

# Финишная обработка поверхности



Технологический контроль в гальванотехнике  
и при производстве печатных плат



## Компания METROHM AG:

- мировой лидер на рынке титрования
- единственная компания, которая предлагает весь спектр оборудования для ионного анализа: титрование, вольтамперометрия, ионная хроматография
- швейцарская компания, которая производит оборудование исключительно в Швейцарии
- предоставляет 10-летнюю гарантию на химические подаватели для ионной хроматографии
- обеспечивает методическую поддержку при решении Ваших задач
- бесплатно предлагает Вам более 1300 различных методик применений
- оказывает поддержку через региональных представителей и сеть региональных сервисных центров
- руководство корпорации ставит интересы заказчиков и сотрудников выше необходимости максимизировать прибыль

# Metrohm – специальные системы анализа для процессов финишной обработки поверхности

03

## Отрасль с высокими стандартами

Покрытие и чистовая обработка поверхностей с использованием методов гальванотехники являются сложными процессами. Будь то обработка металлических деталей или покрытие на печатных платах - требуемое качество интермедиатов и конечных продуктов достижимо только в случае правильно выбранного состава технологической ванны. Вместе с тем, постоянное удорожание сырьевых материалов и энергии требует обеспечения максимальной эффективности процессов управления производством.

Являясь лидирующим поставщиком приборов для химического анализа, мы хорошо знаем об этих проблемах. Именно поэтому мы предлагаем вам новейшее оборудование для контроля и оптимизации

качества процессов нанесения покрытий с требуемой точностью, как в лаборатории, так и непосредственно в технологической среде.

## Положитесь на нашу поддержку

Мы предлагаем вам не только первоклассное оборудование, но и полностью законченные решения конкретных задач. Специалисты компании Metrohm разработали для вас точно настроенные приложения и готовы оказать содействие в решении любых вопросов аналитического контроля технологического процесса.

Ниже описаны решения Metrohm, которые помогут гарантировать вам качество вашей продукции. Обратитесь к нам!

Часть I: Решения для лабораторного анализа

стр. 4 - 10

Часть II: Технологические процессы и прикладные решения

стр. 11- 25

Часть III: Решения для atline и online-анализа

стр. 26 - 31



## Часть I: Решения для лабораторного анализа

04

### Титрование и измерения pH

Титрование является общепринятым аналитическим методом контроля качества гальванических процессов. Титрование отличается высокой степенью точности при весьма простой процедуре анализа. В большинстве случаев для определения компонентов растворов можно использовать неразбавленные растворы образцов. Это позволяет даже малоопытным пользователям быстро и точно проводить анализ. Благодаря широкому спектру возможностей автоматизации, объем работ, требуемый для анализа, обычно ограничивается взятием аликвоты образца и нажатием кнопки <Start>.

#### Гибкость и удобство

Другим преимуществом титрования является гибкость, что делает возможным проведение различных анализов с использованием одного и того же базового прибора, например, контроль состава гальванических ванн, анализ кислотных смесей в ваннах травления или проверка чистоты промывных растворов.

Современное программное обеспечение для титрования **tiamo™**, сводит к минимуму необходимость бумажных расчетов. Результаты всех измерений сохраняются в базе данных, в любое время могут быть классифицированы по критерию, выбранному с использованием поисковых функций, и, при необходимости, распечатаны в нужном формате.

#### Решения для любого бюджета и любой задачи измерения pH – 826 pH mobile / 827 pH lab

##### pH measurement – 826 pH mobile / 827 pH lab

827 pH lab и его портативный аналог 826 pH mobile являются надежными и простыми в использовании pH-метрами. В памяти может быть сохранено до 200 GLP-совместимых определений с датой, временем и идентификацией образца, которые могут быть документированы как в электронном, так и в печатном варианте.



#### 848 Titrino plus

848 Titrino plus является наиболее экономически выгодным решением для всех методов потенциометрического титрования, таких как кислотно-основное, окислительно-восстановительное, титрование с осаждением и добавлением ПАВ, а также комплексонометрия. Простота использования, возможность представления результатов на бумаге и формирование базы данных **tiBase** на их основе значительно облегчают документирование полученных результатов.





#### 905 Plate Titrando

Plate Titrando предоставляет полный набор методов потенциометрического анализа, наиболее часто используемых в гальваническом производстве. Он содержит все компоненты для кислотно-основного, окислительно-восстановительного титрования и для определения хлоридов. Прибор осуществляет интеллектуальный контроль важных компонентов системы, таких как бюретка и электрод. Запатентованная технология Dosino обеспечивает возможность бесконтактного обращения с реагентами и бюретками.



#### Автоматизация титрования с помощью 862 Compact Titrosampler

862 Compact Titrosampler сочетает в одном приборе функциональность 848 Titrino plus с возможностью проведения автоматического анализа 11 образцов при минимальной площади рабочей поверхности. Благодаря предварительно запрограммированным методам автоматизации, включая процедуры промывки, работа с оборудованием заметно упрощается.



#### Robotic Transfer Analyzer

Metrohm предоставляет комплексные решения для полной автоматизации титриметрического анализа. Очевидные преимущества Robotic Transfer Analyzer: более высокая пропускная способность по образцам, минимальный риск эксплуатационных ошибок, более точные результаты и, наконец, значительная экономия времени и финансов. Просто поместите ваши образцы в карусель, а все остальное, от подготовки образцов до анализа, будет выполнено автоматизированной системой.

# Ионная хроматография

06

## Многокомпонентное определение за одно измерение

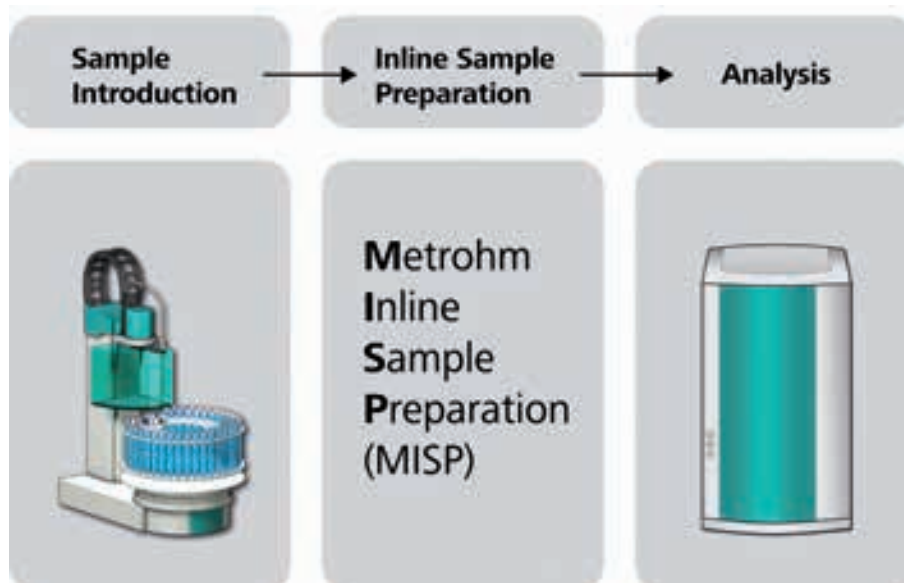
Ионная хроматография обеспечивает высокоточное и надежное определение основных и дополнительных компонентов гальванических ванн, а также следов загрязнений в виде органических и неорганических ионов или полярных веществ. Главное преимущество ионной хроматографии состоит в том, что химически сходные вещества могут быть определены параллельно при выполнении одного анализа. Значение концентрации анализируемого вещества может находиться в пределах от нг/л до %.

## Экономия времени и затрат благодаря автоматизированной пробоподготовке

Ионно-хроматографический анализ может быть легко и эффективно автоматизирован. Мешающие эффекты матрицы могут быть устранены путем выбора подходящего метода определения или комбинированием ввода образца с одной из нескольких методик встроенной пробоподготовки. Данные методики, некоторые из которых запатентованы компанией Metrohm, дают возможность интеграции пробоподготовки в анализ с полной автоматизацией процесса. Это повышает надежность, сокращает объем ручной работы и гарантирует контроль полного цикла анализа.

