

平成２２年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「シリコンウエハーの固定砥粒ワイヤーソー切断油の開発」

研究開発成果等報告書

平成２３年　９月

委託者　経済産業省　近畿経済産業局

委託先　財団法人奈良県中小企業支援センター

## 目 次

|                                                                                   |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------|----|
| 第1章 研究開発の概要                                                                       | 1  |
| 1-1. 研究開発の背景・研究目的及び目標                                                             | 1  |
| 1-1-1. 研究開発の背景                                                                    | 1  |
| 1-1-2. 研究開発の目的                                                                    | 3  |
| 1-1-3. 研究開発の目標                                                                    | 4  |
| 1-2. 研究体制                                                                         | 5  |
| 1-2-1. 研究組織                                                                       | 5  |
| 1-2-2. 管理体制                                                                       | 6  |
| 1-2-3. 管理員及び研究者                                                                   | 7  |
| 1-2-4. 協力者                                                                        | 7  |
| 1-3. 成果概要                                                                         | 8  |
| 1-4. 当該研究開発の連絡窓口                                                                  | 12 |
| 第2章 本論                                                                            | 13 |
| 2-1. 実験装置                                                                         | 13 |
| 2-2. 実験結果                                                                         | 13 |
| 2-2-1. 遊離砥粒と固定砥粒ワイヤーソーの切断性の相違の検証<br>(実施内容①)                                       | 13 |
| 2-2-2. 切断加工条件(切断速度、ワイヤー張力)の選定<br>(実施内容③)                                          | 14 |
| 2-2-3. 固定砥粒ワイヤー各種の砥粒形状とシリコンウエハー切<br>断表面を検証(実施内容②)、ダイヤモンド固定砥粒ワイ<br>ヤーの特性の解明(実施内容④) | 15 |
| 2-2-4. ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの特性調査(実施内容④)                                                 | 18 |
| 2-2-5. 切断油ベースの選定(実施内容④、⑤、⑥)                                                       | 21 |
| 2-2-6. 切断油添加剤の検討(実施内容⑥)                                                           | 26 |
| 2-2-7. 切断時のスクラッチ疵を抑える添加剤の研究およびダイ<br>ヤモンド固定砥粒ワイヤーソー用の最適切断油の開発<br>(実施内容⑥、⑦)         | 30 |
| 第3章 全体総括                                                                          | 39 |
| 3-1. 研究開発の成果                                                                      | 39 |
| 3-2. 課題と事業化の展開                                                                    | 40 |
| 3-2-1. 課題                                                                         | 40 |
| 3-2-2. 事業化の展開                                                                     | 40 |

## 第1章 研究開発の概要

### 1-1. 研究開発の背景・研究目的及び目標

#### 1-1-1. 研究開発の背景

太陽電池の高生産性と低コスト化に関し、以下の課題が具体化している。

地球温暖化対策が地球規模で叫ばれ、わが国も2020年までにCO<sub>2</sub>ガス25%削減を目指すため国家技術戦略としてエネルギー消費削減、省エネ技術（生産プロセス、自動車軽量化等）を推進している一方、新エネルギーの研究開発・導入を推進している。新国家エネルギー戦略として新エネルギーの導入促進により2030年までに石油依存度を40%下回る水準を目指すとしている。新エネルギーとして風力発電、バイオマス利用および燃料電池の研究開発も進められているが、最も有効な手段として太陽光発電が期待され、わが国の太陽光発電の導入量および生産量は世界のトップレベルであるが、更なる高変換効率の太陽電池の大量生産が求められている。2009年の太陽光発電生産量は約700万KWであったが、2014年には3,500万KWと5倍増が予測され、発電コストが低下すれば更なる需要増大が見込まれる。



現在、太陽電池の主流は変換効率の高い単結晶、多結晶のシリコンウエハーであり、その製造過程は「切断」⇒「洗浄」⇒「エッチング（数μm）」であるが、その切断には砥粒と切削油に混ぜたスラリーをピアノ線に絡ませてシリコンインゴットを切断する遊離砥粒ワイヤーソー方式（図1）が用いられている。

**太陽電池の生産量増大と低コスト化**に対応するため、**シリコンウエハーの生産性を高め、切断ロスを少なく、薄型化、低コスト化**を目的として固定砥粒ワイヤーソー方式（図3）が検討されている。しかし、遊離砥粒ワイヤーソーと異なり、従来の切断油を用いて固定砥粒ワイヤーソーで切断するとウエハー加工面にソーマーク（研削条痕）が入り、スクラッチ疵が問題となっている。シリコンウエハーは160～180μm厚であるが、スクラッチ疵は20μmの深さになることがある。このスクラッチ疵を後工程のエッチングで除去するためには20μm以上エッチングしなければならないが、最終製品のシリコンウエハーの厚さが変わってしまうのでスクラッチ疵を通常のエッチング量の10μm以下（50%以上低減）にすることが不可欠である。

**固定砥粒ワイヤーソー用切断加工液**としての**特許**が(1)ユシロ、アライドマテリアル⇒グリコール類やカルボン酸塩の水溶液、(2)住友金属⇒グリコール類、脂肪酸セッケン、(3)東芝セラミックス⇒グリコール類、カルボン酸、(4)協同油脂、ノリタケ⇒有機アミンアルキレンオキサイド付加物、カルボン酸等の同系統の組成物が提案されているが、上記特許製品を含めた切断加工油を試験しているシリコンウエハー製造業者では未だ上記のソーマークや**スクラッチ疵は解決され**

ておらず、固定砥粒ワイヤーソー方式に移行できていない。それ故に太陽電池の大量生産が出来ず、シリコンウエハーの生産効率向上、薄型化に対応し、低コスト化させる固定砥粒ワイヤーソー方式に移行に対応するためにはソーマークやスクラッチ疵が出ない固定砥粒ワイヤーソー用切断油の開発が必要不可欠である。

また、固定砥粒ワイヤーソーはワイヤー径が現状120～180 $\mu\text{m}$ φであるのを更に細くできる可能性があり、その細径化した固定砥粒ワイヤーソーが適用できればワイヤー径による切断ロスも更に少なくできる。生産効率向上、薄型化に対応し、低コスト化させる固定砥粒ワイヤーソー方式の機能を確保し、高度化に対応するためにはソーマークやスクラッチ疵が出ない固定砥粒ワイヤーソー切断油が必要不可欠であり、シリコンウエハー製造会社から強く要請されている。

スラリーを塗布（切断油：砥粒＝1VOL%：1WT%で混合・分散させたもの）

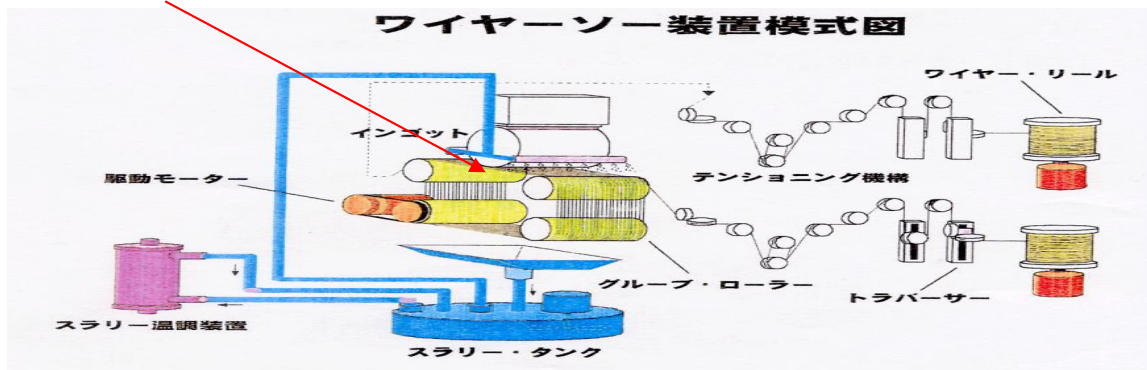


図 1 遊離砥粒マルチワイヤーソー方式

現状、遊離砥粒ワイヤーソー方式でシリコンウエハーが製造されているが、加工時間が長く、切断ロスが多く、後工程の洗浄が難しく、産業廃棄物が多い為、固定砥粒ワイヤーソー方式への移行が検討されている。しかし、現状の切断油では写真のようなソーマークや深いスクラッチ疵の発生のため、固定砥粒ワイヤーソーの特性が生かしきれていない。

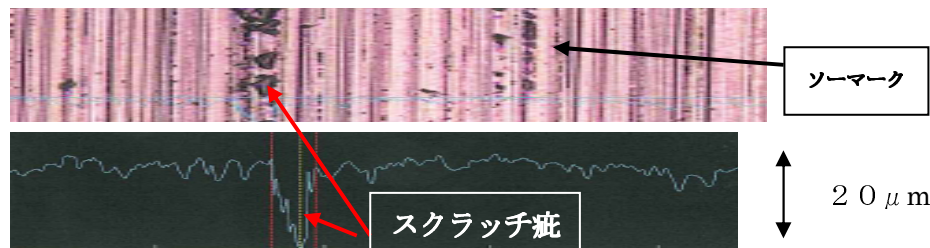


図 2 ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソーで切断時のウエハーソーマークおよびスクラッチ疵

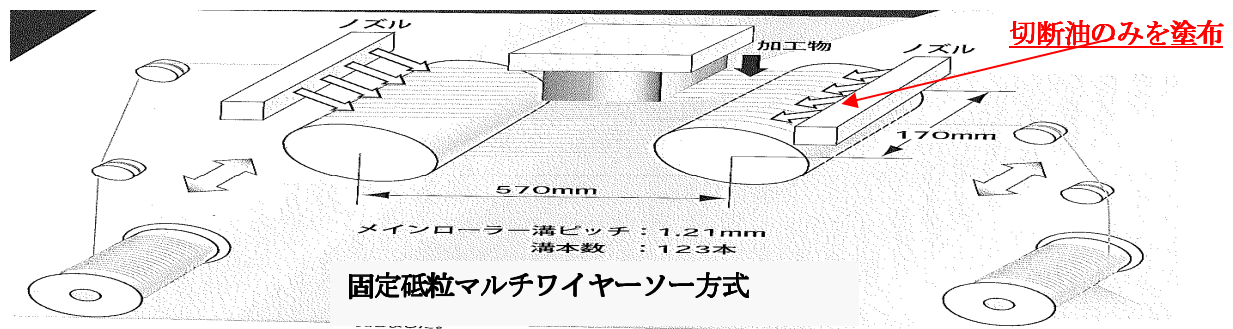


図 3 固定砥粒マルチワイヤー方式概略図



従来の遊離砥粒ワイヤーソー方式では使用したスラリーの再生（遊離砥粒、シリコン切粉と切断油）が難しく、多量の産業廃棄物が発生する。固定砥粒ワイヤーソー方式に変更すれば、使用油の再生は容易であり、使用油からシリコン切粉を現状使用の遠心分離機で分離し再利用することが出来る。産業廃棄物の低減と再利用ができるため**切断油を長寿命**使用できる。また切断後のウエハー洗浄工程では従来の遊離スラリーと異なり、シリコンウエハーに付着しているものは切断油と切粉のみであり、洗浄液の負担も少なく**洗浄液の高寿命化**と洗浄工程の簡略化が可能となる。大幅に洗浄廃液を減少出来、環境に充分配慮している。クリーンエネルギーの太陽光発電の増大そのものが地球環境を良好にさせるが、この産業廃棄物の低減と資源の再利用可能な点からも固定砥粒ワイヤーソー方式への移行とそれに必要不可欠の最適切断油の開発が強く要請されている。

また、**ダイヤモンド固定砥粒ワイヤー**は遊離砥粒ワイヤー（ピアノ線）に比較し、コストが10倍近く高価であり、スクラッチ疵や破断によりワイヤーの消費量が増えるとコストが上がる。従って、高価なダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの**長寿命化**がシリコンウエハーの低コスト化に大きく影響し、スクラッチ疵が浅く、**破断し難い高潤滑性の切断油**が強く要望されている

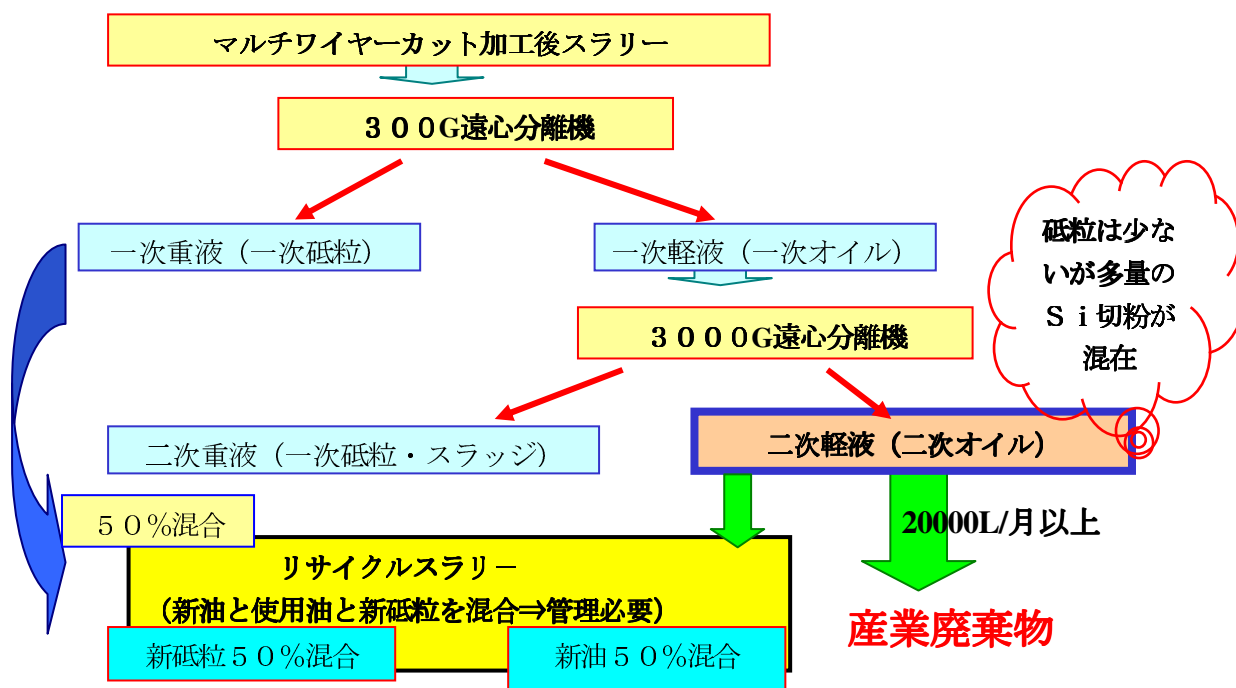


図 4 遊離砥粒のスラリー（切断油＋砥粒）の使用方法・使用例

### 1－1－2．研究開発の目的

**太陽電池の生産量増大と低コスト化**を実現する為、シリコンウエハーの切断が現状の遊離砥粒ワイヤーソー方式から**固定砥粒ワイヤーソー方式**に移行可能な**最適切断油**を開発する。

## シリコンインゴット切断油

| 従来技術（現状の課題）                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 新技術                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p><b>（遊離砥粒ワイヤーソー方式）</b><br/><b>課題</b></p> <p>①生産性が低い<br/>②ウエハーの薄型化が難しい<br/>③歩留まりが悪い（切断ロス）<br/>④多量の産業廃棄物が発生<br/>⑤後工程の洗浄負荷が大きい</p> <p style="text-align: center;"><b>解決策</b> ↓</p> <p><b>固定砥粒ワイヤーソー方式</b>に移行するには<b>最適切断油</b>の開発が必要</p> <p><b>現状固定砥粒での課題</b><br/>（現状切断油では）</p> <p>①ウエハー加工面にスクラッチ疵発生<br/>②ソーマークが入りやすい<br/>③高速加工するとワイヤーが破断<br/>④ウエハーの薄型化が難しい</p> | <p><b>（固定砥粒ワイヤーソー方式）</b><br/><b>新規開発切断油の適用が必要不可欠</b></p> <p>脆性材料であるシリコンウエハー切断加工においてスクラッチ疵やソーマークを防止するため、①高潤滑性、②接触面への高浸透性、③シリコン切屑の分散性、④引火性の問題、⑤冷却性や加工後の洗浄性を考えて<b>水溶性切断油</b>が必要不可欠。</p> <div style="border: 1px solid red; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p><b>（新開発切断油の考え方）</b><br/>☆<b>ベース油</b>として<b>水溶性グリコール類</b>を適用し、水の最適混合率を検討する。</p> <p>添加剤として、</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 表面張力低下剤（濡れ性向上剤）</li> <li>2. 水溶性高分子化合物の適用</li> <li>3. 潤滑添加剤（摩擦係数低下、焼付抑制）</li> <li>4. 分散剤（発生シリコン切屑の分散）</li> </ol> <p><b>◎種々添加剤特性⇒最適切断油を開発</b></p> </div> |

### 1-1-3. 研究開発の目標

機能の確保・高度化および長寿命化に対応したシリコンウエハーを製造するための固定砥粒ワイヤーソー方式でソーマークや**スクラッチ疵深さを $20\mu\text{m}$ を $10\mu\text{m}$ 以下**（50%以上低減）に抑制できる**最適切断油と基盤技術を開発**し、シリコンウエハー製造会社に提供することで、**ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソー方式によるシリコンウエハー製造の生産効率向上と大幅な低コスト化**に寄与することを目標とする。

|                | 現状                 | 新技術（開発切断油適用）       |
|----------------|--------------------|--------------------|
| 1. スクラッチ疵深さ    | $20\mu\text{m}$ 以上 | $10\mu\text{m}$ 以下 |
| 2. ソーマーク       | 深い                 | 浅く、少ない             |
| 3. ウエハー切断厚     | $180\mu\text{m}$   | $120\mu\text{m}$   |
| 4. 生産性向上（切断時間） | 1                  | 8倍（1/8）            |
| 5. 生産コスト（切断ロス） | 1                  | 1/2以下              |
| 固定砥粒ワイヤー消費量    | 1                  | 1/50               |
| 6. 産業廃棄物（スラリー） | 多量                 | 低減（再生も可能）          |

\* 生産性向上、生産コストおよび産業廃棄物は現状の遊離砥粒方式に対して目標値。

### 技術的目標値として、

#### 1. シングルワイヤーソー装置を導入、遊離砥粒ワイヤーソー方式とダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソー方式の切断性の相違を研究

シングルワイヤーソー装置を用いて固定砥粒ワイヤーソーの切断特性の解明（遊離砥粒ワイヤ

ーソーとの相違)、実際のシリコンウェハー製造現場での結果をシミュレートしていることを実証する。

2. 固定砥粒ワイヤー各種の砥粒形状とシリコンウェハー切断表面の状態を研究

砥粒形状と切断表面の観察によりソーマークとスクラッチ疵と砥粒の因果関係を解明する。

3. 切断加工条件（加工速度、ワイヤー張力、ワイヤー種類等）による切断表面および切断性を評価、ソーマークおよびスクラッチ疵の発生する加工条件を決定

切断加工条件によるシリコンウェハーの切断表面への影響調査により試験条件を設定する。

4. ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの特性を解明

ダイヤモンド固定砥粒の特性把握によりそれに効果を示す切断油および添加剤が考えられるため、ダイヤモンド固定砥粒の特性解明

5. シリコンウェハーのスクラッチ疵発生原因を解明

ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソーで切断時のスクラッチ疵の発生原因とメカニズムを解明

6. ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソーで切断時にスクラッチ疵を抑える潤滑添加剤の研究

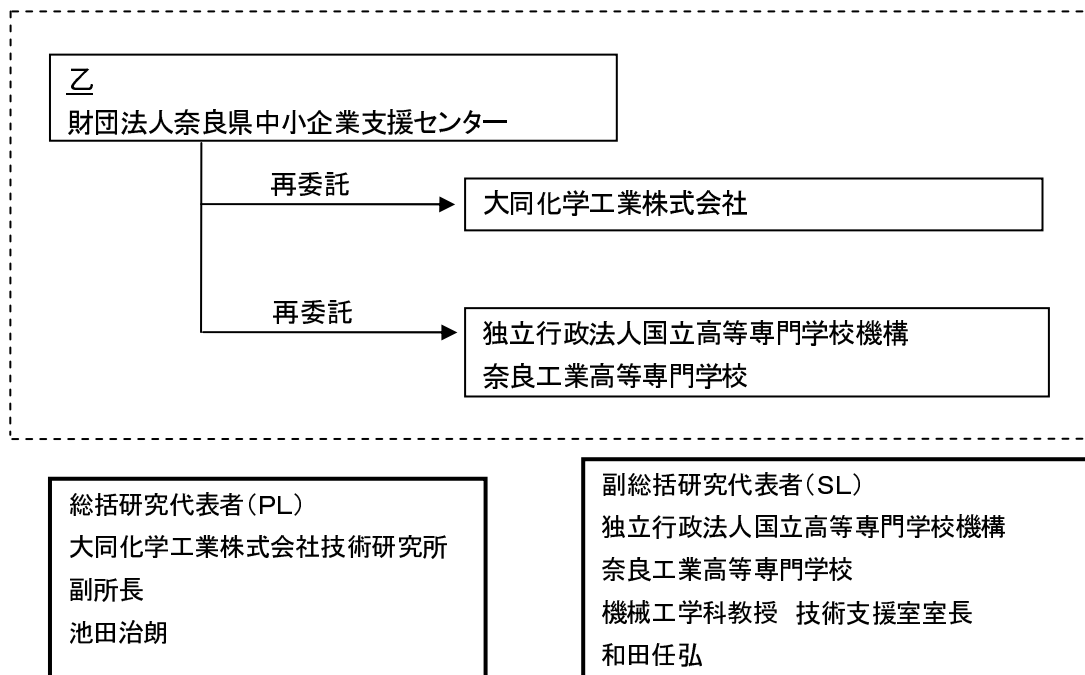
現在適用している遊離砥粒用切断油よりスクラッチ疵深さを10 μm以下に低減できる潤滑添加剤を見つけ、適用潤滑添加剤の決定

7. スクラッチ疵を抑えたダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソー用の最適切断油の開発

ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソーでシリコンインゴットを切断し、現状スクラッチ疵深さ20 μm以上を10 μm以下に低減でき、且つ、シリコンウェハーの生産性向上と薄型化（2／3に）を可能にさせる最適切断油を開発し、シリコンウェハー製造会社に提供する。

