

CVS - サイクリックボルタンメトリーストリッピング



CVS ラボ用分析装置
CVS アットラインシステム
CVS オンラインシステム

CVS – サイクリックボルタンメトリーストリッピング

02

サイクリックボルタンメトリーストリッピング(CVS)とサイクリックパルスボルタンメトリーストリッピング(CPVS)は、電気めっき浴の有機添加剤の測定のために、広く使用されている手法です。これらの分析では、シンプルで丈夫な白金回転ディスク電極が使用されます。特にPCBおよび半導体部品の製造において、多くのめっき工程の生産管理に不可欠な手法です。

主にCVSが使用されるめっき浴は、硫酸銅めっき浴およびスズ/鉛めっき浴です。添加剤の定量は、白金回転ディスク電極上にめっき浴の主成分が析出する量を評価して行います。測定は生産プロセスと同じく電極反応に基づくので、電気めっきプロセスにおける添加剤の効果と有効性を直接測定できます。添加剤の濃度はCVSまたはCPVSによって正確に定量できます。めっき液中の特定の添加剤の有効濃度がめっき液(L)あたりの添加剤(mL)で表されます。これは基準にしためっき液濃度までの補充を精度良く行うことを可能にします。このため、継続したプロセス操作が保証されます。この手法は、特に正確な分析結果をもたらす

ことから、電気めっき産業に広く受け入れられるようになりました。

添加剤別測定方法

抑制剤

DT – Dilution Titration

促進剤

LAT – Linear Approximation Technique

MLAT – Modified Linear Approximation Technique

レベラー

RC – Response Curve



アプリケーション

抑制剤の測定

抑制剤成分の測定が1時間ごと、1日ごと、または1週間ごとに必要な場合でも、DT法によって濃度を確実に測定できます。

キャリブレーションカーブ

キャリブレーションカーブを得るには、標準液を基本浴 (VMS=Virgin Make-up Solution) にごく少量ずつ加えて、変化を記録します。このデータは長期にわたって有効ですが、いつでも確認または更新できます。以前のキャリブレーションデータの上書きを避けるために、測定ごとに新しいファイルが作成されます。

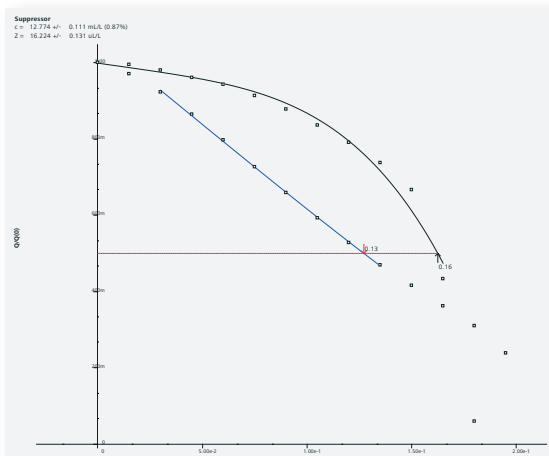
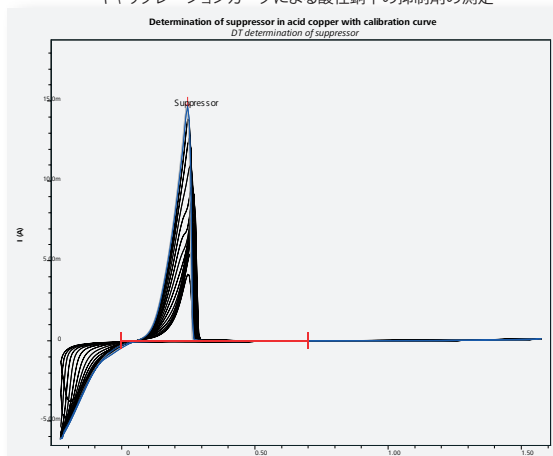
各測定データは検証可能であり、必要な場合は更新データもハードディスクに保存できます。

