

# Внедрение автоматизированных методов титрования в практику химико-аналитической лаборатории

В статье на примере лаборатории ОАО «НИЦЭВТ» показана эффективность внедрения автоматизированных методов титрования в повседневную практику.

Евгения Николаева,  
к. х. н.

chem-lab@yandex.ru

В практической деятельности любой химико-аналитической лаборатории титриметрические методы занимают от 70 до 90% всего объема аналитических работ.

Для лаборатории, выполняющей большой объем различных определений, замена обычного титрования на автоматизированное — это возможность значительно снизить трудоемкость проведения анализов. При автоматизированном титровании отсутствуют такие рутинные операции, как подготовка и заполнение бюреток раствором, ручное дозирование титранта, считывание показаний со шкалы бюретки. Кроме того, полностью исключаются субъективные факторы при определении точки эквивалентности, которые имеют место при визуальном восприятии перехода окраски индикаторов.

В настоящее время для автоматического титрования на нашем рынке представлены автоматические титраторы швейцарской фирмы Metrohm, немецкой фирмы Shott, а также транснациональной корпорации Mettler Toledo.

Компания «НИЦЭВТ» с 2006 года сотрудничает со швейцарской фирмой Metrohm [1], которая за последние десять лет выпустила несколько серий универсальных автоматических титраторов: это серии Titrino, Titrand и Touch-and-go.

В химической лаборатории «НИЦЭВТ» используется автоматический титратор базового уровня Titrino 702 SM. С его помощью можно проводить титрование любого типа: кислотно-основное, окислительно-восстановительное, комплексонометрическое, титрование с образованием труднорастворимых соединений и др.

Поскольку химическая лаборатория обслуживает как цех по производству печатных плат, так и цех нанесения химико-гальванических покрытий на различные металлические детали, общий объем анализов, которые выполняют ее сотрудники, велик.

Титриметрические методы анализа занимают в нем до 90% всех определений. Поэтому внедрение автоматизированных методов титрования в практику лаборатории позволило более рационально распределить рабочее время и значительно снизить трудоемкость проводимых работ.

В таблице представлены растворы, анализ которых проводится с помощью автоматической бюретки Titrino 702 SM (рисунок). Верхняя часть бюретки представляет собой сменный модуль, в который входит емкость для хранения раствора, собственно



Рисунок. Автоматический титратор Titrino 702 SM

бюретка, объем которой по желанию заказчика может быть различным (от 1 до 50 мл), и дозатор титранта. При необходимости перейти на титрование другим раствором модуль снимают и заменяют модулем с требуемым раствором.

В основе работы бюретки заложен принцип потенциометрического титрования, то есть точка эквивалентности устанавливается по скачку потенциала, который изменяется при одинаковом дискретном добавлении титранта. Этот режим известен под названием МЕТ. Он применим практически для всех типов титрований. Однако в работе бюретки предусмотрен еще один режим — SET. Он необходим, когда титрование проводят до какой-то заранее заданной точки, например до pH 8,2. В этом случае конечную точку прибор автоматически определит при достижении данного значения pH.

Каждый новый тип титрования проводится по отдельной программе, которая вводится в память бюретки под определенным названием. Перед началом титрования требуемую программу выбирают из меню методов и нажатием на кнопку [start] запускают титрование по этой программе. Чтобы программа была универсальной и подходила к определению одного и того же компонента в различных растворах, в параметры титрования не следует вводить конкретные величины, необходимые для расчета концентрации этого компонента в анализируемом растворе. Достаточно, чтобы результат титрования выразался в миллилитрах раствора, пошедшего на титрование. Расчет концентрации производится в этом случае по соответствующим формулам обычным математическим путем.

Освоение и внедрение в практику лаборатории различных методов титрования происходило в несколько этапов по мере приобретения новых электродов.

Сначала было запущено argentометрическое определение хлорид-ионов в электролитах гальванического меднения Cuprad TP, а затем в электролите никелирования Nicotron S 210. Титрование выполнялось по программе MET U CHLOR с комбинированным серебряным электродом (6.0404.100). (Здесь и далее представлены номера из каталога фирмы Metrohm.)

Возможность заменить длительный и трудоемкий гравиметрический метод определения сульфатов в растворах аммиакатно-сульфатного травления фирмы Elo-Chem на экспрессный потенциометрический метод [2] стала стимулом для внедрения в практику лабораторий автоматизированного титриметрического метода определения сульфат-ионов. Титрование разбавленного в 100 раз травильного раствора проводится 0,005M раствором перхлората свинца в 85%-ном этаноле по программе MET U SO4. Индикаторным электродом служит свинцовый электрод (6.0502.170), а электродом сравнения — стеклоуглеродный электрод (6.0808.000).

