(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014 年 4 月 17 日(17.04.2014)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2014/057932 A1

(51) 国際特許分類:
C09K 3/14 (2006.01) *H01L 21/304* (2006.01)
B24B 37/00 (2012.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2013/077333

(22) 国際出願日: 2013 年 10 月 8 日(08.10.2013)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2012-227405 2012 年 10 月 12 日(12.10.2012) JP

(71) 出願人: 株式会社　フジミインコーポレーテッド(**FUJIMI INCORPORATED**) [JP/JP]; 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１ Aichi (JP).

(72) 発明者: 今尾　智宏(**IMAO, Tomohiro**); 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１　株式会社　フジミインコーポレーテッド　内 Aichi (JP). 森　嘉男(**MORI, Yoshio**); 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１　株式会社　フジミインコーポレーテッド　内 Aichi (JP).

(74) 代理人: 恩田　誠，外(**ONDA, Makoto** et al.); 〒5008731 岐阜県岐阜市大宮町二丁目１２番地１ Gifu (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

WO 2014/057932 A1

(54) **Title**: PROCESS FOR MANUFACTURING POLISHING COMPOSITION, AND POLISHING COMPOSITION

(54) 発明の名称 : 研磨用組成物の製造方法及び研磨用組成物

(57) **Abstract**: This process for manufacturing a polishing composition includes a step for mixing a water-soluble polymer powder with water to form a water-soluble polymer mixture, wherein the content of particles having diameters of 50μm or smaller in the water-soluble polymer powder is 40vol% or less. It is preferable that the content of particles having diameters of 10μm or smaller in the water-soluble polymer powder is less than 1vol%.

(57) 要約: 研磨用組成物の製造方法は、５０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が４０体積%以下である水溶性高分子の粉体と、水とを混合して水溶性高分子混合物を得る工程を有する。水溶性高分子の粉体は、１０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が１体積%未満であることが好ましい。

明　細　書

発明の名称 ： 研磨用組成物の製造方法及び研磨用組成物

技術分野

[0001] 本発明は、水溶性高分子を含有する研磨用組成物の製造方法及び研磨用組成物に関する。

背景技術

[0002] 研磨用組成物を用いて研磨した後の研磨面で観察される欠陥の一種として、ＬＰＤ（Light Point Defects）及びＬＰＤ－Ｎ（Light Point Defect Non-cleanable）が知られている。ＬＰＤとは、一般にパーティクルと呼ばれる欠陥を意味する。一方、ＬＰＤ－Ｎとは、例えば、結晶欠陥等の研磨、洗浄、及び乾燥等で除去できない欠陥を意味する。例えば、特許文献１には、特定のイオン濃度を低減した研磨用組成物を用いることによりＬＰＤが低減されることが記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開２００８－０５３４１４号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] ＬＰＤ－Ｎの低減は近年の重要課題である。ところが、ＬＰＤ－Ｎの低減に有効な研磨用組成物の製造方法については、未だ報告がないのが実情である。例えば、ＬＰＤを低減することのできる研磨用組成物を開示する特許文献１を参酌したとしても、ＬＰＤ－Ｎの低減について予測する技術的根拠を見出すことはできない。

[0005] 本発明の目的は、水溶性高分子を含有した、ＬＰＤ－Ｎを低減させることの容易な研磨用組成物の製造方法及び研磨用組成物を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0006] 上記の目的を達成するために、本発明の第１の態様では、５０μｍ以下の

粒子径を有する粒子の含有量が４０体積％以下である水溶性高分子の粉体と、水とを混合して水溶性高分子混合物を調製する工程を有する研磨用組成物の製造方法が提供される。

[0007] 本発明の第２の態様では、５０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が４０体積％以下である水溶性高分子の粉体と、水とを混合して水溶性高分子混合物を調製する工程を通じて製造される研磨用組成物が提供される。

[0008] 上記研磨用組成物の製造方法及び研磨用組成物では、前記水溶性高分子の粉体は、１０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が１体積％未満であることが好ましい。

[0009] 上記研磨用組成物の製造方法及び研磨用組成物では、前記水溶性高分子混合物が塩基性であることが好ましい。

[0010] 上記研磨用組成物の製造方法は、シリカ粒子、塩基性化合物、及び水を混合してなるシリカ粒子混合物を前記水溶性高分子混合物と混合する工程をさらに有することが好ましい。上記研磨用組成物は、この混合工程をさらに通じて製造されることが好ましい。

[0011] 前記研磨用組成物は、シリコン基板を研磨する用途に用いられることが好ましい。

[0012] 前記研磨は、シリコン基板の最終研磨であることが好ましい。

発明の効果

[0013] 本発明によれば、研磨用組成物を用いて研磨した後の面のＬＰＤ－Ｎを低減させることが容易となる。

発明を実施するための形態

[0014] 以下、本発明の一実施形態を説明する。

[0015] 研磨用組成物の製造方法は、５０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が４０体積％以下である水溶性高分子の粉体と、水とを混合して水溶性高分子混合物を調製する工程を有する。本実施形態の製造方法は、シリカ粒子、塩基性化合物、及び水を混合してなるシリカ粒子混合物を、塩基性である水溶性高分子混合物と混合する工程を更に有する。

[0016] 本実施形態の製造方法で得られる研磨用組成物は、希釈用の原液であり、水で希釈した後にシリコン基板などの研磨対象物を研磨する用途に好適に用いられる。シリコン基板の研磨は、例えば、シリコン単結晶インゴットからスライスされた円盤状のシリコン基板の表面を平担化する予備研磨工程（一次研磨及び二次研磨）と、予備研磨工程後のシリコン基板の表面に存在する微細な凹凸を除去して鏡面化する最終研磨工程とを含む。本実施形態の研磨用組成物は、シリコン基板を最終研磨する工程で特に好適に用いられる。

[0017] 水溶性高分子混合物を調製する工程では、水溶性高分子の粉体と水とが混合される。

[0018] 水溶性高分子は、研磨用組成物を用いて研磨した後の研磨面の濡れ性を高める働きを有する。水と混合される水溶性高分子の粉体中における５０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量は４０体積％以下であり、好ましくは３０体積％以下、更に好ましくは２０体積％以下、一層好ましくは１０体積％以下、最も好ましくは５体積％以下である。水溶性高分子の粉体中における１０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量は１体積％未満であることが好ましい。水溶性高分子の粉体中における微細な粒子の含有量を減少することによって、ＬＰＤ－Ｎを低減させることが容易となる。

