

(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
2022年4月7日(07.04.2022)



(10) 国際公開番号

WO 2022/070969 A1

(51) 国際特許分類:

B24B 55/06 (2006.01) *C11D 1/66* (2006.01)
C11D 1/02 (2006.01) *C11D 1/88* (2006.01)
C11D 1/38 (2006.01) *H01L 21/304* (2006.01)

ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(21) 国際出願番号: PCT/JP2021/034212

(22) 国際出願日: 2021年9月17日(17.09.2021)

(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 2020-164594 2020年9月30日(30.09.2020) JP

(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, ST, 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).

(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).

添付公開書類:
— 国際調査報告(条約第21条(3))

(72) 発明者: 平子 佐知子(HIRAKO, Sachiko);
〒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). 野口 直人(NOGUCHI, Naoto); 〒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: 安部 誠(ABE, Makoto); 〒4600002 愛知県名古屋市中区丸の内三丁目20番3号 B P R プレイス久屋大通 特許業務法人協働特許事務所 Aichi (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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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,

(54) Title: CLEANING AGENT FOR GALLIUM OXIDE SUBSTRATES

(54) 発明の名称: 酸化ガリウム基板用洗浄剤

(57) Abstract: The present invention provides a cleaning agent which exhibits an exceptional cleaning effect for polished gallium oxide substrates. Provided is a cleaning agent for cleaning polished gallium oxide substrates. This cleaning agent contains a surfactant.

(57) 要約: 研磨後の酸化ガリウム基板に対して優れた洗浄効果を発揮することができる洗浄剤を提供すること。研磨後の酸化ガリウム基板の洗浄に用いられる洗浄剤が提供される。この洗浄剤は界面活性剤を含む。



WO 2022/070969 A1

明 細 書

発明の名称：酸化ガリウム基板用洗浄剤

技術分野

[0001] 本発明は、洗浄剤に関し、詳しくは酸化ガリウム基板用洗浄剤に関する。

本出願は、2020年9月30日に出願された日本国特許出願2020-164594に基づく優先権を主張しており、その出願の全内容は本明細書中に参照として組み入れられている。

背景技術

[0002] 光学デバイス用基板やパワーデバイス用基板などの化合物半導体基板の材料として、例えば、酸化アルミニウム（典型的にはサファイア）、酸化ケイ素、酸化ガリウム、酸化ジルコニウムなどの酸化物、窒化アルミニウム、窒化ケイ素、窒化ガリウムなどの窒化物、炭化ケイ素などの炭化物が知られている。これらの基板材料は、所定の形状に加工された後、その表面を研磨により平坦化、平滑化し、さらに洗浄された後、デバイス用基板として用いられる。研磨した基板の洗浄を開示する技術文献としては、例えば特許文献1～3が挙げられる。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：日本国特許出願公開2013-10888号公報

特許文献2：日本国特許出願公開2009-91212号公報

特許文献3：日本国特許出願公開2016-13929号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 上述の化合物半導体基板のなかでも、酸化ガリウム基板は、他の材料からなる基板と比較して、耐久性が高い、結晶成長が容易であるなどの利点を有している。しかし、酸化ガリウム基板は未だ研究段階であり、高品質な酸化ガリウム基板表面を実現する生産技術の確立が求められている。

[0005] 本発明者らは、酸化ガリウム基板の面品質向上につき鋭意検討を行った結果、A F M（原子間力顕微鏡）等による観察から、研磨後の面品質が研磨残渣（研磨屑や研磨成分の付着等）によって損なわれている事象が明らかになった。そこで、研磨後の基板表面の付着物を除去するべくさらに検討を進めた結果、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、研磨後の酸化ガリウム基板に対して優れた洗浄効果を発揮することができる洗浄剤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

[0006] この明細書によると、研磨後の酸化ガリウム基板の洗浄に用いられる洗浄剤が提供される。この洗浄剤は界面活性剤を含む。上記洗浄剤は、研磨後の酸化ガリウム基板に対して優れた洗浄効果を発揮することができる。上記洗浄剤を用いることで、付着物の少ない高い面品質を有する酸化ガリウム基板を実現することができる。

[0007] いくつかの態様では、前記界面活性剤はアニオン性界面活性剤を含む。研磨後の酸化ガリウム基板に対して優れた洗浄性を発揮する界面活性剤は、アニオン性界面活性剤のなかから好ましく選択され得る。

[0008] ここに開示される技術において好ましく使用される界面活性剤として、オキシアルキレン単位を有する化合物が挙げられる。

[0009] 上記洗浄剤における界面活性剤の濃度は10重量%以上であることが好ましい。界面活性剤の濃度を増大することで、界面活性剤の添加効果がよりよく発揮されて、優れた洗浄効果が好適に発揮され得る。

[0010] いくつかの態様において、洗浄剤は、界面活性剤に加えて水を含み得る。水を含有する洗浄剤（洗浄液であり得る。）によると、界面活性剤の効果がよりよく発揮され得る。

図面の簡単な説明

[0011] [図1]実施例1に係る洗浄剤による洗浄後の基板表面のA F M画像である。

[図2]実施例2に係る洗浄剤による洗浄後の基板表面のA F M画像である。

[図3]実施例3に係る洗浄剤による洗浄後の基板表面のA F M画像である。

[図4]実施例4に係る洗浄剤による洗浄後の基板表面のAFM画像である。

[図5]比較例1に係る洗浄剤による洗浄後の基板表面のAFM画像である。

発明を実施するための形態

[0012] 以下、本発明の好適な実施形態を説明する。なお、本明細書において特に言及している事項以外の事柄であって本発明の実施に必要な事柄は、当該分野における従来技術に基づく当業者の設計事項として把握され得る。本発明は、本明細書に開示されている内容と当該分野における技術常識とに基づいて実施することができる。

[0013] <洗浄剤>

(界面活性剤)

ここに開示される洗浄剤は、研磨後の酸化ガリウム基板の洗浄に用いられる洗浄剤であり、界面活性剤を含むことによって特徴づけられる。界面活性剤を含む洗浄剤を用いた洗浄によると、研磨後の酸化ガリウム基板に対して優れた洗浄効果を実現される。具体的には、面荒れを防止しつつ、研磨後の基板表面に付着した粒子等の付着物を基板表面から除去することができる。

[0014] 洗浄剤に用いられる界面活性剤としては、特に限定されず、アニオン性、カチオン性、ノニオン性、両性のいずれのものも使用可能である。研磨後の酸化ガリウム基板表面に対して優れた洗浄性を発揮する界面活性剤は、アニオン性界面活性剤のなかから好ましく選択され得る。あるいは、低起泡性やpH調整の容易性の観点から、ノニオン性の界面活性剤が好ましく用いられる。界面活性剤は、一種を単独でまたは二種以上を組み合わせる用いることができる。

[0015] アニオン性界面活性剤の例としては、例えばアルカンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩（例えばノニルベンゼンスルホン酸塩、デシルベンゼンスルホン酸塩、ドデシルベンゼンスルホン酸塩等）、ナフタレンスルホン酸塩、アルキル硫酸塩（例えばラウリル硫酸塩、オクタデシル硫酸塩等）、ポリオキシアルキレン硫酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、 α -スルホ脂肪酸塩、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩、アルキルスルホコハク

酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩等のスルホン酸系化合物；アルキル硫酸エステル塩、アルケニル硫酸エステル塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩（例えばポリオキシエチレンオクタデシルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸塩）、ポリオキシアルキレンアルケニルエーテル硫酸エステル塩等の硫酸エステル化合物；アルキルエーテルカルボン酸塩、アミドエーテルカルボン酸塩、スルホコハク酸塩、アミノ酸系界面活性剤等のカルボン酸系化合物；アルキルリン酸エステル塩、アルキルエーテルリン酸エステル塩等のリン酸エステル化合物；等が挙げられる。アニオン性界面活性剤が塩を形成している場合、該塩は、例えば、ナトリウム塩、カリウム塩、カルシウム塩、マグネシウム塩等の金属塩（好ましくは一価金属の塩）、アンモニウム塩、アミン塩等であり得る。アニオン性界面活性剤は、一種を単独でまたは二種以上を組み合わせる用いることができる。

[0016] 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、ポリテトラメチ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リ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誘導体（例えば、ポリオキシアルキレン付加物）；複数種のオキシアルキレンの共重合体（例えば、ジブロック型共重合体、トリブロック型共重合体、ランダム型共重合体、交互共重合体）；等が挙げられる。ノニオン性界面活性剤は、一種を単独でまたは二種以上を組み合わせる用いることができる。

[0017] カチオン性界面活性剤の例としては、アルキルアミドアミン、アルキルアミン等のアミン型カチオン性界面活性剤；テトラアルキル（炭素数 1～4）アンモニウム塩（例えばテトラメチルアンモニウム塩）、モノ長鎖アルキル（炭素数 8～18）トリ短鎖アルキル（炭素数 1～2）アンモニウム塩（例えばラウリルトリメチルアンモニウム塩、パルミチルトリメチルアンモニウム

