



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년01월03일  
(11) 등록번호 10-2620420  
(24) 등록일자 2023년12월28일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
F16L 47/02 (2006.01) B29C 65/02 (2006.01)  
C08F 214/26 (2006.01) C08L 27/18 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
F16L 47/02 (2019.01)  
B29C 65/02 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2022-7013235
- (22) 출원일자(국제) 2020년08월04일  
심사청구일자 2022년04월20일
- (85) 번역문제출일자 2022년04월20일
- (65) 공개번호 10-2022-0066935
- (43) 공개일자 2022년05월24일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2020/029885
- (87) 국제공개번호 WO 2021/059753  
국제공개일자 2021년04월01일
- (30) 우선권주장  
JP-P-2019-172557 2019년09월24일 일본(JP)
- (56) 선행기술조사문헌  
JP2004189939 A\*  
JP2008001022 A\*  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자  
다이킨 고교 가부시키키가이샤  
일본국 오사카후 오사카시 기타쿠 우메다 1쵸메  
13방 1고 오사카 우메다 트윈타워즈 사우스
- (72) 발명자  
이마무라 히토시  
일본 5308323 오사카후 오사카시 기타쿠 나카자키  
니시 2쵸메 4반 12고 우메다 센터 빌딩 다이킨 고  
교 가부시키키가이샤 내  
무카이 에리  
일본 5308323 오사카후 오사카시 기타쿠 나카자키  
니시 2쵸메 4반 12고 우메다 센터 빌딩 다이킨 고  
교 가부시키키가이샤 내  
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인  
장수길, 최인호, 성재동

전체 청구항 수 : 총 8 항

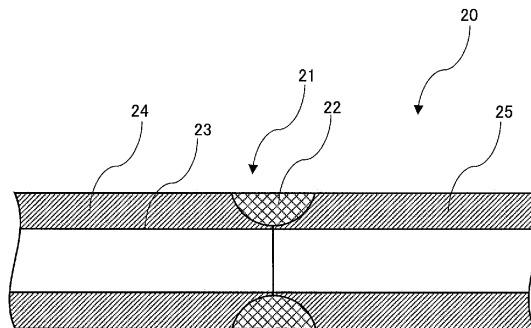
심사관 : 김윤

(54) 발명의 명칭 용착체

(57) 요약

제1 성형체와 제2 성형체를 용착함으로써 형성되는 접합 구조를 구비하는 용착체이며, 제1 및 제2 성형체가, 테트라플루오로에틸렌/플루오로(알킬비닐에테르) 공중합체 및 테트라플루오로에틸렌/헥사플루오로프로필렌 공중합체로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종의 공중합체를 함유하고 있고, 상기 접합 구조가, 14 내지 35(MPa)<sup>1/2</sup>의 용해도 파라미터를 갖는 액체와 접하는 접액면을 포함하고, 상기 접합 구조 중에 형성되는 용착부가, 상기 접액면에 노출되어 있지 않고, 상기 접합 구조의 상기 접액면으로부터의 30nm 이상의 용출 파티클의 수가, 1000개/ml 이하인 용착체를 제공한다.

대표도 - 도2



- (52) CPC특허분류  
*C08F 214/262* (2013.01)  
*C08L 27/18* (2013.01)

- (72) 발명자

**하마다 히로유키**

일본 5308323 오사카후 오사카시 기타쿠 나카자키  
니시 2초메 4반 12고 우메다 센터 빌딩 다이킨 고  
교 가부시킴가이샤 내

**구와지마 유우키**

일본 5308323 오사카후 오사카시 기타쿠 나카자키  
니시 2초메 4반 12고 우메다 센터 빌딩 다이킨 고  
교 가부시킴가이샤 내

**후지사와 마나부**

일본 5308323 오사카후 오사카시 기타쿠 나카자키  
니시 2초메 4반 12고 우메다 센터 빌딩 다이킨 고  
교 가부시킴가이샤 내

**명세서**

**청구범위**

**청구항 1**

제1 성형체와 제2 성형체를 용착함으로써 형성되는 접합 구조를 구비하는 용착체이며,

제1 및 제2 성형체가, 테트라플루오로에틸렌/플루오로(알킬비닐에테르) 공중합체 및 테트라플루오로에틸렌/헥사플루오로프로필렌 공중합체로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종의 공중합체를 함유하고 있고,

상기 접합 구조가, 14 내지 35(MPa)<sup>1/2</sup>의 용해도 파라미터를 갖는 액체와 접하는 접액면을 포함하고, 상기 접합 구조 중에 형성되는 용착부가, 상기 접액면에 노출되어 있지 않고, 상기 접합 구조의 상기 접액면으로부터의 30 nm 이상의 용출 파티클의 수가, 1000개/ml 이하인 용착체.

**청구항 2**

제1항에 있어서,

상기 공중합체의 멜트 플로 레이트가, 1 내지 60g/10분인 용착체.

**청구항 3**

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 공중합체가, 테트라플루오로에틸렌/플루오로(알킬비닐에테르) 공중합체인 용착체.

**청구항 4**

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 테트라플루오로에틸렌/플루오로(알킬비닐에테르) 공중합체에 있어서의 플루오로(알킬비닐에테르) 단위의 함유량이, 전체 단량체 단위에 대하여, 3.3 내지 12.0질량%인 용착체.

**청구항 5**

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 공중합체의 관능기 수가, 탄소 원자 10<sup>6</sup>개당 50개 이하인 용착체.

**청구항 6**

제1항 또는 제2항에 있어서,

제1 및 제2 성형체가 모두 튜브인 용착체.

**청구항 7**

제1항 또는 제2항에 있어서,

제1 성형체가 튜브이며, 제2 성형체가 조인트인 용착체.

**청구항 8**

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 용착체가 용착 튜브이며, 상기 접액면이 상기 용착 튜브의 내면을 형성하고 있는 용착체.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 개시는, 용착체에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 특허문헌 1에는, 용융 가공 가능한 플루오로 중합체이며, 중합했을 뿐인 상기 플루오로 중합체보다도 적어도 약 25ppm 적은 올리고머를 갖고, 알칼리 및 알칼리 토류 금속을 함유하지 않는 것을 특징으로 하는, 용융 가공 가능한 플루오로 중합체가 기재되어 있다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

[0003] (특허문헌 0001) 일본 특허 공표 제2007-535609호 공보

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0004] 본 개시에서는, 파티클이 발생하기 어려운 용착체를 제공하는 것을 목적으로 한다.

**과제의 해결 수단**

[0005] 본 개시에 의하면, 제1 성형체와 제2 성형체를 용착함으로써 형성되는 접합 구조를 구비하는 용착체이며, 제1 및 제2 성형체가, 테트라플루오로에틸렌/플루오로(알킬비닐에테르) 공중합체 및 테트라플루오로에틸렌/헥사플루오로프로필렌 공중합체로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종의 공중합체를 함유하고 있고, 상기 접합 구조가, 14 내지 35(MPa)<sup>1/2</sup>의 용해도 파라미터를 갖는 액체와 접하는 접액면을 포함하고, 상기 접합 구조 중에 형성되는 용착부가, 상기 접액면에 노출되어 있지 않고, 상기 접합 구조의 상기 접액면으로부터의 30nm 이상의 용출 파티클의 수가, 1000개/ml 이하인 용착체가 제공된다.

[0006] 본 개시의 용착체에 있어서, 상기 공중합체의 멜트 플로 레이트가, 1 내지 60g/10분인 것이 바람직하다.

[0007] 본 개시의 용착체에 있어서, 상기 공중합체가, 테트라플루오로에틸렌/플루오로(알킬비닐에테르) 공중합체인 것이 바람직하다.

[0008] 본 개시의 용착체에 있어서, 상기 테트라플루오로에틸렌/플루오로(알킬비닐에테르) 공중합체에 있어서의 플루오로(알킬비닐에테르) 단위의 함유량이, 전체 단량체 단위에 대하여, 3.3 내지 12.0질량%인 것이 바람직하다.

[0009] 본 개시의 용착체에 있어서, 상기 공중합체의 관능기 수가, 탄소 원자 10<sup>6</sup>개당 50개 이하인 것이 바람직하다.

[0010] 본 개시의 용착체에 있어서, 제1 및 제2 성형체가 모두 튜브인 것이 바람직하다.

[0011] 본 개시의 용착체에 있어서, 제1 성형체가 튜브이며, 제2 성형체가 조인트인 것이 바람직하다.

[0012] 본 개시의 용착체가 용착 튜브이며, 상기 접액면이 상기 용착 튜브의 내면을 형성하고 있는 것이 바람직하다.

