マルチワイヤソーの加工特性に及ぼすスラリーの影響*

石川憲一** 諏訪部 仁** 畛田道雄** 松川孝史*** 北島彰久†

Effect of Slurry on Slicing Characteristics of Multi-Wire Saw

Ken-ichi ISHIKAWA, Hitoshi SUWABE, Michio UNEDA, Takashi MATSUKAWA and Akihisa KITAJIMA

Multi-wire saw which is one of the slicing methods of a silicon ingot uses slurry mixed free abrasive grains and dispersion oil. Composition of the slurry gives a remarkable influence on slicing characteristics in this slicing method. However, it has a tendency to be decided by a user's experience or a maker's recommendable value. This study aims at improving the slicing characteristics, and elucidating optimum condition of the slurry from the behavior of slurry viscosity and distribution of grain size used the multi-wire saw. For this purpose, not only the composition of the slurry is especially considered from a viewpoint of rheology, but also the slicing characteristics are examined when the grain size distribution is changed by mixing three kinds of abrasive grain. According to this result, it is clear that optimum slurry concentration is obtained by comparison with the theoretical slurry viscosity by Jeffery and measured viscosity. Furthermore, it is found that slicing efficiency is changed by the grain size distribution. In conclusion, the optimum conditions of both the slurry viscosity and the grain size are found for obtaining highest slicing performances.

Key words: slicing, multi-wire saw, rheology, slurry, brittle materials, grain size

1. 緒 言

現在、半導体材料である単結晶シリコンはICやLSI等の製造分野で広く利用され、それに伴ってより一層のシリコンウエハの品質、生産性等の進歩・発展と向上が求められており、その製造プロセスではさまざまな技術革新や改良を図るために数多く研究開発¹⁾が行われてきている。このような中において、シリコンインゴットの口径は現在主流である8インチから、12ないしは16インチへの移行も検討されつつある²⁾。

大口径化したシリコンインゴットをスライシングする加工技術としては、遊離砥粒によるマルチワイヤソー方式が有効である。本方式は、細線ワイヤを使用するために材料のカーブロスが少なく、高価な材料から効率良くウエハを切り出すことができ、原理的にも大口径インゴットに対応可能といった特長を有している。ところで、本方式において加工液として使用するスラリーは砥粒とベースオイルにより構成され、この組成は加工特性に大きな影響を及ぼしている。しかしながら、その組成等の最適条件はいまだ明らかとなっていない面が多くみられ、ユーザの経験値やベースオイルメーカーの推奨値等に委ねられているのが現状である。

本研究はマルチワイヤソー方式において用いられるスラリー中のベースオイルと砥粒に関して、ベースオイルの粘度特性と砥粒の粒度分布に着目することによって加工特性に及ぼすスラリーの影響について学術的に解明することを目的としている。そこで本論文では、粘度の異なる各種のベースオイルによるスラリーを加工液として用い、スラリーの粘度に対する加工特性をレオロジーの観点から検討した。さらには、砥粒の粒度分布の影響として、粒径の異なる3種類の砥粒を混合させることによって粒度分布を意図的に拡大させたスラリーを用い、そのとき得られた加工特性から、スラリーの組成が加工特性に及ぼす影響を考察した結果を述べる。

* 原稿受付 平成 12 年 3 月 6 日

** 正 会 員 金沢工業大学 (石川県石川郡野々市町扇が丘 7-1)

*** 学生会員 金沢工業大学大学院 (現、三谷産業(株) ; 石川県金沢市玉川町 1-5)

† 学生会員 金沢工業大学大学院

2. 実験装置および実験条件

図1は本実験で使用したマルチワイヤソーの機構図³⁾である。本装置では加工部においてワイヤが往復走行し、均一に懸濁したスラリーを加工部へ連続的に供給することによって、工作物を一度

