

中华人民共和国国家标准

GB/T 32116—2015

循环冷却水中总有机碳(TOC)的测定

Determination of total organic carbon(TOC) in industrial circulating cooling water

[ISO 8245:1999, Water quality—Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC), NEQ]

2015-10-09 发布

2016-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

循环冷却水中总有机碳(TOC)的测定

GB/T 32116—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2015年11月第一版 2015年11月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-51975 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法参考 ISO 8245:1999《水质　总有机碳(TOC)和可溶性有机碳(DOC)的测定指南》编制,与 ISO 8245:1999 的一致性程度为非等效。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院、广州特种承压设备检测研究院、深圳市华测检测技术股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院燕山分院、天津正达科技有限责任公司。

本标准主要起草人:朱传俊、杨麟、陈桂林、任志峰、李琳、刘娟、贺文利、樊大勇、芦云红。

循环冷却水中总有机碳(TOC)的测定

1 范围

本标准规定了循环冷却水中总有机碳(TOC)的测定方法:在线 TOC 仪测定法及仪器分析法。

本标准适用于循环冷却水中含量在 0.1 mg/L~1 000 mg/L 总有机碳的分析,也适用于地表水、地面水、回用水中总有机碳的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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文件。

3.1

总碳 total carbon; TC

水中存在的有机碳、无机碳和元素碳总含量。

3.2

总无机碳 total inorganic carbon; TIC

水中存在的元素碳、总二氧化碳、一氧化碳、碳酸盐、氯酸盐、氯化物和硫酸盐的碳含量。

3.3

总有机碳 total organic carbon; TOC

水中存在的溶解性和悬浮性有机碳的碳含量,用以表示水体中有机物总量的综合指标。

4 在线 TOC 仪测定法

4.1 原理

在试样中加入少量盐酸使之酸化,然后进行曝气处理,试样中的无机碳转化为二氧化碳从试样中被去除。再将样品注入到装有催化剂的高温燃烧管中(也可采用其他消解方式),样品中的有机物被氧化为二氧化碳,利用载气将产生的二氧化碳进行除湿、净化处理后,引入到非分散红外气体检测器。在特定波长下,一定质量浓度范围内的二氧化碳的红外吸收强度与其质量浓度成正比,从而计算出样品中的总有机碳(TOC)浓度。

4.2 试剂和材料

4.2.1 本标准所用试剂,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

4.2.2 试验中所需杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,按 GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.2.3 无二氧化碳的水。

4.2.4 硫酸(H_2SO_4): $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84 \text{ g/mL}$ 。

4.2.5 有机碳标准贮备溶液[$\rho(\text{有机碳}, \text{C})=1000 \text{ mg/L}$]:称取预先于 120°C 干燥 2 h 的邻苯二甲酸氢钾 2.1254 g 溶于水中,完全溶解后转移至 1000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液在 4°C 条件下可保存两个月。

4.2.6 有机碳标准溶液[$\rho(\text{有机碳}, \text{C})=100 \text{ mg/L}$]:移取 100 mL 有机碳标准贮备溶液于 1000 mL 容量瓶内,加水至刻度,摇匀。此溶液在 4°C 条件下可保存一周。

