



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۷۳۷۹



کیفیت آب - دستورالعمل اندازه گیری کربن آلی کل
- روش آزمون

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و
نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب نظران مراکز و مؤسسات
علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت
مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و
نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس
استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت
نظرات و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و
منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود
نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین



ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد کیفیت آب - دستورالعمل اندازه گیری کربن آلی کل - روش آزمون

رئیس	سمت یا نمایندگی
فرهادی،خلیل (دکتری شیمی تجزیه)	دانشگاه ارومیه
اعضاء	
احمدزاده،بهمن (لیسانس شیمی)	سازمان آب منطقه ای آذربایجان غربی
جباری،حجت (فوق لیسانس محیط زیست)	اداره کل محیط زیست آذربایجان غربی
جلیلی فرد،مجید (لیسانس مهندسی صنایع)	سازمان آب منطقه ای آذربایجان غربی
رضایی،حمید (لیسانس شیمی)	آزما یشگاه آب و خاک شهرستان ارومیه
مویدزاده،ندا (لیسانس پرستاری)	بیمارستان امام رضا (ع) شهرستان ارومیه
نمازی،علی (فوق لیسانس شیمی)	اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی
دبیر	
قندیلی،علی (فوق لیسانس شیمی)	اداره کل استاندارد آذربایجان غربی



ب	فهرست مندرجات
پ	مقدمه
۱	هدف
۱	دامنه کاربرد
۲	مراجع الزامی
۲	اصطلاحات و تعاریف
۳	اساس روش آزمون
۵	مواد لازم
۸	وسایل لازم
۸	۱ نمونه برداری
۹	تهیه نمونه آب
۱۰	روش کار
۱۱	اندازه گیری
۱۲	بیان نتایج
۱۳	گزارش آزمون
۱۵	پیوست الف
۱۶	پیوست ب

پیشگفتار

استاندارد « کیفیت آب-دستورالعمل اندازه گیری کربن آلی کل (TOC)-روش آزمون » که توسط کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده در سیصد و یازدهمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۳/۴/۲۰ مورد تأیید قرار گرفته است . اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین

و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملی

منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ارائه شود ، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد نظر مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدید نظر آنها استفاده کرد .

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود . منابع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد بکار رفته بشرح زیر است :

۱- ISO 8245 : 1999 Water quality- Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC)

ب

مقدمه

کربن آلی کل (TOC) معیاری است برای نشان دادن میزان کربن آلی محلول و غیر محلول موجود در آب و هیچگونه اطلاعاتی را در مورد ماهیت مواد آلی ارائه نمی کند.

کیفیت آب - دستورالعمل اندازه گیری کربن آلی کل - روش آزمون



۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد ارائه راهنمایی های لازم برای اندازه گیری کربن کل (TC)^۱، کربن معدنی کل (TIC)^۲ و کربن آلی کل (TOC)^۳ منابع آب و فاضلاب است.

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد در مورد نمونه های آب یا فاضلاب دارای کربن آلی از ۰/۳ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر به کار می رود.
یادآوری ۱ - حد پایین غلظت تنها در موارد خاص مانند آب آشامیدنی قابل کاربرد است و توسط دستگاه های بسیار حساس اندازه گیری می شود. غلظت های بالاتر را می توان پس از رقیق سازی مناسب مورد بررسی قرار داد.

یادآوری ۲ - این استاندارد با ویژگی های وابسته به دستگاه اندازه گیری سروکار ندارد. همچنین با استفاده از این استاندارد می توان ترکیبات آلی قابل پالایش مانند بنزن، تولوئن، سیکلوهگزان و کلروفرم را اندازه گیری کرد.
یادآوری ۳ - اگر در نمونه سیانید، سیانات و ذرات عنصری کربن (دوده) وجود داشته باشند در کنار کربن آلی اندازه گیری می شوند.

