

Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie
Verfahren zur Charakterisierung von
Umhüllungspreßmassen für elektronische Bauelemente
 Teil 3: Bestimmung von kationischen Verunreinigungen

DIN
50456-3

ICS 29.045

Testing of materials for semiconductor technology — Method for the characterisation of moulding compounds for electronic components — Part 3: Determination of cationic impurities

Essai des matériaux pour la technologie des semiconducteurs — Méthode de caractérisation des plastiques composites des composants électroniques — Partie 3: Détermination du dosage des polluants cationiques

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.

DIN 50456 „Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie — Verfahren zur Charakterisierung von Umhüllungspreßmassen für elektronische Bauelemente“ besteht aus:

- Teil 1: Bestimmung des thermomechanischen Ausdehnungsverhaltens von Epoxidharz-Preßmassen
- Teil 2: Bestimmung ionischer Verunreinigungen mittels Druckextraktions-Verfahren
- Teil 3: Bestimmung von kationischen Verunreinigungen mittels Druckextraktion

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Na, K und Ca in wärmehärtenden Umhüllungsmassen für elektronische Bauelemente mittels Analyse eines wäßrigen Extraktes aus der Preßmasse nach dem in DIN 50456-2 festgelegten Druckextraktionsverfahren (analog dem sogenannten Pressure Cooker Test für kunststoffumhüllte Halbleiterelemente) fest. Dieses Verfahren ist, je nach Nachweisvermögen des verwendeten Spektrometers, anwendbar auf Epoxidharz-Preßmassen in Granulatform mit extrahierbaren Kationenkonzentrationen $\geq 0,05 \mu\text{g/g}$

Die Anwendbarkeit auf Preßmassen anderer Anlieferungsform oder anderer chemischer Zusammensetzung, sowie auf Epoxidharze, die keine Preßmassen sind, ist prinzipiell möglich, muß jedoch von Fall zu Fall geprüft werden.

beitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 8120-1

Begriffe im Waagenbau — Gruppeneinteilung — Benennungen und Definitionen von Waagen

DIN 50451-1

Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie — Bestimmung von Metallspuren in Flüssigkeiten — Silber (Ag), Gold (Au) und Kupfer (Cu) in Salpetersäure mittels AAS

DIN 50456-2

Verfahren zur Charakterisierung von Umhüllungsmassen für elektronische Bauelemente — Teil 2: Bestimmung ionischer Verunreinigungen in Epoxid-Preßmassen mittels Druckextraktionsverfahren

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 Überar-

3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Norm gilt die folgende Definition:

3.1

Reinstwasser

nach DIN 50456-2

Fortsetzung Seite 2

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

4 Einheit

Die Konzentration der Kationen ist in Mikrogramm je Gramm ($\mu\text{g/g}$) Preßmasse anzugeben.

5 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die zu untersuchende Epoxid-Preßmasse liegt in einer Granulatgröße von 1 mm bis 2 mm vor. Die Aushärtung erfolgt auf einer chemikalien- und temperaturbeständigen Folie. Das Granulat wird mit Reinstwasser unter definierten Bedingungen extrahiert und der Extrakt mittels eines geeigneten Atomspektrometers analysiert.

6 Geräte und Hilfsmittel

- Siebe mit Maschenweite von 1 mm und 2 mm;
- Aluminium- oder Polytetrafluorethylen (PTFE)-Folie;
- bis 200 °C regelbarer Wärmeschrank nach DIN 12880-1;
- Präzisionswaage mit Wägebereich 1 g bis 500 g und einem Skalenteilungswert von 10 mg nach DIN 8120-1;
- Meßzylinder, Nennvolumen 100 ml;
- Druckextraktionsgerät mit PTFE-Einsatz 250 ml und Heizblock mit elektronischer Temperaturregelung;
- Polyethylen- oder Perfluoralkoxy (PFA)-Flaschen, Nennvolumen 100 ml;
- geeignetes Atomspektrometer, z. B. Atomemissionspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES).

