

MANGANISTANOVÝ DESMEAR OMG E-PREP 200

POPIS PRODUKTU

Proces E-PREP 200 Series Permanganan je systém koncentrovaného manganistanu (permangananu) sodného navrženého k desmearu otvorů tištěných spojů a podpoře zvýšené topografie pro nejlepší přílnavost následné bezproudové mědi nebo přímého pokovování.

E-Prep systém je schopen desmear/etchback širokého spektra laminovaných materiálů, včetně disfunkčních, tetrafunkčních, multifunkčních, polyamidových a non-MDA polyamidových.

Použití EPR regeneračního systému pro další regeneraci mangananu zpět k použitelnému manganistanu (permangananu) zajišťující stálý provozní stav a konzistentní úroveň desmearu a etchbacku. Tímto systémem je životnost roztoku prodloužená a také frekvence laboratorních analýz může být menší pro vysokou spolehlivost a nízkou údržbu systému.

E-Prep proces se skládá ze tří kroků:

- předúprava s E-Prep Solvent II nebo E-Prep Hole Cleaner 320
- Deasmering s E-Prep 200 Series
- Neutralizace s E-Prep Neutralizérem

PŘÍPRAVA ROZTOKU

DI voda	81,7 obj. %
E-Prep Liquid Oxidizer 201	13 obj. %
E-Prep Liquid Oxidizer 102	5,3 obj. %

Instrukce k míchání:

1. Naplňte nádrž z 50% deionizovanou vodou.
2. Za míchání pomalu přidávejte požadované množství E-Prep 201.
3. Za míchání pomalu přidávejte požadované množství E-Prep 102.
4. Doplňte do zbývajících objemu doionizovanou vodou. Dobře promíchejte.

PROVOZNÍ PODMÍNKY

	<u>ideální hodnota</u>	<u>možné pásmo</u>
E-Prep 201	13%	10-25%
E-Prep 102	5,3% obj.	5-8% obj.

Teplota	(40g/L NaOH) 79°C	(38-61 g/L NaOH) 68-85°C
Čas	10 min.	5-20 min.
Míchání	důkladně, mechanicky	
Nádrže	titanium, nerezová ocel, formovaný polyethylen nebo polypropylen	
Topidla	titanium, nerezová ocel, teflon	

Během lázně musí být celkový mangananový produkt udržován pod hodnotou 25g/L.

Tyto podmínky jsou doporučovány pro desmear standardního FR4 materiálu. Testování je požadováno kvůli optimalizaci specifických typů laminátu a různých podmínek.

DOPORUČENÝ CYKLUS PROCESU

1. E-Prep Solvent II nebo E-Prep Hole Cleaner 320
 2. Dvojitý kaskádový oplach
 3. E-PREP 200 Series Permanganan
 4. Oplach naprázdno
 5. Dvojitý kaskádový oplach
 6. E-Prep Neutralizér
 7. Oplach
 8. *E-Prep Glass Etch (volitelné jako oddělený krok, nebo kombinovaný s Neutralizérem)
 9. Oplach
 10. *10% obj. kyseliny sírové pro odstranění povlaku (volíme, pokud je nutné parametry leptání skla z větší části plochy desky)
- * volitelné kroky

DŮLEŽITÉ

Pro nižší Tg FR4 laminátu a jiných materiálů vysoce citlivých na napadení manganistanem (permangananem) by měla být dodržována následující tabulka:

Proces	Chemie	Koncentrace	Teplota	Doba ustal.
Permanganan	E-Prep Solvent II	50%	60-71°C	1-4 min
	E-Prep 201	10-15%	68-74°C	5-12 min
	E-Prep 102	5-6%		
Neutralizér	E-Prep Neutral.	10-20%	43-49°C	4-6 min
	H2SO4	6-8%		
Leptání skla	E-Prep Gl.Etch II	4-12g/L /(lehké) 50-70g/L (těžké)		2-5 min

Pro vyšší Tg materiálů nebo laminátů méně citlivé k napadení manganistanem (permangananem) by měla být dodržována následující tabulka:

Proces	Chemie	Koncentrace	Teplota	Doba ustal.
Hole swell	E-Prep Solvent II	50-100%	71-82°C	2-10min
Permanganan	E-Prep 201	20-25%	74-85°C	5-15min
	E-Prep 102	5-6%		
Neutralizér	E-Prep Neutral. H2SO4	10-20% 6-8%	43-49°C	4-6 min
Leptání skla	E-Prep Gl.Etch II	4-12g/L /(lehké) 50-70g/L (těžké)		2-5 min

Při vysokém Tg materiály může být vhodný opakovaný proces, aby se docílilo dostatečného odstranění. Pro těžká leptací skla se doporučuje použít 10% roztok kyseliny sírové jako odstraňovače nánosů.