۳ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات، جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/یا تجدید نظر، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذاً بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و/یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

استاندارد ملی ۲۴۴۷ - سال ۱۳۶۳ نمونه برداری آب

^۱ - Total carbon

^۲ - Total inorganic carbon

^۳ - Total organic carbon



۴ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات/ و یا واژه ها با تعاریف زیر به کار می رود .

۱-۴ کربن کل (TC)

مجموع کربن آلی و معدنی موجود در آب را کربن کل گویند.

۲-۴ کربن معدنی کل (TIC)

مجموع کربن معدنی کل موجود در آب را که شامل کربن عنصری، دی اکسید کربن کل، منواکسید کربن، سیانید، سیانات و تیوسیانات است، کربن معدنی کل گویند.

یادآوری - دستگاه های اندازه گیری *TOC/غلب TIC* را به صورت *دی اکسید کربن ناشی از بی کربنات و کربنات اندازه گیری می کنند.*

۳-۴ کربن آلی کل (TOC)

مجموع کربن آلی کل محلول یا معلق موجود در آب را که شامل سیانات، کربن عنصری و تیوسیانات است، کربن آلی کل گویند.

۴-۴ کربن آلی محلول^۱ (DOC)

مجموع کربن آلی موجود در آب را که شامل سیانات و تیوسیانات بوده و از غشای دارای منافذ ۰/۴۵ میکرومتر عبور می کنند، کربن آلی محلول گویند.

۵-۴ کربن آلی فرار^۲ (VOC) یا کربن آلی قابل پالایش^۳ (POC)

کربن آلی موجود در آب که تحت شرایط این استاندارد می توان آن را جداسازی نمود.

۶-۴ کربن آلی غیر فرار^۴ (NVOC) یا کربن آلی غیر قابل پالایش^۵ (NPOC)

کربن آلی موجود در آب که تحت شرایط این استاندارد نمی توان آن را جدا سازی نمود.

1 -Dissolved organic carbon
2-Volatile organic carbon
3-Purgeable organic carbon
4-Non-volatile organic carbon
5-Non-purgeable organic carbon

۵ اساس روش آزمون

کربن آلی موجود در آب با احتراق، افزایش اکسید کننده مناسب، تابش اشعه ماوراء بنفش (UV) یا تابش هر اشعه پر انرژی دیگر به دی اکسید کربن اکسایش می یابد. کاربرد اشعه ماوراء بنفش (UV) با اکسیژن (به عنوان اکسید کننده) محدود به آب هایی می شود که آلودگی پایین دارند و حاوی غلظت پایین TOC می باشند.

یادآوری - در صورت وجود مواد هیومیک^۶ کاربرد اشعه ماوراء بنفش (UV) منجر به نتایج TOC پایین خواهد شد. دی اکسید کربنی را که از طریق اکسیدش تشکیل می شود، می توان به طور مستقیم یا غیر مستقیم (پس از کاهش آن به متان) اندازه گیری نمود. تعیین نهایی دی اکسید کربن با روشهای متعددی صورت می گیرد^۱، مثلاً حجم سنجی بیناب سنجی مادون قرمز^۲ (ترجیحاً در محلول غیر آبی)، رسانایی گرمایی^۳، رسانایی سنجی^۴، کولومتری^۵، روشهای مبتنی بر استفاده از حسگر حساس به دی اکسید کربن^۶ و آشکارسازی یونیزاسیون شعله ای^۷ (که پس از کاهش دی اکسید کربن به متان به کار برده می شود). علاوه بر کربن آلی، نمونه آب ممکن است حاوی دی اکسید کربن یا یونهای کربنیک اسید باشد. قبل از اندازه گیری، ضروری است که این کربن معدنی با پالایش نمونه اسیدی شده با گازهای عاری از دی اکسید کربن و ترکیبات آلی خارج شود. در طریقه دیگر، هم کربن کل (TC) و هم کربن معدنی کل (TIC) اندازه گیری می شوند و میزان کربن آلی کل (TOC) را می توان با تفاضل TIC از TC محاسبه نمود. این روش علی الخصوص برای نمونه هایی مناسب است که کربن معدنی کل (TIC) کمتر از کربن آلی کل (TOC) است. مواد آلی قابل پالایش نظیر بنزن، تولوئن، سیکلو هگزان و کلروفرم ممکن است تا حدودی خارج شوند. در حضور چنین موادی، غلظت کربن آلی کل (TOC) جداگانه تعیین می شود یا روش تفاضل به کار می رود. با استفاده از روش تفاضل، مقدار کربن آلی کل (TOC) باید بیش از کربن معدنی کل (TIC) یا حداقل در همان اندازه باشد. کربن معدنی با اسیدی نمودن و پالایش خارج می شود یا جداگانه تعیین می شود.

