

Sievers Total Organic Carbon Technical Note

■ 濃度 31%の過酸化水素水 (H₂O₂)の TOC 測定

はじめに

本テクニカルノートでは、31%の過酸化水素水 (H₂O₂)における TOC 濃度の測定について SIEVERS の方法について紹介する。H₂O₂は強い酸化剤であり、酸化時にかなりの量の酸素気泡が発生する。気泡生成により TOC 測定結果が不安定になるため 31% H₂O₂は直接分析出来ない。H₂O₂溶液の TOC 濃度を測定する最良の方法は、測定前に H₂O₂を H₂Oまで還元し、気泡を取り除くことである。以下にその方法を述べる。

準備する機材

- Sievers TOC810 分析計
- 0.1% CIP100 に 1時間浸漬し、低 TOC 水で洗浄した 2つの白金 (Pt)リング
(注記：Sievers の研究では H₂O₂を還元するためには Pt が最適な触媒である。還元剤として Pt を使用する利点は、Pt は容易に洗浄されることと、洗浄後に Pt は溶液中の TOC 源にならないということである。このやり方で使われる白金リングは US10\$以下で市販されており、1つのリングを 100 検体位まで使うことが出来る。)
- Sievers 要領書 914-80015 に従って洗浄されたプリクリーンガラス容器：
 - (1) 250m L Erlenmeyer フラスコ
 - (2) 50m L 計量ピペット
 - (3) 500m L 計量フラスコ
- 31% H₂O₂溶液 (ALDRICH 半導体工業グレード)
- ホットプレート
- CIP-100
- 低 TOC 水 (< 500ppb TOC >)
- シェーカー

要領

1. 31% H₂O₂を 10倍希釈し 3.1%溶液を調製する。50m Lピペットを使い、500m L計量フラスコに H₂O₂を希釈する。希釈する目的は H₂O₂と Pt の急激な反応を避ける為です。
2. ピペットを用い、50m Lの 3.1% H₂O₂を 250m L Erlenmeyer フラスコに移す。
3. 50m Lの 3.1% H₂O₂を入れた Erlenmeyer フラスコに 2つの白金リングを入れる。気泡の発生が見られなくなったときに反応の終点である。シェーカーでゆっくりと攪拌しながら、約 4時間かかる。
4. 脱気のために 2分間、フラスコを 70 °C に加熱、次いで室温まで冷却する。冷却後、溶液は分析可能となる。
5. グラブモードにセットし、リン酸 0.75mL/min、酸化剤 0.50mL/min に調製して TOC810 で溶液を分析する。

結果

本要領は標準液添加テストにより検証された。31% H₂O₂の TOC が測定された。次いでこの溶液 450m Lを 6.0m g/L (ppm) Cの 50m Lイソプロピルアルコールでスパイクし、スパイク後の溶液を再度測定した。

標準液添加テストでの 3.1% H₂O₂の TOC は 1.27ppm であり、スパイク後の溶液の TOC 濃度は、理論値 1.87ppm に対して 1.92ppm であった。相対誤差は 2.7% であり、テスト方法の正確さが確認された。従って、31%の過酸化水素水の TOC 濃度は 1.27ppm の 10倍の 12.7ppm である。

結論

本テクニカルノートに記述した前処理方法を使えば、31%の過酸化水素水の TOC は Sievers TOC810 により精度良く測定可能である。TOC の測定精度は標準液添加装置により確認された。

(Sievers Total Organic Carbon Technical Note –Measuring the Total Organic Carbon (TOC) Concentration Of a 31% H₂O₂ Solution をセントラル科学株式会社が翻訳)