(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2025년05월07일
(11) 등록번호 10-2803202
(24) 등록일자 2025년04월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 27/12 (2006.01) *C08K 3/36* (2006.01)
C08L 61/06 (2006.01) *C08L 83/04* (2006.01)
C09K 3/10 (2006.01) *F16J 15/10* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08L 27/12 (2013.01)
C08K 3/36 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-7036418
(22) 출원일자(국제) 2021년04월08일
심사청구일자 2022년10월19일
(85) 번역문제출일자 2022년10월19일
(65) 공개번호 10-2022-0158012
(43) 공개일자 2022년11월29일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2021/014937
(87) 국제공개번호 WO 2021/215263
국제공개일자 2021년10월28일
(30) 우선권주장
JP-P-2020-075483 2020년04월21일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
CN103910815 A*
JP04318044 A*
JP2010024339 A*
WO2013069359 A1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
미츠비시 덴센 고교 가부시키가이샤
일본 도쿄도 치요다구 마루노우치 3쵸메 4반 1고
(72) 발명자
야수다 히로아키
일본, 효고 660-0856, 아마가사키-시, 히가시무코지마, 니시노-초, 씨/오 아마가사키 웍스 오브 미츠비시 케이블 인더스트리스, 엘티디., 8
이토 타카오
일본, 효고 660-0856, 아마가사키-시, 히가시무코지마, 니시노-초, 씨/오 아마가사키 웍스 오브 미츠비시 케이블 인더스트리스, 엘티디., 8
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인정특

전체 청구항 수 : 총 7 항 심사관 : 하승규

(54) 발명의 명칭 **엘라스토머 조성물 및 이로 이루어진 실링재**

(57) 요 약

엘라스토머 조성물 및 이를 사용한 실링재에 대하여, 바람직한 내압축파괴성, 압축 영구 변형 등의 특성을 실현한다. 이를 위한 본 개시의 엘라스토머 조성물은, 엘라스토머와, 분체의 페놀 수지와, 분체의 실리카를 포함한다. 본 개시의 실링재는, 본 개시의 엘라스토머 조성물을 가교 성형하여 이루어진다. 당해 실링재는, 반도체 제조장치에 사용하여도 된다.

(52) CPC특허분류
C08L 61/06 (2013.01)
C08L 83/04 (2013.01)
C09K 3/1009 (2013.01)
F16J 15/102 (2013.01)
C09K 2003/1096 (2013.01)
(72) 발명자
타케다 료헤이
일본, 효고 660-0856, 아마가사키-시, 히가시무코지마, 니시노-초, 씨/오 아마가사키 웍스 오브 미츠비시 케이블 인더스트리스, 엘티디., 8
하마무라 타케히로
일본, 효고 660-0856, 아마가사키-시, 히가시무코지마, 니시노-초, 씨/오 아마가사키 웍스 오브 미츠비시 케이블 인더스트리스, 엘티디., 8

명 세 서

청구범위

청구항 1

엘라스토머와,

분체의 페놀 수지와,

분체의 실리카를 포함하되,

상기 엘라스토머는 적어도 플루오로엘라스토머 또는 실리콘 엘라스토머를 포함하고,

상기 페놀 수지의 평균 입경은 1.5㎛ 이상이며 또한 20㎛ 이하이고,

상기 실리카의 비표면적은 90㎡/g 이상인 것을 특징으로 하는 엘라스토머 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 엘라스토머는, 플루오로엘라스토머 및 실리콘 엘라스토머 중 한쪽 또는 양쪽만으로 이루어진 것을 특징으로 하는 엘라스토머 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 엘라스토머는, 플루오로엘라스토머인 것을 특징으로 하는 엘라스토머 조성물.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 페놀 수지의 입경은, 10㎛ 이하인 것을 특징으로 하는 엘라스토머 조성물.

청구항 5

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 엘라스토머 100질량부에 대한 상기 페놀 수지 및 상기 실리카의 배합량은, 각각 1질량부 이상이며 또한 30질량부 이하인 것을 특징으로 하는 엘라스토머 조성물.

청구항 6

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 엘라스토머 조성물을 가교 성형하여 이루어진 실링재.

청구항 7

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 엘라스토머 조성물을 가교 성형하여 이루어진 반도체 제조장치용 실링재.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 개시는, 엘라스토머 조성물 및 이로 이루어진 실링재에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 다양한 특성을 갖는 엘라스토머 조성물이 알려져 있으며, 목적에 따라 이용되고 있다. 예를 들어, 기계 장치에서 기밀성을 얻기 위한 실링재의 경우, 경도, 인장 강도, 내압축파괴성, 압축 영구 변형 등이 중요하다.

