

岛津 TOC-L 测定工业过氧化氢中的总碳含量

TOC-017

摘要：本文介绍了使用岛津总有机碳分析仪 TOC-L 测量工业过氧化氢（即双氧水）样品中总碳（TC）含量的方法。试验结果表明，该方法快速准确，重复性好，无需搭建检测装置和自制催化剂，适合工业过氧化氢样品中 TC 含量的测量。

关键词：TOC-L TC 总碳 工业 过氧化氢 双氧水

工业过氧化氢，俗名双氧水，具有氧化、漂白、消毒等作用，广泛应用在纺织、造纸、医疗、化工、采矿和航天等众多行业。作为一种常用的工业原料，过氧化氢的质量控制必不可少。目前现行的国标方法为《GB 1616-2003 工业过氧化氢》，对过氧化氢含量及其杂质控制均有明确规定，30%~35% 的工业过氧化氢中的总碳含量不得高于 0.025%，70% 的工业过氧化氢中的总碳含量不得高于 0.05%。国标中总碳的测量方法为自制三氧化二铬催化剂配合铂石棉催化氧化工业过氧化氢中的含碳物质，氧化成二氧化碳后进入红外二氧化碳测量仪中检测。整个测量方法繁琐，且需要自己搭建检测装置并自制催化剂，方法难度很高，对测量人员的催化剂合成能力和设备装配能力要求苛刻。总有机碳分析仪测量原理：仪器标准配置的铂催化剂代替三氧化二铬铂石棉的自制催化剂，在 680℃ 就可以完全氧化工业过氧化氢中的各种含碳化合物（包括有机物和无机物）；使用岛津专用 NDIR（非色散红外检测器）测量二氧化碳含量，只针对二氧化碳气体有响应具有更好特异性；仪器的自动稀释功能可以直接吸取高浓度的样品自动稀释，并在测量后自动换算为原样品含量，不需要人手动稀释和换

算。

本文使用岛津 TOC-L 总有机碳分析仪直接测量工业过氧化氢中总碳含量的方法，方法简便，操作容易，测定速度快，适合高低含量的工业过氧化氢总碳含量的测定。

材料和方法

1.1 仪器及试剂：

TOC-LCPH 型 总有机碳分析仪
 催 化 剂：普通灵敏度 铂催化剂
 优级纯邻苯二甲酸氢钾

1.2 分析条件

载气：高纯氧气
 载气流速：150 mL/min

结果与讨论

2.1 标准曲线

用邻苯二甲酸氢钾配制成 1000 mgC/L 的 TC 标准溶液；使用自动稀释功能测定，得到《GB 1616-2003 工业过氧化氢》国标指定的标准曲线如下：

表 1 TC 标准曲线

序列号	TC 标液浓度 (mg/L)	自动稀释倍数	TC 浓度 (mg/L)	响应面积
1	0	1	0.00	0.6762
2		10	100.0	235.3
3		4	250.0	585.5
4	1000	2	500.0	1189
5		1.333	750.0	1817

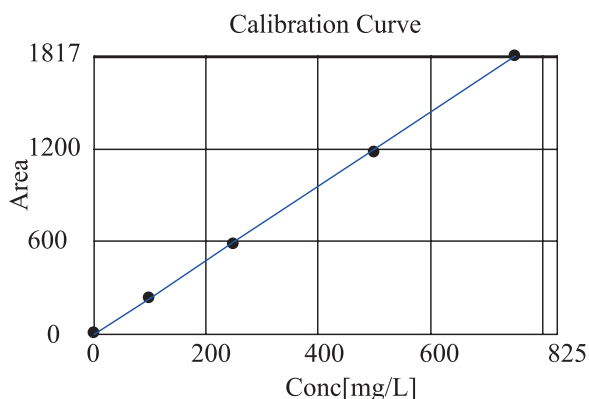


图 1 TC 标准曲线

如上图所示，TC 标准曲线 $r=0.9999$ ，斜率 $k = 2.419$ 。

2.2 工业过氧化氢测量结果

以两个工业过氧化氢实际样品为目标，分别通过手动稀释和自动稀释进行测量（自动稀释的测定结果由于会自动乘以稀释倍数所以测定结果即为样品含量，而手动稀释需要再次计算才能得到样品含量），数据如下：