ム塩、ステアリルトリメチルアンモニウム塩)、ジ長鎖アルキル(炭素数8~18)ジ短鎖アルキル(炭素数1~2)アンモニウム塩等の四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤;等が挙げられる。カチオン性界面活性剤が塩を形成している場合、該塩は、例えば、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン化物;水酸化物;炭素数1~5のスルホン酸エステル、硫酸エステル、硝酸エステル等であり得る。なかでも、四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤(好適にはモノ長鎖アルキルトリ短鎖アルキルアンモニウム塩、ジ長鎖アルキルジ短鎖アルキルアンモニウム塩等)から好ましく選択される。カチオン性界面活性剤は、一種を単独でまたは二種以上を組み合わせる用いることができる。

[0018] 両性界面活性剤としては、特に限定されず、例えばアミンアルキレンオキサイド型界面活性剤、アミノオキシド型界面活性剤等が挙げられる。これらは、一種を単独でまたは二種以上を組み合わせる用いることができる。

[0019] いくつかの好ましい態様において用いられる界面活性剤(好適にはアニオン性界面活性剤)は、オキシアルキレン単位を有する化合物であり得る。典型的には、ポリオキシアルキレン構造を有する化合物であり得る。上記オキシアルキレン単位は、1つのオキシアルキレン基で構成されてもよく、2以上のオキシアルキレン単位の繰り返し構造であってもよい。オキシアルキレン単位の例としては、オキシエチレン単位(E O)やオキシプロピレン単位(P O)が挙げられる。なかでも、オキシエチレン単位(E O)が好ましい。界面活性剤が、複数のオキシアルキレン単位を有する場合、当該オキシアルキレン単位は、同種(すなわち一種類)であってもよく、二種以上のオキシアルキレン単位を含んで構成されていてもよい。界面活性剤中に含まれるアルキレンオキシドの合計付加モル数は、1以上であってもよく、3以上でもよく、5以上でもよく、10以上でもよく、15以上でもよく、20以上でもよく、また50以下であってもよく、30以下でもよく、22以下でもよく、16以下でもよく、12以下でもよく、8以下でもよく、4以下(例えば3以下)でもよい。

[0020] いくつかの態様において用いられる界面活性剤（例えばアニオン性界面活性剤）は、炭化水素基を有する。炭化水素基は、アルキル基等の飽和炭化水素から構成されていてもよく、炭素－炭素二重結合等の不飽和結合を含むものであってもよい。また、炭化水素基（典型的にはアルキル基）は、直鎖状および分岐状のいずれであってもよい。上記炭化水素基（例えばアルキル基）が有する炭素原子数は、８以上であってもよく、１０以上でもよく、１２以上でもよく、また２４以下であってもよく、２０以下でもよく、１８以下でもよく、１６以下でもよく、１２以下でもよい。炭化水素基（典型的にはアルキル基）の具体例としては、オクチル基、デシル基、ラウリル基、ミリスチル基、パルミチル基、ステアリル基等が挙げられる。

[0021] 界面活性剤のｐＨ（界面活性剤１００重量％濃度のｐＨ、または、製品として入手可能な界面活性剤（適当量の水等を含み得る。）のｐＨ）は、特に制限されず、例えば、５．０以上が適当であり、好ましくは６．０以上（例えば６．０超）であり、６．５以上であってもよく、７．０以上でもよく、７．５以上でもよく、８．０超（例えば８．２以上）でもよい。上記界面活性剤のｐＨは、例えば１１．０未満であることが適当であり、好ましくは９．５未満、より好ましくは９．０以下（例えば９．０未満）であり、８．０未満でもよく、７．０未満でもよく、６．０未満でもよく、５．０未満でもよい。上記のｐＨ範囲は、サファイア基板や炭化ケイ素基板などの他の化合物半導体基板よりも化学的な反応性が高い酸化ガリウム基板に対して好ましく適用される。中性に近い領域の界面活性剤を用いた洗浄を実施することにより、酸化ガリウム基板の表面の荒れを防止し、良好な面品質を実現できると考えられる。

[0022] なお、本明細書において、液状の界面活性剤や洗浄剤（典型的には洗浄液）のｐＨは、ｐＨメーター（例えば、堀場製作所製のガラス電極式水素イオン濃度指示計（型番Ｆ－２３））を使用し、標準緩衝液（フタル酸塩ｐＨ緩衝液 ｐＨ：４．０１（２５℃）、中性リン酸塩ｐＨ緩衝液 ｐＨ：６．８６（２５℃）、炭酸塩ｐＨ緩衝液 ｐＨ：１０．０１（２５℃））を用いて

3点校正した後で、ガラス電極を測定対象の洗浄剤に入れて、2分以上経過して安定した後の値を測定することにより把握することができる。

[0023] 洗浄剤における界面活性剤の濃度は、界面活性剤含有の効果が発揮される範囲で適切に設定され、特定の範囲に限定されない。洗浄剤における界面活性剤の濃度は、0.01重量%以上とすることができ、0.1重量%以上が適当である。いくつかの態様において、洗浄剤中の界面活性剤濃度は、1重量%以上であり、好ましくは3重量%以上、より好ましくは10重量%以上、さらに好ましくは20重量%以上であり、30重量%以上であってもよく、40%重量以上（例えば50重量%以上）でもよい。かかる態様において、洗浄剤中の界面活性剤濃度の上限は、90重量%未満とすることができ、70重量%未満であってもよく、50重量%未満でもよく、35重量%未満でもよい。このような洗浄剤は、界面活性剤と水とを含む洗浄液の形態であり得る。他のいくつかの態様では、洗浄剤における界面活性剤の濃度は、凡そ90重量%以上（例えば90～100重量%）とすることができ、95重量%以上が適当であり、99重量%以上であってもよい。このような洗浄剤は、界面活性剤から実質的に構成されたものであり得る、

[0024] (水)

いくつかの態様において、洗浄剤は、界面活性剤に加えて水を含む。水を含有する洗浄剤によると、界面活性剤の効果がよりよく発揮され得る。そのような洗浄剤は、室温で液状である洗浄液であり得る。なお、本明細書において室温とは、23℃をいうものとする。洗浄剤に用いられる水としては、イオン交換水（脱イオン水）、純水、超純水、蒸留水等が好適である。なお、ここに開示される洗浄剤は、必要に応じて、水と均一に混合し得る有機溶剤（低級アルコール、低級ケトン等）をさらに含有してもよい。洗浄剤に含まれる溶媒の90体積%以上が水であることが好ましく、95体積%以上（例えば99～100体積%）が水であることがより好ましい。

[0025] (任意添加剤)

ここに開示される洗浄剤は、例えば、キレート剤、pH調整剤（酸や塩基

性化合物等)、酸化防止剤、消泡剤、防腐剤、防カビ剤等の、洗浄剤に用いられ得る公知の添加剤の一種または二種以上を、必要に応じてさらに含有してもよい。

[0026] キレート剤の例としては、アミノカルボン酸系キレート剤および有機ホスホン酸系キレート剤が挙げられる。アミノカルボン酸系キレート剤の例には、エチレンジアミン四酢酸、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸、ニトリロ三酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸アンモニウム、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸ナトリウム、ジエチレントリアミン五酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸ナトリウム、トリエチレントトラミン六酢酸およびトリエチレントトラミン六酢酸ナトリウムが含まれる。有機ホスホン酸系キレート剤の例には、2-アミノエチルホスホン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸、アミノトリ(メチレンホスホン酸)、エチレンジアミンテトラキス(メチレンホスホン酸)、ジエチレントリアミンペンタ(メチレンホスホン酸)、エタン-1, 1-ジホスホン酸、エタン-1, 1, 2-トリホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシー-1, 1-ジホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシー-1, 1, 2-トリホスホン酸、エタン-1, 2-ジカルボキシー-1, 2-ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸、2-ホスホノブタン-1, 2-ジカルボン酸、1-ホスホノブタン-2, 3, 4-トリカルボン酸および α -メチルホスホノコハク酸が含まれる。キレート剤は、一種を単独でまたは二種以上を組み合わせ用いることができる。

[0027] なお、ここを開示される洗浄剤は、キレート剤を実質的に含まないものであってもよい。ここで、洗浄剤がキレート剤を実質的に含まないとは、洗浄剤中のキレート剤の濃度が1重量%未満であることをいう。洗浄剤中のキレート剤の濃度は0.3重量%未満であってもよく、0.1重量%未満でもよく、0.01重量%未満でもよく、0.005重量%未満でもよい。ここを開示される技術は、洗浄剤がキレート剤を含有しない態様でも好ましく実施することができる。

[0028] 上記任意添加剤の含有量は、本発明の効果が著しく妨げられない適当な範囲とすることができる。例えば、洗浄剤中の任意添加剤の含有量は、30重量%未満とすることが適当であり、10重量%未満であってもよく、1重量%未満でもよく、0.1重量%未満でもよく、0.01重量%未満でもよい。ここに開示される技術は、洗浄剤が任意添加剤を含有しない態様で好ましく実施される。なお、任意添加剤は、水等の溶媒とは異なる成分として定義される。

