

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4454857号
(P4454857)

(45) 発行日 平成22年4月21日 (2010. 4. 21)

(24) 登録日 平成22年2月12日 (2010. 2. 12)

(51) Int. Cl.	F I
CO8L 27/12 (2006.01)	CO8L 27/12
CO8K 3/34 (2006.01)	CO8K 3/34
CO8K 5/053 (2006.01)	CO8K 5/053

請求項の数 1 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2000-566337 (P2000-566337)
 (86) (22) 出願日 平成11年8月20日 (1999. 8. 20)
 (65) 公表番号 特表2002-523541 (P2002-523541A)
 (43) 公表日 平成14年7月30日 (2002. 7. 30)
 (86) 国際出願番号 PCT/US1999/019375
 (87) 国際公開番号 W02000/011072
 (87) 国際公開日 平成12年3月2日 (2000. 3. 2)
 審査請求日 平成18年7月26日 (2006. 7. 26)
 (31) 優先権主張番号 60/097, 388
 (32) 優先日 平成10年8月21日 (1998. 8. 21)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

前置審査

(73) 特許権者 597035953
 デュポン パフォーマンス エラストマー
 ズ エルエルシー
 アメリカ合衆国 19809 デラウェア
 州 ウイルミントン ベルビュー パーク
 ウエイ300
 (74) 復代理人 100133721
 弁理士 主代 静義
 (74) 代理人 100077481
 弁理士 谷 義一
 (74) 代理人 100088915
 弁理士 阿部 和夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 架橋性フルオロエラストマー組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

フルオロエラストマー、該フルオロエラストマーに対する硬化剤、およびモレキュラーシーブ化合物を含有し、該硬化剤はポリオールから選択されることを特徴とする硬化性フルオロエラストマー組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

(関連出願への相互参照)

本出願は、1998年8月21日に出願された米国仮出願第60/097,388号の利益を主張する。

【0002】

(発明の分野)

本発明は、海綿状に膨れること (sponging) なく架橋されることが可能であるフルオロエラストマーに関する。

【0003】

(発明の背景)

エラストマーは、充填材、架橋剤、および他の添加剤と典型的にコンパウンドされ、続いて所望の製品形状に形成または造形される。この形成は、カレンダー加工または押出しにより達成されてもよいが、その形成プロセスは、圧縮または射出成形により行われることが最も度々である。造形の後、そのエラストマー分子は、架橋剤の作用を介して架橋され

、それによって強度および安定性を提供する三次元構造を創出する。そのような架橋または硬化は熱および圧力により通常もたらされる。フルオロエラストマー（すなわち、エラストマー性フルオロポリマー）は、金型中に閉じ込められたままで、高められた温度および圧力での第1工程においてプレス硬化され、ついで、金型から取り出された後に、高められた温度および周囲圧力において後硬化されることがしばしばである。その後硬化工程は、硬化プロセスを完了するために供する。ある一定のフルオロエラストマー組成物は、そのプレス硬化プロセスの間に気体副生成物の不所望な量を放出する傾向があり、結果として海綿状に膨れた生成物、すなわち空隙を含む生成物をもたらす。この問題は、パーフルオロエラストマーに関して、例えば、米国特許第4,520,170号に記載される。

【0004】

10

（発明の概要）

本発明は、プレス硬化の間に海綿状に膨れる傾向が低減されたフルオロエラストマー組成物を提供する。詳しくは、本発明は、フルオロエラストマー、そのフルオロエラストマーに対する硬化剤、およびモレキュラーシーブ化合物を含有する硬化性フルオロエラストマー組成物に関する。

【0005】

（発明の詳細な説明）

本発明において使用されることが典型的な架橋性エラストマーは、エチレンまたはプロピレンのようなフッ素を含有しない他のモノマーと同様に、フッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレン、1-ヒドロペンタフルオロプロピレン、2-ヒドロペンタフルオロプロピレン、テトラフルオロエチレン、クロロトリフルオロエチレン、およびパーフルオロ（アルキルビニル）エーテルのようなフッ素を含有するモノマー1または2以上の共重合された単位を含むフルオロエラストマーを含む。このタイプのエラストマーは、Logo thetis, Prog. Polym. Sci., Vol. 14, 251-296 (1989)に記載される。

