

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4548559号
(P4548559)

(45) 発行日 平成22年9月22日 (2010. 9. 22)

(24) 登録日 平成22年7月16日 (2010. 7. 16)

(51) Int. Cl. F I
B 2 9 C 35/02 (2006. 01) B 2 9 C 35/02
C O 8 K 3/36 (2006. 01) C O 8 K 3/36
C O 8 L 83/04 (2006. 01) C O 8 L 83/04
B 2 9 K 19/00 (2006. 01) B 2 9 K 19/00

請求項の数 4 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2000-221721 (P2000-221721)	(73) 特許権者	000002060
(22) 出願日	平成12年7月24日 (2000. 7. 24)		信越化学工業株式会社
(65) 公開番号	特開2002-36253 (P2002-36253A)		東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(43) 公開日	平成14年2月5日 (2002. 2. 5)	(74) 代理人	100079304
審査請求日	平成18年7月13日 (2006. 7. 13)		弁理士 小島 隆司
		(74) 代理人	100103595
			弁理士 西川 裕子
		(72) 発明者	関口 晋
			群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
			信越化学工業株式会社 シリコン電子
			材料技術研究所内
		(72) 発明者	舩井 一磨
			群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
			信越化学工業株式会社 シリコン電子
			材料技術研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 オイルブリード性シリコンゴムの成型方法及びオイルブリード性シリコンゴム組成物

(57) 【特許請求の範囲】

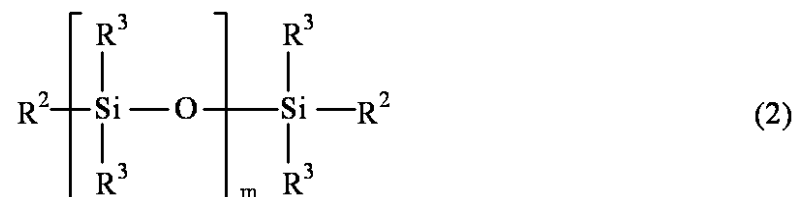
【請求項1】

(A) 下記平均組成式 (1)

(式中 R^1 は非置換又は置換の一価炭化水素基であり、 a は 1. 98 ~ 2. 02 の正数である。)で示される重合度 8, 000 以上のオルガノポリシロキサン：100重量部、(B) 比表面積が $50 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上の微粉末シリカ：10 ~ 100重量部、

(C) 下記一般式 (2)

【化1】

(式中 R^2 は水酸基、又は炭素数 1 ~ 8 の非置換又は置換の一価炭化水素基であり、互いに同一でも異なってもよい。 R^3 は互いに同一又は異種の非置換又は置換の一価炭化水素基であるが、少なくとも R^2 及び R^3 の全量中に 10 モル% 以上はフェニル基であり、 m は 3 以上の正数である。)

で示されるシリコンブリードオイル：1～10重量部、

(D) 硬化剤：硬化有効量

を含有してなり、170℃における加硫特性においてトルクが最も低くなるML値が0.07～0.2 N・mを示すことを特徴とするオイルブリード性シリコンゴム組成物。

【請求項2】

(D) 成分が有機過酸化物であって、(A) 成分100重量部に対し0.1～10重量部を含有し、金型成型用であることを特徴とする請求項1記載のオイルブリード性シリコンゴム組成物。

【請求項3】

オイルブリード性シリコンゴム組成物を金型にて成型するに際し、オイルブリード性シリコンゴム組成物として、

(A) 下記平均組成式(1)



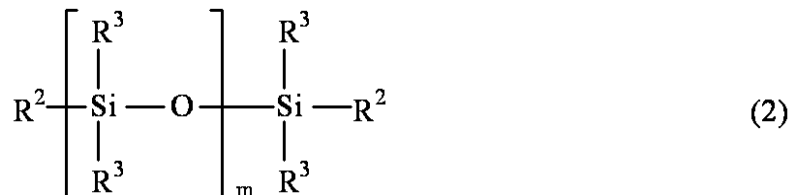
(式中R¹は非置換又は置換の一価炭化水素基であり、aは1.98～2.02の正数である。)

