(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
2013 年 1 月 17 日(17.01.2013)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2013/008399 A1

(51) 国際特許分類:
F04C 27/00 (2006.01) *F04C 25/02* (2006.01)
F04C 18/16 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2012/004179

(22) 国際出願日: 2012 年 6 月 27 日(27.06.2012)

(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 2011-152020 2011 年 7 月 8 日(08.07.2011) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 国立大学法人東北大学 **(TOHOKU UNIVERSITY)** [JP/JP]; 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目１番１号 Miyagi (JP). 株式会社飯塚鉄工所 **(IIZUKA & CO., LTD)** [JP/JP]; 〒9450812 新潟県柏崎市半田三丁目１５番１６号 Niigata (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 岩城　征道 **(IWAKI, Masamichi)** [JP/JP]; 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目１番１号国立大学法人東北大学内 Miyagi (JP). 大見　忠弘 **(OHMI, Tadahiro)** [JP/JP]; 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目１番１号国立大学法人東北大学内 Miyagi (JP). 大山　健二 **(OHYAMA, Kenji)** [JP/JP]; 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目１番１号国立大学法人東北大学内 Miyagi (JP). 阿久津　功 **(AKUTSU, Isao)** [JP/JP]; 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目１番１号国立大学法人東北大学内 Miyagi (JP). 飯塚　肇 **(IIZUKA, Hajime)** [JP/JP]; 〒9450812 新潟県柏崎市半田三丁目１５番１６号 Niigata (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人　谷・阿部特許事務所 **(TANI & ABE, p.c.)**; 〒1070052 東京都港区赤坂２丁目６－２０ Tokyo (JP).

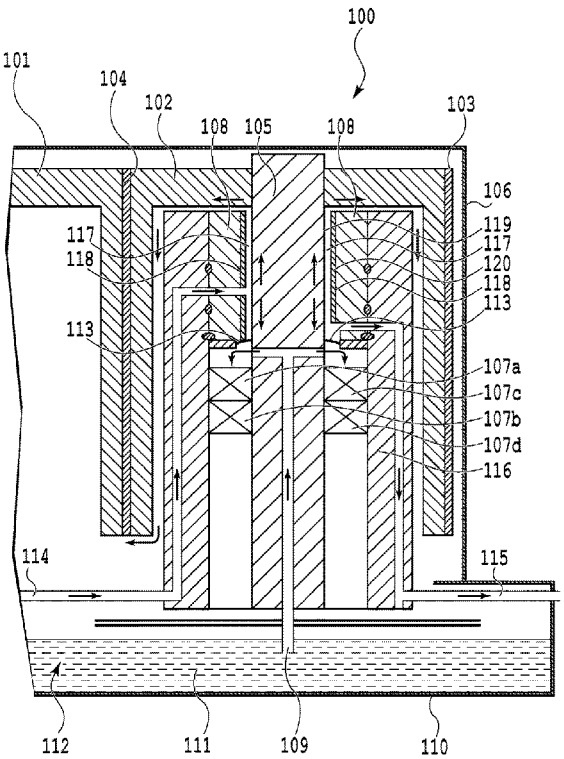
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,

[続葉有]

(54) **Title**: ROTARY MECHANISM OF GAS EXHAUST PUMP, METHOD FOR PRODUCING SAME, GAS EXHAUST PUMP PROVIDED WITH SAID ROTARY MECHANISM, AND METHOD FOR PRODUCING SAME

(54) 発明の名称 : ガス排気用ポンプの回転機構およびその製造方法、並びにその回転機構を備えるガス排気用ポンプ及びその製造方法

[図1]



(57) **Abstract**: Provided is a rotary mechanism that, in a gas exhaust pump, can secure safety of rotation even if the gap between a rotary shaft and a seal housing is markedly reduced compared to conventional gaps, and can also suppress the amount of seal gas used. The rotary mechanism is configured from a rotary shaft (105) and a seal housing (108). The rotary shaft (105) and the seal housing (108) are provided at a predetermined gap (117). A PFA film indicated by structural formula (1) is provided to the outer surface (119) of the rotary shaft (105) and/or the inner surface (118) of the seal housing (108). The PFA film (120) provided to the surface of the rotary shaft (105) and/or seal housing (108) (the two combined being referred to as a "rotary mechanism member") is formed via a process of melting and remelting after applying PFA to at least the wall surfaces forming the gap (117) of the rotary mechanism member, and so the a high smoothness is conferred to the free surface thereof.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2013/008399 A1

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, 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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

— 補正された請求の範囲（条約第 19 条(1)）

ガス排気用ポンプにおいて、回転軸とシールハウジングとの間隙を従来に比べて格段に狭小にしても回転の安全性の確保を取ることができ、シールガスの使用量も抑えられる回転機構を提供する。本発明の回転機構は、回転軸（１０５）とシールハウジング（１０８）で構成される。回転軸（１０５）とシールハウジング（１０８）とは、所定の間隙（１１７）を設けて配設される。回転軸（１０５）の外表面（１１９）及びシールハウジング（１０８）の内表面（１１８）の少なくとも一方には、構造式１で示されるＰＦＡ膜が設けてある。回転軸（１０５）とシールハウジング（１０８）（両者合わせて「回転機構部材」という。）の少なくとも一方の表面に設けられるＰＦＡ膜（１２０）は、回転機構部材の少なくとも間隙（１１７）を形成する壁面にＰＦＡを塗装後、溶融と再溶融の過程を経て形成されることで、その自由表面に高い平滑性が付与される。

明　細　書

発明の名称 ：

ガス排気用ポンプの回転機構およびその製造方法、並びにその回転機構を備えるガス排気用ポンプ及びその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、例えば、半導体装置、及び、液晶表示装置、太陽電池、有機ＥＬ装置、ＬＥＤ等の半導体関連技術を利用する電子装置（以下「半導体応用電子装置」という。）の製造装置、又は、それら電子装置用の電子部品の製造装置において使用される、ガス排気用ポンプの回転機構およびその製造方法、その回転機構を備えるガス排気用ポンプ及びその製造方法に関する。

背景技術

[0002] 従来、高速・長時間の連続運転ができるガス排気用ポンプとして、例えば、ハウジング内に一対のスクリューローターを有する容積移送型スクリューポンプが知られている（非特許文献１参照）。その中で、分子流域から粘性流域まで広範囲の排気が可能で、ガス種を選ばず一定の排気速度を有しており、到達圧力が高い、と言うことで、不等リード・不等傾斜角スクリューガス排気用ポンプの低価格化に向けた量産技術の確立とそれによる商業化が待望されている。

[0003] 一方で、半導体デバイス、液晶や有機EL等を使用する表示デバイス、太陽電池デバイス等の機能デバイスを製造する製造装置や生産システムにおいては、ポンプ性能による適用範囲の限度から多種多様のポンプが数多く使用される。上述のポンプは、減圧の適用範囲が広いのと排気性能が排気ガス種に依存しないので、例えば、ガス種毎にポンプを替える、圧力条件の変化に対応してポンプを据え代る、複数の排出箇所を有する生産システムにおける排出箇所毎に適したポンプを用意する、といった煩雑さを招くこともない。排気速度に依存しなければ同一種のポンプを使用すればよく、いちいち排気箇所毎にポンプを選定する煩わしさは生じない。もし、上記のタイプで低コス

トポンプが商業化されれば、その普及度は著しいものになり、産業の発展に大いに貢献することが容易に予想される。

[0004] 図１に、上述のポンプの一例の模式的説明図を示す。不等リード・不等傾斜角スクリューガス排気用ポンプ１００は、不等リード・不等傾斜角の雌スクリューローター１０１と雄スクリューローター１０２とを有する。両スクリューローター１０１，１０２は、安全と円滑な回転運動を得る目的で所望のクリアランスを設けてその歯溝を噛合わされることでスクリュー雌雄歯溝噛合部１０４を形成している。雌雄のスクリューローター１０１，１０２が、夫々の回転軸（雌スクリューローター１０１の回転軸は不図示、雄スクリューローター１０２の回転軸は回転軸１０５）に固定される際は、その噛合せ状態が保持される。そして、両スクリューローター１０１，１０２は、その歯溝最先端とステータ１０６の内壁との間に所定の間隙を設けてステータ１０６内に収容される。

[0005] スクリュー歯溝部同士の噛合い間隙とスクリュー歯溝部１０３とステータ１０６との間隙は、ポンプの排気性能を大きく左右する。排気速度を高めるには、これらの間隙はより狭くするのが良いが、機械加工精度上の制約や、作動中に発生する熱による膨張の点から、ある程度緩和して設計せざるを得ないのが現状である。

[0006] 回転軸１０５は、アンギュラーベアリング１０７（図には、１０７ａ、１０７ｂ、１０７ｃ、１０７ｄの４つが便宜上示されている。）を介して軸受ボディ１１６に回転自在に取り付けられている。雄スクリューローター１０２は、回転軸１０５に固設され、回転軸１０５の回転によって回転するようになっている。回転軸１０５内には、潤滑油供給路１０９が設けてある。潤滑油１１１は、ベースプレート１１０内の所定位置に設けた潤滑油貯留部１１２に貯留してある。回転軸１０５が、不図示の回転ギアを介して不図示のモータの回転力を伝達されて回転すると、その回転による遠心力により潤滑油１１１が潤滑油供給路１０９を吸引上昇して、アンギュラーベアリング１０７に注がれる。

[0007] 回転軸１０５とシールハウジング１０８との間隙を通じて、潤滑油１１１がアンギュラーベアリング１０７以外の部位に拡散しないように、潤滑油拡散防止用のオイルシール部材１１３が、図示のごとく、回転軸１０５とシールハウジング１０８の間を塞ぐように回転軸１０５の全周に設けられている。しかし、オイルシール部材１１３だけでは不十分な場合が想定されるので、シールガス供給路１１４を通じてN_2などのシールガスを図中の矢印のごとく回転軸１０５とシールハウジング１０８との間隙に供給することで、潤滑油自体或いはその蒸気が真空系の上流側に拡散しないように図っている。シールガスは、シールガス供給路１１４から供給され、所定の通路を経て成膜やエッチングなどの半導体プロセスで使用されるガスとともに排出路１１５より外部に排気される。昨今では、環境健全化と資源の再利用の点から、排気されるガスは、ガス資源の再利用化処理システムに給送されて再利用化処理される。

[0008] 図１に示すスクリューポンプは、一対の（ツイン）スクリューローターを有するものであるが、スクリューローターが１つで、スクリューローターの歯溝とシールハウジングの内壁部分に設けた歯溝とを噛合せた状態でスクリューローターを回転させることで排気を行うシングルスクリューローターのスクリューポンプもある（特許文献１参照）。このタイプのポンプにも、回転軸を高速で円滑に継続的に回転させるための潤滑油の拡散を防止するのに前記と同様にシールガスを使用するものがある。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：特開平６－８１７８８号公報

非特許文献

[0010] 非特許文献1：「半導体・ディスプレイ産業における革新的製造技術（上）」、（株）テクノロジー・アライアンス・グループ、pp. 443－447

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0011] ところが、回転軸１０５とシールハウジング１０８との間隙の幅は、機械加工精度の制約や作動中に発生する熱による膨張の点から、ある程度以上の幅として回転の安全性を確保する必要がある。この間隙の幅による回転の安全性の確保には、回転軸１０５の回転数が高まれば高まるほどこの間隙の幅には余裕が必要になる。

