



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101657493 B

(45) 授权公告日 2011. 12. 14

(21) 申请号 200880011991. 6

(22) 申请日 2008. 04. 11

(30) 优先权数据

107167/2007 2007. 04. 16 JP

(85) PCT申请进入国家阶段日

2009. 10. 13

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2008/060018 2008. 04. 11

(87) PCT申请的公布数据

W02008/130872 EN 2008. 10. 30

(73) 专利权人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 中里克彦 福士达夫

(74) 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理

有限公司 11112

代理人 丁业平 戚秋鹏

(51) Int. Cl.

C08J 7/02 (2006. 01)

C08K 5/20 (2006. 01)

C08L 21/00 (2006. 01)

C09K 3/10 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1931925 A, 2007. 03. 21, 全文.

US 2006/0293432 A1, 2006. 12. 28, 全文.

CN 1120343 A, 1996. 04. 10, 全文.

US 2003/0125463 A1, 2003. 07. 03, 说明书第
5 页 [0081], [0108], 第 6 页表格 1 中实施例 12.

US 2002/0035220 A1, 2002. 03. 21, 全文.

审查员 孙悦健

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

全氟弹性体组合物和密封材料

(57) 摘要

本发明提供可以容易地防止其粘附在基底上的弹性体组合物。一种包含 (A) 全氟弹性体和 (B) 氟硅烷化合物的全氟弹性体组合物。

1. 一种全氟弹性体组合物,其包含(A)全氟弹性体和(B)氟硅烷化合物,其中所述氟硅烷化合物为全氟聚醚,并且按100质量份的所述全氟弹性体计,所述氟硅烷化合物的含量为0.2至1质量份。

2. 根据权利要求1所述的全氟弹性体组合物,其中所述氟硅烷化合物为氟二硅烷化合物。

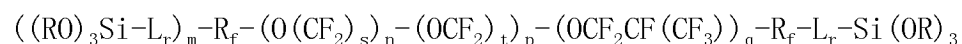
3. 根据前述任一项权利要求所述的全氟弹性体组合物,其中所述全氟聚醚具有下式

$$R_f^1-[-QSiY_{3-x}R_x^1]_y$$

其中 R_f^1 表示单价或二价多氟聚醚基团, Q 表示有机二价连接基团,

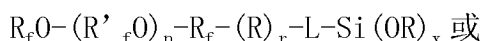
R^1 表示 C1 至 C4 烷基, Y 表示可水解基团, x 为 0 或 1, 以及 y 为 1 或 2。

4. 根据前述任一项权利要求所述的全氟弹性体组合物,其中所述全氟聚醚具有下式



其中 R_f 为全氟化的 C1 至 C4 烷基; m 和 r 为 0 或 1; n、p 和 q 为 0 至 50 的整数; $n+p+q > 1$; s 和 t 为 1 至 4; L 为有机连接基团 $-CO-NR'-(CH_2)_q-$, 其中 R' 为 H 或 C₁ 至 C₄ 烷基; R 为烷基。

5. 根据前述任一项权利要求所述的全氟弹性体组合物,其中所述全氟聚醚具有下式



$((RO)_xSi-L'_r-(R_f)_m-(OR'_f)_n-(OR'_f)_p-(OR'_f)_q-(R_f)_s-(R_r-L-Si(RO)_x)_m$ 其中 R'_f 独立地为以下结构中的至少一种: $(CFCF_3CF_2)$ 、 (CF_2CFCF_3) 、 (C_2F_4) 、 (CF_2CF_3) 、或 (C_4F_9) , R_f 独立地为全氟化的 C1 至 C4 烷基; x 为 2 或 3, m、s 和 r 独立地为 0 或 1; n、p 和 q 为 0 至 50 的整数; $n+p+q > 1$; L 为有机连接基团 $R-S-C_3H_6$ 、 $O-R-S-C_3H_6$ 或 $CO_2-R-S-C_3H_6$; L' 为有机连接基团 C_3H_6-S-R 、 $C_3H_6-S-R-O$ 或 $C_3H_6-S-R-CO_2$; 以及 R 为烷基。

6. 根据权利要求5所述的全氟弹性体组合物,其中所述氟化聚醚硅烷为:

$(CH_3O)_3SiC_3H_6NHCOCF_2(OCF_2)_nCF_2CONHC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、
 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、
 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OC_2H_5)_2$ 、
 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CO_2C_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、
 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CO_2C_3H_6SC_3H_6Si(OC_2H_5)_3$ 、
 $(CH_3O)_3SiC_3H_6SC_3H_6OCH_2CF_2(OC_2F_4)_n(OCF_2)_nCF_2CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、
 $(C_2H_5O)_3SiC_3H_6SC_3H_6OCH_2CF_2(OC_2F_4)_n(OCF_2)_nCF_2CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OC_2H_5)_3$ 、
 $(CH_3O)_3SiC_3H_6SC_3H_6OCH_2CFCF_3[OCF_2CF(CF_3)]_nOC_4F_9O[CFCF_3CF_2O]_qCFCF_3CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、
 $(C_2H_5O)_3SiC_3H_6SC_3H_6OCH_2CFCF_3[OCF_2CF(CF_3)]_nOC_4F_9O[CFCF_3CF_2O]_qCFCF_3CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OC_2H_5)_3$ 、
 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CH_2CH_2SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、
 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CF_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、
 $C_3F_7O[CF_2CF_2CF_2O]_nC_2F_4CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、以及 $C_3F_7O[CF_2CF_2CF_2O]_nC_2F_4CH_2CH_2SC_3H_6Si(OCH_3)_3$, 其中 n 为 0 至 50 的整数, n+q 最大为 30。

7. 一种由根据前述任一项权利要求所述的全氟弹性体组合物形成的密封材料。

全氟弹性体组合物和密封材料

[0001] 本专利申请要求提交于 2007 年 4 月 16 日的日本专利申请 No. 2007-107167 的优先权。

技术领域

[0002] 本发明涉及全氟弹性体组合物以及使用全氟弹性体组合物的密封材料。

背景技术

[0003] 全氟弹性体可以用作半导体装置（例如干蚀刻装置或化学气相沉积（CVD）装置）的密封材料，因为其具有出色的等离子体耐性、化学耐性和耐热性。近年来，已使用了极端的生条件，例如将半导体装置加热至 200℃ 或更高的温度。因此，全氟弹性体密封件可以粘附在装置基底（例如金属）。

[0004] 通常采用包括对全氟弹性体表面进行改性在内的常规方法来形成无粘着性的表面并防止牢固固定。例如，可以将表面处理剂溶解在能够溶胀弹性体或橡胶的溶剂中。然后将橡胶浸入溶液中，从而使表面处理剂充入溶胀的橡胶。该方法已在日本专利申请 No. 2006-117878 中公开。然而，在模制工艺（后固化）之后，需要进行处理步骤。又如，将与弹性体具有类似结构的表面处理剂涂覆到弹性体的表面。该方法已在日本专利申请 No. 2006-36884 中公开。表面处理剂可以包含含有全氟聚醚的化合物，其中全氟聚醚含有自交联官能团。用表面处理剂涂覆全氟弹性体并加热，从而使含有全氟聚醚的化合物发生聚合反应。然而，上文所述的两个例子都需要额外的处理步骤。就第一个例子而言，需要处理步骤，而第二个例子中需要涂覆和加热步骤。

发明内容

[0005] 希望获得不会牢固地固定在基底上的无粘着性的全氟弹性体，其中全氟弹性体的基底的总体性能没有改变，并且其中不需要特殊步骤。还希望开发出制备无粘着性的全氟弹性体的方便、高性价比的方法。

[0006] 本发明包括以下内容：

[0007] (1) 全氟弹性体组合物，其包含 (A) 全氟弹性体和 (B) 氟硅烷化合物。

[0008] (2) 根据 (1) 中所述的全氟弹性体组合物，其中所述氟硅烷化合物为全氟聚醚。

[0009] (3) 根据 (1) 或 (2) 中所述的全氟弹性体组合物，其中所述氟硅烷化合物为氟二硅烷化合物。

[0010] (4) 根据 (1) 至 (3) 中任一项所述的全氟弹性体组合物，其中按 100 质量份的全氟弹性体计，所述氟硅烷化合物的含量为 0.2 至 1 质量份。

