



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115443305 B

(45) 授权公告日 2024.07.19

(21) 申请号 202180027743.6

(72) 发明人 安田裕明 伊东隆男 竹田龙平

(22) 申请日 2021.04.08

浜村武広

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 115443305 A

(74) 专利代理机构 北京派特恩知识产权代理有限公司 11270

(43) 申请公布日 2022.12.06

专利代理人 李雪 姚开丽

(30) 优先权数据

2020-075483 2020.04.21 JP

(51) Int.CI.

C08L 21/00 (2006.01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2022.10.10

C08L 27/12 (2006.01)

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2021/014937 2021.04.08

C08L 61/06 (2006.01)

(87) PCT国际申请的公布数据

W02021/215263 JA 2021.10.28

C08L 83/04 (2006.01)

(73) 专利权人 三菱电线工业株式会社

地址 日本东京都

C09K 3/10 (2006.01)

F16J 15/10 (2006.01)

C08K 3/36 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 101479336 A, 2009.07.08

审查员 井磊

权利要求书1页 说明书10页

(54) 发明名称

弹性体组合物及由其制成的密封件

(57) 摘要

本公开旨在提供一种弹性体组合物和使用了该弹性体组合物的密封件，其能够实现理想的耐压缩破坏性、压缩永久变形等特性。本公开的弹性体组合物含有弹性体、粉体酚醛树脂以及粉体二氧化硅。本公开的密封件是对本公开的弹性体组合物进行交联成形而得到的。该密封件可以使用于半导体制造装置。

1. 一种弹性体组合物,其特征在于:含有弹性体、粉体酚醛树脂、以及粉体二氧化硅,所述弹性体至少包括氟弹性体或硅弹性体,相对于所述弹性体100质量份,所述酚醛树脂和所述二氧化硅的添加量分别为1质量份以上且30质量份以下,所述酚醛树脂的粒径为6 $\mu\text{m}$ 以下。

2. 根据权利要求1所述的弹性体组合物,其特征在于:

所述弹性体为氟弹性体。

3. 根据权利要求1或2所述的弹性体组合物,其特征在于:

所述酚醛树脂的粒径为1.5 $\mu\text{m}$ 以上且6 $\mu\text{m}$ 以下。

4. 一种密封件,其特征在于:该密封件是对权利要求1到3中任一项权利要求所述的弹性体组合物进行交联成形而得到的密封件。

5. 一种密封件,其特征在于:该密封件是对权利要求1到3中任一项权利要求所述的弹性体组合物进行交联成形而得到的用于半导体制造装置的密封件。

## 弹性体组合物及由其制成的密封件

### 技术领域

[0001] 本公开涉及一种弹性体组合物及由其制成的密封件。

### 背景技术

[0002] 具有各种特性的弹性体组合物已为众人所知,并且根据不同的目的使用它们。例如,当是在机械装置中用于获得气密性的密封件的情况下,重要的就是硬度、拉伸强度、耐压缩破坏性以及压缩永久变形等。

[0003] 在专利文献1中公开了通过降低橡胶的交联密度来提升耐压缩破坏性的技术内容。在专利文献2中公开了通过控制橡胶的分子量来提升耐压缩破坏性的技术内容。

[0004] 专利文献1:日本公开专利公报特开2010-235906号公报

[0005] 专利文献2:国际公开第2003-074625号

### 发明内容

[0006] —发明要解决的技术问题—

[0007] 就密封件而言,期望的是防止压缩破坏。通常,为了避免压缩破坏,会在使用密封件时限制压溃率。然而,根据设计的情况、公差、加热时的膨胀等,有时压溃率会变得比预想的还大。特别是在高温下由于橡胶的线膨胀系数变大且强度降低,因此容易发生压缩破坏。

[0008] 在以提升耐压缩破坏性为目的而降低橡胶的交联密度的情况下,压缩永久变形会降低。此外,已知能够通过控制橡胶的分子量来提升耐压缩破坏性,然而由于分子量是由聚合物聚合的差异而决定的,因此需要根据各个目的来设定聚合的条件等,在通用性方面上较差。