サンプル測定

ソフトウェアがキャリブレーションカーブの測定パラメータとデータを自動的に呼び出し、これらをサンプル測定のメソッドにコピーするので、簡単な手順でサンプル測定準備ができます。サンプルの添加量を最適化することで、VMSの節約にもなります。

03

キャリブレーションカーブによる酸性銅中の抑制剤の測定

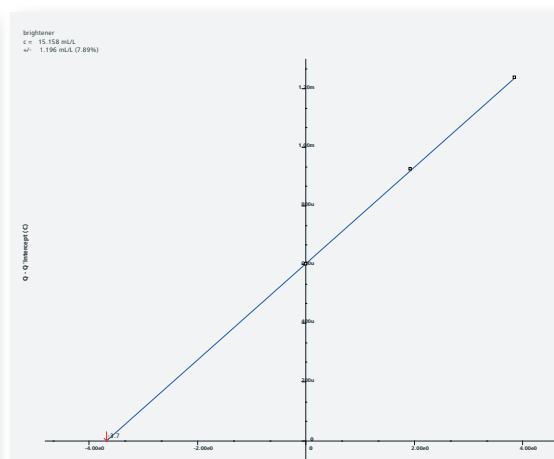
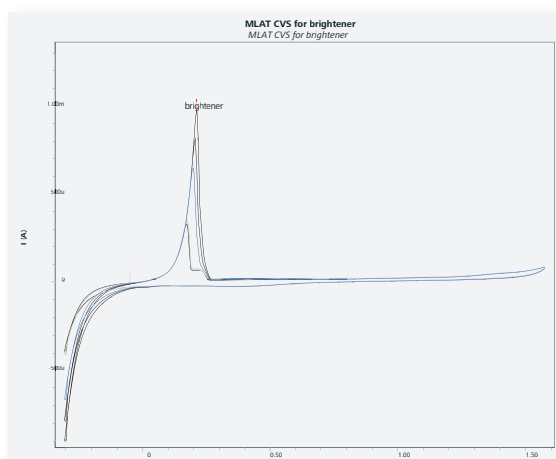


抑制剤測定の測定曲線 – Dilution Titration

促進剤の測定

MLAT (Modified Linear Approximation Technique) 法またはLAT (Linear Approximation Technique) 法では、加えられた促進剤の量をすばやく簡単に、正確に定量できます。数分で結果をグラフから読み取ることが可能です。添加剤の定量は、白金回転ディスク電極上にめっき浴の主成分が析出する量を評価して行

います。測定は生産プロセスと同じく電極反応に基づくので、電気めっきプロセスにおける添加剤の効果と有効性を直接測定できます。



促進剤測定のための測定カーブ – MLAT



レベラーの測定

前述した添加剤（促進剤と抑制剤）のほかに、最近の電気めっき浴には第3の物質としてレベラーが添加されています。この添加剤もCVS分析装置で簡単に分析できます。レベラーの測定法も2段階で行われ（キャリブレーションとサンプル測定）、全ての添加剤を個別に管理可能です。

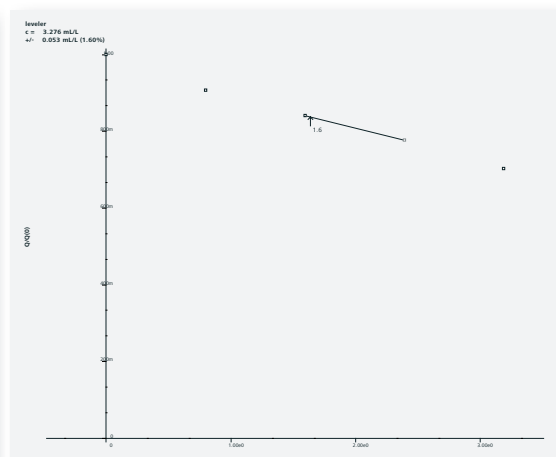
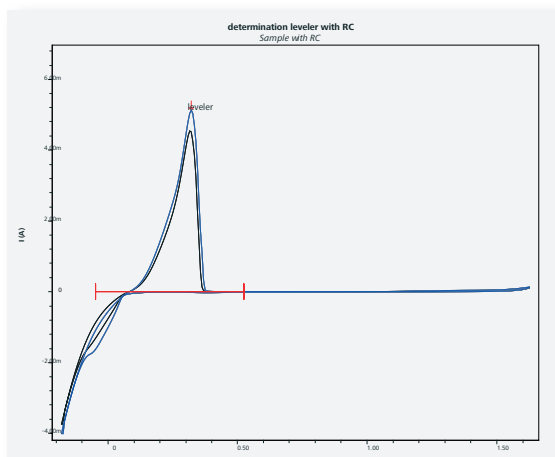
レスポンスカーブ

