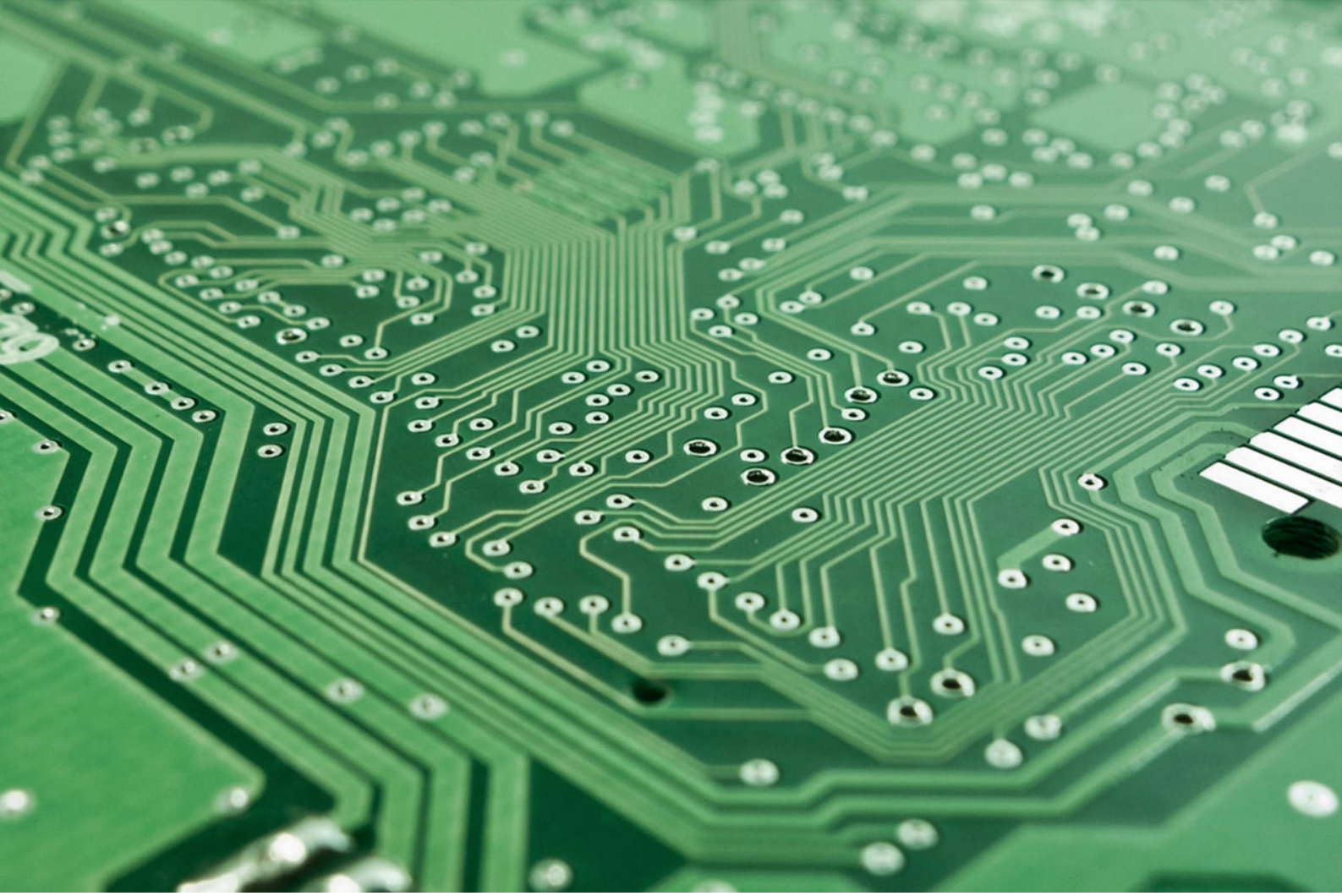

Application Note AN-T-100

Chlorid in sauren Kupferbädern

Vollautomatische Bestimmung

Saure Kupferbäder werden hauptsächlich für die Kupferabscheidung auf Halbleiterwafern verwendet. Geringe Mengen an Chlorid erhöhen die Geschwindigkeit der Abscheidung und verringern die Anodenpolarisation. Höhere Konzentrationen sind jedoch unerwünscht, da dies die Qualität der Kupferabscheidung beeinträchtigt. Daher ist es sehr wichtig, die Chloridmenge zu überwachen, um einen effektiven und dennoch hochwertigen Kupferabscheidungsprozess zu gewährleisten. In dieser Application Note wird eine vollautomatische Lösung auf Basis der Titration vorgestellt. Im Vergleich zur Ionenchromatographie bietet die Titration den Vorteil, dass keine Verdünnung der Probe notwendig ist und die Hardware vergleichsweise kostengünstig ist. Darüber hinaus erlaubt die vollautomatische Lösung dem Anwender, Handhabungsfehler zu minimieren, den Arbeitsaufwand zu reduzieren und eine hervorragende Reproduzierbarkeit zu gewährleisten.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Methode wird anhand eines sauren Kupferbades demonstriert. Eine spezielle Probenvorbereitung ist nicht erforderlich.