

线切割中碳化硅体积磨损的研究

陆建伟, 张兰月, 朱明露, 李英旭

(常州协鑫光伏科技有限公司, 常州 213031)

摘 要: 根据三体磨损理论建立砂浆在线切割过程中磨粒碳化硅(SiC)体积磨损率的模型,在一定的载荷工艺下,首先结合切割前后碳化硅粒径变化及碎屑粒径分布,指导在线砂浆系统的参数调整,用于去除碎屑进行砂浆回收,结果表明需去除碎屑粒径在 $2.8\ \mu\text{m}$ 以下;其次通过对体积磨损的计算指导新砂添加量,用以回收后砂浆切割能力的恢复以及在线系统循环损耗量的补充,结果显示,添加碳化硅体积磨损量的新砂可有效稳定砂浆切割能力。

关键词: 砂浆; 粒径分布; 多线切割; 体积磨损; 模型

中图分类号: TN305.1

文献标识码: A

0 引 言

随着太阳能产业的发展,晶硅多线切割技术日渐成熟。太阳能级多晶硅片在切割时主要是由钢线携带砂浆进行切割,砂浆是参与切割的主要介质^[1]。砂浆是碳化硅与切削液的混合物,主要作用是将碳化硅(SiC)均匀分散与悬浮,并且在高速运转的钢线携带下碳化硅颗粒与硅晶棒进行摩擦。由于碳化硅颗粒是多面的并且有很多的尖端和锐角,它们在晶硅体表面产生相当大的局部压力,通过滚、磨、削过程完成切割^[2],切割过程中,由于晶硅体与碳化硅的持续磨损会产生大量的碎屑,产生的微粉吸附于较大的SiC颗粒表面,对切割效果产生影响。

砂浆在线切割生产的耗材成本中超过60%,在线回收砂浆系统成为线切割降低成本的一项重要手段^[3]。砂浆回收技术是将线切割后的废砂浆经离心机处理,将小颗粒去除后再进行重复使用^[4],在线系统需要将一定颗粒大小的碎屑去除,回收后的碳化硅颗粒在研磨中粒径变小,棱角变得圆滑,切割能力逐渐降低,因此在线系统对碎屑的去除与处理后砂浆的切割能力恢复与总量补充循环引起了关注与重视。

在线切割过程中的磨损机理研究,文献[5~8]

侧重于对硅晶体表面的硅(Si)移除,很少涉及到碳化硅在切割过程中的磨损程度,而在线循环砂浆中新砂浆的补充量与新砂质量是影响线切割良率的主要因素之一,为了优化在线砂浆系统对砂浆质量参数的调控,本文着重研究砂浆切割前后粒径分布的变化,探讨碳化硅磨粒在切割过程中碳化硅的体积磨损程度,匹配新砂对在线砂浆的补充量,对在线砂浆的再生、砂浆的切割能力恢复,具有一定的指导意义。

1 砂浆切割基本原理

图1为多线切割的微观示意图,在线切割过程中多晶硅被压向线网,在线网的高速往复运动下,砂浆被带入切割区域,钢线和多晶体表面之间充满了砂浆,在钢线载荷作用下,碳化硅锐角嵌入在硅表面,产生半便士型裂纹^[5],随钢线径向运动以滚动形式卸载荷后,残余压力组成的塑性区域导致表面产生平行横向裂缝。当这些裂缝到达表面时,硅材料就被移除,同时磨掉的硅粉和产生的热量被砂浆带走。其中碳化硅的锐角的角度与数量为嵌入深度以及材料去除速率的决定因素之一,在切割过程中,经不断循环使用,碳化硅不可避免的被不断磨损,颗粒变小,棱角出现破碎,磨粒钝化,圆度值增大,从而表现出磨削能力下降。

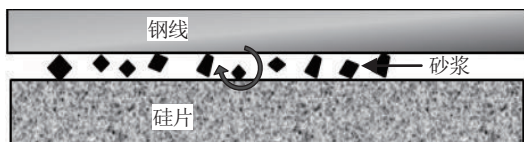


图1 多线切割微观示意图

Fig. 1 Schematic diagram in multi-wire sawing

2 实 验

2.1 实验仪器及药品

实验主要设备为应用材料 HCT-B5 多线切割机;马尔文 Sysmex FPIA-3000 湿法粒度和粒型分析仪;上海奥普勒-759 型紫外分光光度计;Mastersizer 2000 马尔文激光粒度仪。

