

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5960439号  
(P5960439)

(45) 発行日 平成28年8月2日(2016.8.2)

(24) 登録日 平成28年7月1日(2016.7.1)

(51) Int.Cl.		F I	
<b>C 1 1 D</b>	<b>7/50</b>	<b>(2006.01)</b>	C 1 1 D 7/50
<b>C 1 1 D</b>	<b>7/26</b>	<b>(2006.01)</b>	C 1 1 D 7/26
<b>B 0 8 B</b>	<b>3/08</b>	<b>(2006.01)</b>	B 0 8 B 3/08 Z
<b>C 1 1 D</b>	<b>7/28</b>	<b>(2006.01)</b>	C 1 1 D 7/28

請求項の数 5 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2012-14957 (P2012-14957)	(73) 特許権者	505005049
(22) 出願日	平成24年1月27日(2012.1.27)		スリーエム イノベイティブ プロパティ
(65) 公開番号	特開2013-155227 (P2013-155227A)		ズ カンパニー
(43) 公開日	平成25年8月15日(2013.8.15)		アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133
審査請求日	平成27年1月6日(2015.1.6)		-3427, セント ポール, ポスト オ
			フィス ボックス 33427, スリーエ
			ム センター
		(74) 代理人	100099759
			弁理士 青木 篤
		(74) 代理人	100077517
			弁理士 石田 敬
		(74) 代理人	100087413
			弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100128495
			弁理士 出野 知

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 除塵洗浄液およびそれを用いた洗浄方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

フッ素系溶剤と、主鎖の炭素数が4以上のアルコールとを含む、パーティクルの再付着低減機能を有する除塵洗浄液であって、前記フッ素系溶剤が、八ドロフルオロエーテル、パーフルオロケトン又は八ドロフルオロオレフィンであると共に、八ドロフルオロエーテルは、 $c-C_6F_{11}CF_2OC_2H_5$ ,  $c-C_6F_{11}CF_2OCH_3$ ,  $4-CF_3-c-C_6F_{10}CF_2OCH_3$ ,  $C_4F_9OCH_3$ ,  $c-C_6F_{11}OCH_3$ ,  $(CF_3)_2CF_2CF_2OCH_3$ ,  $(CF_3)_2CF_2CF_2OC_2H_5$ ,  $C_8F_{17}OCH_3$ ,  $C_2F_5CF(OCH_3)CF(CF_3)_2$ ,  $CF_3CF(OCH_3)CF(CF_3)_2$ ,  $C_5F_{11}OCH_3$ ,  $C_5F_{11}OC_2H_5$ ,  $C_8F_{17}-O-C_2F_4H$ ,  $C_7F_{15}-O-C_2F_4H$ ,  $C_6F_{13}-O-C_2F_4-O-CF_2H$ ,  $C_4F_9-O-C_2F_4H$ ,  $HCF_2CF_2-O-CF_2CF_2-O-CF_2CF_2H$ ,  $C_4F_9-O-(CF_2)_5H$ ,  $C_5F_{11}-O-(CF_2)_5H$ ,  $C_8F_{17}-O-(CF_2)_5H$ ,  $C_4F_9-O-CF_2C(CF_3)_2CF_2H$ ,  $H(CF_2)_4-O-(CF_2)_4H$ ,  $Cl(CF_2)_4-O-(CF_2)_4H$ ,  $C_6F_{13}-O-C_2F_4H$ ,  $C_4F_9-O-(CF_2)_4-O-(CF_2)_3H$ ,  $(C_2F_5)_2CF_2CF_2-O-C_2F_4H$ ,  $c-C_6F_{11}CF_2-O-C_2F_4H$ ,  $C_4F_9-O-C_2F_4-O-C_3F_6H$ ,  $C_6F_{13}-O-C_4F_8H$ ,  $C_6F_{13}-O-C_3F_6H$ ,  $C_5F_{11}-O-(CF_2)_4H$ ,  $C_4F_9-O-C_3F_6H$ ,  $C_8F_{17}OCF_2OC_3F_6H$ ,  $HC_3F_6OC_3F_6H$ ,  $C_4F_9OC_2H_5$ ,  $C_2F_5CF(OCH_3)CF(CF_3)_2$ ,  $C_2F_5CF(OCH_3)C_3F_7$ ,  $(CF_3)_2C(OCH_3)C_3F_7$ ,  $C_2F_5CCF_3(OCH_3)C_2F_5$ ,  $C_3F_7OCH_3$ ,  $CF_3CF(CF_3)OCH_3$ ,  $C_3HF_6CH(CH_3)OC_3HF_6$ ,  $C_2HF_4CH(CH_3)OC_4HF_8$ ,  $C_3HF_6CH(CH_3)C_2F_4OCHF_2$ ,  $C_2HF_4CH(CH_3)OCF_2C(CF_3)CHF_2$ , 及び  $CF_3CH_2OCF_2CHF_2$  から選択され、前記アルコールがノルマルアルコールである、除塵洗浄液。