で示される重合度8,000以上のオルガノポリシロキサン：100重量部、

(B) 比表面積が50 m²/g以上の微粉末シリカ：10～100重量部、

(C) 下記一般式(2)

【化2】



(式中R²は水酸基、又は炭素数1～8の非置換又は置換の一価炭化水素基であり、互いに同一でも異なってもよい。R³は互いに同一又は異種の非置換又は置換の一価炭化水素基であるが、少なくともR²及びR³の全量中に10モル%以上はフェニル基であり、mは3以上の正数である。)

で示されるシリコンブリードオイル：1～10重量部、

(D) 硬化剤：硬化有効量

を含有してなり、170℃における加硫特性においてトルクが最も低くなるML値が0.07～0.2 N・mを示すことを特徴とするオイルブリード性シリコンゴム組成物を用いることを特徴とするオイルブリード性シリコンゴムの成型方法。

【請求項4】

オイルブリード性シリコンゴム組成物の(D)成分が有機過酸化物であって、(A)成分100重量部に対し0.1～10重量部を含有するものであることを特徴する請求項3記載のオイルブリード性シリコンゴムの成型方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は成型時に金型汚れが極めて少なく、且つ金型からの離型性に優れ、成型物中にガス不良と呼ばれる成型不良を発生させないオイルブリード性シリコンゴムの成型方法及びオイルブリード性シリコンゴム組成物に関する。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】

シリコンゴムは、その優れた特性から自動車部品として、オイルシール、コネクタ部のパッキン、ゴム栓、Oリング、ダイヤフラム、ディストリビューター用グロメット等を使用されており、特に、コネクタ部、ディストリビューター用グロメットの分野において、組み立ての際の作業性や装着した後の密閉性、防水性、絶縁性を追求した結果、成

10

20

30

40

50

型品表面にオイルがブリードするオイルブリード性シリコーンゴムが有効であることが認められ、かかるオイルブリード性シリコーンゴムが広く用いられている。この場合ブリードオイルとして、従来、フェニル基を含有し、粘度が100～500 c s のシリコーンオイルが用いられている。

【0003】

このようなオイルブリード性シリコーンゴムの成型は、圧縮成型、移送成型、射出成型等の一般のゴム成型方法によって所望の形状に成型し、常法に従って加硫硬化させることによって得ることができるが、成型品形状が複雑に入り組んでいることが多く、また、成型品形状が小さく、一度の成型で数十個から数百個の成型品を作ることが多いため、成型品が金型から脱型しやすいことは生産性を高める上で必要不可欠である。

10

【0004】

脱型性を改良する目的で、金型表面に離型剤を塗布したり、金型表面をコーティングしたり、シリコーンゴム組成物中に離型剤を添加する方法が同時に行われるが、オイルブリード性シリコーンゴムの場合、加硫成型時に、金型表面にオイルがブリードするため一般に脱型時の抵抗は少ない。しかしながら、抵抗を小さくさせるため単にシリコーンゴム組成物にブリードオイル添加量を多量にすると、成型時にガス不良と呼ばれる成型物中にガス溜まりを生じる成型不良品が高い確率で発生するだけでなく、ブリードしたシリコーンオイルが金型表面に付着し、成型を繰り返すことによって金型表面が汚れてゆき、脱型時の抵抗を大きくするとともに、汚れ成分が成型品に付着したり、金型表面に固着した汚れが原因で成型品に不良が発生する問題が起こる。そのため、金型汚れが少なく、脱型性に優れたオイルブリード性シリコーンゴムが望まれている。