Alle Geräte, die mit der Preßmasse und dem Extrakt in Berührung kommen, müssen sorgfältig gereinigt und mit Reinstwasser (3.1) gespült werden.

7 Vorbereitung

7.1 Vorbehandlung des Granulates

Etwa 20 g gesiebtes Granulat (Korndurchmesser 1 mm bis 2 mm) je Bestimmung werden auf der Folie verteilt und im Wärmeschrank ausgehärtet. Beim Aushärtungsvorgang dürfen sich die Granulatkörner nicht berühren. Die Härtungsparameter richten sich nach den Angaben im Preßmassendatenblatt des Lieferanten.

7.2 Extraktionsbedingungen

Wasserdampfdruck: $(2,0 \pm 0,1)$ bar

Extraktionszeit: 48 h

Extraktionstemperatur: (121 ± 2) °C

Die Apparatur darf erst nach dem Erkalten geöffnet werden!

7.3 Reinigung der Aufschlußeinsätze

Die PTFE-Einsätze werden mit jeweils 100 ml Reinstwasser unter Extraktionsbedingungen so oft gereinigt, bis die erhaltenen Blindwertlösungen Massenanteile von höchstens 5 ng/g an den zu bestimmenden Kationen erreicht haben.

8 Durchführung

10 g der nach 7.1 vorbereiteten Granulatprobe werden in den PTFE-Einsatz eingewogen und 100 ml Reinstwasser (3.1) hinzugefügt. Nach Einbau des PTFE-Einsatzes in den Druckbehälter des Aufschlußgerätes und Verschluss des Druckbehälters wird dieser in den auf 121 °C vorgeheizten Heizblock gestellt und entsprechend der Extraktionsbedingungen dort belassen.

Nach dem Abkühlen wird die Probe dekantiert oder gegebenenfalls über ein Filtriersystem (z. B. Spritze mit Membranfilter, kationenfrei gewaschenes Papierfilter) in eine 100-ml-Flasche filtriert.

Von jeder Granulatprobe werden 2 Extraktionen vorgenommen und die Konzentrationen an Ca, K und Na, z. B. mittels ICP-OES, bestimmt.

ANMERKUNG: Für die Endbestimmung mittels ICP-OES ist es ratsam, als Orientierungshilfe DIN 38406 heranzuziehen.

Als Kalibrierverfahren wird das Standard-Additionsverfahren angewendet.

9 Präzision des Verfahrens

In einem Vergleichversuch zweier Laboratorien waren die Variationskoeffizienten bei einer Konzentration von 0,2 $\mu\text{g/g}$ Na und 0,5 $\mu\text{g/g}$ Ca kleiner als 30 %, bei 0,5 $\mu\text{g/g}$ Na und 3 $\mu\text{g/g}$ Ca kleiner als 15 % bzw. 7 %.

K lag in einer Konzentration unterhalb der Bestimmungsgrenze vor und konnte deshalb nicht überprüft werden.

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß die folgenden Angaben enthalten:

- a) Hinweis auf diese Norm;
- b) benutzte Geräte und deren Hersteller;
- c) eingesetzter Probenwerkstoff;
- d) Präparationsparameter vor der Druckextraktion;
- e) Härtungsparameter der Preßmasse;
- f) Blindwerte der Reinstwasser-Extraktion des PTFE-Einsatzes in Nanogramm je Gramm (ng/g);
- g) Mittelwerte der durchgeführten Analysen in Mikrogramm je Gramm ($\mu\text{g/g}$);
- h) besondere Beobachtungen, gegebenenfalls Abweichungen von dieser Norm;
- i) Prüfer, Prüfort, Prüfdatum.

Anhang A (informativ)

Literaturhinweise

DIN 38406-22

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Kationen (Gruppe E) — Bestimmung der 33 Elemente Ag, Al, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, S, Sb, Se, Si, Sn, Sr, Ti, V, W, Zn und Zr durch Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) (E 22)