[0011] (5) 由 (1)、(2)、(3) 或 (4) 中所述的全氟弹性体形成的密封材料。

具体实施方式

[0012] 根据本发明的全氟弹性体组合物包含少量氟硅烷化合物，因此可以防止含氟弹性

体与基底（例如金属）的牢固固定。对于本发明的用途而言，少量是指足以使聚合物不具有粘着性，但又不会影响含氟弹性体的弹性体性质的量。

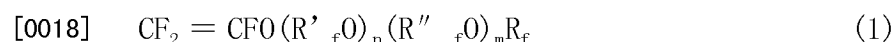
[0013] 根据本发明的全氟弹性体组合物不需要额外的步骤即可生成无粘着性的含氟弹性体。由于使用了少量氟硅烷，因此可以获得无粘着性的全氟弹性体组合物，同时不会降低全氟弹性体组合物的弹性体性质。

[0014] 对于本发明的用途而言，全氟弹性体被视为基本上由全氟化的单体（即，95 摩尔%以上是全氟化的）制成的材料。聚合的全氟弹性体可以具有未全氟化的末端基团，因为末端基团取决于所使用的引发剂体系或链转移剂。在本发明中，涉及到全氟化的、部分氟化的和非氟化的引发剂体系和链转移剂。

[0015] 可用于根据本发明的全氟弹性体组合物的全氟弹性体没有特别限制，并且是典型的全氟弹性体。优选的是，组成全氟弹性体的主要单体单元为全氟烯烃与全氟乙烯醚的组合。

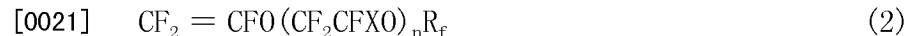
[0016] 全氟烯烃可以包括：四氟乙烯、六氟丙烯及其混合物等等，并且特别优选的是四氟乙烯。

[0017] 全氟乙烯醚通常为用下式 (1) 表示的全氟（烷基乙烯基）醚或全氟（烷氧乙烯基）醚：



[0019] 其中 R'_f 与 R''_f 为相同或不同的具有 2 至 6 个碳原子的直链或支链全氟亚烷基， m 和 n 各自表示 0 至 10 的整数， R_f 为具有 1 至 6 个碳原子的全氟烷基。

[0020] 优选的全氟（烷基乙烯基）醚包括用下式 (2) 表示的化合物：



[0022] 其中 X 为 F 或 CF_3 ， n 为 0 至 5， R_f 为具有 1 至 6 个碳原子的全氟烷基。

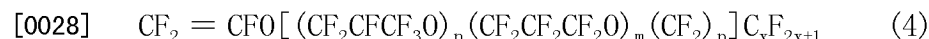
[0023] 优选的全氟（烷基乙烯基）醚为式 (2) 中的 n 为 0 或 1， R_f 包含 1 至 3 个碳原子的化合物。例子包括：全氟（烷基乙烯基）醚，例如全氟（甲基乙烯基）醚、全氟（乙基乙烯基）醚、全氟（丙基乙烯基）醚、以及它们的组合。

[0024] 另一种可用于本发明的全氟（烷基乙烯基）醚单体包括用下式 (3) 表示的化合物：



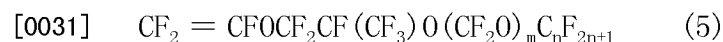
[0026] 其中 R_f 为具有 1 至 6 个碳原子的全氟烷基， m 为 0 或 1， n 为 0 至 5， Z 为 F 或 CF_3 。优选的全氟（烷基乙烯基）醚单体为其中 R_f 为 C_3F_7 ， m 为 0， n 为 1 的化合物。

[0027] 另一种可用于本发明的全氟（烷基乙烯基）醚单体包括用下式 (4) 表示的化合物：



[0029] 其中 m 和 n 各自表示 0 或 1 至 10 的整数， p 为 0 至 3， x 为 0 至 5。

[0030] 可用于本发明的全氟（烷氧乙烯基）醚包括用下式 (5) 表示的化合物：



[0032] 其中 n 为 1 至 5，优选地为 1， m 为 1 至 3。

[0033] 可用于本发明的全氟（烷氧乙烯基）醚包括：例如 $\text{CF}_2 = \text{CF}(\text{OCF}_2\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3)$ 、 $\text{CF}_2 = \text{CF}(\text{OCF}_2\text{OCF}_3)$ 、 $\text{CF}_2 = \text{CF}(\text{OCF}_2)_3\text{OCF}_3$ 、 $\text{CF}_2 = \text{CF}(\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{OCF}_3)$ 、以及它们的组合。