实验药品为水溶性聚乙二醇(PEG)切削液(奥克化学扬州有限公司);1500#绿色碳化硅(济南丰利达材料有限公司);氯化氢(AR,国药集团化学试剂有限公司);氨水(AR,国药集团化学试剂有限公司);氢氟酸(AR,国药集团化学试剂有限公司);氯化钠溶液(10%,国药集团化学试剂有限公司);氯化铝溶液(45%,国药集团化学试剂有限公司);钼酸铵(AR,阿拉丁);酒石酸(AR,国药集团化学试剂有限公司);亚硫酸钠(AR,国药集团化学试剂有限公司);1,2,4-酸(AR,阿拉丁);硝酸(AR,国药集团化学试剂有限公司);对硝基苯酚(AR,阿拉丁);乙基苯基聚乙二醇(P40,科昊生物工程有限责任公司,1%);蒸馏水。

为分析在线系统中碳化硅磨粒在不断循环过程中的磨损状况,随机采集 6 组多线切割机切割前后的碳化硅进行分析。实验的切割参数:送线速度 12 m/s,切割速度 445 $\mu\text{m}/\text{min}$ 。

2.2 实验步骤

2.2.1 碳化硅切割前后粒径分布表征

充分搅拌砂浆,混合均匀后,用马尔文激光粒度仪测量其粒度分布。依次测量 6 组数据。

2.2.2 碳化硅切割前后圆度测量

充分搅拌砂浆,混合均匀后取 60 mg 砂浆液,依次加入分散剂(P40)1 mL,蒸馏水 4 mL,超声分散均匀后用马尔文 Sysmex FPIA-3000 湿法粒度和粒型分析仪测量其颗粒圆度均值。依次测量 6 组切割前砂浆,保存分析结果。

2.2.3 切割后硅粉含量分析

在切割过程中砂浆会混入大量硅粉碎屑,为了测定硅粉含量,本文通过国标 GB/T 3045—2003 对砂浆中硅粉含量进行分析。试样用硝酸钠-硝酸-氢氟酸处理,溶解硅粉,加入钼酸铵使硅酸离子形成硅钼杂多酸,用 1,2,4-酸还原剂将其还原成硅钼酸,于 700 nm 波长处测定其吸光率。

3 碳化硅体积磨损机理模型建立

根据三体磨损基本理论^[9],磨粒磨损程度会受到以下因素影响:载荷,磨粒的大小、形状和弯曲韧性等。为建立砂浆切割磨损的数学模型,本文做以下假设^[10]:

- 1)工作砂浆是在半接触状态下切割硅片,通过三体磨损进行硅片加工,只考虑碳化硅和多晶硅之间的磨损,忽略切割钢线和碳化硅之间的作用;
- 2)导轮线张力恒定不变;
- 3)碳化硅相对硅片表面而言尺寸很小;
- 4)碳化硅是球状的,并且 d_{50} 值近似看做小球的直径;
- 5)碳化硅相对多晶硅是完全刚性的。

根据 Archard 定律,磨损体积:

$$V_m = b \cdot F \cdot L \quad (1)$$

式中, V_m ——砂浆中碳化硅的磨损损耗体积, L ; b ——摩擦损耗系数; F ——受力载荷, N; L ——切割行程, m。

载荷与切割行程是相对固定的,本文从碳化硅的粒度和圆度对 b 进行推导,从而得出 V_m 与碳化硅粒度和圆度的关系。

3.1 磨损系数 b 的计算

从受力模型上分析,粒径越大,压入多晶硅中越深,则磨损越严重,碳化硅磨损体积越多。

$$b = S \cdot K \quad (2)$$

式中, K ——修正系数; S ——接触面积, m^2 , 半接触状态下球平均接触面积为 $S = 4R \cdot h$ (其中 R 为碳化硅颗粒的直径, h 为磨粒切削深度, m)。

