ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

Суунун сапаты

ЖАЛПЫ ОРГАНИКАЛЫК УГЛЕРОДДУ АНЫКТОО БОЮНЧА ЖЕТЕКЧИЛИК

Качество воды

РУКОВОДСТВО ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОБЩЕГО ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА (ООУ)

Издание официальное

Кыргызстандарт

Бишкек

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН техническим комитетом ИСО/ТК 147 «Качество воды»

ВНЕСЕН Государственной инспекцией по стандартизации и метрологии при Правительстве Киргизской Республики (Кыргызстандарт)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Кыргызстандарта от 7 октября 1999 г. № 253

3 Настоящий стандарт является полным аутентичным текстом международного стандарта ИСО 8245-87 Качество воды. Руководство по определению общего органического углерода (ООУ)

4 ВВЕДЕН впервые

© Кыргызстандарт, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Кыргызстандарта

Содержание

1 Назначение и область применения 1

2 Ссылка 1

3 Определения 1

4 Сущность метода 2

5 Реактивы 2

6 Оборудоваие 3

7 Отбор и хранение проб 3

8 Определение 4

9 Выражение результатов 4

10 Отчет об определении 5

Приложение А Результаты межлабораторного анализа по определению ООУ 6

Введение

Общий органический углерод – это та часть растворенного и нерастворенного органического вещества, которая присутствует в воде. Она не дает информации о природе органического вещества. Органический углерод может быть определен до анализа или определен в составе ООУ, а затем получен путем вычитания содержания неорганического углерода из общего содержания углерода. В данном методе используется оборудование, и при выборе используемого анализатора следует учитывать содержание углерода в анализируемых пробах. Содержание углерода в органическом веществе может существенно колебаться.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

Суунун сапаты

ЖАЛПЫ ОРГАНИКАЛЫК УГЛЕРОДДУ АНЫКТОО БОЮНЧА ЖЕТЕКЧИЛИК

Качество воды

РУКОВОДСТВО ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОБЩЕГО ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА (ООУ)

Water quality. Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC)

Дата введения 2000-01-01

1 Назначение и область применения

В настоящем международном стандарте дается руководство по определению концентрации ООУ во всех типах вод. В руководстве описаны ход определения, мешающие влияния, реактивы и предварительная обработка проб воды, содержание органического углерода в которой составляет 0,1-1000 мг/дм^3. При содержании органического углерода в больших количествах оно определяется после соответствующего разбавления пробы. Иногда может возникнуть необходимость в предварительной обработке пробы, например, путем отделения более крупных частиц, содержащихся в воде, для того чтобы избежать засорения аппаратуры.

Настоящий международный стандарт не устанавливает технику отбора проб.

Кроме органического углерода в пробе могут содержаться ионы угольной кислоты или диоксид углерода. До начала определения ООУ неорганический углерод должен быть удален путем продувки окисленной пробы газом, очищенным от диоксида углерода и органических соединений. Кроме того, могут быть суммарно определены диоксид углерода и общий углерод, а содержание органического углерода в этом случае рассчитывается вычитанием содержания диоксида углерода из суммарного результата. Этот метод более применим для вод, в которых содержание диоксида углерода меньше чем содержание органического углерода.

Летучие органические вещества, такие как бензол, толуол, циклогексан и хлороформ могут испаряться при десорбции диоксида углерода. Общий органический углерод в этом случае должен определяться отдельно, если это невозможно, следует применять другой метод.

Частицы свободного углерода, карбида, цианитов и изоцианитов, присутствующие в воде, определяются вместе с органическим углеродом.

Титрование аммиака в дистилляте титрованным раствором борной кислоты.

2 Ссылка

ИСО 5667/3. Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и предварительной обработке проб

3 Определения

В настоящем международном стандарте применяются следующие определения.

3.1 **Общий углерод** — количество углерода, присутствующее в. воде в форме

органического, неорганического и свободного углерода

3.2 **Общий неорганический углерод** — количество углерода, присутствующее в воде в виде свободного углерода, общего диоксида углерода, оксида углерода, карбидов, цианатов, цианидов и тиоцианатов.

