

ICS 29.045

Prüfung von Materialien für die Halbleitertechnologie – Bestimmung von Anionen in schwachen Säuren

Testing of materials for semiconductor technology –
Determination of anions in weak acids

Essai des matériaux pour la technologie des semi-conducteurs –
Détermination d'anions dans acides faibles

Zur Erstellung einer DIN SPEC können verschiedene Verfahrensweisen herangezogen werden:
Das vorliegende Dokument wurde nach den Verfahrensregeln eines Fachberichts erstellt.

Gesamtumfang 11 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Verweisungen	4
3 Einheiten	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	4
5.5 Kalibrierlösung	5
5.1.1 Herstellung der Kalibrierlösung	5
5.1.2 Kalibrierlösungen für die Standardaddition	5
6 Geräte	5
7 Probenvorbereitung	6
8 Durchführung	6
8.1 Allgemeines	6
8.2 Ermittlung der Schaltzeitpunkte	6
8.3 Kalibrierung	6
8.4 Messung	7
9 Störungen	7
10 Auswertung	7
Anhang A (informativ) Beispielchromatogramme und Flussschaltbilder	8
Literaturhinweise	11

Vorwort

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

Zur Erstellung einer DIN SPEC können verschiedene Verfahrensweisen herangezogen werden:

Das vorliegende Dokument wurde nach den Verfahrensregeln eines Fachberichtes erstellt.

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

1 Anwendungsbereich

Dieser Fachbericht legt ein Verfahren zur Bestimmung der Anionen Chlorid, Sulfat, Nitrat und Phosphat in Flusssäure, Ammoniumfluorid-Lösung und deren Gemische sowie in Essigsäure im Bereich von 10 ng/g bis 1 000 ng/g fest.

Der Arbeitsbereich ist durch die Kapazität der Anreicherungssäulen und durch die der Trennsäule begrenzt. Eine Probenverdünnung in den Arbeitsbereich kann erforderlich sein.

Nach vorheriger Prüfung kann das Verfahren auch auf die Matrices Ameisensäure, Glycolsäure, und andere schwache Säuren angewendet werden.

2 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 EN ISO 10304-1, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von gelösten Anionen mittels Flüssigkeits-Ionenchromatographie — Teil 1: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Fluorid, Nitrat, Nitrit, Phosphat und Sulfat*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

3 Einheiten

Die Massenanteile der Anionen werden in Nanogramm je Gramm (ng/g) angegeben.

4 Kurzbeschreibung

Durch die Anwendung der Ionenausschlusschromatographie werden in einem ersten Schritt Anionen schwacher Säuren von den zu bestimmenden Anionen abgetrennt. Im zweiten Schritt werden die Anionen starker Säuren auf einer Anreicherungssäule, basierend auf einem Anionenaustauscher, angereichert. Im dritten Schritt werden sie eluiert, an einer analytischen Anionenaustauschersäule getrennt und über Leitfähigkeitsdetektion oder mit einem anderen geeigneten Detektionsprinzip bestimmt.

ANMERKUNG Als Eluent für Schritt 1 wird üblicherweise Wasser verwendet. Als Eluent für Schritt 3 kommen alle gängigen Eluenten für die Anionenchromatographie in Frage. Weitere geeignete Detektionsprinzipien sind z. B. UV/VIS, Massenspektrometrie (MS), Amperometrie.

5 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien von mindestens analytischer Reinheit zu verwenden.

5.1 Wasser mit einem spezifischen elektrischen Widerstand von mindestens $18,2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ und einem maximalen Massenanteil der zu bestimmenden Anionen von einem zehnten Teil der unteren Grenze des Anwendungsbereiches. Dies entspricht einer höheren Reinheit für Wasser nach DIN ISO 3696, Qualität 1. Für die Eluentenherstellung ist das Wasser vor dem Einsatz zu entgasen. Erneute Aufnahme von Kohlenstoffdioxid muss durch geeignete Maßnahmen während der Handhabung vermieden werden, z. B. durch Helium-Überlagerung.