



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本 (11)證書號數：TW I618793 B

(45)公告日：中華民國 107 (2018) 年 03 月 21 日

(21)申請案號：103107654

(22)申請日：中華民國 103 (2014) 年 03 月 06 日

(51)Int. Cl. : **C10M173/02 (2006.01)**

(30)優先權：2013/03/06 日本 2013-044776

(71)申請人：出光興產股份有限公司 (日本) IDEMITSU KOSAN CO., LTD. (JP)  
日本

(72)發明人：北村友彥 KITAMURA, TOMOHIKO (JP)

(74)代理人：惲軼群；陳文郎

(56)參考文獻：

TW 201033343A1

TW 201111494A1

審查人員：林峯州

申請專利範圍項數：5 項 圖式數：0 共 16 頁

(54)名稱

水性加工液

(57)摘要

本發明的水性加工液，係當利用線鋸施行脆性材料切斷時所使用的水性加工液，其特徵在於該水性加工液係於水中摻合乙炔二醇環氧烷加成物與二醇類而成。根據本發明的水性加工液，當使用鋸線來切斷脆性材料時，可獲得良好切斷精度，因而在切取口徑大的晶圓時可適用。本發明的水性加工液特別適用於固定磨粒方式的線鋸。

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

## 【發明名稱】(中文/英文)

水性加工液

## 【技術領域】

發明領域

[0001]本發明係關於水性加工液，詳言之係關於當利用線鋸切斷脆性材料時所使用的水性加工液。

## 【先前技術】

發明背景

[0002]半導體製品之製造上，必須切斷屬於脆性材料的矽鑄錠，就切斷精度及生產性的觀點，一般係利用線鋸加工。此處，矽鑄錠的切斷有：在已使加工液(切削液)中分散著磨粒之狀態下切斷矽鑄錠的游離磨粒方式，以及已預先在鋸線表面固定磨粒之狀態下切斷矽鑄錠的固定磨粒方式。

[0003]游離磨粒方式所使用的加工液為例如含有摩擦係數降低劑及防銹力輔助劑等的水溶性加工液。該加工液所含的摩擦係數降低劑係使用不飽和脂肪酸，防銹力輔助劑係使用苯并三唑(參照文獻1：日本特開平8-57848號)。此種游離磨粒方式因為鋸線較粗時會導致裁切量變大，因而產生較多的切削粉，在矽鑄錠切斷上的良率惡化。又，因為鋸線會隨使用而日久被削損，因而在將鋸線本身變細方面會有極限存在。所以，今後可期大幅增產的太陽電池用

等矽晶圓製造，就游離磨粒方式而言會有生產性問題。

[0004]另一方面，固定磨粒方式所使用的加工液已知有例如含有二醇類的水溶性加工液(參照文獻2：日本特開2003-82334號公報、文獻3：日本特開2011-21096號公報)。根據此種固定磨粒方式，因為預先在鋸線上固定磨粒，因而可將鋸線變細，能減少切削粉，因而生產性優異。

[0005]近年來晶圓(Si、SiC)有大口徑化趨勢。然而，即使使用上述加工液並利用線鋸切斷鑄錠以求獲得大口徑晶圓，卻未必能獲得充分的切斷精度。即，所獲得晶圓的平坦性降低、或晶圓毛邊變大。

## 【發明內容】

### 發明概要

[0006]本發明目的在於提供：使用線鋸切斷脆性材料時，能獲得良好切斷精度的水性加工液。

[0007]本發明者發現當使用線鋸切斷脆性材料時，若加工液對加工間隙的滲透性差，便會導致切斷精度降低。又得知，僅提升加工液的滲透性，會造成液體發泡嚴重導致對切斷作業構成障礙(從槽溢出、裝置的流量控制困難等)。然後發現，藉由使用特定添加劑，可在抑制液體發泡的同時確保對加工間隙的充分滲透性，遂完成本發明。