【請求項 2】

フッ素系溶剤と、主鎖の炭素数が5以上のアルコールとを含む、パーティクルの再付着低減機能を有する除塵洗浄液であって、前記フッ素系溶剤が、八ドロフルオロエーテル

、パーフルオロケトン又はハイドロフルオロオレフィンである、除塵洗浄液。

【請求項 3】

前記アルコールが主鎖に分岐の無いアルコールである、請求項 2 に記載の除塵洗浄液。

【請求項 4】

前記フッ素系溶剤 1000g に対し、0.04mol 以上の前記アルコールを有する請求項 1 から 3 の何れか 1 項に記載の除塵洗浄液。

【請求項 5】

基材の表面から汚染物質を除去するための方法であって、  
請求項 1 から 4 の何れか 1 項に記載の除塵洗浄液と、基材とを接触させる工程、  
上記基材を上記除塵洗浄液から取り出す工程、  
を含む、方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、パーティクル付着低減機能を有する除塵洗浄液およびそれを用いた洗浄方法に関する。

【背景技術】

【0002】

金属、ガラス、セラミックス、プラスチック、または織物などの基材の表面に付着した汚染物質を除去するためにフッ素系溶剤、フッ素系溶剤と他の一般的な洗浄溶剤との混合溶剤が使われている。

20

【0003】

特許文献 1 には、少なくとも 1 種の部分的フッ素化エーテル化合物を含む洗浄組成物およびこのような組成物を使用して基材表面から汚染物質を除去する方法が記載されている。これらは単独で、あるいは他の一般的な洗浄溶剤（たとえば、アルコール類、エーテル類、アルカン類、アルケン類、ペルフルオロカーボン類、過フッ素化第三級アミン類、ペルフルオロエーテル類、シクロアルカン類、エステル類、ケトン類、芳香族炭化水素、シロキサン類、ヒドロクロロカーボン類、ヒドロクロロフルオロカーボン類、およびヒドロフルオロカーボン類）と組み合わせて使用できると記載されている。

【0004】

30

一方、塵や埃、部材からの欠落部、カレット、摩耗粉、無機物、金属酸化物、ポリマー等、洗浄溶剤に溶解し難い粒子（パーティクル）が、洗浄溶剤に浸漬されることで一度は基材から離れるが、基材を洗浄溶剤から引き上げる時に再度そのパーティクルが基材に付着する場合があった。特に、基材が半導体、ウェハ基板（半導体、LED、ハードディスク等に用いられる）、電子機器、医療用具、基板部材、センサー、レンズ等、より精密な洗浄が必要とされる分野ではこれらの再付着されるパーティクルの量を減らすことが求められている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

40

【特許文献 1】特表平 10 - 512609 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、一度基材から除去された塵や埃等のパーティクルが再度基材に付着することを低減する除塵洗浄液を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の一実施態様によれば、フッ素系溶剤と、主鎖の炭素数が 4 以上のアルコールとを含む、パーティクルの付着低減機能を有する除塵洗浄液が提供される。

50

## 【 0 0 0 8 】

本発明の別の実施態様によれば、フッ素系溶剤と主鎖の炭素数が4以上のアルコールとを含むパーティクルの付着低減機能を有する除塵洗浄液と、基材とを接触させる工程、上記基材を上記除塵洗浄液から取り出す工程を含む、この基材の表面から汚染物質を除去するための方法が提供される。

