



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.

C08L 83/04 (2006.01)

(45) 공고일자

2007년02월09일

(11) 등록번호

10-0681163

(24) 등록일자

2007년02월05일

(21) 출원번호 10-2000-0079758
 (22) 출원일자 2000년12월21일
 심사청구일자 2005년12월20일

(65) 공개번호 10-2001-0057580
 (43) 공개일자 2001년07월04일

(30) 우선권주장 99-364908 1999년12월22일 일본(JP)

(73) 특허권자 다우 코닝 도레이 캠파니 리미티드
일본국 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 1-1-3

(72) 발명자 요시다히로아키
일본치바켄이치하라시치구사가이간2-2

오카유타카
일본치바켄이치하라시치구사가이간2-2

쓰지유이치
일본치바켄이치하라시치구사가이간2-2

(74) 대리인 이병호
이범래

심사관 : 김수미

전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 정착 롤용 액체 실리콘 고무 조성물 및 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤

(57) 요약

본 발명은 (A) 각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 알케닐 그룹을 가지며 실온에서 액체인 디오가노폴리실록산, (B) 무기 충전제, (C) 각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 수소원자를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산, (D) 백금 촉매, 및 (E) 알칼리 금속의 미립자 수산화물 또는 산화물, 또는 알칼리 토금속의 미립자 수산화물 또는 산화물을 포함하는 정착 롤 용 액체 실리콘 고무 조성물; 및 플루오로카본 수지층을, 상기 언급한 액체 실리콘 고무 조성물을 경화시켜 생성된 실리콘 고무층을 교차하여 롤 축의 주변 표면 상에 제공함으로써 제조된 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤에 관한 것이다.

특허청구의 범위

청구항 1.

- (A) 각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 알케닐 그룹을 가지며 실온에서 액체인 디오가노폴리실록산 100중량부,
- (B) 무기 충전제 5 내지 300중량부,
- (C) 각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 수소원자를 갖는 것으로서, 당해 성분의 규소-결합된 수소원자의 몰수 대 성분(A)의 규소-결합된 알케닐 그룹의 몰수의 비가 0.3:1 내지 5:1이 되도록 하는 양의 오가노하이드로젠폴리실록산,
- (D) 성분(A) 1,000,000중량부당 백금 금속 원자 0.1 내지 500중량부가 되도록 하는 양의 백금 촉매, 및
- (E) 알칼리 금속의 미립자 수산화물 또는 산화물, 또는 알칼리 토금속의 미립자 수산화물 또는 산화물 0.01 내지 10중량부를 포함하는, 정착 률용 액체 실리콘 고무 조성물.

청구항 2.

제1항에 있어서, 성분(E)가 산화칼슘 또는 수산화칼슘인 액체 실리콘 고무 조성물.

청구항 3.

- (A) 각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 알케닐 그룹을 가지며 실온에서 액체인 디오가노폴리실록산 100중량부,
- (B) 무기 충전제 5 내지 300중량부,
- (C) 각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 수소원자를 갖는 것으로서, 당해 성분의 규소-결합된 수소원자의 몰수 대 성분(A)의 규소-결합된 알케닐 그룹의 몰수의 비가 0.3:1 내지 5:1이 되도록 하는 양의 오가노하이드로젠폴리실록산,
- (D) 성분(A) 1,000,000중량부당 백금 금속 원자 0.1 내지 500중량부가 되도록 하는 양의 백금 촉매, 및
- (E) 알칼리 금속의 미립자 수산화물 또는 산화물, 또는 알칼리 토금속의 미립자 수산화물 또는 산화물 0.01 내지 10중량부를 포함하는 액체 실리콘 고무 조성물의 반응 생성물을 포함하는 실리콘 고무층이 경화되어 있는 축; 및 실리콘 고무층의 주변 표면 상에 제공된 플루오로카본 수지층을 갖는, 플루오로카본 수지-피복된 정착 률.

청구항 4.

제3항에 있어서, 성분(E)가 산화칼슘 또는 수산화칼슘인, 플루오로카본 수지-피복된 정착 률.

청구항 5.

제1항에 있어서, 성분(C)의 규소-결합된 수소원자의 몰수 대 성분(A)의 알케닐 그룹의 몰수의 비가 0.3:1 내지 3:1인, 정착 률용 액체 실리콘 고무 조성물.