Fig. 1 Mechanism of multi-wire saw

Table 1 Main experimental conditions

Workpiece (Size)		(mm)	Soda glass (100×25×10 ³)
Slurry	Dispersion oil (Viscosity)	(g/s·m)	WSJ-110 (2.26)
			PS-LW-1 (12.90)
			WSO-404 (3.48)
			WSO-406 (19.50)
Grain	(μ m)	GC#600 (20.0)	
		GC#800 (14.0)	
		GC#2000 (6.7)	
Slurry concentration X_W		wt%	10—60
Slurry temperature T_S		℃	25, 40
Wire diameter		mm	Piano wire $\phi 0.200 \pm 0.005$
Wire tension		N	19.6
Working load		N/wire	0.65
Wire running speed		m/min	200
Feed speed of new wire		m/min	2

Fig. 2 Measuring method of slurry viscosity

に多数枚のウェハにスライシングすることができる。また、工作物の送りには上昇方式を採用しており、工作物には価格と入手性を考慮しシリコンと同じ硬い材料の一つであるソーダガラスを使用した。本研究の主な実験条件は表1に示すとおりである。

本論文で用いるベースオイルは、パレス化学㈱製の WSJ-110, PS-LW-1 と、共栄社化学㈱製の WSO-404, WSO-406 の計4種類であり、ここではこれらを商品名を用いて区別することにし、砥粒には GC#600 を基準砥粒として用いた。スラリーの評価方法の一つとして着目したスラリーの粘度は、図2のような測定原理を有するデジタル粘度計によって測定した。本粘度計の測定原理は、ねじり振動する検出端を測定する液体(スラリー)に浸して共振させたときの振動の大きさが液体の粘度抵抗に依存することを利用したものであり、表1中に示した各種ベースオイルの粘度は本粘度計による測定結果である。また、スラリーの粒度分布の評価方法に関しては、特に粒度分布を拡大し、それを定量的に評価するため、ここではベース砥粒である GC#600 に粒度の小さい GC#800 と GC#2000 の2種類の砥粒(計3種類)をそれぞれ、重量比で 1:1:1, 2:1:1, 3:1:1, 5:2:3 の割合で混合させたもの(以下、混合砥粒と称す)を用いた。したがって、本論文ではスラリーの特性について、スラリーを構成するベースオイルの粘度特性と砥粒の粒度分布の両面から検討する。

3. 加工能率の挙動

3.1 ベースオイルの違いによる加工能率

各種のベースオイルと砥粒 GC#600 を懸濁したスラリーを用い、砥粒濃度を 10wt% あるいは 5wt% 変化させてスライシングを行った場合における加工能率の測定結果が図3である。同図より、基準線として実線で描いた WSJ-110 (プロット(●)) による傾向に対して、そのほか3種類のベースオイルによるスラリーを用いた結果はいずれも傾向が異なり、その最大値も異なっている。また、いずれのベースオイルでも、砥粒濃度の増加に伴う加工能率の変化は WSJ-110 による結果のように凸型であることから、ベースオイルごとに最大加工能率を示す最適な砥粒濃度が存在するものと判断できる。表2は図3中の各種スラリーによる加工能率の変化から、それぞれの最大加工能率と砥粒濃度との関係をまとめたものである。これより、ベースオイルの違いによって最大加工能率とともに、それを示す砥粒濃度も変化することが認められた。このことは、マルチワイヤソー方式の加工能率がスラリー中に含まれる砥粒数のみに依存しないことを意味するものであり、この結果から、各種ベースオイルの粘度の違いは加工能率に与える影響が大きいと判断できる。ここで特に、砥粒濃度の大小に対するスラリーの状態を比較するため、WSJ-110 と GC#600 によるスラリーをアルミニウム棒(φ10)に付着させ、低砥粒濃度並びに高砥粒濃度における状態を観察した。その結果が図4

Fig. 3 Relationship between slurry concentration and slicing efficiency by means of four kinds of dispersion oil

Table 2 Relationship between slurry concentration and the maximum slicing efficiency

	WSJ-110	PS-LW-1	WSO-404	WSO-406
Slurry concentration wt%	55	35	40	35
The maximum slicing efficiency μm/min	88	83	83	76