[0019] ５０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量及び１０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量は、水溶性高分子の粉体中の粒子の体積を粒子径の小さい粒子から順に累積した体積基準の累積分布において、粒子径５０μｍ以下の粒子の累積率［％］及び粒子径１０μｍ以下の粒子の累積率［％］として測定される。

[0020] このように微細な粒子の含有量が減少された水溶性高分子の粉体を得るためには、例えば、篩や気流を用いた分級を使用することができる。

[0021] 水溶性高分子の粉体の平均粒子径は、５０μｍ以上であることが好ましく、より好ましくは７０μｍ以上、更に好ましくは１００μｍ以上である。一般的に水溶性高分子の重量平均分子量が大きくなるにしたがって、水溶性高分子の粉体の平均粒子径が大きくなる傾向にある。すなわち、平均粒子径が

大きくなるにつれて重量平均分子量が増加するため、研磨面の濡れ性が高まる傾向となる。

[0022] 水溶性高分子の粉体の平均粒子径は、２５０μｍ以下であることが好ましく、より好ましくは２００μｍ以下、更に好ましくは１５０μｍ以下である。平均粒子径が小さいほど水溶性高分子はより均一に溶解する。

[0023] 水溶性高分子としては、分子中に、カチオン基、アニオン基及びノニオン基から選ばれる少なくとも一種の官能基（親水性基）を有するものを使用することができる。水溶性高分子の例としては、例えば、分子中に水酸基、カルボキシル基、アシルオキシ基、スルホ基、第四級窒素構造、複素環構造、ビニル構造、及びポリオキシアルキレン構造を含むものが挙げられる。

[0024] 水溶性高分子の別の例としては、例えば、セルロース誘導体、ポリ（Ｎ－アシルアルキレンイミン）等のイミン誘導体、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルピロリドンを構造の一部に含む共重合体、ポリビニルカプロラクタム、ポリビニルカプロラクタムを構造の一部に含む共重合体、ポリオキシエチレン、ポリオキシアルキレン構造を有する重合体、これらのジブロック型やトリブロック型、ランダム型、交互型といった複数種の構造を有する共重合体、及びポリエーテル変性シリコーンが挙げられる。

[0025] 水溶性高分子は、一種を単独で用いてもよく、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0026] 水溶性高分子の中でも、研磨面の濡れ性を高める働きが良好であることから、セルロース誘導体、ポリビニルピロリドン、及びポリオキシアルキレン構造を有する重合体が好適である。セルロース誘導体としては、例えば、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシエチルメチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、メチルセルロース、エチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、及びカルボキシメチルセルロースが挙げられる。セルロース誘導体の中でも、研磨面の濡れ性を高める働きに優れるとともに、研磨後の洗浄工程で除去されやす

い（すなわち良好な洗浄性を有する）ことから、ヒドロキシエチルセルロースが好ましい。

[0027] 水溶性高分子の溶解不良（不溶解物の発生）を抑制するためには、水溶性高分子の水酸基が例えばジアルデヒドにより疎水化処理されていることが好ましい。ジアルデヒドとしては、例えば、シュウ酸ジアルデヒド（エタンジアール）、マロン酸ジアルデヒド（プロパンジアール）、及びコハク酸ジアルデヒド（ブタンジアール）が挙げられる。

[0028] 水溶性高分子の重量平均分子量は、ポリエチレンオキサイド換算で、１０００以上であることが好ましく、より好ましくは１００００以上、更に好ましくは１０００００以上、一層好ましくは２０００００以上である。水溶性高分子の重量平均分子量の増加につれて、研磨面の濡れ性が高まる。

[0029] 水溶性高分子の重量平均分子量は、２０００００以下であることが好ましく、より好ましくは１５００００以下、更に好ましくは１０００００以下、最も好ましくは５００００以下である。水溶性高分子の重量平均分子量の減少につれて、研磨用組成物の分散安定性が向上する。

[0030] ポリエチレンオキサイド換算の水溶性高分子の重量平均分子量は、ゲル浸透クロマトグラフィー（Gel Permeation Chromatography, ＧＰＣ）によって測定することができる。

[0031] 水溶性高分子混合物を調製する工程で用いられる水は、研磨用組成物中の他の成分の働きを阻害しないことが好ましい。そのような水の例としては、例えば遷移金属イオンの合計含有量が１００ｐｐｂ以下の水が挙げられる。水の純度は、例えば、イオン交換樹脂を用いる不純物イオンの除去、フィルターによる異物の除去、蒸留等の操作によって高めることができる。具体的には、例えば、イオン交換水、純水、超純水、又は蒸留水を用いることが好ましい。なお、研磨用組成物の製造方法において、水溶性高分子混合物を調製する工程以外の工程でも、同様の品質の水が用いられることが好ましい。

[0032] 水溶性高分子混合物を調製する工程では、混合容器内で水溶性高分子の粉体と水とが混合される。混合容器は、撹拌機又は分散機を備えることが好ま

しい。撹拌機又は分散機としては、例えば、翼式攪拌機、超音波分散機、及びホモミキサーが挙げられる。混合容器の容量は、生産効率及び品質の安定性を考慮して、例えば１０～１００００Ｌであることが好ましい。混合容器は樹脂製であることが好ましい。混合容器は金属製であってもよいが、研磨用組成物への金属不純物の混入を抑制するためには、混合容器の少なくとも内面は樹脂層で覆われていることが好ましい。

[0033] 水溶性高分子混合物中における水溶性高分子の含有量は、水溶性高分子と水との合計質量を１００としたとき、好ましくは０．０２質量％以上、より好ましくは０．０５質量％以上、更に好ましくは０．１質量％以上である。水溶性高分子の含有量の増大につれて、研磨用組成物中の水溶性高分子の含有量を高く設定することができる。

[0034] 水溶性高分子混合物中における水溶性高分子の含有量は、水溶性高分子と水との合計質量を１００としたとき、１０質量％以下であることが好ましく、より好ましくは５質量％以下であり、更に好ましくは３質量％以下である。水溶性高分子の含有量の減少につれて、水溶性高分子の分散性が向上する。