청구항 6.

제1항에 있어서, 알칼리 금속의 미립자 수산화물 또는 산화물, 또는 알칼리 토금속의 미립자 수산화물 또는 산화물을 0.05 내지 5중량부 포함하는, 정착 률용 액체 실리콘 고무 조성물.

청구항 7.

제3항에 있어서, 성분(C)의 규소-결합된 수소원자의 몰수 대 성분(A)의 알케닐 그룹의 몰수의 비가 0.3:1 내지 3:1인, 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤.

청구항 8.

제3항에 있어서, 알칼리 금속의 미립자 수산화물 또는 산화물, 또는 알칼리 토금속의 미립자 수산화물 또는 산화물을 0.05 내지 5중량부 포함하는, 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 복사기, 프린터, 팩스기 등에 사용되는 정착 롤용 실리콘 고무 조성물 및 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤에 관한 것이다. 보다 상세하게는, 본 발명은, 고온 조건하에서 내구성과 경도 안정성이 우수한 실리콘 고무를 형성시킬 수 있으며 고온 처리 후 실제적으로 경도가 저하되지 않는 정착 롤용 액체 실리콘 고무 조성물, 및 사용 동안 경도 안정성과 신뢰도가 우수한 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤에 관한 것이다.

금속 롤 축의 주변 표면 위에 경도가 낮은 실리콘 고무층을 형성시킨 다음, 상기 외층을 플루오로카본 수지로 피복시켜 제조된 정착 롤을 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤로 칭한다. 이들은 전자사진 복사기, 프린터, 팩스기 등에 널리 사용된다[참조: 일본 특허 제(소)53-74436호, 일본 특허 제(소)57-89785호, 일본 특허 제(소)59-74578호, 및 일본 특허 제(소)59-52269호]. 이들은 200°C를 초과하는 고온에서 토너를 정착시키는데 사용되기 때문에, 이러한 유형의 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤에 대해서는 우수한 내열성이 요구된다. 하층 영역의 실리콘 고무가 공기와 접촉하는 것이 플루오로카본 수지 피복에 의해 차폐되기 때문에, 이는 탈중합화를 유발시키는 경향이 있으며, 경도 저하를 유발하고, 경도에서의 비-균일성, 및 기타 문제를 일으킨다. 또한, 롤의 표면 상에 플루오로카본 수지를 피복시키는 공정이, 플루오로카본 수지 라텍스를 도포하고 고온에서 베이킹시키는 방법을 기본으로 하는 경우, 하층의 실리콘 고무는 약 220 내지 350°C의 고온 베이킹 단계 동안 연화되어 분해된다. 이러한 유형의 실리콘 고무가 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤용으로 사용될 경우, 종이-통과(paper-passing) 내구성 시험 동안, 토너 잔류물이 롤의 표면에 부착되거나, 롤의 표면 상의 불소질 층에서 크리싱(creasing)이 나타난다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

상기한 선행 기술의 문제점을 해결하기 위해 심층 조사한 결과, 본 발명의 발명자들은 알칼리 금속의 미립자 수산화물 또는 산화물, 또는 알칼리 토금속의 미립자 수산화물 또는 산화물을 첨가함으로써 제조된 액체 실리콘 고무 조성물이, 내열성, 특히 플루오로카본 수지 피복으로 인하여 공기 부재하에서의 열 안정성이 우수하다는 것을 발견하였다. 본 발명의 목적은 내구성과 플루오로카본 수지 피복 단계에서 고온 처리 후 실제적으로 경도가 저하되지 않는 경도 안정성이 우수한 실리콘 고무를 형성시킬 수 있는 정착 롤용 액체 실리콘 고무 조성물, 및 사용 동안 경도 안정성과 신뢰도가 우수한 정착 롤을 제공하는 것이다.

