

预清洁样品瓶中 TOC 含量的测定

在制药行业和半导体制造业等领域，需要对超纯水、清洗溶液等样品中低含量的 TOC 值进行测定。TOC 值的测定可以监控水质、清洁度等是否满足生产标准要求。

在采集水样时，样品很容易受到大气中的有机物、二氧化碳以及容器的污染，导致测量值可能会高于实际值，从而需要重新采样测试。因此，在处理 TOC 浓度较低的试样时，最重要的是采取措施防止样品被污染。



图 1 TOC 分析仪用 CQ 样品瓶（带有 QC 证书）

■ 样品容器中的杂质

在 TOC 测量过程中，除了超纯水、使用的试剂以及环境带来的污染外，样品容器也会造成污染。而且，容器的污染在很多情况下没有重复性，也无法查明具体原因，因此在 USP<643> 中规定容器必须使用“对有机残留物进行仔细清洗后”的玻璃器具。USP<1051> 中介绍了几种常用的清洗方法，如使用热硝酸以及铬酸洗液等，同时 USP<1051> 中也推荐了一些更安全的清洗方法，如磷酸三钠和合成清洗剂，但是清洗时间长。

清洗方法的有效性验证非常重要，而且需要耗费大量的时间和精力。同时需要对玻璃器具的存放方法进行验证，避免存放过程中再次被污染。

■ 预清洁样品瓶

本文介绍的预清洁样品瓶即 TOC 分析仪用 CQ 样品瓶是带有 QC 证书的，保证了 TOC 测试的可靠性。

CQ 样品瓶已进行预清洗，开封后可以直接使用，从而减少了样品瓶清洗、干燥、存放等繁琐的工作，节省了时间，降低了人为误差导致的质量风险。

表 1 预清洁样品瓶规格

产品名称	TOC 分析仪用 CQ 样品瓶
零部件编号	227-34039-01
主要产品	40 mL 样品瓶 × 72、QC 证书
支持机型	TOC 分析仪用自动进样器 (使用 40 mL 样品瓶的机型)



图 2 CQ 样品瓶与 QC 证书

CQ 样品瓶是按照严格的程序进行生产和预清洗。每个样品瓶安装了防尘盖，并使用无尘包装箱进行包装。产品上带有批号，并附有 QC 证书，样品瓶内 TOC 值小于 10 μg C/L（碳浓度 10 μg/L）。

使用时打开 CQ 样品瓶，直接装入样品，不需要事先对样品瓶进行清洗。除了超纯水和未知试样，校正用标准液以及对照试样都可以使用 CQ 样品瓶，可以降低误差，提高分析结果的准确性。本文中介绍了使用 CQ 样品瓶以及用后清洗过的 CQ 样品瓶对超纯水中 TOC 值进行测量。

■ 测量方法

标准曲线

使用 20、100、200 μg C/L (=ppb) 的邻苯二甲酸氢钾标准液绘制标准曲线，见图 3。为了消除制备标准液时使用的超纯水中空白的影响，对标准曲线使用了零点位移。

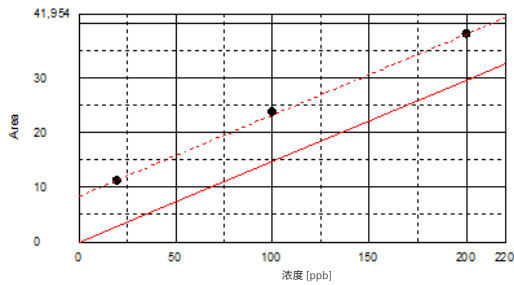


图 3 20-100-200μgC/L (=ppb) 3 点标准曲线

测定条件

测量条件如表 2 所示。

表 2 测量条件

分析仪	: TOC-V WP
测量项目	: NPOC (= 不可吹除有机碳)
测量方法	: 紫外线 + 过硫酸盐 + 加热氧化分解 - NDIR 检测器
氧化剂	: 1.5 mL
进样量	: 3000 μL
喷射时间	: 3 分钟

使用 5 次空白水（超纯水）测量值的标准偏差 σ 和标准曲线的斜率 S ，计算本次测量方法的检出限 (DL)。

$$DL = \frac{3.3\sigma}{S} \Rightarrow DL = \frac{3.3 \times 0.09794}{0.1491} = 2.168 \mu\text{gC/L} *1$$

*注：加大进样量后，检出限会更低。

■ 测量结果

使用大型玻璃容器 (B) 采集超纯水，作为空白水。将空白水装入 CQ 样品瓶 (V) 中，用带有隔垫的盖子密封，见图 4。使用 TOC-V WP NPOC 法对两个样品进行测量，先测试玻璃容器中的空白水，再测试 CQ 样品瓶中的水。

用 CQ 样品瓶中水的测量值减去玻璃容器中空白水的测量值即为 CQ 样品瓶洗脱液的 TOC 测量值，重复 3 次测量。使用二次利用 CQ 样品瓶（使用实验室的清洗机清洗后的 CQ 样品瓶）重复 3 次测量，测量结果见表 3。

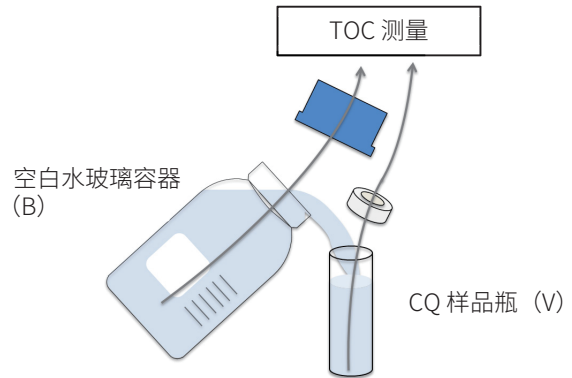


图 4 样品测量步骤

表 3 测量结果

样品名	空白 [(B)] μg C/L	样品瓶 [(V)] μg C/L	洗脱液 (V-B) [μg C/L]
CQ 样品瓶 1	28.68	35.29	6.61
CQ 样品瓶 2	27.05	35.38	8.33
CQ 样品瓶 3	25.86	32.23	6.37
二次利用样品瓶 1	25.23	134.2	108.97
二次利用样品瓶 2	27.25	94.43	67.18
二次利用样品瓶 3	26.69	133.0	106.31

结果表明，CQ 样品瓶洗脱液中 TOC 值均小于 10 μg C/L，而二次利用 CQ 样品瓶洗脱液中 TOC 值为 60 ~ 110 μg C/L，因此二次利用样品瓶内部可能存在有机物污染导致样品的 TOC 值升高。

■ 总结

使用 CQ 样品瓶可以最大限度地减少样品瓶内部污染导致的测量误差，提高结果的准确性。此外，CQ 样品瓶已进行预清洗，开封后可以直接使用，从而减少了样品瓶清洗、干燥、存放等繁琐的工作，节省了时间，降低了人为误差导致的质量风险。

岛津应用云