[0035] 水溶性高分子混合物は、塩基性であることが好ましい。水溶性高分子混合物のｐＨは２５℃での測定で、８以上であることが好ましく、より好ましくは９以上である。水溶性高分子混合物のｐＨが高くなるにつれて、水溶性高分子混合物とシリカ粒子混合物との混合の際にシリカ粒子の分散性が保たれ易くなる。

[0036] 水溶性高分子混合物のｐＨは２５℃での測定で、１２以下が好ましく、より好ましくは１０．５以下である。水溶性高分子混合物のｐＨが低くなるにつれて、シリカ粒子の溶解が抑制される。

[0037] 水溶性高分子混合物のｐＨは、塩基性化合物を水溶性高分子混合物に添加することで調整される。塩基性化合物としては、シリカ粒子混合物の原料として用いられる塩基性化合物と同じものが好適である。

[0038] 水溶性高分子混合物は、その混合物中に含まれる異物又は凝集物を削減す

るためにろ過されることが好ましい。ろ過は、フィルターを用いる常法によって実施することができる。ろ過で用いるフィルターの材質及び構造は特に限定されるものではない。フィルターの材質としては、例えば、セルロース、ポリアミド、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリプロピレン、ポリテトラフルオロエチレン（ＰＴＦＥ）、ポリカーボネート、及びガラスが挙げられる。フィルターの構造としては、例えばデプスフィルター、プリーツフィルター、及びメンブレンフィルターが挙げられる。

[0039] ろ過で用いるフィルターは、目開きを基準に選択することができる。フィルターの目開きは０．０５μｍ以上であることが好ましく、より好ましくは０．１μｍ以上、更に好ましくは０．２μｍ以上である。フィルターの目開きが大きいほどろ過効率が向上する。

[0040] フィルターの目開きは１００μｍ以下であることが好ましく、より好ましくは２０μｍ以下、更に好ましくは１０μｍ以下、一層好ましくは５μｍ以下、より一層好ましくは２μｍ以下、最も好ましくは１μｍ以下である。フィルターの目開きが小さくなるにつれて、より品質の高い研磨用組成物が得られる。

[0041] なお、フィルターの目開きは、フィルターメーカーにより公称値が提示されている。

[0042] 水溶性高分子混合物のろ過は、常圧状態で行われる自然ろ過であってもよいし、吸引ろ過、加圧ろ過、又は遠心ろ過で行なってもよい。

[0043] 水溶性高分子混合物を調製する工程で得られた水溶性高分子混合物は、シリカ粒子混合物と混合される。

[0044] シリカ粒子混合物は、シリカ粒子、塩基性化合物、及び水を混合して調製される。シリカ粒子混合物は、水溶性高分子混合物を調製する工程とは異なる工程で調製される。シリカ粒子混合物を調製する工程では、混合容器内でシリカ粒子、塩基性化合物、及び水が混合される。シリカ粒子混合物を調製する工程において、各原料の混合順序は特に限定されない。シリカ粒子混合物を調製する工程では、原料としてシリカ粒子の水分散液を用いてもよいし

、塩基性化合物の水溶液を用いてもよい。すなわち、シリカ粒子混合物を調製する工程では、混合容器内にまず単独で供給した水にその他の原料を混合してもよいし、シリカ粒子の水分散液又は塩基性化合物の水溶液をまず混合容器内に供給し、その後にその他の原料を混合してもよい。

[0045] シリカ粒子混合物を調製する工程で用いられる混合容器は、水溶性高分子混合物を調製する工程で用いられる混合容器と同様のものが可能であるため、その詳細な説明を省略する。

[0046] シリカ粒子は、研磨対象面を機械的に研磨する働きを有する。シリカ粒子としては、例えば、コロイダルシリカ、フュームドシリカ、及びゾルゲル法シリカが挙げられる。シリカ粒子は、一種を単独で用いてもよいし、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0047] シリカ粒子の中でも、コロイダルシリカ又はフュームドシリカを使用した場合、特にコロイダルシリカを使用した場合には、シリコン基板の研磨面に発生するスクラッチが減少する。

[0048] シリカ粒子の平均一次粒子径は５ｎｍ以上であることが好ましく、より好ましくは１０ｎｍ以上、さらに好ましくは２０ｎｍ以上である。シリカ粒子の平均一次粒子径の増大につれて、研磨速度が向上する。

[0049] シリカ粒子の平均一次粒子径は１００ｎｍ以下であることが好ましく、より好ましくは７０ｎｍ以下、さらに好ましくは５０ｎｍ以下である。シリカ粒子の平均一次粒子径の減少につれて、研磨用組成物の分散安定性が向上する。

[0050] シリカ粒子の一次粒子径は、例えば株式会社日立ハイテクノロジーズ製Ｓ－４７００等の走査型電子顕微鏡により撮影される写真に基づいて算出できる。例えば、倍率１００００～５００００倍で撮影されたシリカ粒子の電子顕微鏡写真から所定数（例えば、１００個以上）のシリカ粒子の画像を無作為に選択する。選択したシリカ粒子の画像の面積を計測し、その面積と同じ面積の円の直径をシリカ粒子の一次粒子径として求める。シリカ粒子の平均一次粒子径は、こうして求められる一次粒子径の平均値（体積基準の積算分

率における５０％粒子径）として算出される。なお、一次粒子径及び平均一次粒子径の算出は市販の画像解析装置を用いて行うことができる。

[0051] シリカ粒子の平均二次粒子径は１０ｎｍ以上であることが好ましく、より好ましくは２０ｎｍ以上、更に好ましくは３０ｎｍ以上である。シリカ粒子の平均二次粒子径の増大につれて、研磨速度が向上する。シリカ粒子の平均二次粒子径は２００ｎｍ以下であることが好ましく、より好ましくは１５０ｎｍ以下、更に好ましくは１００ｎｍ以下である。シリカ粒子の平均二次粒子径の減少につれて、研磨用組成物の分散安定性が向上する。なお、シリカ粒子の平均二次粒子径は、例えば、大塚電子社製のＦＰＡＲ－１０００を用いた動的光散乱法により測定することができる。