발명의 구성

본 발명의 정착 롤용 액체 실리콘 고무 조성물은

- (A) 각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 알케닐 그룹을 가지며 실온에서 액체인 디오가노폴리실록산 100중량부,
- (B) 무기 충전제 5 내지 300중량부,

(C) 각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 수소원자를 갖는 것으로서, 당해 성분의 규소-결합된 수소원자의 몰수 대 성분(A)의 규소-결합된 알케닐 그룹의 몰수의 비가 0.3:1 내지 5:1이 되도록 하는 양의 오가노하이드로젠플리실록산,

(D) 성분(A) 1,000,000중량부당 백금 금속 원자 0.1 내지 500중량부가 되도록 하는 양의 백금 촉매, 및

(E) 알칼리 금속의 미립자 수산화물 또는 산화물, 또는 알칼리 토금속의 미립자 수산화물 또는 산화물 0.01 내지 10중량부를 포함한다.

본 발명은

(A) 각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 알케닐 그룹을 가지며 실온에서 액체인 디오가노폴리실록산 100중량부,

(B) 무기 충전제 5 내지 300중량부,

(C) 각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 수소원자를 갖는 것으로서, 당해 성분의 규소-결합된 수소원자의 몰수 대 성분(A)의 규소-결합된 알케닐 그룹의 몰수의 비가 0.3:1 내지 5:1이 되도록 하는 양의 오가노하이드로젠플리실록산,

(D) 성분(A) 1,000,000중량부당 백금 금속 원자 0.1 내지 500중량부가 되도록 하는 양의 백금 촉매, 및

(E) 알칼리 금속의 미립자 수산화물 또는 산화물, 또는 알칼리 토금속의 미립자 수산화물 또는 산화물 0.01 내지 10중량부를 포함하는, 정착 률용 액체 실리콘 고무 조성물에 관한 것이다.

각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 알케닐 그룹을 갖는 성분(A)인 디오가노폴리실록산은, 당해 조성물을 가교결합시킴으로써 실리콘 고무를 형성시키는데 사용되는 필수 성분이다. 성분(A)는 실질적으로 선형인 디오가노폴리실록산 또는 하기 화학식 1의 평균 단위인 측쇄를 갖는 선형 디오가노폴리실록산이다:

화학식 1



상기식에서,

R은 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 웬틸, 헥실, 또는 기타 알킬 그룹; 비닐, 알릴, 프로페닐, 헥세닐, 또는 기타 알케닐 그룹; 페닐, 툴릴, 또는 기타 아릴 그룹으로 예시되는 1가 탄화수소 그룹; 또는 3,3,3-트리플루오로프로필, 3,3,3-트리클로로프로필, 또는 기타 할로겐-치환된 1가 탄화수소 그룹이고;

n은 1.9 내지 2.1이다.

상기 유형의 디오가노폴리실록산의 점도 범위는 전형적으로 100mPa.s 내지 1,000,000mPa.s이다.

성분(A)의 예로는, 디메틸비닐실록시-말단 차단된 디메틸폴리실록산, 디메틸비닐실록시-말단 차단된 디메틸실록산-메틸비닐실록산 공중합체, 디메틸비닐실록시-말단 차단된 디메틸실록산-메틸페닐실록산 공중합체, 디메틸비닐실록시-말단 차단된 디메틸실록산-메틸페닐실록산 공중합체, 디메틸비닐실록시-말단 차단된 디메틸실록산-메틸페닐실록산 공중합체, 디메틸비닐실록시-말단 차단된 디메틸실록산-메틸(3,3,3-트리플루오로프로필)실록산 공중합체, 및 디메틸비닐실록시-말단 차단된 디메틸실록산-메틸비닐실록산-메틸(3,3,3-트리플루오로프로필)실록산 공중합체가 있다.

과거에 보강 충전제 또는 반-보강 충전제로 공지된 무기 충전제가 성분(B)의 무기 충전제로 사용될 수 있으며, 이는 본 발명의 조성물의 점도를 조절하고 실리콘 고무에 기계적 강도를 부여하기 위하여 사용된다. 상기 보강 충전제의 예로는 견식 가공 실리카, 습식 가공 실리카, 및 이들 실리카를, 예를 들어, 오가노클로로실란, 오가노알콕시실란, 오가노폴리실록산, 또는 오가노실라잔으로 표면 처리하여 수득한 소수성 실리카가 있다. 평균 입자 크기가 50μm 이하이고, BET 방법에 의한

비표면적이 $100\text{m}^2/\text{g}$ 이상인 실리카 미분이 바람직하다. 반-보강 충전제의 예로는 규조토, 석영 분말, 운모, 산화알루미늄, 산화티탄, 및 이들을 오가노실란, 오가노폴리실록산, 지방산 등으로 처리하여 수득한 물질이 있다. 성분(B)은 성분(A) 100 중량부당 5 내지 300중량부로 조성물에 혼합된다.