На следующем этапе освоения бюретки Titrino 702 SM был приобретен комбинированный стеклянный электрод (6.0203.100) для

Таблица. Перечень растворов, к анализу которых применены методы автоматизированного титрования

Функциональное назначение раствора	Фирменное название раствора	Определяемый компонент
Электролит гальванического меднения	Cuprad TP	Хлорид-ионы
Электролит никелирования	Nicotron S 210	Хлорид-ионы
Раствор аммиакатно-сульфатного травления	Elo-Chem	Сульфат-ионы
Раствор микротравления	Circuposit Etch 3330	Серная кислота
Раствор подготовки поверхности перед прессованием	Bond Film HC	Кислота HC-200
Раствор восстановителя после перманганатного травления смолы	Reduction Conditioner Securigant P 500	Серная кислота
Раствор обезжиривания	Cupra Pro S2	Серная кислота
Раствор активирования перед химическим никелированием	Ronamerse SMT Catalysr SF	Серная кислота
Кислая промывка перед нанесением маски	—	Нормальность кислоты
Электролит оловянирования	Sulfotech SPS	Серная кислота
Кислый очиститель для медной поверхности	Pro Slect SF	Общая кислотность
Раствор химического оловянирования	Stannatech 2000	Общая кислотность
Электролит никелирования	Nicotron S 210	Борная кислота
Электролит матового никелирования	—	Борная кислота
Раствор кислого активирования медной поверхности	Uni Clean 675	Серная кислота
Щелочной очиститель для медной поверхности	Bond Film Cleaner Alk	Щелочь
Раствор перманганатного травления смолы	Desmear Securigant P 500	Щелочь
Растворы снятия водопровяляемого резиста	RR3 Resist Stripper Post RR3 Resist Stripper	Щелочь
Раствор кондиционера	Conditioner Neopact UX	ПАВ
Электролит матового никелирования	—	Сернокислый магний

проведения различных кислотно-основных титрований. Растворы, для анализа которых применен метод кислотно-основного титрования, представлены в таблице. Это наиболее часто применяемый метод. Он существует в трех вариантах: титрование кислоты щелочью, титрование щелочи кислотой и титрование до заданного значения pH. Титрование кислот в растворах, представленных в таблице, проводилось по программе MET U 1-20,1N раствором едкого натра. Титрование щелочи в растворе щелочного очистителя осуществлялось по программе MET U 1-30,1N раствором соляной кислоты. Титрование щелочи в растворе Desmear и в растворах снятия водопровяляемого резиста (RR3 Resist Stripper и Post RR3 Resist Stripper) проводилось по одной и той же программе SET pH 1–4 до конечной точки pH 8,2. В первом случае титрование ведется 0,1N раствором соляной кислоты, а во втором случае — 0,5N раствором серной кислоты.

Приобретение ионоселективного электрода Jonic Surfactant (6.0507.120) для определения ионогенных ПАВ и хлорид-серебряного электрода сравнения (6.0726.100) дало возможность заменить индикаторный метод определения катионного ПАВ в растворе Conditioner Neopact UX на автоматизированный. Титрование пробы анализируемого раствора проводится 0,025M раствором поливинилсульфата калия (PVSK) по программе MET U 4-1. Преимущество потенциометрического метода по сравнению с методом титрования в присутствии индикатора толуидина

заключается в том, что субъективный фактор в оценке размытого перехода окраски индикатора полностью исключается, тем самым повышается точность анализа.

Для определения сернокислого магния в растворе матового никелирования был применен обратный комплексонометрический метод. Титрование анализируемой пробы, к которой добавлен избыток 0,1N раствора трилона Б, проводился 0,1N раствором хлорида кальция по программе MET U 5-1 с ионоселективным кальциевым электродом (6.0508.110) и хлорид-серебряным электродом сравнения (6.0726.100). Метод позволяет определить магний без традиционного отделения никеля в виде осадка с диэтилдитиокарбаматом натрия, что значительно сокращает время проведения анализа и упрощает методику.

Возможности автоматической бюретки Titrino 702 SM далеко не исчерпаны, и если возникнет необходимость в каком-либо новом методе автоматизированного титрования, то, как показывает приобретенный опыт, эта задача будет с успехом решена.

## Литература

1. Николаева Е. М. Роль химико-аналитической лаборатории в обеспечении качества производства печатных плат // Производство электроники. 2007. № 8.
2. Николаева Е. М. Оперативный контроль компонентов аммиакатно-сульфатного травильного раствора // Технологии в электронной промышленности. 2012. № 1.