

DIN 50451-6



ICS 29.045

**Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie –
Bestimmung von Elementspuren in Flüssigkeiten –
Teil 6: Bestimmung von 36 Elementen in hochreiner
Ammoniumfluorid-Lösung (NH₄F) und Ätzmischungen aus hochreiner
Ammoniumfluorid-Lösung mit Flusssäure**

Testing of materials for semiconductor technology –
Determination of traces of elements in liquids –
Part 6: Determination of 36 elements in a high-purity ammonium fluoride solution (NH₄F)
and in etching mixtures of high-purity ammonium fluoride solution containing hydrofluoric
acid

Essai des matériaux pour la technologie des semi-conducteurs –
Détermination des traces des éléments dans les liquides –
Partie 6: Détermination de 36 éléments dans une solution de fluorure d'ammonium de haute
pureté (NH₄F) et dans des solutions caustiques de fluorure d'ammonium de haute pureté
contenant de l'acide fluorhydrique

Gesamtumfang 14 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Einheiten	5
5 Kurzbeschreibung	5
6 Reagenzien	5
7 Geräte und Reinigung	5
7.1 Geräte	5
7.2 Reinigungsverfahren für Gefäße und Pipettenspitzen	6
8 Probenahme	6
9 Vorbehandlung der Proben	6
10 Durchführung	6
10.1 Allgemeines	6
10.2 Messung	7
10.3 Kalibrierung	7
11 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	7
12 Präzision und Richtigkeit des Verfahrens und der Prüfergebnisse	7
13 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche	10
Literaturhinweise	14

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-02-21 AA „Prüfung von Prozessmaterialien für die Halbleitertechnologie“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN [und/oder DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

Ein Standard zur Spezifizierung von Ammoniumfluorid der Semiconductor Equipment and Materials International (SEMI) ist SEMI C20-1101 „Specification and Guide for Ammonium Fluoride 40 %“.

DIN 50451, *Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie — Bestimmung von Elementspuren in Flüssigkeiten*, besteht aus folgenden Teilen:

- 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: Bestimmung von 31 Elementen in hochreiner Salpetersäure mittels ICP-MS
- Teil 4: Bestimmung von 34 Elementen in hochreinem Wasser durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)
- Teil 5: Leitlinie zur Auswahl von Werkstoffen und Prüfung ihrer Eignung für Geräte zur Probenahme und Probenvorbereitung für die Elementspuren-Bestimmung im Bereich von Mikrogramm je Kilogramm und Nanogramm je Kilogramm
- Teil 6: Bestimmung von 36 Elementen in hochreiner Ammoniumfluorid-Lösung (NH_4F) und Ätzmischungen aus hochreiner Ammoniumfluorid-Lösung mit Flusssäure

Teil 3 erscheint ebenfalls im November 2014 als Norm.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt Verfahren zur Bestimmung der Elemente Ag, Al, As, Au, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Ge, In, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Pb, Pt, Rb, Sb, Sn, Sr, Ti, Tl, V, W, Zn und Zr in Ammoniumfluorid-Lösung (NH₄F) und Ätzmischungen aus hochreiner Ammoniumfluorid-Lösung mit Flusssäure im Spurenbereich fest, wobei als Bestimmungsmethode die Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) eingesetzt wird.

Die Verfahren gelten für Elementspuren-Massenanteile von 100 ng/kg bis 10 000 ng/kg, je nach Anreicherung der Analyten.

Das Verfahren ohne Probenanreicherung ist anwendbar für: Ag, Al, Ba, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Ge, In, K, Li, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Sn, Sr, Ti, V und Zr. Für Na, Pt, Tl liegt nur ein Datensatz vor.

Das Verfahren mit Probenanreicherung ist anwendbar für: Ag, Al, Au, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, In, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Pb, Pt, Rb, Sn, Sr, Ti, Tl, V, W, Zn und Zr. Für As liegt nur ein Datensatz vor.