## Методики встроенной пробоподготовки Metrohm при нанесении покрытий:

- Встроенная ультрафильтрация для удаления частиц из различных образцов
- Встроенный диализ для ионного анализа эмульсий и мылосодержащих промывных растворов
- Встроенное разбавление для контроля состава кислых ванн и анализа компонентов растворов гальванических ванн
- Встроенное устранение матрицы для анализа промывных растворов, таких как изопропанол
- Встроенное предварительное концентрирование для анализа следовых количеств в сверхчистой воде
- Встроенная нейтрализация и встроенное удаление катионов для анализа микроколичеств в гальванических ваннах
- Интеллектуальная техника инъекции части петли гарантирует разнообразие и простоту анализов





#### **850 Professional IC – решение для поставленных задач**

Система 850 Professional IC может использоваться как для анализа состава кислотных ванн, так и для анализа следовых количеств примесей в сверхчистой воде, в промывных и абсорбционных растворах. Ошибки эксплуатации могут быть практически устранены благодаря функциям встроенной системы контроля. Обладая полной автоматизацией, включая встроенную пробоподготовку Metrohm (MISP), система может быть рекомендована как для серийного анализа, так и для комплексного применения в области исследований и разработок.



#### **881 Compact IC pro – предназначена для серийного анализа**

881 Compact IC pro является идеальным решением для серийного анализа по одному параметру. Также как и 850 Professional IC, система 881 Compact IC pro снабжена интеллектуальными аппаратными компонентами. Совместно с ПО MagIC Net™ для ионной хроматографии система обеспечивает интуитивное управление. Аналогично модели 850 Professional IC, модель 881 Compact IC может быть автоматизирована различными способами и снабжена методиками встроенной пробоподготовки Metrohm.

## Вольтамперометрия

08

Вольтамперометрия является электрохимическим методом анализа, предоставляющим информацию о типе и количестве металлов, содержащихся в растворенном образце. Достоинствами вольтамперометрии являются высокая точность и чувствительность, возможность выполнения анализа ионных форм и оптимальное соотношение эффективность-стоимость.

### **Точные измерения даже в присутствии высоких концентраций солей**

В гальваническом производстве определенную проблему для анализа представляют большие количества солей, обычно содержащихся в растворах гальванических ванн. Для таких образцов многие методы измерений дают неудовлетворительные результаты. Однако, в случае вольтамперометрии высокие концентрации солей являются преимуществом, так как обеспечивают хорошую проводимость раствора.

Для обеспечения вольтамперометрических измерений необходима лишь подача электричества и небольшой объем азота. Таким образом, не возникает проблем с вентиляцией, горючими газами и связанными с ними требованиями безопасности.

### **Аналитическая система 797 VA Computrace**

797 VA Computrace является современной вольтамперометрической измерительной установкой, которая подключается к персональному компьютеру через USB-порт. Программное обеспечение позволяет осуществлять контроль за измерениями, регистрацию измеренных данных и их оценку. Благодаря продуманной структуре программы, работа с ней очень проста. Встроенный потенциостат гарантирует высокую степень чувствительности при пониженном уровне шума. В качестве рабочих электродов могут быть использованы уникальный мультирежимный ртутный электрод (MME) и вращающиеся дисковые электроды (RDE), выполненные из различных материалов.

### **Удобное управление данными**

Данные измерений и результаты, полученные с помощью 797 VA Computrace, могут быть очень просто переданы в систему LIMS как в виде текстовых данных, так и в формате xml.



# CVS (циклическая инверсионная вольтамперометрия)

## Стандартный метод в производстве печатных плат

Циклическая инверсионная вольтамперометрия (CVS) и циклическая импульсная инверсионная вольтамперометрия (CPVS) являются широко используемыми методами определения органических добавок в гальваническом производстве. Метод CVS является важным компонентом производственного контроля во многих промышленных процессах нанесения покрытий, особенно в производстве печатных плат или полупроводников.

С помощью CVS или CPVS возможно точное определение концентрации органических добавок. Эффективная концентрация определенной добавки в образце ванны отображается непосредственно в мл добавки на л жидкости ванны. Таким образом, становится возможным точное последовательное дозирование добавки до достижения нужной концентрации. Это гарантирует непрерывную стабильную работу производства.

## Вольтамперометрические системы – верные решения для любой задачи

Системы MVA Metrohm являются готовыми к использованию комплектами, полностью отвечающими нуждам гальванотехники и

## Основные области применения CVS в полупроводниковой отрасли и гальванотехнике

	Suppressor	Brighteners	Leveler
Process	DT – Dilution Titration	<ul style="list-style-type: none"> <li>LAT – Linear Titration Approximation Technique</li> </ul>	RC – Response Curve
		<ul style="list-style-type: none"> <li>MLAT – Modified Linear Approximation Technique</li> </ul>	

полупроводниковой индустрии. В зависимости от требований, имеются комплекты принадлежностей MVA для расширения возможностей базовой системы MVA.



### MVA-12 – система для определения добавок с помощью CVS

MVA-12 является стандартной системой для серийного определения органических добавок в отдельных образцах. Автоматическое добавление вспомогательных растворов, таких как VMS, прерывателя или стандартных растворов, выполняется с помощью Dosinos. Для определения концентрации блескообразователя образец должен добавляться только вручную. В случае определения концентрации подавителя добавление может выполняться в автоматическом режиме.



### MVA-13 – полностью автоматическое определение органических добавок в серийном анализе

MVA-13 является топовой системой для определения содержания добавок в гальванических ваннах. При этом образцы добавляются в электрохимическую ячейку с помощью автосэмплера 838 Advanced VA Sample Processor. Концентрация подавителя может быть определена в 56 образцах, а блескообразователя – в 28 образцах. Различные методы могут быть совместно использованы за один цикл измерений.

## Потенциостаты/гальваностаты Metrohm

10

### Системы для электрохимического анализа в области исследований и разработок

Электрохимические исследования границы раздела фаз вызывают особый интерес в сфере фундаментальных и прикладных исследований уже много десятилетий. Понимание природы процессов, протекающих на границе раздела фаз, от кинетики массопереноса до переноса электронов, предоставляет ценную информацию, которая может быть использована для оптимизации процессов подготовки поверхности и разработки новых методов.

В качестве примера можно привести два новых электрохимических метода, таких как электрохимическое осаждение атомного слоя (EALD) и поверхностно-лимитируемое редокс-замещение (SLRR), которые в настоящее время используются в соответствующих приложениях. Другие современные электрохимические методы подготовки поверхности включают применение макромолекулярных агрегатов с использованием дендримеров или наноразмерных матриц.

### Autolab PGSTAT - потенциостаты для всех электрохимических методов

На фундаментальном уровне Autolab PGSTAT предоставляет исследователю все электрохимические методы, необходимые для изучения границы раздела фаз. Потенциостатический и гальваностатический режимы позволяют точно контролировать реакции, происходящие на поверхности раздела фаз, а также скорость этих реакций и количества вовлеченных в них материалов. С помощью этих методов можно контролировать состав, шероховатость, структуру и режим роста осажденных материалов.

**Модуль Autolab EQCM** (электрохимические кварцевые микровесы) значительно расширяет возможности Autolab PGSTAT, позволяя отслеживать изменение массы на уровне  $\text{нг/см}^2$ . Это дает возможность изучать формирование самых первых атомных слоев на поверхности пьезоэлектрического кварцевого кристалла-электрода. С помощью метода электрохимической кварцевой микрогравиметрии можно осуществлять *in situ* изучение образования металлических осадков в процессе электролиза.



## Часть II: Технологические процессы и прикладные решения

### Контроль качества основных химикатов и сырьевых материалов

Контроль качества на производстве начинается с контроля используемых материалов. Аналитические приборы Metrohm позволяют быстро, просто и надежно установить концентрации кислот или щелочей, определить содержание металлов в различных сырьевых материалах или обнаружить следовые количества примесей в них.

#### Титриметрические приложения

Серная кислота, соляная кислота, гидроксид натрия, аммиак и перекись водорода - наиболее часто используемые вещества в гальваническом производстве. Как правило, их содержание в поставляемых химикатах проверяется с помощью потенциометрического титрования для гарантии того, что их смеси имеют необходимые пропорции для дальнейшего применения.