[0003] 특허문헌 1에서는, 고무의 가교 밀도를 저하시킴으로써 내압축파괴성을 높이는 것이 개시되어 있다. 또한, 특허문헌 2에서는, 고무의 분자량을 제어함으로써 내압축파괴성을 높이는 것이 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0004] (특허문헌 0001) 특허문헌 1 : 일본 특허공개 2010-235906호 공보

(특허문헌 0002) 특허문헌 2 : 국제공개 2003-074625

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 실링재에 대하여, 압축 파괴를 방지하는 것이 요망된다. 통상적으로, 압축 파괴를 피하기 위하여, 실링재를 사용할 때에는 압축률을 제한한다. 그러나 설계상, 공차, 가열 시의 팽창 등으로 인해, 압축률이 예상보다 커지는 경우가 있다. 특히, 고온에서는 고무의 선 팽창 계수가 커지며 또한 강도는 저하되므로, 압축 파괴가 발생하기 쉽다.

[0006] 내압축파괴성을 높일 목적으로 고무의 가교 밀도를 저하시킨 경우, 압축 영구 변형이 저하된다. 또한, 고무의 분자량을 제어함으로써 내압축파괴성을 높이는 것이 알려져 있으나, 분자량은 폴리머 중합의 차이로 결정되므로, 목적마다 중합의 조건 등을 설정할 필요가 있어, 범용성의 관점에서 뒤떨어진다.

[0007] 본 개시의 목적은, 엘라스토머 조성물 및 이를 사용한 실링재에 대하여, 바람직한 내압축파괴성, 압축 영구 변형 등의 특성을 실현하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 개시의 엘라스토머 조성물은, 엘라스토머와, 분체의 페놀 수지와, 분체의 실리카를 포함한다. 또한, 본 개시의 실링재는, 본 개시의 엘라스토머 조성물을 가교 성형하여 이루어진 것이다. 또한, 본 개시의 실링재는, 반도체 제조장치에 사용하는 실링재이다.

발명의 효과

[0009] 본 개시의 엘라스토머 조성물을 사용하면, 내압축파괴성 및 압축 영구 변형이 우수한 물품을 제조할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 이하, 본 개시의 실시형태에 대해 설명한다. 본 실시형태의 엘라스토머 조성물은, 엘라스토머와, 분체의 페놀 수지와, 분체의 실리카를 포함한다. 페놀 수지 및 실리카를 함께 포함하는 이와 같은 엘라스토머 조성물을 사용하면, 내압축파괴성 및 압축 영구 변형에 대하여 우수한 물품을 제조할 수 있다. 물품의 예로는, 기계장치에서 기밀성을 얻기 위한 실링재, 특히 반도체 제조장치에 사용하는 실링재를 들 수 있다.

[0011] 엘라스토머로는, 플루오로엘라스토머 및 실리콘 엘라스토머가 바람직하다. 이들 중 한쪽만으로 이루어져도 되고, 양쪽을 포함하여도 된다. 이들 엘라스토머를 주성분(50질량% 이상)으로 하고, 다른 종류의 엘라스토머를 포함하여도 된다. 우수한 내압축파괴성 및 압축 영구 변형을 실현하는 목적으로는, 플루오로엘라스토머를 포함하는 것이 바람직하고, 플루오로엘라스토머만인 것이 더욱 바람직하다.

[0012] 플루오로엘라스토머로는, 예를 들어 플루오린화 바이닐리덴(VDF)과 헥사플루오로프로필렌(HFP)과의 공중합체(2원계 FKM), 플루오린화 바이닐리덴(VDF)과 헥사플루오로프로필렌(HFP)과 테트라플루오로에틸렌(TFE)과의 공중합체(3원계 FKM), 테트라플루오로에틸렌(TFE)과 프로필렌(Pr)과의 공중합체(FEP), 플루오린화 바이닐리덴(VDF)과 프로필렌(Pr)과 테트라플루오로에틸렌(TFE)과의 공중합체, 에틸렌(E)과 테트라플루오로에틸렌(TFE)과의 공중합체(ETFE), 에틸렌(E)과 테트라플루오로에틸렌(TFE)과 퍼플루오로메틸 바이닐 에테르(PMVE)와의 공중합체, 플루오린화 바이닐리덴(VDF)과 테트라플루오로에틸렌(TFE)과 퍼플루오로메틸 바이닐 에테르(PMVE)와의 공중합체, 플루오린화 바이닐리덴(VDF)과 퍼플루오로메틸 바이닐 에테르(PMVE)와의 공중합체, 테트라플루오로에틸렌(TFE)과 퍼플루오로알킬 에테르(PFAE)와의 공중합체 등을 들 수 있다. 이들 중 1종 또는 2종 이상을 사용하는 것이 바

람직하다.

[0013] 이들 중 2원계 FKM, 3원계 FKM, FEPM, FFKM, 퍼플루오로폴리에테르가 보다 바람직하다.

[0014] 플루오로엘라스토머의 가교 방법으로는 폴리올 가교와 퍼옥사이드(유기 과산화물) 가교가 알려져 있지만, 그 어느 쪽을 사용할 수도 있다.

