

# 应用最新环境国标 HJ 501-2009 分析废水样品

No.TOC-007

**摘要：** 本文应用最新环境国标HJ 501-2009对废水样品进行检测。经分析新国标方法的标准曲线线性关系良好，检测限小于0.06 mg/L，同时具有非常好的回收率。

**关键词：** 环境国标 废水 TOC

有机物大量排放是目前江河、湖泊水污染的主要原因之一。而对于水中有机物的含量的检测也因此成为环境监测的重要课题。目前，水体有机物污染的综合指标主要有COD（化学耗氧量）、BOD（生物耗氧量）和TOC（总有机碳）。而TOC因为相对于COD和BOD的检测，有分析时间短，分析结果稳定的优点，从而成为目前最主要的有机物污染指标。

早在七十年代初期,美国和日本就已经纷纷把总有机碳(TOC) 作为来监测水体中的有机物含量的重要指标。我国在1991年首次公布以非色散红外燃烧法为基础的TOC检测标准—GB13193。1996年公布的GB 89782《污水综合排放标准》中又明确规定了TOC的排放限制。2000年12月8日，国家环保总局在《环境监测仪器发展指南》中把TOC分析仪列为重点发展仪器。并在2001年公布针对TOC 检测方法的环境国标HJ/T71-2001。

随着我国的水环境保护管理和环保产业的发展，在兼顾我国国情和水环境基本特点的同时,借鉴国外发达国家的先进经验，于今年发布了于12月1日正式实行的新的环境国标方法—HJ501-2009，代替已经执行多年的GB13193-91和HJ/T71-2001。新国标体现了《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》以人为本的精神，在原标准基础上对地表水、地下水、生活污水和工业废水中总有机碳（TOC）的测定具有广泛的适用性，从而极大的完善了现行的环境监督保准。

本方法以应用最近环境国标对废水样品的检测进行分析验证。

## ■ 实验部分

### 1、仪器及试剂

Shimadzu TOC-V<sub>CPH</sub>型总有机碳分析仪

邻苯二甲酸氢钾，优级纯

无水碳酸钠，优级纯

无水碳酸氢钠，优级纯

分析条件

催化剂：常规灵敏度 白金触媒

气体：高纯氧气

载气流速：150 mL/min

分析方法

HJ501-2009环境国标方法。

## ■ 结果与讨论

### 1、标准曲线

取优级纯邻苯二甲酸氢钾到烘箱在115℃干燥至恒重，在干燥器中冷却至室温，准确称量0.8502 g（精确到0.1 mg），溶解后转移到1000 mL容量瓶中定容。配制而成的有机碳标准溶液（TOC = 400 mg/L）。取优级纯碳酸钠到烘箱在105℃干燥至恒重，在干燥器中冷却至室温，准确称量1.7634g（精确到0.1 mg），溶解后转移到1000 mL容量瓶，同样取优级纯碳酸氢钠在干燥器干燥至恒重，准确称量1.4000g（精确到0.1 mg），溶解后转移到前面的容量瓶中，然后定容。配制而成的无机碳标准溶液（IC = 400 mg/L）。

TC和IC的标准曲线：用移液管取TOC标准溶液50 mL，和IC标准溶液50 mL到200 mL容量瓶中，稀释定容，配置成差减法工作液（TC=200 mg/L、IC=100 mg/L）。取一组7个100ml容量瓶，分别加入0.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、40.00 mL、100.00 mL毫升差减法工作液，稀释定容，得到TC浓度为0.00 mg/L、4.00 mg/L、10.00 mg/L、20.00 mg/L、40.00 mg/L、80.00 mg/L、200.00 mg/L和IC浓度为0.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、20.00 mg/L、40.00 mg/L、100.00 mg/L的标准系列溶液。经仪器分析。

表1 TC标准曲线

序列号	TC 浓度 (mg/L)	响应面积
1	0.00	0.4839
2	4.00	18.66
3	10.00	46.95
4	20.00	92.86
5	40.00	182.6
6	80.00	364.1
7	200.00	910.2

