



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

无机化工产品中总碳和总有机碳含量 测定通用方法

General method for the determination of TC and TOC in inorganic chemical
products

征求意见稿

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

无机化工产品中总碳和总有机碳含量测定通用方法

警告：本文件中所使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了无机化工产品中总碳和总有机碳含量测定的一般规定、取样与样品前处理、干扰与消除、总碳和总有机碳含量的测定、精密度与准确度。

本文件适用于无机化工产品中总碳和总有机碳的测定。

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—2008 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

JJG 821 总有机碳分析仪检定规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

总碳 total carbon (TC)

标准物质或无机化工产品中含有的碳元素的总量。

3.2

总有机碳 total organic carbon (TOC)

标准物质或无机化工产品中以有机形式存在的碳元素的总量。

4 一般规定

4.1 本文件所用试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂。

4.2 本文件所用水，在没有注明其他要求时，均指 GB/T 6682—2008 中规定的三级水制备的无二氧化碳的水。高纯及电子级无机化工产品总碳与总有机碳测定过程中用水总碳含量应不高于 0.1 mg/kg。上述实验用水随用随制备。

4.3 试验中所用的杂质标准溶液、试剂和制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5 取样与样品前处理

5.1 无机化工产品取样按照产品标准中检验规则的取样要求进行。

5.2 溶于水固态无机化工产品或液体无机化工产品应现取现测定或参照产品标准中的样品保存方式保存后测定，有悬浮物情况下应静置后取上清液或离心后取上清液作为待测试样。

5.3 不溶于水、微溶于水无机化工块状或大颗粒状产品应经过研磨后（粒径 150 μm～250 μm），作为待测试样。

6 干扰与消除

液体产品或溶于水无机化工产品溶液中硫酸根离子（ SO_4^{2-} ）、氯离子（ Cl^- ）超过 400 mg/L，硝酸根离子（ NO_3^- ）超过 100 mg/L，磷酸根离子（ PO_4^{3-} ）超过 100 mg/L，硫离子（ S^{2-} ）超过 100 mg/L 会对测定过程产生干扰。可进行稀释处理，或按照仪器说明书处理。

不溶于水、微溶于水的无机化工产品测定过程如有上述问题需减少取样量，并按照仪器说明书处理。

7 总碳和总有机碳含量的测定

7.1 溶于水无机化工产品和液体产品测定

7.1.1 原理

将试样分别导入总碳反应器（370 °C～1200 °C）与无机碳反应器中，经高温催化氧化或湿化学氧化，使有机碳和无机碳均转化为二氧化碳；经无机碳反应器的试样经酸化使无机碳转化为二氧化碳。其所生成的二氧化碳依次引入非分散型红外线检测器。由于一定波长的红外线被二氧化碳选择吸收，在一定浓度范围内二氧化碳对红外线吸收的强度与二氧化碳的浓度成正比，实现对试样总碳（TC）、无机碳（IC）进行定量测定。其差值为总有机碳（TOC）的含量。

注1：也可计算无机碳含量，试样酸化曝气后直接测定总有机碳含量，具体见附录A。

7.1.2 试剂或材料

7.1.2.1 邻苯二甲酸氢钾：基准试剂或优级纯。

注：也可用蔗糖（ $C_{12}H_{22}O_{12}$ ）或葡萄糖（ $C_6H_{12}O_6$ ）基准试剂。

7.1.2.2 无水碳酸钠：基准试剂或优级纯。

7.1.2.3 碳酸氢钠：基准试剂或优级纯。

7.1.2.4 有机碳标准溶液：1mL 溶液含有机碳（C）1 mg。称取预先于 120℃干燥 2h 的邻苯二甲酸氢钾 2.1254 g，加水溶解，全部转移至 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液在 4℃条件下保存期不超过两个月。

7.1.2.5 无机碳标准溶液：1mL 溶液含无机碳（C）0.5 mg。称取预先于 105℃干燥至质量恒定的无水碳酸钠 2.208 g 和碳酸氢钠 1.750g，置于烧杯中，加水溶解，全部转移至 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液在 4℃条件下保存期不超过一周。

7.1.2.6 总碳标准溶液：200 mg/L。移取 25 mL 有机碳标准溶液和 50 mL 无机碳标准溶液置于 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液在 4℃条件下保存期不超过一周。

7.1.2.7 磷酸溶液：1+4，优级纯试剂配制。

7.1.3 仪器设备

满足JJG 821规定的总有机碳分析仪：配有液体进样器。

7.1.4 试验步骤

7.1.4.1 工作曲线的绘制

在一系列100 mL容量瓶中，分别加入0.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00mL、40.00 mL、100.00 mL总碳标准溶液，以水稀释至刻度，混匀。将总有机碳分析仪调整至最佳工作条件，分别导入总碳反应室与无机碳反应器，测定上述溶液相应的响应值（吸收峰高或峰面积），以标准溶液中总碳、无机碳的系列溶液浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标，对应的吸收峰峰高或峰面积为纵坐标，分别绘制总碳和总无机碳的工作曲线。

7.1.4.2 试验

称取两份适量质量试样（精确至0.000 2 g），分别置于100 mL烧杯中，加约20 mL水溶解或稀释，全部转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。在总有机碳分析仪上，按仪器操作程序，测定第一份试样信号响应值，从总碳工作曲线上查得总碳的质量浓度；第二份试样加入过量磷酸溶液后测定信号响应值，从无机碳工作曲线上查得无机碳的质量浓度。

