

TOC 計 SIEVERS InnovOx ES Lab による6N 硝酸の有機物分析

課題

硝酸などの無機酸(鉱酸)は多くの製造産業で原材料として使われています。原材料として使われる酸の品質を評価することは原材料として適切かを判断するうえで重要です。

これらの酸に含まれる可溶性の不純物は、酸そのものや酸を原料として製造した最終製品の品質を劣化させます。低濃度の有機物は許容されますが、過剰な濃度になると次の問題を引き起こす可能性があります。

- ✓ 生産ラインの停止
- ✓ 最終製品の不適合
- ✓ 生産工程や製品の劣化

これらの問題は、製品品質の低下、生産工程の非効率化、生産設備の損傷、最終製品の劣化等を引き起こす可能性があります。

原料として使用される酸の品質を科学的に評価することはケミカル産業にとって大変重要なことです。酸の用途としては、医薬品原材料(API)、肥料、化学関連製品等があります。現在の有機物モニタリングは結果が出るまで時間を要し精度が悪い等の問題があります。

解決

TOC(全有機炭素)は、有機汚染を迅速に精度よく分析できる手法であり、対象サンプルの有機汚染を判定するのに最適な分析方法です。TOC 計に求められる基本的な性能として、強酸サンプルに耐えられることや、有機炭素を効率的に酸化分解できる機能を持っていることであり、結果として高精度な測定値が得られることです。

超臨界水酸化(SCWO)技術を採用している TOC 計 SIEVERS InnovOx ES Lab は酸溶液中の TOC を測定することができます。分析時間は選択した分析モード(TOC or NPOC)や選択したプロトコルに応じて 15 分から 30 分で分析できます。

TOC 計 SIEVERS InnovOx ES Lab の分析性能を検証するために、サンプルとして6N(26.5%)の硝酸にシヨ糖を TOC 濃度として 100ppm となるように添加し調整しました。この酸濃度と TOC 濃度は医薬品原材料(API)や肥料やケミカル産業において一般的に使われている濃度です。

サンプルは強酸であるため無機炭素(IC)の影響は低いと想定し NPOC モードに設定し測定しました。

測定を開始する前に、InnovOx 内部に残留している酸試薬(3N HCl)を希釈水フラッシュしました。その後、酸試薬フラッシュを 10 回繰り返しました。

サンプルは 20 サンプルを用意し、それぞれに測定条件を変えて測定しました。又、オートサンプラーに純水を入れたバイアルを 8 本セットし、測定が終了する毎に TOC 計内部に残留している硝酸をフラッシュしました。表1に測定結果を示します。σは標準偏差で RSD は相対標準偏差です。

Table 1: NPOC & TOC results for 6N HNO₃ samples

sample #	mode	% oxidizer	Avg. TOC/NPOC (ppm)	σ (ppm)	% RSD
1 to 5	NPOC	0	110.4	8.028	7.25
6 to 10	NPOC	10	104.6	1.96	1.86
11 to 15	TOC	0	112.4	3.426	2.99
16 to 20	TOC	10	112.4	4.66	4.13

結論

TOC ラボ計 SIEVERS InnovOx は、6N 硝酸溶液中の TOC を正確かつ高精度に測定できることが証明されました。このようなサンプルを測定するために推奨される設定は、スパージングをゼロ分にし、酸化剤の添加量は 10～15%とし、測定モードは NPOC に設定します。また、TOC 計を腐食から保護するために、サンプル分析後は純水洗浄することを強く推奨します。

推奨

SIEVERS InnovOx ES は、このような高濃度強酸サンプルの測定に適しており、オプションのエアフィルターを活用することで別置きの高純度ガスポンベは不要であり試験室の空気から二酸化炭素を除去しキャリアガスやスパージガスとして利用できます。

更に、SIEVERS オートサンプラーは、35mL のバイアルであれば 120 本まで、40mL や 60mL のバイアル

であれば 63 本までセットアップできます。オプションとしてサンプルを均一化させる攪拌機能とサンプル吸引ニードルをリンスする洗浄機能があります。強酸サンプルの場合は、特にこの洗浄機能が付いたオートサンプラーの使用を強く推奨します。

バイアルはセプタム付きを推奨します。セプタム付きのバイアルであればサンプルの有機汚染を防ぎます。また、酸の飛沫で火傷する事故を防止できます。プラスチック製のバイアルはサンプルを有機汚染するため使用しないでください。セプタム付きバイアルは SIEVERS から提供されています。

強酸サンプルを測定する場合は、InnovOx の性能を最適に維持するためにサンプルチューブ等の適切なメンテナンスや交換が特に重要になります。

(翻訳: セントラル科学株式会社)