

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 595—2010

水质 彩色显影剂总量的测定 169 成色剂分光光度法 (暂行)

Water quality- Determination of the total amount of the color
developing agent -169 Coupler spectrophotometry

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2010-10-21发布

2011-01-01实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算.....	4
10 注意事项.....	4
附录A(资料性附录) 常用的彩色显影剂的种类和化学结构式.....	5

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，规范废水中彩色显影剂总量的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定废水中彩色显影剂总量的 169 成色剂分光光度法。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准起草单位：北京市环境保护监测中心。

本标准环境保护部 2010 年 10 月 21 日批准。

本标准自 2011 年 1 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 彩色显影剂总量的测定 169 成色剂分光光度法

1 适用范围

本标准规定了测定水中彩色显影剂总量的 169 成色剂分光光度法。

本标准适用于洗印废水中彩色显影剂总量的测定。

当使用 20mm 比色皿，取样体积为 20.0ml 时，方法检出限为 1.03×10^{-6} mol/L，相当于对氨基二乙苯胺盐酸盐 (TSS) 0.27 mg/L；测定下限为 4.12×10^{-6} mol/L，相当于对氨基二乙苯胺盐酸盐 (TSS) 1.08 mg/L；测定上限为 8.55×10^{-5} mol/L，相当于对氨基二乙苯胺盐酸盐 (TSS) 25.0mg/L。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

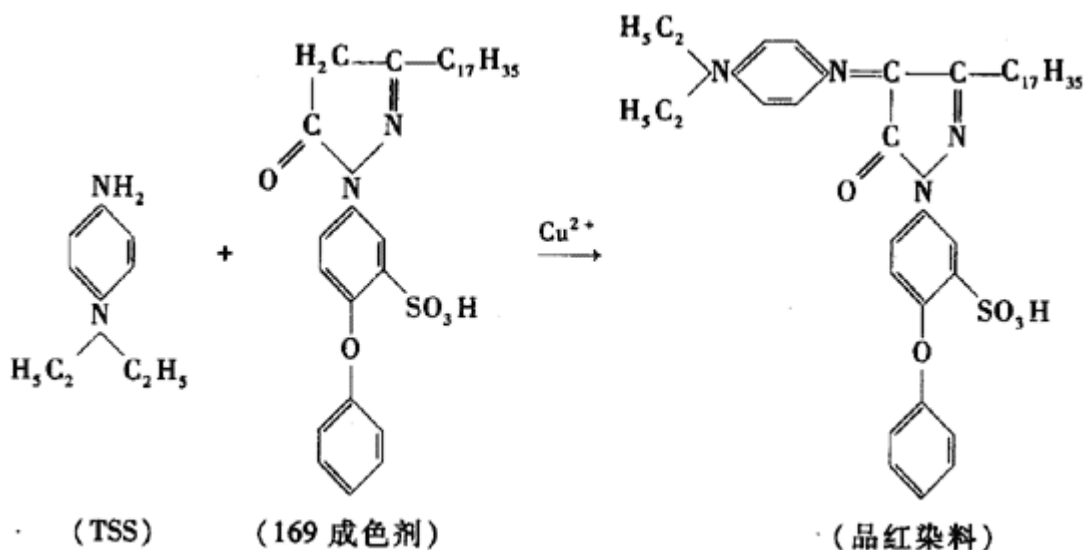
彩色显影剂：使感光材料经曝光后产生的潜影显现成可见影像，并与乳剂层的成色剂作用生成有机染料的药剂。常用的彩色显影剂包括对氨基二乙苯胺盐酸盐 (TSS)，2-氨基-5-二乙基氨基甲苯盐酸盐 (CD-2)、4-氨基-N-乙基-N-(β-甲磺酰胺乙基)间甲苯胺硫酸盐 (CD-3)、4-氨基-N-乙基-N-(β-羟乙基)间甲苯胺硫酸盐 (CD-4) 等，结构式见附录A。

4 方法原理

洗印废水中的彩色显影剂可被氧化剂氧化，其氧化物在碱性溶液中遇到水溶性成色剂时，立即偶合形成染料。不同结构的显影剂 (TSS, CD-2, CD-3, CD-4) 与 169 成色剂偶合成染料时，其最大吸收的光谱波长均在 550nm 处，其吸光度与彩色显影剂含量符合朗伯-比耳定律。

本方法不包括黑白显影剂。

以 TSS 为例，化学反应式如下：



5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。实验用水符合 GB/T 6682，三级。

5.1 氢氧化钠 (NaOH)：优级纯。

5.2 硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)：分析纯。

5.3 无水碳酸钠 (Na_2CO_3)：分析纯。

5.4 亚硝酸钠 (NaNO_2)：分析纯。

5.5 氯化铵 (NH_4Cl)：分析纯。

5.6 亚硫酸钠 (Na_2SO_3)：分析纯。

5.7 169 成色剂。

5.8 169 成色剂溶液： $\omega = 0.5\%$ 。

称取 0.5g 169 成色剂 (5.7) 置于有 100mL 蒸馏水的烧杯中，在搅拌下，加入 1~2 粒氢氧化钠(5.1)，使其完全溶解，摇匀，转移至棕色试剂瓶中。