[0009] 本公开的目的,在于:让弹性体组合物及用该弹性体组合物制成的密封件实现所期望的耐压缩破坏性、压缩永久变形等特性。

[0010] —用以解决技术问题的技术方案—

[0011] 本公开的弹性体组合物含有弹性体、粉体酚醛树脂以及粉体二氧化硅。本公开的密封件是对本公开的弹性体组合物进行交联成形而得到的。本公开的密封件为用于半导体制造装置的密封件。

[0012] —发明的效果—

[0013] 使用本公开的弹性体组合物,则能够制造具有优异的耐压缩破坏性和优异的压缩永久变形的物体。

### 具体实施方式

[0014] 以下,对本公开的实施方式进行说明。本实施方式的弹性体组合物含有弹性体、粉体酚醛树脂以及粉体二氧化硅。使用这种同时含有酚醛树脂和二氧化硅的弹性体组合物,则能够制造耐压缩破坏性和压缩永久变形优异的物体。作为物体的例子,能够举出在机械装置中用于获得气密性的密封件、特别是在半导体制造装置中使用的密封件。

[0015] 作为弹性体,优选氟弹性体和硅弹性体。可以仅由上述中的一者形成,也可以包含两者。也可以以这些弹性体为主要成分(50质量%以上),再含有其它种类的弹性体。为了实现优异的耐压缩破坏性和优异的压缩永久变形,优选含有氟弹性体,更优选仅含有氟弹性体。

[0016] 作为氟弹性体,能举例:偏二氟乙烯(VDF)和六氟丙烯(HFP)的共聚物(二元系FKM)、偏二氟乙烯(VDF)、六氟丙烯(HFP)以及四氟乙烯(TFE)的共聚物(三元系FKM)、四氟乙烯(TFE)和丙烯(Pr)的共聚物(FEP)、偏二氟乙烯(VDF)、丙烯(Pr)以及四氟乙烯(TFE)的共聚物、乙烯(E)和四氟乙烯(TFE)的共聚物(ETFE)、乙烯(E)、四氟乙烯(TFE)以及全氟甲基乙烯基醚(PMVE)的共聚物、偏二氟乙烯(VDF)、四氟乙烯(TFE)以及全氟甲基乙烯基醚(PMVE)的共聚物、偏二氟乙烯(VDF)和全氟甲基乙烯基醚(PMVE)的共聚物、四氟乙烯(TFE)和全氟烷基醚(PFAE)的共聚物等。优选使用上述共聚物中的一种或两种以上。

[0017] 其中,更优选二元系FKM、三元系FKM、FEPM、FFKM、全氟聚醚。

[0018] 作为氟弹性体的交联方法,已知有多元醇交联及过氧化物(有机过氧化物)交联,能够使用其中的任一种。

[0019] 在压缩永久变形方面,多元醇交联优于过氧化物交联。然而,在为多元醇交联的情况下,由于交联反应时会产生HF,为了吸收该HF,有必要添加MgO、Ca(OH)<sub>2</sub>等。其结果是,与过氧化物交联的氟弹性体相比,多元醇交联的氟弹性体含有的金属较多,在等离子环境下有容易产生粉尘的倾向。由此可见,作为用于半导体制造装置的密封件,优选过氧化物交联。从耐化学性、耐蒸汽性方面(有因金属氧化物而降低的倾向)来看,也优选过氧化物交联。然而,多元醇交联的氟弹性体也能通过添加酚醛树脂粉末来收到压缩永久变形改善的效果,因此不排除多元醇交联的情况。

[0020] 过氧化物是在加热至规定的温度时使橡胶成分交联的热交联剂。作为具体例,能举例:1,1—双(t—丁基过氧基)—3,5,5—三甲基环己烷、2,5—二甲基己烷—2,5—二氢过氧化物、二—t—丁基过氧化物、t—丁基枯基过氧化物、二枯基过氧化物、 $\alpha,\alpha$ —双(t—丁基过氧基)—p—二异丙基苯、2,5—二甲基—2,5—二(t—丁基过氧基)己烷、2,5—二甲基—2,5—二(t—丁基过氧基)—己炔—3、苯甲酰过氧化物、t—丁基过氧基苯、t—丁基过氧基马来酸、t—丁基过氧基异丙基碳酸酯、t—丁基过氧基苯甲酸酯等。过氧化物优选使用上述物质的一种或两种以上,从获得优异的物理性质的观点来看,更优选使用2,5—二甲基—2,5—二(t—丁基过氧基)己烷。

