

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4087470号  
(P4087470)

(45) 発行日 平成20年5月21日 (2008.5.21)

(24) 登録日 平成20年2月29日 (2008.2.29)

(51) Int.Cl.		F I		
<b>B05D</b>	<b>7/24</b>	<b>(2006.01)</b>	B05D	7/24 302L
<b>C08J</b>	<b>7/04</b>	<b>(2006.01)</b>	C08J	7/04 A
			C08J	7/04 L

請求項の数 2 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願平9-68762	(73) 特許権者	596170170
(22) 出願日	平成9年3月21日 (1997.3.21)		ゼロックス コーポレーション
(65) 公開番号	特開平10-43683		XEROX CORPORATION
(43) 公開日	平成10年2月17日 (1998.2.17)		アメリカ合衆国 コネチカット州 スタン
審査請求日	平成16年2月20日 (2004.2.20)		フォード、ロング・リッジ・ロード 80
(31) 優先権主張番号	623290		O
(32) 優先日	平成8年3月28日 (1996.3.28)	(74) 代理人	100079049
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 中島 淳
		(74) 代理人	100084995
			弁理士 加藤 和詳
		(72) 発明者	サントク エス. バデシャ
			アメリカ合衆国 14534 ニューヨー
			ク州 ピッツフォード プロムレイ ロー
			ド 48

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 支持体上にフルオロエラストマー表面を施す方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

a) フルオロエラストマーを溶解する工程；  
 b) 前記フルオロエラストマーに脱フッ化水素処理剤を添加する工程；  
 c) 前記フルオロエラストマーの重量に対して 0.5 ~ 10 重量%のアミノシランを前記フルオロエラストマーに添加して反応させ、均質なフルオロエラストマー溶液を作成する工程；及び

d) 前記均質なフルオロエラストマー溶液を支持体に施して、少なくとも1つの層を作成する工程

を含むこと、及び、

前記アミノシランが  $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_n\text{NH}(\text{CH}_2)_m\text{Si}[(\text{OR})_t(\text{R}')_w]$  の式で示され、式中、n 及び m は 1 ~ 20 の整数であり、 $t + w = 3$  であり、R 及び R' は炭素数 1 ~ 20 の脂肪族炭化水素鎖又は炭素数 6 ~ 24 の芳香族基であること

を特徴とする、支持体上にフルオロエラストマー表面を施す方法。

【請求項 2】

前記脱フッ化水素処理剤が、水酸化カルシウム及び酸化マグネシウムからなる群から選択されることを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する分野】

本発明は、エラストマー表面と、支持体上にエラストマー表面を施す方法に関する。得られる表面は、ドナーロール、加圧ロール、フューザロール、トナー移送ベルト又はローラの表面等の、静電写真方法、特にゼログラフィック方法におけるコンポーネントの表面として有用である。具体例では、本発明はフルオロエラストマー表面を提供するための全処理における硬化処理中にカブリング剤及び架橋剤を添加する必要をなくすことによって、ユニット製造コストの削減を可能にする。さらに、本発明の方法では最終のボールミル粉碎工程が不必要であるので、硬化に必要な時間が低減され、コストも低下する。得られるフルオロエラストマー表面は、公知の方法を用いて硬化された表面と比較して十分な靱性を有し、化学的、物理的及び熱的安定性が増大される。

【 0 0 0 2 】

10

【従来の技術】

一般に、例えばドナーロール、加圧ロール、フューザロール、トナー移送ベルト又はローラの表面等の支持体上にエラストマー表面を提供する方法としては、典型的な溶媒中にフルオロエラストマーを溶解し、その後脱フッ化水素処理剤を添加する方法がある。脱フッ化水素処理剤は、フルオロエラストマー上に架橋サイトを提供する主鎖中の二重結合をつくり出す。次いで、架橋剤及び促進剤を含む求核性硬化剤が添加され、酸受容体として作用できる塩基性金属酸化物が微粒子の形態で添加される。溶液が長時間ボールミル磨砕されると、微細分散液が形成され、次いでそれを用いて従来の成形技術によりエラストマー表面が形成される。エラストマーが支持体上に提供された後、支持体には段階加熱硬化処理が施される。

