

湿式酸化式TOC-Vwsによるめっき液中のTOC測定

Measurement of TOC in electroplating solution by TOC-Vws

プリント基板製造の銅やニッケルのメッキ工程に使用されるメッキ液には有機性の添加剤が加えられています。添加剤はメッキ品質に影響するため、その濃度を管理することはプリント基板の品質確保に重要です。TOC計を使用すればこの有機物添加剤の濃度を管理することができます。

一般的に、メッキ液には数%以上の硫酸塩が含まれ、その妨害影響を避けるため、燃烧酸化式TOC計では100倍以上の希釈が必要です。一方、湿式酸化式TOC計ではそのような妨害影響を受けないため、試料希釈などの前処理を行う必要がなく、メッキ液中の低濃度の有機物も精度よく測定することができます。添加剤濃度が

1,000 mgC/L以上と高く、高倍率の希釈が可能なメッキ液は、燃烧酸化式TOC計で測定可能ですが、添加剤濃度が100 mgC/L以下と低く、高倍率の希釈ができないメッキ液は、湿式酸化式TOC計の方が精度良く測定することができます。

また、プリント基板のメッキ工程では基板材料自身からの有機物溶出によるメッキ液の汚れが発生しますが、添加剤濃度の低いメッキ液ではこの有機性の汚れもTOC計で管理することができます。

今回は島津湿式酸化式全有機体炭素計TOC-Vwsを使用して銅メッキ液を測定した例をご紹介します。

M.Tanaka

①銅メッキ液のTOC測定

Measurement of TOC in electroplating solution

銅メッキ液2種類を測定した結果をFig.1に示します。TC測定用としては0 mgC/Lと2 mgC/Lのフタル酸水素カリウム標準液で検量線を作成し、IC測定用としては0 mgC/Lと1 mgC/Lの炭酸ナトリウム/炭酸水素ナトリウム標準液で検量線を作成しました。検量線は標準液の調製に使用した純水中の炭素分の影響を除くために、原点移動することにより補正して使用しました。

試料は希釈などの前処理をしないで測定しています。

(Table 1)

<測定条件>

分析計：島津湿式全有機体炭素計TOC-Vws

測定項目：TOC (TC-ICによるTOC)

試料：銅メッキ液 (硫酸銅 約13%)

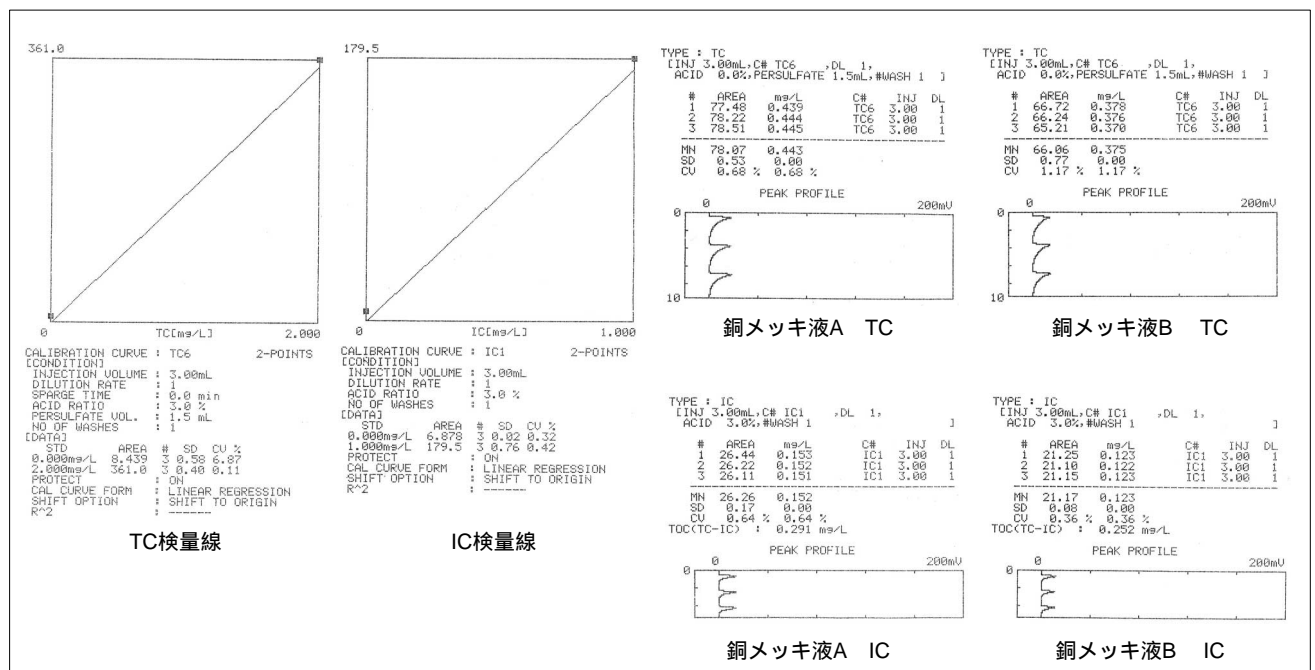


Fig.1 銅メッキ液のTOC測定
Measurement of TOC in electroplating solution

Table 1 銅メッキ液のTOC測定結果
Measurement of TOC in electroplating solution

試料名	TC値[mgC/L]	IC値[mgC/L]	TOC(TC-IC)値[mgC/L]
銅メッキ液A	0.443	0.152	0.291
銅メッキ液B	0.375	0.123	0.252

