جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شمارهٔ استاندارد ایران

۷۳۷۹

کیفیت آب ـ دستورالعمل اندازه گیري کربن آلي کل
ـ روش آزمون

چاپ اول

آشنايي با مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران

مرجع رسمي كشور تحقيقات صنعتي ايران به موجب قانون، تنها و مؤسسه استاندارد استانداردهاي ملي (رسمي) ميباشد. نشر وظيفه تعيين، تدوين و است كه عهده دار تدوين استاندارد در رشته هاي مختلف توسط كميسيون هاي فني مركب از كارشناسان مؤسسه، صاحبنظران مراكز و مؤسسات علمي، پژوهشي، توليدي واقتصادي آگاه ومرتبط با موضوع صورت ميگيرد. سعي بر اين است كه استانداردهاي ملي، در جهت مطلوبيت ها و مصالح ملي وبا توجه به شرايط توليدي، فني و فن آوري حاصل از مشاركت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: توليدكنندگان ،مصرف كنندگان، بازرگانان، مراكز علمي و تخصصي و نهادها و سازمانهاي دولتي باشد.پيش نويس استانداردهاي ملي جهت نظرخواهي براي مراجع ذينفع واعضاي كميسيون هاي فني مربوط ارسال ميشود و پس از دريافت نظرات وپيشنهادها در كميته ملي مرتبط با

آن رشته طرح ودر صورت تصويب به عنوان استاندارد ملي (رسمي) چاپ و منتشر مي شود.
پيش نويس استانداردهايي كه توسط مؤسسات و سازمانهاي علاقمند و ذيصلاح و با رعايت ضوابط تعيين شده تهيه مي شود نيز پس از طرح و بررسي در كميته ملي مربوط و در صورت تصويب، به عنوان استاندارد ملي چاپ ومنتشرمي گردد. بدين ترتيب استانداردهايي ملي تلقي مي شود كه بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملي شماره ((۵)) تدوين و در كميته ملي مربوط كه توسط مؤسسه تشكيل ميگردد به تصويب رسيده باشد.
مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران از اعضاي اصلي سازمان بين المللي استاندارد ميباشد كه در تدوين استانداردهاي ملي ضمن توجه به شرايط كلي ونيازمنديهاي خاص كشور، از آخرين پيشرفتهاي علمي، فني و صنعتي جهان و استانداردهاي بين المللي استفاده مي نمايد.
مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران مي تواند با رعايت موازين پيش بيني شده در قانون به منظور حمايت از مصرف كنندگان، حفظ سلامت و ايمني فردي وعمومي، حصول اطمينان از كيفيت محصولات و ملاحظات زيست محيطي و اقتصادي، اجراي بعضي از استانداردها را با تصويب شوراي عالي استاندارد اجباري نمايد. مؤسسه مي تواند به منظور حفظ بازارهاي بين المللي براي محصولات كشور، اجراي استاندارد كالاهاي صادراتي و درجه بندي آنرا اجباري نمايد.
همچنين بمنظور اطمينان بخشيدن به استفاده كنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمينه مشاوره، آموزش، بازرسي، مميزي و گواهي كنندكان سيستم هاي مديريت كيفيت ومديريت زيست محيطي، آزمايشگاهها و كاليبره كنندگان وسايل سنجش، مؤسسه استاندارد اينگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأييد صلاحيت ايران مورد ارزيابي قرار داده و در صورت احراز شرايط لازم، گواهينامه تأييد صلاحيت به آنها اعطا نموده و بر عملكرد آنها نظارت مي نمايد. ترويج سيستم بين المللي يكاها ، كاليبراسيون وسايل سنجش تعيين عيار فلزات گرانبها و انجام تحقيقات كاربردي براي ارتقاي سطح استانداردهاي ملي از ديگر وظايف اين مؤسسه مي باشد.

دستورالعمل اندازه گيري كربن آلي كل- روش آزمون- كيفيت آب كميسيون استاندارد

رئيس	**سمت يا نمايندگي**
فرهادي،خليل (دكتري شيمي تجزيه)	دانشگاه ارومیه
اعضاء	
احمدزاده،بهمن (ليسانس شيمي)	سازمان آب منطقه اي آذربايجان غربي
جباري،حجت (فوق ليسانس محيط زيست)	اداره كل محيط زيست آذربايجان غربي

جليلي فرد،مجيد (ليسانس مهندسي صنايع)	سازمان آب منطقه اي آذربايجان غربي
رضايي،حميد (ليسانس شيمي)	آزما يشگاه آب و خاك شهرستان ارومیه
مويدزاده،ندا (ليسانس پرستاري)	بيمارستان امام رضا (ع) شهرستان ارومیه
نمازي،علي (فوق ليسانس شيمي)	اداره كل استاندارد آذربايجان شرقي
دبير	
قنديلي،علي (فوق ليسانس شيمي)	اداره كل استاندارد آذربايجان غربي

