

Application Note AN-NIR-090

Control de calidad de los ácidos mixtos fosfórico, sulfúrico, nítrico y fluorhídrico

Detección rápida y fiable de ácidos fosfórico, sulfúrico, nítrico y fluorhídrico

La determinación de la concentración de ácidos en las soluciones ácidas mixtas es un paso fundamental del control de calidad para el éxito de los procesos de decapado. Si bien los métodos analíticos primarios, como la titulación termométrica, son muy conocidos, las dificultades se presentan cuando se necesita analizar mezclas de tres o más ácidos, o si el tiempo de obtención de resultados es un aspecto crítico. La presente Application Note aborda un método alternativo de espectroscopía del infrarrojo cercano (NIR) que puede determinar de forma fiable todos los parámetros en un minuto.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Soluciones ácidas mixtas a base de cuatro ácidos diferentes (H_3PO_4, H_2SO_4, HNO_3, y HF) se midieron en modo de transmisión con un analizador de líquidos DS2500 en todo el rango de longitud de onda (400–2500 nm). Se utilizaron viales desechables con un paso óptico de 2 mm para una medición cómoda y rápida. El paquete de software Metrohm Vision Air Complete se utilizó para toda la adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción.



Figure 1. Analizador de líquidos DS2500 y una muestra en un vial desechable.

Tabla 1. Descripción general del equipo de hardware y software

Equipo	Número de metrohmios
Analizador de líquidos DS2500	2.929.0010
DS2500 Soporte viales de 2 mm	6.7492.000
Viales desechables, 2 mm de diámetro, transmisión	6.7402.070
Vision Air 2.0 completo	6.6072.208

RESULTADOS

27 espectros Vis-NIR medidos (Figura 2) se utilizaron para crear un modelo de predicción para la cuantificación de las diferentes concentraciones de ácido (H_3PO_4, H_2SO_4, HNO_3, and HF). La calidad de los modelos de predicción se evaluó mediante diagramas de correlación, que muestran una correlación muy alta entre la predicción de Vis-NIR y los valores del método primario. Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada de una predicción durante el análisis de rutina.

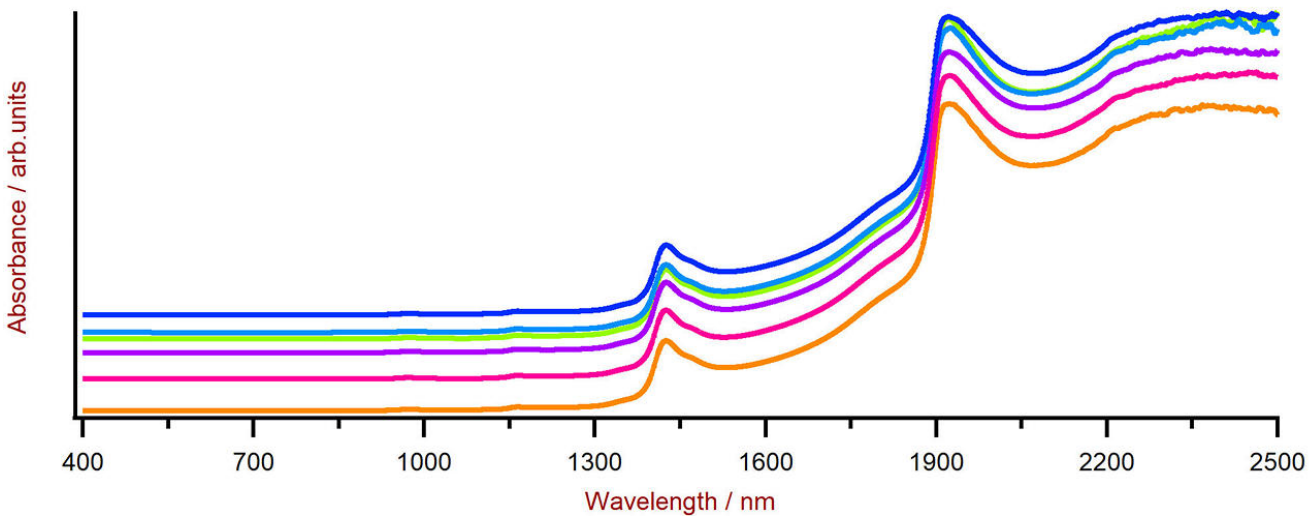


Figure 2. Espectros Vis-NIR de soluciones de ácidos mixtos con contenido de ácido variable medido en un analizador de líquidos DS2500. Por razones de visualización, se aplicó una compensación de espectros.