5.9 混合氧化剂溶液。

将 0.5g 硫酸铜 (5.2)，5.0g 无水碳酸钠 (5.3)，5.0g 亚硝酸钠 (5.4) 以及 5.0g 氯化铵 (5.5)依次溶解于水，稀释至 100ml，摇匀，贮存于棕色试剂瓶中。

5.10 彩色显影剂 TSS 标准溶液： $\rho = 0.10\text{mg/mL}$ 。

精确称取 0.100g 照相级的彩色显影剂 TSS，溶解于少量蒸馏水中，预先溶入 0.1g Na_2SO_3 (5.6) 作保护剂，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，贮于聚乙烯瓶中。此标准溶液每毫升含 0.10 mg 彩色显影剂 TSS，临用现配。

注：显影剂标准溶液建议选用 TSS，TSS 在生产中使用最多，分子量（262.33）居中，且较稳定。

6 仪器和设备

6.1 可见分光光度计：配有光程为 10mm 的比色皿。

6.2 具塞比色管：50 ml。

7 样品

7.1 样品的采集

彩色显影剂不稳定，易被氧化成醌类化合物。采样充满棕色玻璃瓶，样品应避免光、热和剧烈振动。

7.2 样品的保存

样品采集后应尽快分析，若不能当天测定，应按 1000 mL 样品中加入 0.1g 亚硫酸钠的比例加入亚硫酸钠作保护剂，于 0℃~4℃冷藏保存，保存期不超过 48h。

8 分析步骤

8.1 校准曲线的绘制

取 6 支 50ml 具塞比色管，按表 1 配制校准系列。

表 1 彩色显影剂校准系列

管号	0	1	2	3	4	5
彩色显影剂 TSS 标准溶液, ml	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
彩色显影剂 TSS 含量, μg	0.00	100	200	300	400	500

分别向每支比色管中加入 1.0ml 169 成色剂溶液（5.8），用水稀释至标线，摇匀，再分别加入 1.0 ml 混合氧化剂溶液（5.9），摇匀。在 5min 内，于波长 550nm 处，用光程为 10mm 的比色皿，以水为参比，测量吸光度。以吸光度对彩色显影剂含量(μg)绘制校准曲线。校准曲线截距为 a，斜率为 b，校准方程为 $y=a+bx$ 。

注：生成的品红染料在 8min 之内吸光度是稳定的，故宜在染料生成后 5min 之内测定。

8.2 样品测定

8.2.1 样品测定

取适量水样（小于 20mL）置于 50 ml 的比色管中，加 1.0 ml 169 成色剂溶液（5.8），加水稀释至标线，以下步骤同校准曲线的制作，以水为参比，测定吸光度 A。

8.2.2 样品空白的测定

取水样体积同 8.2.1, 置于 50 ml 的比色管中, 直接加水稀释至标线, 摇匀, 再加入 1.0mL 混合氧化剂溶液 (5.9), 摇匀。在 5min 内, 于波长 550nm 处, 用光程为 10mm 的比色皿, 以水为参比, 测量吸光度 A_0 。

9 结果计算

水样中彩色显影剂总量 ρ 按照公式 (1) 计算

$$\rho = \frac{(A - A_0) - a}{b \times V} \quad (1)$$

式中: ρ —水样中彩色显影剂总量, mg/L;

A —水样的吸光度值;

A_0 —样品空白的吸光度值;

V —水样体积, ml;

a —标准曲线截距;

b —标准曲线斜率。

10 注意事项

10.1 由于六价铬干扰测定, 故应避免用硫酸-铬酸洗液洗涤采样容器和玻璃器皿。

10.2 用过的比色皿及比色管应及时用酸洗涤, 否则蓝色难于洗净。具塞比色管用 (1+1) 盐酸溶液洗涤, 比色皿用 (1+4) 盐酸溶液加 1/3 体积乙醇的混合液洗涤。

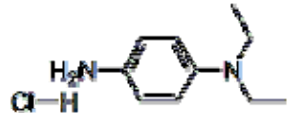
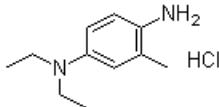
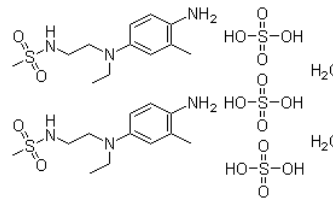
附录 A

(资料性附录)

常用的彩色显影剂的种类和化学结构式

常用的彩色显影剂的种类和化学结构式见表 A. 1。

表A. 1 常用的彩色显影剂的种类和化学结构式一览表

名称	别名	分子式	分子量	化学结构式
对氨基二乙苯胺盐酸盐	TSS	$C_{10}H_{16}N_2 \cdot HCl$	262.33	
2-氨基-5-二乙基氨基 甲苯盐酸盐	CD-2	$C_{11}H_{18}N_2 \cdot HCl$	214.74	
4-氨基-N-乙基-N-(β-甲磺酰 胺乙基)间甲苯胺硫酸盐	CD-3	$2(C_{12}H_{21}N_3O_2S) \cdot 3(H_2SO_4) \cdot 2(H_2O)$	873.01	
4-氨基-N-乙基-N(β-羟乙基) 间甲苯胺硫酸盐	CD-4	$C_{11}H_{18}N_2O \cdot H_2SO_4$	292.35	