この測定モードでは、DT法による抑制剤の測定と同様、最初の工程でレスポンスカーブが記録されます。ここでは、VMSと添加剤（抑制剤と促進剤）から成る電解液がベース液として使用されます。このレスポンス

カーブも長期にわたって有効ですが、いつでも確認または更新できます。個々のデータは検証可能であり、ソフトウェアに保存されます。レスポンスカーブは、多検体システムにおいて連続測定中、その間、または連続測定後のいつでも測定できます。

サンプル測定

ソフトウェアがレスポンスカーブの測定パラメータとデータを自動的に呼び出し、これらをサンプル測定のメソッドにコピーするので、簡単な手順でサンプル測定準備ができます。



レベラー測定のための測定曲線 - レスポンスカーブ



VAコンピュータレース 797 – ラボ用分析装置

ラボ用分析装置によって、スペースが限られた分析室でもCVSが行えます。迅速かつ柔軟で正確な添加剤測定を行うことができます。

手動および自動操作

VAコンピュータレース797は最高水準の精度と感度を備えた完全装備の分析システムです。さらに便利に使うためのさまざまなアップグレードオプションが用意されています。



CVSのためのシステム



CVSによる添加剤測定には

自動添加装置を加えた半自動VAコンピュータレース
797システム

07

MVA-12 (CVS-12) は、単検体サンプルの有機添加剤のルーチン測定のための標準システムです。サンプルチェンジャーがなくても、作業者の最小限の操作で簡単に測定できます。VMS、インターセプト、標準液などの溶液の自動追加は、800ドジーノ分注システムによって行われます。促進剤測定の場合は、サンプルを手動で追加する必要があります。抑制剤測定の場合は、サンプルの添加も自動です。オプションのポンプを使用すると、各測定後に測定容器を自動洗浄できます。

