

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 501-2009

代替 GB 13193-91 和 HJ/T 71-2001

水质 总有机碳的测定 燃烧氧化—非分散红外吸收法

**Water quality—Determination of total organic carbon—Combustion
oxidation nondispersive infrared absorption method**

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2009-10-20 发布

2009-12-01 实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 术语和定义.....	1
3 方法原理.....	2
4 干扰及消除.....	2
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算.....	4
10 精密度和准确度.....	5
11 质量保证和质量控制.....	5

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范国家环境污染物监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水和工业废水中总有机碳（TOC）的燃烧氧化—非分散红外吸收方法。

本标准是对《水质 总有机碳（TOC）的测定 非色散红外线吸收法》（GB13193-91）和《水质 总有机碳的测定 燃烧氧化—非分散红外吸收法》（HJ/T71-2001）的整合修订。

原标准起草单位分别为武汉市环境监测中心站和中国环境监测总站。

《水质 总有机碳（TOC）的测定 非色散红外线吸收法》（GB13193-91）首次发布于1991年，本次为第一次修订；《水质 总有机碳的测定 燃烧氧化—非分散红外吸收法》（HJ/T71-2001）首次发布于2001年，本次为第一次修订。本次修订的主要内容：

- 调整了标准的适用范围；
- 增加了可吹扫有机碳和不可吹扫有机碳的术语和定义；
- 增加了部分试剂的保存条件；
- 增加了质量保证和质量控制条款。

自本标准实施之日起，原国家环境保护局1991年8月31日批准、发布的国家环境保护标准《水质 总有机碳（TOC）的测定 非色散红外线吸收法》（GB13193-91）和原国家环境保护总局2001年9月29日批准、发布的国家环境保护标准《水质 总有机碳的测定 燃烧氧化—非分散红外吸收法》（HJ/T 71-2001）废止。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：大连市环境监测中心。

本标准环境保护部2009年10月20日批准。

本标准自2009年12月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 总有机碳的测定

燃烧氧化—非分散红外吸收法

1 适用范围

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水和工业废水中总有机碳（TOC）的燃烧氧化—非分散红外吸收方法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中总有机碳（TOC）的测定，检出限为 0.1 mg/L，测定下限为 0.5 mg/L。

注 1：本标准测定 TOC 分为差减法(3.1)和直接法(3.2)。当水中苯、甲苯、环己烷和三氯甲烷等挥发性有机物含量较高时，宜用差减法测定；当水中挥发性有机物含量较少而无机碳含量相对较高时，宜用直接法测定。

注 2：当元素碳微粒（煤烟）、碳化物、氰化物、氰酸盐和硫氰酸盐存在时，可与有机碳同时测出。

注 3：水中含大颗粒悬浮物时，由于受自动进样器孔径的限制，测定结果不包括全部颗粒态有机碳。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1 总有机碳 total organic carbon, TOC

指溶解或悬浮在水中有机物的含碳量(以质量浓度表示)，是以含碳量表示水体中有机物总量的综合指标。

2.2 总碳 total carbon, TC

指水中存在的有机碳、无机碳和元素碳的总含量。

2.3 无机碳 inorganic carbon, IC

指水中存在的元素碳、二氧化碳、一氧化碳、碳化物、氰酸盐、氰化物和硫氰酸盐的含碳量。

2.4 可吹扫有机碳 purgeable organic carbon, POC

指在本标准规定条件下水中可被吹扫出的有机碳。

2.5 不可吹扫有机碳 non-purgeable organic carbon, NPOC

指在本标准规定条件下水中不可被吹扫出的有机碳。

3 方法原理

3.1 差减法测定总有机碳

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，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，一定浓度范围内二氧化碳的红外线吸收强度与其浓度成正比，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。

3.2 直接法测定总有机碳

试样经酸化曝气，其中的无机碳转化为二氧化碳被去除，再将试样注入高温燃烧管中，可直接测定总有机碳。由于酸化曝气会损失可吹扫有机碳（POC），故测得总有机碳值为不可吹扫有机碳（NPOC）。

4 干扰及消除

水中常见共存离子超过下列浓度时： SO_4^{2-} 400 mg/L、 Cl^- 400 mg/L、 NO_3^- 100 mg/L、 PO_4^{3-} 100 mg/L、 S^{2-} 100 mg/L，可用无二氧化碳水（5.1）稀释水样，至上述共存离子浓度低于其干扰允许浓度后，再进行分析。

5 试剂和材料

本标准所用试剂除另有说明外，均应为符合国家标准的分析纯试剂。所用水均为无二氧化碳水（5.1）。

5.1 无二氧化碳水：将重蒸馏水在烧杯中煮沸蒸发（蒸发量10%），冷却后备用。也可使用纯水机制备的纯水或超纯水。无二氧化碳水应临用现制，并经检验TOC浓度不超过0.5 mg/L。

5.2 硫酸（ H_2SO_4 ）： ρ （ H_2SO_4 ）=1.84 g/mL。

5.3 邻苯二甲酸氢钾（ $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ）：优级纯。

5.4 无水碳酸钠（ Na_2CO_3 ）：优级纯。

5.5 碳酸氢钠（ NaHCO_3 ）：优级纯。

5.6 氢氧化钠溶液： ρ （ NaOH ）=10 g/L。

5.7 有机碳标准贮备液： ρ （有机碳，C）= 400 mg/L。准确称取邻苯二甲酸氢钾（预先在110 °C ~ 120 °C下干燥至恒重）0.8502 g，置于烧杯中，加水（5.1）溶解后，转移此溶液于1000 mL容量瓶中，用水（5.1）稀释至标线，混匀。在4 °C条件下可保存两个月。

