

(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
2012 年 3 月 22 日(22.03.2012)

PCT

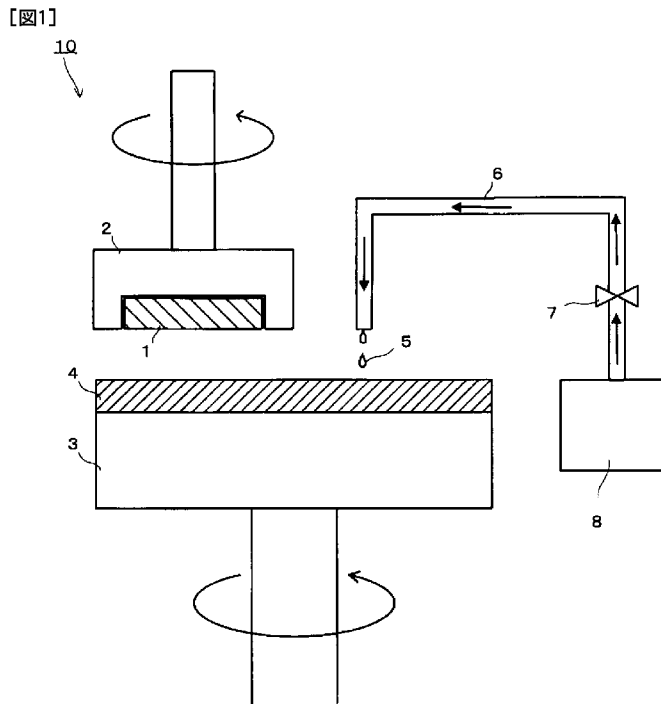
(10) 国際公開番号
WO 2012/036087 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/304 (2006.01) B24B 37/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/070619
- (22) 国際出願日: 2011 年 9 月 9 日(09.09.2011)
- (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 2010-206500 2010 年 9 月 15 日(15.09.2010) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 旭硝子株式会社 (Asahi Glass Company, Limited.) [JP/JP]; 〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目 5 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 竹宮 聡 (TAKEMIYA Satoshi) [JP/JP]; 〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目 5 番 1 号 旭硝子株式会社内 Tokyo (JP). 吉田 伊織 (YOSHIDA Iori) [JP/JP]; 〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目 5 番 1 号 旭硝子株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 小栗 昌平, 外 (OGURI Shohei et al.); 〒1050003 東京都港区西新橋一丁目 7 番 1 3 号 虎ノ門イーストビルディング 10 階 栄光特許事務所 Tokyo (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, 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, IS, JP, KE, KG, KM, 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, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, 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, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, 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

[続葉有]

(54) Title: POLISHING AGENT AND POLISHING METHOD

(54) 発明の名称: 研磨剤および研磨方法



(57) Abstract: The present invention relates to a polishing agent (5) for chemical mechanical polishing of a surface to be polished on an object (1) to be polished. The polishing agent has a pH of 8.5-12.0 and contains: silicon oxide particles having an average particle diameter (D50) of 20-150 nm and a 90% particle diameter (D90) to 10% particle diameter (D10) ratio (D90/D10) of 1.6-10.0; an oxidant; and water.

(57) 要約: 本発明は、研磨対象物(1)の被研磨面を化学的機械的に研磨するための研磨剤(5)であって、平均粒径(D50)が20~150nmであり、かつ90%粒径(D90)と10%粒径(D10)との比(D90/D10)が1.6~10.0である酸化ケイ素粒子と、酸化剤と、水を含有し、pHが8.5~12.0である研磨剤に関する。

(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). 添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：研磨剤および研磨方法

技術分野

[0001] 本発明は、研磨対象物の被研磨面を化学的機械的に研磨するための研磨剤および研磨方法に関する。より詳しくは、炭化ケイ素基板等の仕上げ研磨に適した化学的機械的研磨用研磨剤、およびそれを用いた研磨方法に関する。

背景技術

[0002] 電気エネルギーの低損失化および高性能化がなされた電子デバイス（パワーデバイス）は、消費電力の大幅節減に直接寄与するため、近年多くの分野で利用されつつある。そして、パワーデバイス用の基材として、シリコンに代わり、炭化ケイ素（S i C）や窒化ガリウム（G a N）等の化合物半導体材料の使用が検討されている。

[0003] S i Cの基板には、G a N等の結晶薄膜がエピタキシャル成長により形成されてデバイス化されるため、結晶学的に低欠陥で高品質な基板表面を得ることが重要とされている。そして、低欠陥・高平滑な表面を得るために、化学的機械的研磨（Chemical Mechanical Polishing：以下、CMPということもある。）技術が注目されている。

[0004] S i C基板（S i Cウェハ）は、以下に示すように製造される。すなわち、育成されたS i C単結晶のインゴットをウェハ状に切断し、グラインダーで厚みを調整した後、ダイヤモンド砥粒を含む研磨剤で表面を研磨（予備研磨）して、表面の平坦度を調整し、さらに表面を仕上げ研磨して、表面平坦度の高い基板（ウェハ）が製造される。

[0005] 仕上げ研磨では、予備研磨で基板表面に生じた加工変質層を化学的機械的研磨により除去するとともに、加工変質層の除去後に現れる基板表面を高度に平坦化・平滑化することが求められている。このようにS i C基板の品質を決める仕上げ研磨には、従来から酸化ケイ素微粒子が用いられてきた。しかしながら、S i CやG a Nはいずれも硬度が非常に高く、かつ化学的な安

定性も高いため、平坦性・平滑性を確保しながら高い研磨効率（研磨速度）で研磨することが難しく、研磨に要する時間が非常に長くなるという問題があった。

[0006] S i C基板の仕上げ研磨用の研磨剤として、例えば特許文献1には、コロイダルシリカを含有するpH4～9の研磨剤が示されているが、粒度分布の広さについては記載がなく、特許文献1に示された研磨剤では、S i C基板の研磨速度が低いため研磨時間が長くなるという問題があった。

[0007] また特許文献2には、酸化クロムからなる砥粒と酸化剤を含有する研磨剤が示されているが、この研磨剤は、環境有害性の高い酸化クロムを含有していることに加えて、研磨後のS i C基板の表面が酸化クロムによって汚染されるおそれがあるなど、環境汚染の観点からの問題があった。

[0008] さらに特許文献3には、コロイダルシリカとバナジン酸塩と酸化剤を含有する研磨剤が示されているが、この研磨剤を使用した場合もS i C基板の研磨速度が十分ではなく、所定の研磨量を得るためには研磨に要する時間が長くなるという問題があった。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：日本国特開2005-117027号公報

