



Application Note AN-NIR-090

Controllo di qualità degli acidi misti fosforico, solforico, nitrico e fluoridrico

Rilevamento rapido e affidabile di diversi acidi in miscele con spettroscopia NIR

RIASSUNTO

La determinazione della concentrazione di acidi nelle soluzioni acide miste rappresenta un passaggio fondamentale del controllo di qualità per garantire il successo dei processi di trattamento chimico delle superfici (etching). Sebbene i principali metodi analitici, ad esempio la titolazione termometrica, siano ben noti, le difficoltà sorgono nel momento in

cui occorre analizzare miscele di tre o più acidi o se la tempistica per ottenere i risultati rappresenta un aspetto di primaria importanza. In questa Application Note viene trattato un metodo di spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR) alternativo in grado di determinare in modo affidabile tutti i parametri entro un minuto.

STRUMENTI DI ANALISI

Soluzioni acide miste a base di quattro diversi acidi (H_3PO_4 , H_2SO_4 , HNO_3 e HF) sono state misurate in modalità di trasmissione con DS2500 Liquid Analyzer sull'intera gamma di lunghezze d'onda (400–2500 nm). Sono state utilizzate fiale monouso con una lunghezza del percorso di 2 mm per una misurazione comoda e veloce. È stato utilizzato il pacchetto software Metrohm Vision Air Complete per l'acquisizione di tutti i dati e lo sviluppo di modelli predittivi.



Figure 1. Analizzatore di liquidi DS2500 e un campione riempito in una fiala monouso.

Tabella 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software

Attrezzatura	Numero metrohm
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Supporto per fiale da 2 mm	6.7492.000
Fiale monouso, diametro 2 mm, trasmissione	6.7402.070
Vision Air 2.0 completo	6.6072.208

RISULTATI

27 spettri Vis-NIR misurati (**figura 2**) sono stati utilizzati per creare un modello predittivo per la quantificazione delle diverse concentrazioni di acido (H_3PO_4 , H_2SO_4 , HNO_3 , e HF). La qualità dei modelli di previsione è stata valutata utilizzando diagrammi di

correlazione, che mostrano una correlazione molto elevata tra la previsione Vis-NIR e i valori del metodo primario. I rispettivi valori di riferimento (FOM) mostrano la precisione attesa di una previsione durante l'analisi di routine.

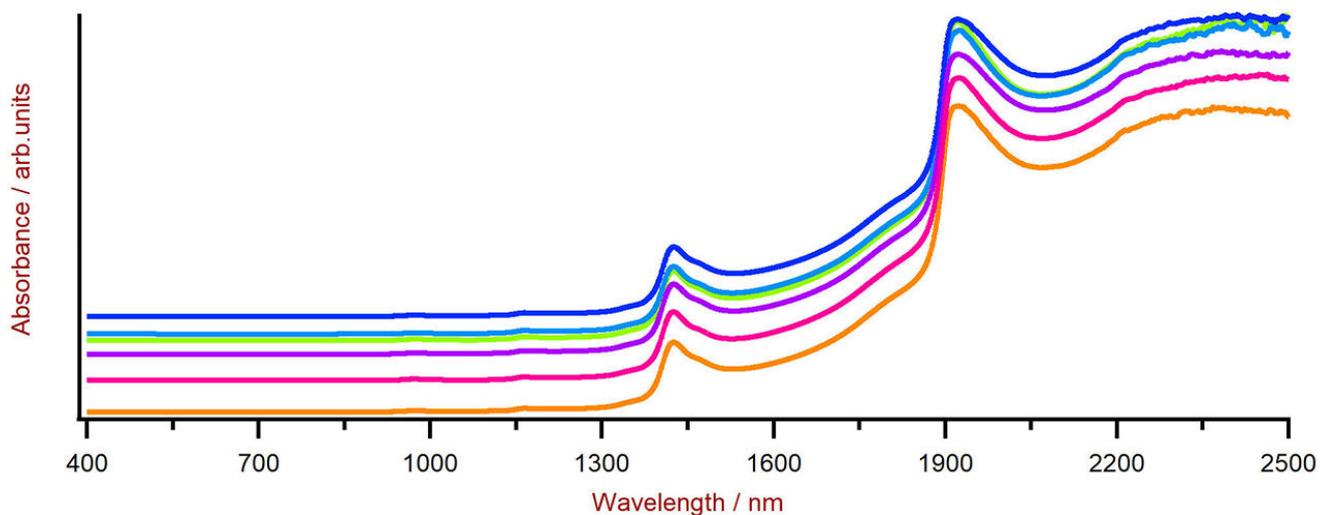


Figure 2. Spettri Vis-NIR di soluzioni di acidi misti con contenuto di acido variabile misurati su un analizzatore di liquidi DS2500. Per motivi di visualizzazione è stato applicato un offset dello spettro.

