

### 희석 적정-순환전류전압법을 이용한 와트욕 내부 광택제 농도 모니터링

#### Determination of brightener concentrations in Watt-type Ni Electroplating bath using dilution titration-cyclic voltammetry stripping (DT-CVS)

최승희<sup>a\*</sup>, 권영환<sup>a,b</sup>, 이주열<sup>a</sup>, 김만<sup>a</sup>, 박영배<sup>b</sup>, 이규환<sup>a</sup>

<sup>a</sup>한국기계연구원 부설 재료연구소(E-mail:schoe@kims.re.kr), <sup>b</sup>안동대학교 금속신소재공학부

**초 록:** 스마트 도금공장을 구축하기 위해서는 도금액 내부의 화학 물질 농도 변화를 측정할 수 있는 화학 센서 기술이 필수적으로 요구된다. 와트욕은 대표적인 고속 니켈 도금액 중 하나로 기본적으로 황산니켈, 염화니켈, 보릭산의 염과 함께 케리어(type-1 광택제), 광택제(type 2-광택제), 응력 제어제 등의 유기 첨가제로 구성되어 있다. 이러한 유기 첨가제는 전착된 니켈층의 두께 균일도, 조도, 미세 구조, 내부 응력 등 다양한 특성을 제어하며, 정밀한 농도 관리가 필수적으로 요구되나, 분석 기술의 부재로 인하여 지금까지도 대부분의 액관리는 할셀법이나 작업자의 경험에 의존하고 있다. Cyclic voltammetry stripping(CVS) 방법은 전기화학 분석 과정에서 나타나는 첨가제의 가속, 감속 특성 등과 여기에 수반되는 stripping peak의 변화를 이용하여 개별 첨가제의 농도를 측정하는 방법이며, 지금까지 인쇄회로기판의 비아필 공정, 전해 동박 제조, 반도체 배선 등 구리도금 산업 전반에 걸쳐 첨가제 관리에 효과적으로 적용되고 있다. 그러나 수소 발생으로 인한 stripping 효율 문제로 인하여 니켈, 주석, 아연 등 표준 환원 전위가 높은 금속 도금액 내부 첨가제 농도 측정은 아직 어려운 상황이다. 본 연구에서는 이 문제를 극복하기 위해 염소를 과량 첨가한 구리 도금액을 CVS 분석의 base 용액으로 이용하여 니켈 도금액 내부 여러 광택제 (polyethylene glycol(PEG) 계열, thiourea 계열, 2-butyne-1,4-diol 등) 농도를 측정하는 법을 제시하였다. 제시된 방법은 CVS 분석 과정에서 구리-염소 사이의 상호 작용으로 인해 생성되는 3가지 stripping peak의 상대적인 크기 변화가 첨가제 농도에 따라 영향을 받는다는 사실에 기반하였다. 본 연구에서는 여기에 관한 원인에 대해 고찰하였으며, 제시된 방법을 통해 광택제 계열 첨가제 농도 측정을 선택적으로 할 수 있다는 것을 증명하였다.