20

【 0 0 0 3 】

硬化工程はフルオロエラストマー表面の製造の本質的な部分であると考えられることができる。硬化レベルは、エラストマーの化学的特性と物理的特性の両特性と共に高温安定性に影響を与えるという点で非常に重要である。高温安定性はフュージングサブシステムアプリケーションに対しては重要なことであるが、不完全な硬化は液状及び乾式トナーの転写効率に悪影響を及ぼすおそれがある。硬化メカニズムの詳細については、A. L. ロドテティス (A. L. Lodothetis) の「Chemistry of Fluorocarbon Elastomers」(「Progress in Polymer Science」14巻251～296ページ、1989年)に述べられている。3つのカテゴリーの硬化剤が知られており、これにはジアミン及びそれらのカルバメート塩、ペルオキサイド並びにビスフェノールをベースとしたジオールが含まれる。

30

【 0 0 0 4 】

知られている硬化剤は、塩基性金属酸化物 ( $MgO$  及び  $Ca(OH)_2$ )、脂肪族アミン及び芳香族アミン (芳香族基はベンゼン、トルエン、ナフタリン、アントラセン等であり得る) であった。ジアミンのカテゴリーでは、ヘキサメチレンジアミンが最も一般的に使用される硬化剤である。特に好ましい硬化剤は、架橋剤 (ビスフェノール A F) 及び促進剤 (例えば第四ホスホニウム塩) を含む VC - 50 等の求核性硬化剤である。VC - 50 は、より熱的に安定した生成物を提供するので好適である。ここで  $MgO$  等の金属酸化物は酸受容体として作用する。しかし、塩基性金属酸化物は脱フッ化水素処理剤又は硬化剤のいずれかとして使用できる。

【 0 0 0 5 】

40

知られているペルオキサイド硬化剤の例としては、ビス (2, 4 - ジクロロベンゾイル) ペルオキサイド、ジ - ベンゾイルペルオキサイド、ジ - クミルペルオキサイド、ジ - t - ブチルペルオキサイド、及び 2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ビス (t - ブチルペルオキシ) ヘキサンが挙げられる。フルオロカーボンのフリーラジカルペルオキサイド硬化には通常、フルオロカーボンポリマー主鎖上に反応サイトとして、硬化サイトモノマー即ち CSM (例えばプロモトリフルオロエチレン) が組み込まれ、網状構造を形成するために架橋剤としてトリアリルイソシアヌレート即ち TAIC 等の助剤を使用する。TAIC 中の 3つのアリル基は、架橋剤中の結合サイトであり、3次元網状構造を生成する。熱 (及び圧力も可能) を用いてペルオキサイド (例えば 2, 5 - ビス - (t - ブチルペルオキシ) - 2, 5 - ジメチルヘキサン) をラジカルに分離させる。次いでこれによりポリマー鎖の C S

50

MとT A I Cのアリル基においてラジカル形成が開始される。次にT A I Cがポリマーラジカル中間体と結合し、架橋されたエラストマーが生成される。M g O及びC a ( O H )<sub>2</sub>等の金属酸化物は、生成され得る任意のフッ化水素処理を掃去することができる。

【 0 0 0 6 】

本明細書中に挙げるもののような公知の硬化処理には、脱フッ化水素処理剤に加えて硬化剤及び架橋剤の添加が必要である。これら硬化剤及び架橋剤は、硬化処理のコストを大幅に増大する。さらに、金属酸化物を使用する場合には通常ボールミル磨砕工程が必要である。ボールミル磨砕工程は極めてコストと時間のかかる手順であり、約2～24時間程の時間が必要である。さらに、十分な靱性と共に十分な化学的、物理的及び熱的安定性を有するフルオロエラストマーを形成するには、硬化手順は非常に注意深く細部にこだわって行わなければならない。

10

【 0 0 0 7 】

故に、十分な靱性と十分な化学的、物理的及び熱的安定性を有するエラストマーを得ることのできる、よりコスト効率がよく時間のかからないフルオロエラストマー表面の提供方法を得ることが望ましい。

【 0 0 0 8 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、上記の利点の多くを備える電子写真コンポーネント及び方法を提供することである。

【 0 0 0 9 】

20

本発明の別の目的は、添加物としてカプリング剤及び架橋剤の使用を必要とせずにフルオロエラストマー表面を支持体上に提供する方法と共にフルオロエラストマー表面を提供することである。

【 0 0 1 0 】

本発明のまた別の目的は、再分散を必要とする硬化剤を使用せずにフルオロエラストマー表面を支持体上に提供する方法と共にフルオロエラストマー表面を提供することである。

【 0 0 1 1 】

本発明のさらに別の目的は、時間とコストのかかるボールミル磨砕工程を必要とせずにフルオロエラストマー表面を支持体上に提供する方法と共に経済的なフルオロエラストマー表面を提供することである。

