

# ОПЕРАТИВНЫЙ КОНТРОЛЬ КОМПОНЕНТОВ АММИКАТНО-СУЛЬФАТНОГО ТРАВильНОГО РАСТВОРА

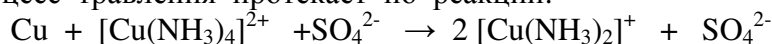
Евгения Николаева, к.х.н., [chem-lab@yandex.ru](mailto:chem-lab@yandex.ru)

В статье представлены новые методы ускоренного контроля сульфатов и фосфатов в травильном растворе фирмы ELO-CHEM.

В последние годы травильные растворы на основе аммикатно-сульфатного комплекса меди,  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$ , получают все большее распространение у производителей печатных плат.

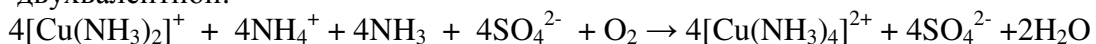
Основное их преимущество по сравнению с аммикатно-хлоридными растворами заключается в возможности их регенерации путем электролиза без выделения газообразного хлора. Принимая во внимание этот факт, немецкая фирма ELO-CHEM предложила технологию травления, совмещенную с процессом регенерации травильного раствора.

Процесс травления протекает по реакции:

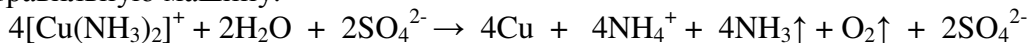


В результате реакции в растворе образуется комплекс одновалентной меди, а общее содержание меди повышается. Оба этих фактора снижают травящую способность раствора и ухудшают параметры травления. Поэтому раствор необходимо регенерировать.

На первом этапе регенерации кислородом воздуха одновалентную медь окисляют до двухвалентной:



На втором этапе регенерации с помощью электролиза часть меди извлекают из отработанного травильного раствора, а обедненный по меди раствор возвращают в травильную машину.



За счет этих двух связанных между собой процессов автоматически воспроизводится и поддерживается на надлежащем уровне травящая способность и основные параметры травильного раствора.

Еще одним фактором поддержания оптимальных параметров травления является оперативный аналитический контроль и своевременная корректировка наиболее важных компонентов раствора (табл.1)

Анализируемые компоненты аммикатно-сульфатного травильного раствора фирмы ELO-CHEM

Таблица 1

Компонент раствора		Травильная машина рабочий интервал, г/л		Электролизер рабочий интервал, г/л
$\text{Cu}^{2+}$	I	70 - 90	I	30 - 40
	I		I	
$\text{NO}_3^-$	I	0 - 40	I	0 - 40
	I		I	
$\text{SO}_4^{2-}$	I	190 - 210	I	190 - 210
	I		I	
$\text{PO}_4^{3-}$	I	2,5 - 3,5	I	2,5 - 3,5
	I		I	

В технической документации, предоставленной фирмой ELO-CHEM [1], даны методики, по которым следует выполнять определение указанных в таблице 1 компонентов. И если методики определения меди и нитратов позволяют проводить их оперативный контроль, то методики определения сульфатов и фосфатов очень длительны и трудоемки. Это связано с тем, что в основе обеих этих методик лежит гравиметрический (весовой) метод анализа. Определение фосфатов занимает 8 – 10 часов, а сульфатов 18 – 20 часов.

В связи с этим в ОАО «НИЦЭВТ» предложены и внедрены в практику химической лаборатории новые ускоренные методики как для определения сульфатов, так и для определения фосфатов.

Для определения сульфатов применен метод потенциометрического титрования с помощью автоматической бюретки Titrino 702 SM фирмы Metrohm [ рис.1] . В качестве индикаторного электрода используется свинцовый ионоселективный электрод, а в качестве электрода сравнения – стеклоуглеродный электрод.

Разбавленную в 100 раз и подкисленную 1N раствором хлорной кислоты пробу травильного раствора титруют стандартным раствором перхлората свинца в водно-спиртовой среде. Добавление титранта происходит в автоматическом режиме по соответствующей программе, имеющейся в памяти бюретки. После завершения программы титрования на световом табло бюретки появляется результат содержания сульфатов в пробе в г/л.

Методику отработывали на стандартных растворах безводного сульфата натрия и пятиводного сульфата меди с содержанием сульфатов 2,00 г/л., приготовленных по точной навеске (табл.2).

Результаты определения сульфатов в стандартных растворах, обработанные методом математической статистики [ 2 ].

Таблица 2.

Химикат, используемый для приготовления раствора	I	Введено $SO_4^{2-}$ , I г/л	I	Найдено, $SO_4^{2-}$ ( p = 0,95; n = 5 ) X ± AX, г/л
$Na_2SO_4$	I	2,00	I	1,97 ± 0,02
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	I	2,00	I	1,97 ± 0,01

Как видно из таблицы 2, предлагаемый метод характеризуется достаточной точностью и хорошей воспроизводимостью результатов.

Внедрение в практику лаборатории указанной методики позволило сократить время, затрачиваемое на определение сульфатов с 18 – 20 часов до 30 минут и существенно снизить трудоемкость анализа.

Для определения фосфатов предложен спектрофотометрический метод [ 3 ], основанный на том, что в кислой среде в присутствии восстановителя фосфат – ионы образуют с молибдатом аммония  $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$  окрашенную в синий цвет форму фосфорномолибденовой гетерополиокислоты, максимум поглощения которой лежит при 830 нм ( рис. 2 )

Концентрацию фосфатов в травильном растворе определяли путем сравнения оптической плотности анализируемой пробы с оптической плотностью контрольного раствора, приготовленного по точной навеске из двузамещенного фосфата калия.