6- Humic material

ادامه صفحه قبل - ۶ - مواد هیومیک گروهی از اسیدهای آروماتیک با وزن مولکولی بالا و ساختارناشناخته هستند که در خاک موجودند. رنگ بیشتر آبهای سطحی از آن است و احتمالاً از لیگنین پدید می آیند.

۱- استانداردهای ASTM ، D ۴۱۲۹ ، D ۴۷۷۹ ، D ۴۸۳۹ و D ۵۹۰۴ روشهای مختلفی را برای اندازه گیری کربن آلی کل ارائه می کنند.

2-Infrared spectroscopy titration

3-Thermal conductivity

4-Conductimetry

5-Coulometry

6-CO₂-sensitive sensor

7-Flame ionization detection



۶ مواد لازم

تنها از واکنشگرهای دارای خلوص شیمیایی معین استفاده کنید.

۱-۶ آب رقیق ساز

کربن آلی کل (TOC) آب مورد استفاده برای رقیق سازی و برای تهیه محلولهای استاندارد باید به اندازه کافی پایین باشد و در مقایسه با پایین ترین غلظت کربن آلی کل (TOC) که اندازه گیری می شود، قابل چشم پوشی باشد (به جدول شماره ۱ مراجعه کنید). انتخاب روش برای اقدامات اولیه رقیق سازی به محدوده غلظت نمونه مورد بررسی که در جدول شماره ۱ نشان داده شده است، بستگی دارد.

یادآوری - برای اندازه گیری غلظت کربن آلی کل (TOC) کمتر از ۰/۵ میلی گرم در لیتر بهتر است محلولهای شاهد و استاندارد را کمی قبل از اجرای آزمون تهیه کنید. (رجوع شود به جدول ۱)

جدول ۱ - ویژگی های آب رقیق سازی

روش تهیه آب رقیق سازی	حداکثر TOC قابل قبول آب رقیق سازی بر حسب mg/l	TOC نمونه بر حسب mg/l
متراکم سازی ^۱ به همراه تابش اشعه ماوراءبنفش (UV)	۰/۱*	کمتر از ۱۰
دوبار تقطیر با $KMnO_4/K_2Cr_2O_7$	۰/۵	۱۰ الی ۱۰۰
تقطیر	۱	بیش از ۱۰۰
* تنها برای آب فوق خالص		



۲-۶ محلول ذخیره در پتاسیم هیدروژن فتالات، $\rho(\text{org.c}) = 1000$ میلی گرم در لیتر

۲/۱۲۵ گرم پتاسیم هیدروژن فتالات ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$) را که قبلاً در دمای بین ۱۰۰ تا ۱۲۰ درجه سلسیوس به مدت یک ساعت خشک شده است، در بالن حجم سنجی یک لیتری با ۷۰۰ میلی لیتر آب (۱-۶) حل کنید. سپس آن را به حجم برسانید. این محلول به شرطی که در ظرف کاملاً بسته و در یخچال نگهداری شود، به مدت دو ماه پایدار می ماند.

۳-۶ محلول استاندارد پتاسیم هیدروژن فتالات، $\rho(\text{org.c}) = 1000$ میلی گرم در لیتر

۱۰۰ میلی لیتر از محلول ذخیره پتاسیم هیدروژن فتالات (۲-۶) را با پیپت به بالن حجم سنجی یک لیتری منتقل کنید و با آب (۱-۶) آن را به حجم برسانید. این محلول به شرطی که در ظرفی کاملاً بسته نگهداری شود، به مدت یک هفته پایدار می ماند.