30

【 0 0 1 2 】

本発明の方法（本明細書中でこの具体例をさらに説明する）により得られるフルオロエラストマー表面は、カプリング剤及び架橋剤等のコストのかかる材料を添加する必要なく、そして時間とコストのかかるボールミル磨砕工程を行うことなく、十分な靱性と共に十分な化学的、物理的及び熱的安定性を示す。

【 0 0 1 3 】

【課題を解決するための手段】

本発明の支持体上にフルオロエラストマー表面を施す方法は、a)フルオロエラストマーを溶解するステップと、b)脱フッ化水素処理剤を添加するステップと、c)前記フルオロエラストマーの重量に基づいて約0.5～約10%のアミノシランを添加して反応させ、均質のフルオロエラストマー溶液を形成するステップと、d)その後前記均質のフルオロエラストマー溶液の少なくとも1つの層を支持体に施すステップと、を含むことを特徴とする。

40

【 0 0 1 4 】

【発明の実施の形態】

公知のフュージングシステムは、フュージング表面を有する加熱された円筒形のフューザロールを含み、フューザロールは円筒形の加圧ロールと接してその間にフュージングニップを形成する。フューザロールに離型剤を配給する離型剤ドナーロールも備えられる。これらの各ロール、特にこれらの機能表面の物理的特徴及び性能特徴は、所望のフュージングシステムの種々の特徴によって正確には同一でないが、静電写真印刷システムにおける

50

フュージングシステム中の１つ以上のロールに対して同種類の材料が用いられるのが典型的である。

【 0 0 1 5 】

具体例において、本発明の方法は図１で示されるフューザアセンブリと共に述べられる表面を生成する。図１において、参照番号１は適切なベース部材４上にエラストマー表面２を備えるフューザロールを示し、ベース部材４はアルミニウム、陽極酸化アルミニウム、スチール、ニッケル、銅等のような任意の適切な金属から製造されたコア又は中空シリンダーであり、シリンダーと同じ空間に存在する中空部分に配置される適切な加熱素子６を有する。バックアップ又は加圧ロール８はフューザロール１と協働してニップ又は接触弧１０を形成し、このニップ１０をコピーシート又は他の支持体１２が通過することにより、支持体１２上のトナー画像１４がフューザロール１のエラストマー表面２と接触する。図１で示されるように、バックアップロール８は剛性スチールコア１６を有し、その上にはエラストマー表面又は層１８が存在する。サンプ２０にはポリマー離型剤２２が含まれ、離型剤２２は室温にて固体又は液体であり得るが、動作温度では流体である。

10

【 0 0 1 6 】

エラストマー表面２にポリマー離型剤２２が与えられる図１の具体例では、示される方向に回転するように取り付けられる２つの離型剤配給ロール１７及び１９が備えられ、エラストマー表面２に離型剤２２が移送される。配給ロール１７は、サンプ２０中に部分的に浸され、その表面上の離型剤をサンプから配給ロール１９へと移送する。計量ブレード２４を使用することにより、ポリマー離型液の層は、サブミクロンから数ミクロンの範囲に厚みを調整されて、まず配給ロール１９に与えられ、その後エラストマー２に与えられる。このように、約０．１～２μm又はそれ以上の厚さの離型液が計量デバイス２４によりエラストマー表面２に与えられることができる。