فهرست مندرجات..... ب

مقدمه **پ**

هدف **۱**

دامنه كاربرد **۱**

مراجع الزامي **۲**

اصطلاحات و تعاريف ۲

اساس روش آزمون ۳

مواد **لازم**

۵

وسايل لازم ۸

۱ نمونه برداري ۸

تهيه نمونه آب ۹

روش كار ۱۰

اندازه گيري ۱۱

بيان نتايج ۱۲

گزارش آزمون ۱۳

پيوست الف ۱۵
پيوست ب
۱۶

پيشگفتار

استاندارد « كيفيت آب-دستورالعمل اندازه گيري كربن آلي كل(TOC)-روش آزمون » كه توسط كمسيون هاي مربوط تهيه و تدوين شده درسيصد و يازدهمين جلسه كميته ملي استاندارد شيميايي و پليمر مورخ ۸۳/۴/۲۰ مورد تائيد قرار گرفته است . اينك به استناد بند يك ماده ۳ قانون اصلاح قوانين و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملي منتشر مي شود.

براي حفظ همگامي و هماهنگي با تحولات و پيشرفتهاي ملي و جهاني در زمينه صنايع ، علوم و خدمات استانداردهاي ملي ايران در مواقع لزوم تجديد نظر خواهد شد و هرگونه پيشنهادي كه براي اصلاح يا تكميل اين استاندارد ارائه شود ، در هنگام تجديد نظر در كميسيون فني مربوط مورد نظر مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراين براي مراجعه به استانداردهاي ايران بايد همواره از آخرين تجديد نظر آنها استفاده كرد .

در تهيه و تدوين اين استاندارد سعي شده است كه ضمن توجه به شرايط موجود و نيازهاي جامعه، در حد امكان بين اين استاندارد و استانداردهاي ملي كشورهاي صنعتي و پيشرفته هماهنگي ايجاد شود .

منابع و ماخذي كه براي تهيه اين استاندارد بكار رفته بشرح زير است :

۱- ISO ۸۲۴۵ : ۱۹۹۹ Water quality- Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC)

مقدمه

) معياري است براي نشان دادن ميزان كربن آلي محلول و غير محلول موجود در TOCكربن آلي كل (
آب و هيچگونه اطلاعاتي را در مورد ماهيت مواد آلي ارائه نمي كند.

دستورالعمل اندازه گيري كربن آلي كل – روش آزمون- كيفيت آب

۱ هدف

)[۱]، كربن TCهدف از تدوين اين استاندارد ارائه راهنمايي هاي لازم براي اندازه گيري كربن كل (
منابع آب و فاضلاب است.)[۳]TOC)[۲] و كربن آلي كل (TICمعدني كل (

۲ دامنه كاربرد

اين استاندارد در مورد نمونه هاي آب يا فاضلاب داراي كربن آلي از ۰/۳ تا ۱۰۰۰ ميلي گرم در ليتر به كار مي رود.

يادآوري ۱ - ***حد پايين غلظت تنها در موارد خاص مانند آب آشاميدني قابل كاربرد است و توسط دستگاه هاي بسيار حساس اندازه گيري مي شود. غلظت هاي بالاتر را مي توان پس از رقيق سازي مناسب مورد بررسي قرار داد.***

يادآوري ۲ - ***اين استاندارد با ويژگي هاي وابسته به دستگاه اندازه گيري سروكار ندارد. همچنين با استفاده از اين استاندارد مي توان تركيبات آلي قابل پالايش مانند بنزن،تولوئن،سيكلوهگزان و كلروفرم را اندازه گيري كرد.***

يادآوري ۳ – ***اگر در نمونه سيانيد ، سيانات و ذرات عنصري كربن (دوده) وجود داشته باشند در كنار كربن آلي اندازه گيري مي شوند.***

---

[۱] –Total carbon
[۲] –Total inorganic carbon
[۳] –Total organic carbon

۳ مراجع الزامي

مدارك الزامي زير حاوي مقرراتي است كه در متن اين استاندارد به آن ها ارجاع داده شده است. بدين ترتيب آن مقررات، جزئي از اين استاندارد محسوب مي شود. در مورد مراجع داراي تاريخ چاپ و/ يا تجديد نظر،اصلاحيه هاوتجديدنظرهاي بعدي اين مدارك مورد نظر نيست.معهذا بهتر است كاربران ذينفع اين استاندارد،امكان كاربرد آخرين اصلاحيه ها وتجديدنظرهاي مدارك الزامي زير را مورد بررسي قرار دهند.درمورد مراجع بدون تاريخ چاپ و/ يا تجديدنظر،آخرين چاپ و/ يا تجديدنظر آن مدارك الزامي ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زير براي كاربرد اين استاندارد الزامي است:

استاندارد ملي ۲۴۴۷ - سال ۱۳۶۳ نمونه برداري آب

۴ اصطلاحات و تعاريف

در اين استاندارد اصطلاحات/ و يا واژه ها با تعاريف زير به كار مي رود .