[0029] 上記任意添加剤の使用量は、界面活性剤との相対的關係によっても特定され得る。洗浄剤において、界面活性剤1重量部に対する任意添加剤の含有量は、3重量部未満とすることができ、1重量部未満とすることが適当である。界面活性剤含有の効果を好適に発揮する観点から、界面活性剤1重量部に対する任意添加剤の含有量は、例えば0.3重量部未満であってもよく、0.1重量部未満でもよく、0.03重量部未満でもよく、0.01重量部未満でもよい。添加剤の効果を好ましく発揮する観点から、界面活性剤1重量部に対する任意添加剤の含有量は、0.00001重量部以上とすることができ、0.001重量部以上が適当であり、0.1重量部以上であってもよく、0.5重量部以上でもよく、1重量部以上でもよい。

[0030] いくつかの態様において、洗浄剤（洗浄液であり得る。）は、界面活性剤と水とから実質的に構成されている。このような洗浄剤は、界面活性剤水溶液の形態であり得る。この態様において、洗浄剤中の界面活性剤と水との合計割合は、例えば90重量%以上（例えば90～100重量%）であり、好ましくは95重量%以上、より好ましくは99重量%以上である。このように、実質的に界面活性剤と水とから構成された洗浄剤を用いることで、界面活性剤の効果がよりよく発揮される傾向がある。

[0031] (pH)

ここに開示される洗浄剤のpHは特に制限されない。例えば、洗浄剤のpHは、0.5以上であってもよく、1.0以上であってもよく、2.0以上であってもよく、3.0以上であってもよく、4.0以上であってもよい。

いくつかの好ましい態様において、洗浄剤のpHは5.0以上が適当であり、好ましくは6.0以上（例えば6.0超）であり、6.5以上であってもよく、7.0でもよく、7.5以上でもよく、8.0以上でもよい。また、洗浄剤のpHは、例えば13.0以下であってもよく、12.5以下であってもよく、12.0以下でもよく、12.0未満でもよい。いくつかの態様において、洗浄剤のpHは、例えば11.0未満であり、好ましくは9.5未満、より好ましくは9.0以下（例えば9.0未満）であり、8.0未満でもよく、7.0未満でもよく、6.0未満でもよく、5.0未満でもよい。上記のpH範囲は、サファイア基板や炭化ケイ素基板などの他の化合物半導体基板よりも化学的な反応性が高い酸化ガリウム基板に対して好ましく適用される。中性に近い領域の洗浄剤を用いた洗浄を実施することにより、酸化ガリウム基板の表面の荒れを防止し、良好な面品質を実現できると考えられる。

[0032] （洗浄対象）

ここに開示される洗浄剤は、研磨後の酸化ガリウム基板の洗浄に用いられる。洗浄対象である酸化ガリウム基板は、実質的に酸化ガリウム（ Ga_2O_3 ）からなる基板であり、詳しくは後述する研磨処理が施された基板である。酸化ガリウム基板は、典型的にはウェーハ形状を有するものであり得る。したがって、酸化ガリウムウェーハであり得る。酸化ガリウムには、 α 、 β 、 γ 、 δ 、 ε の構造の異なる5つの形態が存在し、典型的には、最も安定な構造である単斜晶系の $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ が用いられる。また、酸化ガリウム基板には、酸化ガリウム単結晶の他に不純物元素が含まれていてもよい。この不純物元素は、例えば、導電性の制御等のためにドーピングされた元素であり得る。また、酸化ガリウム基板は、適宜の下地層の上に、実質的に酸化ガリウムからなる層が形成されたものであってもよい。そのような下地層の例としては、サファイア基板、シリコン基板、SiC基板等が挙げられる。

なお、本明細書において、基板の組成について「実質的にXからなる」または「実質的にXから構成される」とは、当該基板に占めるXの割合（Xの

純度)が、重量基準で90%以上(好ましくは95%以上、より好ましくは97%以上、さらに好ましくは98%以上、例えば99%以上)であることをいう。

[0033] 特に限定されるものではないが、この酸化ガリウム基板の表面(研磨対象面)は、(100)面以外の面、例えば(−201)面、(101)面、または(001)面であり得る。例えば、酸化ガリウム基板の(−201)面におけるビッカース硬度は12.5 GPa程度であり、(101)面におけるビッカース硬度は9.7 GPa程度である。

[0034] <洗浄方法>

また、本明細書によると、酸化ガリウム基板(洗浄対象基板、単に対象基板ともいう。)を洗浄する方法が提供される。ここに開示される洗浄方法は、洗浄剤を用いて研磨後の酸化ガリウム基板を洗浄する工程(洗浄工程)を含む。洗浄剤としては、上述の洗浄剤が用いられる。洗浄方法は、特に限定されず、目的に応じて適当な手段で実施することができる。例えば、浸漬による洗浄や、スプレー噴射による洗浄、スクラブ洗浄、超音波洗浄等から選択される1または2以上の洗浄プロセスが採用され得る。洗浄性の観点からスクラブ洗浄が好ましい。なお、スクラブ洗浄とは、スポンジやブラシ、不織布等の洗浄具を用いて、基板表面を拭く、あるいは擦る操作を行う洗浄のことをいう。例えば、スポンジやブラシ、不織布等の洗浄具の表面に洗浄剤を付与し、当該洗浄剤が付与された洗浄具を基板表面に当接させて相対移動させることにより、基板表面に付着した粒子等の付着物は除去され得る。また、洗浄工程は、付着した粒子の除去性の観点から、研磨後の基板表面が乾燥する前に実施することが好ましい。なお、ここに開示される洗浄工程は、超音波洗浄やマイクロ波洗浄を含まない態様で、好ましく実施され得る。

[0035] 基板の破損防止や付着粒子の除去性等の観点から、洗浄手段として、スポンジ(例えばポリビニルアルコール(PVA)スポンジ)を用いたスクラブ洗浄が好ましい。このような洗浄をスポンジ洗浄ともいう。また、洗浄工程(典型的にはスクラブ洗浄)においては、必要に応じて基板表面に水(脱イ

オン水、純水、超純水、蒸留水等）や有機溶剤（低級アルコール、低級ケトン等）を追加的に供給してもよく、あるいは供給しなくてもよい。

[0036] 洗浄剤を用いた洗浄工程の時間は、特に限定されず、基板表面の粒子除去性の観点から、10秒以上とすることが適当であり、好ましくは30秒以上、より好ましくは1分以上である。また、洗浄効率の観点から、30分以下程度とすることが適当であり、好ましくは10分以下、より好ましくは3分以下（例えば1～2分）である。

[0037] 洗浄工程における洗浄剤の温度は、通常、常温（典型的には10℃以上40℃未満、例えば20～30℃程度）とすることができる。洗浄剤を加温（例えば40℃以上または50℃～80℃程度に加温）して洗浄を実施してもよい。

[0038] いくつかの好ましい態様において、上記洗浄剤を用いた洗浄工程の前に予備洗浄（プレ洗浄ともいう。）を実施する。予備洗浄は、上記洗浄剤を用いない洗浄であり、例えば、浸漬による洗浄や、流水洗浄、スプレー噴射による洗浄、スクラブ洗浄、超音波洗浄等から選択される1または2以上が採用され得る。例えば、予備洗浄は、水（脱イオン水、純水、超純水、蒸留水等。特に断りがないかぎり以下同じ。）への浸漬、流水洗浄、水をスプレー噴射する洗浄、水を用いたスクラブ洗浄、水を含む水槽での超音波洗浄等であり得る。水への浸漬は、水を溜めた水槽内に基板を浸漬するバッチ浸漬であってもよく、水槽に水をオーバーフローさせながら行うオーバーフロー浸漬であってもよく、クイックダンプ浸漬であってもよい。洗浄性の観点からスクラブ洗浄が好ましい。水を用いたスクラブ洗浄は、基板表面に水を供給（流水）しながら実施することが好ましい。予備洗浄におけるスクラブ洗浄としては、スポンジ（例えばPVAスポンジ）を用いたスクラブ洗浄が好ましい。予備洗浄工程は、付着した粒子の除去性の観点から、研磨後の基板表面が乾燥する前に実施することが好ましく、予備洗浄工程終了後、基板表面が乾燥する前に上記洗浄工程を実施することが好ましい。なお、上述の水には、適当量の有機溶剤（低級アルコール、低級ケトン等）が含まれていてもよ

い。

[0039] 予備洗浄工程の時間は、特に限定されず、洗浄性の観点から、10秒以上とすることが適当であり、好ましくは30秒以上である。また、洗浄効率の観点から、10分以下程度とすることが適当であり、好ましくは3分以下（例えば1～2分）である。

[0040] いくつかの態様において、上記洗浄剤を用いた洗浄工程の後に後洗浄を実施する。後洗浄は、上記洗浄工程の後に実施する他は上述の予備洗浄と同様の方法で実施され得るので、重複する説明は省略する。後洗浄では、流水洗浄と浸漬洗浄（例えばオーバーフロー浸漬）とを組み合わせる方法を採用してもよい。浸漬洗浄が採用される場合、後洗浄工程の時間は、1分以上とすることが適当であり、10分以上（例えば10～30分程度）することが好ましい。

