

HZ-HJ-SZ-0075

水质—硝化甘油的测定—示波极谱法

1 范围

本方法规定了硝化甘油含量的示波极谱测定方法。

本方法适用于生产硝化甘油、双基发射药、固体火箭推进剂及硝化甘油类炸药工业废水的测定。本方法测定范围为 0.10~10.0mg/L；最低检测浓度为 0.02mg/L。当废水中三硝基甲苯(TNT)为硝化甘油含量的 5 倍以上时，会干扰硝化甘油的测定。

2 原理

在盐酸—乙酸钠缓冲溶液(pH=0.65)—10g/L 抗坏血酸中，通过线性变化的电压，电活性物质硝化甘油能够在滴汞电极上还原，在示波极谱图上产生特征还原峰(电流)，在相应的电流—电压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 抗坏血酸(维生素 C)。

3.2 硝化甘油，学名丙三醇三硝酸酯或甘油三硝酸酯，简称 NG。纯度不低于 98%。

注：本品易爆炸，使用中要格外小心。

3.3 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 1\text{mol/L}$ 。取 83.3mL 盐酸(36%~38%)，用水稀释至 1000mL。

3.4 乙酸钠溶液： $c(\text{CH}_3\text{COONa}) = 1\text{mol/L}$ 。称取 136g 结晶乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水，以水稀释至 1000mL。

3.5 盐酸—乙酸钠缓冲溶液：盐酸溶液(3.3)和乙酸钠溶液(3.4)以 2+1 (V/V)混合。

3.6 硝化甘油标准贮备溶液：500.0mg/L。用吸管吸取硝化甘油放入称量瓶中，精确称取 0.5000g，缓缓加入有三分之二水的 1000mL 容量瓶中，不断振荡，直至全部溶解，以水稀释至刻线。

3.7 硝化甘油标准溶液：50.00mg/L。临用前，移取硝化甘油标准贮备溶液(3.6)10.0mL 于 100mL 容量瓶中，以水稀释至刻线。

3.8 硝化甘油标准溶液：5.00mg/L。临用前，移取硝化甘油标准溶液(3.7)10.0mL，于 100mL 容量瓶中，以水稀释至刻线。

4 仪器

4.1 实验室常用仪器、设备。

4.2 10mL 比色管。

4.3 10mL 电解用烧杯。

4.4 高纯氮气。

4.5 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。

5 操作步骤

5.1 移取适量试料(精确至 0.05mL)于 10mL 比色管中。

5.2 另取 10mL 比色管 8 支，分别加入硝化甘油标准溶液(3.7)0.20，0.80，1.40，2.00mL 及硝化甘油标准溶液(3.6) 0.60，1.00，1.40，1.80mL。

5.3 各加入缓冲溶液(3.5)6mL，以水稀释至刻线。

5.4 将比色管中测试液分别倒入 10mL 电解烧杯中(约 6mL 即可)，各加入 0.06g 抗坏血酸，搅拌均匀。

5.5 将电解杯置于极谱仪电解杯座上，通过高纯氮气 5min。放入三电极。

5.6 将极谱仪起始位置于-0.70V，阴极化扫描至-1.20V。硝化甘油峰电位约在-0.95V。

注：当所取试料含铅(含量为 1~100 μ g)时，完成分析步骤 5.6 条后，将原点电位改为-0.20V，阳极化扫描(从-0.70 扫描至-0.20)测定铅的氧化峰。铅氧化峰的电位约为-0.34 (具体测定按国标 GB/T13896-92 进行)。

5.7 分别记录试料及标准试液的峰高，按式(1)求出其峰电流值。

$$i_p = H \cdot K \dots\dots\dots (1)$$

式中： i_p —峰电流值， μ A；

H —峰高，精确至 0.5 格；

K —电流倍率。

5.8 以浓度为横坐标，峰电流值为纵坐标，绘制硝化甘油校准曲线。从曲线上求出试液中硝化甘油的含量。

6 结果计算

试料中硝化甘油含量按式(2)进行计算：

$$c = m/V \dots\dots\dots (2)$$

式中： c —试料浓度，mg/L；

m —从校准曲线上求出试液中硝化甘油的含量， μ g；

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 0.2~9.0mg/L，相对标准偏差为 1.3%~4.9%；回收率为 89%~110%。

8 参考文献

GB/T 13902-1992。