[0052] シリカ粒子混合物中におけるシリカ粒子の含有量は、シリカ粒子、塩基性化合物、及び水の合計量を１００としたとき、好ましくは１質量％以上、より好ましくは３質量％以上、更に好ましくは５質量％以上である。シリカ粒子の含有量の増大につれて、研磨用組成物中のシリカ粒子の含有量を高く設定することができる。

[0053] シリカ粒子混合物中におけるシリカ粒子の含有量は、シリカ粒子、塩基性化合物、及び水の合計量を１００としたとき、好ましくは５０質量％以下、より好ましくは４０質量％以下、更に好ましくは３０質量％以下である。シリカ粒子の含有量の減少につれて、水溶性高分子混合物との混合の際にシリカ粒子の分散性が保たれ易くなる。

[0054] 塩基性化合物は、研磨対象面を化学的に研磨する働きを有する。また、塩基性化合物は、研磨用組成物の分散安定性を向上させる働きを有する。

[0055] 塩基性化合物としては、例えば、アルカリ金属の水酸化物、水酸化第四級アンモニウム又はその塩、アンモニア、及びアミンが挙げられる。アルカリ金属の水酸化物としては、例えば、水酸化カリウム、及び水酸化ナトリウムが挙げられる。水酸化第四級アンモニウム又はその塩としては、例えば、水酸化テトラメチルアンモニウム、水酸化テトラエチルアンモニウム、及び水酸化テトラブチルアンモニウムが挙げられる。アミンとしては、例えば、メ

チルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、エチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、エチレンジアミン、モノエタノールアミン、Ｎ－（β－アミノエチル）エタノールアミン、ヘキサメチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、無水ピペラジン、ピペラジン六水和物、１－（２－アミノエチル）ピペラジン、Ｎ－メチルピペラジン、及びグアニジンが挙げられる。

[0056] 塩基性化合物は、一種を単独で用いてもよいし、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0057] 塩基性化合物は、好ましくはアンモニア、アルカリ金属の水酸化物、及び第四級アンモニウム水酸化物から選ばれる少なくとも一種である。

[0058] 塩基性化合物は、より好ましくはアンモニア、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化テトラメチルアンモニウム、及び水酸化テトラエチルアンモニウムから選ばれる少なくとも一種であり、更に好ましくはアンモニア及び水酸化テトラメチルアンモニウムの少なくとも一方であり、最も好ましくはアンモニアである。

[0059] シリカ粒子混合物中における塩基性化合物の含有量は、シリカ粒子、塩基性化合物、及び水の合計量を１００としたとき、好ましくは０．０１質量％以上、より好ましくは０．０５質量％以上、更に好ましくは０．１質量％以上である。塩基性化合物の含有量の増大につれて、水溶性高分子混合物との混合の際にシリカ粒子の分散性が保たれ易くなる。

[0060] シリカ粒子混合物中における塩基性化合物の含有量は、シリカ粒子、塩基性化合物、及び水の合計量を１００としたとき、好ましくは１０質量％以下、より好ましくは５質量％以下、更に好ましくは３質量％以下である。塩基性化合物の含有量の減少につれて、研磨用組成物中の塩基性化合物の含有量を低く設定することができる。

[0061] シリカ粒子混合物中の水は、シリカ粒子の分散媒、及び塩基性化合物の溶媒として働く。シリカ粒子混合物を調製する工程で用いられる水は、水溶性高分子混合物を調製する工程で用いられる水と同様のものが可能であるため

、その詳細な説明を省略する。

[0062] シリカ粒子混合物を調製する工程で得られたシリカ粒子混合物は、水溶性高分子混合物と混合される。本実施形態におけるシリカ粒子混合物と水溶性高分子混合物との混合は、混合容器内にシリカ粒子混合物を供給する工程と、同じ混合容器内に水溶性高分子混合物を供給する工程とを含む。ここで用いられる混合容器は、水溶性高分子混合物を調製する工程で用いられる混合容器と同様のものが可能であるため、その詳細な説明を省略する。

[0063] 本実施形態では、シリカ粒子混合物を混合容器に供給する工程が完了した後に、水溶性高分子混合物を供給する工程が開始される。なお、シリカ粒子混合物を供給する工程の完了とは、混合容器にシリカ粒子混合物を供給する配管に備えられた供給用ポンプを停止した時点、配管に備えられた弁を閉じた時点、又は供給するシリカ粒子混合物がなくなった時点をいう。

[0064] 撹拌機又は分散機による混合容器内の撹拌操作又は分散操作は、シリカ粒子混合物を混合容器に供給する工程、及び水溶性高分子混合物を混合容器に供給する工程において継続して行ってもよいし、断続的に行ってもよい。混合容器内の撹拌操作又は分散操作は、シリカ粒子混合物を供給する工程が完了した後から水溶性高分子混合物を供給する工程が完了するまで継続されることが好ましい。更に、混合容器内の撹拌操作又は分散操作は、より分散性の高い研磨用組成物を得るために、水溶性高分子混合物を供給する工程が完了した後も、継続されることが好ましい。

[0065] シリカ粒子混合物を供給する工程、及び水溶性高分子混合物を供給する工程の供給速度は、例えば、供給の効率やポンプ等の供給設備に応じて設定される。

[0066] 水溶性高分子混合物を供給する工程における水溶性高分子の供給速度は、シリカ粒子１００質量部に対して、好ましくは１質量部／分以上であり、より好ましくは３質量部／分以上であり、更に好ましくは５質量部／分以上である。水溶性高分子の供給速度の上昇につれて、水溶性高分子混合物を供給する工程に要する時間を短縮できる。

[0067] 水溶性高分子混合物を供給する工程における水溶性高分子の供給速度は、シリカ粒子１００質量部に対して、好ましくは５０質量部／分以下であり、より好ましくは２０質量部／分以下であり、更に好ましくは１０質量部／分以下である。水溶性高分子の供給速度の低下につれて、水溶性高分子を分散させることが容易となる。

[0068] シリカ粒子混合物及び水溶性高分子混合物の少なくとも一方は、上記以外の成分を含有してもよい。また、研磨用組成物の製造方法は、シリカ粒子混合物及び水溶性高分子混合物以外のもの、例えば、界面活性剤、有機酸、有機酸塩、無機酸、無機酸塩、及びキレート剤を混合容器に供給する供給工程を有していてもよい。

