

TOC計 Sievers * InnovOx ラボ型を使用した過酸化水素のTOC分析

チャレンジ

過酸化水素 (H_2O_2) は、様々な産業で使用される重要な化学物質です。例えば、半導体製造の用途では、汚染物質の濃度が低い高純度の H_2O_2 が必要です。TOCを使った汚染物質濃度の測定は、プロセスや製品の品質へ及ぼす影響を評価するために重要です。

H_2O_2 に可溶性有機不純物が含まれていると、半導体製造プロセスや製品に問題が発生する可能性があります。過酸化水素中の有機物分析は、マトリックスの反応性のため困難です。さらに、 H_2O_2 に含まれる有機化合物は難分解性であり、反応性の高い環境でも酸化されにくいです。 H_2O_2 に難分解性有機化合物を効果的に酸化できる、正確で堅牢なTOC計が必要とされます。

解決

TOCは、半導体プロセスで使用される高純度化学物質の品質を評価するためのパラメーターとして広く使用されています。ただし、TOC計は、薬品耐性があり、低pHで有機炭素を効果的に酸化する必要があります。

TOC計 Sievers InnovOx ラボ型は、超臨界水酸化 (SCWO) を利用して、難分解性有機化合物を効果的に酸化し、TOCを測定します。今まで、リン酸、塩酸、硝酸、硫酸に含まれるTOC測定が実証されています。

分析技術

TOC計 Sievers InnovOx 型は、SCWO技術により有機炭素分子を CO_2 に酸化し、非分散型赤外線 (NDIR) 検出技術で正確にTOCを定量します。SCWOでは、サンプルは水の臨界点を超えて加熱 / 加圧されます。この条件下 ($375^\circ C$ 、 $22.1 MPa$) では、水は超臨界流体になり、有機物は非常に溶けやすく、無機塩は不溶となります。酸化効率が向上して、TOCを効果的に測定できます。

過酸化水素 (H_2O_2)

Sievers InnovOx ラボ型の分析能力を、30% H_2O_2 にカフェインを添加する試験によって評価しました。この試験では、添加したサンプルを分析し、実際の測定値と期待値を比較することで検証しました。

分析は2つのレンジ ($0 \sim 5,000$ ppmと $0 \sim 20,000$ ppm) で行われ、広範囲のTOCにわたる機器の汎用性が実証されました。さらに、酸 (HCl) と酸化剤 ($(NH_4)_2S_2O_8$) は最適用量に設定しました。

表1の分析結果には、添加濃度、TOC測定値、TOC回収率 (%) が記載されています。TOC回収率はTOC測定値を添加濃度で割って求めました。

このデータは、様々な濃度の過酸化水素をTOCで定量するTOC計の分析能力を示しています。酸化環境におけるカフェインの損失を最小限にするために、添加後3時間以内に測定を行いました。

表1. 30% H₂O₂ (0 - 5,000 ppm レンジ)のTOC測定

カフェイン添加 (ppm)	TOC 測定値 (ppm)	回収率 (%)
50	50	100
100	93	93
250	213	85
500	426	85

続いて、最適なTOC回収率を得るための酸化剤設定量を評価しました。H₂O₂ (30%)に500 ppmのカフェインを添加し、0~20,000 ppmレンジで測定しました。測定結果を表2に示します。TOC回収率は、TOC測定値を添加濃度で割って求めました。

表2. 30% H₂O₂ (0 - 20,000 ppm レンジ)のTOC測定

カフェイン添加 (ppm)	TOC 測定値 (ppm)	RSD (%)	回収率 (%)	酸化剤 (%)
500	510	7	102	5
500	506	3	101	10
500	482	8	96	15

全ての酸化剤設定において500 ppm TOCサンプルの回収率は優れていました。特に、5~10%の酸化剤設定で最良の結果が得られました。

結論

Sievers InnovOx ラボ型は、H₂O₂ (30%)に含まれるTOCを正確に測定できます。今回のテストでは、500 ppmまでのカフェインの回収率が優れていることが実証されました。TOC計はテスト全体を通して優れた堅牢性を示し、通常のメンテナンスサイクルで運用することができます。

推奨パラメーター

過酸化水素に含まれるTOCを測定するための推奨パラメーターを表3に示します。サンプルのTOC濃度に応じて、推奨されるパラメーターを設定することで、最も正確なデータが得られます。

表3. 30% H₂O₂のTOCを測定するための推奨パラメーター

TOC レンジ	100 ppm 未満 0 ~ 5,000
酸	2 ~ 5 % (3M HCl)
酸化剤	0 ~ 1 %
スパージ	0.8 分
検量線	0,10,50,100 ppm

TOC レンジ	100 ppm < TOC < 5,000 ppm 0 ~ 5,000
酸	2 ~ 5 % (3M HCl)
酸化剤	5 %
スパージ	0.8 分
検量線	0,100,1000,5000 ppm

TOC レンジ	100 ppm < TOC < 20,000 ppm 0 ~ 20,000
酸	2 ~ 5 % (3M HCl)
酸化剤	10 %
スパージ	0.8 分
検量線	0,100,1000,5000,20000 ppm

(翻訳: セントラル科学株式会社)