紫外線硬化性樹脂を用いたレジンボンド ダイヤモンドワイヤ工具の開発*

榎 本 俊 之** 谷 泰 弘** 武 原 徹 裕***

Development of a Resinoid Diamond Wire Tool Utilizing Ultraviolet Curing Resin

Toshiyuki ENOMOTO, Yasuhiro TANI and Tetsuhiro TAKEHARA

A recent technological trend in semiconductor industries is the use of large (i.e. 8" or 300mm diameter) silicon wafers to improve the productivity and reduce the cost of silicon devices. The ID-blade traditionally being used for slicing silicon ingots, deteriorates the through-put when used for slicing large ingots. Wire sawing technology, therefore, has attracted attention and is now replacing the ID-blade slicing technology. Wire sawing with loose abrasives is widely employed today, but the process has problems relating to dirty working environment and low efficiency. Fixed-abrasive wire sawing using resinoid diamond wire tools has been developed for overcoming these problems, but the tools still have the problem of high production cost because thermosetting resin, which requires long time to be cured, is used as the bonding material. As the result, the diamond wire tool cannot be put to practical use. In this study, ultraviolet curing resin, which can be cured in short time, is used as the bonding material of a resinoid diamond wire tool to solve the problem. A series of experiments revealed that a newly developed wire tool can be manufactured at low cost and has a good mechanical property and a good machining performance.

Key words: wire sawing, slicing, resinoid diamond tool, wire tool, thermosetting resin, ultraviolet curing resin, silicon ingot

1. 緒 言

近年、半導体デバイスの高性能化のためにチップサイズは大きくなる傾向にあり、そのため基板として使用されるシリコンウェーハは大口径化の一途をたどっている。そして最近になり、口径 300mm のシリコンウェーハの量産が開始されるに至っている。こうしたシリコンウェーハの大口径化に伴い、主に生産性の向上を目的に、シリコンインゴットの切断工程では従来の内周刃切断方式からワイヤ切断方式へと移行が進んでいる。具体的には6インチ以下のシリコンインゴット切断では主流であった内周刃方式にかわり、8インチや300mm シリコンインゴットではマルチワイヤ切断方式が採用されている。

現在のワイヤ切断技術には、砥粒に GC#600~#1000 を用いた高粘度のスラリーをピアノ線に供給しながら切断を行う遊離砥粒方式が用いられている¹⁾。しかし作業環境が悪い、カーフロスが大きい、遊離砥粒を用いるためワイヤ走行速度に上限があり切断能率の向上に限界があるなどの問題を生じ、固定砥粒ワイヤ工具の適用が切望されている。ここでシリコンインゴットをマルチ切断するにはワイヤ工具長として少なくとも 10km 以上の長尺が必要となり、研削砥石等の他の工具に比べ、工具コストに対し工具製造速度は大きな影響を及ぼす。そのため固定砥粒ワイヤ工具として、電着ワイヤ工具に比べ製造速度のより速いレジンボンドワイヤ工具²⁾はコスト面で極めて有利となる。そこで著者らも金属粉末を結合剤に添加したレジンボンドダイヤモンドワイヤ工具を開発³⁾し、良好な工具特性(破断ねじり強度)および切断特性(切断能率、切断面粗さ)を得ることが

できた。

しかし従来のレジンボンドワイヤ工具では、結合剤として通常の研削砥石と同様にフェノール樹脂といった熱硬化性樹脂を使用していたため、工具製造における樹脂硬化時には加熱・焼成工程を必要とした。そのため工具製造速度は数十 m/min 程度にしかなることができず、シリコンウェーハの生産現場で使われるには工具コストが高く、実用に供せられるには至っていない。

そこで本研究では、レジンボンドダイヤモンドワイヤ工具を低コストに製造する、つまり高速に製造することを目的に、速硬化性に優れた紫外線硬化性樹脂を結合剤に用いたダイヤモンドワイヤ工具を開発し、その特性の評価を行ったので報告する。