特許文献2：日本国特開2004-327952号公報

特許文献3：日本国特開2008-179655号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0010] 本発明は、このような問題を解決するためになされたものであり、S i C基板のような硬度が非常に高くかつ化学的安定性が高い研磨対象物の被研磨面を、より高速度で研磨するとともに、研磨後の表面平坦性および平滑性にも優れた研磨剤および研磨方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0011] 本発明は、以下の構成を有する研磨剤を提供する。

[0012] [1] 研磨対象物の被研磨面を化学的機械的に研磨するための研磨剤であって、平均粒径 (D_{50}) が $20 \sim 150 \text{ nm}$ であり、かつ 90% 粒径 (D_{90}) と 10% 粒径 (D_{10}) との比 (D_{90}/D_{10}) が $1.6 \sim 10.0$ である酸化ケイ素粒子と、酸化剤と、水を含有し、 pH が $8.5 \sim 12.0$ である研磨剤。[2] 無機塩と潤滑剤をさらに含有する、前記 [1] に記載の研磨剤。[3] 前記無機塩が、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、リン酸カリウムおよびリン酸ナトリウムからなる群より選ばれる少なくとも 1 種である、前記 [2] に記載の研磨剤。[4] 前記潤滑剤が、炭素数 $6 \sim 20$ の、アルキル基、アリール基およびアリール置換アルキル基から選ばれる少なくとも 1 種の炭化水素基を有するアミンの少なくとも 1 種である、前記 [2] に記載の研磨剤。[5] 前記潤滑剤が、オクチルアミン、ドデシルアミンおよびポリオキシエチレンラウリルアミンからなる群より選ばれる少なくとも 1 種である、前記 [4] に記載の研磨剤。[6] 前記酸化剤が、過酸化水素、過硫酸アンモニウムおよび過硫酸カリウムからなる群より選ばれる少なくとも 1 種である、前記 [1] ～ [5] のいずれかに記載の研磨剤。[7] 前記研磨対象物が、修正モース硬度が 10 以上の単結晶基板である、前記 [1] ～ [6] のいずれかに記載の研磨剤。[8] 前記研磨対象物が炭化ケイ素単結晶基板である、前記 [7] に記載の研磨剤。

[0013] また、本発明は、以下の構成を有する研磨方法を提供する。

[9] 前記 [1] ～ [8] のいずれかに記載の研磨剤を研磨パッドに供給し、研磨対象物の被研磨面と前記研磨パッドとを接触させて、両者間の相対運動により研磨する研磨方法。

[0014] なお、本発明において、「被研磨面」とは研磨対象物の研磨される面であり、例えば表面を意味する。

発明の効果

[0015] 本発明の研磨剤およびこれを用いた研磨方法によれば、炭化ケイ素 (SiC) 基板のような硬度が高い研磨対象物の被研磨面を、高い研磨速度で研磨

することができ、平坦かつ平滑で傷のない研磨後の表面を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]図1は、本発明の研磨方法に使用可能な研磨装置の一例を示す図である。

発明を実施するための形態

[0017] 以下に、本発明の実施の形態について説明する。

[0018] [研磨剤]

本発明に係る研磨剤は、研磨対象物の被研磨面を研磨するための研磨剤であって、平均粒径 (D_{50}) が $20 \sim 150 \text{ nm}$ であり、 90% 粒径 (D_{90}) と 10% 粒径 (D_{10}) との比 (D_{90}/D_{10}) が $1.6 \sim 10.0$ である酸化ケイ素粒子と、酸化剤と、水をそれぞれ含有する。そして、研磨剤の pH は $8.5 \sim 12.0$ の範囲となっている。本発明に係る研磨剤はスラリーの形状を有する。

[0019] 本発明において、平均粒径 (D_{50}) は、体積基準累積 50% 粒径である。この体積基準累積 50% 粒径 (D_{50}) は、体積基準で粒度分布を求め、全体積を 100% とした累積曲線において、累積値が 50% となる点の粒径である。なお、本明細書では、平均粒径 (D_{50}) を、単に平均粒径または D_{50} ということがある。

[0020] 同様に、 10% 粒径 (D_{10}) および 90% 粒径 (D_{90}) は、体積基準累積 10% 粒径および体積基準累積 90% 粒径であり、求められた粒度分布の全体積を 100% とした累積曲線において、累積値が 10% および 90% となる点の粒径を示す。したがって、 90% 粒径 (D_{90}) と 10% 粒径 (D_{10}) との比 (D_{90}/D_{10}) は、粒度分布の広さを示す指標とすることができる。 D_{90}/D_{10} の値が大きいほど、広い粒度分布を有する。また、 D_{90}/D_{10} が 1 に近いほど、単分散に近い粒度分布を有する。なお、本発明において、粒度分布は、レーザー散乱粒度分布測定装置で測定した頻度分布および累積体積分布曲線で求められる。そして、粒径の測定は、酸化ケイ素粒子を水媒体

中に分散させ、例えば日機装社製マイクロトラックUPAなどを用いて粒度分布を測定することにより行なわれる。

[0021] 本発明の研磨剤においては、 D_{50} が20～150nmで、 D_{90}/D_{10} が1.6～10.0と広い粒度分布を有する酸化ケイ素粒子である砥粒と、酸化剤をそれぞれ含有し、かつ8.5～12.0のpHを有しているので、炭化ケイ素(SiC)基板のような硬度が高く化学的安定性が高い研磨対象物を、高い研磨速度で研磨することができ、平坦かつ平滑で傷のない研磨後の表面を得ることができる。

[0022] 特に、砥粒である酸化ケイ素粒子の D_{90}/D_{10} が、従来から使用されている砥粒に比べて大きく、広い粒度分布を有していることによって、高い研磨速度が得られる。すなわち、 D_{90}/D_{10} が1に近く単分散に近い粒度分布を有する粒子では、研磨の際に研磨対象物との間に生じる研磨応力が比較的小さくなるのに対して、粒径分布が広い粒子では、粒径の大きな粒子の間に小粒径の粒子が入りこむことにより、研磨対象物との間に生じる研磨応力が大きくなる。したがって、広い粒度分布を持つ酸化ケイ素粒子を含む本発明の研磨剤では、研磨に際して大きな研磨応力が研磨対象物に作用することになるので、前記硬質材料や難研磨材料を効果的に研磨することができる。