[0021] 作为多元醇系交联剂,优选双酚类。具体而言,例如:2,2—双(4—羟基苯基)丙烷[双酚A]、2,2—双(4—羟基苯基)全氟丙烷[双酚AF]、双(4—羟基苯基)砜[双酚S]、双酚A—双(磷酸二苯酯)、4,4'—二羟基二苯基、4,4'—二羟基二苯基甲烷、2,2—双(4—羟基苯基)丁烷等聚羟基芳香族化合物。从获得优异的物理性质的观点来看,多元醇优选为双酚A、双酚AF等。这些可以为碱金属盐或碱土金属盐的形式。

[0022] 作为硅橡胶,例如能够举出甲基乙烯基硅橡胶、甲基乙烯基苯基硅橡胶、氟硅橡胶等。硅橡胶优选为使用上述中的一种或两种以上。硅橡胶的交联可以用有机过氧化物来进行,也可以通过缩合聚合来进行,还可以用铂催化剂来进行。

[0023] 酚醛树脂优选以粉体使用。特别是平均粒径优选为20μm以下,更优选为10μm以下,进一步优选为6μm以下。需要说明的是,平均粒径是指通过激光衍射散射法测量的50%粒

度。

[0024] 在本实施方式中,优选反应已结束的酚醛树脂。例如,优选在甲醇中加热回流时的萃取部分为10质量%以下的酚醛树脂。还优选游离酚含量为500ppm以下的酚醛树脂。

[0025] 从改善压缩永久变形的观点来看,相对于橡胶成分100质量份,酚醛树脂的添加量优选为1质量份以上,更优选为3质量份以上,进一步优选为5质量份以上。从相同的观点来看,酚醛树脂的添加量优选为30质量份以下,更优选为25质量份以下,进一步优选为15质量份以下。

[0026] 二氧化硅也优选以粉体使用。通过BET法测量的二氧化硅的比表面积优选为90m<sup>2</sup>/g以上。作为二氧化硅,优选为如干式二氧化硅、湿式二氧化硅等合成非晶态二氧化硅,更优选为亲水性干式二氧化硅、疏水性干式二氧化硅等干式二氧化硅,进一步优选为疏水性干式二氧化硅。

[0027] 也可以对二氧化硅进行表面处理。例如,可以通过硅烷偶联剂进行表面处理,引入甲基、二甲基、三甲基等。

[0028] 从改善耐压缩破坏性的观点来看,相对于橡胶成分100质量份,二氧化硅的添加量优选为1质量份以上,更优选为3质量份以上,进一步优选为5质量份以上。从相同的观点来看,二氧化硅的添加量优选为30质量份以下,更优选为25质量份以下,进一步优选为15质量份以下。

[0029] 形成本实施方式的密封件的氟弹性体组合物还可以含有氢位点保护剂。氢位点保护剂为与碳的自由基键合的化合物,所述碳的自由基为在制造橡胶产品的过程中照射放射线时橡胶成分的碳氢键被切断而产生的自由基。

[0030] 氢位点保护剂优选含有全氟骨架的化合物,所述全氟骨架化合物在分子内具有与橡胶成分中的碳的自由基键合的烯基;和/或含有硅氧烷骨架化合物,所述硅氧烷骨架化合物在分子内具有与橡胶成分中的碳的自由基键合的烯基。作为烯基,能举例:乙烯基、丙烯基、丁烯基、戊烯基、己烯基、庚烯基等。烯基优选为上述中的乙烯基。

[0031] 作为在分子内具有烯基的全氟骨架化合物,能举例:全氟聚醚结构的化合物、全氟亚烷基结构的化合物等。作为在分子内具有烯基的硅氧烷骨架化合物,能举例:甲基乙烯硅氧烷的聚合物、二甲基硅氧烷的聚合物、二甲基硅氧烷与甲基乙烯硅氧烷的共聚物、二甲基硅氧烷和甲基乙烯硅氧烷以及甲基苯基硅氧烷的共聚物等。其它能举例的有:加成聚合的液状硅橡胶,即在分子中含有烯基的有机聚硅氧烷。氢位点保护剂优选为使用上述中的一种或两种以上。

[0032] 从提升耐等离子性的观点来看,相对于橡胶成分100质量份,氢位点保护剂的含量优选为1质量份以上,更优选为5质量份以上;优选为20质量份以下,更优选为15质量份以下。