[0069] 界面活性剤は、研磨用組成物の分散性や研磨性能を向上させる働きを有する。

[0070] 界面活性剤としては、例えば、重量平均分子量が１０００未満のイオン性又はノニオン性の界面活性剤が挙げられる。界面活性剤の中でも、ノニオン性界面活性剤が好適に用いられる。

[0071] ノニオン性界面活性剤の例としては、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等のオキシアルキレン重合体、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセルエーテル脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル等のポリオキシアルキレン付加物等が挙げられる。より具体的には、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシエチレンプロピルエーテル、ポリオキシエチレンブチルエーテル、ポリオキシエチレンペンチルエーテル、ポリオキシエチレンヘキシルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルエーテル、ポリオキシエチレン－２－エチルヘキシルエーテル、ポリオキシエチレンノニルエーテル、ポリオキシエチレンデシルエーテル、ポリオキシエチレンイソデシルエーテル、ポリオキシエチレントリデシルエーテル、ポリオキシエチレンラウ

リルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンイソステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルアミン、ポリオキシエチレンステアリルアミン、ポリオキシエチレンオレイルアミン、ポリオキシエチレンステアリルアミド、ポリオキシエチレンオレイルアミド、ポリオキシエチレンモノラウリン酸エステル、ポリオキシエチレンモノステアリン酸エステル、ポリオキシエチレンジステアリン酸エステル、ポリオキシエチレンモノオレイン酸エステル、ポリオキシエチレンジオレイン酸エステル、モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノパルミチン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン、トリオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、及びアセチレングリコールが挙げられる。

[0072] 界面活性剤は、一種を単独で用いてもよく、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0073] 有機酸としては、例えば、ギ酸、酢酸、プロピオン酸等の脂肪酸、安息香酸、フタル酸等の芳香族カルボン酸、クエン酸、シュウ酸、酒石酸、リンゴ酸、マレイン酸、フマル酸、コハク酸、有機スルホン酸、及び有機ホスホン酸が挙げられる。有機酸塩としては、例えば、有機酸のナトリウム塩、カリウム塩等のアルカリ金属塩、並びにアンモニウム塩が挙げられる。

[0074] 無機酸としては、例えば、硫酸、硝酸、塩酸、及び炭酸が挙げられる。無機酸塩としては、例えば、無機酸のナトリウム塩、カリウム塩等のアルカリ金属塩、並びにアンモニウム塩が挙げられる。

[0075] 有機酸及びその塩、並びに無機酸及びその塩は、一種を単独で用いてもよ

く、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0076] シリカ粒子混合物と水溶性高分子混合物を混合して得られた混合物は、混合容器から排出された後に、ろ過工程でろ過されることが好ましい。ろ過工程は、フィルターを用いる常法によって実施することができる。ろ過工程は、水溶性高分子混合物のろ過と同様に行うことができる。ろ過工程で用いるフィルターの目開きは、０．０５μｍ以上であることが好ましく、より好ましくは０．１μｍ以上である。フィルターの目開きが大きいほどろ過効率が向上する。ろ過工程で用いるフィルターの目開きは、１μｍ以下であることが好ましく、より好ましくは０．４５μｍ以下、更に好ましくは０．２μｍ以下である。フィルターの目開きが小さくなるにつれて、より品質の高い研磨用組成物が得られ易くなる。

[0077] 本実施形態の研磨用組成物は、搬送又は保管用の容器内に収容される。研磨用組成物を使用する際には、水又塩基性水溶液で希釈される。塩基性水溶液は、上記塩基性化合物を水に溶解したものを用いることができる。希釈倍率は、好ましくは２倍以上であり、より好ましくは５倍以上であり、更に好ましくは１０倍以上である。上記希釈倍率が増大することにつれて、希釈する前の研磨用組成物の輸送コストが安価になるとともに、保管場所を節約することができる。希釈倍率は、好ましくは１００倍以下であり、より好ましくは５０倍以下であり、更に好ましくは４０倍以下である。上記希釈倍率が減少するにつれて、希釈する前の研磨用組成物の安定性が保たれ易くなる。

[0078] 希釈する前の研磨用組成物のｐＨは、１０～１２の範囲であることが好ましく、希釈した後の使用時の研磨用組成物のｐＨは、１０～１１の範囲であることが好ましい。

[0079] 使用時（希釈した後）の研磨用組成物中における水溶性高分子の含有量は、０．００２質量％以上であることが好ましく、より好ましくは０．００４質量％以上、更に好ましくは０．００６質量％以上である。水溶性高分子の含有量の増大につれて、研磨面の濡れ性がより高まる。

[0080] 使用時の研磨用組成物中における水溶性高分子の含有量は、０．５質量％

以下であることが好ましく、より好ましくは０．２質量％以下、更に好ましくは０．１質量％以下である。水溶性高分子の含有量の減少につれて、研磨用組成物の分散安定性が確保され易くなる。

[0081] 使用時の研磨用組成物中におけるシリカ粒子の含有量は、０．１質量％以上であることが好ましく、より好ましくは０．２質量％以上、更に好ましくは０．３質量％以上である。シリカ粒子の含有量の増大につれて、研磨速度が向上する。

[0082] 使用時の研磨用組成物中におけるシリカ粒子の含有量は、１０質量％以下であることが好ましく、より好ましくは８質量％以下、更に好ましくは６質量％以下である。シリカ粒子の含有量の減少につれて、研磨用組成物の分散安定性が向上する。

[0083] 使用時の研磨用組成物中における塩基性化合物の含有量は、０．００１質量％以上であることが好ましく、より好ましくは０．００２質量％以上、更に好ましくは０．００３質量％以上である。塩基性化合物の含有量の増大につれて、研磨対象面を化学的に研磨する働きが高まり、また研磨用組成物の分散安定性が確保され易くなる。

[0084] 使用時の研磨用組成物中における塩基性化合物の含有量は、１．０質量％以下であることが好ましく、より好ましくは０．５質量％以下、更に好ましくは０．２質量％以下である。塩基性化合物の含有量の減少につれて、研磨面の平滑性が向上する。

