

超纯水中的TOC回收率的对比

目的

对于同样的水样，我们的客户使用不同的TOC测定技术进行测定，对所观察到的TOC测定浓度差异，进行探讨。

结论

以前的在线TOC方法在测定超纯水中通常存在的有机化合物时，易于出现较大的分析误差。取决于存在的有机污染类型，这些非选择性的方法的TOC回收率可能偏高或偏低。

讨论

工作样品中所含有机化合物的完全回收，对TOC仪器的分析准确度非常重要。进行下面的研究，以考察不同种类的TOC仪器的回收效率。

在四个客户的现场，进行一系列标准添加，以比较多种不同TOC技术的回收效率。测试的TOC仪器包括Anatel的A-1000和A-1000XP、Thornton 502P和Sievers* Ultrapure PPT。通过标准稀释装置加入含量水平从0.1 ppb至2.5 ppb TOC的半导体行业感兴趣的有机物。这些有机物的选择基于现代超纯水（UPW）系统生产的成品水中出现的可能性。

已经确定有机氮化合物是UPW3中发现的TOC的重要部分。实验数据（图1）²显示A-1000、A-1000XP和502P无法回收有机氮化合物。通过对比，Ultrapure PPT仪器对这些化合物显示出完全的回收。该研究的详细信息在R. Godec的论文中可找到，该论文在2000年半导体纯水和化学品会议（2000 Semiconductor Pure water and Chemicals Conferences, SPWCC）²上发表。

A-1000、A-100、A-1000XP和502P回收率较差的原因不明。

可能是由于其低氧化效率或者在氧化反应器中的传质问题。还可能由于低浓度有机氮化合物的不寻常氧化性质，以及包括CO₂检测方法等多种因素的结合导致的。

CO₂测定方法

Anatel和Thornton TOC分析仪使用对氧化产物的直接电导测定，以测定TOC，而Sievers PPT使用CO₂选择膜电导方法。

数据还表明对于二氯丙醇，只有Sievers PPT是准确的。A-1000、A-1000XP和502P报告的含量都太大；分别是实际值的两倍或多倍。Balazs分析实验室在1989年报告Anatel与卤化物的正干扰⁴。除了Sievers PPT（其使用专利CO₂选择膜电导测定），其他仪器在氧化后直接测定样品的电导率。在这种情况下，除了想要的HCO₃⁻，还测定了二氯丙醇解离的副产品（H⁺、Cl⁻）。

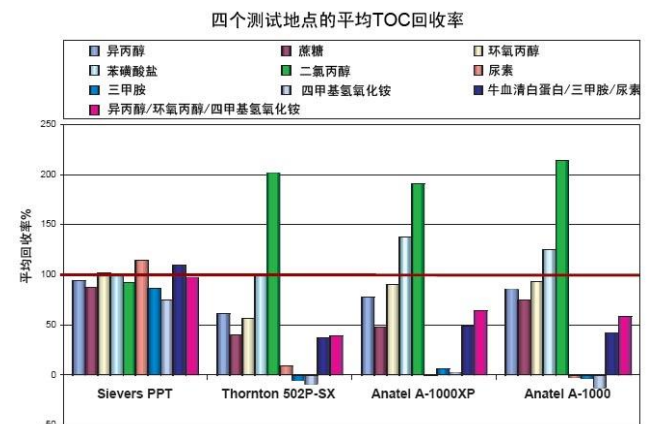


图1. 四个测试地点多种化合物的平均TOC回收率

氧化池比较

图2和图3显示了Sievers和Anatel氧化池的几何结构。图2显示，A-1000池为圆形，具有石英顶部和两个钛电极。水样品占据环形电极周围0.36英寸的内部

深度。UV灯位于石英的顶部。图3显示，Sievers PPT使用高效的合成融合二氧化硅管状螺旋反应器。螺旋管的内径略大于一毫米。UV185对于羟基（HO·）的形成非常关键，它是UV促进氧化的主要氧化剂。根据UV185在水中的穿透率，我们假定只有33%的UV185辐射到达池的底部，在Anatel A-1000中深度为0.36英寸。