[0012] この間隙の幅が広いと、シールガスの単位時間当たりの流量が増すことになり、当然排気量も増し、排出路１１５から排出されるシールガスの割合も増える。そうなると、ガス資源の再利用化処理のコストが上がることになり、半導体デバイスや機能デバイスの生産システム全体のコスト上昇を招くことになる。特に、Ｘｅ、Ｋｒ等の希小ガスの再利用システムをその生産システムに取り入れている場合には、再利用コストを著しく高めることになる。

[0013] 本発明は、このような問題点に鑑みてなされたものであり、その第１の目的は、スクリューローターと、当該スクリューローターの回転軸と、当該スクリューローターを回転自在に取り付けて収容するシールハウジングとを有するガス排気用ポンプにおいて、回転軸とシールハウジングとの間隙を従来に比べて格段に狭小にしても回転の安全性の確保を十分取ることができ、シールガスの使用量も格段に抑えることができる回転機構およびその製造方法を提供することにある。

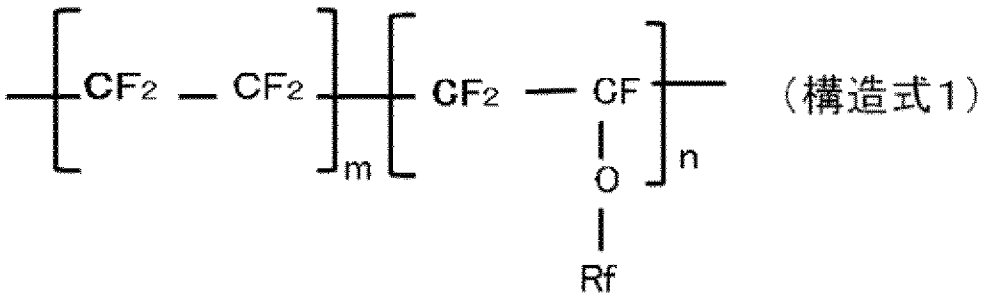
[0014] また、本発明の第２の目的は、当該回転機構を備えるガス排気用ポンプ及びその製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0015] このような目的を達成するために、本発明の第１の態様は、スクリューローターに固設し又は前記スクリューローターと一体的に成形されていて、前記スクリューローターを回転するために回転駆動手段に回転自在に係合する回転軸と、前記回転軸を回転自在に挟持して前記回転軸の高速回転を可能とする構造を有するシールハウジングとを有するガス排気用ポンプの回転機構において、前記回転軸の外壁面および前記シールハウジングの内壁面の少な

くとも一方の最表面に下記の構造式１で示すパーフルオロアルコキシアルカン（以下「ＰＦＡ」という。）の膜を有することを特徴とする（第１の回転機構）。

[0016] [数1]



（構造式1）

Rf:パーフルオロアルキル基、
m、nは正整数、

[0017] すなわち、本発明のＰＦＡは、構造式１のような構造を含む、テトラフルオロエチレンとパーフルオロアルキルビニルエーテルとの共重合体である。Ｒｆの例としてはフッ素原子を２以上有するアルキル基、例えば全フッ化アルキル基が挙げられる。Ｒｆの炭素数は特に限定されないが、１以上、好ましくは２以上であり、通常は１２以下、好ましくは６以下である。本発明のＰＦＡの重量平均分子量は特に限定されないが、上記のような融点及び密度特性を満たすものであることが好ましい。

[0018] また、本発明の第２の態様は、第１の態様において、前記ＰＦＡの膜が再溶融由来の膜であることを特徴とする（第２の回転機構）。

[0019] また、本発明の第３の態様は、スクリューローターの回転軸と前記回転軸を回転自在に取り付けて収容するシールハウジングとを備えるガス排気用ポンプの回転機構の製造方法において、外壁面にＰＦＡの塗装膜が設けてある回転軸および内壁表面にＰＦＡの塗装膜が設けてあるシールハウジングの少なくとも一方を用意し、用意された方の部材を、ＰＦＡの溶融温度より高い温度雰囲気に晒して前記塗装膜の少なくとも自由表面領域を溶融し、その後、ＰＦＡの溶融温度より低い温度に晒して少なくとも自由表面領域となる部分を固化し、次いで、ＰＦＡの溶融温度またはＰＦＡの溶融温度を越した辺

りの温度の雰囲気に晒して少なくとも自由表面領域となる部分を再溶融し、その後、ＰＦＡの溶融温度より十分低い温度に下げることで、ＰＦＡからなる固体膜の自由表面の平滑性を高める工程を含むことを特徴とする（第１の回転機構の製造方法）。

[0020] また、本発明の第４の態様は、第１又は第２の態様の回転機構を備えるガス排気用ポンプである（第１のガス排気用ポンプ）。

[0021] また、本発明の第５の態様は、ガス排気用ポンプの製造方法において、第３の態様の回転機構の製造方法に含まれる工程を含むことを特徴とする（第１のガス排気用ポンプの製造方法）。

[0022] また、本発明の第６の態様は、ガス排気用ポンプの製造方法において、組み立ての工程において第１又は第２の態様の回転機構を組立部品として使用することを特徴とする（第１のガス排気用ポンプの第２の製造方法）。

発明の効果

[0023] 本発明の回転機構を有するガス排気用ポンプによれば、従来の同系ポンプと比べてシールガスの使用量が格段に少なくて済み、且つ高速回転で継続的に長時間稼働させても回転に異常を来すこともなく所期の回転性能を維持する事が出来る。

図面の簡単な説明

[0024] [図1]従来のガス排気用ポンプを示すとともに、当該ガス排気用ポンプに本発明に係るガス排気用ポンプの特徴を併せて示す図である。

発明を実施するための形態

[0025] 以下、図面を参照して本発明の実施形態を詳細に説明する。

[0026] 本発明に係る回転機構は、回転軸１０５とシールハウジング１０８で構成される。回転軸１０５とシールハウジング１０８とは、所定の間隙１１７を設けて配設される。回転軸１０５の外表面（外壁面１１９）及びシールハウジング１０８の内表面（内壁面１１８）の少なくとも一方には、構造式1で示されるＰＦＡの膜が設けてある。図１においては、便宜上シールハウジング１０８の内表面にＰＦＡ膜１２０を設けた例を示す。

[0027] 回転軸１０５とシールハウジング１０８（両者合わせて「回転機構部材」という。）の少なくとも一方の表面に設けられるＰＦＡ膜１２０は、回転機構部材の少なくとも間隙１１７を形成する壁面にＰＦＡを塗装後、溶融と再溶融の過程を経て形成されることによって、その自由表面に高い平滑性が付与されている。

[0028] 本発明において採用される構造式１のＰＦＡは、多くの企業により製造・販売されている。その中で、本発明においては、好ましくは、融点：２９８～３１０℃、密度：２．１２～２．１７のものが望ましい。また、高温で使用する場合を考慮する必要がある際は、最高連続使用温度が、好ましくは、少なくとも２６０℃であるものから選択するのが望ましい。

[0029] 発熱反応等放熱を考慮する必要がある場合は、熱伝導率として、例えば、０．２５Ｗ／ｍ・ｋ以上あるのが望ましい。

[0030] ＰＦＡの溶融粘度は、表面平滑性が高く、うねりのない膜を形成するのに重要なファクターである。溶融粘度が余り高いと、高い表面平滑性が得られ難くなるし、うねりも生じやすくなる。本発明において、ＰＦＡの溶融粘度は、ＡＳＴＭＤ３３０７準拠で、好ましくは、１０ｇ／１０分以上、より好ましくは、２０ｇ／１０分以上であるのが望ましい。勿論、塗装を均一とし溶融時間を十分にとれば、ある程度高い溶融粘度のものであっても、うねりのない高い表面平滑性を有するＰＦＡ膜を得ることが出来る。

[0031] ＰＦＡとして具体的には、以下に示されるものが、好ましく採用される。

[0032] （１）ダイキン工業株式会社製

ＡＣ－５５３９（静電塗装高分子厚塗り用、紛体）

ＡＣ系列としては、この他には、ＡＣ－５６００、ＡＣＸ－２１、ＡＣＸ－３１、ＡＣＸ－３１ＷＨ、ＡＣＸ－３４、ＡＣＸ－４１が挙げられる。

[0033] この他、ＡＤ－２ＣＲＥ（塗装膜厚：１０～１５μｍ）、ＡＷ－５０００Ｌ（塗装膜厚：３０～４０μｍ）が使用出来る。ＡＤ－２ＣＲＥは、塗料を１００～１５０メッシュの金網で、ＡＷ－５０００Ｌは、塗料を６０～８０メッシュの金網で、それぞれ濾過後使用することがメーカーより推奨される

。ＡＤ－２ＣＲＥの塗装条件は、好ましくは、エアースプレー条件として、スプレーガンのノズル径１．０ｍｍφ、霧化圧力０．２ＭＰａであるのが望ましい。ＡＷ－５０００Ｌの塗装条件は、好ましくは、エアースプレー条件として、スプレーガンのノズル径１．０～１．２ｍｍφ、霧化圧力０．２～０．４ＭＰａであるのが望ましい。

[0034] プライマーとして本発明に於いて好ましく使用されるダイキン工業株式会社製のものでは、以下のものが挙げられる。水系のプライマーとしては、ＥＤ－１９３９Ｄ２１Ｌ、ＥＫ－１９０８Ｓ２１Ｌ、ＥＫ－１９０９Ｓ２１Ｌ、ＥＫ－１９５９Ｓ２１Ｌ、ＥＫ－１９８３Ｓ２１Ｌ、ＥＫ－１２０８Ｍ１Ｌ、ＥＫ－１２０９ＢＫＥＬ、ＥＫ－１２０９Ｍ１０Ｌ、ＥＫ－１２８３Ｓ１Ｌ、溶剤系のプライマーとしては、ＴＣ－１５０９Ｍ１、ＴＣ－１５５９Ｍ２、ＴＣ－１１０００、などである。

[0035] これらのプライマーは、例えば、プライマーＥＫ－１９０９Ｓ２１Ｌの場合は、宇治電気化学工業製トサエメリーエキストラ＃８０／＃１００＝５０・５０で粗面化後、約１０μｍエアースプレー塗装される。その上に、ＰＦＡ膜が設けられる。

[0036] プライマー塗布の塗装条件は、例えば、スプレーガンのノズル径１．０～１．２ｍｍφ、霧化圧力０．２～０．４ＭＰａ、或いは、スプレーガンのノズル径１．０～１．５ｍｍφ、霧化圧力０．２～０．３ＭＰａ、とされる。乾燥は、例えば、温度：８０～９０℃、時間：１０～１５分とされる。

[0037] （２）三井・デュポンフロロケミカル社製

ＥＭ－５００ＣＬ（水性トップコート用）、ＥＭ－５００ＧＮ（水性トップコート用）、ＥＭ－７００ＣＬ（水性トップコート用）、ＥＭ－７００ＧＮ（水性トップコート用）、ＥＭ－７００ＧＹ（水性トップコート用）が挙げられ、これらは、複雑な形状のためで静電塗装が出来ない物品向きである。