Образец	Титрант	Metrohm электрод
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	c(NaOH) = 0.1 mol/L	6.0255.100 Profitrode
HCl	c(NaOH) = 0.1 mol/L	6.0255.100 Profitrode
NaOH	c(HCl) = 0.1 mol/L	6.0255.100 Profitrode
NH <sub>4</sub> OH	c(HCl) = 0.1 mol/L	6.0255.100 Profitrode
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	c(KMnO <sub>4</sub> ) = 0.1 mol/L	6.0431.100 Pt Titrode

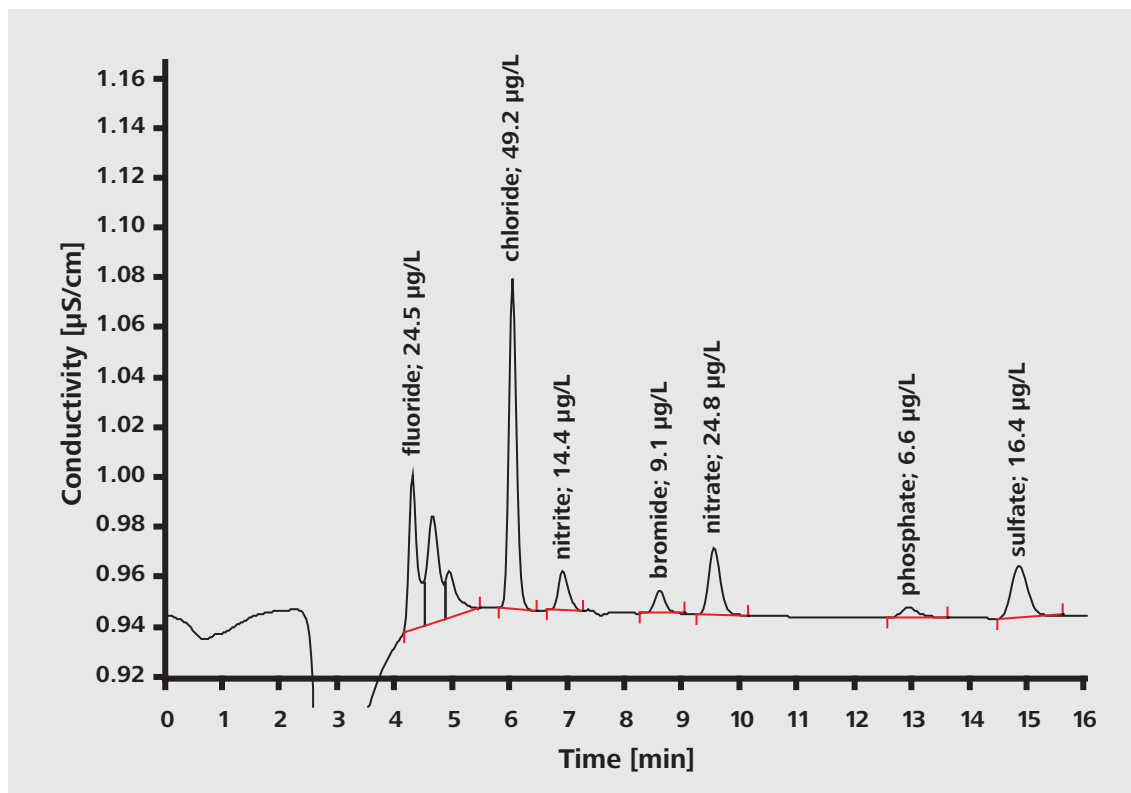
### Приложения ионной хроматографии

#### Примеси в перекиси водорода, изопропанол и др.

Ионная хроматография применяется для контроля травильных, экстракционных и промывных растворов. Анализ примесей, например, в перекиси водорода или в изопропанол имеет большое значение. Система автоматической пробоподготовки образца (Inline matrix Elimination) позволяет исключить любые эффекты матрицы и сделать возможным проведение анализа.

#### Определение микропримесей

В случае определения микропримесей, к автоматическому удалению матрицы добавляется предварительное inline концентрирование. Здесь необходимо точное измерение исходного объема пробы, а также возможность анализа без холостого опыта. Эти возможности обеспечиваются с помощью запатентованного устройства 800 Dosino. Это современная система для работы с жидкостями, которая дает гибкие возможности выбора инжектируемого объема и включается во многие системы автоматизации анализа МЕТРОМ. При этом, калибровку можно выполнить лишь по одному стандартному раствору.



Анализ 30% перекиси водорода, содержащей соответственно 10 мкг/л F, Cl, NO<sub>2</sub>, Br, NO<sub>3</sub>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> и SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>; колонка: Metrosep A Supp 5 - 150/4.0; колонка предварительного концентрирования Metrosep A PCC 1 HC/4.0; элюент: 3,2 ммоль/л Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + 1,0 ммоль/л NaHCO<sub>3</sub>, 0,8 мл/мин; температура колонки: 25 °C; объем образца: 20 мкл.



#### Вольтамперметрические применения

##### Следовые количества тяжелых металлов в основных химических веществах

Ионы тяжелых металлов, присутствующие в основных химикатах, могут вызвать осложнения в производственном процессе. По этой причине при получении химикатов выполняется проверка их чистоты.

В гальваническом производстве расходуются значительные количества основных химикатов, следовательно, в производственный процесс вводятся ощутимые количества тяжелых металлов. Подобные загрязнения должны быть устранены максимально быстро в самом начале производственной цепочки, во избежание необходимости последующего удаления с большими издержками. Определение следовых количеств тяжелых металлов является классическим применением вольтамперметрии.

##### Определение содержания никеля в гидроксиде натрия с помощью инверсионной вольтамперметрии (AdSV)

Для определения концентрации никеля в растворе гидроксида натрия раствор сначала должен быть подкислен для перевода никеля в ионную форму.

Аналиты	Сырье
Zn, Cd, Pb, Ni, Co	NaOH
Zn, Cd, Pb, Ni, Co	HCl
Fe	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>
Fe, Ni, Co	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Zn, Pb, Fe	CuSO <sub>4</sub>

Затем pH доводится до 9,6 с помощью хлоридно-аммиачного буфера. Диметилглиоксим (DMG) добавляется для формирования комплекса Ni-DMG, который может быть предварительно осажден на ртутном каплющем электроде. Количественный анализ выполняется методом стандартных добавок.



## Получение металлических покрытий способом электроосаждения

При получении металлических покрытий способом электроосаждения для достижения высокого качества получаемых поверхностей крайне важна чистота используемых металлов. Компания Metrohm предлагает надежные методы обнаружения любых примесей с высочайшей точностью.

### Электролиз цинка

При получении цинковых покрытий, металл электролитически осаждается на катоде. Используемый цинковый электролит содержит примеси тяжелых металлов. Метод вольтамперометрии позволяет надежно определять следы тяжелых металлов в электролите и, тем самым, контролировать осаждение металла в процессе нанесения покрытия с необходимой точностью.

Аналит	Тип электролита
Cd	Zn электролит
Pb	Zn электролит
Cu	Zn электролит
Tl	Zn электролит
As	Zn электролит
Ni	Zn электролит
Co	Zn электролит
Fe	Zn электролит
Sb (III)	Zn электролит
Ge	Zn электролит
Se	Zn электролит

## Металлы в качестве основного компонента гальванической ванны

Концентрация металлов в гальванических ваннах может значительно варьироваться в зависимости от поставленных задач. Ключевыми параметрами являются требуемая толщина покрытия, природа материала и рыночные цены на дорогие благородные металлы. В зависимости от концентрации определяемого металла, выбирается подходящий аналитический метод. Для проведения таких анализов компания Metrohm предоставляет соответствующие системы.

15

### Титриметрические приложения

#### Медь и никель в кислых металлических ваннах

Для защиты поверхностей от коррозии широко применяются многослойные системы. Например, для антикоррозионное никелевое покрытие наносится на промежуточный слой меди. При выборе силы тока в гальванических процессах, концентрация осаждаемого металла является важным параметром. Снижение концентрации требует повышения силы тока, что, в свою очередь, может привести к увеличению производственных расходов.

Содержание меди в кислых ваннах меднения определяется с помощью редокс-титрования с использованием 0,1 моль/л  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , после предварительного восстановления  $\text{Cu(II)}$  до  $\text{Cu(I)}$  иодидом калия. Содержание никеля определяется комплексометрическим титрованием с использованием 0,1 моль/л  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ .

