

中华人民共和国国家标准

水质 梯恩梯的测定 亚硫酸钠分光光度法

GB/T 13905—92

Water quality—Determination of TNT
—Sodium sulfite spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定梯恩梯含量的亚硫酸钠分光光度法。

1.2 适用范围

1.2.1 本标准适用于生产粉状梯恩梯工厂排出废水中梯恩梯含量的测定。

1.2.2 本方法测定范围 0.2~10 mg/L;最低检测浓度为 0.1 mg/L。

2 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 420 nm 波长处进行分光光度测定。

3 试剂

除另有规定外,所用试剂均应符合国家标准规定的分析纯试剂、蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 氢氧化钠溶液:0.2 g/mL。

3.2 乙二胺四乙酸二钠溶液:0.1 g/mL。

3.3 无水亚硫酸钠溶液:0.2 g/mL。称取 20.0 g 无水亚硫酸钠,溶于 100 mL 蒸馏水中。此溶液有效期为 3 d。

3.4 梯恩梯(2,4,6-三硝基甲苯)标准溶液:0.05 mg/mL。准确称取 0.050 0 g 精制纯梯恩梯,先溶于 3 mL 浓硫酸中,缓慢加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,并用水稀释至标线。

4 仪器

4.1 一般实验室常用仪器;

4.2 分光光度计;

4.3 25 mL 具塞比色管;

4.4 30 mm 玻璃比色皿。

5 样品采集

应使用硬质玻璃瓶采集样品。样品采集后应避光保存并在 8 h 内进行测定,测定前应充分摇匀。

6 分析步骤

6.1 样品预处理

如果废水水质硬度较大,需消除钙镁的干扰。取 10 mL 水样加 1.0 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.2)和 1~3 滴氢氧化钠溶液(3.1)使水样的 pH 值在 10~11 范围内。

如果水样中悬浮物较多应进行过滤后再测定。当试样有颜色时应减去试样本身的吸光度,以减少测定误差。

6.2 样品测定

6.2.1 吸取含梯恩梯的适量试料置于 25 mL 具塞比色管中加水至 10 mL,再加入体积为 5 mL 的无水亚硫酸钠溶液(3.3),用水稀释至 25 mL 标线处并摇匀。

6.2.2 5 min 后用 30 mm 比色皿,在波长 420 nm 处,以水为参比测量吸光度,减去空白试验所测的吸光度,从标准曲线(6.4)上查出试样中梯恩梯的含量。

6.3 空白试验

取 10 mL 的水代替试样,按 6.2 条相同步骤进行操作。

6.4 标准曲线的绘制

取数支 25 mL 具塞比色管,分别加入体积为 0,0.50,1.00,1.50,2.00,2.50,3.00 mL 的梯恩梯标准溶液(3.4),加水至 10 mL,按 6.2.1 显色,按 6.2.2 进行分光光度测定。在扣除空白试验的吸光度后,以吸光度和对应的梯恩梯含量绘制校准曲线。

7 分析结果的表述

梯恩梯含量按下式计算:

$$c = \frac{m}{V}$$

式中: c ——梯恩梯含量,mg/L;

m ——从标准曲线上查得试料中梯恩梯的含量, μg ;

V ——试料的体积,mL。

8 精密度与准确度

分析含梯恩梯 50 mg/L 的标准溶液,本实验室内相对标准偏差为 0.87%;废水加标回收率为 96.7%~103.2%。

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。

本标准由中国兵器工业第五设计研究院负责起草。

本标准主要起草人王菊生、王国荣。