

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2008-188683

(P2008-188683A)

(43) 公開日 平成20年8月21日(2008.8.21)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 2 4 B 27/06 (2006.01)	B 2 4 B 27/06 D	3 C 0 4 7
B 2 4 B 57/02 (2006.01)	B 2 4 B 57/02	3 C 0 5 8
H O 1 L 21/304 (2006.01)	H O 1 L 21/304 6 1 1 Z	3 C 0 6 9
B 2 8 D 5/04 (2006.01)	B 2 8 D 5/04 C	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2007-22705 (P2007-22705)
 (22) 出願日 平成19年2月1日(2007.2.1)

(71) 出願人 000006013
 三菱電機株式会社
 東京都千代田区丸の内二丁目7番3号
 (74) 代理人 100110423
 弁理士 曾我 道治
 (74) 代理人 100084010
 弁理士 古川 秀利
 (74) 代理人 100094695
 弁理士 鈴木 憲七
 (74) 代理人 100111648
 弁理士 梶並 順
 (74) 代理人 100122437
 弁理士 大宅 一宏
 (74) 代理人 100147566
 弁理士 上田 俊一

最終頁に続く

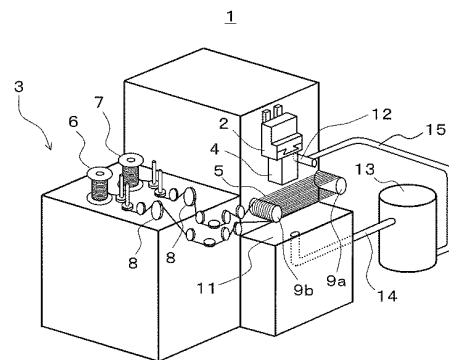
(54) 【発明の名称】 シリコンインゴット切削方法および切削装置

(57) 【要約】

【課題】シリコンインゴットの切削中においても、スラリーからシリコンインゴット切削屑を分離して、切削中のスラリーの安定性を向上させ、スラリーを長寿命化すること。

【解決手段】シリコンインゴットを切削するのに使用された極性溶媒含有スラリーを回収して再使用するシリコンインゴットの切削方法であって、極性溶媒含有スラリーと相分離を起こす極性の低い溶媒を極性溶媒含有スラリーに添加することにより極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相との二相に分離させ、極性溶媒含有スラリー相の少なくとも一部をシリコンインゴットの切削に用いることを特徴とするシリコンインゴット切削方法である。

【選択図】 図 1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

シリコンインゴットを切削するのに使用された極性溶媒含有スラリーを回収して再使用するシリコンインゴットの切削方法であって、

極性溶媒含有スラリーと相分離を起こす極性の低い溶媒を極性溶媒含有スラリーに添加することにより極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相との二相に分離させ、極性溶媒含有スラリー相の少なくとも一部をシリコンインゴットの切削に用いることを特徴とするシリコンインゴット切削方法。

【請求項 2】

前記極性の低い溶媒相の少なくとも一部を取り出し、これを固液分離した後、液体分としての極性の低い溶媒を極性溶媒含有スラリーに再添加することを特徴とする請求項 1 に記載のシリコンインゴット切削方法。

10

【請求項 3】

前記極性の低い溶媒として、シリコンに対する吸着官能基を有する溶媒を用いることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のシリコンインゴット切削方法。

【請求項 4】

極性溶媒含有スラリーをスラリータンクから走行中のワイヤーに供給し、そのワイヤーをシリコンインゴットに押し付けてシリコンインゴットを切削しつつ、ワイヤーへ供給した極性溶媒含有スラリーをスラリータンクに回収して再使用するシリコンインゴット切削装置であって、

20

スラリータンク中で二相に分離した極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相とのうち、極性溶媒含有スラリー相の少なくとも一部をスラリータンクから取り出す機構と、

取り出された極性溶媒含有スラリーをワイヤーに供給する機構とを備えることを特徴とするシリコンインゴット切削装置。

【請求項 5】

前記スラリータンク中で二相に分離した前記極性溶媒含有スラリー相と前記極性の低い溶媒相とを部分的に混合する機構を更に備えることを特徴とする請求項 4 に記載のシリコンインゴット切削装置。

【請求項 6】

前記スラリータンク中で分離した極性の低い溶媒相の少なくとも一部を前記スラリータンクから取り出す機構と、

30

取り出された極性の低い溶媒を固液分離する機構と、

固液分離された液体分としての極性の低い溶媒を前記スラリータンクに戻す機構とを更に備えることを特徴とする請求項 4 又は 5 に記載のシリコンインゴット切削装置。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、半導体用および太陽電池用のウェハを製造するために、単結晶、多結晶又はアモルファスのシリコンインゴットを切削する方法及び装置に関する。