[0023] また、本発明に係る研磨剤は8.5～12.0のpHを有しているので酸化剤が効果的に作用し、研磨特性が良好であり、かつ砥粒である酸化ケイ素粒子の分散安定性にも優れている。

[0024] 以下、本発明の研磨剤の各成分およびpHについて詳述する。

[0025] (1) 酸化ケイ素粒子

本発明の研磨剤中の酸化ケイ素(シリカ)粒子は、研磨砥粒として作用するものである。シリカとしては、公知の方法で製造されるものを使用することができる。例えば、エチルシリケート、メチルシリケート等のシリコンアルコキシドをゾルゲル法により加水分解することにより得られるコロイダルシリカを使用することができる。また、ケイ酸ナトリウムをイオン交換したコロイダルシリカや、四塩化ケイ素を酸素と水素の火炎中で気相合成したヒ

ュームドシリカを使用することができる。

[0026] これらの中でも、粒径が制御しやすく高純度品を得ることができる点から、コロイダルシリカの使用が好ましく、特にケイ酸ナトリウムを出発原料とするコロイダルシリカが好ましい。

[0027] 本発明の研磨剤が含有する酸化ケイ素粒子は、平均粒径 (D_{50}) が $20 \sim 150 \text{ nm}$ で D_{90}/D_{10} が $1.6 \sim 10.0$ となるように、粒径および粒度分布が調整されたものである。酸化ケイ素粒子の D_{50} が 20 nm 未満の場合には、十分な研磨速度（研磨効率）が得られない。また、酸化ケイ素粒子の D_{50} が 150 nm を超えると、分散安定性が悪くなり、均一な研磨剤スラリーを得ることが難しくなる。研磨特性と分散安定性の観点から、酸化ケイ素粒子の D_{50} は $30 \sim 120 \text{ nm}$ であることがより好ましい。

[0028] また、酸化ケイ素粒子の粒度分布の広さの指標ともいえる D_{90}/D_{10} は、 $1.7 \sim 9.0$ の範囲がより好ましく、 $1.8 \sim 8.0$ の範囲が特に好ましい。 D_{50} が $20 \sim 150 \text{ nm}$ であっても、 D_{90}/D_{10} が 1.6 未満の酸化ケイ素粒子を使用した場合には、高い研磨速度が得られない。また、酸化ケイ素粒子の D_{90}/D_{10} が 10.0 を超える場合にも、粒度分布が過大に広がることによる被研磨面の傷発生や、研磨剤の分散性低下などの問題が発生し、十分に高い研磨速度を得ることが難しい。

[0029] 本発明の研磨剤中の酸化ケイ素粒子の含有割合（濃度）は、研磨剤の全質量に対して $1 \sim 40$ 質量％の範囲であり、研磨速度、基板面内の研磨速度の均一性、分散安定性等を考慮して適宜設定することが好ましい。研磨剤全質量の $10 \sim 30$ 質量％の範囲がより好ましい。酸化ケイ素粒子の含有割合（濃度）が研磨剤全質量に対して 1 質量％未満では、十分な研磨速度が得られないことがあり、 40 質量％を超えると、酸化ケイ素粒子の濃度の増加に見合った研磨速度の向上が認められず、また研磨剤の粘性の上昇やゲル化を促進する場合がある。

[0030] (2) 酸化剤

本発明の研磨剤中の酸化剤は、後述する研磨対象物（例えば、 SiC や G

a Nなどの単結晶基板)の被研磨面に酸化層(皮膜)を形成するものである。この酸化層を機械的な力で被研磨面から除去することにより、研磨対象物の研磨が促進される。すなわち、SiCやGaNなどの化合物半導体は非酸化物であり、難研磨材料であるが、研磨剤中の酸化剤により表面に酸化層を形成することができる。形成された酸化層は、難研磨材料である研磨対象物に比べて硬度が低く研磨されやすいので、砥粒である酸化ケイ素粒子により効果的に除去することができる。その結果、高い研磨速度が発現する。

[0031] 酸化剤としては、過酸化水素、ヨウ素酸塩、過ヨウ素酸塩、次亜塩素酸塩、過塩素酸塩、過硫酸塩、過炭酸塩、過ホウ酸塩および過リン酸塩から選ばれる1種以上の使用が好ましい。ヨウ素酸塩、過ヨウ素酸塩、次亜塩素酸塩、過塩素酸塩、過硫酸塩、過炭酸塩、過ホウ酸塩および過リン酸塩としては、アンモニウム塩や、カリウム塩等を使用することができる。例えば、過硫酸アンモニウムおよび過硫酸カリウムが好ましい。また、アルカリ金属成分を含有せず、有害な副生成物を生じない点から、過酸化水素が好ましい。

[0032] 研磨速度向上の効果を得るために、本発明の研磨剤中の酸化剤の含有割合(濃度)は、研磨剤の全質量に対して0.1~20質量%の範囲であり、研磨速度等を考慮して適宜設定することが好ましい。研磨剤全質量の0.5~15質量%の範囲がより好ましく、1.0~12質量%の範囲が特に好ましい。

[0033] (3) pHおよび無機塩

本発明に係る研磨剤のpHは、研磨特性および分散安定性の点から、8.5~12.0の範囲とする。pHが8.5未満の場合には十分な研磨速度が得られない。pHが12.0を超えると、砥粒である酸化ケイ素粒子が溶解するため、十分な研磨速度が得られない。より好ましいpHの範囲は9.0~11.0である。本発明の研磨剤のpHは、後述する酸および塩基性化合物の添加・配合により調整される。

[0034] 本発明の研磨剤には、配合された酸と塩基性化合物との反応により生成した無機塩が含有されることが好ましい。すなわち、本発明の研磨剤は、前記

した酸化ケイ素粒子と酸化剤の他に酸を含有することが好ましく、かつ研磨剤のpHを前記した所定の範囲（8.5～12.0）に調整するために、塩基性化合物を添加することが好ましい。したがって、研磨剤中には、配合された酸と塩基性化合物との反応により生成した無機塩が含有されることになる。なお、前記した酸化剤が酸としても機能する場合には、酸化剤ではなく酸として扱うものとする。

