

关键字

在线
环境
高纯水
1010 型分析仪
石化行业
制药行业
半导体行业
TOC
总有机碳
WinTOC



采用 OI 分析仪器公司的 1010 型

总有机碳分析仪

在线监测过程水的应用

简介

过程水的在线总有机碳 (TOC) 监测, 对于很多高纯水的应用是格外重要的, 包括汽轮发电机、制药生产和半导体生产的纯水。另外, TOC 的监测在环境或石化行业也是有应用的, 此时 TOC 的浓度处于常规的中间浓度到高浓度 ppm 的范围, 而且需要分析的化学物质难以被氧化。例如, TOC 分析仪能够监测一个设备从被污染的水中去除 MTBE 或有机卤素的效率。

OI 分析仪器公司的 1010 型 TOC 分析仪很好地适用于在线监测各种不同的、但是被广泛使用的大量的有机污染物。1010 型分析仪采用加热的过硫酸盐 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$) 技术, 其已经被证实能够有效地分析即使是最难以氧化的样品。而另外一个特点在于能够检测极低浓度的碳。1010 型分析仪适用于 TOC 的浓度在 $\mu\text{g/L}$ 范围的应用场合, 而采用电导率方法检测的仪器却很难得到好的准确度、精密度和残留效应。此外, 加热的过硫酸盐技术不需要补偿被分析水流的 pH、温度和离子强度的变化。

1010 型分析仪起初是配置用作实验室的 TOC 分析仪, 但时只需要简单的调整, 它就可以作为在线的 TOC 监测仪器。下面就是采用 WinTOC 软件, 成功地安装 1010 型分析仪作为在线应用的步骤。

硬件配置

1. 在需要监测的主过程水管线上, 安装一个截止阀作为龙头, 并在下游处安装一个 0-100psig (0-689kPa) 的压力调节器。进入 1010 型分析仪的样品流的管线压力需要小于 60psig (413kPa), 水温低于 60°C。推荐来自水龙头的取样管线为 1/8" × 1/6" 的 PEEK®管。PEEK 管不会使环境中的二氧化碳 (CO_2) 渗透进来, 而且能够方便地连接到 TOC 分析仪的样品入口。压力调节器应该是不锈钢或 ABS 塑料的装置, 以避免污染物进入样品流中。如果预先发现可能存在压力过大和流量波动, 在采样管线上安装一个止回阀, 防止逆流到主水管线。

- 找到 1010 型分析仪前部的样品入口。采用适当的锁箍和接头，连接 1/8" 的 PEEK 样品流管线到样品入口。此时保持过程水线上的截止阀是关闭的。
- 取下 1010 型分析仪的左侧面板。
- 找到用绿色接头连接到八口样品阀上口 4 的 1/8" 蓝色样品管线。断开连接蓝色的样品管线到蠕动样品泵的黑色 Viton®管的绿色接头。
- 找到用一个绿色接头连接到蠕动样品泵 Viton 管另一侧的 1/8" 黑色样品排放管线。断开这个绿色接头。
- 重新将 1/8" 蓝色样品管线直接连接到 1/8" 黑色样品排放管线，这样就旁路了蠕动泵。
- 此时打开过程水龙头处的截止阀，使水流过分析仪，需要满足在步骤 1 中讲到的压力和温度限制。一旦水流过了仪器，观察是否泄漏。泄漏可能发生在样品入口、八口样品阀和旁路样品蠕动泵的连接处。拧紧接头是避免泄漏的最有效的方法。尤其重要的是**不要**使用扳手或钳子拧紧这些接头---接头只需要用手拧紧。
- 一旦仪器的泄漏已经检查完毕，装回 1010 型分析仪的左侧面板。

软件配置

- 启动 WinTOC 软件。从状态屏幕，进入 **Setup** 菜单并选择 **Configuration**。这将进入配置屏幕。对于样品引入方式，选择 **On-Line**（见图 1）。点击 **OK** 返回状态屏幕。