[0085] 研磨用組成物を用いた研磨には、例えば、片面研磨装置や両面研磨装置を用いることができる。研磨に用いられる研磨パッドは、その材質、硬度や厚み等の物性等について特に限定されない。研磨パッドは、例えば、ポリウレタンタイプ、不織布タイプ、及びスウェードタイプのいずれのタイプであってもよい。また、研磨パッドは、砥粒を含んでも、砥粒を含まなくてもよい。

[0086] 最終研磨工程後のシリコン基板は、例えばリンス工程が行われた後に薬液洗浄されて乾燥され、これにより、研磨製品としての半導体用基板であるシ

リコン基板が得られる。リンス工程では、例えば、前述の水溶性高分子、界面活性剤などを含有するリンス用組成物、又は水が用いられる。

[0087] 次に、研磨用組成物の製造方法の作用について説明する。

[0088] シリコン基板の研磨面において、ＬＰＤ－Ｎと呼ばれる欠陥の個数の増加は、研磨用組成物の原料として用いられる水溶性高分子の粉体を原因とする場合がある。この点、本発明者らは、水溶性高分子の粉体中に含まれる粒子径の小さい粒子がＬＰＤ－Ｎに関係していることを見出した。そして、本実施形態の研磨用組成物の製造方法は、５０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が４０体積％以下である水溶性高分子の粉体と、水とを混合して水溶性高分子混合物を調製する工程を有している。すなわち、粒子径の小さい粒子の含有量が低い水溶性高分子の粉体を用いることで、ＬＰＤ－Ｎの原因となる物質の発生や、ＬＰＤ－Ｎの原因となる物質が研磨面に残存することが抑制されると推測される。

[0089] 以上詳述した本実施形態によれば、次のような効果が発揮される。

[0090] （１）研磨用組成物の製造方法は、５０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が４０体積％以下である水溶性高分子の粉体と、水とを混合して水溶性高分子混合物を調製する工程を有する。この製造方法で得られた研磨用組成物によれば、ＬＰＤ－Ｎを低減させることが容易となる。

[0091] （２）水溶性高分子の粉体中の１０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が１体積％未満である場合、ＬＰＤ－Ｎを更に低減させることが容易となる。

[0092] （３）水溶性高分子混合物が塩基性であることで、水溶性高分子混合物と例えばシリカ粒子混合物を混合して得られる研磨用組成物により、ＬＰＤ－Ｎを低減させることが容易となる。

[0093] （４）研磨用組成物の製造方法は、水溶性高分子混合物とシリカ粒子混合物を混合する工程を有する。この製造方法で得られた研磨用組成物によれば、塩基性化合物による化学的な研磨とシリカ粒子による機械的な研磨を発揮しつつ、ＬＰＤ－Ｎを低減させることが容易となる。

[0094] （５）シリコン基板を研磨する用途、特にシリコン基板を最終研磨する用途に研磨用組成物を用いることで、ＬＰＤ－Ｎを低減したシリコン基板を得ることが容易となる。

[0095] （変更例）

前記実施形態は、次のように変更されてもよい。

[0096] ・前記水溶性高分子混合物を供給する工程は、シリカ粒子混合物を供給する工程が完了した後に開始する代わりに、シリカ粒子混合物を供給する工程が開始されてから完了するまでの間に開始されてもよい。

[0097] ・水溶性高分子混合物を供給する工程は、シリカ粒子混合物を供給する工程と同時に開始されてもよい。あるいは、水溶性高分子混合物を供給する工程が開始された後に、シリカ粒子混合物を供給する工程が開始されてもよい。

[0098] ・前記水溶性高分子混合物は、塩基性ではなく、中性であってもよい。

[0099] ・前記研磨用組成物の製造方法は、希釈してから使用される研磨用組成物の製造ではなく、各成分を使用時に好ましい量で含有して希釈せずに使用することができる研磨用組成物の製造に適用されてもよい。

[0100] ・前記研磨用組成物の製造方法で得られた研磨用組成物は、研磨に使用した後の使用済みの研磨用組成物に添加する用途で用いることもできる。

[0101] ・前記研磨用組成物は、シリコン基板以外の研磨対象物を研磨する用途で使用されてもよい。シリコン基板以外の研磨対象物としては、例えば、ステンレス鋼等の金属、酸化シリコン基板、プラスチック基板、ガラス基板、及び石英基板が挙げられる。

[0102] ・研磨用組成物は、シリカ粒子以外の砥粒を含有することもできる。シリカ粒子以外の砥粒としては、例えば、アルミナ粒子、ジルコニア粒子、セリア粒子、及びチタニア粒子が挙げられる。シリカ粒子とその他の粒子とを併用してもよい。砥粒は、表面が化学修飾されていてもよい。研磨用組成物にシリカ粒子以外の砥粒を含有させる場合、混合容器に砥粒を供給する工程は、水溶性高分子混合物を混合容器に供給する工程の前又は後に実施されても

よいし、水溶性高分子混合物を供給する工程と同時に実施されてもよい。

[0103] 上記実施形態から把握できる技術的思想について以下に記載する。

[0104] （Ｉ）前記シリカ粒子混合物を混合容器内に供給する工程と、同じ混合容器内に前記水溶性高分子混合物を供給する工程とをさらに有する研磨用組成物の製造方法。

[0105] （ＩＩ）前記水溶性高分子混合物を混合容器内に供給する工程は、前記シリカ粒子混合物を混合容器内に供給する工程の開始後に開始される研磨用組成物の製造方法。

実施例

[0106] 次に、実施例及び比較例を挙げて前記実施形態を具体的に説明する。

[0107] （実施例１～４、及び比較例１）

実施例１～４及び比較例１では、第１段階として、撹拌機を備える混合容器内にシリカ粒子混合物を供給し、その完了後に、第２段階として、同じ混合容器内に水溶性高分子混合物をさらに供給した。こうして得られた混合物である研磨用組成物を均一になるまで継続して撹拌した。

[0108] シリカ粒子混合物は、ｐＨ７．０のコロイダルシリカ分散液（濃度２０質量％）と２９％アンモニア水とを混合することで製造した。シリカ粒子混合物のｐＨは、１０．３であった。シリカ粒子の平均一次粒子径は、株式会社日立製作所製の走査型電子顕微鏡“Ｓ－４７００”を用いて求めた結果、３５μｍであった。