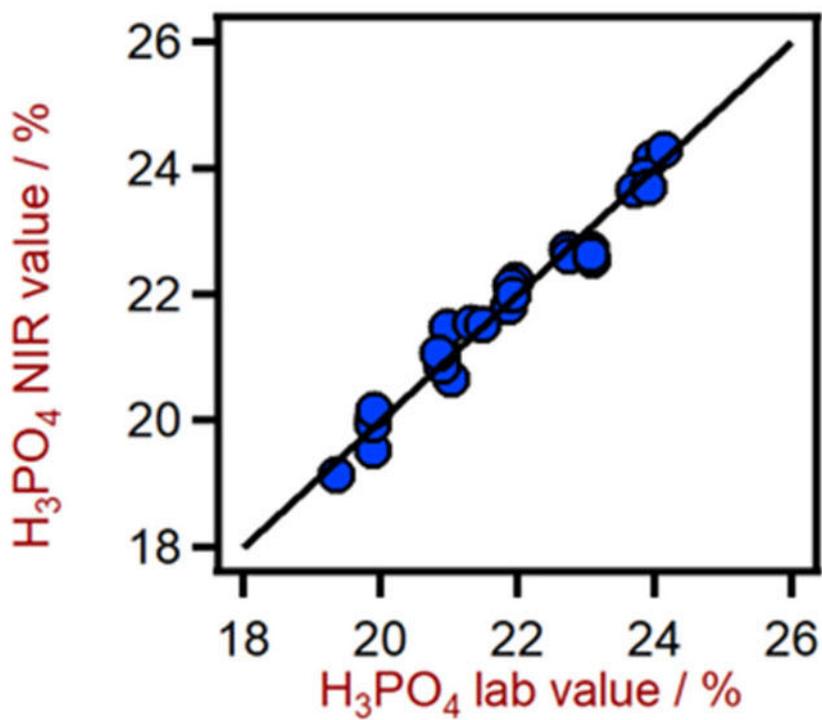


Figure 3. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di H₃PO₄ in una soluzione acida mista utilizzando un analizzatore di liquidi DS2500.

Tabella 2. Valori di riferimento per la previsione di H₃PO₄ contenuto in una soluzione acida mista utilizzando un analizzatore di liquidi DS2500.

Riferimento	Valore
R ²	0,969
Errore standard di calibrazione	0,290%
Errore standard di convalida incrociata	0,410%

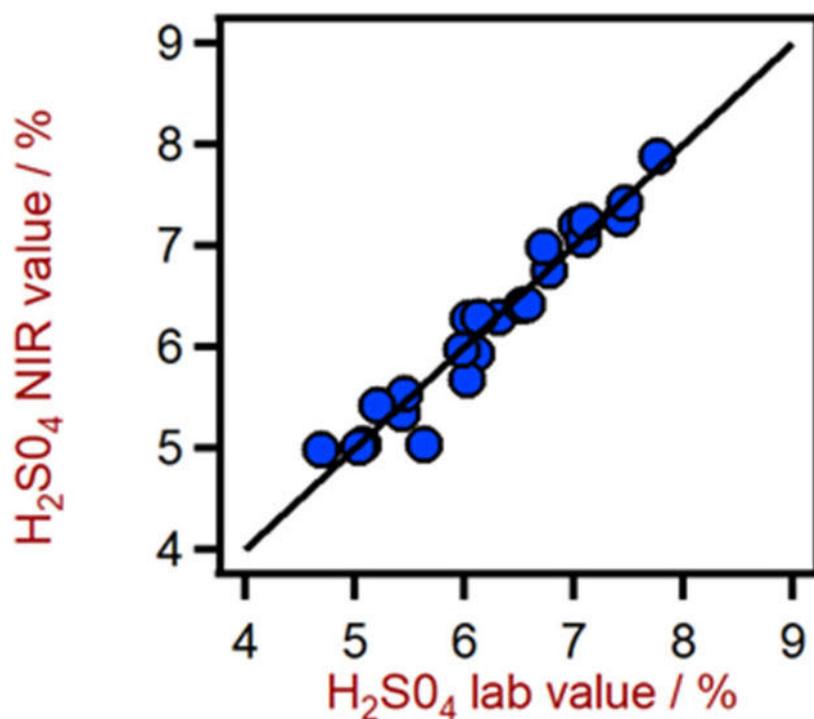


Figure 4. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di H₂SO₄ in una soluzione acida mista utilizzando un analizzatore di liquidi DS2500.

