

Деионизованная вода — жидкость высокой степени чистоты, т. к. из нее практически полностью удалены соли металлов, растворенные газы, примеси механических веществ, микроорганизмы. В настоящее время средний уровень чистоты деионизованной воды составляет 99,9999 %, что соответствует концентрации остаточных ионов $2 \cdot 10^{-6}$ % или уровню удельного сопротивления 17—18 МОм·см. (Удельное сопротивление теоретической деионизованной воды при температуре 25 °С составляет 18,24 МОм·см).

Требования к промывочной воде по стандартам США.

Контролируемый параметр	Единица измерения	ASTM тип E-1	SEMI Super Quality
Удельное сопротивление	МОм·см	18 (90% времени)	17
SiO ₂ (общее)	ppb	5	5
Число частиц размером более 1 мкм	шт/мл	2	1
Живые организмы	шт/100мл	100	50
Углерод органический (ТОС)	ppb	50	75
Медь	ppb	1	2
Хлориды	ppb	2	20
Калий	ppb	2	1
Натрий	ppb	1	1
Цинк	ppb	5	1
Общее количество твёрдых веществ	ppb	10	15

Качество ультрачистой воды в Японии

Контролируемый параметр	Степень интеграции			
	64 Кбит	256Кбит	1Мбит	4Мбит
Удельное сопротивление (Мом·см)	15÷16	17÷18	17,5÷18,0	18,0
Микрочастицы (шт/мл)	0,2 мкм 50÷150	0,2 мкм 30÷50	0,1 мкм 10÷20	0, 1 мкм 5÷ 10
Бактерии (шт/100мл)	50÷100	5÷20	1÷5	1
Общий органический углерод (ppb)	50÷200	50÷100	30÷50	20÷30
SiO ₂ (ppb)	20÷30	10	5	5
Растворённый кислород (ppb)	100	100	50÷100	50

Требования отечественных стандартов к качеству деионизованной воды марки А.

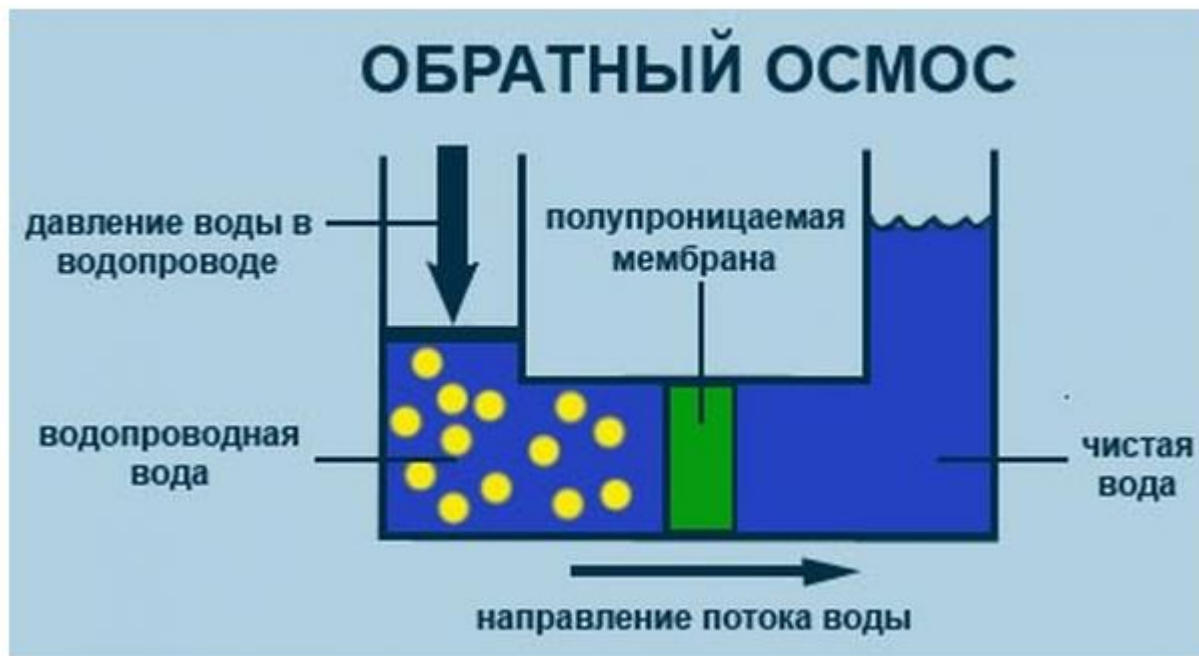
Контролируемый параметр	Максимально допустимое значение
Удельное сопротивление при $T=20\pm 2^{\circ}\text{C}$, (Мом·см)	18,0
Перманганатная окисляемость в пересчёте на кислород (ppb)	200
Кремниевая кислота (ppb)	9
Железо (ppb)	2
Медь (ppb)	2
Микрочастицы размером 2 мкм (шт/мл), не более	10
Бактерии (шт/мл)	1



