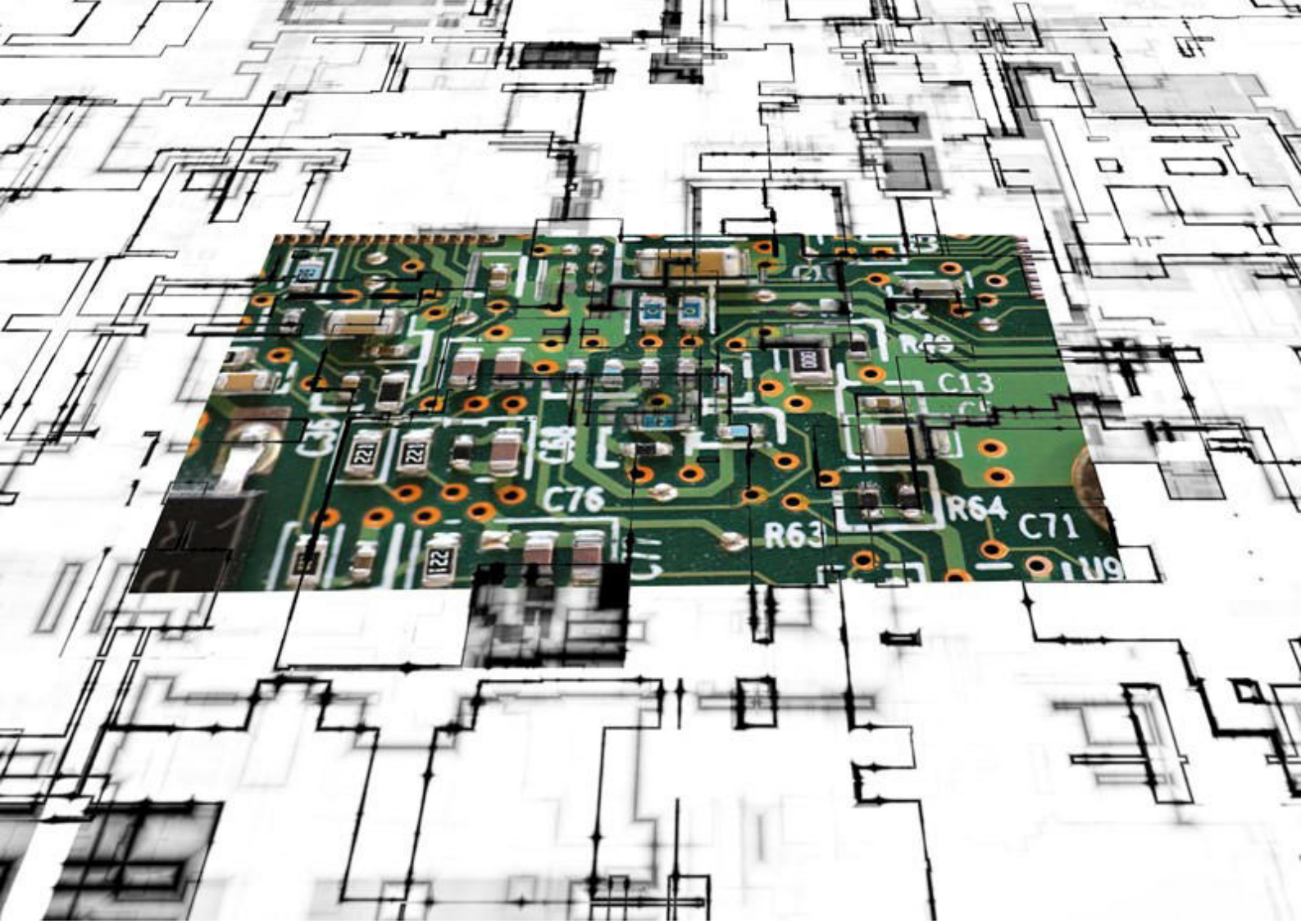


Application Note AN-NIR-091

Kiểm Soát Chất Lượng Hỗn Hợp Axit Axetic, Axit Flohydric và Axit Nitric

Phát hiện nhanh chóng và đáng tin cậy các axit khác nhau trong hỗn hợp bằng quang phổ NIR

Xác định nồng độ axit trong dung dịch axit hỗn hợp là một bước kiểm soát chất lượng quan trọng đối với quá trình khắc axit thành công. Mặc dù các phương pháp phân tích cơ bản như chuẩn độ nhiệt độ đã được biết rõ, nhưng khó khăn nảy sinh khi cần phân tích hỗn hợp của ba axit trở lên hoặc nếu thời gian cho kết quả là một khía cạnh quan trọng. Ghi chú ứng dụng này thảo luận về một phương pháp quang phổ cận hồng ngoại (NIR) thay thế có thể xác định một cách đáng tin cậy tất cả các tham số trong vòng một phút, ngay cả trong các hỗn hợp axit phức tạp.