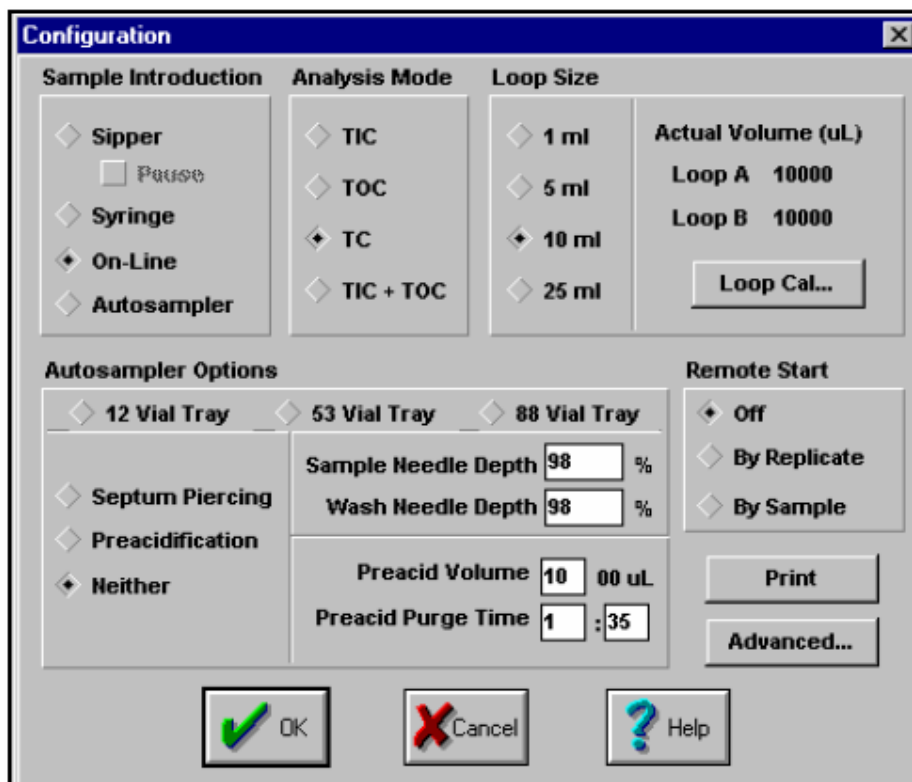


图 1 配置屏幕

2. 进入 **Setup** 菜单并选择 **WinTOC Output**。取消掉标记为 **Report to Screen** 的检查框（图 2）。这将避免由 WinTOC 相关计算机操作系统而产生的一个错误信息，而在屏幕上显示大量的数据。

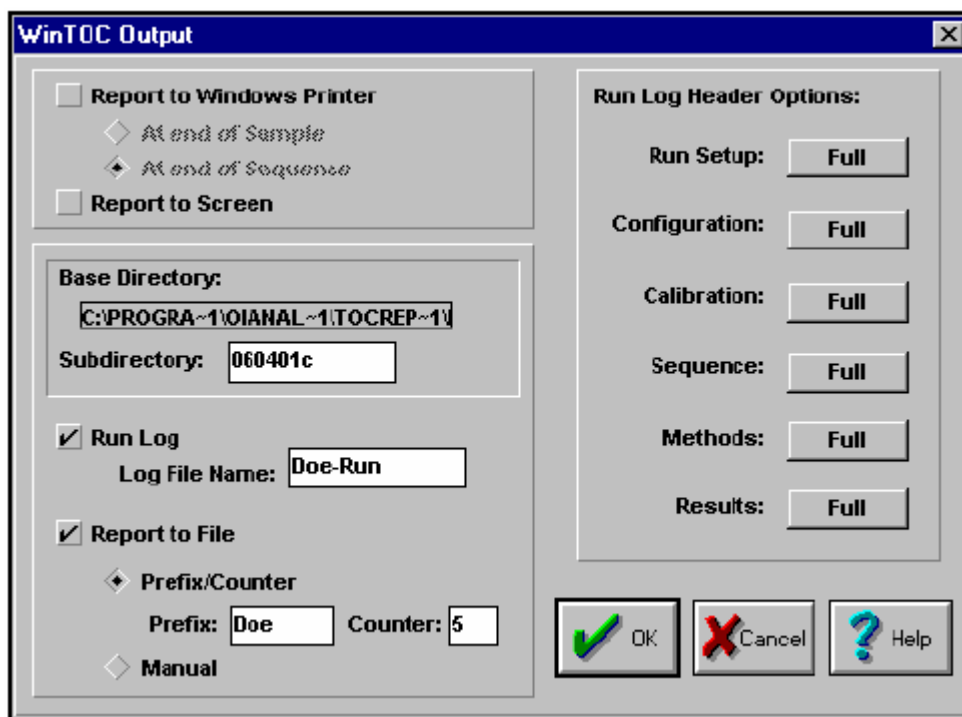


图 2 WinTOC 输出屏幕

3. 从状态屏幕，进入 **Databases** 菜单并选择 **Methods**。在 **Auto-Repeat** 框内输入期望的样品间隔时间。采样可以从 00:00:00 小时至 24:00:00 小时之间选择。对于典型的 TOC 或 TC 分析，可能需要多达 8 分钟；这是实际的最小的时间间隔。一旦方法参数设置完毕，点击 **Save As**，以用户指定的文件名称保存方法，例如 “At-line”。点击 **OK** 返回状态屏幕。