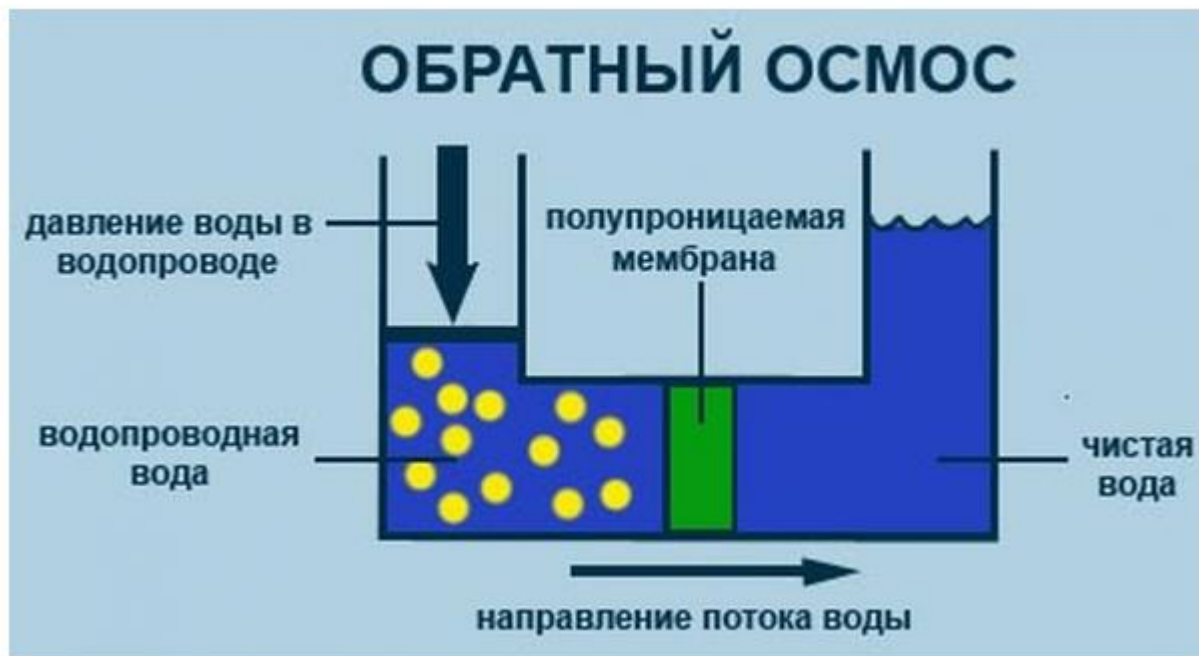
Создавая источник сверхчистой воды для производств по изготовлению интегральных микросхем необходимо ставить перед собой двойную задачу: очищать воду до требуемого уровня чистоты, а затем следить за тем, чтобы сверхчистая вода подавалась в место ее использования без потерь качества. Для осуществления такой двойной задачи существует три вида систем (технологий): очистительная система, которая создает сверхчистую воду; распределительная система, которая подает эту сверхчистую воду в место ее использования; система контроля качества воды на разных этапах ее изготовления и распределения.

Получение деионизованной воды.





Обратный осмос — процесс, в котором при определённом давлении растворитель (обычно вода) проходит через полупроницаемую мембрану из более концентрированного в менее концентрированный раствор, то есть в обратном для осмоса направлении. При этом мембрана пропускает растворитель, но не пропускает некоторые растворённые в нём вещества



Часть сырой воды проходит через мембрану, очищается от большинства имеющихся в ней загрязнений, образуя при этом "пермеат" (растворенное вещество). Загрязнения накапливаются в оставшемся потоке, который называется "концентрат", и сливаются из установки в виде отходов.



Ионный обмен — это обратимый взаимообмен ионов с одноименными зарядами, протекающий между раствором и твердым веществом, находящимся в контакте с этим раствором.

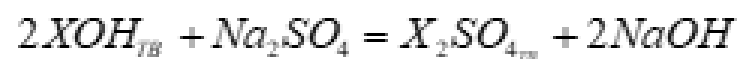


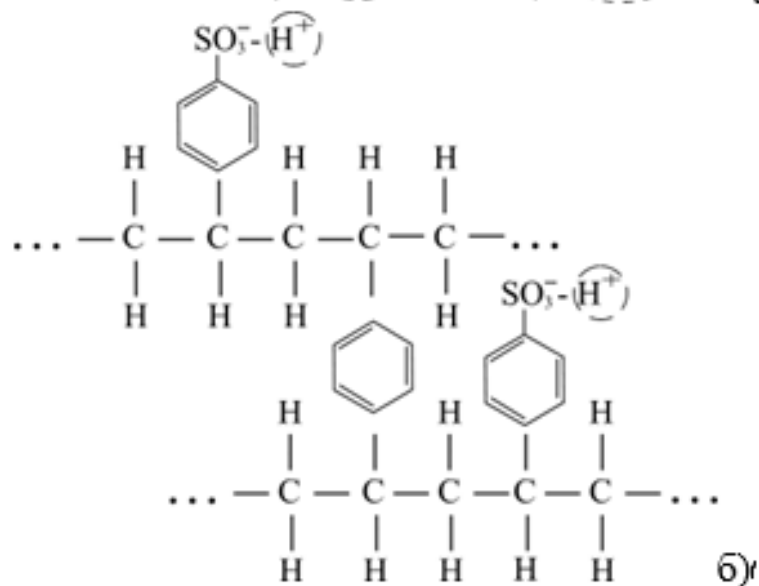
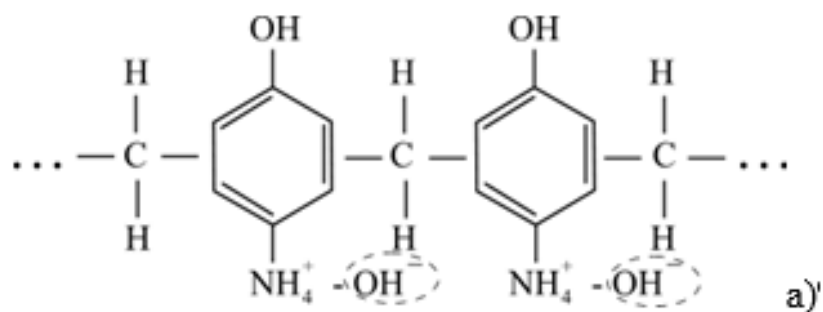
Твердое вещество, осуществляющее обмен ионов, называется ионитом, ионообменником или ионообменной смолой. Если обменивающиеся ионы заряжены положительно, ионит представляет собой катионный ионообменник — катионит, если же они заряжены отрицательно — анионный ионообменник или анионит.