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Diese Analyse wird mit einem automatisierten System durchgeführt, das aus einem 814 Sample Processor und einem 905 Titrando besteht, der mit einer iAg-Titrode mit Ag_2S-Beschichtung ausgestattet ist.
Einer angemessenen Probenmenge werden 5 mL Salpetersäure zugesetzt, um die Probe anzusäuern. Dann wird deionisiertes Wasser zugegeben, um die Glasmembran und den Silberring der Elektrode zu bedecken, und die Probe wird mit standardisierter Silbernitrat-Lösung bis nach dem Äquivalenzpunkt titriert.

Abbildung 1. 814 Sample Processor und 905 Titrando, ausgestattet mit einer iAg-Titrode mit Ag2S-Beschichtung, gesteuert durch die tiamo-Software.

ERGEBNISSE

Die Analyse liefert ein akzeptables Ergebnis und gut definierte Titrationskurven. Die analysierte Probe enthielt 49,17 mg/L Chlorid mit einer relativen Standardabweichung von 0,31 % (n = 10). Ein Beispiel für eine Titrationskurve ist in Abbildung 2 dargestellt.

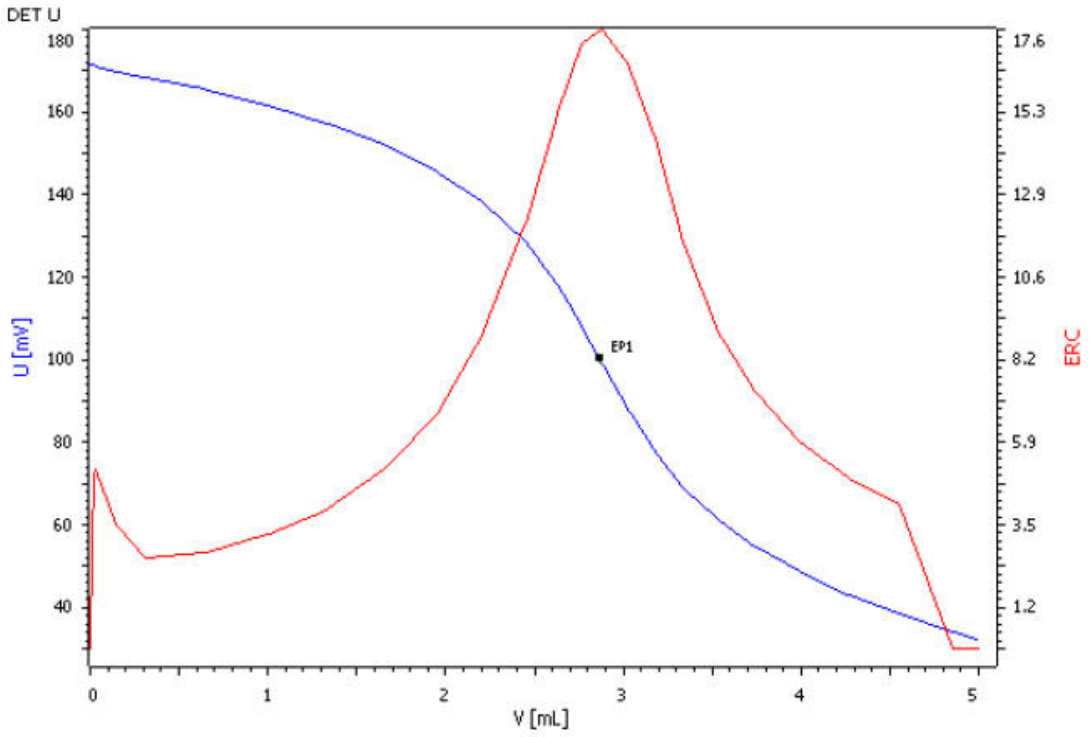

Abbildung 2. Beispielhafte Titrationskurve der Chloridbestimmung in einem sauren Kupferbad.