所有其它的操作，例如建立校准曲线、运行诊断、执行系统泄漏检查、存储数据和生成一个序列，按照通常的执行既可。请参考 *WinTOC 1010 操作手册* 以获得这些过程的更详细的信息。

要校准仪器并执行校准检查，必须将蠕动泵“离开在线采样”，以便仪器通过一根吸管或自动进样器分析标准或检查标准。

在上面的配置描述中，1010 型分析仪以在线监测仪方式操作。在自动重复间隔过程中通过样品环的样品流可以返回到主过程水流中去。而来自消解容器中的样品废液必须排放到适当的废液容器中，但是可以作为无害的废液进行处理。

实验

装置

要监测高纯水纯化过程的效率，一台 OI 分析仪器公司的 1010 型分析仪可以按照上面的描述配置为在线模式操作。图 3 是一张在这个实验中采用的水纯化过程的示意图。分析仪被安装在取样龙头下游的位置。

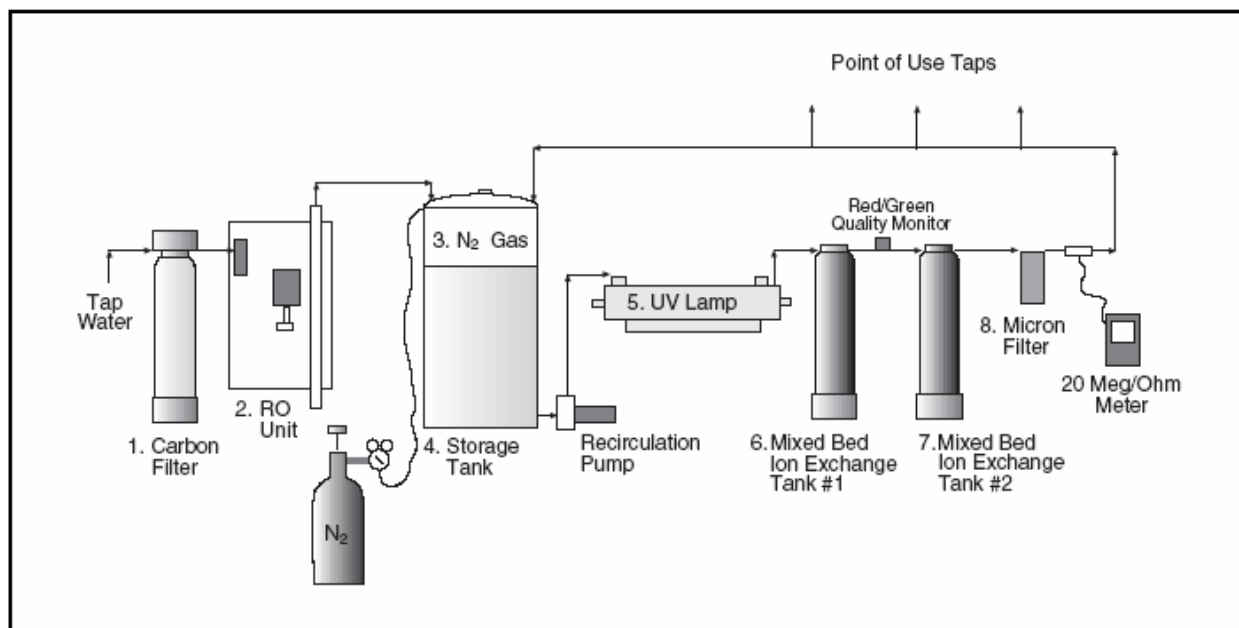


图 3 连续循环水纯化系统的装置

试剂

邻苯二甲酸氢钾 (KHP), $C_8H_5O_4K$ (FW 204.23)

