

称号及び氏名	博士（工学） 井上 誠
学位授与の日付	平成 25 年 3 月 31 日
論 文 名	「新規ダイヤモンド固定ソーワイヤ製造プロセスの 開発と実用化」
論文審査委員	主査 中平 敦
	副査 東 健司
	副査 高橋 雅英

論文要旨

石油や石炭などの化石燃料の大量消費は、CO₂ 排出量増大へと繋がり、地球温暖化や大気汚染による生活環境への影響が懸念されている。また、大地震と大津波による東北地方の大災害による原子力発電所の停止にともない、今後、石油や石炭などの化石燃料を利用する火力発電の稼働増加が避けられず、CO₂ 排出量の更なる増加が今後危惧される。このような化石燃料消費を低減するために、再生可能エネルギーの利用拡大および省エネルギーに向けた技術開発が急務である。特にクリーンな太陽光エネルギーを電気エネルギーに変換するシリコンなどの太陽電池利用が拡大し、現在、シリコンウェハ（多結晶や単結晶）のニーズは高まっている。さらに省エネルギーの観点からは、従来の発光・照明素材に比較して消費電力が格段に少量で且つ省エネルギー効果の高い LED (Light Emitting Diode) の高機能化並びに製造コストの低減に関する開発研究が急務である。

このような社会状況の下、太陽電池用シリコンウェハや省エネルギー効果の高い LED 用サファイアウェハを作製する為、低コストで大量製造できるスライス技術及び装置開発が強く求められている。従来、シリコンやサファイア単結晶などのセラミックスインゴットからウェハをスライシングする技術としては、SiC スラリーを用いた簡便な遊離砥粒式ソーワイヤが採用されてきたが、砥粒を含むスラリーやピアノ線などの消耗品を大量に必要とされ、その結果、加工速度が遅く、切削能力および切削精度が低い、さらにスライス加工後のウェハの洗浄コストが高価で、シリコン切り屑スラッジ（シリコンスラッジ）のスラリーやピアノ線の大量廃棄を必要とし、環境への負荷が大きい等という多数の問題点を持つ。一方、遊離砥粒式ソーワイヤ以外に、現在、固定砥粒式ソーワイヤと呼ばれる金属製細線に超硬砥粒、例えばダイヤモンド砥粒を直接固着したダイヤモンド砥粒固定砥粒式ソーワイヤの開発研究が盛んに行われている。

ダイヤモンド砥粒固定砥粒式ソーワイヤでは、砥粒を金属製細線に固着することで、従来の遊離砥粒とは異なり、細線への損傷が低減され、ソーワイヤの繰り返し利用が可能となり、コストダウンが実現できる。さらに、砥粒を均一に分布させることで切削精度が向上し、また、最適砥粒の固着量を選ぶこ

とでシリコンスラッジ減少など材料歩留りが向上する，さらに潤滑油として水溶性研削液が使用できるため，作業環境の改善や環境負荷の低減，スラッジおよび廃油処理等の廃棄物削減が可能といった様々なメリットから，高性能な固定砥粒式ソーワイヤ装置の開発が求められ，これにより半導体材料のスライス加工における大幅なコストダウンや製品の高性能化が期待できる．

本論文では，シリコンやサファイアなどのセラミックインゴットの被加工物から効率的にウエハを作製するため，高精度で且つ微細な切出し・加工に対応できるダイヤモンド固定ソーワイヤ技術開発を目指した．特に，低融点ろう材の新規開発を目指し，ろう付けによる接合において，接合強度低下の原因となる Cu_3Sn 相の生成を Ni 添加でできるという知見を基に，低融点 Ag-Cu-Sn 合金に Ni を添加することで，脆性の原因と考えられる不均一な組織形態や脆い Cu_3Sn の生成を抑制され，脆性改善の達成と顕著な強度低下を抑制できたことから，従来にない低融点，高強度，高延性な新規ろう材の開発に成功した．この脆性の改善は Ni 添加がもたらした Cu_3Sn デンドライトの析出に伴うラメラ組織の粗大化（ラメラ間隔の増大）や共晶組織が Ag-rich 相へと変化したことによると考えられた．また，組織が粗大化したにもかかわらず，顕著な強度低下が見られなかったのは， $\text{Cu}_3\text{Sn}(\epsilon)$ への Ni 固溶や $\text{Cu}_3\text{Sn}(\gamma')$ の析出による Cu_3Sn 相の硬さの上昇に加えて Cu_3Sn 相の体積率が増加したことで，組織の粗大化がもたらす強度低下を抑制したと結論づけられた．