[0109] 水溶性高分子混合物は、ジアルデヒド処理されたヒドロキシエチルセルロースの粉体と水と２９％アンモニア水とを混合することで製造した。水溶性高分子混合物のｐＨは１０．０であった。

[0110]

[表1]

	第1段階	第2段階			欠陥(LPD−N)の個数
	工程の種類	工程の種類	50μm以下の粒子の含有量[体積%]	10μm以下の粒子の含有量[体積%]	
実施例1	A	B	35	0	5
実施例2	A	B	10	0	3
実施例3	A	B	2	0	2
実施例4	A	B	20	1	10
比較例1	A	B	70	1	20

表１の“工程の種類”欄に記載する“Ａ”は、シリカ粒子混合物を混合容器に供給する工程を示し、“Ｂ”は、水溶性高分子混合物を混合容器に供給する工程を示す。

[0111] 表１中の“５０μｍ以下の粒子の含有量”及び“１０μｍ以下の粒子の含有量”はそれぞれ、ヒドロキシエチルセルロースの粉体における５０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量及び１０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量を日機装株式会社製のＭｉｃｒｏｔｒａｃ　ＭＴ３０００（商品名）で測定した結果を示す。

[0112] 実施例１～４及び比較例１で得られた組成物を表２に示す条件でろ過した。

[0113] [表2]

ろ過方法:	吸引ろ過
吸引圧:	50kPa
ろ過時間:	5分
フィルターの種類:	東洋濾紙株式会社製　セルロース混合エステルタイプメンブレンフィルター、目開き5.0μm
フィルターの直径:	47mm

実施例１～４及び比較例１の各研磨用組成物を水で２０倍に希釈した。希釈後の研磨用組成物は、シリカ粒子の含有量が０．５質量％であり、アンモニアの含有量が０．０１質量％であり、ヒドロキシエチルセルロースの含有量が０．０１質量％であった。

[0114] 次に、希釈後の研磨用組成物を用いて、シリコン基板の表面を表３に記載

の条件で研磨した。シリコン基板は、直径が３００ｍｍ、伝導型がＰ型、結晶方位が＜１００＞、抵抗率が０．１Ω・ｃｍ以上１００Ω・ｃｍ未満であり、株式会社フジミインコーポレーテッド製の研磨スラリー（商品名：ＧＬＡＮＺＯＸ　１１０３）を用いて予備研磨したものであった。

[0115] [表3]

研磨条件	
研磨装置:	枚葉研磨機(PNX−332B(商品名)株式会社岡本工作機械製作所製)
研磨荷重:	15kPa
定盤の回転数:	30rpm
ヘッド回転数:	30rpm
研磨パッド:	POLYPAS(商品名)27NX(富士紡ホールディングス株式会社製)
研磨時間:	4min
研磨用組成物の温度:	20℃
研磨用組成物の供給速度:	500ml／min(掛け流し使用)

シリコン基板の研磨面におけるＬＰＤ－Ｎをケーエルエー・テンコール社製のウェーハ検査装置“Surfscan SP2”を用いて、同装置のＤＣＯモードで計測した。その結果を表１の“欠陥（ＬＰＤ－Ｎ）の個数”欄に示す。

[0116] 表１に示すように、実施例１～４におけるＬＰＤ－Ｎの個数は、比較例１の場合に比べて少なかった。

請求の範囲

[請求項1] ５０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が４０体積％以下である水溶性高分子の粉体と、水とを混合して水溶性高分子混合物を調製する工程を有することを特徴とする研磨用組成物の製造方法。

[請求項2] 前記水溶性高分子の粉体は、１０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が１体積％未満である請求項１に記載の研磨用組成物の製造方法。

[請求項3] 前記水溶性高分子混合物が塩基性である請求項１又は請求項２に記載の研磨用組成物の製造方法。

[請求項4] シリカ粒子、塩基性化合物、及び水を混合してなるシリカ粒子混合物を前記水溶性高分子混合物と混合する工程をさらに有する請求項３に記載の研磨用組成物の製造方法。

[請求項5] 前記研磨用組成物は、シリコン基板を研磨する用途に用いられる請求項１から請求項４のいずれか一項に記載の研磨用組成物の製造方法。

[請求項6] 前記研磨は、シリコン基板の最終研磨である請求項５に記載の研磨用組成物の製造方法。

[請求項7] ５０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が４０体積％以下である水溶性高分子の粉体と、水とを混合して水溶性高分子混合物を得る工程を通じて製造されることを特徴とする研磨用組成物。

[請求項8] 前記水溶性高分子の粉体は、１０μｍ以下の粒子径を有する粒子の含有量が１体積％未満である請求項７に記載の研磨用組成物。

[請求項9] 前記水溶性高分子混合物が塩基性である請求項７又は請求項８に記載の研磨用組成物。

[請求項10] シリカ粒子、塩基性化合物、及び水を混合してなるシリカ粒子混合物を前記水溶性高分子混合物と混合する工程をさらに通じて製造される請求項９に記載の研磨用組成物。

[請求項11] 前記研磨用組成物は、シリコン基板を研磨する用途に用いられる請

求項７から請求項１０のいずれか一項に記載の研磨用組成物。

［請求項12］ 前記研磨は、シリコン基板の最終研磨である請求項１１に記載の研磨用組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2013/077333

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C09K3/14(2006.01)i, *B24B37/00*(2012.01)i, *H01L21/304*(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C09K3/14, B24B37/00, H01L21/304

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2010-034509 A (Fujimi Inc.), 12 February 2010 (12.02.2010), claims; paragraphs [0016], [0021], [0041], [0045], [0052] & JP 2012-89862 A & US 2010/0003821 A1 & DE 102009031356 A1 & KR 10-2010-0004874 A & TW 201012885 A	1-12
X A	JP 2008-053415 A (Fujimi Inc.), 06 March 2008 (06.03.2008), claims; paragraphs [0014] to [0021], [0031] to [0040] & US 2008/0051010 A1 & US 2009/0137123 A1 & US 2012/0138851 A1 & US 2013/0040461 A1 & GB 2443286 A & DE 102007039910 A1 & CN 101130668 A & KR 10-2008-0018823 A & TW 200813207 A	1-5,7-11 6,12

