

Comparación de la recuperación de TOC en agua ultrapura

NOTA DE APLICACIÓN

Objetivo

Caracterizar la variación en las concentraciones de TOC observadas por nuestros clientes utilizando diferentes tecnologías de medición de TOC en el mismo suministro de agua.

Conclusión

Los métodos TOC en línea más antiguos son propensos a errores analíticos significativos al medir compuestos orgánicos típicamente presentes en agua ultrapura (UPW). Estos métodos no selectivos tienden a recuperar TOC en exceso o en defecto dependiendo del tipo de contaminación orgánica presente.

Discusión

La recuperación completa de los compuestos orgánicos contenidos en las muestras de trabajo es fundamental para la precisión analítica de la instrumentación TOC. El siguiente estudio se llevó a cabo para investigar las eficiencias de recuperación de varios tipos de instrumentación TOC.

En las instalaciones de cuatro clientes, se llevaron a cabo una serie de adiciones estándar para comparar las eficiencias de recuperación de varias tecnologías TOC diferentes. Los instrumentos TOC probados incluyeron el A-1000 y el A-1000XP de Anatel, el 502P de Thornton y el PPT Ultrapure* de Sievers. Se agregaron compuestos orgánicos de interés para la industria de semiconductores mediante un dispositivo de dilución estándar en niveles que van desde 0,1 ppb a 2,5 ppb de TOC. Estos compuestos orgánicos se eligieron en función de la probabilidad de que estuvieran presentes en el agua de producto final producida por los sistemas UPW modernos

Está demostrado que los compuestos orgánicos de nitrógeno son una fracción importante del TOC que se encuentra en las aguas residuales urbanas.² Los datos empíricos (**Figura 1**)³ muestran que

el A-1000, A-1000XP y 502P fueron incapaces de recuperar compuestos orgánicos de nitrógeno. Por el contrario, el instrumento Ultrapure PPT mostró una recuperación completa de estos compuestos. Los detalles de este estudio se pueden encontrar en un artículo de R. Godec presentado en la Conferencia sobre productos químicos y agua pura de semiconductores (SPWCC) de 2000.³

Se desconocen las razones de las malas recuperaciones exhibidas por el A-1000, A-1000XP y 502P. Podría atribuirse a sus bajas eficiencias oxidativas o al transporte de masa en los reactores de oxidación. También se puede atribuir a las inusuales químicas de oxidación de bajas concentraciones de compuestos orgánicos de nitrógeno y al método de detección CO₂.

CO₂ Métodos de medida

Los analizadores de TOC Anatel y Thornton utilizan una medición conductimétrica directa de los productos de oxidación para determinar el TOC, mientras que el Sievers PPT utiliza un método conductimétrico de membrana selectiva de CO₂.

Los datos también revelan que en el caso del dicloropropanol, sólo el PPT de Sievers fue exacto. El A-1000, el A-1000XP y el 502P informaron niveles exagerados; dos o más veces las reales en cada caso. La interferencia positiva de Anatel con compuestos halogenados fue informada en 1989 por el Laboratorio Analítico Balazs.⁴ Con la excepción del PPT de Sievers (que utiliza una medición conductimétrica de membrana selectiva de CO₂ patentada), los demás instrumentos miden la conductividad de la muestra directamente después de la oxidación. En este caso miden los subproductos de la disociación del dicloropropanol (H⁺, CL⁻) además del HCO deseado.³

Comparación de la recuperación de TOC en agua ultrapura

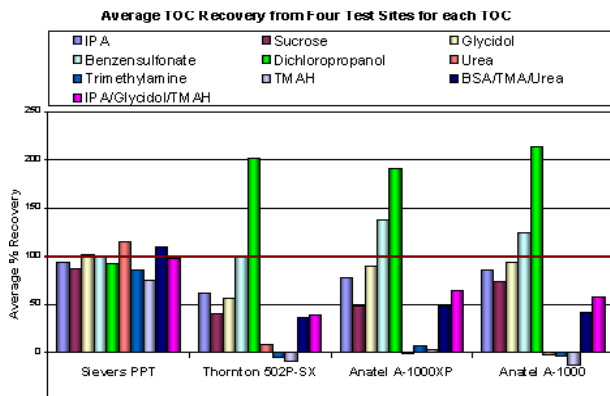


Figura 1. Recuperación promedio de TOC para varios compuestos en cuatro sitios de prueba