20

【0006】

そのようなフルオロエラストマーの詳細な具体例は、フッ化ビニリデンとヘキサフルオロプロピレンと、随意にテトラフルオロエチレンとの単位を含むコポリマー；フッ化ビニリデンとパーフルオロ（アルキルビニル）エーテルとテトラフルオロエチレンとの単位を含むコポリマー；テトラフルオロエチレンとプロピレンとの単位を含むコポリマー；および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、好ましくはパーフルオロ（メチルビニル）エーテルとの単位を含むコポリマーを含む。上記のフルオロエラストマーのそれぞれは、随意に硬化部位モノマーを含んでもよい。Mooreにより米国特許第4,694,045号に開示されたような、エチレンと、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、随意に、臭素含有硬化部位モノマーとのコポリマーが、本発明における使用に適当である。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）エーテルとのコポリマーは、フッ素化ニトリル硬化部位、例えば、パーフルオロ（8-シアノ-5-メチル-3,6-ジオキサ-1-オクテン）および米国特許第4,281,092号または同第5,789,509号に開示されたものを慣用的に含有する。

30

【0007】

40

それらの組成に応じて、フルオロエラストマーは、硬化剤の作用により一般的に架橋される。硬化剤は、ジアミン類；第4アンモニウムまたはホスホニウム化合物のような促進剤と併用するポリオール類；または多官能性補助剤（coagent）と併用する有機過酸化物を含む。必要とされる硬化剤の量は、特定のポリマーおよびそこに存在する硬化部位に依存するが、通常、フルオロエラストマー100部あたり約2~10部（phr）が効率的な硬化に対して適当である。一般的に、約2~15phrの金属酸化物または金属水酸化物もそのコンパウンドされたエラストマー中に存在する。充填材またはカーボンブラックが使用されるなら、それらは通常65phrまでの量で存在する。

【0008】

上記のフルオロエラストマーは、一般的に2段階プロセスを使用して硬化される。すなわ

50

ち、その組成物は閉じられた金型中で最初に硬化され、つまりプレス硬化される。ついで、その組成物は、オープン中で空気または不活性ガスの雰囲気中で後硬化される。当初の硬化は、使用される特定のフルオロエラストマー組成物に応じて、約 1 ~ 60 分の間にわたり約 145 ~ 220 の温度で通常行われる。その当初硬化の間、そのフルオロエラストマー組成物は、一般的に、約 0 から 3500 MPa の金型内圧力下で維持される。その後硬化は、周囲圧力、および約 125 から 300 の温度において約 1 ~ 24 時間の間に典型的に行われる。

【0009】

本発明のエラストマー組成物は、フルオロエラストマー 100 部あたり約 0.5 ~ 15 部 (phr) のモレキュラーシーブ添加剤を含有する。好ましい下位分類はゼオライトを含む。モレキュラーシーブゼオライトは、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、およびカルシウムのような I A 族および I I A 族元素の結晶性アルミノケイ酸塩である。それらは、次の実験化学式により表される： $M_{2/n}O \cdot Al_2O_3 \cdot ySiO_2 \cdot wH_2O$ 、ここで y は 2 以上、n は陽イオン原子価、および w はゼオライトの空隙中に含まれる水を表す。そのような組成物の市販の具体例は、モレキュラーシーブ 3A、モレキュラーシーブ 4A、モレキュラーシーブ 5A、およびモレキュラーシーブ 13X を含み、ウィスコンシン州、ミルウォーキーの Aldrich Chemical Co., Inc. からすべて入手可能である。この類の添加剤の使用は、多くの場合にプレス硬化により海綿状に膨れることを防止し、および加硫ゴムの熱老化を改良する。

