



(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 I521057 B

(45) 公告日：中華民國 105 (2016) 年 02 月 11 日

(21) 申請案號：101105989

(22) 申請日：中華民國 101 (2012) 年 02 月 23 日

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

H01L21/304 (2006.01)

(30) 優先權：2011/02/23 日本

2011-037634

(71) 申請人：油脂纖維化學工業股份有限公司 (日本) YUSHIRO CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.  
(JP)

日本

(72) 發明人：浜元伸二 HAMAMOTO, SHINJI (JP) ; 大橋康正 OHASHI, YASUMASA (JP) ; 沼田康德 NUMATA, YASUNORI (JP) ; 石塚大倫 ISHIZUKA, HIROMICHI (JP) ; 高橋宏明 TAKAHASHI, HIROAKI (JP)

(74) 代理人：賴經臣；宿希成

(56) 參考文獻：

WO 2011/007590A1

審查人員：林峯州

申請專利範圍項數：9 項 圖式數：0 共 28 頁

(54) 名稱

固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液

WATER-SOLUBLE WORKING FLUID FOR FIXED ABRASIVE GRAIN WIRE SAW

(57) 摘要

本發明提供一種固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液，其可抑制切割碎屑混入時之黏度之上升、及由混入之切割碎屑所導致的設備之配管堵塞或牢固之固著之產生。本發明之固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液含有(C)羧酸、(D)溶解於水中而顯示鹼性之化合物、(E)水，且於 25°C 下之導電率為 300  $\mu\text{S}/\text{cm}$  以上且 3000  $\mu\text{S}/\text{cm}$  以下，於 25°C 下之 pH 為 5 以上且 10 以下，添加平均粒徑為 1.5  $\mu\text{m}$  之矽粉 10 質量%並攪拌而形成之準使用液之黏度於 25°C 下未滿 30  $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。

The present invention provides a water-soluble working fluid for a fixed abrasive grain wire saw which can prevent increase in its viscosity at a time when cut debris is mixed in and which can prevent clogging of an equipment pipe and occurrence of hard deposits caused by the debris mixed in.

The water-soluble working fluid for a fixed abrasive grain wire saw contains (C) a carboxylic acid; (D) a compound showing basicity on dissolution in water; and (E) water, wherein its electrical conductivity at a temperature of 25°C is 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$  or more and 3000 $\mu\text{S}/\text{cm}$  or less; its pH at a temperature of 25°C is 5 or more and 10 or less; and a viscosity of a pseudo-fluid is less than 30  $\text{mPa} \cdot \text{s}$  at a temperature of 25°C, the pseudo-fluid formed by adding to the water-soluble working fluid, 10% by mass of silicon powder having an average particle diameter of 1.5 $\mu\text{m}$  and stirring them.

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：101105989

※申請日：101/02/23

※IPC 分類： $C10M173/02$  (2006.01)  
 $H01C21/304$  (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液

WATER-SOLUBLE WORKING FLUID FOR FIXED  
ABRASIVE GRAIN WIRE SAW

二、中文發明摘要：

本發明提供一種固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液，其可抑制切割碎屑混入時之黏度之上升、及由混入之切割碎屑所導致的設備之配管堵塞或牢固之固著之產生。本發明之固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液含有(C)羧酸、(D)溶解於水中而顯示鹼性之化合物、(E)水，且於 25°C 下之導電率為 300  $\mu$ S/cm 以上且 3000  $\mu$ S/cm 以下，於 25°C 下之 pH 為 5 以上且 10 以下，添加平均粒徑為 1.5  $\mu$ m 之矽粉 10 質量%並攪拌而形成之準使用液之黏度於 25°C 下未滿 30 mPa·s。

### 三、英文發明摘要：

The present invention provides a water-soluble working fluid for a fixed abrasive grain wire saw which can prevent increase in its viscosity at a time when cut debris is mixed in and which can prevent clogging of an equipment pipe and occurrence of hard deposits caused by the debris mixed in.

The water-soluble working fluid for a fixed abrasive grain wire saw contains (C) a carboxylic acid ; (D) a compound showing basicity on dissolution in water ; and (E) water, wherein its electrical conductivity at a temperature of 25°C is 300 $\mu$ S/cm or more and 3000 $\mu$ S/cm or less ; its pH at a temperature of 25°C is 5 or more and 10 or less ; and a viscosity of a pseudo-fluid is less than 30 mPa · s at a temperature of 25°C , the pseudo-fluid formed by adding to the water-soluble working fluid, 10% by mass of silicon powder having an average particle diameter of 1.5 $\mu$ m and stirring them.