## 【 発明の効果 】

## 【 0 0 0 9 】

本開示によれば、洗浄後のパーティクル付着量を低減させることができるため、より精密な洗浄を行うことができる。

## 【 発明を実施するための形態 】

## 【 0 0 1 0 】

以下、本発明の代表的な実施態様を例示する目的でより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施態様に限定されない。

## 【 0 0 1 1 】

本開示の除塵洗浄液は、フッ素系溶剤と、主鎖の炭素数が4以上のアルコールとを含む。フッ素系溶剤としては、 $c-C_6F_{11}CF_2OC_2H_5$ 、 $c-C_6F_{11}CF_2OCH_3$ 、 $4-CF_3-c-C_6F_{10}CF_2OCH_3$ 、 $C_4F_9OCH_3$ 、 $c-C_6F_{11}OCH_3$ 、 $(CF_3)_2CFCF_2OCH_3$ 、 $(CF_3)_2CFCF_2OC_2H_5$ 、 $C_8F_{17}OCH_3$ 、 $C_2F_5CF(OCH_3)CF(CF_3)_2$ 、 $CF_3CF(OCH_3)CF(CF_3)_2$ 、 $C_5F_{11}OCH_3$ 、 $C_5F_{11}OC_2H_5$ 、 $C_3F_7OCH_3$ 、 $C_8F_{17}-O-C_2F_4H$ 、 $C_7F_{15}-O-C_2F_4H$ 、 $C_6F_{13}-O-C_2F_4-O-CF_2H$ 、 $C_4F_9-O-C_2F_4H$ 、 $HCF_2CF_2-O-CF_2CF_2-O-CF_2CF_2H$ 、 $C_4F_9-O-(CF_2)_5H$ 、 $C_5F_{11}-O-(CF_2)_5H$ 、 $C_8F_{17}-O-(CF_2)_5H$ 、 $C_4F_9-O-CF_2C(CF_3)_2CF_2H$ 、 $H(CF_2)_4-O-(CF_2)_4H$ 、 $Cl(CF_2)_4-O-(CF_2)_4H$ 、 $C_6F_{13}-O-C_2F_4H$ 、 $C_4F_9-O-(CF_2)_4-O-(CF_2)_3H$ 、 $(C_2F_5)_2CFCF_2-O-C_2F_4H$ 、 $c-C_6F_{11}CF_2-O-C_2F_4H$ 、 $C_4F_9-O-C_2F_4-O-C_3F_6H$ 、 $C_6F_{13}-O-C_4F_8H$ 、 $C_6F_{13}-O-C_3F_6H$ 、 $C_5F_{11}-O-(CF_2)_4H$ 、 $C_4F_9-O-C_3F_6H$ 、 $C_8F_{17}OCF_2OC_3F_6H$ 、 $HC_3F_6OC_3F_6H$ 、 $C_4F_9OC_2H_5$ 、 $C_2F_5CF(OC_2H_3)CF(CF_3)_2$ 、 $C_2F_5CF(OCH_3)C_3F_7$ 、 $(CF_3)_2C(OCH_3)C_3F_7$ 、 $C_2F_5CCF_3(OCH_3)C_2F_5$ 、 $C_3F_7OCH_3$ 、 $CF_3CF(CF_3)OCH_3$ 、 $C_3HF_6CH(CH_3)OC_3HF_6$ 、 $C_2HF_4CH(CH_3)OC_4HF_8$ 、 $C_3HF_6CH(CH_3)C_2F_4OCHF_2$ 、 $C_2HF_4CH(CH_3)OCF_2C(CF_3)CHF_2$ 、 $CF_3CH_2OCF_2CHF_2$ 、等のハイドロフルオロエーテル、 $CH_2FCF_2CFH_2$ 、 $CHF_2(CF_2)_2CF_2H$ 、 $CF_3CH_2CF_2CH_2CF_3$ 、 $CF_3(CFH)_2CF_2CF_3$ 、 $CF_3(CF_2)_4CF_2H$ 、 $CF_3(CF_2)_5CH_2CH_3$ 、 $CH_3CF_2CH_2CF_3$ 等のハイドロフルオロカーボン(HFC)、 $CF_3CF_2CHCl_2$ 、 $CClF_2CF_2CHClF$ 、 $CCl_2FCH_3$ 等のハイドロクロロフルオロカーボン(HCFC)、 $C_5F_{12}$ 、 $C_6F_{14}$ 、 $C_7F_{16}$ 、 $C_8F_{18}$ 、 $CF_3-N(C_2F_4)_2O$ 、 $C_2F_5-N(C_2F_4)_2O$ 、 $C_3F_7-N(C_2F_4)_2O$ 、等のパーフルオロカーボン(PFC)、 $CF_3COCF_2COCF_3$ 、 $C_2F_5COC_3F_7$ 、 $(CF_3)_2CFCOCF(CF_3)_2$ 、 $(CF_3)_2CFCOCH(CF_3)_2$ 等のパーフルオロケトン(PFK)、 $CF_3CH=CHC_2F_5$ 、 $CF_3CF=CH_2$ 、 $C_2F_5CF=CFCF(OCH_3)CF_2CF_3$ 、 $CF_3CF=CFCF(OCH_3)CF_3$ 、 $CHF_2CF=CH_2$ 、 $CH_3CF=CF_2$ 、 $CH_2FCF=CF_2$ 、 $CH_2FCH=CF_2$ 、 $CHF_2CH=CHF$ 、 $CF_3CF=CFCF_3$ 、 $C_2F_5CF=CFCF(OCH_3)CF_2CF_3$ 、 $CF_2(OCH_3)CF=CF-CH_2CF_3$ 等のハイドロフルオロオレフィン(HFO)を使用することができる。