[0038] この他、本発明に於いて使用できるのは、ＭＰ－１０２（マイクロパウダー、トップコート用）、ＭＰ－１０３（マイクロパウダー、トップコート用

）、ＭＰ－３００（フッ素化パウダー、トップコート用）、ＭＰ－３１０（フッ素化パウダー、トップコート用）、ＭＰ－６３０（導電性パウダー）、ＭＰ－６４２（導電性パウダー）、ＭＰ－６２０（熱伝導性が高い）、ＭＰ－６２１（熱伝導性が高い）、ＭＰ－６２２（熱伝導性が高い）、ＭＰ－６２３（熱伝導性が高い）、ＭＰ－５０１（複雑な形状のためで静電塗装が出来ない物品向き）、ＭＰ－５０２（複雑な形状のためで静電塗装が出来ない物品向き）、ＳＬ－８００ＢＫ（カーボンフィラー入り）、ＳＬ－８００ＬＴ（ガラスフィラー入り）等が挙げられる。

[0039] この中で、ＭＰ－１０３、ＭＰ－３００、ＭＰ－３１０は、得られる膜が平面平滑性に優れているので、本発明に於いて好ましいものである。その中でも、ＭＰ－３１０は、球晶コントロールが約５μｍと微小・均一性に於いて優れているので、特に好ましいものである。

[0040] ＳＬ－８００ＢＫは、熱伝導が良く放熱性に優れているので、放熱性の点で本発明に於いては好ましい。熱伝導が良く放熱性に優れていという点では、ＭＰ－６３０，６４２（導電性マイクロパウダー）も好ましいＰＦＡ材料として本発明においては使用される。

[0041] これらの三井・デュポンフロロケミカル社製のＰＦＡの中で、特に好ましく用いられるのは、構造式１におけるＲｆが、「-ＣＦ２ＣＦ２ＣＦ３」のＰＦＡで、分子量：数１０万～１００万で、融点：３００～３１０℃、粘度：１０４～１０５poise（３８０℃）、最高連続使用温度：２６０℃のものである。

[0042] プライマーとしては、一般水性汎用プライマーとして販売されているＰＦＡプライマーＰＬ－９０２シリーズ、耐熱性・耐食性に優れたプライマーとして販売されているＰＦＡプライマーＰＬ－９１０シリーズのものが、好ましい。具体的には、ＰＬ－９０２ＹＬ、ＰＬ－９０２ＢＮ，ＰＬ－９０２ＡＬ，ＰＬ－９１０ＹＬ，ＰＬ－９１０ＢＮ、ＰＬ－９１０ＡＬ、ＰＬ－９１４ＡＬの銘柄で販売されている。

[0043] （３）株式会社パッキンランド製

ＮＫ－１０８（潤滑性、標準膜厚５０μｍ、耐熱温度２６０℃）、ＮＫ－３７２，３７９（潤滑、帯電防止、標準膜厚１００、３００μｍ、耐熱温度２６０℃）、ＮＫ－０１３，０１３Ｃ（耐摩耗、標準膜厚３００μｍ、耐熱温度１５０℃）が挙げられる。

[0044] （４）日本フッソ工業株式会社製

ＮＦ－０１５（標準膜厚５０μｍ）、ＮＦ－０１５ＥＣ（標準膜厚４０μｍ、帯電防止）、ＮＦ－０２０ＡＣ（標準膜厚６００μｍ、帯電防止）が挙げられる。

[0045] 本発明における回転機構部材に加工処理される基材として、好ましくは、ステンレス、アルミやアルミ合金などのアルミ系金属など、熱伝導が良好で加工に適し得る被加部材用の金属基材が採用される。

[0046] 本発明に係るスクリューポンプは、回転軸とシールハウジングとがアンギュラーベアリングを介して回転軸が回転自在になるように係合されているが、高速回転を長時間維持すると、回転軸とアンギュラーベアリングの間で摩擦熱が発生するので、回転軸やシールハウジングは放熱効果を一段と高めるために熱伝導の良好な基材を選択するのが望ましい。

[0047] そのような基材としては、軽量であることからアルミ系金属を選択するのが望ましいが、出来るだけ硬質で熱膨張係数の小さいものを選択するのが望ましい。アルミ製の基材としては、純アルミの他、他の金属を含有させたアルミ合金が本発明に於いては採用される。

[0048] 本発明に於けるアルミ合金とは、アルミニウムを主成分とする金属からなる。アルミニウムを主成分とする金属とは、アルミニウムを通常５０質量％以上含む金属であり、好ましくはこの金属はアルミニウムを８０質量％以上含み、より好ましくはアルミニウムを９０質量％以上、更に好ましくは９４質量％以上含むのが望ましい。アルミ合金に含有される好ましい金属としては、マグネシウム、チタン及びジルコニウムよりなる群から選ばれる少なくとも一種以上の金属が挙げられる。なかでもマグネシウムはアルミ合金の強度を向上できる利点があり特に好ましい。

[0049] また、本発明に於いては、アルミ合金は、特定元素（鉄、銅、マンガン、亜鉛、クロム）の含有量が抑制された高純度アルミニウムを主成分とする金属であってもよい。これら特定元素の含有量の合計は、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０．３質量％以下である。

[0050] 高純度アルミニウムを主成分とするアルミ合金は、必要に応じてアルミニウムと合金を形成しうる他の金属を１種以上含有してもよい。そのような金属は、上記特定元素以外であれば特に限定されないが、好ましい金属としては、マグネシウム、チタン及びジルコニウムよりなる群から選ばれる少なくとも一種以上の金属が挙げられる。なかでもマグネシウムはアルミ合金の強度を向上できる利点があり特に好ましい。マグネシウム濃度としては、アルミニウムと合金を形成しうる範囲であれば特に制限はないが、十分な強度向上をもたらすためには、通常０．５質量％以上、好ましくは１．０質量％以上、より好ましくは１．５質量％以上とする。またアルミニウムと均一な固溶体を形成する為には、６．５質量％以下であることが好ましく、より好ましくは５．０質量％、更に好ましくは４．５質量％以下、最も好ましくは３質量％以下である。

[0051] 本発明に於けるアルミ合金は、上記の金属の他、結晶調整剤としてその他の金属成分を含有していてもよい。結晶制御に対する十分な効果を持つものであれば特に制限はないが、好ましくはジルコニウム等が用いられる。

[0052] 本発明に於いては、アルミ合金に積極的に含有されるアルミニウム以外の他の金属の個々の含有量は、アルミ合金全体に対して、通常は、０．０１質量％以上、好ましくは、０．０５質量％以上、より好ましくは、０．１質量％以上とするのが望ましい。この含有量の下限は含有する金属による特性を十分に発現させるために必要である。ただし、通常２０質量％以下、好ましくは１０質量％以下、より好ましくは６質量％以下、特に好ましくは４．５質量％以下、最も好ましくは３質量％以下とする。この上限は、アルミニウムとアルミニウム以外の他の金属成分とが均一な固溶体となり、良好な材料

特性を維持するために必要である。

[0053] ステンレス製の基材としては、硬度を重視するならば、ＳＣＭ４４０、Ｓ４５、耐食性重視なら、ＳＵＳ３１６、低炭素鋼ならＳＵＳ３１６Ｌ、表面平滑な基材なら、予め電解研磨で表面を鏡面仕上げしてあるＳＵＳ３１６Ｌ－ＥＰなどが本発明に於いては好ましく採用されるが、使用の目的・条件に合致するなら、これらの基材に限られるものではない。

[0054] 本発明に係るスクリューポンプ用の回転機構部材として加工される基材（「被加工部材」ともいう。）は、シールガスの通路を構成する壁面を形成するためのＰＦＡ膜を設けるために、そのＰＦＡ膜設置面は、電解研磨、機械研磨あるいは両者などの手段で平滑加工がされて所望の平滑性が与えられるのが好ましい。この段階での研磨面の平滑度は、ＰＦＡのパウダーを研磨面に静電塗着する場合には、好ましくは、ＰＦＡパウダーの平均粒径以下とするのが望ましい。ただ、基材の研磨面に直にＰＦＡ膜を設けない場合は、この限りでなくとも良い。

[0055] 形成されるＰＦＡ膜の自由表面の平滑性及び膜品質の向上をより容易かつ確実にするには、Al_2O_3やＮｉもしくはNiF_2からなる膜（「下地膜」という。）を予め基材のＰＦＡ膜設置面に設けておくのが望ましい。ＮｉもしくはNiF_2からなる膜を予め基材のＰＦＡ膜設置面に設けておくと、その上に設けるＰＦＡ膜を溶融したり再溶融したりする際に、ＰＦＡの熱分解を抑制する効果が大きいので、他の下地材に比べ溶融温度をより高くセットしても品質の良い膜が得られる。さらに、Ｎｉ膜は高い耐食性がり且つＰＦＡ膜との接着性も高いので、ＰＦＡ膜の下地膜として好ましいものである。

[0056] Ｎｉ膜を基材（被加工部材）のＰＦＡ膜設置面上に設けるには、例えば、無電解ニッケルメッキ法、Ｎｉをスパッタリングして成膜するプラズマスパッタリング法が採用され、他には、Ｎｉの有機錯体を使用したＭＯＣＶＤを採用することも出来る。無電解ニッケルメッキ法による場合、メッキ液には、還元剤が含まれているが、使用する還元剤によって、得られるＮｉ膜に、Ｐ（燐）またはＢ（ボロン）を含有させることが出来る。還元剤に、次亜リ

ン酸塩を使用すると、得られるＮｉ膜にＰ（燐）を含有させることが出来、ジメチルアミンボラン（ＤＭＡＢ）を使用すると、Ｎｉ膜中にＢ（ボロン）を含有させることが出来る。Ｎｉ膜中にＢ（ボロン）を含有させると、Ｎｉ膜にＰ（燐）を含有させる場合と比較して、膜の硬度を高め、膜の電気抵抗を下げることができるので、反応容器の用途に応じて使い分けることができる。還元剤にヒドラジンを使用すると、次亜リン酸やＤＭＡＢの場合と違って反応中に水素ガスを発生しないので好都合である。

[0057] Ｎｉ膜中に含有されるＰ（燐）の量は、反応容器の用途に応じて適宜決められるが、化学組成で、好ましくは、Ｎｉ：８３～９８％，Ｐ：２～１５％，その他：０～２％、とするのが望ましい。Ｂ（ボロン）の場合は、化学組成で、Ｎｉ：９７～９９．７％，Ｂ：０．３～３％，その他：０～２．７％とするのが望ましい。

[0058] 無電解ニッケルメッキは、無電解ニッケルメッキ液自身市販されているし自身で調合することも出来るので、自身で行っても良いが、仕様に基づいて第３者に加工処理させても本発明の目的は達成される。市販されている無電解ニッケルメッキ液は、例えば、ツールシステム株式会社、株式会社ワールドメタル、株式会社金属加工技術研究所、奥野製薬工業株式会社、上村工業株式会社等から製造或いは販売されている。無電解ニッケルメッキ加工処理を行う企業としては、日本カニゼン株式会社、日立協和エンジニアリング株式会社、三和メッキ工業株式会社、株式会社コダマ、清水長金属工業株式会社、大和電機工業株式会社、仁科工業株式会社、藤間精練株式会社等がある。

[0059] 被加工部材のＰＦＡ膜設置面上にＮｉF_2膜を設けるには、被加工部材のＰＦＡ膜設置面に設けたＮｉ膜の自由表面をフッ化処理すれば良い。フッ化処理は、例えば、表面にＮｉ膜を設けた基材を真空容器内にセットし、所定の真空度に達してから真空容器内にF_2ガスを供給してＮｉ膜表面をF_2ガスに晒せば良い。この場合、F_2ガスに晒す時間をコントロールすることで、Ｎｉ膜全体をＮｉF_2膜化することも出来るし、下部がＮｉ膜、上部がＮｉF_2膜とい

