

中華民國國家標準	<b>超純水中有機碳(TOC)之試驗法</b>	總號	14638
<b>CNS</b>		類號	K61078

## Methods of test for total organic carbon in highly purified water

1.適用範圍：本標準規定超純水中有機碳(TOC)(以下簡稱 TOC)之試驗方法。

2.共同事項

(1)通則：化學分析共同之一般事項，依 CNS 9179〔化學分析法通則〕之規定。

(2)用語釋義：本標準所使用用語之意義，依 CNS 12586〔化學分析用語(基礎部分)]之規定。

(3)重現分析精密度：以在各試驗方法定量範圍內經重現試驗所求出之變異係數(%)表示之<sup>(1)</sup>。

$$\text{註}^{(1)}: \text{變異係數}(\%) = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100$$

式中， $\sigma$ ：標準差

$\bar{x}$ ：平均值

(4)水：對應試驗項目，使用 CNS 3699〔化學分析用水〕所規定之 A1~A4 分析用水。

(5)試藥

(a)試藥，若有相當之中國國家標準時，應使用該試藥之最上級或適合於用途者，若無相當之中國國家標準時，應使用對試驗無妨礙者。

(b)試藥類之溶液濃度，通常以 g/L(化合物時，使用其無水物之質量)表示。惟標準液濃度，以 mg/mL 或  $\mu\text{g/mL}$  表示。

(c)試藥類溶液名稱之後，括弧內所示之濃度，標準液以外，皆表示大概之濃度。例如，氫氧化鈉溶液(200g/L)表示約為 200g/L 氫氧化鈉溶液。

(d)液態試藥濃度，以與水之混合比〔試藥(a+b)〕表示之。此表示法，係試藥 a mL 與水 b mL 混合，依 CNS 9179 之規定，使用於氫氯酸、硫酸、磷酸等。惟將此等試藥不經稀釋而直接使用時，僅以該試藥名稱表示。

(e)對於試藥類及廢液，應依有關法令規則等充分小心處理。

(6)玻璃器具類：原則上，使用 CNS 7300~7322 所規定之化學分析用玻璃器具及 CNS 8862~8867 所規定之化學分析用體積計。惟需要特殊器具時，在各項目中，將其範例圖示或說明。

再者，若需加熱操作時，則使用 CNS 7300~7322 中相關標準所規定之硬質 1 級。使用於乾燥器之乾燥劑，原則上為矽膠<sup>(2)</sup>。

註<sup>(2)</sup>：使用 CNS 6727〔包裝用矽膠乾燥劑〕所規定之包裝用矽膠乾燥劑 A 型 1 種。

(共 9 頁)

公布日期 91 年 5 月 16 日	<b>經濟部標準檢驗局印行</b>	修訂公布日期 年 月 日
-----------------------	-------------------	-----------------

備考：試樣之採取及試驗之任何操作，均須付出最大注意力，以避免污染試樣。

爲了達成此目的，須注意所使用器具之材質或形狀、尺度，洗滌方法，對在各操作亦須儘量減少與大氣接觸。

### 3. 試樣採取

3.1 使用 TOC 自動測定儀試驗時之試樣採取方法：適用於將水精製裝置出口水直接導入 TOC 自動測定儀試驗之場合。

(1) 試樣採取：裝設試樣採取關於水精製裝置出口配管，將預先以 A1 分析用水充分洗滌之試樣導管(軟質合成樹脂製者)連接於其前端<sup>(3)</sup>。使試樣導管容量的約 5 倍量之水流出後，將試樣導管連接於 TOC 自動測定儀之試樣導入部。  
註<sup>(3)</sup>：須特別注意不使有來自環境或皮膚之污染。使用手術用手套爲宜。

3.2 使用 TOC 分析儀試驗時之試樣採取方法：適用於將水精製裝置出口水採取於試樣容器試驗之場合<sup>(4)</sup>。試驗係試樣採取後立即實施<sup>(4)</sup>。