[0035] 酸としては、硝酸、硫酸、リン酸および塩酸から選ばれる1種以上の無機酸を用いることが好ましい。硝酸、硫酸およびリン酸の使用が好ましく、中でも酸化力のあるオキソ酸でありハロゲンを含まない硝酸の使用が特に好ましい。本発明の研磨剤における酸の含有割合（濃度）は、研磨剤の全質量に対して0.01～5.0質量%の範囲が好ましく、0.1～1.0質量%の範囲がより好ましい。酸の添加により、SiC基板のような研磨対象物の研磨速度をより高めることができる。また、研磨剤の分散安定性を向上させることも可能である。なお、この酸の濃度は、後述する塩基性化合物との反応により無機塩となった場合、その塩がそれぞれ酸と塩基性化合物として独立に存在していると仮定した場合の濃度を意味するものとする。

[0036] 本発明に係る研磨剤を前記した所定のpHに調整するために、前記酸とともに塩基性化合物が添加される。塩基性化合物としては、アンモニア、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、テトラメチルアンモニウム等の4級アンモニウムを使用することができ、水酸化カリウム、水酸化ナトリウムの使用が好ましい。研磨剤中の塩基性化合物の含有割合（濃度）は、研磨剤のpHを所定の範囲（pH8.5～12.0）に調整する量とする。

[0037] 本発明に係る研磨剤において、前記酸と塩基性化合物とがそれぞれ配合された場合、酸と塩基性化合物との反応により生成した無機塩が研磨剤中に含有されることになる。酸としては硝酸、硫酸、リン酸の使用が好ましく、塩基性化合物としては水酸化カリウム、水酸化ナトリウムの使用が好ましいので、研磨剤中に含有される無機塩は、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、リン酸カリウム、リン酸ナトリウムから選ばれ

る1種または2種以上の塩であることが好ましい。本発明に係る研磨剤における無機塩の効果としては、電気二重層の圧縮効果による砥粒の被研磨物への効率的な接触により、研磨速度が向上することが考えられる。

[0038] なお、酸や塩基性化合物は、本発明の研磨剤調製のどの段階に添加してもよい。例えば、酸または塩基性化合物で処理したものを研磨剤の成分として使用する場合も、上記に説明する酸や塩基性化合物の添加に該当する。また、使用する酸と塩基性化合物の一部を反応させて無機塩とした後添加することもできるが、研磨速度を大きくできる点、研磨剤のpHを所望の範囲に調節しやすい点、および取扱い性の点などから、本発明では、酸と塩基性化合物とを別々に添加することが好ましい。

[0039] (4) 潤滑剤

本発明の研磨剤は潤滑剤を含有することが好ましく、研磨対象物との間に生じる研磨応力を適度に調整し、安定した研磨を可能とする。すなわち、研磨対象物との間で生じる研磨応力が比較的大きい場合は、研磨対象物が研磨ヘッド等による保持から外れて研磨装置から飛び出したり、あるいは研磨対象物に傷が発生することがある。研磨対象物の被研磨面に潤滑剤を作用させることにより、研磨対象物を損傷することなく、安定した効果的な研磨が可能となる。

[0040] このような潤滑剤としては、炭素数6～20のアルキル基、炭素数6～20のアリール基、アルキル基のH原子がアリール基で置換された炭素数6～20のアリール置換アルキル基から選ばれる炭化水素基を有するアミンが使用されることが好ましい。具体的には、オクチルアミン、ドデシルアミン、ポリオキシエチレンラウリルアミンが例示され、これらのアミンから選ばれる1種以上を使用することが好ましい。このようなアミンは、研磨剤スラリーの分散性を悪化させることがない。なお、本明細書においてアミンは、1級アミノ基を有する第1アミンだけでなく、2級アミノ基を有する第2アミンおよび3級アミノ基を有する第3アミンをも含むものとする。

[0041] 前記潤滑剤の研磨剤中における含有割合（濃度）は、研磨剤の全質量に対

して0.001～5質量%の範囲とすることが好ましい。研磨剤全質量の0.002～0.5質量%の範囲がより好ましく、0.003～0.1質量%の範囲が特に好ましい。

[0042] (5) 水

本発明の研磨剤が含有する水は、研磨砥粒である酸化ケイ素粒子を安定に分散させるとともに、酸化剤および必要に応じて添加される任意成分を分散・溶解するための媒体である。水については、特に制限はないが、他の配合成分に対する影響、不純物の混入、pH等への影響から、純水または脱イオン水が好ましい。水は研磨剤の流動性を制御する機能を有するので、その含有量は、研磨速度のような目標とする研磨特性に合わせて適宜設定することができる。例えば、水の含有割合は、研磨剤全質量に対して40～90質量%の範囲とすることが好ましい。水の含有量が、研磨剤全質量に対して40質量%未満では、研磨剤の粘性が高くなり流動性が損なわれる場合があり、90質量%を超えると、砥粒である酸化ケイ素粒子の濃度が低くなり十分な研磨速度が得られないことがある。

[0043] (6) 研磨剤の調製および任意成分

本発明に係る研磨剤には、本発明の趣旨に反しない限り、界面活性剤、キレート化剤、還元剤、粘性付与剤または粘度調節剤、凝集防止剤または分散剤、防錆剤等を必要に応じて適宜含有させることができる。ただし、これらの添加剤が、酸化剤、潤滑剤、酸または塩基性化合物の機能を有する場合は、酸化剤、潤滑剤、酸または塩基性化合物として扱うものとする。

[0044] 本発明に係る研磨剤は、前記した成分が前記所定の含有割合（濃度）で含有され、酸化ケイ素粒子については均一に分散し、それ以外の成分については均一に溶解した混合状態になるように調製され使用される。混合には、研磨剤の製造に通常用いられる攪拌混合方法、例えば、超音波分散機、ホモジナイザー等による攪拌混合方法を採用することができる。本発明に係る研磨剤は、必ずしも予め構成する研磨材料をすべて混合したものとして研磨の場に供給する必要はない。研磨の場に供給する際に、研磨材料が混合されて研磨剤

の組成になってもよい。

[0045] (7) 研磨対象物

本発明の研磨剤が研磨する研磨対象物としては、特に制限されない。具体的には、ガラス基板、シリコンウェハ、半導体デバイス配線基板、化合物半導体の単結晶基板等が挙げられる。これらのうちでも、化合物半導体単結晶基板を研磨する際により大きな効果を上げることが可能であり、特に、修正モース硬度が10以上の単結晶基板の研磨に用いることで、よりいっそう高速研磨の効果を得ることができる。

[0046] 上記した修正モース硬度が10以上の単結晶基板としては、具体的には、サファイア ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) 基板 (硬度: 12)、炭化ケイ素 (SiC) 基板 (硬度: 13)、窒化ガリウム (GaN) 基板 (硬度: 13) 等が挙げられる。本発明の研磨剤は、これらのなかでも、特に炭化ケイ素 (SiC) 基板の研磨に好ましく用いられる。