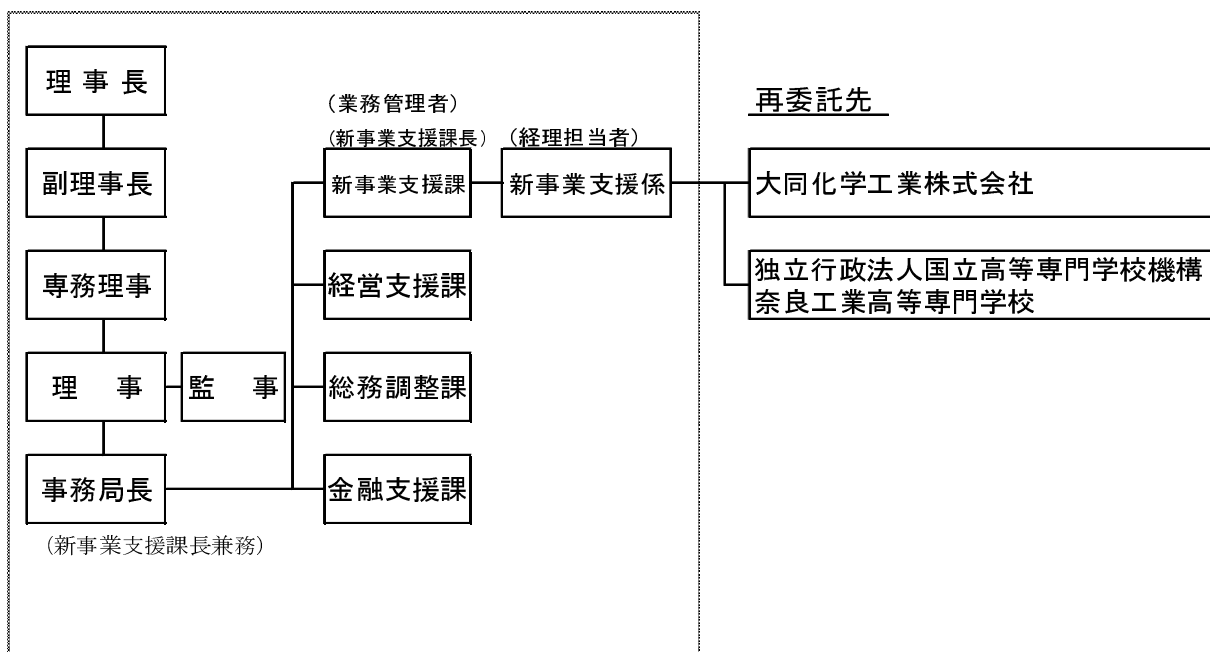
1－2．研究体制

1－2－1．研究組織



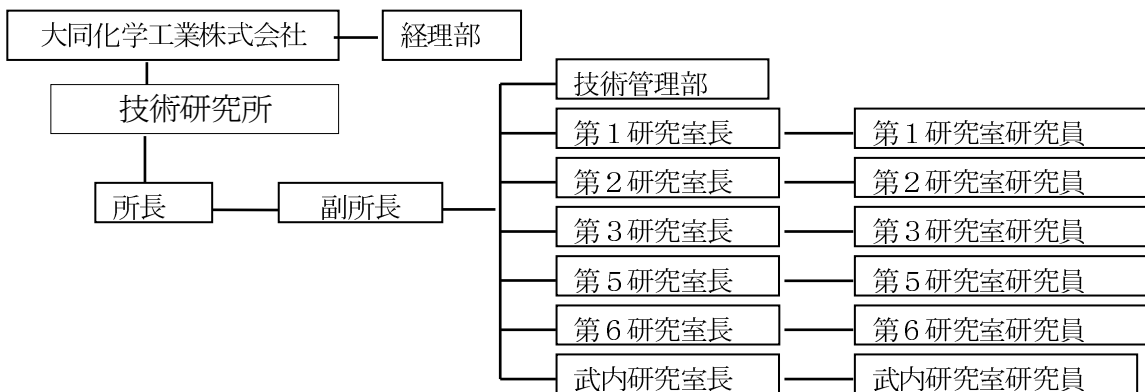
## 1－2－2．管理体制

### ①事業管理機関：財団法人奈良県中小企業支援センター

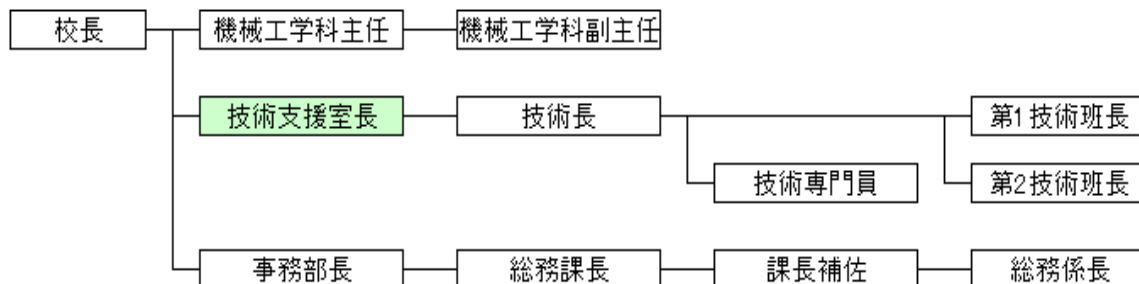


### ②再委託先

#### 大同化学工業株式会社



#### 独立行政法人国立奈良工業高等専門学校



### 1－2－3. 管理員および研究者

事業管理機関：奈良県中小企業支援センター  
管理員

| 氏 名   | 所属・役職                | 実施内容（番号） |
|-------|----------------------|----------|
| 金澤 良浩 | 事務局長（新事業支援課長兼務）      | ⑧        |
| 泉 弘一郎 | 新事業支援課 新事業支援係 係長     | ⑧        |
| 杉山 淳一 | 新事業支援課 新事業支援係 主査     | ⑧        |
| 小森 和美 | 新事業支援課 新事業支援係        | ⑧        |
| 山田 裕士 | 新事業支援課 ものづくり支援アドバイザー | ⑧        |

再委託先

大同化学工業株式会社

| 氏 名   | 所属・役職           | 実施内容（番号）    |
|-------|-----------------|-------------|
| 池田 治朗 | 技術研究所 副所長（執行役員） | ①、④、⑤、⑥、⑦   |
| 塩谷 均  | 第1研究室 室長        | ①、④、⑤、⑥、⑦   |
| 山口 一男 | 第5研究室 室長        | ②、③、⑤、⑥、⑦   |
| 松本 忠之 | 第5研究室 副主任研究員    | ②、③、⑤、⑥、⑦   |
| 菅井 哲也 | 第5研究室 副主任研究員    | ②、④、⑥、⑦     |
| 西羅 正規 | 第1研究室 副主任研究員    | ②、③、④、⑥、⑦   |
| 荒木 宏誠 | 第1研究室 研究員       | ①、③、④、⑤、⑥、⑦ |

独立行政法人国立奈良工業高等専門学校

| 氏 名   | 所属・役職           | 実施内容（番号） |
|-------|-----------------|----------|
| 和田 任弘 | 機械工学科教授 技術支援室室長 | ②、③、⑤    |

### 1－2－4. 協力者

| 氏 名   | 所 属                | 備 考    |
|-------|--------------------|--------|
| 福光 秀之 | 株式会社タカトリ 経営企画室長    | アドバイザー |
| 今村 明彦 | 三和ダイヤ工販株式会社 取締役工場長 | アドバイザー |

### 1-3. 成果概要

研究実施内容に示した各研究項目に沿って成果概要を記載する。

#### ①シングルワイヤーソー装置で遊離砥粒ワイヤーソー方式と固定砥粒ワイヤーソー方式の切断性の相違を研究（大同化学工業の成果）

##### ①-1. 遊離砥粒ワイヤーソーによるシリコンインゴット切断実験および評価

導入したシングルワイヤーソー装置は遊離砥粒（スラリー）を安定分散⇒塗布することができないため、この装置では遊離砥粒ワイヤー実験を行わず、実機の遊離砥粒ワイヤーに切断したウエハーの表面状態を観察し、固定砥粒ワイヤーで切断したウエハーと比較した。

##### ①-2. 固定砥粒ワイヤーソーによるシリコンインゴット切断実験および評価

導入したシングルワイヤーソー装置を用いて固定砥粒ワイヤー（線径  $120\mu\text{m}$ 、砥粒径  $12-25\mu\text{m}$ ）（注）にてシリコンインゴットを切断し、走査型電子顕微鏡（SEM）にてウエハー表面を観察した。固定砥粒ワイヤーで切断したウエハーは実機固定砥粒マルチワイヤーと同様に、深いスクラッチ疵は見られなかったが遊離砥粒とは全く異なり、はっきりとしたソーマークと平滑部の混在が見られ、ウエハーの相違が確認できた。

（注）以降、ワイヤー $120\phi$ 、 $(12-25\mu\text{m})$ などと表記する。

#### ②固定砥粒ワイヤー各種の砥粒形状とシリコンウエハー切断表面の状態を研究（大同化学工業の成果）

##### ②-1. 各種固定砥粒ワイヤーによるシリコンインゴットの切断実験および評価

\*ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーにはニッケル電着ワイヤーとレジンワイヤーがある。

電着ワイヤー $120\phi$  ( $12-25\mu\text{m}$ )、 $180\phi$  ( $30-40\mu\text{m}$ ) とレジンワイヤー $120\phi$  ( $10-20\mu\text{m}$ ) を用いて、切断後のウエハーの表面状態・粗度変化とワイヤーの表面観察にて検証した。電着ワイヤーとレジンワイヤーではダイヤモンド砥粒のワイヤー芯線への固着状態が異なり、砥粒の摩耗形態やウエハーの表面状態も異なる。レジンワイヤーはレジンの剥離と共に砥粒の脱落が見られたが、電着ワイヤーは砥粒が潰れて摩耗していく（砥粒高さ減少で摩耗評価可能）。レジンワイヤーはワイヤー摩耗も大きく、切断動力と表面状態の変化が大きい。

##### ②-2. 固定砥粒形状と切断面性状との相関性評価

電着ワイヤーの線径（砥粒径）が大きいと特に切断初期のウエハー表面粗度が大きく、ソーマークやスクラッチ疵も深くなる。線径が細く、砥粒径が小さい方が切断動力も安定し、ウエハー表面粗度変化も少なく、ソーマークも浅く、スクラッチ疵も浅くなると考える。

レジンワイヤーは切断中期～後期にウエハー表面粗度が大きく深い凹み部が見られたが、これはレジンワイヤーの摩耗（レジンの剥離）と相関があると考えられる。

（奈良工業高等専門学校の実験結果）

1. 電着  $180\phi$  ( $30-40$ ) ワイヤーは電着  $120\phi$  ( $12-25$ ) ワイヤーと同様に、ウエハー上部および下部の何れにもワイヤー進行方向にダイヤモンド砥粒で引っ掻いた微細な研削条痕（ソーマーク）が見られる。しかし、電着  $180\phi$  ( $30-40$ ) ワイヤーの場合、線径が大きくなるため、条痕のピッチが  $120\phi$  ( $12-25$ ) の場合に比べ、やや広がっている。何れの場合も条痕の溝に沿ってシリコンの塑性変形と考えられる盛り上がりが見られる。更に溝の底部にはシリコンの脆性破壊によって生じた微細な亀裂も観察される。
2. 切断後の電着  $180\phi$  ワイヤーの砥粒の付着密度を比較すると、切断後の砥粒密度は新線に比べ大差ない。これは電着  $180\phi$  ( $30-40$ ) ワイヤーの場合、砥粒径が大きいため、ワイヤーとの付着強度が電着  $120\phi$  ( $12-25$ ) に比べ強く、ダイヤモンド砥粒の脱落が起こ



り難いためと考える。

3. レジン 120  $\phi$  (10-20) ワイヤで切断した場合、電着 120  $\phi$  (12-25) と同様に、ウエハー上部には砥粒で引っ掻いた微細な研削条痕が多数見られる。しかし、ウエハー下部には研削条痕も見られるが、電着では見られなかった規則的な凹みが見られ、レジンワイヤーに特異な現象が起きていることが判る。レジンワイヤーはワイヤー芯線およびダイヤモンド砥粒がレジンで覆われているため、電着ワイヤーに比べ、チップング・面粗さが良い、ねじり強度が高い利点がある反面、砥粒保持強度や耐熱性が悪く、摩耗が大きく砥粒突き出し量が小さい欠点があるためと考えられる。切断後のレジンワイヤーにダイヤモンド砥粒の付着密度が少ないが、これは電着ワイヤーに比べ、ワイヤーとの付着強度が弱いため、砥粒の脱落が起こり易く、付着密度が少なくなったためと考える。
4. 電着ワイヤー 2 種類とレジンワイヤーの切断動力について、電着 120  $\phi$  と 180  $\phi$  の 2 種類とレジンワイヤーを比較すると、ウエハー上部ではレジンワイヤーの x 成分 ( $F_x$ ) がやや大きい程度だが、ウエハー下部では 2 倍程度大きくなっている。電着ワイヤーは上部・下部とも同じ  $F_x$  を示し、安定した切断動力を示している。

結論として、レジンワイヤーは摩耗も大きく、切断動力・ウエハー表面状態の変化が大きく、電着ワイヤーの方が摩耗も表面状態変化も少ないと考える。また、同じ電着ワイヤーでも、線径が細く、砥粒径の小さい 120  $\phi$  (12-25) の方が切断動力が安定し、表面粗度が小さく、粗度変化も少ないため良好と考える。

### ③切断加工条件（加工速度、ワイヤー張力、ワイヤー種類等）による切断表面および切断性を評価、ソーマークおよびスクラッチ疵の発生する加工条件を決定

#### ③- 1. 切断加工条件の変更実験（大同化学工業の成果）

シングルワイヤーソー装置にて切断加工条件を変更して切断実験を行い、切断性を評価し、切断加工条件を選定した。変更できる加工条件として、ワイヤー走行速度、切断速度（インゴット昇降速度）、ワイヤー張力および新線供給量があるが、ワイヤー走行速度は最高速度である 700m/min、新線供給量も 0.5m/min 一定で行い、切断速度を 0.75~2.00mm/min とワイヤー張力を 10~30N に変更して切断実験を行った。切断速度およびワイヤー張力を変更してもスクラッチ疵の深さはあまり変わらず、ソーマークも間隔が変わり（切断速度を速くするとソーマークの間隔が広くなる）、表面粗度が粗くのみであった。ワイヤー張力が低い場合と切断速度が速い場合にワイヤーの重なりが発生し、ウエハーが得られないため、切断実験として不適当と判断し、最適加工条件として「切断速度=0.75m/min、ワイヤー張力=20N」を選定し、以後、この切断加工条件で切断実験を進めた。深いスクラッチ疵は線径・砥粒径の大きい電着ワイヤー 180  $\phi$   $\mu$ m (30-40  $\mu$ m) を用いて再現し、切断油対応実験を行った。

**課題として**、「深いスクラッチ疵」発生の再現が加工条件の変更だけでは出来なかったため、線径や砥粒径の小さいものでも深いスクラッチ疵の再現が可能か加工条件を再検討する。

#### ③- 2. 切断性および切断表面評価（奈良工業高等専門学校）

ソーマークはワイヤーソーの切断方向に垂直な方向に、ワイヤーソーが移動（周期的な振動や共振による自励振動を含む）することにより発生すると考えられる。切断方向と垂直とは y, z 方向が考えられるが y 方向の影響が最も大きいと考える。

スクラッチ疵（引っ掻き疵）はダイヤモンド砥粒による切削よりもむしろ、脱落した砥粒、シリコンの切屑による過切削、或いはシリコンの微細な脆性破壊による疵と考えられる。

本研究の場合、シリコンの微細な脆性破壊による疵と考えられるため、砥粒 1 個当りに作用する切削力（被加工材から見るとこの切削力は反力となる）の大きさがスクラッチ疵に大

きな影響を及ぼすと考えられる。砥粒1個当りに作用する切削力は最大砥粒切込み深さと関係があり、最大切込み深さが大きくなると砥粒1個当りに作用する切削力も大きくなる。このため、砥粒1個当りに作用する切削力が大きくなると、ワイヤーソーから見れば、ダイヤモンド砥粒の脱落や破砕が生じ易くなり、シリコンから見ればスクラッチ疵、或いは切削力の増加によるソーマークに大きな影響を及ぼす。一般にワイヤー走行速度が速くなるほど、切断速度が遅くなるほど、最大砥粒切込み深さは小さくなる。砥粒について言えば、連続きれ刃間隔（砥粒と砥粒の間隔）が小さくなるほど、最大砥粒切込み深さは小さくなる。

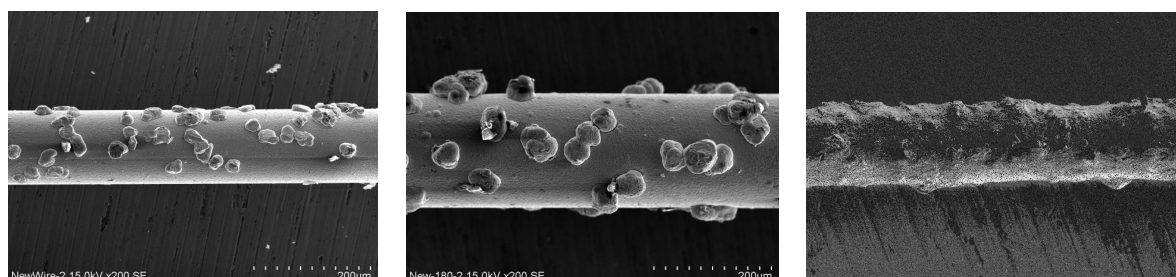
以上のことから(1)ワイヤー走行速度を速くする、(2)切断速度を遅くする、(3)砥粒密度の高いワイヤーソー（砥粒径の小さいワイヤーソー）を用いることによって、最大切込み深さが小さくなり、砥粒1個当りに作用する切削力も小さくなる。なお、砥粒径は表面粗度に影響し、砥粒径を大きくすると表面粗度も大きくなる。これは今回の実験結果でも検証しているように、電着120φ（12-25）ワイヤーが摩耗も少なく、切断動力も安定し、表面粗度が小さく、表面粗度変化も少なかったことに対応している。

スクラッチ疵の発生からは、砥粒1個当りに作用する切削力が小さいほどシリコンに受ける切削力も小さくなるため、最大砥粒切込み深さを小さくすることは、スクラッチ疵の発生を抑制するのに有効であると考えられる。

#### ④ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの特性を解明（大同化学工業の成果）

##### ④-1. 各種ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの表面観察

ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーには電着ワイヤーとレジンワイヤーの2種類がある。



電着120φ（12-25μm）新線

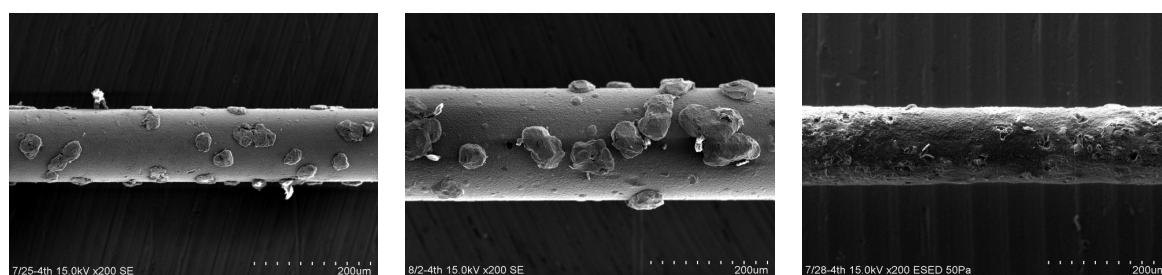
電着180φ（30-40μm）新線

レジン120φ（10-20μm）新線

図1-1 各種ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの表面写真（使用前）

電着ワイヤーは、スチール線にダイヤモンド砥粒をニッケルメッキで固着させ、レジンワイヤーはスチール線にダイヤモンド砥粒を樹脂で固着させており、走査型電子顕微鏡写真での表面観察にて明らかな様に、新線の状態が大きく異なっている。②項で記載した様に砥粒の固着状態が異なることで切断性、ワイヤーの摩耗形態も異なると考えられる。

##### ④-2. 固定砥粒ワイヤーの特性解明



電着120φ（12-25μm）使用後

電着180φ（30-40μm）使用後

レジン120φ（10-20μm）使用後

図1-2 各種ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの表面写真（使用後）

本論で詳細な実験結果を記載するが、「グリコール 30%+水 70%」を切断油として各々のワイヤーで切断実験した時のワイヤー中央部（最も切断に使用した箇所）の走査型電子顕微鏡写真の表面観察で明らかな様に、電着ワイヤーは砥粒の固着状態はあまり変わらず潰れて砥粒高さが低くなっているが、レジンワイヤーは樹脂の剥離と共に砥粒の脱落（摩耗）が見られた。切断性やウエハーの表面状態・粗度変化に影響を与えていることが考えられる。

**課題として、**電着ワイヤーの場合、切断時の摩耗現象（砥粒とニッケルメッキの固着状態）をEDXによる分析にて明らかにし、何れのワイヤーも摩耗メカニズムの解明が必要である。

#### ⑤ シリコンウエハーのスクラッチ疵発生原因を解明

##### ⑤-1. スクラッチ疵の発生原因とメカニズムの解明

（大同化学工業の成果）

実機で使用されてきた電着ワイヤー（120φ、12-25μm）では顕著で深いスクラッチ疵の発生が見られていないが、砥粒径大の電着ワイヤー（180φ、30-40μm）を用いて切断実験を行い、深いスクラッチ疵やソーマークの発生および観察を行い、電着 120φワイヤーに比べて深いスクラッチの発生を再現し、適切な切断油により小さく出来ることも検証した。

（奈良工業高等専門学校の実験結果）

スクラッチ疵（引っ掻き疵）はダイヤモンド砥粒による正常な研削作用によって生じるよりは、むしろ(1) 脱落したダイヤモンド砥粒、破碎したダイヤモンド破片（ダイヤモンド砥粒の破碎は考え難いが、破碎が全く起こらないとも言切れない）、或いはシリコンの切屑がワイヤーソーとシリコンの間に噛み込み、これらによる過切削が行われスクラッチ疵が生じる。(2) シリコンの微細な脆性破壊による疵がスクラッチ疵を形成すると考えられる。

従って、このスクラッチ疵の低減には砥粒に作用する切削力を小さくすること、シリコンの切屑を切断部から速やかに除去すること、また切断油に不純物が混在させないことが有効な方法と考えられる。

##### ⑤-2. 切断油での対策実験 （大同化学工業の成果）

電着ワイヤー（120φ、12-25μm）にてベース油の選定としてグリコールに水の添加量を変化させて切断実験を行ってが、グリコールおよび水単体は粗度変化（ソーマークが切断終期に大）が大きかったが、グリコールに水を添加したものは粗度変化（ソーマーク）が小さくなった。

電着ワイヤー（180φ、30-40μm）にて、より深いスクラッチ疵を再現し、「グリコール+水 70%」をベースにグリコールのエーテル化物や特殊高分子の濡れ性向上剤、砥粒への造膜剤を添加することで、スクラッチ疵を10μm以下（油種により8.85μm）に軽減できた。比較のグリコール単体は切断実験でウエハーが得られずスクラッチ疵深さを測定出来なかったが、「グリコール 70%+水 30%」のベース油では14.03μmであったので、充分軽減効果を検証できた。

**課題として、**電着 180φワイヤーを用いて更にスクラッチ疵を軽減できる切断油を検討し、かつ、線径が細く、砥粒径の小さい電着ワイヤー及びレジンワイヤーでも検証が必要である。

#### ⑥ ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソーで切断時にスクラッチ疵を抑える添加剤の研究 （大同化学工業の成果）

##### ⑥-1. スクラッチ疵を低減できる添加剤の研究

先ずベース油の選定として「グリコール+水」を検討し、水の添加量が70%で最も切削動力、ワイヤーの摩耗、ウエハーの表面粗度変化や発生シリコン切屑の分散性が良好であることを確認した。現在まで実機で使用されている電着ワイヤー（120φ、12-25μm）で実験

を行ってきたが深いスクラッチ疵の再現に至らず、砥粒径大の電着ワイヤー（180φ、30-40μm）を用いて深いスクラッチ疵や粗い表面粗度の再現を試みた。

電着ワイヤー（180φ、30-40μm）にて、より深いスクラッチ疵を再現し、「グリコール+水70%」をベースにグリコールのエーテル化物や特殊高分子の濡れ性向上剤、砥粒への造膜剤を添加し、添加量を検討することで、スクラッチ疵を10μm以下（油種により8.85μm）に軽減できることを検証した。比較のグリコール単体は切断実験でウエハーが得られずスクラッチ疵深さを測定出来なかったが、「グリコール70%+水30%」のベース油では14.03μmであったので、軽減効果を検証できたと考える。