В качестве типичной реакции катионного обмена может служить реакция:



Примером анионного обмена является реакция:





Строение молекул типичных ионитов: *а)* -анионит; *б)* -катионит.

а) КУ-2-8 — катионит универсальный, 2-я модель, содержание дивинилбензола 8 %;

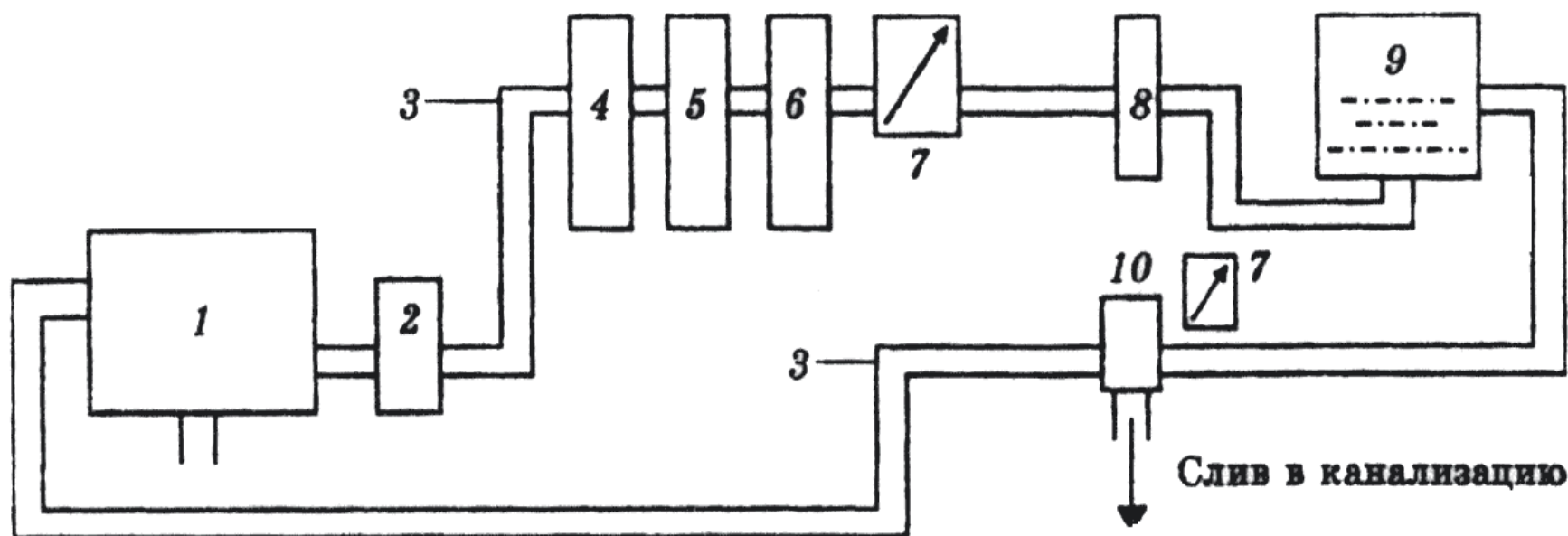
б) АВ-17-8 — анионит высокоосновной, 17-я модель, содержание дивинилбензола 8 %.



Ультрафиолетовая стерилизация в системе финишной доочистки деионизованной воды предназначена для уничтожения живых микроорганизмов. Обработка воды ультрафиолетовыми лучами в диапазоне 240—280 нм обеспечивает полное истребление и инактивацию всех микробов, бактерий и вирусов, находящихся в ней. Обычно источником энергии являются ртутные лампы низкого давления, расположенные по диаметру кварцевой трубы, по которой протекает деионизованная вода.



Фильтры смешанного действия на стадии финишной очистки деионизованной воды, как правило, заполняются специальной ионообменной смолой "ядерной" степени чистоты, так как предназначены для получения воды высокой степени чистоты. Ионообменные смолы "ядерной" степени чистоты могут быть использованы только для одного рабочего цикла и не подлежат регенерации. Однако использование таких смол не влечет за собой особых затрат, поскольку финишные системы стоят после первичного деионизатора и срок их службы продолжается несколько лет.



Вид локальной системы фильтрации воды: 1 — накопительная емкость, 2 — водяной насос, 3 — трубопровод, 4 — фильтр предварительной очистки, 5 — фильтр очистки от углеродсодержащей органики, 6 — фильтр смешанного действия, 7 — измеритель удельного сопротивления, 8 — фильтр тонкой очистки, 9 — потребитель, 10 — система возврата воды на повторное использование.



Не менее важной задачей, чем получение деионизованной воды высокой чистоты, является сохранение достигнутого уровня в процессе ее расходования. При движении деионизованной воды в длинных и сложных трубопроводах, длина которых в ряде случаев достигает нескольких сотен метров, и при наличии на пути воды множества клапанов и фиттингов возможно ее загрязнение. Основными причинами загрязнения воды являются:

- * рост бактерий;
- * выделение примесей и микрочастиц из материала трубопроводов;
- * проникновение в трубопроводы воздуха и газов.