Fig. 4 Condition of slurry

である。同図より、低砥粒濃度ではスラリー粘度が低い棒に付着するスラリーは少ないものの、高砥粒濃度ではスラリーが流動性の悪いペースト(糊)状になっていることが確認できる。

3.2 スラリーの粘度特性と加工能率との相関

4種類のベースオイルによる各種スラリーの砥粒濃度 5wt% さまに対する粘度特性を測定した結果が図5である。また、同図中の実線は、スラリー中における砥粒が十分に離れ相互干渉作用が生じないと仮定し、砥粒の形状を粒子形状係数 ν (=2.5)で補正した Jeffery による懸濁液の粘度理論式⁷⁾を参照した数値計算結果であるが、このときのスラリーの粘度 η_v (g/s·m)はベースオイルの粘度 η_b (g/s·m)とスラリーの体積濃度 X_v (%)を用いると、次式で表される。

$$\eta_v = \eta_b \left(1 + \nu \frac{X_v}{100}\right) \quad (1)$$

また、本研究では砥粒濃度を重量濃度 X_w (wt%)で評価しており、 X_v と X_w の相関は次式で表される。

Fig. 5 Relationship between slurry concentration and viscosity

$$X_c = \frac{\rho \frac{X_w}{100}}{\rho_p + (\rho - \rho_p) \frac{X_w}{100}} \quad (2)$$

ただし、 ρ ：ベースオイルの密度 (g/cm^3)、 ρ_p ：砥粒の密度 (g/cm^3)。

図5中に示した各種スラリーの砥粒濃度の増加に対する粘度の変化をみると、いずれのスラリーもある特定の砥粒濃度までは式(1)で与えられる粘度理論曲線と粘度実測値は一致しており、この砥粒濃度まではスラリーを砥粒の相互干渉作用が生じていない液体とみなすことができる。しかし、この砥粒濃度を超えると、スラリー粘度の実測値は理論曲線から離れ、しかも急激に増大している。すなわち、この領域では砥粒の相互干渉作用が生じていることになる。同図からもわかるように、理論曲線から粘度実測値が離れる砥粒濃度を各種のスラリーでみると、WSJ-110、PS-LW-1、WSO-404、WSO-406の順にそれぞれ55wt%、35wt%、40wt%、35wt%付近である。表2に示されている最大加工能率を示す砥粒濃度をこれらの結果と比較すると、最大加工能率を示す砥粒濃度とスラリーが相互干渉作用を生じ始める砥粒濃度は一致することが判明した。

図6にワイヤソーの加工原理である砥粒のラッピング作用に及ぼすスラリーの影響を図解したが、スラリーの粘度が低い砥粒濃度領域では砥粒濃度の増大と共に、加工に関与する砥粒数が増加するために加工能率は向上する。しかし、砥粒の相互干渉作用が生じるような高砥粒濃度の領域では、加工部におけるスラリーは図4で示したように流動性が悪くなり、砥粒の転動に起因したラッピング作用が期待できない状態となるため、加工能率の低下を招いたものと考察できる。

ここで、上記の事柄を検証するために、粘度が最も高いWSO-406をベースオイルとしたスラリーを使用してスライシングを行い、砥粒のラッピング作用の影響を受けるウェハの表面粗さを測定した。その結果が図7である。この結果より、砥粒濃度の増加とともに表面粗さはワイヤの走行方向及び切断方向ともに増大しており、特に、砥粒の相互干渉作用が生じ始める遷移砥粒濃度(35wt%)以上になると、その傾向が顕著に現れている。このことは、加工部におけるスラリーの流動性が低下するため、砥粒のウェハ表面に及ぼす影響が大きくなったことに起因するものであり、その結果、図6に示す加工モデルの妥当性を証明できたといえる。

次に、スラリーの粘度特性と最大加工能率を与える砥粒濃度の関係を検証するため、WSO-406とGC#600で作成したスラリーの温度をパラメータ(40℃及び25℃)としながら、スラリーの粘度を増減