**課題として、**電着180φ（30-40μm）ワイヤーにて更にスクラッチ疵を軽減できる添加剤の検討を行い、電着120φ（12-25μm）でも深いスクラッチ疵を再現できる条件（切断速度を上げる等）を検討し、添加剤での対応を検討する必要がある。

#### ⑦スクラッチ疵を抑えたダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソー用の最適切断油の開発 （大同化学工業の成果）

##### ⑦-1. スクラッチ疵を低減できる切断油の最適組成研究

「グリコール+水70%」をベースにグリコールのエーテル化物と特殊高分子を添加することでスクラッチ疵を低減できることを検証した。添加剤の組合せや最適量の決定までは至っていないが、ベース油や添加剤の選定によりスクラッチ疵が低減できることを検証した。「グリコール25%+グリコールのエーテル化物5%+水70%」の切断油でスクラッチ疵=8.85μm、また、「グリコール24%+グリコールのエーテル化物5%+特殊高分子1%+水70%」で9.35μmを達成できた。比較のグリコール単体はウエハーが取れずスクラッチ疵深さを測定できなかったが、ベースで水添加量の少ない「グリコール70%+水30%」がスクラッチ疵=14.03μmであったので、これと比較して63%に低減できたと考える。

##### ⑦-2. ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソー用切断油の開発

未だ研究開発段階であるが、試作品がマルチワイヤーソーでの切断実験の結果、シングルワイヤーソーでの切断実験結果と同様に切断性、ウエハーの表面粗度およびワイヤーの耐磨耗性も良好であることを検証した。125角のシリコンインゴットの切断時間（2時間10分）で良好な切断結果が得られ、実機遊離砥粒ワイヤー方式で125角のシリコンインゴットの切断時間（9～12時間）を考えれば、**1/4～1/6に短縮**できた。

##### ⑦-3. ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソー用切断油の使用油再生方法の確立

スラッジ分測定する際の発生シリコン切屑のフィルターろ過の確認のみであった。

**課題として、**添加剤の種類、添加量の検討が未だ不十分と考え、またスクラッチ疵の更なる低減を検討し、最適添加剤・最適添加量・組成を検討し、切断油を製品化する必要がある。

#### 1-4. 当該研究開発の連絡窓口

大同化学工業株式会社 技術研究所 副所長 池田治朗

電話：0743-56-6188

FAX：0743-56-3011

E-mail：j-ikedai@daido-chemical.co.jp

## 第2章 本論

### 2-1. 実験装置

#### ①シングルワイヤーソー装置（本研究開発に新規導入）での切断実験

MAX. 156角×50mmのシリコンインゴットをキスラー動力計基盤に固定し、固定砥粒ワイヤーソー3本掛けで切断する（2枚のウエハーの切出し）。切断中の切削動力の測定を行い、切断後のウエハーおよびワイヤーの表面状態、変化を調査する。

#### ②走査型電子顕微鏡（SEM）（本研究開発に新規導入）

切断実験後のシリコンウエハーおよび固定砥粒ワイヤーの表面状態の観察と元素分析（EDX）を行う。

#### ③3次元表面粗度計（表面粗さ形状測定機）

切断実験後のシリコンウエハーの表面粗度を測定する。粗さ形状測定子（2μm）を用い、接触型の表面形状測定機で、微小な疵の測定ではなく、幅30mmほどの表面粗度（μm）を測定し、R<sub>a</sub>（平均粗さ）およびR<sub>z</sub>（最大粗さ）が求められる。

#### ④レーザー顕微鏡による表面観察

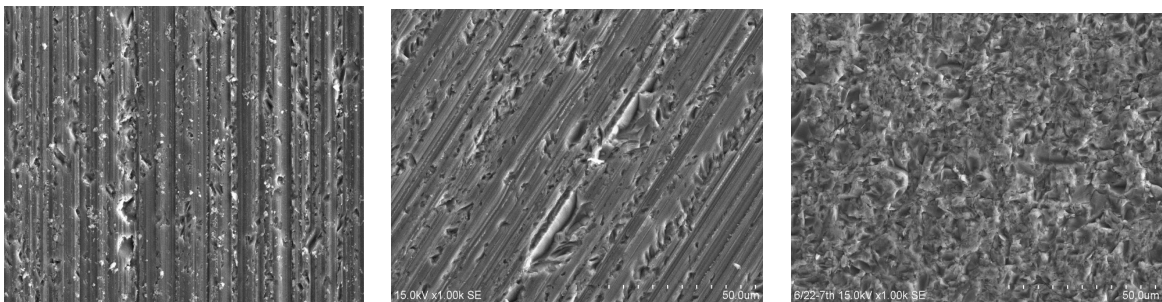
走査型電子顕微鏡と比較して倍率は低い（MAX. 12,000倍）が、操作や測定が容易で1,000倍位までならウエハーの表面観察に適用出来る。3D画像も観察できる。表面粗度も計算で求められるので、走査型顕微鏡と併用して使用する。

### 2-2. 実験結果

#### 2-2-1. 遊離砥粒と固定砥粒のワイヤーソーの切断性の相違の検証（実施内容①）

導入したシングルワイヤーソー装置でダイヤモンド固定砥粒ワイヤー（120φ、12-25μm）にて単結晶シリコンインゴットを切断し、切断後のウエハー表面を走査型電子顕微鏡で観察した。同時に実機マルチワイヤーソーで遊離砥粒ワイヤーソー方式にて切断したウエハーとダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソー方式にて切断したウエハーの表面も観察し比較した。

切断加工条件の選定は後述するが、用いた電着型固定砥粒ワイヤーソーは、線径120μmφ、砥粒径12-25μmで、切断油としてベース油（グリコール+水 30%）を用いた。ワイヤー走行速度700m/min、切断速度0.75mm/minおよびワイヤー張力20Nで切断し、走査型電子顕微鏡でそれぞれの方式で切断したウエハーの表面観察（×1000）を行った（図2-1）。



シングル固定砥粒ワイヤーソーにて  
切断したウエハー

実機マルチ固定砥粒ワイヤーソーで  
切断したウエハー

実機マルチ遊離砥粒ワイヤーソーで  
切断したウエハー

図 2-1 切断ウエハーの表面写真(SEM)

#### (成果)

シングル固定砥粒ワイヤーソーにて切断したウエハーは、実機マルチ固定砥粒ワイヤーソーでのウエハーと同様に、鮮明なソーマークと平滑部が混在して見られる。実機マルチ遊離砥粒ワイヤーソーでのウエハーは全く異なり、ソーマークは見られず、梨地状の様な面が見られた。

## 2-2-2. 切断加工条件（切断速度、ワイヤー張力）の選定（実施内容③）

シングルワイヤーソー装置を用いて、切断実験および切断性の評価が可能で、ソーマークやスクラッチ疵の発生が確認できる切断加工条件を検討し、以後の実験条件の選定を行った。

この切断加工条件検討にも線径  $120\mu\text{m}\phi$ 、砥粒径  $12\text{--}25\mu\text{m}$  の電着型固定砥粒ワイヤーソー、切断油はベース油（グリコール単体）を用い、ワイヤー走行速度  $700\text{m/min}$  で実験を行った。

### (1) 切断速度（インゴット上昇速度）の検討

ワイヤー張力を  $10\sim 30\text{N}$ （ $20\text{N}$  を標準）にして、切断速度を  $0.75\sim 2.00\text{mm/min}$  に変更させて切断実験が可能で、切断動力、切断後のウエハーの表面粗度等の評価、ソーマークやスクラッチ疵の発生の確認を行い、切断速度を選定した。

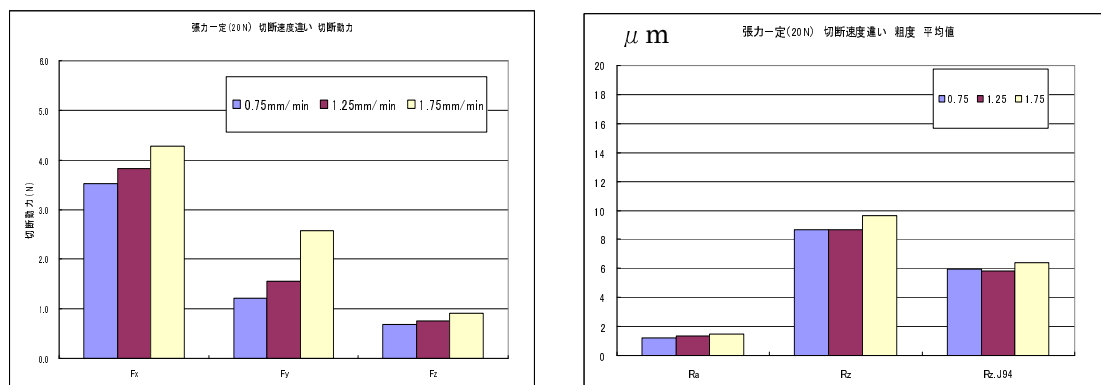


図 2-2 切断速度を変えたときの切断動力(左図)、ウエハー表面粗度(右図)

\* 切削速度を上げると切断動力も高くなり、表面粗度も若干粗くなる。最大粗さは若干粗くなるだけだが、ソーマークの間隔が切断速度に相関した間隔となった。

### (2) ワイヤー張力の検討

上記の切断速度も変更して実験を行ったが、切断速度  $0.75\text{mm/min}$  でワイヤー張力を  $10\text{N}\sim 30\text{N}$  に変更した時の実験結果を図 2-7 に示す。

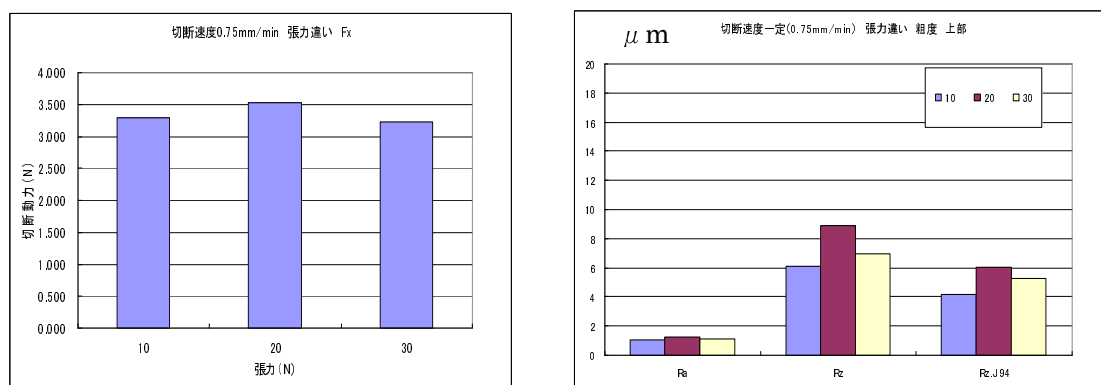


図 2-3 ワイヤー張力を変えたときの切断動力(左図)、ウエハー表面粗度(右図)

\* ワイヤー張力を  $10\text{N}\sim 30\text{N}$  に変更しても切断動力や表面粗度はあまり変わらないが、張力が低いと切断速度を上げた場合、3本掛けワイヤーが重なり易く、ウエハーが得られず、切断実験が出来ない可能性があり、実験条件として不適当と判断した。

◎ 上記より、「切断速度=0.75mm/min、ワイヤー張力=20N」を切断加工条件として選定した。

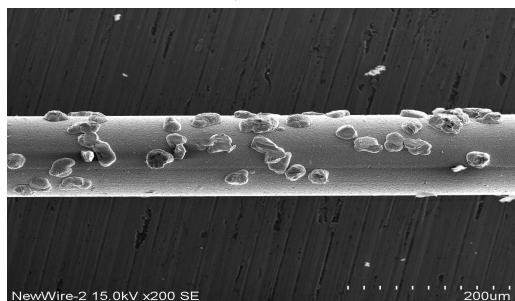


### 2-2-3. 固定砥粒ワイヤー各種の砥粒形状とシリコンウエハー切断表面状態を検証 (実施内容②)、ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの特性の解明 (実施内容④)

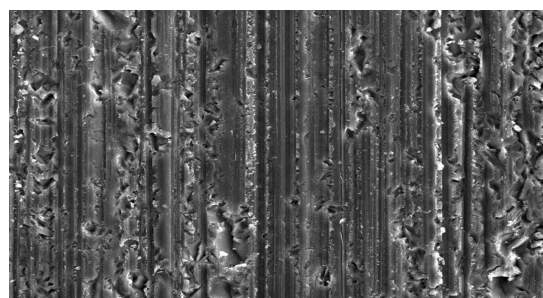
ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーは製造方法の異なるニッケルメッキ電着ワイヤー（通常「電着」という。）と、レジンボンドワイヤー（通常「レジン」という。）の2種類があり、現在実機では両方が遊離砥粒から変更して適用され始めている。実機では、切断ロスの低減や表面性状の改善（ソーマークや疵の低減）の目的で線径や砥粒径は小さくする傾向にある。ワイヤー種類の特性や砥粒形状のウエハー表面に与える影響を調査するため、電着ワイヤーの 120 φ (12-25 μm) と 180 φ (30-40 μm) のものとレジンワイヤーの 120 φ (10-20 μm) を用いて切断実験を行い検証した。切断油のベース油及び添加剤の種々検討は後述するが、ここではベース油（グリコール+水 70%）で比較した結果を電着ワイヤーについて図 2-4～図 2-7、レジンワイヤーについて図 2-8、図 2-9 に示す。

#### ①電着ワイヤー（120 φ、12-25 μm）用いて単結晶シリコンを切断

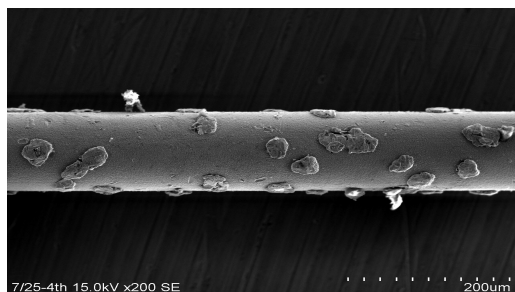
##### (1) 走査型電子顕微鏡 (SEM) によるワイヤーおよびウエハーの表面観察



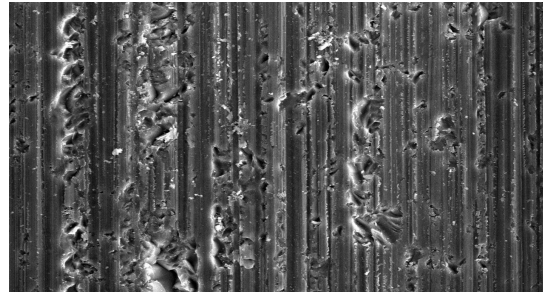
新線 (SEM×200)



切断後、ウエハー上部 (SEM×1000)



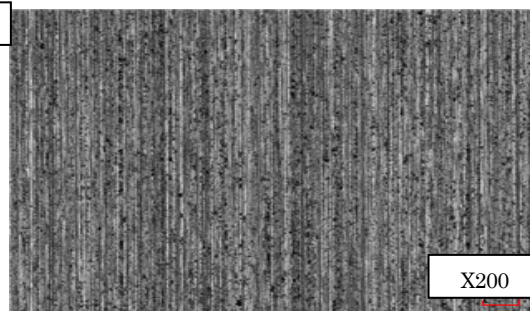
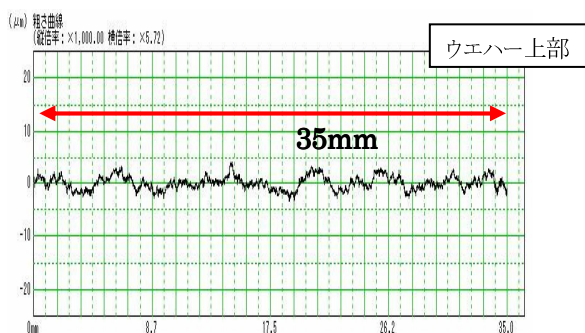
切断後、ワイヤー中央部 (SEM×200)



切断後、ウエハー下部 (SEM×1000)

図 2-4 電着ワイヤーによる単結晶シリコン切断後の表面観察(SEM)

##### (2) 3次元表面粗度計およびレーザー顕微鏡による切断後のウエハーの表面観察



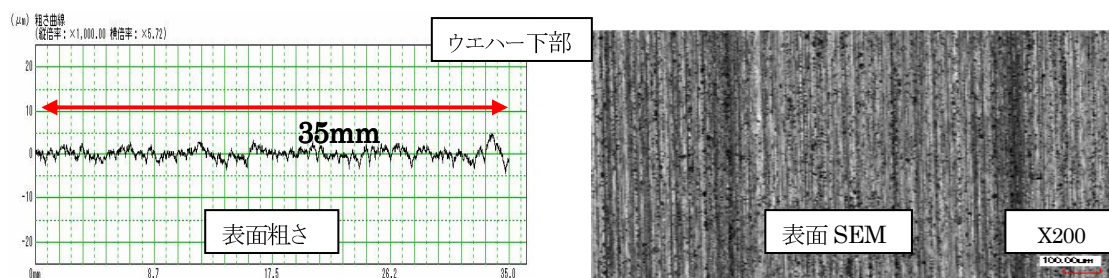
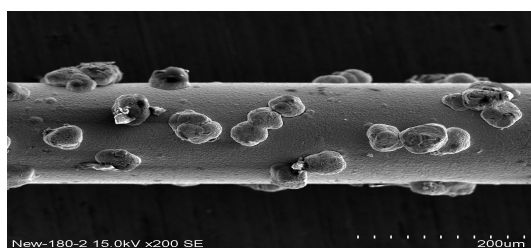


図 2-5 切断後のウエハー表面状況

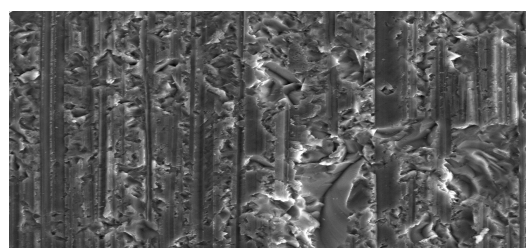
\*切断後のウエハー上下での粗度変化は少なく、細かいソーマークが顕著に見られる。

②電着ワイヤー (180φ、30-40μm) 用いて単結晶シリコンを切断

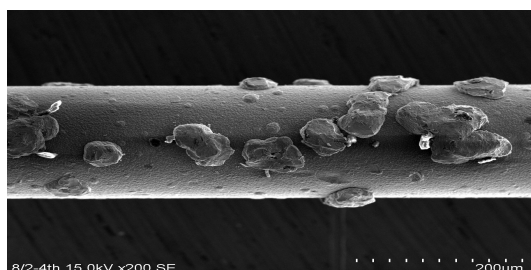
(1) 走査型電子顕微鏡 (SEM) によるワイヤーおよびウエハーの表面観察



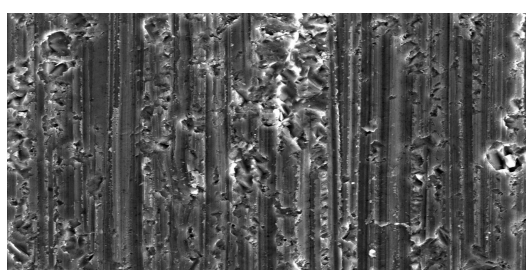
新線 (SEM×200)



切断後、ウエハー上部 (SEM×1000)



切断後、ワイヤー中央部 (SEM×200)



切断後、ウエハー下部 (SEM×1000)

図 2-6 電着ワイヤーによる単結晶シリコン切断後の表面観察 (SEM)

(2) 3次元表面粗度計およびレーザー顕微鏡にてウエハーの表面観察

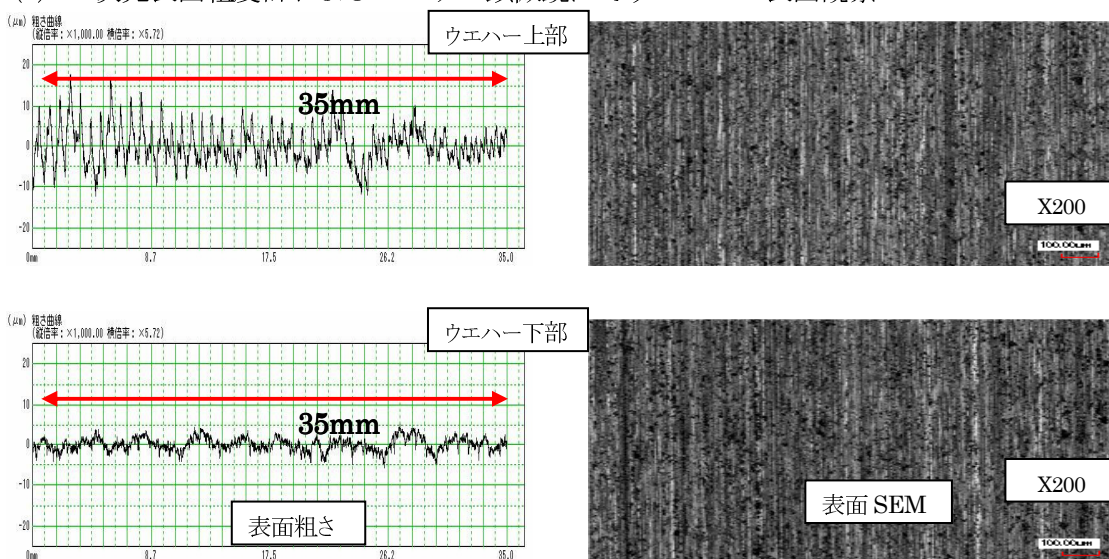


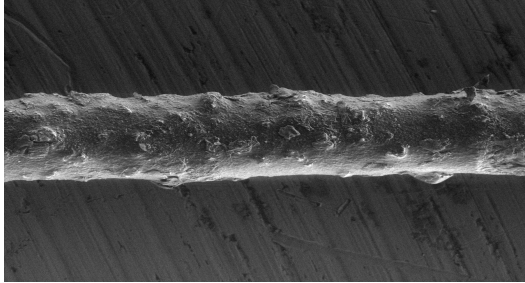
図 2-7 切断後のウエハー表面状況



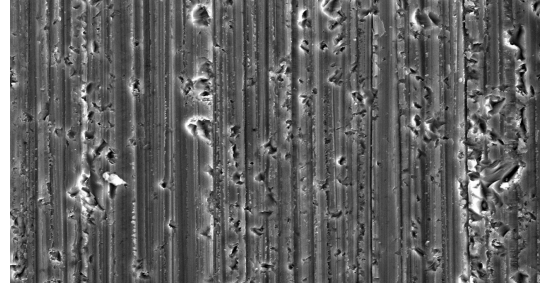
\* 切断後のウェハー上部は粗度が粗く ( $R_z=20\mu\text{m}$  以上)、下部では粗度が小さくなる。

### ③ レジンワイヤー (120φ、10-20μm) 用いて単結晶シリコンを切断

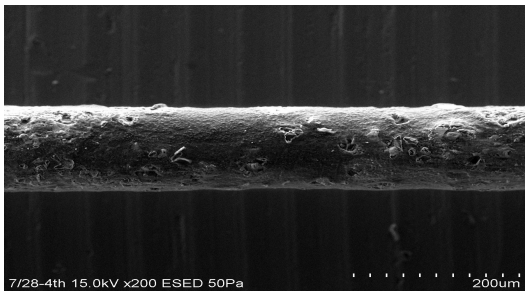
#### (1) 走査型電子顕微鏡 (SEM) によるワイヤーおよびウェハーの表面観察



