



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 598-2011

代替 GB/T 13905-92

水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法

Water quality-Determination of TNT-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	III
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	2
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

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。

本标准规定了测定水中梯恩梯的亚硫酸钠分光光度法。

本标准是对《水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法》(GB/T 13905-92)的修订。

本标准首次发布于 1992 年，原标准起草单位为中国兵器工业第五设计研究院。本次为第一次修订。主要修订内容如下：

- 增加了干扰和消除条款；
- 增加了试样的制备内容；
- 增加了质量保证和质量控制规定；
- 增加了废物处理条款。

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 亚硫酸钠分光光度法》(GB/T 13905-92) 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 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亚硫酸钠分光光度法。

本标准适用于生产和使用粉状铵梯炸药过程中排放的工业废水中梯恩梯的测定。

当试样体积为10.0ml，使用30mm比色皿时，方法检出限为0.1mg/L，测定范围为0.4~10mg/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

在室温下，样品中的梯恩梯与无水亚硫酸钠反应生成黄色三硝基甲苯磺酸钠，在波长 420nm 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

3.1 当废水有一定色度时，会对测定产生干扰。可取与试样同体积的水样稀释至 25ml，作为样品空白，不加亚硫酸钠溶液直接测量吸光度。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。

3.2 当样品的硬度大于 600mg/L 时，会对测定结果产生干扰。向 10.0ml 试样加入 1.0 ml 乙二胺四乙酸二钠盐溶液（4.3）和 1~3 滴氢氧化钠溶液（4.4），使水样的 pH 值在 10~11 范围内。加入的试剂量应纳入结果计算中。

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 浓硫酸： ρ （ H_2SO_4 ）=1.84 g/ml。

4.2 无水乙醇（ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ）。

4.3 乙二胺四乙酸二钠盐（EDTA-2Na）溶液： ρ （ $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）=0.1 g/ml

称取 10 g 乙二胺四乙酸二钠溶于 100 ml 水中，摇匀。

4.4 氢氧化钠溶液： ρ （ NaOH ）=0.2 g/ml

称取 20 g 氢氧化钠溶于 100ml 水中，摇匀。

4.5 硫酸铝溶液： ρ [Al_2 （ SO_4 ） $_3$] = 0.18 g/ml

称取 18g 硫酸铝溶于 100 ml 水中，混匀。

4.6 碳酸钠溶液： ρ （ Na_2CO_3 ）= 0.16 g/ml

称取 16g 碳酸钠溶于 100ml 水中，混匀。

4.7 梯恩梯（TNT）：2,4,6-三硝基甲苯 [$\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_2$ （ NO_2 ） $_3$]

称取 1.0 g 梯恩梯（工业品）置于小烧杯中，用 10ml 无水乙醇（4.2）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。

4.8 梯恩梯标准溶液： ρ （TNT）=50.0 mg/L

准确称取 0.0500g TNT（4.7）溶于 3 ml 浓硫酸（4.1）中，缓慢加水溶解后，移入 1000ml 容量瓶中，加水至标线，混匀。

4.9 无水亚硫酸钠溶液： ρ (Na₂SO₃) =0.2 g/ml

称取 20.0g 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。

5 仪器和设备

5.1 可见分光光度计：具 30mm 比色皿。

5.2 具塞刻度比色管：25ml。

5.3 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

量取 100ml 水样于锥形瓶中，加入 0.5ml 硫酸铝溶液（4.5），再加入 0.5ml 碳酸钠溶液（4.6），静置后取上清液，待测。

6.3 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备（6.2）相同步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 校准

7.1.1 量取 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00ml 梯恩梯标准溶液（4.8）分别置于 7 支具塞刻度比色管中，加水至 10ml 刻线，TNT 含量分别为 0.00, 25.0, 50.0, 75.0, 100, 125, 150μg。

7.1.2 向上述具塞刻度比色管中分别加入 5ml 无水亚硫酸钠溶液（4.9），用水稀释至 25ml 刻线，摇匀，显色 5min。于波长 420nm 处，以水为参比，用 30mm 比色皿测量吸光度。以吸光度为纵坐标，以对应的梯恩梯含量（μg）为横坐标，绘制校准曲线。

7.2 测定

量取 10.0ml 试样（6.2）于具塞刻度比色管中，按照与 7.1.2 相同操作步骤，测量吸光度。

7.3 空白试验

量取 10.0ml 空白试样（6.3）于具塞刻度比色管中，按照与测定（7.2）相同步骤进行分析，测量吸光度。

8 结果计算与表示

8.1 结果计算

样品中的梯恩梯浓度 ρ (mg/L)，按照公式（1）进行计算。

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

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 ——10ml, 试样体积;

f ——稀释比。

8.2 结果表示

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

分别对梯恩梯浓度为 2.46mg/L、4.65mg/L、6.18mg/L 和 9.99mg/L 的实际样品进行了六次平行测定, 其相对标准偏差分别为 1.83%、1.70%、1.15%和 0.64%; 当加标量为 20 μ g 时, 加标回收率为 94.4%~102.4%。

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

试验过程中产生的废液、废水应集中收集, 妥善处理 and 处置。