3.3 **Общий органический углерод (ООУ)** — количество углерода, присутствующее в воде в той части органического вещества, которая растворена или взвешена в воде.

3.4 **Растворенный органический углерод (РОУ)** — количество углерода, присутствующее в воде в органическом веществе, проходящем при фильтрации через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

4 Сущность метода

Окисление путем сжигания или добавления подходящего окислителя или ультрафиолетовым облучением органического углерода, содержащегося в воде, до диоксида углерода.

Применение УФ-облучения с использованием в качестве окислителя лишь кислорода допускается для незагрязненных вод, отфильтрованных от взвешенных веществ. Неорганический углерод удаляется продувкой газом подкисленной пробы и определяется отдельно.

Образовавшийся диоксид может быть определен непосредственно или после восстановления до метана (СК»),

Среди прочих применяются следующие принципы определения диоксида углерода или метана: инфракрасная спектрометрия, титрование (предпочтительно в безводном растворе), определение теплопроводности (ТП), кондуктометрия, колориметрия, ионометрия с использованием чувствительных к диоксиду углерода электродов и пламенная ионизация после восстановления до метана.

5 Реактивы

В ходе определения используют реактивы известного аналитического качества и дистиллированную воду или воду соответствующей чистоты. В настоящем международном стандарте описаны лишь те химические реактивы, которые используются в большинстве методов определения ООУ. Другие химические вещества могут применяться лишь после предварительной обработки в соответствии с инструкциями изготовителя.

Содержание ООУ в воде, применяемой для разбавления и приготовления градуировочных растворов, должно быть относительно мало по сравнению с содержанием его в пробах.

Метод предварительной обработки воды зависит от диапазона измеряемой концентрации. Методы предварительной обработки, используемые для определения ООУ в пробе, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Методы подготовки воды

Содержание ООУ в пробе, мг/дм^3 С	Максимально допустимое содержание ООУ в воде, мг/дм^3 С	Методы обработки проб воды
Менее 10	0,1	УФ-облучение, проточный метод, конденсация
10-100	0,5	
Более 100	1	Двойная дистилляция со смесью $KMnO_4$ и $K_2Cr_2O_7$ Дистиллированная вода

5.1 Кислый фталат калия, основной раствор, с (орг. С) = 1000 мг/дм^3.

Растворяют 2,125 г кислого фталата калия ($C_8H_5KO_4$), высушенного при температуре, не превышающей 120°С в течение 2 ч в приблизительно 700 см^3 воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и разбавляют водой до метки.

Этот раствор стабилен в течение 2 мес при хранении его в плотно закрытой склянке в холодильнике.

5.2 Кислый фталат калия, стандартный раствор, с (орг. С) = 100мг/дм^3.

Добавляют пипеткой 100 см^3 основного раствора кислого фталата калия (п. 5.11) в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Раствор стабилен в течение двух недель при хранении его в плотно закрытой склянке в холодильнике.

5.3 Стандартный раствор для определения ОНУ, с (неорг. С) = 1000 мг/дм^3.

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют 4,41 г карбоната натрия (Na_2CO_3), высушенного при температуре 285°С в течение 1 ч в 500 см^3 воды. Добавляют 3,5 г кислого карбоната натрия ($NaHCO_3$), высушенного над селикагелем и разбавляют водой до метки.

Этот основной раствор стабилен при комнатной температуре.

5.4 Остальные реактивы

5.4.1 Реактивы, указанные в п.п. 5.1 и 5.2, можно заменить другими растворами стабильных соединений, если они отвечают требованиям титриметрических веществ.

5.4.2 Нелетучая кислота для удаления диоксида углерода, например, фосфорная, с (H_3PO_4)=0,5 моль/дм^3.

5.5 Газы

Воздух, азот, кислород, очищенные от диоксида углерода и органических примесей..

6 Оборудоваие

Используют обычное лабораторное оборудование и оборудование, указанное в п.п. 6.1; 6.2.

6.1 Оборудование для определения ООУ.