註<sup>(4)</sup>：已裝入容器者，不需實施第 3.2(3)節之試樣採取操作而將其適量採取於小型錐形瓶實施試驗。

(1) 試樣容器：使用硬質玻璃製，四氟化乙烯樹脂製等之氣密容器。

(2) 試樣容器之洗滌方法。

(a) 以硝酸(1+65){使用 CNS 1837 [ 硝酸(試藥) ] 所規定之硝酸，亦可使用高純度硝酸與 A1 分析用水調製之}洗滌。

(b) 於試樣容器中放入其容量的約  $\frac{1}{4}$  量之 A1 分析用水，加栓塞後激烈搖盪混合約 30 秒鐘。將如此洗滌操作反覆實施 5 次。

(c) 將 A3 或 A4 分析用水(或與待測之水相同品質之水)裝滿試樣容器，密栓放置 16 小時以上後，將水捨棄。

(d) 將與(c)同樣之水裝滿試樣容器，密栓放置至試樣採取時。

(3) 試樣採取

(a) 裝設試樣採取關於水精製裝置出口配管，將預先以 A1 分析用水充分洗滌之試樣導管(軟質之合成樹脂製者)連接在其前端。

(b) 將試樣容器中之水捨棄，以擬實施試驗之水施行第 3.2(2)(b)節之操作<sup>(3)</sup>。

(c) 使試樣導管前端接觸到試樣容器底部，而將試樣容器的約 5 倍量之試樣流出後，將試樣導管取出，充分洗滌栓塞後密栓之<sup>(3)</sup>。

4. 試驗方法：區分爲燃燒氧化－紅外線式 TOC 自動測定法，燃燒氧化－紅外線式 TOC 分析法，濕式氧化－紅外線式 TOC 自動測定法及濕式氧化－紅外線式 TOC 分析法之 4 種。

備考 1：濕式氧化之方法，分爲在過氧二硫酸鹽之存在下，照射紫外線實施氧化分解之方式與在高溫高壓下實施氧化分解之方式。

4.1 燃燒氧化－紅外線式自動測定法：加酸於連續供應給測定儀之試樣，使 pH 爲 2 以下，施行通氣以去除無機碳(碳酸鹽類)後，將其特定量(或特定流量)與遞送氣體一起送入高溫之總碳測定管，將有機物中之碳氧化成二氧化碳後，以非分散

型紅外線氣體分析儀測定其濃度，以求 TOC 濃度。

定量範圍：10~1000  $\mu\text{g C/L}$ (因裝置，測定條件而異)。

重現分析精密度：以變異係數表示，為 3~10%。

備考 2：無機碳濃度大於 TOC 濃度時，本方法之誤差少。但含有揮發性有機物時，誤差則大。

(1)試藥

(a)水：使用 CNS 3699 所規定之 A3 或 A4 分析用水，或者精製成與其同等品質之水<sup>(5)</sup><sup>(6)</sup><sup>(7)</sup>且不含碳酸者<sup>(8)</sup>。試藥之調製及操作，皆使用此種水。依第 4.2(5)節之規定實施空白試驗，以確認是否適合使用。

(b)酸溶液：使用 CNS 1861 [化學試藥(磷酸)] 所規定之磷酸，CNS 1745 [化學試藥(氫氟酸)] 所規定之氫氟酸或 CNS 2008 [硫酸(試藥)] 所規定之硫酸且有機物含量儘可能低者，調節為所定濃度。

(c)遞送氣體：去除二氧化碳與有機物之空氣，二氧化碳及有機物含量儘可能少之氧氣或高純度氮氣(純度 99.99 vol %以上，氧 50 vol ppm 以下，水分 15 vol ppm 以下)。

(d)TOC 標準液(0.1mg C/mL)：取 CNS 12983 [容量分析用標準試藥] 所規定之西太酸氫鉀之適當量，以 120℃ 加熱約 1 小時後，移入乾燥器中放冷。稱取其 0.213g，以少量水溶解並洗移至 1000mL 之量瓶，加水至標線。

(e)無機碳標準液(0.1mg C/mL)：取 CNS 1945 [化學試藥(碳酸氫鈉)] 所規定之碳酸氫鈉之適當量，移入乾燥器中放置約 18 小時，稱取其 0.350g。另取 CNS 12983 所規定之碳酸鈉之適當量，以 600℃ 加熱約 1 小時，移入乾燥器中放冷後，稱取其 0.441g。以少量水將兩者溶解並洗移至 1000mL 之量瓶，加水至標線。

(f)零校正液：使用(a)之水。

(g)跨距校正液：取 TOC 標準液(0.1mg C/mL)之適量，放入適當容量之量瓶中，加水至標線。以相同操作將此溶液稀釋，調製可達到相當於測定儀測定上限約 80%的 TOC 濃度之溶液。使用時調製之。

註<sup>(5)</sup>：使用儘可能降低 TOC 濃度之水。精製後之水，若裝入容器中儲存，會徐徐被污染，故精製後儘早使用為宜。

<sup>(6)</sup>：為了儘可能降低 TOC 濃度，取去離子水或蒸餾水，移入蒸餾燒瓶中，滴加過錳酸鉀溶液(3g/L)至著色，水每 1L 加硫酸(1+1)2~3mL 實施蒸餾(使過錳酸鉀之著色殘留至蒸餾終了)。捨棄初期餾出物(相當於蒸餾燒瓶中水量之約  $\frac{1}{5}$ )，採取相當於約  $\frac{3}{5}$  之隨後餾出物。

<sup>(7)</sup>：將離子交換法，蒸餾法，逆滲透法，紫外線照射法，活性碳吸附過濾法，精密過濾法，限外過濾法等適宜組合精製之水，亦可使用。

<sup>(8)</sup>：不含碳酸之水的調製方法及儲存方法：將水放入燒瓶中，使沸騰約 5 分鐘以去除溶存氣體及碳酸後，如圖 1 所示與內有放入氫氧化鉀