$R^2 > 0.9999$   
斜率  $k = 4.551$

标准曲线

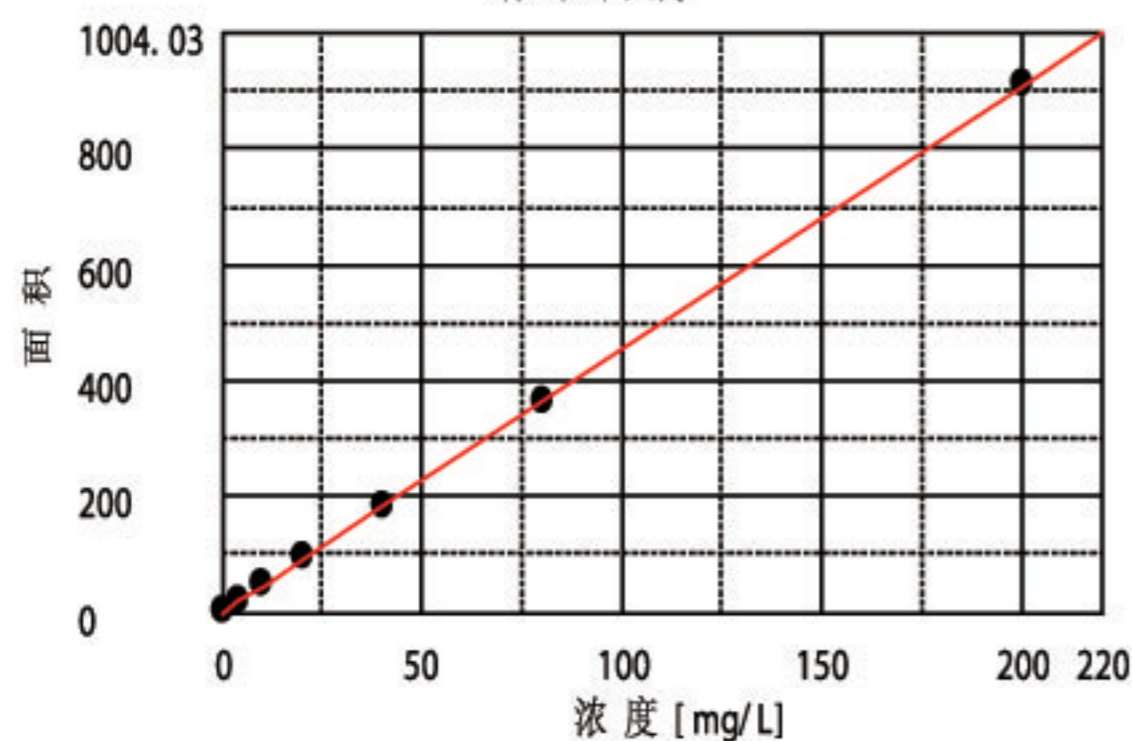


图1 TC标准曲线

表2 IC标准曲线

序列号	IC 浓度 (mg/L)	响应面积
1	0.00	0.6199
2	2.00	10.27
3	5.00	24.14
4	10.00	47.25
5	20.00	91.36
6	40.00	181.2
7	100.00	457.6