۴-۱ كربن كل (TC)

مجموع كربن آلي و معدني موجود در آب را كربن كل گويند.

۴-۲ كربن معدني كل (TIC)

مجموع كربن معدني كل موجود در آب را كه شامل كربن عنصري، دي اكسيد كربن كل، منواكسيدكربن، سيانيد، سيانات و تيوسيانات است،كربن معدني كل گويند.

يادآوري- ***دستگاه هاي اندازه گيري TOC اغلب TIC را به صورت دي اكسيدكربن ناشي از بي كربنات و كربنات اندازه گيري مي كنند.***

۴-۳ كربن آلي كل (TOC)

مجموع كربن آلي كل محلول يا معلق موجود درآب را كه شامل سيانات، كربن عنصري و تيوسيانات است،كربن آلي كل گويند.

۴-۴ کربن آلي محلول[۱] (DOC)

مجموع کربن آلي موجود درآب را که شامل سيانات و تيوسيانات بوده و از غشاي داراي منافذ ۰/۴۵ ميکرومترعبور مي کنند،کربن آلي محلول گويند.

۴-۵ کربن آلي فرار[۲] (VOC) يا کربن آلي قابل پالايش[۳] (POC)

کربن آلي موجود در آب که تحت شرايط اين استاندارد مي توان آن را جداسازي نمود.

۴-۶ کربن آلي غير فرار[۴] (NVOC) يا کربن آلي غير قابل پالايش[۵] (NPOC)

کربن آلي موجود در آب که تحت شرايط اين استاندارد نمي توان آن را جدا سازي نمود.

۵ اساس روش آزمون

کربن آلي موجود در آب با احتراق، افزايش اکسيد کننده مناسب، تابش اشعه ماوراء بنفش(UV) يا UV تابش هر اشعه پر انرژي ديگر به دي اکسيد کربن اکسايش مي يابد. کاربرد اشعه ماوراء بنفش (UV) با اکسيژن(به عنوان اکسيد کننده) محدود به آب هايي مي شود که آلودگي پايين دارند و حاوي غلظت پايين TOC. مي باشند

کاربرد اشعه ماوراءبنفش (UV منجر به نتايج پايين TOC) – در صورت وجود مواد هيوميک[۶] خواهد شد.

يادآوري (دي اکسيدکربني را که از طريق اکسيديش تشکيل مي شود، مي توان به طور مستقيم يا غير مستقيم پس از کاهش آن به متان) اندازه گيري نمود. تعيين نهايي دي اکسيدکربن با روشهاي متعددي صورت مي گيرد[۱]، مثلاً حجم سنجي بيناب سنجي مادون قرمز[۲](ترجيحاً در محلول غير آبي)، رسانايي

---

۱ -Dissolved organic carbon
۲-Volatile organic carbon
۳-Purgeable organic carbon
۴-Non-volatile organic carbon
۵-Non-purgeable organic carbon
۶- Humic material

ادامه صفحه قبل – ۶ - مواد هيوميک گروهي از اسيدهاي آروماتيک با وزن مولکولي بالا و ساختارناشناخته هستند که در خاک موجودند.رنگ بيشتر آبهاي سطحي از آن است و احتمالاً از ليگنين پديد مي آيند.

۱- استانداردهاي ASTM ، D ۴۱۲۹، D ۴۷۷۹، D ۴۸۳۹ و D ۵۹۰۴ روشهاي مختلفي را براي اندازه گيري کربن آلي کل ارائه مي کنند.

۲-Infrared spectroscopy titration

گرمايي[۳]،رسانايي سنجي[۴]، كولومتري[۵]،روشهاي مبتني بر استفاده از حسگر حساس به دي اكسيدكربن[۶] و آشكارسازي يونيزاسيون شعله اي[۷] (كه پس از كاهش دي اكسيد كربن به متان به كار برده مي شود).علاوه بر كربن آلي، نمونه آب ممكن است حاوي دي اكسيدكربن يا يونهاي كربنيك اسيد باشد. قبل از اندازه گيري، ضروري است كه اين كربن معدني با پالايش نمونه اسيدي شده با گازهاي عاري از دي اكسيدكربن و تركيبات آلي خارج شود. در طريقه ديگر،هم كربن) را مي TOC) اندازه گيري مي شوند و ميزان كربن آلي كل (TIC) و هم كربن معدني كل (TCكل(براي نمونه هايي مناسب است علي الخصوص روش محاسبه نمود. اينTC از TICتوان با تفاضل) است. مواد آلي قابل پالايش نظير بنزن، TOC) كمتر از كربن آلي كل (TIC(كل كه كربن معدني تولوئن، سيكلوهگزان و كلروفرم ممكن است تا حدودي خارج شوند. در حضور چنين موادي، غلظت) جداگانه تعيين مي شود يا روش تفاضل به كار مي رود. با استفاده از TOCكربن آلي كل ( ) يا حداقل در همان TIC) بايد بيش از كربن معدني كل (TOCروش تفاضل، مقدار كربن آلي كل (اندازه باشد. كربن معدني با اسيدي نمودن و پالايش خارج مي شود يا جداگانه تعيين مي شود.

