

Application Note AN-NIR-090

Contrôle de la qualité des acides mélangés

Détection rapide et fiable des acides phosphorique, sulfurique, nitrique et fluorhydrique

La détermination de la concentration d'acide dans les solutions d'acides mélangés est une étape critique du contrôle de la qualité pour des processus de gravure réussis. Si les méthodes d'analyse primaires telles que le titrage thermométrique sont bien connues, des difficultés surgissent lorsque des mélanges de trois acides ou plus doivent être analysés ou si le temps nécessaire à l'obtention du résultat est un aspect critique. Cette note d'application traite d'une méthode alternative de spectroscopie dans le proche infrarouge (NIR) qui peut déterminer tous les paramètres de manière fiable en l'espace d'une minute.

MATÉRIEL EXPÉRIMENTAL

Des solutions acides mixtes basées sur quatre acides différents (H3PO4, H2SO4, HNO3 et HF) ont été mesurées en mode transmission avec un analyseur de liquide DS2500 sur toute la gamme de longueurs d'onde (400-2500 nm). Des flacons jetables d'une longueur d'onde de 2 mm ont été utilisés pour des mesures pratiques et rapides. Le logiciel Metrohm Vision Air Complete a été utilisé pour l'acquisition des données et le développement du modèle de prédiction.



Figure 1. DS2500 Liquid Analyzer et un échantillon rempli dans un flacon jetable.

Tableau 1. Vue d'ensemble des équipements matériels et logiciels

Equipement	Metrohm référence
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Holder 2 mm vials	6.7492.000
Disposable vials, 2 mm diameter, transmission	6.7402.070
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

RÉSULTATS

27 spectres Vis-NIR mesurés (figure 2) ont été utilisés pour créer un modèle de prédiction pour la quantification des différentes concentrations d'acide (H3PO4, H2SO4, HNO3 et HF). La qualité des modèles de prédiction a été évaluée à l'aide de diagrammes de corrélation, qui montrent une très forte corrélation entre la prédiction Vis-NIR et les valeurs de la méthode primaire. Les figures de mérite respectives (FOM) indiquent la précision attendue d'une prédiction au cours d'une analyse de routine.

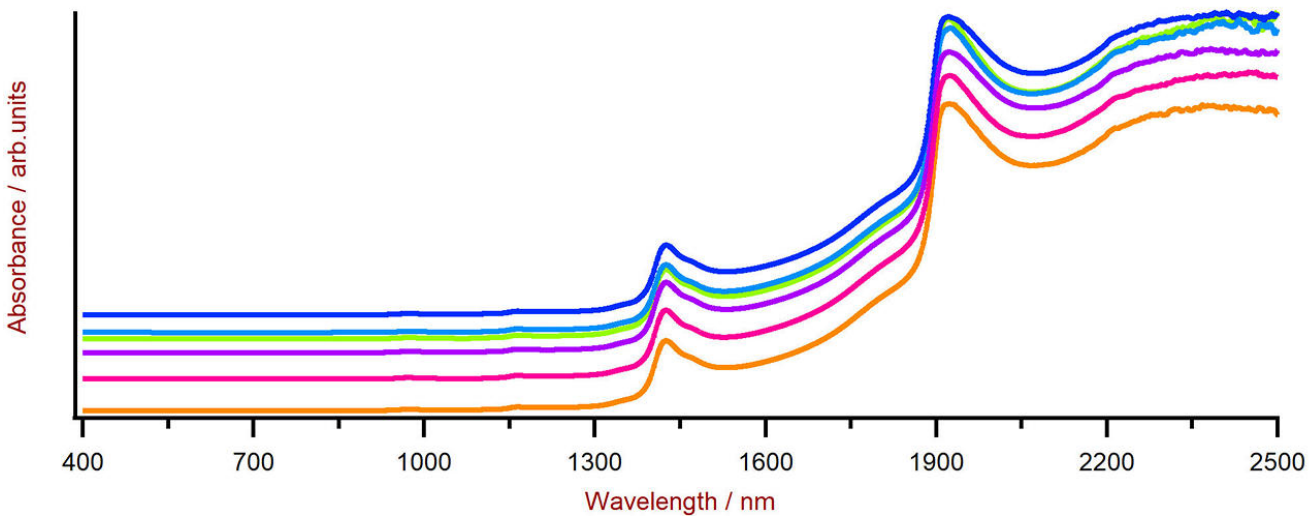


Figure 2. Spectres Vis-NIR de solutions d'acides mixtes à teneur en acide variable, mesurés sur un analyseur de liquide DS2500. Pour des raisons d'affichage, un décalage des spectres a été appliqué.

