



Application Note AN-H-140

Determinación de ácido nítrico, fosfórico y acético en banos cáusticos mediante titulación termométrica

Análisis rápido y fiable de los agentes grabadores fosfóricos utilizados en la industria de semiconductores mediante valoración termométrica

El aluminio y sus aleaciones se utilizan para el cableado de microchips [1]. Para grabar selectivamente en húmedo aluminio, se utiliza un baño de grabado hecho de ácido fosfórico, ácido nítrico y ácido acético (grabador PAN). Esta mezcla ácida debe analizarse y monitorearse para un grabado óptimo y eficiente.

El estándar SEMI C37 utiliza titulación

potenciométrica para medir la acidez total y el contenido de ácido fosfórico. Sin embargo, el ácido nítrico debe analizarse mediante espectroscopía UV/VIS, mientras que el contenido de ácido acético se calcula a partir de los otros resultados [2]. La valoración termométrica (TET) es un método alternativo de análisis de grabador PAN que puede determinar los tres ácidos rápidamente.

En esta nota de aplicación, las concentraciones de ácido se determinan en secuencia utilizando una titulación única. En comparación con la valoración

potenciométrica, la TET es más rápida y cómoda. En un sistema totalmente automatizado, el análisis completo tarda unos 95 segundos.

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Esta aplicación se demuestra en una solución de grabado acuosa simulada compuesta de ácido

fosfórico, ácido acético y ácido nítrico. No se requiere preparación de muestras.

EXPERIENCIA

Las determinaciones se realizan en un valorador profesional OMNIS equipado con una dThermoprobe (Figura 1). Para evitar la manipulación manual de productos químicos, todas las soluciones se anaden automáticamente mediante un módulo de dosificación OMNIS.

Se pipetea una cantidad adecuada de muestra en el recipiente de titulación y se anade agua desionizada. Posteriormente, la solución se titula hasta después del tercer punto final exotérmico con hidróxido de sodio estandarizado (Figura 2).



Figure 1. OMNIS Titrator Professional equipado con una dThermoprobe y un agitador de varilla.

RESULTADOS

Este método ofrece resultados muy precisos para el

grabador PAN, como se muestra en **tabla 1**.

Tabla 1. Resultados de la valoración termométrica de una mezcla que contiene 10,5% de ácido acético, 24,5% de ácido fosfórico y 35% de ácido nítrico (n = 3).

Muestra (n = 3)	Valor medio en %	DE(rel) en %
CH ₃ COOH (10,5%)	9,82	0,5
H ₃ correos ₄ (24,5%)	25,4	0,7
H NO ₃ (35%)	36,1	0,5

