電着ダイヤモンドワイヤの良否を決めるダイヤモンド砥粒

谷 泰 弘^a

^a(株)ツールバンク (〒520-0533 滋賀県大津市朝日 2-1-8)

Diamond Abrasives Which Decide the Quality of The Electroplated Diamond Wires

Yasuhiro TANI^a

^aTool Bank East Co. Ltd. (2-1-8 Asahi, Otsu-shi, Shiga 520-0533)

Keywords : Diamond Abrasive, Electroplated Diamond Wire, Silicon Wafer, Electric Conductivity, Acid Resistance

1. はじめに

現在多用されている半導体結晶材料である単結晶シリコンのインゴットから薄板のウェーハを切り出す方法としてワイヤソー切断技術が1995年前後に開発・実用化された。それまでは内周刃と呼ばれる砥石で枚葉式の研削切断が行われていたが、これが遊離砥粒を用いる研磨切断のワイヤソー切断に急速に置き換わったのである。ワイヤソー切断は直径φ0.08 mm～φ0.18 mmのピアノ線のワイヤを、メインローラの溝に沿って数百回巻き付け、そのワイヤを高速回転させながら、そのワイヤに砥粒とオイルの混ざった加工液(スラリーと呼ばれる)をかけ、その状態のワイヤにインゴットを押しつけて切断する技術である¹⁾。

研削切断技術は比較的熟練が不要で、作業環境がよく、加工ばらつきも少ないので、研磨切断技術よりは技術的に進んだ加工技術であり、内周刃切断からワイヤソー切断への変革は技術の後退と考えられる。しかし、ワイヤソー切断に変わったことで、ウェーハ1枚当たりの切断時間が大幅に減少し、カーフロス(切断代)も減ったことで材料ロスが減少し、製造

コストを大幅に低減させることにつながった。この変革時にもしダイヤモンドワイヤが成熟した工具になっていれば、遊離砥粒のワイヤソー切断に変わることなく、内周刃切断から直接固定砥粒のダイヤモンドワイヤソー切断に移行していたと考えられる。

ダイヤモンドワイヤソー切断には当初ダイヤモンド砥粒を樹脂で固着したレジンボンドダイヤモンドワイヤが製造速度が高く低価格であるため使用されていたが、現在は高速製造が可能になり価格が低下した切断能率に優れる電着ダイヤモンドワイヤが主として用いられるようになってきている。この電着ダイヤモンドワイヤは複合めっき技術により製造されている。電着ダイヤモンドワイヤの高速製造を実現するために、砥粒として導電性のある金属皮膜ダイヤモンド砥粒が使用されている。しかし、現状では高耐酸性と高導電性を併せ持つ砥粒が存在せず、電着ダイヤモンドワイヤの安定製造と低価格化に問題を残している。

2. 部分コートダイヤモンド砥粒の開発

図1に電着ダイヤモンドワイヤの一般的な製造方法を示す。

図1 電着ダイヤモンドワイヤの製造方法

図2 ニッケル被覆ダイヤモンド砥粒の問題点

ダイヤモンドワイヤの芯線となるワイヤ(ピアノ線)は防食のため通常黄銅めっきあるいは銅めっきが施されたものが供給されるため、まずこの皮膜を酸により剥離する。軟らかい金属膜があると、その部分で剥離が起きるためである。その後めっき膜の密着性を高めるため、裸のピアノ線の表面の活性化処理をしてストライクニッケルめっきを施す。次にダイヤモンド砥粒を固着させる複合めっきを行った後、砥粒の保持強度を高める後めっき(埋め込みめっきとも呼ばれる)を施す。最後に防錆処理をして製品となる。最近では切れ味向上と製造コストの低減のため、ほとんど後めっきが施されていないダイヤモンドワイヤも流通している。

シリコンインゴットのダイヤモンドワイヤソー切断では数十 km オーダの電着ダイヤモンドワイヤが必要となるため、製造においても高速で製造する必要がある。20 m/min のライン速度でもダイヤモンド砥粒を共析させるために、現在一般的に導電性のあるニッケル被覆ダイヤモンド砥粒が使用されている。従来ダイヤモンド砥粒を台金にめっきで固着した電着工具においては切れ味確保のため金属被覆のないノンコートダイヤモンド砥粒が使用されてきた。しかし、ノンコートダイヤモンド砥粒を使用すると、ワイヤのライン速度が早いため、全く砥粒が共析されない状態となる²⁾。