[0015] 폴리올 가교는 압축 영구 변형의 관점에서 퍼옥사이드 가교보다 우수하다. 그러나, 폴리올 가교의 경우, 가교 반응 시에 HF가 생성되므로 이를 흡수하기 위해 MgO, $Ca(OH)_2$ 등을 첨가할 필요가 있다. 그 결과, 폴리올 가교의 플루오로엘라스토머는 퍼옥사이드 가교의 플루오로엘라스토머와 비교하면, 함유 금속이 많아 플라즈마 환경하에서 발진하기 쉬운 경향이 있다. 따라서, 반도체 제조장치용 실링재로는 퍼옥사이드 가교 쪽이 바람직하다. 또한, 내약품성, 스팀성의 관점(금속 산화물에 의해 저하되는 경향이 있음)에서도 퍼옥사이드 가교 쪽이 바람직하다. 단, 폴리올 가교의 플루오로엘라스토머에 대해서도, 페놀 수지 분말을 배합함으로써 압축 영구 변형이 개선되는 효과는 실현되므로, 폴리올 가교의 경우를 배제하는 것은 아니다.

[0016] 퍼옥사이드는 소정의 온도로 가열된 때에 고무 성분을 가교시키는 열가교제이다. 구체적인 예로는, 1,1-비스(t-뷰틸퍼옥시)-3,5,5-트라이메틸사이클로헥세인, 2,5-다이메틸헥세인-2,5-다이하이드로퍼옥사이드, 다이-t-뷰틸 퍼옥사이드, t-뷰틸 큐밀 퍼옥사이드, 다이큐밀 퍼옥사이드, α,α-비스(t-뷰틸퍼옥시)-p-다이아이소프로필벤젠, 2,5-다이메틸-2,5-다이(t-뷰틸퍼옥시)헥세인, 2,5-다이메틸-2,5-다이(t-뷰틸퍼옥시)-헥사인-3, 벤조일 퍼옥사이드, t-뷰틸 퍼옥시벤젠, t-뷰틸 퍼옥시말레산, t-뷰틸 퍼옥시아이소프로필 카보네이트, t-뷰틸 퍼옥시벤조네이트 등을 들 수 있다. 퍼옥사이드는, 이들 중 1종 또는 2종 이상을 사용하는 것이 바람직하고, 우수한 물성을 얻는 관점에서 2,5-다이메틸-2,5-다이(t-뷰틸퍼옥시)헥세인을 사용하는 것이 보다 바람직하다.

[0017] 또한, 폴리올계 가교제로는 비스페놀류가 바람직하다. 구체적으로는, 예를 들어 2,2-비스(4-하이드록시페닐)프로페인[비스페놀A], 2,2-비스(4-하이드록시페닐)퍼플루오로프로페인[비스페놀AF], 비스(4-하이드록시페닐)설폰[비스페놀S], 비스페놀A-비스(다이페닐포스페이트), 4,4'-다이하이드록시다이페닐, 4,4'-다이하이드록시다이페닐메테인, 2,2-비스(4-하이드록시페닐)뷰테인 등의 폴리하이드록시 방향족 화합물을 들 수 있다. 폴리올은 우수한 물성을 얻는 관점에서 비스페놀A, 비스페놀 AF 등이 바람직하다. 이들은 알칼리 금속염 또는 알칼리 토류 금속염의 형태여도 된다.

[0018] 실리콘 고무로는, 예를 들어, 메틸 바이닐 실리콘 고무, 메틸 바이닐 페닐 실리콘 고무, 플루오로 실리콘 고무 등을 들 수 있다. 실리콘 고무는, 이들 중 1종 또는 2종 이상이 사용되는 것이 바람직하다. 실리콘 고무의 가교는, 유기 과산화물이 사용되어 이루어져도 되고, 축합 중합에 의해 이루어져도 되며, 백금 촉매가 사용되어 이루어지는 등, 어느 것이어도 된다.

[0019] 다음으로, 페놀 수지는, 분체로서 사용하는 것이 바람직하다. 특히, 평균 입경이 20㎛ 이하인 것이 바람직하고, 10㎛ 이하인 것이 보다 바람직하며, 6㎛ 이하인 것이 더욱 바람직하다. 그리고, 평균 입경은 레이저 회절 산란법에 의해 측정한 50% 입도를 말하는 것으로 한다.

[0020] 또한, 본 실시형태에 있어서, 페놀 수지는 반응이 완료된 것이 바람직하다. 예를 들어, 메탄올 중에서 가열 환류했을 때의 추출분이 10질량% 이하인 것이 바람직하다. 또한, 유리 페놀 함유량이 500ppm 이하인 페놀 수지가 바람직하다.

[0021] 페놀 수지의 배합량은, 압축 영구 변형을 개선시키는 관점에서, 고무 성분 100질량부에 대하여, 바람직하게는 1질량부 이상이고, 보다 바람직하게는 3질량부 이상이며, 더욱 바람직하게는 5질량부 이상이다. 또한, 동일한 관점에서 페놀 수지의 배합량은 바람직하게는 30질량부 이하이고, 보다 바람직하게는 25질량부 이하이며, 더욱 바람직하게는 15질량부 이하이다.