### Ионно-хроматографические приложения

#### Серебро и аммиак в ваннах травления, содержащих фтористоводородную кислоту

Ионная хроматография часто применяется для определения концентраций металлов в травильных растворах и в гальванических ваннах. Так как подобные растворы и ванны часто содержат высокие концентрации солей, то в данном случае используется встроенное (inline) разбавление Metrohm. Типичным примером применения ионной хроматографии является определение серебра на уровне мг/л в аммиачной среде в травильных ваннах, содержащих фтористоводородную кислоту.





#### Вольтамперометрические применения

##### Определение металла и анализ ионных форм в гальванических ваннах.

Концентрация металла, используемого в качестве основного компонента ванны, также может быть определена с помощью вольтамперометрии. Кроме того, можно определять различные окислительные состояния ионов металла, а также свободные и связанные ионы металла.

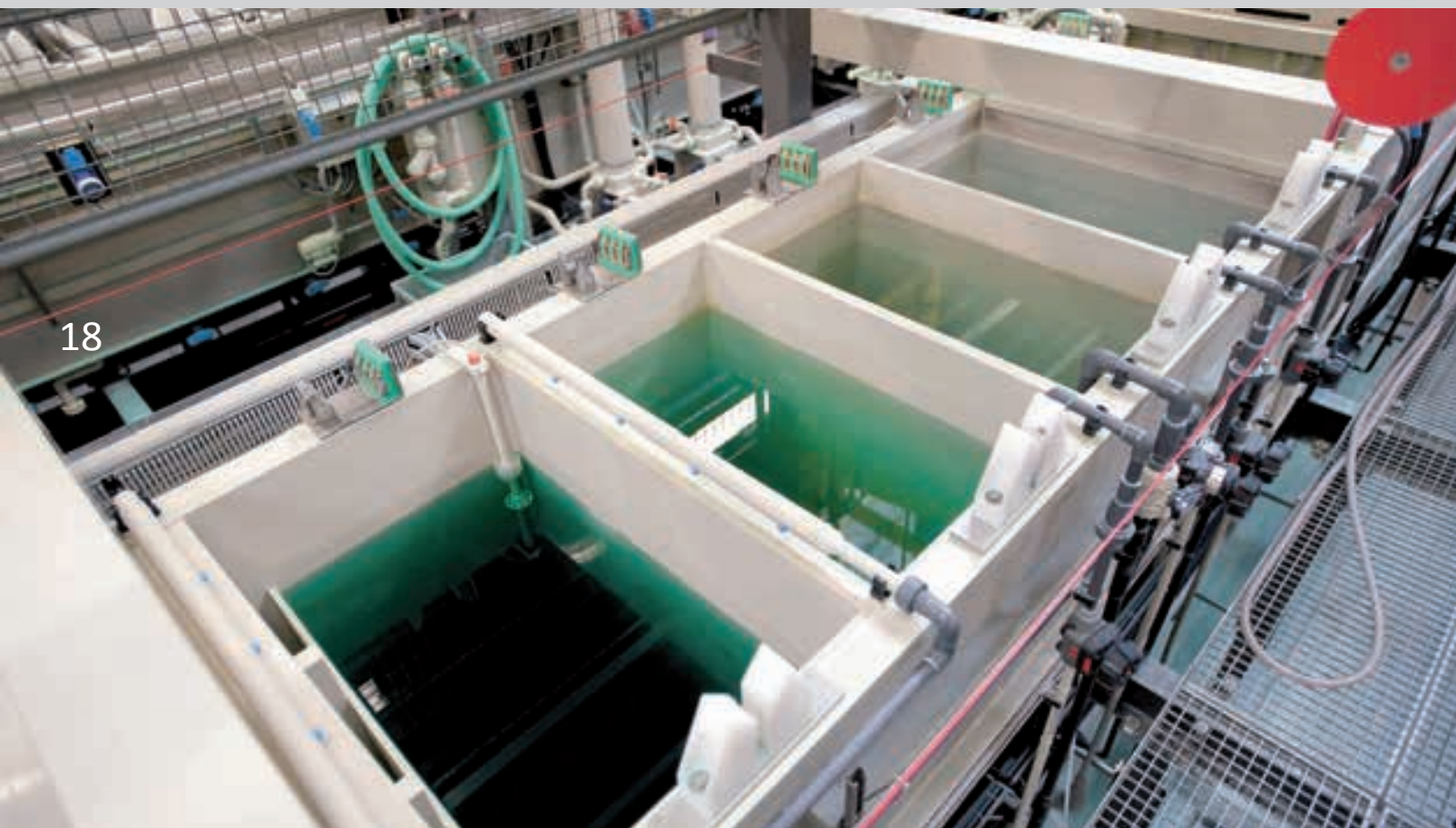
Аналит	Тип ванны
Au (I)	AuCN ванна
Pd	Активатор
Cr(III), Cr (VI)	Cr ванна
Ni	Ni ванна
Co	Co ванна

## Неорганические и органические дополнительные компоненты в гальванических ваннах

Органические и/или неорганические добавки вводятся в гальванические ванны для управления физическими свойствами (пластичности, твердости, прочности на разрыв, паяемости и т.д.) осаждаемого металлического слоя. В случае декоративного электроосаждения внешний вид поверхности оптимизируется с помощью добавок. Для удержания больших количеств металла в растворе в ванны также добавляются комплексообразующие агенты.

Кислоты, основания и ионы с низкими концентрациями используются, чтобы изменить структуру поверхности при изготовлении печатных плат, контактов, металлических компонентов и т.д. Для повышения эффективности производственного процесса и гарантии качества конечного продукта эти добавки должны анализироваться через регулярные промежутки времени.





### Титриметрический анализ

#### Борная кислота и тетрафторборная кислота в ваннах никелирования

Наряду с хлоридом и сульфатом, в ваннах никелирования также содержится борная кислота, которая используется в качестве буфера для поддержания определенной величины pH. Используя потенциметрическое титрование можно определять как свободную борную кислоту, так и свободную тетрафторборную кислоту. После добавления маннита образовавшиеся комплексы титруются с помощью раствора гидроксида натрия. Определение выполняется непосредственно в образце электролитической ванны; никель и ионы других металлов не мешают определению.

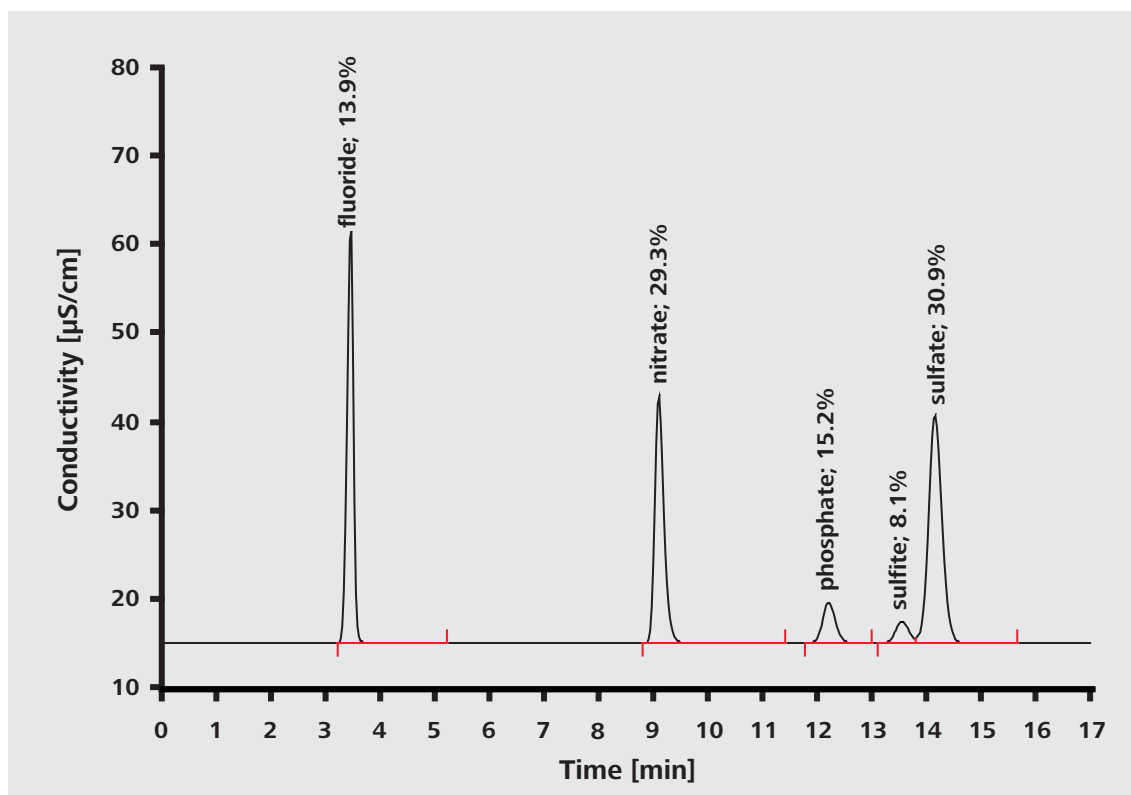
#### Определение ПАВ в гальванических ваннах

Для улучшения поверхностных свойств в гальванические ванны добавляются ПАВ, так как эти вещества улучшают смачиваемость поверхности и эмульгирование блескообразователей. Стандартные анионные ПАВ (например, используемые в ваннах никелирования) определяются с помощью потенциметрического титрования с TEGO®trant A100 и электродом «Ionic Surfactant».

