Một cách tiếp cận mới cho phân tích Tổng Carbon Hữu cơ (TOC) các mẫu dung dịch và mẫu rắn trong một thiết bị duy nhất

William Lipps and Gary Engelhart • OI Analytical, PO Box 9010, College Station, TX 77842-9010 • (800) 653-1711

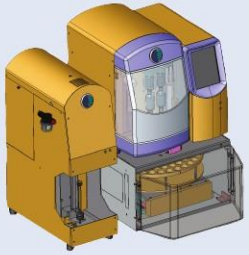
GIỚI THIỆU

Các phòng thí nghiệm thường cần kiểm nghiệm tổng lượng carbon hữu cơ (TOC) của các mẫu rắn bền cạnh các mẫu dung dịch và dịch chiết xuất để tuân thủ qui định xử lý chất thải, hoặc kiểm soát chất lượng sản phẩm và/hoặc các mục đích kiểm soát qui trình. Việc lấy mẫu đại diện và phân tích hóa học là phức tạp bởi bản chất không đồng nhất của các mẫu rắn và nhầy như rác thải, trầm tích, chất rắn sinh học, khoáng công nghiệp, và dịch sản xuất. Các mẫu dung dịch cũng có thể có đặc các vật chất nào đó cần phải lọc và chất phân tích trong dung dịch và các pha rắn để đảm bảo sự tin cậy của thành phần hóa học.

Báo cáo này mô tả các đặc tính hoạt động của một mô-đun cho phép phân tích TOC cả các mẫu rắn và mẫu dung dịch sử dụng một thiết bị duy nhất. Đồng thời được mô tả là một kỹ thuật tiền xử lý sử dụng một nồi đun TOC rắn đặc biệt được sử dụng để loại bỏ các dạng vô cơ của carbon từ các mẫu rắn trước khi đốt bằng nhiệt độ cao.

THỰC NGHIỆM

Thiết bị sử dụng trong nghiên cứu này bao gồm một mảy phần tích OI Analytical Aurora 1030W TOC và mô-đun 1030S TOC Solids, (Hình 1). Các hợp chất carbon hữu cơ trong dung dịch và các chiết xuất được oxi hóa bằng sodium persulfate nóng, tạo thành carbon dioxide (CO_2) được đo với đầu dò hồng ngoại không tán xạ (NDIR) trong mảy Aurora 1030W. Các mẫu rắn được oxi hóa bằng cách đốt ở nhiệt độ cao trong một nồi thạch anh bên trong buồng nấu của mô-đun 1030S. Khí đốt được thu thập và chuyển đến đầu dò NDIR của mảy Aurora 1030W để đo CO_2 và hàm lượng carbon có trong mẫu.



Hình 1. OI Analytical Aurora 1030W TOC và mô-đun 1030S TOC Solids

KẾT QUẢ & THẢO LUẬN

Mô-đun rắn được hiệu chuẩn TOC bằng cách tiêm vào microlit dung dịch Sucrose 10%. Khoảng hiệu chuẩn được chọn bởi phương pháp và thay đổi tùy theo thể tích syringe tiêm của mảy 1030W. Hình 2 và 3 diễn tả các hiệu chuẩn thông thường cho phân tích các chất rắn. Giới hạn phát hiện của phương pháp (MDL) được xác định sử dụng một lượng 100mg trầm tích carbon thấp. MDL tính toán được từ 7 lần phân tích lặp lại là 0.04% C, (40ppm).

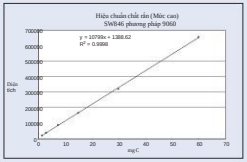
Kết quả từ các phân tích được thực hiện trên các mẫu chất rắn lựa chọn được trình bày trong Bảng 1.

Phân tách các dạng Vô cơ và Hữu cơ của carbon trong các mẫu rắn

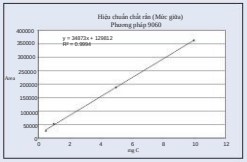
Phân tích chính xác carbon hữu cơ đòi hỏi khả năng phân hóa giữa các dạng carbon vô cơ và hữu cơ có mặt trong các mẫu. Carbon vô cơ hầu như luôn có mặt dưới dạng khoáng carbonate, là calcium carbonate (calcite và/hoặc aragonite), hoặc calsium magnesium carbonate (dolomite). Carbon hữu cơ có thể có mặt dưới dạng tàn tích phân hủy của các dạng sống tự nhiên, các hợp chất tổng hợp như dung môi, thuốc trừ sâu, và các polymer, hoặc như một hỗn hợp các hợp chất tự nhiên và tổng hợp. Tất cả khoáng carbonate đều sẵn sàng hòa tan trong dung dịch axit nóng cung cấp một cách phân biệt carbon vô cơ và hữu cơ. Mặc dù một lượng ít thất thoát trong các hợp chất carbon dễ bay hơi (VOCs), quá trình phân tách carbonate khói carbon hữu cơ bằng thủy phân axit thường được sử dụng rộng rãi[1].