更に，スライス加工応用に向け，表面処理金属細線に無電解メッキ被覆ダイヤモンド砥粒をハンダ材料固定ならびに Ni 電気メッキにて多段プロセスにて固着強化するプロセスを開発し，革新的ソーワイヤ作製プロセスの開発に成功した．これにより新しい固着メカニズムに基づくダイヤモンド固定ソーワイヤプロセスを確立し，低コスト化と優れたスライス性能を実現できた．

このように新規固着剤開発と併せてダイヤモンド砥粒の表面処理および金属製線材の最適化を進め，ダイヤモンド砥粒を線材に直接固定する新規固着材料を開発し，それら技術を用いてダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤの製造プロセスの開発を行った．更に新規開発したダイヤモンド固定ソーワイヤによりシリコン単結晶やサファイア単結晶のスライス性能を評価し，優れた性能を実現した．

本論文では，新規に獲得した知見を用いて優れた切削性能を活かして被加工物のウエハの高精度化（表面性状および形状精度）を進め，併せて低コスト化の為のプロセス開発を進める事により，高性能なダイヤモンド固定ソーワイヤ技術開発に成功した．このような成果は，シリコンインゴットやサファイアなどの高価なセラミックインゴット材料に対して高精度スライス加工を可能とし，シリコンインゴットやサファイア材料の歩留まりを向上させ，ウエハの量産化とコスト低減につながった．さらにシリコン切り屑であるシリコンスラッジや廃棄ワイヤーや洗浄廃棄物等の種々の廃棄物量も低減出来，環境低負荷なプロセスを確立できた．

本論文は上記研究内容を系統的に纏めたものであり，全 8 章で構成される．

第 1 章の緒言では，化石燃料の消費を低減化するために有用なシリコンなどの太陽電

池材料の現状と省エネルギー化に有望な LED 用サファイア作製に関する現状について記し、本研究背景について記述した。特にシリコンとサファイアインゴットのスライス技術の現状と問題点を明らかにし、それらの問題を解決する為の本研究概念を示した。

第 2 章では、ダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤ製造のための素材として、ソーワイヤの素材に固定されるダイヤモンド砥粒についての現状と問題点を明らかにし、それら問題を解決する研究開発を進めることで、当該の砥粒固定ソーワイヤに適したダイヤモンド砥粒開発を行った。

第 3 章では、ダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤのためのワイヤ素材についての問題点を抽出し、それぞれの素材に要求される性質の明確化と性質改善に向けた経緯と結果を記述した。その結果、それらの解決プロセスを通じて当該の砥粒固定ソーワイヤに適したワイヤ素材開発を行うことに成功した。

第 4 章では、優れた界面強度を有するダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤの開発に向けて、ダイヤモンド砥粒をワイヤ素材に固着させるためのろう材ならびにハンダ素材などの開発を行った。特にダイヤモンド砥粒を固着する材料に要求される性質の明確化と性質改善に向けた経緯とそれぞれの研究結果を記述した。

第 5 章では、ダイヤモンド砥粒をワイヤ素材に固着させるための固着材として、特に低融点の Ag 系ろう材開発についてこれまでの研究と本研究結果について記述し、素材に要求される性質の明確化と性質改善に向けた経緯と結果を記述した。Ag 系ろう材の中でも Ag-Cu-Sn 合金において Ni 添加を行い、低温ロウ付け特性と機械的性質の評価を行った。特に融点と機械的性質に及ぼす Ni 添加が不均一で脆い Cu_3Sn の生成を制御できることを明らかにし、これら新規低融点 Ag 系ろう材の各種工業用金属板に対するぬれ性、界面反応ならびに接合強度を評価し優れた特性を実現した。その結果、優れた界面強度と切削能を有する最適な新規固着材料を見出し、その固着力と切削能の最適設計を行う知見を得る事ができ、ダイヤモンドソーワイヤの高性能化のための低融点固着材の開発に有益な材料学的成果を得た。