### Ионно-хроматографический анализ

Концентрированные кислоты в травильных растворах. Одним из применений ионной хроматографии является проверка состава электролитической ванны. Для этого определяют концентрации анионов в кислотах и в смесях кислот.

Уникальная комбинация техники встроенного разбавления Metrohm с возможностью инъекции минимального объема (0,25 мкл) позволяет полностью автоматизировать анализ смесей концентрированных кислот, например, травильный раствор, содержащий 10% HF, 30% HNO<sub>3</sub>, 30% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и 13% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.



Травильный раствор разбавляется встроенным образом в пропорции 1:100, колонка: Metrosep A Supp 5 - 150/4.0; элюент: 3,2 ммоль/л Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 1,0 ммоль/л NaHCO<sub>3</sub>, 0,7 мл/мин; объем образца: 0,25 мкл (внутренний контур).

### Нитраты в ваннах никелирования

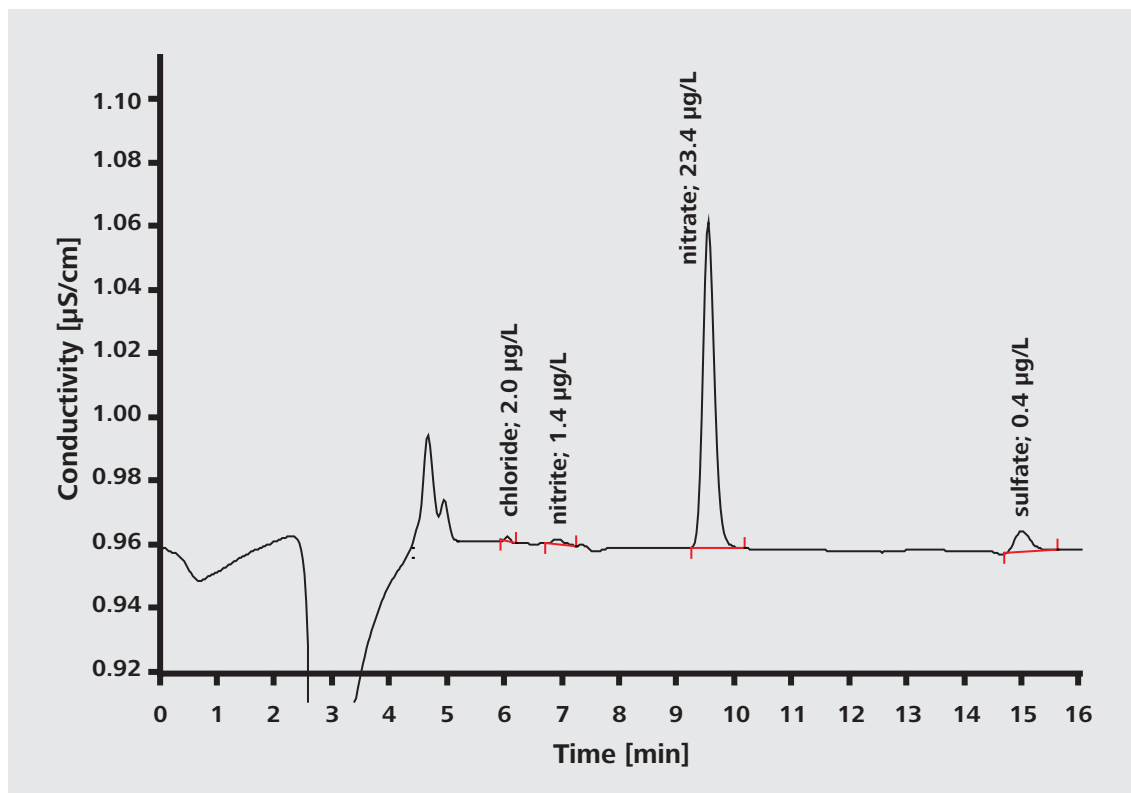
Для контроля за технологическим процессом с помощью ионной хроматографии могут быть определены концентрации исходных веществ, катализаторов или веществ-загрязнителей, оставшихся от предыдущих операций, в диапазоне от мкг/л до мг/л.

В качестве примера можно привести процесс определения нитратов в ваннах никелирования для контроля процедуры промывки и идентификации нежелательных примесей в свежеприготовленной ванне никелирования. Применение техники интеллектуальной инъекции части объема петли позволяет покрывать четыре порядка концентраций с помощью одной калибровки. Объем образца при этом варьируется в диапазоне 2 - 200 мкл.

### Органические кислоты в гальванических ваннах

Органические ионные и полярные вещества также могут быть определены с использованием ионной хроматографии. Типичным примером применения является определение органических кислот в гальванических ваннах, например, концентрации лимонной, муравьиной и молочной кислот до нескольких г/л могут отслеживаться с помощью ион-эксклюзивной хроматографии.

В то же время, ионно-обменная хроматография используется для определения органических кислот вместе с неорганическими компонентами в гальванических ваннах или в исходных веществах (например, винная и лимонная кислоты вместе с гипофосфитом и вольфраматом).



Промывной раствор после очистки ванны; колонка: Metrosep A Supp 5 - 150/4.0; элюент: 3.2 ммоль/л Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>+ 1,0 ммоль/л NaHCO<sub>3</sub>, 0.8 мл/мин; температура колонки: 25 °C; объем образца: 200 мкл



### Применения вольтамперометрии

#### Свинец в ваннах никелирования

Свинец добавляется в ванны никелирования в качестве стабилизатора. Кроме того, он оказывает значительное влияние на процесс осаждения никеля. Концентрация свинца должна поддерживаться на уровне нескольких мг/л для того, чтобы гарантировать однородное осаждение никеля. Используя метод вольтамперометрии, можно точно и быстро контролировать уровень концентрации свинца.

#### Сурьма/висмут в ваннах никелирования

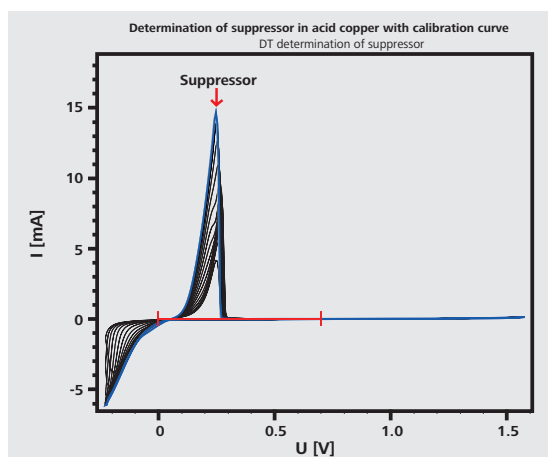
Все чаще в ванны никелирования вводят сурьму или висмут в качестве альтернативы свинцу, для контроля концентраций которых также рекомендуется использовать метод вольтамперометрии.

Аналит	Тип ванны
Pb, Sb,	Ni ванна
Co, сульфит	Au ванна
Co, Cd, Tl	CN ванна
Cr (III) / Cr (VI)	Cr ванна
Сахарин	Кислая Cu ванна
Тиомочевина	Кислая Cu ванна



**CVS и CPVS для определения органических добавок**  
 Циклическая инверсионная вольтамперометрия (CVS) и циклическая импульсная инверсионная вольтамперометрия (CPVS) являются широко используемыми методами определения органических добавок в гальванических ваннах. Метод CVS является крайне важным компонентом производственного контроля во многих промышленных процессах нанесения покрытий, особенно, в производстве печатных плат или полупроводников.