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：無

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無

## 六、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液。

### 【先前技術】

近年來，為了謀求半導體元件之製造成本之降低，矽晶圓之大口徑化正在快速發展，矽晶圓之切割加工技術之提高變得重要。作為該切割加工技術，例如存在利用切割損失較少且加工效率較佳之細線工具(細線切割器)之切割方式。於利用細線切割器之切割方式中存在游離研磨粒方式及固定研磨粒方式，對於游離研磨粒方式提出有如下問題：(1)由於使用使研磨粒分散於油劑中而成之漿料作為加工液，故切割加工或周邊環境之污染嚴重；(2)含有大量切割時所產生之切割碎屑的漿料必需廢棄；(3)游離研磨粒與切割碎屑難以分離；(4)對於細線移動速度有限制，於加工效率提昇方面存在極限等。為了解決上述問題，研究有利用電沉積或樹脂黏合劑等將研磨粒固定於鋼琴線等細線表面而成之固定研磨粒型細線切割器。例如，於專利文獻 1 中，提出有以樹脂黏合劑固定  $30\sim 60\ \mu\text{m}$  之研磨粒之固定研磨粒細線切割器。藉由以  $1000\sim 2500\ \text{m/min}$  之線速使該固定研磨粒細線切割器移動並切割脆性材料，可進行高效率之切割加工。

另一方面，於使用固定研磨粒細線切割器對脆性材料進行

切割加工時，以潤滑、冷卻、切割碎屑之分散等為目的而同時使用加工液。作為該加工液，較佳為使用水溶性者。幾乎不含水之非水性加工液存在如下問題：非水性之揮發成分(溶劑成分)使作業環境惡化，加工液成為易燃性液體，加工後之洗淨步驟或廢液處理等於使用水溶性加工液之情形時變得更複雜。

又，於被加工物為矽之情形時存在下述問題。即，矽之反應性較高，於切割加工中與加工液中之水分或鹼進行反應而生成氫氣，有易燃之虞。因此，較佳為抑制與矽之反應性之加工液。就上述觀點而言，提出有如專利文獻 2 中所示之加工液。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

[專利文獻 1]日本專利特開 2001-054850 公報

[專利文獻 2]日本專利特開 2003-082334 公報

**【發明內容】**

(發明所欲解決之問題)

作為使用使矽、藍寶石、玻璃、陶瓷纖維、鈹等脆性材料固定研磨粒化而成之細線進行切割加工時所使用之加工液，廣泛使用如專利文獻 2 中所揭示之加工液般以二醇類與水為主成分者。然而，如上所述之習知之加工液有時無法充分地進行穩定之切割加工。尤其是，已知由於切割碎屑混入

加工液中而產生各種問題。若使用加工液進行砂等被加工物之切割加工，則該被加工物之切割碎屑混入加工液中。此時，根據情形有時加工液之黏度變高而達到對加工性能造成影響之程度。又，亦有時由於切割碎屑混入加工液中而導致如下不良情形：該切割碎屑阻塞設備之配管，於主導輥(main roller)之懸掛細線之凹槽中產生牢固之固著(以下，有時記作「硬質結塊」(hard cake))而導致細線之跳線(stitch skipping)(細線自凹槽偏離)等。

因此，本發明之課題在於提供一種固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液，其可抑制切割碎屑混入時之黏度之上升、及由混入之切割碎屑所導致的設備之配管阻塞或硬質結塊之產生。

(解決問題之手段)

為了解決以上問題，本發明者等人進行努力研究而發現以下事項。

(1)於被加工物之切割碎屑混入加工液時，該切割碎屑為微粉( $1\mu\text{m}$  左右)，或具有活性之新生面之切割碎屑彼此作用而包含周圍之加工液並且凝集，切割碎屑如增黏劑般發揮功能，藉此加工液之黏度明顯上升。

(2)若被加工物之切割碎屑混入加工液中，則該切割碎屑之比重大於構成加工液之組成物之比重，故比重較大之切割碎屑沉澱。此時，若切割碎屑於分散之狀態下均勻沉澱，則

沉澱之切割碎屑牢固且緊密地固化，設備之配管阻塞或產生硬質結塊。

(3)藉由適當調整加工液之導電率，可控制混入加工液之切割碎屑之分散行為而解決上述(1)及(2)之問題。

本發明係基於上述見解而成者，具有以下之構成。即：

本發明之第 1 態樣係一種固定研磨粒細線切割器水溶性加工液，其含有(C)羧酸、(D)溶解於水中而顯示鹼性之化合物、(E)水，且於 25°C 下之導電率為 300  $\mu$  S/cm 以上且 3000  $\mu$  S/cm 以下，25°C 下之 pH 為 5 以上且 10 以下，添加平均粒徑為 1.5  $\mu$  m 之矽粉 10 質量%並攪拌而形成之準使用液之黏度於 25°C 下未滿 30 mPa·s。

於本發明中，所謂「黏度」，意指利用布氏黏度計所測定之黏度。又，所謂「平均粒徑」，意指使用堀場製作所股份有限公司製造之雷射繞射/散射式粒度分佈測定裝置「LA910」所計測者。

本發明之第 1 態樣之加工液較佳為進而含有(A)自包含醇、環氧乙烷與環氧丙烷之共聚合體，及聚氧伸烷基二醇類中選擇之至少一種以上之非離子系界面活性劑。

又，本發明之第 1 態樣之加工液較佳為進而含有(B)二醇類。

本發明之第 2 態樣係一種固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液，其含有：(A)自醇、環氧乙烷與環氧丙烷之共聚