각 분자 중에 2개 이상의 규소-결합된 수소원자를 갖는 성분(C)의 오가노하이드로겐폴리실록산은 당해 조성물에 대해 가교결합제로 작용한다. 오가노하이드로겐폴리실록산의 예로는 트리메틸실록시 그룹으로 차단된 양 말단을 갖는 메틸하이드로겐폴리실록산, 트리메틸실록시 그룹으로 차단된 양 말단을 갖는 디메틸실록산-메틸하이드로겐실록산 공중합체, 디메틸하이드로겐실록시 그룹으로 차단된 양 말단을 갖는 디메틸실록산-메틸하이드로겐실록산 공중합체, 및 테트라메틸테트라하이드로겐사이클로테트라실록산이 있다. 성분(C)은, 성분(C)의 규소-결합된 수소원자 대 성분(A)의 알케닐 그룹의 몰비가 0.3 내지 5, 바람직하게는 0.3 내지 3이 되도록 하는 양으로 혼합된다. 상기 몰비가 0.3 미만인 경우, 가교결합도가 너무 낮아지며, 경화에 의해 탄성 물질이 제조되지 않으며, 상기 몰비가 5를 초과하는 경우, 탈수소 반응으로 인하여, 기포가 나타날 수 있으며 경화된 고무의 내열성이 저하될 수 있다.

성분(D)의 백금 촉매는 성분(A)와 성분(C)의 부가 반응을 촉진시킨다. 백금 촉매의 예로는 백금 미분, 백금 블랙, 염화백금산, 알콜-개질된 염화백금산, 염화백금산/올레핀 착화합물, 및 염화백금산/알케닐실록산 착화합물이 있다. 성분(D)은 성분(A) 1,000,000중량부당 0.1 내지 500중량부의 양으로 혼합된다.

성분(E)는 본 발명의 조성물에 우수한 고온 내열성을 부여하는 성분이다. 성분(E)은, 알칼리 금속의 미립자 수산화물 또는 산화물, 및 알칼리 토금속의 미립자 수산화물 및 산화물로 이루어진 그룹으로부터 선택되며, 예를 들면, 리튬, 나트륨, 칼륨, 칼슘, 스트론튬 또는 바륨의 산화물 및 이들의 수산화물이 있으며, 수산화칼슘 및 산화칼슘이 보다 온화한 염기성도의 관점에서 가장 적합하다. 성분(E)의 화합물은 단독으로 또는 2종 이상의 혼합물로 사용될 수 있다. 또한, 미분은 본 발명의 조성물 중에 이들을 효율적으로 분산시키는데 도움이 된다. 성분(E)은 성분(A) 100중량부당 0.01 내지 10중량부, 바람직하게는 0.05 내지 5중량부로 본 발명의 조성물 중에 혼합된다. 상기 양이 0.01중량부 미만인 경우, 본 발명의 조성물에 충분한 내열성을 부여하지 못하며, 10중량부를 초과하는 경우, 내열성에 불리한 영향을 준다.

본 발명의 조성물은 상기한 성분(A) 내지 (E)를 포함한다. 그러나, 이들 성분 외에, 각종 첨가제, 예를 들면, 1-에티닐-1-사이클로헥산올, 3-메틸-1-펜텐-3-올, 벤조트리아졸, 및 기타 경화 억제제; 카본 블랙, 적색 산화철, 희토류 산화물, 희토류 수산화물, 세륨 실란올레이트, 세륨 지방산 염, 및 기타 내열성-향상제; 각종 난연제, 내부 이형제, 안료 등이 본 발명의 목적을 손상시키지 않는 한 여기에 첨가될 수 있다.

실리콘 고무 조성물 제조에 사용되는 각종 혼합 장치, 예를 들면, 혼련기 믹서, 가압 혼련기 믹서, ROSS 믹서, 또는 연속 혼련기 압출기가 본 발명의 조성물 제조용 장치로 사용될 수 있다.