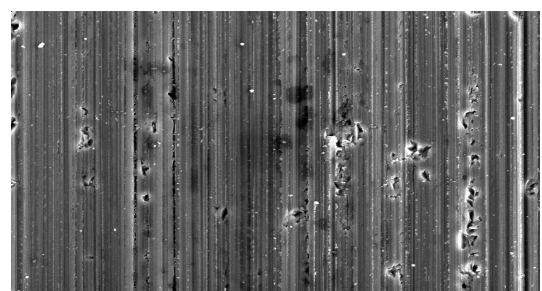
新線 (SEM×200)



切断後、ウェハー上部 (SEM×1000)



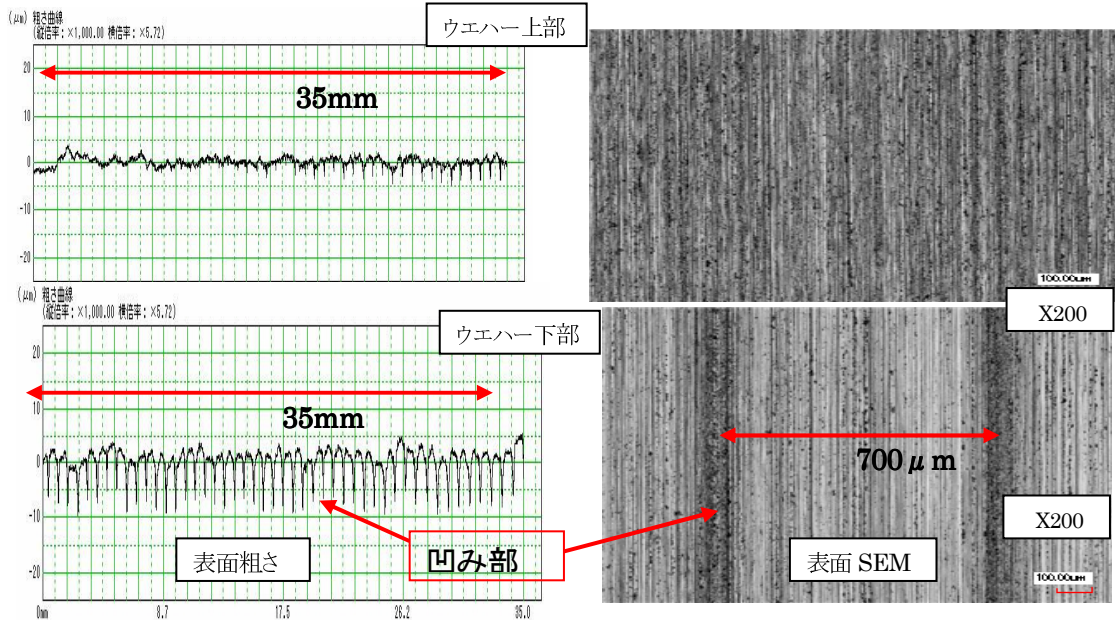
切断後、ワイヤー中央部 (SEM×200)



切断後、ウェハー下部 (SEM×1000)

図 2-8 レジンワイヤーによる単結晶シリコン切断後の表面観察 (SEM)

#### (2) 3次元表面粗度計およびレーザー顕微鏡にてウェハーの表面観察



切断後、ウェハー下部 (粗度計)

切断後、ウェハー下部 (レーザー×200)

図 2-9 切断後のウェハー表面状況

\* 電着ワイヤーと比較してワイヤー表面状態が異なり、切断後のワイヤー中央部では樹脂の剥離に伴う砥粒脱落が見られる。切断後のウェハー (特に下部) に周期的 (約 0.7mm 間隔) な凹み部 (深さ  $10\mu\text{m}$  位) が見られる。レーザー顕微鏡でも黒帯状 (凹み) が見られる。

④電着 120 φ ワイヤー、180 φ ワイヤーとレジン 120 φ ワイヤーの切断実験結果  
切断実験時の切断動力、ウエハー表面粗度 (Ra と Rz) を図 2-14 にそれぞれ示す。

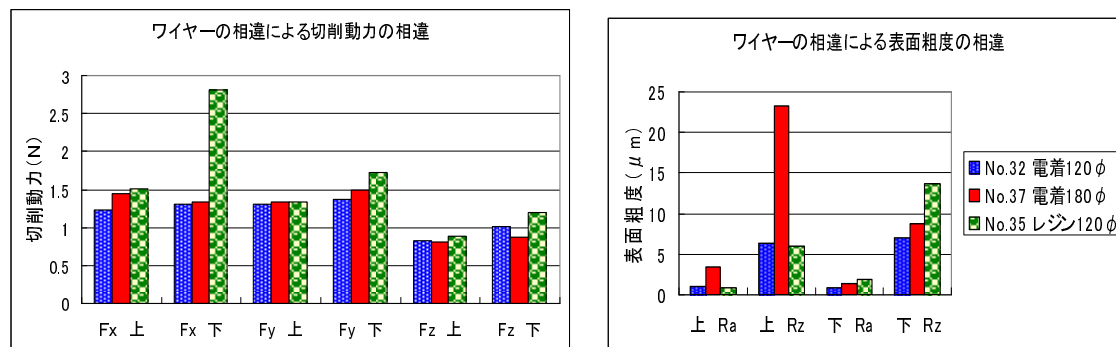


図 2-10 ダイヤ粒径の異なる電着及びレジンワイヤーでの切断動力(左図)、表面粗度(右図)

＊レジンワイヤーはウエハー下部の方が切断動力が大きく表面粗度も粗い。これはワイヤーの摩耗が大きいことに起因すると考えられる。電着ワイヤーの方が摩耗も少ないが、砥粒径の大きいワイヤー (180 φ) は上部 (切断初期) の表面粗度が粗く、粗度変化が大きい。

#### (成果)

ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの電着ワイヤーの線径・砥粒径の異なるものとレジンワイヤーを同じ切断条件にて切断試験を行った。ワイヤーの表面状態 (砥粒の固着状態) が電着とレジンでは大きく異なり、切断性 (切断動力) や切断後のウエハーの表面状態も大きく異なることを検証した。また同じ電着ワイヤーでも線径・砥粒径の大きいものは切断ウエハーの表面粗度も粗く (特に初期)、粗度変化も大きいことを検証した。線径・砥粒径の小さい電着 120 φ (12-25 μm) はソーマークやスクラッチ疵も浅く、ソーマークやスクラッチ疵を浅くするには更に線径・砥粒径を小さくすることが有効と考える。実際実機では切断ロスの低減を目的として線・砥粒の径小化に進んでいるが、ソーマークやスクラッチ疵を浅くするためにも効果的と考える。

逆にラボ試験においては線径・砥粒径の大きいワイヤーを用いて、大きなソーマークや深いスクラッチ疵を発生させ、切断油の抑制効果を検証することができると考える。

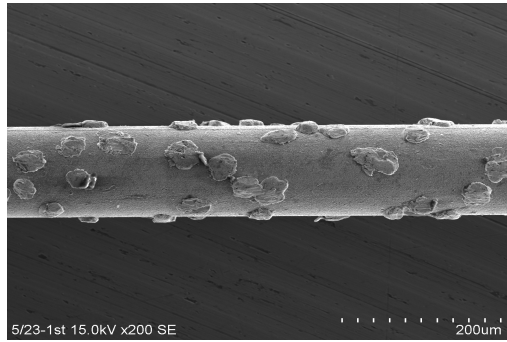
#### 2-2-4. ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの特性調査 (実施内容④)

(1) 電着 120 φ ワイヤーを用いて、切断実験後のワイヤーの表面状態を観察し、砥粒高さを測定することでワイヤーの摩耗過程の測定が可能か調査した。

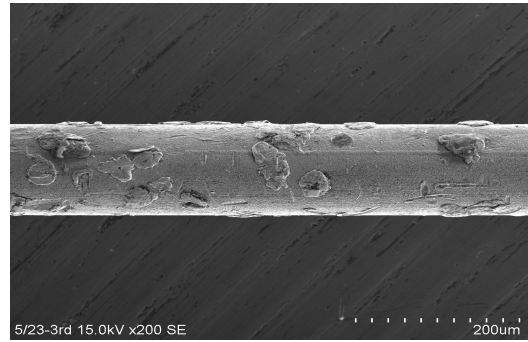
切断実験は 125 角のシリコンインゴットを切断速度 0.75mm/min で切断する場合、約 170 分の切断時間を要し、新線供給量 0.5m/min で行っているため、新線ワイヤーが約 85m 供給される。走行速度 700m/min・片道 30 秒で 1 分間に 1 往復⇒それゆえ、1 分で約 350m のワイヤーが切断に寄与することになり、切断終了までに約 430m が使用されたことになる。

特に、中央部(90-340m)は全時間シリコンインゴットを切断していた部分と考えられ、切断終了後、約 430m を取り出し、先端から尾端まで 7 等分して、ワイヤー各部所の表面状態の観察と砥粒高さの測定から電着ワイヤー摩耗経過を求めた。この結果より、電着ワイヤーを用いた切断実験にて切断油のワイヤー摩耗抑制効果の評価が出来ると考える。

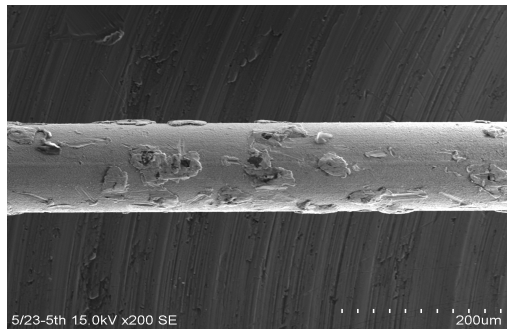
グリコール単体、切断速度 0.75mm/min、ワイヤー張力 20N で切断実験後、ワイヤーを 7 等分し、各々走査型電子顕微鏡観察 (×200) を行い、砥粒高さを測定 (計算) した。



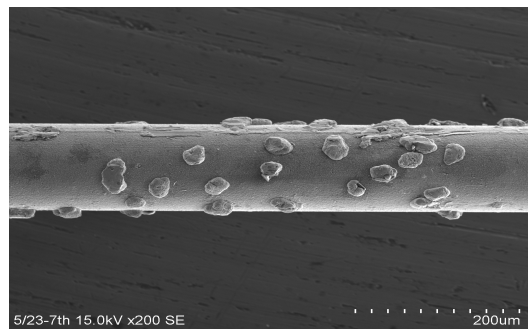
切出し直後 1st のワイヤー（砥粒高さ  $8.5\mu\text{m}$ ）



切出し後 3rd のワイヤー（砥粒高さ  $6.3\mu\text{m}$ ）



切出し後 5th のワイヤー（砥粒高さ  $5.5\mu\text{m}$ ）



切出し後 7th のワイヤー（砥粒高さ  $9.7\mu\text{m}$ ）

図 2-11 ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーでの切出し 7th までの各砥粒高さ測定

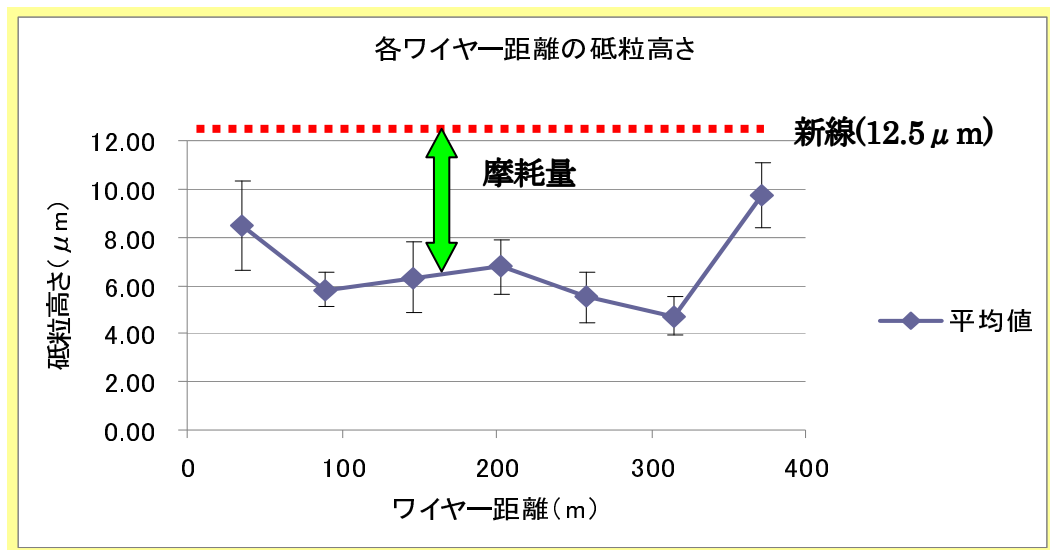


図 2-12 ワイヤー切断距離と砥粒高さの関係（ワイヤー径  $120\mu\text{m}$ ）

### (成果)

ダイヤモンド固定砥粒電着  $120\phi$  ワイヤーの新線の砥粒高さは  $12.5\mu\text{m}$  あるが、切断後のワイヤーの砥粒高さは、切断距離（回数）の長い中央部で  $6\mu\text{m}$  前後になり、摩耗していることが良く判る。レジンワイヤーは素地面が平面でなく砥粒高さの測定が難しいが、電着ワイヤーは砥粒高さ測定が可能であり、摩耗の評価として可能であることが判った。

今後、切断油の耐摩耗効果を評価するために砥粒高さを測定していく。



(2) 切断実験を行ったワイヤーの摩耗状態をEDXによる表面分析で一部確認した。

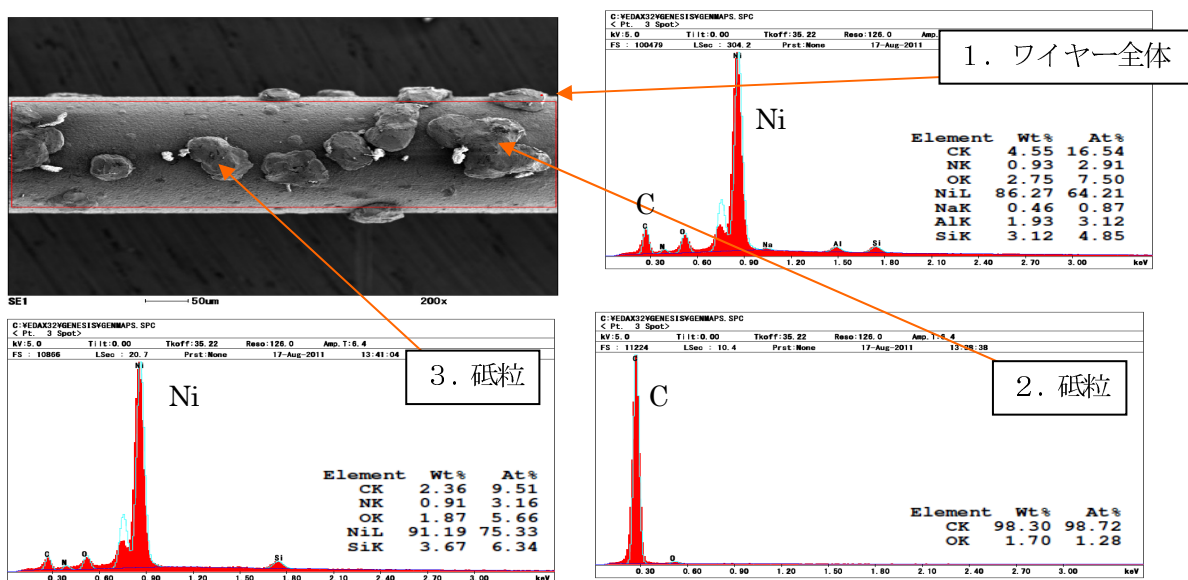


図 2-13 「グリコール+水70%」、電着 180  $\phi$   $\mu$ m (30-40) 切断後のワイヤー表面分析結果  
砥粒の一部はダイヤモンドが露出しているが、大部分は未だニッケルで覆われていることが解る。

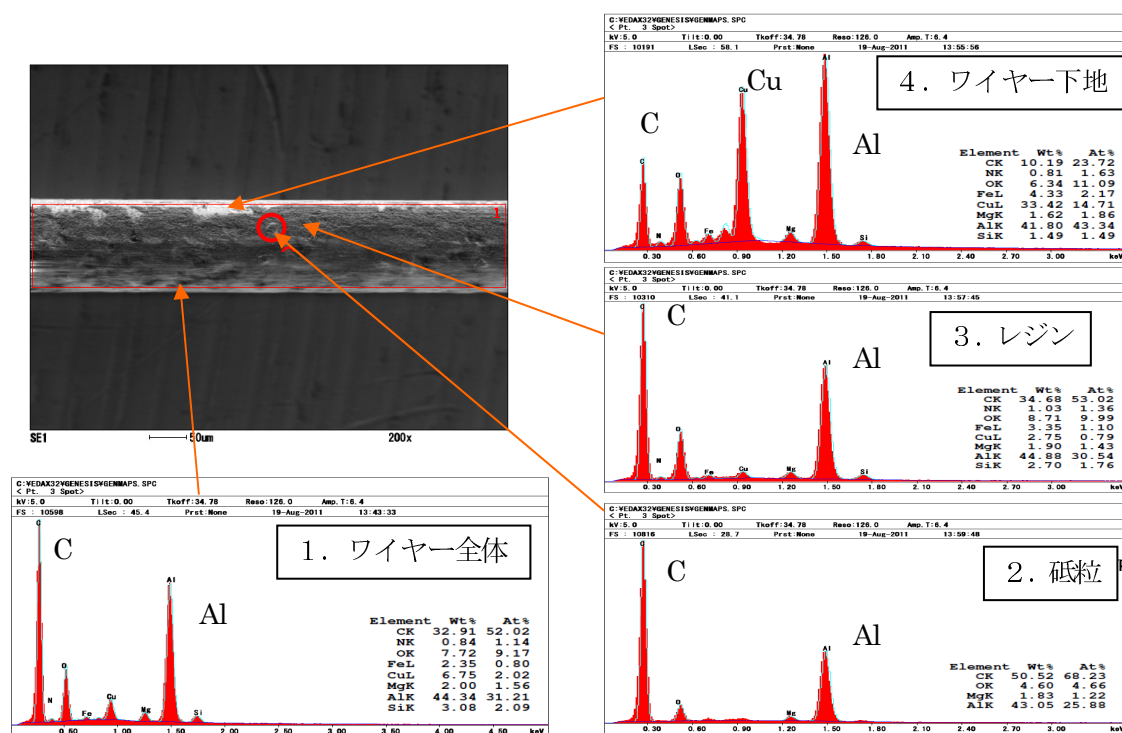


図 2-14 「水単体」、レジン 120  $\phi$   $\mu$ m (10-20) 切断後のワイヤー表面分析結果

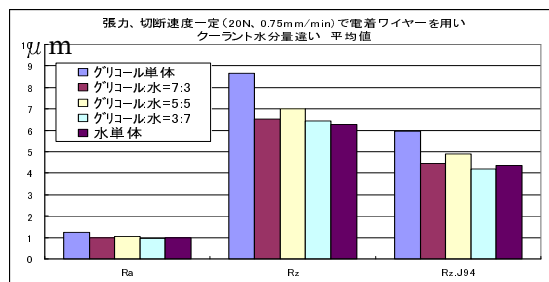
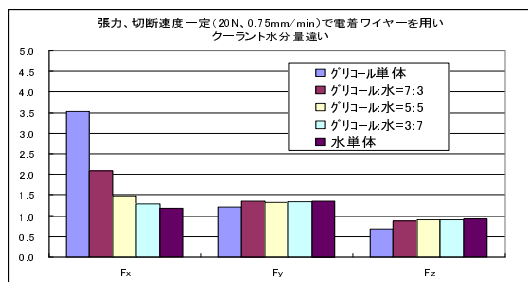
\*ワイヤー全体及び砥粒相当部分も炭素が見られるが、レジン成分の可能性が大きい。  
アルミはレジン成分で、銅は芯線が銅メッキのため検出されたと考えられる。

**(成果)** EDX分析でワイヤーの摩耗状態、メカニズムの推察が可能と考えられる。  
**(課題)** 種々条件で切断実験したワイヤーおよびウエハーのEDX分析することが必要。

## 2-2-5. 切断油ベースの選定（実施内容④、⑤、⑥）

ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの電着 120 $\phi$  (12-25 $\mu$ m)、180 $\phi$  (30-40 $\mu$ m) 及びレジンワイヤー 120 $\phi$  (10-20 $\mu$ m) を用いて、切断性及び切断後のワイヤーやウエハーの表面状態が良好なベース油を検討した。ベース油としてグリコール類の中からを用い、水の添加量を変更させて最適量を調査した。

### ①電着 120 $\phi$ (12-25 $\mu$ m) ワイヤー、切断速度 0.75mm/min、張力 20N



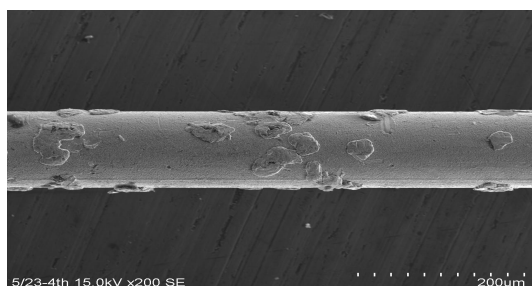
切削動力（グリコールに水添加量の変更）

ウエハー表面粗度（グリコールに水添加量の変更）

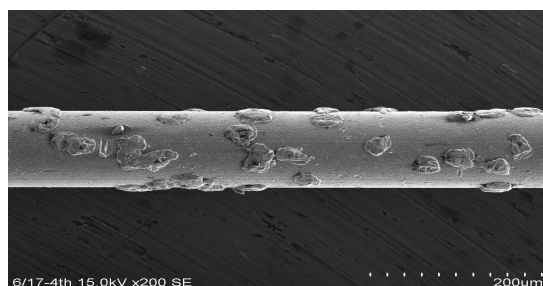
図 2-15 DEG に水添加量を変化させたときの切断動力(左図) 及び切断表面粗度(右図)

\* グリコールに水を添加すると切削動力は低下し、表面粗度も低下する傾向にある。

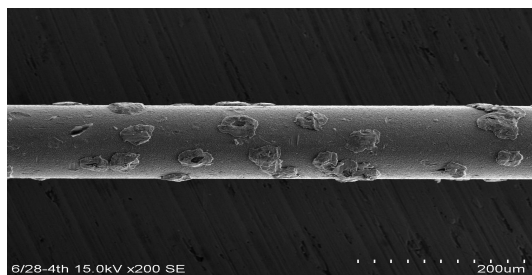
●次に各切断油にて切断後のワイヤー中央部（最も切断距離の長い部所）の表面状態を電子顕微鏡（ $\times 200$ ）にて表面観察を行い、全長の砥粒高さ測定により比較した。



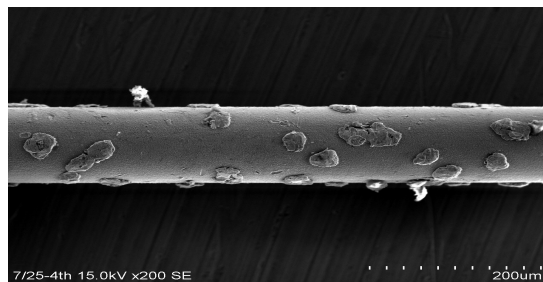
グリコール単体 中央部 4th(砥粒高さ **6.8 $\mu$ m**)