过硫酸钠, $Na_2S_2O_8$ (FW 238.107)

磷酸 85%, H_3PO_4 (FW 98.00)

操作参数

酸体积:	200 μL
氧化剂体积:	1,000 μL
TOC 反应时间 (分钟:秒钟):	2:30
TOC 检测时间 (分钟:秒钟):	1:30
样品体积:	25 mL
自动重复时间 (小时:分钟:秒钟):	01:00:00

结果

图 4 表明了 1010 型分析仪用 KHP 进行校准的线性度。这个校准是 5 点的曲线，每个校准点重复测量 3 次。

图 5 表现了一个闭环水纯化过程中高纯水的 TOC 浓度。连续监测大约 28 天以上。

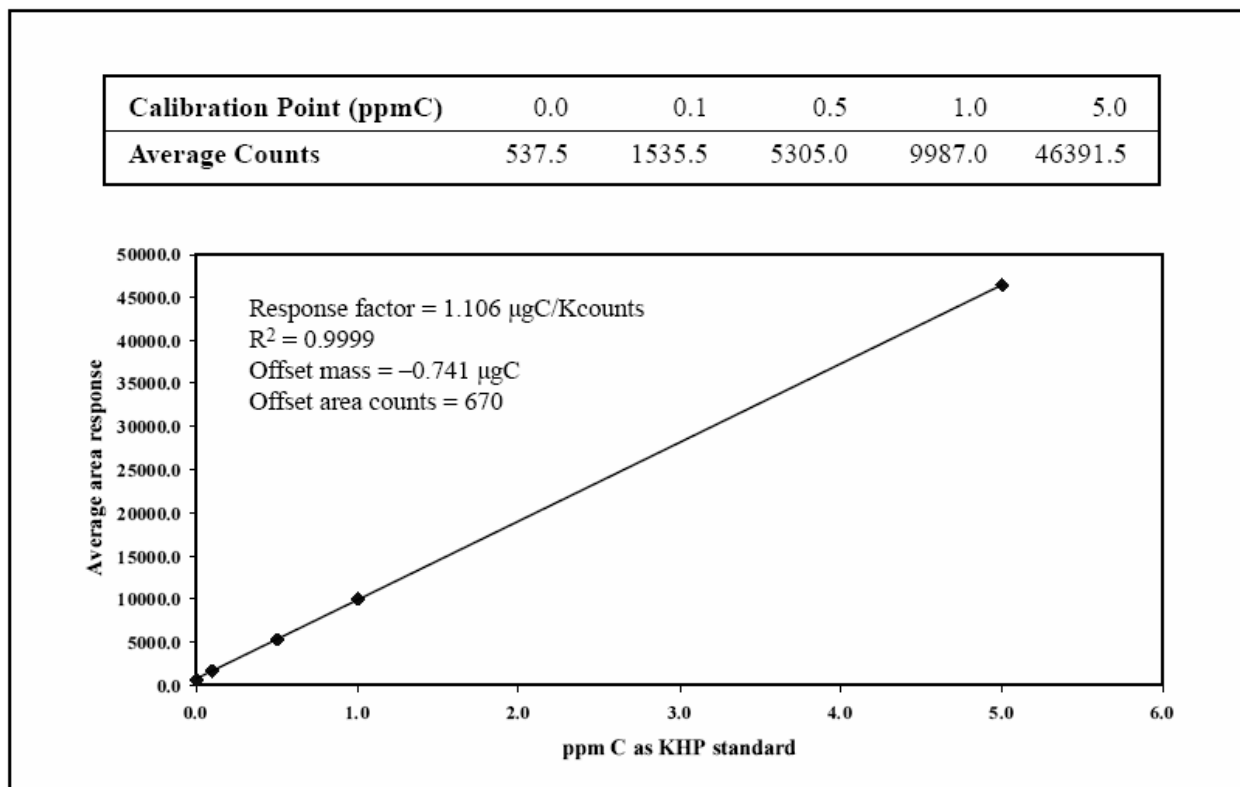


图 4 1010 型分析仪采用 KHP 的校准曲线

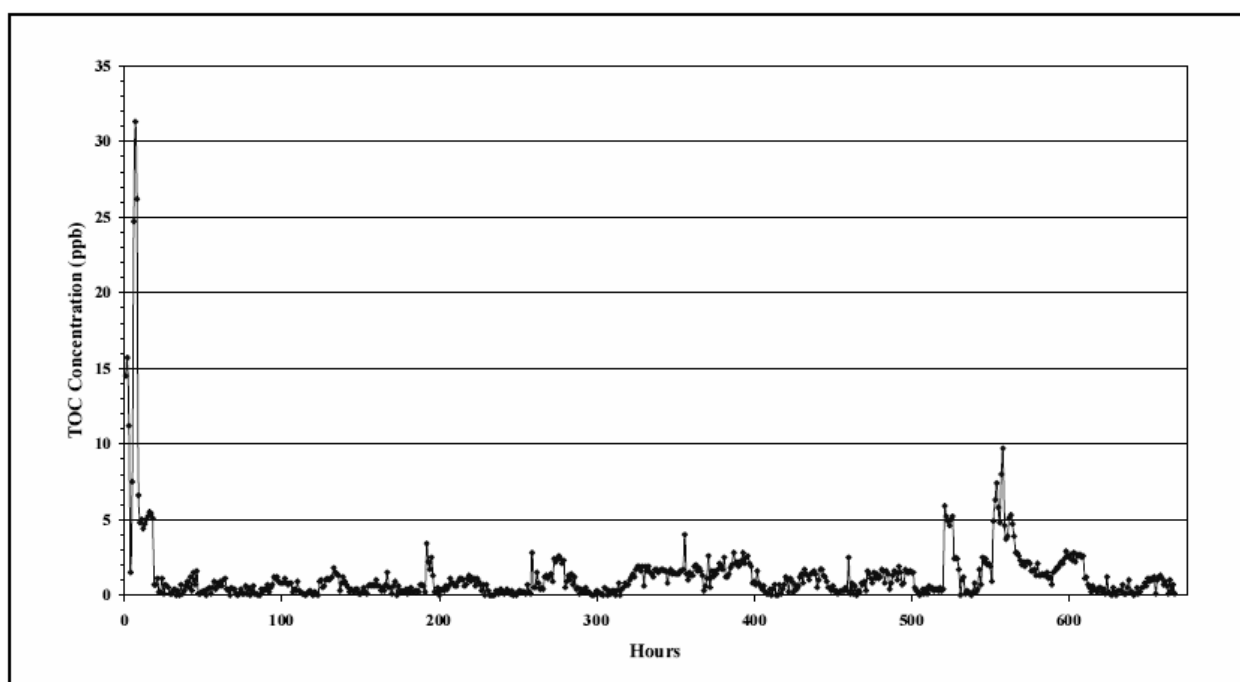


图 5 高纯水随时间变化的 TOC 浓度

1010 型分析仪在大约 28 天中每一小时检测一次 TOC 的浓度。在这段时间中，可以观察到 TOC 浓度的几次波动。在达到小于 2 ppbC 的均衡状态之前，在开始 18 个小时的操作过程中，TOC 的浓度高达 31 ppbC。这些初始的大的 TOC 结果是来自于安装仪器时的管线、接头和表计残留导致的。这个响应的现象