合體，及聚氧伸烷基二醇類中選擇之至少 1 種以上之非離子系界面活性劑 0.1 質量%以上且 8 質量%以下；(B)二醇類 0.1 質量%以上且 80 質量%以下；(C)羧酸 0.01 質量%以上且 5 質量%以下；(D)溶解於水中而顯示鹼性化合物 0.01 質量%以上且 7 質量%以下；及(E)水；且於 25°C 下之導電率為 300  $\mu$  S/cm 以上且 3000  $\mu$  S/cm 以下，25°C 下之 pH 為 5 以上且 10 以下，添加平均粒徑為 1.5  $\mu$  m 之矽粉 10 質量%並攪拌而形成之準使用液之黏度於 25°C 下未滿 30 mPa·s。

本發明之第 1 及第 2 態樣之加工液較佳為於 25°C 下之表面張力為 20 mN/m 以上且 50 mN/m 以下。

又，本發明之第 1 及第 2 態樣之加工液較佳為進而含有水溶性高分子及/或消泡劑。

又，本發明之第 1 及第 2 態樣之加工液較佳為將整體之質量設為 100 質量%而含有(E)水 1.0 質量%以上且 99.7 質量%以下。

(發明效果)

根據本發明，可提供一種能夠抑制切割碎屑混入時之黏度之上升、及由混入之切割碎屑所導致的設備之配管阻塞或硬質結塊之產生的固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液。

【實施方式】

<本發明之加工液之性狀>

(導電率)

本發明之固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液於 25°C 下之導電率為 300  $\mu$ S/cm 以上且 3000  $\mu$ S/cm 以下。導電率之上限較佳為 2000  $\mu$ S/cm 以下，更佳為 1000  $\mu$ S/cm 以下。

所謂導電率，係表示電之傳導容易程度之指標，定義為電阻之倒數。加工液中所含之離子性物質之濃度越高，加工液之導電率越高，越容易通電。又，加工液中所含之離子性物質之濃度越高，具有電荷之微粒子(切割碎屑)越容易於加工液中凝集。即，加工液之導電率越高，混入該加工液之切割碎屑之視粒徑越大，切割碎屑越容易沉澱。又，可認為由於此時切割碎屑係於立體且膨脹之狀態下沉澱，故有難以產生硬質結塊之傾向。進而，藉由使切割碎屑凝聚並沉澱，可加快切割碎屑之沉澱速度，利用離心分離等而使切割碎屑容易自加工液中分離。

然而，於導電率過高之情形時，切割碎屑難以於加工液中分散，故而加工液之黏度容易上升。

另一方面，於導電率較低之情形時(純水等為其代表例)，具有電荷之微粒子(切割碎屑)因各電荷之斥力而分散，即便切割碎屑混入，加工液之黏度亦難以上升。

然而，若加工液之導電率過低而使切割碎屑於加工液中過度分散，則切割碎屑於分散之狀態下均勻沉澱，並牢固且緊密地固化。容易產生如下不良情況：由於如上所述般切割碎

屑沉澱並牢固且緊密地固化而導致設備之配管阻塞；或者由於在主導輓之細線凹槽中產生硬質結塊而導致細線之跳線(細線偏離凹槽)等。又，若切割碎屑於加工液中過度分散，則切割碎屑之沉澱之速度變慢。因此，於以廢液處理或加工液之再利用為目的而將加工液中之切割碎屑去除時，難以藉由離心分離等去除加工液中之切割碎屑。

根據本發明之加工液，藉由將 25°C 下之導電率設為上述範圍，可使切割碎屑於加工液中適度地分散、凝集、沉澱。其結果，可抑制加工液之黏度之上升、或者抑制設備之配管堵塞或硬質結塊之產生等。

本發明之加工液之導電率可根據溶解於水中且離子化之物質於加工液中之添加量而進行調整。例如，可藉由調整下述(C)成分(羧酸)或(D)成分(溶解於水中而顯示鹼性之化合物)於加工液中之添加量而適當調整加工液之導電率。再者，本發明之加工液亦可以水稀釋而使用，於此情形時，稀釋後之加工液之導電率亦較佳為上述範圍。

#### (黏度)

本發明之加工液之黏度較佳為於 25°C 下為 1 mPa·s 以上且 25 mPa·S 以下，上限更佳為 20 mPa·s 以下。若加工液之黏度變得過高，則通常加工液中之水分量較少，吸收伴隨於使用固定研磨粒細線之加工而產生之熱的能力(以下，有時記作「冷卻性」)較弱。因此，有產生加工精度降低或對

工具之負荷增加等問題之虞。又，使既定之矽粉分散於本發明之加工液中而成之液體(準使用液)之黏度較佳為於 25°C 下為 1 mPa·s 以上且未滿 30 mPa·s，更佳為 1 mPa·s 以上且 20 mPa·s 以下，進而較佳為 1 mPa·s 以上且 15 mPa·s 以下。該準使用液之黏度係於本發明之加工液中添加矽粉(平均粒徑為 1.5  $\mu$ m)10 質量%，於攪拌混合後放入不鏽鋼鋼球(直徑為 2 mm)，以 1000 rpm 攪拌 10 小時，將該不鏽鋼鋼球濾除，對所獲得之準使用液進行測定而測得者。若上述加工液本身之黏度較高，則含有矽粉之準使用液之黏度必然變高。再者，加工液及準使用液之黏度可利用布氏黏度計進行測定。