20

【 0 0 1 7 】

本発明の実施に際し、有用なフルオロエラストマーの例は、米国特許第５，１６６，０３１号、第５，２８１，５０６号、第５，３６６，７７２号、第５，３７０，９３１号、第４，２５７，６９９号、第５，０１７，４３２号、及び第５，０６１，９６５号で詳述されているものである。それらの特許で述べられているように、詳細にはビニリデンフルオリドヘキサフルオロプロピレン及びテトラフルオロエチレンのコポリマー及びターポリマーのクラスに属するフルオロエラストマーは、VITON A、VITON B、VITON E、VITONE 60C、VITON E 430、VITON 910、VITON GH及びVITON GF（いずれも登録商標）のような種々の名称で商業的に知られている。VITONという名称は、デュポン社（E. I. DuPont de Nemours, Inc.）の登録商標である。他の市販の材料としては、FLUOREL 2170、FLUOREL 2174、FLUOREL 2176、FLUOREL 2177及びFLUOREL LVS 76（FLUORELは３Ｍカンパニー（3M Company）の登録商標である）等がある。さらなる市販の材料としては、ポリ（プロピレン－テトラフルオロエチレン）のAFLAS（商標）とポリ（プロピレン－テトラフルオロエチレンビニリデンフルオリド）のFLUOREL II（LII900）（登録商標）（いずれも３Ｍカンパニーから入手可）、並びにFOR-60KIR（登録商標）、FOR-LHF（登録商標）、NM（登録商標）、FOR-THF、FOR-TFS（登録商標）、TH（登録商標）、TN505（登録商標）（モンテディソンスペシャルティケミカルカンパニー（Montedison Specialty Chemical Company）から入手可）等があげられる。VITON組成物の中には硬化サイトモノマーとして少量の臭素末端オレフィンを含むものがある。これによりジ求核剤又はペルオキサイドによる硬化が可能となる。

30

40

【 0 0 1 8 】

好適な具体例では、フルオロエラストマーは、例えばデュポン社から入手できるVITON GF中に比較的少量のビニリデンフルオリドを有するものである。VITON GFは、３５重量％のビニリデンフルオリド、３４重量％のヘキサフルオロプロピレン、２９重量％のテトラフルオロエチレン、及び２重量％の硬化サイトモノマーを有する。本

50

発明の表面を得るために使用されるフルオロエラストマーの量は、表面材料の層の所望の厚さを形成するのに必要な量に依存する。詳細には、具体例においてフルオロエラストマーは約 1 ~ 75 重量%の量で添加され、好ましくは約 5 ~ 約 30 重量%の量で添加される。

#### 【0019】

本発明では、フルオロエラストマーを溶解するのに適する任意の知られた溶媒を使用できる。適切な溶媒の例としては、メチルイソブチルケトン、メチルエチルケトンのようなアルキルケトン等の有機溶媒が挙げられる。溶媒はフルオロエラストマーを溶解するのに十分な量で使用される。詳細には、例えば溶媒は約 25 ~ 99 重量%、好ましくは約 70 ~ 約 95 重量%の量で添加される。フルオロエラストマーは例えば攪拌のような周知の手段により溶媒中に溶解される。手又は機械的攪拌機を用いて混合物を強く攪拌することが好ましい。有効な時間、例えば約 1 ~ 約 10 時間、好ましくは約 2 ~ 約 5 時間攪拌し続けるべきである。

#### 【0020】

フルオロエラストマーを攻撃して不飽和を生成する脱フッ化水素処理剤は、例えばペルオキサイド、水素化物、塩基、酸化物等の強力な求核剤の群から選択される。強力な求核剤の例には、第 1 アミン、第 2 アミン、第 3 アミン、脂肪族アミン及び芳香族アミンが含まれ、ここで脂肪族アミンと芳香族アミンは約 2 ~ 約 15 の炭素原子を有する。また、約 2 ~ 約 15 の炭素原子を有する脂肪族ジアミン及び芳香族ジアミンと脂肪族トリアミン及び芳香族トリアミンも含まれ、ここで芳香族基はベンゼン、トルエン、ナフタリン、アントラセン等であり得る。一般に芳香族ジアミン及びトリアミンに対しては、芳香族基がオルト、メタ及びパラ位で置換されることが好ましい。典型的な置換基としては、エチルアミノ、プロピルアミノ及びブチルアミノ等の低級アルキルアミノ基が挙げられ、プロピルアミノが好ましい。本発明では、脱フッ化水素処理剤として塩基性金属酸化物を使用することが好ましい。詳細には  $MgO$  及び  $Ca(OH)_2$  が好適である。

#### 【0021】

脱フッ化水素処理剤（塩基性金属酸化物）は、例えばフルオロエラストマーの重量に基づいて約 1 ~ 約 20 重量%、好ましくは約 2 ~ 約 10 重量%といった種々の有効量で、溶解されたフルオロエラストマーに添加される。得られた溶液をロールミル粉碎して、直径が約 1 ~ 約 10  $\mu m$ 、好ましくは約 2 ~ 約 5  $\mu m$  の小粒子を形成できる。具体例では、ロールミル粉碎は少なくとも約 10 時間、好ましくは約 15 ~ 約 20 時間の間行われるべきである。