[0041] ここに開示される洗浄方法は、界面活性剤を用いて、また好ましい態様においてスポンジを用いたスクラブ洗浄によって、酸化ガリウム基板に対して優れた洗浄効果を実現できるので、その全体において、従来の洗浄方法においてよく利用されている超音波洗浄やマイクロ波洗浄を含まない態様で好ましく実施することができる。

[0042] 洗浄された酸化ガリウム基板は、自然乾燥や、乾燥機等を用いて強制乾燥させた後、半導体基板材料として、光学デバイスやパワーデバイス等の各種デバイス用途に用いられる。

[0043] <酸化ガリウム基板の製造方法>

また、本明細書によると、上記洗浄方法を含む酸化ガリウム基板の製造方法が提供される。ここに開示される技術には、酸化ガリウム基板の製造方法および該方法により製造された酸化ガリウム基板の提供が含まれ得る。すなわち、ここに開示される技術によると、ここに開示されるいずれかの洗浄剤を酸化ガリウム基板に供給して該酸化ガリウム基板を洗浄する洗浄工程を含む、酸化ガリウム基板の製造方法および該方法により製造された酸化ガリウム基板が提供される。上記製造方法は、ここに開示されるいずれかの洗浄方

法の内容を好ましく適用することにより実施され得る。

[0044] また、酸化ガリウム基板の製造方法は、上記洗浄工程の前に、研磨対象である酸化ガリウム基板を研磨する工程（研磨工程）を含み得る。上記研磨工程は、具体的には、後述する研磨用組成物を用いて酸化ガリウム基板の表面を研磨する工程である。ここに開示される洗浄剤および洗浄方法は、後述する研磨工程を経た研磨後の酸化ガリウム基板に対して適用されることで、所望の効果を好適に実現することができる。ここに開示される洗浄剤および洗浄方法は、後述の研磨と組み合わせる態様で好ましく実施される。以下、研磨用組成物および研磨方法について説明する。

[0045] <研磨用組成物>

（砥粒）

ここに開示される酸化ガリウム基板用の研磨用組成物は砥粒を含むことが好ましい。かかる研磨用組成物を用いた研磨によると、酸化ガリウム基板に対する研磨レートを向上し、かつ、良好な面品質を実現することができる。砥粒は、他の化合物半導体基板の研磨で用いられ得る砥粒のなかから適宜選択して使用することができる。砥粒としては、例えば、酸化ケイ素（シリカ）、酸化アルミニウム（アルミナ）、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化チタニウム、酸化クロム、酸化マグネシウム、酸化マンガン、酸化亜鉛、酸化鉄等の酸化物；窒化ケイ素、窒化ホウ素等の窒化物；炭化ケイ素、炭化ホウ素等の炭化物；等のいずれかから実質的に構成される砥粒が挙げられる。また、上記した各種の砥粒は、一種を単独でまたは二種以上を組み合わせる用いることができる。なお、本明細書において、砥粒の組成について「実質的にXからなる」または「実質的にXから構成される」とは、当該砥粒に占めるXの割合（Xの純度）が、重量基準で90%以上（好ましくは95%以上、より好ましくは97%以上、さらに好ましくは98%以上、例えば99%以上）であることをいう。

[0046] また、上述した砥粒のなかでも、実質的にシリカからなるシリカ砥粒や、実質的にアルミナからなるアルミナ砥粒は、入手が比較的容易であることに

加え、酸化ガリウム基板の研磨を好適に行うことができ、良好な面品質を得られやすいため好ましく用いることができる。なかでも、ここに開示される技術は、シリカ粒子を含む研磨用組成物を使用する態様に好適である。シリカ粒子を用いた酸化ガリウム基板の研磨において、シリカ粒子が基板表面に付着した場合、その除去は、他の粒子と比べて容易でないことが多い。ここに開示される技術によると、そのような基板表面に付着したシリカ粒子を、上述の洗浄剤を用いて好ましく除去することができる。

[0047] シリカ砥粒としては、例えば、コロイダルシリカ、乾式法シリカ等が挙げられる。なかでも、コロイダルシリカの使用が好ましい。コロイダルシリカを含む砥粒によると、高い研磨レートと良好な面品質とが好適に達成され得る。ここでいうコロイダルシリカの例には、Na、K等のアルカリ金属とSiO₂とを含有するケイ酸アルカリ含有液（例えばケイ酸ナトリウム含有液）を原料に用いて製造されるシリカや、テトラエトキシシランやテトラメトキシシラン等のアルコキシシランの加水分解縮合反応により製造されるシリカ（アルコキシド法シリカ）が含まれる。また、乾式法シリカの例には、四塩化ケイ素やトリクロロシラン等のシラン化合物を典型的には水素火炎中で燃焼させることで得られるシリカ（フュームドシリカ）や、金属シリコンと酸素の反応により生成するシリカが含まれる。これらは一種を単独でまたは二種以上を組み合わせ用いることができる。

[0048] アルミナ砥粒としては、例えば、 α -アルミナ、 δ -アルミナ、 θ -アルミナ、 κ -アルミナ等を含む砥粒が挙げられる。これらのなかでも、 α -アルミナを主成分とするアルミナ砥粒によると、高い研磨レートを容易に実現し得る。この α -アルミナを主成分とするアルミナ砥粒は、砥粒中のアルミナの α 化率が20%以上であると好ましく、40%以上であるとより好ましい。なお、アルミナ砥粒中のアルミナの α 化率は、X線回折測定による（113）面回折線の積分強度比から求められる。また、製法による分類に基づきフュームドアルミナと称されるアルミナ（典型的にはアルミナ塩を高温焼成する際に生産されるアルミナ微粒子）を使用してもよい。さらに、コロイ

ダルアルミナまたはアルミナゾルと称されるアルミナ（例えばベーマイト等のアルミナ水和物）も好ましく用いることができる。これらは一種を単独でまたは二種以上を組み合わせ用いることができる。

[0049] なお、ここに開示される研磨用組成物では、表面改質した砥粒を使用してもよい。砥粒の表面改質は、具体的には、砥粒表面に砥粒表面とは異なる電位を有する物質を付着または結合させ、砥粒表面の電位を変えることにより行われる。砥粒表面の電位を変えるために使用される物質には制限はないが、例えば砥粒がシリカ砥粒であった場合には、界面活性剤や、無機酸、有機酸の他、アルミナなどの金属酸化物を使用することができる。

[0050] また、研磨用組成物中の砥粒の平均一次粒子径 D_{p1} は適宜調整することができる。砥粒の平均一次粒子径 D_{p1} が大きくなるにつれて、研磨レートが向上する傾向がある。そのような観点から、砥粒の平均一次粒子径 D_{p1} は、凡そ、5 nm以上であってもよく、10 nm以上であってもよく、15 nm以上であってもよく、18 nm以上であってもよく、20 nm以上であってもよい。また、砥粒の平均一次粒子径 D_{p1} が小さくなるにつれて、良好な面品質を得られやすくなる傾向がある。そのような観点から、砥粒の平均一次粒子径 D_{p1} は、凡そ、1000 nm以下であってもよく、1000 nm未満であってもよく、500 nm以下であってもよく、200 nm以下であってもよく、100 nm以下であってもよく、90 nm以下であってもよい。

なお、本明細書において平均一次粒子径 D_{p1} とは、BET法により測定される比表面積（BET値）から、 $BET径(nm) = 6000 / (真密度(g/cm^3) \times BET値(m^2/g))$ の式により算出される粒子径をいう。例えばシリカ砥粒の場合、 $BET径(nm) = 2727 / BET値(m^2/g)$ によりBET径を算出することができる。比表面積の測定は、例えば、マイクロメリテックス社製の表面積測定装置、商品名「Flow Sorb II 2300」を用いて行うことができる。

[0051] また、砥粒の平均二次粒子径 D_{p2} が大きくなるにつれて、研磨レートが向上する傾向がある。そのような観点から、砥粒の平均二次粒子径 D_{p2} は、凡

そ、10nm以上であってもよく、20nm以上であってもよく、30nm以上であってもよく、40nm以上であってもよい。一方、砥粒の平均二次粒子径 D_{P2} が小さくなるにつれて、良好な面品質を得られやすくなる傾向がある。そのような観点から、砥粒の平均二次粒子径 D_{P2} は、凡そ、5000nm以下であってもよく、1000nm以下であってもよく、500nm以下であってもよく、400nm以下であってもよく、300nm以下であってもよく、200nm以下であってもよい。

なお、本明細書において平均二次粒子径 D_{P2} とは、動的光散乱法に基づく体積平均粒子径（体積平均径 $D50$ ）をいう。砥粒の平均二次粒子径 D_{P2} は、市販の動的光散乱法式粒度分析計を用いて測定することができ、例えば、日機装社製の型式「UPA-UT151」またはその相当品を用いて測定することができる。

[0052] また、砥粒の平均二次粒子径 D_{P2} は、一般に砥粒の平均一次粒子径 D_{P1} と同等以上（ $D_{P2}/D_{P1} \geq 1$ ）であり、典型的には D_{P1} よりも大きい（ $D_{P2}/D_{P1} > 1$ ）と好ましい。特に限定するものではないが、砥粒の D_{P2}/D_{P1} が大きくなるにつれて、研磨レートが向上する傾向がある。そのような観点から、砥粒の D_{P2}/D_{P1} は、1.05以上であってもよく、1.1以上であってもよく、1.2以上であってもよく、1.3以上であってもよい。また、砥粒の D_{P2}/D_{P1} が小さくなるにつれて、良好な面品質を得られやすくなる傾向がある。そのような観点から、砥粒の D_{P2}/D_{P1} は、10以下であってもよく、5以下であってもよく、3以下であってもよく、2.5以下であってもよく、2.3以下であってもよく、2.2以下であってもよい。