۴-۶ محلول استاندارد برای تعیین کربن معدنی، $\rho(\text{org.c}) = 1000$ میلی گرم در لیتر

۴/۴۱۵ گرم سدیم کربنات (Na_2CO_3) را (که قبلاً به مدت یک ساعت در دمای (285 ± 5) درجه سلسیوس خشک شده است) به داخل بالن حجم سنجی یک لیتری منتقل کنید و تقریباً با ۵۰۰ میلی لیتر آب (۱-۶) آن را حل کنید. ۳/۵۰۰ گرم سدیم هیدروژن کربنات (NaHCO_3) را (که قبلاً به مدت دو ساعت در خشکانه خشک شده است) به آن اضافه کنید و محلول را با آب (۱-۶) به حجم برسانید. این محلول در دمای اتاق به مدت دو هفته پایدار است.

۵-۶ محلول استاندارد برای کنترل کارآیی عملی سیستم

یادآوری ۱- در امتحان بین آزمایشگاهی، فتالوسیانین مس به این منظور به کار می رود.

یادآوری ۲- فتالوسیانین مس ماده ای سمی است.

یک محلول آزمون مناسب از فتالوسیانین مس (۱۰۰ میلی گرم در لیتر) را می توان به طریقه ذیل تهیه نمود:

در بالن حجم سنجی یک لیتری ۰/۲۵۶ گرم فتالوسیانین مس تترا سولفونیک اسید (یا نمک سدیم

آن $\text{C}_{32}\text{H}_{12}\text{CuN}_8\text{O}_{12}\text{S}_4\text{Na}_4$) را در ۷۰۰ میلی لیتر آب (۱-۶) حل کنید و به حجم برسانید. این محلول به مدت دو هفته

پایدار می ماند.

یادآوری ۳- مواد پایدار دیگری را می توان جانشین ماده شیمیایی ذکر شده در بندهای (۲-۶)، (۴-۶) و (۵-۶)

کرد.



۶-۶ اسید غیر فرار

فسفریک اسید (H_3PO_4) نیم مولار یا در صورت لزوم اسید فسفریک غلیظ تر برای خارج ساختن دی اکسید کربن.

۷-۶ گازها

مانند هوا، نیتروژن، اکسیژن عاری از دی اکسید کربن و ناخالصی های آلی. از گازهای دیگر مطابق مشخصات سازنده دستگاه

اندازه گیری استفاده کنید.

۷ وسایل لازم

لوازم آزمایشگاهی معمول و لوازم ذیل

۱-۷ دستگاه اندازه گیری کربن آلی

۲-۷ وسیله یکنواخت سازی

همزن مغناطیسی با کارایی لازم برای یکنواخت سازی، دستگاه ماوراء صوت^۱ مناسب یا همزنی با سرعت بالا.

۸ نمونه برداری

۱-۸ مطابق اصولی که در استاندارد ملی ۲۴۴۷ توضیح داده شده است، نمونه را جمع آوری کنید.

۲-۸ به هنگام نمونه برداری به ویژه در صورت وجود مواد نامحلول اطمینان حاصل کنید که نمونه های جمع آوری شده

نماینده واقعی هستند و مواظب باشید که نمونه ها را با مواد آلی آلوده نکنید.