うように２層構成にすることも出来る。或いは、Ｆ原子の膜の厚み方向の分布を変化させることも可能である。例えば、自由表面から膜下方に向かってＦ原子の膜中の分布量を連続的に減少させることも可能である。この場合、基材との密着とＰＦＡ膜との密着とをより強固にすることが出来る。勿論、上記のようにＰ（燐）またはＢ（ボロン）が含有させてあるＮｉ膜をフッ化処理して得られるNiF_2膜には、上記化学組成でＰ（燐）またはＢ（ボロン）が膜中に含まれることは言うまでもない。

[0060] Ｎｉ膜及びＮｉ系の膜を下地膜として設ける場合は、無電解メッキ処理後、希ガスや窒素ガスなどの雰囲気で所望の温度で所望の時間、アニール処理することによって、膜の基材への付着力と硬度を大幅に高めることが出来るので、この方法は本発明に於いては好ましい下地膜後処理法である。

[0061] 本発明においては、好ましくは、例えば、窒素雰囲気で、２６０～３５０℃の温度範囲で１時間程度アニール処理することが望ましい。

[0062] アルミ製の被加工部材のＰＦＡ膜設置面に下地膜としてAl_2O_3膜を設けるのに、好ましく採用されるのは、無孔質のAl_2O_3膜が形成できる陽極酸化法である。この陽極酸化法によって形成される膜は、少なくとも被加工部材のＰＦＡ膜設置面に、後述する陽極酸化法によって形成される。このAl_2O_3陽極酸化膜は、アルミニウムを主成分とする金属の酸化物からなる膜であって、膜厚は１０ｎｍ以上の厚さのものが容易に形成できる。この膜は不動態膜であることからアルミ製反応容器本体の内表面に形成すると保護膜として高い性能を示す。

[0063] Al_2O_3陽極酸化膜の膜厚は、好ましくは１００μｍ以下であるのが望ましい。膜厚が厚いとクラックが入りやすく、またアウトガスを放出しやすい。したがって、Al_2O_3陽極酸化膜の膜厚は、より好ましくは１０μｍ以下、更に好ましくは１μｍ以下、一層好ましくは０．８μｍ以下、特に好ましくは０．６μｍ以下であるのが望ましい。膜厚の下限としては、１０ｎｍ以上とするのが望ましい。これ以上、膜厚が薄すぎると十分な耐食性が得られなくなる。Al_2O_3陽極酸化膜の膜厚は、より好ましくは２０ｎｍ以上、より一層

好ましくは３０ｎｍ以上であるのが望ましい。

[0064] 本発明に於ける無孔質のＡｌ$_2$Ｏ$_3$膜は、従来用いられていたポーラス構造を有する多孔質のＡｌ$_2$Ｏ$_3$膜に対して、薄膜でありながら耐食性に優れ、微細孔や気孔を全くか、或いは殆ど有しない（実質的に有しない）ので水分等を吸着しないか殆ど吸着しないという利点がある。

[0065] Ａｌ$_2$Ｏ$_3$陽極酸化膜は、アルミ製容器本体若しくは構造体の内表面を、ｐＨ４～１０の化成液を用いて、陽極酸化することで得られる。この方法によれば、緻密で無孔質の陽極酸化被膜を容易に得ることができる利点がある。

[0066] また、この方法は、金属表面の不均一性に起因する欠陥を修復する機能を有するために、緻密で平滑な陽極酸化膜を形成することができる利点がある。化成液のｐＨ値の下限は、上述した通り４以上であるが、好ましくは５以上、より好ましくは６以上であるのが望ましい。また、化成液のｐＨ値の上限は、通常は、１０以下、好ましくは９以下、より好ましくは８以下であるのが望ましい。陽極酸化により生成したＡｌ$_2$Ｏ$_3$陽極酸化膜の化成液への溶解を確実に防止するには、ｐＨ値は中性か中性に近いｐＨ値、若しくは中性に出来るだけ近いｐＨ値にすることが望ましい。

[0067] 本発明に於いては、化成液は、陽極酸化中の各種物質の濃度変動を緩衝してｐＨを所定範囲に保つ（緩衝作用）ためにも、ｐＨ４～１０の範囲とするのが望ましい。このため緩衝作用を示す酸や塩などの化合物（以後「化合物（Ａ）」と記す場合がある。）を含むことが望ましい。このような化合物の種類は特に限定されないが、化成液への溶解性が高く溶解安定性もよい点で、好ましくは硼酸、燐酸及び有機カルボン酸並びにそれらの塩よりなる群から選ばれる少なくとも一種である。より好ましくは陽極酸化被膜中に硼素、燐元素の残留がほとんどない有機カルボン酸又はその塩である。

[0068] これら化合物（Ａ）の濃度は、目的に応じて適宜選択すればよいが、化成液全体に対して、通常０．０１質量％以上、好ましくは０．１質量％以上、より好ましくは１質量％以上とする。電気伝導率を上げ陽極酸化膜の形成を十分に行うためには多くすることが望ましい。ただし通常３０質量％以下、

好ましくは１５質量％以下、より好ましくは１０質量％以下とする。陽極酸化膜の性能を高く保ち、またコストを抑えるためには１０質量％以下が望ましい。

[0069] 本発明に於ける化成液は、非水溶媒を含有することが好ましい。非水溶媒を含む化成液を用いると、水溶液系の化成液に比べて、定電流化成に要する時間が短くて済むため、高いスループットで処理できる利点がある。また、水溶液を化成液として用いると、水の電気分解によって生じたＯＨイオンが陽極酸化膜をエッチングして多孔質にしてしまうので、水の電気分解を抑制できるような誘電率の小さい主溶媒を用いることが好ましい。

[0070] 非水溶媒の種類は、良好に陽極酸化ができ、溶質に対する十分な溶解度を持つものであれば特に制限はないが、１以上のアルコール性水酸基及び／又は１以上のフェノール性水酸基を有する溶媒、若しくは非プロトン性有機溶媒が好ましい。なかでも、保存安定性の点でアルコール性水酸基を有する溶媒が好ましい。

[0071] アルコール性水酸基を有する化合物としては、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、１－ブタノール、２－エチル－１－ヘキサノール、シクロヘキサノール等の１価アルコール；エチレングリコール、プロピレングリコール、ブタン－１，４－ジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール等の２価アルコール；グリセリン、ペンタエリスリトール等の３価以上の多価アルコール等を用いることができる。また、分子内にアルコール性水酸基以外の官能基を有する溶媒も使用することができる。なかでも水との混和性及び蒸気圧の点で二つ以上のアルコール性水酸基を有するものが好ましく、２価アルコールや３価アルコールがより好ましく、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコールが特に好ましい。

[0072] これらアルコール性水酸基及び／又はフェノール性水酸基を有する化合物は、さらに分子内に他の官能基を有していてもよい。例えば、メチルセロソルブやセロソルブ等のように、アルコール性水酸基とともにアルコキシ基を

有する溶媒も用いることができる。

[0073] 非プロトン性有機溶媒としては、極性溶媒又は非極性溶媒のいずれを使用してもよい。極性溶媒としては、特に限定はされないが例えば、γ－ブチロラクトン、γ－バレロラクトン、δ－バレロラクトン等の環状カルボン酸エステル類；酢酸メチル、酢酸エチル、プロピオン酸メチル等の鎖状カルボン酸エステル類；エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ブチレンカーボネート、ビニレンカーボネート等の環状炭酸エステル類；ジメチルカーボネート、エチルメチルカーボネート、ジエチルカーボネート等の鎖状炭酸エステル類、Ｎ－メチルホルムアミド、Ｎ－エチルホルムアミド、Ｎ，Ｎ－ジメチルホルムアミド、Ｎ，Ｎ－ジエチルホルムアミド、Ｎ－メチルアセトアミド、Ｎ，Ｎ－ジメチルアセトアミド、Ｎ－メチルピロリドン等のアミド類、アセトニトリル、グルタロニトリル、アジポニトリル、メトキシアセトニトリル、３－メトキシプロピオニトリル等のニトリル類；トリメチルフォスフェート、トリエチルフォスフェート等の燐酸エステル類が挙げられる。非極性溶媒としては、特に限定はされないが例えば、ヘキサン、トルエン、シリコーンオイルなどが挙げられる。

[0074] これらの溶媒は、１種を単独で使用しても、２種以上を組み合わせて使用してもよい。陽極酸化膜の形成に用いる化成液の非水溶媒として特に好ましいのは、エチレングリコール、プロピレングリコール、又はジエチレングリコールであり、これらを単独又は組み合わせて用いてもよい。また非水溶媒を含有していれば、水を含有していてもよい。非水溶媒は、化成液全体に対して通常１０質量％以上、好ましくは３０質量％以上、さらに好ましくは５０質量％以上、特に好ましくは５５質量％以上の割合で含まれ、通常９５質量％以下、好ましくは９０質量％以下、特に好ましくは８５質量％以下の割合で含まれる。化成液が非水溶媒に加えて水を含む場合、その含有量は化成液全体に対して、下限値としては、通常、１質量％以上、好ましくは、５質量％以上、さらに好ましくは、１０質量％以上、特に好ましくは、１５質量％以上であり、上限値としては、通常、８５質量％以下、好ましくは、５０

質量％以下、特に好ましくは、４０質量％以下である。非水溶媒に対する水の割合は、下限値としては、好ましくは、１質量％以上、好ましくは、５質量％以上、更に、好ましくは、７質量％以上、特に好ましくは、１０質量％以上であり、上限値としては、通常、９０質量％以下、好ましくは、６０質量％以下、さらに好ましくは５０質量％以下、特に好ましくは４０質量％以下である。

[0075] 化成液は、必要に応じて他の添加剤を含んでいてもよい。例えば、陽極酸化膜の成膜性及び膜特性を向上させるための添加剤を含有していてもよい。添加剤としては、特に制限されず、公知の化成液で用いられる添加剤やそれ以外の物質の中から選択する一種以上の物質を添加して用いることができる。このとき、添加剤の添加量には特段の制限はなく、その効果とコスト等を勘案して適切な量とすればよい。

[0076] 陽極酸化のための電解法は、特に制限はない。電流波形としては、例えば直流の他に、印加電圧が周期的に断続するパルス法、極性が反転するＰＲ法、その他交流や交直重畳、不完全整流、三角波などの変調電流等を用いることができるが、好ましくは直流を用いる。

[0077] 陽極酸化の電流及び電圧の制御方法は特に制限はなく、アルミ合金製容器本体の内表面に酸化物膜が形成される条件を適宜組み合わせることができる。通常は定電流及び定電圧にて陽極酸化処理することが好ましい。即ちあらかじめ定められた化成電圧Ｖｆまで定電流にて化成し、化成電圧に達した後にその電圧に一定時間保持して陽極酸化を行うことが好ましい。

[0078] この際、効率的に酸化膜を形成する為に、電流密度は、通常、０．００１ｍＡ／ｃｍ^{2}以上とし、好ましくは、０．０１ｍＡ／ｃｍ^{2}以上とする。ただし表面平坦性の良好な酸化膜を得る為に、電流密度は、通常、１００ｍＡ／ｃｍ^{2}以下とし、好ましくは、１０ｍＡ／ｃｍ^{2}以下とする。