取磨粒的最大切削深度来进行分析^[11]:

$$h = \left[\frac{6PR}{\pi m \sigma (\tan \alpha)^2} \right]^{1/3} \quad (3)$$

式中, m ——切割区域有效磨粒数; α ——磨粒圆锥半顶角, ($^\circ$); σ ——被磨材料的屈服点, Pa;

R ——碳化硅平均粒径, m ; P ——作用在碳化硅上的法向力, N 。在切割过程中钢线与水平方向上的夹角很小, 垂直方向上的法向力 P 可近似表示为 $P \cong \frac{4T}{\delta_{GF}} \cdot B$, 其中 T 为钢线张力, N ; δ_{GF} 为导轮间的距离, m ; B 为线弓高度, m 。

在实际应用过程中因为 α 是很难测量的, 一般而言磨粒棱角越多、越尖锐则圆度值越小, 由此可近似将 $\tan \alpha$ 用圆度值 C 来代替^[12]。

$$C \propto \alpha \propto \tan \alpha \quad (4)$$

将式(4)代入式(3)得到:

$$h = \left[\frac{6PR}{\pi m \sigma (C)^2} \right]^{1/3} \quad (5)$$

在游离磨料线切割过程中, 对于切割区域内有效磨粒数^[8] m 的计算, 有:

$$m = \frac{3.78A}{R^2 \left(1 + \frac{\rho_a}{\rho_t \times W} A \right)} \quad (6)$$

式中, A ——加工区域面积, m^2 ; ρ_a ——SiC 密度, 3.2 g/cm^3 ; ρ_t ——砂浆密度, g/cm^3 ; W ——砂浆浓度重量比。

将式(5)代入式(2)可得:

$$b = \left\{ 4R \left[\frac{6PR}{\pi m \sigma (C)^2} \right]^{1/3} \right\} \cdot K \quad (7)$$

3.2 载荷 F 的计算

针对以上假设, 在切割多晶硅过程中, 由弹性力学理论^[13,14]可知, 磨粒受到的挤压荷载可近似为:

$$q = \left(\frac{1}{\pi} \right)^3 \sqrt{\frac{6PE^2}{R^2(1-\nu^2)^2}} \quad (8)$$

式中, E ——被磨材料 Si 的弹性模量, 182 GPa ; ν ——泊松比, 0.142 。因多晶硅的硬度无法忽略, 通过接触面硬度对公式进行修正, 如式(8)所示, 载荷 F 为:

$$F = \left[\frac{H_1}{(H_1 + H_2)} \right] \cdot q \quad (9)$$

式中, H_1 ——SiC 表面硬度, 9.5 kgf/mm^2 ; H_2 ——Si 表面硬度, 7 kgf/mm^2 ;

3.3 V_m 的计算

利用马尔文激光粒径仪检测切割前后碳化硅体积分布的变化。切割前小粒径颗粒很少, 近乎没

有; 切割后出现大量 $2.8 \mu\text{m}$ 以下小颗粒, 可近似认为 $2.8 \mu\text{m}$ 以下颗粒为大粒径磨粒磨损后产生的小颗粒。在线砂浆中磨损后小颗粒占的体积分数 η 可通过正态分布图中小颗粒的积分面积 S_m 与总面积 $S_{\text{总}}$ 的比值得出。

$$\eta = \frac{S_m}{S_{\text{总}}} = \frac{V_m}{V_{\text{总}}} \quad (10)$$

$$V_m = V_{\text{总}} \cdot \eta \quad (11)$$

式中, S_m ——小颗粒检测峰积分面积, m^2 ; $S_{\text{总}}$ ——检测峰总面积, m^2 ; $V_{\text{总}}$ ——砂浆中碳化硅总体积, m^3 。

最终, 由式(1)得:

$$V_m = \left\{ 4R \left[\frac{6PR}{\pi m \sigma C^2} \right]^{1/3} \right\}^K \cdot \frac{H_1}{H_1 + H_2} \left(\frac{1}{\pi} \right)^3 \sqrt{\frac{6PE^2}{R^2(1-\nu^2)^2}} \cdot L \quad (12)$$