【背景技術】

40

【0002】

従来、シリコンインゴットの切削には、一度に多数枚のウェハを切削することができるワイヤーソーが用いられている。このワイヤーソーを用いたシリコンインゴットの切断は、走行するワイヤーに砥粒を含む切削用スラリーを供給し、そのワイヤーをシリコンインゴットに押し付けることによって行われている。シリコンインゴットの切削においては、切り屑として発生するシリコン粒子（以後、シリコンインゴット切削屑という）がスラリーに混入することになる。切削が進むにつれてシリコンインゴット切削屑の混入量が多くなると、スラリー粘度が変化したり、切削効率が低下する。このことにより、切削の状態が変化し、得られるウェハの表面状態も変化してしまい好ましくない。また最終的にはスラリーの使用ができなくなる。多数枚のシリコンインゴットを低コストで得るためには、

50

スラリーからシリコンインゴット切削屑を分離してスラリーを再生する必要がある。

そこで、このような課題への対策として、砥粒成分と潤滑液成分とを含む使用済みスラリーを加熱して粘度を低下させた後、固体部分と液体部分とに分離し、固体部分に水を添加して懸濁液とし、これを再使用可能な砥粒を含む懸濁液とシリコンインゴット切削屑等を含む懸濁液とに分離する方法が提案されている（例えば、特許文献1を参照）。

また、沈降分離等の方法により使用済みスラリーを、砥粒を主として含む分散液とシリコンインゴット切削屑を主として含む分散液とに分離し、次いで、遠心分離等の方法によりシリコンインゴット切削屑を主として含む分散液から分散媒を回収する方法が提案されている（例えば、特許文献2を参照）。

【0003】

【特許文献1】特表2002-519209号公報

【特許文献2】特開2003-340719号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、上記した従来の方法では、使用済みスラリーの再生は可能であるが、切削中にシリコンインゴット切削屑を除去することができず、切削中のスラリー特性の変化を抑制することができないという問題がある。

したがって、本発明は、上記実情に鑑みてなされたものであり、シリコンインゴットの切削中においても、スラリーからシリコンインゴット切削屑を分離して、切削中のスラリーの安定性を向上させ、スラリーを長寿命化することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0005】

そこで、本発明者らは上記のような従来の問題点を解決すべく鋭意研究、開発を遂行した結果、このような問題点を解決するためには、極性溶媒含有スラリーと相分離を起こす極性の低い溶媒を極性溶媒含有スラリーに添加して、シリコンインゴット切削屑を極性の低い溶媒相に移動させ、シリコンインゴット切削屑が除去された極性溶媒含有スラリー相をシリコンインゴットの切削に用いることが有効であることに想到し、本発明を完成するに至った。

即ち、本発明は、シリコンインゴットを切削するのに使用された極性溶媒含有スラリーを回収して再使用するシリコンインゴットの切削方法であって、極性溶媒含有スラリーと相分離を起こす極性の低い溶媒を極性溶媒含有スラリーに添加することにより極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相との二相に分離させ、極性溶媒含有スラリー相の少なくとも一部をシリコンインゴットの切削に用いることを特徴とするシリコンインゴット切削方法である。

また、本発明は、極性溶媒含有スラリーをスラリータンクから走行中のワイヤーに供給し、そのワイヤーをシリコンインゴットに押し付けてシリコンインゴットを切削しつつ、ワイヤーへ供給した極性溶媒含有スラリーをスラリータンクに回収して再使用するシリコンインゴット切削装置であって、スラリータンク中で二相に分離した極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相とのうち、極性溶媒含有スラリー相の少なくとも一部をスラリータンクから取り出す機構と、取り出された極性溶媒含有スラリーをワイヤーに供給する機構とを備えることを特徴とするシリコンインゴット切削装置である。

【発明の効果】

【0006】

本発明によれば、シリコンインゴットの切削中においても、スラリーからシリコンインゴット切削屑を分離して、切削中のスラリーの安定性を向上させ、スラリーを長寿命化することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0007】

以下、本発明の実施形態を図面に基づいて説明する。

10

20

30

40

50

実施の形態 1 .