[0079] また、化成電圧Ｖｆは、通常、３Ｖ以上とし、好ましくは、１０Ｖ以上、より好ましくは、２０Ｖ以上とする。得られる酸化膜厚は化成電圧Ｖｆと関連するので、酸化物膜に一定の厚みを付与するために、前記電圧以上を印加

することが好ましい。ただし、通常、１０００Ｖ以下とし、好ましくは、７００Ｖ以下とし、より好ましくは、５００Ｖ以下とする。得られる酸化物膜は高絶縁性を有するので、高絶縁破壊を起こすことなく、良質な酸化膜を形成する為には、前記の電圧以下で行うことが好ましい。

[0080] なお、化成電圧に至るまで直流電源の代わりにピーク電流値が一定の交流を使用し、化成電圧に達したところで直流電圧に切り替えて一定時間保持する方法を用いてもよい。

[0081] 陽極酸化の他の条件は特に制限されるものではない。ただし陽極酸化時の温度は、化成液が安定に液体として存在する温度範囲とする。通常、－２０℃以上であり、好ましくは、５℃以上であり、より好ましくは、１０℃以上である。陽極酸化時の生産・エネルギー効率等を勘案して、前記温度以上にて処理することが好ましい。ただし、通常、１５０℃以下であり、好ましくは、１００℃以下であり、より好ましくは、８０℃以下である。化成液の組成を保持して均一な陽極酸化を行う為に、前記温度以下にて処理することが好ましい。

[0082] 前記陽極酸化は、前記アルミ製反応容器本体若しくはその構造体の内表面と対向電極（たとえば白金）とを前記化成液中に配置する第１の工程と、前記アルミ製反応容器本体若しくはその構造体にプラスを、前記電極にマイナスを印加して一定の電流を所定の時間流す第２の工程と、前記アルミ製反応容器本体若しくはその構造体と前記電極との間に一定の電圧を所定の時間印加する第３の工程とを含むのが好ましい。前記第２の工程の前記所定の時間は、前記アルミ製反応容器本体若しくはその構造体と所定の電極との間の電圧が所定の値になるまで（例えば、エチレングリコールを用いた場合は２００Ｖになるまで）とするのが好ましい。

[0083] 前記第３の工程の前記所定の時間は、好ましくは、前記アルミ合金製容器本体若しくはその構造体と所定の電極との間の電流が所定の値になるまでとするのが望ましい。電流値は、電圧が上記の所定値になると急激に減少し、後は時間とともに徐々に減少する（「残留電流」という）が、定電圧処理終

了の所定の電流値以下になるには、例えば、２４時間を要する。しかし、得られるAl_2O_3陽極酸化膜の膜質は熱処理をしたものと同等になる。又、この残留電流が少ないほど、Al_2O_3陽極酸化膜の膜質は向上する。これらのことを考慮すると、生産性を上げるためには、適当な時間で定電圧処理を打ち切り、次工程で熱処理（アニール）を施すのが望ましい。熱処理は、好ましくは、１５０℃以上、より好ましくは、３００℃程度で０．５～１時間行うのが望ましい。残留電流の継続にもよるが、残留電流の継続時間がそれ程長くなければ、継続して定電圧処理を施せばよいし、長ければ、熱処理に切り替えてもよい。

[0084] 前記第２の工程において平方ｃｍ当たり、通常は、０．０１～１００ｍＡ、好ましくは、０．１～１０ｍＡの電流、さらに好ましくは、０．５～２ｍＡの電流を流すのが望ましい。

[0085] 先に述べたように前記第３の工程において前記電圧は前記化成液が電気分解を起こさないような電圧とする。

[0086] 如何なる理論にも拘束されるものではないが、本発明者らが得た知見からでは、化成処理時に形成された無孔質のAl_2O_3陽極酸化膜は、膜全体がアモルファス構造となっており、結晶等の粒界がほとんど存在しないと考えられる。また、更に緩衝作用を有する化合物を添加したり、溶媒として非水溶媒を用いたりすることにより、陽極酸化膜中に微量の炭素成分が取り込まれてＡｌ－Ｏの結合強度が弱くなっており、これにより膜全体のアモルファス構造が安定化されているものと推定される。

[0087] 以上のように製造されたAl_2O_3陽極酸化膜は、膜中の水分の完全除去を行うなどの目的で、加熱処理を行うのが望ましい。特に、前記特定元素をほぼ含まない高純度アルミニウムを主成分とするアルミ合金製基材上に形成したＡｌの陽極酸化膜は、熱安定性が高く、ボイドやガス溜まり等が形成されにくいという特性がある。このため３００℃程度以上のアニール処理によってもＡｌの陽極酸化膜にボイドやシームが殆ど発生しないので、パーティクルの発生やアルミニウムの露出に起因する反応液中へのアルミニウムの溶出が

抑えられる。

[0088] 加熱処理の温度は、特に制限はないが、通常、１００℃以上であり、好ましくは、２００℃以上であり、より好ましくは、２５０℃以上である。加熱処理によるAl_2O_3陽極酸化膜の表面及び内部の水分を十分に除去するためには、前記温度以上で処理することが望ましい。ただし、通常、６００℃以下であり、好ましくは、５５０℃以下であり、より好ましくは、５００℃以下とするのが望ましい。Al_2O_3陽極酸化膜のアモルファス構造を保持して、表面の平坦性を維持するためにも前記温度で処理することが望ましい。

[0089] 加熱処理の時間は、特に制限はないが、加熱処理による表面荒れ、生産性等を勘案して適宜設定すればよいが、通常、１分以上、好ましくは、５分以上、特に好ましくは、１５分以上である。Al_2O_3陽極酸化膜の表面及び内部の水分を十分に除去するためには、前記時間以上で処理することが好ましい。ただし、通常、１８０分以下、好ましくは、１２０分以下、より好ましくは、６０分以下である。Al_2O_3陽極酸化膜構造及び表面平坦性を維持するためにも前記時間内で処理することが望ましい。

[0090] アニール処理の際の炉内ガス雰囲気は、特に制限はないが、通常、窒素、酸素あるいはこれらの混合ガスなどを適宜用いることができる。中でも酸素濃度が、１８ｖｏｌ％以上の雰囲気が好ましく、２０ｖｏｌ％以上の条件がより好ましく、酸素濃度が１００ｖｏｌ％の条件が最も好ましい。

[0091] ＰＦＡの膜を直に設ける下地面には、該下地面との接着性を増す為にＰＦＡ膜を設ける際にＰＦＡのプライマー処理を施すのが望ましい。

[0092] 本発明に於いて、下地膜の厚みは、ＰＦＡ膜が設けられる面の平滑性が所望通り十分確保できるように、基材のＰＦＡ膜設置面の平滑度、使用されるＰＦＡパウダーの平均粒径またはＰＦＡ塗料中に分散するＰＦＡ粒子の平均粒径などに鑑みて適時所望に従って選択される。

[0093] 本発明に於いては、好ましくは、０．１～３０μm、より好ましくは、１～２０μm、より一層好ましくは、２～１５μmであるのが望ましい。

[0094] 被加工部材のＰＦＡ膜設置面上或いは下地膜面上（両者を合わせて「ＰＦ

Ａ膜形成面」という。）に、ＰＦＡ膜を設けるには、後述の実験１，２及び実施例にも記載されているが、以下の通りにするのが好ましい。

[0095] ＰＦＡ膜を形成するに際し、用意されるＰＦＡは、静電塗着用に微粉末状とされたもの、一般の塗料と同じく液状とされたものがある。本発明に於いては、被加工部材の形状に多少複雑な凹凸形状があっても均一厚みに塗膜しやすいということから静電塗着用の微粉末状のものを用いるのが好ましい。

[0096] 塗装方法としては、一般の塗料と同じく液状塗料の場合は、スプレーコーティングにより塗装加工されるのが望ましいが、基材によってはディップコーティング、ディップスピンコーティング、ロールコーティング、及びスピンフローコーティングにより塗装加工することも適宜採用される。また粉体塗料は静電粉体コーティングや静電流動浸漬法により塗装加工するのが望ましい。

[0097] そして、そのようにして塗装されたＰＦＡ塗料は、被加工部材のＰＦＡ膜形成面に焼付けされるが、その際に、溶融、再溶融の工程が付与されて最後に所望の平滑性能をもつＰＦＡ塗膜が得られる。

[0098] 被加工部材のＰＦＡ膜形成面への塗膜加工方法は、基材の種類、用途、選択する塗料の種類によって異なるが、好ましくは、以下に記す加工処理を施すのが望ましい。

（１）金属基材（被塗装材）（電解研磨処理済）の準備 → （２）脱脂またはカラ焼き → （３）粗面化処理（ブラスト処理）又は／及び下地膜形成 ⇒ （４）清浄化⇒ （５）プライマー塗装 → （６）予備乾燥 → （７）トップコート（ＰＦＡ）塗装 → （８）予備乾燥 → （９）一次焼成（溶融） → （１０）一次冷却（使用するＰＦＡの融点より低くする） → （１１）二次焼成（再溶融） → （１２）二次冷却（室温）

[0099] 厚めのトップコート層を設ける場合は、上記工程に於いて、「 （７）トップコート（ＰＦＡ）塗装 → （８）予備乾燥 → （９）一次焼成（溶融）」を繰り返し行うことで所望の厚さにトップコート層を形成することができる。この場合の一回当たりの塗装厚は、使用するＰＦＡの形態（パウダ

ーか塗料か）、溶融処理時の粘度、塗料の場合はＰＦＡの分散濃度と粒径、パウダーの場合はパウダーの粒径等によって適宜決められる。

[0100] 本発明の場合、好ましくは１～１００μmとするのが望ましい。

[0101] 複数回の塗装の場合、初回、中間の塗装における一次焼成温度は、中間一次焼成温度として設定され、最終回の塗装における一次焼成温度は、最終一次焼成温度として設定される。ＰＦＡの種類、塗装回数によっては、前記中間一次焼成温度と前記最終一次焼成温度とを同じ温度に設定されることもあるが、好ましくは、前記中間一次焼成温度は前記最終一次焼成温度より低く設定されるのが望ましい。

[0102] （３）、（５）、（６）の加工処理は、場合によっては省略される。例えば、被加工部材の表面に直にトップコートを設けても被加工部材表面とトップコート面との間に接着力が十分あるならば、（３）、（５）、（６）の加工処理は省略できるし、プライマー塗装を行うことで基材とトップコートがプライマーによって強固に接着されるなら（３）の加工処理は省略できる。

[0103] 本発明に於ける一次焼成温度と焼成時間は、二次焼成において、本発明の目的を達成するのに十分な平滑性を得るのに重要なファクターであり、使用するＰＦＡと金属被加工部材、必要に応じて採用するプライマーの特定化に応じて適宜決められる。

[0104] 本発明に於ける一次焼成の温度及び時間は、塗装されたＰＦＡ膜から、一次焼成によってＰＦＡ材料（パウダー状や塗料状で入手できる）中に含まれる不純物（低分子量成分、未フッ素化末端基を有する成分、合成途中での生成物、及び界面活性剤などの添加物等）を膜外に排出させるために十分な温度と時間とされることが望ましい。一次焼成の温度の上限は、高い平滑性を与えるＰＦＡ膜を構成するのに必要な分子量を有するＰＦＡが分解しない温度（「ＰＦＡ分解温度」と記す。）、若しくはその分解温度よりやや高い温度（「Ｔｈ」と記す。）とされるのが望ましい。Ｔｈは、一次焼成において、その温度でＰＦＡ塗装膜を保持する時間との関係で決められる。