۶ مواد لازم

تنها از واكنشگرهاي داراي خلوص شيميايي معين استفاده كنيد.

۶-۱ آب رقيق ساز

) آب مورد استفاده براي رقيق سازي و براي تهيه محلولهاي استاندارد بايد به TOCكربن آلي كل ( ) كه اندازه گيري مي TOCاندازه كافي پايين باشد و در مقايسه با پايين ترين غلظت كربن آلي كل (شود، قابل چشم پوشي باشد(به جدول شماره ۱ مراجعه كنيد). انتخاب روش براي اقدامات اوليه رقيق سازي به محدوده غلظت نمونه مورد بررسي كه در جدول شماره ۱ نشان داده شده است، بستگي دارد.

۳-Thermal conductivity
۴-Conductimetry
۵-Coulometry
۶-CO_2-sensitive sensor
۷-Flame ionization detection

) كمتر از ۰/۵ ميلي گرم در ليتر بهتر است TOC يادآوري- ***براي اندازه گيري غلظت كربن آلي كل (رجوع شود به جدول ۱) محلولهاي شاهد و استاندارد را كمي قبل از اجراي آزمون تهيه كنيد.(***

جدول ۱ – ويژگي هاي آب رقيق سازي

روش تهيه آب رقيق سازي	قابل قبول آب رقيق TOCحداكثر mg/lسازي بر حسب	mg/l نمونه برحسب TOC
متراكم سازي[۱] به همراه تابش اشعه ماوراءبنفش(UV)	۰/۱* ۰/۳	كمتر از ۱۰
دوبار تقطير با $KMnO_4/K_2Cr_2O_7$	۰/۵	۱۰ الي ۱۰۰
تقطير	۱	بيش از ۱۰۰
تنها براي آب فوق خالص*		

۶-۲ محلول ذخيره در پتاسيم هيدروژن فتالات ، ρ(org.c)= ۱۰۰۰ ميلي گرم در ليتر

)را كه قبلاً در دماي بين ۱۰۰ تا ۱۲۰درجه سلسيوس $C_8H_5KO_4$ ۲/۱۲۵ گرم پتاسيم هيدروژن فتالات(با ۷۰۰ ميلي ليتر آب(۶-۱) حل به مدت يك ساعت خشك شده است، در بالن حجم سنجي يك ليتري كنيد.سپس آن را به حجم برسانيد.اين محلول به شرطي كه در ظرف كاملاً بسته و در يخچال نگهداري شود، به مدت دو ماه پايدار مي ماند.

۱- Condensation

۶-۳ محلول استاندارد پتاسيم هيدروژن فتالات، ρ(org.c)=۱۰۰ ميلي گرم در ليتر

۱۰۰ ميلي ليتر از محلول ذخيره پتاسيم هيدروژن فتالات (۶-۲) را با پيپت به بالن حجم سنجي يك ليتري منتقل كنيد و با آب (۶-۱) آن را به حجم برسانيد. اين محلول به شرطي كه در ظرفي كاملاً بسته نگهداري شود، به مدت يك هفته پايدار مي ماند.

۶-۴ محلول استاندارد براي تعيين كربن معدني ، ρ(org.c)=۱۰۰۰ ميلي گرم در ليتر

۴/۴۱۵ گرم سديم كربنات(Na_2CO_3) را (كه قبلاً به مدت يك ساعت در دماي (۵± ۲۸۵) درجه سلسيوس خشك شده است) به داخل بالن حجم سنجي يك ليتري منتقل كنيد و تقريباً با ۵۰۰ ميلي ليتر آب (۶-۱) آن را حل كنيد. ۳/۵۰۰ گرم سديم هيدروژن كربنات($NaHCO_3$)را (كه قبلاً به مدت دو ساعت در خشكانه خشك شده است) به آن اضافه كنيد و محلول را با آب (۶-۱) به حجم برسانيد. اين محلول در دماي اتاق به مدت دو هفته پايدار است.