根据 Moller 等学者的理论, 建立方程式 V_m 与粒径、圆度和载荷及行程的关系, 由于切割过程的磨料是由大量碳化硅微粉组成, 所以, 碳化硅平均粒径 R 由 d_{50} 值代替。从式(12)中可看出碳化硅的磨损体积与磨粒粒径呈正相关, 与圆度呈负相关。一方面在切割工艺上, 作用在磨粒碳化硅上方的法向力越大, 磨损体积就越大, 切割行程越长, 磨粒碳化硅磨损程度就越严重, 另一方面在固定工艺时, 也说明了砂浆切割能力与碳化硅颗粒的粒径成正比, 与圆度成反比。

4 结果与讨论

4.1 切割前后碳化硅粒径分布

由图 2a 可看出切割前碳化硅分布较集中, 呈正态分布, 粒径主要集中在 $3 \sim 20 \mu\text{m}$ 之间。从切割后检测的碳化硅粒径分布看, 在 $6.5 \sim 20 \mu\text{m}$ 区间内的碳化硅明显减少, 切割后碳化硅粒径分布有前移的趋势, 同时峰值最大值降低, 切割前碳化硅 d_{50} 值为 $9.297 \mu\text{m}$, $6.5 \sim 20 \mu\text{m}$ 区间内的碳化硅占比 92.78% , 切割后碳化硅 d_{50} 值为 $9.153 \mu\text{m}$, $6.5 \sim 20 \mu\text{m}$ 区间内的碳化硅占比 75.77% 。结合粒径分布差值图(图 2b)可看出, A 点($6.5 \mu\text{m}$)处为碳化硅参与切割的临界粒径, 大于 A 点粒径碳化硅是参与切割部分。同时在 $0.05 \sim 2.8 \mu\text{m}$ 之间出现微屑, 为确定这个区间内

微粒的成分,本文通过硅粉含量实验来确定切割后砂浆中的微粉是二氧化硅、硅粉和碳化硅碎屑的混合物。通过 GB/T 3045—2003 实验对硅粉及二氧化硅含量进行测量,确定切割后碳化硅碎屑占总体积比。

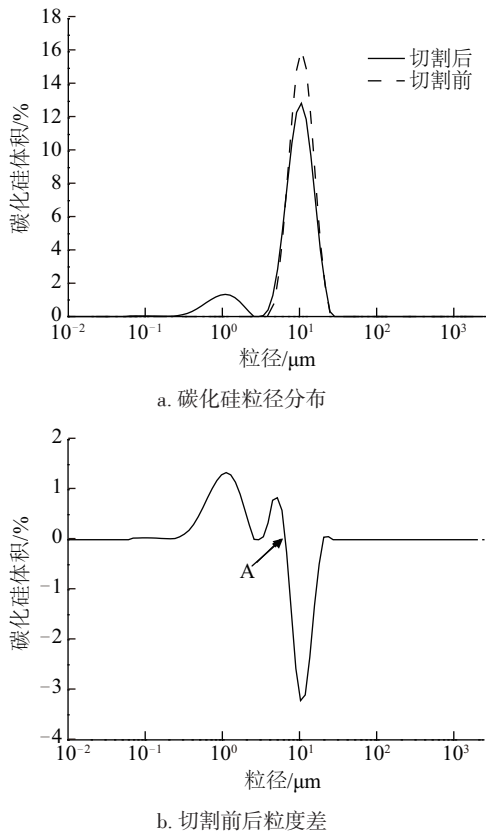


图2 为切割前后碳化硅的粒径分布及粒径变化差值图
Fig. 2 Size distribution and d-value of SiC particles befor and after wire-sawing

4.2 砂浆磨损体积的计算与分析

表 1 为多线切割中具体工艺参数和砂浆实验数据,通过对硅粉含量的测定可求出每组对应的小粒径($\leq 2.8\text{ }\mu\text{m}$)碳化硅体积分数,碳化硅的体积分数 $\eta = V_{\text{小粒径}} - V_{\text{硅粉}}$;碳化硅磨损体积 V_m 就可通过式(11)求得。