**발명의 효과**

[0013] 본 개시에 의하면, 파티클이 발생하기 어려운 용착체를 제공할 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0014] 도 1은 종래의 접합 구조를 구비하는 용착 튜브의 개략 단면도이다.  
 도 2는 본 개시의 용착체의 일 실시 형태를 도시하는 개략 단면도이다.  
 도 3은 본 개시의 용착체의 일 실시 형태를 도시하는 개략 단면도이다.  
 도 4는 본 개시의 용착체의 일 실시 형태를 도시하는 개략 단면도이다.  
 도 5는 본 개시의 용착체의 일 실시 형태를 도시하는 개략 단면도이다.

도 6은 파티클수의 측정 방법을 설명하기 위한 도면이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0015] 이하, 본 개시의 구체적인 실시 형태에 대해서 상세하게 설명하지만, 본 개시는, 이하의 실시 형태에 한정되는 것은 아니다.
- [0016] 본 개시의 용착체는, 제1 성형체와 제2 성형체를 용착함으로써 형성되는 접합 구조를 구비하고 있고, 제1 성형체 및 제2 성형체는, 각각, 테트라플루오로에틸렌/플루오로(알킬비닐에테르) 공중합체(TFE/FAVE 공중합체) 및 테트라플루오로에틸렌/헥사플루오로프로필렌 공중합체(TFE/HFP 공중합체)로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종의 공중합체를 함유한다. 이와 같은 접합 구조를 구비하는 용착체로서는, 예를 들어 제1 성형체의 접합부 및 제2 성형체의 접합부를 가열하여 용융시키고, 용융한 접합부끼리를 맞대어, 제1 성형체 및 제2 성형체를 용착시킴으로써 형성되는 용착체가 알려져 있다.
- [0017] 도 1은, 종래의 접합 구조를 구비하는 용착 튜브의 개략 단면도이다. 도 1에 도시하는 용착 튜브(10)는 제1 튜브(14) 및 제2 튜브(15)의 접합부를 가열하여 용융시키고, 용융한 접합부끼리를 맞대어, 제1 튜브(14) 및 제2 튜브(15)를 용착시킴으로써 제작할 수 있다.
- [0018] 도 1에 도시하는 바와 같이, 이와 같이 제작된 용착 튜브(10)에서는, 제1 튜브(14) 및 제2 튜브(15)의 용착에 의해 접합 구조(11)가 형성되고, 제1 튜브(14) 및 제2 튜브(15)가 접합 구조(11)를 개재하여 일체가 되어, 1개의 용착 튜브(10)가 형성되어 있다. 접합 구조(11)에 있어서는, 제1 및 제2 튜브가 용융된 후, 냉각되어 응고함으로써, 용착부(12)가 형성되어 있다. 용착부(12)의 일부는 용착 튜브(10)의 내면(접액면)(13)에 노출되어 있다.
- [0019] 본 발명자들은, 이와 같이, 용착체의 접합 구조 중에 형성된 용착부의 적어도 일부가 노출되어 있는 접액면에, 특정한 용해도 파라미터를 갖는 액체가 접하면, 용착체에 접한 액체 중에, 다수의 파티클이 용출되어 버리는 것을 발견하였다.
- [0020] 이와 같은 본 발명자들의 지견은, 본 발명자들의 다른 지견에 기초하는 것이기도 하다. 본 발명자들의 지견에 의하면, 파티클을 검출할 수 없게 될 때까지 초순수로 성형체를 세정해도, 세정 후의 성형체에 또한 이소프로필알코올을 접촉시키면, 이소프로필알코올 중에 파티클이 검출된다. 즉, 초순수를 사용하여 성형체를 세정하고, 초순수(세정수)를 회수하고, 초순수 중에 분산한 파티클을 측정하는 종래의 평가 방법에서는, 파티클수를 정확하게 평가할 수 있지 않고, 이소프로필알코올을 사용한 신규의 평가 방법에 의해, 비로소, 파티클수를 정확하게 평가할 수 있다. 이 지견에 기초하여, 본 발명자들은, 용착부로부터의 파티클의 용출을 적절하게 평가하고, 상술한 지견을 발견할 수 있었다.
- [0021] 반도체의 미세화 프로세스의 진전에 의해, 반도체 장치나 약액 공급 설비에 있어서 사용되고 있는 성형체로부터의 오염 물질의 저감화가 중요해지고 있다. 예를 들어, 일본 특허 공개 제2014-222756호 공보에서는, 약액을 공급하기 위한 배관으로부터 파티클이 발생하고, 이것이 약액 내에 들어가는 문제가 지적되어 있다. 용착체로부터의 파티클의 발생, 특히 용착부를 포함하는 접합 구조로부터의 파티클의 발생에 대해서는 알려져 있지 않지만, 새롭게 발견된 지견에 의하면, 용착부를 포함하는 접합 구조로부터의 파티클의 발생을 억제하는 기술의 개발이 급선무이다.
- [0022] 파티클이 용출되는 기구는, 반드시 명확하지 않지만, 추측되는 기구를, 도 1을 사용하여 설명한다. 상술한 바와 같이, 도 1에 도시하는 용착 튜브(10)는 제1 및 제2 튜브의 각 접합부를 열판(히터)으로 용융시켜서, 양자를 용착함으로써 제작할 수 있다. 제1 및 제2 튜브를 용융시켰을 때, 용융 상태의 TFE/FAVE 공중합체 또는 TFE/HFP 공중합체로부터는, 저분자량체가 휘발한다. 한편, 상기의 용착 방법에서는, 제1 및 제2 튜브를 용융시켰을 때에도, 제1 및 제2 튜브의 접합부 이외의 부위는 가열되어 있지 않고, 저온인 상태이다. 그렇게 하면, 휘발한 저분자량체(폴리머 흡)가 저온의 부위에 도달하여 냉각되고, 용착 튜브(10)의 내면에 부착된다. 나아가, 용착 튜브(10)의 용착부(12) 중에도, TFE/FAVE 공중합체 또는 TFE/HFP 공중합체가 용융되었을 때에 생성한 저분자량체가 잔류한다.
- [0023] TFE/FAVE 공중합체 또는 TFE/HFP 공중합체로부터 발생하는 저분자량체는, 이들의 공중합체와 닮은 화학 구조를 갖고 있고, 용착 튜브 내면과 강한 소수성 상호 작용에 의해 부착되므로, 물에 의한 세정은 매우 곤란하다. 한편, TFE/FAVE 공중합체 또는 TFE/HFP 공중합체로부터 발생하는 저분자량체는, 14 내지 35(MPa)<sup>1/2</sup>의 용해도 파라

미터를 갖는 액체와 높은 상용성을 갖고 있으므로, 14 내지  $35(\text{MPa})^{1/2}$ 의 용해도 파라미터를 갖는 액체가 유통되면, 용착 튜브(10)의 내면에 부착된 저분자량체를 용이하게 씻어 버려, 저분자량체가 액체 중에 용출되게 된다. 또한, 용착 튜브(10)의 접합 구조(11) 중에 형성된 용착부(12)가 접액면(13)에 노출되어 있으면, 용착부(12)에 잔류하고 있는 저분자량체가 액체 중에 용출되게 된다.

[0024] 한편, 본 개시의 용착체에 있어서는, 접합 구조 중에 형성되는 용착부가, 상기 접액면에 노출되어 있지 않기 때문에, 접합 구조의 접액면이 14 내지  $35(\text{MPa})^{1/2}$ 의 용해도 파라미터를 갖는 액체와 접한 경우라도, 액체 중으로의 파티클의 용출을 고도로 억제할 수 있다.

[0025] 도 2 내지 도 5를 참조하여, 본 개시의 용착체가 구비하는 접합 구조에 대해서, 더욱 상세하게 설명한다. 여기서는, 용착체로서, 용착 튜브를 예로 하여 설명한다.

[0026] 도 2는, 본 개시의 용착체의 일 실시 형태를 도시하는 개략 단면도이다. 도 2에 도시하는 용착 튜브(20)는 제1 튜브(24)와 제2 튜브(25)가 접합 구조(21)를 개재하여 용착되어 있고, 접합 구조(21) 중에는, 제1 튜브(24) 및 제2 튜브(25)의 각 접합부(도시하지 않음)가 용융된 후에 응고함으로써, 용착부(22)가 형성되어 있다.

[0027] 제1 튜브(24)와 제2 튜브(25)를 용착시킬 때에는, 각 튜브를 맞댄 상태에서, 각 튜브의 내면 부근에 위치하는 공중합체가 용융되지 않도록, 각 튜브의 외주로부터, 각 튜브의 접합부를 가열한다. 이에 의해, 접합 구조(21)에 있어서, 용착 튜브(20)의 내면(접액면)(23)에 노출되지 않도록, 용착부(22)가 형성된다. 이와 같이 하여 형성된 용착부(22)는 용착 튜브(20)의 내면(접액면)(23)에 노출되어 있지 않고, 이에 의해, 용착부(22)로부터의 저분자량체의 용출을 억제할 수 있다. 또한, 제1 및 제2 튜브를 용착시킬 때에는, 용융 상태의 TFE/FAVE 공중합체 또는 TFE/HFP 공중합체로부터 휘발하는 저분자량체가, 용착 튜브(20)의 외측에 방출되게 되기 때문에, 용착 튜브(20)의 내면(접액면)(23)에 저분자량체가 부착되는 것을 억제할 수 있다.