[0047] [研磨方法]

本発明の研磨剤を用いて、研磨対象物の被研磨面を研磨する方法としては、研磨剤を研磨パッドに供給しながら、研磨対象物の被研磨面と研磨パッドとを接触させ、両者間の相対運動により研磨を行う研磨方法が好ましい。

[0048] 上記研磨方法において、研磨装置としては従来公知の研磨装置を使用することができる。図1に、本発明の実施形態に使用可能な研磨装置の一例を示し、以下に説明するが、本発明の実施形態に使用される研磨装置はこのような構造のものに限定されるものではない。

[0049] この研磨装置10は、研磨対象物1を保持する研磨ヘッド2と、研磨定盤3と、研磨定盤3の表面に貼り付けられた研磨パッド4と、研磨剤5を貯留するタンク8と、タンク8から研磨剤供給ポンプ7を用いて、研磨パッド4に研磨剤5を供給する研磨剤供給配管6とを備えている。研磨装置10は、研磨剤供給配管6から研磨剤5を供給しながら、研磨ヘッド2に保持された研磨対象物1の被研磨面を研磨パッド4に接触させ、研磨ヘッド2と研磨定盤3とを相対的に回転運動させて研磨を行なうように構成されている。

[0050] このような研磨装置 10 を用いて、研磨対象物 1 の被研磨面の研磨を行なうことができる。ここで、図 1 に示す研磨装置 10 は、研磨対象物 1 の片面を被研磨面として研磨する片面研磨装置であるが、例えば、研磨対象物の上下両面に図 1 の研磨装置 10 と同様の研磨パッドを配した両面同時研磨装置を使用し、研磨対象物の被研磨面（両面）を同時に研磨することも可能である。

[0051] 研磨ヘッド 2 は、回転運動だけでなく直線運動をしてもよい。また、研磨定盤 3 および研磨パッド 4 は、研磨対象物 1 と同程度またはそれ以下の大きさであってもよい。その場合は、研磨ヘッド 2 と研磨定盤 3 とを相対的に移動させることにより、研磨対象物 1 の被研磨面の全面を研磨できるようにすることが好ましい。さらに、研磨定盤 3 および研磨パッド 4 は回転運動を行なうものでなくてもよく、例えばベルト式で一方向に移動するものであってもよい。

[0052] このような研磨装置 10 の研磨条件には特に制限はないが、研磨ヘッド 2 に荷重をかけて研磨パッド 4 に押しつけることで、より研磨圧力を高め、研磨速度を向上させることも可能である。研磨圧力は 10～50 kPa 程度が好ましく、研磨速度の被研磨面内均一性、平坦性、スクラッチなどの研磨欠陥防止の観点から、10～40 kPa 程度がより好ましい。研磨定盤 3 および研磨ヘッド 2 の回転数は、50～500 rpm 程度が好ましいがこれに限定されない。また、研磨剤 5 の供給量については、被研磨面の構成材料や研磨剤の組成、上記各研磨条件等により適宜調整、選択される。

[0053] 研磨パッド 4 としては、一般的な不織布、発泡ポリウレタン、多孔質樹脂、非多孔質樹脂などからなるものを使用することができる。また、研磨パッド 4 への研磨剤 5 の供給を促進し、あるいは研磨パッド 4 に研磨剤 5 が一定量溜まるようにするために、研磨パッド 4 の表面に格子状、同心円状、らせん状などの溝加工が施されていてもよい。

[0054] また、必要により、パッドコンディショナーを研磨パッド 4 の表面に接触させて、研磨パッド 4 表面のコンディショニングを行いながら研磨してもよ

い。

[0055] 本発明の研磨剤は、研磨パッドに供給されて使用される。一般に、研磨に使用された研磨剤はそのまま廃棄されるが、循環再利用することもできる。すなわち、研磨パッドに供給されて研磨に使用された研磨剤を回収し、再び研磨パッドに供給して使用することもできる。

[0056] このような研磨装置を使用する本発明に係る研磨方法は、ダイヤモンド砥粒を含む研磨剤で予備研磨を行なった後のSiC基板等の仕上げ研磨に好適に用いることができる。

実施例

[0057] 以下、本発明を実施例および比較例によりさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0058] (1) 研磨剤の調製

(1-1) 実施例1～16の各研磨剤を、以下に示すようにして調製した。まず、表1に示す酸と潤滑剤とを水に加え、10分間攪拌した。なお、表1中、潤滑剤F1はポリオキシエチレンラウリルアミンを、F2はドデシルアミンを、F3はオクチルアミンをそれぞれ示している。次いで、この液に、表1に示すD₁₀、D₅₀、D₉₀の各粒径、およびD₉₀/D₁₀を有するコロイダルシリカ粒子を水に分散させた液を徐々に添加し、さらに表1に示す塩基性化合物であるKOHまたはNaOHを徐々に添加して、pHを調整した。その後、使用する直前に、酸化剤である過酸化水素の水溶液を添加し、30分間攪拌して研磨剤を得た。各実施例において使用した各成分の研磨剤全体に対する含有割合（濃度；質量％）を、表1に示す。水としては純水を使用した。

[0059] (1-2) 比較例1～8の各研磨剤を、以下に示すようにして調製した。比較例1、比較例4および比較例6においては、表1に示す各粒径（D₁₀、D₅₀、D₉₀）および粒度分布（D₉₀/D₁₀）を有するコロイダルシリカ粒子を水に分散させた液のみを配合し、シリカ粒子の含有割合（濃度）が研磨剤全体に対して20質量％の研磨剤を得た。比較例2、3、5、7、8において

は、砥粒として、表 1 に示す各粒径 (D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90}) および粒度分布 (D_{90}/D_{10}) を有するコロイダルシリカ粒子、酸化剤である過酸化水素、酸、塩基性化合物、および潤滑剤を、実施例 1 ～ 16 と同様にして水に加え、攪拌・混合して研磨剤を得た。各比較例において使用した各成分の研磨剤全体に対する含有割合（濃度；質量％）を、表 1 に示す。

[0060] なお、実施例 1 ～ 16 および比較例 1 ～ 8 で配合されるシリカ粒子の各粒径 (D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90}) は、マイクロトラック UPA（日機装社製）により測定した。そして、 D_{10} と D_{90} の値から D_{90}/D_{10} を求め、粒度分布の広さの指標とした。