【0010】

他の添加剤がフルオロエラストマーにコンパウンドされて種々の物理的特性を最適化してもよい。そのような添加剤は、パーフルオロエラストマーコンパウンディングにおいて典型的に使用されるカーボンブラック、安定剤、可塑剤、潤滑剤、顔料、充填材、および加工助剤を含む。これらの添加剤のいずれもが、意図される使用条件に対して十分な安定性を有する限り、本発明の組成物に導入されることができる。

【0011】

カーボンブラックは、その組成物の弾性率、引張強さ、伸び、硬度、耐摩耗性、導電率、および加工性のバランスを保つための手段としてエラストマー中で使用される。カーボンブラックは 5 ~ 60 phr の量で一般的に有用である。

【0012】

加えて、または代わって、フルオロポリマー充填材が組成物中に存在してもよい。一般的に 1 から 50 phr のフルオロポリマー充填材が使用され、好ましくは少なくとも約 5 phr が存在する。そのフルオロポリマー充填材は、そのパーフルオロエラストマー組成物の作成および硬化において使用される最も高い温度において固体である微粉碎され、容易に分散されるいかなるプラスチックフルオロポリマーであることもできる。固体とは、そのフルオロプラスチックが、部分結晶性であるならば、そのパーフルオロエラストマー（複数）の加工温度（複数）を越える結晶熔融温度を有することを意味する。そのような微粉碎された容易に分散されるフルオロプラスチックは、慣用的に、マイクロパウダーまたはフルオロ添加剤と称される。マイクロパウダーは通常、部分結晶性ポリマーである。

【0013】

そのモレキュラーシーブ化合物、架橋剤、任意成分の促進剤、金属酸化物、および他の添加剤は、密閉式ミキサーの手段により、またはラバーミルにおいて、そのポリマーに一般的に導入される。ついで得られた組成物は、通常、熱および圧力の手段によって、例えば、圧縮成形によって硬化される。

【0014】

本発明の硬化性組成物は、ガasket、チューブ、およびシールの製造において有用である。そのような物品は、その硬化性組成物と種々の添加剤とのコンパウンドされた調合物を圧力下で成形し、その部品を硬化し、ついでそれを後硬化サイクルに当てることにより最も慣用的に製造される。本発明の硬化された組成物は、モレキュラーシーブ化合物を含まない組成物と比較して、海綿状に膨れる傾向において顕著な減少を示す。

【 0 0 1 5 】

ここで、本発明は、ある実施の形態により具体的に説明される。特に示されない限り、すべての部およびパーセンテージは重量に基づく。

以下に、本発明の好ましい態様を示す。

[1] フルオロエラストマー、該フルオロエラストマーに対する硬化剤、およびモレキュラーシーブ化合物を含有することを特徴とする硬化性フルオロエラストマー組成物。

[2] 前記モレキュラーシーブ化合物は、モレキュラーシーブゼオライトであることを特徴とする [1] に記載の組成物。

[3] 前記モレキュラーシーブゼオライトは、I A 族および I I A 族元素の結晶性アルミノケイ酸塩からなる群から選択されることを特徴とする [2] に記載の組成物。

[4] 前記モレキュラーシーブ化合物は、フルオロエラストマー 1 0 0 部あたり 0 . 5 ~ 1 5 部の量で存在することを特徴とする [1] に記載の組成物。

[5] 前記フルオロエラストマーは、フッ化ビニリデンとヘキサフルオロプロピレンとの単位を含有するコポリマー；フッ化ビニリデンとヘキサフルオロプロピレンとテトラフルオロエチレンとの単位を含有するコポリマー；フッ化ビニリデンとパーフルオロ（アルキルビニル）エーテルとテトラフルオロエチレンとの単位を含有するコポリマー；テトラフルオロエチレンとプロピレンとの単位を含有するコポリマー；エチレンと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）との単位を含有するコポリマー；および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）エーテルとの単位を含有するコポリマーからなる群から選択されることを特徴とする [1] に記載の組成物。

