

ユーザーベネフィット

- ◆ 硫酸中の有機汚染管理を行うことができます。
- ◆ オートサンプラーASI-Lを用いることにより、多検体を自動測定することができます。

■はじめに

硫酸は肥料原料、金属精錬や製紙などに利用され、用途が多岐にわたる重要な化学品です。この硫酸に不純物が含まれると、製造プロセスや最終製品に影響を与えることから、硫酸の品質評価が求められています。例えば、半導体などの工業製造では、硫酸が洗浄剤として使用されており、ウエハー表面に洗浄剤からの有機不純物が残っていると、ウエハーの品質低下、もしくはウエハーによる半導体製品の品質低下を招くだけでなく、製造プロセスに影響を与える可能性があります。

硫酸の有機物の品質評価には、有機不純物としてTOCを測定することが有効です。TOC計で硫酸を測定する場合に、高濃度の硫酸イオンは測定値に影響することがありますが、島津TOC計を使用すれば、1%硫酸の測定が可能です。

今回は、島津全有機体炭素計TOC-Lによる1%硫酸中のTOCを測定した例をご紹介します。

■測定試料

試薬特級の硫酸を、純水で希釈して1%硫酸を調製しました。その1%硫酸にフタル酸水素カリウムを添加し、それぞれTOC濃度が1 mgC/L、5 mgC/L、10 mgC/Lとなるように調製し、添加回収試験を行いました。表1に測定試料を示します。

表1 測定試料

試料名	TOC濃度 [mgC/L]
1%硫酸	0
1%硫酸+TOC 1 mgC/L	1
1%硫酸+TOC 5 mgC/L	5
1%硫酸+TOC 10 mgC/L	10

■分析方法

分析には、全有機体炭素計TOC-Lを用いました(図1)。

測定条件を表2に示します。TOC測定には不揮発性有機体炭素(Non-Purgeable Organic Carbon、NPOC)法を使用しました。通常のNPOC法は酸添加により試料を酸性化し、通気処理で無機体炭素(IC)を除去してから、全炭素(TC)=TOCとして測定します。ただし、無機体炭素の除去に際して、硫酸試料はもとより酸性であるため、酸を添加せず通気処理のみ行いました。

分析計の校正として、TC測定は0と20 mgC/Lのフタル酸水素カリウム水溶液を使用して検量線を作成しました。検量線は、標準液の調製に用いた純水に含まれるTOC成分を補正するため、原点移動を行いました。



図1 全有機体炭素計TOC-L(右)とオートサンプラーASI-L(左)

表2 測定条件

分析計	全有機体炭素計TOC-L _{CPH}
触媒	標準触媒
測定項目	NPOC(酸性化通気処理によるTOC)
注入量	50 μL
検量線	TC: 0-20 mgC/Lフタル酸水素カリウム水溶液による2点検量線

■測定結果

表3 1%硫酸の測定結果

試料名	TOC濃度 [mgC/L]	TOC回収率 [%]
1%硫酸	0.343	-
1%硫酸+TOC 1 mgC/L	1.34	99.9
1%硫酸+TOC 5 mgC/L	5.35	100
1%硫酸+TOC 10 mgC/L	10.6	102

硫酸のTOCを測定した結果を表3に示します。いずれの試料も99.9%~102%の回収率が得られました。図2にTOC添加濃度とTOC測定濃度の相関関係を示します。相関係数は0.9999で良好な相関が得られ、添加したTOCが精度よく測定できていることがわかります。測定データを図3に示します。