Наиболее часто в качестве материала для труб, предназначенных для транспортировки сверхчистой воды, используется поливинилхлорид (ПВХ). Это обусловлено его низкой стоимостью, легкостью монтажа трубопроводов, достаточной механической прочностью и приемлемой химической стойкостью. Широкое применение для этой цели так же находят трубы из полипропилена (ПП) и поливинилидендифторида (ПВДФ). В последнее время начались работы по применению труб из перфторалкоксивинилового эфира (ПФА) и полиэфирэфиркетона (ПЭЭК).

Результаты исследований стойкости материалов при выдержке в воде

Наименование материала	Состояние внутренней поверхности	Микропоры		
		Исходный образец	Образец после выдержки при 20 °С в течении дня	Образец после выдержки при 80°С в течении дня
ПВХ	XXX	+	+	++
ПП	X	+	+	+
ПВДФ	XX	-	-	-
ПЭЭК	XXX	-	-	-

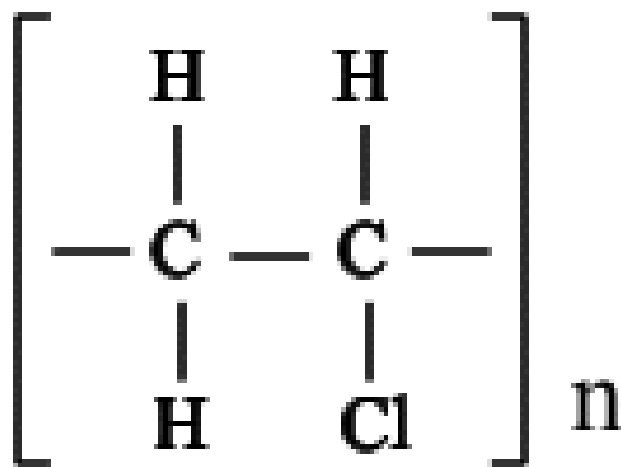
— *Гладкость поверхности:*

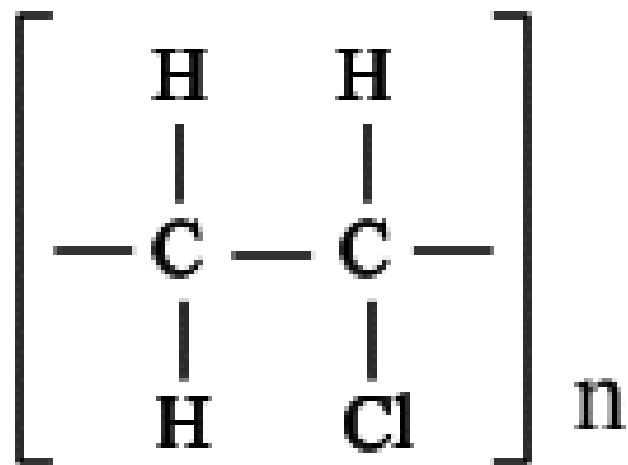
х х х — превосходная; х х — хорошая, х - плохая.

Микропоры: + - много; - - мало.

Поливинилхлорид. Основным компонентом ПВХ является смола на основе винилхлорида. Кроме того, в композицию входят добавки в виде сульфатов четырех и двухвалентного свинца, стеараты свинца, кальция и бария, а также пигменты (белая двуокись титана) и воск. Соотношение этих добавок меняется в зависимости от изготовителя. Поэтому в воду, контактирующую с материалом, выделяются различные количества примесей.

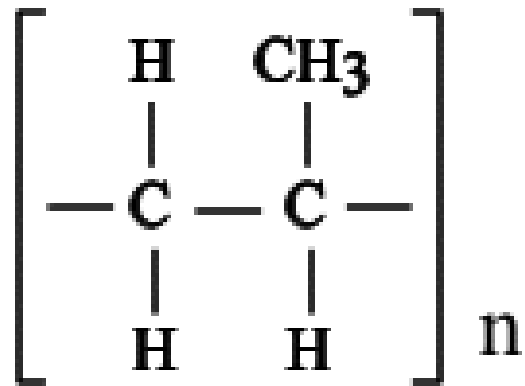
Молекулярная структура ПВХ имеет следующий вид:





Трубы из ПВХ характеризуются большим количеством пор, низкой стойкостью к озону. Кроме этого при использовании труб из ПВХ наблюдается выделение в воду хлора. Установлено, что концентрация хлорид-ионов после 25 дней выдержки составляли 290 ppt. Эта величина соответствует количеству выделяющихся примесей в 1,7 мг на 1 м² внутренней поверхности. Максимальная температура воды при использовании труб из ПВХ не должна превышать 60 °С.

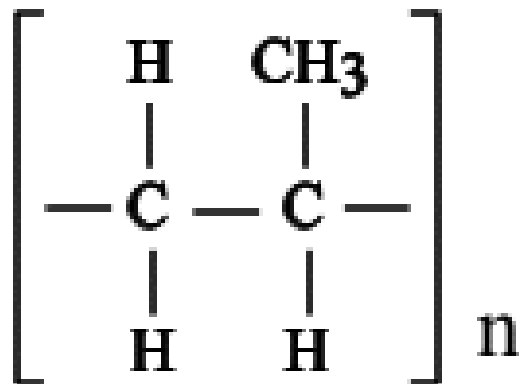
Полипропилен. Молекулярная формула полипропилена (ПП) имеет вид:



Полипропилен достаточно пластичный материал при повышенных температурах и хорошо поддается сварке.

