

关键字

21 CFR Part 11
 燃烧氧化
 EN 1484
 TOC
 总有机碳



挑战饮用水中的总有机碳分析标准 (EN 1484 和 ISO 8245): 燃烧氧化 模式

简介

近年来已经建立了很多的标准用于水质的监测。这里谈到的两个标准包括 EN 1484, 由欧盟建立的标准, 以及 ISO 8245, 由国际标准化组织建立的标准。水质监测的标准化极大地改善了很多领域的水质量的控制, 例如, 饮用水、地下水、地表水、海水以及污水的监测。

因为大量的有机物经常出现于源水中, 因此需要极强的氧化性能已得到最高的 CO₂ 回收率。遵照 EN 1484¹ 和 ISO 8245² 历史数据的推荐, 多种氧化技术都能够得到期望的回收率。OI 分析仪器公司提供加热的过硫酸盐和燃烧法两种技术满足这一要求。这份应用文章采用 Aurora 1030C 分析仪 (见图 1) 检测在 EN 1484 和 ISO 8245 中提到的测试物质---铜肽菁四磷酸, 四钠盐---以得到其回收率的数据。采用燃烧氧化技术分析样品, 具有高的分析速度以及恒定的高的样品回收率。

背景

根据两个标准(EN 1484 和 ISO 8245)中谈到的四钠盐物质的理论分子量, 其百分碳量为 39.049%; 则 100-ppm C 溶液可以为 0.256 g/L 的四钠盐。虽然如此, 铜试剂分析验证(COA)的批号陈述中, 测量的百分碳量为



图 1 Aurora 1030C TOC 分析仪

53.48%。这个物质的可接受碳量范围为 21.4 – 56.6%（根据供应商的标签）。按照来自 COA 测量的百分碳值，0.187 g/L 的铜试剂用于制备 100-ppm C 溶液。

方法

虽然 Aurora 1030C 分析仪支持很多不同的氧化方法，在这里我们采用不可吹出的有机碳(NPOC)唯一的方法，分析例如铜肽菁-四磺酸，四钠盐。在 NPOC Only 模式，吸入样品，并且传输到总无机碳(TIC)腔体，采用 2 N 的盐酸进行酸化，加热于 70 °C，并进行吹扫。

在酸化过程中，碳酸根和碳酸氢根离子转化为 CO₂。二氧化碳和其它一些溶解的 CO₂ 在吹扫过程中从样品中吹扫出来，通过选择性模块排放到环境中。从样品中吹扫掉这些物质之后，由注射器将这份水样抽回并且注入到加热为 680 °C、填充石英混床的总碳(TC)燃烧炉中。样品被连续地转换为气态并且通过催化剂层，确保将所有的含碳物质完全转化为 CO₂。

之后非分散红外检测器(NDIR)测量生成的 CO₂。NDIR 检测器提供不受样品 pH 或者温度的变化、以及避免来自氯、二氧化氯、二氧化硫或者其它气体的潜在干扰的结果。当样品中总有机碳(TOC)的浓度计算得到之后，样品结果以 ppm 或者 ppb 为单位显示出来。通过初始去除了 TIC，可以再次注入进行分析，处理速度更快，因此加速了分析过程。

Aurora 1030C 既可以采用 Windows®版本的触摸屏，也可以从安装在计算机的操作软件(直接连接或者通过局域网(LAN))完成所有的操作。两种方式都能够使用户方便地操作 TOC 分析仪，包括配置和存储方法、序列、校准结果以及操作参数。这些记录的数据控制都遵照 21 CFR Part 11，数据安全性规定。

结果和讨论

所有的样品结果都是在 Aurora 1030C 分析仪上运行得到的。仪器采用邻苯二甲酸氢钾(KHP)做标样，以 0, 1.0, 5.0, 10.0 和 25.0ppm C 浓度进行校准。校准数据列于表 1。方法的详细参数列于表 2。

表 1 校准数据

样品	重复次数	峰面积平均值	% RSD	校准曲线相 关系数 R ²	响应因子 (µg C/k-cnt)
0 ppm C KHP	3	2,900	6.41	0.9997	0.1496
1 ppm C KHP	3	13,080	1.59		
5 ppm C KHP	3	65,442	1.25		
10 ppm C KHP	3	125,450	0.58		
25 ppm C KHP	3	303,055	0.64		

表 2 方法的详细参数

模式	样品体积 (mL)	酸体积 (mL)	逐出体积 (mL)	系统压力 (psi)
NPOC Only	1.8	0.1	0.1	18

从表 3 中的数据可以看出，Aurora 1030C 分析仪对于 10ppm 和 100ppm C 浓度能够得到超过 98% 的回收率。

这些百分比数据清楚地表明：燃烧氧化技术具有杰出的氧化效率。相比于湿法氧化技术，这些回收率数据同样显示出杰出的性能（燃烧氧化的性能相比于 1030 TOC 分析仪的湿法模式的性能，请参考

OI 分析仪器公司的应用文章 #2821)。

理论数据是基于合成这些物质的化学计量公式的。因此在大多数情况下，理论数据通常大于实际数据。实际数据，如在上一页“背景”中谈到的，是来自于制造商的标签，表明其合成效率的差别。

表 3 回收率结果

样品	重复次数	峰面积 平均值	% RSD	实际回收率	理论回收率
10 ppm C KHP	3	126,304	0.87	101.80%	135.28%
10 ppm C 理论	3	170,865	0.77		
10 ppm C 实际	3	128,579	0.69		
100 ppm C KHP	3	1,177,078	0.57	98.33%	134.38%
100 ppm C 理论	3	1,581,749	1.50		
100 ppm C 实际	3	1,157,474	1.15		
10 ppm C 理论	3	117,557	0.33		
10 ppm C 实际	3	90,599	0.94		

结论

在使用铜肽菁-四钠盐制备标样之前，总需要考虑分析验证(COA)用于操作检查。试剂的制备应总是基于 COA 中声明的百分碳含量，而不是铜肽菁-四钠盐中的理论百分碳含量。

Aurora 1030C TOC 分析仪的灵活性能够对于很多复杂的应用进行优化，例如铜肽菁-四磺酸，四钠盐的分析。

参考

1. EN 1484: 1997 年。水质分析。总有机碳(TOC)和溶解性有机碳(DOC)的检测指南。
2. ISO 8245。水质 - 总有机碳(TOC)和溶解性有机碳(DOC)的检测指南；1999-03-01。
3. 电子记录；电子签名；最终法规。联邦法规，Part 11, Title 21; 1997 年。



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