図 1 は、本発明の実施の形態 1 に係るシリコンインゴット切削方法に用いるシリコンインゴット切削装置 1 を説明するための図であり、図 2 は、シリコンインゴット切削装置 1 によるシリコンインゴットの切削工程を説明するための図である。

図 1 及び 2 において、シリコンインゴット切削装置 1 は、シリコンインゴット送り機構 2 とワイヤー送り機構 3 とを備えている。シリコンインゴット送り機構 2 は、シリコンインゴット 4 を固定する固定機構と、固定されたシリコンインゴット 4 をワイヤー 5 に向けて押し下げ又は引き上げるためのインゴット移動機構とから構成されている。ワイヤー送り機構 3 は、ワイヤー 5 を送るためのワイヤー送出機構 6 と、ワイヤー 5 を巻き取るためのワイヤー巻取機構 7 と、ワイヤー 5 の張力を一定に保つための張力制御ローラー 8 とから構成されている。

10

【 0 0 0 8 】

また、シリコンインゴット切削装置 1 では、シリコンインゴット送り機構 2 の下方となる位置に、同期回転する二本の回転ローラー 9 a、9 b が配置されている。この回転ローラー 9 a、9 b の外周壁面には、ワイヤー 5 を案内する溝が螺旋状に形成されている。ワイヤー送り機構 3 においてワイヤー 5 は、ワイヤー送出機構 6 から引き出されて、回転ローラー 9 a、9 b の溝に案内されることによって、回転ローラー 9 a、9 b 間で螺旋状に周回すると共に、ワイヤー送出機構 6 とワイヤー巻取機構 7 との間で一定の張力を維持しつつ走行可能に掛け渡されている。ここで用いるワイヤー 5 としては、金属製のものや樹脂製のものが挙げられ、切削効率の観点から、金属製のものが好ましい。

20

【 0 0 0 9 】

また、シリコンインゴット切削装置 1 は、シリコンインゴット 4 を切削するのに使用された極性溶媒含有スラリー 10 あるいは切削に使用されることなくワイヤー 5 から脱落した極性溶媒含有スラリー 10 を回収するためのスラリー回収部 11 と、極性溶媒含有スラリー 10 をワイヤー 5 に供給するためのスラリー供給機構 12 と、極性溶媒含有スラリー 10 を一時的に貯留するためのスラリートank 13 とを備えている。スラリー回収部 11 は、回転ローラー 9 a、9 b の下方に配置され、スラリー回収配管 14 を介してスラリートank 13 に接続されている。スラリー回収部 11 で回収された極性溶媒含有スラリー 10 は、スラリー回収配管 14 を通ってスラリートank 13 に戻る構成になっている。スラリー供給機構 12 は、シリコンインゴット 4 を切削する部位の上流側に配置された回転ローラー 9 a とシリコンインゴット 4 を切削する部位との間の上方に配置されている。更に、スラリートank 13 は、スラリートank 13 中で二相に分離した極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相とのうち、極性溶媒含有スラリー相を取り出す機構、例えばポンプを備えている。この極性溶媒含有スラリー相取り出し機構は、スラリー供給配管 15 を介してスラリー供給機構 12 に接続されている。このように、スラリートank 13 中で分離された極性溶媒含有スラリー相の少なくとも一部は、極性溶媒含有スラリー相取り出し機構によりスラリートank 13 から取り出され、スラリー供給配管 15 及びスラリー供給機構 12 を介してワイヤー 5 に供給される構成になっている。

30

【 0 0 1 0 】

このようなシリコンインゴット切削装置 1 では、ワイヤー送出機構 6 とワイヤー巻取機構 7 とが駆動すると、ワイヤー 5 は、張力制御ローラー 8 によって張力が一定に維持されながら、一定方向に所定の速度で走行する。ワイヤー 5 は回転ローラー 9 a、9 b の溝に沿って案内されているため、シリコンインゴット送り機構 2 の下方で、ワイヤー 5 の列が平行に走行しながら一定の張力で配置されることになる。このとき、回転ローラー 9 a、9 b は、ワイヤー 5 の走行速度に応じた回転速度で同期回転する。

40

【 0 0 1 1 】

このように構成されたシリコンインゴット切削装置 1 によりシリコンインゴット 4 の切削を行うには、図 1 及び図 2 に示すように、シリコンインゴット送り機構 2 が、シリコンインゴット 4 をワイヤー 5 に向けて押し下げることによって、シリコンインゴット 4 が、走行するワイヤー 5 と接触し、押し付けられる。このとき、極性溶媒含有スラリー 10 が

50

、スラリー供給機構 12 から供給され、走行するワイヤー 5 に供給されると、走行するワイヤー 5 によってシリコンインゴット 4 の切削部に運ばれる。シリコンインゴット 4 は、極性溶媒含有スラリー 10 のラッピング作用や化学的作用によって削られ、切断される。シリコンインゴット 4 の切削に使用された極性溶媒含有スラリー 10 及び切削に使用されることなくワイヤー 5 から脱落した極性溶媒含有スラリー 10 は、スラリートンク 13 に回収される。なお、図 2 では、シリコンインゴット送り機構 2 は省略されている。

