研究速報

低融点ろう材によるダイヤモンド砥粒固定ワイヤーソーの試作と
これを用いた単結晶シリコンのスライス加工井上 誠^{☆1}, 村田 安規^{☆1}, 東 泰助^{☆2}, 小野木伯薫^{☆3}, 横田 勝^{☆1}, 中平 敦^{☆2}^{☆1}(株)中村超硬, 〒593-8325 堺市西区鳳南町 5-682-8.^{☆2}大阪府立大学大学院工学研究科, 〒599-8531 堺市中区学園町 1-1.

Development of Brazed Diamond Abrasive Wire Saws for Slicing Single Crystal-Silicon

Makoto Inoue^{☆1}, Yasunori Murata^{☆1}, Taisuke Higashi^{☆2}, Takanori Onoki^{☆2},
Masaru Yokota^{☆1} and Atsushi Nakahira^{☆2}^{☆1}Nakamura Choko CO.,LTD., 5-682-8 Ootori Minami-machi, Nishi-Ku, Sakai 593-8325, Japan.^{☆2}Graduate School of Engineering, Osaka Prefecture University, 1-1 Gakuen-cho, Naka-ku, Sakai 599-8531, Japan.

Received July 28, 2009

SYNOPSIS

Existing methods for slicing hard and brittle materials such as silicon use loose abrasives or fixed abrasive wire of which abrasives are adhered onto wire by resinoid bond or electroplating bond. Authors made an experiment to adhere abrasives onto high-tensile-strength SUS304 wire using low melting temperature brazing filler metal. The results were as follows.

1. Surface of diamond abrasives were modified by coating thin layers of TiC and Ni-P followed by heat treatment at 1173 K. Wettability with brazing filler metal and adhesive strength were improved.
2. By drawing SUS304 wire upward through vertically connected two crucibles of molten brazing filler metal and diamond abrasives, we successfully made the fixed abrasive diamond wire saw.
3. We converted a loose abrasive cutting machine into a fixed abrasive multi wire saw. Using this machine, we sliced single-crystal silicon and obtained desired results.

KEY WORDS

abrasive diamond particles, wire saw, brazing alloy, hard brittle materials, slice cutting

1 緒 言

太陽光エネルギーを直接電気エネルギーに変換するデバイスとしてシリコンウエハーがあり, エネルギー, 環境, 地球温暖化への諸問題から世界的に関心が高まり, 工業先進諸国が競ってその生産, 高性能化, コスト低減化等に努めている。

油性スラリーを用いた遊離砥粒方式^{1,2)}が主流であったが, 材料費からスライス加工品に至るまでの製造コストが高つくこと, 廃液処理等に係る環境問題が無視できないなど幾多の解決すべき課題が指摘されてきた。これらを解決する技法として, 先ずレジジンなどの高分子接合剤で Al_2O_3 より硬いダイヤモンドなどの超砥粒を固定化する技術が開発され³⁾, 続いて電気メッキによるダイヤモンド等の固定砥粒式ワイヤーソー⁴⁾とこれを用いた硬くて脆い材料のスライシング加工の実用化がなされつつある。しかしながらこれらの技法での大きな問題点は, レジンでは砥粒の保持力が弱く, ソーワイヤーのスライシング寿命が短いこと, 電気メッキ法では長尺のワイ

ヤーソーの製造に時間がかかり, 製造コストが高つく問題があった。

したがって本開発研究では高性能, 長寿命, 低コストを目指して高抗張力の SUS304 細線に低融点ろう材を用いてダイヤモンド砥粒を接合させる固定砥粒式ワイヤーソーを試作するとともに, 遊離砥粒式ワイヤーソー設備を固定砥粒式ワイヤーソーによるスライシング装置への改造を行い, 硬く脆い材料である単結晶シリコンのスライシング加工を試み, 太陽光エネルギー-電気エネルギー変換用シリコンウエハー製造の実用化への可能性を検討した。

