

《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》

编制说明

(征求意见稿)

北京中兵北方环境科技发展有限公司

中国兵器工业集团公司环境保护办公室

中国兵器工业集团公司第三七五厂

二〇〇八年三月

目 录

一、任务来源	2
二、工作依据	2
三、修订工作原则、程序与方法	3
四、方法存在的问题和本此修订所做的技术性补充工作	4
五、本标准的主要技术内容与编制方法	5
六、相关问题说明	7
七、标准实施后产生的效果分析	9

一、任务来源

国家污染物监测方法标准《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》(GB/T 13903-92)和《水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法》(GB/T 13905-92)是原中国兵器工业总公司组织中国兵器工业第五设计研究院和江阳化工厂起草编制,原国家环境保护局和国家技术质量监督检验局 1992 年 12 月批准,1993 年 9 月实施的。这两个方法标准自批准实施以来,已使用了 15 年。

上述方法由于具有分析速度快,重现性好,抗干扰能力强,操作简单等优点,在弹药装药厂和生产粉状铵梯炸药厂工业废水梯恩梯监测中广泛使用。同时,由于在本方法研究和标准编制时,受当时监测技术条件和手段的限制,适用范围比较窄,有些工作做的还不够细,和目前国家环境监测与标准管理工作的要求相比,内容上还需要补充完善、标准格式上需要进一步规范,要求需不断提高,使梯恩梯监测分析方法更具广泛性、适用性和更宽的测定范围,并通过污染物监测方法标准制修订工作,加大采用先进监测技术和国外先进标准工作的力度,提高水质污染物监测工作的质量,进一步完善环境监测技术规范体系,就成为本方法标准修订工作需要研究解决的一个主要目的和工作内容。

《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》(GB/T 13903-92)和《水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法》(GB/T 13905-92)的修订工作已列入国家“十一五”环境保护标准制修订计划,是“十一五”期间需要制修订的国家环境保护标准计划内容之一。2006 年国家质检总局(国质检财函[2006]909 号)和 2007 年国家质检总局(国质检财函[2007]971 号)下达了这两项国家环保标准制修订计划,项目统一编号为 1193 和 1198,标准的修订工作由国家环境保护部科技标准司组织,北京中兵北方环境科技发展有限责任公司作为主编单位,中国兵器工业集团公司环保办公室和国营第 375 厂作为参加单位,共同承担本方法标准的修订工作。

二、工作依据

编制组以国家相关法律法规、规章、政策和规定,以及国家环境保护总局的标准制修订计划为依据,开展本标准的修订工作:

- 1、《中华人民共和国环境保护法》

- 2、《中华人民共和国水污染防治法》
- 3、《中华人民共和国海洋环境保护法》
- 4、《国务院关于落实科学发展观加强环境保护的决定》
- 5、国家环境保护总局环科函[2008] 7号《关于开展2007年第一批国家标准制修订工作的通知》（2008年2月1日）
- 6、国家环境保护总局办公厅环办函[2008]44号《关于开展2008年度国家环境保护标准制修订项目工作的通知》（2008年1月16日）
- 7、国家环境保护总局环科函[2008] 14号《关于转发国家标准化管理委员会〈关于加快国家标准制修订工作有关问题的通知〉的函》（2008年3月11日）
- 8、国家环境保护总局环科函[2008] 16号《关于印发〈2008年国家环境保护标准制修订项目工作会议纪要〉的函》（2008年3月11日）
- 9、国家环境保护总局《国家环境保护标准制修订工作管理办法》（国家环境保护总局公告2006年第41号）
- 10、中华人民共和国环境保护行业标准《环境监测分析方法标准制定技术导则》（HJ/T 168-2004）

三、修订工作原则、程序与方法

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》中“建立监测制度，制订监测规范”的规定，规范环境监测行为，提高环境监测质量，保护环境，保障人体健康，为环境管理提供科学依据，完善国家的环境标准体系，特修订本标准。

（一）修订原则

1、以科学发展观为指导，以实现经济、社会的可持续发展为目标，以《“十一·五”国家环境保护标准规划》要求为指导思想，以国家环境保护和污染防治相关的法律法规、规章、政策为依据，修订《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》和《水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法》。

2、本方法标准的修订与实施要有利于形成完整、协调的国家环境保护标准体系；有利于规范环境监测行为，提高环境监测质量，推动我国环境监测工作的不断发展与进步；符合《环境监测分析方法标准制订技术导则》的要求。

3、根据废水中被测物质梯恩梯的特性和制定本标准的目的，修订的技术内容

与分析步骤力求完整、准确适用、易于理解、便于实施。

4、方法标准中规定的技术要求科学合理。测试中使用的仪器、设备等均应在检定有效期内，标准物质在有效期内使用，使测试结果准确可靠，具有可溯源性。

（二）工作程序与方法

1、根据国家环保总局科技标准司下达的年度标准制修订项目计划，成立课题组，调研、咨询、编制《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》开题论证报告；