是系统均衡过程中的正常阶段。装置进行预先的清洗将缩短系统均衡所需的时间。

TOC 的浓度大约在 200、270、330、400、500 和 600 小时处的波动是这个闭环水纯化系统的功能使然。在任意时刻，这个系统能够产生高达 400 加仑的高纯水。这些水通过一个大约 1400 英尺的 1/2" 和 1" 的 PVC 管线的环路连续循环。根据存储罐中减少的体积的需要，使自来水通过碳过滤器和反渗透单元自动引入系统。这些引入到闭环系统中的水，与已经在系统中循环的水相比，稍稍增加了高 TOC 水的量。这将增加这个闭环系统的 TOC 浓度，直到水循环通过水系统的纯化装置。

在 520 和 560 小时处相对高 TOC 的变化，表达了水纯化系统中的常规维护操作的结果。

结论

这些提供的数据证明了 OI 分析仪器公司的 1010 型分析仪用于在线监测 TOC 应用的适应性。系统所使用的 WinTOC 软件提供了强大的数据处理和存储能力。这些性能与分析仪所采用的加热过硫酸盐技术，对于在很宽的 TOC 浓度范围内需要准确度和可靠性的应用而言，1010 型分析仪是一台理想的仪器。



P.O. Box 9010
College Station, Texas 77842-9010
Tel: (979) 690-1711 • FAX: (979) 690-0440 • www.oico.com