本發明之加工液之黏度例如可根據下述(A)成分(非離子系界面活性劑)、(B)成分(二醇類)、(C)成分(羧酸)、(D)成分(溶解於水中而顯示鹼性之化合物)、(E)成分(水)之調配量而適當調整。又，亦可根據其他添加劑(例如，黏度調整劑)之調配而進行調整。再者，本發明之加工液亦可以水稀釋而使用，於該情形時，稀釋後之加工液之黏度亦較佳為上述範圍。

(pH)

本發明之加工液之 pH 於 25°C 下為 5 以上且 10 以下。於加工液之 pH 未滿 5 之情形時，加工液對金屬之腐蝕性提高，有腐蝕加工液所接觸之設備或安裝於細線切割器上之金屬構件之虞。對金屬之腐蝕性取決於加工液中所含之水之量

等，但藉由將加工液之 pH 設為於 25°C 下為 5 以上而容易抑制上述腐蝕。就上述觀點而言，本發明之加工液之 pH 更佳為於 25°C 下為 6 以上，進而較佳為 7 以上。相反於加工液之 pH 超過 10 之情形時，加工液與混入加工液之切割碎屑(矽)之反應性提高，有加工液與切割碎屑進行反應而產生氫氣之虞，或加工時之加工液之黏度明顯上升之虞。藉由將加工液之 pH 設為於 25°C 下為 10 以下而容易抑制加工時之氫氣之產生、或加工時之加工液之黏度上升。

本發明之加工液之 pH 例如可根據下述(B)成分(二醇類)、或(C)成分(羧酸)及(D)成分(溶解於水中而顯示鹼性之化合物)之含量而適當調整。又，亦可根據其他添加劑(例如，pH 調整劑)而調整。再者，本發明之加工液亦可以水稀釋而使用，於該情形時，稀釋後之加工液之 pH 亦較佳為上述範圍。

(表面張力)

本發明者等人發現：習知之加工液對所使用之細線之潤濕性或對被加工物之間隙之滲透性不充分，應到達加工部(被加工物中之與細線接觸之部分)之加工液不足，有時會導致加工性能之降低。於加工液之表面張力過高之情形時，加工液之潤濕性或滲透性變差，有加工液無法到達加工部之虞。於極端之例中，加工部於乾燥之狀態下進行切割加工。因此，有加工部之發熱變得明顯且對工具施加過度之負荷而使細線斷線，或加工精度降低而使被加工物之表面粗糙度變差

之虞。就上述觀點而言，本發明之加工液之表面張力較佳為於 25°C 下為 50 mN/m 以下，更佳為 45 mN/m 以下，進而較佳為 40 mN/m 以下。藉由將加工液之表面張力設為上述範圍，可提高對被加工物(矽等)或細線(鎳或樹脂等)之潤濕性、或對加工部之滲透性。

另一方面，於表面張力較低之情形時，加工液之起泡變強。因此，存在於切割加工時氣泡被咬入加工液中而使冷卻性變弱之問題。又，由於自加工液中產生氣泡，故而亦有該氣泡自為積存加工液而設置之槽中溢出等問題。就上述觀點而言，本發明之加工液之表面張力較佳為於 25°C 下為 20 mN/m 以上，更佳為 30 mN/m 以上。

本發明之加工液之表面張力例如可藉由調整下述(A)成分或消泡劑之調配量而適當調整。再者，本發明之加工液亦可以水稀釋而使用，於該情形時，稀釋後之加工液之表面張力亦較佳為上述範圍。

<本發明之加工液所含有之成分>

於本發明之加工液中例如可含有以下所說明之成分。

((A)成分)

於本發明之加工液中，作為(A)成分，可含有自醇、環氧乙烷與環氧丙烷之共聚合體，及聚氧伸烷基二醇類中選擇之至少一種以上之非離子系界面活性劑。藉由使加工液中含有(A)成分，可降低該加工液之表面張力而提昇加工液之潤濕

性或滲透性。

可用作上述醇者並無特別限制，例如可使用碳數為 8 以上且 12 以下之醇。

作為上述聚氧伸烷基二醇類之具體例，可列舉：聚乙二醇、聚丙二醇、聚氧乙烯與聚氧丙烯之共聚合體等。本發明中所使用之聚氧伸烷基二醇類之質量平均分子量(使用凝膠滲透之標準聚苯乙烯換算)較佳為 10000 以下，更佳為 5000 以下，進而較佳為 3500 以下。

本發明之加工液可根據切割加工之作業環境，適當地以水稀釋而製作。即，可製作包含本發明之加工液所含之成分中除水以外之成分的濃縮組合物，於作業現場等以水稀釋該濃縮組合物而製作本發明之加工液。又，亦可製作高濃度之本發明之加工液(使水略少而製作本發明之加工液)，根據切割加工之作業環境而直接使用，或進一步以水稀釋而使用。於將本發明之加工液實際用於切割加工時，以本發明之加工液整體之質量為基準(100 質量%)，(A)成分之含量之下限較佳為 0.1 質量%以上，更佳為 0.2 質量%以上，進而較佳為 0.5 質量%以上，且上限較佳為 0.8 質量%以下，更佳為 0.7 質量%以下，進而較佳為 0.6 質量%以下。其中，於以如上所述之方式製作高濃度之本發明的加工液之情形時，以本發明之加工液整體之質量為基準(100 質量%)，(A)成分之含量之上限較佳為 8 質量%以下，更佳為 7 質量%以下，進而較佳