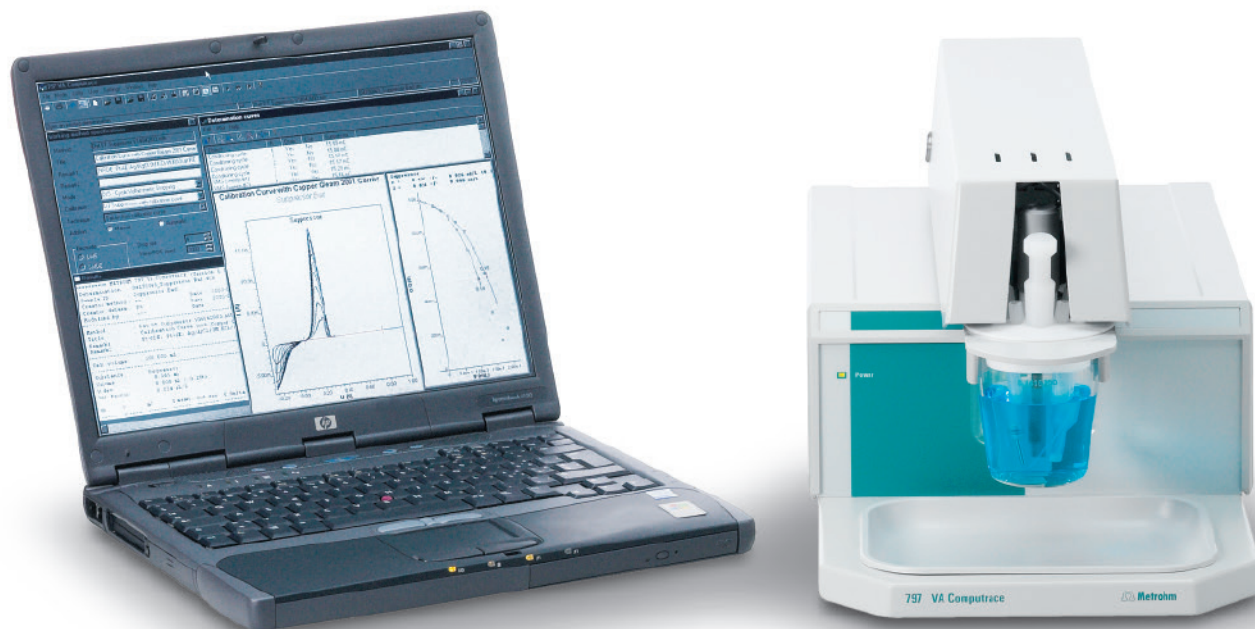
多検体有機添加剤の完全自動測定

ラボルーム向けCVSサンプルチェンジャー付き完全
自動システム

MVA-13 (CVS-13) は、電気めっき浴中の添加剤測定のための最上位機種です。サンプルは838アドバンスドVAサンプルプロセッサによって自動添加されます。56検体までの抑制剤成分を測定できます。

促進剤を測定するときには、28検体まで連続測定できます。LAT法では、連続測定中にインターセプト値の再測定が可能なので、抜群の精度が得られます。1つの測定シリーズで複数のメソッドを組み合わせることも可能です。843ポンプステーションは、各測定後に測定容器を自動的に空にして洗浄します。





VAコンピュートレース797における10の利点

VAコンピュートレース797は新しい可能性を開きます

- 1台で電気めっきの添加剤測定とボルタンメトリートレース分析
- 実績あるメトローム社製の白金回転ディスク電極および参照電極と高感度なポテンシオスタットの組み合わせによる抜群の精度
- 実績あるドジーノ・ビュレット技術による完璧な液体ハンドリング
- 838アドバンスドVAサンプルプロセッサー、875プロセスラボ、メトロームアプリコン社製ADI2045VAプロセス用オンラインシステムによる自動化
- 大手めっき液メーカーの協力によるめっき分析用アプリケーションメソッド
- さまざまな形式で測定結果が出力可能
- GLPモードでの標準品質保証、ユーザーごとの個別アクセス権、および自動電極テスト
- Windowsの操作手順に準じたユーザーインターフェースによるシンプル操作
- USB経由でPCへの接続
- 液温管理装置が接続可能（オプション）

VAコンピュータレース797で品質保証を簡単実施

09

プログラムへのアクセス権

各ユーザーについて、すべてのプログラム部分へのアクセス権を自由に定義できます。これによりユーザー管理が容易になります。

GLPウィザードによる検証

ソフトウェアが分析システムの検証間隔を自動的にチェックして、ユーザーへ知らせます。各レポートには検証がまだ有効かどうかが表示されます。GLPウィザードは、各種の検証テストをステップごとにガイドして、有効性を自動評価します。

診断

組み込みの診断プログラムにより、装置個々のコンポーネントをチェックできます。この診断はGLPウィザードの一部ですが、単独で実行することもできます。

電極テスト

使用される電極は、各測定の前に自動的にチェックされます。問題があった場合は、不備のあった電極が識別され、詳細が画面に表示されます。もちろん、このテストを手動で実行して、システムをチェックすることもできます。

測定カーブ評価

VAコンピュータレース797のソフトウェアは、測定曲線を自動評価して、最終結果を計算します。

品質証明

797VAコンピュータレースとそのソフトウェアは、メトローム社が品質証明書を発行して保証している最も厳格な品質基準に従って開発・製造されています。付属品に含まれる参照電極と電解液および標準液は、シリアル番号によって識別でき、それぞれに証明書が添付されています。