第 6 章では、関連装置開発として、ソーワイヤへのダイヤモンド砥粒の付着装置、ろう付け装置、ダイヤモンド固定ソーワイヤ製造装置、および各種セラミックスのスライシング装置の試作と開発、ならびに各種セラミックインゴットのスライシングにおける作動パラメーター因子の解明を行った。ダイヤモンド砥粒に TiC, Ni-P を被覆した後、1173K 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開発した。さらにソーワイヤ上にろう材とダイヤモンド砥粒を固着させる為の 2 段のるつぼを開発することで、ダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤの連続試作に成功した。この結果、開発した新規低融点ろう材を用いた短尺型のダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤを試作に成功し、これを用いたシリコンインゴットのスライシング加工実験を行なった結果、所期の目的に適うスライス性能が得られた。

第 7 章では、本開発研究で得られた低融点ろう材または添加元素により機械的強化を図ったハンダ、またはこれに加えてさらに電気メッキによりダイヤモンド砥粒を強化固定した SUS 細線またはピアノ細線から長尺型のダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤの試作に成功した。次いで、これを用いたシリコンインゴットまたはサファイアインゴットのスライシングを試みた。その結果、低融点ろう材によるダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤの試作とこれを用いた単結晶シリコンのスライス加工評

価から、本研究で開発したダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤの高い性能を示す事を見出した。特にサファイアなどの硬脆材料の切断時における最適な界面構造によって応力集中を緩和できる界面設計が可能であることを明らかにできた。

第8章では、新規ダイヤモンド固定ソーワイヤ製造プロセスの開発と実用化のための本研究成果を総括して結論を述べた。

審査結果の要旨

本論文は、シリコンやサファイアなどのセラミックスインゴットの被加工物から効率的にウエハを作製するため、高精度で且つ微細な切出し・加工に対応できるダイヤモンド固定ソーワイヤ技術開発を目指し、ダイヤモンド砥粒固定新規バインダー開発とそれを用いたソーワイヤ開発、それらの切削加工評価ならびに実用化に向けた装置開発に関する研究結果をまとめたものである。従来は **SiC** スラリーを用いた遊離砥粒式ソーワイヤが用いられてきたが、切削速度や効率の低さ、廃棄物や排水の大量発生など環境負荷が大きいという多数の問題があったが、本研究で上記問題を解決し、併せて低コスト化が可能な固定砥粒式ソーワイヤとその周辺装置の開発に成功した。特に本論文では以下の知見が得られた。

- (1) ろう材の低融点化を材料的探索から進め、ろう付けによる接合において、接合強度低下の原因となる **Cu₃Sn** 相の生成を **Ni** 添加で抑制できるという知見を得、**Ag-Cu-Sn** 合金に **Ni** を添加することで、脆性の原因と考えられる不均一な組織形態と脆性改善と顕著な強度低下の抑制が可能となり、従来にない低融点、高強度、高延性な新規ろう材を開発した。
- (2) ダイヤモンド砥粒の表面処理や新規固着バインダー開発、金属製細線開発等を進めることで新しい固着メカニズムに基づくダイヤモンド固定ソーワイヤプロセスを確立し、長尺タイプの新規固定砥粒式ソーワイヤを開発した。
- (3) 更なるスライス加工性能の向上に向け、表面処理金属細線に無電解メッキ被覆ダイヤモンド砥粒をハンダ材料固定並びに **Ni** 電気メッキにて多段プロセスにて固着強化するプロセスを開発し、革新的ソーワイヤ作製プロセスの開発に成功した。
- (4) 開発した長尺型ダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤを用いてシリコンインゴットとサファイアインゴットのスライシングを試みた結果、高い平滑性、優れた表面精度と均一膜厚、高収率といった高い切削・切出し性能を示す事を見出した。特にサファイアの切断時における最適な界面構造によって応力集中を緩和できる界面設計が可能であることを明らかにした。
- (5) 新規ダイヤモンド砥粒固定砥粒式ソーワイヤの開発により、ソーワイヤの疲労特性の改善、切削精度の向上、シリコンスラッジ低減による材料収率向上、さらに廃液や廃棄物の環境負荷の低減が可能となり、これにより半導体材料のスライス加工における大幅なコストダウンや高性能化が達成できた。

以上の諸成果は、シリコンなどのスライスプロセスにおいて高性能ダイヤモンド砥粒固定ソーワイヤ製造の為のプロセス開発とその実用化において有益な知見を与えるものであ

り、半導体材料のスライス加工技術の発展に貢献するところ大である。また、申請者が自立して研究活動を行うのに必要な能力と学識を有することを証したものである。

本審査委員会は本論文の審査および最終試験の結果から、申請者に対して博士（工学）の学位を授与することを適当と認める。