[0028] 도 3은, 본 개시의 용착체의 다른 일 실시 형태를 도시하는 개략 단면도이다. 도 3에 도시하는 용착 튜브(30)에서는, 접합 구조(31)에 있어서, 제1 튜브(24) 및 제2 튜브(25)의 각 접합부의 외주에, 수지관(33)이 마련되어 있다. 수지관(33)은, 바람직하게는 각 튜브를 구성하는 공중합체와 동종의 공중합체로 구성된다. 수지관(33)은 제1 튜브(24)와 제2 튜브(25)를 용착시킬 때, 각 튜브와 함께 용융한다. 이에 의해, 각 튜브를 견고하게 용착시킬 수 있음과 함께, 과도한 가열에 의해, 각 튜브의 내면 부근에 위치하는 공중합체가 용융되어 버려, 용착부(32)가 용착 튜브(30)의 내면(접액면)(23)에 노출되어 버리는 것을 용이하게 억제할 수 있다. 이와 같이 하여 형성되는 용착부(32)는 제1 튜브(24), 제2 튜브(25) 및 수지관(33)의 각 접합부에 걸쳐서 형성되어 있지만, 용착 튜브(30)의 내면(접액면)(23)에는 노출되어 있지 않다.

[0029] 도 4는, 본 개시의 용착체의 다른 일 실시 형태를 도시하는 개략 단면도이다. 도 4에 도시하는 용착 튜브(40)에서는, 접합 구조(41)에 있어서, 제1 튜브(24) 및 제2 튜브(25)의 각 접합부의 외주에 수지관(33)이 마련되어 있고, 또한, 수지관(33)의 외주에 내열관(42)이 마련되어 있다. 내열관(42)은 TFE/FAVE 공중합체 및 TFE/HFP 공중합체보다도 용점이 높은 수지, 예를 들어, 폴리테트라플루오로에틸렌에 의해 형성되어 있다. 내열관(42)을 마련함으로써, 제1 튜브(24)와 제2 튜브(25)를 용착시킬 때, 내열관(42)의 외주로부터 가열하여, 내열관(42)을 용융시키지 않는 상태에서, 제1 튜브(24), 제2 튜브(25) 및 수지관(33)의 각 접합부를 용융시킬 수 있다. 결과로서, 튜브 형상의 변화를 억제하고, 나아가, 각 튜브의 내면 부근에 위치하는 공중합체가 용융되는 것을 억제하면서, 단시간에 각 튜브 및 수지관을 용착시킬 수 있어, 높은 생산성으로 용착 튜브(40)를 얻을 수 있다.

[0030] 이상의 각 실시 형태에 따른 용착 튜브는, 제1 튜브와 제2 튜브가 직접 용착됨으로써 형성된 접합 구조를 구비하지만, 본 개시의 용착체는, 이들 실시 형태에 한정되는 것은 아니다. 본 개시의 용착체는, 예를 들어, 3 이상의 성형체를 용착함으로써 형성되는 용착체이어도 되고, 성형체로서 튜브 이외의 형상을 갖는 성형체가 용착됨으로써 형성되는 용착체이어도 된다.

[0031] 도 5는, 본 개시의 용착체의 다른 일 실시 형태를 도시하는 개략 단면도이다. 도 5에 도시하는 용착 튜브(50)는 제1 튜브(24)와 제2 튜브(25)가 조인트(52)를 개재하여 연결되고, 접합 구조(51)가 형성되어 있다. 접합 구조(51)에 있어서는, 제1 튜브(24)와 조인트(52)가 용착됨으로써 용착부(53)가 형성되어 있고, 그리고 제2 튜브(25)와 조인트(52)가 용착됨으로써 용착부(54)가 형성되어 있다. 조인트(52)는, 바람직하게는 각 튜브를 구성하는 공중합체와 동종의 공중합체로 구성된다. 각각을 용착시킬 때에는, 내열관(42)의 외주로부터 가열하여, 제1 튜브(24), 제2 튜브(25) 및 조인트(52)의 각 접합부를 용융시킨다. 접합 구조 중의 용착부가 용착 튜브의 접액면(23)에 노출되지 않도록 접합 구조를 구성함으로써, 접합 구조 중에 용착부가 복수 형성되는 경우라도,

또한, 복수의 접합 구조가 형성되는 경우라도, 본 개시의 용착체로부터는 파티클이 용출되기 어렵다.

- [0032] 도 5에 도시하는 용착 튜브와 같이, 조인트를 개재하여, 복수의 튜브를 연결함으로써, 다양한 형상을 갖는 접합 구조(51)를 구비하는 용착 튜브를 제작하는 것이 가능해진다. 예를 들어, 양단부에서 구경이 다른 조인트를 사용함으로써, 구경이 다른 2개의 튜브가 연결된 용착 튜브를 제작할 수 있다. 또한, 3분기의 조인트를 사용함으로써, 3분기의 접합 구조를 구비하는 용착 튜브를 제작할 수 있다. 또한, 엘보 형상의 조인트를 사용함으로써, L자형의 용착 튜브를 제작할 수 있다.
- [0033] 이상과 같이, 접합 구조 중의 용착부가 용착 튜브의 접액면에 노출되지 않도록 접합 구조를 구성함으로써, 접합 구조의 접액면이 14 내지  $35(\text{MPa})^{1/2}$ 의 용해도 파라미터를 갖는 액체와 접한 경우라도, 액체 중으로의 파티클의 용출을 고도로 억제할 수 있다.
- [0034] 본 개시의 용착체가 구비하는 접합 구조는, 접합 구조의 접액면으로부터의 30nm 이상의 용출 파티클의 수가, 1000개/ml 이하이다. 용출 파티클수로서는, 바람직하게는 700개/ml 이하이고, 보다 바람직하게는 600개/ml 이하이고, 더욱 바람직하게는 500개/ml 이하이고, 하한은 특별히 한정되지 않지만, 바람직하게는 50개/ml 이상이다. 본 개시에 있어서의 용출 파티클수는, 이소프로필알코올 중에 분산하는 파티클수이며, 그 측정 방법에 대해서는, 후술한다.
- [0035] TFE/FAVE 공중합체 및 TFE/HFP 공중합체는, 통상 12 내지  $13(\text{MPa})^{1/2}$ 의 용해도 파라미터를 갖는다. 따라서, TFE/FAVE 공중합체 및 TFE/HFP 공중합체는, 14 내지  $35(\text{MPa})^{1/2}$ 의 용해도 파라미터를 갖는 액체에 충분히 젖는 정도에 근사한 용해도 파라미터를 갖고 있고, TFE/FAVE 공중합체 또는 TFE/HFP 공중합체로부터 발생하는 저분자량체는, 14 내지  $35(\text{MPa})^{1/2}$ 의 용해도 파라미터를 갖는 액체에 용이하게 용출된다. 한편, 물의 용해도 파라미터는,  $47.9(\text{MPa})^{1/2}$  정도이고, TFE/FAVE 공중합체 및 TFE/HFP 공중합체의 용해도 파라미터와는 크게 상이하기 때문에, TFE/FAVE 공중합체 또는 TFE/HFP 공중합체로부터 발생하는 저분자량체는 발수성을 나타내고, 물에 젖기 어렵다.
- [0036] 14 내지  $35(\text{MPa})^{1/2}$ 의 용해도 파라미터를 갖는 액체에는, 예를 들어, 일본 특허 공개 소63-69563호 공보에 기재된 도포제에 사용하는 용매, 일본 특허 공개 제2005-338825호 공보에 기재된 포토레지스트 제거용 시너 조성물에 사용하는 용제 등의, 반도체 제조 프로세스에서 사용하는 유기계의 약액이 포함된다.
- [0037] 14 내지  $35(\text{MPa})^{1/2}$ 의 용해도 파라미터를 갖는 액체로서는, 예를 들어, 이소프로필알코올(23.5)(괄호 내의 수치는, 용해도 파라미터( $(\text{MPa})^{1/2}$ )이다. 이하 동일함), 1,3-디메톡시-2-프로판올(21.5), 1-메톡시-3-에톡시-2-프로판올(22.3) 등의 알코올류; 크실렌(18.0) 등의 방향족류; 메틸셀룰로솔브(24.6), n-부틸아세테이트(20.5), 셀로솔브아세테이트(19.2), 에틸렌글리콜모노에틸에테르아세테이트(18.8), 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트(20.9), 프로필렌글리콜모노메틸에테르(16.2), 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트(17.8), 1,3-디메톡시-2-부틸아세테이트(20.5) 등의 에테르 및 에테르아세테이트류; 아세톤(20.3), 메틸에틸케톤(19.2), 메틸이소부틸케톤(19.0), 메틸프로필케톤(17.8) 등의 케톤류; 락트산메틸, 락트산에틸(21.8), 아세트산메틸(19.6), 아세트산에틸(18.4), 아세트산부틸(17.4), 아세트산아밀(17.0), 메톡시프로피온산메틸(21.4), 3-에톡시프로피온산메틸(21.4), 3-에톡시프로피온산에틸(21.0), 4-에톡시부티르산에틸(20.9) 등의 에스테르류; 글리세롤(33.8) 등의 글리세린류; n-펜탄(13.3), 시클로헥산(16.8) 등의 알칸류; 이들의 혼합물; 등을 들 수 있다.
- [0038] 14 내지  $35(\text{MPa})^{1/2}$ 의 용해도 파라미터를 갖는 액체로서는, 그 중에서도, 알코올류가 바람직하고, 이소프로필알코올이 보다 바람직하다.
- [0039] 본 개시의 용착체는, 테트라플루오로에틸렌(TFE)/플루오로(알킬비닐에테르)(FAVE) 공중합체(TFE/FAVE 공중합체) 및 테트라플루오로에틸렌(TFE)/헥사플루오로프로필렌(HFP) 공중합체(TFE/HFP 공중합체)로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종의 공중합체를 함유하는 제1 및 제2 성형체로부터 형성된다. 따라서, 본 개시의 용착체는, TFE/FAVE 공중합체 및 TFE/HFP 공중합체로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종의 공중합체를 함유한다.
- [0040] 본 개시의 용착체에 포함되는 공중합체는, 용융 가공성의 불소 수지이다. 용융 가공성이란, 압출기 및 사출 성형기 등의 종래의 가공 기기를 사용하여, 폴리머를 용융하여 가공하는 것이 가능한 것을 의미한다.
- [0041] 공중합체의 멜트 플로 레이트는, 공중합체의 성형성 및 용착체의 기계 물성의 관점과, 멜트 플로 레이트를 적절한 범위로 함으로써, 가열에 의해 휘발하는 저분자량체나, 열분해에 의해 발생하는 파티클 기인이 되는 저분자

