

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市污水 总有机碳的测定 非色散红外法

CJ/T 79—1999

Municipal sewage—Determination of total organic carbon
—Nondispersive infrared method

1 主要内容与适用范围

本标准规定了用非色散红外法测定城市污水中的总有机碳。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中总有机碳的测定。

1.1 测定范围

本方法测定总有机碳的浓度范围为 1~1 000 mg/L。

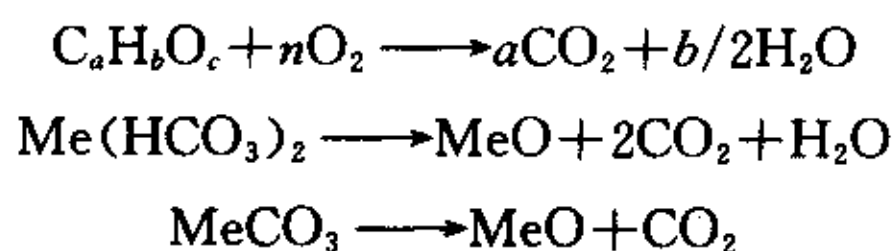
1.2 干扰

如样品悬浮颗粒太多,盐的含量过高,会有干扰。

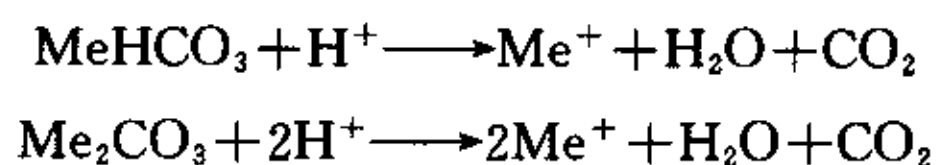
2 方法原理

利用燃烧氧化法,将样品分别注入高温燃烧管及低温燃烧管,在催化剂存在情况下,水中含碳物质,包括有机物、碳酸盐和碳酸氢盐,反应生成二氧化碳,经红外气体分析器,测得总碳含量及无机碳含量。

高温燃烧反应式如下:



低温燃烧反应式如下:



3 试剂和材料

均用分析纯试剂及用无二氧化碳蒸馏水制备。

3.1 总碳标准溶液

称取预先在 105℃干燥 2 h 的邻苯二甲酸氢钾(KHC₈H₄O₄) 2.215±0.002 g,溶于水中,移入 1 000 mL容量瓶,用水稀释至标线,此溶液 1 mL 含 1 mg 总碳。

3.2 无机碳标准溶液

称取无水碳酸钠(Na₂CO₃) 4.412±0.004 g 和无水碳酸氢钠(NaHCO₃) 3.497±0.003 g(二种试剂都需干燥)溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至标线。此溶液 1 mL 含 1 mg 无机碳。已制备好的标准溶液放入冰箱保存。

4 仪器

- 4.1 总有机碳分析仪。
- 4.2 微量注射器 0~50 μL 、0~100 μL 。
- 4.3 压缩空气钢瓶。

5 样品

样品中有机化合物在放置过程中易受氧化或被微生物分解,因此样品采集后要及时分析,如不能及时分析,应低温保存,但不能超过 7 d。

6 分析步骤

仪器操作应遵照仪器的使用说明书进行。

6.1 样品的预处理

如样品浓度大于工作曲线测定范围,应用无 CO_2 蒸馏水将样品稀释再行测定。如果样品中有机碳浓度很低而无机碳浓度很高,或是总碳浓度小于 10 mg/L,此时应将样品酸化,即取 20 mL 样品,加入 50%(V/V)的盐酸数滴,使 pH 为 2 左右。通入净化空气 2~5 min,将无机碳吹掉,可直接测得总有机碳的含量。

6.2 测定

测定前要估计样品中总碳的大致含量,以选择适宜的进样量,在同一样品中,用微量注射器(4.3)取一份样品注入(TC)进样口,再取一份样品注入(IC)进样口。

6.3 总碳工作曲线的绘制

用标准溶液(3.1)稀释配制标准系列,为了提高测定的准确度,可选择几档不同的浓度范围。例如 1~50 mg/L、20~100 mg/L、40~200 mg/L 等等,每一组标准至少要选五个不同浓度的标准,每一浓度至少进样三次,取其平均值,然后以浓度为横坐标,测得相应的 mV 数为纵坐标,绘制出不同浓度范围的总碳工作曲线。

6.4 无机碳工作曲线的绘制

将仪器上切换阀的位置转向无机碳,用标准溶液(3.2)稀释配制标准系列,按 6.3 步骤操作,绘制出不同浓度范围的无机碳工作曲线,30 mg/L 以下的无机碳标准溶液,在空气中易发生变化,应临用前配制。

7 分析结果的表述

根据样品测得的总碳和无机碳 mV 数,分别在它们的标准曲线上查出相应的浓度(mg/L),二者之差即为总有机碳浓度(mg/L)。

$$\text{总有机碳(TOC)} = \text{总碳(TC)} - \text{无机碳(IC)}$$

8 精密度

本实验室内,TOC 浓度为 121 mg/L 的标准溶液经过 20 次测定,相对标准偏差为 0.98%,平均回收率为 98%。含颗粒样品测定的相对标准偏差为 5%~10%。

9 其他

9.1 除去水分

样品燃烧后有水蒸气产生,水蒸气的红外吸收频带较宽且与二氧化碳有重叠现象,所以在红外检测器前都有除水装置,一般用无水氯化钙除去水分,因此要经常注意除水装置,吸湿后,应立即调换。

9.2 在注入样品或标准时发现平行测定不佳,如果仪器其他部分都正常,可能是催化剂失效,应按说明书更换催化剂。

附加说明:

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人严英华。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。