[0053] 砥粒の形状（外形）は、球形であってもよく、非球形であってもよい。非球形をなす砥粒の具体例としては、ピーナツ形状（すなわち、落花生の殻の形状）、繭型形状、金平糖形状、ラグビーボール形状等が挙げられる。

[0054] （水）

ここに開示される研磨用組成物は、典型的には水を含む。水としては、イオン交換水（脱イオン水）、純水、超純水、蒸留水等を好ましく用いること

ができる。ここに開示される研磨用組成物は、必要に応じて、水と均一に混合し得る有機溶剤（低級アルコール、低級ケトン等）をさらに含有してもよい。通常は、研磨用組成物に含まれる溶媒の90体積%以上が水であることが好ましく、95体積%以上（典型的には99～100体積%）が水であることがより好ましい。

[0055] (酸)

ここに開示される研磨用組成物は酸を含んでいてもよい。使用する酸としては、硫酸、硝酸、塩酸、塩素酸、臭素酸、リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸、ホウ酸等の無機酸；酢酸、イタコン酸、コハク酸、酒石酸、クエン酸、マレイン酸、グリコール酸、マロン酸、メタンスルホン酸、ギ酸、リンゴ酸、グルコン酸、アラニン、グリシン、乳酸、トリフルオロ酢酸、トリフルオロメタンスルホン酸等の有機酸；等が挙げられる。なお、上記酸のなかでも、硝酸、塩酸、塩素酸、臭素酸、リン酸を好ましく用いることができる。また、上記した各種の酸は、一種を単独でまたは二種以上を組み合わせる用いることができる。これらの酸は、研磨用組成物のpHを調整する手段として用いることができる。ここに開示される研磨用組成物は、上記酸として、硝酸、塩酸、塩素酸および臭素酸からなる群から選択される少なくとも一種の酸を含む態様で実施することができる。また、ここに開示される研磨用組成物は、上記酸として少なくともリン酸を含む態様で実施することができる。

[0056] (アルカリ)

また、ここで開示される研磨用組成物はアルカリを含んでいてもよい。使用するアルカリとしては、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素リチウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム等のアルカリ金属由来の無機アルカリ化合物、またはアンモニア、アミン等の有機アルカリ化合物を用いることができる。なお、上記した各種のアルカリは、一種を単独でまたは二種以上を組み合わせる用いることができる。これらのアルカリは、研磨用組成物の

pHを調整する手段として用いることができる。

[0057] (pH)

ここに開示される研磨用組成物のpHは特に制限されない。例えば、研磨用組成物のpHは、0.5以上であってもよく、1.0以上であってもよく、2.0以上であってもよく、3.0以上であってもよく、4.0以上であってもよい。ここに開示される研磨用組成物は、pHが5.0以上、6.0以上または6.5以上である態様でも好ましく実施され得る。また、研磨用組成物のpHは、例えば13.0以下であってもよく、12.5以下であってもよく、12.0以下でもよく、12.0未満でもよい。いくつかの態様において、該研磨用組成物のpHは、例えば11.0未満であってもよく、9.5未満でもよく、8.0未満でもよく、7.0未満でもよく、6.0未満でもよく、5.0未満でもよい。

なお、本明細書において、液状の組成物（研磨用組成物、研磨液等）のpHは、pHメーター（例えば、堀場製作所製のガラス電極式水素イオン濃度指示計（型番F-23））を使用し、標準緩衝液（フタル酸塩pH緩衝液 pH: 4.01（25℃）、中性リン酸塩pH緩衝液 pH: 6.86（25℃）、炭酸塩pH緩衝液 pH: 10.01（25℃））を用いて3点校正した後で、ガラス電極を測定対象の組成物に入れて、2分以上経過して安定した後の値を測定することにより把握することができる。

[0058] いくつかの態様において、研磨用組成物のpHは、好ましくは4.0以上12.0以下、例えば4以上12未満であり、より好ましくは4.0以上12.0未満である。pHが4.0以上12.0以下である研磨用組成物を用いた研磨によると、酸化ガリウム基板に対する研磨レートをより好適に向上させ、かつ、良好な面品質を容易に実現することができる。特に限定的に解釈されるものではないが、このような効果が得られる理由は、例えば以下のように考えられる。酸化ガリウム基板は、サファイア基板や炭化ケイ素基板などの他の化合物半導体基板よりも化学的な反応性が高く、研磨用組成物の化学的性質の影響を受け易い。このため、強酸性や強アルカリ性の研磨用組

成物を用いて研磨を行うと、基板表面が荒れて、研磨後の基板表面の平滑性の低下や、ピットなどの微小な欠陥の発生などの原因となる。ここに開示される技術では、pHが4.0以上12.0以下に調整された研磨用組成物を用いることによって、酸化ガリウム基板の表面の荒れを防止し、良好な面品質を実現できると考えられる。また、研磨用組成物のpHを4.0以上12.0以下に調整することにより、砥粒の凝集が促進されて、好適な粒子径を有する砥粒の二次粒子が多数形成されるため、研磨レートを向上できると考えられる。いくつかの好ましい態様として、硝酸、塩酸、塩素酸および臭素酸からなる群から選択される少なくとも一種の酸を含み、かつpHが上述したいずれかの範囲にある態様が挙げられる。

[0059] 他のいくつかの態様において、研磨用組成物のpHは、好ましくは0.5以上12.0以下であり、より好ましくは0.5以上8未満であり、例えば0.5以上7.0未満であり得る。例えば、酸として少なくともリン酸を含む態様の研磨用組成物において、上述したいずれかのpHを好ましく採用し得る。

[0060] (その他の成分)

ここに開示される研磨用組成物は、キレート剤、増粘剤、分散剤、表面保護剤、濡れ剤、界面活性剤、防錆剤、防腐剤、防カビ剤等の添加剤を、必要に応じてさらに含有してもよい。

[0061] ここに開示される研磨用組成物の製造方法は特に限定されない。例えば、翼式攪拌機、超音波分散機、ホモミキサー等の周知の混合装置を用いて、研磨用組成物に含まれる各成分を混合するとよい。これらの成分を混合する態様は特に限定されず、例えば全成分を一度に混合してもよく、適宜設定した順序で混合してもよい。

[0062] ここに開示される研磨用組成物は、一剤型であってもよいし、二剤型を始めとする多剤型であってもよい。例えば、該研磨用組成物の構成成分のうち一部の成分を含むA液と、残りの成分を含むB液とが混合されて研磨に用いられるように構成されていてもよい。例えば、砥粒や種々の添加剤を含むA

液と、酸やアルカリなどのpH調整剤を含むB液とを別途調製し、pHが4.0以上12.0未満になるように、これらを混合すると好ましい。

[0063] ここに開示される研磨用組成物は、酸化ガリウム基板に供給される前には濃縮された形態（すなわち、研磨液の濃縮液の形態）であってもよい。このように濃縮された形態の研磨用組成物は、製造、流通、保存等の際における利便性やコスト低減等の観点から有利である。濃縮倍率は、例えば、体積換算で、1.2倍～50倍程度とすることができる。

[0064] このように濃縮液の形態にある研磨用組成物は、所望のタイミングで希釈して研磨液を調製し、その研磨液を酸化ガリウム基板に供給する態様で使うことができる。上記希釈は、典型的には、上記濃縮液に前述の溶媒（例えば、水）を加えて混合することにより行うことができる。また、上記溶媒が混合溶媒である場合、該溶媒の構成成分のうち一部の成分のみを加えて希釈してもよく、それらの構成成分を上記溶媒とは異なる量比で含む混合溶媒を加えて希釈してもよい。多剤型の研磨用組成物においては、それらのうち一部の剤を希釈した後に他の剤と混合して研磨液を調製してもよく、複数の剤を混合した後にその混合物を希釈して研磨液を調製してもよい。

このとき、研磨液における砥粒の含有量が多くなるにつれて、研磨レートが向上する傾向がある。そのような観点から、研磨液における砥粒の含有量は、凡そ、1重量%以上であってもよく、5重量%以上であってもよく、7.5重量%以上であってもよく、10重量%以上であってもよい。研磨液における砥粒の含有量が少なくなるにつれて、良好な面品質を得られやすくなる傾向がある。そのような観点から、上記含有量は、凡そ、50重量%以下であってもよく、45重量%以下であってもよく、40重量%以下であってもよく、35重量%以下であってもよく、30重量%以下（例えば25重量%以下）であってもよい。