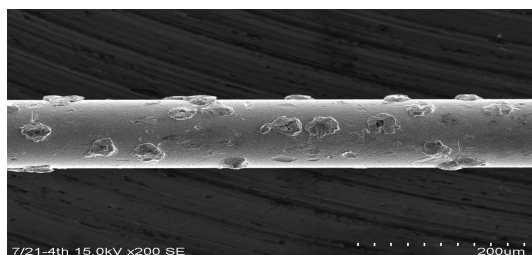
グリコール+水 30% 中央部 4th(砥粒高さ **9.8 $\mu$ m**)



グリコール+水 50% 中央部 4th(砥粒高さ **8.1 $\mu$ m**)



グリコール+水 70% 中央部 4th(砥粒高さ **11.4 $\mu$ m**)



水単体 中央部 4th(砥粒高さ **10.6 $\mu$ m**)

図 2-16 「グリコール+各水%」に対する固定砥粒ワイヤーの切出し4th での各砥粒高さ測定

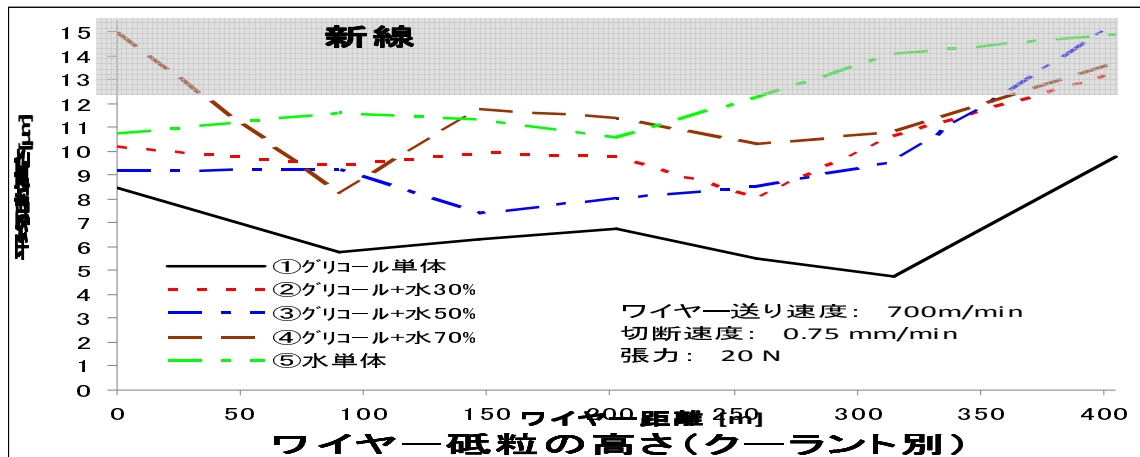


図 2-17 グリコール:水の比率を変えたときのワイヤー切断距離と砥粒高さ

\*切断距離の長い中央部と比較するとグリコール単体が最も砥粒高さが低く（摩耗が多い）、水添加量増大により砥粒高さが高くなる（摩耗が少なくなる）。

●次に切断実験後の切断油の性状（含有スラッジ分と粘度）の測定結果をグラフにて示す。

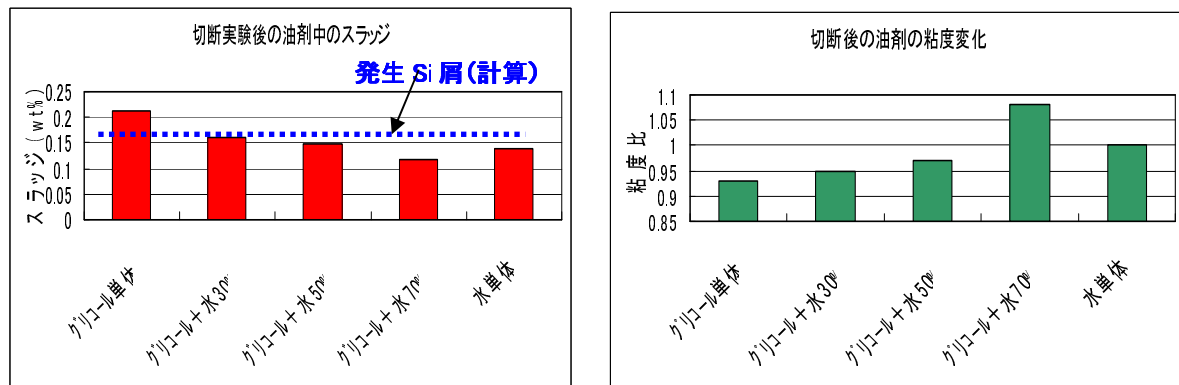
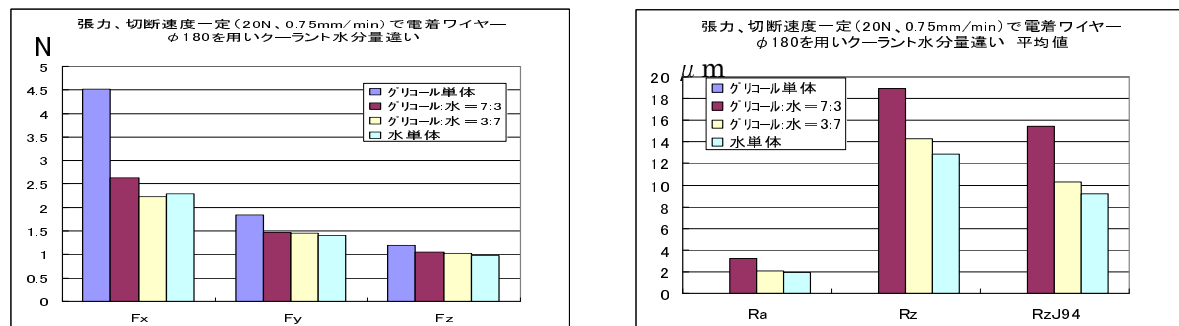


図 2-18 各種グリコール+水添加量変化による切断後のスラッジ分及び油剤粘度変化

\*グリコールに水の添加量が増えると切断実験後のスラッジ分は低下する。発生シリコン切屑は同じと考え、発生シリコン切屑の分散性が悪いためと考えられる。グリコール単体はスラッジ分が多く、発生シリコン切屑の分散性が良好と考える。但し、未だ発生シリコン切屑が少ないために、スラッジ分散による増粘は示していない。

## ②電着 180 φ (30-40 μm)ワイヤー、切断速度 0.75mm/min、張力 20N



切断動力（グリコールに水添加量の変更）

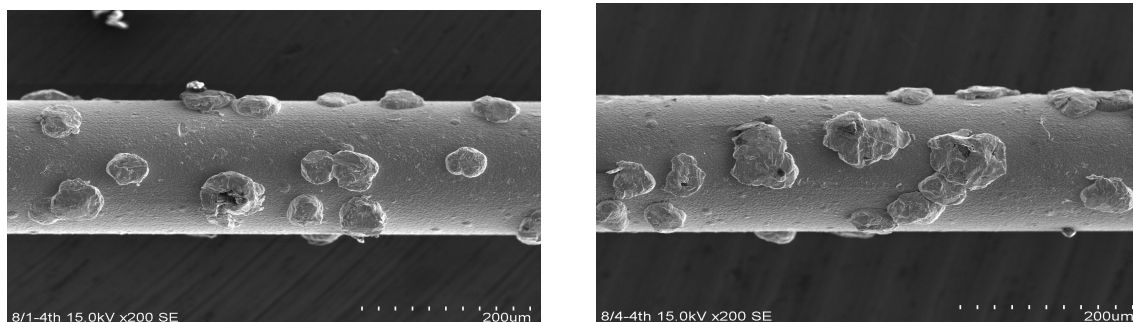
ウェハー表面粗度（グリコールに水添加量の変更）

図 2-19 グリコールに水添加量を変えたときの切断動力及びウェハー表面粗度

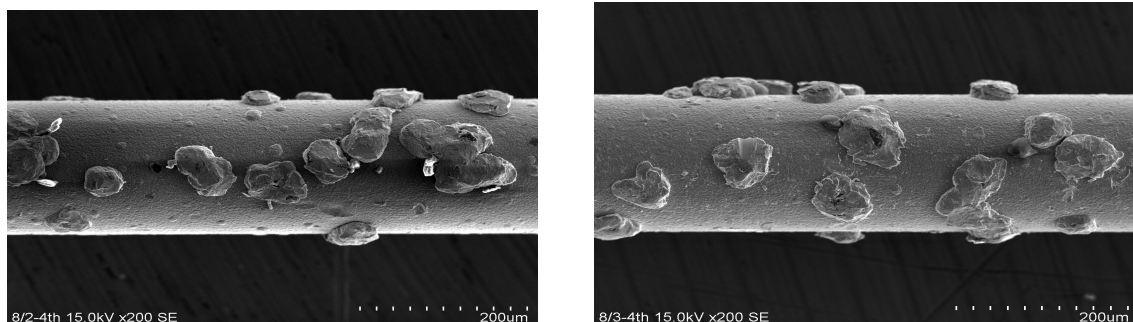


\*電着 120 φより切断動力は大きく、同様にグリコールに水を添加すると切断動力は低下する。  
グリコール単体はウエハーが取れなかったために測定していないが。表面粗度も水添加により低下する傾向にある。但し、電着 120 φの約2倍の表面粗度 (Ra、Rz 共に) を示した。

●次に各切断油にて切断後のワイヤー中央部（最も切断距離の長い部所）の表面状態を電子顕微鏡 (×200) にて表面観察を行い、全長の砥粒高さ測定により比較した。



グリコール単体 中央部 4th(砥粒高さ **20.2** μm) グリコール+水 30% 中央部 4th(砥粒高さ **22.4** μm)



グリコール+水 70% 中央部 4th(砥粒高さ **22.5** μm) 水単体 中央部 4th(砥粒高さ **20.0** μm)

図 2-20 「グリコール+各水%」に対する固定砥粒ワイヤーの切出し4th での各砥粒高さ測定

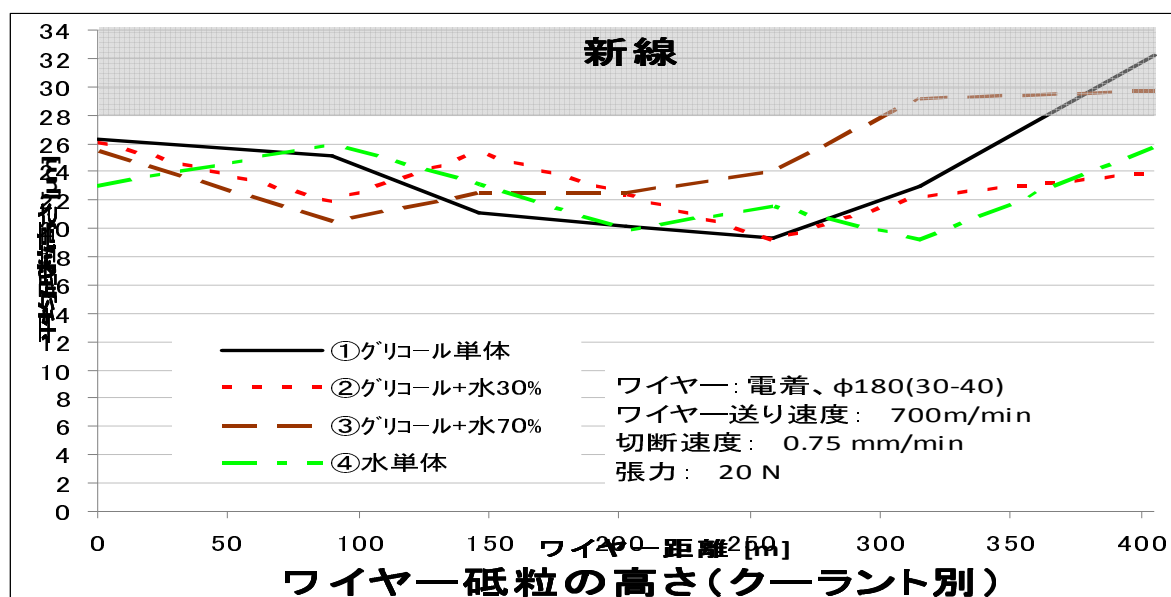


図 2-21 グリコール:水の比率を変えたときのワイヤー切断距離と砥粒高さ

\*切削距離の長い中央部で比較すると、電着 120 φ程の差はないが、グリコール単体が最も砥粒高さ

が低い（摩耗が多い）。また水単体も砥粒高さが低い、グリコールに水添加し添加量を増やすと砥粒高さが高くなる（摩耗が少ない）傾向を示した。

元々、新線での砥粒高さが  $30\mu\text{m}$  近くあるので残存砥粒高さも高いが、砥粒高さの減少（摩耗量）は電着 120φ と同程度と考える。

●次に切断実験後の切断油の性状（含有スラッジ分と粘度）の測定結果を図 2-36 に示す。

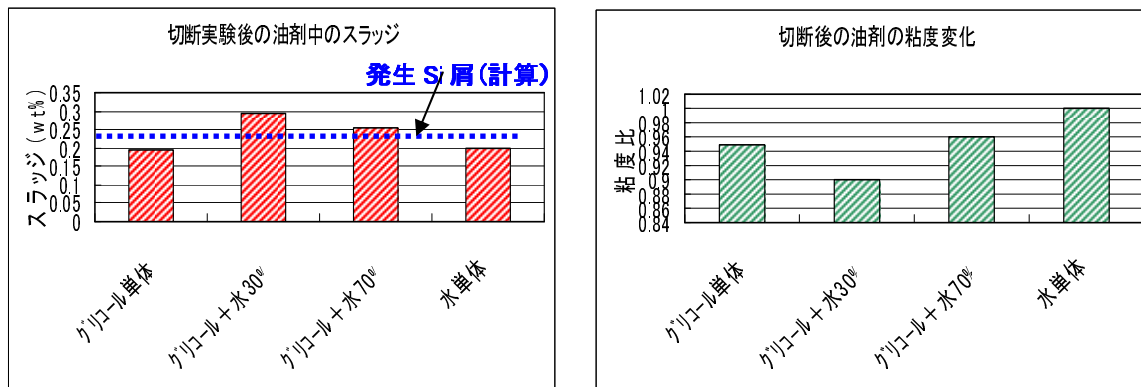
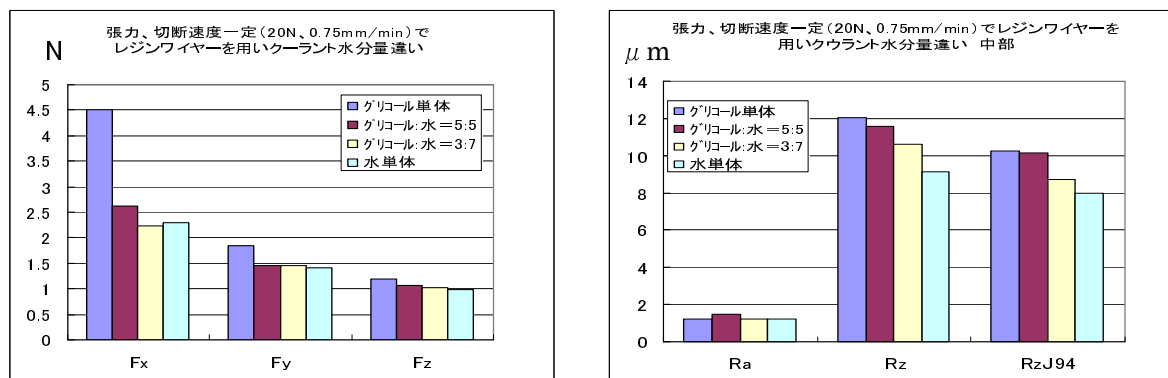


図 2-22 切断油:水%を変えた切断実験後のスラッジ分(左)、粘度変化

\*グリコール単体と水単体はスラッジ分が少ないが、グリコール+水添加のものは切断実験後の切断油中のスラッジ分が増加する。スラッジ分が増加するのは発生シリコン切屑の分散性が良好なためと考える。未だ発生シリコン切屑・スラッジ量が少ないため、スラッジ分散による増粘までは示していない。

### ③レジン 120φ(10-20μm)ワイヤー、切断速度 0.75mm/min、張力 20N



切断動力（グリコールに水添加量の変更）      ウエハー表面粗度（グリコールに水添加量の変更）

図 2-23 各種グリコール：水比率を変えたときのレジンワイヤーによる切断動力、ウエハー表面粗度の比較

\*電着 120φワイヤーより全体的に高い切断動力を示す。同様にグリコール単体に比較して、水の添加量を増やすと切断動力は低下する。

表面粗度も電着 120φワイヤーより全体的に粗くなっており、水添加によりグリコール単体と比較して粗度が小さくなる。

●次に各切断油にて切断後のワイヤー中央部（最も切断距離の長い部所）の表面状態を電子顕微鏡（×200）にて表面観察を行った。

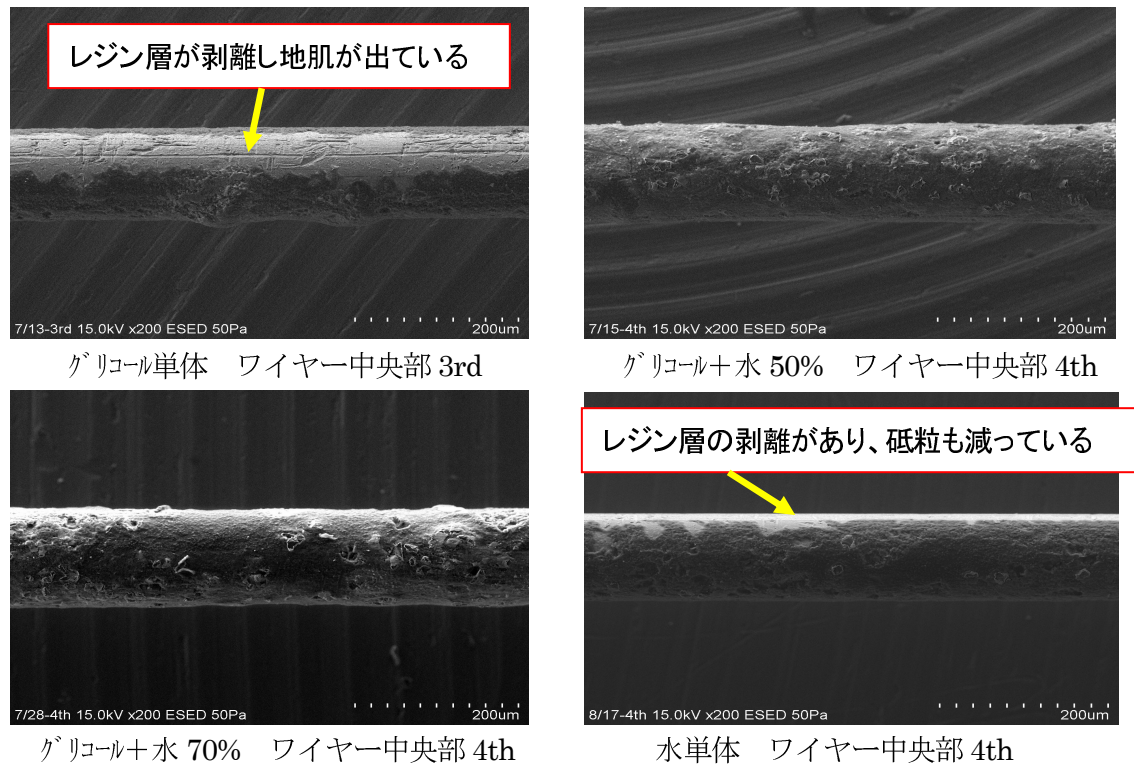


図 2-24 各種切断油で切断後のレジンワイヤーの表面状況

●次に切断実験後の切断油の性状（含有スラッジ分と粘度）の測定結果を図 2-44 に示す。

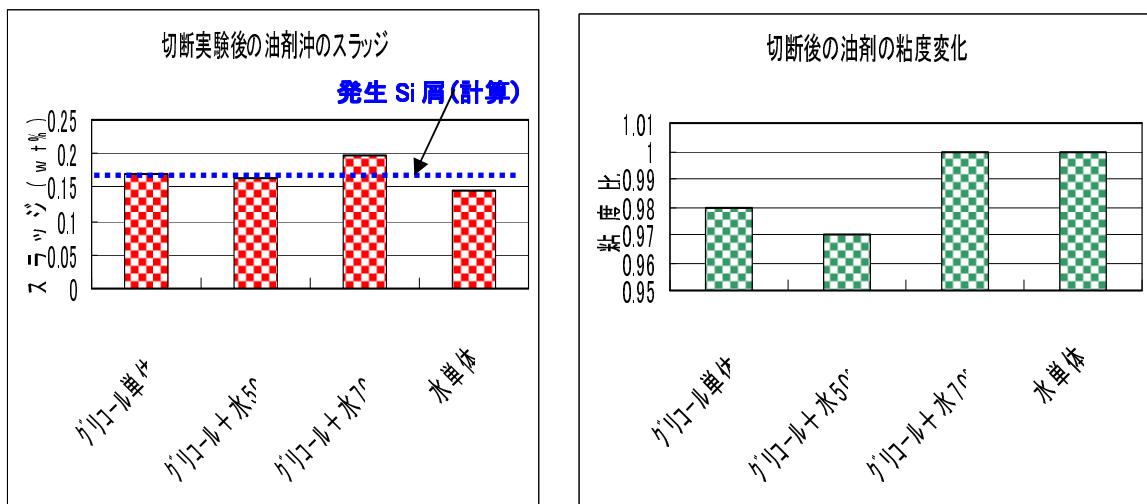


図 2-25 切断油：水%を変えた切断実験後のスラッジ分(左図)、粘度変化(右図)

＊水単体はスラッジ分が少ないが、「グリコール単体」及び「グリコール+水添加」は切断実験後の切断油中のスラッジ分が増加する。これは発生シリコン切屑の分散性が良好のためと考えられる。

但し、未だスラッジ量が少ないため、スラッジ分散による増粘は示していない。

### (成果)

3種類のダイヤモンド固定砥粒ワイヤーにてベース油の選定を行った結果、

1. 何れのワイヤーも、グリコール単体よりも水を添加した方が切断動力は低下し、シリコンウエハーの表面粗度も小さくなる傾向を示し、水の添加効果を検証した。但し、水単体では切断動力は良好だが、ウエハー表面粗度変化が大きくなり、グリコールとの併用が必要であることも検証した。
2. ワイヤーの摩耗に対して、電着ワイヤーは表面状態と砥粒高さで評価し、レジンワイヤーは表面状態（特にレジン層の剥離）で評価した。何れもグリコール単体より水を添加した方が摩耗が少ないことを検証した。但し、水単体では電着ワイヤーの摩耗量も多くなり、レジンワイヤーの剥離も増えることが判明し、表面粗度と同様にグリコールとの併用が必要であることを検証した。
3. 切断実験後の切断油中のスラッジ分より発生シリコン切屑の分散性を確認した結果、グリコールが発生シリコン切屑の分散性を良好にさせることを検証した。これはグリコールが発生シリコン切屑を抱き込む（グリコールのOH基がSiと結合）ことにより、切断油中に分散させるものとする。水単体ではその特性がないため、グリコール（OH基を持つもの）を含んでいることが有効と考える。
4. 何れにおいても「グリコール+水添加」が有効で、かつ、水添加量が多いものが効果的と判断し、現段階ではベース油として「グリコール+水70%」が良好と考え、選定した。

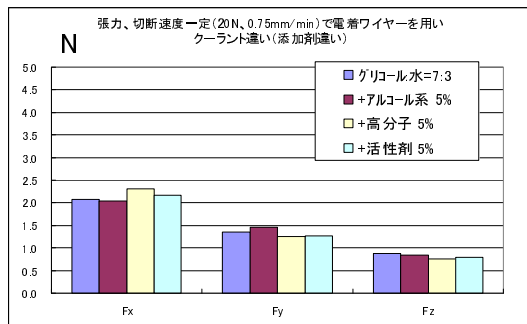
### (課題)