[6] 前記フルオロエラストマーに対する硬化剤は、ポリオールであることを特徴とする [1] に記載の組成物。

[7] 前記フルオロエラストマーに対する硬化剤は、過酸化物であることを特徴とする [1] に記載の組成物。

[8] 前記フルオロエラストマーに対する硬化剤は、ジアミンであることを特徴とする [1] に記載の組成物。

【 0 0 1 6 】

（実施例）

試験方法

硬化特性

Monsanto振動ディスクレオメーター（O D R）を使用して、1° アーク、2 4 分、1 8 0 にて A S T M D 2 0 8 4 に対応する条件下で硬化特性を測定した。次の硬化パラメーターを記録した：

M_H : d N · m の単位で表された最大トルクレベル

M_L : d N · m の単位で表された最小トルクレベル

デルタ M : d N · m の単位で表された最大トルクと最小トルクとの差

t_{s2} : M_L を超えて 2 . 2 6 d N m 上昇するまでの分

t_{c50} : 最大トルクの 5 0 % までの分

t_{c90} : 最大トルクの 9 0 % までの分

【 0 0 1 7 】

引張り特性

他に示されない限り、1 8 0 で 1 5 分間プレス硬化し、ついでエアオープン中で 2 4 時間 2 3 2 で後硬化した試験片において応力 / 歪み特性を測定した。次の物理的特性パラメーターを記録した；試験方法は括弧書きのとおりである：

M_{100} : M P a の単位で表された 1 0 0 % 伸びにおける弾性率（I S O 3 7）

T_B : M P a の単位で表された引張強さ（I S O 3 7）

T_S : d N / m の単位で表された引裂強さ（I S O 3 4、ダイ B）

E_B : % の単位で表された破断時伸び（I S O 3 7）

T R - 1 0 : 収縮の温度（I S O 2 9 2 1）

【 0 0 1 8 】

TR試験方法により、室温で長さ50mmの標準試験片を延伸し、ついでそのポリマーのTgより約10 低い温度まで（通常イソプロパノールで満たされた）浴中で冷却した。ついで、試験温度を1分あたり1 の割合で上昇させながら、その試験片を自由に収縮するままにした。その収縮が75%に達するまで、その収縮した長さの読みを2分毎に行った。TR-10は、10%の収縮が達成された温度である。

【0019】

硬度（ショアA、ISO868）

小さい円柱状ペレットサンプルの圧縮永久歪み（ISO815）

次のポリマーを例において使用した。

【0020】

10

ポリマーA

よく攪拌された2.0リットルのステンレス鋼の液体で満ちた反応容器中で連続乳化重合を行った。その反応器を120 に加熱し、そしてその水溶液を4L/時で供給した。その水性供給物は、脱イオン水中の2.68g/時（g/h）の過硫酸アンモニウム（APS）、1.4g/hの水酸化ナトリウム、3.4g/hのパーフルオロオクタン酸アンモニウム（FC-143）、および0.7g/hのイソプロパノールから構成した。放流管路中の背圧コントロールバルブの手段によりその反応器を6.2MPaで液体で満たしたまま維持した。30分後、ダイヤフラム圧縮機を介して供給された113.1g/hのテトラフルオロエチレン（TFE）、614.1g/hのフッ化ビニリデン（VF₂）、および391.2g/hのパーフルオロ（メチルビニル）エーテル（PMVE）から成る気体モノマー混合物を導入することによりその反応を開始した。15分後、もうひとつの気体モノマー、32.9g/hの2-ヒドロペンタフルオロプロピレン（HPFP）をその気体混合物の残余に添加した。1.5時間後、流出分散液を6時間収集した。