다음, 본 발명의 플루오로카본 수지-피복된 정착 룰에 대하여 설명한다. 본 발명의 플루오로카본 수지-피복된 정착 룰은, 상기 언급한 실리콘 고무 조성물의 경화 생성물로 형성된 실리콘 고무층의 주변 표면 상에 플루오로카본 수지층을 제공함으로써 수득한다. 철, 알루미늄, 및 스테인레스 스틸이 본 발명의 정착 룰의 룰 축의 제조용 원료의 예이다.

또한, 시판되는 플루오로카본 수지의 튜브 또는 플루오로카본 수지 피복제가 플루오로카본 수지로 사용될 수 있다. 보다 상세하게는, 플루오로카본 수지의 튜브, 예를 들면, 폴리테트라플루오로에틸렌 수지(PTFE), 테트라플루오로에틸렌-페플루오로알킬 비닐 에테르 공중합체 수지(PFA), 불화 에틸렌 프로필렌 공중합체 수지(FEP), 에틸렌-테트라플루오로에틸렌 공중합체 수지(ETFE), 폴리클로로트리플루오로에틸렌 공중합체 수지(PCTFE), 폴리비닐리덴 플루오라이드 수지(PVDF), 폴리비닐 플루오라이드 수지(PVF), 에틸렌 클로로트리플루오로에틸렌 공중합체 수지(ECTFE), 및 테트라플루오로에틸렌-헥사플루오로프로필렌 공중합체 수지(FEP); 및 플루오로카본 수지 피복제, 예를 들면, 폴리테트라플루오로에틸렌 수지(PTFE) 라텍스 및 DAI-EL 라텍스(플루오로카본 수지 라텍스; 제조원: Daikin Industries, Ltd.)가 제시된다. 플루오로카본 수지층의 두께는 전형적으로 0.1mm 이하, 바람직하게는 0.1 내지 $50\mu\text{m}$ 의 범위이며, 실리콘 고무층의 두께는 전형적으로 0.1 내지 50mm , 바람직하게는 0.1 내지 30mm 이다.

이후, 본 발명을 실시예 및 비교 실시예를 참고로 하여 설명한다. 실시예에서, "부"는 "중량부"를 의미하며, "점도"는 25°C 에서 측정한 값을 나타낸다. 또한, 실리콘 고무의 경도 및 압축 영구변형률은 다음 방법으로 측정한다.

○ 경도

실리콘 고무 조성물을 120°C의 뜨거운 프레스에서 10분 동안 가열한 다음, 200°C에서 4시간 동안 가열하여, 두께가 6mm인 실리콘 고무 쉬트(sheet)를 제조한다. 실리콘 고무 쉬트의 경도는 JIS K 6249에 명시된 바와 같이 JIS A형 듀로메터(durometer)를 사용하여 측정한다.

○ 압축 영구변형률

실리콘 고무 조성물을 120°C의 뜨거운 프레스에서 15분 동안 가열한 다음, 200°C에서 4시간 동안 가열하여, 두께가 12.7mm인 압축 영구변형률을 측정용 실리콘 고무 시험편을 제조한다. 실리콘 고무 시험편의 압축 영구변형률은 JIS K 6249에 규정되어 있는 압축 영구변형률 시험법에 따라서 측정한다. 또한, 압축 시험 동안, 압축비는 25%이고, 열처리 온도는 180°C이며, 열처리 시간은 22시간이다.

○ 내열성

실리콘 고무 조성물을 120°C의 뜨거운 프레스에서 10분 동안 가열한 다음, 200°C에서 4시간 동안 가열하여, 두께가 6mm인 실리콘 고무 쉬트를 제조한다. 플루오로카본 수지(불소고무 코팅제; 제조원: Daikin Industries, Ltd.; 상표명: DAI-EL Latex GLS-213)를 상기 실리콘 고무 쉬트의 표면 상에 균일하게 분무-피복시킨 다음, 350°C에서 30분 동안 베이킹시킨다. 다음, 실온으로 냉각시킨 후, 플루오로카본 수지를 박리시킨다. 이후, 상기 수득한 베이킹된 실리콘 고무 쉬트의 경도를 JIS K 6249에 규정된 바와 같이 JIS A형 듀로메터를 사용하여 측정한다.