2 試料ならびに実験方法

(1) ろう材ならびにろう付け温度

873 K以下でろう付け可能なろう材として筆者らが開発した Ag-Cu-Sn-Ni ろう材(液相線温度: 843 K, 固相線温度: 788 K)を採用した⁵⁾。ろう付け温度は 873 K とした。

(2) 線材

ワイヤーソーに求められる主要な条件は高い張力に耐えることである。またろう付けによりダイヤモンド砥粒を固定化させるには線材の強度がろう付け時の加熱により低下しないことも重要な条件となる。ここで取り上げた素線はろう付け性を高めるためにNi被覆を施したオーステナイト系ステンレス鋼のSUS304であり、線径は0.16 mmである。

(3) ダイヤモンド砥粒の表面改質

ダイヤモンドをろう付けによって固定させる方法として、Tiを含む活性ろう材を使用するのが一般的であるが⁶⁾、1173 K以上の真空条件下でのろう付け作業となり、ワイヤー素材の軟化が避けられない。そこで、一般的な低融点ろう材で安定的なろう付けが可能となるように、ダイヤモンドの表面に多層コーティングを行った。ダイヤモンド砥粒の表面にまずTiC皮膜を施し⁷⁾、さらにその上に無電解メッキ法によるNi-P合金皮膜を施した⁸⁾。ダイヤモンド砥粒表面の各多層膜界面での接合強度を高めるために、真空中において1173 Kで900 sの熱処理を施した。

(4) ダイヤモンド砥粒のSUS304細線へのろう付け

著者らが開発したルツボ法^{9,10)}を採用した。すなわち、2個の黒鉛製のつぼの底部に直径が約0.2 mmの穴を穿ち、下部のつぼにろう材、上部のつぼにダイヤモンド砥粒を挿入し、つぼの底部に穿った細孔にSUS304線を下方から上方に連続走行させてダイヤモンドのろう付けを行った。なお、雰囲気はN₂-5% H₂の還元性雰囲気である。またろう付けのための加熱温度は873 Kとし、高周波加熱を行った。

(5) 試作ダイヤモンド砥粒固定ワイヤーソーのスライス加工試験

硬くて脆い材料として単結晶シリコンインゴット(寸法: 25 × 25 × 50 mm³)について試作マルチワイヤーソーのスライス加工試験を行った。採用したスライス加工設備は遊離砥粒式スライス加工機(株タカトリ製)を固定砥粒式ワイヤーソーに適用できるように一部を改造した。

3 実験結果ならびに考察

3.1 ソーワイヤーの加熱による硬さ変化

ソーワイヤーへのダイヤモンド砥粒の固定化にはろう付けによる熱処理が伴う。この熱処理によるソーワイヤーの軟化

の程度を硬さ試験の結果により評価した。本研究ではろう付け温度を873 Kとし、ソーワイヤーとしてSUS304 (AまたはB)を採用したが、他に候補として挙げられるSUS630, SUS631およびピアノ線についても加熱温度と硬さの関係を測定した。Fig.1に示すように、SUS304 (AおよびB)の873 Kにおける硬さは他の線材に対して軟化の程度は少なく、素材の硬さに対して10%以下の硬さの低下に留まることが明らかになった。

3.2 ダイヤモンド砥粒の多層メッキによる表面改質

ダイヤモンド素材の表面改質によるろう材との接合性を改善する必要がある。そのために、先ずダイヤモンドにTiCコーティングを施し、さらにその上にTiCとの結合性が良好なNi-Pを無電解法でメッキを上乗せした。TiCコーティング量はコーティングされたダイヤモンド粒全体質量の5 mass%に、またNi-Pメッキ量は同じく50 mass%とした。表面改質前のダイヤモンド粒、TiC被覆ダイヤモンド粒およびその上にさらにNi-Pメッキを施したダイヤモンド粒のSEM写真をFig.2に示す。それぞれの粒子ともに平滑な表面状態を示している。

