

~~~~~

***Bepaling van Totaal Organische Koolstof (TOC)  
en/of Opgeloste Organische Koolstof (DOC) in water***

~~~~~

INHOUD

1	TOEPASSINGSGEBIED	3
2	PRINCIPE	3
3	OPMERKINGEN.....	3
4	APPARATUUR EN MATERIAAL.....	3
4.1	APPARATUUR	3
4.2	MATERIAAL.....	4
5	REAGENTIA EN OPLOSSINGEN	4
5.1	REAGENTIA	4
5.2	OPLOSSINGEN	4
6	PROCEDURE	5
6.1	KALIBRATIE	5
6.2	METEN VAN ONBEKENDE.....	5
7	KWALITEITSCONTROLE	6
8	BEREKENING.....	6
9	REFERENTIES.....	6

1 TOEPASSINGSGEBIED

TOC is een maat voor het koolstofgehalte van het in het water aanwezige opgeloste en onopgeloste organische materiaal. DOC is een maat voor het opgeloste (na filtratie) organische koolstof gehalte. TOC en DOC geven geen informatie over de aard van de organische substantie.

Deze methode laat toe het organische koolstofgehalte te bepalen in drinkwater, grondwater oppervlaktewater, zeewater en afvalwater. De methode is naar onder toe gelimiteerd tot 0.5 mg C/l. Hoge concentraties kunnen bepaald worden na verdunnen.

2 PRINCIPE

Het TOC-gehalte wordt indirect gemeten door een verschilmeting tussen het TC en het TIC-gehalte.

Definities

- TOC :Totaal organische koolstof
- TIC: Totaal anorganische koolstof
- TC : Totale koolstof

Het TC-gehalte wordt bepaald door katalytische verbranding van het monster bij 600 °C onder zuurstofatmosfeer. Het gevormde CO₂ wordt rechtstreeks gemeten d.m.v. infrarood spectrometrie.

Het TIC-gehalte wordt bepaald door de injectie een hoeveelheid staal in verdund fosforzuur. De anorganische koolstof wordt vrij gezet onder de vorm van CO₂. Het gevormde CO₂ wordt rechtstreeks gemeten d.m.v. infrarood spectrometrie

3 OPMERKINGEN

- Indien cyanides, cyanaten, isocyanaten en elementaire koolstofpartikels (roet) aanwezig zijn in het waterstaal, zullen deze samen met de organische koolstof bepaald worden.
- Purgeerbare organische substanties, zoals benzeen, toluen, cyclohexaan en chloroform kunnen gedeeltelijk ontsnappen tijdens de staalname.
- Organisch gebonden zwavel en vrije sulfiden kunnen aanleiding geven tot een te hoog TOC-resultaat.

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

4.1 Apparatuur

4.1.1. TOC-apparaat bestaande uit volgende onderdelen.

- TOC-eenheid met een oven voor TC-bepaling en een reactor voor TIC-bepaling.

- Detectie-eenheid (NDIR-spectrometer)
- Autosampler met automatische roerder geschikt voor de homogenisatie van gedispergeerd materiaal.
- Personal computer voor gegevens verwerking.

4.2 Materiaal

- 4.2.1. Standaard laboratorium glaswerk
- 4.2.2. Automatische pipet van 100-1000µl

5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

Alle reagentia hebben een pro analyse zuiverheidsgraad. Hygroscopische bestanddelen worden bewaard in een dessicator.

Alle oplossingen worden bereid met ultrapure water.

Het TOC-gehalte van het water dat gebruikt wordt voor het maken van verdunningen en calibratiestandaarden moet verwaarloosbaar zijn ten opzicht van de laagste TOC-waarde die bepaald moet worden.

5.1 Reagentia

- 5.1.1. Kaliumwaterstoftalaat ($C_8H_5KO_4$)
- 5.1.2. Natriumwaterstofcarbonaat ($NaHCO_3$)
- 5.1.3. Ultra pure water
- 5.1.4. Fosforzuur (85%)l

