

浓缩氯化钠溶液的高灵敏度 TOC 分析

简介

总有机碳（TOC，Total Organic Carbon）分析，为必须进行有机碳分析的工艺提供有价值的信息。准确测量低 TOC 浓度（mg/L）对于保护设备、控制工艺、确保产品质量来说至关重要。但当氯化钠（NaCl）、氯碱、药物浸出物和提取物的浓度过高时，就会给 TOC 分析造成较大困难，其中包括：

- 阳离子和阴离子的无机物干扰
- 由于氯化物吞噬氧化剂，氧化受限
- 高悬浮或溶解固体
- 污堵燃烧催化剂
- 盐酸（HCl）造成仪器损坏
- 5 mg/L 碳浓度以下，灵敏度受限

解决方案

Sievers* InnovOx TOC 分析仪特别适用于分析高盐样品中的有机碳。其超临界水氧化（SCWO，Super Critical Water Oxidation）技术提供精确、准确、灵敏的 TOC 定量分析，通过消除无机物干扰使氧化效率达到最高。此技术能够增加反应器中的待测物量，并更精确地控制气体和样品流量，从而达到 6M NaCl 中 50 µg/L 的碳检测限（LOD，Limit of Detection）。

仪器优越的稳固性和样品处理能力提供了对腐蚀性盐酸的高度耐受性，特别适用于高溶解性和悬浮固体样品。InnovOx 成为分析高盐样品的理想工具，其他优点包括：

- 无催化剂或燃烧管污堵或损坏
- 低耗材成本
- 无需空气泵

- 生成在线、实时工艺数据（使用 InnovOx 在线型分析仪）

技术

SCWO 技术将有机碳分子氧化成二氧化碳，然后用非色散红外（NDIR，Non-dispersive Infrared）检测技术进行定量分析。样品在水的热力学临界点以上被加热加压。在此条件（375 °C 和 220 bar）下，水成为超临界液体，有机物高度可溶，而无机盐却不可溶。即使溶液中有高浓度无机盐，这些条件也能够提高氧化效率，使仪器有效测量侵蚀性和复杂基体中的 TOC。

NDIR 检测器稳定可靠，校准频率为 6 个月。InnovOx TOC 分析仪能够准确测量含有悬浮和溶解固体（<800 微米）的样品中的 TOC。

性能数据

InnovOx 的 LOD 规格为 50 µg/L。LOD 不同于方法检测限（MDL，Method Detection Limit）。通过 15 次重复测量用超纯水制成的 6M NaCl 空白样品来确定 MDL。TOC 结果的标准偏差为 σ ，则 MDL 等于 3σ 。在图 1 中，TOC 数据的标准偏差为 20 µg/L，产生 60 µg/L 的 MDL。这与仪器的 50 µg/L LOD 规格相似，表明 InnovOx 检测最低 250 微克/升有机碳的能力不受饱和 NaCl 溶液的影响。

图 1: 6M NaCl 方法检测限数据

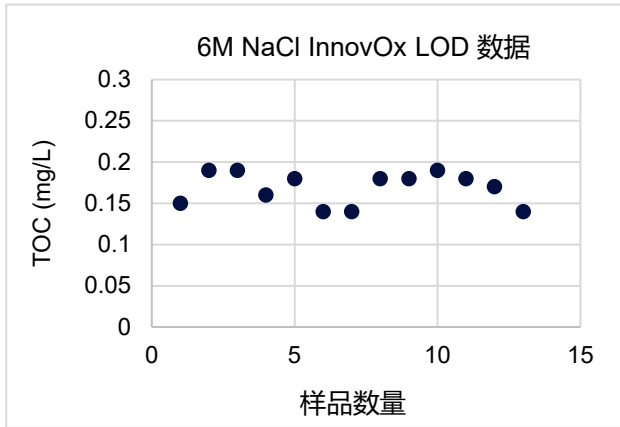
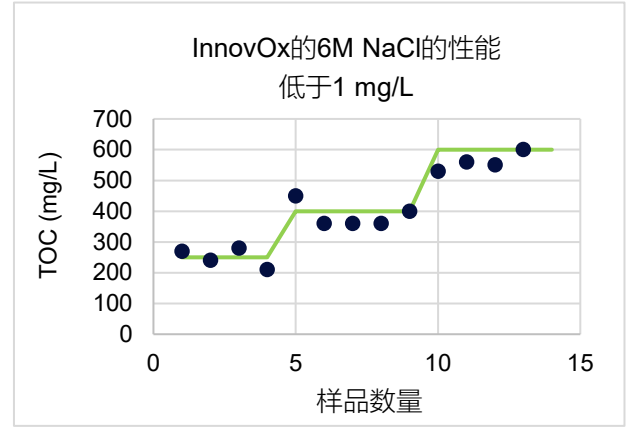


图 2: 6M NaCl 中低于 1 mg/L 的 TOC 回收率



分别将 250、400、600 $\mu\text{g/L}$ 的蔗糖加标到 6M NaCl 溶液中，然后用 InnovOx 进行分析，由此来确定 TOC 回收率的精确度和准确度。分析参数为：3%（体积百分比）HCl、25%（体积百分比）过硫酸钠氧化剂、0.8 分钟吹扫时间。表 1 中的结果显示，相对于加标值，回收率的偏差在 5%以内。甚至低于 500 $\mu\text{g/L}$ 时，相对精确度也好于 15%。图 2 是回收率/标样的比较。在 250 $\mu\text{g/L}$ 至 600 $\mu\text{g/L}$ 范围内的回收性能进一步表明，InnovOx 不受 6M NaCl 基体的影响，甚至在低于 1 mg/L TOC 时也不受影响。

表 1: 6M NaCl 中低于 1mg/L 的 InnovOx TOC 分析性能

加标 TOC (mg/L)	6M NaCl			
	TOC (mg/L)	σ	%相对 标准偏 差	%准 确度 偏差
0.25	0.25	0.03	13%	0%
0.4	0.39	0.04	10%	4%
0.6	0.57	0.03	5%	5%

结论

Sievers InnovOx TOC 分析仪适用于恶劣环境和复杂水体。SCWO 技术和 NDIR 检测技术能够对饱和盐溶液进行 ppb 范围的 TOC 定量分析。

