

Application Note AN-T-100

# 自動滴定装置による酸性銅めっき浴中の塩化物イオンの測定

Fully automated determination

酸性銅めっき浴は、主に半導体ウエハー上へのCu成膜に用いられます。塩化物が少量含まれていると、成膜速度が上がり、アノード分極が抑えられます。しかし、濃度が高くなりすぎるとCu成膜の品質が低下するため、好ましくありません。したがって、効率よく高品質のCu成膜を行うには、塩化物イオン濃度のモニタリングがきわめて重要です。ここでは、電位差自動滴定装置を使用した酸性銅鍍金液浴中の

塩化物イオン測定を紹介しています。

この技術資料では、完全自動化された自動滴定装置をご紹介します。イオンクロマトグラフィと比較して、滴定にはサンプル希釈の必要がなく、装置が比較的安価であるという利点があります。さらに、全自動滴定装置により、操作ミスを最小限に抑え、作業負担を軽減し、優れた再現性を保証することができます。

## サンプルおよびサンプル前処理

このメソッドは、酸性銅めっき液で行われます。特

別なサンプル前処理は必要ありません。

## 実験

この分析は、814サンプルプロセッサ、Ag<sub>2</sub>SコーティングされたiAg-Titrode、905 Titrandoからなる自動滴定システムで行われます。

適量のサンプルに5mLの硝酸を加えて試料を酸性にします。その後、電極のカラス膜と銀リンクが浸漬するまで純水を加え、硝酸銀滴定液を用いて終点まで滴定します。



**Figure 1.** 814 Sample Processor and 905 Titrando equipped with an iAg-Titrode with Ag<sub>2</sub>S coating controlled by tiamo software.

