

**HZ-HJ-SZ-0078**

水质—梯恩梯的测定—亚硫酸钠分光光度法

**1 范围**

本方法规定了测定梯恩梯含量的亚硫酸钠分光光度法。

本方法适用于生产粉状铵梯炸药工厂排出废水中梯恩梯含量的测定。

本方法测定范围 0.2~10mg/L；最低检测浓度为 0.1mg/L。

**2 原理**

在室温下，梯恩梯与无水亚硫酸钠作用，生成黄色三硝基苯磺酸钠，在 420nm 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：0.2g/mL。

3.2 乙二胺四乙酸二钠的溶液：0.1g/mL

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

3.4 梯恩梯(2, 4, 6-三硝基甲苯)标准溶液：0.05mg/mL。准确称取 0.0500g 精制纯梯恩梯，先溶于 3mL 浓硫酸中，缓慢加水溶解后，移入 1000mL 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 具塞比色管，25mL；

4.4 玻璃比色皿，30mm。

**5 采样和样品**

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

**6 操作步骤**

**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 10mL 水样加 1.0mL 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 25mL 具塞比色管中加水至 10mL，再加入体积为 5mL 的无水亚硫酸溶液(3.3)，用水稀释至 25mL 标线处并摇匀。

6.2.2 5min 后用 30mm 比色皿，在波长 420nm 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 10mL 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 25mL 具塞比色管，分别加入体积为 0，0.50，1.00，1.50，2.00，2.50，3.00mL 的梯恩梯标准溶液(3.4)，加水至 10mL，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 结果计算**

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， $\mu$ g；

V—试料的体积，mL。

## 8 精密度和准确度

分析含梯恩梯 50mg/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%。

## 9 参考文献

GB/T 13905-1992。