량을 억제할 수 있는 관점에서, 바람직하게는 1 내지 60g/10분이며, 보다 바람직하게는 50g/10분 이하이고, 더욱 바람직하게는 40g/10분 이하이고, 특히 바람직하게는 30g/10분 이하, 예를 들어 13g/10분 이하이다.

- [0042] 본 개시에 있어서, 벨트 플로 레이트는 ASTM D1238에 따라서, 벨트인덱서(야스다 세키 세이사꾸쇼사제)를 사용하여, 372℃, 5kg 하중 하에 내경 2.1mm, 길이 8mm의 노즐로부터 10분간당 유출되는 폴리머의 질량(g/10분)으로서 얻어지는 값이다.
- [0043] 공중합체의 용점은, 용착체의 내열성 및 기계 물성의 관점에서, 바람직하게는 200 내지 322℃이고, 보다 바람직하게는 210℃ 이상이고, 더욱 바람직하게는 220℃ 이상이고, 보다 바람직하게는 315℃ 이하이고, 더욱 바람직하게는 310℃ 이하이다. 용점은, 시차 주사 열량계 [DSC] 를 사용하여 측정할 수 있다.
- [0044] 공중합체로서는, TFE/FAVE 공중합체가 보다 바람직하다. TFE/FAVE 공중합체는, TFE 단위 및 FAVE 단위를 함유한다.
- [0045] TFE/FAVE 공중합체의 FAVE 단위의 함유량은, 용착체의 기계 물성의 관점에서, 전체 단량체 단위에 대하여, 바람직하게는, 3.3 내지 12.0질량%이며, 보다 바람직하게는 4.0질량% 이상이며, 더욱 바람직하게는 5.0질량% 이상이며, 보다 바람직하게는 7.0질량% 이하이고, 더욱 바람직하게는 6.5질량% 이하이고, 더욱 보다 바람직하게는 6.0질량% 이하이다.
- [0046] TFE/FAVE 공중합체의 TFE 단위의 함유량은, 용착체의 기계 물성의 관점에서, 전체 단량체 단위에 대하여, 바람직하게는 96.7 내지 88.0질량%이며, 보다 바람직하게는 96.0질량% 이하이고, 더욱 바람직하게는 95.0질량% 이하이고, 보다 바람직하게는 93.0질량% 이하이고, 더욱 바람직하게는 93.5질량% 이상이며, 더욱 보다 바람직하게는 94.0질량% 이상이다.
- [0047] 본 개시에 있어서, 공중합체 중의 각 단량체 단위의 함유량은, <sup>19</sup>F-NMR법에 의해 측정할 수 있다.
- [0048] FAVE 단위를 구성하는 FAVE로서는, 일반식 (1):
- [0049]  $CF_2=CFO(CF_2CFY^1O)_p-(CF_2CF_2CF_2O)_q-Rf$  (1)
- [0050] (식 중, Y<sup>1</sup>은 F 또는 CF<sub>3</sub>을 나타내고, Rf는 탄소수 1 내지 5의 퍼플루오로알킬기를 나타낸다. p는 0 내지 5의 정수를 나타내고, q는 0 내지 5의 정수를 나타냄)로 표시되는 단량체 및 일반식 (2):
- [0051]  $CFX=CXOCF_2OR^1$  (2)
- [0052] (식 중, X는, 동일 또는 다르며, H, F 또는 CF<sub>3</sub>을 나타내고, R<sup>1</sup>은, 직쇄 또는 분기한, H, Cl, Br 및 I로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종의 원자를 1 내지 2개 포함하고 있어도 되는 탄소수가 1 내지 6의 플루오로알킬기, 혹은, H, Cl, Br 및 I로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종의 원자를 1 내지 2개 포함하고 있어도 되는 탄소수가 5 또는 6의 환상 플루오로알킬기를 나타냄)로 표시되는 단량체로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 들 수 있다.
- [0053] 그 중에서도, FAVE로서는 용착체의 기계 물성의 관점에서, 일반식 (1)로 표시되는 단량체가 바람직하고, 퍼플루오로(메틸비닐에테르), 퍼플루오로(에틸비닐에테르)(PEVE) 및 퍼플루오로(프로필비닐에테르)(PPVE)로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종이 보다 바람직하고, PEVE 및 PPVE로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종이 더욱 바람직하고, PPVE가 특히 바람직하다.
- [0054] TFE/FAVE 공중합체는, 용착체의 기계 물성의 관점에서, TFE 및 FAVE와 공중합 가능한 단량체에서 유래되는 단량체 단위를 함유해도 된다. TFE 및 FAVE와 공중합 가능한 단량체의 함유량은, 공중합체의 전체 단량체 단위에 대하여, 바람직하게는 0 내지 40질량%이며, 보다 바람직하게는 0.01 내지 10질량%이며, 더욱 바람직하게는 0.1 내지 3.5질량%이다.
- [0055] TFE 및 FAVE와 공중합 가능한 단량체로서는, HFP,  $CZ^1Z^2=CZ^3(CF_2)nZ^4$ (식 중, Z<sup>1</sup>, Z<sup>2</sup> 및 Z<sup>3</sup>은, 동일 또는 다르며, H 또는 F를 나타내고, Z<sup>4</sup>는, H, F 또는 Cl을 나타내고, n은 2 내지 10의 정수를 나타냄)로 표시되는 비닐 단량체 및  $CF_2=CF-OCH_2-Rf^1$ (식 중, Rf<sup>1</sup>은 탄소수 1 내지 5의 퍼플루오로알킬기를 나타냄)로 표시되는 알킬퍼플루오로

비닐에테르 유도체 등을 들 수 있다. 그 중에서도, HFP가 바람직하다.