ダイヤモンド粒子にTiCとNi-P被覆を施しただけでは各層間の強度は高くないのでこれを改善するために熱処理をする必要がある。予備実験の結果から熱処理の温度を1173 K、保持時間を900 sとした。加熱の雰囲気は真空中である。

TiCならびにNi-Pを被覆したダイヤモンド粒子をFig.3 (a)に示す。またこの粒子を上記の条件で加熱処理した粒子のSEM写真をFig.3 (b)に示す。熱処理によってもダイヤモンド

Fig.1 Relation between hardness and heating temperature for typical high tension fine wires; heating atmosphere: vacuum, heating time: 300 s.

Fig.2 SEM images of as-received (a), TiC coated (b) and additionally Ni-P coated (c) diamond fine particles (Original particle size of diamonds; 20 to 30 μm in diameter).

Fig.3 SEM images of TiC and then Ni-P coated (a) subsequently heat treated diamond fine particles at 1123 K for 1.8 Ks in vacuum (b), and fracture surface of sintered compact of multi-coated diamond powders (c).

Fig.4 Schematic diagram for manufacturing equipment of diamond brazed wire saw.

粒子の表面は良好な平滑状態を示している。

ダイヤモンド粒子、TiC膜ならびにNi-Pメッキを施した各層間の熱処理による結合強度を評価する必要がある。これを目的として、Ni-Pにまで表面被覆したダイヤモンド粒子を粉末状のろう材とともに黒鉛製のダイスにより圧力0.5 Pa, 773 K, 300 sの条件下でホットプレスを行い、ろう材中にダイヤモンド粒子を分散させた試料を作製した。これを曲げにより破断させ、その破断面をSEM観察した。その結果をFig.3 (c)に示す。写真から明かなように、曲げ応力によりダイヤモンド粒子はその内部で破断し、ダイヤモンドとろう材との結合が強力であることを示している。

3.3 るつば法によるSUS304細線へのダイヤモンド砥粒の連続ろう付け装置の試作

試作した連続ろう付け装置の概略図をFig.4に示す。まず真空ポンプにより装置の内部を排気した後Ni+5% H₂ ガスに置換し、ろう付けを還元性雰囲気で行った。石英管内部に設置された2段の黒鉛製るつばの底部に直径が約0.2 mmの穴を穿ち、下段のるつばにろう材を、上段のるつばにダイヤモンド砥粒を挿入し、その中にSUS304細線を走行させ連続してろう付けとダイヤモンドの接合を行った。るつばの加熱は石英管外部からの高周波誘導法によった。ここで得られた低融点ろ

Fig.5 Photograph of manufacturing equipment of diamond brazed wire saw.

Table 1 Materials and experimental conditions for slice cutting of mono-crystalline silicon ingot.

Size of mono-crystalline silicon ingot	25×25×50mm ²
Material of wire	SUS304
Diameter of wire	φ 0.16 mm
Material of brazing alloy	Ag-Cu-Sn-Ni
Diameter of diamond particles	20-30 μm
Temperature of brazing	873 K
Feeding rate of wire	300 m/min
Feeding mode	Reciprocate
Winding number of multi-wire saw	50
Length of wire used	50 m
Tension of wire	18 N
Rate of slice cutting	0.25 mm/min

う材によるダイヤモンド砥粒固定式ワイヤーソーのSEMによる表面写真の一例をFig.5に示す。ろう付けされたダイヤモンド砥粒の分布状態の制御を含むこれら一連の詳細な説明は別に述べてある^{9,10)}。

3.4 試作ワイヤーソーを用いた単結晶シリコンのスライス加工試験

本開発研究で得られた低融点ろう材によるダイヤモンド砥粒固定式ワイヤーソーを使用して、幅50 mm、高さおよび奥行きがそれぞれ25 mmの単結晶シリコンインゴットのスライシング加工を試みた。加工条件はTable 1に示した通りであ

Fig.6 SEM images of diamond brazed SUS304 wire saw; the size of wire diameter is 160 μm .