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
28 October, 2013 (28.10.13)	05 November, 2013 (05.11.13)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2013/077333

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2004-128089 A (Fujimi Inc.), 22 April 2004 (22.04.2004), claims; paragraphs [0016], [0062], [0069] & US 2004/0098924 A1 & US 2007/0186485 A1 & US 2007/0186486 A1 & EP 1424727 A1 & KR 10-2004-0032051 A	1-12
X	JP 2011-061089 A (Kao Corp.), 24 March 2011 (24.03.2011), claims; paragraphs [0024], [0031] to [0033], [0080], [0083] (Family: none)	1-12
X	JP 2009-035701 A (Kao Corp.), 19 February 2009 (19.02.2009), claims; paragraphs [0026], [0062], [0065] to [0067] & US 2011/0059683 A1 & US 8110013 B2 & GB 2443047 A & GB 2473988 A & CN 101139446 A & CN 102153990 A & TW 200815572 A	1-12
X A	JP 2010-010167 A (JSR Corp.), 14 January 2010 (14.01.2010), claims; paragraphs [0029], [0041], [0059] to [0064] (Family: none)	1-4,7-10 5,6,11,12
X	JP 2011-097045 A (Nitta Haas Inc.), 12 May 2011 (12.05.2011), paragraphs [0041], [0049], [0073] to [0080] (Family: none)	1-12
X	JP 2008-235491 A (Nitta Haas Inc.), 02 October 2008 (02.10.2008), claims; paragraphs [0010], [0027], [0035], [0045], [0046], [0064] (Family: none)	1-12
X A	WO 2012/105651 A1 (Nitta Haas Inc.), 09 August 2012 (09.08.2012), paragraphs [0001], [0016], [0031], [0037], [0046]; claims & TW 201235456 A	1-3,5,7-9,11 4,6,10,12
X A	JP 2010-017841 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 28 January 2010 (28.01.2010), claims; paragraphs [0018], [0025], [0040] to [0042] & US 2010/0243950 A1 & EP 2289667 A1 & WO 2009/150938 A1 & CN 101821058 A & KR 10-2011-0026406 A & TW 201002795 A	1-4,7-10 5,6,11,12

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2013/077333

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2006-186384 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 13 July 2006 (13.07.2006), claims (Family: none)	1-12
A	JP 10-309660 A (Tokuyama Corp.), 24 November 1998 (24.11.1998), claims & US 6354913 B1 & EP 933166 A1 & WO 1998/050200 A1 & TW 434094 B & KR 10-2000-0023851 A	1-12

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１３／０７７３３３

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C09K3/14(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, H01L21/304(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C09K3/14, B24B37/00, H01L21/304

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１３年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１３年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１３年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	JP 2010-034509 A（株式会社フジミインコーポレーテッド）2010.02.12, 【特許請求の範囲】,【００１６】,【００２１】,【００４１】,【００４５】, 【００５２】 & JP 2012-89862 A & US 2010/0003821 A1 & DE 102009031356 A1 & KR 10-2010-0004874 A & TW 201012885 A	1-12

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
２８．１０．２０１３	０５．１１．２０１３

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
郵便番号１００－８９１５
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｚ　４８７０
福山　則明
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４８０

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X A	JP 2008-053415 A (株式会社フジミインコーポレーテッド) 2008.03.06, 【特許請求の範囲】,【００１４】－【００２１】,【００３１】－【００４０】 & US 2008/0051010 A1 & US 2009/0137123 A1 & US 2012/0138851 A1 & US 2013/0040461 A1 & GB 2443286 A & DE 102007039910 A1 & CN 101130668 A & KR 10-2008-0018823 A & TW 200813207 A	1-5,7-11 6,12
X	JP 2004-128089 A (株式会社フジミインコーポレーテッド) 2004.04.22, 【特許請求の範囲】,【００１６】,【００６２】,【００６９】 & US 2004/0098924 A1 & US 2007/0186485 A1 & US 2007/0186486 A1 & EP 1424727 A1 & KR 10-2004-0032051 A	1-12
X	JP 2011-061089 A (花王株式会社) 2011.03.24, 【特許請求の範囲】,【００２４】,【００３１】－【００３３】,【００８０】, 【００８３】 (ファミリーなし)	1-12
X	JP 2009-035701 A (花王株式会社) 2009.02.19, 【特許請求の範囲】,【００２６】,【００６２】,【００６５】－【００６７】 & US 2011/0059683 A1 & US 8110013 B2 & GB 2443047 A & GB 2473988 A & CN 101139446 A & CN 102153990 A & TW 200815572 A	1-12
X A	JP 2010-010167 A (ＪＳＲ株式会社) 2010.01.14, 【特許請求の範囲】,【００２９】,【００４１】,【００５９】－【００６４】 (ファミリーなし)	1-4,7-10 5,6,11,12
X	JP 2011-097045 A (ニッタ・ハース株式会社) 2011.05.12, 【００４１】,【００４９】,【００７３】－【００８０】 (ファミリーなし)	1-12
X	JP 2008-235491 A (ニッタ・ハース株式会社) 2008.10.02, 【特許請求の範囲】,【００１０】,【００２７】,【００３５】,【００４５】, 【００４６】,【００６４】 (ファミリーなし)	1-12
X A	WO 2012/105651 A1 (ニッタ・ハース株式会社) 2012.08.09, ［０００１］,［００１６］,［００３１］,［００３７］,［００４６］, 請求の範囲 & TW 201235456 A	1-3,5,7-9,11 4,6,10,12

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X A	JP 2010-017841 A (信越化学工業株式会社) 2010.01.28, 【特許請求の範囲】,【００１８】,【００２５】,【００４０】－【００４２】 & US 2010/0243950 A1 & EP 2289667 A1 & WO 2009/150938 A1 & CN 101821058 A & KR 10-2011-0026406 A & TW 201002795 A	1-4,7-10 5,6,11,12
A	JP 2006-186384 A (日立化成工業株式会社) 2006.07.13, 【特許請求の範囲】 (ファミリーなし)	1-12
A	JP 10-309660 A (株式会社トクヤマ) 1998.11.24, 【特許請求の範囲】 & US 6354913 B1 & EP 933166 A1 & WO 1998/050200 A1 & TW 434094 B & KR 10-2000-0023851 A	1-12