為 6 質量%以下。

((B)成分)

又，本發明之加工液可含有二醇類作為(B)成分。藉由使本發明之加工液中含有既定量之(B)成分，可使除(B)成分以外之成分穩定地溶解於本發明之加工液中，或可抑制本發明之加工液之乾燥。

作為用作(B)成分之二醇類之具體例，可列舉：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、乙二醇與丙二醇之共聚合體、及環氧乙烷與環氧丙烷之共聚合體等二醇，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，環氧乙烷與環氧丙烷之共聚合體之單烷基醚等水溶性二醇類。於上述例示之二醇類中，較佳為使用丙二醇、二丙二醇、二乙二醇、三乙二醇、聚乙二醇或聚丙二醇，特佳為使用二丙二醇、或二乙二醇。該等可單獨使用 1 種或組合 2 種以上使用。又，亦可使用包含上述 2 種以上之成分之共聚合體。上述二醇類之質量平均分子量(使用凝膠滲透之標準聚苯乙烯換算)較佳為 100 以上且 700 以下，更佳為 100 以上且 200 以下。

於將本發明之加工液實際用於切割加工時，以本發明之加工液整體之質量為基準(100 質量%)，(B)成分之含量之下限較佳為 0.1 質量%以上，更佳為 0.5 質量%以上，進而較佳



為 2 質量%以上，且上限較佳為 8 質量%以下，更佳為 7 質量%以下。再者，於以如上所述之方式製作高濃度之本發明的加工液之情形時，以本發明之加工液整體之質量為基準(100%質量)，(B)成分之含量之上限較佳為 80 質量%以下，更佳為 70 質量%以下。藉由將(B)成分之含量設為上述範圍，可使除(B)成分以外之成分穩定地溶解於本發明之加工液中，或可抑制本發明之加工液之乾燥。

### ((C)成分)

又，本發明之加工液可含有羧酸作為(C)成分。藉由使本發明之加工液中含有既定量之(C)成分，可利用與下述(D)成分之組合而發揮如下效果：可調整本發明之加工液之 pH 或導電率，可緩衝切割加工時之本發明之加工液的 pH 之變動，可緩和本發明之加工液對金屬之腐蝕，可使其他成分穩定地溶解於本發明之加工液中。

作為用作(C)成分之羧酸之具體例，可列舉：檸檬酸、琥珀酸、乳酸、蘋果酸、己二酸、草酸、十二烷二酸、乙酸等。其中，較佳為使用檸檬酸、琥珀酸，更佳為使用檸檬酸。該等可單獨使用 1 種或組合 2 種以上使用。

於將本發明之加工液實際用於切割加工時，以本發明之加工液整體之質量為基準(100 質量%)，(C)成分之含量之下限較佳為 0.01 質量%以上，更佳為 0.1 質量%以上。上限較佳為 0.5 質量%以下，更佳為 0.3 質量%以下，進而較佳為 0.2

質量%以下。再者，於以如上所述之方式製作高濃度之本發明的加工液之情形時，以本發明之加工液整體之質量為基準(100 質量%)，(C)成分之含量之上限較佳為 5 質量%以下，更佳為 3 質量%以下，進而較佳為 2 質量%以下。藉由將(C)成分之含量設為上述範圍，可發揮因含有上述(C)成分而產生之效果。若(C)成分之含量過少，則有無法充分獲得該效果之虞，若(C)成分之含量過多，則用於中和(C)成分之(D)成分之使用量增加，導致意料之外的導電率之上升，且容易腐蝕金屬。

#### (D)溶解於水中而顯示鹼性之化合物

又，本發明之加工液含有溶解於水中而顯示鹼性之化合物(以下，有時記作「鹼性化合物」)作為(D)成分。藉由使本發明之加工液中含有既定量之(D)成分，可利用與上述(C)成分組合而發揮如下效果：可調整本發明之加工液之 pH 或導電率，可於切割加工時緩衝本發明之加工液之 pH 之變動，可緩和本發明之加工液對金屬之腐蝕，可使其他成分穩定地溶解於本發明之加工液中等。

作為用作(D)成分之鹼性化合物之具體例，可列舉：氫氧化鈉、氫氧化鉀、碳酸鈉、碳酸鉀、碳酸氫鈉、碳酸氫鉀等含有鹼金屬元素之化合物，或三乙醇胺、三異丙醇胺、乙二胺、N-(2-胺基乙基)-2-胺乙醇、N-(β-胺基乙基)乙醇胺等。該等可單獨使用 1 種或組合 2 種以上使用。

於將本發明之加工液實際用於切割加工時，以本發明之加工液整體之質量為基準(100 質量%)，(D)成分之含量之下限較佳為 0.01 質量%以上，更佳為 0.1 質量%以上，且上限較佳為 0.7 質量%以下，更佳為 0.6 質量%以下，進而較佳為 0.5 質量%以下。再者，於以如上所述之方式製作高濃度之本發明的加工液之情形時，以本發明之加工液整體之質量為基準(100 質量%)(D)成分之含量之上限較佳為 7 質量%以下，更佳為 6 質量%以下，進而較佳為 5 質量%以下。藉由將(D)成分之含量設為上述範圍，可發揮因含有上述(D)成分而產生之效果。又，若(D)成分之含量過多，則中和所必需之(C)成分之量增加，導致本發明之意料之外的導電率之上升，且使切割碎屑之分散惡化。