Оптическую плотность анализируемой пробы и контрольного раствора измеряли

через 90 минут (время развития окраски) на спектрофотометре при 830 нм, толщине слоя 1 см относительно раствора сравнения, содержащего все необходимые ингредиенты, кроме фосфат – ионов.

Мешающее влияние синей окраски ионов меди устраняли применяя дифференциальный вариант спектрофотометрического метода измерения оптической плотности [ 4 ]. Для этого как в анализируемом и контрольном растворах, так и в растворе сравнения создавали одинаковую концентрацию ионов меди.

Апробацию методики проводили на стандартном растворе двузамещенного фосфата калия с концентрацией фосфат-ионов 3,00 г/л, приготовленном по точной навеске (табл.3)

Результаты определения фосфатов в стандартном растворе двузамещенного фосфата калия, обработанные методом математической статистики.

Таблица 3.

Химикат, используемый для приготовления раствора	I	Введено $\text{PO}_4^{3-}$ , г/л	I	Найдено $\text{PO}_4^{3-}$ ( $p=0,95; n=9$ )
	I		I	$X \pm AX$
$\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	I	3,00	I	2,97 $\pm$ 0,09

Из таблицы 3 видно, что разработанная методика характеризуется хорошей точностью и воспроизводимостью результатов.

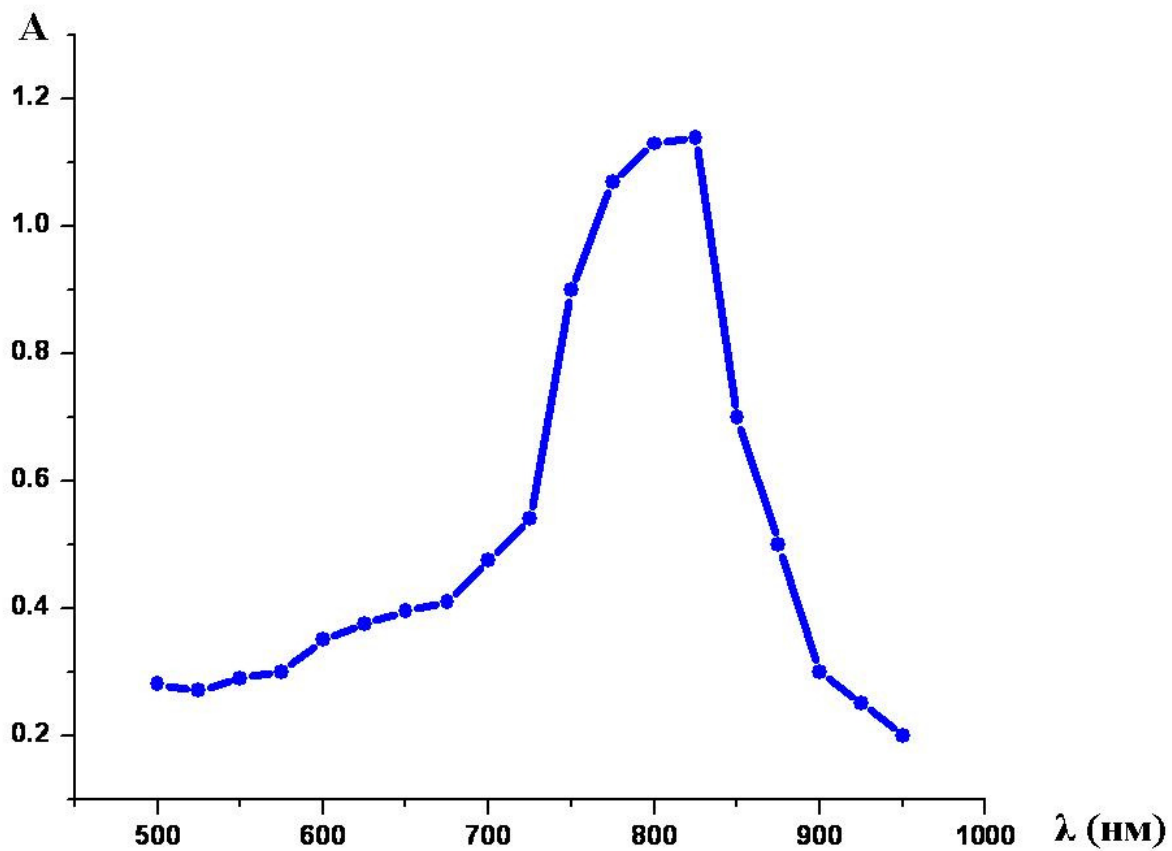
Внедрение данной методики в практику химической лаборатории дало возможность в 4 – 5 раз сократить время проведения анализа и значительно снизить его трудоемкость.

#### Литература:

1. Процесс травления печатных плат и регенерация травильного раствора. Технология фирмы ELO-CHEM.
2. К. Доерфель. Статистика в аналитической химии. «Мир», 1969 г., стр.29,111.
3. З. Марченко. Фотометрическое определение элементов. «Мир», 1971 г., стр.426.
4. В.М. Пешкова, М.И. Громова. Методы абсорбционной спектроскопии в аналитической химии. «Высшая школа», 1976 г., стр.65.



1. Автоматическая бюретка Titrino 702 SM фирмы Metrohm.



2. Спектр восстановленной формы фосфорномолибденовой гетерополикислоты.