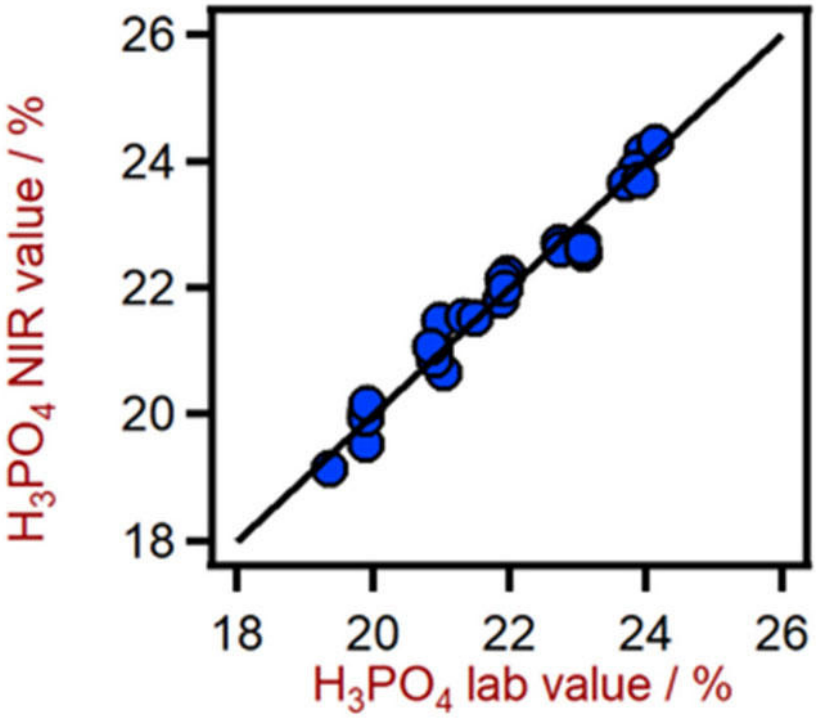


Figure 3. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de H3PO4 en una solución ácida mixta utilizando un analizador de líquidos DS2500.

Tabla 2. Cifras de mérito para la predicción de H3PO4 contenido en una solución ácida mixta utilizando un analizador de líquidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,969
Error estándar de calibración	0,290%
Error estándar de validación cruzada	0,410%

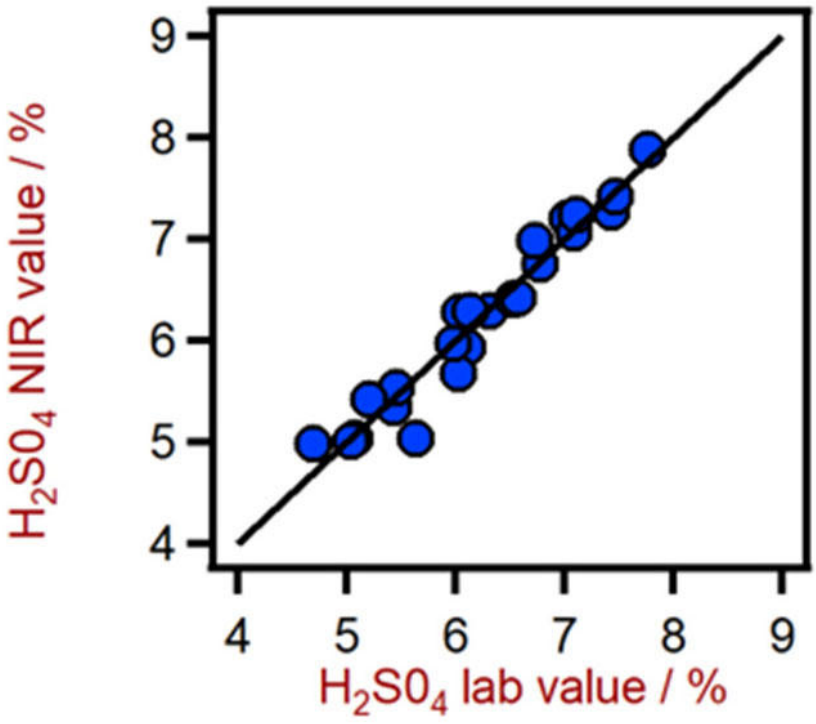


Figure 4. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de H2SO4 en una solución ácida mixta utilizando un analizador de líquidos DS2500.