Một thiết kế nồi nấu TOC rắn đặc biệt, tương tự như một nồi Gooch thông dụng để phân tích tổng chất rắn không tan (TSS) trong các mẫu môi trường, cung cấp một cách thức phân tách các hợp chất carbon vô cơ và hữu cơ, (hình 4 và 5). Thiết kế nồi nấu đặc biệt này loại bỏ yêu cầu phải bốc hơi mẫu đến khi khô sau khi loại bỏ carbonate và, thay vào đó, phân tách carbon hữu cơ từ màng lọc. Bảng 2 so sánh các kết quả thu được từ phương pháp "lọc" với phương pháp thủy phân axit và bay hơi truyền thống được sử dụng để xác định carbon hữu cơ khi có mặt khoáng carbonate.

Thiết kế nồi nấu TOC rắn cũng cho phép phân tách vật lý các hạt vật chất không tan trong các mẫu nước để cải thiện độ chính xác của đo đạc TOC. Các hạt có thể được lọc và phân tích như các chất rắn (carbon hữu cơ không tan) với phần dịch sau khi lọc được phân tích như chất lỏng (carbon hữu cơ hòa tan). Sự thêm vào của carbon hữu cơ tan và không tan cung cấp một kết quả tổng carbon hữu cơ chính xác hơn và nhiều ý nghĩa hơn[2].



Hình 2. Hiệu chuẩn TOC chất rắn (3.5–60.0 mg/C)



Hình 3. Hiệu chuẩn TOC (0.5–10 mg/C)

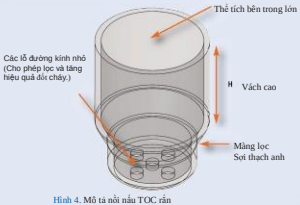
Bảng 1. Phân tích carbon trong các mẫu rắn lựa chọn

Mẫu	Vật liệu (giá trị đã biết)	Lượng đo được
Đất màu mỡ	Agricultural Soil (2.2% LOI)	2.2 OM (1.3% OC)
Trầm tích	NIST 2702 (3.36%C)	100 mg3.63% C 250 mg3.28% C 500 mg3.16% C
Chất thải sinh hoạt	Municipal Sludge	19.9%C (34% OM)
Độ tinh sạch hóa chất	Oxalic Acid (19% C)	19.3% C
Mùn cưa thấm hút để làm sạch vết dầu	Before (N/A) After (N/A)	37.2% C 38.2% C
F i l ter M edi a	N /A	11 µg C

OM = Vật chất hữu cơ
LOI = Thất thoát khi bốc cháy
OC = Carbon hữu cơ

Bảng 2. So sánh giữa thủy phân axit và lọc so với thủy phân axit và bay hơi

Thành phần	Lọc (%Carbon hữu cơ)	Bay hơi (%Carbon hữu cơ)
Đá vôi	0.44	7.64/6.84
Calcite + Humic Acid (thêm vào 6.27%)	7.64/6.84	8.48/9.22
NIST 2702 (3.27%)	3.04	—



Hình 4. Mô tả nồi nấu TOC rắn

Hình 5. Nồi nấu TOC rắn lắp trên bộ lọc

KẾT LUẬN

Mô-đun 1030S Solids mở rộng khả năng phân tích của mảy phân tích Aurora 1030W TOC, cho phép phân tích tổng carbon trong các mẫu rắn.

Quá trình xử lý mẫu tiền xử lý có thể thực hiện bền trong cùng một nồi nấu sử dụng để đốt cháy, cho phép phân tách định lượng nhanh chóng, tiết kiệm chi phí giữa carbon vô cơ và hữu cơ. Việc đầu tư và sử dụng đầu dò Aurora 1030W đa năng cho phép phân tích các mẫu chất rắn không đồng nhất với hàm lượng carbon biến đổi đa dạng.

REFERENCES
1. EPA SW846 Method 9060, Total Organic Carbon in Soil, Revision 11/16/1999
2. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater,20th Ed. 5310B

O·I Analytical a xylem brand

Vietnam Representative office

Website: www.xylem-analytics.vn

Email: analytics.vietnam@xyleminc.com

Tel: 028 38388368 Mobile: 0938800104