$R^2 > 0.9999$   
斜率  $k = 4.563$

标准曲线

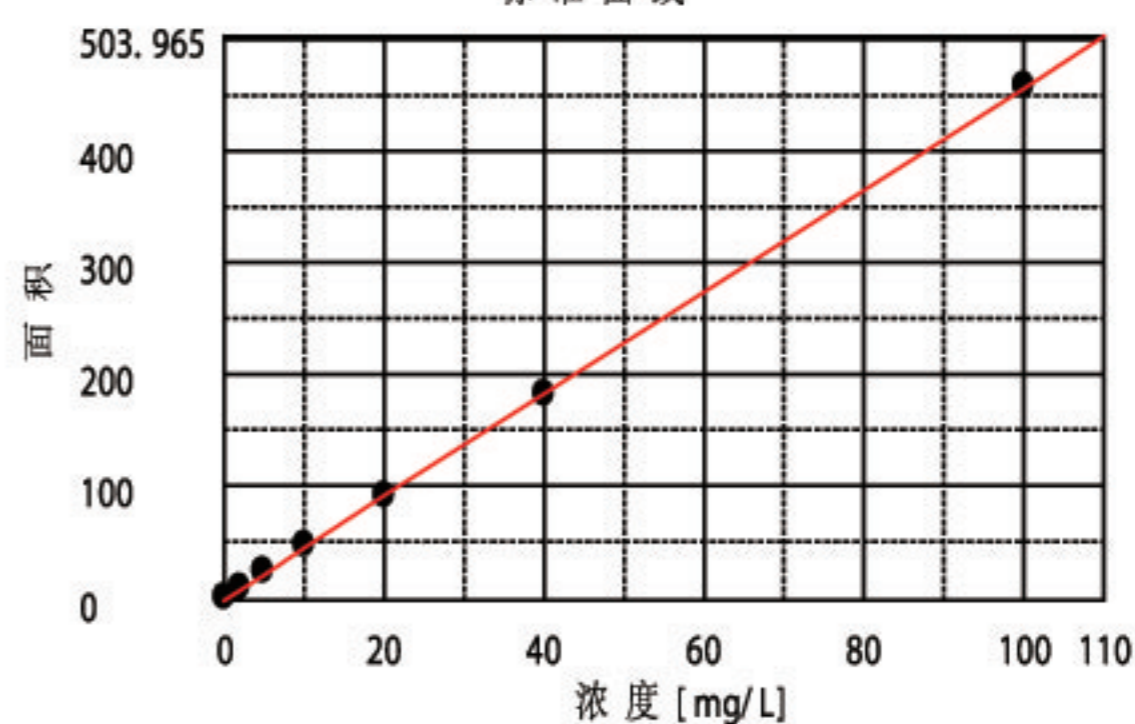


图2 IC标准曲线

(仪器自动按线性回归计算标准曲线。)

NPOC标准曲线，用移液管取TOC标准溶液50 ml到200 ml容量瓶中，稀释定容，配置成直接法工作液（TOC=100 mg/L）。取一组7个100 ml容量瓶，分别加入0.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、40.00 mL、100.00 mL直接法工作液，稀释定容，得到TOC浓度为0.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、20.00 mg/L、40.00 mg/L、100.00 mg/L的标准系列溶液。经仪器分析。

表3 NPOC标准曲线

序列号	NPOC 浓度 (mg/L)	响应面积
1	0.00	1.196
2	2.00	10.46
3	5.00	24.25
4	10.00	46.22
5	20.00	91.20
6	40.00	181.4
7	100.00	453.1

