

HZ-HJ-SZ-0076

水质—梯恩梯的测定—分光光度法

1 范围

本方法规定了测定水质中梯恩梯的分光光度法。

本方法适用于弹药装药工业废水中梯恩梯含量的测定。

对 25mL 试料，比色皿光程 30mm，梯恩梯的最低检出浓度为 0.05mg/L；测定范围为 0.2~4.0mg/L。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 466nm 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特纯度的水。

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

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

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 1000mL 烧杯中，加入预热至 70℃的水约 800mL，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 1000mL 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 天。

3.6 梯恩梯标准使用液。取梯恩梯标准贮备液(3.5)50mL 于 250mL 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。

4.4 分液漏斗：50mL。

4.5 具塞比色管：50mL。

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 天。

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 值广泛试纸作指示，与标准色版比较之。

5.2.3 萃取步骤：吸取 25.00mL 试样(梯恩梯含量大于 4mg/L 的试样，应先进行稀释)，移入 50mL 分液漏斗中，加 15.0mL 乙醚，剧烈振动 2min。静置分层后，将水相弃去；醚相移入 50mL 比色管中，以 2mL 乙酸洗涤分液漏斗，洗涤后的乙醚并入 50mL 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 操作步骤

6.1 样品吸光度的测定

向置有预处理样品(5.2.3)的 50mL 比色管中沿壁加入无水乙醇 2mL, 加水约 10mL, 摇匀。加 3 mL 亚硫酸钠溶液(3.4)、混匀。加 5mL 氯代十六烷基吡啶溶液(3.3), 以水稀释至 25mL 刻线处, 摇匀。放置 15min。用 30mm 比色皿, 于 466nm 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, 10.00mL, 分别置于 50mL 分液漏斗中, 加水至 25mL, 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 结果计算

梯恩梯含量按下式计算:

$$c = \frac{m}{V} \times 1000$$

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,

8 精密度和准确度

五个实验室测定梯恩梯浓度为 2.00mg/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%。

9 参考文献

GB/T 13903-1992。