Аналит	Тип ванны
Подавитель	Кислая Cu ванна, Sn ванна, Sn-Pb ванна
Блескообразователь	Кислая Cu ванна
Выравниватель	Кислая Cu ванна



Вольтамперная кривая определения концентрации подавителя (титрование с разбавлением).

## Контроль состава сточных и технологических вод

23

На различных стадиях производственного процесса (обезжиривание, травление, электроосаждение, пассивация и т.д.) могут образовываться высокотоксичные сточные воды. Для устранения возможности нанесения вреда людям и окружающей среде необходимы строгий контроль и дорогостоящая обработка сточных вод. Компания Metrohm предлагает ряд решений для анализа технологических и сточных вод, с помощью которых можно оптимизировать производительность технологических процессов и гарантировать оптимальное соответствие требованиям законодательства по охране окружающей среды.

### **Измерение pH и проводимости сточных вод**

Независимо от того, выполняется ли измерение в цеху или в лаборатории, величина pH всегда может быть быстро и надежно определена с помощью портативного 826 pH или лабораторного 827 pH и электрода Unitrode. С помощью модулей 856 Conductivity Module и 867 pH Module можно измерять величину pH и проводимость, при необходимости, в одной и той же ячейке.

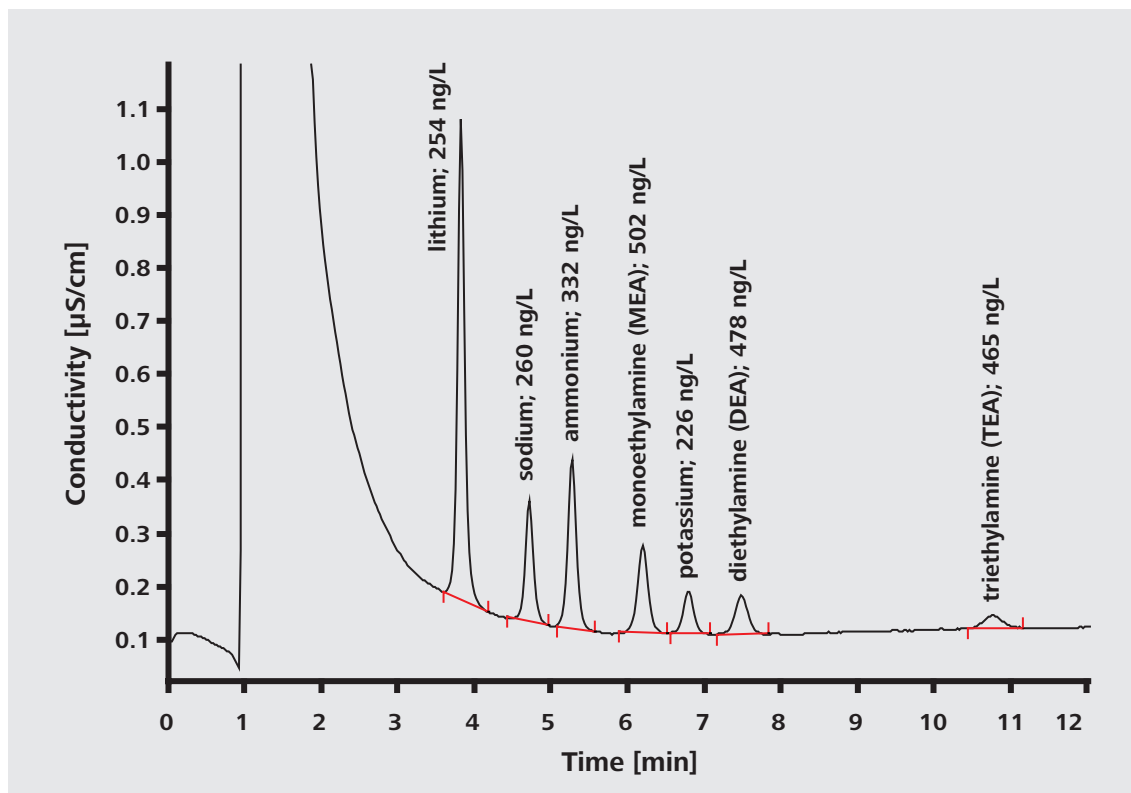


### Ионно-хроматографические приложения

#### Анализ следовых количеств веществ в сточных и промывных водах

Преимущества ионной хроматографии наиболее ярко выявляются при анализе сточных, промывных и технологических вод. Из-за своей разносторонности и широкого спектра вопросов, касающихся соответствия нормативам по защите окружающей среды, при производстве особое внимание должно быть уделено эффективности операций очистки и требованиям качества. Более того, ионная хроматография позволяет определять примеси и их перенос вплоть до уровня нг/л.

Примером анализа следовых количеств анионов и катионов является анализ сверхчистой воды. Использование концентрирующей колонки в комбинации с In-line калибровкой Metrohm позволяет получать надежные результаты.



Полностью автоматический и точный анализ следов катионов в ионообменных элюатах: колонка: Metrosep C 3 - 150/4.0; колонка предварительного концентрирования: Metrosep C PCC 1 HC/4.0; элюент: 2,5 ммоль/л HNO<sub>3</sub>, 1,0 мл/мин; температура колонки: 45 °C; объем образца: 10,0 мл

### Вольтамперметрические применения applications

#### Анализ тяжелых металлов в сточных и технологических водах

Строгие нормативы содержания тяжелых металлов в сточных водах накладывают ограничения на проведение гальванического производственного процесса. Вольтамперметр 797 VA Computrace позволяет обеспечить контроль тяжелых металлов в сточных водах в соответствии с нормативами.

Не только сточные, но также и технологические воды, должны соответствовать строгим нормативам. Использование решений Metrohm для вольтамперметрии позволит успешно справиться с поставленными задачами.

Аналит	Тип вод
Sn	Сточные воды, Технологические воды
Fe	Сточные воды, Технологические воды
Zn, Cd, Pb, Cu	Сточные воды, Технологические воды
Ni, Co	Сточные воды, Технологические воды
Cr <sub>(общ)</sub>	Сточные воды, Технологические воды
Hg	Сточные воды
As	Сточные воды
NTA, EDTA	Сточные воды
Tl	Технологические воды
Se	Технологические воды

## Часть III: Решения для Atline и Online-анализа

### 26 Atline контроль производственного процесса с использованием анализатора ProcessLab

#### **Контроль технологического процесса в гальваническом производстве в ProcessLab – надежная, гибкая и простая в использовании аналитическая система**

В ходе гальванического процесса происходит непрерывное осаждение вещества на поверхности деталей. Качество наносимых покрытий определяется строгим соблюдением допустимых пределов концентраций компонентов ванны и продуктов реакции, что требует точного контроля за технологическим процессом, который обычно проводится методами жидкостного химического анализа.

Значительным преимуществом является возможность анализа проб сменным персоналом непосредственно на производственном участке без привлечения ресурсов лаборатории.

ProcessLab является надежной и простой в использовании аналитической системой, которая может работать непосредственно в цехе. Класс пыле-влагозащиты IP 54 позволяет эксплуатировать систему в жестких условиях производства. Аналитическая система состоит из сенсорного жидкокристаллического экрана, настраиваемого аналитического модуля и станции подачи образца. Все модули состоят из проверенных компонентов Metrohm и комбинируются в соответствии с решаемой задачей.

Для выполнения анализа проба вручную отбирается персоналом из технологической линии. Анализ запускается одним нажатием кнопки и выполняется автоматически.

После завершения анализа данные измерений передаются непосредственно в АСУТП. Результаты измерений отображаются на экране ProcessLab с рекомендациями относительно дальнейших действий и предупреждениями о достижении величины уставок.



ProcessLab предоставляет собой идеальное решение для быстрого и надежного управления технологическим процессом, особенно в тех случаях, когда образцы должны быть взяты в разных точках и реализация полностью автоматического решения затруднительна по причине слишком высокой цены.



#### **Комбинация аналитических методов**

ProcessLab позволяет комбинировать различные аналитические методы в одной системе минимального размера. Доступны следующие аналитические методы: титрование, прямая потенциометрия, вольтамперометрия, фотометрия и спектроскопия. Во всех методах применяется полностью автоматическая обработка образцов с использованием надежных и проверенных модулей, что позволяет управлять технологическим процессом с минимальными ошибками.

