگرافی: سیستم تزریق سرد, ۶۰ درجه سلسیوس, ۶ درجه سلسیوس بر ثانیه تا ۲۹۰ درجه سلسیوس (۵ دقیقه) ستون: DB1, ۱۲ متر \* ۲۰/۰ میلی متر \* ۳۳/۰ میکرومتر برنامه دمایی: ۱۵۰ درجه سلسیوس (۴/۰ دقیقه), ۳۰ درجه سلسیوس بر دقیقه تا ۱۸۰ درجه سلسیوس, ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه تا ۲۹۰ درجه سلسیوس (۶/۸ دقیقه) آشکارساز: طیف سنج جرمی (TIC)

شکل الف. ۱- مثالی از کروماتوگرام گازی استاندارد های استر های n- بوتیل (۱۰۰ میکروگرم در لیتر)

## الف. ۳- مثالهایی از طیف جرمی



شکل الف.۲ طیف جرمی استر n-بوتیل EDTA



شکل الف.۳- طیف جرمی استر ایزو پروپیل EDTA



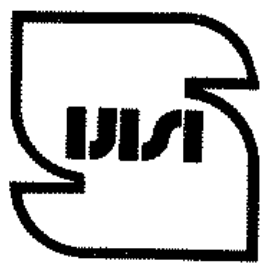


**ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN**

**Institute of Standards and Industrial Research of Iran**

**ISIRI NUMBER**

**7609**



Water quality

Determination of six complexing agents

*Gas-Chromatographic method*

1st. Revision