Fig. 6 Lapping mechanism of grain when slurry viscosity is changed

Fig. 7 Relationship between slurry concentration and surface roughness of wafer

Fig. 8 Relationship between slurry concentration and viscosity

させてスライシングを行った。その結果を図8に示す。なお、同図中温度をパラメータ(40℃及び25℃)としながら、スラリーの粘度を増減における左縦軸はスラリーの粘度、右縦軸は加工能率を示す。これより、25℃におけるスラリーの粘度は40℃のスラリーと比較して大きく、しかも遷移砥粒濃度は25wt%側に移動し、40℃のスラリーと比較して低下している。さらに、25℃におけるスラリーの最大加工能率を示す砥粒濃度は25wt%付近に存在することが観察される。この結果から、砥粒の相互干渉作用を生じ始める砥粒濃度は最も高い加工能率を示すことの妥当性を検証できる。このことは、スラリーの粘度特性から最大加工能率をもたらす砥粒濃度を判断するための一つのメジャーとなり得るものである。

3.3 砥粒の粒度分布

本節では、スラリー中における砥粒の粒度分布が加工能率に及ぼす影響について検討する。現在までに著者らは、スラリー中における砥粒の分布を砥粒GC#600をベースにGC#2000を混合させることで、それが加工特性に及ぼす影響を検討してきており⁹⁾、ここでは、さらにGC#800を加えた3種類の砥粒を特定の比率で混合し、意図的に粒度分布を拡大した混合砥粒を用いて検討する。このとき、混合砥粒とベースオイルWSJ-110を用いて砥粒濃度55wt%のスラリーを作製し、スライシング実験を行った場合に得られた加工能率の評価結果が図9である。なお、同図中の縦軸は加工能率であり、横軸はスラリー中に混合した砥粒GC#600、GC#800、GC#2000の重量比である。これより、ベースとした砥粒GC#600に粒径の小さい砥粒を混合させて粒度分布を平均粒径が小さくなる方向に拡大させた、1:1:1の混合比では加工能率は低下した。つまり、このことは粒径の小さい砥粒では砥粒のラッピング作用が低いことに起因する⁸⁾ものであり、通常の諸例からみても予想できる結果である。しかしながら、ベース砥粒であるGC#600を5割以上として混合比を変化させると加工能率の低下はみられず、反対に、2:1:1の混合比では加工能率が向上するという効果をもたらすことが判明した。

これらの結果から判断すると、砥粒の粒度分布によってマルチワイヤソーの加工能率は変化し、通常のように粒度分布が狭い砥粒、すなわち粒径にばらつきの少ない砥粒によるスラリーと比較して、特定の砥粒混合比では加工能率は向上することが明らかとなった。さらに、図9の結果に見られるように最大加工能率を示した2:1:1混合比の場合と同様に、スラリー中に含まれるGC#600を5割と一定にし、そのほかのGC#800やGC#2000のみの混合比を変化させてスライシング実験を行ったときの結果が図10である。これより、プロット(●)で示したGC#600の加工能率と比較すると、混合砥粒を用いた場合にはいずれも加工能率は増大し、本実験条件下で最大加工能率を示す混合割合は5:2:3であった。

次に、混合砥粒を用いた場合におけるスラリー粘度の影響として、図3や図5と同様に、砥粒濃度の増加に対する加工能率とスラリー粘度の変化を評価した。その結果が図11である。これより、ベース砥粒に粒径の小さい砥粒を混合させた混合砥粒を用いることによって加工能率は凸型傾向となり、その最大加工能率となる砥粒濃度を式(1)と粘度実測値の関係から導出可能となった。さらに、混合砥粒を用いた場合でも砥粒の相互干渉作用が生じ始める砥粒濃度において最大加工能率を示すことが明らかとなった。したがって、混合砥粒を用いることによってスラリーとしての粘度特性には変化がないものの、特に、GC#600に微小な砥粒を混合することによって、図12に示す加工モデルのように、たとえ加工部における砥粒が密になったとしても、GC#600のすきまに微小な砥粒が介在することでGC#600の回転が抑制され、砥粒相互の有する微細な切れ刃によるラッピング機構を維持できることから、特に混合砥粒5:2:3では加工能率の向上をもたらしたものと考察できる。