[0022] 다음으로, 실리카에 대해서도, 분체로서 사용하는 것이 바람직하다. 실리카는 BET법에 따라 측정되는 비표면적이 90㎡/g 이상인 것이 바람직하다. 실리카로는, 건식 실리카나 습식 실리카 등의 합성 비정질 실리카가 바람직하고, 친수성 건식 실리카나 소수성 건식 실리카 등의 건식 실리카가 보다 바람직하며, 소수성 건식 실리카가 더욱 바람직하다.

[0023] 또한, 실리카는 표면 처리되어 있어도 된다. 예를 들어, 실레인 커플링제에 의해 표면 처리되고, 메틸기, 다이메틸기, 트라이메틸기 등이 도입되어 있어도 된다.

[0024] 실리카의 배합량은, 내압축파괴성을 개선시키는 관점에서, 고무 성분 100질량부에 대하여, 바람직하게는 1질량

부 이상이고, 보다 바람직하게는 3질량부 이상이며, 더욱 바람직하게는 5질량부 이상이다. 또한, 동일한 관점에서 실리카의 배합량은 바람직하게는 30질량부 이하이고, 보다 바람직하게는 25질량부 이하이며, 더욱 바람직하게는 15질량부 이하이다.

[0025] 또한, 본 실시형태의 실링재를 구성하는 플루오로엘라스토머 조성물은, 수소 자리 보호제를 추가로 함유하여도 된다. 수소 자리 보호제는, 고무 제품의 제조 시에 방사선이 조사되었을 때, 고무 성분의 탄소-수소 간 결합이 절단되어 생성되는 탄소의 라디칼에 결합하는 화합물이다.

[0026] 수소 자리 보호제는, 분자 내에 고무 성분의 탄소의 라디칼에 결합하는 알케닐기를 갖는 퍼플루오로 골격의 화합물, 및/또는, 분자 내에 고무 성분의 탄소의 라디칼에 결합하는 알케닐기를 갖는 실록세인 골격의 화합물을 포함하는 것이 바람직하다. 알케닐기로는, 예를 들어 바이닐기, 알릴기, 뷰텐일기, 펜텐일기, 헥센일기, 헵텐일기 등을 들 수 있다. 알케닐기는, 이들 중 바이닐기가 바람직하다.

[0027] 분자 내에 알케닐기를 갖는 퍼플루오로 골격의 화합물로는, 예를 들어 퍼플루오로폴리에테르 구조의 화합물, 퍼플루오로알킬렌 구조의 화합물 등을 들 수 있다. 분자 내에 알케닐기를 갖는 실록세인 골격의 화합물로는, 예를 들어 메틸 바이닐 실록세인의 중합체, 다이메틸 실록세인의 중합체, 다이메틸 실록세인과 메틸 바이닐 실록세인과의 공중합체, 다이메틸 실록세인과 메틸 바이닐 실록세인과 메틸 페닐 실록세인과의 공중합체 등을 들 수 있다. 그 밖에, 부가중합의 액상 실리콘 고무인, 분자 중에 알케닐기를 함유하는 오가노폴리실록세인을 들 수 있다. 수소 자리 보호제는 이들 중 1종 또는 2종 이상을 사용하는 것이 바람직하다.

[0028] 수소 자리 보호제의 함유량은, 내플라즈마성을 높이는 관점에서, 고무 성분 100질량부에 대하여 바람직하게는 1질량부 이상, 보다 바람직하게는 5질량부 이상이며, 또, 바람직하게는 20질량부 이하, 보다 바람직하게는 15질량부 이하이다.

[0029] 미가교 플루오로고무 조성물은 오픈롤 등의 개방식 고무 혼련기, 또는, 니더 등의 밀폐식 고무 혼련기를 이용하여 조제할 수 있다. 이들 중 특히 오픈롤 등의 개방식 고무 혼련기에서 우수한 혼련 가공성을 얻을 수 있다.

[0030] 이상과 같은 플루오로고무 조성물로부터 실링재 등의 물품을 제조하기 위해서는, 예를 들어 금형을 이용한 가공을 실시한다. 즉, 본 실시형태에 따른 미가교 플루오로고무 조성물의 소정량을, 예열한 금형의 캐비티에 충전하고, 이어서 금형을 닫은 후, 그 상태에서 소정의 성형 온도 및 소정의 성형 압력으로 소정의 성형 시간만큼 유지한다. 이때, 미가교 플루오로고무 조성물이 캐비티의 형상으로 성형됨과 함께, 고무 성분이 가교제에 의해 가교하여 가소성을 상실한다. 이 성형은 프레스 성형이어도 되고, 또 사출 성형이어도 된다. 성형 온도는, 예를 들어 150℃ 이상 180℃ 이하이다. 성형 압력은, 예를 들어 0.1MPa 이상 25MPa 이하이다. 성형 시간은, 예를 들어 3분 이상 20분 이하이다. 그리고, 금형을 열고, 내부로부터 성형품을 꺼내서 냉각함으로써, 고무 제품을 얻을 수 있다. 그리고, 금형으로부터 꺼낸 성형품에 대해서는, 추가로 가열 온도 150℃ 이상 250℃ 이하 및 가열 시간 2시간 이상 24시간 이하의 열처리를 실시해도 된다.