۶-۵ محلول استاندارد براي كنترل كارآيي عملي سيستم

يادآوري ۱- ***در امتحان بين آزمايشگاهي، فتالوسيانين مس به اين منظور به كار مي رود.***

يادآوري ۲- ***فتالوسيانين مس ماده اي سمي است.***

يك محلول آزمون مناسب از فتالوسيانين مس ***(۱۰۰ ميلي گرم در ليتر)***را مي توان به طريقه ذيل تهيه نمود:

در بالن حجم سنجي يك ليتري ۰/۲۵۶ گرم فتالوسيانين مس تترا سولفونيك اسيد(يا نمك سديم آن$C_{32}H_{12}CuN_8O_{12}S_4Na_4$) را در ۷۰۰ ميلي ليتر آب (۶-۱) حل كنيد و به حجم برسانيد. اين محلول به مدت دو هفته پايدار مي ماند.

يادآوري ۳- ***مواد پايدار ديگري را مي توان جانشين ماده شيميايي ذكر شده در بندهاي(۶-۲)،(۶-۴) و (۶-۵) كرد.***

۶-۶ اسيد غير فرار

فسفريك اسيد (H_3PO_4) نيم مولار يا در صورت لزوم اسيد فسفريك غليظ تر براي خارج ساختن دي اكسيد كربن.

۶-۷ گازها

مانند هوا، نيتروژن، اكسيژن عاري از دي اكسيدكربن و ناخالصي هاي آلي. از گازهاي ديگر مطابق مشخصات سازنده دستگاه اندازه گيري استفاده كنيد.

۷ وسايل لازم

لوازم آزمايشگاهي معمول و لوازم ذيل

۷-۱ دستگاه اندازه گيري كربن آلي

۷-۲ وسيله يكنواخت سازي

همزن مغناطيسي با كارآيي لازم براي يكنواخت سازي، دستگاه ماوراء صوت[۱] مناسب يا همزني با سرعت بالا.

۸ نمونه برداري

۸-۱ مطابق اصولي كه در استاندارد ملي ۲۴۴۷ توضيح داده شده است، نمونه را جمع آوري كنيد.

۸-۲ به هنگام نمونه برداري به ويژه در صورت وجود مواد نامحلول اطمينان حاصل كنيد كه نمونه هاي جمع آوري شده نماينده واقعي هستند و مواظب باشيد كه نمونه ها را با مواد آلي آلوده نكنيد.

۸-۳ نمونه هاي آب را در بطريهاي شيشه اي يا پلي اتيلني جمع آوري كنيد. بطريها را نمونه كاملاً از نمونه پر كنيد و در صورتي كه نمونه مشكوك به فعاليت ميكروبي است آن را تاpH حدود دو،با فسفريك اسيد (۶-۶)) اسيدي كنيد.در برخي موارد، مواد فرار در اثر اسيدي كردن نمونه به همراه خروج دي اكسيدكربن از نمونه خارج مي شوند. اگر تركيبات آلي فرار در نمونه وجود داشته باشند، بدون اسيدي كردن نمونه اندازه گيري را انجام دهيد. دراين حالت فاصله زماني ميان نمونه

۱-Ultrasonic apparatus

برداري و آزمون نبايد بيش از۸ ساعت باشد. در غير اين صورت، نمونه را در يخچال در محدوده دمايي ۲ الي ۵ درجه سلسيوس نگهداري كنيد و در مدت زمان كمتر از ۷ روز اندازه گيري را انجام دهيد. اگر چنين كاري مقدور نيست، نمونه را مي توان در محدوده دمايي ۱۵- تا ۲۰- درجه سلسيوس به مدت چند هفته نگهداري كرد.

۹ تهيه نمونه آب

۹-۱ اگر پس از تكان دادن نمونه حصول نمونه اي يكنواخت غير ممكن باشد، از دستگاه مناسب (۷-۲) استفاده كنيد.

۹-۲ بوسيله آزمون جداگانه لايه هاي بالايي و زيرين بطري، مي توان يكنواختي نمونه را مورد بررسي قرار داد.

۹-۳ اگر تنها مواد آلي محلول (DOC) را مي خواهيد اندازه گيري كنيد نمونه را از ميان فيلتر غشا داراي منافذي به اندازه ۰/۴۵ ميكرومتر عبور دهيد و ميزان كربن زير صافي را اندازه گيري كنيد.

يادآوري – ***قبلاً غشا را با آب داغ (۶-۱) شستشو دهيد تا مواد آلي چسبنده كاملاً خارج شوند.***

۱۰ روش كار

۱۰-۱ رسم منحني استاندارد

۱۰-۱-۱ روشهاي مقايسه اي نياز به رسم منحني استاندارد دارند(براي مثال، روشهاي بيناب سنجي مادون قرمز) و در روشهاي مطلق رسم منحني استاندارد به منظور بررسي سيستم تجزيه اي صورت مي گيرد(براي مثال ، در اسيدسنجي يا كولومتري).