Tabella 3. Valori di riferimento per la previsione di H₂CO₃ contenuto in una soluzione acida mista utilizzando DS2500 Liquid Analyzer .

Riferimento	Valore
R ²	0,9448
Errore standard di calibrazione	0,243%
Errore standard di convalida incrociata	0,297%

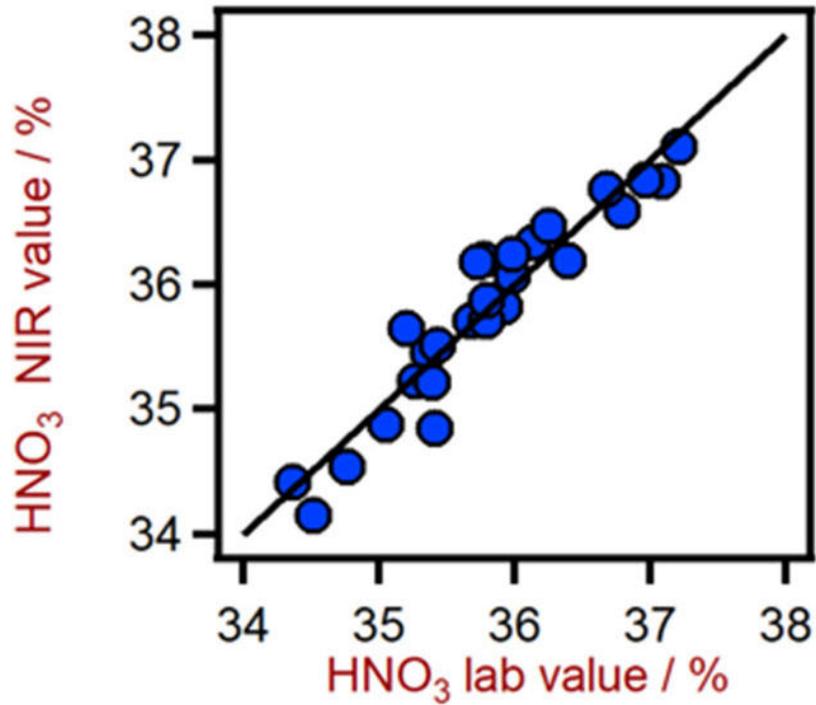


Figure 5. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di HNO₃ in una soluzione acida mista utilizzando un analizzatore di liquidi DS2500.

Tabella 4. Valori di riferimento per la previsione di HNO₃ contenuto in una soluzione acida mista utilizzando DS2500 Liquid Analyzer .

Riferimento	Valore
R ²	0,901
Errore standard di calibrazione	0,279%
Errore standard di convalida incrociata	0,345%

RISULTATI

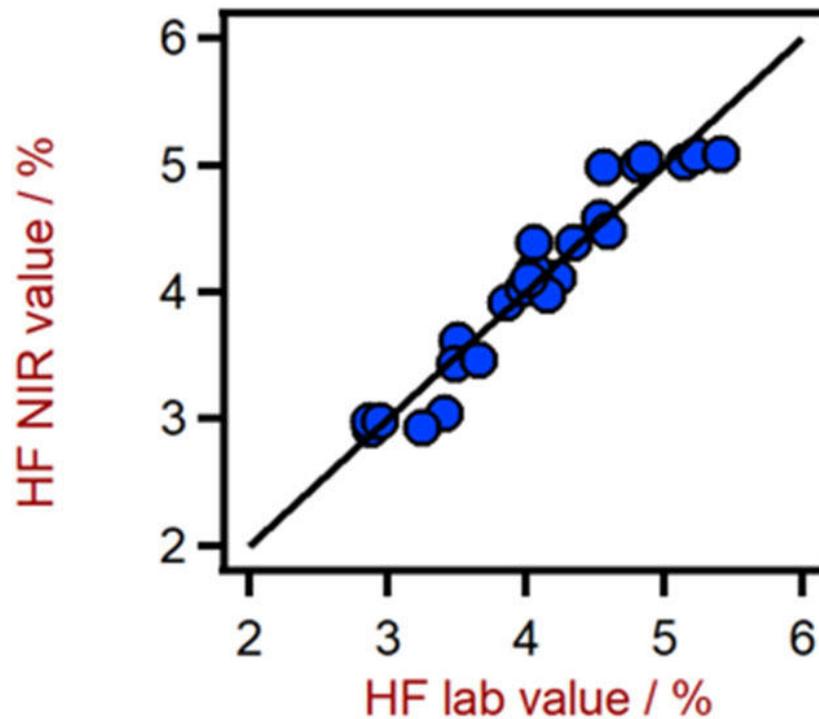


Figure 6. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di HF in una soluzione acida mista utilizzando un analizzatore di liquidi DS2500.