20

【0005】

特開平6-16938号公報には、特定量の水酸基とフェニル基を含有するブリードオイルを配合したオイルブリード性シリコーンゴム組成物が提案され、特開平6-93186号公報には2種類のブリードオイルを配合したオイルブリード性シリコーンゴム組成物が提案されているが、成型性、金型汚れ性を満足するものではない。特開平11-148013号公報では、JSRキュラストメーターIIIを使用し、170℃で加硫させたときの硬化時最大トルク値が4～10 kg f-cmの範囲内にあるブリード性シリコーンゴムコンパウンドが提唱されているが、金型汚れを解決させるものではない。

【0006】

30

従って、本発明は、特に成型時に金型汚れが少なく、金型からの離型性に優れ、成型物中にガス不良と呼ばれる成型不良を発生させないオイルブリード性シリコーンゴムの成型方法及びこれに用いるオイルブリード性シリコーンゴム組成物を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段および発明の実施の形態】

本発明らは、上記目的を達成するため鋭意検討を積み重ねた結果、フェニルシリコーン系ブリードオイルを用いたオイルブリード性シリコーンゴム組成物からオイルブリード性シリコーンゴムを金型成型する場合、加硫時の最低トルクが0.07～0.2 N・m（約0.7～約2.0 kg f-cm）であるオイルブリード性シリコーンゴムを使用することにより、ブリード性に優れている上、成型時に金型汚れが少なく、金型からの離型性に優れ、不良成型物が極めて少ないことを見出し、本発明をなすに至った。

40

【0008】

即ち、本発明は、オイルブリード性シリコーンゴム組成物を金型にて成型するに際し、オイルブリード性シリコーンゴム組成物として170℃における加硫特性においてトルクが最も低くなるML値が0.07～0.2 N・mであるものを用いることを特徴とするオイルブリード性シリコーンゴムの成型方法を提供する。この場合、オイルブリード性シリコーンゴム組成物は、フェニル基をケイ素原子に結合した有機基の10モル%以上含有するシリコーンブリードオイルを0.5～20重量%含有するものであることが好ましい。また、本発明は、

50

(A) 下記平均組成式 (1)



(式中 R^1 は非置換又は置換の一価炭化水素基であり、 a は 1.98 ~ 2.02 の正数である。)

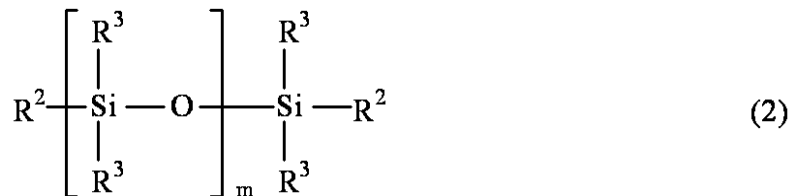
で示される重合度 8,000 以上のオルガノポリシロキサン：100 重量部、

(B) 比表面積が $50 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上の微粉末シリカ：10 ~ 100 重量部、

(C) 下記一般式 (2)

【0009】

【化2】



10

(式中 R^2 は水酸基、又は炭素数 1 ~ 8 の非置換又は置換の一価炭化水素基であり、互いに同一でも異なってもよい。 R^3 は互いに同一又は異種の非置換又は置換の一価炭化水素基であるが、少なくとも R^2 及び R^3 の全量中に 10 モル% 以上はフェニル基であり、 m は 3 以上の正数である。)

で示されるシリコーンブリードオイル：1 ~ 10 重量部、

20

(D) 硬化剤：硬化有効量

を含有してなり、170℃における加硫特性においてトルクが最も低くなる ML 値が 0.07 ~ 0.2 N・m を示すことを特徴とするオイルブリード性シリコーンゴム組成物を提供する。

【0010】

以下、本発明につき更に詳しく説明する。

【0011】

本発明におけるオイルブリード性シリコーンゴムの成型方法において、成型に用いるオイルブリード性シリコーンゴム組成物は、ベースポリマーであるオルガノポリシロキサン生ゴム、微粉末シリカ、ブリードオイル、硬化剤を含有する。

30

【0012】

上記オルガノポリシロキサン生ゴムは、下記平均組成式 (1)