将 V_m 以及表 1 相关数据代入式(12),求得每组对应 K 值,如表 2 所示。

计算 6 组对应的平均值,通过计算 K 值均值为 0.994。将所有常数项代入碳化硅磨损体积 V_m 中,以磨料的 d_{50} 值与圆度值为变量,得到砂浆磨损率 η 与碳化硅颗粒的 d_{50} 与圆度 C 的关系式为:

$$\eta = \frac{3.74 \times 10^5 \cdot (d_{50})^{1.32}}{C^{0.66}} \quad (13)$$

表 1 切割 SiC 磨损相关实验数据

Table 1 Relevant experimental data about SiC abrasive wear

组别	1	2	3	4	5	6
T/N	25	25	25	25	25	25
$\delta_{\text{CF}}/\text{m}$	0.68	0.68	0.68	0.68	0.68	0.68
B/m	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
A/cm^2	243	243	243	243	243	243
$\rho/\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$	1.67	1.67	1.67	1.67	1.67	1.67
W	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
L/m	0.156	0.156	0.156	0.156	0.156	0.156
$V_{\text{总}}/\text{L}$	106.3	106.3	106.3	106.3	106.3	106.3
$\text{Si}/\%\text{vol}$	2.41	2.35	3.17	2.67	3.66	2.58
$g/\%$	9.00	10.2	8.82	7.15	9.05	8.97
$d_{50}/\mu\text{m}$	9.27	9.33	9.33	9.32	9.28	9.27
C	0.929	0.929	0.928	0.928	0.928	0.928

表 2 各实验组对应的 K 值

Table 2 K value of each group

组别	1	2	3	4	5	6
K 值	0.993	0.987	0.994	1.005	0.993	0.993

由式(13)可得出:碳化硅磨损体积与碳化硅的粒径 R 的 1.32 次方成正相关,与圆度 C 的 0.66 次方成负相关。

将切割后的砂浆回收处理,碱洗并且沉降法去除 $\leq 2.8\text{ }\mu\text{m}$ 的微粉后,利用上述碳化硅磨损率式(13)计算得出磨损碳化硅量为 9.25%,补充新砂,新砂为市场上普通 1500#碳化硅磨料, d_{50} 为 $10.4\sim 10.6\text{ }\mu\text{m}$,圆度 C 为 $0.898\sim 0.900$ 。处理后砂浆中新砂与回收砂比例为 90.75%:9.25%。对照切割前砂浆粒径分布以及圆度均值,由表 3 可知,1"与 5"的碳化硅分布以及圆度处于相当水平。

通过对初始砂浆中碳化硅粒径以及圆度进行检测,计算得到在目前工艺下的碳化硅磨损体积,在线砂浆再生只需对磨损的碳化硅进行补充即可恢复到切割前能力水平。

表3 SiC 粒径分布表

Table 3 Size distribution of SiC particles

粒径/ μm	1#	2#	3#	4#	5#
d_{10}	6.03	1.13	5.67	6.45	6.01
d_{50}	9.52	8.49	9.32	10.47	9.54
d_{90}	14.91	15.22	15.17	16.78	15.05
$d_{(3,2)}$	8.95	2.18	8.67	9.76	8.96
$d_{(4,3)}$	10.06	8.63	9.95	11.12	10.11
$d(6.5\sim 20)/\%$	92.29	73.23	89.27	94.68	92.14
$C(\text{圆度值})$	0.927	—	0.930	0.900	0.926

注：1#为切割前砂浆中 SiC 粒径分布,2#为切割后砂浆中 SiC 粒径分布,3#为切割后去除 2.8 μm 微粉之后碳化硅粒径分布,4#为新砂粒径分布,5#为 3#碳化硅与 4#新砂以 90.75%:9.25%体积比混合后碳化硅粒径分布。

5 结 论

通过切割前后的碳化硅粒径、细小颗粒体积的变化以及砂浆循环过程中的新砂补充配比,得出如下结论:

1)在线回收砂浆在目前工艺下,切割下来的碎屑颗粒粒径为 0.05~2.8 μm ,切割后砂浆进入在线系统处理时可以调整参数,将 2.8 μm 以下小颗粒去除。

2)在同一线切割工艺下,抽样检测砂浆粒径及圆度值即可通过公式 $\eta = \frac{3.74 \times 10^5 \cdot (d_{50})^{1.32}}{C^{0.66}}$ 计算得出碳化硅的磨损量,添加磨损体积分量的新砂即可使砂浆恢复到之前的切割能力,同时起到补充在线系统循环损耗量作用。

[参考文献]

