

Összes szerves széntartalom (TOC) meghatározása

1. Bevezetés

A Total Organic Carbon (TOC) angol kifejezés, magyar jelentése: összes szerves szén. Az összes szerves széntartalom a vízben lévő különböző szerves anyagokban található szén.

Szennyvízminták elemzésekor az összes szerves széntartalom mérésére azért van szükség, mert a TOC és a KOI értékek ugyan nem függetlenek egymástól, de az előbbi a szerves anyag tartalmat jellemzi, az utóbbi viszont az összes vízben lévő oxidálható anyag mennyiségét méri. A szennyvizek típusától függően különböző arányszámokkal lehet jellemezni a köztük lévő viszonyt. Általánosan elmondható, hogy a KOI értékek mindig nagyobbak, mint a TOC.

Az összes szervesszén-tartalom (TOC) egyre fontosabb minőségi kérdés a félvezető- és gyógyszeriparban, az agrárgazdaságban, valamint nem utolsósorban környezetvédelem, a vízkezelés és az ivóvíz-előállítás területén. Ez a paraméter fontos minőségi mutató a felszíni és ipari vizeknél, és meghatározó szerepet játszik a vizek oxigénháztartásában. A TOC méréssel egyszerre kell meghatároznunk a jelenlévő ásványolaj, oldószer, peszticid, poliaromás, klórozott szerves és egyéb természetes eredetű szerves vegyületek mennyiségét. Az összes szervesszén tartalom mérésére 30 éve állnak rendelkezésre különböző mérési módszerek, és a TOC-analizátorok világszerte egyre fontosabb szerepet játszanak a víz-és minőség ellenőrző laboratóriumokban. Az adott mintából történő TOC-meghatározáshoz legmegfelelőbb analitikai technika kiválasztásánál mindenképpen figyelembe kell vennünk, hogy a mérésnek ilyen szabványnak, előírásnak kell megfelelnie, és milyen mintamátrixról van szó.

Az alap mérési eljárás mindegyik esetben azonos: a mintában jelenlévő széntartalmú vegyületek oxidációja során a kötésben lévő szén szén-dioxiddá alakul, melyet infravörös detektálással jól mérhetünk. A szerves molekulák szén-dioxiddá bontására különböző oxidációs technikák állnak rendelkezésre. A két legelterjedtebb módszer a magas hőmérsékletű égetés és az oxidáció ultraibolya sugárzás segítségével.

A magas hőmérsékletű oxidáció során 680 °C-on katalizátor segítségével, vagy 1000 °C-on katalizátor nélkül történik a kötött szén CO₂-ra történő lebontása.

A szerves széntartalom szén-dioxidáé ég el, az égéstermékeket bárium-kromát katalizátoros elnyeletőn vezeték át a szén szén-dioxidáé történő teljes elégetésének biztosítására. A nem-szénalapú égéstermékeket reagens oldatokkal elnyeletik és a fejlődött szén-dioxid mennyiségét egy kalorimetriás cellában határozzák meg és számítják a TOC értékét. A szervesetlen szén-alapú szén-dioxidot az égetés előtt a karbonátokból sav hozzáadásával felszabadítják.

A TOC-eredményhez az összes szén (TC), illetve szervesetlen szén (IC) mérési eredményéből kivonással jutunk hozzá. A magas hőmérsékletű technika gyors, előnyös tulajdonsága az erős oxidációs képesség. Jól alkalmazható minden fajta szerves molekula és szuszpendált részecskét tartalmazó minták esetén, alacsony ppm koncentráció szinten.

A kémiai oxidációt alkalmazó technikában a mintákat kálium-perszulfát, vagy kálium-permanganát segítségével UV sugárzás mellett eloxidálják, a szerves széntartalomból származó szén-dioxid mennyiségét meghatározzák.

2.1. A készülék

A TOC méréseket Shimadzu gyártmányú TOC-VCSN típusú készülékkel végeztük, melynek működése katalitikus égetésen és a nem diszperzív infravörös (NDIR) gáz analízisen alapul. A pontos mérés érdekében az általunk használt kalibrációnál a mérendő minta TOC értékének 50 és 500 mg/l között kell lennie. Ha a minta ennél magasabb TOC értékű, akkor a KOI méréshez hasonlóan itt is a minta hígítása szükséges.

A TOC analizátor először a teljes széntartalmat méri (TC, Total Carbon), majd ezután a szervesetlen széntartalmat (IC, Inorganic Carbon). A TOC értékét a fenti két érték különbségéből számítja ($TOC = TC - IC$). A szervesetlen szén a karbonátok és a karbonát ionok, a szerves szén az egyéb nem karbonát formában jelenlévő szén-vegyületek adják.



2.2. Katalizátorok

Heterogén vagy homogén katalizátorokat használhatunk. Jelen esetben egy katalizátorhálót fogunk használni, amely titán-dioxid hordozóra felvitt ruténium tartalmú keverék fém-oxidot tartalmaz. A háló formának számos alkalmazási területe van, erősen savas közegben használják előszeretettel, pl fémek előállításánál, nemesfém galvanizálásnál, óngalvanizálásnál, stb.

3. A mérés menete:

A mérés megkezdése előtt fél órával kinyitjuk a szintetikus levegőt tartalmazó gázpalack szelepét, majd bekapcsoljuk a készüléket, hogy a belső hőmérséklet a mérés kezdetére elérje a méréshez szükséges 680 °C-ot.

A Measure sample gombbal belépünk a mérőprogramba. Ezután a billentyűzet segítségével beírjuk a minta nevét és az Enter billentyű megnyomásával továbblépünk. Beállítjuk a TC méréshez tartozó kalibrációt, a beadagolandó minta mennyiségét és az injektálások számát. Az IC mérés beállításait is elvégezzük, a Next gombbal lépünk tovább. A készülék szívócsövét áthelyezzük a homogenizált minta lombikjába, majd a Start gomb megnyomásával elindítjuk a mérést.

A készülék hangjelzést ad ki, ha végzett az egyes részfeladatokkal. Az első hangjelzésnél a képernyőn a TC érték látható a hozzá tartozó hibaszázalékokkal. A SD értéknek 1 alatt kell lennie, a CV % 2-nél nem lehet nagyobb. Amennyiben az SD nem 1 alatti érték, az Add injection majd a Start gomb megnyomásával újabb mérést végeztetünk mindaddig, míg 1 alatti értéket nem kapunk.

Ekkor a Go to next measurement gomb lenyomásával elindítjuk az IC mérést. A következő hangjelzés után a készülék a TOC és az IC értéket jeleníti meg. Ha az SD 1 alatti és a CV % sem haladja meg a 2-t, akkor elfogadjuk az értéket és lejegyezzük. Az Exit measurement gomb megnyomásával kilépünk a mérőprogramból.

Ha a mért mintát hígítottuk, akkor a készülék által megadott TOC koncentrációt a hígítás mértékével szükséges beszorozni (a programban is megadható a hígítás mértéke).

4. Ellenőrző kérdések

- Mi a TOC definíciója?
- Miért van szükség a TOC ismeretére?
- Milyen módszereket ismer a TOC meghatározására? Röviden jellemezze a különböző módszereket!
- Hogy kapjuk a TOC eredményt?
- Miből adódik a szerves és a szervetlen széntartalom?
- Milyen katalizátorok használhatóak TOC meghatározás során?
- Melyek a mérés főbb lépései?