PROVOZ LÁZNĚ A ÚDRŽBA

Obsahy E-Prep 201, E-Prep 102 a mangananu v manganistanové (permangananové) lázni jsou udržovány tzv. mokrou analýzou, jak je uvedeno níže. UV/VIS metoda spektrofotometrické analýzy pro E-Prep 201 a manganan je zde také zahrnuta.

Následující test ztráty hmotnosti by měl být proveden obvyklým způsobem na všech různých typech laminátů, které jsou používány. Výsledky ztráty hmotnosti se velmi mění podle různých typů laminátů a mohou se měnit podle různých šarží stejného druhu laminátů. Údaje o ztrátě hmotnosti by měly být srovnány s topografickou a desmear analýzou, aby se udržela optimální kontrola procesu. Pásmo optimální ztráty hmotnosti pro daný typ laminátu by mělo být určeno, ale ne limitováno těmito faktory:

- požadovaným množstvím desmear nebo etchbacku
- provozním rozsahem laminovacího procesu
- procesem jako např. bezproudová měď nebo přímé prokovení

Používání nových typů laminátů nebo dodavatelů byste měli konzultovat s vaším distributorem (INTERCONTI)

Test úbytku hmotnosti u laminátu

1. Stáhněte měď z laminátu, který má být testován. (bez provrtaných otvorů)
2. Nařežte laminát na přesné etalony (8x8 cm) a označte je
3. Zahřívejte etalony 15 min při teplotě 120°C
4. Ochladte a zvažte přesně na čtyři desetinná místa
5. Pokračujte v cyklu desmear/etchback až do vyhodnocení
6. Usušte etalony a zahřejte v peci na 2 hod při 120°C
7. Ochladte a znovu zvažte
8. Výpočet:

Úbytek váhy: (mg/cm²) = {původní hmotnost(mg) - konečná hmotnost(mg)} / plocha povrchu (cm²)

Pozn.: etalony 8x8cm obsahují měď na ploše 128 cm²

VYBAVENÍ

Nádrže	titanová, nerezová ocel, tvrzený polyetylen, tvrzený polypropylen
Míchání	doporučeno mechanické
Topidla	titanová, nerezová ocel, teflon
Filtrace	doporučena pokračující filtrace lázně, použijte buď nerezové vzduchové čerpadlo s teflonovou membránou nebo vertikální nerezové odstředivkové čerpadlo s karbono-keramickým těsněním. Celý objem lázně by se měl přefiltrovat jednou za hodinu.
Míchač	Vzduchový míchač s nerezovým míchadlem k zajištění pohybu roztoku. Doporučuje se míchání, aby se udržela stejná teplota roztoku. Nedoporučuje se míchání vzduchem.

NAKLÁDÁNÍ S ODPADY

1. Po dobu míchání nařed'te permangananovou pracovní lázeň vodou na dvojnásobný obsah.
2. Přidejte 20 mL 37% váh. formaldehydu na litr rozředěného roztoku.
3. Nechte roztok míchat 90-120 min.
4. obraťte míchač, nechte roztok ustálit.
5. Přefiltrujte roztok. Tento roztok musí projít odpadovým systémem kvůli nastavení pH.
6. Usazenina je nebezpečný materiál. S roztokem a usazeninami nakládejte podle státních a místních vyhlášek.

BEZPEČNOST

Manganistanový (permangananový) roztok E-PREP 200 je silné oxidační činidlo a také je vysoce alkalický. Pokud pracujete s lázní E-Prep 200, zjistěte si a prostudujte všechna nařízení a postupy při manipulaci s oxidačními činidly a alkalickými roztoky. Během manipulace dodržujte obvyklá opatření jako jsou ochranné brýle, gumové rukavice, atd. Pokud dojde k zasažení očí, vypláchněte značným množstvím vody a kontaktujte lékaře.

Pro udržení bezpečnosti, zdraví a životního prostředí berte v úvahu odpovídající informační materiály.

OBNOVA ROZTOKU

Poznámky k faktorům ovlivňujícím dekompozici.

Úrovně hydroxidu sodného, manganistanu a mangananu mají dopad na úroveň dekompozice.

Selhání je minimální, když v lázni nejsou žádné desky.

Teplota má minimální účinek za normálních provozních hodnot.

Výpočet úrovní dekompozice/regenerace.