실시예 1

디메틸디클로로실란으로 표면 처리된 비표면적이 $110\text{m}^2/\text{g}$ 인 발연 실리카 10부 및 평균 입자 크기가 $3\mu\text{m}$ 인 분말화 석영 미분 50부를, 트리메틸실록시 그룹으로 차단된 분자쇄의 양 말단을 갖는, 점도가 $40,000\text{mPa.s}$ 인 디메틸실록산-메틸비닐 실록산 공중합체(비닐 그룹 함량: 0.32중량%) 100부에 가한 다음, 균질하게 혼합한다. 다음, 각 성분을 180°C에서 1시간 동안 혼합한 다음, 혼합물을 실온으로 냉각시켜, 균질한 실리콘 고무 기재 화합물을 수득한다. 산화칼슘 미분 0.3부, 화학식 $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{MeHSiO})_6(\text{Me}_2\text{SiO})_4\text{SiMe}_3$ 의 메틸하이드로겐실록산-디메틸실록산 공중합체 2.5부, 염화백금산과 디비닐테트라메틸디실록산의 착화합물(백금 함량: 0.5중량%) 0.4부, 및 경화 지연제로서 1-에티닐-1-사이클로헥산올을 기재 화합물에 가한 다음, 각 성분을 균질하게 혼합하여, 액체 실리콘 고무 조성물을 제조한다. 상기 조성물을 경화시켜 수득한 실리콘 고무의 경도는 22이며, 이의 압축 영구변형률은 4%이다. 또한, 실리콘 고무의 내열성 시험후 경도는 20이며, 따라서 플루오로카본 수지 피복 및 베이킹 후 실제적으로 변화가 없었다.

이후, 실리콘 고무용으로 사용되는 시판용 프라이머(제조원: Dow Corning Toray Silicone Co., Ltd.; 상표명: DY39-051A/B Primer)를 직경이 10mm인 원통형 롤 축(철제)의 주변 표면 상에 균질하게 피복시킨 후, 원통형 롤 축을 정착 롤 제조용으로 사용되는 금형의 공동 내부에 설치한다. 이어서, 상기한 액체 실리콘 고무 조성물을 여기에 충전시켜, 120°C에서 30분 동안 경화시킨 다음, 200°C에서 4시간 동안 후-경화시켜, 두께가 1.5mm인 실리콘 고무로 피복된 원통형 롤 축을 제조한다. 이어서, 실리콘 고무용으로 사용되는 시판용 프라이머로 실리콘 고무 표면을 처리한 후, 플루오로카본 수지(플루오로카본 코팅제; 제조원: Daikin Industries, Ltd.; 상표명: DAI-EL Latex GLS-213)를 상기 실리콘 고무 쉬트의 표면 상에 균일하게 분무-피복시킨 다음, 350°C에서 30분 동안 베이킹시켜, 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤을 제조한다. 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤을 전자사진 복사기에 장착한 다음, 100,000장의 복사물을 A4 복사지 상에 연속해서 복사한다. 화상이 선명하게 복사된다.

비교 실시예 1

실시예 1에서와 동일한 방법으로 액체 실리콘 고무 조성물을 제조하지만, 이 경우, 실시예 1에서 첨가된 산화칼슘 미분을 제외시킨다. 조성물을 경화시켜 수득한 실리콘 고무의 경도는 21이고, 압축 영구변형률은 3%이다. 실리콘 고무의 내열성 시험후 경도는 10으로, 실시예 1에서 수득한 실리콘 고무의 시험후 경도와 비교하여 11 포인트가 하락하였다.

다음, 상기 액체 실리콘 고무 조성물을 사용하여 실시예 1에서와 동일한 방법으로 플루오로카본 수지-피복된 정착 롤을 제조한다. 전자사진 복사기에 상기 정착 롤을 장착한 다음, 연속해서 A4 복사지에 10,000장을 복사한 후, 화상이 복사되어 불규칙적으로 나타날 수 있다. 또한, 연속해서 10,000장을 복사한 후, 정착 롤의 표면 상에 크리싱이 나타났다.