砥粒のラッピングの作用を直接受ける加工溝の底面を走査型電子顕微鏡によって観察した結果が図13(a)、(b)であり、同図(a)はGC#600を用いた場合、同図(b)は混合砥粒5:2:3を用いた場合

Fig. 9 Effect of cutting efficiency when mixture ratio was changed

Fig. 10 Relationship between concentration of GC#800 and cutting efficiency by means of mixture grain

Fig. 11 Behavior of viscosity and cutting efficiency in the case of increased slurry concentration

Fig. 12 Processing mechanism of bottom surface in case of mixture grain

をそれぞれ示している。同図より、GC#600を用いた場合には加工溝底面にぜい性破壊を伴った大きな凹凸が確認できる。一方、混合砥粒の場合にはGC#600のみの場合と比較して滑らかな加工面が生成される。混合砥粒ではスラリー中の微小な砥粒の効果により加工面粗さが向上すると考えられる。

4. 結 言

本研究では、マルチワイヤソー方式の加工特性に及ぼすスラリーの影響に関して、ベースオイルの粘度や砥粒の粒度分布からスラリーの特性を評価し、その考察結果と実験によって得られた知見を比較検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) スラリーが高砥粒濃度となると、砥粒の相互干渉作用が生じることに起因して、スラリーの粘度は急激に増大する。
- (2) 上記事項と関連して、砥粒濃度の増加に伴うスラリーの粘度特性は、ある特定の砥粒濃度まではJefferyの粘度式によって理論化でき、この遷移スラリー粘度はマルチワイヤソー方式においては最大加工能率を示す砥粒濃度を予測することが可能となる。
- (3) 砥粒の粒度分布を意図的に拡大することによって、スラリーの粘度特性に影響を及ぼすことなく、砥粒のラッピングとしての転動作用を抑制し引っかかり作用を向上させることができるので、通常のように粒度分布の狭い砥粒を用いた場合に比較して加工能率は向上する。

謝 辞

本研究の一部は文部省科学研究費補助金(奨励研究(A)No. 11750109)により行われた。ここに感謝の意を表す。

(a) GC#600

(b) 5:2:3
Slurry concentration $X_w=55\text{wt}\%$

Fig. 13 Observation of bottom surface by SEM

参 考 文 献

- 1) 例えば、阿部耕三、石川俊文、北野元己、三浦 修: $\phi 400$ ウェーハの高精度平面研削技術の研究—第5報 レジンボンドホイールを用いた場合の研削特性—1999年度精密工学会春季大会講演論文集, (1999) 670.
- 2) 安永暢男: 半導体、電子部品の進歩とダイヤモンド工具への期待—シリコンの大口径化に対応した加工技術の開発、現状と展望—, ダイヤモンド工業協会50周年記念セミナー論文集, (1998) 4-1.
- 3) 石川憲一: 振動応用工学, 金沢工業大学出版局, (1997) 210-228.
- 4) 寺田 進: 固体混合液の管理輸送—流動理論と抵抗計算法—, 理工図書株式会社, (1973) 34-36.
- 5) 奥田 聡: 混濁液および泥しょうの粘度について, 化学工学会誌, 25 (1961) 334.
- 6) 萩原親作ほか: 形状特徴に基づくラッピング砥粒の評価, 精密工学会誌, 61, 12 (1995) 1760-1764.
- 7) D. C. ボーグほか: レオロジーの理論と応用, 工業調査会, (1972) 63-67.
- 8) 白井英治, 白樫高洋: 加工の力学入門—塑性変形・破壊・機械加工—, 東京電機大学出版局, (1996) 159.
- 9) 石川憲一, 諏訪部 仁, 宮下忠一, 松川孝史: 振動マルチワイヤソーの加工特性に関する研究—スラリーの組成の影響について—, 砥粒加工学会誌, 43, 9 (1999) 405.