(式中 R^1 は非置換又は置換の一価炭化水素基であり、 a は 1.98 ~ 2.02 の正数である。)

で示される重合度 3000 以上のオルガノポリシロキサンを使用することができる。

【0013】

この場合、 R^1 としてはメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等のアルキル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基、ビニル基、アリル基、ブテニル基、ヘキセニル基等のアルケニル基、フェニル基、トリル基等のアリール基、ベンジル基、 β -フェニルプロピル基等のアラルキル基、又はこれらの基の炭素原子に結合した水素原子の一部又は全部をハロゲン原子、シアノ基などで置換したクロロメチル基、トリフルオロプロピル基、シアノエチル基などから選択される、同一又は異種の好ましくは炭素数 1 ~ 12、より好ましくは炭素数 1 ~ 8 の非置換又は置換の一価炭化水素基が挙げられる。好ましくはメチル基、フェニル基、ビニル基、トリフルオロプロピル基であり、特にメチル基が 50 モル% であることが好ましい。また、 a は 1.98 ~ 2.02 の正数である。このオルガノポリシロキサンは、分子鎖末端がトリメチルシリル基、ジメチルビニルシリル基、ジメチルヒドロキシシリル基、トリビニルシリル基などで封鎖されたものとするができるが、本発明においてこのオルガノポリシロキサンは分子中に少なくとも 2 個のアルケニル基を有する必要がある、 R のうち 0.001 ~ 10 モル%、特に 0.01 ~ 5 モル% がアル

40

50

ケニル基、特にビニル基であることが好ましい。また、粘度は、25℃における粘度が100,000cS以上のものが好ましい。より好ましくは100,000～10,000,000cSである。重合度は8,000以上で、上限は100,000、より好ましくは20,000である。

【0014】

微粉末シリカ（シリカ系充填剤）は、通常、その比表面積が50m²/g以上であることが好ましく、より好ましくは100～400m²/gである。このような微粉末シリカとしては、例えば、ヒュームドシリカ、焼結シリカ、沈降シリカ等が挙げられ、これらは1種単独でも2種以上を組み合わせ使用してもよい。また、これらの充填剤は、その表面を例えば鎖状オルガノポリシロキサン、環状オルガノポリシロキサン、ヘキサメチルジシラザン、各種オルガノシランで表面処理してもよい。（B）成分の配合量は、（A）成分のオルガノポリシロキサン100重量部に対して10～100重量部の割合が好ましく、より好ましくは10～50重量部である。配合量が少な過ぎたり、多すぎると得られるシリコーンゴム組成物の加工性が低下し、得られた硬化物の十分な機械的強度が得られない。

10

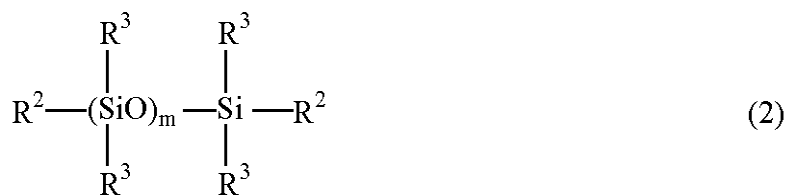
【0015】

シリコーンブリードオイルは硬化したシリコーンゴム表面からオイルブリードするものであれば特に制限されないが、フェニル基を含有するシリコーンオイルが好ましく、特にフェニル基をケイ素原子に結合した有機基の10モル%以上、とりわけ15～25モル%含有するシリコーンオイルが好ましい。フェニル基含有量が10モル%未満では、オイルブリード速度が遅く、多量の添加が必要となり、成型性が悪くなることがある。ブリードオイルはオイルブリード性シリコーンゴム組成物中に0.5～20重量%、特に2～10重量%含有することが好ましい。本発明では特に硬化後のシリコーンゴム成型品に潤滑性を付与する、下記一般式（2）で示されるシリコーンブリードオイルを用いることが好ましい。