## 【 0 0 1 2 】

これらのフッ素系溶剤のうち、地球温暖化係数(GWP)、オゾン破壊係数(ODP)等の環境性およびアルコールとの相溶性等の観点から、HFE、HFCを使用することもできる。

## 【 0 0 1 3 】

これらのフッ素溶剤のうち、沸点が約30以上、約200以下のものを使用することもできる。

## 【 0 0 1 4 】

主鎖の炭素数が4以上のアルコールとしては、1-ブタノール、1-ペンタノール、1-ヘキサノール、1-ヘプタノール、1-オクタノール、1-ノナール、1-デカノール、2-ペンタノール、3-ペンタノール、2-ヘキサノール、3-ヘキサノール、2-ヘプタノール、3-ヘプタノール、4-ヘプタノール、2-オクタノール、3-オクタノール、4-オクタノール等の主鎖に分岐の無いアルコール、2、2-ジメチル-1-ヘキサノール、3-エチル-1-ブタノール、2、3-ジメチル-1-ペンタノール、4、4-ジメチル-2-ヘキサノール、3-メチル-2-ブタノール、3、4-ジエチル-2-ヘ

10

20

30

40

50

ブタノール等の主鎖に分岐のあるアルコールを使用することができる。これらのうちノルマルアルコールを用いてもよい。さらに、主鎖の炭素数が5以上のアルコールを用いることもできる。

【0015】

また、ハロゲン化アルコール等の、炭素、水素、酸素以外の原子を含むアルコールを用いてもよい。

【0016】

フッ素系溶剤1000gに対し、主鎖の炭素数が4以上のアルコールは0.04mol以上、加えることができる。0.04mol未満の場合、十分な再付着低減機能を有しない場合がある。

10

【0017】

アルコールは飽和溶解度以下の添加量とすることもできる。アルコールとフッ素溶剤が2層に分かれた場合、アルコールが上層に来てしまい、そのアルコールへの引火性が懸念されるからである。

【0018】

本開示の除塵洗浄液は、基材表面から様々の汚染物質を溶解または除去することができる。たとえば、軽炭化水素汚染物質や、鉱油やグリースなどのより高分子の炭化水素汚染物質、ペルフルオロポリエーテル類、プロモトリフルオロエチレンオリゴマー（ジャイロスコブ液）、クロロトリフルオロエチレンオリゴマー（作動液、滑剤）、シリコーン油、グリース、はんだ融剤、粒子、および精密な、電子機器、金属および医療用具の洗浄で遭遇する他の汚染物質などの材料を除去することができる。