[0065] <研磨洗浄用セット>

上記より、本明細書によると、酸化ガリウム基板の研磨および洗浄に用いられる研磨洗浄用セットが提供される。この研磨洗浄用セットは、研磨用組

成物と洗浄剤とを含む。上記研磨用組成物は酸化ガリウム基板の研磨に用いられ、上記洗浄剤は上記研磨用組成物を用いた研磨後の酸化ガリウム基板の洗浄に用いられる。上記研磨洗浄用セットは、より具体的には、酸化ガリウム基板の製造方法に用いられる。研磨用組成物としては、ここに開示される上述の研磨用組成物が用いられる。洗浄剤としては、ここに開示される上述の洗浄剤が用いられる。具体的には、上記研磨用組成物は、例えば砥粒と水とを含むものであり得る。また、上記洗浄剤は界面活性剤を含む。上記研磨用組成物と上記洗浄剤とは、典型的には互いに分けて保管されている。上記研磨洗浄用セットを用いて製造される酸化ガリウム基板は、研磨後、高い面品質を有し、かつ洗浄されてクリーンな表面を有するものとなり得る。研磨用組成物および洗浄剤の詳細については、上述のとおりであるので、説明は省略する。

[0066] <研磨方法>

ここに開示される研磨用組成物は、例えば以下の操作を含む態様で、酸化ガリウム基板の研磨に使用することができる。すなわち、ここに開示されるいずれかの研磨用組成物を含む研磨液を用意する。上記研磨液を用意することには、研磨用組成物を希釈することが含まれ得る。あるいは、上記研磨用組成物をそのまま研磨液として使用してもよい。また、多剤型の研磨用組成物の場合、上記研磨液を用意することには、それらの剤を混合すること、該混合の前に1または複数の剤を希釈すること、該混合の後にその混合物を希釈すること、等が含まれ得る。次いで、その研磨液を研磨対象物に供給し、常法により研磨する。例えば、一般的な研磨装置に研磨対象物をセットし、該研磨装置の研磨パッドを通じて研磨対象物の表面（研磨対象面）に上記研磨液を供給する。典型的には、上記研磨液を連続的に供給しつつ、研磨対象物の表面に研磨パッドを押しつけて両者を相対的に移動（例えば回転移動）させる。

[0067] この明細書によると、酸化ガリウム基板を研磨する研磨方法および該研磨方法を用いた酸化ガリウム基板の製造方法が提供される。上記研磨方法は、

ここに開示される研磨用組成物を用いて酸化ガリウム基板の表面を研磨する工程を含む。いくつかの好ましい態様に係る研磨方法は、粗研磨工程（ラッピング工程）と、仕上げ研磨工程（ポリシング工程）と、を含んでいる。ここでいう粗研磨工程とは、仕上げ研磨工程の前に配置される研磨工程であり、酸化ガリウム基板の厚みを調整するために実施される。例えば、この粗研磨工程では、ダイヤモンド砥粒を含む研磨用組成物を使用した研磨が行われる。また、ここでいう仕上げ研磨工程は、砥粒を含む研磨用組成物を用いて行われる研磨工程の最後に（すなわち、最も下流側に）配置される研磨工程のことをいう。なお、ここに開示される研磨方法は、粗研磨工程の前や、粗研磨工程と仕上げ研磨工程との間に、洗浄工程や予備研磨工程等の追加の工程を含んでもよい。上記洗浄工程は、ここに開示される洗浄方法（界面活性剤を含む洗浄剤を用いた洗浄方法）であってもよく、従来公知の洗浄方法であってもよい。

[0068] ここに開示される研磨用組成物を用いた研磨によると、表面粗さ R_a [nm] が 0.1 nm 以下という平滑性の高い表面を有する酸化ガリウム基板を得ることができる。このため、ここに開示される研磨用組成物は、研磨工程の最後に配置される仕上げ研磨工程に特に好ましく使用され得る。なお、上記の記載は、ここに開示される研磨用組成物を仕上げ研磨工程で使用することに限定するものではない。すなわち、ここに開示される研磨用組成物は、粗研磨工程で用いられてもよいし、粗研磨工程および仕上げ研磨工程の両方で用いられてもよい。また、粗研磨工程と仕上げ研磨工程の他に研磨工程（例えば、予備研磨工程）を配置した場合には、当該他の研磨工程に、ここで開示される研磨用組成物を用いることもできる。

[0069] なお、仕上げ研磨工程は、片面研磨装置による研磨、両面研磨装置による研磨のいずれにも適用可能である。片面研磨装置では、セラミックプレートにワックスで研磨対象物（酸化ガリウム基板）を貼りつけたり、キャリアと呼ばれる保持具を用いて研磨対象物を保持し、研磨用組成物を供給しながら研磨対象物の片面に研磨パッドを押しつけて両者を相対的に移動（例えば回

転移動) させることにより研磨対象物の片面を研磨する。両面研磨装置では、キャリアと呼ばれる保持具を用いて研磨対象物を保持し、上方より研磨用組成物を供給しながら、研磨対象物の対向面に研磨パッドを押しつけ、それらを相対方向に回転させることにより研磨対象物の両面を同時に研磨する。

[0070] また、仕上げ研磨工程に使用される研磨パッドは、特に限定されない。例えば、軟質発泡ポリウレタンタイプ、硬質発泡ポリウレタンタイプ、不織布タイプの研磨パッドを用いることができる。これらのなかでも、軟質発泡ポリウレタンタイプの研磨パッドを好ましく用いることができる。この軟質発泡ポリウレタンタイプの研磨パッドとしては、少なくとも研磨対象物に押しつけられる側が軟質発泡ポリウレタンにより構成されている研磨パッドであり、例えばスウェードタイプの研磨パッドが挙げられる。また、スウェードタイプの研磨パッドのなかでも、ショアA硬度が60以下の研磨パッドを好ましく用いることができる。なお、ショアA硬度は、研磨パッドを湿度20～60%の乾燥状態で室温に60分以上置いた後に、JIS K6253に準拠したゴム硬度計(A型)を用いて測定された値である。

実施例

[0071] 以下、本発明に関するいくつかの実施例を説明するが、本発明を実施例に示すものに限定することを意図したものではない。なお、以下の説明において「%」は、特に断りがない限り重量基準である。

[0072] 《実験1》

＜実施例1＞

界面活性剤Aとして、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム(エチレンオキサイド付加モル数：平均3、アルキル基の炭素数：12～14)を用いて、上記界面活性剤を27%の濃度で含む水溶液を得た。これを洗浄剤として用いた。この洗浄剤のpHは8.6であった。

[0073] <実施例2>

界面活性剤Bとして、ポリオキシエチレンアルキルエーテル(エチレンオキサイド付加モル数：9、アルキル基：イソトリデシル基(炭素数13))

を用意し、洗浄剤として用いた。この洗浄剤のpHは6.6であった。

[0074] <実施例3>

界面活性剤Cとして、塩化アルキルトリメチルアンモニウム（アルキル基：ヘキサデシル基、ステアシル基（炭素数16～18））を用いて、上記界面活性剤を28%の濃度で含む水溶液を得た。これを洗浄剤として用いた。この洗浄剤のpHは7.1であった。

[0075] <実施例4>

界面活性剤Dとして、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム（アルキル基の炭素数12～14）を用いて、上記界面活性剤を51%の濃度で含む水溶液を得た。これを洗浄剤として用いた。この洗浄剤のpHは7.0であった。

[0076] <評価試験>

[研磨試験]

研磨液を使用してβ酸化ガリウム基板に対する研磨を行った。研磨液としては、コロイダルシリカ（平均一次粒子径：35nm）と脱イオン水とを含む砥粒濃度20%の混合液を調製し、この混合液に硝酸を添加してpHを7.0に調整して得た研磨液を使用した。研磨対象物としては、表面（研磨対象面）の面積が1.5cm²のβ酸化ガリウム基板（ウェーハ）を使用し、この基板の表面を以下の研磨条件で研磨した。

（条件）

研磨装置：日本エンギス株式会社製の片面研磨装置、型式「EJ-380IN」

研磨荷重：280g/cm²

定盤の回転速度：60rpm

ヘッド（キャリア）の回転速度：60rpm

研磨パッド：フジミインコーポレーテッド株式会社製「SURFIN 019-3」

研磨液の供給レート：10mL/min

研磨液の温度：20℃

定盤冷却水の温度：20℃

研磨時間：5～10分

[0077] [洗浄試験]

研磨後のβ酸化ガリウム基板を研磨装置から取り外し、室温環境下において、市販のPVAスポンジを用いて流水（純水）による洗浄を30秒間行った。上記基板をクリーンルームに移し、洗浄剤を付与したPVAスポンジを用いて1分間のスクラブ洗浄を実施した。次いで、流水（純水）で1分間の洗浄を行った。

[0078] [AFM観察]

クリーンルーム内で一晩自然乾燥したβ酸化ガリウム基板の表面を、AFM（Bruker社製、装置型式：Nanoscope V）を用いて、10μm×10μmの領域を3か所観察した。その結果、実施例1～4に係る洗浄剤を使用して洗浄を行ったβ酸化ガリウム基板の表面に粒子の付着は確認されなかった。実施例1～4に係る洗浄後のβ酸化ガリウム基板表面のAFM画像を図1～4にそれぞれ示す。

[0079] <<実験2>>

<比較例1>

[研磨試験]