20

【0016】

【化3】



30

（式中R²は水酸基、又は炭素数1～8の非置換又は置換の一価炭化水素基であり、複数のR²は互いに同一でも異なってもよい。R³は互いに同一又は異種の非置換又は置換の一価炭化水素基であり、少なくともR²及びR³の全量中に10モル%以上のフェニル基を有し、mは3以上の正数である。）

ここで、式中R²は、水酸基、又は炭素数1～8の非置換又は置換の一価炭化水素基であり、一価炭化水素基としてはメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ヘキシル基、シクロヘキシル基等のアルキル基、シクロアルキル基、フェニル基、トリル基等のアリール基、ベンジル基等のアラルキル基や、これらの水素原子の一部または全部をハロゲン原子などで置換したものが挙げることができる。式中R³は、上記と同様の炭素数1～8の一価炭化水素基である。R²及びR³の全量中に少なくとも10モル%以上のフェニル基を有し、好ましくは15モル%～25%のフェニル基含有量である。フェニル基含有量が10モル%未満ではオイルブリード速度が遅く、多量添加が必要となり、成型性が悪化する傾向にある。

40

【0017】

一般式（2）で示されるシリコーンブリードオイルの25℃における粘度は、100～500cS、好ましくは150～300cSである。粘度が100cS未満ではシリコーンゴム組成物の可塑性が低くなり、成型不良が多くなることがあり、500cSを超えると

50

成型時に金型汚れが発生することがある。

【0018】

本成分の添加量は、オルガノポリシロキサン100重量部に対し、1～10重量部であり、好ましくは2～10重量部である。添加量が1重量部未満では十分なオイルブリードがされず、20重量部を超えると、成型品の物理的強度が低下するとともに成型時にウェルドラインの発生を引き起こすおそれがある。

【0019】

硬化剤としては、有機過酸化物硬化剤又は付加架橋による硬化剤がオルガノポリシロキサンの硬化有効量使用される。

【0020】

有機過酸化物としてはベンゾイルパーオキシド、2, 4-ジクロロベンゾイルパーオキシド、p-メチルベンゾイルパーオキシド、o-メチルベンゾイルパーオキシド、2, 4-ジクミルパーオキシド、2, 5-ジメチルルビス(2, 5-トーブチルパーオキシ)ヘキサン、ジ-トーブチルパーオキシド、トーブチルパーベンゾエート、1, 1-ビス(トーブチルパーオキシ)-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサン、1, 6-ビス(トーブチルパーオキシカルボキシ)ヘキサン、ジクミルパーオキシド、クミル-トーブチルパーオキシド等の有機過酸化物が用いられる。これらの有機過酸化物は単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これら有機過酸化物の添加量は、オルガノポリシロキサン100重量部に対し0.1～10重量部、好ましくは0.3～5重量部である。0.1重量部未満では架橋が不十分であり、10重量部を超えても硬化速度の向上は望めない。

【0021】

また、付加架橋による硬化でも問題はなく、架橋剤として、1分子中にSiH基を2個以上、好ましくは3個以上有するオルガノハイドロジェンポリシロキサン、具体的には両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルハイドロジェンポリシロキサン、両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルハイドロジェンシロキサン共重合体、両末端ジメチルハイドロジェンシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン、両末端ジメチルハイドロジェンシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルハイドロジェンシロキサン共重合体、両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルハイドロジェンシロキサン・ジフェニルシロキサン共重合体、両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルハイドロジェンシロキサン・ジフェニルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体、 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 単位と $\text{SiO}_{4/2}$ 単位とからなる共重合体、 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 単位と $\text{SiO}_{4/2}$ 単位と $(\text{C}_6\text{H}_5)\text{SiO}_{3/2}$ 単位とからなる共重合体などが挙げられる。