۳-۸ نمونه های آب را در بطریهای شیشه ای یا پلی اتیلنی جمع آوری کنید. بطریها را نمونه کاملاً از نمونه پر کنید و در

صورتی که نمونه مشکوک به فعالیت میکروبی است آن را تا pH حدود دو، با فسفریک اسید (۶-۶) اسیدی کنید. در برخی

موارد، مواد فرار در اثر اسیدی کردن نمونه به همراه خروج دی اکسید کربن از نمونه خارج می شوند. اگر ترکیبات آلی فرار در

نمونه وجود داشته باشند، بدون اسیدی کردن نمونه اندازه گیری را انجام دهید. در این حالت فاصله زمانی میان نمونه برداری و

آزمون نباید بیش از ۸ ساعت باشد. در غیر این صورت، نمونه را در یخچال در محدوده دمایی ۲ الی ۵ درجه سلسیوس نگهداری

کنید و در مدت زمان کمتر از ۷ روز اندازه گیری را انجام دهید. اگر چنین کاری مقدور نیست، نمونه را می توان در محدوده

دمایی ۱۵- تا ۲۰- درجه سلسیوس به مدت چند هفته نگهداری کرد.



۹ تهیه نمونه آب

- ۱-۹ اگر پس از تکان دادن نمونه حصول نمونه ای یکنواخت غیر ممکن باشد، از دستگاه مناسب (۷-۲) استفاده کنید.
- ۲-۹ بوسیله آزمون جداگانه لایه های بالایی و زیرین بطری، می توان یکنواختی نمونه را مورد بررسی قرار داد.
- ۳-۹ اگر تنها مواد آلی محلول (DOC) را می خواهید اندازه گیری کنید نمونه را از میان فیلتر غشا دارای منافذی به اندازه ۰/۴۵ میکرومتر عبور دهید و میزان کربن زیر صافی را اندازه گیری کنید.
- یادآوری - قبلاً غشا را با آب داغ (۶-۱) شستشو دهید تا مواد آلی چسبنده کاملاً خارج شوند.

۱۰ روش کار

۱-۱۰ رسم منحنی استاندارد

- ۱-۱-۱۰ روشهای مقایسه ای نیاز به رسم منحنی استاندارد دارند(برای مثال، روشهای بیناب سنجی مادون قرمز) و در روشهای مطلق رسم منحنی استاندارد به منظور بررسی سیستم تجزیه ای صورت می گیرد(برای مثال ، در اسیدسنجی یا کولومتری).
- ۲-۱-۱۰ دستگاه اندازه گیری را مطابق دستورالعمل سازنده تنظیم کنید.
- ۳-۱-۱۰ با تجزیه محلولهای استاندارد پتاسیم هیدروژن فتالات در غلظت های مناسب منحنی استاندارد را رسم کنید. برای مثال، برای غلظت های جرمی در محدوده ۱۰ تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر حداقل ۵ محلول استاندارد که در بندهای زیر توضیح داده شده است، از محلول ذخیره پتاسیم هیدروژن فتالات تهیه کنید.
- ۴-۱-۱۰ برای تهیه محلولهای استاندارد، برای مثال صفر(شاهد)، ۱، ۲، ۳، ۴، ۵ و ۱۰ میلی لیتر از محلول ذخیره پتاسیم هیدروژن فتالات (۶-۲) را با پیپت برداشته و در داخل یک سری بالن حجم سنجی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و آنها را با آب (۶-۱) به حجم برسانید.
- ۵-۱-۱۰ محلولهای استاندارد و شاهد را مطابق دستورالعمل سازنده دستگاه اندازه گیری کنید.



۶-۱-۱۰ منحنی استاندارد را براساس غلظت های جرمی TOC (برحسب میلی گرم کربن در لیتر) نسبت به داده های دستگاه اندازه گیری^۱ (I) رسم کنید.

۷-۱-۱۰ با محاسبه معکوس شیب منحنی استاندارد، ضریب استاندارد (f) را برحسب میلی گرم کربن در لیتر بدست آورید.

۸-۱-۱۰ اندازه گیری مقدار TIC با تجزیه محلولهای استاندارد که از محلول بند(۴-۶) ساخته می شود، ضروری است.

۹-۱-۱۰ مقدار TOC از تفاضل (TC-TIC) بدست می آید.

۲-۱۰ روش های کنترل

۱-۲-۱۰ محلولهای آزمون ذکر شده در بندهای (۲-۶)، (۳-۶)، (۴-۶) یا (۵-۶) را به همراه هر سری از نمونه ها برای بررسی

دقت نتایج حاصل از روش آزمون تجزیه کنید.