THIẾT BỊ THỰC NGHIỆM

Các dung dịch axit hỗn hợp dựa trên ba loại axit khác nhau (AcOH, HF và HNO_3) được đo ở chế độ truyền quang bằng Máy phân tích chất lỏng DS2500 trên toàn dải bước sóng (400–2500 nm). Các vial dùng một lần có chiều dài đường kính 4 mm được sử dụng để đo thuận tiện và nhanh chóng. Gói phần mềm Metrohm Vision Air Complete đã được sử dụng cho tất cả quá trình phát triển mô hình dự đoán và thu thập dữ liệu.

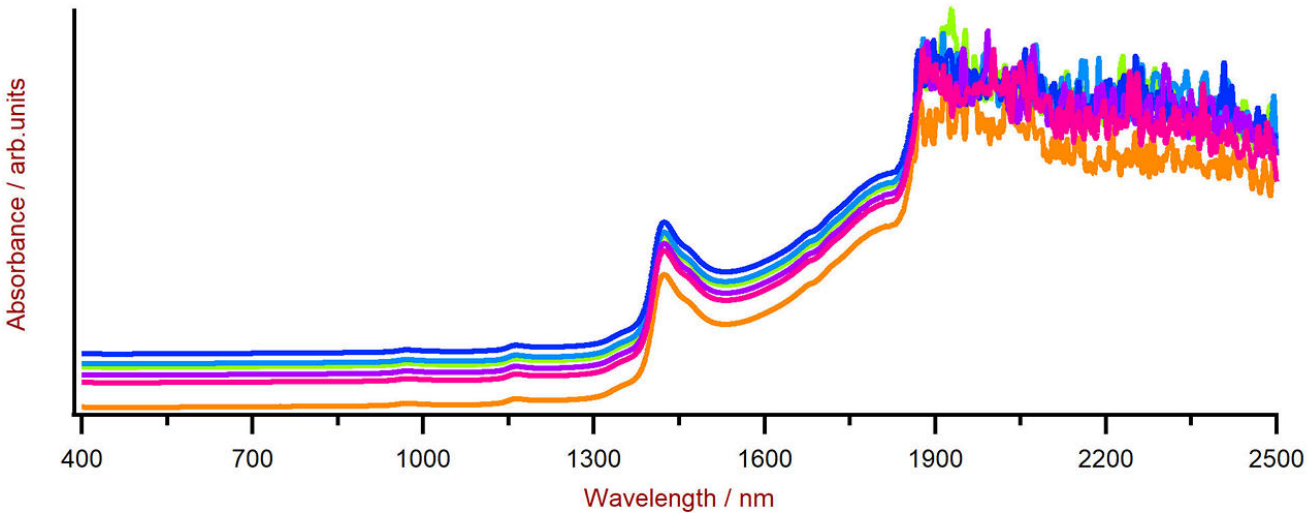
Hình 1. Máy phân tích chất lỏng DS2500 và mẫu được đựng trong vial dùng một lần.

Bảng 1. Tổng quan về thiết bị phần cứng và phần mềm

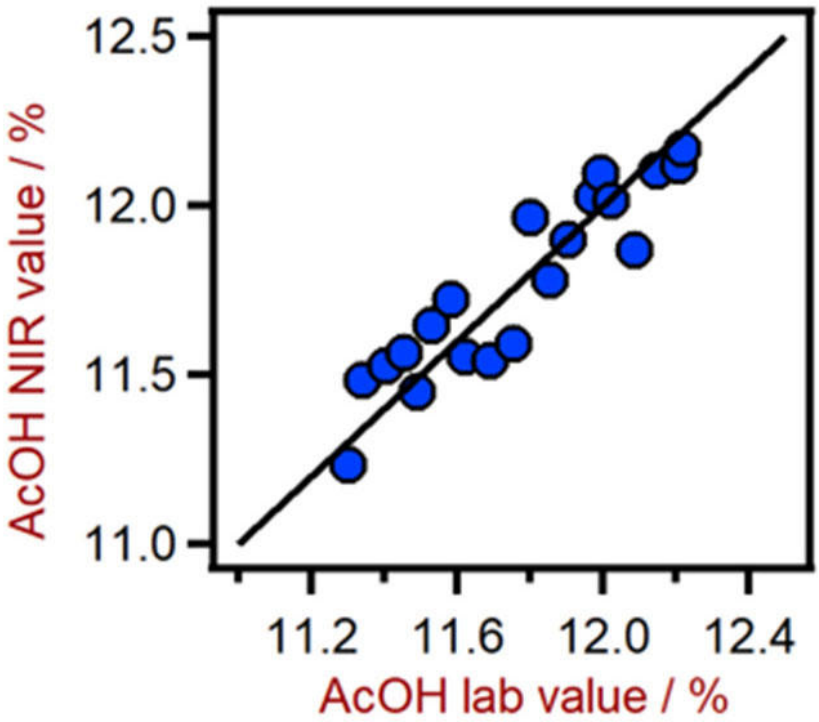
Thiết bị	Mã sản phẩm
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Holder 4 mm vials	6.7492.010
Disposable vials, 4 mm	6.7402.010
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