【0022】

このオルガノハイドロジェンポリシロキサンの配合量は、オルガノポリシロキサン100重量部に対して0.1～30重量部、特に0.3～10重量部とすることが好ましい。

【0023】

付加反応触媒としては、白金黒、塩化第2白金、塩化白金酸、塩化白金酸と1価アルコールとの反応物、塩化白金酸とオレフィン類との錯体、白金ビスアセトアセテート等の白金系触媒、パラジウム系触媒、ロジウム系触媒などが挙げられる。なお、この付加反応触媒の配合量は触媒量とすることができる。

【0024】

本発明の組成物には、上記成分に加え、必要に応じてヒドロキシ基含有オルガノシロキサン、粉碎石英、結晶性シリカ等の非補強性シリカ、アセチレンブラック、ファーネスブラック、チャンネルブラック等のカーボンブラック、炭酸カルシウム等の充填剤、着色剤、引き裂き強度向上剤、耐熱性向上剤、難燃性向上剤、受酸剤、熱伝導率向上剤などの各種添加剤や離型剤あるいは充填剤用分散剤として各種アルコキシシラン、特にフェニル基含有アルコキシシラン及びその加水分解物、ジフェニルシランジオール、カーボンファンクショナルシラン、シラノール基含有低分子シロキサンなどを添加することは任意である。

【0025】

本発明のシリコーンゴム組成物は、 170°C における加硫特性において、トルクが最も低くなるML値が $0.07\sim 0.2\text{ N}\cdot\text{m}$ ($0.686\sim 1.96\text{ kgf}\cdot\text{cm}$)、好ましくは $0.075\sim 0.15\text{ N}\cdot\text{m}$ の範囲にあるもので、これにより成型時にガス不良とよばれる成型物中にガス溜まりを生じる現象の発生を効果的に防止し得る。ML値が $0.07\text{ N}\cdot\text{m}$ 未満ではガス不良が発生し、成型品の不良率が高くなり、 $0.2\text{ N}\cdot\text{m}$ を超えると、成型物が金型内に十分行き渡らず、成型品中に不良品が発生する。

【0026】

ここで、 170°C における加硫特性におけるトルクが最も低くなるML値の測定は、JIS K 6300における振動式加硫試験に準じればよく、具体的には 170°C で振角1度のせん断振動を加えて硬化に伴うトルク変化を測定し、最小となるML値とすればよい。測定装置としては、例えばモンサントMD2000（モンサントケミカルカンパニー製）等が挙げられる。

10

【0027】

なお、ML値は、ベースポリマーであるオルガノポリシロキサン重合度、微粉末シリカの種類や配合量、ブリードオイルの種類や量その他、任意成分の種類や量を適宜選択することにより $0.07\sim 0.2\text{ N}\cdot\text{m}$ に調整することができる。

【0028】

本発明のシリコーンゴム組成物は、上記成分を2本ロール、バンパリーミキサー、ドウミキサー（ニーダー）などのゴム練機を用いて均一に混合し、必要に応じて加熱処理を施すことにより得ることができる。

20

【0029】

このようにして得られたシリコーンゴム組成物は、金型中で常法に従って成型し、加熱硬化させることにより、容易にシリコーンゴム成型品を得ることができる。その硬化方法は硬化剤の分解及びシリコーンゴムの加硫に十分な熱をかける方法であればよく、また、その成型方法も押し出し成型による連続加硫、プレス、インジェクションによる型発泡など、特に制限されるものではない。また、必要に応じて $150^{\circ}\text{C}\sim 250^{\circ}\text{C}$ で1～10時間程度二次加硫してもよい。

【0030】

【発明の効果】

本発明は、加硫時の最低トルクを $0.07\sim 0.2\text{ N}\cdot\text{m}$ としたことにより、ブリード性に優れ、かつ成型時に金型汚れが少なく、金型からの離型に優れ、不良成型物の極めて少ないオイルブリード性シリコーンゴムを成型することができる。

30

【0031】

【実施例】

以下に、実施例及び比較例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるものではない。

【0032】

[実施例、比較例]