[0034] 还可以使用全氟(烷基乙烯基)醚与全氟(烷氧乙烯基)醚的混合物。

[0035] 将固化部位单体引入全氟弹性体,形成交联结构,从而获得弹性体性质。固化部位单体可以参与过氧化物固化反应。一般来讲,最优化的固化部位单体包含一个或多个溴(Br)基或碘(I)基。固化部位单体可以包含另一种官能团,例如腈(CN)基。

[0036] 优选的包含 Br 或 I 基的固化部位单体包括:二氟溴乙烯、三氟溴乙烯、三氟碘乙烯、4-溴代-3,3,4,4-四氟丁烯-1、 $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{Br}$ 、 $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{Br}$ 、 $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{Br}$ 、以及它们的组合。

[0037] 优选的包含 CN 的固化部位单体包括以下化合物:

[0038] $\text{CF}_2 = \text{CF}(\text{CF}_2)_n\text{CN}$ (6)

[0039] $\text{CF}_2 = \text{CF}[\text{CF}_2\text{CFCF}_3\text{O}]_p\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CN}$ (7)

[0040] $\text{CF}_2 = \text{CF}[\text{OCF}_2\text{CFCF}_3]_x\text{O}(\text{CF}_2)_m\text{CN}$ (8)

[0041] 其中 n 为 2 至 12, p 为 0 至 4, x 为 1 至 2, m 为 1 至 4。

[0042] 优选的包含 CN 的固化部位单体包括全氟(8-氰基-5-甲基-3,6-二氧杂-1-辛烯)。

[0043] 尤其适用于本发明的固化部位单体为三氟溴乙烯。

[0044] 尤其优选的全氟弹性体为通过由大约 50 至 85 摩尔%的 $\text{CF}_2 = \text{CF}_2$ 、大约 15 至 50 摩尔%的 $\text{CF}_2 = \text{CF}(\text{OCF}_3)$ 、以及大约 0.2 至 5.0 摩尔%的固化部位单体构成的三元共聚物交联而获得的全氟弹性体。

[0045] 将少量氟硅烷化合物加入全氟弹性体,可以防止含氟弹性体牢固地固定到基底上。在一个实施例中,本发明的氟硅烷化合物为全氟聚醚的一部分。在一个实施例中,氟硅烷化合物为以硅烷封端的全氟聚醚。

[0046] 可以将极少量的氟硅烷化合物加入弹性体中,并且不会降低弹性体(例如固有的密封材料)的弹性体性质(例如耐热性/压缩永久变形)。

[0047] 氟硅烷化合物优选地为全氟聚醚,例如为具有包含下式(9)的全氟聚醚结构的氟硅烷化合物:

[0048] $\text{R}_f - (\text{Si}(\text{OR})_3)_n$ (9)

[0049] 其中 R_f 为具有全氟醚基团的结构, R 为烷基, n 为 1 或 2。

[0050] 在一些实施例中,氟化聚醚硅烷可以具有包含下式(10)的结构:

[0051] $\text{R}_f^1 - [-\text{QSiY}_{3-x}\text{R}_x^1]_y$ (10)

[0052] 其中 R_f^1 表示单价或二价多氟聚醚基团, Q 表示有机二价连接基团, R^1 表示 C1 至 C4 烷基, Y 表示可水解基团, x 为 0 或 1, y 为 1 或 2。Y 表示可水解基团,例如卤素离子、C1 至 C4 烷氧基、以及酰氧基或聚氧化亚烷基。可水解基团的具体例子包括:甲氧基、乙氧基、丙氧基、氯以及乙酰氧基。

[0053] 在一些实施例中,氟化聚醚硅烷可以具有包含下式(11)的结构: $(\text{RO})_3\text{Si}-\text{L}_r)_m-\text{R}_f-(\text{O}(\text{CF}_2)_s)_n-(\text{OCF}_2)_t)_p-(\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3))_q-\text{R}_f-\text{L}_r-\text{Si}(\text{OR})_3$ (11) 其中 R_f 独立地为全氟化的 C1 至 C4 烷基; m 和 r 各自为 0 或 1; n、p 和 q 各自为 0 至 50 的整数; $n+p+q > 1$; s 和 t 各自为 1 至 4; L 为有机连接基团 $-\text{CO}-\text{NR}'-(\text{CH}_2)_q-$, 其中 R' 为 H 或 C₁ 至 C₄ 烷基; R 为烷基。例子包括: $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{SiC}_3\text{H}_6\text{NHCOCF}_2(\text{OCF}_2\text{CF}_2)_m(\text{OCF}_2)_n\text{CF}_2\text{CONHC}_3\text{H}_6\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 。