表 2 工业过氧化氢测定结果

样品名称	稀释倍数	测量结果 (mg/L)	样品含量 (mg/L)	RSD (%)	自动与手动稀释偏差 (%)
1#自动稀释		6.288	6.288	1.26	
1#手动稀释	10	0.6250	6.250	0.69	0.61
2#自动稀释		77.67	77.67	0.52	
2#手动稀释		7.731	77.31	0.66	0.46

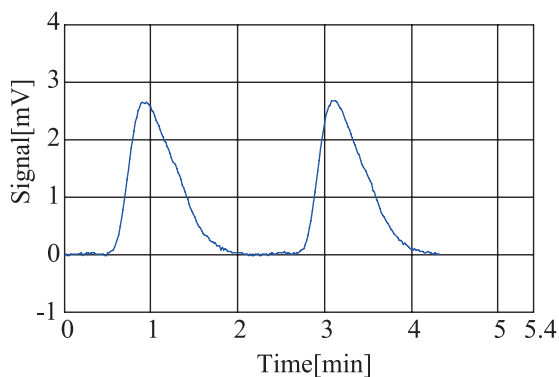


图 2 1# 自动稀释峰形图

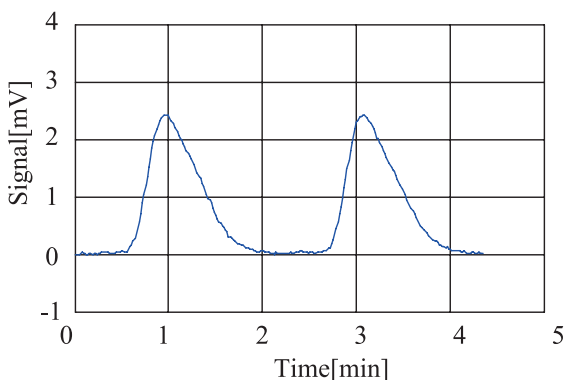


图 3 1# 手动稀释峰形图

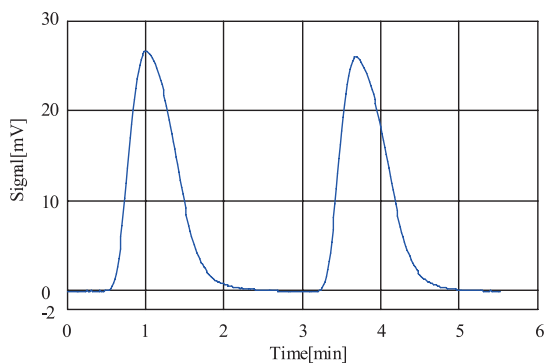


图 4 2# 自动稀释峰形图

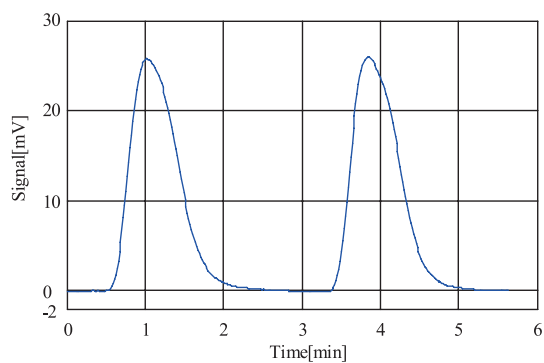


图 5 2# 手动稀释峰形图

实验测定结果表明, 1# 样品自动稀释测量 TC 含量为 6.288 mg/L, 手动稀释测量 6.250 mg/L; 2# 样品自动稀释测量 TC 含量为 77.67 mg/L, 手动稀释测量 77.31mg/L。自动稀释与手动稀释测定结果偏差均小于 1%, 所有测定结果 RSD 值均小于 2%, 自动稀释功能稳定可靠。

2.3 回收率测量

以邻苯二甲酸氢钾溶液为添加物, 测量加标回收率, 结果如下。

表 3 回收率测量结果

样品名称	样品浓度 (mg/L)	添加量 (mg/L)	添加后浓度 (mg/L)	回收率 (%)
1#	0.6250	1.00	1.622	99.7
2#	7.731	10.00	17.35	96.2

经测量, 样品 1# 的回收率为 99.7%, 样品 2# 的回收率为 96.2%, 均符合实验室化学分析方法认证 90~110% 的规定。

结论

本文介绍了使用岛津 TOC-L 测量工业过氧化氢 (即双氧水) 样品中总碳的方法。该方法实验操作简便, 无需搭建检测装置和自制催化剂, 测定结果重复性好, 误差小, 非常适合工业过氧化氢的总碳含量测定。