水の含有は、シリコンとの反応による水素ガス発生も問題となるため、上記の特性を念頭に置き、最適配合および水素ガス抑制剤を検討する課題があるとする。

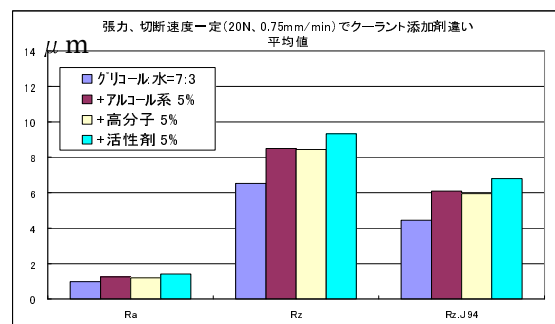
## 2-2-6. 切断油添加剤の検討（実施内容⑥）

ベース油として「グリコール+水」が良好であると判断し、「グリコール+水30%」で添加剤効果を検討し、次に「グリコール+水70%」で検討した。

### ①「グリコール+水30%」をベース油に添加剤を検討（電着120φにて実験）



切断動力（ベースに添加剤5%添加）

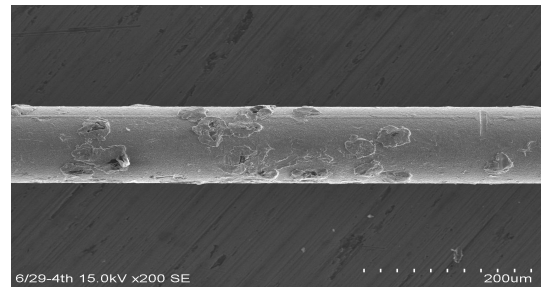
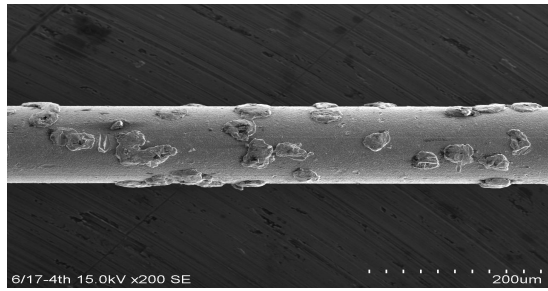


ウエハー表面粗度（ベースに添加剤5%添加）

図 2-26「グリコール+水30%」をベース油に添加剤5%での切断動力、ウエハー表面粗度変化

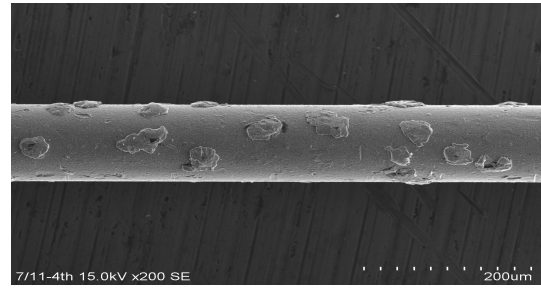
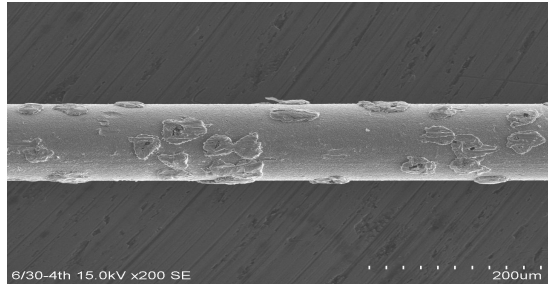
＊濡れ性向上剤のアルコール系化合物、水溶性高分子および界面活性剤の何れの添加剤もベースと同様な切断動力を示した。また、表面粗度は添加剤を添加したものはベースと比較して、若干粗くなる傾向を示した。

●次に切断後のワイヤー中央部（最も切断距離の長い部所）の表面状態を電子顕微鏡（×200）にて表面観察を行い、全長の砥粒高さ測定により比較した。



グリコール+水 30% 中央部 4th(砥粒高さ **9.8**  $\mu\text{m}$ )

アルコール系 5%添加 中央部 4th(砥粒高さ **9.0**  $\mu\text{m}$ )



高分子 5%添加 中央部 4th(砥粒高 **9.9**  $\mu\text{m}$ )

活性剤 5%添加 中央部 4th(砥粒高さ **9.4**  $\mu\text{m}$ )

図 2-27 切断後のワイヤー中央部(最も切断距離の長い部所)の表面状態(図 2-26 に対応)

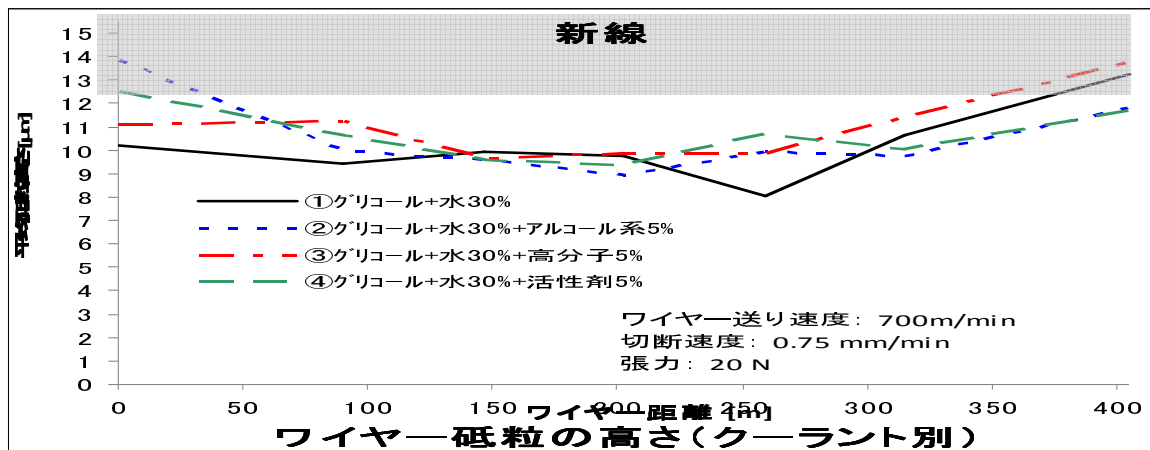


図 2-28 添加剤を変えたときの切削距離に対する平均砥粒高さ

\* 切削距離の長い中央部で比較して、何れの添加剤(アルコール系添加剤、水溶性高分子及び界面活性剤)を添加した場合も、ベース油(グリコール+水 30%)と同等の砥粒高さを示し、耐摩耗性の添加剤の効果は現れなかった。

● 次に切断実験後の切断油の性状(含有スラッジ分と粘度)の測定結果をグラフにて示す。

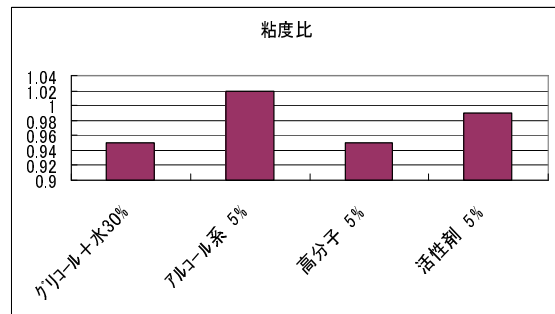
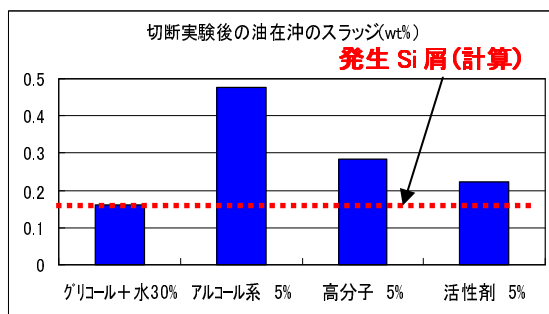
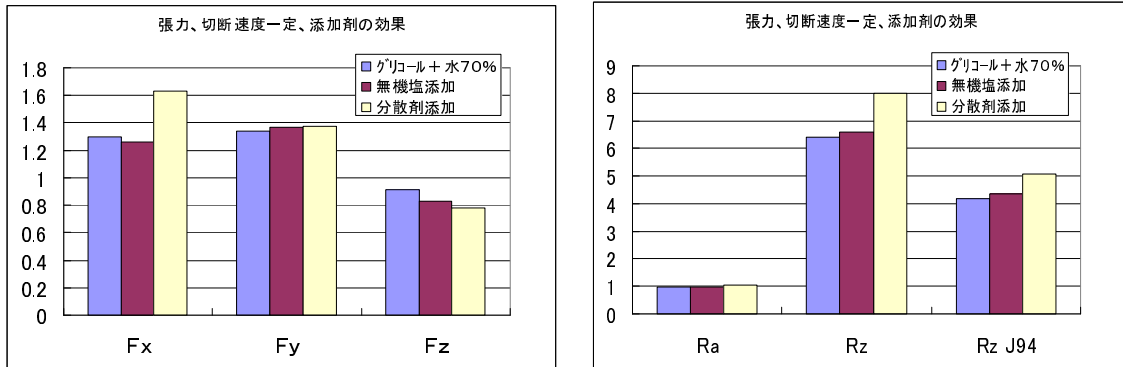


図 2-29 添加剤を変えたときの切断実験後のスラッジ分(左)、粘度変化



\* 添加剤を添加したものはベース（グリコール+水 30%）に比較し、切断油中のスラッジ分が増加する。発生シリコン切屑の分散性が良好なためと考えられる。但し、添加剤の添加量が過剰気味と考えられるので、最適添加量の検討が必要である。

②「グリコール+水 70%」をベース油に添加剤を検討（電着 120 φにて実験）



切断動力 (ベースに添加剤を添加)

ウエハー表面粗度 (ベースに添加剤を添加)

図 2-30 切断油成分「グリコール+水 70%」をベースに種々添加剤を用いたときの切断動力、ウエハー表面粗度変化

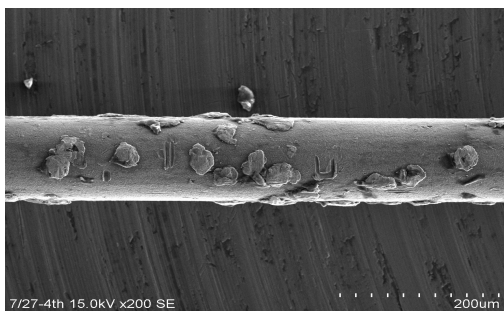
\* 添加剤は無機塩 1 % 添加、分散剤 = 5 % 添加で評価した。

分散剤（粘度上昇抑制剤、機能性高分子で PH 調整のためにアミン併用）を添加したものはベースより若干高い切断動力を示し、ウエハー表面粗度も粗い傾向を示した。

●次に切断後のワイヤー中央部（最も切断距離の長い部所）の表面状態を電子顕微鏡（×200）にて表面観察を行い、全長の砥粒高さ測定により比較した。

グリコール+水 70% 中央部 4th(砥粒高 **11.4** μm)

分散剤 5%添加 中央部 4th(砥粒高 **8.7** μm)



無機塩 5%中央部 4th(砥粒高 **8.4** μm)

図 2-31 切断後のワイヤー中央部(最も切断距離の長い部所)の表面状態(図 2-30 に対応)

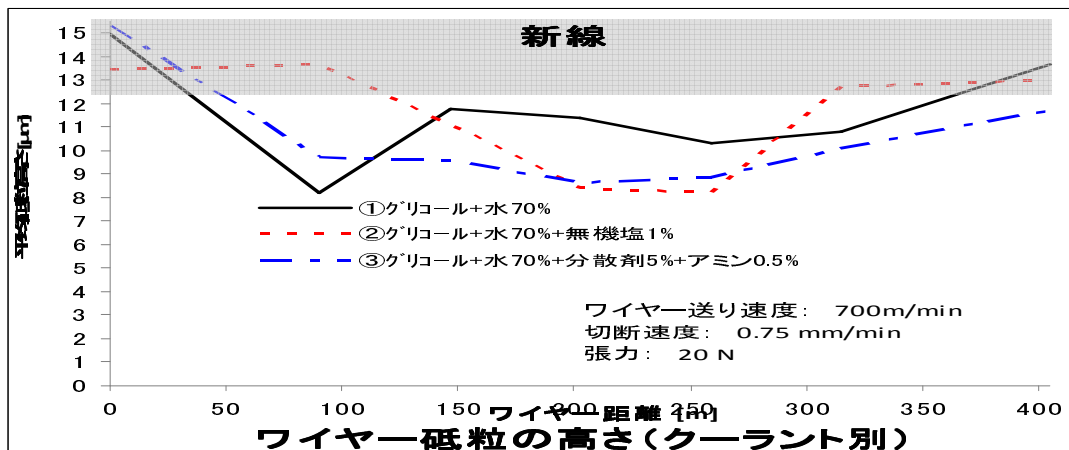


図 2-32 添加剤を変えたときの切削距離に対する平均砥粒高さ(図 2-30 に対応)  
 \* 切削距離の長い中央部と比較して、無機塩や分散剤の何れの添加剤を添加した場合も、ベース (グリコール+水 70%) と同等以下の砥粒高さを示した。

●次に切断実験後の切断油の性状 (含有スラッジ分と粘度) の測定結果を図 2-33 に示す。

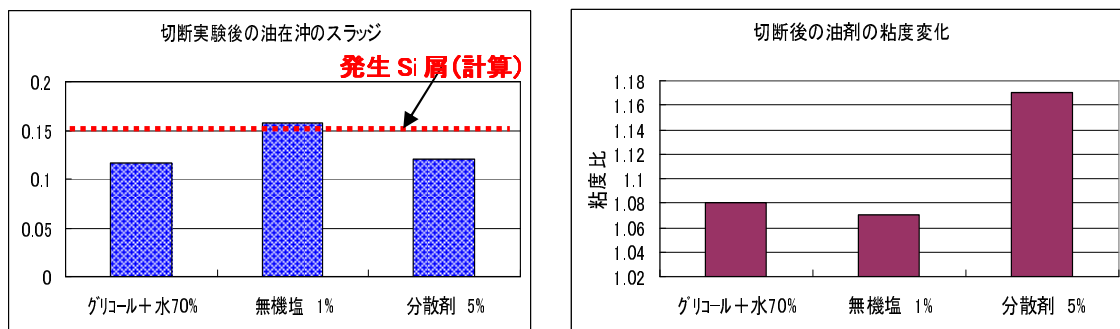


図 2-33 添加剤を変えたときの切断実験後のスラッジ分(左図)、粘度(右図) 変化 (図 2-50 に対応)

\* 添加剤 (無機塩) を添加したものはベース (グリコール+水 70%) に比較し、切断油中のスラッジ分が増加する。また、添加剤 (分散剤) を添加したものは粘度の上昇を示しており、何れも発生シリコン切屑の分散性を良くしているものと考えられる。

#### (成果)

1. 「グリコール+水 30%」をベース油に添加剤⇒アルコール系化合物、水溶性高分子及び界面活性剤を添加し効果を確認したが、切断動力・ウエハー表面粗度及び電着ワイヤー摩耗はほぼベース油と同等であった。但し、発生シリコン切屑の分散性を向上させる結果を得た。
2. 「グリコール+水 70%」をベース油に添加剤⇒無機塩及び分散剤を添加し効果を確認したが、同様に切断動力・ウエハー表面粗度及び電着ワイヤー摩耗はほぼベース油と同等であった。但し、発生シリコン切屑の分散性を向上させる結果を得た。

#### (課題)

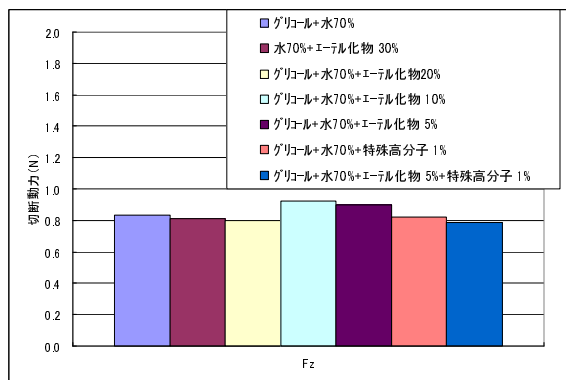
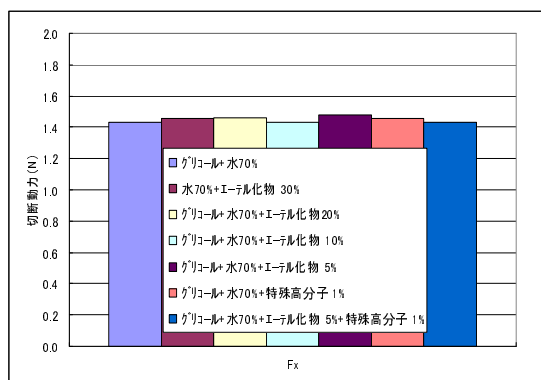
実機のマルチワイヤーソーを考慮すれば、発生シリコン切屑の分散性向上は同一切断性を維持する添加剤効果が考えられるため、添加量の変更等や切断量を増加 (発生シリコン切屑増大) させた実験での検証が必要と考える。

## 2-2-7. 切断時のスクラッチ疵を抑える添加剤の研究およびダイヤモンド固定砥粒ワイヤーソー用の最適切断油の開発（実施内容⑥、⑦）

### ①電着 180φ（30-40μm）ワイヤーを用いて添加剤、添加量の検証

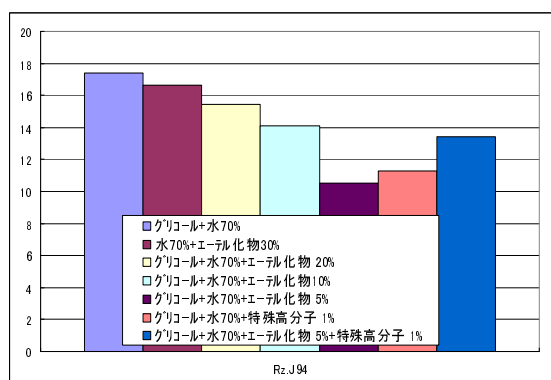
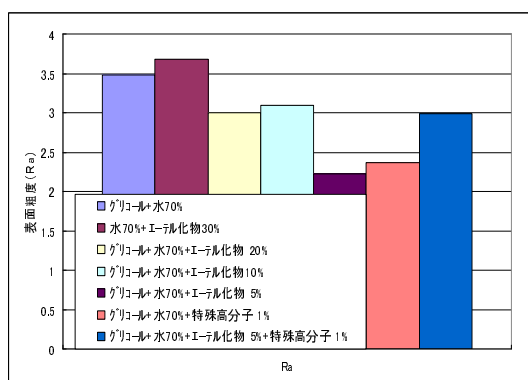
今までの結果よりダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの線径・砥粒径が大きいほどソーマークが大きく、深いスクラッチ疵が発生し易いと考え、電着ワイヤー(180φ、砥粒径 30-40μm)を用いて、「グリコール+水 70%」を基本ベースに添加剤効果と添加量の検証を行った。添加剤としては濡れ性向上や造膜効果の知見のある「グリコールのエーテル化物」と特殊水溶性高分子を適用した。

◎脆性材料であるシリコンウエハーの切断で発生するスクラッチ疵はダイヤモンド砥粒によるシリコンの掘起しが原因と考えられ、スクラッチ疵を浅くするためには、シリコンと砥粒への濡れ性を上げ、濡れて砥粒に膜を造り、かつ、発生シリコン切屑による掘起しを防ぐために、発生シリコン切屑を除去することが必要と考えている



切断動力 F<sub>x</sub> vs. (グリコール+添加剤+水 70%)

切断動力 F<sub>z</sub> vs. (グリコール+添加剤+水 70%)



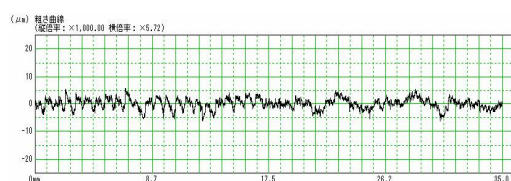
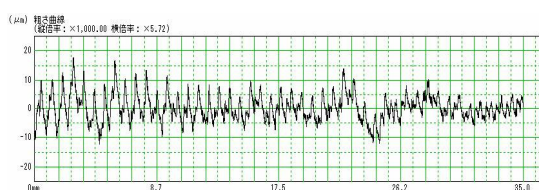
ウエハー上部表面粗度 vs. Ra(グリコール+添加剤+水 70%)

ウエハー上部表面粗度 vs. Rz(グリコール+添加剤+水 70%)

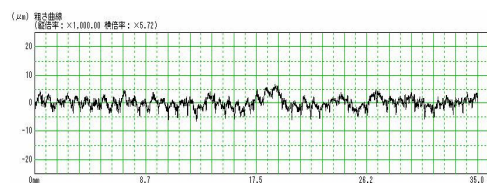
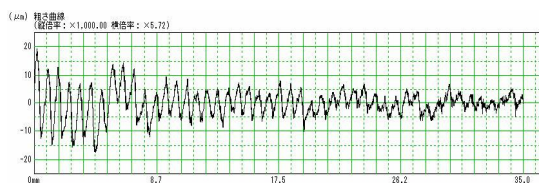
図 2-34 グリコール+水 70%+各種添加剤に対する切削動力（上図）、ウエハー表面粗度（下図）

＊切断動力（特に走行方向(F<sub>x</sub>)）は何れも同等であったが、表面粗度はエーテル化物や特殊高分子の添加により小さくなった。但し、エーテル化物はグリコールとの併用でより効果を発揮し、水 70%+グリコール 25%+エーテル化物 5% が最良であり、特殊高分子は水 70%+グリコール 29%+特殊高分子 1% が良好であった。

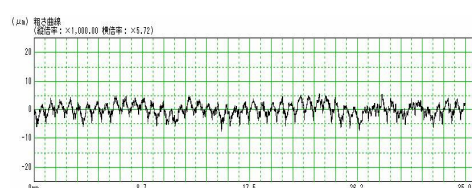
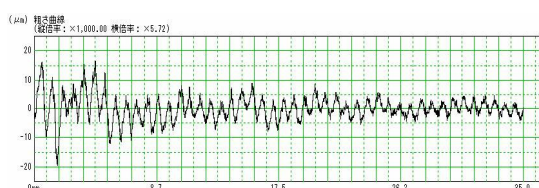
◎切断後のウエハー上部(35mm)の表面粗度(Ra と Rz)を図2-54に示したが、更に上部(35mm)と中部(35mm)の 3 次元粗度計で測定した結果を図 2-35 に示す。



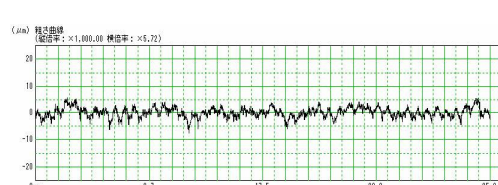
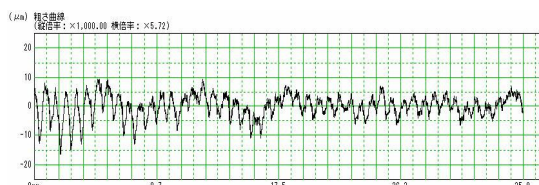
上部(Ra **3.5**  $\mu$ m Rz **23.2**  $\mu$ m) グリコール 30%+水 70% 中部(Ra **1.5**  $\mu$ m Rz **10.8**  $\mu$ m)



