



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 吡啶-亚硫酸钠分光光度法

Water quality—Determination of TNT

—N-cetyl pridinium chloride -sodium sulfite spectrophotometric method

2011-02-10 发布

2011-06-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部 公告

2011年 第9号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范环境监测工作，现批准《水质 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法》等九项标准为国家环境保护标准，并予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、水质 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法（HJ 597—2011）；
- 二、水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法（HJ 598—2011）；
- 三、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（HJ 599—2011）；
- 四、水质 梯恩梯、黑索今、地恩梯的测定 气相色谱法（HJ 600—2011）；
- 五、水质 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法（HJ 601—2011）；
- 六、水质 钡的测定 石墨炉原子吸收分光光度法（HJ 602—2011）；
- 七、水质 钡的测定 火焰原子吸收分光光度法（HJ 603—2011）；
- 八、环境空气 总烃的测定 气相色谱法（HJ 604—2011）；
- 九、土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法（HJ 605—2011）。

以上标准自2011年6月1日起实施，由中国环境科学出版社出版，标准内容可在环境保护部网站（bz.mep.gov.cn）查询。

自以上标准实施之日起，由原国家环境保护局批准、发布的下述七项国家环境保护标准废止，标准名称、编号如下：

- 一、水质 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法（GB 7468—87）；
- 二、水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法（GB/T 13905—92）；
- 三、水质 梯恩梯的测定 分光光度法（GB/T 13903—92）；
- 四、水质 梯恩梯、黑索今、地恩梯的测定 气相色谱法（GB/T 13904—92）；
- 五、水质 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法（GB 13197—91）；
- 六、水质 钡的测定 原子吸收分光光度法（GB/T 15506—1995）；
- 七、环境空气 总烃的测定 气相色谱法（GB/T 15263—94）。

特此公告。

2011年2月10日

目 次

前 言.....	iv
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.....	4
12 注意事项.....	4

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 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/T 13903—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。

中华人民共和国国家环境保护标准
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
HJ 599—2011

*

中国环境科学出版社出版发行
(100062 北京东城区广渠门内大街 16 号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2011 年 4 月第 1 版 开本 880×1230 1/16

2011 年 4 月第 1 次印刷 印张 0.75

字数 30 千字

统一书号: 135111·148

定价: 12.00 元

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 30 mm 比色皿时，方法检出限为 0.05 mg/L，测定范围为 0.2~4 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 466 nm 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 10.0 ml 样品稀释至 25.0 ml，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。

4.1 浓盐酸： $\rho(\text{HCl})=1.19\text{ g/ml}$ 。

4.2 盐酸溶液：1+1。

4.3 浓氨水： $\rho(\text{NH}_4\text{OH})=0.91\text{ g/ml}$ 。

4.4 氨水溶液：1+1。

4.5 乙醚： $\rho(\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5)=0.71\text{ g/ml}$ 。

4.6 无水乙醇： $\rho(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=0.79\text{ g/ml}$ 。

4.7 亚硫酸钠溶液： $\rho(\text{Na}_2\text{SO}_3)=0.1\text{ g/ml}$ 。

称取 10.0 g 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 3 d。

4.8 N-氯代十六烷基吡啶溶液： $\rho[\text{C}_6\text{H}_5\text{N}(\text{CH}_2)_{15}\text{CH}_2\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}]=2.5\text{ g/L}$ 。

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 30 d。

4.9 梯恩梯 (TNT)：2,4,6-三硝基甲苯 $[\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3]$ 。

称取 1.0 g 梯恩梯 (工业品) 置于小烧杯中，用 10 ml 无水乙醇 (4.6) 溶解，用中速定量滤纸过滤，

HJ 599—2011

将滤液放入通风橱中避光自然干燥。二次重结晶，备用。

4.10 梯恩梯标准贮备液： $\rho(\text{TNT})=50.0\text{ mg/L}$ 。

称取 0.050 0 g 梯恩梯（4.9）于 1 000 ml 烧杯中，加入预热至 70℃的水约 800 ml，置于 75~79℃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 1 000 ml 棕色容量瓶中，加水至标线，混匀。此溶液在 2~5℃下避光保存，有效期为 30 d，或购买市售有证标准物质。

4.11 梯恩梯标准使用液： $\rho(\text{TNT})=10.0\text{ mg/L}$ 。

量取 50.0 ml 梯恩梯标准贮备液（4.10）于 250 ml 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 30 mm 比色皿。

5.2 恒温水浴。

5.3 分液漏斗：50 ml。

5.4 具塞刻度比色管：50 ml。

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 5 d 内进行测定。

6.2 试样的制备

6.2.1 水样 pH 值不在 4~9 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 25.0 ml 样品于 50 ml 分液漏斗中，加入 15 ml 乙醚（4.5），剧烈振动 2 min。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 2 ml 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, 10.00 ml 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 μg 。分别加水至 25 ml，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 2 ml 无水乙醇（4.6），加水约 10 ml，摇匀。

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

注: 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, 10.00 ml 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 10.0 ml 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 10.0 ml 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: 当水样无色无浊时, 量取 10.0 ml 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

样品中的梯恩梯质量浓度 ρ , 按照式 (1) 进行计算:

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

式中: ρ ——样品中的梯恩梯质量浓度, 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 1 mg/L 时, 保留小数点后两位, 测定结果大于等于 1 mg/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质量浓度为 4.80 mg/L、10.00 mg/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质量浓度为 2.00 mg/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%。

HJ 599—2011

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，妥为处理和处置。

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。
