

# 用 SIEVERS\* INNOVOX ES 实验室型 TOC 分析仪分析 6N 硝酸中的有机物

# 挑战

在许多工业过程中,硝酸等无机酸被用作原料或成分。 在确定这些酸是否适用于生产时,质量评估手段起关 键作用。

无机酸溶液中的可溶性杂质会给生产过程和产品造成 损害。微量的有机物杂质是可以接受的,但过量的有 机污染物会导致以下问题:

- 生产过程受到干扰或生产停顿
- 产品污染
- 生产批次不合格
- 生产过程和产品质量不稳定

这些挑战导致产品质量降低、生产效率低下、设备损坏、产品潜在的降解或损失。

化工行业需要监测无机酸原料和成分的质量,以确保 其符合生产标准。这些行业应用包括:原料药(API, Active Pharmaceutical Ingredient)、化肥、化学衍生 物等生产行业。现行的有机物监测方法均采用耗时的、 劳动密集型的分析技术,无法帮助企业进行快速决策, 监测方法也达不到可接受的精确度。

### 解决方案

检测总有机碳(TOC,Total Organic Carbon)是检测样品中杂质的有效方法,是一种简单的、非特定的、适用范围广的有机污染物检测方法。

为了提供稳定可靠的检测结果,有机物监测工具必须 对酸性基体有化学耐受性,并能够在低 pH 值下高效地 氧化有机碳,以获得有效的、可接受的、可操作的检 测结果。 Sievers InnovOx ES 实验室型 TOC 分析仪采用超临界水氧化(SCWO,Supercritical Water Oxidation)技术,能够检测酸溶液中的 TOC。分析仪的分析时间为15-30分钟,具体时间取决于所选的操作模式(TOC或 NPOC)和所选的分析任务。

用 Sievers InnovOx ES 实验室型 TOC 分析仪检测含有 100 ppm TOC 蔗糖的 6N (26.5%) HNO3 样品溶液中的 TOC 值。上述酸浓度和有机物的预期含量通常在 API、化肥、化学衍生物行业中都有需要。

由于 pH 值较低,无机碳(IC,Inorganic Carbon)的 预期含量也较低,因此无需在不可去除有机碳(NPOC,Non-purgeable Organic Carbon)模式下吹扫样品。

在运行样品之前,先从仪器中取出酸剂,代之以去离子水。用去离子水替换酸剂之后,至少进行 10 次冲洗,确保仪器中没有残留酸剂(先前使用 3N HCI)。

在 NPOC 模式下,用 Sievers 自动进样器对 20 个样品进行 2 次运行分析。每次运行之后,用 8 个样品瓶去离子水冲洗掉仪器中的  $HNO_3$ 。结果见表 1,其中  $\sigma$  是标准偏差,RSD 是相对标准偏差。

表 1: 6N HNO3样品的 NPOC 和 TOC 结果

样品号	操作模式	氧化剂 百分比	平均 TOC/NPOC (ppm)	σ (ppm)	% RSD
1 - 5	NPOC	0	110.4	8.028	7.25
6 - 10	NPOC	10	104.6	1.96	1.86
11 - 15	TOC	0	112.4	3.426	2.99
16 - 20	TOC	10	112.4	4.66	4.13

## 结论

Sievers InnovOx ES 实验室型 TOC 分析仪能够准确地、 精确地检测 6N HNO3中的 100 ppm TOC。运行这些 样品的建议模式是NPOC,无需吹扫样品,使用10-15% 的氧化剂。在分析 6N HNO3 样品之后,请务必用去离 子水漂洗仪器,以尽量减小仪器损坏的可能。

### 建议

ievers InnovOx ES 实验室型 TOC 分析仪非常适合上 述应用。如果使用以下附件和配置,分析仪的性能就 可以进一步加强。可选的空气过滤器可以让分析仪使 用环境空气来代替加压氮气或仪表空气作为载气。

此外, Sievers 自动进样器最多可以使用 120 个 35 ml 样品管,或者63个40 ml或60 ml样品瓶。建议使用 可选的搅拌站和清洗台,以保持样品的均匀性,并且 每天清洗自动进样器的针。

请务必使用带隔片并经过 TOC 检测认证的玻璃样品瓶。 经过认证的样品瓶能够大大减少来自样品容器的污染, 样品瓶的隔片能够在分析过程中保持良好的密封。请 勿使用塑料容器,因为塑料会向样品中释放有机物。 Sievers 提供各种类型的样品瓶。

请及时维护和更换分析仪的部件(例如管子),确保 分析仪在应用中达到最佳性能。