Трубы из полипропилена характеризуются высокой степенью шероховатости и большим содержанием пор на внутренней поверхности. При прохождении воды через трубки из полипропилена в первоначальный момент в ней обнаруживаются ионы натрия, кальция и сульфат ионы. С повышением температуры количество вышеназванных ионов увеличивается. В процессе эксплуатации трубопровода концентрация этих ионов снижается.

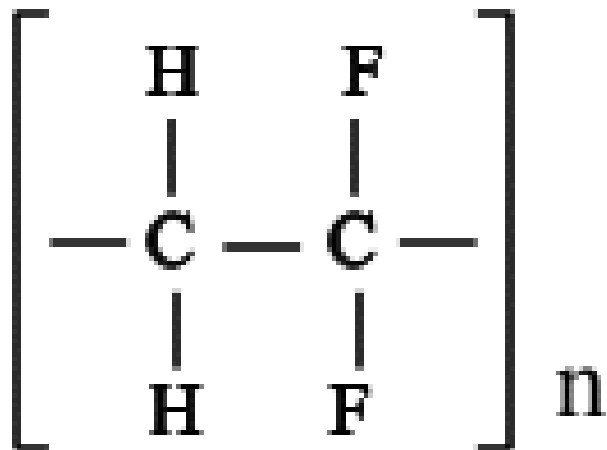
Полипропилен. Молекулярная формула полипропилена (ПП) имеет вид:



В связи с этим следует, что вводу в эксплуатацию системы раздачи из полипропиленовых труб, должны предшествовать длительная и тщательная промывка.

Максимальная температура использования труб из полипропилена — 100 °С.

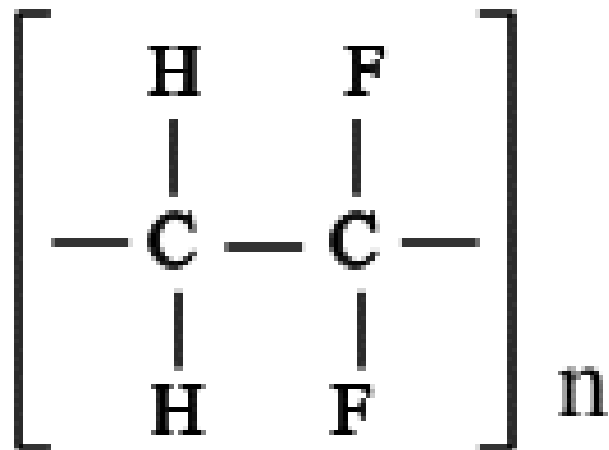
Поливинилидендифторид. Молекулярная формула поливинилидендифторида (ПВДФ) имеет вид:



Поливинилидендифторид достаточно инертный материал. Трубы, изготовленные из ПВДФ, имеют очень гладкую внутреннюю поверхность, на ней практически отсутствуют поры.

Материал устойчив в процессе периодической очистки к окислителям. Преимущества ПВДФ особенно очевидны при конструировании системы с использованием озона, для которой этот материал вне конкуренции.

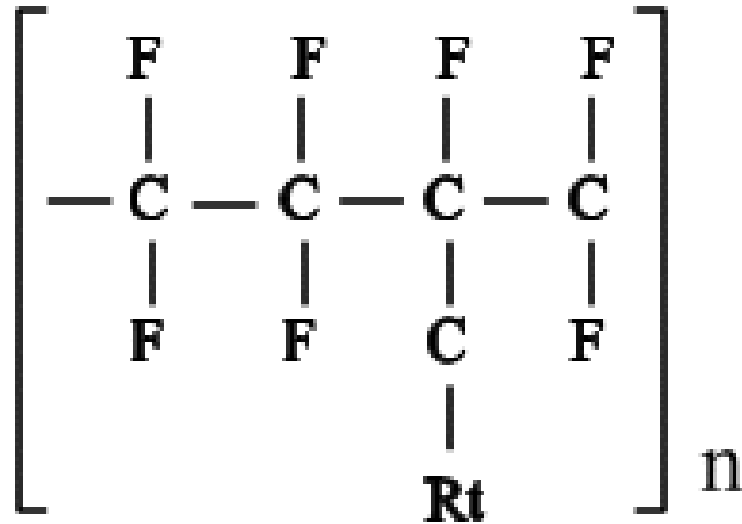
Поливинилидендифторид. Молекулярная формула поливинилидендифторида (ПВДФ) имеет вид:



При прохождении воды по трубам из ПВДФ в воду выделяется незначительное количество фтор-иона. При повышении температуры воды концентрация фтор-иона увеличивается. В связи с этим необходимо быть предельно внимательным при использовании труб из ПВДФ в системах, непрерывно используемых при повышенной температуре.

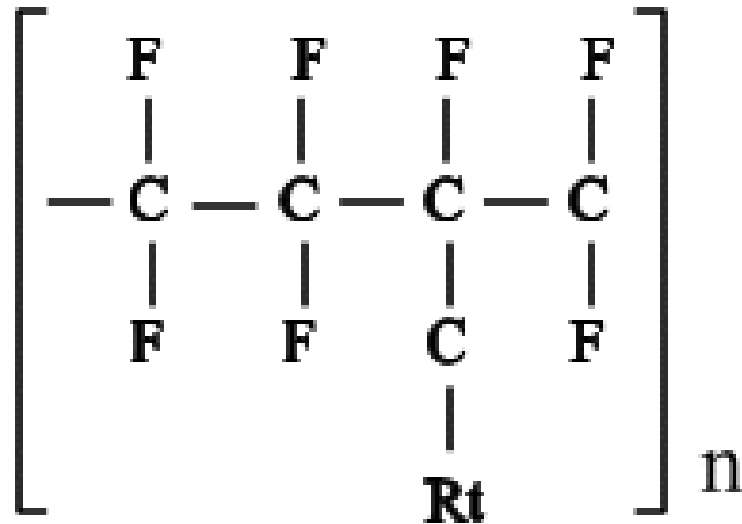
Температура эксплуатации ПВДФ до 140 °С.