۲-۲-۱۰ اگر انحرافات حاصل بیش از معیارهای کیفیت داخل آزمایشگاهی باشد، دلایل خطای ذیل را مورد بررسی قرار

دهید:

- اختلال در عملکرد دستگاه اندازه گیری (برای مثال در سیستم اکسیداسیون یا شناسایی، نشت، خطای کنترل دما یا گاز).

- تغییر در غلظت محلول آزمون.

- آلودگی مجموعه اندازه گیری.

۳-۲-۱۰ به طور منظم کل سیستم اندازه گیری و نشتی را مطابق دستورالعمل سازنده دستگاه بررسی کنید.

۱۱ اندازه گیری

۱-۱۱ غلظت TOC نمونه ها را مطابق دستورالعمل سازنده دستگاه اندازه گیری کنید.

۲-۱۱ در صورتی که TOC به طور مستقیم اندازه گیری می شود، قبل از تجزیه با اسیدی کردن نمونه تا pH پایین تر از

۲، کربن معدنی کل را خارج کنید. با احتیاط کاهش مواد آلی فرار را به حداقل برسانید.

۳-۱۱ غلظت TOC باید در ناحیه خطی منحنی استاندارد قرار داشته باشد. در صورتی که غلظت TOC در ناحیه

خطی منحنی استاندارد قرار نداشته باشد، نمونه را رقیق کنید.

۴-۱۱ قبل از تعیین TOC هر گروه نمونه (برای مثال در هر ۱۰ اندازه گیری) آزمونهای کنترل مناسبی را در فواصلی

که توسط سازنده دستگاه توصیه می شود یا آزمایشگاه مشخص می کند، انجام دهید.



۵-۱۱ پس از اسیدی کردن نمونه، برای خارج کردن دی اکسیدکربن یک جریان گاز خنثی خالص (۶-۷) به مدت ۵ دقیقه وارد نمونه کنید.

۱۲ بیان نتایج

۱-۱۲ روش محاسبه

۱-۱۲ بسته به نوع دستگاه اندازه گیری TOC به کار رفته، انواع مختلفی از قرائت ها را می توان به دست آورد که از آن غلظت TOC یا DOC نمونه مورد بررسی محاسبه می شود. در اندازه گیریهای ناپیوسته، این مقادیر ممکن است مثلاً برحسب ارتفاع پیک، مساحت پیک یا حجم تیتروکننده لازم باشد. معمولاً مساحت پیک گزارش می شود. از ارتفاع پیک موقعی استفاده کنید که ارتفاع پیک متناسب با غلظت باشد.

۲-۱-۱۲ در مواردی که اندازه گیری TOC یا DOC نیم پیوسته^۱ (چند مرحله ای) است، غلظت دی اکسیدکربن حاصل احتراق ماده آلی ثبت می شود، مثلاً به صورت خطی بر روی نوار ثبات. فاصله این خط از خط صفر متناسب با غلظت TOC است.

۳-۱-۱۲ غلظت جرمی را با استفاده از منحنی استاندارد (۱۰-۱) محاسبه کنید.

۴-۱-۱۲ همچنین می توان غلظت جرمی TOC یا DOC را (برحسب میلی گرم کربن در لیتر) از معادله زیر به دست آورد:

$$TOC = (I \cdot f \cdot V) / V_p$$

که در آن

I داده دستگاه اندازه گیری است،

f ضریب استاندارد برحسب میلی گرم کربن در لیتر است که مطابق بند (۱۰-۱) محاسبه می شود،

V حجم نهایی نمونه آب رقیق شده برحسب میلی لیتر است و

V_p حجم نمونه اولیه برحسب میلی لیتر است که پس از رقیق شدن به حجم V رسانده می شود.

۵-۱-۱۲ نتایج بسته به خطا (دقت) اندازه گیری با دو یا سه رقم معنی دار باید بیان شوند.