$R^2 > 0.9999$   
斜率  $k = 4.516$

标准曲线

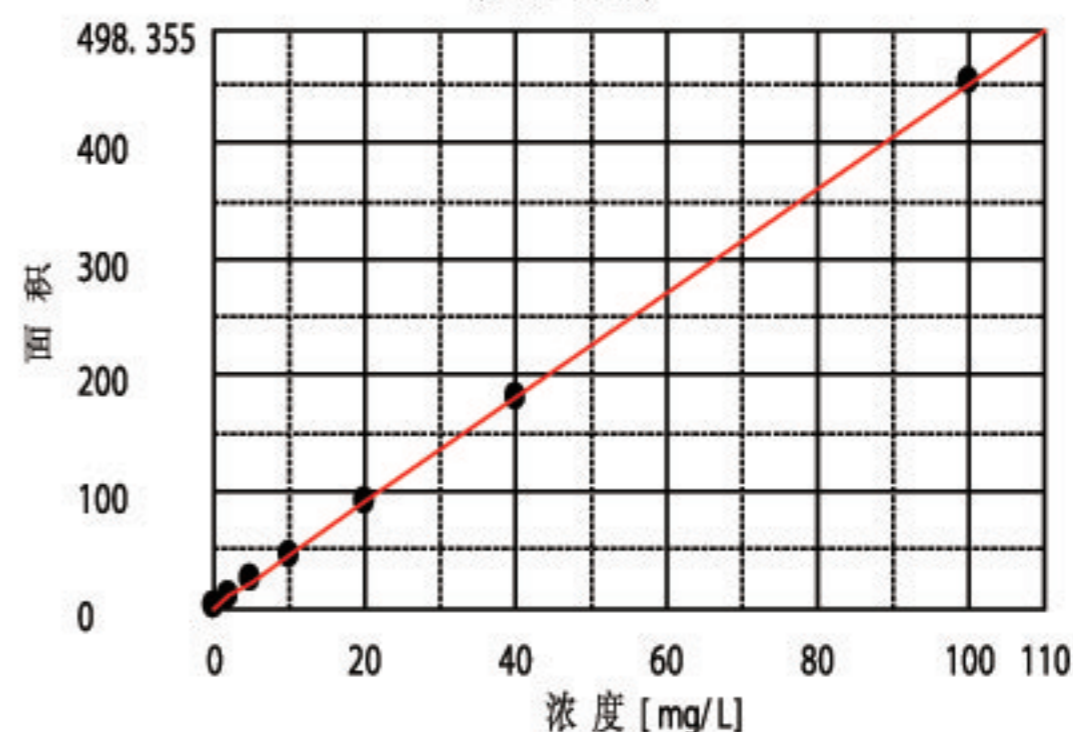


图3 NPOC标准曲线

## 2、空白试验

取二次蒸馏水为无二氧化碳水进行检测,三次测量取变异系数较小的两个,得空白数据:

NPOC= 0.1881 mg/L。均小于0.5 mg/L 符合国标方法要求。

### 3、检测限试验

取二次蒸馏水为无二氧化碳水进行6次检测，得到数据如下：

表4 检测限数据

序列号	NPOC 浓度 (mg/L)	NPOC 平均浓度 (mg/L)	面积	平均面积	面积标准偏差	检测限 (mg/L)
1	0.2107		0.9516			
2	0.1782		0.8048			
3	0.1870	0.1807	0.8446	0.8162	0.08847	0.05877
4	0.1570		0.7092			
5	0.1892		0.8544			
6	0.1623		0.7328			

如上表所示，得到标准面积偏差0.08847后，通过公式，

检测限= 3 × 面积标准偏差/k

得到检测限为，0.05877 mg/L，符合国标方法要求小于0.1 mg/L。

### 4、废水检测及回收率试验

分析某厂的废水样品，原样10 ml样品经过逐级稀释100倍，得到稀释后样品1#，内标法加标样品2#（含10 mg/L内标），分析得到数据如下：

表5 回收率数据

样品号	NPOC 浓度 (mg/L)	TOC 浓度 (mg/L)	TC 浓度 (mg/L)	IC 浓度 (mg/L)	TOC 浓度 (mg/L)	不同方法差异浓度 (mg/L)
1#	10.65	10.65	14.68	0.1559	14.52	3.87
2#	20.64	20.64	24.79	0.2182	24.57	3.93

如上表所示，直接法测量废水样品，比差减法测量得到的结果要小。原因是废水中经常含有一定量的有挥发性的有机物，而直接法测量时把挥发性有机当作无机碳一起鼓泡去除了，所以直接法的结果损失了POC（可吹除有机碳）。

$$\text{TOC} = \text{NPOC} + \text{POC} \text{ (鼓泡损失掉了)}$$

以差减法为准，经过两次测量；

$$\text{回收率} = (24.57 - 14.52) / 10 \times 100\% = 100.5\%$$

符合国标方法要求，回收率在91 ~ 109%。

## 结论

通过应用新环境国标对废水样品的检测，在本试验室试验条件下，可以得到相关线性超过0.9999的标准曲线，空白检测低于0.2 mg/L，检测限小于0.06 mg/L，回收率达到100.5%的试验数据，完全符合国标的相关检测要求。

对实际废水样品的分析中，因为废水样品含有一定量挥发性有机物，在无法忽略POC的情况下，使用差减法得到更可靠的分析结果。