[0033] 未交联的氟橡胶组合物能够使用开炼机(open roll)等开放式橡胶混炼机或捏合机(kneader)等密闭式橡胶混炼机来制备。其中,特别是开炼机等开放式橡胶混炼机能够获得优异的混炼加工性。

[0034] 为了由如上所述的氟橡胶组合物制造密封件等物体,会例如使用模具来进行加工。亦即,将规定量的本实施方式所涉及的未交联的氟橡胶组合物填充到已预热了的模具的型腔中,接着合模,然后在该状态下以规定的成形温度和规定的成形压力保持规定的成

形时间。此时,未交联的氟橡胶组合物成形为型腔的形状,并且橡胶成分通过交联剂交联而丧失可塑性。该成形可以是冲压成形,也可以是注射成形。成形温度例如为150℃以上180℃以下。成形压力例如为0.1MPa以上25MPa以下。成形时间例如为3分钟以上20分钟以下。然后,打开模具,从内部取出成型件并进行冷却,由此而能够得到橡胶产品。需要说明的是,也可以对从模具中取出的成型件进一步进行加热温度为150℃以上250℃以下、加热时间为2小时以上24小时以下的热处理。

[0035] 在使用硅橡胶的情况下,虽然细节上的条件等不一定相同,但是能够按照与使用氟橡胶的情况相同的方式来制造密封件。

[0036] 按以上所述制造出的密封件能够用于在机械装置中获得气密性。特别是在高温、高压的条件下也能够使用,在半导体制造装置等中能够有效地使用。

[0037] [实施例]

[0038] 以下,针对本公开的弹性体组合物和用该弹性体组成物制成的用于半导体制造装置的密封件,以实施例1~实施例7以及比较例1~比较例15进行说明。添加情况和特性分别记载于表1~表3。

[0039] —由弹性体组合物制成的密封件的制作—

[0040] (实施例1)

[0041] 相对于氟橡胶成分即FKM(Solvay公司制,商品名称:Tecnoflon P959)100质量份,加入了作为交联剂的有机过氧化物(日本油脂公司制,商品名称:PERHEXA 25B)1.5质量份、作为交联助剂的三烯丙基异氰脲酸酯(TAIC,三菱化学公司制)2.5质量份、酚醛树脂粉末(AIR WATER BELLPEARL公司制,商品名称:Bellpearl R100)5质量份、以及二氧化硅(日本AEROSIL公司制,商品名称:AEROSIL R972)5质量份,并用开炼机进行了混炼。在160℃下对混炼后的混和物进行了10分钟的冲压成形。接着,在吉尔老化恒温箱中在200℃下进行了4小时的二次交联。将得到的密封材作为了实施例1的密封件。需要说明的是,Bellpearl R100的平均粒径为1.5μm。

[0042] (实施例2)

[0043] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)和二氧化硅(AEROSIL R972)的添加量皆设为10质量份以外(相对于氟橡胶100质量份。以下,对于添加剂的质量份,有时将同样地相对于橡胶成分100质量份的值省略记载。),其他方面皆与实施例1一样,制作了实施例2的密封件。

[0044] (实施例3)

[0045] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)的添加量设为25质量份以及将二氧化硅(AEROSIL R972)的添加量设为5质量份以外,其他方面皆与实施例1一样,制作了实施例3的密封件。

[0046] (实施例4)

[0047] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)的添加量设为5质量份以及将二氧化硅(AEROSIL R972)的添加量设为25质量份以外,其他方面皆与实施例1一样,制作了实施例4的密封件。

[0048] (实施例5)

[0049] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)以及二氧化硅(AEROSIL R972)的添加量

皆设为25质量份以外,其他方面皆与实施例1一样,制作了实施例5的密封件。

[0050] (实施例6)

[0051] 相对于氟橡胶成分即FKM(Chemours公司制,商品名称:Viton A-50)100质量份,加入了交联剂和催化剂(Chemours公司制,商品名称:Curative V-50)2.5质量份、作为吸酸剂的氧化镁(协和化学工业公司制,商品名称:KYOWAMAG 150)3质量份和氢氧化钙(近江化学工业公司制,商品名称:CALVIT)6质量份、酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)10质量份、以及二氧化硅(AEROSIL R972)10质量份,并用开炼机进行了混炼。在160℃下对混炼后的混和物进行了20分钟的冲压成形。接着,在吉尔老化恒温箱中在250℃下进行了24小时的二次交联。将得到的密封件作为了实施例6的密封件。