[0008]即，本發明係提供如下述水性加工液。

[0009](1)一種水性加工液，係在利用線鋸施行脆性材料切斷時所使用的水性加工液，其特徵在於該水性加工液係於水中摻合乙炔二醇環氧烷加成物與二醇類而成。。

[0010](2)一種水性加工液，係上述水性加工液中，前述乙炔二醇環氧烷加成物之HLB係2以上且18以下。

[0011](3)一種水性加工液，係上述水性加工液中，前述乙炔二醇環氧烷加成物含有HLB差在1以上的2種前述加成物。

[0012](4)一種水性加工液，係上述水性加工液中，前述二醇類的數量平均分子量在60以上且10萬以下。

[0013](5)一種水性加工液，係上述水性加工液中，以該加工液全量基準計，前述乙炔二醇環氧烷加成物的摻合量係0.005質量%以上且10質量%以下。

[0014](6)一種水性加工液，係上述水性加工液中，以該加工液全量基準計，前述二醇類的摻合量係0.5質量%以上且30質量%以下。

[0015](7)一種水性加工液，係上述水性加工液中，該加工液的pH係4以上且8以下。

[0016](8)一種水性加工液，係上述水性加工液中，該加工液的黏度係0.8mPa·s以上且15mPa·s以下。

[0017](9)一種水性加工液，係上述水性加工液中，前述線鋸為固定磨粒線鋸。

[0018](10)一種水性加工液，係上述水性加工液中，前述脆性材料係矽、碳化矽、氮化鎵及藍寶石的鑄錠。

[0019]根據本發明的水性加工液，當使用鋸線切斷脆性材料時，可獲得發泡少、良好切斷精度，因而在切取口徑大的晶圓時頗為適用。本發明的水性加工液特別適用於固

定磨粒方式的線鋸。

### 【圖示簡單說明】

無

### 【實施方式】

發明實施形態

[0020] 本發明的水性加工液(以下亦簡稱「本加工液」)係利用線鋸施行脆性材料加工時所使用的水性加工液，其特徵在於：係於水中摻合乙炔二醇環氧烷加成物與二醇類而成。

[0021] 所以，本加工液的主成分係水。水可無特別限制來使用，但較佳係使用精製水，更佳係脫離子水。以本加工液全量基準計，水的摻含量較佳係50質量%以上且99質量%以下、更佳係60質量%以上且95質量%以下。藉由達50質量%以上，便可降低易燃性，就安全性提升以及省資源化及環境面而言亦屬較佳。相關上限就與其他成分的摻合量間之關係，較佳係設定在99質量%以下。

[0022] 另外，本加工液可從最初起便將添加的成分依必要濃度來摻合並調製，但亦可先調製成濃縮液(原液)，再於使用時稀釋才使用。就操作性的觀點，此種濃縮液較佳係依體積倍率計經稀釋為2倍以上、且160倍以下程度之後才使用的濃度。

[0023] 本加工液中所摻合的乙炔二醇環氧烷加成物，係具有當作所謂非離子系界面活性劑的功能，藉由摻合此種特定的界面活性劑，便可提升本加工液的濕潤性，使本加

工液變得容易滲透入鋸線與被加工物(脆性材料)之間。

[0024]此種乙炔二醇環氧烷加成物係可適用例如日本專利特開2011-12249號公報、特開2012-12504號公報所記載的乙炔二醇環氧烷加成物。

[0025]具體係對：2,5,8,11-四甲基-6-十二炔-5,8-二醇、5,8-二甲基-6-十二炔-5,8-二醇、2,4,7,9-四甲基-5-十二炔-4,7-二醇、8-十六炔-7,10-二醇、7-十四炔-6,9-二醇、2,3,6,7-四甲基-4-辛炔-3,6-二醇、3,6-二乙基-4-辛炔-3,6-二醇、2,5-二甲基-3-己炔-2,5-二醇、2,4,7,9-四甲基-5-癸炔-4,7-二醇、及3,6-二甲基-4-辛炔-3,6-二醇等乙炔二醇環氧烷加成物。環氧烷係可舉例如環氧乙烷(EO)、環氧丙烷(PO)等。

[0026]就濕潤性提升的觀點，前述乙炔二醇環氧烷加成物較佳係HLB(親水性-親油性均衡；Hydrophile-Lipophile Balance)為2以上且18以下、更佳係3以上且16以下。若HLB達2以上，便可更加提升對本加工液的溶解性。又，若HLB在18以下，便可更加提升對鋸線的濕潤性，且亦不易發泡。

[0027]再者，該乙炔二醇環氧烷加成物較佳係含有HLB差達1以上的2種前述加成物。若本加工液中含有HLB差達1以上的前述加成物，便可提升對水與鋸線雙方的親和性，俾可更加提升對鋸線的濕潤性。所以，HLB差更佳係達2以上、特佳係達3以上。

[0028]依該加工液全量基準計，該乙炔二醇環氧烷加成物之摻合量較佳係0.005質量%以上且10質量%以下、更佳係0.01質量%以上且5質量%以下、特佳係0.03質量%以上且

