

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

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-06-17 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Spezifikation von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

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

Gesamtumfang 11 Seiten

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Einheiten	4
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens	4
5 Reagenzien	4
5.5 Kalibrierlösung	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 erarbeitet.

Zur Erstellung einer DIN SPEC können verschiedene Verfahrensweisen herangezogen werden:

Das vorliegende Dokument wurde nach den Verfahrensregeln eines Fachberichtes erstellt.

Erfahrungen mit dieser DIN SPEC sind erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an nmp@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter <http://www.din.de/stellungnahme> abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

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 1000 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 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 32645:2008-11, *Chemische Analytik — Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze — Ermittlung unter Wiederholbedingungen — Begriffe, Verfahren, Auswertung*

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 des Verfahrens

Durch die Anwendung der Ionenausschlusschromatographie (ICE) 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, für die Eluentenherstellung vor dem Einsatz entgast. Erneute Aufnahme von Kohlenstoffdioxid muss durch geeignete Maßnahmen während der Handhabung vermieden werden, z. B. durch Helium-Überlagerung.