2. 紫外線硬化性樹脂を用いたダイヤモンドワイヤ工具の試作

紫外線硬化性樹脂を研削砥石⁴⁾や切断用ブレード⁵⁾の結合剤へ適用した例はすでにあるが、この樹脂は熱硬化性樹脂に比べ硬化層厚みに限界があり、樹脂コストも一般に高いという欠点を有する。これに対し固定砥粒ワイヤ工具では砥粒層厚みが 30 μ m 以下と薄く、また工具コストにおいては上述のように製造速度が重要であり材料費としてもダイヤモンド砥粒がその大半を占めることから、硬化層厚みの制約や材料費は問題にはならない。またワイヤ工具結合剤には液状樹脂が用いられるが、熱硬化性樹脂と異なり無溶媒の樹脂であり硬化時に有害な溶媒が揮発する恐れもなく、環境負荷も低い。

このように紫外線硬化性樹脂はワイヤ工具結合剤に適すると考えられるが、熱硬化性樹脂に比べ機械的強度や耐熱性が一般に低く、耐摩耗性といった工具特性が劣ることが予想される。そこでまずは、ワイヤ工具を試作し、その切断特性を評価した。

* 原稿受付 平成14年5月29日

** 正 会 員 東京大学生産技術研究所 (目黒区駒場4-6-1)

*** 東京大学生産技術研究所

2.1 レジンボンドダイヤモンドワイヤ工具の作製

表1にワイヤ工具の主な作製条件を示す。使用したダイヤモンド砥粒の粒径は、遊離砥粒ワイヤ切断において用いられている炭化珪素砥粒の大きさと同程度とした。同粒径の砥粒を固定砥粒加工に使用することで、従来の遊離砥粒加工による切断面粗さを良好にすることが期待できる。結合剤樹脂には比較的耐熱性の高いアクリル系紫外線硬化性樹脂（東亜合成製）を用いた。実際に樹脂耐熱性を評価するために熱重量分析（樹脂重量0.5g、加熱時間2分）を行った。その結果、熱硬化性樹脂であるフェノール樹脂とほぼ同等、具体的には樹脂重量減少率が10wt%をこえるのは450～500℃に加熱した場合であることが確認された。

作製手順としては、まずこの紫外線硬化性樹脂にダイヤモンド砥粒を混合し、十分にかくはんした。一方、結合剤と芯線であるピアノ線とのぬれ性、接着性を高めるために、ピアノ線表面を#600のサンドペーパーで荒らし、その後アセトンによる脱脂を行った。次にこの結合剤をピアノ線にワイヤ工具径 $\phi 0.26 \sim 0.28\text{mm}$ になるよう厚みを調整しながら塗布した。そして超高压水銀ランプ（HOYA-SCHOTT製EX250）を光源とし紫外線を照射（工具部の照射強度： $2.6\text{W}/\text{cm}^2$ ）し、固定砥粒ワイヤ工具を作製した。

2.2 切断実験方法およびその結果

試作したワイヤ工具の切断特性を把握するために、30m長のワイヤ工具による3インチシリコンインゴットのシングルカットを行った。加工機械には図1に示すようなワイヤが往復動する方式の切断装置（レーザーテクノロジー製Model208400）を用いた。この装置ではワイヤが平均490m/minの走行速度のもと、約5秒間隔で反転往復動しながら、2Nの荷重で工作物に切込みを与える。加工液として水道水を滴下した。また工作物はオリエンテーションフラット部を接着剤により固定した。表2に加工条件を示す。ワイヤ工具としては表1に示した条件による試作以外に、後述のように各種粉末を結合剤中に添加した工具も作製し、あわせて評価した。

その結果、いずれのワイヤ工具においても工具摩耗が激しく、シリコンインゴットを切断することはできなかった。また切断加工後に工具表面を観察すると、砥粒層が完全に脱落している箇所や、砥粒層が残存しているも図2に示されるように芯線から剥離していることが観察された。そこで次に、こうした砥粒層と芯線との密着強度不足の原因を検討し、それを解決するために新たな砥粒層構造の提案を行う。

3. 砥粒層と芯線との密着強度の向上

3.1 密着強度の評価

紫外線硬化性樹脂では紫外線が照射される側の樹脂表面から重合反応が進行する。そのため紫外線照射不足により砥粒層内部で硬化不足が発生したことが考えられたため、強度や時間といった照射条件を変化させて工具製造を行ったが、工具耐摩耗性に改善は見られなかった。