又，本發明之加工液亦可含有由(C)成分及(D)成分所形成之鹽代替上述(C)成分及(D)成分。該鹽之含量較佳為以(C)成分及(D)成分換算，以成為上述之含量之方式而含有。作為該鹽之具體例，可列舉羧酸之鹼金屬鹽或羧酸之胺鹽等。

((E)成分)

又，本發明之加工液含有水作為(E)成分。作為該水，為蒸餾水、自來水等，其種類無特別限定。但是，於使用導電率較高之水例如高硬度之水之情形時，較佳為調整含有之離子之量而使用。例如，自來水因地區、國家不同而含有之離子濃度(硬度)不同。

與習知之游離研磨粒方式相比較，使用固定研磨粒化之細線之切割加工係伴隨於切割加工而產生之發熱量較多。因此，對細線或被加工物之負荷變大。又，可知被加工物隨著發熱而膨脹，藉此會對加工精度造成不良影響。進而，可知於細線上固定化之鑽石研磨粒容易磨耗，對工具壽命亦造成不良影響。因此，對於加工中之加工液要求冷卻性。為提昇冷卻性，必需增加加工液中之水分量。然而，於以矽作為被加工物之情形時，有時加工液中之水與切割碎屑進行反應而生成氫氣。因此，於習知之水性加工液中，難以增加水分量，故而關於冷卻性之問題尚未根本性解決。若混入加工液之切割碎屑與加工液中之水進行反應而生成氫氣，則有時導致如下不良情況：由於在利用泵供給加工液時咬入氣泡，故加工液之供給流量變得不穩定；或由於氣泡之咬入使液比重降低，故於以液比重控制加工液之細線切割器中檢測出異常而使加工停止。又，亦存在所產生之氫氣因靜電等而爆炸之危險性。

根據本發明之加工液，藉由調配上述各成分且將 pH 設為上述既定之值，可抑制加工液與切割碎屑之反應，故可增加水分量而提昇冷卻性。即，根據本發明之加工液，可同時實現氫氣產生之抑制與冷卻性之提昇。

又，於增加加工液中之水分量之情形時，有容易腐蝕加工液所接觸之設備或細線之金屬構件之虞。然而，根據本發明

之加工液，藉由以既定量含有(B)成分或(C)成分、或使 pH 為上述既定之範圍內之值，可抑制腐蝕，可增加水分量而提昇冷卻性。即，根據本發明之加工液，可同時實現腐蝕之抑制與冷卻性之提昇。

以本發明之加工液整體之質量為基準(100 質量%)，水之含量之下限較佳為 10 質量%以上，更佳為 25 質量%以上，進而較佳為 50 質量%以上。藉由將水之含量設為 10 質量%以上，容易確保加工液之冷卻性，容易謀求加工精度之降低之防止或對工具之負荷之減輕。另一方面，上限較佳為 99.7 質量%以下。於水分量為 100%(純水)時，就潤濕性或滲透性之觀點而言不適合作為加工液，可認為即便以微量含有本發明中所規定之其他成分，亦有效果。又，加工液中所含之水分越多，加工液之冷卻性越好。

#### (水溶性高分子)

本發明之加工液可含有水溶性高分子。藉由如上所述將導電率設為既定之值，本發明之加工液可控制加工液中之切割碎屑之分散性。藉由使本發明之加工液中含有水溶性高分子，更容易控制混入加工液之切割碎屑之分散性。

作為可用於本發明中之水溶性高分子，可無特別限定地使用習知之加工液中所使用者。例如，可使用聚乙烯吡咯啉酮、或含有源自乙烯吡咯啉酮之結構單位之共聚合體等。水溶性高分子之含量可於如下範圍內適當選擇：可發揮因含有

水溶性高分子而產生之上述效果且不妨礙其他成分所產生之效果，或不對加工液造成不良影響之範圍。

#### (消泡劑)

本發明之加工液可含有消泡劑。藉由使本發明之加工液中含有消泡劑，可減少加工液中所產生之氣泡。

作為消泡劑，可無特別限定地使用公知者。其中，較佳為可於加工液中穩定地分散者。

於將本發明之加工液實際用於切割加工時，以本發明之加工液整體之質量為基準(100 質量%)，消泡劑之含量之下限較佳為 0.01 質量%以上，更佳為 0.02 質量%以上，進而較佳為 0.03 質量%以上，且上限較佳為 0.06 質量%以下，更佳為 0.05 質量%以下，進而較佳為 0.04 質量%以下。再者，於以如上所述之方式製作高濃度之本發明的加工液之情形時，以本發明之加工液整體之質量為基準(100 質量%)，消泡劑之含量之上限較佳為 0.6 質量%以下，更佳為 0.5 質量%以下，進而較佳為 0.4 質量%以下。藉由將消泡劑之含量設為上述範圍，可發揮因含有上述消泡劑而產生之效果。又，若消泡劑之含量過多，則有加工液分離等而使加工液之穩定性降低之虞。

