



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 599-2011

代替 GB/T 13903-92

水质 梯恩梯的测定 N-氯代十六烷基吡 啉—亚硫酸钠分光光度法

Water quality-Determination of TNT-N-cetyl pridinium chloride -sodium sulfite
Spectrophotometric method

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2011-02-10 发布

2011-06-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言	II
1 适用范围	1
2 方法原理	1
3 干扰和消除	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	2
6 样品	2
7 分析步骤	2
8 结果计算与表示	3
9 精密度和准确度	3
10 质量保证和质量控制	3
11 废物处理	3
12 注意事项	3

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中梯恩梯的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定中梯恩梯的 N-氯代十六烷基吡啶—亚硫酸钠分光光度法。

本标准是对《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》(GB/T13903-92)的修订。

本标准首次发布于 1992 年，原标准起草单位：太原市江阳化工厂。本标准为第一次修订。主要修订内容如下：

——标准名称修改为《水质 梯恩梯的测定 N-氯代十六烷基吡啶—亚硫酸钠分光光度法》；

——增加了干扰和消除条款；

——增加了空白试验内容；

——增加了质量保证和质量控制规定；

——增加了废物处理和注意事项条款。

自本标准实施之日起，原国家环境保护局 1992 年 12 月 2 日批准、发布的国家环境保护标准《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》(GB/T 13903-92) 废止。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：北京中兵北方环境科技发展有限责任公司、中国兵器工业集团公司和辽阳庆阳特种化工有限公司。

本标准环境保护部 2011 年 2 月 10 日批准。

本标准自 2011 年 6 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 梯恩梯的测定 N-氯代十六烷基吡啶

—亚硫酸钠分光光度法

1 适用范围

本标准规定了测定水中梯恩梯的 N-氯代十六烷基吡啶—亚硫酸钠分光光度法。

本标准适用于弹药装药工业废水中梯恩梯的测定。

使用 30mm 比色皿时，方法检出限为 0.05mg/L，测定范围为 0.2mg/L~4 mg/L。

对于梯恩梯浓度高于方法测定上限的样品，可适当稀释后进行测定。

2 方法原理

样品中的梯恩梯与亚硫酸钠发生加成反应，经 N-氯代十六烷基吡啶增敏作用，生成红色络合物，在波长 466nm 处测量吸光度。在一定浓度范围内，梯恩梯浓度与吸光度值符合朗伯-比尔定律。

3 干扰和消除

当废水有一定色度时，会对测定产生干扰。通过采集 10.0ml 样品稀释至 25.0ml，作为样品空白，不加任何试剂直接测量吸光度。由样品的吸光度减去样品空白的吸光度，然后进行计算，以消除色度对测定的影响。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

4.1 浓盐酸： ρ (HCl) = 1.19g/ml。

4.2 盐酸溶液：1+1。

4.3 浓氨水： ρ (NH₄OH) = 0.91 g/ml。

4.4 氨水溶液：1+1。

4.5 乙醚： ρ (C₂H₅OC₂H₅) = 0.71 g/ml。

4.6 无水乙醇： ρ (C₂H₅OH) = 0.79 g/ml。

4.7 亚硫酸钠溶液： ρ (Na₂SO₃) = 0.1 g/ml

称取 10.0g 无水亚硫酸钠溶于适量水中，溶解后转移至 100 ml 容量瓶中，加水至标线，混匀。此溶液有效期为 3d。

4.8 N-氯代十六烷基吡啶溶液： ρ [C₆H₅N (CH₂)₁₅CH₃Cl·H₂O]=2.5 g/L

称取 0.500 g 氯代十六烷基吡啶溶于适量水中，溶解后转移至 200 ml 容量瓶中，加水至标线，混匀。此溶液贮存在棕色玻璃磨口瓶中，常温下可稳定保存 30d。

4.9 梯恩梯 (TNT)：2,4,6-三硝基甲苯 [CH₃C₆H₂ (NO₂)₃]

称取 1.0 g 梯恩梯 (工业品) 置于小烧杯中，用 10ml 无水乙醇 (4.6) 溶解，用中速定量滤纸过滤，将滤液放入通风厨中避光自然干燥。二次重结晶，备用。

4.10 梯恩梯标准贮备液： ρ (TNT) = 50.0mg/L

称取 0.0500 g 梯恩梯 (4.9) 于 1000 ml 烧杯中，加入预热至 70 °C 的水约 800 ml，置于 75 °C~79 °C 的恒温水浴中，边加热边搅拌，直至完全溶解。取出，冷却至室温后转移至 1000ml 棕色容量瓶中，加水至标线，混匀。此溶液在 2°C~5°C 下避光保存，有效期为 30d。或购买市售有证标准物