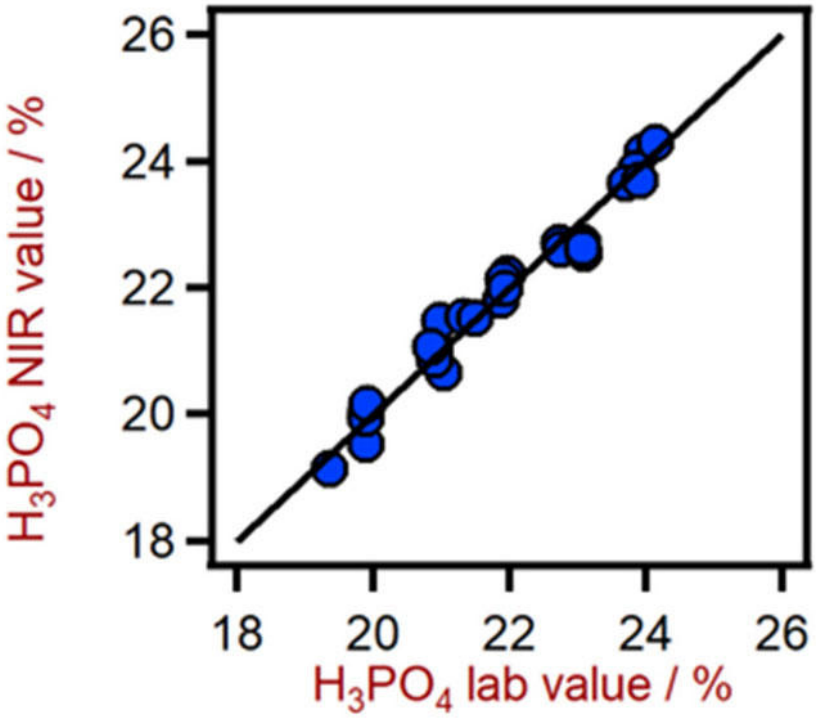


Figure 3. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en H3PO4 dans une solution acide mixte à l'aide d'un analyseur de liquide DS2500.

Tableau 2. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en H3PO4 dans une solution acide mixte à l'aide d'un analyseur de liquide DS2500.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.969
Erreur standard d'étalonnage	0.290%
Erreur standard de la validation croisée	0.410%

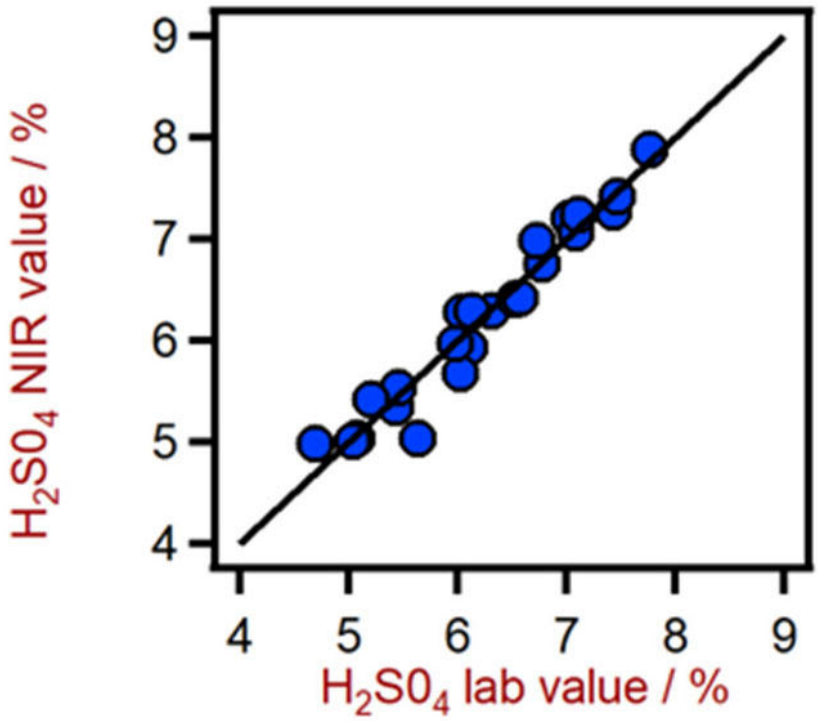


Figure 4. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en H2SO4 dans une solution acide mixte à l'aide d'un analyseur de liquide DS2500.