そこで使用した紫外線硬化性樹脂と芯線材料である金属との密着強度について検討した。密着強度の評価には、塗膜の密着性に関する規格を参考に、JIS K 5400に準じた基盤目試験法を用いた。具体的にはまず、サンドペーパーで荒らし脱脂処理を行った金属板（SUS304）の上に樹脂あるいは砥粒混合樹脂を厚みが $50\mu\text{m}$ になるように塗布し、その後5分間紫外線照射を行った。使用した樹脂、砥粒および砥粒の添加率は表1のワイヤ

Table 1 Manufacturing conditions of a diamond wire tool

Core wire	$\phi 0.2\text{mm}$ Piano string
Bonding material	Acrylic ultraviolet curing resin (monomer and polymerization initiator)
Abrasive grain	30 - $40\mu\text{m}$ Diamond
Concentration	50 (12.5vol%)

Fig. 1 Slicing apparatus

Table 2 Slicing conditions

Workpiece	3" Silicon ingot
Average wire running speed	490m/min
Wire length	30m
Wire tension	30N
Load	2N
Reciprocate interval	5s
Slicing fluid	Tap water 10mL/min
Slicing time	30min

Fig. 2 Sectional view of a diamond wire tool after slicing

工具の試作条件と同様である。そして塗膜に対し基盤目状に切り傷をつけ（間隔1mm、マス目の数100個）、剥離せずに残存したマス目数を数えた。また比較のため、従来のレジンボンドワイヤ工具の結合剤樹脂に用いられているフェノール樹脂についても行った。その結果を図3に示すが、フェノール樹脂を用いた場合（記号A）は高い密着強度が得られる。一方、紫外線硬化性樹脂を用いた場合（記号B、C）は密着強度が低く、特に砥粒を添加するとその強度がほとんど得られなくなる。

これらの理由として、フェノール樹脂はその構造中にメチロール基といった金属との密着性に優れる官能基を有するため、芯線との高い密着強度が得られたものと考えられる。これに対し、表1の樹脂をはじめ、一般的な紫外線硬化性樹脂は金属との密着性を高めるような官能基を有していないものが多い。ま

たそのような官能基を導入した樹脂として紫外線硬化性接着剤があるが、高粘度であり砥粒等の添加が困難なため、溶媒による希釈が必要になり、その結果高い硬化速度が得られなくなる。また接着剤は硬化後もその表面には粘着性や粘弾性が残りやすく、砥粒層表面の材料としては不適である。

3.2 二層砥粒層構造の提案

そこで芯線側の一層目には金属である芯線との密着性に優れた接着剤層を、二層目に砥粒や粉末を含有した砥粒層を設けた二層砥粒層構造（図 4）を適用することとした。この二層構造においては、一層目の接着剤に砥粒を添加することも考えられるが、上述のように接着剤が高粘度のため砥粒の混合かくはんが極めて困難であり、ここでは一層目は接着剤のみとした。

そして二層構造化することで芯線との密着強度が向上できることを確認するために、前節で述べた基盤目試験を行った。接着剤にはアクリル系紫外線硬化性接着剤を用い、厚みが10 μ m程度になるよう金属板に塗布した。図 3 からわかるように、接着剤のみの場合（記号 D）と同様、二層構造塗膜（記号 E）は良好な密着強度を示し、その有効性が確認された。

4. 結合剤樹脂への添加粉末の検討

レジンボンドワイヤ工具は電着ワイヤ工具に比べ、砥粒保持強度や耐熱性が低く工具摩耗が大きい恐れがある。特に口径 8 インチや 300mm の大径シリコンインゴットのマルチ切断においては、より高い工具耐摩耗性が要求される。一方、紫外線硬化性樹脂を用いた光造形技術では、粉末添加により樹脂固形物の強度ならびに軟化点温度が向上することが報告⁶⁾されている。またすでに開発されている熱硬化性樹脂を用いたレジンボンドワイヤ工具においても、粉末添加により工具耐摩耗性が著しく向上した³⁾ことより、結合剤樹脂中へ粉末を添加することとした。