#### (其他成分)

本發明之加工液亦可含有除上述成分以外之成分。可於不影響加工性能之範圍內，添加不對被加工物造成腐蝕、變色

等不良影響，且不影響混合後之系統之穩定性之各種添加劑。作為如上所述之添加劑，例如可列舉：黏度調整劑、pH調整劑、抗氧化劑等。作為黏度調整劑、pH調整劑及抗氧化劑，可無特別限定地使用公知者。其中，較佳為可溶於水者。

#### [實施例]

##### <加工液之製作>

以成為表 1 及表 2 所示之組成之方式製作本發明之固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液(實施例 1~4)及除本發明以外之固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液(比較例 1~13)。表 1 及表 2 所示之各成分之調配量係以質量%表示。再者，比較例 9 係含有 Yushiro 化學工業製造之合成(Synthetic)油劑 10 質量%及水 90 質量%之加工液。又，表 1 及表 2 中之「C10 醇：EOPO」意指碳數為 10 之醇與環氧乙烷及環氧丙烷之共聚合體。

##### <評價>

對於所製作之加工液，針對表 1 及表 2 所示之項目進行評價。「外觀」表示以目視觀察加工液之外觀之結果。「pH」表示測定加工液於 25°C 下之 pH 之結果。「濁點」表示測定加工液之濁點之結果。「加工液黏度」表示利用布氏黏度計測定之加工液於 25°C 下之黏度。「表面張力」表示使用合社股份有限公司製造之數位張力計 RTM-101 型，利用白金環法(Du Nouy ring method)測定加工液於 25°C 下之靜態表面

張力之結果。「導電率」表示使用堀場製作所股份有限公司製造之導電率計 ES-51 測定加工液於 25°C 下之導電率的結果。「準使用液黏度」表示以下述順序進行之測定之結果。首先，於各加工液中添加矽粉(平均粒徑為 1.5  $\mu\text{m}$ )10 質量%，於攪拌混合後，放入不鏽鋼鋼球(直徑為 2 mm)，並以 1000 rpm 攪拌 10 小時，製作準使用液。繼而，利用金屬絲網(50 網眼)將不鏽鋼鋼球自該準使用液中濾除後，利用布氏黏度計測定準使用液於 25°C 下之黏度。「氫氣產生量」表示測定將上述準使用液 10 ml 加熱至 50°C 而於 30 分鐘內產生之氫氣量之結果。「硬質結塊」係於將準使用液於玻璃容器內靜置 1 週，並去除上清液後，以藥匙確認殘留於玻璃容器底部的沉澱層之牢固度。將沉澱層牢固、藥匙未達到玻璃容器之底面之情形設為「×」，將達到底面之情形設為「○」。「沉澱性」係於玻璃容器內靜置 1 週，根據上清液之顏色而以目視進行判斷。將上清液因矽粉而懸濁之情形設為「×」，將清澈之情形時設為「○」。「腐蝕性」係以如下方式進行評價：將鑄鐵切割碎屑放入玻璃製之培養皿中，並注入加工液直至切割碎屑完全浸沒；其後，蓋上蓋子靜置 10 分鐘後，於蓋有蓋子之狀態下將培養皿傾斜而使加工液流出；接著，將培養皿放置於水平台之上，於該狀態下靜置 24 小時，觀察評價鏽之生成之有無。於腐蝕性之評價之表示中，「○」表示鏽之生成未滿鑄鐵切割碎屑之 10%。



[表 1]

原料及評價項目	實施例 1	實施例 2	實施例 3	實施例 4	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5
二乙二醇			1		100	20		20	20
二丙二醇	5	20						10	
聚丙二醇(Mw=1000)									10
檸檬酸	0.3	0.4	0.1	0.1					
十二烷二酸		0.1							
氫氧化鉀		0.25							
三乙醇胺			0.3	0.3					
N-(β-胺基乙基)乙醇胺	0.2	0.2							
水	91.78	70.63	98.38	99.38		80	100	70	70
聚氧伸烷基二醇(Mw=3000)	2	8							
C10 醇：EOPO	0.2	0.2	0.2	0.2					
聚乙烯吡咯啉酮(Mw=70000)	0.2	0.2							
矽系消泡劑	0.02	0.02	0.02	0.02					
合計	100	100	100	100	100	100	100	100	100
外觀	微黃色	微黃色	微黃色	微黃色	無色透明	無色透明	無色透明	微白濁	分離
pH	9.3	8.3	9.5	9.5	5.0	3.8	6.8	3.7	
濁點[°C]	36.0	23.0	30.0	30.0	無	無	無	無	
加工液黏度[mPa·s]	2	2	2	2	29	2	1	3	
表面張力[mN/m]	27	27	25	25	47	50	72	48	
導電率[μS/cm]	998	2580	336	336	<0.1	47	145	40	
氫氣產生量[ml]	4	6	6	6	<0.1	25	32	20	
準使用液黏度[mPa·s]	3	11	2	2	35	4	1	6	
硬質結塊	○	○	○	○	○	×	×	×	
沉澱性	○	○	○	○	○	×	×	×	
腐蝕性	○	○	○	○	○	×	○	×	

[表 2]