実験1と同様の方法および条件で、研磨液を使用してβ酸化ガリウム基板に対する研磨を行った。

[0080] [洗浄試験]

研磨後のβ酸化ガリウム基板を研磨装置から取り外し、室温環境下において、市販のPVAスポンジを用いて流水（純水）による洗浄を1分間行った。次いで、純水中に浸漬して超音波洗浄を1分間行った後、流水（純水）で1分間の洗浄を行った。さらに流水（純水）で15分以上の洗浄を行った。

[0081] [AFM観察]

実験1と同様の方法で、β酸化ガリウム基板の表面に対してAFM観察を

行ったところ、全面に粒子の付着も認められた。比較例 1 に係る洗浄後の β 酸化ガリウム基板表面の A F M 画像を図 5 に示す。

[0082] 実験 1 ～ 2 の結果を表 1 にまとめた。表 1 中、「粒子除去」の欄において、粒子の付着がなかったものを「◎」、洗浄時間の延長で粒子の付着を解消できたものを「○」、粒子の付着が全面に確認されたものを「×」とした。

[0083] [表1]

表 1

	洗浄剤	粒子除去
実施例 1	界面活性剤 A	◎
実施例 2	界面活性剤 B	◎
実施例 3	界面活性剤 C	○
実施例 4	界面活性剤 D	○
比較例 1	純水	×

[0084] 上記実験 1 ～ 2 の結果から、界面活性剤を含む洗浄剤は、研磨後の酸化ガリウム基板に対して優れた洗浄性を発揮し得ることが確認された。

[0085] 以上、本発明の具体例を詳細に説明したが、これらは例示にすぎず、請求の範囲を限定するものではない。請求の範囲に記載の技術には、以上に例示した具体例を様々に変形、変更したものが含まれる。

請求の範囲

- [請求項1] 研磨後の酸化ガリウム基板の洗浄に用いられる、界面活性剤を含む洗浄剤。
- [請求項2] 前記界面活性剤はアニオン性界面活性剤を含む、請求項1に記載の洗浄剤。
- [請求項3] 前記界面活性剤は、オキシアルキレン単位を有する化合物である、請求項1または2に記載の洗浄剤。
- [請求項4] 前記界面活性剤の濃度は10重量%以上である、請求項1から3のいずれか一項に記載の洗浄剤。
- [請求項5] さらに水を含む、請求項1から4のいずれか一項に記載の洗浄剤。

[図1]

実施例1

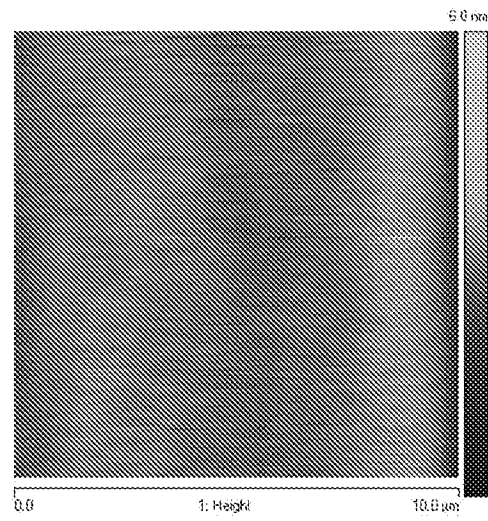


FIG.1

[図2]

実施例2

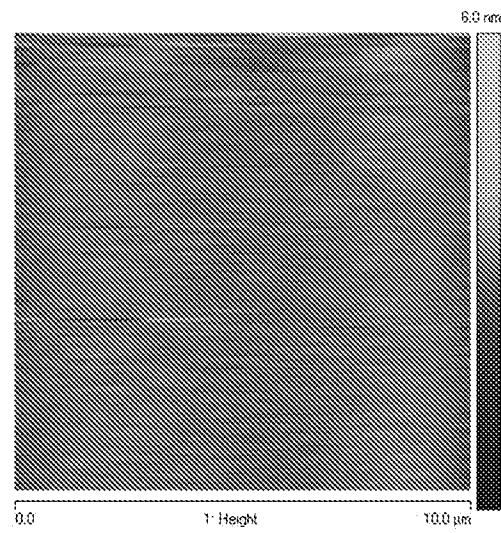


FIG.2

[図3]

実施例 3

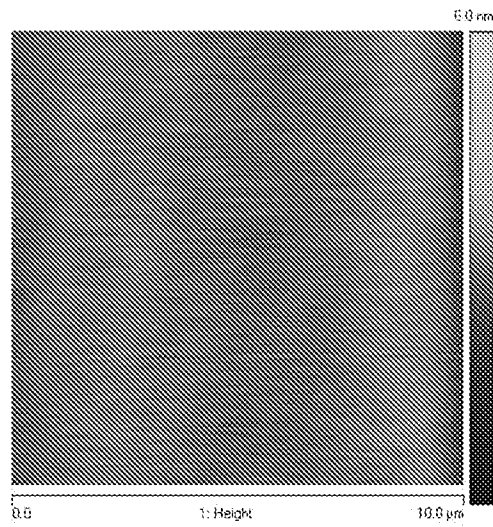


FIG.3

[図4]

実施例 4

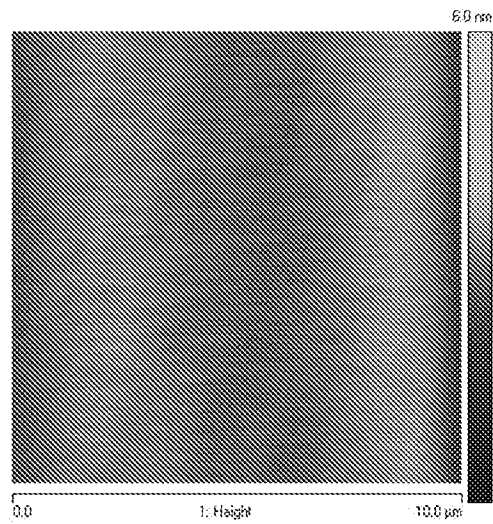


FIG.4

[図5]

比較例1

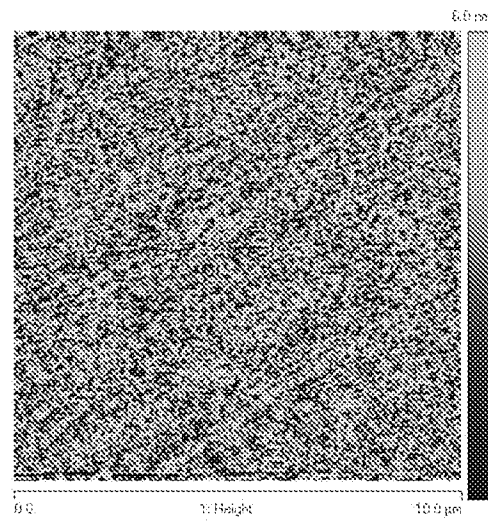


FIG.5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2021/034212

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER B24B 55/06 (2006.01)i; C11D 1/02 (2006.01)i; C11D 1/38 (2006.01)i; C11D 1/66 (2006.01)i; C11D 1/88 (2006.01)i; H01L 21/304 (2006.01)i FI: H01L21/304 647B; B24B55/06; C11D1/02; C11D1/66; C11D1/38; C11D1/88; H01L21/304 622Q; H01L21/304 622W 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) B24B55/06; C11D1/02; C11D1/38; C11D1/66; C11D1/88; H01L21/00 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2021 Registered utility model specifications of Japan 1996-2021 Published registered utility model applications of Japan 1994-2021 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)																							
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <table border="1"> <thead> <tr> <th>Category*</th> <th>Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th>Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Y</td> <td>WO 2014/077370 A1 (LION CORPORATION) 22 May 2014 (2014-05-22) paragraphs [0012]-[0015], [0030], [0032]-[0034], [0036]</td> <td>1-5</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 2008-105883 A (NIPPON LIGHT METAL CO LTD) 08 May 2008 (2008-05-08) paragraph [0009]</td> <td>1-5</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 2014-526153 A (EKC TECHNOLOGY, INC) 02 October 2014 (2014-10-02) paragraphs [0010], [0012], [0015], [0017], [0020]</td> <td>1-5</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 2008-537343 A (ADVANCED TECHNOLOGY MATERIALS, INC) 11 September 2008 (2008-09-11) paragraphs [0022], [0034]-[0035], [0044], [0047], [0078]</td> <td>1-5</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2012-74678 A (MITSUBISHI CHEMICALS CORP) 12 April 2012 (2012-04-12) entire text, all drawings</td> <td>1-5</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2010-171362 A (FUJIFILM CORP) 05 August 2010 (2010-08-05) entire text, all drawings</td> <td>1-5</td> </tr> </tbody> </table>			Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	Y	WO 2014/077370 A1 (LION CORPORATION) 22 May 2014 (2014-05-22) paragraphs [0012]-[0015], [0030], [0032]-[0034], [0036]	1-5	Y	JP 2008-105883 A (NIPPON LIGHT METAL CO LTD) 08 May 2008 (2008-05-08) paragraph [0009]	1-5	Y	JP 2014-526153 A (EKC TECHNOLOGY, INC) 02 October 2014 (2014-10-02) paragraphs [0010], [0012], [0015], [0017], [0020]	1-5	Y	JP 2008-537343 A (ADVANCED TECHNOLOGY MATERIALS, INC) 11 September 2008 (2008-09-11) paragraphs [0022], [0034]-[0035], [0044], [0047], [0078]	1-5	A	JP 2012-74678 A (MITSUBISHI CHEMICALS CORP) 12 April 2012 (2012-04-12) entire text, all drawings	1-5	A	JP 2010-171362 A (FUJIFILM CORP) 05 August 2010 (2010-08-05) entire text, all drawings	1-5
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.																					
Y	WO 2014/077370 A1 (LION CORPORATION) 22 May 2014 (2014-05-22) paragraphs [0012]-[0015], [0030], [0032]-[0034], [0036]	1-5																					
Y	JP 2008-105883 A (NIPPON LIGHT METAL CO LTD) 08 May 2008 (2008-05-08) paragraph [0009]	1-5																					
Y	JP 2014-526153 A (EKC TECHNOLOGY, INC) 02 October 2014 (2014-10-02) paragraphs [0010], [0012], [0015], [0017], [0020]	1-5																					
Y	JP 2008-537343 A (ADVANCED TECHNOLOGY MATERIALS, INC) 11 September 2008 (2008-09-11) paragraphs [0022], [0034]-[0035], [0044], [0047], [0078]	1-5																					
A	JP 2012-74678 A (MITSUBISHI CHEMICALS CORP) 12 April 2012 (2012-04-12) entire text, all drawings	1-5																					
A	JP 2010-171362 A (FUJIFILM CORP) 05 August 2010 (2010-08-05) entire text, all drawings	1-5																					
☒ 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 17 November 2021		Date of mailing of the international search report 30 November 2021																					
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.																					