مثال :

¹ – quasi-continuous



$$\text{mg/l} \rho(\text{TOC}) = 15.76$$

$$\text{mg/l} \rho(\text{TOC}) = 15.3$$

$$\text{mg/l} \rho(\text{TOC}) = 1.632 \times 10^3$$

دقت ۲-۱۲

اطلاعات مربوط به تکرارپذیری و تجدیدپذیری، که از آزمونهای بین آزمایشگاهی به دست آمده است در پیوست اطلاعاتی الف ارائه شده است.

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- استاندارد ملی.... که براساس آن آزمون انجام می شود.
- تاریخ انجام آزمون
- کلیه جزئیات ضروری برای شناسایی کامل نمونه مورد آزمون
- جزئیات مربوط به نگهداری نمونه های آزمایشگاهی قبل از تجزیه، شامل مدت زمان بین نمونه برداری و تجزیه
- اقدامات اولیه بر روی نمونه (زمان ته نشینی، فیلتراسیون)
- غلظت جرمی TOC یا DOC نمونه بر حسب میلی گرم کربن در لیتر
- جزئیات هر انحرافی از روش توصیف شده در این استاندارد یا هر شرایطی که در نتایج ممکن است موثر باشد.

یوست الف

(اطلاعاتی)

جدول الف-۱ نتایج آزمونهای بین آزمایشگاهی برای تعیین TOC

نمونه	مقدار اسمی TOC	متوسط	درصد	تجدیدپذیری	تکرارپذیری	تعداد آزمایشگاهها	تعداد نتایج	تعداد نتایج
-------	----------------	-------	------	------------	------------	-------------------	-------------	-------------

نادرست	تجزیه ای پس از حذف نتایج نادرست		انحراف معیار mg/l	درصد ضریب تغییرپذیری	انحراف معیار mg/l	درصد ضریب تغییرپذیری	بازیابی	کل TOC mg/l	mg/l	
۱۳	۲۵۹	۵۵	۰/۱۹	۶/۳	۰/۶۸۷	۲۳	۱۲۹/۹	۲/۹۹	۲/۳	۱
۹	۲۶۰	۵۶	۰/۳۸	۲	۱/۲۳	۶/۴	۱۰۳/۹	۱۹/۲	۱۸/۵	۲
۱۶	۲۳۶	۵۴	۲/۸	۲	۱۲/۴	۸/۹	۱۱۵/۹	۱۳۹	۱۲۰	۳
۲	۲۴۴	۵۴	۳/۸	۱/۲	۱۳/۹	۴/۵		۳۰۷		۴

نمونه ۱: نمک فتالوسیانین مس تترا سولفونیک اسید.

نمونه ۲: مخلوط پتاسیم هیدروژن فتالات و نمک سدیم فتالوسیانین مس تترا سولفونیک اسید.

نمونه ۳: مخلوط پتاسیم هیدروژن فتالات، پتاسیم هیدروژن کربنات و نمک سدیم فتالوسیانین مس تترا سولفونیک اسید.

نمونه ۴: نمونه واقعی فیلتر شده از فاضلاب صنعتی.

یادآوری ۱ - دلیل میزان بازیابی ۱۳۰٪ نمونه ۱ احتمالاً به دلیل خطاهای سیستماتیک می باشد (عدم توجه یا کم

توجهی به غلظت TOC نمونه آب شاهد).

یادآوری ۲ - میزان بازیابی در مورد نمونه ۳ احتمالاً به دلیل غلظت بالای TIC نمونه می باشد. در موارد مشابه

توضیحات سازندگان دستگاه اندازه گیری در مورد حجم اسید و مدت زمان خارج سازی دی اکسید کربن اغلب

کافی نیستند.



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

7379



**Guidelines for -Water quality
determination of total organic carbon(TOC)**

1st. Revision

پیوست ب

(اطلاعاتی)

تعیین TOC نمونه های حاوی ذرات

ب-۱ شرایط اضافی

ویژگی های دستگاهی برای اندازه گیری TOC باید حداقل مناسب برای اندازه گیری ذراتی به اندازه ۱۰۰ میکرومتر باشد.