۱۰-۱-۲ دستگاه اندازه گيري را مطابق دستورالعمل سازنده تنظيم كنيد.

۱۰-۱-۳ با تجزيه محلولهاي استاندارد پتاسيم هيدروژن فتالات در غلظت هاي مناسب منحني استاندارد را رسم كنيد. براي مثال، براي غلظت هاي جرمي در محدوده ۱۰ تا ۱۰۰ ميلي گرم در

ليتر حداقل ۵ محلول استاندارد که در بندهاي زير توضيح داده شده است، از محلول ذخيره پتاسيم هيدروژن فتالات تهيه کنيد.

۱۰-۱-۴ براي تهيه محلولهاي استاندارد، براي مثال صفر(شاهد)، ۱، ۲، ۳، ۴، ۵ و ۱۰ ميلي ليتر از محلول ذخيره پتاسيم هيدروژن فتالات (۶-۲) را با پيپت برداشته و در داخل يك سري بالن حجم سنجي ۱۰۰ ميلي ليتري منتقل کنيد و آنها را با آب (۶-۱) به حجم برسانيد.

۱۰-۱-۵ محلولهاي استاندارد و شاهد را مطابق دستورالعمل سازنده دستگاه اندازه گيري کنيد.

۱۰-۱-۶ منحني استاندارد را براساس غلظت هاي جرمي TOC (برحسب ميلي گرم کربن در ليتر) نسبت به داده هاي دستگاه اندازه گيري[۱] (I)رسم کنيد.

۱۰-۱-۷ با محاسبه معکوس شيب منحني استاندارد، ضريب استاندارد(f) را برحسب ميلي گرم کربن در ليتر بدست آوريد.

۱۰-۱-۸ اندازه گيري مقدار TIC با تجزيه محلولهاي استانداردي که از محلول بند(۶-۴) ساخته مي شود، ضروري است.

۱۰-۱-۹ مقدار TOC از تفاضل (TC-TIC) بدست مي آيد.

۱۰-۲ روش هاي کنترل

۱۰-۲-۱ محلولهاي آزمون ذکر شده در بندهاي (۶-۲)،(۶-۳)،(۶-۴) يا(۶-۵) را به همراه هر سري از نمونه ها براي بررسي دقت نتايج حاصل از روش آزمون تجزيه کنيد.

۱۰-۲-۲ اگر انحرافات حاصل بيش از معيارهاي کيفيت داخل آزمايشگاهي باشد، دلايل خطاي ذيل را مورد بررسي قرار دهيد:

- اختلال در عملکرد دستگاه اندازه گيري (براي مثال در سيستم اکسيداسيون يا شناسايي، نشت، خطاي کنترل دما يا گاز).
- تغيير در غلظت محلول آزمون.
- آلودگي مجموعه اندازه گيري.

۱-Instrument specific response units

۱۰-۲-۳ به طور منظم کل سيستم اندازه گيري و نشتي را مطابق دستورالعمل سازنده دستگاه بررسي كنيد.

۱۱ اندازه گيري

۱-۱۱ غلظت TOC نمونه ها را مطابق دستورالعمل سازنده دستگاه اندازه گيري كنيد.

۲-۱۱ درصورتي كه TOC به طور مستقيم اندازه گيري مي شود، قبل از تجزيه با اسيدي كردن نمونه تا pH پايين تر از ۲ ، كربن معدني كل را خارج كنيد. با احتياط كاهش مواد آلي فرار را به حداقل برسانيد.

۳-۱۱ غلظت TOC بايد در ناحيه خطي منحني استاندارد قرار داشته باشد.درصورتي كه غلظت TOC در ناحيه خطي منحني استاندارد قرار نداشته باشد،نمونه را رقيق كنيد.

۴-۱۱ قبل از تعيين TOC هر گروه نمونه (براي مثالً در هر ۱۰ اندازه گيري) آزمونهاي كنترل مناسبي را در فواصلي كه توسط سازنده دستگاه توصيه مي شود يا آزمايشگاه مشخص مي كند، انجام دهيد.

۵-۱۱ پس از اسيدي كردن نمونه، براي خارج كردن دي اكسيدكربن يك جريان گاز خنثي خالص (۶-۷) به مدت ۵ دقيقه وارد نمونه كنيد.

۱۲ بيان نتايج

۱-۱۲ روش محاسبه

۱-۱-۱۲ بسته به نوع دستگاه اندازه گيري TOC به كار رفته، انواع مختلفي از قرائت ها را مي توان به دست آورد كه از آن غلظت TOC يا DOC نمونه مورد بررسي محاسبه مي شود. در اندازه گيريهاي ناپيوسته، اين مقادير ممكن است مثلاً برحسب ارتفاع پيك، مساحت پيك يا حجم تيتركننده لازم باشد. معمولاً مساحت پيك گزارش مي شود. از ارتفاع پيك موقعي استفاده كنيد كه ارتفاع پيك متناسب با غلظت باشد.