Tabella 5. Valori di riferimento per la previsione di HF contenuto in una soluzione acida mista utilizzando DS2500 Liquid Analyzer .

Riferimento	Valore
R^2	0,936
Errore standard di calibrazione	0,211%
Errore standard di convalida incrociata	0,276%

CONCLUSIONE

Questa Application Note dimostra la fattibilità dello strumento DS2500 Liquid Analyzer per la determinazione delle singole concentrazioni di acidi in una soluzione acida mista. La spettroscopia Vis-NIR

consente determinazioni rapide con elevata precisione e rappresenta quindi un'alternativa adeguata al metodo standard (Tabella 6).

Tabella 6. Tempo necessario per determinare il contenuto di acido di una soluzione acida mista mediante titolazione termometrica e spettroscopia NIR.

Parametro	Metodo	Tempo per il risultato e flusso di lavoro
H_3PO_4 , H_2SO_4 , HNO_3 e contenuto HF	Titolazione termometrica (determinazione tripla)	25 min. preparazione per la determinazione del titolo e del valore del bianco + 12 min. (3 volte 4 min.) per la misurazione della titolazione
H_3PO_4 , H_2SO_4 , HNO_3 e contenuto HF	Spettroscopia NIR	1 minuto per la misurazione della spettroscopia NIR

Internal reference: AW NIR CN-0018-092020

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

STRUMENTI DI ANALISI



DS2500 Liquid Analyzer

Robusta spettroscopia nel vicino infrarosso per il controllo qualità in laboratorio e in campo produttivo.

Il DS2500 Liquid Analyzer è la soluzione comprovata e flessibile per l'analisi di routine di sostanze solide, creme ed eventualmente anche liquidi lungo tutta la catena produttiva. Il design robusto rende il DS2500 Liquid Analyzer insensibile a polvere, umidità e vibrazioni e quindi ideale per l'utilizzo in ambienti di produzione difficili.

Il DS2500 Liquid Analyzer copre l'intero intervallo spettrale da 400 fino a 2500 nm, riscalda i campioni fino a 80 °C ed è compatibile con diversi vial monouso e cuvette in quarzo. Essendo quindi adattabile alle proprie personali esigenze in base al campione, il DS2500 Liquid Analyzer vi aiuta a ottenere risultati precisi e riproducibili in meno di un minuto. Con l'ausilio del riconoscimento del supporto del campione integrato e del software Vision Air intuitivo l'utente ha la garanzia di un uso sicuro e semplice.

In caso di quantità più grandi di campioni, è possibile aumentare notevolmente la produttività mediante l'impiego di celle di flusso in combinazione con un robot per campioni Metrohm.

DS2500 Supporto per vial monouso da 2 mm

Supporto intelligente per vial monouso in vetro con diametro di 2 mm





Vial monouso, diametro 2 mm, trasmissione

200 vial monouso in vetro (borosilicato) richiudibili con diametro di 2 mm per l'analisi di liquidi in trasmissione.

Compatibile con:

- Supporto OMNIS NIR, vial, 2 mm (6.07401.050)
- DS2500 holder per celle a flusso (6.7492.000)



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Software universale per la spettroscopia.

Vision Air Complete è una soluzione software moderna e facile da utilizzare per l'impiego in ambiente regolamentato.

Panoramica dei vantaggi di Vision Air:

- le applicazioni software individuali con interfacce utente personalizzate garantiscono un funzionamento intuitivo e semplice
- semplice creazione e manutenzione dei protocolli
- banca dati SQL per una gestione dei dati sicura e semplice

La versione Vision Air Complete (66072208) include tutte le applicazioni per la garanzia della qualità tramite spettroscopia Vis-NIR:

- applicazione per la gestione degli strumenti e dei dati
- applicazione per lo sviluppo di metodi
- applicazione per l'analisi di routine

Altre soluzioni Vision Air Complete:

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