3質量%以下。

[0029]若該摻合量達0.005質量%以上，便可充分發揮濕潤性提升效果。又，若該摻合量在10質量%以下，便不易產生不溶解物、亦能提升消泡性。

[0030]本加工液中可更進一步摻合入二醇類。藉由摻合二醇類，便可提升前述乙炔二醇環氧烷加成物之溶解性。

[0031]前述二醇類的數量平均分子量較佳係60以上且10萬以下、更佳係70以上且8萬以下、特佳係80以上且5萬以下。若數量平均分子量達60以上，便不易揮發，且亦能充分確保加工性能。另一方面，若數量平均分子量在10萬以下，則剪切安定性優異、本加工液的性質亦不易變化。

[0032]此種二醇類可列舉例如：乙二醇、丙二醇、1,4-丁二醇、己二醇、新戊二醇、二乙二醇、三乙二醇、二丙二醇、三丙二醇、聚乙二醇、聚丙二醇、聚乙二醇與聚丙二醇共聚物、及聚氧乙烯與聚氧丙烯共聚物等的二醇；三乙二醇單丁醚、三乙二醇單甲醚、二乙二醇單丁醚及三丙二醇單甲醚等二醇單烷基醚；聚氧乙烯與聚氧丙烯共聚物的單烷基醚等的水溶性二醇類。

[0033]該等係可單獨使用1種、或組合使用2種以上。上述所例示二醇類中，較佳係丙二醇、二丙二醇、二乙二醇、三乙二醇、聚乙二醇或聚丙二醇、聚乙二醇與聚丙二醇共聚物等。

[0034]依本加工液全量基準計，前述二醇類的摻合量較佳係0.5質量%以上且30質量%以下、更佳係1質量%以上且

20質量%以下。

[0035]若該摻合量達0.5質量%以上，便會提升前述乙炔二醇環氧烷加成物之溶解性，俾不易產生不溶解物，且能提升本加工液的性能。又，即便該摻合量在30質量%以下，此項效果亦能充分發揮，就省資源的觀點亦屬較佳。

[0036]本加工液的pH較佳係4以上且8以下。若本加工液的pH在此範圍內，便可更加抑制發泡性。又，若本加工液的pH在此範圍內，變不易產生氫，就安全性與發泡性的觀點係屬非常優異。

[0037]本加工液在25°C下之黏度較佳係0.8mPa·s以上且15mPa·s以下、更佳係2mPa·s以上且10mPa·s以下、特佳係3mPa·s以上且8mPa·s以下。

[0038]若本加工液的黏度達0.8mPa·s以上，便會提升鋸線附著性並提升潤滑性，且提升切斷精度。又，若該黏度在15mPa·s以下，因為可充分發揮對加工間隙的滲透性，因而鋸線撓曲變小，能更加提升切斷精度。

[0039]若將此種本加工液使用為切斷液，則針對較硬脆性材料(Si、SiC、GaN、藍寶石等)的鑄錠，便可利用複線式線鋸(multi-wire saw)施行高速切斷而獲得高精度晶圓。脆性材料尚可舉例如：水晶、鈦磁石、氧化鋁、二氧化鋯、氮化矽、銨酸、及鉭酸等。本加工液尤其適合於固定磨粒鋸線。

[0040]固定磨粒線鋸的線徑較佳係 $\phi 0.2\text{mm}$ 以下、更佳係 $\phi 0.12\text{mm}$ 以下、特佳係 $\phi 0.1\text{mm}$ 以下、最佳係 $\phi$

0.08mm以下。若縮小該線鋸的線徑，便可提高從加工對象的脆性材料獲得製品時的良率。若使用本加工液，便可提升磨粒的咬入，俾提升切斷效率，因而即便使用線徑較小的線鋸時，仍可抑制撓曲。但，就強度的觀點，該線鋸的線徑較佳係達  $\phi 0.06\text{mm}$ 以上。

[0041]在不致損及發明效果之範圍內，於本加工液中尚可含有諸如：防銹劑、摩擦調整劑、消泡劑、金屬鈍化劑、殺菌劑(防腐劑)、及pH調整劑等公知添加劑。

[0042]防銹劑係可舉例如：烷基苯磺酸酯、二壬基萘磺酸酯、烯基琥珀酸酯、多元醇酯等。以加工液全量基準計，摻合量較佳係0.01質量%以上且5質量%以下程度。

[0043]摩擦調整劑係爲了抑制磨粒磨損而使用。摩擦調整劑係可使用各種界面活性劑。界面活性劑可適當舉例如二醇類等的非離子界面活性劑。以加工液全量基準計，摻合量較佳係0.01質量%以上且5質量%以下程度。