20

【0021】

その流出ポリマー分散液をガス抜き容器中の残留モノマーから大気圧で分離した。その分散液は4.5のpHを有し、そして22.0重量パーセントの固形分を含有した。そのフルオロエラストマーを、そのpHを稀硝酸で約3まで減少し、そして硝酸カルシウム溶液で凝固することにより、その分散液から単離した。その凝固したポリマーを落着かせ、上澄み液（serum）を取り除き、そして濾過の前にその水において2回再スラリー化することによりそのポリマーを洗浄した。その湿ったやわらかい中身（crumb）を、1%未満の含水率までエアオープン中で約50～65 で乾燥した。

30

【0022】

約6.7kgのポリマーを97%の総変換率で回収した。そのポリマーは、10.09重量%TFE、53.96重量%VF₂、34.05重量%PMVEおよび1.9重量%HPFPの共重合されたモノマー組成を有した。そのポリマーは、示差走査熱量計（加熱モード、10 /分、転移の変曲点）により測定されると-28 のガラス転移温度を有する非晶質エラストマーであった。30 でメチルエチルケトン中で測定されたフルオロエラストマーの内部粘度は0.87dL/gであり、そしてムーニー粘度はML-10（121）=49と測定された。

【0023】

40

ポリマーB

よく攪拌された2.0リットルのステンレス鋼の液体で満ちた反応容器中で連続乳化重合を行った。その反応器を125 に加熱し、そしてその水溶液を4L/時で供給した。その水性供給物は、脱イオン水中の2.64g/hの過硫酸アンモニウム（APS）、1.2g/hの水酸化ナトリウム、および2.2g/hのパーフルオロオクタン酸アンモニウム（FC-143）から構成した。放流管路中の背圧コントロールバルブの手段によりその反応器を6.2MPaで液体で満たしたまま維持した。30分後、ダイヤフラム圧縮機を介して供給された113.1g/hのテトラフルオロエチレン（TFE）、614.1g/hのフッ化ビニリデン（VF₂）、および391.2g/hのパーフルオロメチルビニルエーテル（PMVE）から成る気体モノマー混合物を導入することによりその反応を

50

開始した。15分後、もうひとつの気体モノマー、32.9 g/hの2-ヒドロペンタフルオロプロピレン (HPFP) をその気体混合物の残余に添加した。1.5時間後、流出分散液を2.5時間収集した。

【0024】

その流出ポリマー分散液をガス抜き容器中の残留モノマーから大気圧で分離した。その分散液は4.0のpHを有し、そして21.7重量パーセントの固形分を含有した。そのフルオロエラストマーを、そのpHを稀硫酸で約3まで減少し、そして硫酸アルミニウムカリウム溶液で凝固することにより、その分散液から単離した。その凝固したポリマーを落着かせ、上澄み液を取り除き、そして濾過の前にその水において2回再スラリー化することによりそのポリマーを洗浄した。その湿ったやわらかい中身を、1%未満の含水率までエアオープン中で約50~65で乾燥した。

10

【0025】

約2.8kgのポリマーを98%の総変換率で回収した。そのポリマー組成は、9.99重量%TFE、54.12重量%VF₂、33.85重量%PMVEおよび2.04重量%HPFPであった。そのポリマーは、示差走査熱量計(加熱モード、10/分、転移の変曲点)により測定されると-29のガラス転移温度を有する非晶質エラストマーであった。30でメチルエチルケトン中で測定されたフルオロエラストマーの内部粘度は1.10dL/gであり、そしてムーニー粘度はML-10(121)=89と測定された。

【0026】

20

ポリマーC

ポリマーCを一般的に米国特許第4,214,060号に開示されたプロセスにより調製した。上記のポリマーとは、硬化部位モノマー4-プロモ-3,3,4,4-テトラフルオロブテン-1(BTFB)をHPFPの代わりに使用した点で相違する。そのコポリマー組成は、55重量%VF₂、10重量%TFE、34.8重量%PMVEおよび1.2重量%BTFBであった。