る。スライシング加工時におけるシリコンインゴットにかかる荷重とスライシング深さの関係はFig.6に示すように、スライシング深さが増すにつれてシリコンインゴットへの荷重、すなわちソーワイヤーへの張力付加はわずかに増加する傾向を示すが、荷重値は加工の初期に1kgf、終盤で1.5kgfと大きな荷重がかかることなく単結晶シリコンのスライシング加工に成功した。ここではマルチワイヤーソーとして同時に50枚のシリコンのスライシングを行ったが、そのうちの1枚をFig.7の写真で示した。

太陽電池用のシリコンウエハーとしての品質評価には切断面の平滑度が重要であり、これを保証する手段として安定したワイヤーソーの製造とシリコン切断設備の確立化が残されており今後実用化に向けて検討と実践を進めて行く予定である。

4 結 言

試作した低融点ろう材によるダイヤモンド砥粒固定式ワイヤーソーによる単結晶シリコンインゴットのスライシング加工を行った。得られた結果は次の通りである。

- (1) ダイヤモンド砥粒にTiC, Ni-Pを被覆した後、1173 K, 900 sでの熱処理によりろう材との濡れ性、接着強度が良好な表面改質されたダイヤモンド砥粒を得ることができた。
- (2) ろう材とダイヤモンド砥粒をそれぞれ挿入した2段のるつぽにSUS304細線を通すことにより連続したダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤーの試作に成功した。
- (3) 遊離砥粒式切削加工機器を固定砥粒式マルチワイヤーソー用に改造し、本研究で得られたワイヤーソーを使用して単結晶シリコンのスライシング加工を行い、所期の目的に適う期待された結果が得られた。

文 献

- 1) T. Watanabe and M. Kojima: "Study of quartz crystal slicing

Fig.7 Relation between load value on wire and cutting depth for slice cutting of mono-crystalline silicon ingot.

technology by using multi wire saw", Technical report of IEICE, EA, 100(581)35-42.

- 2) K. Suzuki, S. Aoyama, and K. Yasuoka: "Cutting mechanism of multi wire saw", http://www.shinano-sic.co.jp/pdf/r_d_wiresaw.pdf.
- 3) M. Nakai, H. Ogawa, M. Yamanaka, N. Urakawa, and M. Miyake: "Cutting efficiency of wire saw fixed with diamond abrasive fine particles", Collected papers of annual meeting, Japan Society for Precision Engineering, 2002(2)527.
- 4) K. Ishikawa, H. Suwabe, K. Kanayama, M. Makino, and H. Yoshida: "Study on Machining Characteristics of Wire Tool with Electrodeposited Diamond Grains", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers C, 60(573)(1994)1815-1820.
- 5) T.e Higashi, T. Onoki, A. Nakahira, M. Inoue, M. Yokota, and Y. Murata: "Mechanical properties and low temperature brazing characteristics of Ag-Cu-Sn alloys", Abstracts of Spring Meeting of JSPM, (2009)212.
- 6) O. Kamiya, T. Uchida, T. Kimura, and T. Ishikawa: "Resource saving type micro wire saw connected diamond with metals", Report of research, Faculty of engineering and Resource Science, Akita University, 23(2002)41-47.
- 7) N. Koura and N. Yoneda: "TiC Coating on Steels from the Molten Salts Bath by Electroless Technique", The Journal of the Metal Finishing Society of Japan, 29(2)(1978)94-96
- 8) S. Ishibashi, ed. by Surface Finishing Society of Japan: "Mudenkai mekki", Asakura publishing Co.,Ltd., (1968)67.
- 9) Y. Murata and M. Inoue: "Koukai tokkyo kouhou (A), Tokkai", 2006-123024.
- 10) Y. Murata: "Koukai tokkyo kouhou (A), Tokkai", 2008-221406.