



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX-200X

代替 GB/T 13903-1992 和 GB/T 13905-1992

---

## 水质 梯恩梯的测定 分光光度法

Water quality-Determination of TNT-Spectrophotometric method

(征求意见稿)

200×-××-××发布

200×-××-××实施

---

国家质量监督检验检疫总局  
环 境 保 护 部

发布

# 目 次

前 言 .....	II
第一篇 水质 梯恩梯的测定 分光光度法.....	1
1 适用范围.....	1
2 方法原理.....	1
3 试剂和材料.....	1
4 仪器和设备.....	2
5 干扰及消除.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算.....	4
9 精密度和准确度.....	4
第二篇 水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法.....	4
10 适用范围.....	4
11 方法原理.....	4
12 试剂和材料.....	5
13 仪器和设备.....	5
14 干扰及消除.....	5
15 样品.....	5
16 分析步骤.....	6
17 结果计算.....	6
18 精密度和准确度.....	7

## 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，规范水质中梯恩梯的监测方法，制定本标准。

本标准规定了弹药装药和粉状铵梯炸药工业废水中梯恩梯含量的分光光度测定方法。

首次发布于 1992 年，本次为第一次修订。

自本标准实施之日起，《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》（GB/T 13903-1992）和《水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法》（GB/T 13905-1992）废止。

本标准为指导性标准。

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、辽宁庆阳特种化工有限公司。

本标准自 200□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 水质 梯恩梯的测定 分光光度法

## 第一篇 水质 梯恩梯的测定 分光光度法

### 1 适用范围

本标准规定了测定弹药装药和粉状铵梯炸药工业废水中梯恩梯的分光光度法。

本标准适用于弹药装药企业工业废水中梯恩梯含量的测定。

本方法测定范围为 0.1~4mg/L，最低检出限为 0.05mg/L。

### 2 方法原理

梯恩梯（2,4,6-三硝基甲苯；分子式： $C_7H_5N_3O_6$ ；TNT）与亚硫酸钠发生加成反应，经 N-氯代十六烷吡啶增敏作用，生成红色络合物，颜色的深浅在一定范围内与梯恩梯含量成正比，在 466nm 波长处进行分光光度测定。

### 3 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明，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。

3.1 盐酸(1+1)。

3.2 氨水(1+1)。

3.3 乙醚：沸点 35℃。乙醚低温、避光保存。在分析中，当加入亚硫酸钠溶液出现乳状白色沉淀物时，应更换新乙醚。

3.4 无水乙醇。

3.5 10%亚硫酸钠溶液。有效期 3d。

3.6 0.25%N-氯代十六烷基吡啶溶液。

称取 0.500g N-氯代十六烷基吡啶溶解于水中，稀释至 200mL，贮存在棕色玻璃磨口瓶中，常温下可稳定保存 30 天。

3.7 梯恩梯标准贮备液。准确称取经乙醇精制的工业梯恩梯  $0.0500g \pm 0.1mg$  于 1000mL 烧杯中，加入预热至 70℃ 的水约 800mL，置于 75℃~79℃ 的恒温水浴(4.4)中，边加热边搅拌，

直至完全溶解。取出，冷却至室温后移入 1000mL 棕色容量瓶（4.1）中，以水稀释至刻线摇匀。此溶液浓度为 50.0mg/L。避光低温（2℃～5℃）保存，可稳定保存 1～2 个月。

3.8 梯恩梯标准使用液。量取梯恩梯标准贮备液（3.7）50mL±0.01mL，于 250mL 棕色容量瓶（4.1）中，以水稀释至刻线摇匀。此溶液浓度为 10.0 μg/mL。临用时现配。

## 4 仪器和设备

4.1 250mL 和 1000mL 棕色容量瓶。

4.2 分液漏斗：50mL。分液漏斗的活塞不得用油脂润滑，可在使用前用水润湿。

4.3 具塞比色管：50mL。

4.4 恒温水浴。

4.5 分光光度计：光程 30mm 的比色皿。

## 5 干扰及消除

在被测溶液中如有三硝基甲硝胺（特屈儿），对梯恩梯测定有干扰。当废水有一定色度时，可取与试样同体积的水样稀释至 25mL，作为样品空白。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。