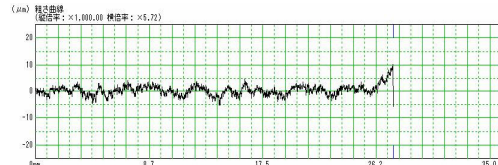
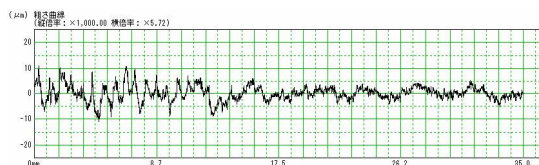
上部(Ra **3.7**  $\mu$ m Rz **21.5**  $\mu$ m) エステル化物 30%+水 70% 中部(Ra **1.5**  $\mu$ m Rz **10.7**  $\mu$ m)



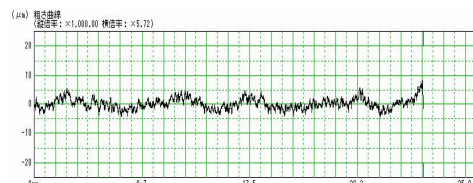
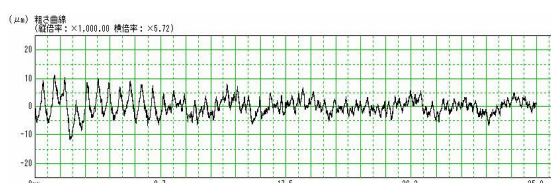
上部(Ra **3.0**  $\mu$ m Rz **19.1**  $\mu$ m) グリコール 10% エステル化物 20% 水 70% 中部(Ra **1.7**  $\mu$ m Rz **12.0**  $\mu$ m)



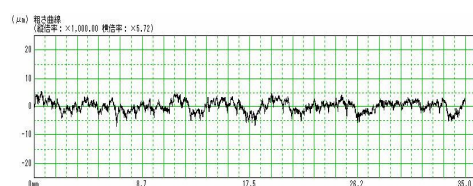
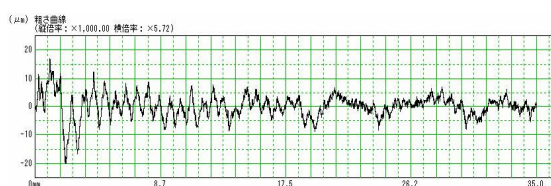
上部(Ra **3.1**  $\mu$ m Rz **18.2**  $\mu$ m) グリコール 20% エステル化物 10% 水 70% 中部(Ra **1.4**  $\mu$ m Rz **10.9**  $\mu$ m)



上部(Ra **2.2**  $\mu$ m Rz **14.1**  $\mu$ m) グリコール 2.5% エステル化物 5% 水 70% 中部(Ra **1.4**  $\mu$ m Rz **11.5**  $\mu$ m)



上部(Ra **2.4**  $\mu$ m Rz **15.4**  $\mu$ m) グリコール 29% 特殊高分子 1% 水 70% 中部(Ra **1.5**  $\mu$ m Rz **10.4**  $\mu$ m)

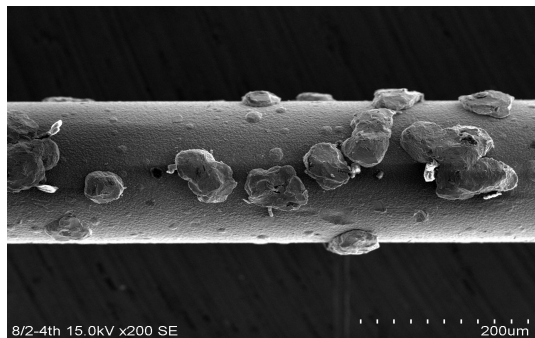


上部(Ra **3.0**, Rz **21.1**  $\mu$ m) グリコール 24% エステル化物 5% 特殊高分子 1% 水 70% 中部(Ra **1.6**, Rz **10.8**  $\mu$ m)

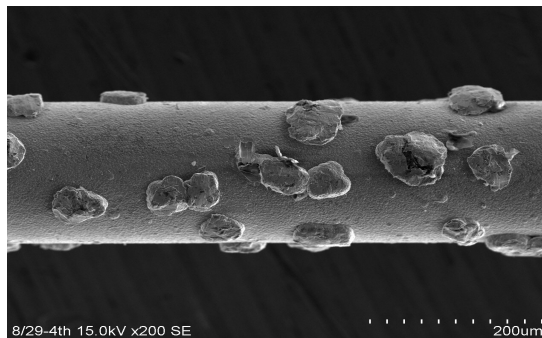
図 2-35 各種添加剤を変えたときのウェハー上部、中部の表面粗度



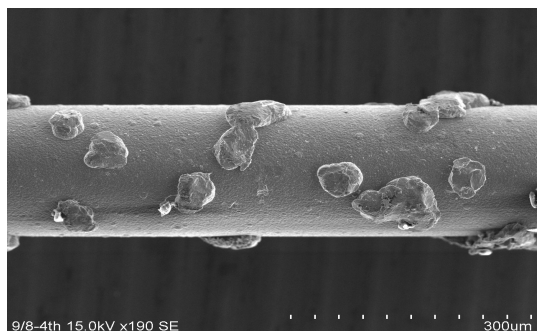
●次に切断後のワイヤー中央部（最も切断距離の長い部所）の表面状態を電子顕微鏡（×200）にて表面観察を行い、全長の砥粒高と測定により比較した。



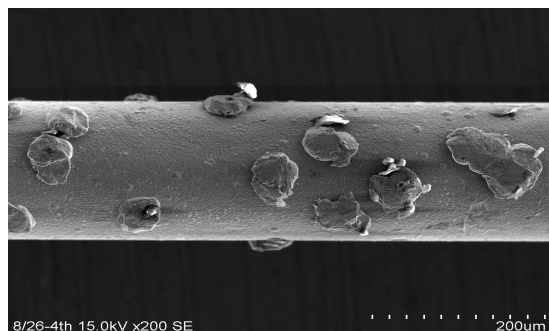
グリコール 30%+水 70%(砥粒高 **22.5** μ m)



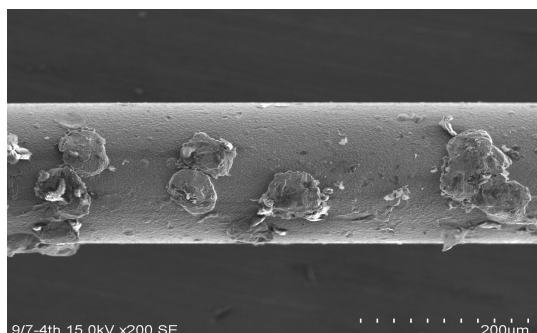
エーテル化合物 30%+水 70%(砥粒高 **23.7** μ m)



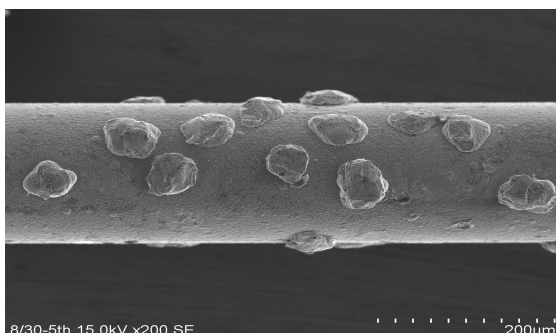
グリコール 10%エーテル化合物 20%水 70%(砥粒高 **23.1** μ m)



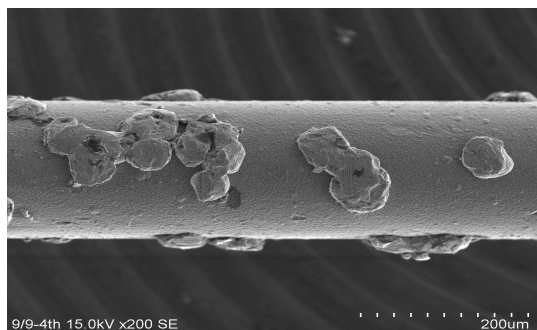
グリコール 20% エーテル化合物 10%水 70%(砥粒高 **19.1** μ m)



グリコール 25% エーテル化合物 5% 水 70%(砥粒高 **24.8** μ m)



グリコール 29% 特殊高分子 1% 水 70%(砥粒高 **24.1** μ m)



グリコール 24% エーテル化合物 5% 特殊高分子 1% 水 70%(砥粒高 **18.8** μ m)

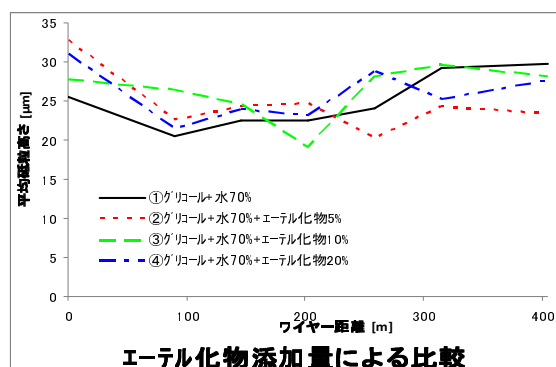
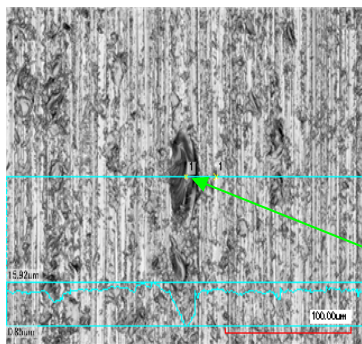


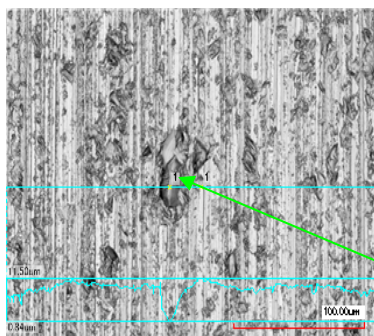
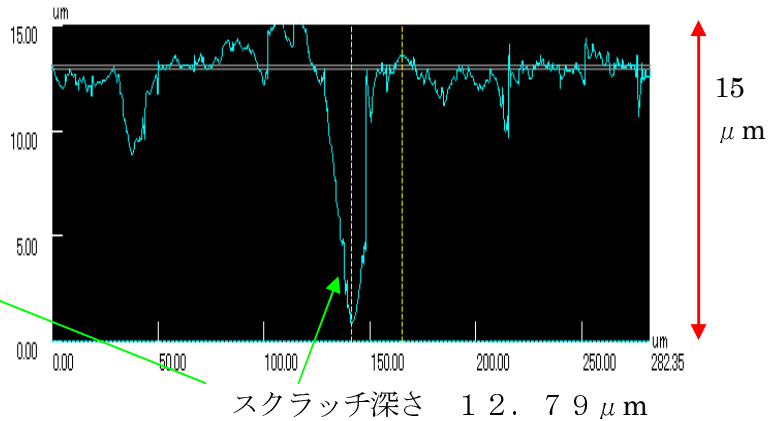
図 2-36 切断後のワイヤー中央部(最も切断距離の長い部所)の表面状態

●次に切断後のウェハーの中～下部の最深スクラッチ疵をレーザー顕微鏡（×1000）でチェックした結果を示す（上部は粗度が大きく（前述の表面粗度チャート）、疵が見難いため）。

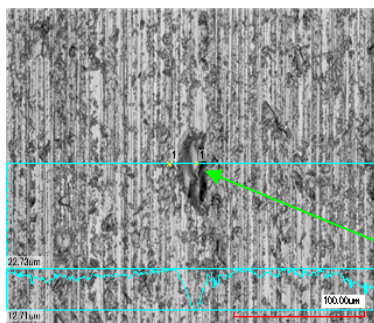
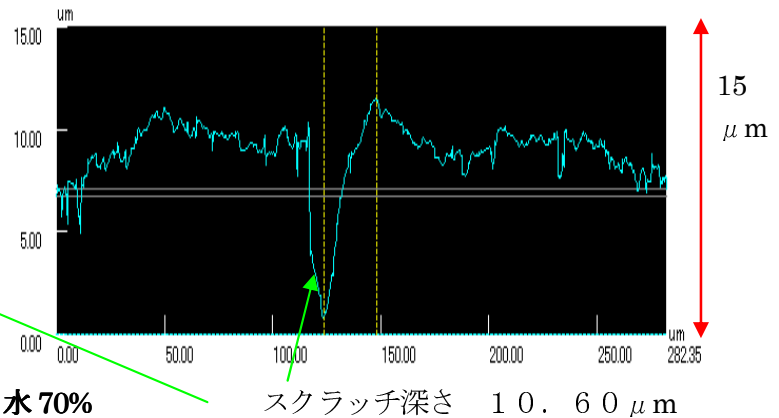




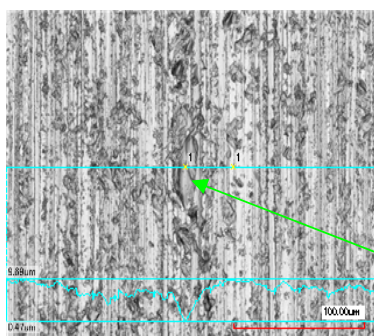
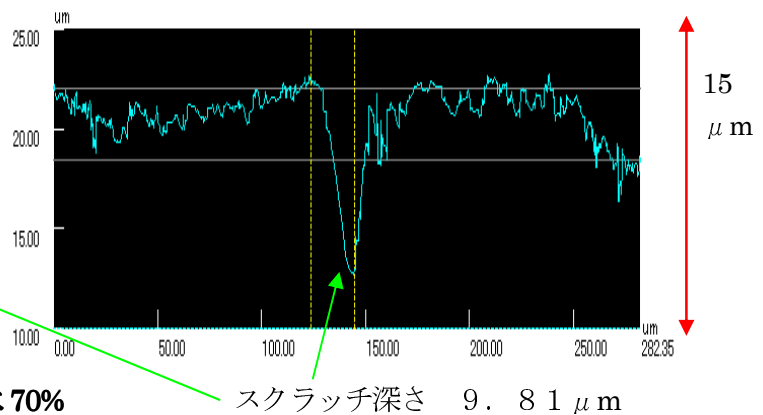
グリコール 30%+水 70%



グリコール 10%+エテル化物 20%+水 70%



グリコール 20%+エテル化物 10%+水 70%



グリコール 25%+エテル化物 5%+水 70%

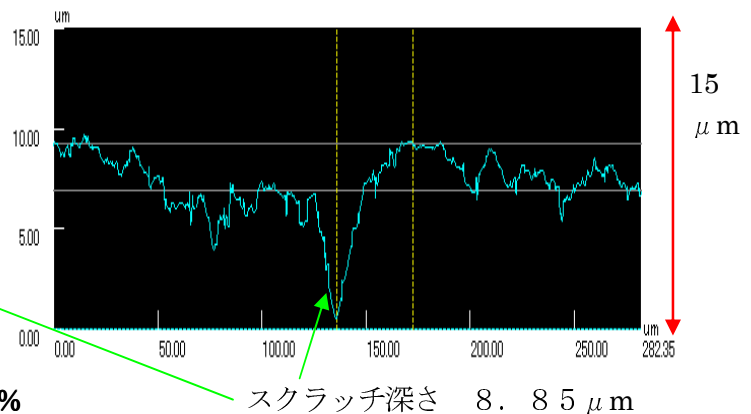
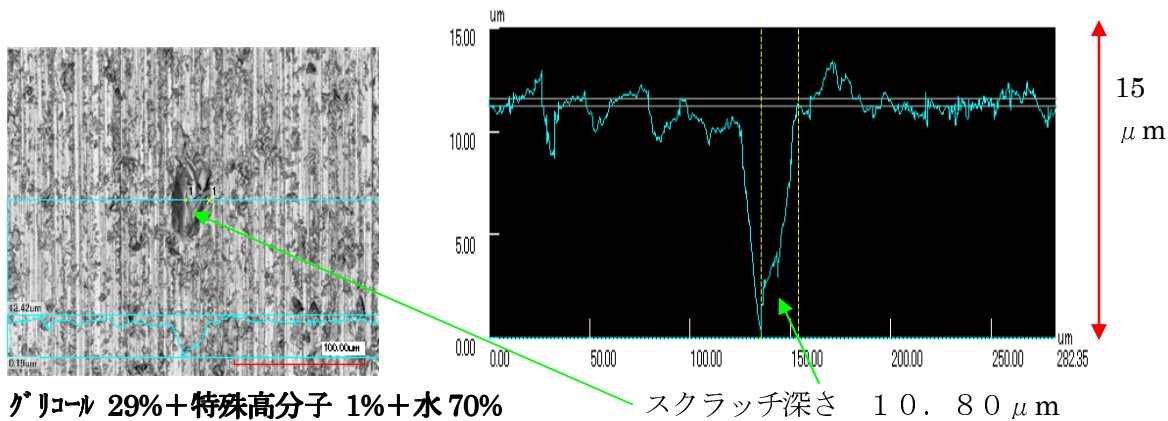
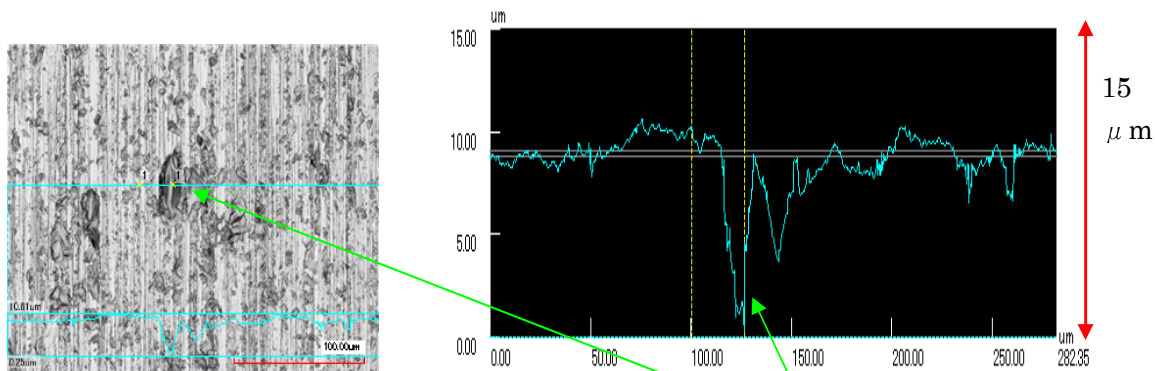


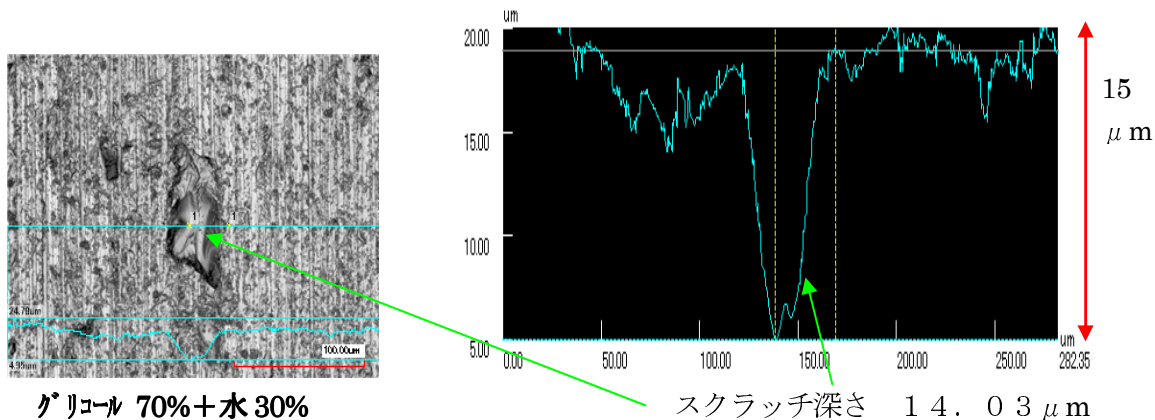
図 2-37 切断後のウェハの中～下部の最深スクラッチ疵をレーザー顕微鏡観察(×1000)



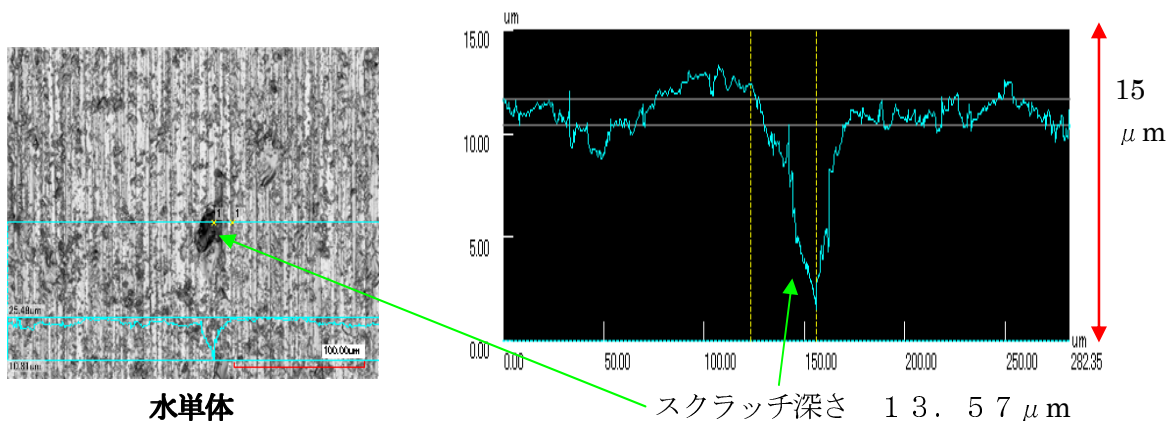
グリコール 29%+特殊高分子 1%+水 70%



グリコール 24%+エテル化合物 5%+特殊高分子 1%+水 70% 比較として DEG 70%+水 30%、水単体で切断したウェハーも測定した。



グリコール 70%+水 30%



水単体

図 2-38 切断後のウェハーの中～下部の最深スクラッチ疵をレーザー顕微鏡観察(×1000)

●次に切断実験後の切断油の性状（含有スラッジ分と粘度）の測定結果をグラフにて示す。

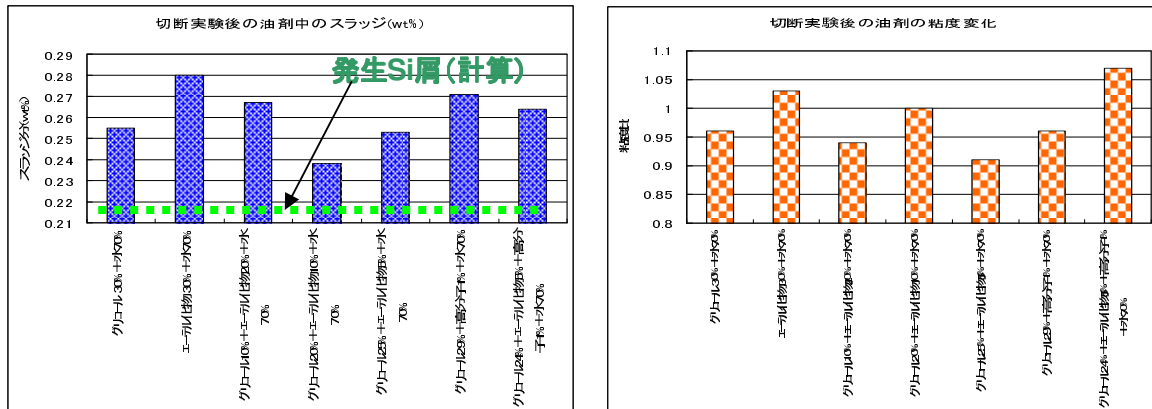


図 2-39 グリコール+水 70%+各種添加剤に対する切断実験後のスラッジ分(左図)、粘度(右図)変化

＊「グリコール30%+水70%」もスラッジ分が増加し、分散性が良好と考えられたが、エーテル化物と特殊高分子は更にスラッジ分散性良好で、それらに一部置き換えたものはスラッジ分が増え、スラッジ分散性が同等以上であることを示している。まだ発生シリコン切屑が少ないため、スラッジ分散による増粘までは示していない。