[0052] (实施例7)

[0053] 相对于硅橡胶成分即VMQ(信越化学工业公司制,商品名称:KE-961T-U:添加有25质量份的二氧化硅的VMQ)100质量份,加入了作为交联剂的有机过氧化物(信越化学工业公司制,商品名称:C-8)2质量份、酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)10质量份,并用开炼机进行了混炼。在160℃下对混炼后的混和物进行了10分钟的冲压成形。接着,在吉尔老化恒温箱中在200℃下进行了4小时的二次交联。将得到的密封件作为了实施例7的密封件。

[0054] 需要说明的是,VMQ中的二氧化硅含量是将在氮气环境下热分解硅橡胶时的残渣重量作为二氧化硅重量并计算含有率而得到的。

[0055] (比较例1)

[0056] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)以及二氧化硅(AEROSIL R972)的添加量皆设为0质量份(亦即,不添加)以外,其他方面皆与实施例1一样,制作了比较例1的密封件。

[0057] (比较例2)

[0058] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)的添加量设为10质量份以外,其他方面皆与比较例1一样,制作了比较例2的密封件。

[0059] (比较例3)

[0060] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)的添加量设为25质量份以外,其他方面皆与比较例1一样,制作了比较例3的密封件。

[0061] (比较例4)

[0062] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)的添加量设为50质量份以外,其他方面皆与比较例1一样,制作了比较例4的密封件。

[0063] (比较例5)

[0064] 除使用了Bellpearl R800(商品名称。AIR WATER BELLPEARL公司制)来替代Bellpearl R100作为酚醛树脂粉末以外,其他方面皆与比较例2一样,制作了比较例5的密封件。需要说明的是,Bellpearl R800的平均粒径为22μm。

[0065] (比较例6)

[0066] 除了将二氧化硅(AEROSIL R972)的添加量设为10质量份以外,其他方面皆与比较例1一样,制作了比较例6的密封件。

[0067] (比较例7)

[0068] 除了将二氧化硅(AEROSIL R972)的添加量设为25质量份以外,其他方面皆与比较例1一样,制作了比较例7的密封件。

[0069] (比较例8)

[0070] 尝试制作了比较例8的密封件,其中除了将二氧化硅(AEROSIL R972)的添加量设为25质量份以外,其他方面皆与比较例1一样,然而当加入了约40质量份的二氧化硅时辊混炼变得无法进行,而无法制作出比较例8的密封件。

[0071] (比较例9)

[0072] 除了进一步加入了碳黑(Cancarb公司制,商品名称:Thermax N990)25质量份以外,其他方面皆与比较例1一样,制作了比较例9的密封件。

[0073] (比较例10)

[0074] 除进一步加入了碳黑(Thermax N990)10质量份以及酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)10质量份以外,其他方面皆与比较例1一样,制作了比较例10的密封件。

[0075] (比较例11)

[0076] 除进一步加入了碳黑(Thermax N990)10质量份以及二氧化硅(AEROSIL R972)10质量份以外,其他方面皆与比较例1一样,制作了比较例11的密封件。

[0077] (比较例12)

[0078] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)以及二氧化硅(AEROSIL R972)的添加量皆设为0质量份(亦即,不添加)以外,其他方面皆与实施例6一样,制作了比较例12的密封件。

[0079] (比较例13)

[0080] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)的添加量设为10质量份以外,其他方面皆与比较例12一样,制作了比较例13的密封件。

[0081] (比较例14)

[0082] 除了将二氧化硅(AEROSIL R972)的添加量设为10质量份以外,其他方面皆与比较例12一样,制作了比较例14的密封件。

[0083] (比较例15)

[0084] 除了将酚醛树脂粉末(Bellpearl R100)的添加量设为0质量份(亦即,不添加)以外,其他方面皆与实施例7一样,制作了比较例15的密封件。

[0085] —试验评价方法—

[0086] (硬度)

[0087] 已制作出的密封件的硬度,按照JIS K6253-3,使用A型硬度计作为瞬间值进行了测量。

[0088] (拉伸强度、伸长率、100%模量)

