

DIN 51456**DIN**

ICS 31.200

**Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie –
Oberflächenanalyse von Silicium-Halbleiterscheiben (Wafer) durch
Multielementbestimmung in wässrigen Analysenlösungen mittels
Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)**

Testing of materials for semiconductor technology –

Surface analysis of silicon wafers by multielement determination in aqueous analysis solutions using mass spectrometry with inductively coupled plasma (ICP-MS)

Essai de matériaux pour la technologie des semi-conducteurs –

Analyse de surface de tranches de silicium par détermination multiéléments en solutions aqueuses en utilisant la spectrométrie de masse à plasma inductif (ICP-MS)

Gesamtumfang 15 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Begriffe	4
3 Einheiten	4
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte	5
7 Reinigung der Geräte	5
8 Durchführung	6
8.1 Allgemeines	6
8.2 Probenvorbereitung durch VPD	6
8.2.1 Zersetzung der Oberflächenschicht der Scheibe mit Fluorwasserstoff	6
8.2.2 Abtasten der hydrophoben Siliciooberfläche	6
8.3 Messung	6
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	7
10 Richtigkeit und Präzision des Verfahrens	7
10.1 Richtigkeit	7
10.2 Präzision	7
11 Prüfbericht	8
Anhang A (informativ) Mögliche Verfahrensweise beim Abtasten der Siliciumscheiben-Oberfläche	9
Anhang B (informativ) Ergebnisse des Ringversuches	10
B.1 Allgemeines	10
B.2 Richtigkeit des Verfahrens	10
B.3 Präzision des Verfahrens	13
B.4 Nachweisgrenzen für das Verfahrens	13
Literaturhinweise	15

Vorwort

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

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Massenanteile der Elemente Al (Aluminium), As (Arsen), Ba (Barium), Be (Beryllium), Ca (Calcium), Cd (Cadmium), Co (Kobalt), Cr (Chrom), Cu (Kupfer), Fe (Eisen), In (Indium), K (Kalium), Li (Lithium), Mg (Magnesium), Mn (Mangan), Mo (Molybdän), Na (Natrium), Ni (Nickel), Pb (Blei), Sb (Antimon), Sr (Strontium), Ti (Titan), V (Vanadium), Zn (Zink) und Zr (Zirkonium) im Spurenbereich auf einer Siliciumscheiben-Oberfläche fest, wobei als Bestimmungsverfahren die Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) eingesetzt wird.

Das Verfahren gilt für Elementspuren-Massenanteile von 10 ng/kg bis 10 000 ng/kg in der Scanlösung.

Diese Norm gilt nur für Siliciumscheiben, die eine durch Fluorwasserstoff zersetzbare Schicht auf ihrer Oberfläche aufweisen.

ANMERKUNG Diese Norm kann auch für weitere Elemente angewendet werden, sofern die für diese Elemente ermittelten statistischen Verfahrenskennzahlen den Anforderungen aus Abschnitt 11 entsprechen.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1

Dampfphasenzersetzung

VPD

(en: vapour phase decomposition)

Verfahren zur Gasphasenzersetzung von Oberflächenschichten auf Siliciumscheiben mittels Fluorwasserstoff

2.2

Tröpfchen-Extraktion

DSE

(en: droplet scanning extraction)

Extraktion der Oberfläche einer Siliciumscheibe mit einem Flüssigkeitstropfen der Scanlösung

2.3

ICP-MS

Massenspektrometer mit einem induktiv gekoppelten Plasma als Ionenquelle

2.4

Scanlösung

Lösung, mit der die Spurenelemente von einer hydrophoben Siliciumscheiben-Oberfläche (nach VPD-Vorbehandlung) extrahiert werden

2.5

Oxidschicht

Schicht aus Siliciumoxid auf der Oberfläche von Siliciumscheiben, die entweder durch Luftsauerstoff entsteht (natürliches Oxid) oder durch einen Prozess — beispielsweise thermisch oder mittels chemical vapour deposition (CVD) — erzeugt wird (Prozessoxid)

3 Einheiten

Das Messergebnis wird als Massenanteil des jeweiligen Spurenelementes in der Messlösung in Nanogramm je Kilogramm (ng/kg) bzw. Nanogramm je Liter (siehe Abschnitt 9) angegeben und umgerechnet in Anzahl der Atome je Quadratzentimeter Scheibenoberfläche, (cm^{-2}).