#### 【0022】

フルオロエラストマーの製造中にはアミノシラン化合物が使用される。アミノシランは硬化剤としての機能に加えて脱フッ化水素処理剤としても使用できる。アミノシランを脱フッ化水素処理剤として添加する場合には、反応混合物中の残留アミノシラン化合物は硬化剤としても作用することができる。この具体例では、フルオロエラストマーを硬化するのに追加の硬化剤は必要ない。あるいは、フルオロエラストマーの形成後にアミノシランを硬化剤として添加することもできる。この具体例では、脱フッ化水素処理剤はアミノシランでもよいしアミノシラン以外のものであってもよい。アミノシランを硬化剤として添加する場合には、 $Ca(OH)_2$  又は  $MgO$  等の塩基性金属酸化物を脱フッ化水素処理剤として使用することが好ましい。アミノシランは  $NH_2(CH_2)_nNH(CH_2)_mSi[(OR)_t(R')_w]$  の一般式からなり、式中、 $n$  及び  $m$  はセグメントの反復単位を表し、約 1 ~ 約 20、好ましくは約 2 ~ 約 6 の数であり； $t + w = 3$  であり； $R$  及び  $R'$  は例えば約 1 ~ 約 20 の炭素原子を有する脂肪族鎖（例えばメチル、エチル、プロピル、ブチル等）、又は例えば約 6 ~ 約 24 の炭素原子からなる芳香族基（例えば具体例ではベンゼン、トリル、キシリル等）である。アミノシランの例には、4 - アミノブチルジメチルメトキシシラン、4 - アミノブチルトリエトキシシラン、（アミノエチルアミノメチル）フェニルトリエトキシシラン、 $N - (2 - \text{アミノエチル}) - 3 - \text{アミノプロピルメチルジメトキシシラン}$ 、 $N - (2 - \text{アミノエチル}) - 3 - \text{アミノプロピルトリメトキシシラ}$

ン、N - ( 2 - アミノエチル ) - 3 - アミノプロピルトリス ( 2 - エチル - ヘキソキシ ) シラン、N - ( 6 - アミノヘキシル ) アミノプロピル - トリメトキシシラン、3 - ( 1 - アミノプロポキシ ) - 3 , 3 - ジメチル - 1 - プロペニル - トリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリス ( メトキシエトキシエトキシ ) - シラン、3 - アミノプロピルジメチルエトキシシラン、3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、3 - アミノプロピルジイソプロピルエトキシシラン、3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリス ( トリメチルシロキシ ) シランが含まれる。好適なアミノシランは、N - ( 2 - アミノエチル - 3 - アミノプロピル ) - トリメトキシシラン ( A O 7 0 0 、ヒュルスオブアメリカ社から入手可 ) 、及び ( アミノエチルアミノメチル ) フェネチルトリメトキシシラン ( ヒュルス社から入手可 ) を含む。

10

#### 【 0 0 2 3 】

硬化剤及び / 又は脱フッ化水素処理剤としてのアミノシランは、フルオロエラストマーの重量に基づいて約 0 . 5 ~ 約 1 0 重量 % で反応混合物中に存在する。アミノシランは約 1 ~ 約 5 重量 % で存在するのが好ましい。詳細には、約 1 ~ 約 2 重量 % の量が好ましい。

#### 【 0 0 2 4 】

フルオロエラストマー表面を提供する処理の開始時に脱フッ化水素処理剤として塩基性金属酸化物を使用し、アミノシランを硬化剤として選択するのが好ましい。

#### 【 0 0 2 5 】

アミノシランの使用による反応のメカニズムは正確にはわからないが、アミノ化合物は架橋剤及びカプリング剤の両方として作用する。故に、硬化プロセス中にカプリング剤及び架橋剤を追加する必要がない。詳細には、アミノシランはアミノアルキル官能基を有するシランであり、一端にアミン官能基を、そして他端にトリアルコキシシランを有する。アミノシランのこの二官能基は、アミン官能基がフルオロポリマーに化学結合し、トリアルキルシラン官能基が所定の条件の下でフルオロポリマー分子同士の間で縮合反応を起こすことができることを示唆している。対照的に、V C - 5 0 及び他の公知の硬化剤に対する最もあり得るメカニズムは、フルオロポリマー鎖の架橋が単一の反応官能性を通じて起こることである。