Tableau 3. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en H2SO4 dans une solution acide mixte à l'aide d'un analyseur de liquide DS2500.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.9448
Erreur standard d'étalonnage	0.243%
Erreur standard de la validation croisée	0.297%

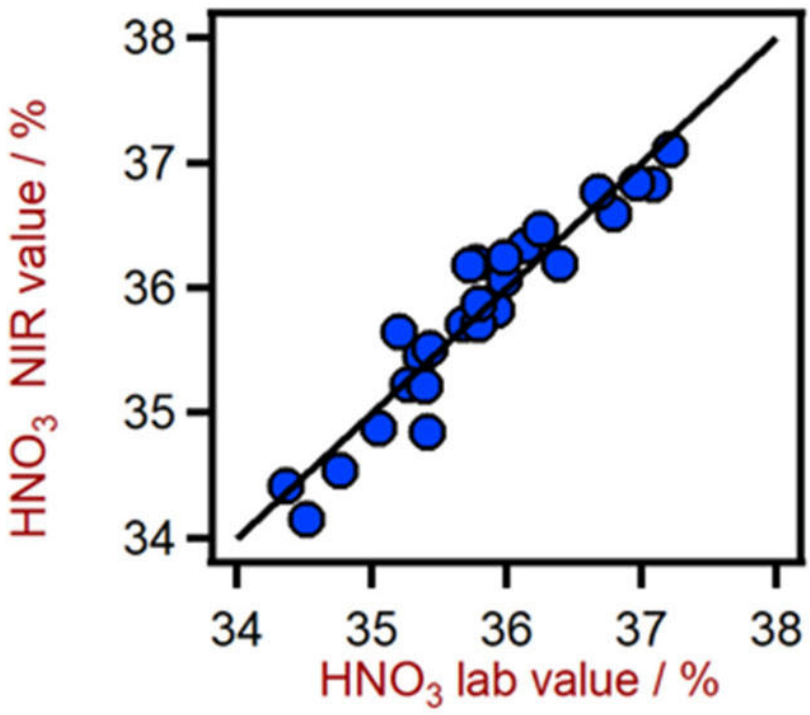


Figure 5. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en HNO3 dans une solution acide mixte à l'aide d'un analyseur de liquide DS2500.

Tableau 4. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en HNO3 dans une solution acide mixte à l'aide d'un analyseur de liquide DS2500.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.901
Erreur standard d'étalonnage	0.279%
Erreur standard de la validation croisée	0.345%

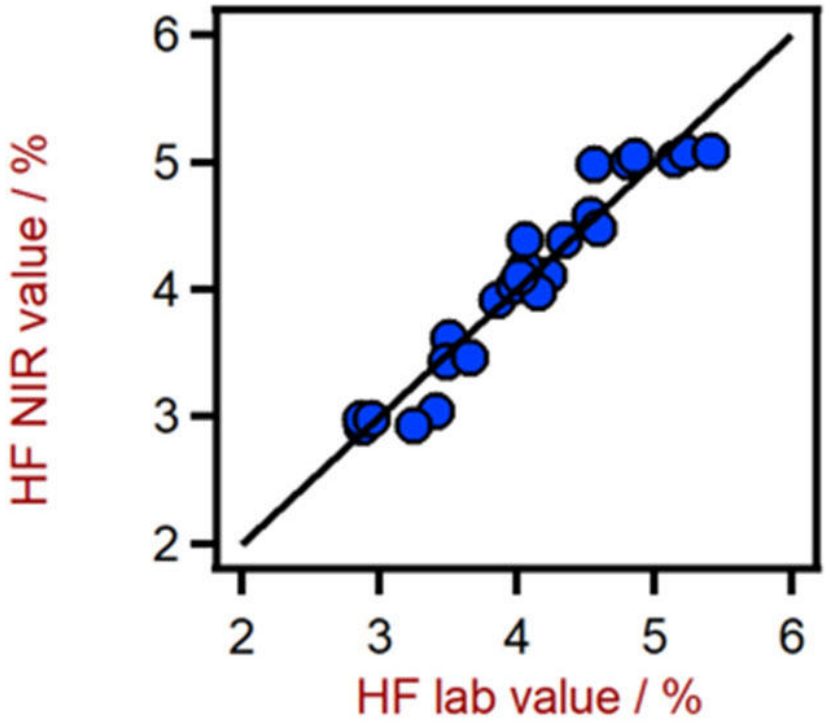


Figure 6. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en HF dans une solution acide mixte à l'aide d'un analyseur de liquide DS2500.