紫外線硬化性樹脂は紫外線エネルギーにより硬化反応が進行するため、添加粉末による紫外線の吸収性、透過性などが硬化特性に大きな影響を及ぼす。そこで次の 3 種類の粉末について樹脂硬化特性に及ぼす影響を検討した。粉末の大きさについては、砥粒径の 1/10 以下を目安として決定した。まず金属粉末としてレジン-メタルボンド研削砥石において多く使用されている銅粉末（平均粒径 0.94 μ m）を選択し、無機粉末として炭化珪素（平均粒径 1 μ m）、アルミナ（平均粒径 1.2 μ m）粉末を選択した。

樹脂の硬化特性は図 5 に示す方法で評価した。樹脂のみあるいは砥粒（添加率 12.5vol%）や粉末（添加率 10vol%）を添加した混合樹脂を入れた円筒金型に対し、ガラスプレートを通して紫外線を照射し、0.1 秒間隔で樹脂の硬化厚みを測定した。図 6 に実験結果を示す。本図には示していないが、樹脂のみの場合は照射時間 0.1 秒で 0.4mm 以上の硬化厚みが得られた。これに対し同図からわかるように、砥粒としてダイヤモンドを添加する（記号△）ことで硬化速度が遅くなる。しかし、その場合でも 0.1 秒で 0.1mm 程度の硬化厚みが得られており、必要とされるワイヤ工具砥粒層厚みが 30~40 μ mであることを考慮すると、十分に高い硬化速度が得られている。次に銅粉末添加の場合（記号◇）は、照射時間を長くしても硬化厚みは 50 μ m 程度にしかならず、硬化樹脂中には硬化不良を生じている箇所が観察された。紫外線照射時に銅イオンの溶出によると思われる樹脂の着色が見られたことから、使用した樹脂は銅イオンにより変性し、硬化不良が発生したと考えられる。なお加熱によるアフタキュ

Fig. 3 Adhesion strength results

Fig. 4 Diamond wire tool with double bonding layer

Fig. 5 Configuration of ultraviolet resin curing test

Fig. 6 Effect of addition of powder on resin curing characteristics

リングを行っても完全に硬化させることはできなかった。炭化珪素粉末添加（記号▲）においては硬化がほとんど進行せず、一方、アルミナ粉末（記号■）では添加の影響をほとんど受けていない。これは、炭化珪素のように黒色の粉末ほど紫外線を

吸収する⁷⁾ため樹脂の硬化特性が悪く、一方アルミナ粉末は白色のため紫外線をほとんど吸収せず⁷⁾硬化特性が良好に、すなわち硬化速度が高くなり硬化層も厚くなったと考えられる。

以上のように、砥粒および粉末添加により樹脂硬化速度は遅くなり、粉末種類の影響としてはアルミナ>>銅>炭化珪素の順で大きい硬化深度、つまり高い硬化速度が得られた。ワイヤ工具製造において、250mmのライン光源を用い工具部における照射強度 $60\text{mW}/\text{cm}^2$ とした場合、図6よりアルミナを添加粉末に用いることで、所望の砥粒層厚み ($40\mu\text{m}$) を有するワイヤ工具を $350\text{m}/\text{min}$ 程度で製造可能となる。また2.1節で述べたように、実際にはさらに高い照射強度 ($2.6\text{W}/\text{cm}^2$) とすることで、製造速度をより高められると考えられる。このことより熱硬化性樹脂を用いたワイヤ工具に比べ、10倍以上高い製造速度を実現できることが判明した。そこで表3の仕様からなるワイヤ工具を2.1節とほぼ同様の手順（なお接着剤層、砥粒層ごとに紫外線を照射）により実際に作製し、その特性を評価した。

5. 紫外線硬化性樹脂を用いたレジンボンドワイヤ工具の特性評価

5.1 ねじり強度の評価

ワイヤ工具の物理的特性として、破断ねじり強度の評価を行った。この破断ねじり強度が高い、すなわちねじり破断に達するまでの角度が大きいワイヤ工具ほど、加工中に生じるねじりや曲げに起因する断線が生じにくい⁸⁾。