2、组织本项目的开题论证，确定方法标准的修订技术路线和工作方案；

3、根据确定技术内容的需要，通过查阅资料，获取有关信息，并到使用单位调研，针对方法中存在或发现的问题进行研究实验和补充完善，开展精密度、准确度、回收率等方面的试验，以提高此方法的可行性，在此基础上，编制《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》征求意见稿与编制说明，向有关单位征求意见；

4、汇总处理意见，修改和完善标准征求意见稿，编制标准送审稿及编制说明；

5、对送审稿进行技术审查和相应修改后，编制报批稿，并上报国家环境保护部科技标准司；

6、对工作过程中形成的各种文件、资料进行整理、归档。

四、方法存在的问题和本此修订所做的技术性补充工作

由于在本方法研究和标准编制时，受当时监测技术条件和手段的限制，适用范围比较窄，有些工作做的还不够细，和目前国家环境监测与标准管理工作的要求相比，内容上还需要补充完善、标准格式上需要进一步规范，技术要求需不断提高。

针对以上需要修订的内容，编制组做了以下几方面的工作：

1、通过不同途径，了解有关单位对该标准方法的使用情况及发现的问题。

2、组织火炸药和铵梯炸药生产企业的环境监测人员，对该标准方法用现有仪器设备和药剂，按照方法的分析步骤进行操作，验证其精密度、准确度以及重复性和再现性，提出分析方法的修订内容。

3、按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》中的技术规定，开展标准草案的编制工作，在此基础上，编制了《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》征求意见稿和编制说明。

五、本标准的主要技术与编制方法

1、标准名称

根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ/T 168-2004)第 7.4 条的规定,测试方法的标准名称包括三部分内容:即方法所适用的样品类别、所测定的指定成分和测试方法的性质。据此,本标准的名称为:水质 梯恩梯的测定 分光光度法。英文名称为: Water quality-Determination of TNT- Spectrophotometric method。

2、范围

(1) 说明了标准的主要内容:本标准规定了测定水质中梯恩梯含量的分光光度法。

(2) 本标准包括两部分内容,第一篇:水质 梯恩梯的测定 分光光度法;第二篇:水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法。

(3) 说明了本标准适用的具体环境要素名称及被检测对象名称:本标准第一篇适用于弹药装药所排工业废水中梯恩梯含量的测定;第二篇适用于生产粉状铵梯炸药所排工业废水中梯恩梯含量的测定。

(4) 指明了待测成分的检出限、灵敏度及定量测定范围。

3、方法原理

本标准分别简要叙述了方法的基本原理,即:

第一篇: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,生成红色加成络合物,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。

第二篇: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。

4、试剂和材料

(1) 导语、基本特征和编号

本章在开始用了下面一段导语:“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分析纯化学试剂,实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。”

给出了测试方法中使用的所有试剂的基本特征和编号。基本特征包括化学名称、分子式以及它们的主要特性(浓度、密度等)。除了多次使用的试剂,仅在制

备某试剂中用到的试剂没有列出。

根据这一通用要求，本方法第一篇列出了 8 种试剂和材料；第二篇列出了 7 种试剂和材料。对所列试剂和材料按顺序给出了相应编号以便于识别。

(2) 溶液的制备

标准溶液：标准中给出了梯恩梯标准溶液（标准贮备液和标准使用液）的制备方法。标准溶液的浓度用质量浓度表示，单位为毫克每升（mg/L）。

其他溶液：有的以质量分数给出，单位无量纲。如本标准中的 18%硫酸铝溶液和 16%碳酸钠溶液。

(3) 本标准给出了溶液的保存时间等内容。如：无水亚硫酸钠溶液的保存时间为 3d。

5、干扰及消除

(1) 色度对 TNT 的测定有一定干扰。为了消除色度的干扰，本标准给出了消除干扰的方法和详细步骤。即：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。

(2) 如果水样中悬浮物较多，应进行过滤后再测定。

(3) 如果废水水质硬度较大，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和 1~3 滴氢氧化钠，使水样的 pH 值在 10~11 范围内。

6、样品

(1) 采集与保存

根据 TNT 遇光变色的特性，规定了样品采集后的保存方法及保存时间等内容，如：应使用硬质棕色玻璃瓶采集样品。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。

(2) 试样的制备

在本标准中，给出了 TNT 水样制备的内容与步骤和干扰的消除。如：第二篇方法中对于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 0.5mL，加入 16%碳酸钠溶液 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。

7、分析步骤

(1) 本标准对标准曲线的绘制和样品测定，详细列出了分析操作步骤，并对每一个操作步骤进行了准确简明地叙述。

(2) 对于称样量、取样量，根据不同的要求采用不同的表示方式。如：

——对需要准确称取确定量的试样，用“0.0500g±0.1mg”表示；

——对需要准确称取大约量的试样，用“0.5g，准确到1mg”表示；

——对于用体积表示的试样，所要求达到的准确度用“量取梯恩梯标准溶液1.0mL±0.01mL”表示。

8、空白试验

(1) 为了保证测定结果的准确度，本标准规定了在样品测定的同时，每次均应做空白试验。

(2) 空白试验与样品测定必须同步进行，并采取相同的分析步骤，取相同的所有试剂，测定吸光度。

(3) 样品的吸光度减去空白试验的吸光度，再在校准曲线上查得梯恩梯含量。

9、结果计算

本标准明确了结果计算的方法。说明了计算结果的单位、计算公式、公式中使用符号的含义、表示量的单位、有效位数的确定原则等内容。

10、精密度和准确度

第一篇：分光光度法的精密度和准确度为：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：亚硫酸钠分光光度法的精密度和准确度为：梯恩梯浓度为50mg/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%~103.2%。