同时同样以水做空白试验。

注2：试验溶液如与磷酸溶液生成沉淀，可更换为盐酸溶液（1+4）。

7.1.5 试验数据处理

总碳的含量以质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{\rho_{TC} \times 100 \times 10^{-6}}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

总有机碳 (TOC) 含量以总有机碳 (TOC) 质量分数 w_2 计, 按公式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{\rho_{TC} \times 100 \times 10^{-6}}{m_1} \times 100\% - \frac{\rho_{IC} \times 100 \times 10^{-6}}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_{TC} ——从总碳标准曲线上查出的试验溶液中总碳浓度的数值, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

ρ_{IC} ——从无机碳标准曲线上查出的试验溶液中无机碳浓度的数值, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

m_1 ——第一份试料质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 ——第二份试料质量的数值, 单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

7.2 不溶于水、微溶于水无机化工产品测定

7.2.1 原理

试样由固体进样器分别导入高温燃烧管 ($900\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$) 与无机碳反应器中, 经高温催化氧化, 使有机碳和无机碳转化为二氧化碳; 经无机碳反应器的试样, 酸化后使无机态碳转化为二氧化碳。其所生成的二氧化碳依次引入非分散型红外线检测器。一定波长的红外线被二氧化碳选择吸收, 在一定浓度范围内二氧化碳对红外吸收的强度与二氧化碳的浓度成正比, 实现对试样总碳 (TC) 和无机碳 (IC) 定量测定, 其差值为总有机碳 (TOC) 的含量。

注: 也可计算无机碳含量, 试样酸化后直接测定总有机碳含量, 具体见附录A。

7.2.2 试剂或材料

7.2.2.1 葡萄糖 ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$): 基准试剂或优级纯。预先于 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 2h~3h 除去大部分水分后再升温至 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$, 干燥 1h 以上, 干燥器中冷却至室温。

注: 也可用蔗糖 ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{12}$) 或邻苯二甲酸氢钾 ($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_4\text{K}$)。

7.2.2.2 无水碳酸钠 (Na_2CO_3): 基准试剂或优级纯。预先于 $280\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 1h 以上, 干燥器中冷却至室温。

7.2.2.3 磷酸溶液: 1+4, 优级纯试剂配制。

7.2.3 仪器设备

满足JJG 821规定的总有机碳分析仪: 配有固体进样器与陶瓷样品舟, 测定总碳前, 样品舟需清洗干净后放入高温炉中, $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘 20 min, 冷却至室温后备用; 在测定无机碳前, 需将样品舟浸入 2 mol/L 的盐酸溶液中 10 min 后取出后, 用水冲洗干净后放入烘箱中烘干后备用。

7.2.4 试验步骤

7.2.4.1 工作曲线的绘制

将总有机碳分析仪调整至最佳工作条件, 于样品舟中准确称取葡萄糖 0.0 mg、2.0 mg、4.0 mg、8.0 mg、12.0 mg、16.0 mg、20 mg, 由固体进样器进样, 用于总碳曲线测定。于样品舟中准确称取无水碳

酸钠0.0 mg、2.0 mg、4.0 mg、8.0 mg、12.0 mg、16.0 mg、20 mg，用于无机碳曲线测定。分别绘制总碳和无机碳的工作曲线。

7.2.4.2 试验

称取两份适量质量的试样（精确至0.000 2 g），分别置于固体进样器中，在总有机碳分析仪上，按仪器操作程序，测定第一份试样信号响应值，从总碳工作曲线上查得总碳的质量；第二份试样加入过量磷酸溶液后测定信号响应值，从无机碳工作曲线上查得无机碳的质量。

同时同样做空白试验。

7.2.5 试验数据处理

总碳的含量以质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_{TC}}{m_1} \times 100\% \quad \text{.....(3)}$$

总有机碳的含量以质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_{TC}}{m_1} \times 100\% - \frac{m_{IC}}{m_2} \times 100\% \quad \text{.....(4)}$$

式中：

m_{TC} ——从工作曲线上查得第一份试样中总碳（TC）的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_{IC} ——从工作曲线上查得第二份试样中无机碳（IC）的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_1 ——第一份试料质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_2 ——第二份试料质量的数值，单位为毫克（mg）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8 精密度

无机化工产品中总碳和总有机碳含量平行试验的实验室内变异系数不大于表1的要求。

表1 实验室内变异系数要求

被测组分含量	实验室内变异系数
10 mg/kg	7.5 %
100 mg/kg	5.3 %
1000 mg/kg	3.8 %
1 %	2.7 %
10 %	2.0 %

注：本表引自GB/T 27417-2017中附录B。

9 准确度

试样加标回收率控制范围，差值法为80 %～120 %，直接测定法为90 %～110 %。

附 录 A

(资料性)

直接法计算无机碳和测定总有机碳

A.1 碳化物、碳酸盐、碳酸氢盐等无机化工产品中无机碳含量测定

碳化物、碳酸盐、碳酸氢盐等无机化工产品中的无机碳含量(IC)可由产品主含量测定结果计算其中无机碳含量。

A.2 总有机碳直接测定

试样经酸化曝气,其中的无机碳转化为二氧化碳被去除,再将试样导入总碳反应器中,可直接测定总有机碳。

参 考 文 献

- [1] GB/T 27417-2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南
-