プロセスラボアットラインシステム – プロセス向け有機添加剤のフル自動測定システム

10





アットライン分析とオンライン分析の違い

アットラインとは、サンプリングを手動で行い、製造設備などの近くの装置にセットし測定する方法です。このためアットラインは、様々なプロセス段階や設備から、様々なサンプルを容易に分析できます。

一方オンラインは、製造設備などのバイパス配管から直接アナライザー（分析装置）と接続し自動サンプリングが行えます。

アットラインCVS分析用サンプルチェンジャー付き自動システムまたはサンプルチェンジャーなしの半自動システムラボ用分析装置ですすでに確立されているボルタンメトリー（VA）法と、サイクリックボルタンメトリーストッピング（CVS）法は、生産設備現場のルーチン分析にも使用できます。プロセスラボは、電気めっき浴中の有機添加剤測定に最適な設計です。現場にて1サンプルずつの測定、あるいはオプションのサンプルチェンジャーにより、多検体を自動で測定できます。

分析装置に影響があるような悪い現場環境でも使用できるように、すべての電気パーツが丈夫な防滴ハウジング（IP54）に収納されています。操作はタッチスクリーンで行うため、簡単便利に操作できます

プロセスラボは、シンプルなユーザーインターフェースを持つProcessLabソフトウェアによって制御されます。設定済み分析シーケンスはボタンを押すだけで測定を開始しますので、エラーフリーな操作が実現できます。各分析モジュールを組合せることにより、様々なプロセスに対応できます。

データベースでは、結果をSPCチャート（Statistical Process Control Chart：統計的プロセス制御）でグラフィック表現でき、生産ラインの状態に関する情報をいつでも表示できます。