6.2 Приспособление для гомогенизации, ч например, ультразвуковой прибор, способный гомогенизировать диспергированное вещество.

7 Отбор и хранение проб

7.1 Отбор проб

При отборе проб следует обеспечивать их представительность (это особенно важно, когда присутствуют нерастворенные вещества). Необходимо соблюдать осторожность, чтобы избежать загрязнения пробы органическими веществами. Пробы помещают в чистые стеклянные склянки, которые должны быть заполнены доверху. Если пробы не анализируют сразу после отбора, их хранят: при температуре 4°С в холодильнике. Если предполагается биологическая активность, то пробу подкисляют до pH 2 до начала хранения.

Пробы должны быть проанализированы в течение одной недели.

7.2 Приготовление исследуемой пробы. Если отобранная проба не может быть отобрана однородной, даже после интенсивного встряхивания, пробу следует гомогенизировать, например, использованием ультразвука достаточной мощности.

Для обеспечения однородности пробы, необходимо провести контрольные опыты.

Если необходимо определить лишь растворенные органические вещества, то пробу следует отфильтровать через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм, предварительно промытый горячей водой до тех пор, пока перестанут выделяться органические вещества.

8 Определение

8.1 Построение градуировочного графика

Градуировочный график важен при использовании косвенных методов, при использовании прямых методов, например, ацидиметрии или алколиметрии, которые могут использоваться для проверки системы.

Градуировочную кривую строят, используя основной или стандартный раствор кислого фталата калия нужной концентрации.

В диапазоне концентрации ООУ 110—100 мг/дм^3 необходимо:

- приготовить из основного раствора кислого фталата калия (п. 5.1) не менее пяти градуировочных растворов, для чего в мерные колбы вместимостью 100 см^3 приливают при помощи пипетки 1; 2,5; 10; 25 см^3 раствора кислого фталата калия (п, 5.1); доводят водой до метки;
- каждый стандартный и холостой растворы анализируют по инструкциям к прибору;
- строят график зависимости концентрации, выраженной в мг/дм^3, от аналитического сигнала. Наклон полученного графика является градуировочным фактором f, он выражается в мг/дм^3.

8.2 Контрольное измерение

Чтобы убедиться, что применяемый метод дает правильные значения следует один раз в день проводить контрольные измерения с растворами, указанными в п.п. 5.1—5.3. В зависимости от концентрации исследуемого раствора допускаются следующие отклонения от истинного значения:

1 — 10 мг/дм^3 ±10%;

более 10 мг/дм^3 ±5%.

Если даже после проведения повторных измерений отмечается большое отклонение, следует установить источник ошибки. Им может быть:

- помехи при использовании оборудования (например, в системе окисления или обнаружения, утечки, погрешности в температуре или дозировке газа);
- изменения в концентрации контрольного раствора;
- загрязнение системы.

Чтобы обеспечить эффективность окислительной системы, следует выбрать контрольные растворы (п. 5.4), максимально близкие по составу к исследуемой пробе, для обеспечения сходного процесса окисления.

Весь диапазон определения должен проверяться раз в неделю. Эти контрольные измерения являются дополнением к приборным методам контроля, которые описаны в инструкциях изготовителя.

8.3 Определение

Проводят определение ООУ по инструкциям к приборам. В случае прямого определения ООУ, весь присутствующий диоксид углерода должен быть удален до начала определения. Следует избегать потери летучих органических веществ.

Содержание ООУ в пробе должно быть в рабочем диапазоне прибора.

Этого можно достичь путем разбавления объема (Vp) пробы до 100 см^3, чтобы контрольные измерения проводились в интервалах, рекомендуемых изготовителем прибора. Вся система должна регулярно проверяться на отсутствие утечки.

9 Выражение результатов

9.1 Расчет

В зависимости от типа используемого прибора получают различные значения, по которым оценивается содержание ООУ. В случае непрерывных измерений эти значения выражаются высотой или площадью пиков, объемом щелочи, необходимым для титрования. Ча-

ще для характеристики используют площадь пиков. Высота пиков используется лишь в случаях, когда она пропорциональна концентрации.