②銅メッキ液のTOC添加回収試験

Spike test of TOC in electroplating solution

①で測定した銅メッキ液2種類に、有機化合物としてフタル酸水素カリウムを1 mgC/Lとなるように添加して調製し、その添加回収液を回収試験した結果をFig.2に示します。検量線は①と同じものを使用しました。

回収率は次のようにして求めました。

$$\begin{aligned} \text{回収率 [\%]} &= (\text{添加回収液のTOC値} - \text{①メッキ液のTOC値}) \\ &\quad / \text{添加したTOC値} \\ &= (1.279 - 0.291) / 1.00 \\ &= 98.8\% \end{aligned}$$

2種類の銅メッキ液の添加回収試験結果をFig.2およびTable 2に示します。どちらの銅メッキ液でも回収率はほ

ぼ100%が得られていることがわかり、硫酸銅などの共存成分の影響をうけることなくTOCを正確に測定できています。

<測定条件>

分析計：島津湿式全有機体炭素計TOC-Vws

測定項目：TOC (TC-ICによるTOC)

試料：銅メッキ液 (硫酸銅 約13%) にフタル酸水素カリウムを1 mgC/Lになるように添加した溶液

Table 2 銅メッキ液のTOC添加回収試験結果
Spike test of TOC in electroplating solution

試料名	TC値[mgC/L]	IC値[mgC/L]	TOC(TC-IC)値[mgC/L]	回収率[%]
銅メッキ液A + 1 mgC/L フタル酸水素カリウム	1.426	0.147	1.279	98.8
銅メッキ液B + 1 mgC/L フタル酸水素カリウム	1.404	0.142	1.262	101

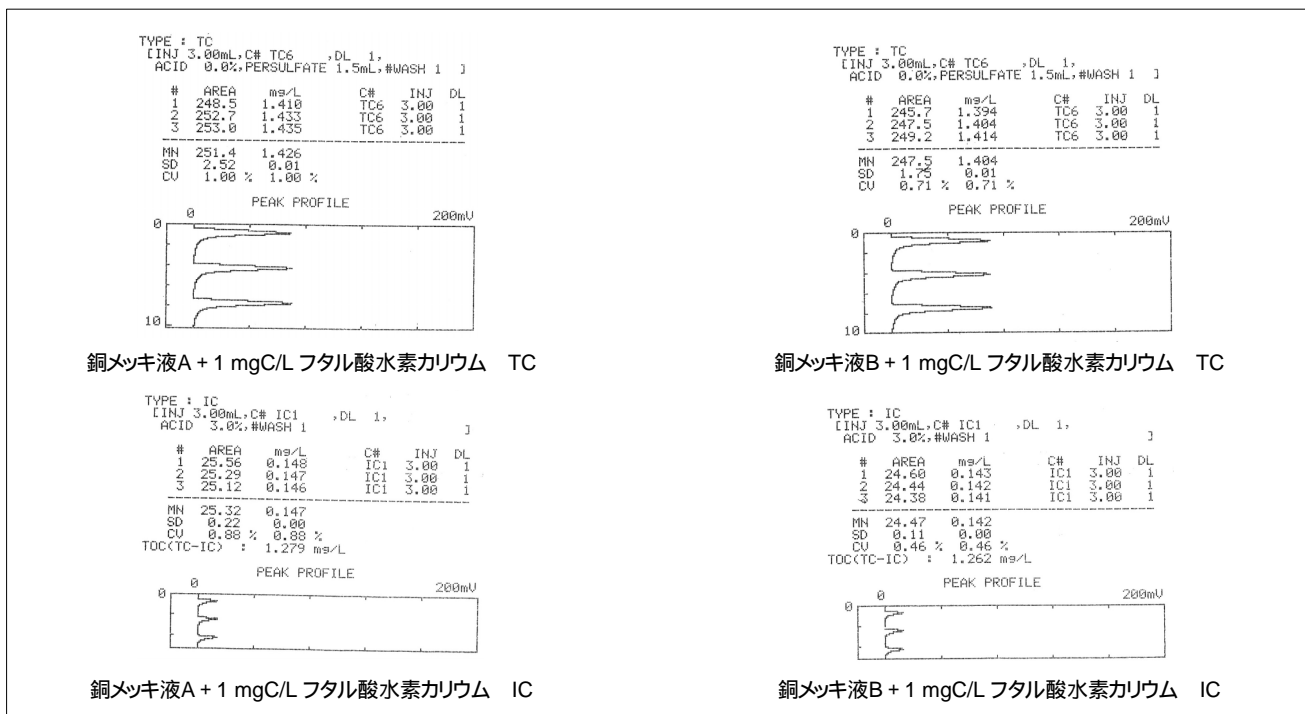


Fig.2 銅メッキ液のTOC添加回収試験
Spike test of TOC in electroplating solution

本資料は初版または改訂版発行時の情報に基づいて作成されています。

初版発行：2006年3月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691