20

#### 【 0 0 2 6 】

アミノシランが脱フッ化水素処理剤と溶解フルオロエラストマーとの反応混合物に添加された後、この混合物は短時間、例えば約 1 ~ 約 1 0 分間、好ましくは 5 分間攪拌される。固体含有量が約 1 ~ 約 2 0 % 、好ましくは約 5 ~ 約 1 0 % に低減されるのが好ましい。

30

#### 【 0 0 2 7 】

ドナーフューザロール及び加圧フューザロールを含む本発明によるフュージング部材の支持体は、任意の適切な材料からなることが可能である。典型的には、支持体は剛性及び構造の完全性を維持すると共にシリコンエラストマーをコーティングされてしっかりと固着されることのできるよう選択される所定のプラスチック材料、アルミニウム、銅、又はスチール等の円筒形チューブの形態をとる。支持体は約 1 ~ 約 6 mm の外層を有する円筒形スリーブであるのが好ましい。

#### 【 0 0 2 8 】

次いで得られたフルオロエラストマー溶液を使用して、吹付、浸漬、フローコーティング等の従来の溶液コーティング方法によりフューザ部材の外層が製造される。コーティングの厚さは、特定のアプリケーションに依存して約 2 5 ~ 約 7 5  $\mu$  m の範囲で変化することができる。コーティングはまず空気乾燥され、次いで空气中で段階加熱で硬化される。フューザアプリケーションの場合、乾燥したフルオロエラストマー層の厚さは任意の適切な厚さであってよく、好ましくは約 3 5 ~ 約 5 0  $\mu$  m である。

40

#### 【 0 0 2 9 】

この厚さの範囲は、フュージングの大きな熱障壁とならない程度に薄く、適度な摩耗寿命を可能とする程度に厚みのある層が得られるよう選択される。成形、押出成形及びラッピング技術は使用可能な別の手段であるが、溶媒溶液を連続的に吹き付けるのが好ましい。所望の厚さのコーティングが得られると、コーティングは硬化され、ロール表面に固着

50

される。

#### 【0030】

具体例では、硬化時間は約30分～約24時間であり、好ましくは約4～約10時間である。硬化の温度は、例えば約100～約250であり、約150～約230が好ましい。

#### 【0031】

本発明は、支持体上にフルオロエラストマー表面を提供するのにかかるコストと時間を大幅に減少する。詳細には、本発明では、例えばカプリング剤や架橋剤といった以前は硬化に必要であった材料に付加的なコストがかからない。塩基性金属酸化物が脱フッ化水素処理剤として働き、アミノシランが硬化剤として作用する。さらに、硬化プロセスに関わる主なコストは、最終のボールミル磨砕工程である。本発明では最終のボールミル磨砕工程が必要ないので、コストの削減が可能となる。従って、本発明の具体例ではユニット製造コストが実質的に低減できる。

10

#### 【0032】

コストと時間の削減に加え、本発明の具体例では、十分な化学的、物理的及び熱的安定性を有すると共に靱性を増大されたフルオロエラストマー表面が提供される。

#### 【0033】

##### 【実施例】

以下の実施例で使用するVitonはデュポン社(DuPont)から入手したものであり、Viton GFという商品名で販売されている。アミノシラン(N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン)はニュージャージー州ピスカタウェイのヒュルス社(Huls of America Inc.)から入手したものである。

20

#### 【0034】

フルオロエラストマーストック溶液の製造

25リットルのメチルエチルケトン(MEK)中に2,500gのViton GFを溶解し、室温(25)にて攪拌することによりフルオロエラストマーのストック溶液を製造した。これは機械的攪拌機を用いて強く攪拌することにより行われる。溶解を達成するには攪拌の強さに依存して約2～4時間が必要であった。得られた溶液をストック溶液として使用し、フルオロエラストマーフィルムを製造した。