現在金属被覆砥粒としてはニッケル被覆砥粒が使用されている。銅被覆砥粒を使用したほうが砥粒の導電性が高いため共析密度が向上するが、銅の溶出でニッケルめっき液が汚染され、ニッケル被膜に銅が混入し、皮膜強度を低下させる。これに対して、ニッケル被覆ダイヤモンド砥粒を使用すれば、ニッケルめっきで砥粒が固着されているため、めっき液を汚染することなく、図2に示すように保持強度の高い共析が実現する。しかし、砥粒が固着した先端は突出しているため、そこに電流が集中しその周りに砥粒が凝集する現象が生じる。縦に凝集した砥粒やめっき厚が増加して切れ味の低下した砥粒は砥石によるメカニカルドレスで改善されている。しかし、

図3 部分コートダイヤモンド砥粒の特徴

メカニカルドレスを行うと、皮膜中にマイクロクラックが残留し、砥粒の保持強度を低下させる。

ニッケル被覆砥粒は常に強酸のめっき液の中に存在しているため、砥粒の被覆のニッケル層がめっき液に溶解し、導電性を低下させることで徐々に共析密度を低下させることになる。そのため電着ダイヤモンドワイヤの製造工程では、ある時間間隔で新しい砥粒を添加するとともに、皮膜が溶解し導電性の低下した砥粒を回収して再電着することが行われている。それでも長尺のワイヤでは共析密度が変化する。このように砥粒の導電性の劣化はダイヤモンドワイヤの安定製造を損ない、コストアップの原因となっている。

切れ味低下の問題点を解決するため、部分的にニッケルコートをしたダイヤモンド砥粒の開発を行った³⁾。部分コートダイヤモンド砥粒を使用すると、図3に示すように必ず非被覆部分が外側を向くように付着する。非被覆部分がワイヤに接触しても、ノンコートダイヤモンド砥粒を使用した場合と同様に密着性が得られず、ワイヤの高速製造のためのめっき液の流れで固着されず流されてしまう。外側を向いている非被覆部分は導電性がないため、この上に砥粒が付着することはない、縦凝集と呼ばれる現象は回避できる。またダイヤモンドが露出した部分で切削が行われるため、切れ味の良い加工が行える。しかもニッケル被覆された部分で固着しているため、ノンコート砥粒よりも保持強度が高い。

この部分コートダイヤモンド砥粒は、図4のような方法で製造することができる。ノンコートダイヤモンド砥粒を使用して製造する方法とあらかじめ全面ニッケルコートされたダイヤモンド砥粒を用いて製造する2種類の方法がある。ダイヤモンド砥粒の全面コートは一般に小物のめっきに使用されるバレルめっき法で行われている。まず耐酸性・耐熱性のある塩化ビニルなどの薄板の上にワックスを平均砥粒径の2/3程度の厚みとなるように薄く塗布する。その上に砥粒を散布し、少し温めて軟らかくなったワックスに砥粒の一部を、上からスポンジのような弾性体を用いて押し込む。その後砥粒を保持した板をノンコートダイヤモンド砥粒の場合は無電解めっき液に、ニッケルコートダイヤモンド砥粒の場合はニッケル剥離液に浸漬し、部分的にめっきが施されたダイヤモンド砥粒を製造する。液から板を取り出した後再度加熱しワックスからダイヤモンド砥粒を取り出し、洗浄を行い、製品とする。

図5にはノンコート砥粒、全面コート砥粒、部分コート砥粒を低速で回転している軸付工具上に共析させた時の表面状態を示す。ノンコート砥粒の場合は共析量が少なく、全面コート砥粒の場合は凝集が激しいことが分かる。部分コート砥粒の場合の共析量はノンコート砥粒と全面コート砥粒の中間で、ノンコート砥粒の場合と同様にダイヤモンドが露出した面が上を向いており、目だった凝集は観察されない。図6には共析密度を揃えた場合の複合めっき時間の比較を示す。当然のことながら全面コート砥粒の場合の作業時間が最も短く、ノ

ンコート砥粒の作業時間が最も長くなっている。剥離によって製造した部分コート砥粒の作業時間がめっきにより製造した部分コート砥粒の作業時間よりも長くなっているのは、製造時にワックスへの砥粒の埋込量が少なくダイヤモンドの露出部分が多かったためと思われる。