- [1] Hahn P O. The 300 mm silicon wafer—A cost and technology challenge [J]. Microelectronic Engineering, 2001, 56(1-2): 3—13.
- [2] 程志华, 杨 敏, 裴仁清. 多线切割的“滚-刻-削”混合加工机理[J]. 上海大学学报: 自然科学版, 2009, 15(5): 506—551.
- [2] Cheng Zhihua, Yang Min, Pei Renqing. The mechanism of "rolling-engraving-cutting" mixed machining for multi-wire sawing[J]. Journal of Shanghai University: Nature Science, 2009, 15(5): 506—551
- [3] Nasch P M, Schneeberger S. A theoretical modelling of consumables usage as a tool for cost reduction in silicon wafering using multi-wire slurry saw[A]. Proceedings of the 20th European PVSEC[C], Milan, Italy, 2005.
- [4] 郭明月. 砂浆在线回收离心分离技术的研究[J]. 中国电子商务, 2013, (16): 79—79.
- [5] Möller H J. Basic mechanisms and models of multi-wire sawing [J]. Advanced Engineering Materials, 2004, 6 (7): 501—503.
- [6] Jasinevicius R G, Duduch J G, Piazzani P S. Structure evaluation of submicrometre silicon chips removed by diamond tuening [J]. Semiconductor Science and Technology, 2007, 22: 567—573.
- [7] Jasinevicius R G, Duduch J G, Piazzani P S. The influence of crystallographic orientation on the generation of multiple structural phases generation in silicon by cyclic microindentation [J]. Materials Letters, 2008, 62(6-7): 812—815.
- [8] Bhagavat S, Kao I. Ultra-low load multiple indentation response of materials: In purview of wire-saw slicing and other free abrasive machining (FAM) Processes [J]. International Journal of Machine Tool & Manufacture. 2007, 3-4(47): 666—672.
- [9] Burwell J T, Strang C D. On the empirical law of adhesive wear[J]. Journal of Applied Physics, 1952, 23 (1): 18—28.
- [10] 谢小鹏. 基于实验数据的磨损量计算方法. 机械科学与技术[M]. 北京: 机械科学出版社, 1995.
- [10] Xie Xiaopeng. Abrasion loss calculation based on experimental data. Mechanical science and technology [M]. Beijing: mechanical science press, 1995.
- [11] 贺敬良, 王学军, 童 亮, 等. 太阳能电池用 Si 片切割过程中浆料作用研究 [J]. 半导体技术, 2010, 35 (10): 976—979.
- [11] He Jingliang, Wang Xuejun, Tong Liang. Research on slurry action during Si slice cutting for solar cell [J]. Emiconductor Technology, 2010, 35(10): 976—979.
- [12] Bidville A, Wasmer K, Van der Meer M. Wire-sawing processes: parametrical study and modeling [J]. Solar Energy Materials & Solar Cells, 2015, 32: 392—402.
- [13] Buijs M, Korpel-van Houten K. Three-body abrasion of brittle materials as studied by lapping [J]. Wear, 1993, 166(2): 237—24.
- [14] Buijs M, Korpel-van Houten K. A model for lapping of glass [J]. Journal of Materials Science, 1993, 28(11): 3014—3020.

VOLUME ABRASIVE WEAR OF SiC IN MULTI-WIRE SAWING PROCESS

Lu Jianwei, Zhang Lanyue, Zhu Minglu, Li Yingxu

(Changzhou GCL Photovoltaic Technology Co., Ltd., Changzhou 213031, China)

Abstract: A mathematical model is given for wear rate of silicon carbide (SiC) in multi-wire sawing process based on the theory of three-body abrasive wear model. In a certain load process, firstly, according to the change of SiC size and the distribution of broken debris before and after multi-wire sawing, the parameter adjustment of the on-line slurry system can be used to remove the debris for slurry recovery. The results show that the particle size of the detritus is less than 2.8 μm . Secondly, volume wear calculated by the amount of new SiC guidance to supplement recovery after recovering slurry sawing capacity and the amount of loss of circulating online slurry system. The results indicated that adding the new SiC according to the wear volume of SiC could effectively stabilize slurry sawing capacity.

Keywords: slurry; distribution of SiC particles; multi-wire sawing; volume abrasive wear; model