原料及評價項目	比較例 6	比較例 7	比較例 8	比較例 9	比較例 10	比較例 11	比較例 12	比較例 13	
二乙二醇	20	20	20	合成油劑	20	20			
二丙二醇	10	10	10				20	20	
聚丙二醇(Mw=1000)									
檸檬酸	0.3	0.3	0.33					0.4	0.5
十二烷二酸							0.1	0.1	0.1
氫氧化鉀	0.08	0.22	0.29					0.25	0.5
三乙醇胺						0.22	0.44		
N-(β-胺基乙基)乙醇胺								0.2	
水	69.62	69.48	69.38			79.73	79.46	70.83	78.48
聚氧伸烷基二醇(Mw=3000)								8	
C10 醇 : EOPO							0.2	0.2	
聚乙炔吡咯啉酮(Mw=70000)								0.2	
矽系消泡劑							0.02	0.02	
合計	100	100	100	100	100	100	100	100	
外觀	無色透明	無色透明	無色透明	淡黃色透明	微黃色透明	微黃色透明	微黃色	微黃色	
pH	4.2	6.6	11.0	9.0	8.2	8.1	8.3	8.8	
濁點[°C]	無	無	無	23.0	無	無	23.0	33.0	
加工液黏度[mPa·s]	3	3	3	2	2	2	2	2	
表面張力[mN/m]	48	48	48	34	42	42	27	27	
導電率[μS/cm]	531	1381	1793	2380	153	297	2570	3380	
氫氣產生量[ml]	2	12	50<	7	6	5	7	6	
準使用液黏度[mPa·s]	9	30	100<	36	6	6	63	10	
硬質結塊	○	○	○	○	x	x	○	○	
沉澱性	○	○	○	○	x	x	○	○	
腐蝕性	x	○	○	○	○	○	○	x	

如表 1 所示般，實施例 1~4 係於硬質結塊、沉澱性、及腐蝕性之各評價中獲得良好之結果。又，實施例 1~4 係氫氣生成量較少，且準加工液之黏度較低。另一方面，如表 1 及表 2 中所示般，比較例 1~13 係於硬質結塊、沉澱性、及腐蝕性任一項之評價中結果較差，或準加工液之黏度變高，或氫氣之生成量變多。

以上，針對可認為是目前最具實踐性且較佳之實施形態，對本發明進行了說明，但本發明並不限定於本申請案說明書中所揭示之實施形態，於不違背可自申請專利範圍及說明書整體中領會之發明的主旨或思想之範圍內，可進行適當變更，又，伴隨上述變更之固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液亦應理解為包含於本發明之技術性範圍內者。

(產業上之可利用性)

本發明之固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液可於利用固定研磨粒細線切割器切割矽晶圓時使用。

## 七、申請專利範圍：

1.一種固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液，其含有(C)羧酸、(D)溶解於水中而顯示鹼性之化合物、及(E)水，且於25°C下之導電率為300  $\mu$ S/cm以上且3000  $\mu$ S/cm以下，於25°C下之pH為5以上且10以下，

添加平均粒徑為1.5  $\mu$ m之矽粉10質量%並攪拌而形成之準使用液之黏度於25°C下未滿30 mPa·s，

於25°C下之表面張力為20 mN/m以上且50 mN/m以下。

2.如申請專利範圍第1項之固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液，其中，進而含有(A)自醇、環氧乙烷與環氧丙烷之共聚合體，及聚氧伸烷基二醇類中選擇之至少一種以上之非離子系界面活性劑。

3.如申請專利範圍第1項之固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液，其中，進而含有(B)二醇類。

4.如申請專利範圍第2項之固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液，其中，進而含有(B)二醇類。

5.一種固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液，其包含：

(A)自醇、環氧乙烷與環氧丙烷之共聚合體，及聚氧伸烷基二醇類中選擇之至少1種以上之非離子系界面活性劑0.1質量%以上且8質量%以下；

(B)二醇類0.1質量%以上且80質量%以下；

(C)羧酸0.01質量%以上且5質量%以下；

(D)溶解於水中而顯示鹼性之化合物 0.01 質量%以上且 7 質量%以下；及

(E)水；且

於 25°C 下之導電率為 300  $\mu$  S/cm 以上且 3000  $\mu$  S/cm 以下，  
於 25°C 下之 pH 為 5 以上且 10 以下，

添加平均粒徑為 1.5  $\mu$  m 之矽粉 10 質量%並攪拌而形成之準  
使用液之黏度於 25°C 下未滿 30 mPa·s。

6.如申請專利範圍第 5 項之固定研磨粒細線切割器用水溶性  
加工液，其中，於 25°C 下之表面張力為 20 mN/m 以上且 50  
mN/m 以下。

7.如申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項之固定研磨粒細線切  
割器用水溶性加工液，其中，進而含有水溶性高分子及/或消  
泡劑。

8.如申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項之固定研磨粒細線切  
割器用水溶性加工液，其中，將固定研磨粒細線切割器用水溶  
性加工液整體之質量設為 100 質量%而含有上述(E)水 10 質量  
%以上且 99.7 質量%以下。

9.如申請專利範圍第 7 項之固定研磨粒細線切割器用水溶性  
加工液，其中，將固定研磨粒細線切割器用水溶性加工液整體  
之質量設為 100 質量%而含有上述(E)水 10 質量%以上且 99.7  
質量%以下。