- A. Ke stanovení množství mangananu sodného vytvořeného za den jsou potřeba následující informace:

1. Úroveň selhání v g/litr za hodinu založená na složení lázně z příložených grafů.
2. Objem roztoku v litrech.
3. Aktuální čas v hodinách, za který byl roztok naplněn.

Vývojový stupeň mangananu za den v gramech = objem v L x úroveň selhání x počet hodin

B. Úroveň regenerace:

Jedna Ah obnoví 3,4 g mangananu sodného zpět na manganistan sodný.

Za předpokladu 24 hod provozu za den regenerační jednotky, jeden Ah obnoví 81 g mangananu sodného za 24 h.

Proto je:

celkové množství \square As (ampérsekund), požadované ke kontinuální regeneraci = množství mangananu vygenerovaného za den/81

Provoz a údržba.

Míchání roztoku v nádrži je důležité k oživení roztoku tak, aby byl regenerován. Doporučuje se použít míchač se stlačeným vzduchem s nerezovou násadou.

Nádrž by měla být čistěna 1x měsíčně. Prostřední měděná tyč by měla být vyměněna nejméně jednou za rok.

Usměrňovač proudu by měl nádrži poskytnout 80-100 A, přičemž 90 A je optimální. Dobré je vyzkoušet nastavení usměrňovače proudu na nejméně 150 A, pokud nepřetržitě běží v rozmezí 80-100 A

Informace o grafech.

Naleznete je v originální anglické verzi E-PREP 200 SERIES PERMANGANAN tohoto dokumentu.

Graf 1 ilustruje vytváření mangananu jako funkci koncentrace NaOH a teploty. Zatímco koncentrace NaOH má podstatný efekt na vytváření mangananu, efekt teplotní je minimální.

Graf 2 ukazuje vztah mezi koncentrací manganistanu (permangananu), koncentrací NaOH a nahromadění mangananu v lázni. Jak koncentrace NaOH tak koncentrace manganistanu (permangananu) mají podstatný efekt na nahromadění mangananu.

Graf 3 ukazuje efekt plnění a čas dekompozice manganistanu (permangananu). Dekompozice lázně je způsobená koncentrací manganistanu (permangananu) a po čase faktorem plnění.

NÁVOD NA ODSTRANĚNÍ ZÁVAD (TROUBLESHOOTING)

<u>ZÁVADA</u>	<u>NÁPRAVA</u>
1. nevyrovnaný etchback	1A. vysušení v peci po vrtání (aby zoxidovala odkrytá pryskyřice a aby se podpořila kompletní pryskyřičná kůra), rozpuštění náběhů nad otvory a permangananová (manganistanová) chemická optimalizace, minimalizují tento efekt.
2. nepřiměřený etchback	2A. zkrácení doby procesu a koncentrace roztoku a teploty rozpouštění náběhů nad otvory nebo i permangananu zredukuje odstraněné množství .
3. skvrny (nižší leptací poměr)	3A. zavedení procesu vysušení v peci po vrtání 3B. kontrola rozvrhu vyčištění náběhů nad otvory 3C. prodloužení doby procesu a zvýšení teploty i u permangananu 3D. kontrola přilnavosti nad otvory 3E .kontrola koncentrace permangananové lázně.
4. tzv. klínování	4A. snížení koncentrace, doby procesu a teploty 4B. nižší koncentrace E-prep102 v permangananu. 4C. kontrola tlaku v systému
5. topografie povrchu	5A. prodloužení doby procesu, teploty a koncentrace rozpouštění/náběhů a permangananu. 5B. implementace vysušení v peci po vrtání. 5C. kontrola přilnavosti nad otvory 5D. zvýšení doby procesu permangananu nebo i snížení doby ustalování rozpouštědla
6. dutinka na pryskyřici	6A. doplnění nebo náhrada neutralizéru. 6B. kontrola úrovně mangananu v manganistanové lázni.

7. dutinky na skle	7A. kontrola analýzy lázně neutralizéru. 7B. kontrola rozvrhu odčerpávání neutralizéru 7C. doplnění nebo náhrada pokud je nezbytné
8. Výskyt knůtků	8A. minimalizace nehomogenního etchbacku a snížení koncentrace při leptání skla (<15g/L), doby ustalování i teploty. 8B. zkrácení doby ustalování, teploty a snížení koncentrace při procesu rozpuštění náběhů nad otvory a v permangananu.
9. nedostatečné leptání skla	9A. zvýšení koncentrace roztoku leptání skla, doby procesu a teploty.