[0044]消泡劑係爲了防止加工液從設置於加工室內之加工液槽發生溢流而使用。消泡劑可舉例如：聚矽氧油、氟化聚矽氧油、氟化烷基醚等。以加工液全量基準計，摻合量較佳係0.001質量%以上且1質量%以下程度。

[0045]金屬鈍化劑係可舉例如：咪唑啉、嘧啶衍生物、噻二唑、苯并三唑等。以加工液全量基準計，摻合量較佳係0.01質量%以上且5質量%以下程度。

[0046]殺菌劑(防腐劑)係爲了防止加工液腐敗而使用。殺菌劑(防腐劑)可舉例如：對羥苯甲酸酯類(paraben

類)、苯甲酸、水楊酸、山梨酸、脫氫醋酸、對甲苯磺酸及該等的鹽類、苯氧基乙醇等。以加工液全量基準計，摻合量較佳係0.01質量%以上且1質量%以下程度。

[0047] pH調整劑係為了能將加工液的pH適當調整在4以上且8以下之範圍內而使用。若pH在該範圍內，除上述之外，尚具有以下優點。若pH達4以上，便可提升防銹性，若pH在8以下，便能更有效地抑制矽腐蝕。

[0048] 此種pH調整劑係可舉例如：醋酸、蘋果酸、檸檬酸等有機酸或其鹽、磷酸等及其鹽。

#### 實施例

[0049] 其次，針對本發明利用實施例及比較例進行更詳細說明，惟本發明並不因該等例子而受任何限定。

#### [實施例 1~6、比較例 1~6]

[0050] 調製表1及表2所示摻合組成的水性加工液(供試液)，並施行以下所示切斷加工與評價。評價結果亦一併記於表1及表2中。

[表 1]

	實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	實施例5	實施例6
供試液組成 (質量%)	乙炔二醇EO加成物(HLB4) <sup>1)</sup>	—	0.03	—	0.01	0.01
	乙炔二醇EO加成物 $\alpha$ (HLB8) <sup>2)</sup>	0.15	0.10	0.15	0.08	0.08
	乙炔二醇EO加成物 $\beta$ (HLB8) <sup>3)</sup>	—	—	—	—	—
	乙炔二醇EO加成物(HLB13) <sup>4)</sup>	—	—	0.10	0.10	0.10
	EO與PO嵌段共聚物 <sup>5)</sup>	—	—	—	—	—
	聚氧化1伸烷基烷基醚(HLB14) <sup>6)</sup>	—	—	—	—	—
	—乙二醇	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
	丙二醇	—	—	—	—	—
	離子交換水	94.85	94.87	94.75	94.81	94.89
	在Ni板上的接觸角(°)	23	14	4	7	7
評價結果	消泡性(表面泡沫消失時間 秒)	3	2	3	3	2
	切取之矽晶圓的精度(SORI)	A	A	A	A	A

[表 2]

	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
供試液組成 (質量%)	乙快二醇EO加成物(HLB4) <sup>1)</sup>	—	0.01	—	—	—
	乙快二醇EO加成物 $\alpha$ (HLB8) <sup>2)</sup>	—	—	—	—	—
	乙快二醇EO加成物 $\beta$ (HLB8) <sup>3)</sup>	—	—	—	—	—
	乙快二醇EO加成物(HLB13) <sup>4)</sup>	—	—	0.10	—	0.10
	EO與PO嵌段共聚物 <sup>5)</sup>	—	—	—	0.20	—
	聚氧化伸烷基烷基醚(HLB14) <sup>6)</sup>	—	—	—	0.20	—
	二乙二醇	—	—	—	—	86.90
	丙二醇	—	—	—	—	—
	離子交換水	100.00	99.99	99.90	99.80	99.80
	在Ni板上的接觸角(°)	74	N/A	31	33	22
評價結果	消泡性(表面泡沫消失時間 秒)	1	N/A	60 <	60 <	60 <
	切取之矽晶圓的精度(SORI)	B	B	B	B	B

- 1)2,4,7,9-四甲基-5-癸炔-4,7-二醇 EO 加成物
- 2)2,4,7,9-四甲基-5-癸炔-4,7-二醇 EO 加成物
- 3)2,5,8,11-四甲基-6-十二炔-5,8-二醇 EO 加成物
- 4)2,4,7,9-四甲基-5-癸炔-4,7-二醇 EO 加成物
- 5)三洋化成工業製 Nieuport PE64
- 6)三洋化成工業製 NAROACTY CL-120