[0031] 실리콘 고무를 사용하는 경우에 대해서도, 상세 조건 등은 반드시 동일할 필요는 없지만, 플루오로고무를 사용하는 경우와 마찬가지로 하여 실링재를 제조할 수 있다.

[0032] 상기와 같이 하여 제조된 실링재는, 기계장치에서 기밀성을 얻기 위해 사용할 수 있다. 특히, 고온, 고압의 조건에서도 사용할 수 있고, 반도체 제조장치 등에서 유효하게 사용할 수 있다.

[0033] **실시예**

[0034] 이하, 본 개시의 엘라스토머 조성물과, 이를 사용한 반도체 제조장치용 실링재에 대하여 실시예 1~7 및 비교예 1~15를 설명한다. 배합 및 특성에 대하여, 각각 표 1~표 3에도 기재한다.

[0035] --엘라스토머 조성물로 이루어진 실링재 제작--

[0036] (실시예 1)

[0037] 플루오로고무 성분의 FKM(Solvay사제, 상품명: Tecnoflon P959) 100질량부에 대하여, 가교제로서 유기 과산화물(니혼유시 가부시끼가이샤제, 상품명: PERHEXA 25B) 1.5질량부와, 가교조제로서 트라이알릴 아이소사이아누레이트(미쓰비시 케미컬 가부시끼가이샤제, 상품명: TAIC) 2.5질량부와, 페놀 수지 분말(에어 워터 벨펄사제, 상품명: BELLPEARL R100) 5질량부와, 실리카(닛뽄 아에로질 가부시끼가이샤제, 상품명: AEROSIL R972) 5질량부를 더하고, 오픈롤에 의해 혼련하였다. 혼련한 화합물을 160℃에서 10분간 프레스 성형하였다. 그 후, 기어 오븐 안에서 200℃에서 4시간, 2차 가교를 실시하였다. 얻어진 실링재를 실시예 1의 실링재로 하였다. 그리고,

BELLPEARL R100의 평균 입경은 1.5㎛이다.

[0038] (실시예 2)

[0039] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100) 및 실리카(AEROSIL R972)의 배합량을 함께 10질량부(플루오로고무 100질량부에 대함. 이하, 배합제의 질량부에 대하여 마찬가지로 고무 성분 100질량부에 대한 값임을 생략하고 기재하는 경우가 있음)로 한 것 외에는 실시예 1과 동일하게 실시예 2의 실링재를 제작하였다.

[0040] (실시예 3)

[0041] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100)의 배합량을 25질량부, 실리카(AEROSIL R972)의 배합량을 5질량부로 한 것 외에는 실시예 1과 동일하게 실시예 3의 실링재를 제작하였다.

[0042] (실시예 4)

[0043] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100)의 배합량을 5질량부, 실리카(AEROSIL R972)의 배합량을 25질량부로 한 것 외에는 실시예 1과 동일하게 실시예 4의 실링재를 제작하였다.

[0044] (실시예 5)

[0045] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100) 및 실리카(AEROSIL R972)의 배합량을 함께 25질량부로 한 것 외에는 실시예 1과 동일하게 실시예 5의 실링재를 제작하였다.

[0046] (실시예 6)

[0047] 플루오로고무 성분의 FKM(Chemours사제, 상품명: Viton A-50) 100질량부에 대하여, 가교제 및 촉매(Chemours사제, 상품명: Curative V-50) 2.5질량부, 산 수용체(acid acceptor)로서 산화 마그네슘(쿄와 가가꾸 고교 가부시끼가이샤제, 상품명: Kyowamag 150) 3질량부 및 수산화 칼슘(오미 가가꾸 고교 가부시끼가이샤제, 상품명: CALVIT) 6질량부와, 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100) 10질량부와, 실리카(AEROSIL R972) 10질량부를 더하고, 오픈롤에 의해 혼련하였다. 혼련한 화합물을 160℃에서 20분간 프레스 성형하였다. 그 후, 기어 오븐 안에서 250℃에서 24시간, 2차 가교를 실시하였다. 얻어진 실링재를 실시예 6의 실링재로 하였다.