六、相关问题说明

(一) 标准的英文名称

《水质 梯恩梯的测定 分光光度法》(GB/T 13903-92)的标准英文名称为：Water quality-Determination of TNT-Spectrophotometry；《水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法》(GB/T 13905-92)的标准英文名称为：Water quality-Determination of TNT-

Sodium Sulfite Spectrophotometry。

本次修订中，根据导则给出的标准英文名称示例 1，将本标准的英文名称修订为：**Water quality-Determination of TNT- Spectrophotometric method。**

（二）适用范围

1、根据导则和标准范本，将原标准的标题为：“主题内容与适用范围”修订为本标准的“适用范围”。

2、将标准 GB/T 13903-92 的“对 25mL 试样，比色皿光程 30mm，梯恩梯的最低检出浓度为 0.05mg/L，测定范围为 0.2~4.0mg/L”修订为“本方法测定范围为 0.1~4mg / L，最低检出限为 0.05mg / L”。

3、将标准 GB/T 13903-92 的“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”调整到本标准第一篇“干扰与消除”中。

（三）方法原理

原来的两个方法标准为“原理”，本标准按导则要求修订为“方法原理”。

标准 GB/T 13903-92 对原理解释为：“梯恩梯与亚硫酸钠发生加成反应，经氯代十六烷基吡啶增敏作用，生成红色络合物，在 466nm 波长处进行分光光度测定”。

本次修订为：“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，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”。

修订后，将“氯代十六烷基吡啶”用“N-氯代十六烷基吡啶”表示，更加准确。增加了“颜色的深浅在一定范围内与梯恩梯含量成正比”，说明了加成络合物颜色深浅与梯恩梯含量大小的关系。

第二篇的原理的内容没有修订。

（四）试剂和材料

原来的两个方法标准列出了各自的试剂，本标准没有进行大的调整与改动。标准 GB/T 13903 列出了 6 种试剂，本标准给出了 8 种试剂和溶液（第一篇）。将水样预处理时用于调整 pH 值的盐酸(1+1)或氨水(1+1)增加进来。

（五）干扰及消除

原标准在“分析步骤的样品预处理”中提出了干扰及消除的办法，本次修订将其统一列为“干扰及消除”一章，并分别予以表述。在第一篇中，将干扰、消除及

分析中需要注意的事项从六个方面予以叙述。在第二篇中，从三个方面对干扰及消除提出要求。如：（1）色度对 TNT 的测定有一定干扰。为了消除色度的干扰，本标准给出了消除干扰的方法和详细步骤。即：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。

（2）如果水样中悬浮物较多，应进行过滤后再测定。

（3）如果废水水质硬度较大，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和 1~3 滴氢氧化钠，使水样的 pH 值在 10~11 范围内。

（六）分析步骤

本次修订的分析步骤分“校准曲线的绘制”、“样品的测定”和“空白试验”三部分内容。与原标准相比在内容方面没有大的变动，只是根据测定操作按测定过程的先后顺序分条叙述，以容易阅读的形式陈述有关的测试。

（七）结果计算

原标准为“分析结果的表述”，本标准为“结果计算”。说法不同，但内容一样，都是说明结果计算的方法（包括结果的单位、计算公式、公式中所用符号的含义、表示量的单位以及计算结果表示到小数点后的位数或有效位数等）。

七、标准实施后产生的效果分析

本标准的实施将对规范环境监测行为，提高环境监测质量，保护环境，保障人体健康，为环境管理提供科学依据，完善国家的环境标准体系发挥应有的作用。

环境监测是环境保护工作最为重要的基础性和前沿性工作。当前，我国已进入环境事故多发期，这也对我国的环境预警和应对能力提出了更高的要求。及时、准确的监测数据将为科学决策提供重要依据，也将为有效应对和妥善处置突发事件提供强有力的技术支持。

本标准的应用能够做到方法科学、数据准确；做到全面反映环境梯恩梯污染状况和变化趋势，及时跟踪梯恩梯排放的变化情况，准确预警和及时响应由梯恩梯引发的环境突发事件，满足环境管理需要。

本标准在梯恩梯废水样品采集、保存运输、分析测定等过程中规定了统一规范和有效的要求，可以保障监测数据的可靠性，也丰富和完善了环境监测技术方法体

系，提升了环境监测水平，促进了环境监测技术的不断发展和创新。

本标准主要起草人：靳建永、何 平、蒋啸林

参编人员：张锡麒、刘英杰、史国臣、张 莉、刘兆魏、郝 鑫