۲-۱-۱۲ در مواردي كه اندازه گيري TOC يا DOC نيم پيوسته[1] (چند مرحله اي) است، غلظت دي اكسيدكربن حاصل احتراق ماده آلي ثبت مي شود، مثلاً به صورت خطي بر روي نوار ثبات. فاصله اين خط از خط صفر متناسب با غلظت TOC است.

۳-۱-۱۲ غلظت جرمي را با استفاده از منحني استاندارد (۱۰-۱) محاسبه كنيد.

۴-۱-۱۲ همچنين مي توان غلظت جرمي TOC يا DOC را (برحسب ميلي گرم كربن در ليتر) از معادله زير به دست آورد:

$$\text{غلظت جرمي TOC (ميلي گرم ككربن در ليتر)} = (I.f.V)/V_p$$

كه در آن

I داده دستگاه اندازه گيري است،

f ضريب استاندارد برحسب ميلي گرم كربن در ليتر است كه مطابق بند (۱۰-۱) محاسبه مي شود،

V حجم نهايي نمونه آب رقيق شده برحسب ميلي ليتر است و

V_p حجم نمونه اوليه برحسب ميلي ليتر است كه پس از رقيق شدن به حجم V رسانده مي شود.

۵-۱-۱۲ نتايج بسته به خطا (دقت) اندازه گيري با دو يا سه رقم معني دار باید بيان شوند.

مثال :

$\rho(TOC)=$ ۵/۷۶ mg/l

$\rho(TOC)=$ ۵۳۰ mg/l

$\rho(TOC)=$ ۶/۳۲×۱۰^{۳} mg/l

۲-۱۲ دقت

اطلاعات مربوط به تكرارپذيري و تجديدپذيري، كه از آزمونهاي بين آزمايشگاهي به دست آمده است در پيوست اطلاعاتي الف ارائه شده است.

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون بايد شامل اطلاعات زير باشد:

[1] – quasi-continuous

- استاندارد ملي..... كه براساس آن آزمون انجام مي شود.
- تاريخ انجام آزمون
- كليه جزييات ضروري براي شناسايي كامل نمونه مورد آزمون
- جزييات مربوط به نگهداري نمونه هاي آزمايشگاهي قبل از تجزيه،شامل مدت زمان بين نمونه برداري و تجزيه
- اقدامات اوليه بر روي نمونه (زمان ته نشيني، فيلتراسيون)
- غلظت جرمي TOC يا DOC نمونه بر حسب ميلي گرم كربن در ليتر
- جزييات هر انحرافي از روش توصيف شده در اين استاندارد يا هر شرايطي كه در نتايج ممكن است موثر باشد.

يوست الف

(اطلاعاتي)

جدول الف-۱ نتايج آزمونهاي بين آزمايشگاهي براي تعيين TOC

نمونه	TOCمقداراسمي mg/l	متوسط كل TOC mg/l	درصد بازيابي	تجديدپذيري		تكرارپذيري		تعدادآزمايشگاهها	تعدادنتايج تجزيه اي پس از حذف نتايج نادرست	تعدادنتايج نادرست
				درصد ضريب تغييرپذيري	انحراف معيار mg/l	درصد ضريب تغييرپذيري	انحراف معيار mg/l			
۱	۲/۳	۲/۹۹	۱۲۹/۹	۲۳	۰/۶۸۷	۶/۳	۰/۱۹	۵۵	۲۵۹	۱۳
۲	۱۸/۵	۱۹/۲	۱۰۳/۹	۶/۴	۱/۲۳	۲	۰/۳۸	۵۶	۲۶۰	۹
۳	۱۲۰	۱۳۹	۱۱۵/۹	۸/۹	۱۲/۴	۲	۲/۸	۵۴	۲۳۶	۱۶
۴		۳۰۷		۴/۵	۱۳/۹	۱/۲	۳/۸	۵۴	۲۴۴	۲

نمونه ۱: نمك فتالوسيانين مس تترا سولفونيك اسيد.

نمونه ۲: مخلوط پتاسيم هيدروژن فتالات و نمك سديم فتالوسيانين مس تترا سولفونيك اسيد.

نمونه ۳: مخلوط پتاسيم هيدروژن فتالات، پتاسيم هيدروژن كربنات و نمك سديم فتالوسيانين مس تترا سولفونيك اسيد.

نمونه ۴: نمونه واقعي فيلتر شده از فاضلاب صنعتي.