[0048] (실시예 7)

[0049] 실리콘 고무 성분의 VMQ(실리카가 25부 첨가된 VMQ, 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤제, 상품명: KE-961T-U) 100질량부에 대하여, 가교제로서 유기 과산화물(신에쓰 가가쿠 고교 가부시끼가이샤제, 상품명: C-8) 2질량부, 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100) 10질량부를 더하고, 오픈롤에 의해 혼련하였다. 혼련한 화합물을 160℃에서 10분간 프레스 성형하였다. 그 후, 기어 오븐 안에서 200℃에서 4시간, 2차 가교를 실시하였다. 얻어진 실링재를 실시예 7의 실링재로 하였다.

[0050] 그리고, VMQ 중의 실리카 함유량은, 질소 분위기 하에서 실리콘 고무를 열분해한 때의 잔사 중량을 실리카 중량으로 하여 함유율을 계산한 것이다.

[0051] (비교예 1)

[0052] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100) 및 실리카(AEROSIL R972)의 배합량을 0질량부(즉, 첨가하지 않음)로 한 것 외에는 실시예 1과 동일하게 비교예 1의 실링재를 제작하였다.

[0053] (비교예 2)

[0054] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100)의 배합량을 10질량부로 한 것 외에는 비교예 1과 동일하게 비교예 2의 실링재를 제작하였다.

[0055] (비교예 3)

[0056] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100)의 배합량을 25질량부로 한 것 외에는 비교예 1과 동일하게 비교예 3의 실링재를 제작하였다.

[0057] (비교예 4)

[0058] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100)의 배합량을 50질량부로 한 것 외에는 비교예 1과 동일하게 비교예 4의 실링재를 제작하였다.

[0059] (비교예 5)

[0060] 페놀 수지 분말로서, BELLPEARL R100을 대신하여 BELLPEARL R800(상품명. 에어 워터 벨펄사제)을 사용한 것 외에는 비교예 2와 동일하게 비교예 5의 실링재를 제작하였다. 그리고, BELLPEARL R800의 평균 입경은 22㎛이다.

[0061] (비교예 6)

[0062] 실리카(AEROSIL R972)의 배합량을 10질량부로 한 것 외에는 비교예 1과 동일하게 비교예 6의 실링재를 제작하였다.

[0063] (비교예 7)

[0064] 실리카(AEROSIL R972)의 배합량을 25질량부로 한 것 외에는 비교예 1과 동일하게 비교예 7의 실링재를 제작하였다.

[0065] (비교예 8)

[0066] 실리카(AEROSIL R972)의 배합량을 25질량부로 한 것 외에는 비교예 1과 동일하게 비교예 8의 실링재 제작을 시도했지만, 실리카를 40질량부 정도 더한 시점에서 롤 혼련이 불가능해져서 제작할 수 없었다.

[0067] (비교예 9)

[0068] 카본 블랙(Cancarb사제, 상품명: Thermax N990) 25질량부를 추가로 더한 것 외에는 비교예 1과 동일하게 비교예 9의 실링재를 제작하였다.

[0069] (비교예 10)

[0070] 카본 블랙(Thermax N990) 10질량부와, 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100) 10질량부를 추가로 더한 것 외에는 비교예 1과 동일하게 비교예 10의 실링재를 제작하였다.

[0071] (비교예 11)

[0072] 카본 블랙(Thermax N990) 10질량부와, 실리카(AEROSIL R972) 10질량부를 추가로 더한 것 외에는 비교예 1과 동일하게 비교예 11의 실링재를 제작하였다.

[0073] (비교예 12)

[0074] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100) 및 실리카(AEROSIL R972)의 배합량을 0질량부(즉, 첨가하지 않음)로 한 것 외에는 실시예 6과 동일하게 비교예 12의 실링재를 제작하였다.

[0075] (비교예 13)

[0076] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100)의 배합량을 10질량부로 한 것 외에는 비교예 12와 동일하게 비교예 13의 실링재를 제작하였다.

[0077] (비교예 14)

[0078] 실리카(AEROSIL R972)의 배합량을 10질량부로 한 것 외에는 비교예 12와 동일하게 비교예 14의 실링재를 제작하였다.

[0079] (비교예 15)

[0080] 페놀 수지 분말(BELLPEARL R100)의 배합량을 0질량부(즉, 첨가하지 않음)로 한 것 외에는 실시예 7과 동일하게 비교예 15의 실링재를 제작하였다.

[0081] --시험 평가 방법--

[0082] (경도)

[0083] 제작한 실링재의 경도는 JIS K6253-3에 따라 타입 A의 듀로미터를 사용하여 순간값으로 측정하였다.

[0084] (인장 강도, 신장, 100% 모듈러스)

[0085] 제작한 실링재의 인장 강도, 신장, 및 100% 모듈러스는 모두 JIS K6252에 기초하여 두께 2㎜의 3호 덤벨형 시험편에 의해 측정하였다.

[0086] (압축 영구 변형)

[0087] 제작한 실링재의 압축 영구 변형은 JIS K6262에 기초하여 AS-214 O링을 반으로 자른 시험편에 의해 측정하였다. 가열 조건은, 실시예 5 및 비교예 15에 대하여 150℃, 72시간, 그 외에 대하여 200℃, 72시간으로 하였다. 압축률은 25%로 하였다.