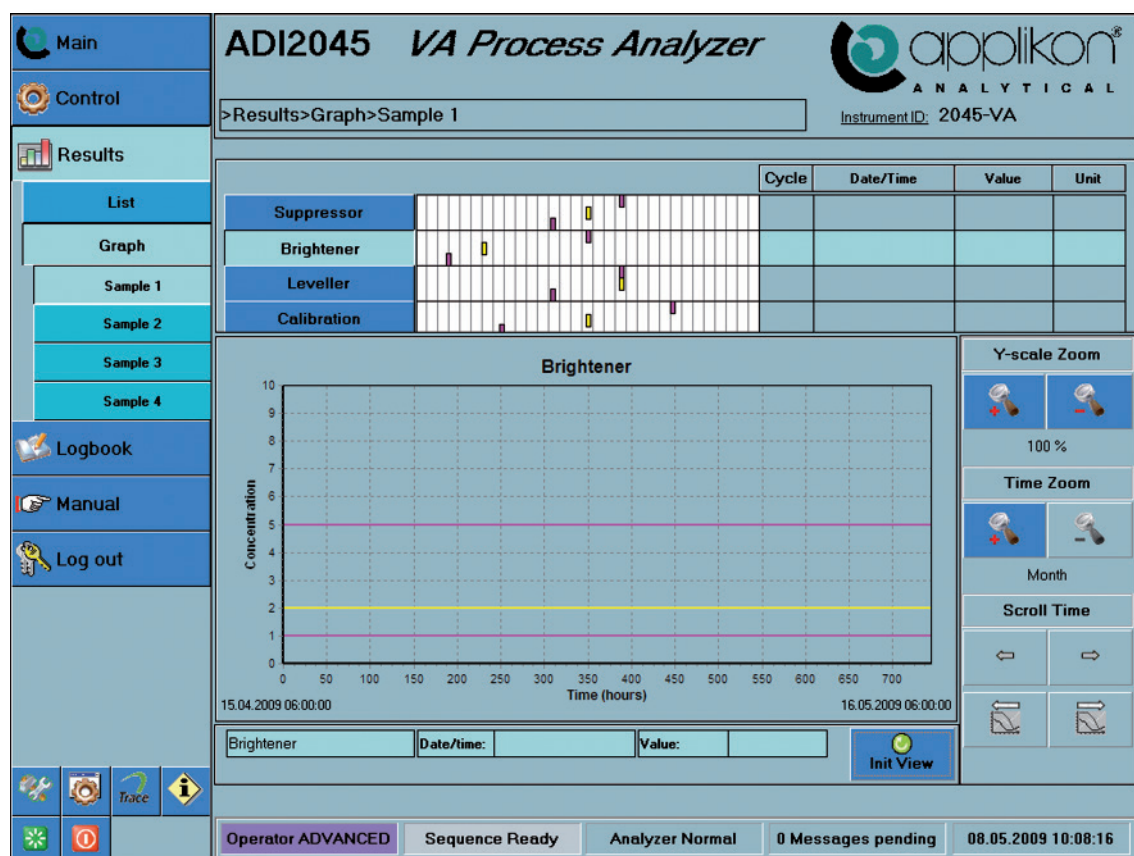
CVSオンラインプロセス分析

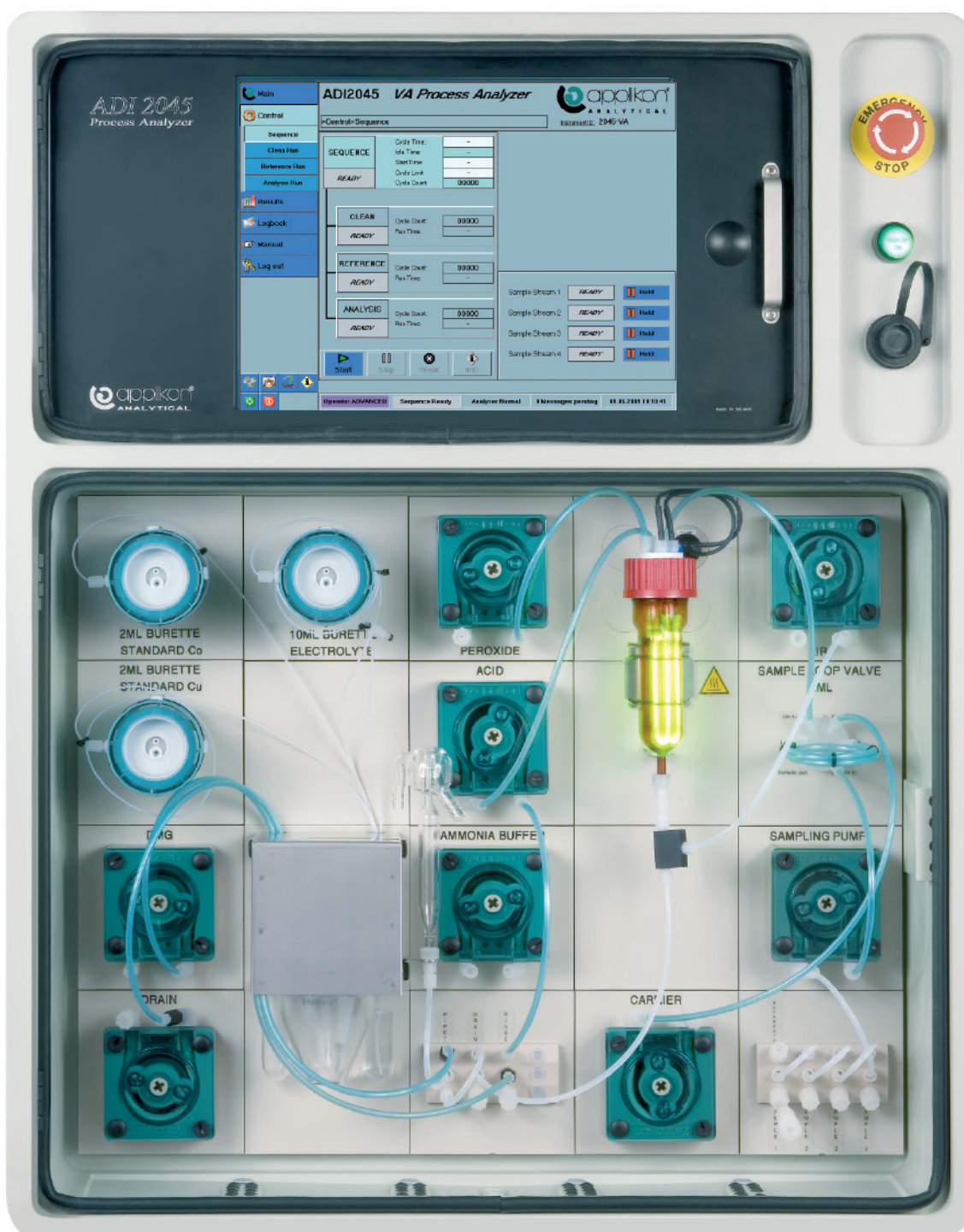
メトローム・アプリコン ADI 2045VA – オンライン – CVSによる有機添加剤の完全自動測定