シリコーンゴム組成物として下記方法で調製した組成物を使用した。

【0033】

40

ベースコンパウンドA

ジメチルシロキサン単位99.825モル%、メチルビニルシロキサン単位0.15モル%、ジメチルビニルシロキサン単位0.025モル%からなり、平均重合度が約8000であるオルガノポリシロキサン100重量部、比表面積が約 $200\text{ m}^2/\text{g}$ である湿式シリカ（日本シリカ工業（株）製）40重量部、分散剤として両末端シラノール基を有し、平均重合度13、 25°C における粘度が 15 cS であるジメチルポリシロキサン10重量部をニーダーにて混練りし、 180°C にて3時間加熱処理してベースコンパウンドAを調製した。

【0034】

ベースコンパウンドB

50

ジメチルシロキサン単位 99.825 モル%、メチルビニルシロキサン単位 0.15 モル%、ジメチルビニルシロキサン単位 0.025 モル% からなり、平均重合度が約 8000 であるオルガノポリシロキサン 100 重量部、比表面積が約 $230 \text{ m}^2/\text{g}$ であるヒュームドシリカ（トクヤマ（株）製）42 重量部、分散剤として両末端シラノール基を有し、平均重合度 13、25℃における粘度が 15 cS であるジメチルポリシロキサン 10 重量部をニーダーにて混練りし、180℃にて3時間加熱処理してベースコンパウンド B を調製した。

【0035】

ベースコンパウンド C

ジメチルシロキサン単位 99.825 モル%、メチルビニルシロキサン単位 0.15 モル%、ジメチルビニルシロキサン単位 0.025 モル% からなり、平均重合度が約 6000 であるオルガノポリシロキサン 100 重量部、比表面積が約 $200 \text{ m}^2/\text{g}$ である湿式シリカ（日本アエロジル（株）製）40 重量部、分散剤として両末端シラノール基を有し、平均重合度 13、25℃における粘度が 15 cS であるジメチルポリシロキサン 18 重量部をニーダーにて混練りし、180℃にて3時間加熱処理してベースコンパウンド C を調製した。

【0036】

上記ベースコンパウンドに表 1 に示すブリードオイル等を二本ロールにて配合した。この配合物 100 重量部に対し 2, 5-ジメチル-2, 5-ジ（ターシャリーブチルパーオキシ）ヘキサン 0.4 重量部を二本ロールで配合して 7 種類の組成物を得た。この組成物を用い、キュラストメーターにて加硫特性の測定、成型品の脱型試験、金型汚れ試験、オイルブリード具合を目視にて観察した。結果を表 1 に示す。

【0037】

加硫特性の測定（ML 値測定）

モンサント MD2000（モンサントケミカルカンパニー製）にて上下ダイスとシリコンゴム組成物の間に 0.1 mm のテフロンシートをはさみ、170℃、振角 1 度のせん断振動を加えて硬化に伴うトルク変化を測定し、最小となる値を ML 値とする。単位は N・m である。

【0038】

成型品の脱型性試験

図 1 に示した形状の成型品 M を図 2 に示した 100 個取りの移送成型金型を用い、上記成型物を 175℃で5分間加圧成型すると、成型品は中子に付いた状態で取り出すことができる。これを図 3 に示す脱型ピンを用い、脱型するときに必要な力を測定する（脱型ピンの降下速度が 100 mm/分）。また、成型物中に発生するガス不良品の個数を数え、不良発生率を計算する。

【0039】

なお、図 2 において 1 は下型、2 は上型、3 は中子、4 はピストン、5 はポット、6 はスプルー、7 はリングゲートであり、図 3 において、8 は脱型ピンを表す。

【0040】

金型汚れ試験

直径 5 cm、厚さ 2 mm の円盤状成型品を成型する圧縮成型金型を用い、上記組成物を 175℃で5分間の加圧成型を行い、50 回繰り返した後の金型の汚れを目視にて測定した。