#### 【0035】

##### [実施例1]

VC-50によるVITON GFの硬化

上記フルオロエラストマーストック溶液500gに、1.1gのMgOと0.55gのCa(OH)<sub>2</sub>を添加してセラミックボールの入ったジャーに入れ、直径約3～5μmの酸化物微粒子分散液を得るまで17～24時間ボールミル粉砕した。その後、22.5gのメチルエチルケトン(MEK)中の2.5gのデュポン社の硬化剤VC-50を上記分散液に添加し、約15～20分間振盪してMEKを追加して固体含有量を5～7%に減少させた。ハンドミキシングの後、混合物をアルミニウムシート上に空中噴射した。一晚(約18時間)空気乾燥した後でフィルムをアルミニウム支持体から剥がし、標準的な段階加熱法を用いて硬化した。典型的な段階硬化処理は、93にて2時間、その後149にて2時間、そして177にて2時間、208にて2時間、232にて16時間の加熱を行う。生成されたフィルムの物理的特性をインストロン引張試験機を用いて測定した。生成フィルムの物理的特性は以下の通りである；靱性1642 in-lb/in<sup>3</sup>、初期モジュラス350 psi、伸び581%。フィルムを400°Fにて空气中で8週間熱老化させ、再びインストロンにより機械的特性の変化を測定した。靱性は1594 in-lb/in<sup>3</sup>、初期モジュラス340 psi、伸び595%であった。機械的特性の詳細を以下の表1に記載する。

40

#### 【0036】

表1

組成	靱性 (in-lb/in <sup>3</sup> )	最大伸び (%)
Viton+酸化物+5%VC-50	1642	581
Viton+酸化物+5%VC-50	1594	595

(400°Fにて8週間後)

## 【0037】

AO700によるViton GFの硬化

オリジナルのフルオロエラストマーストック溶液500gに1.1gのMgOと0.55gのCa(OH)<sub>2</sub>を添加してセラミックボールの入ったジャーに入れ、直径が約3~5μmの酸化物微粒子分散液を得るまで17~24時間ロールミル粉碎した。その後、ヒュルス社のアミノシラン(AO700)の1.0gを上記分散液に添加し、混合物を約5分間振盪してMEKを付加することにより固体含有量を5~7%に減少させた。次いで混合物をアルミニウムシート上に空中噴射した。一晚空気乾燥した後、フィルムをアルミニウム支持体から剥がし、標準的な段階加熱法を用いて硬化させた。典型的な段階硬化処理は、93にて2時間、その後149にて2時間、そして177にて2時間、208にて2時間、232にて16時間の加熱を行う。生成されたフィルムの物理的特性をインストロンを用いて測定した。生成フィルムの物理的特性は以下の通りである；靱性3113 in-lb/in<sup>3</sup>、初期モジュラス956 psi、伸び539%。フィルムを空気中で400°Fにて8週間熱老化させ、再びインストロンにより機械的特性の変化を測定した。靱性は2561 in-lb/in<sup>3</sup>、初期モジュラス799 psi、伸び574%であった。機械的特性の詳細を以下の表2に記載する。

## 【0038】

表2

組成	靱性 (in-lb/in <sup>3</sup> )	最大伸び (%)
Viton+酸化物+2%AO700	3113	539
Viton+酸化物+2%AO700	2561	574

(400°Fにて8週間後)

## 【0039】

## [実施例3]

VC-50によるVitonの硬化(金属酸化物を別にボールミル磨砕する)

22.5gのメチルエチルケトン(MEK)中の2.5gのデュボン社の硬化剤VC-50をストックフルオロエラストマー溶液500gに添加してパートA溶液を製造した。内容物をフラスコ中で約5分間振盪し、完全に混合した。また、50gのMEK、1.1gのMgO、及び0.55gのCa(OH)<sub>2</sub>をセラミックボールの入ったジャーに入れ、その後24時間ロールミル粉碎して、直径約3~5μmの酸化物の微粒子分散液を得ることにより、パートB溶液を製造した。次いでパートAをパートBと混合し、この混合物を10分間強く振盪した。得られた分散液をアルミニウム支持体上に空中噴射し、その後フィルムを硬化して実施例1及び2で述べたように熱老化させた。機械的特性の変化をインストロンにより測定した。靱性は2329 in-lb/in<sup>3</sup>から1691 in-lb/in<sup>3</sup>に変化し、初期モジュラスは559 psiから510 psiに変化し、伸びは602%から540%へと変化した。機械的特性の詳細を以下の表3に記載する。

## 【0040】



表 3

組成	靱性 (in-lb/in <sup>3</sup> )	最大伸び (%)
Viton+酸化物+5%VC-50 (吹付前に添加)	2329	602
Viton+酸化物+5%VC-50 (吹付前) (400°Fにて8週間後)	1691	540

10

【0041】

[ 実施例 4 ]