[0105] 本発明におけるＴｈとしては、使用するＰＦＡの融点より３０～７０℃高

めに設定するのが好ましい。設定温度が低すぎると二次焼成において十分な平滑性が得られない場合が生じ、高すぎるとＰＦＡの分解を助長することになる場合がある。より好ましくは、３５～６０℃、より一層好ましくは、４０～５０℃とするのが望ましい。

[0106] 本発明に於おける一次焼成時間は、一次焼成温度まで昇温する時間（一次焼成昇温時間）と一次焼成温度を保持する時間（一次焼成温度保持時間）からなる。一次焼成昇温時間においては、ＰＦＡ塗装膜のいかなるところにも万遍なく熱が伝わりＰＦＡ塗装膜が均一に焼成されるように昇温スピードが制御装置によって制御される。一次焼成温度保持時間は、ＰＦＡ塗装膜の自由表面全体が出来るだけ均一に溶融し場所的不均一さが視覚的にも見て取れないようにする時間である。本発明に於いては、一次焼成温度保持時間は、ＰＦＡ塗装膜の厚さや大きさに左右されるので、ＰＦＡ塗装膜の厚さや大きさに応じてその都度適宜決められるが、好ましくは、１０～５０分、より好ましくは、１５～４０分とするのが望ましい。

[0107] 一次焼成における、焼成温度、焼成温度に至る昇温スピード及び焼成温度での保持時間の設定次第で、二次焼成を経て得られる膜の平滑性が左右されることから、一次焼成における、焼成温度、焼成温度に至る昇温スピード及び焼成温度での保持時間は、基材、ＰＡＦ，ＰＦＡ塗装膜の厚さや大きさを十分考慮して適宜決められる。

[0108] 一次焼成に於いては、ＰＦＡ材料（パウダー状や塗料状で入手できる）中に含まれる不純物が分解されてＰＦＡ膜から除去されるものと考えられる。余計な不純物が一次焼成でＰＦＡ膜から除かれることで、二次焼成を経たＰＦＡ膜の平滑性が格段に良くなるものと思われる。

[0109] 本発明においては、一次焼成は、２０vol%O_2/Ａｒガス雰囲気など、希ガスに酸素を混合したガス雰囲気で行われる。

[0110] 一次焼成の雰囲気ガスは、希ガス・酸素混合ガスの使用が望ましいが、本発明においてはこれに限定される訳ではなく、酸素ガス単独でも良いし、窒素・酸素混合ガスでも良い。窒素の代わりにＮＯやＮO_2を酸素と混合した混

合ガスを使用してもよい。ＮＯやNO_2は、単独で使用してもよい。酸素ガスの代わりにオゾンも使用できる。

[0111] 一次焼成が終了した段階で、試料は、使用するＰＦＡの融点以下の温度（「ＴＩ」という。）まで降温されて固化される（一次冷却・固化）。この際の融点以下の温度ＴＩとしては、使用するＰＦＡの融点より、好ましくは、５～６０℃、より好ましくは、１０～５０℃、より一層好ましくは、２０～５０℃低くするのが望ましい。ＰＦＡの分子量分布具合、分子量の異なる複数のＰＦＡの混合等によって融点に幅がある場合は、その幅の温度範囲の最低温度に対して一次焼成温度が上記の範囲で所望に従って適宜選択される。

[0112] ＰＦＡの融点より低くする温度の幅が、小さ過ぎるとスムースな固化が望めないし、大き過ぎると再溶融に至たる時間がかかり過ぎ生産効率が低下する。

[0113] 上記の融点以下の温度（一次冷却・固化温度）ＴＩから二次焼成温度まで昇温する昇温スピード及び二次焼成温度での保持時間は、室温まで二次冷却されて得られるＰＦＡ膜の自由表面の平滑性が十分確保されるように設定される。

[0114] 二次焼成温度は、一次焼成処理を経て一旦固化されたＰＦＡ膜を再溶融するための温度であり、一次焼成処理を受けたＰＦＡ塗装膜が次に施される室温までの降温過程を経て固化する際の平滑化を促進させる温度である。

[0115] 二次焼成は、使用するＰＦＡの融点又はこの融点より１５℃以内の高い温度で行うのが好ましい。より好ましいのは使用するＰＦＡの融点若しくはその前後の融点と僅かな差がある温度で行うのが望ましい。

[0116] 次に、溶融、再溶融の工程の一例を以下に説明する。構造式１におけるＲｆが、「$-CF_2CF_2CF_3$」の場合（融点は、３１０℃）、例えば、被加工部材のＰＦＡ膜形成面に静電塗着によってＰＦＡ微粉末を所定の厚さに塗膜し、プログラムされた加熱速度で３４５℃まで加熱して、この３４５℃の状態を３０分間保持する（溶融工程）。この溶融工程は、２０vol%O_2/Ａｒガス雰囲気で行われる。次いで、１００vol%アルゴン雰囲気に切り替えて、２８０

℃まで所定の速度で温度を下げ、２８０℃になったらその温度で３０分間保持する。引き続き、再び所定の速度で３１０℃まで加熱し（再溶融工程）、この温度を３０分間保持する。３０分間保持後、加熱を停止し自然放置することで室温まで温度を下げる。このような工程を経ることで自由表面が極めて良好な平滑性を有するＰＦＡ膜が形成され得る。

[0117] Ｒｆが、「-$CF_2CF_2CF_3$」のＰＦＡの場合、融点が３１０℃といわれるが、２９５℃から３０５℃の間ですでに溶融が開始される。従って、再溶融工程の温度としては、２９５℃から３１５℃の範囲の温度を選択することができる。好ましくは、３０５℃から３１５℃の範囲の温度を選択するのが望ましい。

[0118] また、平滑性が一番良好なのは、３１０℃若しくはその前後の融点と僅かな差がある温度であるが、本発明の目的に適う平滑性を得るのには、３０５℃から３１５℃の範囲の温度で再溶融するのが望ましい。

[0119] 実験１：ＰＦＡの溶融、再溶融の実験と平滑度測定

鏡面研磨処理した後、所定の洗浄処理を施した板状のＳＵＳ基材（ＳＵＳ３１６Ｌ－ＥＰ：１０ｘ１０mm^2、厚さ２mm）を２枚（基材１，２）、用意した。これらの基材の鏡面加工面の表面平滑度を市販の面粗さ測定装置（Ｖｅｅｃｏ社製　ｄｅｋｔａｋ　６Ｍ）で測定したところ、何れも面粗度Ｒａは、０．００６μｍであった。

[0120] その中の１枚（基材１）の表面平滑度を測定した面には、無電解メッキによってNiの膜（厚さ：２μｍ）を設けた。無電解メッキの条件を、以下に記す。

無電解メッキ液（Ａ）：硫酸ニッケル・・・・・・・２６．３ｇ／ｌ

次亜リン酸ナトリウム・・・２１．２ｇ／ｌ

クエン酸・・・・・・・・・２５．０ｇ／ｌ

酢酸・・・・・・・・・・・１２．５ｇ／ｌ

ロッセル塩・・・・・・・・１６．０ｇ／ｌ

尿素・・・・・・・・・・・・１２．５ｇ／ｌ

ｐＨ・・・・・・・・・・・・６．０

浴温・・・・・・・・・・・・８０℃

[0121] 基材１の鏡面加工面には、以下の処理を施して後、上記無電解メッキ液（Ａ）の浴槽に浸漬してＮｉ膜を形成した。

[0122] 基材１を市販の脱脂剤（ＯＰＣ－３７０コンディクリーンＭ（商標）、奥野製薬工業株式会社製）中に６０℃で５分間浸した。次いで、脱脂剤中より引き上げて半導体用の超純水で鏡面加工面を十分洗浄した。その後、市販の触媒付与剤（ＯＰＣ－８０キャタリスト（商標）、奥野製薬工業株式会社製）中に２５℃で５分間浸した。次いで、触媒付与剤中より引き上げて半導体用の超純水で鏡面加工面を十分洗浄した。この洗浄の後に、市販の活性化液（ＯＰＣ－５０５アクセレータ（商標）、奥野製薬工業株式会社製）中に３５℃で５分間浸した。次いで、活性化液中より引き上げて半導体用の超純水で鏡面加工面を十分洗浄した。

[0123] この様に処理を施した基材１を無電解メッキ液（Ａ）に、７０分間浸漬した。次いで、無電解メッキ液（Ａ）より引き上げて半導体用の超純水で十分洗浄した。目視観察したところ鏡面加工面全体にＮｉ膜が均一に形成されており、指で触るとその自由表面は、極めて滑らかであった。

[0124] Ｎｉ膜の自由表面の平滑度を前記の市販の装置で測定したところ、Ｒａ＝０．００６μｍと基材の鏡面加工面と変わらない面粗度であった。

[0125] 上記のようにしてＮｉ膜を設けた基材１と基材２とを、市販の脱脂剤（ＯＰＣ－３７０コンディクリーンＭ（商標）、奥野製薬工業株式会社製）中に６０℃で５分間浸して脱脂処理を施した。次いで、脱脂剤中より引き上げて半導体用の超純水で十分洗浄した。

[0126] このような処理を施した基材１のＮｉ膜表面（Ｎｉ膜の自由表面）と基材２の平滑度を測定した面（鏡面加工面）に、以下の条件でプレコート材（プライマー）を塗布し、乾燥させた。

[0127] プレコート材（プライマー）：ＥＫ－１９０８Ｓ２１Ｌ(ダイキン工業株

式会社製）

塗装条件：スプレーガンのノズル径・・・・・１．２ｍｍφ

霧化圧力・・・・・・・・・・・・・０．３ＭＰａ

乾燥条件：８５℃、１５分

[0128] 次いで、基材１，２のプレコート材処理面に、以下の条件で、静電塗装によりＰＦＡパウダーの膜を２０μｍ厚に設けた後、これら基材を赤外線加熱炉内に収容してある石英製の容器（石英容器）に設置した。

[0129] トップコート材： ＡＣ－５６００（ダイキン工業株式会社製）

静電塗装装置（ランズバーグ株式会社製）：ハンドガン・・・・・ＲＥＡ９０／Ｌ

高圧コントローラ・・９０４０

重ね塗り回数・・・・３回

一回当たりの塗装量・・・・１２０±１０μｍ

塗装間での中間焼成・・・・・約３４０℃、１５分

本実験で使用した赤外線加熱炉は、未使用時でも、石英容器の設置された内部に常に１００%アルゴンを１ｌ/minの流量で流して内部の清浄度を保っている。

[0130] この赤外線加熱炉は、石英容器の外周に熱伝対が取り付けられており、この熱伝対からの温度情報をもとにプログラムした温度通りになるよう温調器により赤外光源の出力を制御する構成となっている。

[0131] 石英製の容器には、炉外からガスを導入するためのガス管が配設されており、例えば、１００vol%アルゴン、酸素を２０vol%混ぜたアルゴンなどのガスを炉内に導入することで炉内を所望の雰囲気に調整できる構造になっている。