## 6 样品

### 6.1 采集与保存

试样直接测定时，最大取样量为 15.00mL，样品应采集于棕色玻璃瓶中，避光低温（2℃～5℃）保存，有效期 5d。

### 6.2 试样的制备

6.2.1 水样无色无浊时，可不经萃取直接测定，若试样不经萃取，直接测定时，绘制标准曲线的标准溶液也不萃取而直接测定；若水样中悬浮物较多，可用定量滤纸过滤后测定或萃取后测定。

6.2.2 水样 pH 值不为 4～9 时，应用盐酸（1+1）（3.1）或氨水（1+1）（3.2）调节 pH 值。

6.2.3 乙醚萃取。萃取步骤如下：

6.2.3.1 用移液管量取 25mL±0.05mL 试样(梯恩梯含量大于 4mg / L 的试样, 应先进行稀释), 移入 50mL 分液漏斗(4.2)中。

6.2.3.2 加 15mL±0.1mL 乙醚 (3.3), 剧烈振动 2min。

6.2.3.3 静置分层后, 将水相弃去。

6.2.3.4 醚相移入 50mL 比色管(4.3)中, 以 2mL±0.1mL 乙醚 (3.3) 洗涤分液漏斗, 洗涤后的乙醚并入 50mL 比色管中。

6.2.3.5 将比色管置于恒温水浴(4.4)中(温度不超过 40℃), 蒸发至无醚气味, 待测定用。

## 7 分析步骤

### 7.1 校准曲线的绘制

7.1.1 量取梯恩梯标准使用液 (3.8) 0.00, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 10.00mL, 分别置于 50mL 分液漏斗(4.2)中。

7.1.2 加水至 25mL, 按 6.2.3 相同步骤进行萃取操作。

7.1.3 向置有预处理(6.2.3)样品的 50mL 比色管(4.3)中, 沿壁加入无水乙醇(3.4) 2mL±0.1mL, 加水约 10mL, 摇匀。

7.1.4 加亚硫酸钠溶液(3.5) 3mL±0.1mL, 混匀。

7.1.5 加氯代十六烷基吡啶溶液(3.6) 5mL±0.1mL。

7.1.6 以水稀释至 50mL 刻线处, 摇匀。

7.1.7 放置 15min。

7.1.8 于 466nm 波长处, 以试剂水溶液作参比, 用 30mm 比色皿测定吸光度。

7.1.9 以吸光度为横坐标, 对应的梯恩梯含量 (mg) 为纵坐标, 绘制校准曲线。

### 7.2 样品的测定

7.2.1 将置有预处理(6.2)样品的 50mL 比色管, 按 7.1.3~7.1.8 相同步骤操作。根据吸光度在校准曲线上查相对应的梯恩梯含量。

7.2.2 在样品测定的同时, 每次均应做空白试验。以纯水为参比, 采取相同的步骤, 取相同的试剂, 测定吸光度。样品的吸光度减去空白试验的吸光度, 在校准曲线上查得梯恩梯含量。

## 8 结果计算

试样中梯恩梯 (TNT) 含量  $c$  (mg/L) 按公式 (1) 计算:

$$c = \frac{m}{V} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c$  ——梯恩梯含量, 单位为毫克每升 (mg / L);

$m$  ——校准曲线查得的梯恩梯含量, 单位为毫克 (mg);

$V$  ——分析时取试样体积, 单位为毫升 (ml)。

计算结果表示到小数点后三位。

## 9 精密度和准确度

梯恩梯浓度为 2.00mg / L 的样品, 经五家实验室分析, 实验室内相对标准偏差为 1.6%; 实验室间相对标准偏差为 2.6%; 加标回收率为 95%~110%。