20

【0019】

さらに、除去した汚染物質のうち、除塵洗浄液に溶解し難いパーティクルが再度基材表面に付着することを低減することができる。除塵洗浄液は液体の状態で使用することができる。基材を接触させるための既知の任意の技術を使用することができる。たとえば、基材を除塵洗浄液に浸漬させてもよい。また、高温、超音波エネルギー、および/または振動を使用して、洗浄を促進することができる。

【0020】

汚染した基材を、上述した除塵洗浄液と接触させることによって、本発明の洗浄方法を実行することができる。基材としては有機基材も無機基材も本発明の方法で洗浄することができる。基材の代表例としては、金属、セラミック、ガラス、ポリカーボネート、ポリスチレン、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレンコポリマー、および前述の材料の複合材などがある。この方法は、電子部品（たとえば回路板）、光学媒体、磁気媒体、および医療用具の精密な洗浄に特に有用である。

30

【実施例】

【0021】

以下に本発明の実施例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0022】

以下に記述するパーティクルの付着量を測定することによって、本発明の除塵洗浄液および方法のパーティクル付着低減機能を評価した。

40

パーティクルの付着量の測定方法

洗浄液1000gに対し、パーティクルとしてPolystyrene Latex (PSL) 粒子 (Moritex社製 製品名DO-05, 保証平均粒子径 $5.0\mu\text{m} \pm 0.4\mu\text{m}$ ) 0.008gを混合した。この洗浄液をスターラーで攪拌しながら (回転速度: 150~170rpm)、清浄なウエハ (4inch, Siベアウエハ) を3秒かけて洗浄液に投入し、4秒浸漬した後、4秒かけて引き上げた。その後、ウエハに付着したPSL粒子をウエハ表面検査装置 (トプコン社製、製品名WM-7S) で計測した。

【0023】

実施例1~4

HFE (住友スリーエム社製 製品名 Novec (商標) 高機能性液体7100) (

50

HFE-7100) 1000g に対し、1-ブタノール、1-ペンタノール、1-ヘキサノール、1-ヘプタノールをそれぞれ 0.083mol 混合させて、それぞれ実施例 1、2、3、4 とした。それぞれ、パーティクルの付着量を測定した。結果を表 1 に示す。

【0024】

比較例 1

比較例 1 としては、HFE-7100 に対しイソプロピルアルコールを 0.83mol/kg 添加した住友スリーエム社製 製品名 Novac (商標) 高機能性液体 71IPA (HFE-71IPA) を使用し、パーティクルの付着量を測定した。結果を表 1 に示す。

【0025】

比較例 2 ~ 5

HFE-7100 1000g に対し、メタノール (WAKO 社製 特級)、エタノール (WAKO 社製 特級)、1-プロパノール (WAKO 社製 特級)、イソプロピルアルコール (WAKO 社製 特級 2-プロパノール) をそれぞれ 0.083mol 混合させて、それぞれ比較例 2、3、4、5 とした。それぞれ、パーティクルの付着量を測定した。結果を表 1 に示す。

【0026】

【表 1】

【表 1】

	アルコール種類	パーティクルの付着量 (The number of particles / wafer)
実施例 1	1-ブタノール	685
実施例 2	1-ペンタノール	458
実施例 3	1-ヘキサノール	427
実施例 4	1-ヘプタノール	565
比較例 1	HFE-71IPA	1222
比較例 2	メタノール	1325
比較例 3	エタノール	1359
比較例 4	1-プロパノール	1255
比較例 5	イソプロピルアルコール	1747

【0027】

パーティクルの付着量の比較

実施例 3 (1-ヘキサノール) の洗浄液のパーティクルの付着量を 1 とした時の、比較例 3 (エタノール) の洗浄液のパーティクルの付着量を表 1 の結果から計算した。その結果を表 2 に示す。他のフッ素系溶剤 (旭硝子社製 製品名アサヒクリン AE-3000、および三井・デュポンフロロケミカル社製 製品名 Vertrel (商標) XF) でも 1-ヘキサノール (0.083mol/kg) を添加した時とエタノール (0.083mol/kg) を添加した時のパーティクルの付着量を測定し、その比を同様に計算した。その結果も表 2 に示す。