[0132] ＰＦＡ塗装処理した２枚の基材１，２を石英容器内に設置し、開閉扉を閉じて大気遮断状態にして、２０vol%O_2/Ａｒガスを１ｌ/minの流量で赤外線加熱炉内へ供給開始した。この状態を保持して石英容器設置近傍の空間の雰囲

気温度及び石英容器の温度が一定になるのを待った。温度が一定になった後、赤外光源をＯＮにした。赤外光源ＯＮ直前の石英容器の温度は、２５℃であった。続いて、赤外光源の出力を徐々に上げて1時間で345℃にまで略一次関数的に昇温した。次いで、この３４５℃の状態を３０分維持した。その後、Ａr100vol%ガスに切替えて、このガスを５ｌ/minの流量で１０分間流し、石英容器の温度を２８０℃にした。この状態を３０分保持した。基材１、２のＰＦＡ処理表面を目視観察すると、表面の凹凸が見られた。この３０分の保持後Ａr100vol%ガスの流量を１ｌ/minにして、６分間で２８０℃から３１０℃にまで昇温した。３１０℃になった段階で、赤外光源の出力を制御してその状態を３０分間保持した。その後、石英容器を外部に取り出して、基材１，２をデシケータ内に収容し自然冷却した。

[0133] この時の基材１，２のＰＦＡ処理表面を目視観察すると鏡面に近い状態であった。

[0134] 室温になるまで基材１，２を充分自然冷却した後、表面粗度測定装置にセットして、ＰＦＡ表面の平滑度を測定した。以後、便宜上、基材１上のＰＦＡ膜を試料１－１、基材２上のＰＦＡ膜を試料１－２と呼ぶことにする。測定は、各資料のＰＦＡ膜の自由表面を２ｃｍ毎に１辺に平行（便宜上Ｘ軸方向という）に５分割し各分割面を試料の端から端まで直線上を測定した。次いで、該直線に垂直方向（便宜上Ｙ軸方向という）の平滑度も各資料のＰＦＡ膜の自由表面を２cm毎に５分割して各分割領域において測定した。

測定結果が、表１に示される。

[0135] [表1]

表１

Ｘ方向	面粗度Ｒａ（μｍ）	Ｙ方向	面粗度Ｒａ（μｍ）
Ｘ１	0.006	Ｙ１	0.006
Ｘ２	0.006	Ｙ２	0.006
Ｘ３	0.006	Ｙ３	0.006
Ｘ４	0.006	Ｙ４	0.006
Ｘ５	0.006	Ｙ５	0.006

[0136] 実験２

実験１における板状基材に代えて、内面が円筒凹面の半円筒基材にした以外は、実験１と同様にして、各基材をＮｉ処理やＰＦＡ処理を施して平滑度測定用の試料２－１（Ｎｉ処理が施されている）、２－２（Ｎｉ処理が施されてない）を得た。これらについて、実験1と同様にして平滑度を測定した。その結果を表２－１及び表２－２に示す。

[0137] [表2]

表２－１

X方向	面粗度Ｒａ（μｍ）	Ｙ方向	面粗度Ｒａ（μｍ）
Ｘ１	0.006	Ｙ１	0.006
Ｘ２	0.006	Ｙ２	0.006
Ｘ３	0.006	Ｙ３	0.006
Ｘ４	0.006	Ｙ４	0.006
Ｘ５	0.006	Ｙ５	0.006

[0138] [表3]

表２－２

X方向	面粗度Ｒａ（μｍ）	Ｙ方向	面粗度Ｒａ（μｍ）
Ｘ１	0.006	Ｙ１	0.006
Ｘ２	0.006	Ｙ２	0.006
Ｘ３	0.006	Ｙ３	0.006
Ｘ４	0.006	Ｙ４	0.006
Ｘ５	0.006	Ｙ５	0.006

[0139] 実験３：ＰＦＡ膜の再溶融の有無の実験と平滑度測定

鏡面研磨がされている板状SUS基板（SUS３１６Ｌ―ＥＰ：２cm×５cm）を２枚（試料３－１，３－２）用意し、実験１と同様にしてSUS基板の鏡面研磨した面上にＮｉ膜を設けた。実験１と同様に、２枚のSUS基板の鏡面研磨面とＮｉ膜面の表面粗さを測定したところ、実験１と略同様の結果を得た。

[0140] ２枚の表面にＮｉ膜を設けたＳＵＳ基板のＮｉ膜上に、外部委託により仕様に従ってＰＦＡを塗装した。

委託先：日本フッソ工業株式会社

トップコート材：ＡＣＸ-31（ダイキン工業株式会社製）

塗装法：静電塗装

ＰＦＡ塗装厚：２０μｍ

[0141] 次いで、ＰＦＡを塗装した２枚のSUS基板に、以下の工程で焼成処理を施した。焼成炉は、実験１で使用したのと同じ炉を使用した。

[0142] ２つの試料に対して、石英製の簀の子にPFAパウダーを静電塗着したＳＵＡ基板を設置して石英容器内に入れ、以下の手順で焼成を行った。

（１）20%O_2/Arを１ｌ/minの流量で流し室温から345℃まで1時間で昇温する。

（２）雰囲気はそのままで345℃を30分間保持する。

（３）Ar100%を５ｌ/minの流量で流し10分で280℃に下げる。この段階で、試料３－２は、不加熱位置に移動させ、その後の加熱履歴（再溶融）が生じないようにする。

（４）雰囲気はそのままで280℃を30分間保持する

（５）雰囲気をAr100%、１ｌ/minの流量に変えて6分で280℃から310℃まで昇温する。

（６）雰囲気はそのままで310℃を30分間保持する。

（７）加熱をＯＦＦにし石英製の簀の子（試料３－１の）を不加熱位置に移動させて自然放冷させる。

[0143] 以下に温度プログラムを示す。

[0144] [表4]

表３

Step	開始温度	目標温度		時間(分)
1	25	345	昇温	60
2	345	345	保温	30
3	345	280	降温	10
4	280	280	保温	30
5	280	310	昇温	6
6	310	310	保温	30

[0145] このようにしてＰＦＡ膜を形成した試料３－１（再溶融履歴あり）、試料３－２（再溶融履歴なし）のＰＦＡ膜の自由表面の平滑度を実験１と同様に測定したところ、以下の結果が示すように試料３－１は極めて良好な平滑性で、且つうねりは全く観察されなかった。

試料３－１：Ｒａ＝０．０６１μｍ、ＰＶ＝０．３０２μｍ

試料３－２：Ｒａ＝０．３５４μｍ、ＰＶ＝２．１４１μｍ

[0146] 実験４

トップコート材を変え、表４に記載の条件にした以外は、実験１と同様にして板状ＳＵＳ基材の鏡面研磨面上にＰＦＡ膜を設けて、実験１と同様にしてＰＦＡ膜表面の平滑度を測定した。結果は、表４に示す。

トップコート材

ＭＰ－３１０（三井・デュポンフロロケミカル社）

ＥＭ－５００ＣＬ（三井・デュポンフロロケミカル社），

ＥＭ－７００ＣＬ（三井・デュポンフロロケミカル社）

ＡＷ－５０００Ｌ（ダイキン工業株式会社）

[0147] [表5]

表４

試料No.	トップコート材	下地	基材	平滑度Ｒａ（μｍ）
41	MP－３１０	EK-1908S21L（ダイキン工業）	実験１と同じ	0.006
42	EM－５００ＣＬ	同上	同上	0.007
43	EM－７００ＣＬ	同上	同上	0.007
44	AW－５０００Ｌ	同上	同上	0.007

実施例

[0148] 回転軸１０５、円筒状のシールハウジング１０８を以下のようにして作成した。

[0149] 回転軸１０５内部には、潤滑油供給路１０９を設けた。回転軸、シールハウジングとも複数組用意した。基材としては、ＳＵＳ３１６Ｌを使用した。

[0150] 切削面は、実験1と同様に清浄化処理を施した後、電解研磨を行って鏡面仕上げを行った。

[0151] 電解研磨した回転軸とシールハウジングは、脱脂処理、超純水洗浄を施して電解研磨面を清浄化した。このように処理した回転軸、シールハウジングの中、鏡面仕上げした上に（回転軸はその外壁面に、シールハウジングはその内壁面に）実験1と同様にしてＰＦＡ膜を均一厚に設けたものも用意した。

[0152] 回転軸の径、シールハウジングの内径、ＰＦＡ膜厚は、ポンプを組み立てた際の回転軸の最表面とシールハウジングの最内表面との間隔の幅が、表５－２に示す幅になるように、各試料の回転軸とシールハウジングを加工した。

[0153] 以上のようにして準備した回転軸とシールハウジングを一対にして、表５－１に示す通りの４つの組み合わせを作り、それぞれを交互にスクリューポンプに組み込んで、シールガスの消費量と継続回転のテストを行った。その結果を表５－２に示す。ここで、シールガス消費量は、試料１１を「１」とした場合の相対値である。

[0154] 試料ａａ，ａｂ，ｂａ，ｂｂの回転機構部材（本実施例では、回転軸、シールハウジング）をそれぞれ組込んで組み立てたポンプは、何れも、１万時間、連続回転運転をしても、初期状態の滑らかな回転を維持し何の支障も発生しなかった。

[0155] [表6]

表５－１

			回転軸	
			ＰＦＡ膜	
			無	有
シールハウジング	ＰＦＡ膜	無	aa	ab
		有	ba	bb

[0156] [表7]

表５－２

試料No.	間隔の幅（μｍ）	シールガス消費量
aa	30	1
ab	20	0.96
ba	20	0.96
bb	10	0.76

産業上の利用可能性

[0157] 本発明に係るポンプは、シールガスの消費を格段に少なくすることが出来るので、処理プロセスで使用されるガスの再利用のためのガス処理コストを

著しく低減することができる。又、Ｋｒ、Ｘｅなどの貴重で高価なガスの再利用に大いに貢献でき、資源循環型のシステムには、高効率ポンプとして採用される。

符号の説明

[0158] １００・・・・スクリューポンプ

１０１・・・・雌スクリューローター

１０２・・・・雄スクリューローター

１０３・・・・スクリュー歯溝部

１０４・・・・スクリュー雌雄歯溝噛合部

１０５・・・・回転軸

１０６・・・・ステータ

１０７・・・・アンギュラーベアリング

１０８・・・・シールハウジング

１０９・・・・潤滑油供給路

１１０・・・・ベースプレート

１１１・・・・潤滑油

１１２・・・・潤滑油貯留部

１１３・・・・シール部材

１１４・・・シールガス供給路

１１５・・・・シールガス排出路

１１６・・・・軸受ボディ

１１７・・・・間隙

１１８・・・・シールハウジング内壁面

１１９・・・・回転軸外表面

１２０・・・・ＰＦＡ膜

請求の範囲

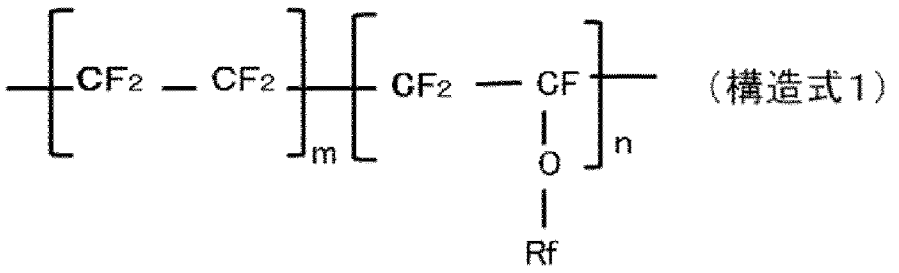
[請求項1] スクリューローターに固設し又は前記スクリューローターと一体的に成形されていて、前記スクリューローターを回転するために回転駆動手段に回転自在に係合する回転軸と、

