

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 (H₂O₂) 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 H₂O₂ 溶液。有效地测量 H₂O₂ 溶液中的杂质浓度 (特别是有机碳浓度), 是确定过 H₂O₂ 溶液在工艺中的适用性以及 H₂O₂ 溶液对工艺和产品的影响的关键。

H₂O₂ 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 H₂O₂ 溶液中的有机物含量极为困难。此外, H₂O₂ 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 H₂O₂ 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, 从而测量出 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 定量测量。

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 CO₂, 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, 从而能够测量出反应性基体或复杂基体中的 TOC。

过氧化氢 (H₂O₂)

我们用 30% H₂O₂ 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 H₂O₂ 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 ((NH₄)₂S₂O₈) 的最佳设置, 以得到最准确和最精确的测量结果。

表 1 中的分析数据包括加标浓度、从加标的 30% H₂O₂ 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 H₂O₂ 溶液进行 TOC 定量测量。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% H₂O₂ (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。测量数据 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，分析范围的测量精确度符合标准。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、精确地测量 30% 的浓缩 H₂O₂ 溶液中的各种 TOC 浓度。测量的精确度和准确度很高，咖啡因回收率可达 500 ppm。在整个测量过程中，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测量数据。

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



扫二维码，
关注 Sievers 分析仪官方微信。

表 3：对 30% H₂O₂ 的建议的 TOC 分析参数

请访问以下网站并点击“索取信息与询价”与我们联系：<http://cn.sieversinstruments.com>

*苏伊士的商标，在一个或多个国家注册。

©2019 年苏伊士。版权所有。