4.2.7 氮气:纯度大于 99.99% 。

4.3 仪器、设备

在线 TOC 测定仪示意图如图 1 所示。

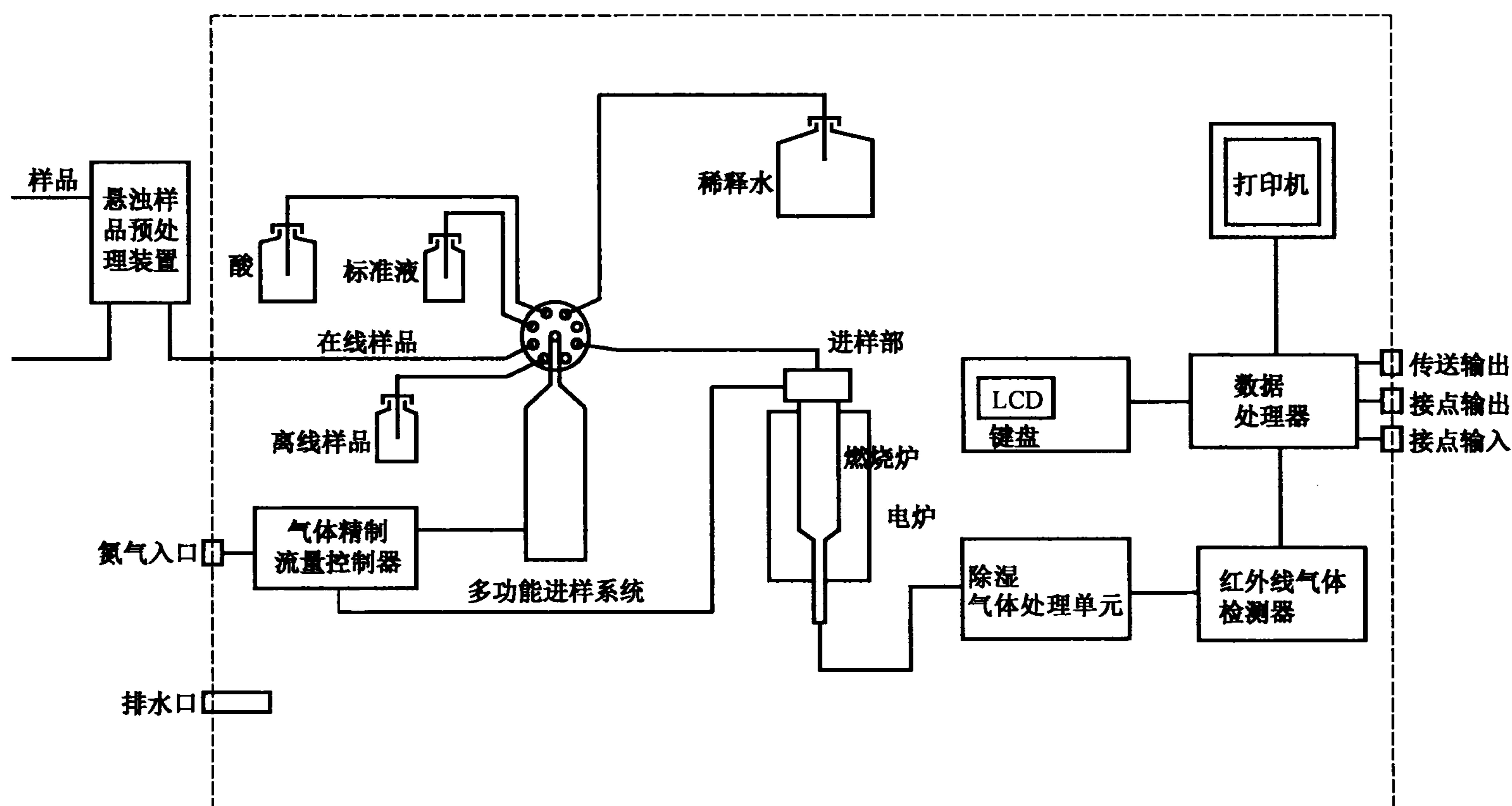


图 1 在线 TOC 测定仪示意图

4.4 样品

在线水样通过仪器的安装直接进入仪器的预处理装置,等待测定。

其他水样应采集在棕色玻璃瓶中并应充满采样瓶,不留顶空。水样采集后应在 24 h 内测定,否则应加入硫酸将水样酸化至 $\text{pH} \leqslant 2$,在 4°C 条件下可保存 7 d 。

4.5 分析步骤

4.5.1 安装检查

按照仪器操作规程检查样品预处理装置、进样单元、高温反应器单元、检测单元,以及显示记录、数据处理、信号传输等单元是否正常。

4.5.2 调试

按 TOC 在线分析仪的说明书设定参数,进行调试。

4.5.3 校正

按 TOC 在线分析仪说明书提供的标准液配制方法,准确配制一定浓度的标准液,也可按照 4.2.5 或 4.2.6 配制标准溶液,然后放置于仪器内部,并接入管路。按说明书进行校正操作。