AO700によるVitonの硬化(金属酸化物を別にボールミル磨砕する)  
 ヒュルス社から入手したアミノシラン(AO700)1.0gをストックフルオロエラストマー溶液500gに添加してパートA溶液を製造した。内容物をフラスコ中で約5分間振盪し、完全に混合した。また、50gのMEK、1.1gのMgO、及び0.55gのCa(OH)<sub>2</sub>をセラミックボールの入ったジャーに入れ、その後24時間ロールミル粉砕して、直径が約3~5μmの酸化物の微粒子分散液を得ることにより、パートB溶液を製造した。次いでパートAをパートBと混合した。この混合物を10分間強く振盪した後、得られた分散液をアルミニウム支持体上に空中噴射した。その後フィルムを硬化して実施例1及び2で述べたように熱老化させた。機械的特性の変化をインストロンにより測定した。靱性は2294 in-lb/in<sup>3</sup> から1912 in-lb/in<sup>3</sup> に変化し、初期モジュラスは805psi から487psi に変化し、伸びは544%から524%へと変化した。機械的特性の詳細を以下の表4に記載する。

20

【0042】

表 4

組成	靱性 (in-lb/in <sup>3</sup> )	最大伸び (%)
Viton+酸化物+2%AO700 (吹付前に添加)	2294	544
Viton+酸化物+2%AO700 (吹付前) (400°Fにて8週間後)	1912	524

30

【0043】

例えば上記データは、アミノシランを硬化剤として用いてフルオロエラストマーを硬化する方法では、標準的な硬化剤VC-50を使用する等の公知の方法により硬化されたフルオロエラストマー表面に比べ、フルオロエラストマー表面の靱性が増大するということを示している。さらに上記結果は、硬化されたフルオロエラストマーを熱等のエレメントに比較的長時間さらしても材料の機械的特性は悪影響を受けないことを実証している。故に、本発明の方法により硬化されたフルオロエラストマーは、公知の手順により硬化されたフルオロエラストマーに比べて熱的安定性が増大されるばかりでなく十分な靱性を有する。さらに、本発明の方法では硬化剤や架橋剤を添加する必要がないので、コストがかなり削減される。さらに、本発明の方法ではボールミル磨砕工程の必要がないので、コストが削減されるばかりでなく、硬化に必要な時間が減少される。

40

【図面の簡単な説明】

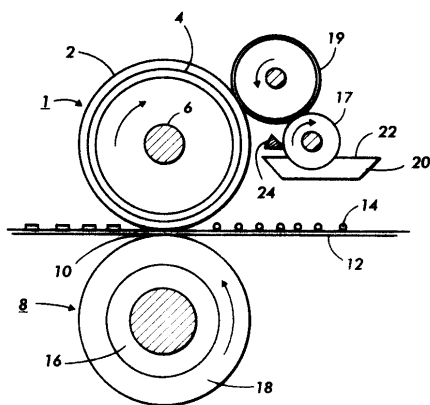
【図1】本発明のフューザ部材を使用し得るフューザシステムの概略図を示す。

50

## 【符号の説明】

- 1      フューザロール
- 2      エラストマー表面
- 4      ベース部材

【図 1】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 デイビッド エイチ . パン  
アメリカ合衆国 1 4 6 2 5 ニューヨーク州 ロチェスター ウェストフィールド コモンズ  
1 0
- (72)発明者 ジョージ ジェイ . ヒークス  
アメリカ合衆国 1 4 6 1 7 ニューヨーク州 ロチェスター オウククレスト ドライブ 7 2
- (72)発明者 アーノルド ダブリュー . ヘンリー  
アメリカ合衆国 1 4 5 3 4 ニューヨーク州 ピッツフォード ディア クリーク ロード 4  
3
- (72)発明者 ピクトル ベルコ - ボウテング  
アメリカ合衆国 1 4 5 2 6 ニューヨーク州 ペンフィールド チッペンハム ドライブ 4 8
- (72)発明者 ルイス ディー . フラタンジェロ  
アメリカ合衆国 1 4 4 5 0 ニューヨーク州 フェアポート ウィンチェスター ドライブ 1  
4
- (72)発明者 ロバート エム . ファーグソン  
アメリカ合衆国 1 4 5 2 6 ニューヨーク州 ペンフィールド ペンフィールド ロード 2 3  
1 6

審査官 大島 祥吾

- (56)参考文献 特開平 0 7 - 0 0 5 7 8 7 ( J P , A )  
米国特許第 0 5 3 6 6 7 7 2 ( U S , A )  
特開平 0 2 - 0 2 5 8 8 2 ( J P , A )

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)  
B05D 1/00-7/26  
G03G 13/20;15/20-15/20