[0061] (2) pH の測定

実施例 1 ～ 16 および比較例 1 ～ 8 で得られた研磨剤（スラリー）の pH を、横河電機社製の pH 81-11 を使用し 25℃ で測定した。測定結果を表 1 に示す。

[0062] (3) 研磨剤の研磨特性の評価

実施例 1 ～ 16 および比較例 1 ～ 8 で得られた研磨剤について、以下の方法で研磨特性の評価を行った。

[0063] (3-1) 研磨条件

研磨機としては、Nanofactor 社製卓上研磨装置を使用した。研磨パッドとしては、SUBA800-XY-groove（ニッタハース社製）を使用し、研磨前に MEC100-PH3.5L（三菱マテリアル社製）およびブラシを用いて、コンディショニングを行った。

[0064] 研磨剤の供給速度を $25\text{ cm}^3/\text{分}$ 、研磨定盤の回転数を 90 rpm 、基板保持部の回転数を 80 rpm 、研磨圧を 5 psi (34.5 kPa) として、60 分間研磨を行った。

[0065] (3-2) 被研磨物

被研磨物として、2 インチ径の SiC ウェハを使用した。オフ角は 8 度で Si 面側を研磨評価した。ダイヤモンド砥粒を用いて予備研磨を行った後の厚さ $380\text{ }\mu\text{m}$ のウェハを使用した。

[0066] (3-3) 研磨速度の評価

研磨速度は、単位時間当たりの基板（ウェハ）の厚さの変化量（nm/hr）で評価した。具体的には、厚さが既知の未研磨基板の質量と各時間研磨した後の基板質量とを測定し、その差から質量変化を求めた。そして、この質量変化から求めた基板の厚さの時間当たりの変化を、下記の式を用いて算出した。研磨速度の算出結果を表1に示す。（研磨速度（V）の計算式） $\Delta m = m_0 - m_1$ 、 $V = \Delta m / m_0 \times T_0 \times 60 / t$ （式中、 Δm （g）は研磨前後の質量変化、 m_0 （g）は未研磨基板の初期質量、 m_1 （g）は研磨後基板の質量、Vは研磨速度（nm/hr）、 T_0 は未研磨基板の厚さ（nm）、tは研磨時間（min）を表す。）

[0067] (3-4) 研磨後の表面観察

実施例1～16および比較例1～8の研磨剤により研磨後の基板（SiCウェハ）の表面を目視観察して、著しい傷がないかを調べたところ、研磨に起因する傷は発見されなかった。また、原子間力顕微鏡（AFM）により研磨後の基板（SiCウェハ）表面を観察し、表面粗さを測定することにより平滑性を評価した。実施例1～16および比較例1～8の研磨剤により研磨後の基板表面は、いずれも表面粗さRaが0.1nmとなっており、研磨前のRa0.4nmに比べて平滑性が向上していた。

[0068] (4) 研磨剤の分散安定性

研磨剤を室温で1ヶ月保管した後、砥粒であるシリカ粒子の分散性を調べたところ、実施例1～16および比較例1～8の研磨剤のいずれにおいても、ゲル化や沈殿などの顕著な変化は認められなかった。

[0069]

[表1]

	酸化物 粒子	濃度 (質量%)	D ₁₀ (nm)	D ₅₀ (nm)	D ₉₀ (nm)	D ₉₀ /D ₁₀	酸化剤	濃度 (質量%)	酸	濃度 (質量%)	塩基性 化合物	濃度 (質量%)	調整剤	濃度 (質量%)	スラリー pH	SiC研磨速 度 (nm/h)
実施例1	シリカ	20	37	62	92	2.5	過酸化水素	10	なし	—	なし	—	なし	—	10.5	155
実施例2	シリカ	20	37	62	92	2.5	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	230
実施例3	シリカ	20	52	71	94	1.8	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	250
実施例4	シリカ	20	37	62	92	2.5	過酸化水素	5	硝酸	0.5	NaOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	230
実施例5	シリカ	20	37	62	92	2.5	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	260
実施例6	シリカ	20	37	62	92	2.5	過酸化水素	5	リン酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	220
実施例7	シリカ	26	35	66	115	3.3	過酸化水素	5	硝酸	0.7	KOH	pH調整分	F2	0.05	9.0	270
実施例8	シリカ	26	35	66	115	3.3	過酸化水素	5	硝酸	0.7	KOH	pH調整分	F3	0.05	9.0	200
実施例9	シリカ	20	37	62	92	2.5	過酸化水素	2.5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	180
実施例10	シリカ	20	37	62	92	2.5	過酸化水素	7.5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	240
実施例11	シリカ	26	37	62	92	2.5	過酸化水素	10	硝酸	0.7	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	230
実施例12	シリカ	20	41	84	136	3.3	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	260
実施例13	シリカ	20	24	31	105	4.4	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	230
実施例14	シリカ	20	82	114	157	1.9	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	230
実施例15	シリカ	20	37	62	92	2.5	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	10.0	330
実施例16	シリカ	20	17	21	118	6.9	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	240
比較例1	シリカ	20	96	115	138	1.4	なし	—	なし	—	なし	—	なし	—	10.5	80
比較例2	シリカ	20	96	115	138	1.4	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	90
比較例3	シリカ	20	34	39	45	1.3	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	45
比較例4	シリカ	20	37	62	92	2.5	なし	—	なし	—	なし	—	なし	—	10.5	85
比較例5	シリカ	20	37	62	92	2.5	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	3.0	90
比較例6	シリカ	20	17	21	118	6.9	なし	—	なし	—	なし	—	なし	—	9.0	30
比較例7	シリカ	20	37	62	92	2.5	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	8.0	110
比較例8	シリカ	20	7	8	10	1.4	過酸化水素	5	硝酸	0.5	KOH	pH調整分	F1	0.005	9.0	120

[0070] 表1からわかるように、D₅₀が20～150nmでD₉₀/D₁₀が1.6～10.0の範囲にあるシリカ粒子と、酸化剤を含有し、pHが8.5～12.0の範囲にある実施例1～16の研磨剤を使用した場合は、比較例1～8

の研磨剤を使用した場合に比べて、炭化ケイ素（SiC）基板の研磨速度が高くなっており、高速研磨が可能である。また、研磨対象物の被研磨面に研磨に起因する傷が発生することがなく、平坦性および平滑性に優れた研磨後の表面が得られる。