与此相对，Sievers PPT反应器的设计允许至少85%的UV到达氧化反应器的全部区域。UV185的穿透率降低可说明Anatel有机物回收低的问题。

结论

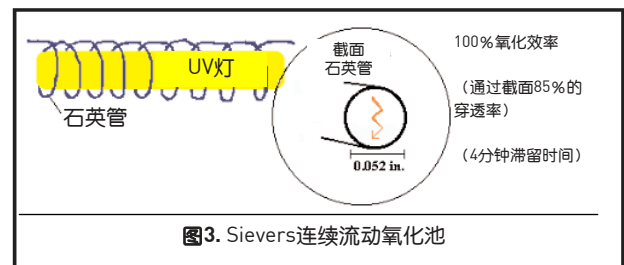
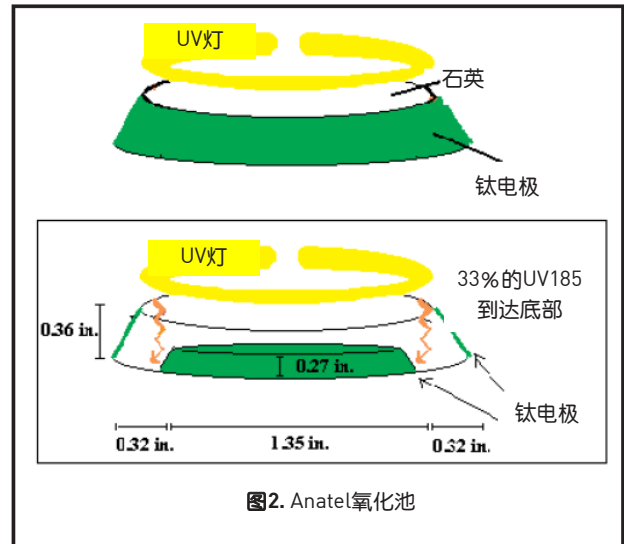
来自标准添加试验的数据表明A-1000、A-1000XP和502P无法准确地回收尿素、TMA（三甲胺）、TMAH（四甲基氢氧化铵）和二氯丙醇。这些分析仪对某些化合物报数太低，而对其他化合物报数太高。

Anatel和Sievers技术对比表明氧化池几何结构和CO₂测定方法的不同。这是回收率差异的可能解释之一。

参考资料

1. Godec, Rick; Franklin, Karen; "The Verification of Analytical Ultrapure Water instrumentation Performance using an Automated Standard Addition Apparatus" (使用自动标准添加设备对超纯水分析仪器性能的验证), Semiconductor Pure Water and Chemical Conference (半导体纯水和化学品会议), pp. 91-110, 1999.
2. Godec, R; "The Performance Comparison of Ultrapure Water TOC Analyzers using an Automated Standard Addition Apparatus" (使用自动标准添加设备对超纯水TOC分析仪的性能比较), SPWCC, pp. 61-112, 2000
3. Mizuniwa T. et al; "Analysis of Organic-combined Chloride, Sulfate and Nitrate Ions in Ultrapure Water"; SPWCC, pp. 111-124, 1999.4 Chu, T.; "Trihalomethanes Can Cause RO/DI System Problems" (三卤甲烷会引起RO/DI系统问题); Semiconductor Pure Water Conference (半导体纯水和化学品会议), 1989.1 Godec, Rick; Franklin, Karen; "The Verification of Analytical Ultrapure Water instrumentation Performance using an Automated Standard Addition Apparatus" (使用自动标准添加设备对超纯水分析仪器性能的验证), Semiconductor Pure Water and Chemical Conference (半导体纯水和化学品会议), pp. 91-110, 1999

根据实际测试项目的结果，Sievers PPT TOC分析仪没有正或负有机物回收问题，可认为在超纯水中提供完全准确的TOC测定。



扫二维码，
关注 Sievers 分析仪官方微信。