- [0056] TFE/FAVE 공중합체의 용점은, 용착체의 내열성 및 기계 물성의 관점에서, 바람직하게는 280 내지 322℃이고, 보다 바람직하게는 285℃ 이상이고, 더욱 바람직하게는 295℃ 이상이고, 특히 바람직하게는 300℃ 이상이고, 보다 바람직하게는 315℃ 이하이고, 더욱 바람직하게는 310℃ 이하이다.
- [0057] TFE/FAVE 공중합체의 유리 전이 온도(Tg)는, 바람직하게는 70 내지 110℃이고, 보다 바람직하게는 80℃ 이상이고, 보다 바람직하게는 100℃ 이하이다. 유리 전이 온도는, 동적 점탄성 측정에 의해 측정할 수 있다.
- [0058] 공중합체로서는, TFE/HFP 공중합체도 들 수 있다. TFE/HFP 공중합체는, TFE 단위 및 HFP 단위를 함유한다.
- [0059] TFE/HFP 공중합체의 HFP 단위의 함유량은, 용착체의 기계 물성의 관점에서, 전체 단량체 단위에 대하여, 바람직하게는 0.2질량% 이상이며, 보다 바람직하게는 1.0질량% 이상이며, 더욱 바람직하게는 2.0질량% 이상이며, 바람직하게는 30질량% 이하이고, 보다 바람직하게는 15질량% 이하이다.
- [0060] TFE/HFP 공중합체의 TFE 단위의 함유량은, 용착체의 기계 물성의 관점에서, 전체 단량체 단위에 대하여, 바람직하게는 70질량% 이상이며, 보다 바람직하게는 85질량% 이상이며, 바람직하게는 99.8질량% 이하이고, 보다 바람직하게는 99.0질량% 이하이고, 더욱 바람직하게는 98.0질량% 이하이다.
- [0061] TFE/HFP 공중합체의 용점은, 용착체의 내열성 및 기계 물성의 관점에서, 바람직하게는 200 내지 322℃이고, 보다 바람직하게는 210℃ 이상이고, 더욱 바람직하게는 220℃ 이상이고, 보다 바람직하게는 300℃ 미만이고, 더욱 바람직하게는 280℃ 이하이다.
- [0062] TFE/HFP 공중합체의 유리 전이 온도(Tg)는, 바람직하게는 60 내지 110℃이고, 보다 바람직하게는 65℃ 이상이고, 보다 바람직하게는 100℃ 이하이다.
- [0063] 공중합체로서는, 용착체의 내열성 및 기계 물성의 관점에서, TFE 단위 및 FAVE 단위만으로 이루어지는 공중합체 및 TFE/FAVE/HFP 공중합체로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종이 바람직하고, TFE 단위 및 FAVE 단위만으로 이루어지는 공중합체가 보다 바람직하다.
- [0064] 본 개시의 용착체에 포함되는 공중합체로서는, 용출 파티클수가 한층 저감화된 용착체를 제조할 수 있기 때문에, 적은 관능기 수를 갖는 공중합체가 바람직하다. 공중합체의 관능기 수로서는, 탄소 원자 10<sup>6</sup>개당, 바람직하게는 50개 이하이고, 보다 바람직하게는 30개 이하이고, 더욱 바람직하게는 15개 이하이다. 공중합체의 관능기 수의 하한은 0개 있어도 된다.
- [0065] 상기 관능기는, 공중합체의 주쇄 말단 또는 측쇄 말단에 존재하는 관능기 및 주쇄 중 또는 측쇄 중에 존재하는 관능기이다. 상기 관능기로서는, -CF=CF<sub>2</sub>, -CF<sub>2</sub>H, -COF, -COOH, -COOCH<sub>3</sub>, -CONH<sub>2</sub> 및 -CH<sub>2</sub>OH로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종이 바람직하다.
- [0066] 상기 관능기의 종류의 동정 및 관능기 수의 측정에는, 적외 분광 분석법을 사용할 수 있다.
- [0067] 관능기 수에 대해서는, 구체적으로는, 이하의 방법에 의해 측정한다. 먼저, 공중합체를 330 내지 340℃에서 30분간 용융하고, 압축 성형하여, 두께 0.20 내지 0.25mm의 필름을 제작한다. 이 필름을 푸리에 변환 적외 분광 분석에 의해 분석하여, 공중합체의 적외 흡수 스펙트럼을 얻고, 완전히 불소화되어 관능기가 존재하지 않는 베이스 스펙트럼과의 차 스펙트럼을 얻는다. 이 차 스펙트럼에 나타나는 특정한 관능기의 흡수 피크로부터, 하기 식 (A)에 따라서, 공중합체에 있어서의 탄소 원자 1×10<sup>6</sup>개당의 관능기 수 N을 산출한다.
- [0068] 
$$N=I \times K/t \quad (A)$$
- [0069] I: 흡광도
- [0070] K: 보정 계수
- [0071] t: 필름의 두께(mm)
- [0072] 참고로, 본 개시에 있어서의 관능기에 대해서, 흡수 주파수, 몰 흡광 계수 및 보정 계수를 표 1에 나타낸다. 또한, 몰 흡광 계수는 저분자 모델 화합물의 FT-IR 측정 데이터로부터 결정된 것이다.

표 1

관능기	흡수 주파수 (cm <sup>-1</sup> )	몰 흡광 계수 (l/cm/mol)	보정 계수	모델 화합물
-COF	1883	600	388	C <sub>7</sub> F <sub>15</sub> COF
-COOH free	1815	530	439	H(CF <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> COOH
-COOH bonded	1779	530	439	H(CF <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> COOH
-COOCH <sub>3</sub>	1795	680	342	C <sub>7</sub> F <sub>15</sub> COOCH <sub>3</sub>
-CONH <sub>2</sub>	3436	506	460	C <sub>7</sub> H <sub>15</sub> CONH <sub>2</sub>
-CH <sub>2</sub> OH, -OH	3648	104	2236	C <sub>7</sub> H <sub>15</sub> CH <sub>2</sub> OH
-CF <sub>2</sub> H	3020	8.8	26485	H(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH
-CF=CF <sub>2</sub>	1795	635	366	CF <sub>2</sub> =CF <sub>2</sub>

[0073]

[0074]

[0075]

[0076]

[0077]

[0078]

[0079]

[0080]

[0081]

[0082]

[0083]

-CH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>H, -CH<sub>2</sub>COF, -CH<sub>2</sub>COOH, -CH<sub>2</sub>COOCH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>CONH<sub>2</sub>의 흡수 주파수는, 각각 표 중에 나타내는, -CF<sub>2</sub>H, -COF, -COOH free와 -COOH bonded, -COOCH<sub>3</sub>, -CONH<sub>2</sub>의 흡수 주파수로부터 수십 카이저(cm<sup>-1</sup>) 낮아진다.

예를 들어, -COF의 관능기 수란, -CF<sub>2</sub>COF에 기인하는 흡수 주파수 1883cm<sup>-1</sup>의 흡수 피크로부터 구한 관능기 수와, -CH<sub>2</sub>COF에 기인하는 흡수 주파수 1840cm<sup>-1</sup>의 흡수 피크로부터 구한 관능기 수의 합계이다.

상기 관능기 수는, -CF=CF<sub>2</sub>, -CF<sub>2</sub>H, -COF, -COOH, -COOCH<sub>3</sub>, -CONH<sub>2</sub> 및 -CH<sub>2</sub>OH의 합계수이어도 된다.

상기 관능기는, 예를 들어, 공중합체를 제조할 때에 사용한 연쇄 이동제나 중합 개시제에 의해, 공중합체에 도입된다. 예를 들어, 연쇄 이동제로서 알코올을 사용하거나, 중합 개시제로서 -CH<sub>2</sub>OH의 구조를 갖는 과산화물을 사용하거나 한 경우, 공중합체의 주쇄 말단에 -CH<sub>2</sub>OH가 도입된다. 또한, 관능기를 갖는 단량체를 중합함으로써, 상기 관능기가 공중합체의 측쇄 말단에 도입된다.

이와 같은 관능기를 갖는 공중합체를, 불소화 처리함으로써, 상기 범위 내의 관능기 수를 갖는 공중합체를 얻을 수 있다. 즉, 본 개시의 제조 방법에 있어서 사용하는 공중합체는, 불소화 처리된 것인 것이 바람직하고, 완전히 불소화된 것인 것이 보다 바람직하다. 또한, 공중합체는, -CF<sub>3</sub> 말단기를 갖는 것도 바람직하다.

상기 불소화 처리는, 불소화 처리되어 있지 않은 공중합체와 불소 함유 화합물을 접촉시킴으로써 행할 수 있다.

상기 불소 함유 화합물로서는 특별히 한정되지 않지만, 불소화 처리 조건 하에서 불소 라디칼을 발생하는 불소 라디칼원을 들 수 있다. 상기 불소 라디칼원으로서, F<sub>2</sub> 가스, CoF<sub>3</sub>, AgF<sub>2</sub>, UF<sub>6</sub>, OF<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>, CF<sub>3</sub>OF, 불화 할로젠(예를 들어 IF<sub>5</sub>, ClF<sub>3</sub>) 등을 들 수 있다.

상기 F<sub>2</sub> 가스 등의 불소 라디칼원은, 100% 농도의 것이어도 되지만, 안전성의 면으로부터 불활성 가스와 혼합하고 5 내지 50질량%로 희석하여 사용하는 것이 바람직하고, 15 내지 30질량%로 희석하여 사용하는 것이 보다 바람직하다. 상기 불활성 가스로서는, 질소 가스, 헬륨 가스, 아르곤 가스 등을 들 수 있지만, 경제적인 면으로부터 질소 가스가 바람직하다.

상기 불소화 처리의 조건은, 특별히 한정되지 않고, 용융시킨 상태의 공중합체와 불소 함유 화합물을 접촉시키도 되지만, 통상 공중합체의 용점 이하, 바람직하게는 20 내지 220℃, 보다 바람직하게는 100 내지 200℃의 온도 하에서 행할 수 있다. 상기 불소화 처리는, 일반적으로 1 내지 30시간, 바람직하게는 5 내지 25시간 행한다. 상기 불소화 처리는, 불소화 처리되어 있지 않은 공중합체를 불소 가스(F<sub>2</sub> 가스)와 접촉시키는 것이 바람직하다.

