

# 中华人民共和国国家标准

## 水质 梯恩梯的测定 分光光度法

GB/T 13903—92

Water quality—Determination of TNT—Spectrophotometry

### 1 主题内容与适用范围

#### 1.1 主题内容

本标准规定了测定水质中梯恩梯的分光光度法。

#### 1.2 适用范围

1.2.1 本标准适用于弹药装药工业废水中梯恩梯含量的测定。

1.2.2 对 25 mL 试料,比色皿光程 30 mm,梯恩梯的最低检出浓度为 0.05 mg/L;测定范围为 0.2~4.0 mg/L。

1.2.3 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。

### 2 原理

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 466 nm 波长处进行分光光度测定。

### 3 试剂

除另有说明,分析中所用试剂均应符合国家标准分析纯试剂。所用水均使用蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 乙醚:沸点 35℃。

3.2 无水乙醇。

3.3 氯代十六烷基吡啶溶液:2.5 g/L。溶解 0.5 g 氯代十六烷基吡啶于水中,并稀释至 200 mL。该溶液贮存在棕色玻璃磨口瓶中,常温下可稳定一个月。

3.4 亚硫酸钠溶液:100 g/L。溶解 10 g 无水亚硫酸钠于水中,并稀释至 100 mL。该溶液有效期 3 d。

3.5 梯恩梯标准贮备液。准确称取经乙醇精制的工业梯恩梯于 1 000 mL 烧杯中,加入预热至 70℃的水约 800 mL,置温度低于 75℃的水浴中,边加热边搅拌,直至完全溶解。取出,冷却至室温后移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,以水稀释至刻线摇匀。暗处低温(2~5℃)保存,有效期 5 d。

3.6 梯恩梯标准使用液。取梯恩梯标准贮备液(3.5)50 mL 于 250 mL 棕色容量瓶中,以水稀释至刻线摇匀。临用时现配。

### 4 仪器

4.1 实验室常用仪器。

4.2 分光光度计。

4.3 恒温水浴。

国家环境保护局 1992-12-02 批准

1993-09-01 实施

- 4.4 分液漏斗:50 mL。  
4.5 具塞比色管:50 mL。

## 5 采样和样品

### 5.1 采样

样品应采集于棕色玻璃瓶中,低温(2~5℃)保存,有效期5 d。

### 5.2 样品

如果水样 pH 值在 4~9 范围,且无浊、无带色离子干扰,可直接测定。否则要按下述情况进行预处理。

5.2.1 如果水样中悬浮物较多,可用定量滤纸过滤后测定或萃取后测定。

5.2.2 水样 pH 值不在 4~9 时,要先用盐酸(1+1)或氨水(1+1)调节 pH 值。以 pH 广泛试纸作指示,与标准色版比较之。

5.2.3 萃取步骤:吸取 25.00 mL 试样(梯恩梯含量大于 4 mg/L 的试样,应先进行稀释),移入 50 mL 分液漏斗中,加 15.0 mL 乙醚,剧烈振动 2 min。静置分层后,将水相弃去;醚相移入 50 mL 比色管中,以 2 mL 乙醚洗涤分液漏斗,洗涤后的乙醚并入 50 mL 比色管中。然后将比色管置于水浴中(温度不超过 40℃),蒸发至无醚气味。待测定用。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品吸光度的测定

向置有预处理样品(5.2.3)的 50 mL 比色管中沿壁加入无水乙醇 2 mL,加水约 10 mL,摇匀。加 3 mL 亚硫酸钠溶液(3.4)、混匀。加 5 mL 氯代十六烷基吡啶溶液(3.3),以水稀释至 25 mL 刻线处,摇匀。放置 15 min。用 30 mm 比色皿,于 466 nm 波长处,以试剂水溶液作参比,测定吸光度。

### 6.2 校准曲线的绘制

吸取梯恩梯标准使用液(3.6)0,0.50,1.00,3.00,5.00,7.00,10.00 mL,分别置于 50 mL 分液漏斗中,加水至 25 mL,按 5.2.3 步骤萃取。然后按 6.1 条步骤进行操作,记录吸光度。以吸光度为纵坐标,对应的梯恩梯含量(mg)为横坐标,绘制校准曲线。

## 7 结果的表示

梯恩梯含量按下式计算:

$$c = \frac{m}{V} \times 1\,000$$

式中: $c$ ——梯恩梯含量,mg/L;

$m$ ——校准曲线查得梯恩梯含量,mg;

$V$ ——试样的体积,mL。

## 8 精密度和准确度

五个实验室测定梯恩梯浓度为 2.00 mg/L 的试样。

### 8.1 重复性

实验室内相对标准偏差为 1.6%。

### 8.2 再现性

实验室间相对标准偏差为 2.6%。

### 8.3 准确度

加标回收率为 95%~110%。

附录 A  
本标准一般说明  
(补充件)

- A1 注意乙醚低温、避光保存。在分析中当加入亚硫酸钠溶液(3.4)出现乳状白色沉淀物时,应更换新乙醚。
- A2 分液漏斗的活塞不得用油脂润滑,可在使用前用水润湿。
- A3 如果试样不经萃取,直接测定时,校准曲线绘制,其标准溶液也不萃取而直接测定。
- A4 如果试样直接测定时,最大取样量为 15.00 mL。
- 

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由国家环境保护局负责解释。

本标准由太原市江阳化工厂负责起草。

本标准主要起草人李雅卿、彭桂珍、齐华。