ANALÝZA

POSTUP Č. AP.2104.01

- I. **POPIS PROCEDURY:** titrační procedura k určení koncentrace E-prep okysličovačla 201 OMG

- II. **VYBAVENÍ/SESTAVY**
 - A. 250 mL Erlenmeyerova baňka
 - B. Buchnerova nálevka
 - C. 100 mL kádinka
 - D. 100 mL volumetrická baňka
 - E. 10mL pipeta
 - F. 5 mL pipeta
 - G. 50 mL pipeta
 - H. 25 mL kalibrovaný válec
 - I. sklolaminátový filtrační papír (Whatmanův 934-AH nebo ekvivalent)

- III. **ČINIDLA**
 - A. nasycený hydroxid barnatý – smíchejte 80 g pevného hydroxidu barnatého v 1 L DI vody a nechte přes noc usadit. Přeced'te roztok (pevné částěčky) do litrových lahví. Přecezené pevné částěčky mohou být uloženy pro příští použití.

 - B. 20% v/v kyseliny dusičné- pomalu přidávejte 200mL koncentrované kyseliny dusičné do 0,5 L deionizované vody. Nechte vychladit na pokojovou teplotu. Zřed'te deionizovanou vodou na konečný objem 1 L .

- C. 10% roztok jodidu draselného- rozpust'te 200 g jodidu draselného v 1 L neionizované vody. Zřed'te na 2 L DI vodou. Uložte do jantarového (hnědožlutého) skla. Pozn.: přidejte 0,5 g hydroxidu sodného – na každé 2 L.
- D. 0,1 N thiosíran sodný- odvažte 49,636 g pentahydrátu thiosíranu sodného a rozpust'te v 1 L DI vody. Přidejte 1,06 g hydroxidu sodného (pevného) a rozpust'te. Doplňte DI vodou na obsah 2 L.
- E. Starchův indikátor – dostupný u dodavatelů chemikálií.
- F. pH 12,9 hydroxidu barnatého- naplňte 1L kádinku DI vodou a míchejte. Nastavte pH metr na 10 a umístěte ke zkoušce do vody. Přidejte pevný hydroxid barnatý do roztoku dokud pH nebude 12,8-13,1 (přibl. 10g). Roztok nechte přes noc usadit (nerozpuštěný BaOH klesne ke dnu). Přeced'te roztok do 1 L lahve (pevné částečky).(NEPŘIDÁVAT PEVNÉ LÁTKY)

IV. POSTUP

- A. Pipetujte 10 mL pracovní lázně do 100 mL volumetrické baňky. Doplňte do daného objemu DI vodou.
- B. Pipetujte 5 mL zředěného vzorku do 100 mL kádinky obsahující 15 mL saturovaného hydroxidu barnatého.
- C. Filtrujte přes sklolaminátový filtrační papír nebo podobný filtr za použití Buchnerovy nálevky
- D. Opláchněte kádinku hydroxidem barnatým o pH 12,9.
- E. Opláchněte filtrační papír a usazujte s hydroxidem barnatým o pH 12,9 dokud se nezbarví látka z červené do šedé
- F. Umístěte filtrační papír do 250 mL kádinky a označte jako vzorek B. Tekutinu ve filtrační láhvi jako vzorek A.
- G. Přidejte 20 mL 20% kyseliny dusičné do každého vzorku.
- H. Přidejte 20 mL 10% jodidu draselného do každého vzorku.
- I. Titrujte každý vzorek s 0,10 N thiosulfátu sodného z tmavě hnědé do žluté.
- J. Do každého přidejte 5 mL Starchova indikátoru.
- K. Pokračujte v titrování každého vzorku s 0,10 N thiosíranu sodného do jasného bezbarvého konečného bodu.
- L. Zaznamenejte výsledky.

V. VÝPOČTY

- A. Obj.% E-prep.okysličovadla 201 OMG = mL thiosíranu vzorku A x N thiosíran x 10,44
- B. g/L manganového vadného produktu = mL thiosíranu vzorku B x N thiosíran x 82,46

POSTUP Č. AP.2527.01

I. **POPIS PROCEDURY:** spektrofotometrická procedura která určuje koncentraci E-prep.okysličovadla 201 OMG

II. VYBAVENÍ A SESTAVY

- A. Spektrofotometr (uzpůsobený k měření UV)
- B. Vyhovující křemenná kyveta (.d. 1 cm)
- C. 500 mL volumetrická baňka
- D. 100 mL volumetrická baňka
- E. 5,0 a 10,0 mL pipeta třídy „A“
- F. Nastavitelné pipety (vhodná velikost)

III. ČINIDLA

- A. Manganistan draselný (chemicky čistý)
- B. Manganan draselný (chemicky čistý)
- C. *N* Hydroxid sodný (NaOH)-rozpusťte 4,0 g hydroxidu sodného, *C.P.*, v neionizované vodě a zřeďte na 1 L.