실시예 2

디메틸디클로로실란으로 표면 처리된 비표면적이 $110\text{m}^2/\text{g}$ 인 발연 실리카 5부 및 평균 입자 크기가 $3\mu\text{m}$ 인 분말화 석영 미분 50부를, 디메틸비닐실록시 그룹으로 차단된 분자쇄의 양 말단을 갖는, 점도가 $7,500 \text{ mPa.s}$ 인 디메틸실록산-메틸비닐실록산 공중합체(비닐 그룹 함량: 0.31중량%) 100부에 가한 다음, 균질하게 혼합한다. 다음, 각 성분을 180°C 에서 1시간 동안 혼합한 다음, 혼합물을 실온으로 냉각시켜, 실리콘 고무 기재 화합물을 수득한다. 수산화칼슘 미분 0.5부, 화학식 $\text{HMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{14}\text{SiMe}_2\text{H}$ 의 디메틸하이드로겐실록시 그룹으로 차단된 분자쇄의 양 말단을 갖는 디메틸실록산 8부, 염화백금산과 디비닐테트라메틸디실록산의 착화합물(백금 함량: 0.5중량%) 0.5부, 및 경화 지연제로서 1-에티닐-1-사이클로헥산올을 기재 화합물에 가한 다음, 각 성분을 균질하게 혼합하여 액체 실리콘 고무 조성물을 제조한다. 상기 조성물을 경화시켜 수득한 실리콘 고무의 경도는 10이며, 이의 압축 영구변형률은 3%이다. 또한, 실리콘 고무의 내열성 시험 후 경도는 11이며, 따라서 플루오로카본 수지 피복 및 베이킹 후 실제적으로 변화가 없었다.

이후, 실리콘 고무용으로 사용되는 시판용 프라이머(제조원: Dow Corning Toray Silicone Co., Ltd.; 상표명: DY39-051A/B Primer)로 표면 처리한, 직경이 10mm 인 철제 원통형 를 축, 및 두께가 $50\mu\text{m}$ 인 테트라플루오로에틸렌-퍼플루오로알킬 비닐 에테르 공중합체 수지로 제조된 투브인, 외면 상의 실리콘 고무용으로 사용되는 시판용 프라이머(제조원: Dow Corning Toray Silicone Co., Ltd.; 상표명: DY39-067 Primer)로 처리된 플루오로카본 수지 투브(이의 내부면은 알칼리로 처리됨)를 정착 를 제조용으로 사용되는 금형의 공동에 설치한다. 상기한 액체 실리콘 고무 조성물을 상기 공동으로 주입하여, 100°C 에서 30분 동안 경화시킨 다음, 200°C 에서 4시간 동안 후-경화시켜, 두께가 3mm 인 실리콘 고무 및 플루오로카본 수지로 피복된 정착 를을 제조한다. 상기 정착 를을 전자사진 복사기에 장착한 다음, 100,000장의 복사물을 A4 복사지 상에 연속해서 복사한다. 화상이 선명하게 복사된다.

비교 실시예 2

실시예 2에서와 동일한 방법으로 액체 실리콘 고무 조성물을 제조하지만, 이 경우, 실시예 2에서 첨가된 수산화칼슘 미분을 제외시킨다. 조성물을 경화시켜 수득한 실리콘 고무의 경도는 10이고, 압축 영구변형률은 3%이다. 실리콘 고무의 내열성 시험후 경도는 4로, 실시예 2에서 수득한 실리콘 고무의 시험후 경도와 비교하여 6 포인트가 하락하였다.

다음, 상기 액체 실리콘 고무 조성물을 사용하여, 실시예 2에서와 동일한 방법으로 플루오로카본 수지-피복된 정착 를을 제조한다. 전자사진 복사기에 상기 정착 를을 장착한 다음, 연속해서 A4 복사지에 20,000장을 복사한 후, 화상이 복사되어 불규칙적으로 나타날 수 있다. 또한, 정착 를의 표면 상에 크리싱이 나타났다.

발명의 효과

본 발명에 의해, 고온 조건하에서 내구성과 경도 안정성이 우수한 실리콘 고무를 형성시킬 수 있으며 고온 처리 후 실제적으로 경도가 저하되지 않는 정착 를용 액체 실리콘 고무 조성물, 및 사용 동안 경도 안정성과 신뢰도가 우수한 플루오로카본 수지-피복된 정착 를을 제공할 수 있다.