【0027】

ポリマーD

53.68重量%VF₂の単位、34.53重量%PMVE、9.58重量%TFE、および2.21重量%HPFPを含有するポリマーを生成するために流速を調節した以外は、一般的にポリマーAを製造するために上記に開示されたプロセスによりポリマーDを調製した。そのポリマーはTg=-28であり、そしてムーニー粘度はML-10(121)=56と測定された。

30

【0028】

ポリマーE

54.04重量%VF₂の単位、37.86重量%PMVE、6.11重量%TFE、および1.98重量%HPFPを含有するポリマーを生成するために流速を調節した以外は、一般的にポリマーAを製造するために上記に開示されたプロセスによりポリマーEを調製した。そのポリマーはTg=-28であり、そしてムーニー粘度はML-10(121)=51と測定された。

40

【0029】

実施例1~4および対照例A

表Iに示された割合にしたがってポリマーのサンプルおよび添加剤を二本ロールラバーミルでコンパウンドした。実施例1~4は本発明の硬化性組成物であり、一方、対照例Aは、硬化されたときに所望の物理的特性および良好な低温シーリング性能を有する先行技術の過氧化物硬化性組成物であった。

【0030】

硬化された組成物の硬化特性および物理的特性をその試験方法により測定し、そして表Iに報告した。本発明の硬化性組成物、すなわち実施例1~4は、対照例Aより成形品の取り出しが容易であった。すなわち、本発明の組成物を成形したとき、シリコンベースの

50

表面用離型剤スプレーの使用を必要とせずに、2～3の成形サイクルの後に金型への組成物の粘着を防いだ。これに対して、対照例A組成物の成形品の取り出しは、道具を使用して金型から機械的に取り除くことを必要とした。実施例1～4の硬化された組成物の物理的特性は、表Iに示すように、対照例Aの硬化された組成物の所望の特性に匹敵した。

【0031】

【表1】

表 I

調合 (p h r)	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	対照例A	
ポリマーA	100	100	---	---	---	
ポリマーB	---	---	100	100	---	
ポリマーC	---	---	---	---	100	
MTカーボンブラック ¹	30	30	30	30	30	
酸化カルシウムVG	6	6	6	6	---	
水酸化カルシウム	---	---	---	---	5	10
モレキュラーシーブ13X	3	3	3	3	---	
VPA No. 2 ²	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	
Luperox 101XL ³	---	---	---	---	4	
Diak #8 ⁴	---	---	---	---	2	
TBAHS ⁵	0.5	0.6	0.5	0.6	---	
ビスフェノールAF ⁶	2.5	3	2.5	3	---	
<u>硬化特性</u>						
M _L , dNm	4.32	4.09	7.14	6.92	10.26	
M _H , dNm	45.6	50.75	43.86	55.54	56.84	20
デルタM, dNm	41.28	46.66	36.72	48.62	46.6	
t _s 2, 分	2.72	2.77	3.22	3.37	1.8	
t _c 50, 分	5.37	6.13	7.26	7.9	3.72	
t _c 90, 分	12.49	11.8	18.04	16.15	7.16	
<u>応力歪み特性</u>						
T _B , MPa	12.8	12.4	15.1	15.3	20.1	
E _B , %	254	219	244	230	212	
M ₁₀₀ , MPa	4.5	4.7	5	5.3	6.1	
T _S , kN/m	22.5	22.4	20.1	21.8	20.9	30
<u>硬度 (ショアA)</u>						
TR-10, °C	-26		-26		-28	
<u>圧縮永久歪み</u>						
@ 200°C, 70時間, %	37.5	38.8	32	35	26.2	

¹Thermax FF N 990 中熱カーボンブラック (Lehmann & Voss Co.から入手可能)

²Rice Bran Wax (DuPont Dow Elastomers L.L.C.から入手可能)

³2, 5-ジメチル-2, 5-ジ (t-ブチルペルオキシ) ヘキサン、45%活性 (ELF Atochem, North America, Inc.から入手可能)

⁴トリメチルアリルイソシアヌレート (DuPont Dow Elastomers L.L.C.から入手可能)

