

Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie
Bestimmung von Elementspuren in Flüssigkeiten
Teil 3: Aluminium (Al), Cobalt (Co), Kupfer (Cu), Natrium (Na),
Nickel (Ni) und Zink (Zn) in Salpetersäure mittels ICP-MS

DIN
50451-3

ICS 29.045

Ersatz für
DIN 50451-3:1994-10

Testing of materials for semiconductor technology — Determination of traces of elements in liquids — Part 3: Aluminium (Al), cobalt (Co), copper (Cu), sodium (Na), nickel (Ni) and zinc (Zn) in nitric acid by ICP-MS

Essai des matériaux pour la technologie des semi-conducteurs — Dosage des éléments en traces dans les liquides — Partie 3: Aluminium (Al), cobalt (Co), cuivre (Cu), sodium (Na), nickel (Ni) et zinc (Zn) dans l'acide nitrique par ICP-MS

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 der DIN 50451-3:1994-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anwendungsbereich von „20 ng/g auf 50 ng/g“ erweitert;
- b) Abschnitte „Normative Verweisungen“ und „Begriffe“ zusätzlich aufgenommen;
- c) Indiumnitrat als möglicher interner Standard gestrichen;

Fortsetzung Seite 2 bis 7

- d) Reinigungsverfahren für Gefäße und Pipettenspitzen erweitert und präzisiert;
- e) im Abschnitt „Probenahme“ Blindwert und Nachweisgrenze durch Bestimmungsgrenze als analytisches Kriterium ersetzt;
- f) Herstellung von Leerwertlösungen zusätzlich aufgenommen und Berechnungsgrundlagen spezifiziert;
- g) Abschnitt „Auswertung“ umbenannt in „Berechnung und Angabe der Ergebnisse“ und ergänzt um die Berechnung des Anreicherungsfaktors;
- h) Angaben im Abschnitt „Prüfbericht“ den getroffenen Festlegungen angepasst;
- i) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 50451-3: 1994-10

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Prüfung von Salpetersäure auf die für die Halbleitertechnologie wichtigen Metalle Aluminium (Al), Cobalt (Co), Kupfer (Cu), Natrium (Na), Nickel (Ni) und Zink (Zn) in Salpetersäure im Spurenbereich fest, wobei als Bestimmungsverfahren die Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma als Ionenquelle (ICP-MS) eingesetzt wird.

Das Verfahren gilt für Metallspuren-Massenanteile von 0,1 ng/g bis 50 ng/g. Es ist auch auf andere verdampfbare Flüssigkeiten anwendbar für Elemente, deren Wiederfindungsrate zwischen 75 % und 125 % liegt.

Die Bestimmung von Nickel ist erst oberhalb eines Massenanteiles von 0,5 ng/g möglich, wenn Nickelblenden verwendet werden.

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 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 50451-3 Wasser, das z. B. durch Vollentsalzung mit anschließender Filtration oder durch Bidestillation hergestellt wird und in dem die Massenanteile der zu bestimmenden Elemente Al, Co, Cu, Na, Ni und Zn in Salpetersäure mittels ICP-MS 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 Salpetersäure (mit einer Volumenkonzentration von etwa 5 %) und Reinstwasser aufgenommen und unter Verwendung eines inneren Standards mittels Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma als Ionenquelle vermessen. Aus dem Verhältnis der Teilprobenmassen und der Massen der zugehörigen Messlösungen nach der Anreicherung ergeben sich die Anreicherungsfaktoren. Bei Messwerten > 1 ng/g und für den Fall, dass reineres Wasser, als in 3.1 definiert, zur Verfügung steht (Massenanteile der zu bestimmenden Elemente $< 0,01$ ng/g), wird alternativ die Probenvorbereitung durch Verdünnen der Probe auf eine Salpetersäure-Volumenkonzentration von etwa 5 % zugelassen.

6 Reagenzien

6.1 Allgemeines

Es sind nur Reagenzien zu verwenden, deren Massenanteile an den zu bestimmenden Elementen (Al, Co, Cu, Na, Ni, Zn) 0,1 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 Interner Standard, Lanthannitrat-Lösung mit einem Massenanteil an Lanthan $w(\text{La}) = 0,0005$ % oder Rhodiumnitrat-Lösung mit einem Massenanteil an Rhodium $w(\text{Rh}) = 0,0005$ %.

6.4 Reinstwasser, nach 3.1.

7 Geräte und Reinigung

7.1 Geräte

7.1.1 Massenspektrometer, mit induktiv gekoppeltem Plasma als Ionenquelle (ICP-MS), mit einer für den Anwendungsbereich dieser Norm ausreichenden Reinheit von Zerstäubersystem, Plasmafackel, Blenden und automatischer Probendosierung.