【0012】

本実施の形態において使用する極性溶媒含有スラリー 10 は、砥粒と極性溶媒とを少なくとも含有するものである。砥粒としては、極性溶媒に馴染みが良い親水性の高い粒子を使用することが好ましい。スラリートンク 13 内の極性溶媒含有スラリー 10 に、分子全体あるいは分子の一部に極性が低い部分を有する極性の低い溶媒を添加すると、極性の低い溶媒は極性溶媒含有スラリー 10 と相分離を起こし、極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相とが形成される。切削により発生したシリコンインゴット切削屑は、上記砥粒に比較して親水性が低い。そのため、極性溶媒に対するより、極性の低い溶媒の方に馴染みが良い。極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相とが混在した状態であると、極性溶媒含有スラリー 10 に混入したシリコンインゴット切削屑は極性の低い溶媒相に移動されることになる。当然、この時には、砥粒は極性溶媒含有スラリー相に残留するため、極性溶媒含有スラリー相からシリコンインゴット切削屑だけが極性の低い溶媒相に移動することになる。シリコンインゴット切削屑が選択的に除去された極性溶媒含有スラリー相の少なくとも一部をスラリートンク 13 から取り出し、シリコンインゴット 4 の切削に再使用することで、シリコンインゴット 4 の切削に伴うスラリー特性の変化を抑制することができ、尚且つスラリー寿命を延ばすことができる。

【0013】

ここで、本実施の形態における極性溶媒含有スラリー 10 と極性の低い溶媒との混合方法について説明する。極性の低い溶媒は、極性溶媒含有スラリー 10 より比重が小さいためスラリー液面に浮く傾向がある。このままでは、極性溶媒含有スラリー 10 と極性の低い液体の接触面積が小さく、シリコンインゴット切削屑の移動の効率が低いことがあるため、攪拌することが好ましい。

通常、スラリートンク 13 にはスラリー全体を流動させるための攪拌機構が設けられているので、極性の低い溶媒が添加された極性溶媒含有スラリー 10 全体をこの攪拌機構により十分に攪拌しておけば、シリコンインゴット切削屑の除去効果は得られる。しかし、この攪拌機構だけでは二相に分離した極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相との混合が十分になされず、シリコンインゴット切削屑が極性の低い溶媒相へ効率的に移動されないことがある。極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相とを十分に混合するために、スラリートンク 13 に貯留されたスラリーを上記攪拌機構により激しく攪拌する方法が考えられるが、この方法では極性の低い溶媒がスラリー全体に分散してしまう。極性の低い溶媒がスラリー全体に分散すると、シリコンインゴット 4 の切削部に極性の低い溶媒が多量に導入されて切削効率が低下したり、極性の低い溶媒相に移動したシリコンインゴット切削屑を除去することが困難になったりすることがあるため現実的ではない。そこで、シリコンインゴット切削屑を極性の低い溶媒相へ効率的に移動させる方法として、極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相とを部分的に攪拌混合する機構をスラリートンク 13 に具備させることが有効である。

【0014】

図 3 は、極性溶媒含有スラリー相 16 と極性の低い溶媒相 17 とを部分的に攪拌混合する機構の一例を示している。図 3 に示される該機構において、スラリートンク 13 内のスラリー液面近傍には、攪拌羽根を備えた攪拌機 18 が設置されており、また、スラリートンク 13 の底部近傍には、例えば排出口及びポンプから構成される極性溶媒含有スラリー相取出し機構 19 が設けられている。攪拌機 18 を作動させると、攪拌羽根が回転して渦流れが発生し、スラリー液面の極性の低い液体が渦流れに巻き込まれ、極性溶媒含有スラリー相 16 と極性の低い溶媒相 17 とが部分的に攪拌混合される。この渦流れにより極性

10

20

30

40

50

の低い液体の一部は極性溶媒含有スラリー相 16 中に分散するがスラリーの流動が激しくない部分で再浮上し、スラリー液面に極性の低い液体が集まる。このようにスラリートンク 13 内に極性溶媒含有スラリー相 16 と極性の低い溶媒相 17 とを部分的に攪拌混合する機構を設けることで、極性溶媒含有スラリーと極性の低い溶媒との接触面積を拡大させることができ、シリコンインゴット切削屑の移動効率を大きく向上させることができる。

【0015】

また、シリコンインゴット 4 の切削を継続するうちに極性の低い溶媒相には、シリコンインゴット切削屑が次第に蓄積され、極性の低い溶媒相の流動性が低下し、シリコンインゴット切削屑の移動効率が低下したり、シリコンインゴット 4 の切削部に悪影響を及ぼしたりする虞がある。そのため、極性の低い溶媒相からシリコンインゴット切削屑を分離（除去）することができれば、スラリー特性の変化抑制効果及びスラリー寿命延長効果が大きくなる。そこで、極性の低い溶媒相からシリコンインゴット切削屑を分離する機構をシリコンインゴット切削装置 1 に具備させることが有効である。