FAZIT

Die Titration ist eine präzise und zuverlässige Methode zur Bestimmung des Chloridgehalts in sauren Kupferbädern. Die Verwendung des 814 Sample Processors ermöglicht eine vollautomatische Bestimmung, wodurch wertvolle Zeit des Bedieners eingespart und somit die Produktivität im Labor erhöht wird. Darüber hinaus kann durch die vollständige Automatisierung der Analyse die Reproduzierbarkeit erhöht und die Zahl der durch unsachgemäße Handhabung verursachten Probenausfälle reduziert werden.

Interne Referenz: AW TI CH1-1130-022013

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien
office@metrohm.at

KONFIGURATION

905 Titrando

High-end-Titrator für die potentiometrische Titration mit einem Messinterface zur Verwendung mit den Dosino-Dosierungssystemen.

- bis zu vier Dosier-Systemen des Typs 800 Dosino
- dynamische (DET), monotone (MET) und Endpunkttitration (SET)
- Messung mit ionenselektiven Elektroden (MEAS CONC)
- Dosierfunktionen mit Überwachung, Liquid Handling
- vier MSB-Anschlüsse für zusätzliche Rührer oder Dosier-Systeme
- intelligente Elektroden "iTrode"
- USB-Anschluss
- Verwendung mit OMNIS-Software, *tiamo*-Software oder Touch Control
- Erfüllt GMP/GLP- und FDA-Anforderung wie 21 CFR Part 11, falls erforderlich

814 USB Sample Processor (1T/0P)

USB Sample Processor mit einer Arbeitsstation zur automatischen Bearbeitung von Routineproben in Serien mit kleiner bis mittlerer Anzahl. Es können bis zu zwei Pumpen (Membran oder Peristaltik) und drei Dosierer für Liquid Handling Aufgaben angeschlossen werden.

Aufgrund der vielfältigen Anwendungsvarianten müssen Rack, Rührer, Titrierkopf und Swing Head sowie Probengefässe auf die Applikation zugeschnitten separat bestellt werden.
Die Steuerung erfolgt "stand alone" mittels Touch Control. Für die PC-Steuerung stehen folgende Software-Produkte zur Auswahl: Titrationssoftware tiamoTM, Chromatographiesoftware MagIC Net, Voltammetriesoftware viva, oder OMNIS.

843 Pump Station (peristaltic) – rinse/aspirate zu Sample Processors

Die 843 Pump Station (Peristaltik) hat zwei eingebaute Schlauchquetschpumpen, die über Pumpbefehle direkt vom Sample Processor angesteuert werden können. Die Variante rinse/aspirate verfügt über das komplette Zubehör für die automatische Leerung des Bechers und die Reinigung des Titrierequipments benötigt wird. Das Zubehör ist ausgelegt für die Verwendung mit den Sample Processors 814 und 815.

iAg-Titrode mit Ag2S-Überzug

Intelligente, kombinierte Silberringelektrode mit einer pH-Glasmembran als Referenzelektrode und integriertem Speicherchip für Sensordaten.
Der Silberring ist für eine erhöhte Empfindlichkeit und bessere Nachweisgrenze mit Sulfid (Ag_2S) überzogen. Diese wartungsfreie Elektrode eignet sich für Fällungstitrationen bei konstant bleibendem pH-Wert (Titriermittel Silbernitrat) von z.B.:

- Chlorid, Bromid, Iodid
- Sulfiden
- Schwefelwasserstoff
- Mercaptane
- Cyanide

Diese Elektrode wird in dest. Wasser aufbewahrt.
iTrodes können an Titrando, Ti-Touch oder den 913/914 Metern verwendet werden.