【0028】

【表 2】

【表 2】

	パーティクルの付着量の変化率 (エタノール/1-ヘキサノール)
HFE-7100	3.2
AE-3000	6.3
Vertrel XF	3.2

【0029】

パーティクルの付着量の測定方法で、PSL粒子ではなくSiO<sub>2</sub>（扶桑科学工業株式会社、微粉球状シリカ、SP-1B、平均粒径1.0μm）またはSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>（Alfa Aesar A Johnson Matthey Company, Silicon(4) nitride, Electronic Grade, 99.85パーセント(metal basis), 94パーセント - phase)を使った以外は上記と同様にし、実施例3（1-ヘキサノール）および比較例3（エタノール）のパーティクルの付着量を測定し、その比を計算した。その結果を表3に示す。

【0030】

【表3】

【表3】

	パーティクルの付着量の変化率 (エタノール/1-ヘキサノール)
PSL	3.2
SiO <sub>2</sub>	3.5
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1.7

10

【0031】

これらの結果から分かるように、主鎖の炭素数が4以上のアルコールを添加すると、パーティクルの付着量が低くなる。

【0032】

添加するアルコールの量による付着量の違い

HFE7100 1000gに対し添加する1-ブタノールのモル数を変えて、パーティクルの付着量を測定した。その結果を表4に示す。

【0033】

【表4】

1-Butanol 添加濃度 (mol/kg)	パーティクルの付着量 (The number of particles / wafer)
0.0000	2837
0.0083	2695
0.0166	2362
0.0300	1414
0.0400	809
0.0600	667
0.0830	667
0.1660	862
0.8300	959

30

40

本明細書に記載の実施態様の一部を[1]-[6]に記載する。

[項目1]

フッ素系溶剤と、主鎖の炭素数が4以上のアルコールとを含む、パーティクルの付着低減機能を有する除塵洗浄液。

[項目2]

前記アルコールが主鎖に分岐の無いアルコールである、項目1に記載の除塵洗浄液。

[項目3]

前記アルコールがノルマルアルコールである、項目1または2に記載の除塵洗浄液。

50

[ 項目 4 ]

前記フッ素系溶剤 1 0 0 0 g に対し、0 . 0 4 m o l 以上の前記アルコールを有する項目 1 から 3 の何れか 1 項に記載の除塵洗淨液。

[ 項目 5 ]

前記フッ素系溶剤が、ハイドロフルオロエーテル、および/またはハイドロフルオロカーボンである項目 1 から 4 の何れか 1 項に記載の除塵洗淨液。

[ 項目 6 ]

フッ素系溶剤と、主鎖の炭素数が 4 以上のアルコールとを含む、パーティクルの付着低減機能を有する除塵洗淨液と、基材とを接触させる工程、

上記基材を上記除塵洗淨液から取り出す工程、  
を含む、前記基材の表面から汚染物質を除去するための方法。

## フロントページの続き

- (74)代理人 100093665  
弁理士 蛭谷 厚志
- (74)代理人 100146466  
弁理士 高橋 正俊
- (74)代理人 100173107  
弁理士 胡田 尚則
- (74)代理人 100110803  
弁理士 赤澤 太朗
- (74)代理人 100130041  
弁理士 成岡 郁子
- (74)代理人 100112704  
弁理士 伊藤 由布子
- (72)発明者 池ヶ谷 菜海子  
神奈川県相模原市中央区南橋本3丁目8-8 住友スリーエム株式会社内
- (72)発明者 日浦 紗喜  
神奈川県相模原市中央区南橋本3丁目8-8 住友スリーエム株式会社内
- (72)発明者 則本 雅史  
神奈川県相模原市中央区南橋本3丁目8-8 住友スリーエム株式会社内

審査官 古妻 泰一

- (56)参考文献 米国特許第05290473 (US, A)  
特開平01-318093 (JP, A)  
特開昭56-167800 (JP, A)  
特開昭62-050490 (JP, A)  
特開2003-165998 (JP, A)  
特開2003-165999 (JP, A)  
特開2003-226897 (JP, A)  
特表平10-510579 (JP, A)  
特表2002-503762 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C11D 7/50  
B08B 3/08  
C11D 7/26  
C11D 7/28  
CAplus / REGISTRY (STN)