今回の結果から、TOC-Lを用いることにより、1%硫酸のTOCを1 mgC/L程度まで硫酸イオンに干渉されずに測定できることがわかりました。

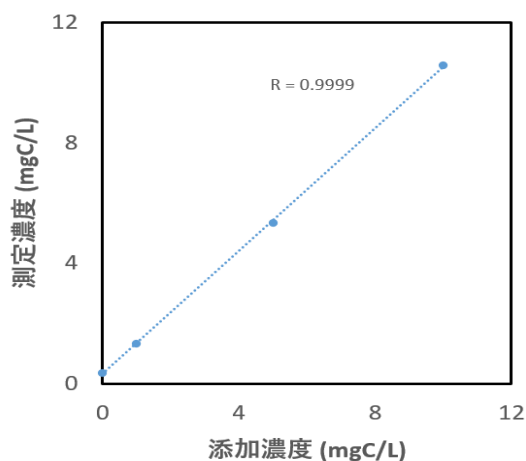


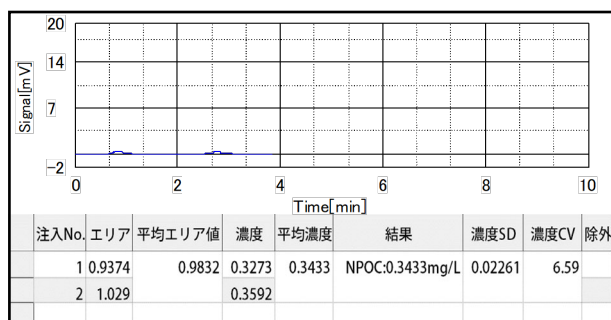
図2 TOC添加濃度と測定濃度の相関性

■まとめ

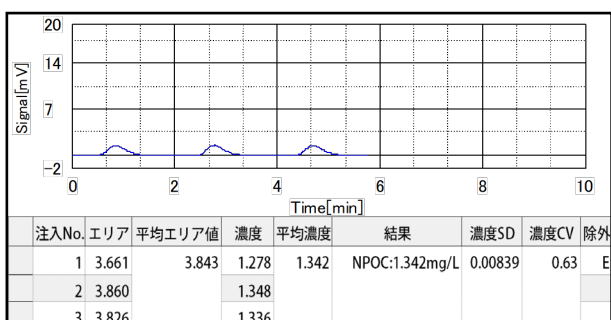
本稿では、島津全有機体炭素計TOC-Lを使用することで、1%硫酸のTOCを測定できることを確認しました。高濃度の硫酸の場合には希釈することにより測定することができません。

このようにTOC-Lを使用すると、硫酸の有機不純物を管理することができます。半導体業界などのような高純度の硫酸が求められる場合にも、有機物の品質評価に活用されることが期待されます。

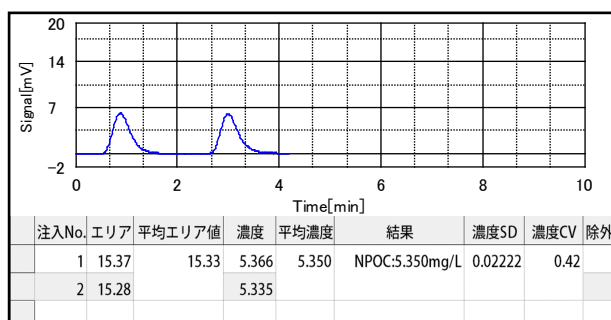
また、オートサンプラーASI-Lを用いることで多検体を自動測定することができ、分析効率の向上に貢献できます。



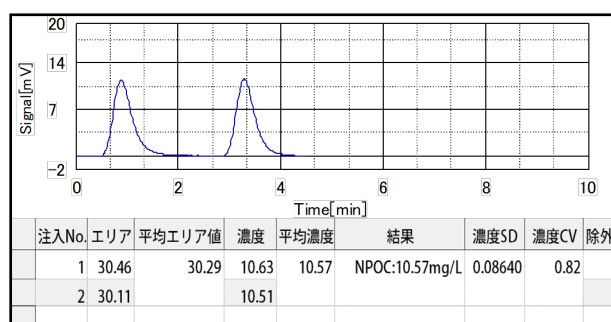
(a) 1%硫酸



(b) 1%硫酸+TOC 1 mgC/L



(c) 1%硫酸+TOC 5 mgC/L



(d) 1%硫酸+TOC 10 mgC/L

図3 硫酸のTOC測定データ

※本アプリケーションにて測定できる硫酸濃度の上限は1%となります。
 ※硫酸濃度1%を超える濃度でのTOC測定は対応できない場合があります。