

用 SIEVERS* INNOVOX ES 实验室型 TOC 分析仪分析过氧化氢中的 TOC

挑战

过氧化氢 (H_2O_2) 是许多行业在生产工艺中广泛使用的重要化学品。许多应用 (例如半导体制造) 都需要使用高纯度、低污染的 H_2O_2 溶液。有效地检测 H_2O_2 溶液中的杂质浓度 (特别是有机碳浓度), 是确定 H_2O_2 溶液在工艺中的适用性以及 H_2O_2 溶液对工艺和产品的影响的关键。

H_2O_2 溶液中的可溶性有机杂质会对半导体工艺和半导体产品造成影响。由于基体产生化学反应, 因此分析 H_2O_2 溶液中的有机物含量极为困难。此外, H_2O_2 溶液中的有机化合物很稳定, 即使在高反应条件下也难以被完全氧化。要想对 H_2O_2 溶液进行准确而稳健的总有机碳分析, 就需要一种能够有效氧化稳定的有机化合物的仪器和方法。

解决方案

TOC 分析被广泛用来评估在半导体工艺中使用的高纯度化学品的质量。但分析仪器必须对易反应的基体具有化学耐受性, 并在低 pH 值下能够有效氧化有机碳, 以获得有效结果。

Sievers InnovOx ES 实验室型 TOC 分析仪采用超临界水氧化 (SCWO, Supercritical Water Oxidation) 技术, 能够有效氧化基体中的难以分析的不稳定有机化合物, 从而检测出 TOC 的 ppm 和 ppb 浓度。我们已经用磷酸、盐酸、硝酸、硫酸等酸剂成功完成了 TOC 定量检测。

技术

Sievers InnovOx TOC 分析仪采用超临界水氧化技术, 将有机碳分子氧化为 CO_2 , 然后用非色散红外 (NDIR,

Non-Dispersive Infrared) 检测技术进行精确定量。在超临界水氧化过程中, 样品被加热、加压, 直到水的临界点以上。在此条件下 (375°C 和 220 巴), 水成为超临界流体, 水中的有机物高度可溶, 而无机盐不可溶。此条件提高了氧化效率, 从而能够检测出反应性基体或复杂基体中的 TOC。

过氧化氢 (H_2O_2)

我们用 30% H_2O_2 溶液中的加标咖啡因的浓度来评估 Sievers InnovOx ES 实验室型分析仪分析 H_2O_2 溶液中 TOC 的能力。我们分析了加标样品, 并将实际 TOC 结果与预期值进行比较, 从而证明了此评估方法的可行性。

我们在两个范围 (0 - 5000 ppm 和 0 - 20000 ppm) 内进行分析, 证明了分析仪在宽广的 TOC 范围内具有适用性。我们还确定了酸剂 (HCl) 和氧化剂 ($(NH_4)_2S_2O_8$) 的最佳设置, 以得到最准确和最精确的检测结果。

表 1 中的分析数据包括加标浓度、从加标的 30% H_2O_2 样品中测得的 TOC、TOC 百分比回收率。用实测 TOC 值除以加标值来计算回收的 TOC 值。

分析数据显示, 分析仪能够对不同浓度的 H_2O_2 溶液进行 TOC 定量检测。为了减少在氧化环境中损失咖啡因, 我们在加标后 3 小时内完成分析。

表 1: 对 30% H_2O_2 (0 - 5000 ppm 范围) 进行 TOC 分析

| 咖啡因加标值 (ppm) | 实测 TOC (ppm) | TOC 百分比回收率 (ppm) |
|--------------|--------------|------------------|
| 50 | 50 | 100% |
| 100 | 93 | 93% |
| 250 | 213 | 85% |
| 500 | 426 | 85% |

第二项测试评估了在一系列氧化剂设置下的 TOC 回收率的优化情况。向 30% H₂O₂ 溶液中加入 500 ppm 咖啡因，然后在 0 - 20000 ppm 范围内进行分析。检测数据如表 2 所示。用实测 TOC 值除以加标值来计算回收的 TOC 值。

表 2: 对 30% H₂O₂ (0 - 20000 ppm 范围) 进行 TOC 分析

| 咖啡因加标值 (ppm) | 实测 TOC (ppm) | % RSD | %回收率 | %氧化剂 |
|--------------|--------------|-------|------|------|
| 500 | 510 | 7% | 102% | 5 |
| 500 | 506 | 3% | 101% | 10 |
| 500 | 482 | 8% | 96% | 15 |

在各种氧化剂设置下，500 ppm TOC 的回收率都非常好。相对标准偏差 (RSD) 表明，分析范围的检测精确度符合标准。用 5% 到 10% 范围的氧化剂设置，得出了最佳结果。

结论

Sievers InnovOx ES 实验室型分析仪能够准确地、精确地检测 30% 的浓缩 H₂O₂ 溶液中的各种 TOC 浓度。检测的精确度和准确度很高，咖啡因回收率可达 500 ppm。在整个检测过程中，分析仪器表现出极佳的稳定性，并且耐受 H₂O₂ 基体，在规定的维护周期内没有发生降解。

建议

表 3 是建议的 H₂O₂ 分析参数。使用对各个 TOC 浓度范围建议的参数组，就能得到最准确和最精确的检测数据。

表 3: 对 30% H₂O₂ 的建议的 TOC 分析参数

| | |
|-------------------------|-------------------------------------------------|
| TOC | <100 ppm |
| 范围 | 0-5k |
| 酸剂 | 2-5% 3M HCl 或 6M H ₃ PO ₄ |
| 氧化剂 | 0-1% |
| 吹除 | 0.8 分钟 |
| 校准点: 线性、0、10、50、100 ppm | |

| | |
|-------------------------|-------------------------------------------------|
| TOC | 100<TOC<5,000 |
| 范围 | 0-5k |
| 酸剂 | 2-5% 3M HCl 或 6M H ₃ PO ₄ |
| 氧化剂 | 5% |
| 吹除 | 0.8 分钟 |
| 校准点: 线性、0、100、1000、5000 | |

| | |
|-------------------------------|-------------------------------------------------|
| TOC | 100<TOC<20,000 |
| 范围 | 0-20k |
| 酸剂 | 2-5% 3M HCl 或 6M H ₃ PO ₄ |
| 氧化剂 | 10% |
| 吹除 | 0.8 分钟 |
| 校准点: 线性、0、100、1000、5000、20000 | |

Veolia Water Technologies
请访问以下网址与我们联系:
cn.sieversinstruments.com

关注 **Sievers 分析仪** 官方微信
了解更多
热线电话: 400 887 8280



WATER TECHNOLOGIES