#### (成果)

- 砥粒径の大きい電着 180φ (30-40μm) ワイヤーにて「グリコール+水 70%」をベースにし、「グリコールのエーテル化物」と「特殊高分子」を添加、添加量等を検討した結果、
1. グリコールの一部を「グリコールのエーテル化物」に置き換えたものは切断初期（ウエハー上部）の表面粗度が小さく（ソーマークが浅く）なった。特に「グリコール 25% + グリコールのエーテル化物 5%」が粗度低下が大であった。特殊高分子も 1% 添加で表面粗度が小さく（ソーマークを浅く）なった。
  2. 切断した各ウエハーの中部～終期部分で最大スクラッチ疵（レーザー顕微鏡×1000）は「グリコール 70% + 水 30%」= 14.03μm や水単体 = 13.57μm と比較して、「グリコール 25% + グリコールのエーテル化物 5% + 水 70%」は 8.85μm で、「グリコール 24% + グリコールのエーテル化物 5% + 特殊高分子 1% + 水 70%」は 9.35μm であり、大幅にスクラッチ疵を浅く出来ることを検証した。これはグリコールにグリコールのエーテル化物又は特殊高分子を少量添加することにより、濡れ性を上げ、砥粒への造膜、切断箇所での発生シリコン切屑除去が良好になった為と考える。
- ◎DEG 単体では切断中にワイヤーが重なり、ウエハーが得られずスクラッチ疵深さを測定出来なかったが、「グリコール 70% + 水 30%」より深いことが予想されるので グリコール単体と比較すればスクラッチ疵を半分以下が達成出来たと考える。

#### (課題)

1. グリコールにグリコールのエーテル化物 5% または特殊高分子 1% を夫々別に添加すると効果大であったが、併用すると効果が減少したため、その原因を追究し、最適混合比の検討が必要である。
2. 実機での傾向である線径・砥粒径を微細化した電着ワイヤーおよびレジンワイヤーでの効果の検証が必要である。
3. 実機への適用に対して、水素ガス発生・抑制対策の検討が必要である。

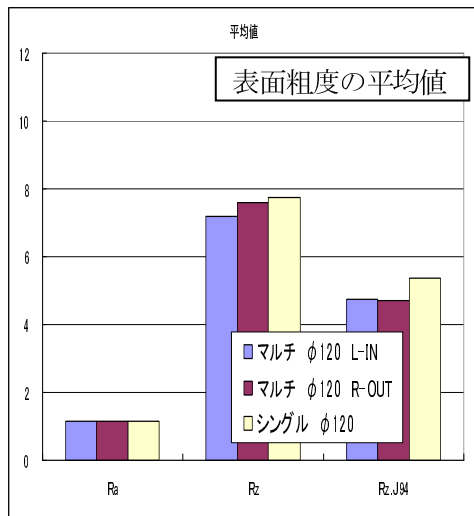
## ②ダイヤモンド固定砥粒マルチワイヤーソー（株タカトリ）での検証

研究開発過程で試作した試作品（グリコールにグリコールのエーテル化物、特殊高分子等を添加し、水35%）をシングルワイヤーソー装置で切断実験すると共に、マルチワイヤーソーでも切断実験を行い、切断性・ウェハー表面状態・ワイヤー摩耗等を検証した。

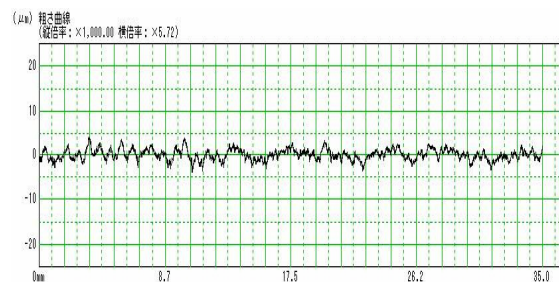
また、電着ワイヤー120φ（12・25μm）を使用し、下記の切断条件で加工した。

表 2-1 ダイヤモンド固定砥粒マルチワイヤーソーによる切断条件

|            | マルチワイヤーソー                                             | シングルワイヤーソー                           |
|------------|-------------------------------------------------------|--------------------------------------|
| ワイヤー走行速度   | 1 2 0 0 m/min                                         | 7 0 0 m/min                          |
| 切断速度       | 1 . 0 0 mm/min                                        | 0 . 7 5 mm/min                       |
| ワイヤー張力     | 2 5 N                                                 | 2 0 N                                |
| サイクル       | 1 往復／min（片道 30sec）                                    | 1 往復／min（片道 30sec）                   |
| 新線供給量      | 1 m／min                                               | 0 . 5 m／min                          |
| インゴット      | 1 2 5 角×2 2 3 を 2 本切<br>ウェハー約 1 8 0 μm<br>約 1 3 0 0 枚 | 1 2 5 角×5 0<br>ウェハー約 1 8 0 μm<br>2 枚 |
| 切断油量（循環使用） | 3 2 0 L                                               | 1 2 L                                |
| 切断時間       | 約 2 時間 1 0 分                                          | 約 2 時間 5 0 分                         |

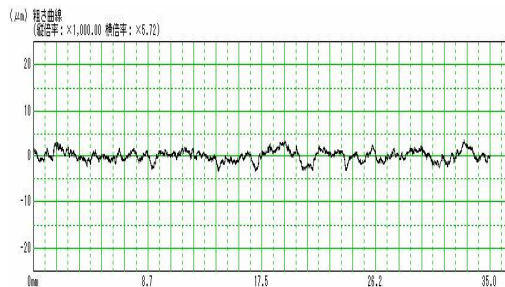


マルチワイヤーソーは、125角×223を2本切りで切断するので、左入側（L-IN）と右出側（R-OUT）のウェハーを測定した。何れも大差なく、シングルワイヤーソーの方がやや表面粗度が大きい位であった。

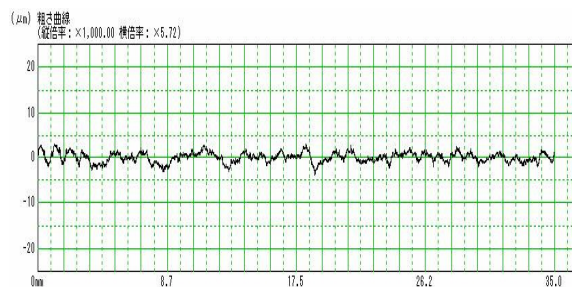


シングル切断後のウェハー中部（Rz 6.88 μm）

切断動力（マルチとシングルの比較）



マルチ切断後(L-IN)ウェハー中部（Rz5.82 μm）

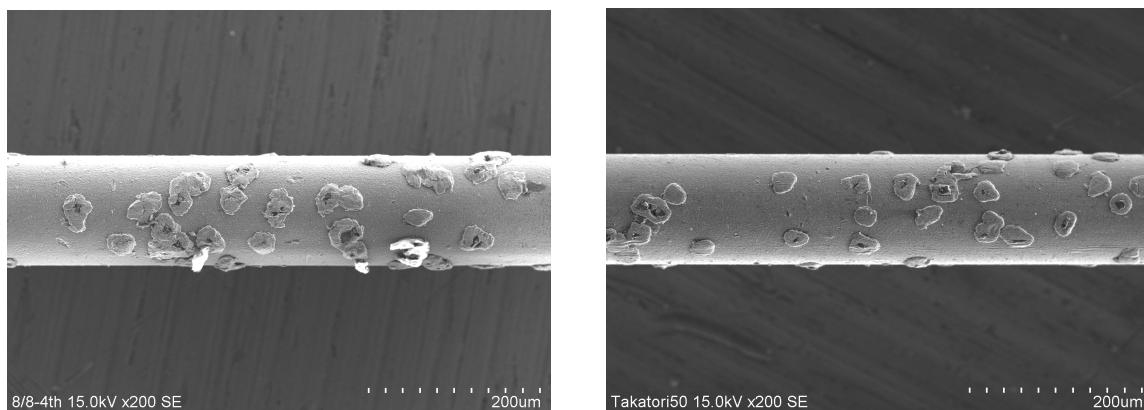


マルチ切断後(R-OUT)ウェハー中部（Rz5.87 μm）

図 2-40 マルチ及びシングルワイヤーソーで切断した特性比較



- 次に切断後のワイヤー中央部（最も切断距離の長い部所）の表面状態を電子顕微鏡（ $\times 200$ ）にて表面観察を行い、全長の砥粒高さ測定により比較した。



シングル切断後 中央部（砥粒高さ  $10.02\mu\text{m}$ ） マルチ切断後 中央部（砥粒高さ  $10.36\mu\text{m}$ ）

図 2-41 切断後のワイヤー中央部(最も切断距離の長い部所)の表面状態観察( $\times 200$ )

- 次に切断後のウエハーのスクラッチ疵をレーザー顕微鏡( $\times 1000$ )でチェックした結果を示す。

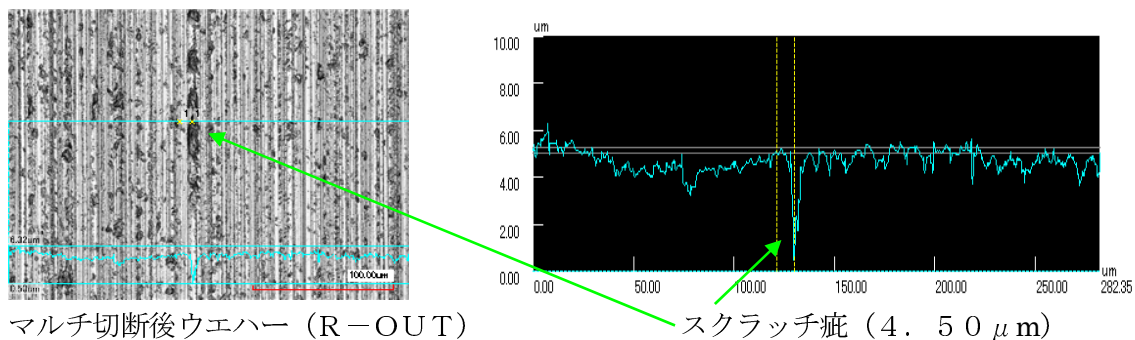
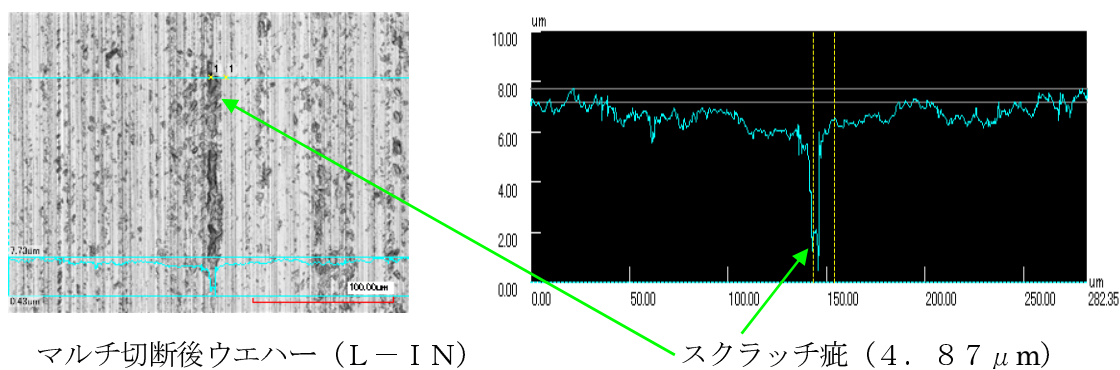
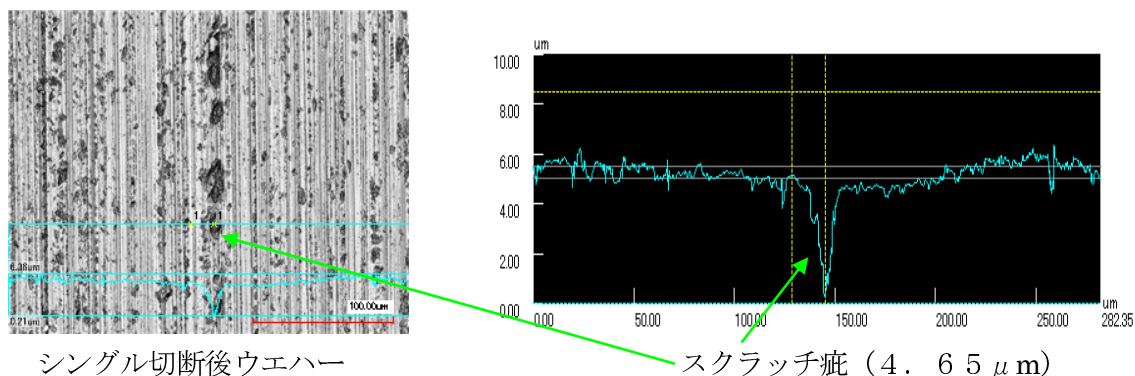


図 2-42 切断後のウエハーのスクラッチ疵のレーザー顕微鏡観察( $\times 1000$ )



●切断実験後の試作品の性状変化、特にスラッジ分の測定結果を図 2-43 に示す。

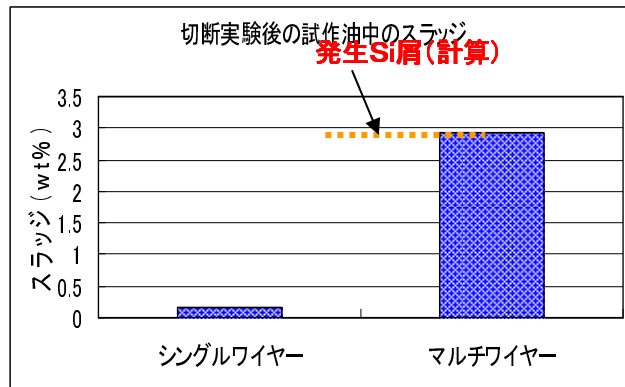


図 2-43 試作品を用いてシングル及びマルチワイヤー切断実験後のスラッジ分比較

- \* シングルワイヤーでの切断実験後のスラッジ分は0.156 wt%で、発生シリコン切屑（計算）0.163 wt%とほぼ同等で、マルチワイヤーでの切断実験後のスラッジ分は2.935 wt%で、約 1300 枚のウエハー切断のため、発生シリコン切屑量（計算）は2.913 wt%と多いが、油中スラッジ分とほぼ同等であった。実機同様のマルチワイヤーでの切断実験においても同様に、発生シリコン切屑の分散性が良好のためと考える。
- \* 実験前後の試作品の粘度変化（粘度比）もシングルワイヤーで1.01 wt%、マルチワイヤーで0.98 wt%と、未だあまり粘度上昇は見られなかった。

#### (成果)

研究開発過程で試作した試作品（水35%含有）をマルチワイヤーソーにて切断実験を行った結果、

1. 榊タカトリにて、通常行われている切断加工条件で切断性も問題なく加工が出来た。
2. 切断後のウエハーの表面粗度、ワイヤーの摩耗状態もシングルワイヤーソーで切断した時と同等以上に良好であったことを検証した。
3. スクラッチ疵の深さもシングルワイヤーソーと同程度であり、電着 120 φ（12-25）で問題ないウエハーが得られたことを検証した。
4. このダイヤモンド固定砥粒マルチワイヤーソーにて125角のシリコンインゴット（単結晶）を2時間10分で切断できたので、実機遊離砥粒ワイヤーソーの切断時間が125角で9～12時間のため、1/4～1/6に短縮出来ることを検証した。

#### (課題)

この試作品は研究開発過程で試作したもので、水を70%にした方が更に良好になることは十分に考えられ、またグリコールのエーテル化物や特殊高分子の添加量も未だ最適添加量を見出していないため、今後、最適添加剤と添加量を見極め、更に切断時間の短縮を行い、表面性状の維持・向上を目指していくことが必要と考える。

### 第3章 全体総括

#### 3-1. 研究開発の成果

- ① シングルワイヤーソー装置を用いてダイヤモンド固定砥粒ワイヤー( $120\phi\mu\text{m}$ 、12-25)にてシリコンインゴットを切断し、走査型電子顕微鏡 (SEM) にてウエハー表面を観察した。実機の固定砥粒マルチワイヤーソーと同様に、実機遊離砥粒ワイヤーソーで切断したウエハー表面と全く異なり、はっきりとしたスクラッチ疵 (深くはないが) やソーマークと平滑部の混在が見られ、遊離砥粒方式と固定砥粒方式の相違を検証できた。
- ② ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーにはニッケル電着ワイヤーとレジンワイヤーがあり、電着ワイヤーは線径・砥粒径に異なる  $120\phi\mu\text{m}$  (12-25 $\mu\text{m}$ )、 $180\phi\mu\text{m}$  (30-40 $\mu\text{m}$ ) とレジンワイヤー $120\phi\mu\text{m}$  (10-20 $\mu\text{m}$ ) を用いて、種類と砥粒形状による切断後のウエハー及びワイヤーの表面状態を観察し、電着ワイヤーとレジンワイヤーではダイヤモンド砥粒とワイヤー芯線との固着状態が異なり、ワイヤー摩耗形態やウエハーの表面状態変化が異なる特性を示すことを検証できた。  
レジンワイヤーは摩耗も大きく、ウエハー表面状態の変化が大きく、電着ワイヤーの方が摩耗も表面変化も少なく、線径・砥粒径の大きい方が表面粗度及び変化が大きいことを検証できた。
- ③ シングルワイヤーソー装置の加工条件は、ワイヤー走行速度、切断速度 (インゴット昇降速度)、ワイヤー張力及び新線供給量があるが、切断速度とワイヤー張力の条件のみ変更して切断実験を行い、切断性を評価して条件を選定した。切断速度を速くしてもソーマークの間隔は広がるが、スクラッチ疵の深さやソーマークは変わらず、ワイヤー張力を弱めるとワイヤーの重なりが発生し、切断実験として不適当と判断した。深いスクラッチ疵やソーマークの検証は線径・砥粒径の大きいワイヤーで検証することとし、切断加工条件としては切断速度=0.75mm/min、ワイヤー張力=20N を選定し、走行速度=700m/min、新線供給量=0.5m/min に決定した。
- ④ 電着  $120\phi\mu$  (12-25 $\mu\text{m}$ )、 $180\phi\mu\text{m}$  (30-40 $\mu\text{m}$ ) とレジンワイヤー $120\phi$  (10-20 $\mu\text{m}$ ) を用いて、ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーの特性を検証した。ダイヤモンド固定砥粒ワイヤーは芯線に固着したダイヤモンド砥粒が切断性、ウエハーの表面状態に影響し、使用状態では固着している砥粒の摩耗、脱落を抑えることが重要と考える。レジンワイヤーは切断時にレジンの剥離と共に砥粒の脱落が起こり、切断性やウエハー表面状態 (粗度変化) を悪化させる。電着ワイヤーは砥粒が潰れて摩耗するがレジンより良好なことを検証できた。
- ⑤ 線径・砥粒径の大きい電着ワイヤー $180\phi\mu\text{m}$  (30-40 $\mu\text{m}$ ) を用いて切断実験を行い、ウエハー表面の深いスクラッチ疵やソーマークの観察を行い、より深いスクラッチ疵を再現した。スクラッチ疵 (引っ掻き疵) は脱落した砥粒や発生シリコン切屑が固定砥粒ワイヤーソーとシリコンの接触箇所に噛み込み過切削 (切削による掘起し) 及びシリコンの脆性破壊により発生すると考え、切断油は発生切屑を切断部から除去する性能と砥粒に作用する切削力を低下させることが必要と考える。
- ⑥ ベース油として「グリコール+水」を検討し、水の添加量が70%で最も切断動力、ワイヤー摩耗、ウエハーの表面粗度変化や発生シリコン切屑分散性が良好であることを検証できた。電着  $180\phi\mu\text{m}$  (30-40 $\mu\text{m}$ ) にて、より深いスクラッチ疵を再現し、ベース油にグリコールのエーテル化合物や特殊高分子等の添加剤を添加することによりスクラッチ疵を低減できることを検証できた。

- ⑦「グリコール25%+グリコールのエーテル化物5%+水70%」の切断油でスクラッチ疵=8.85 $\mu$ mを達成し、「グリコール70%+水30%」=14.03 $\mu$ mのスクラッチ疵の深さを60%に低減できた。

ダイヤモンド固定砥粒への濡れ性、切断面への浸透性や切断部から発生シリコン切屑の除去性を向上させられた結果と考える。また開発過程での試作油が固定砥粒マルチワイヤーソーでの切断試験で、遊離砥粒の切断時間を1/4~1/6に短縮出来たことも検証できた。

### 3-2. 課題と事業化の展開

#### 3-2-1. 課題

- ①「深いスクラッチ疵」の発生及び切断油での対応を実機より線径・砥粒径の大きい電着ワイヤー180 $\phi$  $\mu$ m (30-40 $\mu$ m) で再現し検証したが、更にスクラッチ疵の深さ低減効果の高い添加剤を研究し、最適切断油に適用、製品化することが必要と考える。また、実機で使用されている線径・砥粒径の小さい電着ワイヤーやレジンワイヤーでもスクラッチ疵の更なる低減が可能かどうかを研究し、夫々に適応する最適切断油を開発、実機に適用する。
- ②スクラッチ疵の発生メカニズムについては推察を行い、考え方を記載したが、ウエハーやワイヤー表面の観察、EDX分析が未だ不十分で、充分立証できていないので、今後、更に研究を進め立証していく必要があると考える。
- ③スクラッチ疵を低減する添加剤、添加量の研究が未だ不十分と考え、更にスクラッチ疵の低減を研究し、最適添加剤・最適添加量・組成の研究を継続する必要がある。
- ④今回の研究開発で水の含有量が多いほど良好で、「グリコール+水70%」をベース油として研究開発を進めてきたが、水を使用すると水素ガス発生による発泡や不具合の対策を、水素ガス抑制添加剤や配合により研究を進めることが必要条件と考える。

#### 3-2-2. 事業化の展開

現在、太陽電池の生産量は予想通りの上昇を見せているが、低コスト品の流通により、想定以上にシリコンウエハーの低コスト化が要求されている。それに伴い、シリコンウエハー事業を縮小している製造メーカーもあり前途多難ではあるが、やはり予想通り、固定砥粒ワイヤーでないとシリコンウエハーの低コスト化ができないとの判断で、シリコンウエハー製造メーカーがダイヤモンド固定砥粒ワイヤーへの移行を進めていくと思われる。

- ①シリコンウエハー製造メーカーへの拡販を進め、実機テスト⇒適用を計る。
- ②シリコンウエハーの低コスト化に切断油で対応するためには、切断油の性能向上による生産性への寄与やワイヤーの摩耗量低減（ワイヤー消費の低減）のみでなく、切断油のコスト低下も要請されるため、開発切断油のコストダウンも図っていく。
- ③来年（2012年）より実機テスト ⇒ 拡販を行っていく。  
2012年 20,000L/月 ⇒ 240,000L/年  
2013年 50,000L/月 ⇒ 600,000L/年