中华人民共和国国家标准

水质 二硝基甲苯的测定 示波极谱法

GB/T 13901—92

Water quality—Determination of dinitrotoluene—Oscillopolarography

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了二硝基甲苯含量的示波极谱测定方法。

1.2 适用范围

1.2.1 本方法适用于硝化甘油系列火炸药工业废水中二硝基甲苯的测定。

1.2.2 本方法测定范围为 0.10～5.00 mg/L；最低检测浓度为 0.05 mg/L。

2 原理

在 0.008 mol/L 四硼酸钠底液中，通过线性变化的电压，二硝基甲苯能够在滴汞电极(DME)上还原，在示波极谱图上产生二个特征还原峰(电流)，在相应的电压-电流曲线图上求出其含量。

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和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 四硼酸钠($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)。

3.2 2,4-二硝基甲苯(2,4-DNT)：纯度不低于 98%。

3.3 四硼酸钠溶液：$c(Na_2B_4O_7)=0.02$ mol/L。称取 7.6 g 四硼酸钠溶于水，用水稀释至 1 000 mL。

3.4 二硝基甲苯标准溶液：20.0 mg/L。精确称取 0.020 0 g2,4-二硝基甲苯，放入盛有三分之二水的 1 000 mL 容量瓶中，不断振荡，直至全部溶解，用水稀释至刻线。

3.5 硝酸溶液：$c(HNO_3)=2$ mol/L。

3.6 氢氧化钠溶液：$c(NaOH)=2$ mol/L。

4 仪器

4.1 实验室常用仪器。

4.2 10 mL 电解用烧杯。

4.3 10 mL 比色管。

4.4 示波极谱仪。三电极系统：滴汞电极(DME)为指示电极，饱和甘汞电极(SCE)为参比电极，铂电极为辅助电极。

注：汞电极为指示电极并具有三电极系统的其他类型极谱仪也可使用，但需注意峰电位的改变。

国家环境保护局1992-12-02批准　　1993-09-01实施

5 分析步骤

5.1 干扰的消除

废水中三硝基甲苯(TNT)含量为二硝基甲苯的二分之一以上干扰测定时，可向 10 mL 试样中加入 $c(NaOH)=2$ mol/L 氢氧化钠溶液 0.5 mL，放置 5 min 后加入 $c(HNO_3)=2$ mol/L 硝酸溶液 0.5 mL(将试样调为中性)，再取样测定。

5.2 测定

5.2.1 吸取适量试料(精确至 0.05 mL)于 10 mL 比色管中。

5.2.2 另取 10 mL 比色管 8 支，分别加入二硝基甲苯标准溶液(3.4)0.05，0.10，0.25，0.50，1.00，1.50，2.00，2.50 mL。

5.2.3 在上述试液中各加入四硼酸钠溶液(3.3)4 mL，用水稀释至刻线，摇匀。

5.2.4 将比色管中测试液分别倒入 10 mL 电解烧杯中，把电解杯置于极谱仪电解杯座上，放入三电极。

5.2.5 将极谱仪起始电位置于－0.30 V，阴极化扫描至－0.80 V，二硝基甲苯的峰电位分别约为－0.55 V，－0.70 V。

注：由于－0.70 V 处的峰不稳定，不适于定量测定，本法选择－0.55 V 处的峰进行测定。

5.2.6 分别记录试料及标准试液的峰高，按式(1)求出其峰电流值。

$$i_p = H \cdot K \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：i_p——峰电流值，μA；

H——峰高，精确至 0.5 格；

K——电流倍率。

5.2.7 以浓度为横坐标，峰电流值为纵坐标，绘制二硝基甲苯的校准曲线，从曲线上求出试液中二硝基甲苯的含量。

6 分析结果的表述

试料中二硝基甲苯的含量按式(2)求出：

$$c = m/V \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：c——试料浓度，mg/L，三位有效数字；

m——从校准曲线上求出试液中二硝基甲苯的含量，μg；

V——试料取样体积，mL。

7 精密度和准确度

五个实验室测定标准溶液浓度为 0.1～0.5 mg/L，相对标准偏差为 0.0%～3.6%；回收率为 95%～104%。

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、国营川安化工厂负责起草。

本标准主要起草人张宝华、刘念辉、张朝群。