质。

4.11 梯恩梯标准使用液： ρ (TNT) = 10.0mg/L

量取 50.0ml 梯恩梯标准贮备液 (4.10) 于 250ml 棕色容量瓶中，加水至标线，混匀。临用时现配。

5 仪器和设备

5.1 可见分光光度计：具 30mm 比色皿。

5.2 恒温水浴。

5.3 分液漏斗：50ml。

5.4 具塞刻度比色管：50ml。

5.5 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集与保存

样品应采集于棕色玻璃瓶中，0~4℃下避光保存，在 5d 内进行测定。

6.2 试样的制备

6.2.1 水样 pH 值不在 4~9 之间时，应用盐酸溶液 (4.2) 或氨水溶液 (4.4) 调节 pH 值。

6.2.2 若水样中悬浮物较多，可用定量滤纸过滤后测定或用乙醚萃取后测定。

使用乙醚萃取，步骤如下：

量取 25.0ml 样品于 50ml 分液漏斗中，加入 15ml 乙醚 (4.5)，剧烈振动 2min。静置分层后，将水相弃去。将乙醚相移入具塞刻度比色管中，以 2ml 乙醚 (4.5) 洗涤分液漏斗，洗涤后的乙醚并入具塞刻度比色管中。将比色管置于恒温水浴中（温度不超过 40℃），蒸发至无醚气味，待测。

6.3 空白试样的制备

用水代替样品，按照与试样的制备 (6.2.2) 相同步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 校准曲线的绘制

7.1.1 量取 0.00, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 10.00ml 梯恩梯标准使用液 (4.11) 分别置于 7 个分液漏斗中，TNT 含量分别为 0.00, 5.00, 10.0, 30.0, 50.0, 70.0, 100 μ g。分别加水至 25ml，按 6.2.2 相同步骤进行萃取操作。

7.1.2 向置有梯恩梯标准系列的具塞刻度比色管中，沿管壁加入 2ml 无水乙醇 (4.6)，加水约 10ml，摇匀。

7.1.3 加入 3ml 亚硫酸钠溶液 (4.7)，混匀，再加入 5ml N-氯代十六烷基吡啶溶液 (4.8)，加水至 25ml 刻线，摇匀，放置 15min。于 466nm 波长处，以水作参比，用 30mm 比色皿测量吸光度。以吸光度为纵坐标，对应的梯恩梯含量 (μ g) 为横坐标，绘制校准曲线。

注 1：当梯恩梯标准系列不萃取直接测定时，只需量取 0.00, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 10.00ml 梯恩梯标准使用液 (4.11) 分别置于 7 支具塞刻度比色管中，混匀，按照 7.1.3 相同步骤操作，绘制校准曲线。

7.2 测定

量取 10.0ml 经定量滤纸过滤后的试样于具塞刻度比色管中，按照 7.1.3 相同操作步骤，测量吸光度；或量取 10.0ml 经乙醚萃取后的试样于具塞刻度比色管中，按照 7.1.2 和 7.1.3 相同操作步骤，

测量吸光度。

注 2：当水样无色无浊时，量取 10.0ml 样品于具塞刻度比色管中，按照 7.1.3 相同操作步骤，测量吸光度。

7.3 空白试验

将待测空白试样（6.3）按照与 7.2 相同操作步骤，测量吸光度。

8 结果计算与表示

8.1 结果的计算

样品中的梯恩梯浓度 ρ (mg/L)，按照公式 (1) 进行计算。

$$\rho = \frac{m - m_0}{V} \quad (1)$$

式中：

ρ ——样品中的梯恩梯浓度，mg/L；

m ——校准曲线上查得试样的梯恩梯含量， μg ；

m_0 ——校准曲线上查得空白试样的梯恩梯含量， μg ；

V ——样品体积，ml。

8.2 结果的表示

当测定结果小于 1mg/L 时，保留小数点后两位，测定结果大于等于 1mg/L 时，保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

实验室内分别对梯恩梯浓度为 4.80mg/L、10.00mg/L 的实际样品进行了六次平行测定：相对标准偏差分别为 1.10% 和 0.65%，加标回收率为 95.9%~102%。

五家实验室对梯恩梯浓度为 2.00mg/L 的统一样品进行了测定和加标分析测定：实验室间相对标准偏差为 2.6%，加标回收率为 95%~110%。

10 质量保证和质量控制

10.1 每批样品至少做一个全程序空白试验，测定值应不超过方法检出限。

10.2 校准曲线的相关系数应大于等于 0.999。

10.3 每批样品分析应带一个中间校核点，其测定值与校准曲线对应点浓度的相对偏差应不超过 10%。

10.4 每批样品应至少做 10% 的平行样测定，少于 10 个样品时至少做一个平行样测定，测定结果相对偏差应小于 20%。

10.5 每批样品应至少做一个加标回收分析测定，实际样品加标回收率应控制在 90%~110%。

11 废物处理

试验分析过程中产生的废液和剩余的实际样品应集中收集，妥善处理和处置。

12 注意事项

12.1 乙醚应低温、避光保存。当加入适量亚硫酸钠溶液（4.7）出现乳状白色沉淀时，应更换新乙醚。

12.2 如果水样中有较多的石油制品，可用双层定量滤纸过滤后测定。