【0041】

オイルブリード具合

上記金型汚れ試験にて成型した製品について、成型後 200℃にて4時間加熱処理した成型品の表面状態からオイルブリード具合を目視にて測定した。

【0042】

【表 1】

10

20

30

40

成分（重量部）	実施例					比較例		
	1	2	3	4	5	1	2	3
ベースコンパウンドA	90	90	45			90		
ベースコンパウンドB			45	90	90		90	
ベースコンパウンドC								90
ブリードオイルA	5		5	5		20		5
ブリードオイルB		5			5		20	
珪藻土	10	10	10	10	10	10	10	10
ギョラストML値（N・m）	0.090	0.088	0.082	0.075	0.078	0.061	0.055	0.050
金型汚れ試験	なし	←	←	←	←	ほとんどなし	←	若干汚れ
脱型試験（N）	0.36	0.25	0.20	0.28	0.29	0.23	0.19	0.22
ガス不良発生率（％）	0	0	0	1	2	45	26	33
オイルブリード性	良好	←	←	←	←	良好	←	←

ブリードオイルA：両末端がトリメチルシリル基で封鎖されたフェニル基含有量18mol％（他の置換基はメチル基）、粘度200cS（25℃）

ブリードオイルB：両末端がトリメチルシリル基で封鎖されたフェニル基含有量25mol％（他の置換基はメチル基）、粘度180cS（25℃）

10

【0043】

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の脱型試験用成型品の断面図である。

20

【図2】本発明の脱型試験用移送成型型金型機の断面図である。

【図3】本発明の脱型試験方法を示す概略図である。

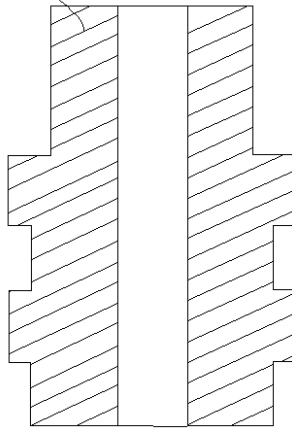
【符号の説明】

- 1 下型
- 2 上型
- 3 中子
- 4 ピストン
- 5 ポット
- 6 スプルー
- 7 リングゲート
- 8 脱型ピン
- M 成型品

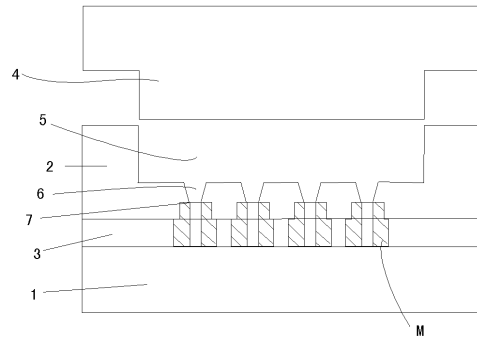
30

【図 1】

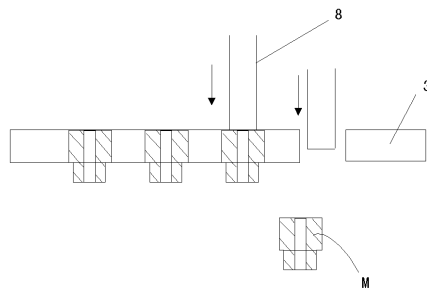
M



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

(72)発明者 小池 義明

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内

(72)発明者 山川 直樹

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内

審査官 大村 博一

(56)参考文献 特開平11-148013 (JP, A)

特開平11-286568 (JP, A)

特開平11-071495 (JP, A)

特開平10-259278 (JP, A)

国際公開第00/004091 (WO, A1)

特開平06-016938 (JP, A)

特開平09-165517 (JP, A)

特開平05-148422 (JP, A)

特開平06-093186 (JP, A)

特開平02-222453 (JP, A)

特開2000-034411 (JP, A)

特開2000-159937 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B29C 35/00-35/18

C08K 3/00-13/08

C08L 1/00-101/14