4.5.4 空白试验

用无二氧化碳的水代替试样,按 4.5.5 测定其响应值。每次试验应先检测无二氧化碳的水中 TOC 含量,测定值应不超过 0.05 mg/L。

4.5.5 测定

取一定体积酸化至 $\text{pH} \leq 2$ 的试样置于 TOC 在线分析仪的离线口,操作仪器面板,进行 TOC 测定,并记录相应的测量值。

在线测样时,可根据现场需要对仪器进行取样间隔设置,选择在线测试程序,自动进样,测定 TOC 并记录相应的测量值。

5 实验室仪器分析法

5.1 原理

将试样连同净化气体分别导入高温燃烧管和低温反应管中,经高温燃烧管的试样被高温催化氧化(也可采用其他消解方式),其中的有机碳和无机碳均转化为二氧化碳,经低温反应管的试样被酸化后,其中的无机碳分解成二氧化碳,两种反应管中生成的二氧化碳分别被导入非分散红外检测器。在特定波长下,一定质量浓度范围内二氧化碳的红外线吸收强度与其质量浓度成正比,由此可对试样总碳(TC)和无机碳(IC)进行定量测定。总碳与无机碳的差值,即为总有机碳。

5.2 试剂和材料

5.2.1 无二氧化碳的水。

5.2.2 硫酸(H_2SO_4): $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84 \text{ g/mL}$ 。

5.2.3 无水碳酸钠(Na_2CO_3):优级纯。

5.2.4 碳酸氢钠(NaHCO_3):优级纯。

5.2.5 氢氧化钠(NaOH):10 g/L 溶液。

5.2.6 无机碳标准贮备液: $\rho(\text{无机碳}, \text{C})=500 \text{ mg/L}$ 。准确称取预先在 105 ℃下干燥至恒量的无水碳酸钠 2.208 g 和碳酸氢钠 1.750 g,置于烧杯中,加水溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液在 4 ℃条件下可保存两周。

5.2.7 总碳标准溶液: $\rho(\text{总碳}, \text{C})=200 \text{ mg/L}$ 。移取 25.00 mL 有机碳标准贮备液(4.2.5)和 50.00 mL 无机碳标准贮备液于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液在 4 ℃条件下可保存一周。

5.2.8 载气:氮气或氧气,纯度大于 99.99%。

5.3 仪器、设备

有机碳测定仪。

5.4 样品

水样应采集在棕色玻璃瓶中并应充满采样瓶,不留顶空。水样采集后应在 24 h 内测定。否则应加入硫酸将水样酸化至 $\text{pH} \leq 2$, 在 4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下可保存 7 d。

5.5 分析步骤

5.5.1 仪器的调试

按有机碳测定仪说明书设定条件参数，进行调试。

5.5.2 校准曲线的绘制

在一组 7 个 100 mL 容量瓶中, 分别加入 0.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、40.00 mL、100.00 mL 总碳标准溶液, 用水稀释至刻度, 混匀。配制成总碳质量浓度为 0.0 mg/L、4.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、80.0 mg/L 和无机碳质量浓度为 0.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、100.0 mg/L 的标准系列溶液, 测定其响应值。以标准系列溶液质量浓度对应仪器响应值, 分别绘制总碳和无机碳校准曲线。

5.5.3 空白试验

用无二氧化碳水代替试样,按照校准曲线的步骤测定其响应值。每次试验应先检测无二氧化碳水的 TOC 含量,测定值应不超过 0.05 mg/L。

5.5.4 测定

经酸化的试样，在测定前应以氢氧化钠溶液中和至中性。取一定体积的试样注入有机碳测定仪进行测定，记录相应的响应值。根据所测试样响应值，由校准曲线计算出总碳和无机碳质量浓度。

5.5.5 结果计算

试样中总有机碳质量浓度 ρ (TOC), 以 mg/L 表示, 按式(1)计算:

式中：

ρ (TC)——试样总碳质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ (IC) ——试样无机碳质量浓度的数值, 单位为毫克每升(mg/L)。

5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 mg/L。



GB/T 32116-2015

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-51975

定价： 14.00 元