В случае непрерывного определения ООУ регистрируются концентрации диоксида углерода в пробе, она может регистрироваться, например, на ленте самописца. Расстояние этой линии от нулевой линии пропорционально содержанию ООУ. Содержание ООУ рассчитывают по градуировочному графику.

Концентрацию ООУ, выраженную в мг/дм3, вычисляют по уравнению:

$$c(OOУ) = \frac{I \times f \times V}{V_p},$$

где I — значение пробы, зависимое от типа прибора;

f — градуировочный фактор, определенный по п. 8.11, мг/дм^3;

V—объем разбавленной пробы (в данном случае 100 см^3), см3;

Vр— объем пробы, которая разбавляется до 100 см^3, см^3.

9.2 Сходимость

Результаты выражаются в мг/дм^3, С. Выражение результатов зависит от случайной ошибки (сходимость) измерения. Приводят значения по двум-трем важным показателям.

Стандартные отклонения приводятся с указанием степеней свободы или доверительным интервалом.

Пример: с (ООУ) = 0,76 мг/дм^3 или с (ООУ) = 530 мг/дм^3 или
с (ООУ) = 6,32 х 10^{3}мг/дм3.

Необходимо указать была ли профильтрована или центрифугирована проба перед анализом или проводился анализ отстоянной пробы, метод предварительной обработки пробы, время осаждения, используемый фильтр и так далее.

Информация по сходимости и воспроизводимости, полученная по результатам межлабораторного анализа, приведена в приложении, табл. 2.

10 Отчет об определении

Отчет должен включать следующую информацию:

а) ссылку на настоящий международный стандарт;

б) все данные, необходимые для полной идентификации пробы;

в) данные по хранению и обработке проб до анализа;

г) содержание ООУ в пробе, выраженное в мг/дм^3, С;

д) любые отклонения от описанной методики или другие обстоятельства, способные повлиять на результат.

Приложение А

Результаты межлабораторного анализа по определению ООУ
(Настоящее приложение не может использоваться отдельно от данного стандарта)

Таблица 2

Проба воды	Общее содержание ООУ, мг/дм^3	Среднее арифметическое значение, мг/дм^3	Отклонение от истинного значения, %	Стандартное отклонение				Число участников		Число исключенных данных	
				сходимости		воспроизводим					
				абсол., мг/дм^3	относит., %	абсол., мг/дм^3	относит., %	Всего	принятых в расчет	предварительно	критерий Кочрана
4	1,63	1,260	—22,73	0,165	13,06	0,577	45,80	77	52	4	20
1	1,71	1,718	0,47	0,190	11,04	0,434	25,24	77	59	4	14
7/1	1,71	1,678	—1,90	0,141	8,40	0,289	17,22	20	12	2	4
5	16,3	15,233	—6,55	0,624	4,10	2,935	19,27	79	64	2	13
2	23,1	22,948	—0,66	0,946	4,12	2,141	9,33	80	69	2	8
7/2	23,1	22,286	—3,53	0,649	2,9,1	1,560	7,00	38	36	0	1
6	493	474,329	—3,79	21,721	4,58	86,154	18,16	79	68	3	7
3	468	447,027	—4,48	7,957	1,78	27,425	6,14	80	64	2	13
7/3	468	444,239	—5,08	6,049	1,36	31,175	7,02	21	15	2	3

Пробы № 1-3 — кислый фталат калия;
Проба № 4 — тетрапропиленбензен-сульфонат;
Проба № 5 — цианофталат меди;
Проба № 6 — мочевино-натриевый гидрокарбонат;
Проба №7 — готовится добавлением аликвот проб № 1,2 и 3 к типичным водным пробам наиболее часто встречающимся в данной лаборатории.

УДК 614.777:543.422:546.40 МКС 13.060.50 Т58

Ключевые слова вода, качество, определение, органический углерод

Подписано в печать 29.10.99. Усл.печ.л. 1,0.
Формат 60х84/8 Заказ 66. Тираж.

Кыргызстандарт, 720040, г. Бишкек, ул. Панфилова, 197

gost.e-ecolog.ru