[0071] それに対して、比較例 1～8 の研磨剤を使用した場合は、いずれも炭化ケイ素（SiC）基板の研磨速度が低く、十分な研磨速度が得られていない。すなわち、比較例 1 の研磨剤は、砥粒であるシリカ粒子のみを含有し、酸化剤を含有しない研磨剤であり、コンポール 80（商品名、フジインコーポレーテッド製）である。比較例 1 の研磨剤は、 D_{90}/D_{10} が 1.6 未満で粒度分布が狭いシリカ粒子を含有し酸化剤を含まないので、高い研磨速度が得られない。

[0072] また、比較例 2、比較例 3 および比較例 8 の研磨剤は、いずれも酸化剤を含有し、かつ pH が所定の範囲（pH 8.5～12.0）にあるが、砥粒として D_{90}/D_{10} が 1.6 未満で粒度分布が狭いシリカ粒子を含有しているので、研磨速度が低くなっている。

[0073] 比較例 4 の研磨剤は、 D_{90}/D_{10} が 1.6 以上と粒度分布が広いシリカ粒子を砥粒として含有し、かつ pH が 8.5～12.0 の範囲にあるが、酸化剤を含有していないので、研磨速度が低くなっている。

[0074] 比較例 5 の研磨剤は、 D_{90}/D_{10} が 1.6 以上と粒度分布が広いシリカ粒子を含有し、かつ酸化剤を含有するが、pH が 3.0 と所定の範囲から外れているので、研磨速度が低くなっている。

[0075] 比較例 6 の研磨剤は、酸化剤を含有していないので、研磨速度が低くなっている。

[0076] 比較例 7 の研磨剤は、 D_{90}/D_{10} が 1.6 以上と粒度分布が広いシリカ粒子を砥粒として含有しているが、pH が 8.5～12.0 の範囲外にあるので、研磨速度が低くなっている。

[0077] 本発明を詳細に、また特定の実施態様を参照して説明したが、本発明の範囲と精神を逸脱することなく、様々な修正や変更を加えることができること

は、当業者にとって明らかである。

本出願は、2010年9月15日出願の日本特許出願2010-206500に基づくものであり、その内容はここに参照として取り込まれる。

産業上の利用可能性

[0078] 本発明によれば、研磨対象物、特に炭化ケイ素（S i C）基板、窒化ガリウム（G a N）基板等の硬度の高い化合物半導体の単結晶基板の高速研磨が可能となり、かつ傷がなく平坦性および平滑性に優れた研磨後の表面を得ることが可能となる。したがって、それらの基板の生産性の向上に寄与することができる。

