

T/QAS

青海省标准化协会团体标准

T/QASXXXXX—2021

卤水中总有机碳的测定——TOC

2021-XX-XX 发布

2021-XX-XX 实施

青海省标准化协会

发布

前 言

本文件按照 GB/T1.1-2021《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》规定起草。

本文件由青海省柴达木综合地质矿产勘查院提出。

本文件由青海省标准化协会归口。

本文件起草单位：青海省柴达木综合地质矿产勘查院、青海省地质矿产测试应用中心、青海省盐化工产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：刘磊、李温文、张婵、郭敏、马成冰、李得刚、石华、薛超群、朱琳、杜作朋、刘宏、王兴权。

卤水中总有机碳的测定——TOC

警示：使用本文件的人员应经培训后方能使用。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者应采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了卤水中总有机碳的测定方法。

本文件适用于卤水中总有机碳的测定。方法检出限：0.35 mg/L，测定范围：0.35 mg/L～20 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将卤水中的总有机碳氧化成二氧化碳，并测定其含量。利用二氧化碳与总有机碳之间碳含量的对应关系，对卤水中总有机碳进行定量测定。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中均使用优级纯试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 20%盐酸（分析纯）；

5.2 超纯水；

5.3 邻苯二甲酸氢钾 1000mg/L（分析纯）；

5.4 碳酸氢钠（分析纯）；

5.5 碳酸钠（分析纯）

6 仪器设备 实验中涉及到的主要仪器和条件如下，未提到的参见附录 A。

6.1 multiN/C 2100S 总有机碳分析仪；

6.2 分析天平：感量 0.1mg。

6 试样

试样保存在蜡封的硬质玻璃瓶中。

7 分析步骤

7.1 样品前处理

样品摇匀后静置取上层清液待测，同时制备空白溶液。

7.2 系列标准溶液

吸取邻苯二甲酸标准储备溶液(5.3)置于1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，备用。

表1 系列标准溶液

标准系列	1	2	3	4	5
进样体积 (ul)	100	200	300	400	500

7.3 校准曲线绘制

测定前，根据仪器性能，进行氧气流量等测量条件优化，测定完成后由计算机软件自动绘制的校准曲线并存储数据。

7.4 测定

将仪器调节至工作范围内直接进行样品测定。

8 数据处理

水样中总有机碳的质量浓度计算见式

$$\rho\text{ (TOC)}=\frac{I\times f\times V}{V_0}$$

$\rho\text{ (TOC)}$ —水样总有机碳的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

I —仪器的响应值；

F —校准系数，单位为毫克每升（mg/L）；

V —（稀释后）测定样的体积（100ml）；

V_0 —（稀释前）原水样的体积，单位为（ml）。

结果数值修约按照GB/T 8170《数值修约规则与极限数值的表示和判定》进行。

9 质量控制

10.1 准确度

一批次试样数在10个以下时,取至少一个加标回收试样,10个以上试样时,加标回收试样数比例10%。试样中待测组分的加标回收率控制在90%~110%,超出此范围判定为不合格。

加标回收率按公式(2)计算:

回收率 (%) = $\frac{\text{加标标试样测试值} - \text{试样测试值}}{\text{加标量}} \times 100\%$ (2)

10.2 精密度

每一批试样随机抽取10%的试样作为检查分析样。一批少于10个试样,取至少一个检查试样。重复分析相对偏差允许限依据公式(3)计算:

$Y = 11.0CX^{-0.28}$ (3)

式中:

- Y — 重复分析相对偏差允许限, %;
- X — 各组分分析结果的浓度值, mg/L;
- C — 重复分析相对偏差允许限系数, 参照DZ/T 0130取C=1.5。

重复分析结果的相对偏差依据相应的重复分析相对偏差允许限判断,小于等于重复分析相对偏差允许限时,为合格;大于重复分析相对偏差允许限时,为不合格。

10.3 空白试验

应随同实验进行双份空白试验,所用试剂应取同一批试剂,加入同等的量。

10 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液,应置于密闭容器中分类保管,并送有资质的单位无害化处理。

附 录 A
(资料性)
仪器测试条件

本实验采用multiN/C 2100S 总有机碳分析仪进行测定分析，每款仪器具体条件会有不同，可根据具体情况调节，参考测试条件如下：

氧气流量：

In: 160.2 L/min

Out: 160.0L/min

炉子: 851℃

帕尔贴: 4℃