図7に8種類の条件でめっきを行った軸付工具の加工性能を評価した実験の様子と結果を示す。砥粒密度の変化による加工性能の差異をなくすために、共析密度を揃えることを行っており、軸付工具の製造時に複合めっき時間は図6のように変化させている。厚さ1mmのソーダガラス板の側面を製造した軸付工具を用いて、切込み量 $5\mu\text{m}$ 、主軸回転数2000rpm、送り速度15mm/minで加工した。使用したダイヤモンド砥粒は平均粒径 $15\mu\text{m}$ の砥粒である。切れ味の悪い工具を使用すると、加工抵抗が増加することで軸付工具の軸がたわみ、加工量が減少することになる。いずれの砥粒の場合も後めっきを施すことで切れ味が落ち、わずかに加工量が減少している。当然のことながらノンコートダイヤモンド砥粒を使用した軸付工具の加工量が最も多く、全面コートダイヤモンド砥粒を使用した軸付工具の加工量が最も少なくなっている。部分コートダイヤモンド砥粒を使用した軸付工具の加工量は中間的なもので、剥離とめっきの製造方法の差はあまり出ていない。

この部分コートダイヤモンド砥粒を開発することで、全面コートダイヤモンド砥粒を用いた場合よりも切れ味の良い電着工具を製造することができるようになったが、部分コート砥粒の場合めっきが施されている部分とそうでない部分の界

図4 部分コートダイヤモンド砥粒の製造方法

図6 共析密度を揃えた場合の複合めっき時間の比較

- 1: ノンコートダイヤモンド
- 2: コートダイヤモンド
- 3: 剥離による部分コートダイヤモンド
- 4: めっきによる部分コートダイヤモンド

(a) ノンコート砥粒の場合 (b) 全面コート砥粒の場合 (c) 部分コート砥粒の場合

図5 被覆状態の異なる砥粒の共析状態の比較

図7 軸付工具による電着工具の評価

面があり、砥粒がめっき液中で搅拌されることで、全面コート砥粒よりもさらにめっき皮膜の剥離が進行し、寿命の短い砥粒となってしまった。

3. 部分改質ダイヤモンド砥粒の開発

図8に示すように導電性皮膜の場合ダイヤモンドワイヤの高速製造が可能で砥粒の保持強度が高いが、砥粒の凝集と皮膜の溶解が発生する。このように一般に耐酸性と導電性はトレードオフの関係にある。チタン皮膜は耐酸性に優れるが、通常空气中に砥粒を保管するとすぐに酸化されるため導電性は低下する。しかしチタンの無機質膜は酸化チタンよりも導電性に優れる。導電性は $\text{TiO}_2 < \text{TiC} < \text{TiN} < \text{TiB}_2$ という順序によくなる。TiCコート砥粒は市販されているが、自然酸化したTiコート砥粒よりは導電性に優れるものの、あまり共析密度が高くない。そこで全面Tiコートされた砥粒の一部を窒化あるいはほう化することで、部分コートダイヤモンド砥粒の長所を持ち、皮膜の界面がないことで問題点を解決した砥粒が製造できるのではないかと考えた。耐酸性と導電性を兼ね備えるということでPtコート砥粒が開発されているが、皮膜の厚みが薄いためにあまり共析量が多くなく、しかもニッケルとの親和性が低いために保持強度が低いという問題点を持っていた。これに対して部分TiN砥粒は表1に示すようにさらに改善点はあるが、大きな欠点のない砥粒で、ダイヤモンドワイヤの安定製造が期待できる。部分TiB₂砥粒の方が導電性が高いので好ましいが、ほう化处理は窒化处理よりも高温で行われるため、ダイヤモンドがグラファイト化してしまう可能性があり、今後検討することになっている。

部分改質ダイヤモンド砥粒は図9のようなステップで製造

できる。まずノンコートダイヤモンド砥粒の全面Tiコートをを行う。次に窒化处理により部分改質を行い、部分的に導電性が高められた砥粒を製造する。Tiコートは通常の湿式めっきで行う方法が見つかっておらず、通常は図10のように熔融塩めっきで行われる。塩化ナトリウムと塩化カリウムのモル比1:1の混合塩にTi粉末を入れ800℃に保ち溶融し、これにダイヤモンド砥粒を入れ搅拌しながら2時間保持する。チタン粉末とダイヤモンド砥粒と混合塩の重量比は1:200:600とした。この時ダイヤモンド砥粒上のチタンの皮膜の厚さは0.1 μm程度となった。重量比や処理時間等で皮膜量は変化する。