Перфторалкоксивиниловый эфир. Молекулярная формула перфторалкоксивинилового эфира (ПФА) имеет вид



ПФА практически инертный материал. Он широко используется в технологии изготовления интегральных микросхем для изготовления ванн и кассет для химической обработки пластин в агрессивных жидкостях при повышенных температурах.

Перфторалкоксивиниловый эфир. Молекулярная формула перфторалкоксивинилового эфира (ПФА) имеет вид

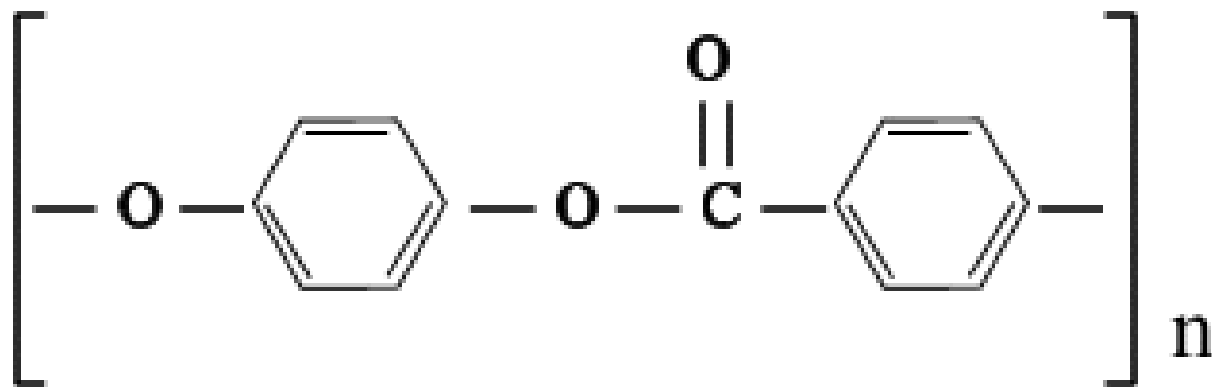


Трубы, изготовленные из ПФА, имеют гладкую внутреннюю поверхность. Аналогично трубам из ПВДФ трубы из ПФА способны выделять в таких же количествах фтор-ион. Предельная температура эксплуатации материала ПФА — 260 °С.

Следует отметить, что для соединения труб из ПФА между собой требуются особые сложные технологии.

Полиэфирэфиркетон.

Молекулярная формула полиэфирэфиркетона (ПЭЭК) имеет вид:



ПЭЭК достаточно инертный и прочный материал. Обладает высокой теплопроводностью, успешно выдерживает тепловую стерилизацию. У ПЭЭК превосходная теплостойкость, небольшой коэффициент линейного теплового расширения.

Гладкая внутренняя поверхность практически не генерирует микрочастиц. Вода, подаваемая по трубам из ПЭЭК, не загрязняется органическими и ионными примесями.

Предельная температура эксплуатации полиэфирэфиркетона — 152 °С.

Основные физические характеристики материалов, применяемых для изготовления распределительных систем деионизованной ВОДЫ

Характеристика	ПВХ	ПП	ПВДФ	ПФА	ПЭЭК
Удельный вес, Н/м ³	1,43	0,91	1,77	2,12-2,17	1,3
Прочность при растяжении, кг/см ²	500-550	250	500-600	320	930
Модуль упругости, кг/см ²	$2,7 \times 10^4$	$1,5 \times 10^4$	$1,4 \times 10^4$	—	4×10^4
Коэффициент линейного теплового расширения, С ⁻¹	$(6 \div 8) \times 10^{-3}$	11×10^{-3}	12×10^{-3}	12×10^{-3}	5×10^{-3}
Удельная теплопроводность, кал/см×с×град.	0,13	0,15-0,2	0,11	0,22	0,22
Предельная температура эксплуатации, °С	60	100	140	260	152



При создании систем распределения деионизованной воды особое внимание следует уделять монтажу трубопроводов. Монтажные работы систем распределения воды должны выполняться в специальных помещениях с определенным качеством воздушной среды. Помещение должно быть разделено на три зоны:

- * зона обработки резанием и зачистки. Зона должна быть снабжена устройством для отсоса стружки;
- * зона сварочных работ или зона склеивания;
- * зона мокрой очистки трубопроводов и деталей.



Все узлы изготавливаемой системы должны, по возможности, поставляться к месту сборки в герметичной упаковке. Если это невозможно по техническим причинам, то перед сборкой все составные части трубопроводов подвергаются мокрой очистке. Мокрая очистка труб и деталей должна проводиться неионогенными поверхностно-активными веществами или спиртоводной смесью. При монтаже системы раздачи в обязательном порядке должны быть выполнены следующие требования:



а) путь воды по трубе (от последнего очистного аппарата до точки ее потребления) должен быть минимальным;

б) скорость потока в трубах должна быть наибольшей в допустимом интервале перепада давлений;

в) диаметр труб должен становиться все меньше и меньше с падением скорости потока, для того чтобы обеспечить максимальную скорость потока во всех разветвлениях системы раздачи;

д) система не должна иметь тупиковых ответвлений.