KẾT QUẢ

20 phổ Vis-NIR đo được (Hình 2) được sử dụng để tạo mô hình dự đoán định lượng các nồng độ axit khác nhau (AcOH, HF và HNO_3). Chất lượng của các mô hình dự đoán được đánh giá bằng cách sử dụng các biểu đồ tương quan, cho thấy mối tương quan rất cao giữa mô hình dự đoán Vis-NIR và các giá trị của phương pháp chính. Các số liệu đánh giá (FOM) tương ứng hiển thị độ chính xác dự kiến của một dự đoán trong quá trình phân tích thông thường.



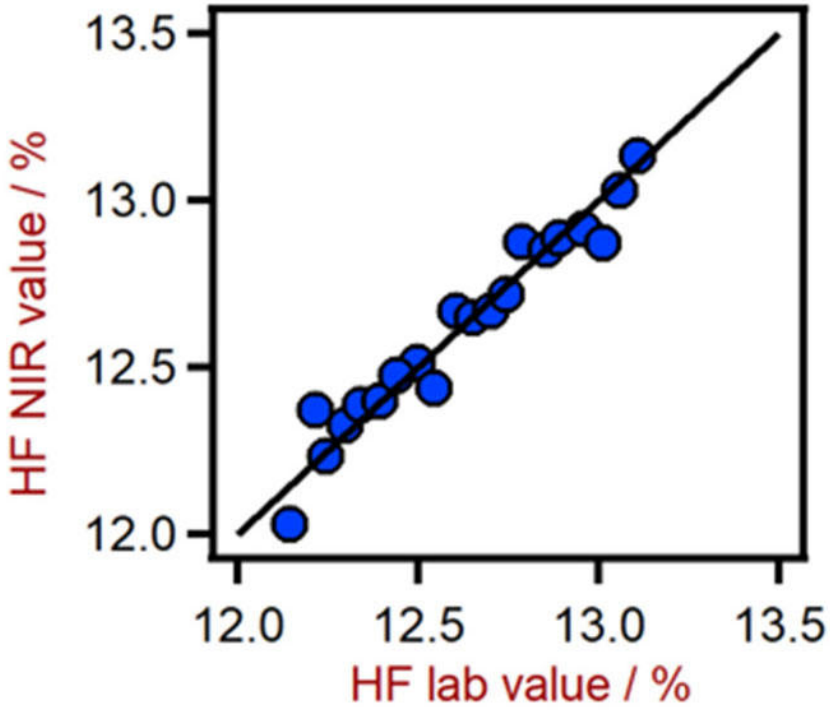
Hình 2. Phổ Vis-NIR của các dung dịch hỗn hợp axit có hàm lượng axit khác nhau được đo trên Máy phân tích chất lỏng DS2500. Vì lý do hiển thị, phổ đã được bù trừ.



Hình 3. Biểu đồ tương quan để dự đoán hàm lượng AcOH trong dung dịch hỗn hợp axit bằng Máy phân tích chất lỏng DS2500.

Bảng 2. Các số liệu đáng giá về dự đoán hàm lượng AcOH trong dung dịch hỗn hợp axit bằng Máy phân tích chất lỏng DS2500.

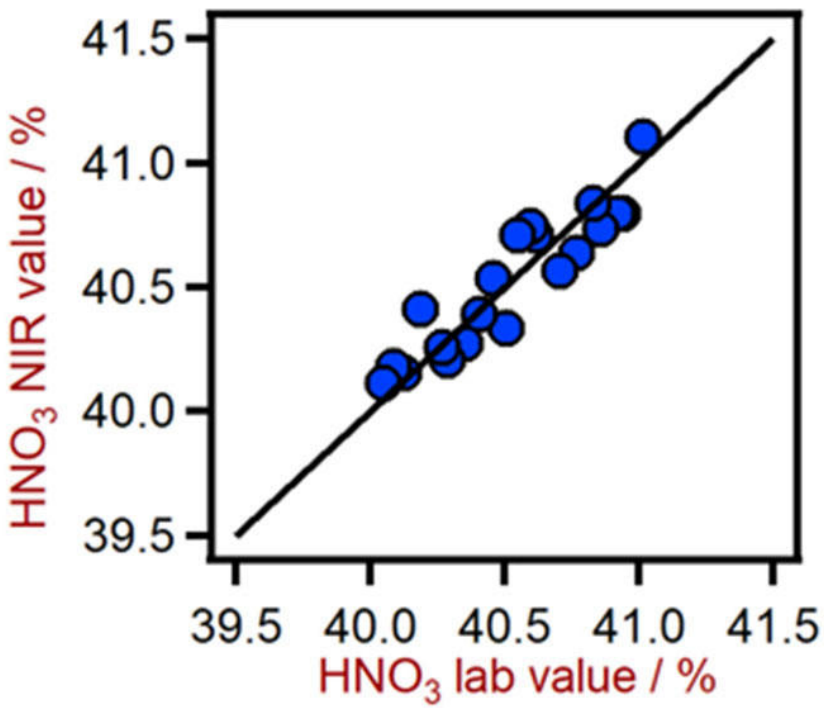
Kết quả	Giá trị
R^2	0.852
Standard error of calibration	0.124%
Standard error of cross-validation	0.147%