ANMERKUNG Die Verwendung der SI-fremden Einheit cm^{-2} ist in diesem Zusammenhang allgemein gebräuchlich und wird hier beibehalten, da sie einen praktikablen Zahlenwert liefert.

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die zu analysierende Schicht auf der Oberfläche der Siliciumscheibe wird mittels Fluorwasserstoff zersetzt. Danach werden von der hydrophoben Scheibenoberfläche die verbliebenen Reaktionsprodukte (H_2O , Analyten, SiF_6^{2-}) durch Abtasten der Scheibenoberfläche mit einem Tropfen der Scanlösung eingesammelt. Die so erhaltene Probenlösung wird mit einer Pipette von der Scheibenoberfläche aufgenommen und in ein Probengefäß übergeführt. Diese Probenlösung wird, ggf. nach Verdünnung mit der Scanlösung, an einem kalibrierten ICP-MS gemessen.

5 Reagenzien

5.1 Salpetersäure, HNO_3 , $w(\text{HNO}_3) \approx 65\%$ und Massenanteilen der zu bestimmenden Elementspuren $\leq 100\text{ ng/kg}$.

5.2 Flusssäure, HF , $w(\text{HF}) \approx 49\%$ und Massenanteilen der zu bestimmenden Elementspuren $\leq 100\text{ ng/kg}$.

5.3 Wasserstoffperoxidlösung, H_2O_2 , $w(\text{H}_2\text{O}_2) \approx 31\%$ und Massenanteilen der zu bestimmenden Elementspuren $\leq 100\text{ ng/kg}$.

5.4 Reinstwasser mit Massenanteilen der zu bestimmenden Elementspuren $\leq 50\text{ ng/kg}$.

5.5 Scanlösung, Mischung aus Flusssäure (6.2), Wasserstoffperoxidlösung (6.3) und Reinstwasser (6.4) im Massenverhältnis von 1:30:69 oder Lösung anderer Zusammensetzung, sofern bei deren Verwendung die statistischen Verfahrenskennzahlen den Anforderungen aus Abschnitt 11 entsprechen.

5.6 Bezugslösungen, säureangepasste Kalibrierlösungen.

5.7 Multielement-Standardlösung, säureangepasste Lösung mit den zu bestimmenden Elementen in einer Konzentration von 500 ng/kg .

6 Geräte

6.1 ICP-MS, mit einem für den Anwendungsbereich ausreichenden Nachweisvermögen sowie der technischen Ausstattung zur Auflösung bzw. Reduktion von Masseninterferenzen.

6.2 Gefäße, Becher, Schalen, mit einem der Probenmenge angepassten Volumen, vorzugsweise aus Perfluoralkoxy-Copolymer (PFA).

6.3 Präzisionswaage

6.4 Messkolben für volumetrisch hergestellte Bezugslösungen, vorzugsweise aus PFA.

6.5 Kolbenhubpipetten, Nennvolumen zwischen $10\text{ }\mu\text{l}$ und $1\,000\text{ }\mu\text{l}$.

6.6 Vakuumpinzette

6.7 VPD-Ätzkammer, chemisch inert, mit entsprechender Reinheit, und einer gesättigten Fluorwasserstoff-Atmosphäre.

6.8 Einrichtung zum Abtasten der Scheibenoberfläche, sofern zutreffend.

7 Reinigung der Geräte

Gefäße und probenberührende Geräteteile müssen vor der Analyse nach den folgenden Optionen a) oder b) gereinigt werden. Pipettenspitzen sind vor der Benutzung nach a) zu reinigen.