電着ワイヤ工具と比較してレジンボンドワイヤ工具では、結合剤として金属に比べせん断弾性係数が小さい樹脂を用いるため、破断ねじり強度が高くなると考えられる。またレジンボンドワイヤ工具においても、結合剤に熱硬化性樹脂を用いた場合、樹脂硬化時の加熱・焼成工程において芯線の青熱脆化が生じ、破断ねじり強度が著しく低下する³⁾。これに対し紫外線硬化性樹脂を結合剤に用いたワイヤ工具では、樹脂硬化において加熱焼成を必要としないため、破断ねじり強度の劣化が抑制されることが期待できる。

そこでJIS G 3522で定められているピアノ線のねじり試験法を参考にワイヤおよびワイヤ工具のねじり試験を図7に示す方法で実際に行った。ワイヤ張力は遊離砥粒ワイヤ切断において一般に設定されている20Nとし、つかみ間隔は150mmとした。図8に結果を示すが、Pは作製したワイヤ工具の芯線に用いたピアノ線、CEは市販の電着ワイヤ工具、OTは自作のレジンボンドワイヤ工具であり、結合剤には熱硬化性樹脂であるフェノール樹脂を用いた。またOTでは青熱脆化の抑制を目的に平均粒径 $0.94\mu\text{m}$ の銅粉末を10vol%添加している³⁾。OUは表3の仕様によるワイヤ工具である。同図からわかるように、電着ワイヤ工具CEは先述したように破断ねじり回転数が大きく減少している。また銅粉末を添加した熱硬化性樹脂ワイヤ工具OTでは芯線に比べ2~3割ねじり強度が低下した。これに対し紫外線硬化性樹脂を用いたワイヤ工具OUでは破断ねじり強度の低下はほとんど見られず、加工時における断線が極めて生じにくいことが予想される。

5.2 切断特性の評価

2.2節と同様の切断加工実験を、紫外線硬化性樹脂を結合剤に用いたレジンボンドダイヤモンドワイヤ工具（表3）を用いて行った。また比較のため、粉末を添加しないワイヤ工具および表4の仕様からなる熱硬化性樹脂を結合剤に用いたレジンボンドダイヤモンドワイヤ工具³⁾（図8におけるワイヤ工具OT）

Table 3 Manufacturing conditions of a diamond wire tool with double bonding layer

Core wire	$\phi 0.2\text{mm}$ Piano string
Bonding material	Acrylic ultraviolet curing resin
Adhesive	Acrylic ultraviolet curing adhesive (thickness: $5 - 10\mu\text{m}$)
Abrasive grain	$30 - 40\mu\text{m}$ Diamond
Concentration	50 (12.5vol%)
Filler	Mean diameter $1.2\mu\text{m}$ Al_2O_3 powder
Content	10vol%

Fig. 7 Configuration of breaking twist test

P : Commercial piano string
CE: Commercial Ni electroplated diamond wire
OT: Manufactured thermosetting resinoid diamond wire
OU: Manufactured UV curing resinoid diamond wire

Fig. 8 Breaking twist results of wire and diamond wires

Table 4 Manufacturing conditions of a diamond wire tool utilizing thermosetting resin

Core wire	$\phi 0.2\text{mm}$ Piano string
Bonding material	Phenolic resin
Abrasive grain	$30 - 40\mu\text{m}$ Diamond
Concentration	50 (12.5vol%)
Filler	Mean diameter $0.94\mu\text{m}$ Copper powder
Content	10vol%

についても評価を行った。工具径はいずれも $\phi 0.27\text{mm}$ 程度である。図9に各ワイヤ切断における累積切断面積の推移を、図10には工具の平均半径摩耗率と工作物の切断面粗さを示す。平均半径摩耗率とは、30分間の加工における工具半径摩耗量を時間平均したものである。また工具半径摩耗量は1m間隔で計25箇所の工具径をマイクロメータにより測定し、その平均値の加工前後の変化より求めた。切断面粗さについては、ウェーハ内5箇所を切込み方向に測定し、平均値を示した。

まず図示していないが、アルミナ粉末を添加していないワイヤ工具は摩耗が激しく、30分間の加工によりその砥粒層がほぼ剥離してしまい切断を行うことがほとんどできなかった。これ