يادآوري ۱ – ***دليل ميزان بازيابي ۱۳۰٪ نمونه ۱ احتمالاً به دليل خطاهاي سيستماتيك مي باشد(عدم توجه يا كم توجهي به غلظت TOC نمونه آب شاهد).***

يادآوري ۲ – ***ميزان بازيابي در مورد نمونه ۳ احتمالاً به دليل غلظت بالاي TICنمونه مي باشد. در موارد مشابه توضيحات سازندگان دستگاه اندازه گيري در مورد حجم اسيد و مدت زمان خارج سازي دي اكسيدكربن اغلب كافي نيستند.***

ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

۷۳۷۹

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

۱st. Revision

پيوست ب

(اطلاعاتي)

تعيين TOC نمونه هاي حاوي ذرات

ب-۱ شرايط اضافي

ويژگي هاي دستگاهي براي اندازه گيري TOC بايد حداقل مناسب براي اندازه گيري ذراتي به اندازه ۱۰۰ ميكرومترباشد.

يادآوري ۱- ***در آزمونهاي بين آزمايشگاهي (جدول ب-۱) نمونه هاي حاوي ذرات بزرگتر از ۱۰۰ ميكرومتر اندازه گيري شده اند.***

يادآوري ۲- ***اگر TOC نمونه حاوي ذرات حتي پس از يكنواخت سازي شديد نتايج تكرارپذيري را حاصل نكند ، بايد نمونه را صاف كرد و TOC نمونه صاف شده و باقيمانده را جداگانه تعيين نمود. سيستم هايي كه بر اساس اكسيداسيون اشعه ماوراء بنفش كار مي كنند براي تعيين ميكروسلولز [۱] مناسب نمي باشند.(رجوع شود به جدول ب-۱)***

---

[۱] – Microcellulose

ب-۲ سوسپانسيون آزمون براي فرآيند كنترل ذرات

اين سوسپانسيون آزمون براي بررسي يكنواختي و بازيابي اجزاي نمونه كه كاملاً حل نشده است به كار مي رود. براي تهيه اين سوسپانسيون ۲۲۵ ميلي گرم سلولز $(C_6H_{10}O_5)_n$ را به درون بالن حجم سنجي يك ليتري منتقل كنيد(اندازه ذرات بايد در محدوده۲۰ الي۱۰۰ميكرومتروغلظت كربن سوسپانسيون نمونه آزمون ۱۰۰ ميلي گرم در ليتر باشد)، آن را با آب خيس كنيد. سپس آن را به حجم

برسانيد و با همزن مغناطيسي تا تشكيل يك سوسپانسيون يكنواخت هم بزنيد. از دستگاه ماوراءصوت نبايد استفاده كنيد زيرا اندازه ذرات را كاهش مي دهد. اين مخلوط در يخچال به مدت دو هفته پايدار است ولي ضروري است كه قبل از هر بار استفاده كردن آن را هم بزنيد.

ب-۳ فرآيند كنترل ذرات

توصيه مي شود كه براي هر سري تجزيه نمونه هاي حاوي ذرات جامد، يكنواختي و بازيابي اجزاي معلق نمونه را با استفاده از سوسپانسيون آزمون (ب-۲) مورد بررسي قرار دهيد. بخشي از نمونه را برداشته و هم بزنيد. اگر از نمونه بردار خودكار[۱] استفاده مي كنيد، نمونه ها را بايد در طي تجزيه به طور مداوم هم بزنيد. مقدار متوسط سه اندازه گيري بايد بين ۹۰ و ۱۱۰ ميلي گرم در ليتر باشد، ضريب تغييرپذيري مربوط به تكرارپذيري بايد كمتر از ۱۰٪ باشد.

يادآوري ۱- *در اين آزمون اندازه ذرات مهم است.*

يادآوري ۲- ***با همزن نوسان كننده يكنواختي مطلوب بدون جداسازي ذرات فراهم مي شود.***

ب ــ ۴ داده هاي كارآيي

رجوع شود به جدول ب-۱ .

جدول ب-۱ نتايج آزمونهاي بين آزمايشگاهي براي تعيين TOC

۱-Autosampler

نمونه	مقدار اسمي TOC mg/l	متوسط كلTOC mg/l	درصد بازيابي	تجديدپذيري		تكرارپذيري		تعداد آزمايشگاه ها
				درصد ضريب تغييرپذيري[1]	انحراف معيار mg/l	درصد ضريب تغييرپذيري	انحراف معيار mg/l	
الف-۱	۲۰	۱۶/۶۵	۸۳/۲	۴۵/۱	۷/۵	۱۲/۰	۲	۳۲
ب-۱	۲۰	۰/۵۳	۲/۷	۷۵/۰	۰/۴	۲۷/۳	۰/۱۵	۱۵

نمونه الف-۱ : ريز بلور سلولز (تعيين بوسيله احتراق)
نمونه ب-۱ : ريز بلور سلولز (اكسيداسيون با اشعه ماوراءبنفش)

۱- Variation coefficient