# 第二篇 水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法

## 10 适用范围

本标准规定了测定弹药装药和粉状铵梯炸药工业废水中梯恩梯含量的亚硫酸钠分光光度法。

本标准适用于生产粉状铵梯炸药厂工业废水中梯恩梯含量的测定。

本方法测定范围为 0.2~10mg / L; 最低检出限为 0.1mg / L。

## 11 方法原理

在室温下, 梯恩梯与无水亚硫酸钠作用, 生成黄色三硝基甲苯磺酸钠, 在 420nm 波长处进行分光光度测定。

## 12 试剂和材料

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

12.1 浓硫酸( $\rho = 1.84\text{g/ml}$ )。

12.2 乙二胺四乙酸二钠溶液：0.1g/mL。

12.3 氢氧化钠溶液：0.2g/mL。

12.4 硫酸铝溶液：18%。

12.5 碳酸钠溶液：16%。

12.6 梯恩梯标准溶液：0.05mg/mL。准确称取  $m = 0.0500\text{g}$  精制纯梯恩梯，先溶于 3mL 浓硫酸(12.1)中，缓慢加水溶解后，移入 1000mL 容量瓶中，并用水稀释至标线。

12.7 无水亚硫酸钠溶液：0.2g/mL。称取约 20.00g 无水亚硫酸钠，溶于 100mL 蒸馏水。此溶液有效期为 3d。

## 13 仪器和设备

13.1 25mL 具塞刻度比色管。

13.2 分光光度计：光程 30mm 的比色皿。

## 14 干扰及消除

当废水有一定色度时，可取与试样同体积的水样稀释至 25mL，做为样品空白。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。

废水水质硬度较大时，需消除钙镁的干扰。取 10mL 水样加 1.0mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(12.2)和 1~3 滴氢氧化钠(12.3)，使水样的 pH 值在 10~11 范围内。

## 15 样品

### 15.1 采集与保存

采集样品应使用硬质棕色玻璃瓶。样品采集后应避光保存，在 8h 内进行测定，测定前应充分摇匀。若水样中悬浮物较多，应进行过滤后再测定。

### 15.2 试样的制备

经生物处理后的水样测定,取生化后的废水样 100mL,加入 18%硫酸铝溶液(12.4)0.5mL,加入 16%碳酸钠溶液 (12.5) 0.5mL,混合均匀后,用滤纸过滤。取过滤后的清澈水样进行比色分析。

## 16 分析步骤

### 16.1 校准曲线的绘制

16.1.1 取 7 支 25mL 具塞比色管 (13.1)。

16.1.2 分别加入体积为 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00mL 的梯恩梯标准溶液(12.6)。

16.1.3 加水至 10mL,再加入体积为 5mL 的无水亚硫酸钠溶液 (12.7),用水稀释至 25mL 标线处并摇匀,显色 5min。

16.1.4 于波长 420nm 处,用 30mm 比色皿 (13.2) 测定吸光度。

16.1.5 扣除空白试验的吸光度后,以吸光度为横坐标,对应的梯恩梯含量为纵坐标,绘制校准曲线。

### 16.2 样品的测定

16.2.1 吸取含梯恩梯的适量试样置于 25mL 具塞比色管 (13.1) 中,准确到 0.01mL。

16.2.2 加水至 10mL,按 16.1.3 相同步骤进行操作。

16.2.3 按 16.1.4 相同步骤,以水为参比测量吸光度。

16.2.4 减去空白试验所测的吸光度,从校准曲线上查出试样中梯恩梯的含量。

### 16.3 空白试验

取 10mL 的水代替试样,按 16.2 相同步骤进行操作。

## 17 结果计算

试样中梯恩梯 (TNT) 含量  $c$  (mg/L) 按公式 (2) 计算:

$$c = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$c$ ——梯恩梯含量,单位为毫克每升 (mg / L);

$m$ ——校准曲线查得梯恩梯的含量，单位为微克 ( $\mu\text{g}$ )；

$V$ ——分析时取试样的体积，单位为毫升 (mL)。

计算结果表示到小数点后三位。

## 18 精密度和准确度

梯恩梯浓度为  $50\text{mg/L}$  的样品，经五家实验室分析，实验室内相对标准偏差为  $0.87\%$ ；加标回收率为  $96.7\% \sim 103.2\%$ 。

---