Tableau 5. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en HF dans une solution acide mixte à l'aide d'un analyseur de liquide DS2500.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.936
Erreur standard d'étalonnage	0.211%
Erreur standard de la validation croisée	0.276%

CONCLUSION

Cette note d'application démontre la faisabilité de l'analyseur de liquide DS2500 pour la détermination des concentrations d'acides individuels dans une solution acide mélangée. La spectroscopie Vis-NIR permet des déterminations rapides avec une grande précision, et représente donc une alternative appropriée à la méthode standard (Tableau 6).

Tableau 6. Délai de résultat pour la détermination de la teneur en acide d'une solution acide mixte par titrage thermométrique et spectroscopie NIR.

Paramètres	Méthode	Délai d'obtention des résultats et flux de travail
Teneur en H3PO4, H2SO4, HNO3 et HF	Titrage thermométrique (triple détermination)	25 min. préparation pour la détermination du titre et de la valeur à blanc + 12 min. (3 fois 4 min.) pour la mesure du titrage
Teneur en H3PO4, H2SO4, HNO3 et HF	Spectroscopie NIR	1 minute pour la mesure par spectroscopie NIR

Internal reference: AW NIR CN-0018-092020

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch



DS2500 Liquid Analyzer

Spectroscopie proche infrarouge robuste pour le contrôle qualité en laboratoire et en environnement de production.

L'analyseur DS2500 Liquid Analyzer est la solution éprouvée et souple destinée aux analyses de routine d'échantillons liquides, tout au long de la chaine de fabrication. Sa conception robuste fait du DS2500 Liquid Analyzer un appareil insensible à la poussière, à l'humidité et aux vibrations, et donc particulièrement adapté aux rudes conditions d'un environnement de production.

Le DS2500 Liquid Analyzer couvre l'ensemble de la gamme spectrale de 400 à 2500 nm, chauffe les échantillons jusqu'à 80 °C et est compatible avec divers flacons à usage unique et cuves en quartz. Le 2500 Liquid Analyzer, lequel s'adapte à vos exigences individuelles en matière d'échantillons, vous permet d'obtenir des résultats précis et reproductibles en moins d'une minute. Avec sa détection du support d'échantillon intégrée et le logiciel Vision Air intuitif, un maniement simple et sur est également garanti pour l'utilisateur.

En présence de grandes quantités d'échantillons, l'utilisation d'une cellule à flux continu associée à un robot passeur d'échantillons Metrohm peut augmenter considérablement la productivité.



DS2500 - Support pour flacons à usage unique 2 mm

Support intelligent pour flacons en verre à usage unique de 2 mm de diamètre



Flacons à usage unique, diamètre 2 mm, pour mesure de transmission

200 flacons en verre (borosilicate) à usage unique, refermables, d'un diamètre de 2 mm pour des analyses de liquides par transmission.

Compatible avec :

- Support OMNIS NIR, flacon, 2 mm (6.07401.050)
- Support DS2500 pour cellules à circulation (6.7492.000)

Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - logiciel universel de spectroscopie.

Vision Air Complete est une solution logicielle moderne et simple d'utilisation pour une application dans un environnement réglementé.

Apercu des avantages de Vision Air :

- Des applications logicielles individuelles avec interface utilisateur adaptée sont le garant d'un maniement intuitif et simple
- Établissement et suivi simples des procédures de travail
- Base de données SQL pour une gestion sure et simple des données

La version Vision Air Complete (66072208) comprend toutes les applications d'assurance qualité par spectroscopie Vis-NIR :

- Application de gestion des instruments et des données
- Application de développement de méthodes
- Application d'analyse de routine

Autres solutions Vision Air Complete :

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