[0088] (내압축파괴성)

[0089] 작성한 실링재의 내압축파괴성에 대해서는, O링을 절단하지 않고, 압축률을 50%, 가열 조건을 180℃, 4시간으로 한 것 외에는 압축 영구 변형의 측정과 동일하게 실시하였다. 각각 3개의 시험편에 대하여 실시하고, 균열이 발생하지 않은 수를 기록하였다.

[0090] --시험 평가 결과--

표 1

		실시예					비교예										
		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
베이스 고무	FKM(Tecnoflon P959)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
가교제	유기 과산화물(PERHEXA 25B)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
가교조제	다작용성 화합물(TAIC)	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
충전제	페놀 수지(BELLPEARL R100)	5	10	25	5	25	–	10	25	50	–	–	–	–	–	10	–
	페놀 수지(BELLPEARL R800)	–	–	–	–	–	–	–	–	–	10	–	–	–	–	–	–
	카본 블랙(Thermax N990)	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	25	10	10
	실리카	5	10	5	25	25	–	–	–	–	10	10	25	50	–	–	10
상태 물성	경도(Type-A)	66	74	73	84	92	51	58	69	85	67	65	83	잔성 불가능	68	64	70
	인장 강도(MPa)	20.3	21.5	24.3	23.5	22.4	8.9	14.5	20.3	20.6	15.1	20.3	23.2		24.2	21.5	19.8
	신장(%)	280	210	190	250	110	290	210	190	120	230	270	230		260	200	250
	100% 모듈러스(MPa)	3.9	6.0	8.3	8.6	20.9	1.3	2.8	7.5	17.2	3.9	3.7	8.4		5.6	5.1	4.5
내열성	압축 영구 변형(%)	15	18	23	30	35	27	13	17	24	붕괴	36	40		25	13	37
내압축파괴성	압축 균열이 없었던 수	3	3	3	3	3	0	1	2	2	0	1	1		1	2	1

[0091]

[0092] 표 1에, 실시예 1~5와, 비교예 1~11에 대하여, 엘라스토머 조성물의 배합 및 시험 평가 결과를 기재한다.

[0093] 실시예 1~5에 대하여, 압축 파괴는 발생하지 않았다(3번 시험을 실시하였고, 압축 균열이 발생하지 않은 수가 3이다). 이에 반해, 비교예 1~11에서는, 적어도 하나는 압축 파괴가 발생하였다. 따라서, 페놀 수지 및 실리카를 함께 배합함으로써, 내압축파괴성이 개선된다.

[0094] 비교예 1은, 페놀 수지 및 실리카를 어느 쪽도 배합하지 않은 예다. 내압축파괴성의 시험에 의하여 3번 모두 시험편은 균열되어, 내압축파괴성은 낮다.

[0095] 페놀 수지만을 배합하는 비교예 2~4에 대하여, 배합량을 증가시킴으로써 내압축파괴성이 개선되는 경향은 보인다. 그러나, 배합량이 50질량부의 비교예 4에서도 3번 시험에서 1번은 균열되었다. 이에 반해, 페놀 수지 및 실리카의 합계 배합량이 더하여 10질량부인 실시예 1에 있어서, 균열은 방지되었다. 따라서, 단순히 배합량을 증가시키는 것으로는 내압축파괴성을 충분히 개선시킬 수 없고, 페놀 수지 및 실리카를 함께 사용하는 것이 효과를 발휘한다.

[0096] 또한, 실리카만을 배합하는 비교예 6 및 7의 경우, 페놀 수지 및 실리카 어느 쪽도 배합하지 않은 경우(비교예 1)와 비교하면, 다소는 내압축파괴성이 개선된다. 그러나, 3번 시험에서 2번은 균열되어, 충분한 효과는 없다. 또한, 실시예 8과 같이, 실리카를 50질량부로 한 실링재는 작성 불가능하였다.

[0097] 또한, 비교예 6에서는 압축 영구 변형이 36%임에 비하여, 실시예 2에서는 18%이다. 이 2예에서 실리카 배합량은 동일한 점으로부터, 페놀 수지를 배합함으로써 압축 영구 변형이 개선됨이 나타난다. 비교예 7과 실시예 4의 비교로부터도, 마찬가지로 나타난다. 실리카를 배합하면 압축 영구 변형은 열화되는 경향에 있지만, 추가로 페놀 수지를 배합함으로써, 열화는 억제된다.

[0098] 비교예 9~11은 카본 블랙을 배합하는 예다. 내압축파괴성에 관하여(비교예 1과 비교한 경우) 다소의 개선은 보이지만, 불충분하다. 페놀 수지를 추가로 배합하는 비교예 10에서는, 비교예 9 또는 11보다 우수하지만, 실시예에는 미치지 않는다.