[0089] 已制作出的密封件的拉伸强度、伸长率、以及100%模量均按照JIS K6252,用厚度为2mm的3号哑铃状试片进行了测量。

[0090] (压缩永久变形)

[0091] 已制作出的密封件的压缩永久变形按照JIS K6262,用将O型环AS-214切成两半后而得到的试片进行了测量。将实施例5和比较例15的加热条件设为150℃、72小时,将其它的加热条件设为200℃、72小时。将压缩率设为25%。

[0092] (耐压缩破坏性)

[0093] 对已制作出的密封件的耐压缩破坏性的测量,除了不切断O型环、将压缩率设为

50%、加热条件设为180℃、时间设为4小时以外,其他方面都与压缩永久变形的测量一样。分别对三个试片进行了测量,并记录了未产生龟裂的数量。

[0094] —试验评价结果—

[0095] [表1]

		实施例						比较例									
		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
基础橡胶		FKM(Tecnoflon P959)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
交联剂		有机过氧化物(PERHEDA 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
交联助剂		多官能化合物(TAIC)	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
填充剂		酚醛树脂(Bellpearl R100)	5	10	25	5	25	—	10	25	50	—	—	—	—	10	—
		酚醛树脂(Bellpearl R800)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	10	—	—	—	—	—
		碳黑(Thermax N990)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	25	10
		二氧化硅	5	10	5	25	25	—	—	—	—	10	10	25	50	—	10
硬度(Type-A)		66	74	73	84	92	51	58	69	85	67	65	83	68	64	70	
常态物理性质		拉伸强度(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
		伸长率(%)	280	210	190	250	110	290	210	190	120	230	270	230	无法制作	260	200
		100%模量(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
耐热性		压缩永久变形(%)	15	18	23	30	35	27	13	17	24	崩解	36	40	25	13	37
耐压缩破坏性		无压缩龟裂的数量	3	3	3	3	3	0	1	2	2	0	1	1	2	1	1

[0097] 表1中记载了实施例1～实施例5、比较例1～比较例11的弹性体组合物的添加情况和试验评价结果。

[0098] 在实施例1～实施例5中,没有发生压缩破坏(进行了三次试验,没有发生压缩龟裂的数量为3)。相对于此,在比较例1～比较例11中,至少一例发生了压缩破坏。因此,通过同时添加酚醛树脂和二氧化硅,耐压缩破坏性得到了提升。

[0099] 比较例1是酚醛树脂和二氧化硅都不添加的例子。通过耐压缩破坏性试验,三次试验试片都发生了龟裂,耐压缩破坏性低。

[0100] 在仅添加酚醛树脂的比较例2～比较例4中,观察到具有耐压缩破坏性由于增加添加量而提升的倾向。然而,在添加量为50质量份的比较例4中,在三次试验中有一次发生了龟裂。相对于此,在酚醛树脂和二氧化硅的合计添加量为10质量份的实施例1中,防止了龟裂。因此,单纯地增加添加量并不能充分地提升耐压缩破坏性,同时使用酚醛树脂和二氧化硅才会发挥效果。

[0101] 在仅添加二氧化硅的比较例6和比较例7的情况下,与酚醛树脂和二氧化硅均不添加的情况(比较例1)相比,耐压缩破坏性稍有改善。然而,在三次试验中两次发生了龟裂,并没有充分的效果。此外,像实施例8那样,无法制作将二氧化硅设为50质量份的密封件。

[0102] 而且,在比较例6中压缩永久变形为36%,相对于此,在实施例2中压缩永久变形为18%。在该两例中,由于二氧化硅的添加量相同,因此表明通过添加酚醛树脂,压缩永久变形会得到改善。对比较例7和实施例4的比较也显示出同样的情况。如果添加二氧化硅,压缩永久变形则有劣化的倾向,但通过进一步地添加酚醛树脂,劣化则被抑制。

[0103] 比较例9～比较例11是添加碳黑的例子。耐压缩破坏性(与比较例1相比的情况)虽然观察到稍有改善,但改善并不充分。在进一步地添加酚醛树脂的比较例10中,虽然优于比较例9或比较例11,但不如实施例。