メトローム・アプリコン社のADI2045VAは、ボルタンメトリー分析を行うオンラインアナライザーです。CVS分析法は、数十年前からルーチンでのラボ用分析手法として使用されてきました。メトローム・アプリコン社は、これをオンライン分析でも可能にしました。CVS法による電気めっき浴の品質管理が、製造現場で直接行えるようになりました。

構成する機器とポンプのすべてを制御し、PCは内蔵しているVAコンピュータースとドジーノ分注システムを制御します。タッチスクリーン方式のユーザーインターフェースにより、容易で直感的な操作が可能です。必要に応じて、USBキーボードまたはマウスを装置本体に接続して使用できます。ソフトウェアの操作セクションには多数のオプションが含まれ、ステータスセクションでは現在の装置の状態をいつでもチェックできます。

システムは産業用PCとプログラマブルロジックコントローラ (PLC) の組合せによって制御されます。PLCは





装置技術仕様

14

ラボ用システム

VAコンピュータレース797 ポテンシオスタットとガルバノスタットが組み込まれたボルタンメトリー測定スタンド

ポテンシオスタット /	電圧範囲	±5 V
ガルバノスタット	出力電圧	±12 V
	電流範囲	±80 mA
	電流測定	7 レンジ (10 nA ~ 10 mA)
	スイープ速度 (CV)	<1 mV/s ~ 3 V/s (1 mV 分解能)
		<1 mV/s ~ 35 V/s (10 mV 分解能)
電源	電圧	100 ~ 240 V; 周波数 50 ~ 60 Hz
	消費電力	120 VA
使用温度	保証動作温度範囲	0 ~ 45°C、相対湿度 20 ~ 80%

プロセスラボ – アットラインプロセス分析

サンプル	サンプリング頻度	1 ~ 20 / 日
	分析時間	通常 <15 分 (特殊なサンプルを除く)
	サンプルタイプ	10種類未満
	サンプル容量	0.2 mL ~ 250 mL
	サンプル温度	5°C ~ 45°C
接続	デジタル入力	24 V DC、緊急停止、液面センサーなど ...
	デジタル出力	24 V DC、スターラー、ペレスタリティックポンプなど...
	アナログ入力	4 ~ 20 mA、可変数
	アナログ出力	4 ~ 20 mA、可変数
	リレー出力	120/230 Vで1A
操作方法	TFTスクリーン (フルサイズメンブレンキーボードとタッチパッド付き)	
	タッチスクリーン (オプション)	
使用温度	保証動作範囲	0 ~ 40°C、相対湿度 20 ~ 80%

ADI 2045VA – オンラインプロセス分析

サンプルとサンプルフロー	サンプリング頻度	プログラムで設定
	分析時間	約30分
	サンプル採取経路	最大 4
	サンプル容量	0.2 mL ~ 50 mL
	サンプル温度	5 °C ~ 45 °C
	サンプル圧力	0 ~ 0.5 bar (0 ~ 7.2 psi、前処理なし)
通信	結果出力 (アナログ)	4 ~ 20 mA、最大16チャンネル
	デジタルリモートコントロール	24 VDC、開始、停止、続行、サンプル1、2、3、4、
	デジタルインプット検出器	24 V DC、最大12チャンネル(リークセンサー、 試薬残量モニタリングなど...)
	デジタル出力リレー	2 A、電源オン、シーケンス実行、警告、エラー、 結果アラーム、1、2、3、4、サービス
その他	タッチスクリーン操作	