Comparación de células de oxidación

Las geometrías de las celdas de oxidación de Sievers y Anatel se muestran en Figuras 2 y 3. La Figura 2 muestra que la celda A-1000 es circular con una tapa de cuarzo y dos electrodos de titanio. La muestra de agua ocupa una profundidad interior de 0,36 pulgadas alrededor del electrodo circular. La lámpara UV se coloca encima del cuarzo. La Figura 3 muestra que el Sievers PPT utiliza un eficiente reactor de bobina tubular de reacción de sílice fundida sintética. El diámetro interior de la bobina es ligeramente superior a 0,04 pulgadas. UV185 es fundamental para la formación de radicales hidroxilo (HO₂), los oxidantes clave en la oxidación promovida por los rayos UV. Basándonos en la penetración de UV185 a través del agua, estimamos que sólo el 33% de la irradiación UV185 alcanza el fondo de la célula en la Anatel A-1000 a una profundidad de 0,36 pulgadas. En cambio, el diseño del reactor Sievers PPT permite que al menos el 85% de la UV llegue a todas las zonas del reactor de oxidación. La penetración reducida de UV185 puede explicar la menor recuperación orgánica de Anatel.

Resumen

Los datos de los experimentos de adición estándar han revelado la incapacidad de los analizadores A-1000, A-1000XP y 502P para recuperar Urea, TMA, TMAH y dicloropropanol con precisión. Estos analizadores subestimaron algunos compuestos y exageraron otros.

Una comparación de las tecnologías de Anatel y Sievers revela diferencias en la geometría de la célula de oxidación y en los métodos de medición de CO₂. Esta es una posible explicación de las diferencias de recuperación.

Según los resultados del programa de pruebas realistas, el analizador de TOC Sievers PPT no sufrió problemas de recuperación orgánica positiva o negativa y se puede suponer que proporciona mediciones completas y precisas de TOC en agua ultrapura.

Los productos de TOC más recientes de Sievers, incluidos los analizadores CheckPoint, 500 y de la serie M, utilizan un diseño de lámpara UV similar, que emite luz a 185 y 254 nm, lo que da lugar a la formación de potentes agentes oxidantes químicos.

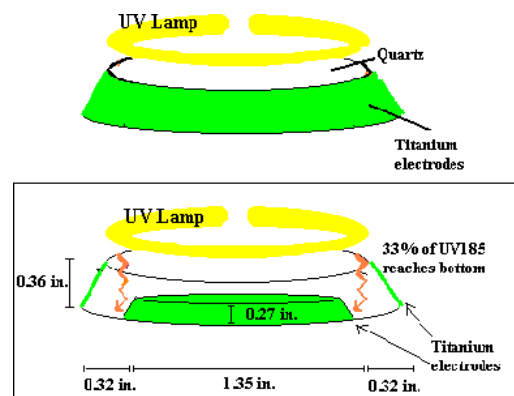


Figura 2. Celda de Oxidación de Anatel

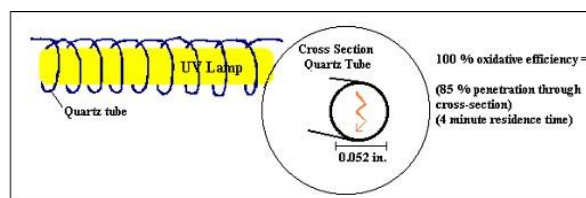


Figura 3. Celda de oxidación de flujo continuo de Sievers

Referencias

- Godec, Rick; Franklin, Karen; "The Verification of Analytical Ultrapure Water Instrumentation Performance using an Automated Standard Addition Apparatus", Semiconductor Pure Water and Chemical Conference, pp. 91-110, 1999.
- Mizuniwa T. et al; "Analysis of Organic-combined Chloride, Sulfate and Nitrate Ions in Ultrapure Water"; SPWCC, pp. 111-124, 1999.
- Godec, R; "The Performance Comparison of Ultrapure Water TOC Analyzers using an Automated Standard Addition Apparatus", SPWCC, pp. 61-112, 2000.
- Chu, T.; "Trihalomethanes Can Cause RO/DI System Godec, Rick; Franklin, Karen; "La verificación del rendimiento de la instrumentación analítica de agua ultrapura utilizando un aparato automatizado de adición de estándares", Semiconductor Pure Water and Chemical Conference, págs. 91-110, 1999.