前記回転軸を回転自在に挟持して前記回転軸の高速回転を可能とする構造を有するシールハウジングと

を有するガス排気用ポンプの回転機構において、

前記回転軸の外壁面および前記シールハウジングの内壁面の少なくとも一方の最表面に下記の構造式１で示すＰＦＡの膜を有することを特徴とする回転機構。

[数1]



（構造式1）

Rf:パーフルオロアルキル基、

m、nは正整数、

[請求項2] 前記ＰＦＡの膜が再溶融由来の膜であることを特徴とする請求項１記載の回転機構。

[請求項3] スクリューローターの回転軸と前記回転軸を回転自在に取り付けて収容するシールハウジングとを備えるガス排気用ポンプの回転機構の製造方法において、

外壁面にＰＦＡの塗装膜が設けてある回転軸および内壁表面にＰＦＡの塗装膜が設けてあるシールハウジングの少なくとも一方を用意し、

用意された方の部材を、ＰＦＡの溶融温度より高い温度雰囲気に晒して前記塗装膜の少なくとも自由表面領域を溶融し、

その後、ＰＦＡの溶融温度より低い温度に晒して少なくとも自由表面領域となる部分を固化し、

次いで、ＰＦＡの溶融温度またはＰＦＡの溶融温度を越した辺りの温度の雰囲気に晒して少なくとも自由表面領域となる部分を再溶融し、

その後、ＰＦＡの溶融温度より十分低い温度に下げることで、ＰＦＡからなる固体膜の自由表面の平滑性を高める工程を含むことを特徴とする製造方法。

[請求項4] 請求項１又は２に記載の回転機構を備えるガス排気用ポンプ。

[請求項5] ガス排気用ポンプの製造方法において、請求項３記載の回転機構の製造方法に含まれる工程を含むことを特徴とする製造方法。

[請求項6] ガス排気用ポンプの製造方法において、組み立ての工程において請求項１又は２記載の回転機構を組立部品として使用することを特徴とする製造方法。

補正された請求の範囲
[2012年12月13日(13.12.2012) 国際事務局受理]

[請求項１] (削除)

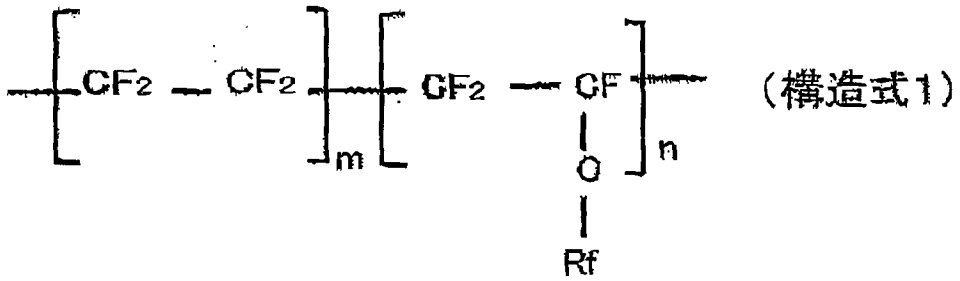
[請求項２] (補正後) スクリューローターに固設し又は前記スクリューローターと一体的に成形されていて、前記スクリューローターを回転するために回転駆動手段に回転自在に係合する回転軸と、

前記回転軸を回転自在に挟持して前記回転軸の高速回転を可能とする構造を有するシールハウジングと

を有するガス排気用ポンプの回転機構において、

前記回転軸の外壁面および前記シールハウジングの内壁面の少なくとも一方の最表面に下記の構造式１で示すＰＦＡの膜を有し、前記ＰＦＡの膜が再溶融由来の膜であることを特徴とする回転機構。

[数１]



(構造式1)

Rf:パーフルオロアルキル基、

m、nは正整数、

[請求項３] スクリューローターの回転軸と前記回転軸を回転自在に取り付けて収容するシールハウジングとを備えるガス排気用ポンプの回転機構の製造方法において、

外壁面にＰＦＡの塗装膜が設けてある回転軸および内壁表面にＰＦＡの塗装膜が設けてあるシールハウジングの少なくとも一方を用意し、

用意された方の部材を、ＰＦＡの溶融温度より高い温度雰囲気に晒して前記塗装膜の少なくとも自由表面領域を溶融し、

その後、ＰＦＡの溶融温度より低い温度に晒して少なくとも自由表面領域となる部分を固化し、

次いで、ＰＦＡの溶融温度またはＰＦＡの溶融温度を越した辺りの温度の雰囲気に晒して少なくとも自由表面領域となる部分を再溶融し、

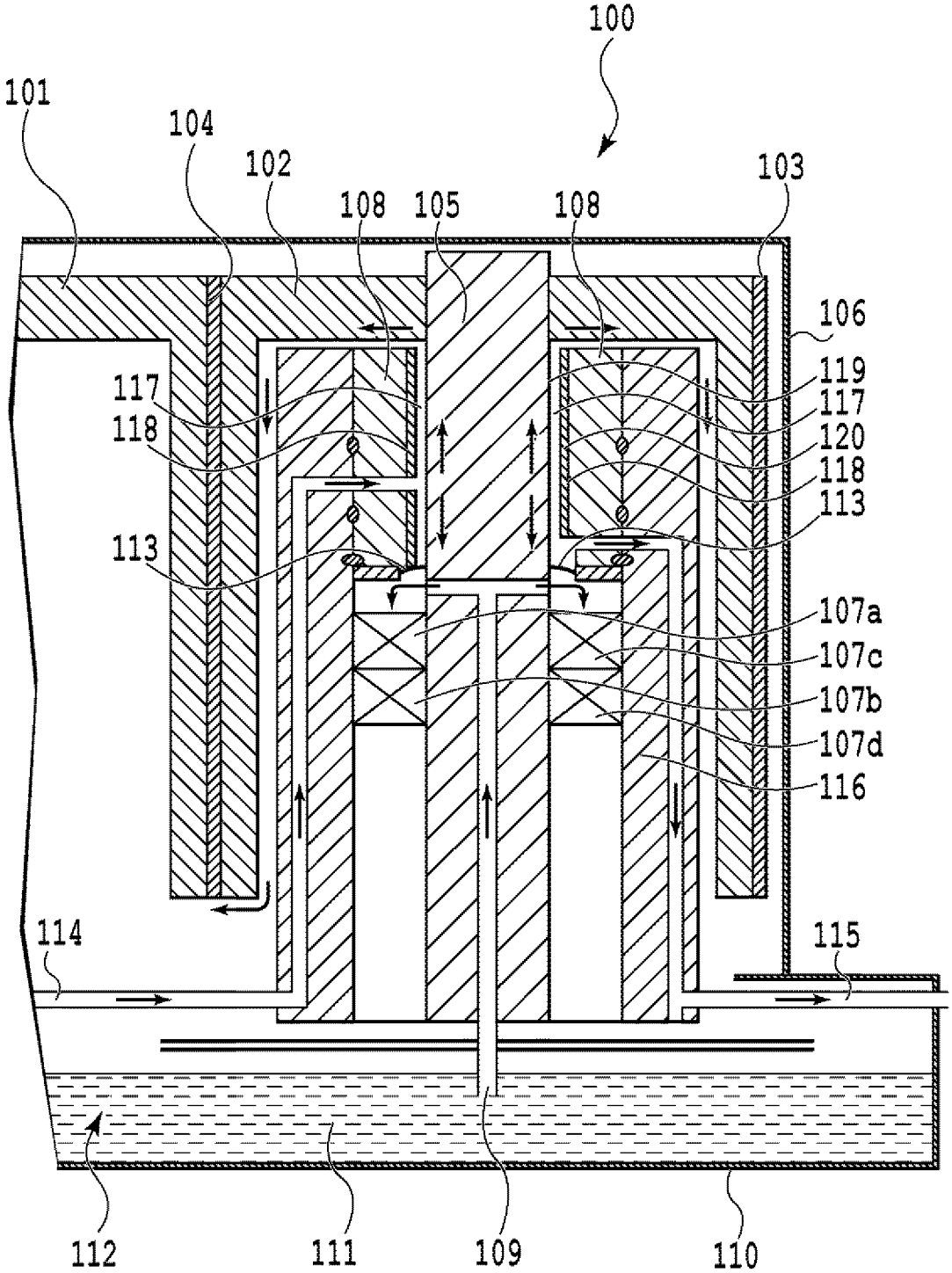
その後、ＰＦＡの溶融温度より十分低い温度に下げることで、ＰＦＡからなる固体膜の自由表面の平滑性を高める工程を含むことを特徴とする製造方法。

[請求項４] (削除)

[請求項５] ガス排気用ポンプの製造方法において、請求項３記載の回転機構の製造方法に含まれる工程を含むことを特徴とする製造方法。

[請求項６] (削除)

[図1]


100
101
104
102
103
108
105
108
106
119
117
120
118
113
107a
107c
107b
107d
116
114
115
112
111
109
110

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2012/004179

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
F04C27/00(2006.01)i, *F04C18/16*(2006.01)i, *F04C25/02*(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)
F04C27/00, F04C18/16, F04C25/02

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	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

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.
Y A	JP 2001-323817 A (Ishikawajima-Harima Heavy Industries Co., Ltd.), 22 November 2001 (22.11.2001), entire text; all drawings (Family: none)	1,4,6 2,3,5
Y A	JP 6-93988 A (Hitachi, Ltd.), 05 April 1994 (05.04.1994), entire text; all drawings & US 5401149 A & US 5613843 A & EP 587157 A2	1,4,6 2,3,5
Y A	JP 62-165067 A (The Japan Steel Works, Ltd.), 21 July 1987 (21.07.1987), entire text; all drawings (Family: none)	1,4,6 2,3,5

☒ 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	Date of mailing of the international search report
24 September, 2012 (24.09.12)	02 October, 2012 (02.10.12)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2012/004179

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 61-197794 A (Hitachi, Ltd.), 02 September 1986 (02.09.1986), entire text; all drawings (Family: none)	1-6

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１２／００４１７９

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　F04C27/00(2006.01)i, F04C18/16(2006.01)i, F04C25/02(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.　F04C27/00, F04C18/16, F04C25/02

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	１９７１－２０１２年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１２年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１２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
Y A	JP 2001-323817 A (石川島播磨重工業株式会社) 2001.11.22, 全文, 全図 (ファミリーなし)	１、４、６ ２、３、５
Y A	JP 6-93988 A (株式会社日立製作所) 1994.04.05, 全文, 全図 & US 5401149 A & US 5613843 A & EP 587157 A2	１、４、６ ２、３、５
Y A	JP 62-165067 A (株式会社日本製鋼所) 1987.07.21, 全文, 全図 (ファミリーなし)	１、４、６ ２、３、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。

＊　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 ２４．０９．２０１２	国際調査報告の発送日 ０２．１０．２０１２
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）　３Ｏ　３５０９ 佐伯　憲一 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３３５８

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
Ａ	JP 61-197794 A (株式会社日立製作所) 1986.09.02, 全文, 全図（ファミリーなし）	１－６