装置情報・オプション

15

- 2.797.0030 VAコンピュータレース797 – ラボ用**
CVS (サイクリックボルタンメトリーストリップング) 用VAコンピュータレース797。電気めっき浴中の有機添加剤の分析用。ポテンショスタットとガルバノスタット内蔵の測定スタンド。回転白金ディスク電極 (Pt RDE)、Ag/AgCl参照電極、および白金対極による3極システム。メトロームマルチモード電極 (MME) を装備可能。PCプログラム6.6053.010と、測定ステーションをセットアップするための付属品を含む

- MVA-12 (CVS-12)**
VMSや有機添加剤の標準液を自動添加できるVAコンピュータレース797システム
- | | |
|----------------|---|
| 1 x 2.797.0030 | VAコンピュータレース797 |
| 3 x 2.800.0010 | 800 ドジーノ |
| 1 x 6.3032.250 | 807 ドージングユニット 50 mL (ガラス製) |
| 2 x 6.3032.120 | 807 ドージングユニット 2 mL (ガラス製) |
| 1 x 2.843.0040 | 843 ポンプステーション (オプション) |
| 1 x 2.846.0010 | ドージングユニット用インターフェース (オプションで 800 ドジーノを4つまで追加) |

- MVA-13 (CVS-13)**
有機添加剤の多検体測定用、完全自動VAコンピュータレース797システム
- | | |
|----------------|---|
| 1 x 2.797.0030 | VAコンピュータレース797 |
| 1 x 2.838.0310 | 838 アドバンスドVAサンプルプロセッサ |
| 1 x 2.843.0040 | 843 ポンプステーション |
| 3 x 2.800.0010 | 800 ドジーノ |
| 1 x 6.3032.250 | 807 ドージングユニット 50 mL (ガラス製) |
| 3 x 6.3032.120 | 807 ドージングユニット 2 mL (ガラス製) |
| 1 x 2.846.0010 | ドージングユニット用インターフェース (オプションで800ドジーノを4つまで追加) |

プロセスラボ (アットライン) 及びADI 2045VA (オンライン) プロセス分析計

様々な分析モジュールを組合せて、お客様の仕様に合ったアナライザーの設計が可能です。下記は組合せの一例

- アンプリファイアー (各種電極から測定)
- デジタル入出力 24 V DC
- アナログ入出力 4 ~ 20 mA
- リレー出力
- センサー接続
- スターラー付き測定容器 (各種サイズあり)
- ペレストリティックポンプ (40 mL/min、120 mL/min、320 mL/min)
- サンプルングシステム (サンプルループ)
- オーバーフローピペット (各種サイズあり)
- ソレノイドバルブモジュール、液流コントロール用
- レベルセンサー付き試薬コンテナ (2.5L、5L、10L、20L、レベルセンサー付き)

プロセスラボ及びADI2045VAの仕様やデザインについては、メトロームジャパン (株) プロセス部までお問い合わせください。

プロセスラボおよびオンラインプロセス分析のホームページアドレスとお問い合わせ先

www.metrohm.jp

メトロームジャパン株式会社 プロセス部

TEL: 03-5642-6148 FAX: 03-5642-6142

www.metrohm.jp



本社 〒103-0015 東京都中央区日本橋箱崎町
30-1 タマビル日本橋箱崎8階
TEL 03-5642-6146 FAX 03-5642-6142
(タイトレーション部)
大阪支店 〒541-0047 大阪市中央区淡路町 3-1-9
淡路町ダイビル 5階 502C
TEL 06-6232-2311 FAX 06-6232-2312
e-mail metrohm.jp@metrohm.co.jp