表1 部分改質の効果

	部分 Ni	部分 TiN	全面 Ti/ Pt/TiC
DW 製造速度	○	△	×
グリップ力	○	△	×
砥粒凝集	○	○	△
共析率	×	△	△
耐酸性	×	○	○

図9 部分改質ダイヤモンド砥粒の製造方法

図8 部分改質ダイヤモンド砥粒の概念

図 10 溶融塩めっきによる Ti コート

図 11 パルスプラズマ法による窒化処理

図 12 部分改質のための処理方法

こうして作製したチタン被覆ダイヤモンド砥粒の表面を、図 11 のようにパルスプラズマ窒化炉で窒化処理した。炉内のガス比は窒素と水素の割合を 9:1 とした。印加電圧 600 kV、処理圧力 350 Pa、処理温度 600 ~ 650 °C、処理時間は 4 時間とした。チタン被覆量が 2 wt% ではほとんど窒化が確認されなかった。一方、チタン被覆量 10 wt% ではほぼ全面均質に窒化された。ダイヤモンド砥粒は筒状の容器に入れて窒化を行ったが、プラズマの圧力でダイヤモンド砥粒が筒内で暴れ、全面窒化されることになった。

部分的な窒化を行うために、図 12 のようにチタンメッシュの上にチタン被覆のダイヤモンド砥粒を置き、裏側から水ガラスで砥粒を固定した。このメッシュ板をパルスプラズマ窒化炉内に入れ、砥粒の窒化を行った後、メッシュ板をアルカリ液に浸漬することで水ガラスを溶解し、ダイヤモンド砥粒を剥離した。この処理を行うことで、部分的に改質されたチタン被覆ダイヤモンド砥粒を製造した。

こうして製造したダイヤモンド砥粒を使用して部分コートダイヤモンド砥粒の場合と同様に軸付工具に電着して、砥粒の共析密度を確認した結果が図 13 である。全面チタン被覆

のダイヤモンド砥粒は全面ニッケル被覆のダイヤモンド砥粒の共析密度に対して低くなったが、チタン皮膜を部分的に窒化したダイヤモンド砥粒の場合、全面ニッケル被覆のダイヤモンド砥粒とほぼ同程度の共析密度が得られた。図 14 は 60 °C に保った pH 4 のスルファミン酸ニッケル液に 24 時間攪拌しながらダイヤモンド砥粒を浸漬した際の重量減少率を示している。全面ニッケル被覆のダイヤモンド砥粒の場合には大幅な重量減少が確認されたが、チタン被覆ダイヤモンド砥粒の場合部分窒化をしたものでもその重量減少率は低いものとなった。

4. おわりに

電着ダイヤモンドワイヤの製造においてはニッケル被覆ダイヤモンド砥粒が使用されているが、その導電性の劣化により製造の安定性が損なわれコストが上昇するという問題点がある。その問題点を解決するには耐酸性と導電性を併せ持った砥粒を開発する必要がある。そのため我々は窒化したチタン被覆のダイヤモンド砥粒を開発した。また砥粒の上に砥粒が凝集する現象を抑制するために、部分的に窒化処理を行う

図 13 各種砥粒の共析密度

図 14 各種砥粒の耐酸性評価結果

方法についても考案した。このことで共析密度が高く耐酸性に優れるダイヤモンド砥粒が開発された。この部分改質ダイヤモンド砥粒の工業的な大量生産にはまだ問題を残しているが、一つの方向性を示したと考えている。

最後にこの一連のプロジェクトは JST 様からの研究補助により行われた。関係各位に深謝する。

(Received March 4, 2019)

文 献

- 1) 諏訪部仁; 精密工学会誌, 83, (9), 815 (2017).
- 2) 千葉康雅, 谷 泰弘, 榎本俊之; 日本機械学会論文集 (C編), 69, (680), 1139 (2003-4).
- 3) 張 宇, 谷 泰弘, 村田順二; 日本機械学会論文集, 80, (813), SMM01111-1 (2014-5).