용착체로서는, 특별히 한정되지 않고, 펠릿, 필름, 시트, 판, 로드, 블록, 원통, 용기, 전선, 튜브, 보틀, 조인트, 백 및 웨이퍼 캐리어 등으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종인 제1 성형체와 제2 성형체를 용착하

여 형성되는 용착체를 들 수 있다. 제1 성형체 및 제2 성형체가 모두 튜브인 용착체 또는 제1 성형체가 튜브이며, 제2 성형체가 조인트인 용착체를 적합하게는 예시할 수 있다.

- [0084] 용착체로서는, 바람직하게는 용착 튜브, 조인트, 굽힘 가공 튜브, 튜브 용착 부재 등의 배관 부재이며, 보다 바람직하게는 용착 튜브이다. 해당 용착 튜브에 있어서는, 접착면이 용착 튜브의 내면을 형성할 수 있다.
- [0085] 용착 튜브 및 조인트의 형상으로서는, 특별히 한정되지 않고, U형, H형, L형, T형이어도 된다.
- [0086] 상기 용착 튜브의 외경은, 특별히 한정되지 않지만, 2 내지 100mm이어도 되고, 5 내지 50mm 또는 5 내지 20mm이어도 된다. 또한, 상기 용착 튜브의 두께는, 0.1 내지 10mm이어도 되고, 0.3 내지 5mm이어도 된다.
- [0087] 튜브 형상이 클수록, 용착에 요하는 가열 시간이 길어지기 때문에, 휘발 저분자량체에 기인하는 용출 파티클은 많아지는 경향이 있다. 이와 같은 경우에, 본원의 효과는, 보다 현저해진다.
- [0088] 또한, 용착체로서는, 이하도 예시할 수 있다:
- [0089] 다이어프램 펌프의 격막부, 벨로우즈 성형품, 전선 피복품, 반도체용 부품, 패키징·시일, 카피 롤용 박육 튜브, 모노 필라멘트, 벨트, 가스킷, 광학 렌즈 부품, 석유 발굴용 튜브, 지열 발전용 튜브, 석유 발굴용 전선, 새틀라이트용 전선, 원자력 발전용 전선, 항공기용 전선, 태양 전지 패널 필름, 이차 전지나 전기 이중층 콘덴서 등의 가스킷, OA 롤 등;
- [0090] 가스나 약액을 유통시키기 위한 튜브, 약품을 보관하기 위한 보틀, 가스 백, 약액 백, 약액 용기, 냉동 보존용 백 등;
- [0091] 개폐 밸브의 보디나 부품류, 조인트와 튜브를 접속할 때에 사용되는 슬리브류, 약액 보틀이나 용기의 스크루 캡류, 또한 기어류, 나사류, 프라이팬, 냄비, 밥솥, 금속 등 기반 상에 불소 수지를 피복한 제품류, 이형 필름 등;
- [0092] 본 개시의 용착체의 특히 적합한 용도는, 반도체 제조용의 약액 공급 설비의 배관, 튜브류, 조인트류, 밸브, 탱크, 용기, 약액 백, 펌프, 필터 등의 반도체 제조 장치용의 불소 수지 부재이다.
- [0093] 특히, 본 개시의 용착 튜브는, 파티클이 내면에 대부분 부착되어 있지 않고, 파티클을 발생시키기 어렵기 때문에, 약액을 유통시키기 위한 약액 배관용 튜브로서 적합하게 사용할 수 있다. 상기 약액으로서는, 14 내지 35 (MPa)<sup>1/2</sup>의 용해도 파라미터를 갖는 약액이면 특별히 한정되지 않지만, 반도체 제조에 사용하는 약액을 들 수 있고, 예를 들어, 암모니아수, 오존수, 과산화수소수, 불화수소수, 염산, 황산, 레지스트액, 시너액, 현상액 등의 약액을 들 수 있다.
- [0094] 본 개시의 용착체는, 예를 들어, 반도체의 전공정을 실시하기 위한 장치에 설치하는 부재로서 사용할 수 있다. 반도체의 전공정으로서, 다음과 같은 공정을 들 수 있다.
- [0095] a. 기반이 되는 실리콘 웨이퍼를 세정하는 「세정 공정」
- [0096] b. 실리콘 웨이퍼 상에 회로 소재가 되는 박막을 형성하는 「성막 공정」
- [0097] c. 포토레지스트(감광액)를 균일하게 도포하는 「레지스트 도포 공정」
- [0098] d. 회로 패턴의 전사를 행하는 「노광 공정」
- [0099] e. 노광된 부분의 포토레지스트를 녹이는 「현상 공정」
- [0100] f. 약액이나 이온에 의해 노출된 하지의 박막을 제거하는 「에칭공정」
- [0101] g. 인 등 불순물을 주입하고, 실리콘에 전기적 특성을 갖게 하는 「이온 주입 공정」
- [0102] h. 불필요한 포토레지스트를 제거하는 「박리 공정」,
- [0103] 이들의 공정에 있어서 사용되는 약액의 종류는, 산류, 알칼리류, 유기계 용제 등 여러 가지로 다양하다. 사용하는 약액은 약액 공급 설비에 의해 탱크로부터 배관이나 튜브류, 조인트류, 밸브류, 펌프류, 필터 등의 내표면에 접촉하면서, 유스 포인트에 이송된다. 이때, 약액 공급 설비는 초순수나 사용 약액에 의해, 사전에 세정되는 것이 일반적이다. 반도체 제조 장치나 코터 디벨로퍼라고 불리는 레지스트 도포 장치도, 장치 조립 후에 클린화 세정된다. 그러나, 이들의 세정 공정에 고가인 약액을 대량으로 사용하고, 장시간의 세정이 필요하게 되는 경우가 있다. 이것은, 경제적으로도 큰 부담으로 되어 있다.

- [0104] 본 개시의 용착체는, 파티클이 발생하기 어렵기 때문에, 고가인 약액을 대량으로 사용한 세정이나, 장시간의 세정을 요하지 않고, 반도체의 전공정을 실시하기 위한 부재로서, 특히 적합하게 이용할 수 있다. 용착 튜브는 필터류, 밸브류, 펌프류 등의 제품에 있어서의 튜브 형상부에도 사용할 수 있다.
- [0105] 이상, 실시 형태를 설명했지만, 특허 청구 범위의 취지 및 범위로부터 이탈하지 않고, 형태나 상세의 다양한 변경이 가능한 것이 이해될 것이다.
- [0106] 실시예
- [0107] 다음에 본 개시의 실시 형태에 대해서 실시예를 들어 설명하지만, 본 개시는 관련된 실시예에만 한정되는 것은 아니다.
- [0108] 실시예의 각 수치는 이하의 방법에 의해 측정하였다.
- [0109] (공중합체의 용점)
- [0110] 시차 주사 열량계 [DSC] 를 사용하여 10℃/분의 속도로 승온했을 때의 용해열 곡선에 있어서의 극댓값에 대응하는 온도로서 구하였다.
- [0111] (공중합체의 MFR)
- [0112] ASTM D1238에 따라서, 멜트인덱서(야스다 세끼 세이사쿠쇼사제)를 사용하여, 372℃, 5kg 하중 하에 내경 2.1mm, 길이 8mm의 노즐로부터 10분간당 유출되는 폴리머의 질량(g/10분)을 구하였다.
- [0113] (공중합체의 단량체 단위의 함유량)
- [0114] <sup>19</sup>F-NMR법에 의해 측정하였다.
- [0115] (공중합체의 관능기 수)
- [0116] 공중합체를 330 내지 340℃에서 30분간 용융하고, 압축 성형하여, 두께 0.20 내지 0.25mm의 필름을 제작한다. 이 필름을 푸리에 변환 적외 분광 분석 장치 [FT-IR(상품명:1760X형, 퍼킨엘머사제)] 에 의해 40회 스캔하고, 분석하여 적외 흡수 스펙트럼을 얻고, 완전히 불소화되어 관능기가 존재하지 않는 베이스 스펙트럼과의 차 스펙트럼을 얻는다. 이 차 스펙트럼에 나타나는 특정한 관능기의 흡수 피크로부터, 하기 식 (A)에 따라서 시료에 있어서의 탄소 원자 1×10<sup>6</sup>개당의 관능기 수 N을 산출한다.
- [0117] 
$$N=I \times K / t \quad (A)$$
- [0118] I: 흡광도
- [0119] K: 보정 계수
- [0120] t: 필름의 두께(mm)
- [0121] 참고로, 본 개시에 있어서의 관능기에 대해서, 흡수 주파수, 물 흡광 계수 및 보정 계수를 표 2에 나타낸다. 또한, 물 흡광 계수는 저분자 모델 화합물의 FT-IR 측정 데이터로부터 결정한 것이다.