5.2 Oplossingen

- Kaliumwaterstofphtalaat; stockoplossing: 1000 mg C/l
Los 2.125 g kaliumwaterstofphtalaat ($C_8H_5KO_4$) (5.1.1.) (gedroogd bij 105 °C gedurende 1 uur) op in ultrapure water en leng aan tot 1 liter. Deze oplossing is stabiel gedurende 2 maanden, bewaard in een goed afgesloten fles in de koelkast.
- Natriumwaterstofcarbonaat; stockoplossing: 1000 mg C/l
Los 6.994 g natriumwaterstofcarbonaat ($NaHCO_3$) (5.1.2.) op in ultrapure water en leng aan tot 1 liter. Deze oplossing is stabiel gedurende 2 maanden, bewaard in een goed afgesloten fles in de koelkast.
- Controlestandaard; stockoplossing: 1000 mg C/l
Los 1.0625 g kaliumwaterstofphtalaat (5.1.1.) en 3.497 g natriumwaterstofcarbonaat (5.1.2.) op in ultrapure water en leng aan tot 1 liter
TC = 1000 mg C/l
TIC = 500 mg C/l
TOC = 500 mg C/l
- Fosforzuur (85 %) 1/2
Verdun het fosforzuur in een verhouding van 1 deel water t.o.v. 1 deel fosforzuur.

6 PROCEDURE

6.1 Kalibratie

Alvorens een eigenlijke bepaling uit te voeren, moet het systeem gekalibreerd worden door aangepaste standaardoplossingen te analyseren. De kalibratie moet afzonderlijk uitgevoerd worden voor de TC- en de TIC-bepaling.

In alle waters is een hoeveelheid opgeloste CO₂ aanwezig die afhankelijk is van de temperatuur en de CO₂-concentratie in de lucht. Een echte blanco-oplossing bestaat dus niet, daarom moet in de ijking ook telkens een blanco-oplossing mee bepaald worden

TC-kalibratie:

Bereid vanuit de stockoplossing (1000 mg C/l) van kaliumwaterstofphtalaat tenminste 5 kalibratie-oplossingen die het betreffende meetgebied bestrijken.

TIC-kalibratie:

Bereid vanuit de stockoplossing (1000 mg C/l) van natriumwaterstofcarbonaat tenminste 5 kalibratie-oplossingen die het betreffende meetgebied bestrijken.

De kalibratiecurve wordt bekomen door concentraties van de ijkoplossingen (in mg C/l) uit te zetten t.o.v. de instrument specifieke responseenheid (de integraal van de piekoppervlakte). De omgekeerde waarde van de helling van de resulterende kalibratiecurve is de kalibratiefactor f in mg/l.

6.2 Meten van onbekende

De te analyseren monsters worden gemeten voor zowel TC als TIC volgens de instructies van het apparaat. Het verschil tussen beide metingen geeft de TOC-waarde.

Is de meetwaarde van een staal gelegen buiten het ijkgebied, dan kan het staal verdund worden met ultra pure water tot dat deze binnen het ijkgebied valt.

7 KWALITEITSCONTROLE

Bij elke reeks metingen wordt een controleanalyse uitgevoerd.

- Controlestandaard: Maak uitgaande van de controle stockoplossing (1000 mg C/l) een geschikte verdunning zodat deze gelegen is binnen het ijkgebied. De resultaten van de controlestandaard worden bijgehouden in een controle kaart.

Als de grenzen van de controlekaart overschreden worden, moeten volgende oorzaken of fouten onderzocht worden.

- slecht functioneren van het instrument (vb. in het oxidatie- of detectiesysteem, lekken, fouten met de temperatuur of de gasflow.
- foutieve concentraties van controlestandaard of ijkoplossingen.
- Contaminatie van het meetsysteem. Het meetsysteem moet regelmatig gecontroleerd worden volgens de instructies van de fabrikant.

8 BEREKENING

Bereken de concentraties aan de hand van de kalibratiecurve.

De TC- of TIC-concentratie, berekend in mg/l, kan ook bekomen worden door de volgende vergelijking.

$$C = (I \times f \times V) / V_p$$

Waarbij:

C	concentratie TC of TIC in mg/l
I	de instrument specifieke respons (meestal piekoppervlakte)
f	de kalibratiefactor in mg/l (zie 7.1)
V	het volume van het verdunde waterstaal in ml
V _p	het volume staal dat werd verdund tot V in ml

De resultaten worden uitgedrukt in milligram koolstof per liter.

Het aantal beduidende cijfers bij de weergave van het resultaat hangt af van de precisie van het meettoestel.

9 REFERENTIES

- NBN EN 1484 (1e uitg., september 1997): wateranalyse – richtlijn voor het bepalen van de totale organische koolstof (TOC) en van de opgeloste organische koolstof (DOC)