は結合剤に熱硬化性樹脂を用いた場合³⁾と同様、砥粒保持強度が低かったためと考えられる。これに対し、図9からわかるようにアルミナ粉末を添加したワイヤ工具(Diamond wire tool utilizing UV curing resin)においては切断加工が可能となっている。しかし、熱硬化性樹脂を用いたワイヤ工具にくらべると切断能率が70%程度に低下している。また図10から、紫外線硬化性樹脂を用いたワイヤ工具の摩耗率は熱硬化性樹脂を用いたワイヤ工具とほぼ同様であることがわかる。そこで加工前後のワイヤ工具表面を光学顕微鏡により観察したところ、図11に示すように砥粒の脱落や摩耗はほとんど認められず、優れた耐摩耗性を有していることがわかった。このことから開発したワイヤ工具において熱硬化性樹脂を用いたワイヤ工具よりも切断能率が低下した理由として、接着剤層の弾性による砥粒の沈み込みが生じたことが考えられ、今後はより高硬度な接着剤の使用や接着剤層厚みを薄くすることが求められる。一方、切断面粗さについてはいずれのワイヤ工具を用いた場合も3~4 μmRy 程度となっており、現行の遊離砥粒ワイヤ切断と比較して良好な加工面粗さが得られている。

6. 結 言

レジジンボンドダイヤモンドワイヤ工具において、工具製造速度を高め実用に供せられる工具コストにすることを目的に、紫外線硬化性樹脂を結合剤に用いた固定砥粒ワイヤ工具を開発し、その物理的特性や切断特性の評価を行った結果、次のような結論が得られた。

- (1) 結合剤として紫外線硬化性樹脂を用いた場合、砥粒層と芯線との密着強度が低く、工具耐摩耗性が著しく劣化することがわかった。
- (2) 芯線と砥粒層との間に紫外線硬化性接着剤層を設けた二層砥粒層構造とすることで、工具耐摩耗性を向上させることができた。
- (3) 結合剤中に添加する粉末としてアルミナを用いることで、従来の熱硬化性樹脂を用いたワイヤ工具に比べ10倍以上高い工具製造速度を実現できることがわかった。
- (4) 樹脂硬化時に加熱・焼成工程を必要としないため、熱硬化性樹脂を用いたワイヤ工具に比べ、破断ねじり強度を向上させることができた。
- (5) 結合剤にアルミナ粉末を添加することで、3インチシリコンインゴットをシングルカットすることができ、また良好な切断面粗さ(3.3 μmRy 程度)を得ることができた。

謝 辞

加工実験にご便宜をおはかりいただいた東京大学新領域創成科学研究科内野倉研究室に記して深謝申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 絹谷一朝, 金道幸宏: ワイヤソーによる大口径ウエハの切断技術, 電子材料, **35**, 7 (1996) 29.

Fig. 9 Changes in cumulative sliced area

Fig. 10 Tool wear rate and surface roughness of sliced wafers

Fig. 11 Developed diamond wire tool before and after slicing

- 2) 仲井正徳, 小川秀樹, 山中正明, 浦川信夫, 三宅雅也: 固定砥粒ダイヤモンドワイヤソーの切断性能(第4報), 2000年度砥粒加工学会学術講演会講演論文集, (2000) 297.
- 3) 榎本俊之, 島崎裕, 谷泰弘, 鈴木真理, 神田雄一: 金属粉末を添加したレジジンボンドダイヤモンドワイヤ工具の開発, 日本機械学会論文集(C編), **65**, 631 (1999) 1235.
- 4) 田中武司, 磯野吉正, 進藤寛英, 石崎陽介: 光造形法による砥石の開発と特性評価, 砥粒加工学会誌, **42**, 8 (1998) 344.
- 5) 彭偉, 谷泰弘, 柳原聖: 紫外線硬化樹脂を用いた切断ブレードの開発, 1999年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (1999) 366.
- 6) 荻原茂, 日原政彦, 八代浩二, 佐野正明: 粉末混入樹脂による光造形に関する研究(第3報)—金属粉末を混入した創製物の機能性について—, 1994年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (1994) 633.
- 7) 総合技術センター編: UV・EB硬化技術, 総合技術センター, 東京, (1982) 301.
- 8) 石川憲一, 諏訪部仁, 金山一紀, 牧野全孝, 吉田博幸: ダイヤモンド電着ワイヤ工具の加工特性に関する研究, 日本機械学会論文集(C編), **60**, 573 (1994) 1815.