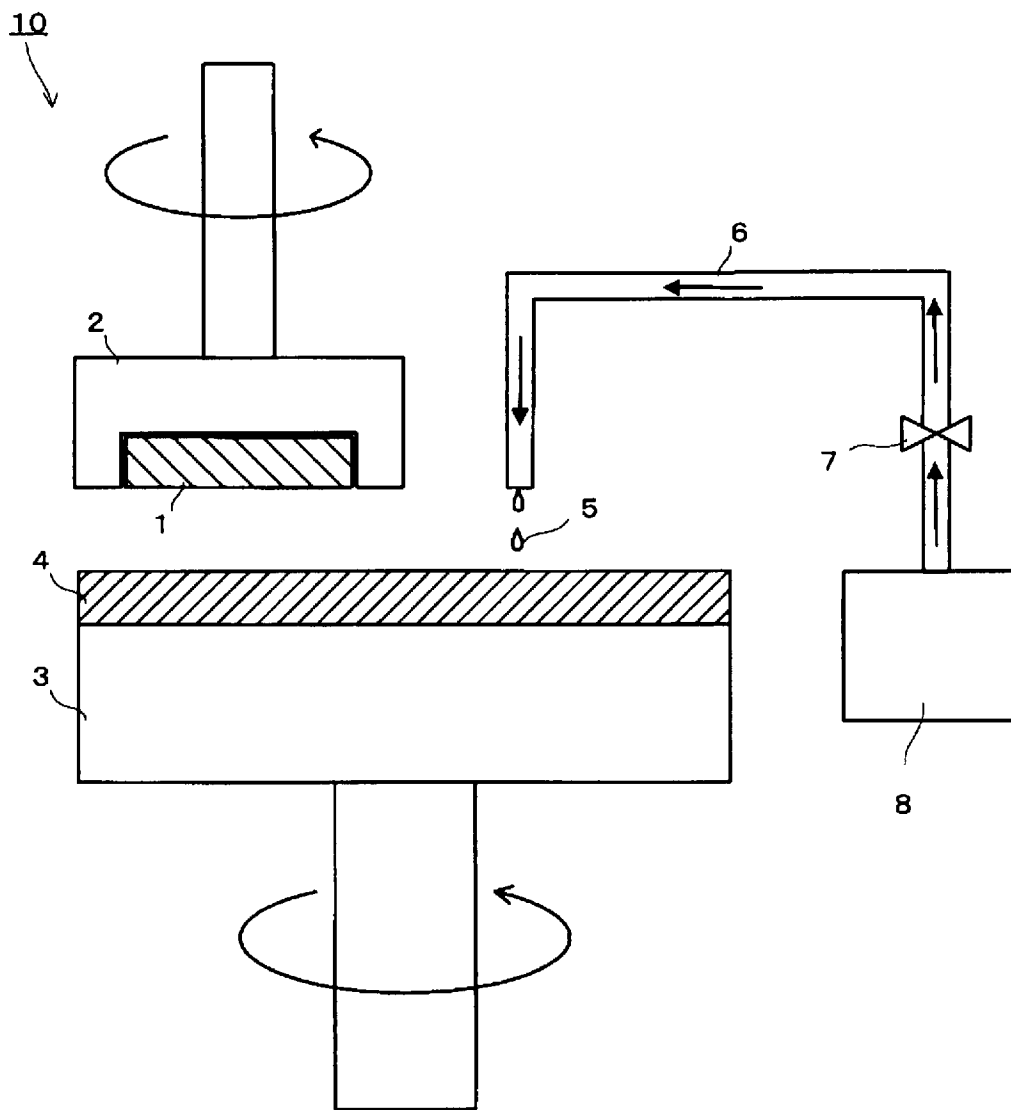
符号の説明

[0079] 1…研磨対象物、2…研磨ヘッド、3…研磨定盤、4…研磨パッド、5…研磨剤、6…研磨剤供給配管、7…研磨剤供給ポンプ、8…タンク、10…研磨装置。

請求の範囲

- [請求項1] 研磨対象物の被研磨面を化学的機械的に研磨するための研磨剤であって、
- 平均粒径 (D_{50}) が $20 \sim 150 \text{ nm}$ であり、かつ 90% 粒径 (D_{90}) と 10% 粒径 (D_{10}) との比 (D_{90}/D_{10}) が $1.6 \sim 10.0$ である酸化ケイ素粒子と、酸化剤と、水を含有し、
 pH が $8.5 \sim 12.0$ である研磨剤。
- [請求項2] 無機塩と潤滑剤をさらに含有する、請求項1に記載の研磨剤。
- [請求項3] 前記無機塩が、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、リン酸カリウムおよびリン酸ナトリウムからなる群より選ばれる少なくとも1種である、請求項2に記載の研磨剤。
- [請求項4] 前記潤滑剤が、炭素数 $6 \sim 20$ の、アルキル基、アリアル基およびアリアル置換アルキル基から選ばれる少なくとも1種の炭化水素基を有するアミンの少なくとも1種である、請求項2に記載の研磨剤。
- [請求項5] 前記潤滑剤が、オクチルアミン、ドデシルアミンおよびポリオキシエチレンラウリルアミンからなる群より選ばれる少なくとも1種である、請求項4に記載の研磨剤。
- [請求項6] 前記酸化剤が、過酸化水素、過硫酸アンモニウムおよび過硫酸カリウムからなる群より選ばれる少なくとも1種である、請求項1～5のいずれか1項に記載の研磨剤。
- [請求項7] 前記研磨対象物が、修正モース硬度が 10 以上の単結晶基板である、請求項1～6のいずれか1項に記載の研磨剤。
- [請求項8] 前記研磨対象物が炭化ケイ素単結晶基板である、請求項7記載の研磨剤。
- [請求項9] 請求項1～8のいずれか1項に記載の研磨剤を研磨パッドに供給し、研磨対象物の被研磨面と前記研磨パッドとを接触させて、両者間の相対運動により研磨する研磨方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/070619

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L21/304(2006.01) i, B24B37/00(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)

H01L21/304, B24B37/00

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 1996-2011

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2011 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2011

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 Y	JP 2007-531631 A (W.R. Grace & Co.-Conn.), 08 November 2007 (08.11.2007), paragraphs [0002] to [0004], [0020] to [0028], [0035]; fig. 2 & US 2006/0175295 A1 & EP 1660606 A & WO 2005/007770 A1 & WO 2008/067414 A2 & CA 2532114 A & NO 20060576 A & KR 10-2006-0041220 A & CN 1849379 A & BRA PI0412515 & RU 2356926 C & AU 2004257233 A	1, 6, 9 2-5, 7, 8
Y	JP 2001-187877 A (NEC Corp.), 10 July 2001 (10.07.2001), paragraph [0053] & US 2001/0006031 A1 & TW 227727 B & KR 10-2001-0062826 A	2-5, 7, 8

☒ 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
22 September, 2011 (22.09.11)Date of mailing of the international search report
04 October, 2011 (04.10.11)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/070619

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2001-189296 A (NEC Corp.), 10 July 2001 (10.07.2001), paragraph [0067] & US 2001/0006841 A1 & TW 476985 B & KR 10-2001-0085270 A	2-5, 7, 8
Y	JP 2010-135472 A (Fujifilm Corp.), 17 June 2010 (17.06.2010), paragraph [0037] (Family: none)	4, 5, 7, 8
Y	JP 2010-056127 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 11 March 2010 (11.03.2010), paragraph [0030] & US 2010/0001229 A1	4, 5, 7, 8
Y	JP 2005-260218 A (Mitsubishi Materials Corp.), 22 September 2005 (22.09.2005), paragraphs [0002], [0012] (Family: none)	7, 8
Y	JP 2008-131001 A (Nichia Chemical Industries, Ltd.), 05 June 2008 (05.06.2008), paragraph [0006] (Family: none)	7, 8
Y	JP 2008-238379 A (Inter-University Research Institute Corporation High Energy Accelerator Research Organization), 09 October 2008 (09.10.2008), paragraph [0023] (Family: none)	7, 8
A	JP 2001-062705 A (Sumitomo Chemical Co., Ltd.), 13 March 2001 (13.03.2001), claim 1; paragraph [0011] (Family: none)	1-9

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. H01L21/304 (2006.01) i, B24B37/00 (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 (I P C))

Int.Cl. H01L21/304, B24B37/00

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 1 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 1 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 1 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 2007-531631 A (ダブリュー・アール・グレイス・アンド・カンパニー・コネチカット) 2007.11.08, 段落【0002】 - 【0004】	1, 6, 9
Y	【0020】 - 【0028】、【0035】及び【図2】 & US 2006/0175295 A1 & EP 1660606 A & WO 2005/007770 A1 & WO 2008/067414 A2 & CA 2532114 A & NO 20060576 A & KR 10-2006-0041220 A & CN 1849379 A & BRA PI0412515 & RU 2356926 C & AU 2004257233 A	2-5, 7, 8

☒ 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

2 2 . 0 9 . 2 0 1 1

国際調査報告の発送日

0 4 . 1 0 . 2 0 1 1

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

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)

岩瀬 昌治

3 P

4 6 5 2

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 3 6 4

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
Y	JP 2001-187877 A (日本電気株式会社) 2001.07.10, 段落【0053】 & US 2001/0006031 A1 & TW 227727 B & KR 10-2001-0062826 A	2-5, 7, 8
Y	JP 2001-189296 A (日本電気株式会社) 2001.07.10, 段落【0067】 & US 2001/0006841 A1 & TW 476985 B & KR 10-2001-0085270 A	2-5, 7, 8
Y	JP 2010-135472 A (富士フイルム株式会社) 2010.06.17, 段落【0037】 (ファミリーなし)	4, 5, 7, 8
Y	JP 2010-056127 A (日立化成工業株式会社) 2010.03.11, 段落【0030】 & US 2010/0001229 A1	4, 5, 7, 8
Y	JP 2005-260218 A (三菱マテリアル株式会社) 2005.09.22, 段落【0002】 及び【0012】 (ファミリーなし)	7, 8
Y	JP 2008-131001 A (日亜化学工業株式会社) 2008.06.05, 段落【0006】 (ファミリーなし)	7, 8
Y	JP 2008-238379 A (大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構) 2008.10.09, 段落【0023】 (ファミリーなし)	7, 8
A	JP 2001-062705 A (住友化学工業株式会社) 2001.03.13, 【請求項1】 及び段落【0011】 (ファミリーなし)	1-9