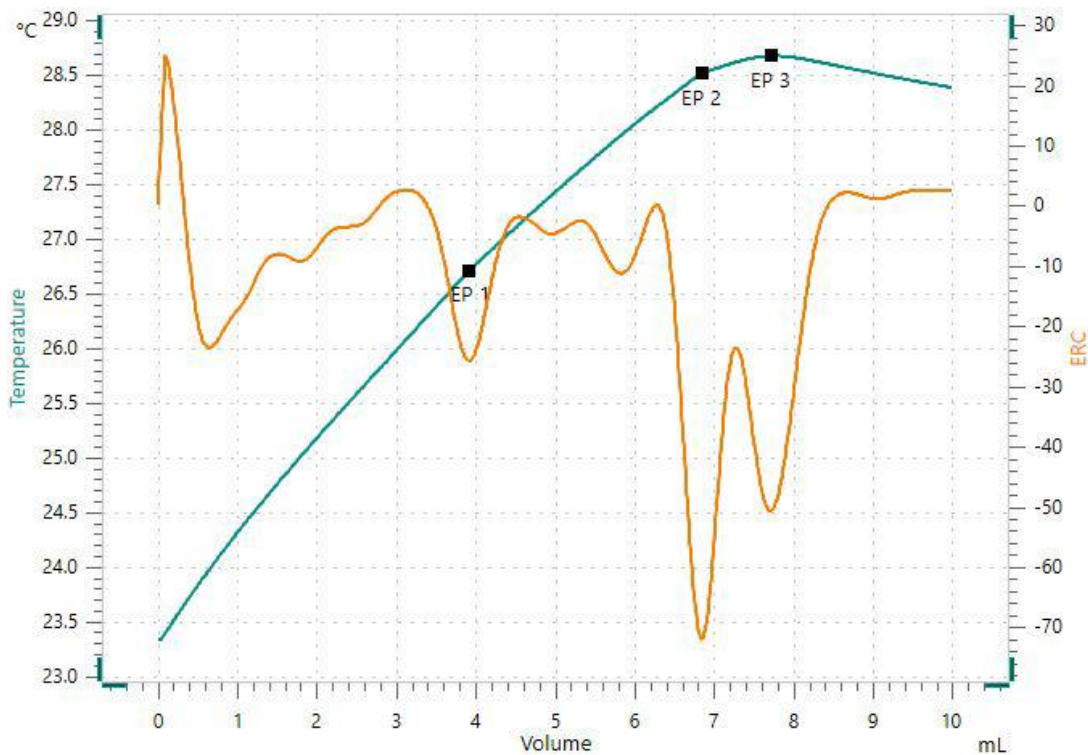


Figure 2. Curva de titulación que muestra la determinación termométrica de una mezcla de tres ácidos. Los PE se explican en la Tabla 2.

Tabla 2. Explicación de los puntos finales TET de Figura 2.

EP1	EP2	EP3
H NO ₃ (completamente disociado)	CH ₃ COOH (paquete _a = 4,75)	–
h ₃ correos ₄ (paquete _{a1} = 2,12)	h ₃ correos ₄ (paquete _{a2} = 7,21)	h ₃ correos ₄ (paquete _{a3} = 12,36)

CONCLUSIÓN

La valoración termométrica es un método muy rápido y preciso que puede determinar la concentración de ácidos acético, fosfórico y nítrico en una sola valoración. Este método puede diferenciar entre los tres componentes ácidos con un tiempo de

determinación de **menos de dos minutos**. No se requiere mantenimiento del sensor, lo que convierte a TET en una alternativa sólida a otros métodos de análisis de grabador PAN.

REFERENCIAS

1. *Tecnología del aluminio - Metalización - Tecnología de semiconductores de la A a la Z - Halbleiter.org.*
<https://www.halbleiter.org/en/metallization/aluminum-technology/> (consultado el 26 de julio de 2023).
2. *SEMI C37 - Especificación para grabadores fosfóricos; SEMIC37; SEMI: Milpitas, CA, EE. UU., 2011.*

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



OMNIS Professional Titrator con agitador magnético

El OMNIS Titrator es un aparato potenciométrico, modular e innovador para el funcionamiento en modo "Stand alone" o como elemento central de un sistema de titulación OMNIS para la titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica). Gracias a la tecnología de adaptador de líquido 3S, resulta más seguro que nunca para el manejo de los productos químicos. El titulador se puede configurar libremente con módulos de medida y unidades de cilindro y, si es necesario, se puede añadir un agitador de varilla. Incluye la licencia funcional "Professional" para la titulación en paralelo con módulos de titulación y dosificación adicionales.

- Control a través de PC o red local
- Posibilidad de conexión de hasta cuatro módulos de titulación o dosificación más para otras aplicaciones o soluciones auxiliares
- Posibilidad de conexión de un agitador de varilla
- Diferentes tamaños de cilindro disponibles: 5, 10, 20 o 50 mL
- Adaptador líquido con tecnología 3S: manejo seguro de productos químicos, transferencia automática de los datos originales del reactivo del fabricante

Modo de medida y opciones de software:

- Titulación a punto final: licencia funcional "Basic"
- Titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica): licencia funcional "Advanced"
- Titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica) con titulación en paralelo: licencia funcional "Professional"



dThermoprobe

Sensor de temperatura digital de alta sensibilidad para la titulación termométrica con OMNIS.

El Thermoprobe tiene un tiempo de respuesta corto y una alta resolución y permite la detección precisa de los cambios de temperatura más pequeños.

Este sensor se puede utilizar en soluciones acuosas y no acuosas que no contienen HF, por ejemplo, en la determinación de los siguientes índices y sustancias:

- Índice de acidez (TAN) según la ASTM D8045
- Índice de basicidad (TBN)
- Ácidos grasos libres
- Determinación de Ca/Mg
- Fosfato



OMNIS Rod Stirrer Titration

Agitador de varilla para conectar en OMNIS Titrator (longitud del cable 1,1 m).