

Application Note AN-T-100

Chloride in acidic copper baths

Fully automated determination

Acid copper baths are mainly used for the copper deposition on semiconductor wafers. Small amounts of chloride increase the speed of deposition and reduce anode polarization. However, higher concentrations are undesired, as this will decrease the quality of the copper deposition. Therefore, it is quite important to monitor the amount of chloride to have an effective, yet high-quality copper deposition process.

In this Application Note, a fully automated solution based on titration is presented. In comparison to ion chromatography, titration offers the benefit that no dilution of the sample is necessary, and the hardware is comparatively low-priced. Furthermore, the fully automated solution allows users to minimize handling errors, to reduce workloads, and to guarantee outstanding reproducibility.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

The method is demonstrated for an acid copper bath.

No specific sample preparation is required.

EXPERIMENTAL

This analysis is carried out on an automated system consisting of an 814 Sample Processor and a 905 Titrando equipped with an iAg-Titrode with Ag₂S coating.

To a reasonable amount of sample, 5 mL of nitric acid is added to acidify the sample. Then, deionized water is added to cover the glass membrane and silver ring of the electrode, and the sample is titrated with standardized silver nitrate titrant until after the equivalence point.



Figure 1. 814 Sample Processor and 905 Titrando equipped with an iAg-Titrode with Ag₂S coating controlled by tiamo software.

RESULTS

The analysis demonstrates an acceptable result and well-defined titration curves. The sample analyzed contained 49.17 mg/L chloride with a relative

standard deviation of 0.31% (n = 10). An example titration curve is displayed in Figure 2.

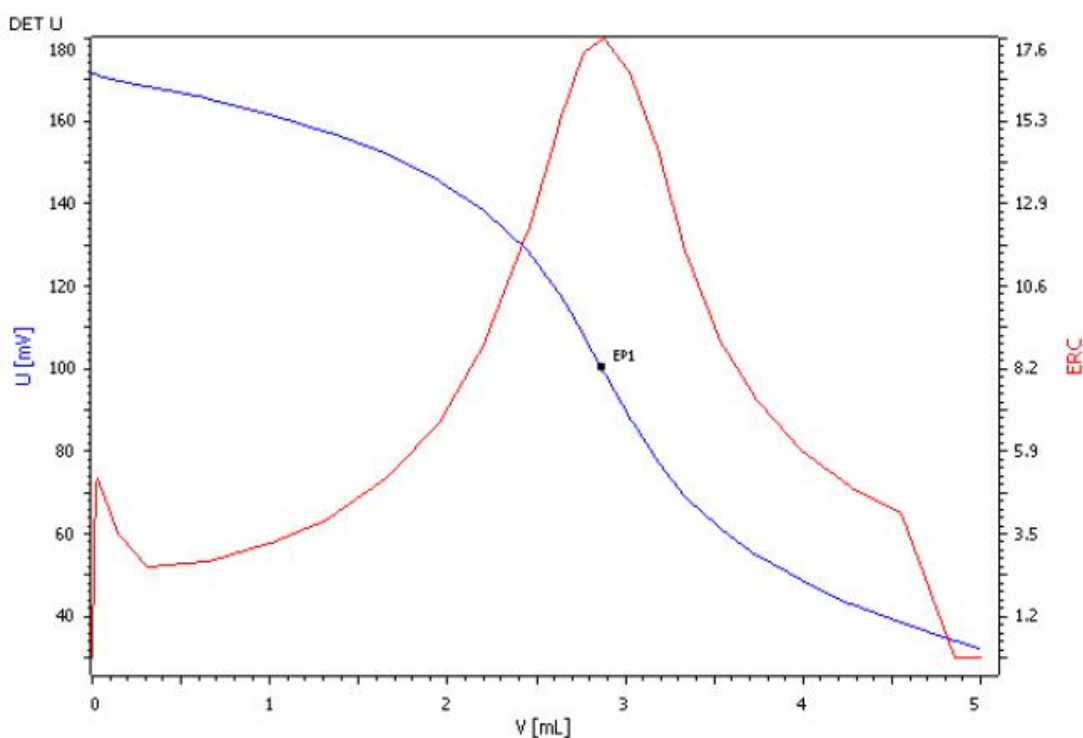


Figure 2. Example titration curve of the chloride determination in an acid copper bath.

CONCLUSION

Titration is a precise and reliable method to determine the chloride content in acid copper baths.

Using the 814 Sample Processor allows a fully automated determination, freeing up valuable time of the operator and thus increasing the productivity in

the lab. Furthermore, by fully automating the analysis, the reproducibility can be increased and sample analysis failures due to improper handling can be reduced.

Internal reference: AW TI CH1-1130-022013

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



905 Titrande

Titreur haut de gamme pour le titrage potentiométrique avec une interface de mesure à utiliser avec les systèmes de dosage Dosino.

- jusqu'à quatre systèmes de dosage de type 800 Dosino
- titrage dynamique à point d'équivalence (DET), monotone à point d'équivalence (MET) et à point final (SET)
- mesure avec des électrodes ioniques spécifiques (MEAS CONC)
- fonctions de dosage avec contrôle, LQH
- quatre connecteurs MSB pour des agitateurs ou des systèmes de dosage supplémentaires
- électrodes intelligentes « iTrode »
- Connecteur USB
- Utilisation avec le logiciel OMNIS, *tiamo* ou le Touch Control
- Satisfait aux exigences des BPF/BPL et de la FDA, telles que celles de la réglementation 21 CFR Part 11, le cas échéant



814 USB Sample Processor (1T/0P)

USB Sample Processor avec un poste de travail pour un traitement automatique des échantillons de routine en série, en petit à moyen nombre. Il est possible de raccorder jusqu'à deux pompes (à membrane ou péristaltiques) ainsi que trois burettes pour les tâches de manipulation des liquides (LQH).

En raison du grand nombre des variantes d'applications, le rack, l'agitateur, la tête de titrage et la Swing Head, ainsi que les récipients d'échantillon, sont conçus spécifiquement pour chaque application et doivent donc être commandés séparément.

Le Touch Control permet un contrôle en « stand alone ». Pour un contrôle par le biais d'un PC, les produits logiciels suivants sont disponibles : le logiciel de titrage tiamo™, le logiciel de chromatographie MagIC Net, le logiciel de voltampérométrie viva ou OMNIS.



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

La 843 Pump Station (péristaltique) dispose de deux pompes péristaltiques intégrées qui peuvent être contrôlées directement via les ordres de pompage du Sample Processor. La variante rinse/aspirate dispose de tous les accessoires nécessaires au vidage automatique du béccher de titrage et au nettoyage de l'équipement de titrage. Ces accessoires sont prévus pour être utilisés avec les Sample Processors 814 et 815.



Titrode iAg avec revêtement d'Ag₂S

Électrode annulaire en argent combinée, intelligente à membrane de verre pH comme électrode de référence et puce de mémoire intégrée pour les données du capteur.

L'anneau en argent est revêtu de sulfure (Ag₂S) pour une sensibilité accrue et une meilleure limite de sensibilité.

Cette électrode ne nécessitant aucune maintenance convient aux titrages par précipitation sous pH constant (nitrate d'argent comme titrant), par ex. de :

- Chlorure, bromure, iodure
- Sulfures
- Sulfure d'hydrogène
- Mercaptans
- Cyanures

Cette électrode se conserve dans de l'eau distillée.

Les iTrodes peuvent être utilisées sur un Titrand, un Ti-Touch ou un 913/914 Meter.