10

【0016】

図 4 は、極性の低い溶媒相からシリコンインゴット切削屑を分離する機構の一例を示している。図 4 に示される該機構は、スラリートンク 13 内のスラリー液面近傍のシリコンインゴット切削屑を含む極性の低い溶媒相の一部を吸い上げるための極性の低い溶媒相吸上げ機構 20（例えば、ポンプ）と、極性の低い溶媒相吸上げ機構 20 により吸い上げられたシリコンインゴット切削屑を含む極性の低い溶媒をシリコンインゴット切削屑と極性の低い溶媒とに分離するための固液分離機 21 と、固液分離機 21 によりシリコンインゴット切削屑が除去された極性の低い溶媒をスラリートンク 13 に戻すための極性の低い溶媒戻し配管 22 とを備えている。このように構成された該機構において、スラリー液面近傍に集まった極性の低い溶媒相の一部は極性の低い溶媒相吸上げ機構 20 により吸い上げられ、次いで固液分離機 21 に導入されて、シリコンインゴット切削屑と極性の低い溶媒とに分離される。シリコンインゴット切削屑が除去された極性の低い溶媒は、極性の低い溶媒戻し配管 22 を通ってスラリートンク 13 に戻される（極性溶媒含有スラリー 10 に再添加される）。

20

また、吸い上げられた極性の低い溶媒には、極性溶媒含有スラリー 10 が混入することがあるので、図 5 に示すような極性の低い溶媒と極性溶媒含有スラリー 10 とを分離する機構 23 を、極性の低い溶媒相吸上げ機構 20 と固液分離機 21 との間に設置してもよい。図 5 に示される該機構 23 では、傾斜して設置された分離フィルター 24 上に、吸い上げられた極性の低い溶媒を流すことで、低粘度で比重の大きい極性溶媒含有スラリー 10 は分離フィルター 24 を通って落下する一方、極性の低い溶媒は分離フィルター 24 上を流れていき、固液分離機 21 に導入される。分離フィルター 24 を通って落下した極性溶媒含有スラリー 10 は、極性の低い溶媒戻し配管 22 を介してスラリートンク 13 に戻される。分離フィルター 24 の目開きは、特に限定されるものではなく、極性溶媒含有スラリー 10 の粘度等を考慮して適宜決定すればよい。このような機構 23 をシリコンインゴット切削装置 1 に具備させることで、スラリー特性の変化抑制効果及びスラリー寿命延長効果を更に高めることができる。

30

【0017】

なお、図 4 では、回転可能な円筒状フィルターの内部にシリコンインゴット切削屑を含む極性の低い溶媒を流し込み、遠心力で濾過する固液分離機を用いて、吸い上げられた極性の低い溶媒を連続的に処理する方法を示しているが、特に連続で行う必要はなく、吸い上げた極性の低い溶媒を回分処理して戻す操作を繰り返してもよい。また、図 4 では、極性の低い溶媒相吸上げ機構 20 により極性の低い溶媒相の一部を吸い上げる方法を示しているが、特にこの方法に限定されるものではなく、適当な装置により極性の低い溶媒相の一部をすくい取ってもよい。

40

【0018】

本実施の形態における極性溶媒含有スラリー 10 を構成する極性溶媒としては、水、アルコール類、グリセリンやエチレングリコール等の多価アルコール類、エタノールアミン

50

類、DMF、DMA、NMP等の極性有機溶剤を挙げることができ、これらを単独で又は二種以上を組み合わせた混合物として用いることができる。

【0019】

本実施の形態における砥粒としては、研磨材として一般的に用いられ、上記極性溶媒に馴染みが良い親水性の高い粒子ものであればよく、例えば、炭化ケイ素、酸化セリウム、窒化ホウ素、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、二酸化ケイ素を挙げることができ、これらを単独で又は二種以上を組み合わせて用いることができる。このような砥粒は市販されており、具体的には炭化ケイ素としては、商品名GC (Green Silicon Carbide) およびC (Black Silicon Carbide) (株式会社フジミインコーポレーテッド製)、酸化アルミニウムとしては、商品名FO (Fujimi Optical Emery)、A (Regular Fused Alumina)、WA (White Fused Alumina) およびPWA (Platelet Calcined Alumina) (株式会社フジミインコーポレーテッド社製)等が挙げられる。砥粒の平均粒子径は、特に限定されるものではないが、好ましくは $1\mu\text{m} \sim 60\mu\text{m}$ 、より好ましくは $5\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ である。砥粒の平均粒子径が $1\mu\text{m}$ 未満であると、切削速度が著しく遅くなってしまい実用的ではなく、砥粒の平均粒子径が $60\mu\text{m}$ を超えると、切削後のシリコンウェハ表面の表面粗さが大きくなり、ウェハ品質が低下してしまうことがあるため好ましくない。砥粒の含有量は、特に限定されるものではないが、極性溶媒含有スラリー全体の質量に対して、好ましくは30質量%～70質量%である。砥粒の含有量が30質量%未満であると、切削速度が遅くなり、実用性が乏しくなることがあり、砥粒の含有量が70質量%を超えると、極性溶媒含有スラリー10の粘度が過大になって、極性溶媒含有スラリー10をシリコンインゴット4の切削部に導入し難くなることがある。