Tabla 3. Cifras de mérito para la predicción de H2SO4 contenido en una solución ácida mixta utilizando un analizador de líquidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,9448
Error estándar de calibración	0,243%
Error estándar de validación cruzada	0,297%

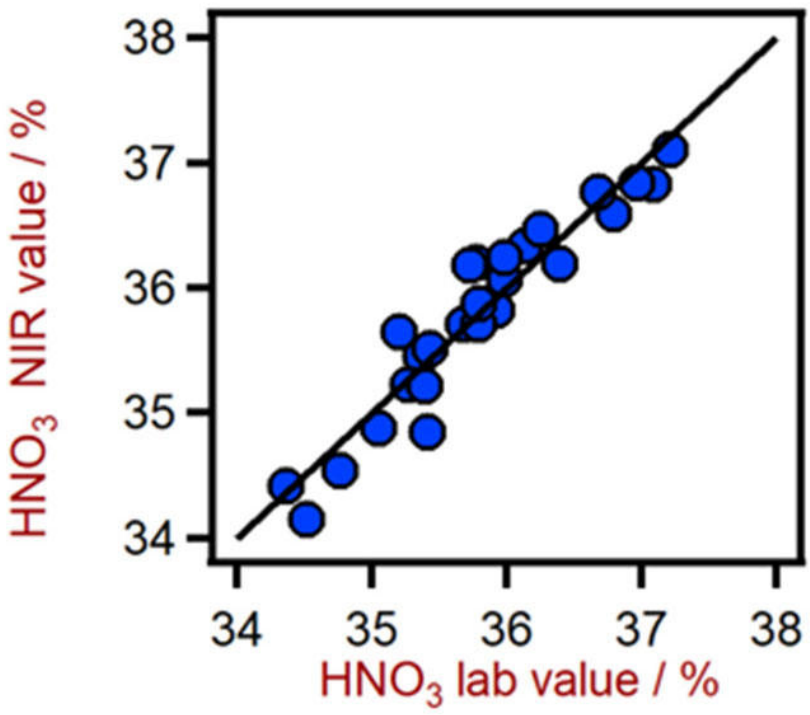


Figure 5. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de HNO3 en una solución ácida mixta utilizando un analizador de líquidos DS2500.

Tabla 4. Cifras de mérito para la predicción de HNO3 contenido en una solución ácida mixta utilizando un analizador de líquidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,901
Error estándar de calibración	0,279%
Error estándar de validación cruzada	0,345%

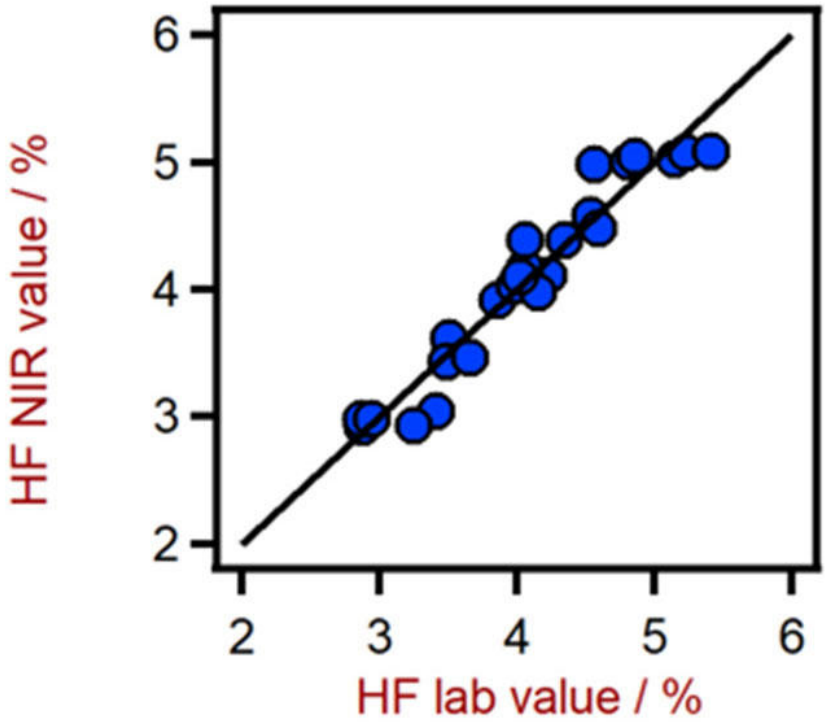


Figure 6. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de HF en una solución ácida mixta utilizando un analizador de líquidos DS2500.