[0104] 比较例9～比较例11的拉伸强度为20左右,这是理想值。相对于此,实施例1～实施例5的拉伸强度也为20以上。亦即,关于拉伸强度,若将酚醛树脂和二氧化硅一起作为填充剂添加,则具有与作为一般填充剂的碳黑同等的效果。因此,能够在不使拉伸强度劣化的情况下改善耐压缩破坏性。

[0105] 在比较例5与实施例2中,只有酚醛树脂的平均粒径不同。在实施例2中酚醛树脂的平均粒径为1.5 $\mu\text{m}$ 左右,在比较例5中酚醛树脂的平均粒径为22 $\mu\text{m}$ 左右。在比较例5的情况下,在压缩永久变形的试验中试片破裂,此外,在耐压缩破坏性的三次试验中全部产生了龟裂。因此,酚醛树脂粉末的平均粒径存在理想的范围。

[0106] 需要说明的是,虽然没有作为实施例示于表1中,但是在使用平均粒径为5.8 $\mu\text{m}$ 左右的酚醛树脂粉末(AIR WATER BELLPEARL公司制,商品名称:Bellpearl R200)的情况下,也确认出耐压缩破坏性等有改善。

[0107] [表2]

[0108]

		实施例	比较例		
		6	12	13	14
聚合物	FKM (Viton A-50)	100	100	100	100
交联剂	多元醇 (Curative V-50)	2.5	2.5	2.5	2.5
吸酸剂	氧化镁 (KYOWAMAG 150)	3	3	3	3
	氢氧化钙 (CALVIT)	6	6	6	6
填充剂	酚醛树脂 (Bellpearl R100)	10	-	10	-
	二氧化硅 (AEROSIL R972)	10	-	-	10
常态物理性质	硬度 (Type-A)	77	56	64	73
	拉伸强度 (MPa)	13.2	8.2	10.5	15.1
	伸长率 (%)	240	290	250	240
	100% 模量 (MPa)	5.6	1.8	2.8	4.7
耐热性	压缩永久变形	21	19	20	28
耐压缩破坏性	无压缩龟裂的数量	3	0	1	1

[0109] 表2中记载了实施例6以及比较例12～比较例14的弹性体组合物的添加情况和试验评价结果。实施例6和比较例12～比较例14是使用了多元醇交联的氟橡胶的例子。

[0110] 同时添加酚醛树脂和二氧化硅的实施例6，在耐压缩破坏性的试验中没有发生龟裂。相对于此，添加了酚醛树脂和二氧化硅中的一种或两种的比较例12～比较例14中，发生了龟裂。

[0111] 这些例子表明了通过添加酚醛树脂和二氧化硅这两种物质，多元醇交联的氟橡胶的耐压缩破坏性也得到了提升。

[0112] [表3]

[0113]

		实施例	比较例
		7	15
基础橡胶	VMQ (KE-961T-U)	100	100
交联剂	有机过氧化物 (C-8)	2	2
填充剂	酚醛树脂 (Bellpearl R100)	10	-
常态物理性质	硬度 (Type-A)	65	57
	拉伸强度 (MPa)	8.4	8.1
	伸长率 (%)	230	393.8
	100% 模量 (MPa)	2.9	2.3
耐热性	压缩永久变形	21	14
耐压缩破坏性	无压缩龟裂的数量	3	2

[0114] 表3中记载了实施例7和比较例15的弹性体组合物的添加情况和试验评价结果。实施例7和比较例15是使用了硅橡胶的例子。尽管在表3中没有直接示出，然而所使用的硅橡胶含有二氧化硅。因此，实施例7和比较例15均含有二氧化硅，两者的差异在于是否含有酚醛树脂。

[0115] 实施例7在耐压缩破坏性的试验中没有发生龟裂。相对于此，比较例15在三次试验中有一次发生了龟裂。因此，这表明：在使用硅橡胶的情况下，通过添加酚醛树脂和二氧化

硅这两种物质,耐压缩破坏性会提升。

[0116] —产业实用性—

[0117] 本公开的弹性体组合物和密封件由于耐压缩破坏性、压缩永久变形等特性优异,因此在对这些特性存在严格要求的应用中是非常有用的。本公开的弹性体组合物由于耐压缩破坏性、压缩永久变形等特性优异,因此能够例如成形为软管、管、输送用垫、输送用辊来使用。