10

20

【0020】

また、上記極性溶媒含有スラリー10に対して、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウム等のアルカリ土類水酸化物等の塩基性物質を添加してもよい。この場合には、ワイヤー5とシリコンインゴット4との抵抗を減らす効果がある。アニオン系、カチオン系、非イオン系の各種界面活性剤を添加してもよい。この場合には、極性溶媒含有スラリー10の粘度の安定性向上や極性溶媒含有スラリー10とワイヤー5やシリコンインゴット4との馴染みを良くする効果がある。高分子や低分子の増粘剤等を混合してもよい。この場合には、極性溶媒含有スラリーをシリコンインゴット4の切削部に効率的に導入したり、極性溶媒含有スラリー10中の砥粒の沈降を抑制したりする効果がある。

30

【0021】

本実施の形態における極性溶媒含有スラリー10は、上記の各成分を所望の割合で混合することにより調製することができる。各成分を混合する方法は任意であり、例えば、翼式攪拌機で攪拌することにより行うことができる。また、各成分の混合順序についても任意である。更に、精製などの目的で、調製された極性溶媒含有スラリー10に更なる処理、例えば、濾過処理、イオン交換処理等を行ってもよい。

【0022】

本実施の形態における極性の低い溶媒とは、極性溶媒含有スラリー10に全く溶解しないものである必要はなく、極性溶媒より比重が低く、添加した際に極性溶媒含有スラリー10中に完全に溶解してしまうことなく極性溶媒含有スラリー10と別の液体相を形成する(相分離を起こす)ものであればよい。このような溶媒は、極性の低い構造を分子全体又は一部に有する化合物であることができる。極性の低い構造を有する化合物としては、脂肪族や芳香族の炭化水素、ポリシロキサン、ポリオキシアルキレン、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロック共重合体、フッ素や塩素を含有する有機物等が挙げられる。極性溶媒含有スラリー10と相分離を起こすものであれば、分子内に親水基を有するものであってもよい。適切な親水基、例えば、窒素、硫黄、酸素等を含む官能基を有する極性の低い溶媒は、その分子内に極性の高い部分が局部的に形成されているので、極性の低い溶媒が界面活性剂的に機能し、シリコンインゴット切削屑の極性の低い溶媒への移動を起こりやすくすることができる。また、上記極性の低い溶媒の中でも、シリコン表面

40

50

に特異的に吸着する官能基を有するものを使用することで、極性溶媒含有スラリー相から極性の低い溶媒相へのシリコンインゴット切削屑の移動をより起こし易くすることができる。また、シリコンインゴット切削屑は酸化されやすく、特に極性溶媒含有スラリー10がアルカリ性である場合には酸化が顕著である。このような場合、シリコンインゴット切削屑の酸化により極性溶媒含有スラリー10の特性が変化する虞があるが、シリコン表面に特異的に吸着する官能基を有する溶媒を用いることで、シリコンインゴット切削屑の酸化を抑制すること（防食）もできる。このような吸着官能基としては、例えば、アミノ基、アルキルアミノ基、ヒドロキシアミノ基、イミノ基、シアノ基、ニトロ基、ニトロソ基などの窒素原子（N）、メルカプト基、スルフィニル、スルフォニル基等の硫黄原子（S）、カルボニル基やエーテル基などの酸素原子（O）等を有する各種置換基が挙げられる。上記した極性の低い溶媒の中でも、蒸気圧が小さく作業上の安全性が高いという観点から、ポリジメチルシロキサン、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロック共重合体、ポリオキシエチレンアルキルアミンエーテル等の分子量の大きい液体を用いることが好ましい。

極性の低い溶媒の添加量は、シリコンインゴット4の切削に悪影響を与えない程度の量とすることが好ましい。具体的には、極性の低い溶媒を極性溶媒含有スラリー10に対して、0.1質量%以上、20質量%未満で添加することが好ましく、0.15質量%以上、10質量%未満で添加することが更に好ましい。極性の低い溶媒の添加量が0.1質量%未満であると、極性の低い溶媒の添加効果が十分に得られないことがあり、また、20質量%以上であると、極性の低い溶媒がシリコンインゴット4の切削部に侵入して悪影響を与える可能性がある。つまり、上記のような範囲にすることで、極性の低い溶媒は液滴の状態、或いはシリコンインゴット切削屑や砥粒に付着した状態で極性溶媒含有スラリー相中に少量存在するだけで、その大部分はスラリー液面に集まるので、シリコンインゴット4の切削に与える影響を著しく小さくすることができる。