5.8 无机碳标准贮备液： ρ （无机碳，C）=400 mg/L。准确称取无水碳酸钠（预先在105 °C下干燥至恒重）1.7634 g和碳酸氢钠（预先在干燥器内干燥）1.4000 g，置于烧杯中，加水（5.1）溶解后，转移此溶液于1000 mL容量瓶中，用水（5.1）稀释至标线，混匀。在4 °C条件下可保存两周。

5.9 差减法标准使用液： ρ （总碳，C）= 200 mg/L， ρ （无机碳，C）= 100 mg/L。用单标线吸量管分别吸取50.00 mL有机碳标准贮备液（5.7）和无机碳标准贮备液（5.8）于200 mL容量瓶中，用水（5.1）稀释至标线，混匀。在4 °C条件下贮存可稳定保存一周。

5.10 直接法标准使用液： ρ （有机碳，C）= 100 mg/L，用单标线吸量管吸取50.00 mL有机碳标准贮备液（5.7）于200 mL容量瓶中，用水（5.1）稀释至标线，混匀。在4 °C条件下贮存可稳定保存一周。

5.11 载气：氮气或氧气，纯度大于99.99%。

6 仪器和设备

本标准除非另有说明，分析时均使用符合国家A级标准的玻璃量器。

6.1 非分散红外吸收TOC分析仪。

6.2 一般实验室常用仪器。

7 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（5.2）将水样酸化至 $\text{pH} \leq 2$ ，在4 °C条件下可保存7天。

8 分析步骤

8.1 仪器的调试

按TOC分析仪说明书设定条件参数，进行调试。

8.2 校准曲线的绘制

8.2.1 差减法校准曲线的绘制

在一组七个100 mL容量瓶中，分别加入0.00、2.00、5.00、10.00、20.00、40.00、100.00 mL差减法标准使用液（5.9），用水（5.1）稀释至标线，混匀。配制成总碳浓度为0.0、4.0、10.0、20.0、40.0、80.0、200.0 mg/L和无机碳浓度为0.0、2.0、5.0、10.0、20.0、40.0、100.0 mg/L的标准系列溶液，按照（8.4）的步骤测定其响应值。以标准系列溶液浓度对应仪器响应值，分别绘制总碳和无机碳校准曲线。

8.2.2 直接法校准曲线的绘制

在一组七个100 mL容量瓶中，分别加入0.00、2.00、5.00、10.00、20.00、40.00、100.00 mL直接法标准使用液（5.10），用水（5.1）稀释至标线，混匀。配制成有机碳浓度为0.0、2.0、5.0、10.0、20.0、40.0、100.0 mg/L的标准系列溶液，按照（8.4）的步骤测定其响应值。以标准系列溶液浓度对应仪器响应值，绘制有机碳校准曲线。

上述校准曲线浓度范围可根据仪器和测定样品种类的不同进行调整。

8.3 空白试验

用无二氧化碳水（5.1）代替试样，按照（8.4）的步骤测定其响应值。每次试验应先检测无二氧化碳水（5.1）的TOC含量，测定值应不超过0.5 mg/L。

8.4 样品测定

8.4.1 差减法

经酸化的试样，在测定前应以氢氧化钠溶液（5.6）中和至中性，取一定体积注入TOC分析仪进行测定，记录相应的响应值。

8.4.2 直接法

取一定体积酸化至 $\text{pH} \leq 2$ 的试样注入TOC分析仪，经曝气除去无机碳后导入高温氧化炉，记录相应的响应值。

9 结果计算

9.1 差减法

根据所测试样响应值，由校准曲线计算出总碳和无机碳浓度。试样中总有机碳浓度为：

$$\rho(\text{TOC}) = \rho(\text{TC}) - \rho(\text{IC})$$

式中：

$\rho(\text{TOC})$ —— 试样总有机碳浓度， mg/L；

$\rho(\text{TC})$ —— 试样总碳浓度， mg/L；

$\rho(\text{IC})$ —— 试样无机碳浓度， mg/L。

9.2 直接法

根据所测试样响应值，由校准曲线计算出总有机碳的浓度 $\rho(\text{TOC})$ 。

9.3 结果表示

当测定结果小于100 mg/L时，保留到小数点后一位；大于等于100 mg/L时，保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

六个实验室测定 TOC 浓度为 24.0 mg/L 的统一分发标准溶液，实验室内相对标准偏差为 2.9%，实验室间相对标准偏差为 3.9%，相对误差在 2.9%~6.3%之间。

六个实验室对地表水、生活污水和工业废水进行加标回收试验，差减法的回收率在 91.0%~109.0%之间，直接法的回收率在 93.0%~109.0%之间。

11 质量保证和质量控制

11.1 每次试验前应检测无二氧化碳水（5.1）的 TOC 含量，测定值应不超过 0.5 mg/L。

11.2 每次试验应带一个曲线中间点进行校核，其相对误差应不超过 10%。