IV. POSTUP

- A. Stanovit kalibrační čáru pro manganistan draselný.
 - 1. Přidejte 10,0 g manganistanu draselného do 500 mL volumetrické baňky a nařeďte do objemu 0,1 N hydroxidu sodného. Dobře promíchejte. Pro každou další kalibraci udělejte znovu.
 - 2. Analyzujte vzorek v kroku A.1. za použití postupu AP 2100. Vzorek by měl být 20 ± 1 g/L. Pokud není opakujte krok A.1.
 - 3. Pipetujte 10 mL standardního roztoku do 100 mL volumetrické baňky a rozřeďte do odpovídajícího objemu 0,1 N hydroxidem sodným. Dobře promíchejte.
 - 4. Do 5ti 100mL volumetrických baněk pipetujte 1,2,3,4 a 5 mL roztoku z kroku 3 a rozřeďte na objem 0,1 N hydroxidu sodného. Dobře promíchejte.
 - 5. Změřte a zaznamenejte absorbáty z ředění v kroku 4 při vlnových délkách 524 a 603 nm. Použijte 0,1 N hydroxidu sodného (doporučeno).
 - 6. Analýzu jednotlivých absorbátů je nutno zakreslit do grafů, vyznačující funkci koncentrace při každé vlnové délce. Křivky jsou určeny jednotkami v l/g a označeny jako K 524 a K 603, kde K představuje permanganan.
- B. Stanovit kalibrační čáru pro manganan draselný
 - 1. Opakujte kroky A.1-A.6 s následujícími výjimkami.
 - a) místo 10,0 g manganistanu draselného použijte 5,0 g mangananu draselného (čistého). Pro každou další kalibraci udělejte znovu.

- b) vyměňte manganistan draselný za použití procedury AP.2100. Výsledek by měl být $10 \pm 0,5$ g/L manganistanu draselného což se rovná $5 \pm 0,25$ g/L mangananu draselného.
- c) Křivky by měly být označeny jako K2 524 a K2 603, kde K2 představuje manganan.

C. Analýza lázně

1. Vzorek lázně by se měl zahřát a zamíchat, aby se zajistilo, že je manganistan rozpuštěn.
2. Pipetujte 10mL vzorku do 100 mL volumetrické baňky a rozřeďte do objemu 0,1 N hydroxidem sodným. Dobře promíchejte.
3. Pipetujte 1 mL rozředěného roztoku z kroku C.2 do 100 mL volumetrické baňky a rozřeďte do objemu 0,1 N hydroxidem sodným. Dobře promíchejte.
4. Změřte a zaznamenejte absorbanci roztoku z kroku C.3. při vlnové délce 524 a 603 nm. Použijte 0,1 N hydroxidu sodného (doporučeno). Označte tyto hodnoty jako A 524 a A 603.

V. VÝPOČTY

Použijte původní návod v angličtině – informace o produktu E-PREP 200 SERIES PERMANGANATE

POSTUP Č. AP.2104.01

I. **POPIS PROCEDURY: Metoda potenciometrické titrace k určení koncentrace E-Prep Oxidizéru 102**

II. **VYBAVENÍ A SESTAVY**

- A. pH metr
- B. 250 mL kádinka
- C. 50 ml pipeta
- D. 5,0 mL pipeta třída „A“

III. **ČINIDLA**

- A. pH 10 pufr
- B. 0,5 N kyselina chlorovodíková (HCl) – pomalu, za míchání přidejte 41,5 mL kyseliny chlorovodíkové do 750 mL deionizované vody. rozřeďte na 1 L DI vodou.

IV. **POSTUP**

- A. Za použití pufru s pH 10,0 kalibrujte pH metr.

- B. Pipetujte 5,0 mL pracovní lázně do 250 mL kádinky.
- C. Přidejte asi 75 mL DI vody.
- D. Titrujte s 0,5 N kyselinou chlorovodíkovou do pH 10,5 za použití pH metru
- E. Zaznamenejte množství použitého titrátu.

V. VÝPOČET

- A. obj.% E-Prep Oxidizéru 102 = mL HCl x N HCl x 1,084

© interconti R.Dufková 5/08

Váš dodavatel
pro ČR a SR:



INTERCONTI Ing.Tomáš Bravený s.r.o., Ulrychova 54, 624 00 Brno
www.interconti.cz, interconti@interconti.cz, 00420 541 222 637