⁵硫酸水素テトラブチルアンモニウム (DuPont Dow Elastomers L.L.C.から入手可能)

⁶4, 4' (ヘキサフルオロイソプロピリデン) ジフェノール (DuPont Dow Elastomers L.L.C.から入手可能)

【 0 0 3 2 】

実施例 5 ~ 6 および対照例 B

表 I I に示された割合にしたがってポリマーのサンプルおよび添加剤を二本ロールラバー

ミルでコンパウンドした。実施例 5 ～ 6 は種々の量のモレキュラーシーブを含有する本発明の硬化性組成物であった。対照例 B は組成において類似であるが、モレキュラーシーブを含有しなかった。

【 0 0 3 3 】

硬化された組成物の硬化特性および物理的特性をその試験方法にしたがって測定し、そして表 I I に報告した。硬化の間に泡の形成を監視することにより（ 1 ～ 5 のスケールで）海綿状に膨らむ程度（degree of sponging）を測定した。泡の形成なく硬化した組成物を「 1 」に等級づけ、一方、硬化された組成物の物理的特性を測定することが不可能である程度に泡立った組成物を「 5 」に等級づけた。

【 0 0 3 4 】

【表 2】

表 I I

<u>調合 (p h r)</u>	<u>実施例 5</u>	<u>実施例 6</u>	<u>対照例 B</u>	
ポリマーD	50	50	50	
ポリマーE	50	50	50	
MTカーボンブラック ¹	30	30	30	
酸化カルシウムVG	3	3	3	
E l a s t o m a g 1 7 0 ²	3	3	3	
モレキュラーシーブ 1 3 X	4.5	9	0	10
V P A N o. 2 ³	0.5	0.5	0.5	
T B A H S ⁴	1	1	1	
ビスフェノールAF ⁵	2	2	2	
<u>硬化特性</u>				
M _L , d N m	8.1	9.0	6.6	
M _H , d N m	48.9	54.2	43.1	
デルタM, d N m	40.8	45.2	36.5	
t _s 2, 分	1.1	1.2	1.6	
t _c 5 0, 分	1.8	1.8	1.7	20
t _c 9 0, 分	3.8	4.5	5.4	
<u>応力歪み特性</u>				
T _B , M P a	12.7	13.5	11.1	
E _B , %	218	188	232	
M ₁₀₀ , M P a	4.6	6.6	3.4	
<u>硬度 (ショアA)</u>	71.5	75.3	69.1	
<u>T R - 1 0, °C</u>	-26.0	-26.0	-26.7	30
<u>圧縮永久歪み</u>				
@ 2 0 0 °C, 7 0 時間, %	47.9	48.4	50.2	
<u>海綿化(sponging)等級</u>	1	1	4	

¹Thermax FF N 990 中熱(medium thermal)カーボンブラック (Lehmann & Voss Co.から入手可能)

² 酸化マグネシウム (Morton International から入手可能)

³Rice Bran Wax (DuPont Dow Elastomers L.L.C.から入手可能)

⁴ 硫酸水素テトラブチルアンモニウム (DuPont Dow Elastomers L.L.C.から入手可能)

⁵ 4, 4' (ヘキサフルオロイソプロピリデン) ジフェノール (DuPont Dow Elastomers L.L.C.から入手可能)

フロントページの続き

(72)発明者 ウォルター ワーナー シュミージェル
アメリカ合衆国 19807 デラウェア州 ウィルミントン ヘイズリット ウェイ 7

審査官 車谷 治樹

(56)参考文献 特開平08-094862(JP,A)
特開平08-094871(JP,A)
特開平09-132677(JP,A)
特開昭63-277217(JP,A)
特開平09-194627(JP,A)
特開平03-160040(JP,A)
特開平07-018248(JP,A)
特開昭56-104966(JP,A)
特開平03-197313(JP,A)
特開平09-104765(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
IPC C08K 3/00-13/08
C08L 1/00-101/14