Tabla 5. Cifras de mérito para la predicción de IC contenido en una solución ácida mixta utilizando un analizador de líquidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,936
Error estándar de calibración	0,211%
Error estándar de validación cruzada	0,276%

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación demuestra la viabilidad del analizador de líquidos DS2500 para la determinación de concentraciones de ácido individuales en una solución de ácido mixto. La espectroscopia Vis-NIR permite determinaciones rápidas con alta precisión y, por lo tanto, representa una alternativa adecuada al método estándar (Tabla 6).

Tabla 6. Tiempo hasta el resultado de la determinación del contenido de ácido de una solución ácida mixta usando titulación termométrica y espectroscopia NIR.

Parámetro	Método	Tiempo de resultado y flujo de trabajo
H_3PO_4, H_2SO_4, HNO_3, y contenido HF	Valoración termométrica (determinación triple)	25 min. preparación para la determinación del título y valor en blanco + 12 min. (3 veces 4 min.) para la medición de titulación
H_3PO_4, H_2SO_4, HNO_3, y contenido HF	Espectroscopía NIR	1 minuto para la medición de espectroscopia NIR

Internal reference: AW NIR CN-0018-092020

CONTACT

Metrohm Argentina S.A.
Avda. Regimiento de Patricios 1456
1266 Buenos Aires
info@metrohm.com.ar



DS2500 Liquid Analyzer

Sólida espectroscopía del infrarrojo cercano para control de calidad en el laboratorio y en el entorno de producción.

El DS2500 Liquid Analyzer es la solución probada y flexible para los análisis rutinarios de líquidos a lo largo de toda la cadena de producción. Su diseno robusto hace que el DS2500 Liquid Analyzer sea resistente al polvo, la humedad y las vibraciones, lo que hace que sea especialmente adecuado para el uso en entornos de producción adversos.

El DS2500 Liquid Analyzer cubre todo el rango espectral de 400 a 2500 nm, calienta las muestras hasta 80°C y es compatible con diferentes viales desechables y cubetas de cuarzo. El DS2500 Liquid Analyzer puede, por tanto, adaptarse a sus necesidades individuales de muestras y le ayuda a obtener resultados precisos y reproducibles en menos de un minuto. El reconocimiento integrado del portamuestras y el software intuitivo Vision Air garantizan además un funcionamiento fácil y seguro para el usuario.

En el caso de cantidades de muestra más grandes, la productividad se puede aumentar considerablemente utilizando una celda de flujo continuo en combinación con un robot de muestras Metrohm.



DS2500 Soporte para viales desechables de 2 mm

Soporte inteligente para viales desechables de vidrio de 2 mm de diámetro



Viales desechables, diámetro de 2 mm, para transmisión

200 viales desechables y cerrables de vidrio (borosilicato) con un diámetro de 2 mm para el análisis de líquidos en transmisión.

Compatibles con:

- Soporte OMNIS NIR, vial, 2 mm (6.07401.050)
- Soporte DS2500 para celdas de flujo (6.7492.000)

Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Software de espectroscopía universal.

Vision Air Complete es una solución de software moderna y fácil de usar para su empleo en entornos regulados.

Las ventajas de Vision Air son las siguientes:

- Aplicaciones de software individuales con interfaces de usuario personalizadas para garantizar un manejo intuitivo y fácil
- Fácil creación y mantenimiento de procedimientos operativos
- Base de datos SQL para una gestión de datos segura y sencilla

La versión Vision Air Complete (66072208) incluye todas las aplicaciones para el aseguramiento de la calidad mediante la espectroscopía Vis-NIR:

- Aplicación para la gestión de datos y aparatos
- Aplicación para el desarrollo de métodos
- Aplicación para análisis rutinarios

Más soluciones Vision Air Complete:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)