

DIN 50451-4

ICS 29.045

**Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie –
Bestimmung von Elementspuren in Flüssigkeiten –
Teil 4: Bestimmung von 34 Elementen in hochreinem Wasser durch
Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)**

Testing of materials for semiconductor technology –

Determination of trace elements in liquids –

Part 4: Determination of 34 elements in ultra pure water by mass spectrometry with
inductively coupled plasma (ICP-MS)

Essais des matériaux pour la technologie des semi-conducteurs –

Détermination des éléments en traces dans les liquides –

Partie 4: Détermination de 34 éléments dans l'eau de grande pureté par spectrométrie de
masse avec plasma à couplage inductif

Gesamtumfang 13 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	4
4 Einheiten	4
5 Kurzbeschreibung des Verfahrens	4
6 Reagenzien	4
7 Geräte und Reinigung	5
8 Probenahme	5
9 Vorbehandlung der Proben	6
10 Durchführung	6
11 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	7
12 Präzision und Richtigkeit des Verfahrens und der Prüfergebnisse	7
13 Prüfbericht	8
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche	9
Literaturhinweise	13
 Tabellen	
Tabelle A.1 — Präzision und Richtigkeit der an einer mit 20 ng/kg dotierten Wasserprobe nach Probenanreicherung ermittelten Daten	9
Tabelle A.2 — Präzision und Richtigkeit der an einer mit 20 ng/kg dotierten Wasserprobe ermittelten Daten bei Direktmessung ohne Probenanreicherung	11

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss NA 062-02-21 AA „Prüfung von Prozesschemikalien für die Halbleitertechnologie“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Eine entsprechende Norm der American Society for Testing and Materials (ASTM) existiert für diesen Anwendungsbereich zurzeit 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
- Teil 4: Bestimmung von 34 Elementen in hochreinem Wasser durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Massenanteile der Elemente Ag (Silber), Al (Aluminium), As (Arsen), B (Bor), Ba (Barium), Be (Beryllium), Bi (Bismut), Ca (Calcium), Cd (Cadmium), Co (Cobalt), Cr (Chrom), Cu (Kupfer), Fe (Eisen), Ga (Gallium), Ge (Germanium), In (Indium), K (Kalium), Li (Lithium), Mg (Magnesium), Mn (Mangan), Mo (Molybdän), Na (Natrium), Ni (Nickel), Pb (Blei), Pd (Palladium), Pt (Platin), Sb (Antimon), Sn (Zinn), Sr (Strontium), Ti (Titan), Tl (Thallium), V (Vanadium), Zn (Zink) und Zr (Zirkonium) im extremen Spurenbereich in Reinstwasser fest, wobei als Bestimmungsverfahren die Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) eingesetzt wird.

ANMERKUNG Bei Bor gibt es sehr häufig erhöhte Null- und Blindwerte aus Gerätschaften und Laborumfeld, die die Bestimmung im hier beschriebenen Arbeitsbereich schwierig machen.

Das Verfahren gilt für Elementspuren-Massenanteile von 10 ng/kg bis 1 000 ng/kg.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

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

DIN EN ISO 8655-2, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 2: Kolbenhubpipetten*

DIN EN ISO 14644-1, *Reinräume und zugehörige Reinraumbereiche — Teil 1: Klassifizierung der Luftreinheit*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Nullwertlösung

angesäuertes Wasser, in dem die Massenanteile der zu bestimmenden Elemente, dividiert durch den Anreicherungsfaktor, jeweils 1 ng/kg nicht überschreiten und das die gleichen Säureanteile wie die Bezugslösungen und die Messlösungen enthält

3.2

Ausgangslösung für die Blindwertbestimmung

Wasser wie unter 3.1, aber nicht angesäuert

4 Einheiten

Die Massenanteile der Elementspuren werden in Nanogramm je Kilogramm (ng/kg) angegeben.

5 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Teilproben aus der zu analysierenden Reinstwasserprobe werden nach Zugabe einer kleinen Menge von Salpetersäure zur Anreicherung eingedampft. Ebenso wird mit Teilproben der Ausgangslösung für die Blindwertbestimmung verfahren. Dieser Verfahrensschritt wird unter staubgeschützten Bedingungen in einer „Reinen Werkbank“ durchgeführt. Die Rückstände werden gegebenenfalls mit Nullwertlösung auf das vorgesehene Messvolumen aufgefüllt. Mittels Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma werden die Konzentrationen der Elementspuren in den angereicherten Teilproben bestimmt. Aus dem Verhältnis der Teilprobenmassen und der Massen der zugehörigen Messlösungen nach der Anreicherung ergeben sich die Anreicherungsfaktoren, die zur Endauswertung hinzugezogen werden. Die Auswertung erfolgt unter Einbeziehung einer Blindwertberichtigung.

ANMERKUNG 1 Der normgerechte Begriff Blindwertberichtigung ist auch unter dem Begriff Blindwertkorrektur bekannt.

ANMERKUNG 2 Viele Elemente können ohne Anreicherung mittels Direktmessung bestimmt werden, wenn mit den Analysengeräten und dem Laborumfeld Bestimmungsgrenzen kleiner 1 ng/kg realisiert werden. Auch in diesem Falle werden die Proben angesäuert.

6 Reagenzien

6.1 Salpetersäure, mit einem Massenanteil $w(\text{HNO}_3) \approx 65\%$, wobei die Massenanteile der einzelnen zu bestimmenden Elementspuren möglichst 10 ng/kg nicht überschreiten.

Zur Erreichung des unteren Anwendungsbereiches sind im Fall der Überschreitung von 10 ng/kg der zu bestimmenden Elementspuren in der Salpetersäure besonders sorgfältige Blindwertberichtigungen durchzuführen. Keinesfalls darf der Massenanteil der zu bestimmenden Elementspuren in der Salpetersäure 100 ng/kg überschreiten.

6.2 Nullwertlösung, nach 3.1.

6.3 Bezugslösungen, säureangepasste Bezugslösungen der in diesem Dokument angegebenen Elemente mit ausreichender Genauigkeit der Konzentrationsangaben. Bei der Herstellung der Bezugslösungen ist darauf zu achten, dass die Chloridionen aus den Stammlösungen bestimmter Elemente nicht zu Störungen bei der Bestimmung von, zum Beispiel, Arsen, Chrom, Gallium, Germanium, Vanadium führen. Bei der Herstellung dürfen die Elemente nur entsprechend ihrer gegenseitigen chemischen Verträglichkeit zu geeigneten Multielement-Bezugslösungen zusammengefasst werden. Wenn gerätebedingt