[0099] 또한, 비교예 9~11에 대하여, 인장 강도는 20 전후로, 이는 바람직한 값이다. 이에 대하여, 실시예 1~5에 대해서도 인장 강도는 20 이상의 값이다. 즉, 인장 강도에 관하여, 페놀 수지 및 실리카를 함께 충전제로서 배합하면, 일반적인 충전제인 카본 블랙과 동등한 효과가 있다. 따라서, 인장 강도를 열화시키지 않고 내압축파괴성을 개선할 수 있다.

[0100] 비교예 5는, 실시예 2와는 페놀 수지의 평균 입경만이 다르다. 실시예 2에서는 페놀 수지의 평균 입경은 1.5㎛ 정도, 비교예 5에서는 22㎛ 정도이다. 비교예 5의 경우, 압축 영구 변형 시험에서 시험편은 붕괴되었고, 또, 내압축파괴성 시험에서 3번 시험에서 모두 균열이 발생했다. 따라서, 페놀 수지의 평균 입경에는 바람직한 범위가 존재한다.

[0101] 그리고, 실시예로서 표 1에는 나타내지 않지만, 평균 입경이 5.8㎛ 정도의 페놀 수지 분말(에어 워터 벨펄사제, 상품명: BELLPEARL R200)을 사용한 경우에도 내압축파괴성 등의 개선은 확인되었다.

표 2

[0102]

		실시예	비교예		
		6	12	13	14
폴리머	FKM(Viton A-50)	100	100	100	100
가교제	폴리올(Curative V50)	2.5	2.5	2.5	2.5
산 수용체	산화 마그네슘(Kyowamag 150)	3	3	3	3
	수산화 칼슘(CALVIT)	6	6	6	6
충전제	페놀 수지(BELLPEARL R100)	10	-	10	-
	실리카(AEROSIL R972)	10	-	-	10
상태 물성	경도(Type-A)	77	56	64	73
	인장 강도(MPa)	13.2	8.2	10.5	15.1
	신장(%)	240	290	250	240
	100% 모듈러스(MPa)	5.6	1.8	2.8	4.7
내열성	압축 영구 변형	21	19	20	28
내압축파괴성	압축 균열이 없었던 수	3	0	1	1

[0103] 다음으로, 표 2에 실시예 6과 비교예 12~14에 대하여 엘라스토머 조성물의 배합 및 시험 평가 결과를 기재한다. 실시예 6 및 비교예 12~14는, 폴리올 가교의 플루오로고무를 사용한 예다.

[0104] 페놀 수지 및 실리카를 함께 배합하는 실시예 6에서는, 내압축파괴성의 시험에서 균열이 발생하지 않는다. 이에 반해, 페놀 수지 및 실리카의 한쪽 또는 양쪽을 배합한 비교예 12~14에서는, 균열이 발생한다.

[0105] 이들의 예로부터, 폴리올 가교의 플루오로고무에 대해서도, 페놀 수지 및 실리카 양쪽을 배합함으로써 내압축파괴성이 개선됨이 나타난다.

표 3

[0106]

		실시예	비교예
		7	15
베이스 고무	VMQ(KE-961T-U)	100	100
가교제	유기 과산화물(C-8)	2	2
충전제	페놀 수지(BELLPEARL R100)	10	-
상태 물성	경도(Type-A)	65	57
	인장 강도(MPa)	8.4	8.1
	신장(%)	230	393.8
	100% 모듈러스(MPa)	2.9	2.3
내열성	압축 영구 변형	21	14
내압축파괴성	압축 균열이 없었던 수	3	2

[0107] 다음으로, 표 3에 실시예 7과 비교예 15에 대하여 엘라스토머 조성물의 배합 및 시험 평가 결과를 기재한다. 실시예 7 및 비교예 15는, 실리콘 고무를 사용한 예다. 표 3에 직접은 나타내지 않지만 사용한 실리콘 고무는 실리카를 함유한다. 따라서, 실시예 7과 비교예 15는 함께 실리카를 포함하고, 차이는 페놀 수지를 포함하는지 여부다.

[0108] 실시예 7에 대하여, 내압축파괴성 시험에서 균열은 발생하지 않았다. 이에 반해, 비교예 15에서는 3번 시험에서 1번은 균열이 발생했다. 따라서, 실리콘 고무를 사용한 경우에도, 페놀 수지 및 실리카 양쪽을 배합함으로써 내압축파괴성이 개선됨이 나타났다.

산업상 이용가능성

[0109] 본 개시의 엘라스토머 조성물 및 실링재는, 내압축파괴성, 압축 영구 변형 등의 특성이 우수하므로, 이들 특성에 대한 요구가 엄격한 조건에서의 사용에 유용하다. 또한, 본 개시의 엘라스토머 조성물은, 내압축파괴성, 압축 영구 변형 등의 특성이 우수하므로, 예를 들어, 호스, 튜브, 반송용 패드, 반송용 롤러에 성형하여 사용하기 위한 목적에 유용하다.