[0054] 在一些实施例中,氟化聚醚硅烷可以具有包含下式(12)或(13)的结构:

[0055] $R_fO-(R'_fO)_n-R_f-(R)_r-L-Si(OR)_x$ (12) 或 $((RO)_xSi-L'-R_r)_m-(R_f)_s-(OR'_f)_n-(OR'_f)_p-(OR'_f)_q-(R_f)_s-(R_r-L-Si(RO)_x)_m$ (13)

[0056] 其中 R'_f 独立地为以下结构中的至少一种： $(CFCF_3CF_2)$ 、 (CF_2CFCF_3) 、 (C_2F_4) 、 (CF_2CF_3) 、或 (C_4F_9) ， R_f 独立地为全氟化的 C1 至 C4 烷基； x 为 2 或 3， m 、 s 和 r 各自为 0 或 1； n 、 p 和 q 为 0 至 50 的整数； $n+p+q > 1$ ； L 为有机连接基团 $R-S-C_3H_6$ 、 $O-R-S-C_3H_6$ 或 $CO_2-R-S-C_3H_6$ ； L' 为有机连接基团 C_3H_6-S-R 、 $C_3H_6-S-R-O$ 或 $C_3H_6-S-R-CO_2$ ； R 为烷基。例子包括： $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OC_2H_5)_2$ 、 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CO_2C_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CO_2C_3H_6SC_3H_6Si(OC_2H_5)_3$ 、 $(CH_3O)_3SiC_3H_6SC_3H_6OCH_2CF_2(OC_2F_4)_n(OCF_2)_nCF_2CH_2OC_3H_6SC_3H_6SiOCH_3)_3$ 、 $(C_2H_5O)_3SiC_3H_6SC_3H_6OCH_2CF_2(OC_2F_4)_n(OCF_2)_nCF_2CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OC_2H_5)_3$ 、 $(CH_3O)_3SiC_3H_6SC_3H_6OCH_2CFCF_3[OCF_2CF(CF_3)]_nOC_4F_9O[CFCF_3CF_2O]_qCFCF_3CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、 $(C_2H_5O)_3SiC_3H_6SC_3H_6OCH_2CFCF_3[OCF_2CF(CF_3)]_nOC_4F_9O[CFCF_3CF_2O]_qCFCF_3CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OC_2H_5)_3$ 、 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CH_2CH_2SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CH_2CH_2SC_3H_6Si(OC_2H_5)_3$ 、 $C_3F_7O[CFCF_3CF_2O]_nCFCF_3CF_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、 $C_3F_7O[CF_2CF_2CF_2O]_nC_2F_4CH_2OC_3H_6SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ 、以及 $C_3F_7O[CF_2CF_2CF_2O]_nC_2F_4CH_2CH_2SC_3H_6Si(OCH_3)_3$ ，其中 n 为 0 至 50 的整数， $n+q$ 最大为 30。

[0057] 优选的是，按 100 质量份的全氟弹性体计，氟硅烷化合物的加入量为 0.1 至 2 质量份，0.2 至 1 质量份，或甚至 0.5 至 1 质量份。如果氟硅烷化合物的量过小，就达不到足够的无粘着性效果。如果氟硅烷的量过大，弹性体的性质可能会受到影响（例如，密封性和等离子体耐性）。

[0058] 根据本发明的弹性体组合物可以包含填料（例如炭黑或二氧化硅）、硫化催化剂等，以及氟硅烷化合物。不需要特殊的步骤即可生成无粘着性的含氟弹性体，因为在化合弹性体时可以将氟硅烷化合物与填料一起加入。另外，通过使用现有的处理设备就可以将氟硅烷化合物加入全氟弹性体。因此，可以更容易地生成无粘着性的含氟弹性体，并且成本低于常规表面处理方法。

[0059] 成形的弹性体产品可以通过以下方法制备：将组合物的各组分放入配料机中，然后通过常规方法（例如先硫化和后固化）使组分硫化和成形。

[0060] 由根据本发明的弹性体组合物获得的成形的弹性体产品可以用作半导体装置（例如干蚀装置或 CVD 装置）的密封材料等。由于经过处理的弹性体表面不具有粘着性，因此可以防止弹性体粘附在与弹性体密封材料接触表面上，从而避免粘附损坏密封材料。