極性の低い溶媒は、シリコンインゴット4の切削の開始前又は開始時に、スラリータンク13内の極性溶媒含有スラリー10に予め添加してもよいし、或いはシリコンインゴット4の切削の開始後に、シリコンインゴット4の切削に悪影響を与えないような場所、例えば、スラリー回収部11、スラリー回収配管14、スラリータンク13等から添加してもよい。

【実施例】

【0023】

以下、実施例により本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0024】

〔実施例1～3及び比較例1〕

水40kg、グリセリン20kg及びSiC砥粒（株式会社フジミンコーポレーテッド製、GC#1200）50kgを混合して極性溶媒含有スラリーとした。この極性溶媒含有スラリーと、図1及び2に示したものと同一構成のシリコンインゴット切削装置（マルチワイヤーソー）とを用いて、下記に示す切削条件で多結晶のシリコンインゴット（150mm角、25mm長）が切断されるまで切削を行った。

【0025】

< 切削条件 >

ワイヤー径：100μm

切削代：0.13mm

切削ピッチ：0.39mm

切削速度：0.35mm/分

ワイヤー走行速度：600m/分

【0026】

実施例1～3では、切削開始時にスラリータンク内に表1に示した極性の低い溶媒を添加した。比較例1では、極性の低い溶媒を添加しなかった。切削前後における極性溶媒含

有スラリーの粘度の変化を表 1 に示した。

【 0 0 2 7 】

【 表 1 】

表 1

	極性の低い溶媒の種類	非水溶媒 の添加量 (質量%)	切削前の スラリー粘度 (mPa・s)	切削後の スラリー粘度 (mPa・s)
実施例 1	ポリジメチルシロキサン* ¹	0.5	59	63
実施例 2	ポリジメチルシロキサン* ¹	1.0	60	61
実施例 3	ポリオキシエチレン・ ポリオキシプロピレン ブロック共重合体* ²	1.0	61	61
比較例 1	—	—	60	68

表 1 中、* 1 は、信越シリコーン製、商品名 K F - 9 6 - 2 0 0 c s であり、* 2 は、アデカ製、商品名 L - 3 1 である。

【 0 0 2 8 】

表 1 から分かるように、比較例 1 では、シリコンインゴットの切削により極性溶媒含有スラリーの粘度が上昇した。これに対し、実施例 1 ~ 3 では、切削前後における極性溶媒含有スラリーの粘度変化が極めて小さく、極性の低い溶媒の添加により粘度上昇を有意に抑制することができた。これは、極性溶媒含有スラリーに混入してくるシリコンインゴット切削屑を極性の低い溶媒相に移動させることができているためである。

【 0 0 2 9 】

〔 実施例 4 ~ 6 及び比較例 2 〕

水 4 0 k g、グリセリン 2 0 k g、S i C 砥粒（株式会社フジインコーポレーテッド製、G C # 1 2 0 0）5 0 k g 及び水酸化ナトリウム 5 0 0 g を混合して極性溶媒含有スラリーとした。この極性溶媒含有スラリーを用いて実施例 1 ~ 3 と同様にシリコンインゴットの切削を行った。

【 0 0 3 0 】

【 表 2 】

表 2

	極性の低い溶媒の種類	非水溶媒 の添加量 (質量%)	切削前の スラリー粘度 (mPa・s)	切削後の スラリー粘度 (mPa・s)
実施例 4	ポリジメチルシロキサン* ¹	0.5	72	80
実施例 5	ポリオキシエチレン・ ポリオキシプロピレン ブロック共重合体* ²	1.0	71	74
実施例 6	ポリオキシエチレン アルキルアミンエーテル* ³	1.0	72	72
比較例 2	—	—	72	95

表 2 中、* 1 は、信越シリコーン製、商品名 K F - 9 6 - 2 0 0 c s であり、* 2 は、アデカ製、商品名 L - 3 1 であり、* 3 は、アデカ製、商品名 T R 7 0 1 である。

【 0 0 3 1 】

表 2 から分かるように、比較例 2 では、シリコンインゴットの切削により極性溶媒含有スラリーの粘度が大きく上昇した。これは、シリコンインゴット切削屑の混入に加え、アルカリによるシリコンインゴット切削屑の酸化が影響している。これに対し、実施例 4 ~