Hình 4. Biểu đồ tương quan để dự đoán hàm lượng HF trong dung dịch hỗn hợp axit bằng Máy phân tích chất lỏng DS2500.

Bảng 3. Các số liệu về giá trị dự đoán hàm lượng HF trong dung dịch hỗn hợp axit bằng Máy phân tích chất lỏng DS2500.

Kết quả	Giá trị
R^2	0.947
Standard error of calibration	0.080%
Standard error of cross-validation	0.133%



Hình 5. Biểu đồ tương quan để dự đoán hàm lượng HNO3 trong dung dịch hỗn hợp axit bằng Máy phân tích chất lỏng DS2500.

Bảng 4. Các số liệu về dự đoán hàm lượng HNO3 trong dung dịch hỗn hợp axit bằng Máy phân tích chất lỏng DS2500.

Kết quả	Giá trị
R^2	0.849
Standard error of calibration	0.128%
Standard error of cross-validation	0.139%

Lưu ý ứng dụng này chứng minh tính khả thi của Máy phân tích chất lỏng DS2500 để xác định nồng độ axit riêng lẻ trong dung dịch hỗn hợp axit. Quang phổ Vis-NIR cho phép xác định nhanh với độ chính xác cao và do đó đại diện cho một phương pháp thay thế phù hợp cho phương pháp tiêu chuẩn (Bảng 5).

Bảng 5. Thời gian cho kết quả xác định hàm lượng axit của dung dịch axit hỗn hợp bằng phương pháp chuẩn độ nhiệt và quang phổ NIR.

Thông số	Phương pháp	Thời gian để có kết quả và quy trình làm việc
AcOH, HF, và HNO_3	Chuẩn độ nhiệt (Xác định 3 điểm uốn)	25 phút chuẩn bị cho việc xác định titer và mẫu trắng + 6 phút (3 lần chuẩn độ, mỗi lần 2 phút.) cho việc chuẩn độ mẫu
AcOH, HF, và HNO_3	Quang phổ NIR	1 Phút đối với đo lường bằng quang phổ NIR

CONTACT

CÔNG TY TNHH METROHM VIỆT NAM
Tòa nhà Park IX, số 08
Đường Phan Đình Giót,
Phường Tân Sơn Hòa
null Thành phố Hồ Chí Minh
info@metrohm.vn

DS2500 Liquid Analyzer

Robust near-infrared spectroscopy for quality control, not only in laboratories but also in production environments.

The DS2500 Liquid Analyzer is the tried and tested, flexible solution for routine analysis of liquids along the entire production chain. Its robust design makes the DS2500 Liquid Analyzer resistant to dust, moisture and vibrations, which means that it is eminently suited for use in harsh production environments.

The DS2500 Liquid Analyzer covers the full spectral range from 400 to 2500 nm, heats samples up to 80°C and is compatible with various disposable vials and quartz cuvettes. The DS2500 Liquid Analyzer is thus adaptable to your individual sample requirements and helps you obtain accurate and reproducible results in less than one minute. The integrated sample holder detection and the self-explanatory Vision Air Software also ensure simple and safe operation by the user.

In the case of larger-sized sample quantities, productivity can be considerably increased by using a flow-through cell in combination with a Metrohm sample robot.

DS2500 Holder 4 mm vials

Intelligent holder for disposable glass vials with 4 mm diameter

Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Universal spectroscopy software.

Vision Air Complete is a modern and simple-to-operate software solution for use in a regulated environment.

Overview of the advantages of Vision Air:

- Individual software applications with adapted user interfaces ensure intuitive and simple operation
- Simple creation and maintenance of operating procedures
- SQL database for secure and simple data management

The Vision Air Complete version (66072208) includes all applications for quality assurance using Vis-NIR spectroscopy:

- Application for instrument and data management
- Application for method development
- Application for routine analysis

Additional Vision Air Complete solutions:

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