

Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie

Bestimmung von Elementspuren in Flüssigkeiten

Teil 2: Calcium (Ca), Cobalt (Co), Chrom (Cr), Kupfer (Cu), Eisen (Fe), Nickel (Ni) und Zink (Zn) in Flusssäure mittels Plasma-angeregter Emissionsspektrometrie

DIN**50451-2**

ICS 29.045

Ersatz für
DIN 50451-2:1990-10

Testing of materials for semiconductor technology — Determination of trace elements in liquids — Part 2: Calcium (Ca), cobalt (Co), chromium (Cr), copper (Cu), iron (Fe), nickel (Ni) and zinc (Zn) in hydrofluoric acid with plasma-induced emission spectroscopy

Essai des matériaux pour la technologie des semi-conducteurs — Dosage des éléments en traces dans les liquides — Partie 2: Calcium (Ca), cobalt (Co), chrome (Cr), cuivre (Cu), fer (Fe), nickel (Ni) et zinc (Zn) dans l'acide fluorhydrique par spectrométrie à plasma à couplage induit par haute fréquence

Vorwort

Diese Norm wurde vom Unterausschuss NMP 221.3 „Prüfung von Prozesschemikalien für die Halbleitertechnologie“ des Arbeitsausschusses NMP 221 „Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Eine entsprechende Norm der American Society for Testing and Materials (ASTM) existiert für diesen Anwendungsbereich zz. nicht.

DIN 50451 „Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie — Bestimmung von Elementspuren in Flüssigkeiten“ besteht aus:

- Teil 1: Silber (Ag), Gold (Au), Calcium (Ca), Kupfer (Cu), Eisen (Fe), Kalium (K) und Natrium (Na) in Salpetersäure mittels AAS
- Teil 2: Calcium (Ca), Cobalt (Co), Chrom (Cr), Kupfer (Cu), Eisen (Fe), Nickel (Ni) und Zink (Zn) in Flusssäure mittels Plasma-angeregter Emissionsspektrometrie
- Teil 3: Aluminium (Al), Cobalt (Co), Kupfer (Cu), Natrium (Na), Nickel (Ni) und Zink (Zn) in Salpetersäure mittels ICP-MS

Änderungen

Gegenüber DIN 50451-1:1987-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anwendungsbereich erweitert auf verdampfbare Flüssigkeiten, Calcium und Zink;
- b) Abschnitte „Normative Verweisungen“, „Begriffe“ und „Herstellen der Leerwertlösungen“ aufgenommen; normative Verweisungen aktualisiert;

Fortsetzung Seite 2 bis 8

- c) zweites, alternatives Reinigungsverfahren zugelassen; Festlegungen für Pipettenspitzen getroffen;
- d) Festlegungen zur Probenahme geändert;
- e) Parameter zur Vorbehandlung der Proben geändert; Versetzung des Rückstandes zusätzlich mit Salpetersäure festgelegt;
- f) Wellenlängen für die Messung der Lösung empfohlen;
- g) Abschnitt „Kalibrierung“ präzisiert;
- h) Berechnung von Anreicherungs-faktoren zur Ermittlung des Mittelwertes der Leerwerte festgelegt;
- i) Elemente, für die die Präzision des Verfahrens ermittelt wurde, angegeben;
- j) im Prüfbericht anzugebende Parameter ergänzt;
- k) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 50451-2: 1990-10

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Prüfung von Flusssäure auf die für die Halbleitertechnologie wichtigen Metalle Calcium (Ca), Cobalt (Co), Chrom (Cr), Kupfer (Cu), Eisen (Fe), Nickel (Ni) und Zink (Zn) im Spurenbereich fest, wobei als Bestimmungsverfahren die Emissionsspektrometrie mit Plasmaanregung (z. B. ICP (induktiv gekoppeltes Plasma) oder DCP (Gleichstromplasma) eingesetzt wird.

Das Verfahren gilt zur Bestimmung von Elementspuren-Massenanteilen von 1 ng/g bis 1 000 ng/g. Es ist auch auf andere verdampfbare Flüssigkeiten anwendbar für Elemente, deren Wiederfindungsrate zwischen 75 % und 125 % liegt.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 8120-1, *Begriffe im Waagenbau — Gruppeneinteilung — Benennungen und Definitionen von Waagen.*

DIN 32645, *Chemische Analytik — Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze — Ermittlung unter Wiederholbedingungen — Begriffe, Verfahren, Auswertung.*

DIN 51008-2, *Optische Emissionsspektrometrie (OES) — Teil 2: Begriffe für Systeme mit Flammen und Plasmen.*

DIN 51401-1 Beiblatt 1, *Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Teil 1: Begriffe, Erläuterungen.*

DIN EN ISO 8655-2, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 2: Kolbenhubpipetten (ISO 8655-2:2002); Deutsche Fassung EN ISO 8655-2:2002.*

DIN EN ISO 14644-1, *Reinräume und zugehörige Reinraumbereiche — Teil 1: Klassifizierung der Luftreinheit (ISO 14644-1:1999); Deutsche Fassung EN ISO 14644-1:1999.*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gilt der folgende Begriff:

3.1

Reinstwasser

in DIN 50451-2 Wasser, das z. B. durch Vollentsalzung mit anschließender Filtration oder durch Bidestillation hergestellt wird und in dem die Massenanteile der zu bestimmenden Elemente Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Ni und Zn 0,05 ng/g nicht überschreiten

ANMERKUNG Die in den zz. gültigen Dokumenten DIN ISO 3696, VDI 2083 Blatt 1 und ASTM D 5127 festgelegte Qualität von Reinstwasser genügt nicht den in dieser Norm vorgegebenen Anforderungen.

4 Einheit

Die Massenanteile der Elementspuren sind in Nanogramm je Gramm (ng/g) anzugeben.

5 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Das Verfahren wird unter staubgeschützten Bedingungen durchgeführt. Die Teilproben aus der Probe der zu untersuchenden Flüssigkeit werden zur Anreicherung eingedampft, die Rückstände mit einer Mischung von Salpetersäure, Schwefelsäure und Reinstwasser aufgenommen und mittels Plasma-angeregter Emissionsspektrometrie untersucht. Aus dem Verhältnis der Probenmassen und der Massen der zugehörigen Messlösungen nach der Anreicherung ergeben sich die Anreicherungsfaktoren.

6 Reagenzien

6.1 Allgemeines

Es sind nur Reagenzien zu verwenden, deren Massenanteile an den zu bestimmenden Elementen (Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Ni, Zn) 0,5 ng/g nicht überschreiten. Falls die Reinheit der handelsüblichen Chemikalien nicht ausreicht, sind Aufreinigungsverfahren, wie z. B. die Oberflächendestillation (en: subboiling distillation), heranzuziehen.

6.2 Salpetersäure, HNO_3 , mit einem Massenanteil $w(\text{HNO}_3)$ von 65 % bis 70 %.

6.3 Schwefelsäure, H_2SO_4 , $w(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 96 \%$.

6.4 Reinstwasser, nach 3.1.