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2021/034212**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2009-124170 A (AIR PRODUCTS & CHEMICALS INC) 04 June 2009 (2009-06-04) entire text, all drawings	1-5
A	JP 2019-117959 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES) 18 July 2019 (2019-07-18) entire text, all drawings	1-5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2021/034212

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO	2014/077370	A1	22 May 2014	(Family: none)	
JP	2008-105883	A	08 May 2008	(Family: none)	
JP	2014-526153	A	02 October 2014	US 2013/0053291	A1
				paragraphs [0009], [0011],	
				[0014], [0016], [0020]	
				CN 103857780	A
				KR 10-2014-0066725	A
				WO 2013/028662	A2
JP	2008-537343	A	11 September 2008	US 2008/0269096	A1
				paragraphs [0028], [0040],	
				[0046], [0049], [0078]	
				CN 101198416	A
				KR 10-2007-0120609	A
				WO 2006/113621	A2
JP	2012-74678	A	12 April 2012	US 2013/0174867	A1
				entire text, all drawings	
				KR 10-2013-0102540	A
				WO 2012/029814	A1
JP	2010-171362	A	05 August 2010	US 2010/0167535	A1
				entire text, all drawings	
JP	2009-124170	A	04 June 2009	US 2005/0081885	A1
				entire text, all drawings	
				EP 1530232	A2
JP	2019-117959	A	18 July 2019	US 2012/0292747	A1
				entire text, all drawings	
				CN 103460349	A
				WO 2012/157476	A1

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） B24B 55/06(2006.01)i; C11D 1/02(2006.01)i; C11D 1/38(2006.01)i; C11D 1/66(2006.01)i; C11D 1/88(2006.01)i; H01L 21/304(2006.01)i FI: H01L21/304 647B; B24B55/06; C11D1/02; C11D1/66; C11D1/38; C11D1/88; H01L21/304 622Q; H01L21/304 622W																							
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）） B24B55/06; C11D1/02; C11D1/38; C11D1/66; C11D1/88; H01L21/00 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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2021年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2021年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2021年</td> </tr> </table> 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）			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2021年	日本国実用新案登録公報	1996-2021年	日本国登録実用新案公報	1994-2021年													
日本国実用新案公報	1922-1996年																						
日本国公開実用新案公報	1971-2021年																						
日本国実用新案登録公報	1996-2021年																						
日本国登録実用新案公報	1994-2021年																						
C. 関連すると認められる文献 <table border="1"> <thead> <tr> <th>引用文献の カテゴリー*</th> <th>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</th> <th>関連する 請求項の番号</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Y</td> <td>WO 2014/077370 A1（ライオン株式会社）22.05.2014（2014-05-22） 段落0012-0015, 0030, 0032-0034, 0036</td> <td>1-5</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 2008-105883 A（日本軽金属株式会社）08.05.2008（2008-05-08） 段落0009</td> <td>1-5</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 2014-526153 A（イー・ケー・シー・テクノロジー・インコーポレーテッド） 02.10.2014（2014-10-02） 段落0010, 0012, 0015, 0017, 0020</td> <td>1-5</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 2008-537343 A（アドバンスド テクノロジー マテリアルズ, インコーポレイテッド） 11.09.2008（2008-09-11） 段落0022, 0034-0035, 0044, 0047, 0078</td> <td>1-5</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2012-74678 A（三菱化学株式会社）12.04.2012（2012-04-12） 全文, 全図</td> <td>1-5</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2010-171362 A（富士フイルム株式会社）05.08.2010（2010-08-05） 全文, 全図</td> <td>1-5</td> </tr> </tbody> </table>			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	WO 2014/077370 A1（ライオン株式会社）22.05.2014（2014-05-22） 段落0012-0015, 0030, 0032-0034, 0036	1-5	Y	JP 2008-105883 A（日本軽金属株式会社）08.05.2008（2008-05-08） 段落0009	1-5	Y	JP 2014-526153 A（イー・ケー・シー・テクノロジー・インコーポレーテッド） 02.10.2014（2014-10-02） 段落0010, 0012, 0015, 0017, 0020	1-5	Y	JP 2008-537343 A（アドバンスド テクノロジー マテリアルズ, インコーポレイテッド） 11.09.2008（2008-09-11） 段落0022, 0034-0035, 0044, 0047, 0078	1-5	A	JP 2012-74678 A（三菱化学株式会社）12.04.2012（2012-04-12） 全文, 全図	1-5	A	JP 2010-171362 A（富士フイルム株式会社）05.08.2010（2010-08-05） 全文, 全図	1-5
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	WO 2014/077370 A1（ライオン株式会社）22.05.2014（2014-05-22） 段落0012-0015, 0030, 0032-0034, 0036	1-5																					
Y	JP 2008-105883 A（日本軽金属株式会社）08.05.2008（2008-05-08） 段落0009	1-5																					
Y	JP 2014-526153 A（イー・ケー・シー・テクノロジー・インコーポレーテッド） 02.10.2014（2014-10-02） 段落0010, 0012, 0015, 0017, 0020	1-5																					
Y	JP 2008-537343 A（アドバンスド テクノロジー マテリアルズ, インコーポレイテッド） 11.09.2008（2008-09-11） 段落0022, 0034-0035, 0044, 0047, 0078	1-5																					
A	JP 2012-74678 A（三菱化学株式会社）12.04.2012（2012-04-12） 全文, 全図	1-5																					
A	JP 2010-171362 A（富士フイルム株式会社）05.08.2010（2010-08-05） 全文, 全図	1-5																					
☒ 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。																							
<table border="0"> <tr> <td> * 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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 </td> <td> “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抵触するものではなく、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 </td> </tr> </table>			* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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抵触するものではなく、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																			
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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抵触するものではなく、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 17.11.2021	国際調査報告の発送日 30.11.2021																						
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 西村 治郎 5F 1164 電話番号 03-3581-1101 内線 3514																						

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
A	JP 2009-124170 A (エア プロダクツ アンド ケミカルズ インコーポレイテッド) 04.06.2009 (2009 - 06 - 04) 全文, 全図	1-5
A	JP 2019-117959 A (住友電気工業株式会社) 18.07.2019 (2019 - 07 - 18) 全文, 全図	1-5

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2021/034212

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO	2014/077370	A1	22.05.2014	(ファミリーなし)	
JP	2008-105883	A	08.05.2008	(ファミリーなし)	
JP	2014-526153	A	02.10.2014	US 2013/0053291	A1
				Paragraphs0009, 0011, 0014, 0016, 0020	
				CN 103857780	A
				KR 10-2014-0066725	A
				WO 2013/028662	A2
JP	2008-537343	A	11.09.2008	US 2008/0269096	A1
				Paragraphs0028, 0040, 0046, 0049, 0078	
				CN 101198416	A
				KR 10-2007-0120609	A
				WO 2006/113621	A2
JP	2012-74678	A	12.04.2012	US 2013/0174867	A1
				entire text, all drawings	
				KR 10-2013-0102540	A
				WO 2012/029814	A1
JP	2010-171362	A	05.08.2010	US 2010/0167535	A1
				entire text, all drawings	
JP	2009-124170	A	04.06.2009	US 2005/0081885	A1
				entire text, all drawings	
				EP 1530232	A2
JP	2019-117959	A	18.07.2019	US 2012/0292747	A1
				entire text, all drawings	
				CN 103460349	A
				WO 2012/157476	A1