Соответственно, все этапы технологического процесса могут отслеживаться с помощью одной системы – от ванн предварительной обработки до ванн финишных покрытий и контроля состава сточных вод. Производительность отдельных стадий технологического процесса может быть повышена за счет увеличения частоты анализа. Таким образом, ванна может функционировать в оптимальном режиме, что гарантирует необходимое качество продукции.

#### **Согласование работы ProcessLab с работой других приборов**

Во многих гальванических ваннах находятся смеси веществ, которые не могут быть проанализированы с использованием обычных методов жидкостного химического анализа. ProcessLab располагает интерфейсами подключения приборов других производителей для определения плотности, поверхностного натяжения или коэффициента преломления. Последовательность измерений контролируется ProcessLab, при этом все анализаторы очищаются, проверяются и калибруются автоматически. Результаты вместе с другими параметрами перемещаются в базу данных с дальнейшей передачей в АСУТП через каналы передачи данных ProcessLab.

## Примеры применения

28

### Контроль состава ванн химического никелирования: сульфат никеля, гипофосфиты и значение pH

Ванны химического никелирования используются для решения различных задач. Преимуществами химического осаждения никеля является равномерная толщина покрытия, а также возможность использования стоек и барабанов для размещения деталей.

При химическом осаждении электроны, требуемые для восстановления ионов металла, генерируются химическим процессом в растворе. Для достижения равномерного осаждения в раствор должны постоянно добавляться используемые реагенты. Однако повышенная концентрация солей неосаждаемых ионов в растворе может отрицательно повлиять на свойства покрытия или на скорость осаждения. Это повышение должно отслеживаться для продления срока службы ванны посредством регенерации. ProcessLab гарантирует экономически оптимальное и экологически безопасное производство за счет контроля на всех стадиях технологической цепочки.

### Контроль состава щелочных ванн цинкования: цинк, гидроксид натрия и карбонат

Цинк - основной материал покрытий для защиты железных и стальных изделий от коррозии. В гальванических ваннах цинк наносится на детали электролитическим способом, что гарантирует их длительный срок службы. Финишные ванны являются щелочными; со временем концентрация карбонатов в них растет, что негативно влияет на свойства покрытия и снижает экономическую эффективность процесса. Для получения равномерного покрытия количество потребляемого в ванне цинка должно восполняться. Вся технологическая цепочка – от очистки деталей в ваннах обезжиривания и электролиза, до пассивации цинкового покрытия на готовом изделии – может отслеживаться с помощью ProcessLab.

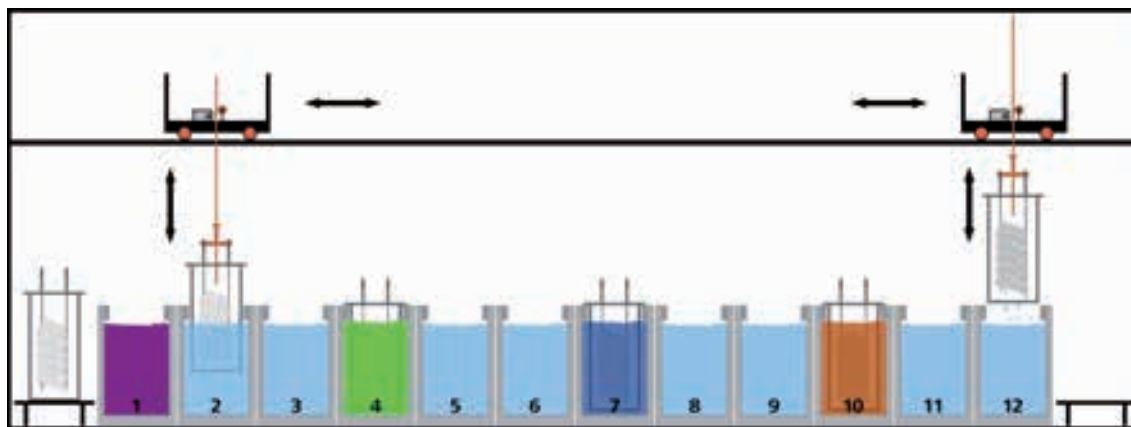


Схема различных стадий технологического процесса электролитического цинкования. Последовательность ванн:

- 1: Кислотная ванна обезжиривания
- 2 + 3: Промывные ванны
- 4: Ванна кислотного травления
- 5 + 6: Промывные ванны
- 7: Щелочная ванна цинкования
- 8 + 9: Промывные ванны
- 10: Пассивирующая ванна
- 11 + 12: Промывные и чистящие ванны



#### **Контроль состава кислотных ванн для нанесения медных покрытий в производстве полупроводников**

При производстве печатных плат наиболее важной стадией является кислотная ванна меднения, в которой необходимо отслеживать концентрации меди, серной кислоты, хлоридов, а также органических добавок (подавителей и блескообразователей). В то время как концентрации меди, серной кислоты и хлорида определяются титриметрически, для анализа органических добавок используется циклическая инверсионная вольтамперометрия и циклическая импульсная инверсионная вольтамперометрия.

ProcessLab регистрирует все компоненты централизованно, что позволяет быстро и эффективно следить за работой производственной линии.

#### **Контроль процесса фосфатирования**

В очищающих, обезжиривающих и промывных ваннах, а также в ваннах фосфатирования должны строго контролироваться концентрации добавляемых компонентов. В ваннах обезжиривания и промывания ведется наблюдение за величиной pH, проводимости, свободной и общей щелочности. В ваннах фосфатирования – свободной и общей кислотности, концентрацией акселераторов, цинка и фторидов.

ProcessLab контролирует, регистрирует и документирует все основные аналитические параметры в процессе фосфатирования. Комбинирование в рамках одной системы различных аналитических методов, а также интуитивно понятное управление с помощью продуманного интерфейса пользователя гарантирует простой и надежный контроль за ходом всего технологического процесса.

## Online анализ

30

### Формирование аналитической системы под задачу

Online анализаторы Metrohm-Applikon позволяют в полностью автоматическом режиме круглосуточно контролировать состав ванн для нанесения электролитических покрытий и производства печатных плат. Независимо от того, нужно контролировать один или несколько потоков проб, измерять один или несколько параметров, Metrohm-Applikon сформирует именно такую систему, которая необходима Вам. Системы очистки сточных вод также могут контролироваться анализаторами Metrohm-Applikon.

### Проверенные методы жидкостного анализа

Online анализаторы Metrohm-Applikon используют методы жидкостного анализа, такие как титрование, фотометрия, измерения с помощью ионоселективных электродов.

Все анализаторы Metrohm-Applikon снабжены цифровыми и аналоговыми устройствами передачи данных. Результаты анализа могут быть переданы при помощи обычных промышленных протоколов связи, а также посредством включения/выключения реле. Цифровые входы могут использоваться для дистанционного запуска и остановки системы.

### Надежный дизайн

Анализаторы Metrohm-Applikon сконструированы с учетом жестких требований эксплуатации производственных зон. Корпуса некоторых моделей выполнены по классу пыле-влагозащиты IP66.



ADI2040 во взрывозащищенном исполнении с отделением для реагентов

## Примеры применения анализаторов

подавляющая часть лабораторных методов без каких-либо изменений может быть использована в online системах. Некоторые типичные варианты применений в производстве печатных плат и в гальваническом производстве перечислены ниже.

### **Тяжелые металлы в сточных водах**

Сточные воды в гальваническом производстве и в производстве электроники обычно загрязнены ионами металлов. Возможно присутствие таких тяжелых металлов, как медь, никель, кадмий, свинец и кобальт. Вольтамперометрический анализатор ADI 2045VA Metrohm-Applikon является online системой, которая гарантирует непрерывный контроль за их концентрациями. Кроме того, может осуществляться контроль содержания неметаллических компонентов, например, гидразина и борной кислоты.

### **Кислые компоненты в травильных ваннах**

Online анализаторы от Metrohm-Applikon могут использоваться для мониторинга состава кислых травильных ванн. С помощью объединения различных измерительных методов в одной аналитической системе и унификации аналитических методов для каждой отдельной технологической ванны можно отслеживать работу всего предприятия, используя лишь одну систему ADI 2040 с различным набором гидравлических компонентов.

### **Состав гальванических ванн**

Система ADI 2040 может быть рекомендована для полностью автоматического мониторинга гальванических ванн никелирования. Наряду с количественным определением содержания никеля, система также позволяет измерять содержание гипофосфитов.