ANMERKUNG Diese Norm kann auch für weitere Elemente angewendet werden, sofern die für diese Elemente ermittelten statistischen Verfahrenskennzahlen den Anforderungen aus Abschnitt 12 entsprechen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 unter Wiederholbedingungen — Begriffe, Verfahren, Auswertung*

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

DIN EN ISO 17294-2, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen*

DIN EN ISO 14644-1:1999-07, *Reinräume und zugehörige Reinraumbereiche — Teil 1: Klassifizierung der Luftreinheit*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Reinstwasser

Wasser, das z. B. durch Vollentsalzung mit anschließender Filtration oder durch Bidestillation aufgereinigt wird

3.2

Nullwertlösung

Lösung, die zur Einstellung des Nullwertes dient

3.3

Blindwertprobe

Probe, die zur Einstellung des Blindwertes dient

3.4

Bezugslösung

Lösung, die zum Kalibrieren verwendet wird

4 Einheiten

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

5 Kurzbeschreibung

Die Verfahren werden unter staubgeschützten Bedingungen nach DIN EN ISO 14644-1:1999-07, mindestens ISO-Klasse 5, Reinraumklasse „Reine Werkbank“ durchgeführt. Teilproben aus der Ammoniumfluorid-Lösung (NH_4F) bzw. Ätzmischung aus hochreiner Ammoniumfluorid-Lösung mit Flusssäure werden zur Anreicherung eingedampft, die Rückstände werden mit einer Mischung aus hochreiner HNO_3 und HCl im Volumenverhältnis von 4:1 und mit Nullwertlösung auf das vorgesehene Messvolumen aufgefüllt und mittels Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma gemessen. Aus dem Verhältnis der Teilprobenmassen und der Massen der zugehörigen Messlösungen nach der Anreicherung ergeben sich die Anreicherungsfaktoren. Für eine Direktmessung werden die Teilproben in einem Masseverhältnis 1:10 mit der Nullwertlösung verdünnt.

6 Reagenzien

6.1 Salpetersäure, mit einem Massenanteil $w(\text{HNO}_3) \approx 65 \%$, wobei die Massenanteile der einzelnen zu bestimmenden Elementspuren einen Wert von 100 ng/kg nicht überschreiten dürfen.

6.2 Salzsäure, mit einem Massenanteil $w(\text{HCl}) \approx 37 \%$, wobei die Massenanteile der einzelnen zu bestimmenden Elementspuren einen Wert von 100 ng/kg nicht überschreiten dürfen.

6.3 Reinstwasser, in dem die zu bestimmenden Massenanteile einen Wert von 10 ng/kg nicht überschreiten.

6.4 Nullwertlösung, im Rahmen dieser Norm ist Reinstwasser gemeint, das mit Salpetersäure (6.1) so angesäuert wurde, dass sich ein Volumenanteil von 1 % Salpetersäure ergibt.

6.5 Bezugslösung, im Rahmen dieser Norm ist damit eine Nullwertlösung gemeint, die zusätzlich die Analyte mit bekannter Konzentration mit ausreichender Genauigkeit enthält.

7 Geräte und Reinigung

7.1 Geräte

7.1.1 Massenspektrometer, mit induktiv gekoppeltem Plasma als Ionenquelle (ICP-MS), mit einem für den Anwendungsbereich ausreichenden Nachweisvermögen.

7.1.2 Gefäße, (Becher/Schalen) mit einem der Probenmenge angepassten Volumen, bestehend aus einem Werkstoff nach DIN EN ISO 17294-2.

7.1.3 Präzisionswaage

7.1.4 Messkolben, für volumetrisch hergestellte Bezugslösungen, bestehend aus einem Werkstoff wie z. B. in DIN EN ISO 17294-2 angegeben; vorzugsweise aus Perfluoralkoxy-Polymer (PFA).

7.1.5 Kolbenhubpipetten, Nennvolumen zwischen 10 μl und 1 000 μl , nach DIN EN ISO 8655-2.

7.1.6 Einrichtung zum staubgeschützten Abdampfen von Flüssigkeiten, nach DIN EN ISO 14644-1:1999-07 mindestens ISO-Klasse 5, vorzugsweise Reinraumklasse „Reine Werkbank“.