یادآوری ۱- در آزمونهای بین آزمایشگاهی (جدول ب-۱) نمونه های حاوی ذرات بزرگتر از ۱۰۰ میکرومتر اندازه

گیری شده اند.

یادآوری ۲- اگر TOC نمونه حاوی ذرات حتی پس از یکنواخت سازی شدید نتایج تکرارپذیری را حاصل نکند ،

باید نمونه را صاف کرد و TOC نمونه صاف شده و باقیمانده را جداگانه تعیین نمود. سیستم هایی که بر اساس



اکسیداسیون اشعه ماوراء بنفش کار می کنند برای تعیین میکروسولوز^۱ مناسب نمی باشند. (رجوع شود به جدول

ب-۱)

ب-۲ سوسپانسیون آزمون برای فرآیند کنترل ذرات

این سوسپانسیون آزمون برای بررسی یکنواختی و بازیابی اجزای نمونه که کاملاً حل نشده است به کار می رود. برای تهیه این سوسپانسیون ۲۲۵ میلی گرم سلولز $(C_6H_{10}O_5)_n$ را به درون بالن حجم سنجی یک لیتری منتقل کنید (اندازه ذرات باید در محدوده ۲۰ الی ۱۰۰ میکرومتر و غلظت کربن سوسپانسیون نمونه آزمون ۱۰۰ میلی گرم در لیتر باشد)، آن را با آب خیس کنید.

سپس آن را به حجم

برسانید و با همزن مغناطیسی تا تشکیل یک سوسپانسیون یکنواخت هم بزنید. از دستگاه ماوراء صوت نباید استفاده کنید زیرا اندازه ذرات را کاهش می دهد. این مخلوط در یخچال به مدت دو هفته پایدار است ولی ضروری است که قبل از هر بار استفاده کردن آن را هم بزنید.

ب-۳ فرآیند کنترل ذرات

توصیه می شود که برای هر سری تجزیه نمونه های حاوی ذرات جامد، یکنواختی و بازیابی اجزای معلق نمونه را با استفاده از سوسپانسیون آزمون (ب-۲) مورد بررسی قرار دهید. بخشی از نمونه را برداشته و هم بزنید. اگر از نمونه بردار خودکار^۱ استفاده می کنید، نمونه ها را باید در طی تجزیه به طور مداوم هم بزنید. مقدار متوسط سه اندازه گیری باید بین ۹۰ و ۱۱۰ میلی گرم در لیتر باشد، ضریب تغییرپذیری مربوط به تکرارپذیری باید کمتر از ۱۰٪ باشد.

یادآوری ۱- در این آزمون اندازه ذرات مهم است.

یادآوری ۲- با همزن نوسان کننده یکنواختی مطلوب بدون جداسازی ذرات فراهم می شود.

ب-۴ داده های کارآیی

رجوع شود به جدول ب-۱.

^۱ – Microcellulose
1-Autosampler



جدول ب-۱ نتایج آزمونهای بین آزمایشگاهی برای تعیین TOC

تعداد آزمایشگاه ها	تکرارپذیری		تجدیدپذیری		درصد بازیابی	متوسط کل TOC mg/l	مقدار اسمی TOC mg/l	نمونه
	انحراف معیار mg/l	درصد ضریب تغییرپذیری	انحراف معیار mg/l	درصد ضریب تغییرپذیری ^۱				
۳۲	۲	۱۲/۰	۷/۵	۴۵/۱	۸۳/۲	۱۶/۶۵	۲۰	الف-۱
۱۵	۰/۱۵	۲۷/۳	۰/۴	۷۵/۰	۲/۷	۰/۵۳	۲۰	ب-۱

نمونه الف-۱: ریز بلور سلولز (تعیین بوسیله احتراق)
 نمونه ب-۱: ریز بلور سلولز (اکسیداسیون با اشعه ماوراءبنفش)