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ДЕИОНИЗОВАННОЙ ВОДЫ

Качество особочистой воды должно постоянно контролироваться, так как в сложных современных системах получения ультрачистой воды на конечный результат оказывают влияние много факторов. Среди этих факторов — изменение качества исходной воды, ухудшение качества работы ионообменных смол и микрофильтров, увеличение числа бактерий и т. д. В ультрачистой воде содержатся следующие примеси: частицы, бактерии, неорганические ионы, органические вещества и растворенные газы. Эти примеси содержатся в таких малых концентрациях, что точные результаты измерений становятся чувствительными к методикам приготовления проб, загрязненности окружающей среды, приборным ошибкам. В связи с этим необходима совершенная технология анализа состава ультрачистой воды.



При контроле качества деионизованной воды в основном оцениваются следующие параметры:

- * удельное сопротивление;
- * содержание частиц;
- * содержание бактерий;
- содержание кремниевой кислоты;
- * содержание общего органического углерода (ТОС);
- * содержание ионов металлов.

Количественная оценка некоторых параметров производится или путем постоянной регистрации с помощью высокочувствительных приборов или путем отбора и анализа проб в лабораторных условиях. Приборы, регистрирующие параметры деионизованной воды, обычно устанавливаются в непосредственной близости от точек потребления, а для отбора проб у точек потребления устанавливаются специальные отборники проб с постоянным протоком воды и скоростью движения воды не менее 1,5 м/с. Скорость движения воды рассчитывается по формуле:

$$v = \frac{4Q}{3,14d^2}$$

где v — скорость движения воды, м/с; Q — расход воды из отборника, м³/с; d — внутренний диаметр трубки, м.

Наиболее общим методом обнаружения неорганических загрязнений в деионизованной воде является метод измерения электрического удельного сопротивления.

Деионизованная вода — электролит, т. к. из-за наличия в ней незначительного количества примесей ионов является токопроводящим материалом. Как любой электролит, деионизованная вода характеризуется электропроводностью. Электропроводность электролита выражают или как удельную электропроводность H , или как эквивалентную (молярную) электропроводность λ

Удельная электропроводность отвечает электрической проводимости слоя электролита, находящегося между двумя противоположными гранями куба с ребром равным 1 см. Она представляет собой величину обратную удельному сопротивлению раствора R и измеряется в $\text{Ом}^{-1} \times \text{см}^{-1}$:

$$H = \frac{1}{R}$$

Наиболее общим методом обнаружения неорганических загрязнений в деионизованной воде является метод измерения электрического удельного сопротивления.

Деионизованная вода — электролит, т. к. из-за наличия в ней незначительного количества примесей ионов является токопроводящим материалом. Как любой электролит, деионизованная вода характеризуется электропроводностью. Электропроводность электролита выражают или как удельную электропроводность H , или как эквивалентную (молярную) электропроводность λ

Удельная электропроводность отвечает электрической проводимости слоя электролита, находящегося между двумя противоположными гранями куба с ребром равным 1 см. Она представляет собой величину обратную удельному сопротивлению раствора R и измеряется в $\text{Ом}^{-1} \times \text{см}^{-1}$:

$$H = \frac{1}{R}$$

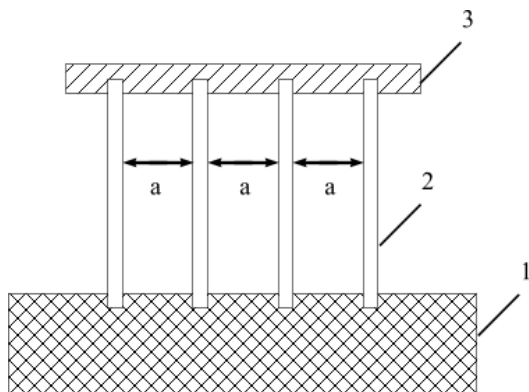
Удельное сопротивление деионизованной воды в системах очистки и раздачи воды измеряется с помощью электронного датчика. Датчик, обычно называемый ячейкой проводимости, это устройство, осуществляющее электрический контакт к воде с помощью проводящих поверхностей, называемых электродами. При подключении к ячейке источника переменного тока и измерении падения напряжения между электродами ячейки удельное сопротивление (R) может быть рассчитано по закону Ома:

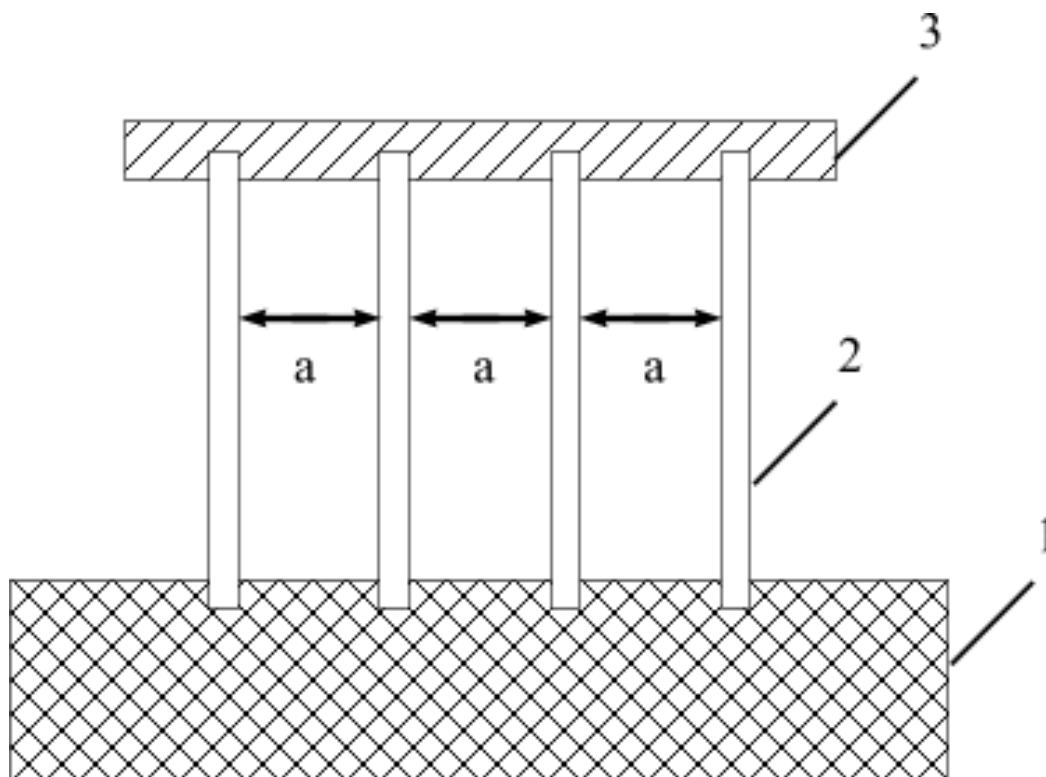
$$R = \frac{U_c}{kI_c}$$

где U_c и I_c — соответственно, напряжение и ток в ячейке; k — константа ячейки.

Существует несколько конструкций ячеек для измерения удельного сопротивления деионизованной воды:

а) плоскопараллельные ячейки. Эти ячейки создаются на основе двух, трех или четырех параллельных металлических пластин со строго заданными площадью и зазором. Большинство таких конструкций очень хрупкие, а точность измерения очень сильно зависит от величины, зазора между пластинами, который очень трудно стабилизировать



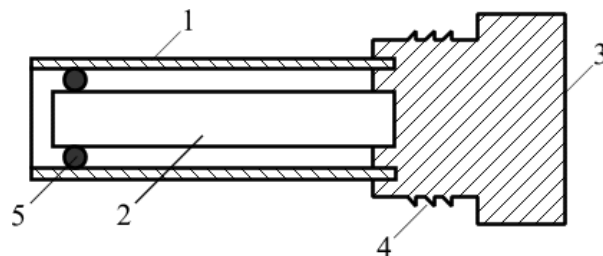


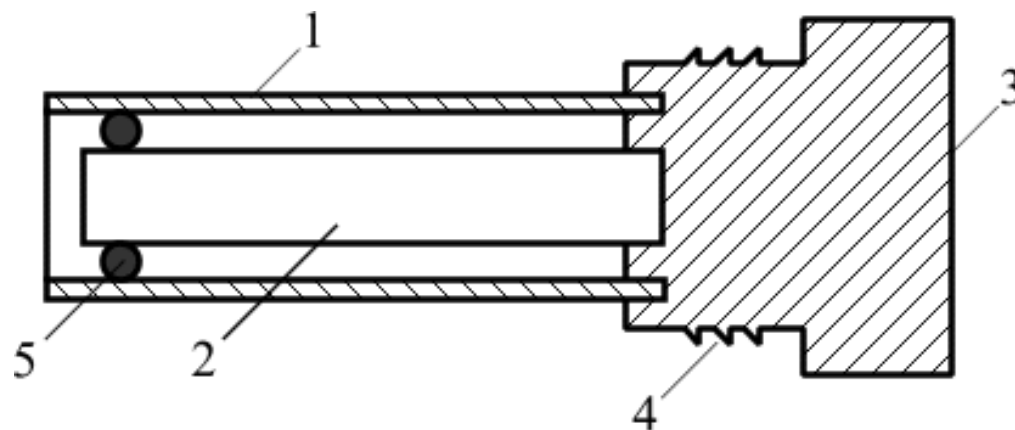
Вид плоскопараллельной ячейки
для измерения удельного
сопротивления воды:

1 — изолятор; **2** — металлический
электрод; **3** — диэлектрическая
пластина-фильтр.

б) ячейки с игольчатыми электродами. Экономичная ячейка с невысокой точностью измерений, представляет собой изолятор с введенными в него двумя или тремя игольчатыми электродами;

в) ячейки с concentricкими электродами. Эта ячейка обладает высокой точностью измерений и широко используется в промышленных измерителях удельного сопротивления. Конструктивно ячейка представляет собой два изолированных друг от друга электрода цилиндрической формы и разных диаметров. Электрод меньшего диаметра расположен внутри электрода большего диаметра





Вид ячейки с концентрическими электродами: **1** — внешний электрод; **2** — внутренний электрод; **3** — изолятор; **4** — резьба; **5** — отверстия, обеспечивающие подвод воды в межэлектродное пространство.



С точки зрения точности измерения критическими факторами конструкции ячейки являются:

- 1) геометрия ячейки;
- 2) температурная компенсация;
- 3) параметры кабеля;
- 4) материалы ячейки.

Поскольку целью ячейки является обеспечение точной константы ячейки и создание равномерного электрического контакта к раствору, размеры концентрической ячейки, т. е. диаметры электродов и их длина должны строго соблюдаться. Очень важна также концентричность (соосность) расположения электродов.