5では、切削前後における極性溶媒含有スラリーの粘度変化が極めて小さく、極性の低い溶媒の添加により粘度上昇を有意に抑制することができた。これは、極性溶媒含有スラリーに混入してくるシリコンインゴット切削屑を極性の低い溶媒相に移動させると共に、シリコンインゴット切削屑の酸化を抑制することができているためである。また、実施例6では、極性の低い溶媒として添加したポリオキシエチレンアルキルアミンエーテルが、分子中の窒素原子がシリコンインゴット切削屑に吸着し易く、シリコンインゴット切削屑に対する防食作用が強いため、極性溶媒含有スラリーの粘度変化をより抑えることができた。

【図面の簡単な説明】

【0032】

10

【図1】本発明の実施の形態1に係るシリコンインゴット切削方法に用いるシリコンインゴット切削装置の概略図である。

【図2】実施の形態1におけるシリコンインゴットの切削部拡大図である。

【図3】実施の形態1における極性溶媒含有スラリー相と極性の低い溶媒相とを部分的に攪拌混合する機構の概略図である。

【図4】実施の形態1における極性の低い溶媒相からシリコンインゴット切削屑を分離する機構の概略図である。

【図5】実施の形態1における極性の低い溶媒と極性溶媒含有スラリーとを分離する機構の概略図である。

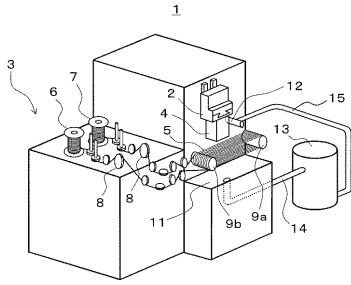
20

【符号の説明】

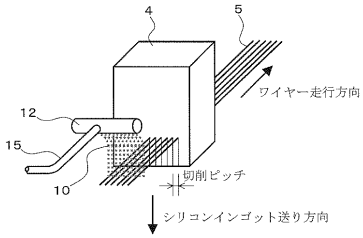
【0033】

1 シリコンインゴット切削装置、2 シリコンインゴット送り機構、3 ワイヤー送り機構、4 シリコンインゴット、5 ワイヤー、6 ワイヤー送出機構、7 ワイヤー巻取機構、8 張力制御ローラー、9 a, 9 b 回転ローラー、10 極性溶媒含有スラリー、11 スラリー回収部、12 スラリー供給機構、13 スラリートank、14 スラリー回収配管、15 スラリー供給配管、16 極性溶媒含有スラリー相、17 極性の低い溶媒相、18 攪拌機、19 極性溶媒含有スラリー相取出し機構、20 極性の低い溶媒相吸上げ機構、21 固液分離機、22 極性の低い溶媒戻し配管、23 極性の低い溶媒と極性溶媒含有スラリーとを分離する機構、24 分離フィルター。

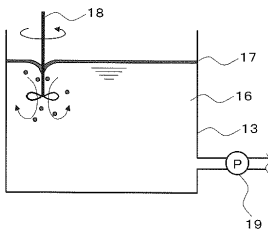
【図1】



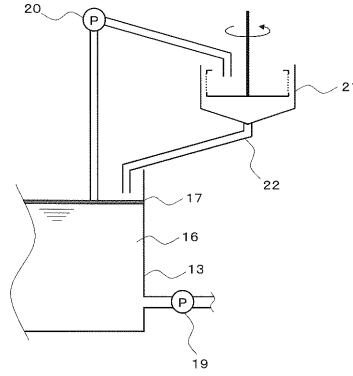
【図2】



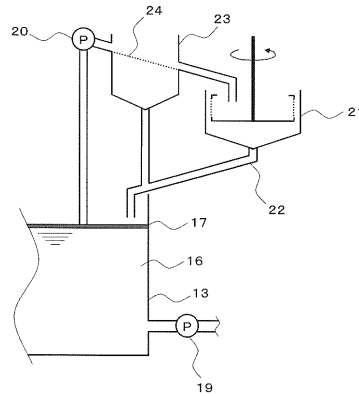
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

- (72)発明者 吉田 育弘
東京都千代田区丸の内二丁目7番3号 三菱電機株式会社内
- (72)発明者 西田 博一
東京都千代田区丸の内二丁目7番3号 三菱電機株式会社内
- (72)発明者 三村 誠一
東京都千代田区丸の内二丁目7番3号 三菱電機株式会社内
- (72)発明者 河寄 貴文
東京都千代田区丸の内二丁目7番3号 三菱電機株式会社内
- Fターム(参考) 3C047 FF09 GG13 GG15
3C058 AA05 AA07 AC04 CB01 CB03 DA03
3C069 AA01 BA06 CA04 DA06 EA03