## Сервис, на который вы можете положиться: Metrohm Quality Service®

### **Надежные результаты для всего срока службы аналитических приборов**

Независимо от того, работаете ли на гальваническом производстве или производстве печатных плат, вы всегда должны полностью доверять системам управления технологическим процессом. Системы, которые установлены, введены в эксплуатацию и регулярно обслуживаются профессионалами, обеспечивают максимальную степень надежности. Доверие к сервису Metrohm Quality Service® обеспечит вам надежность работы оборудования на всех этапах производства. Мы сделаем все для того, чтобы вы на 100% могли положиться на результаты, полученные с помощью анализаторов Metrohm на протяжении всего срока их эксплуатации: профессиональная установка ваших приборов, регулярное техническое обслуживание и, при необходимости, незамедлительный профессиональный ремонт.

### **Служба Metrohm Compliance Service®**

Воспользуйтесь преимуществами Metrohm Compliance Service® при первичной поверке ваших аналитических приборов. Поверка, выполняемая нашими экспертами, сохранит ваше время и деньги, так как ваша аналитическая система будет сконфигурирована в соответствии с вашими потребностями и быстро и надежно введена в эксплуатацию.

Первоначальные инструкции и обучение пользователей смогут гарантировать безошибочную эксплуатацию новых приборов вашим персоналом. Служба Metrohm Compliance Service® включает исчерпывающее документирование и гарантирует соответствие стандартам систем управления качеством, таких как GLP/ GMP и ISO.



### Служба Metrohm Quality Service®

Всемирная служба Metrohm Quality Service®, занимающаяся плановым и профилактическим техническим обслуживанием, продлит срок службы ваших аналитических систем. Работы по техническому обслуживанию проводят квалифицированные

технические специалисты. Вы можете выбрать различные виды контрактов на сервисное обслуживание.

### Краткое описание службы Metrohm Quality Service®

Служба Metrohm Quality Service®	Преимущества для заказчиков
Поддержка различных сфер применений с помощью Бюллетеней по применению, Указаний по применению, монографий, брошюр по проверке, технических постеров и статей. Наши специалисты окажут вам персональные консультации по телефону или по электронной почте.	Быстрое и профессиональное решение всех вопросов по применению и сложных аналитических проблем
Обучение	Компетентность пользователя вносит существенный вклад в уровень доверительности результатов
Сертифицированные калибровки, например, сменных блоков и блоков дозирования	Точные результаты измерений. Документальные доказательства соответствия нормативным требованиям для проведения эффективного аудита
Удаленное техническое обслуживание	Быстрое разрешение вопросов относительно программного обеспечения
Поддержка резервирования	Высокая степень защищенности данных
Сервис для неотложных ситуаций, например, быстрого ремонта по месту работы прибора	Короткое время отклика и за счет этого быстрое решение проблем и минимизация простоя оборудования
Запасные части, произведенные в Швейцарии компанией Metrohm, доступны по всему миру с гарантией доступности запасных частей в течение десяти лет после прекращения выпуска прибора	Неизменно высококачественный ремонт, короткое время поставки, минимизация времени простоя
Региональные ремонтные центры расположены по всему миру, а центральный ремонтный центр располагается на территории производителя (Metrohm, Швейцария).	Приборы вскоре снова станут доступны для работы

Служба Metrohm Quality Service® гарантирует надежные результаты измерений на протяжении всего срока службы анализатора



## Сведения для заказа

### Приборы для титрования

2.827.021X	827 лабораторный pH-метр в комплекте с электродом Unitrode
2.826.0010	826 мобильный pH-метр
2.848.0010	848 Titrino plus
2.801.0040	801 Магнитная мешалка с опорой
2.862.0010	862 Compact Titrosampler
2.800.0010	800 Dosino
2.905.2020	Plate Titrando Plate Titrando предлагает полный пакет для наиболее стандартного анализа электролитических ванн. Наряду с программным обеспечением для титрования tiamo™ light и подробно описанными методами определения, вы также получите полный набор принадлежностей для титрования.
2.856.0010	Модуль Conductivity – модуль измерения проводимости для Titrando систем или для использования в качестве автономного устройства в комбинации с 900 Touch Control.

### Электроды и буферные растворы

6.0255.100	Profitrode – комбинированный pH-электрод с эталонной системой DJ для титрования
6.0258.010	Unitrode с датчиком температуры Pt1000 (прикрепленный кабель) для измерения pH
6.0430.100	Ag Titrode для осадительного титрования с AgNO <sub>3</sub>
6.0431.100	Pt Titrode для редокс-титрования
6.0507.120	Электрод «Ionic Surfactant» для титрования анионных и катионных ПАВ
6.0750.100	Эталон LL ISE
6.0915.130	Измерительная ячейка с пятью кольцами, $c = 1.0 \text{ cm}^{-1}$
6.2104.020	Кабель для электрода 1 м
6.2106.020	Кабель для электрода Эталон LL ISE
6.2307.230	Буферные растворы pH 07.04.09 (3 x 10 x 30 мл)

### Интеллектуальные сменные блоки для 848 Titrino plus

6.3026.110	Сменный блок 1 мл
6.3026.150	Сменный блок 5 мл
6.3026.210	Сменный блок 10 мл
6.3026.220	Сменный блок 20 мл
6.3026.250	Сменный блок 50 мл

### Интеллектуальные блоки дозирования для Titrando / 862 Compact Titrosampler

6.3032.120	Блок дозирования 2 мл
6.3032.150	Блок дозирования 5 мл
6.3032.210	Блок дозирования 10 мл
6.3032.220	Блок дозирования 20 мл
6.3032.250	Блок дозирования 50 мл

**Приборы для ионной хроматографии**

2.850.2030	850 Professional IC AnCat – MCS
2.850.1010	850 Professional IC Cation
2.850.3030	850 Professional IC AnCat – MCS
2.881.0030	881 Compact IC pro Anion
2.881.0010	881 Compact IC pro Anion
2.858.0030	858 Профессиональный процессор образцов в комплекте с перистальтическим насосом и клапаном
2.863.0010	863 Compact IC Autosampler
ProfIC 4	Полностью автоматическая профессиональная IC-система для встроенного разбавления
ProfIC 5	Полностью автоматическая профессиональная IC-система для встроенного предварительного концентрирования
ProfIC 9	Полностью автоматическая профессиональная IC-система для встроенного удаления матрицы
6.1006.520	Metrosep A Supp 5 - 150/4.0
6.1006.500	Metrosep A Supp 415 Guard/4.0
6.1010.450	Metrosep C 3 Guard - 150/4.0
6.1006.310	Metrosep A PCC 1 HC/4
6.1010.310	Metrosep C PCC 1 HC/4.0

**Приборы для вольтамперометрии**

2.797.0010	797 VA Computrace для вольтамперометрического анализа следовых количеств металлов. В комплект входит мультирежимный ртутный электрод (ММЕ), электрод сравнения Ag/AgCl и платиновый вспомогательный электрод.
MVA-02	Аналитическая система для вольтамперометрического анализа следовых количеств металлов и для обучения. В комплект входит два дозатора 800 Dosino для автоматического добавления вспомогательных и стандартных растворов.
MVA-03	Полностью автоматическая аналитическая система для вольтамперометрического анализа следовых количеств металлов и для обучения. В комплект входят компактный автосэмплер 863 Compact VA Autosampler и два дозатора 800 Dosino. Система предназначена для полностью автоматического анализа небольших серий образцов.
2.797.0030	797 VA Computrace для CVS анализа органических добавок в гальванических ваннах. В комплект входят вращающийся платиновый дисковый электрод (Pt-RDE), электрод сравнения Ag/AgCl и платиновый вспомогательный электрод.
MVA-12	Полуавтоматическая система 797 VA Computrace для определения органических добавок методом CVS. В комплект входят три дозатора 800 Dosino для автоматического добавления вспомогательных растворов и образца.
MVA-13	Полностью автоматическая система 797 VA Computrace для определения органических добавок методом CVS. В комплект входят автосэмплер 838 Advanced VA Sample Processor, три дозатора 800 Dosino и комплект для промывки. Система предназначена для полностью автоматического анализа серий, содержащих вплоть до 56 образцов.



[surface.metrohm.ru](https://surface.metrohm.ru)