표 2

관능기	흡수 주파수 (cm <sup>-1</sup> )	몰 흡광 계수 (l/cm/mol)	보정 계수	모델 화합물
-COF	1883	600	388	C <sub>7</sub> F <sub>15</sub> COF
-COOH free	1815	530	439	H(CF <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> COOH
-COOH bonded	1779	530	439	H(CF <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> COOH
-COOCH <sub>3</sub>	1795	680	342	C <sub>7</sub> F <sub>15</sub> COOCH <sub>3</sub>
-CONH <sub>2</sub>	3436	506	460	C <sub>7</sub> H <sub>15</sub> CONH <sub>2</sub>
-CH <sub>2</sub> OH, -OH	3648	104	2236	C <sub>7</sub> H <sub>15</sub> CH <sub>2</sub> OH
-CF <sub>2</sub> H	3020	8.8	26485	H(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH
-CF=CF <sub>2</sub>	1795	635	366	CF <sub>2</sub> =CF <sub>2</sub>

[0122]

[0123] (용출 파티클수)

[0124] (1) 이소프로필알코올의 조제

[0125] 5nm φ의 필터를 사용하여, 시판되는 고순도 이소프로필알코올(IPA)을 여과하였다. 여과한 IPA를, 1일간 방치하여, 30nm φ 사이즈 이상의 파티클수가, 30개/ml 이하인 것을 확인하였다. 튜브의 세정 및 파티클수의 측정에는, 이와 같이 하여 여과한 IPA(용해도 파라미터 23.5(MPa)<sup>1/2</sup>)를 사용하였다.

[0126] (2) 용착 튜브의 세정

[0127] 실시예 및 비교예에서 제작한 용착 튜브의 내면을, 용착 튜브 내용량의 5배의 양의 초순수를 사용하여 세정하고, 환경 유래의 오염 입자를 제거하였다. 다음에, 여과한 IPA를, 용착 튜브 내에 공급하여, 용착 튜브의 내용량과 동등량의 고순도 IPA를 봉입한 후, 바로 배액하여, 초순수를 IPA로 치환하였다.

[0128] (3) 파티클수의 측정

[0129] 상기 (2)에서 얻어진 용착 튜브를, 용착 튜브의 내용량과 동등량의 고순도 IPA로 충족하고, 실온에서, 1일간 방치하였다.

[0130] 다음에, 시린지 펌프를 사용하여, 용착 튜브에 봉입한 IPA를, 파티클 카운터(리온사제, 광산란식 액 중 입자 검출기 KS-19F)에 도입하여, 파티클수를 측정하였다.

[0131] 파티클 카운터에 IPA를 도입한 직후에, 최대의 파티클수가 측정되고, 그 후, 측정되는 파티클수는 점차 저하 경향을 나타냈다. 측정 개시 후의, 30nm φ 사이즈 이상의 파티클 총 수의 최댓값을, 용착 튜브로부터의 용출 파티클수로서 비교하였다.

[0132] 도 6은, 파티클수의 측정 방법을 설명하기 위한 도면이다.

[0133] 먼저, 제1 약액 용기(321) 중에 질소 가스(331)를 공급하고, 약액 용기(321)에 저류된 이소프로필알코올(IPA)(311)을 가압한다. 가압된 IPA(311)는 필터(322)를 통과하여, 제2 약액 용기(323)에 저류된다. 제2 약액 용기(323) 내의 IPA(312)는, 1일간 방치한 후, 측정에 사용한다.

[0134] 제2 약액 용기(323)의 하부에는 밸브(324)가 접속되어 있고, 밸브(324)를 통하여, 용착 튜브(301)를 제2 약액 용기(323)와 접속한다. 용착 튜브(301)의 타단부는 밸브(326)를 통하여, 파티클 카운터(341)에 접속한다. 파티클 카운터(341)의 하류측에는 용착 튜브(301) 내의 IPA를, 파티클 카운터(341)에 도입할 수 있도록, 시린지 펌프(342)를 마련한다. 용착 튜브(301)와 라인의 접속부로부터 파티클이 혼입되는 것을 피할 필요가 있다. 본 실시예에서는, 용착 튜브(301)를 장착하기 위해, 플로웰체 보아스루 조인트를 사용하였다.

[0135] 용착 튜브(301)에 초순수(332)를 공급하기 위한 다른 라인을 마련하여, 필터(328) 및 밸브(325)를 통하여, 용착 튜브(301)를 이 라인에도 접속한다.

[0136] 용착 튜브(301)에 접속된 밸브(324 내지 326)를 개폐함으로써, IPA(312) 및 초순수(332)에 파티클이 혼입되는

것을 피하기 위해, 밸브(324 내지 326)로서, 다이어프램 밸브를 사용할 필요가 있다. 본 실시예에서는, 폴리테트라플루오로에틸렌제 다이어프램 밸브를 사용하였다.

- [0137] 이와 같이 하여, 파티클수를 측정하기 위한 시스템을 구성하면, 필터(328)를 통과시킨 초순수(332)를 용착 튜브(301)에 공급하여, 용착 튜브(301) 내를 세정하여, 배액(333)으로서 배출한다. 다음에, 제2 약액 용기(323)로부터 IPA(312)를 용착 튜브(301)에 공급하여, 초순수를 IPA로 치환한 후, 용착 튜브(301)에 소정량의 IPA를 봉입한다.
- [0138] IPA의 봉입 후, 소정 시간이 경과되면, 시린지 펌프(342)를 작동시켜서, 용착 튜브(301) 내의 IPA를 파티클 카운터(341)에 도입한다. 본 개시에 있어서는, 이와 같이 하여, 파티클수를 측정한다.
- [0139] 제작예 1
- [0140] 이하의 성형 조건에서, 공중합체 1 또는 2를 압출 성형함으로써, 외경 9.5mm, 내경 6.3mm, 길이 20m의 튜브 및 외경 25.4mm, 내경 22.2mm, 길이 20m의 튜브를 제작하였다. 얻어진 튜브를 10cm로 컷트하였다.
- [0141] 공중합체 1:
- [0142] 펠릿, MFR=2.0(g/10min), 용점=306℃, TFE/PPVE=94.5/5.5(질량%), 관능기 수 6(개/탄소 원자 10<sup>6</sup>개)
- [0143] 공중합체 2:
- [0144] 펠릿, MFR=14.0(g/10min), 용점=302℃, TFE/PPVE=94.4/5.6(질량%), 관능기 수 4(개/탄소 원자 10<sup>6</sup>개)
- [0145] 성형 조건:
- [0146] 단축 튜브 압출기, 스크루 직경=30mm φ, L/D=24, 다이/칩=20/13 φ, 사이징 다이=10mm φ(또는 25.4mm φ), 에어 갭=8 내지 15mm, 실린더 온도 등의 설정 온도: C1/C2/C3/C4/H/D1/D2=320 내지 330/365 내지 368/370 내지 372/370 내지 372/380 내지 382/380 내지 382/380 내지 382(℃)
- [0147] 비교예 1
- [0148] 공중합체 1을 함유하는(10cm)의 튜브(외경 9.5mm, 내경 6.3mm)를 2개 사용하였다. 2개의 튜브의 단부면을 전용의 컷트 지그로 평활하게 정돈하고 나서, PFA 용착기(형식 RPWF-1410, GNS(지·엔·에스)사제)에 전용 지그로 세트하였다. 설정 온도 400℃로 가열한 히터로, 2개의 튜브의 단부면이 용융되어 투명하게 될 때까지, 약 60초간 가열 용융한 후, 히터를 분리하여, 2개의 튜브가 투명한 단부면끼리가 완전히 밀착될 때까지, 2개의 튜브를 맞대서 용착하였다. 이때의 압박 거리는 약 2.1mm이고, 냉각 시간은 약 30초이었다. 이와 같이 하여, 도 1에 도시하는 접합 구조를 갖는 용착 튜브를 제작하였다.
- [0149] 상기한 방법에 의해, 얻어진 용착 튜브로부터의 용출 파티클수를 측정하였다. 결과를 표 3에 나타낸다.
- [0150] 실시예 1
- [0151] 공중합체 1을 함유하는 10cm의 튜브(외경 9.5mm, 내경 6.3mm)를 2개 사용하였다. 또한, 소켓 용착 조인트로서, 플로웰사제 70S 시리즈 조인트(형상:유니온)를 사용하였다. 소켓 용착 조인트의 양측에, 각각, 상기의 튜브를 삽입하였다. 전용의 전자동 용착기를 사용하여, 소켓 용착 조인트의 외주로부터 가열하여, 도 5에 도시하는 접합 구조를 갖는 용착 튜브를 제작하였다.
- [0152] 상기한 방법에 의해, 얻어진 용착 튜브로부터의 용출 파티클수를 측정하였다. 결과를 표 3에 나타낸다.
- [0153] 비교예 2
- [0154] 공중합체 1을 함유하는 10cm의 튜브(외경 9.5mm, 내경 6.3mm)를 대신하여, 공중합체 1을 함유하는 10cm의 튜브(외경 25.4mm, 내경 22.2mm)를 사용한 것 이외는, 비교예 1과 마찬가지로 하여, 용착 튜브를 제작하고, 얻어진 용착 튜브로부터의 용출 파티클수를 측정하였다. 결과를 표 3에 나타낸다.
- [0155] 실시예 2
- [0156] 공중합체 1을 함유하는 10cm의 튜브(외경 9.5mm, 내경 6.3mm)를 대신하여, 공중합체 1을 함유하는 10cm의 튜브(외경 25.4mm, 내경 22.2mm)를 사용한 것 이외는, 실시예 1과 마찬가지로 하여, 용착 튜브를 제작하고, 얻어진 용착 튜브로부터의 용출 파티클수를 측정하였다. 결과를 표 3에 나타낸다.