(加工方法)

[0051]一邊對固定磨粒線鋸流動供應供試液，一邊切斷矽鑄錠而獲得矽晶圓。具體條件係如下述。

切斷機：WSD-K2(TAKATORI 製)

鋸線：電沉積鑽石鋸線( $\phi 0.10\text{mm}$  粒度  $8-16\mu\text{m}$ )

工件(鑄錠)：多晶矽  $\square 125\text{mm}$

張力：18N

線速：700m/min

新線供應量：0.2m/min

鋸線定速時間：10s

鋸線加減速時間：3s

(評價方法)

[0052](1)接觸角

接觸角計：協和界面科學製 DM500

板：純 Ni

供試液滴下量： $1\mu\text{L}$

測定方法：將供試液滴落於板表面後，測定經 14.6 秒後的接觸角。

[0053](2)消泡性

在容積 100mL 量筒中裝入供試液 100mL，激烈上下搖晃 5 秒鐘後，測定液面上產生之泡沫直到消失為止的時間(秒)。

[0054](3)切斷精度(SORI)

測定利用上述切斷加工所獲得之晶圓的翹曲量(SORI)，並當作切斷精度的指標。此處所謂「翹曲量(SORI)」係指依照日本水晶設備工業會所制定之技術標準 QIAJ-B-007(2000 年 2 月 10 日制定)中規定的方法所測定之參數，表示呈未夾緊狀態之晶圓的波狀起伏，係以相接於晶圓背面的平面作為基準平面，並以自該平面偏離的最大值來表示。本實施例係使用黑田精工製 NANOMETRO 440F 進行測定，並依以下基準進行評價。

A：低於 50 $\mu\text{m}$

B：50 $\mu\text{m}$  以上

(評價結果)

[0055] 實施例1~6的供試液，在切取出之矽晶圓的精度(SORI)上均優異。另一方面，比較例1~6的供試液由於均未摻合本發明必要的2成分，因而矽晶圓的精度(SORI)非常差。另外，比較例2因為EO加成物未溶解，因而無法測定。

### 【符號說明】

[0056]

無

## 發明摘要

※ 申請案號：103107654

※ 申請日：103/03/06

※ I P C 分類：*C10M 173/02 (2006.01)*

### 【發明名稱】(中文/英文)

水性加工液

### 【中文】

本發明的水性加工液，係當利用線鋸施行脆性材料切斷時所使用的水性加工液，其特徵在於該水性加工液係於水中摻合乙炔二醇環氧化加成物與二醇類而成。根據本發明的水性加工液，當使用鋸線來切斷脆性材料時，可獲得良好切斷精度，因而在切取口徑大的晶圓時可適用。本發明的水性加工液特別適用於固定磨粒方式的線鋸。

### 【英文】

**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】：**第（　　）圖。(無)

**【本代表圖之符號簡單說明】：**

(無)

**【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：**

## 申請專利範圍

1. 一種水性加工液，係利用線鋸施行脆性材料切斷時所使用的水性加工液，其特徵在於：

該水性加工液係於水中摻合乙炔二醇環氧烷加成物與二醇類而成，且以該加工液全量基準計，前述水之摻合量為 50 質量% 以上；

前述線鋸為固定磨粒線鋸；

前述乙炔二醇環氧烷加成物之 HLB 在 2 以上且 18 以下，且以該加工液全量基準計，前述乙炔二醇環氧烷加成物之摻合量為 0.005 質量% 以上且 10 質量% 以下；

前述二醇類之數量平均分子量在 60 以上且 10 萬 以下，且以該加工液全量基準計，前述二醇類之摻合量為 30 質量% 以下；

並且，該加工液的 pH 為 4 以上且 8 以下。

2. 如請求項 1 之水性加工液，其中前述乙炔二醇環氧烷加成物含有 HLB 差在 1 以上的 2 種前述加成物。
3. 如請求項 1 之水性加工液，其以該加工液全量基準計，前述二醇類的摻合量係 0.5 質量% 以上且 30 質量% 以下。
4. 如請求項 1 至 3 中任一項之水性加工液，其中該加工液的黏度係 0.8 mPa · s 以上且 15 mPa · s 以下。
5. 如請求項 1 至 3 中任一項之水性加工液，其中前述脆性材料係矽、碳化矽、氮化鎗及藍寶石的鑄錠。