[0061] 实例

[0062] 实例 1

[0063] 将 100 质量份的全氟弹性体（商品名为“PFE131T”，由 Dyneon LLC. (Oakdale, MN) 制造）、7.5 质量份的添加剂（商品名为“PFE01C”，由 Dyneon LLC. 制造）、15 质量份的 MT 碳（商品名为“N990”，由 Cancarb, Ltd. (Alberta, Canada) 制造）、1 质量份的二氧化硅（商品名为“AEROSIL R-972”，由 Japan Aerosil Co., Ltd. 制造）、以及 0.25 质量份的以硅烷封端的全氟聚醚（商品名为“ECC-1000”，由 3M 公司 (St. Paul, MN) 制造）化合，得到样品。将获得的化合物在 188℃ 下进行第一次硫化，时间为 15 分钟。然后分别在 200℃ 和 250℃ 的后固化条件下将化合物分别硫化和模制 16 小时和 8 小时，从而制成厚度为 2mm 的片。

[0064] 实例 2

[0065] 执行与实例 1 相同的操作,不同的是将 ECC-1000 的量设定为 0.5 质量份。

[0066] 实例 3

[0067] 执行与实例 1 相同的操作,不同的是将 ECC-1000 的量设定为 0.75 质量份。

[0068] 实例 4

[0069] 执行与实例 1 相同的操作,不同的是将 ECC-1000 的量设定为 1.0 质量份。此外,在与制备片相同的条件下,制成环直径为 25.7mm(内径)、网丝直径为 3.5mm 的 O 形环。

[0070] 比较例

[0071] 执行与实例 1 相同的操作,不同的是不添加氟二硅烷化合物(ECC-1000)。此外,在与制备片相同的条件下,制成环直径为 25.7mm(内径)、网丝直径为 3.5mm 的 O 形环。

[0072] 弹性体的配料比率和硫化性能

[0073] 配料比率和第一次硫化后的性能示于下表 1 中。

[0074] 表 1

[0075]

配料比率	比较例	实例 1	实例 2	实例 3	实例 4
全氟弹性体	100	100	100	100	100
E-18412	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
MT 碳	15	15	15	15	15
二氧化硅	1	1	1	1	1
ECC-1000	0	0.25	0.5	0.75	1.0
硫化性能(188℃, 15 分钟)					
MH (dNm)	108.3	104.3	104.9	101.8	104.2
ML (dNm)	9.2	8.71	8.55	8.78	8.64
Ts2 (分钟)	2.87	2.65	2.79	2.58	2.93
T50 (分钟)	5.47	5.51	5.73	5.27	5.34
T90 (分钟)	9.62	10.9	10.2	9.79	9.70

[0076] 在上表中, MH 表示最大扭矩值, ML 表示最小扭矩值。Ts2 表示上升 2 个点所需的时间, T50 表示 50% 硫化(硫化反应的中点)的时间, T90 表示 90% 硫化(最佳硫化点)的时间。使用 Alpha Technology ODR 2000, 通过测试未固化的、化合的混合物来研究样品的固化流变性, 测试方法与 ASTM D2084-07 中所述的方法类似。

[0077] 弹性体片与金属的剥离强度测试

[0078] 在一片表面用砂纸抛光并除油的不锈钢(SUS)上, 将上述厚度为 2mm 的每种样品片切成 10mm×70mm。安装样品片并用夹具夹住样品片, 然后向其施加压力(片压缩率为 20%)。在施加压力的状态下, 在 100℃ 的烘箱中将样品通过压力粘合 48 小时。从烘箱中取出夹具, 然后在施加压力的状态下使温度冷却至室温, 然后打开烘箱, 对样品进行剥离测试。在剥离测试中, 使用张力测试机, 以 50 毫米/分钟的速率测量橡胶片与金属基材之间的剥离强度。对每个样品测量 3 次, 取平均值。结果示于下表 2 中。

[0079] O 形环的压缩永久变形测试

[0080] 用 ASTM D 395-03 方法 B 和 ASTM D 1414-94 中所述的类似方法测试实例 4 和比较例中 O 形环的压缩永久变形, 在 200℃ 下测试 48 小时。结果以百分比表示。结果示于下

表 2 中。

[0081] 表 2

[0082]

	比较例	实例 1	实例 2	实例 3	实例 4
剥离强度 Kgf	1.05	0.80	0.61	0.15	0.31
压缩永久变形％(200℃,48 小时)	8	—	—	—	12

[0083] — 表示样品未测试。