[0157] 비교예 3

[0158] 공중합체 1을 함유하는 10cm의 튜브(외경 9.5mm, 내경 6.3mm)를 대신하여, 공중합체 2를 함유하는 10cm의 튜브(외경 9.5mm, 내경 6.3mm)를 사용한 것 이외는, 비교예 1과 마찬가지로 하여, 용착 튜브를 제작하고, 얻어진 용착 튜브로부터의 용출 파티클수를 측정하였다. 결과를 표 3에 나타낸다.

[0159] 실시예 3

[0160] 공중합체 1을 함유하는 10cm의 튜브(외경 9.5mm, 내경 6.3mm)를 대신하여, 공중합체 2를 함유하는 10cm의 튜브(외경 9.5mm, 내경 6.3mm)를 사용한 것 이외는, 실시예 1과 마찬가지로 하여, 용착 튜브를 제작하고, 얻어진 용착 튜브로부터의 용출 파티클수를 측정하였다. 결과를 표 3에 나타낸다.

표 3

	공중합체	튜브 사이즈 (mm)		접합 구조	용출 파티클수
		외경	내경		(개/ml)
비교예 1	1	9.5	6.3	도 1	1930
실시예 1				도 5	310
비교예 2	1	25.4	22.2	도 1	4240
실시예 2				도 5	960
비교예 3	2	9.5	6.3	도 1	2840
실시예 3				도 5	450

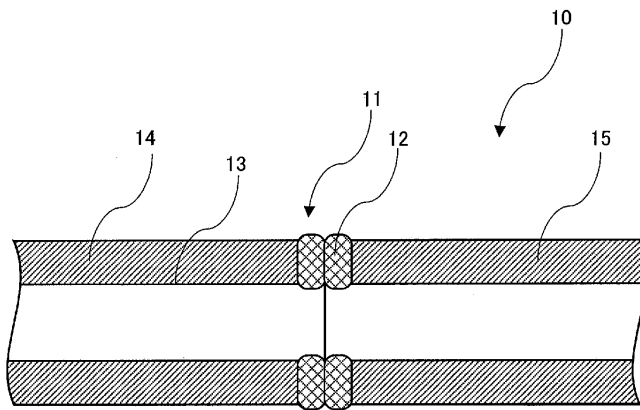
[0161]

부호의 설명

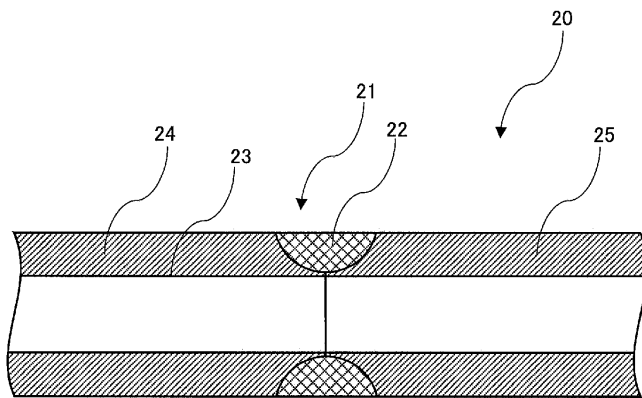
- [0162] 10, 20, 30, 40, 50: 용착 튜브  
 11, 21, 31, 41, 51: 용착 구조  
 12, 22, 32, 53, 54: 용착부  
 13, 23: 내면(접액면)  
 14, 24: 제1 튜브  
 15, 25: 제2 튜브  
 33: 수지관  
 42: 내열관  
 52: 조인트  
 301: 용착 튜브  
 311, 312: 이소프로필알코올(IPA)  
 313, 333: 배액  
 321, 323: 약액 용기  
 322, 328: 필터  
 324, 325, 326, 327: 밸브  
 331: 질소 가스  
 332: 초순수  
 341: 파티클 카운터  
 342: 시린지 펌프

도면

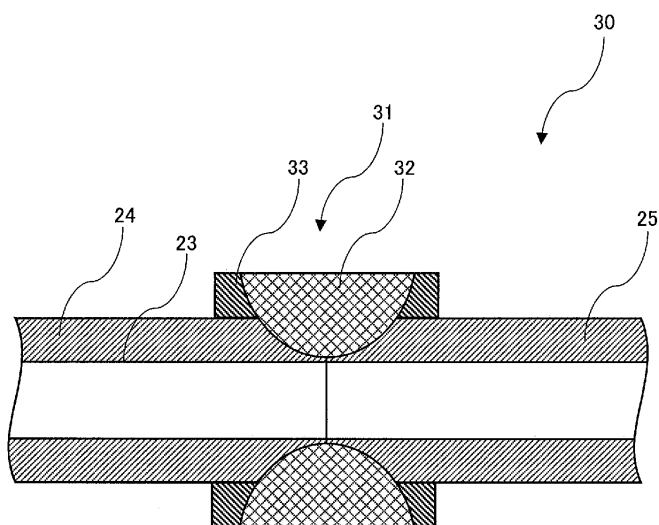
도면1



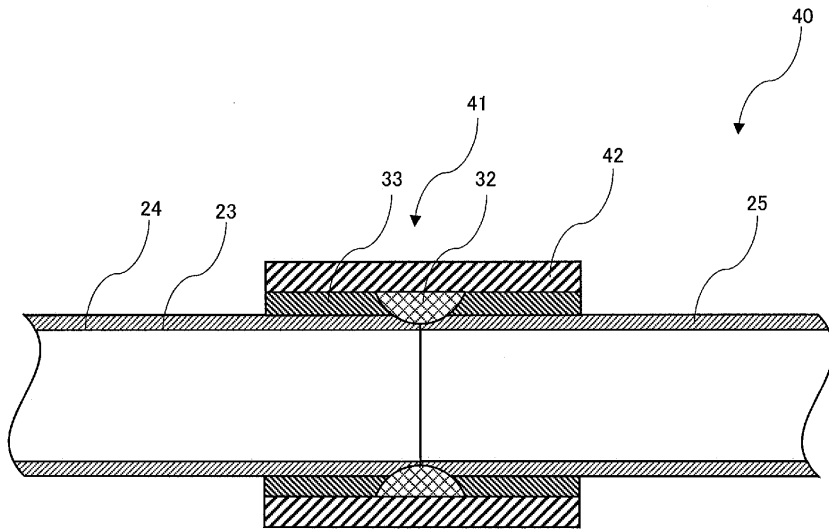
도면2



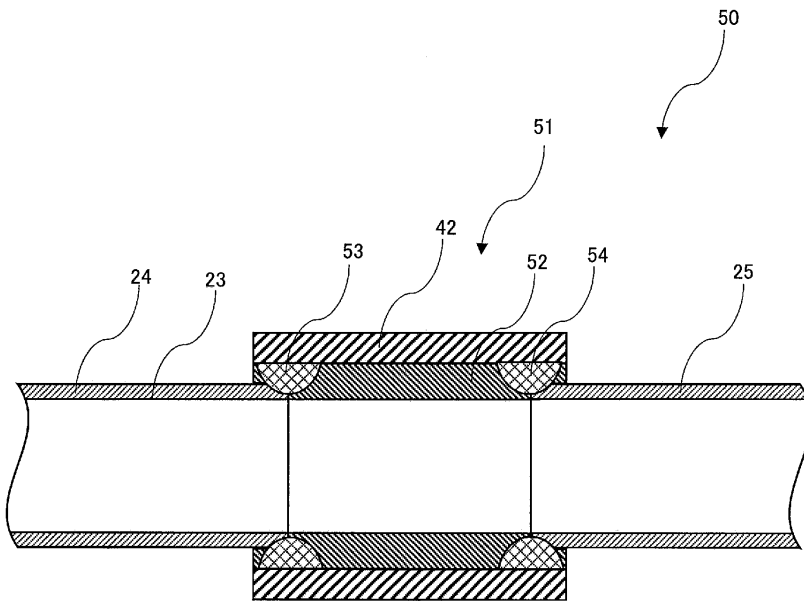
도면3



도면4



도면5



도면6