## 分析結果

本分析では妥当な結果と良好な滴定曲線が得られました。分析対象のサンプルには、相対標準偏差0.31% (n = 10) で、49.17 mg/Lの塩化物イオンが

含まれていました。滴定曲線の例を図2に示します。

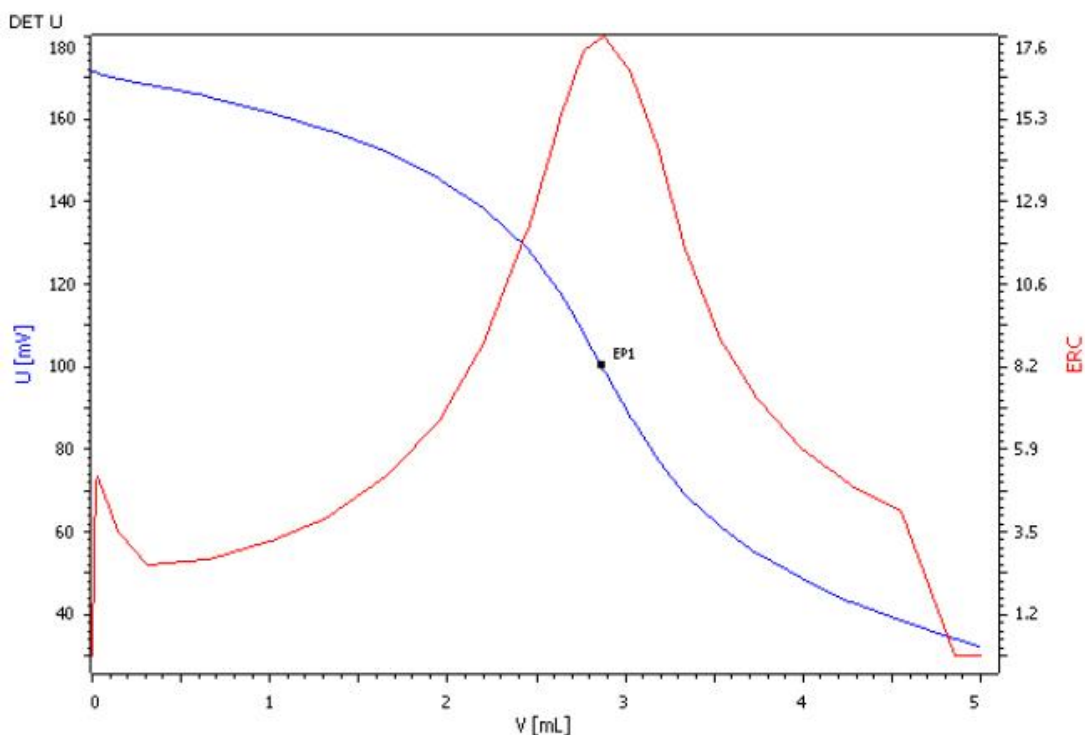


図2. 酸性銅めっき液中の塩化物イオンの滴定曲線

## 結論

滴定は、酸性銅めっき液中の塩化物イオン濃度を測定する方法として、正確かつ信頼できるメソッドです。814サンプルフロセッサを使用することで、完全に自動化された測定が可能になり、オペレーター

の貴重な時間を節約し、ラホの生産性を向上させることかできます。さらに、分析を完全に自動化することで、再現性が向上し、不適切な取り扱いによる分析の失敗を減らすことかできます。

[外部サイト\(lpros\)からも日本語訳PDF版をダウンロード](#)

[できます。](#)

Internal reference: AW TI CH1-1130-022013

## CONTACT

メトロームジャパン株式会社  
 143-0006 東京都大田区平和島6-1-1  
 null 東京流通センター アネックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

## 装置構成



### 905 Titrande

Dosino-トーションクシステムを用いた用途のための測定インターフェースを備えた電位差滴定のためのハイエンド滴定装置。

- タイフ800 Dosinoのトーションクシステムが4つまで
- 変動滴下量当量点滴定 (DET)、等量滴下当量点滴定 (MET)、終点滴定 (SET)
- イオン選択性電極を用いた測定 (MEAS CONC)
- モニタリンク、LQHを備えたトーションク機能
- 追加スターラーまたはトーションクシステムのための4つのMSBコネクタ
- インテリシエント電極「iTrode」
- USB コネクタ
- OMNISソフトウェア、*tiamo*ソフトウェアもしくはTouch Controlを適用
- GMP/GLP基準およびFDA 基準21 CFR Part 11の要件を満たしています(必要な場合)

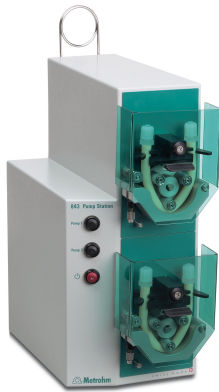


### 814 USB Sample Processor (1T/0P)

少検体数から中検体数までのルーチンサンプルの連続自動処理のためのワークステーション付きUSBサンプルプロセッサ。LQH(リキットハントリンク)作業のため、ポンプを2つまで(タイヤフラムポンプもしくはヘリスタリックポンプ)、トーションクテハイスを3つまで接続することかできます。

様々な用途に対応するため、サンプルラック、スターラー、滴定ヘッド、Swing Head、サンプル容器はアプリケーションに合わせて別途ご注文ください。

制御はTouch Controlにより「スタントアローン」で動作します。PC制御には以下のソフトウェア製品を選択することかできます：滴定ソフトウェア *tiamo*TM、クロマトグラフィソフトウェア MagIC Net、ホルタンメトリーソフトウェア *viva*、またはOMNIS。



### 843 Pump Station (peristaltic) - rinse/aspirate for Sample Processors

The 843 Pump Station (peristaltic) has two built-in peristaltic pumps. These can be controlled directly from the Sample Processors via pump commands. The rinse/aspirate version is provided with all the accessories needed for automatically emptying the titration beaker and rinsing the titration equipment. The accessories are intended for use with the 814 and 815 Sample Processors.



### Ag<sub>2</sub>S iAg Titrode

参照電極としての pH カラスメンフランを備え、センサーテータ用のメモリーチップが内蔵された、インテリシエントな複合銀リンク電極。

シルハーリンクは、感度を高めるため、またより優れた検出限界のために硫化物 (Ag<sub>2</sub>S) でコーティングされています。

このメンテナンスフリーの電極は、例えば以下のような、一定した pH 値 (滴定試薬硝酸銀) での沈殿滴定に適しています:

- 塩化物、臭化物、ヨウ化物
- 硫化物
- 硫化水素
- メルカフタン
- シアン化物

この電極は蒸留水で保管されます。

iTrode は、Titrando か Ti-Touch、または 913/914 メーターにて使用できます。