

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2021-172700

(P2021-172700A)

(43) 公開日 令和3年11月1日(2021.11.1)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C O 8 L 21/00 (2006.01)</b>	C O 8 L 21/00	3 J O 4 O
<b>C O 8 L 61/06 (2006.01)</b>	C O 8 L 61/06	4 H O 1 7
<b>C O 8 K 3/36 (2006.01)</b>	C O 8 K 3/36	4 J O O 2
<b>C O 8 L 83/04 (2006.01)</b>	C O 8 L 83/04	
<b>C O 8 L 27/12 (2006.01)</b>	C O 8 L 27/12	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2020-75483 (P2020-75483)	(71) 出願人	000003263
(22) 出願日	令和2年4月21日 (2020.4.21)		三菱電線工業株式会社
			東京都千代田区丸の内三丁目4番1号
		(74) 代理人	110001427
			特許業務法人前田特許事務所
		(72) 発明者	安田 裕明
			兵庫県尼崎市東向島西之町8番地 三菱電
			線工業株式会社 尼崎事業所内
		(72) 発明者	伊東 隆男
			兵庫県尼崎市東向島西之町8番地 三菱電
			線工業株式会社 尼崎事業所内
		(72) 発明者	竹田 龍平
			兵庫県尼崎市東向島西之町8番地 三菱電
			線工業株式会社 尼崎事業所内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エラストマー組成物及びそれからなるシール製品

(57) 【要約】

【課題】エラストマー組成物及びこれを用いたシール材について、望ましい圧縮破壊特性、圧縮永久歪み等の特性を実現する。

【解決手段】

本開示のエラストマー組成物は、エラストマーと、粉体のフェノール樹脂と、粉体のシリカとを含む。本開示のシール材は、本開示のエラストマー組成物を架橋成形してなる。当該シール材は、半導体製造装置に用いても良い。

【選択図】なし

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

エラストマーと、  
粉体のフェノール樹脂と、  
粉体のシリカとを含むことを特徴とするエラストマー組成物。

**【請求項 2】**

請求項 1 において、  
前記エラストマーは、少なくともフッ素エラストマー又はシリコンエラストマーを含むことを特徴とするエラストマー組成物。

**【請求項 3】**

請求項 1 において、  
前記エラストマーは、フッ素エラストマーであることを特徴とするエラストマー組成物。

10

**【請求項 4】**

請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 つにおいて、  
前記フェノール樹脂の粒径は、 $20\ \mu\text{m}$  以下であることを特徴とするエラストマー組成物。

**【請求項 5】**

請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 つにおいて、  
前記エラストマー 100 質量部に対する前記フェノール樹脂及び前記シリカの配合量は、それぞれ 1 質量部以上で且つ 30 質量部以下であることを特徴とするエラストマー組成物。

20

**【請求項 6】**

請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 つのエラストマー組成物を架橋成形してなるシール材。

**【請求項 7】**

請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 つのエラストマー組成物を架橋成形してなる半導体製造装置用のシール材。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

30

本開示は、エラストマー組成物及びそれからなるシール製品に関する。

**【背景技術】****【0002】**

様々な特性を有するエラストマー組成物が知られており、目的に応じて用いられている。例えば、機械装置において気密性を得るためのシール材の場合、硬さ、引っ張り強さ、耐圧縮破壊性、圧縮永久歪み等が重要である。

**【0003】**

特許文献 1 では、ゴムの架橋密度を低下させることにより圧縮破壊耐性を高めることが開示されている。また、特許文献 2 では、ゴムの分子量を制御することにより圧縮破壊耐性を高めることが開示されている。

40

**【先行技術文献】****【特許文献】****【0004】**

【特許文献 1】特開 2010 - 235906 号公報

【特許文献 2】国際公開 2003 - 074625

**【発明の概要】****【発明が解決しようとする課題】****【0005】**

シール材について、圧縮破壊を防ぐことが望まれる。通常、圧縮破壊を避けるために、シール材を使用する際には潰し率を制限する。しかし、設計の都合、公差、加熱時の膨張

50

等により、潰し率が想定より大きくなることがある。特に、高温ではゴムの線膨張係数が大きくなり且つ強度は低下するので、圧縮破壊が発生しやすい。

【 0 0 0 6 】

圧縮破壊耐性を高める目的でゴムの架橋密度を低下させた場合、圧縮永久歪みが低下する。また、ゴムの分子量を制御することにより圧縮破壊耐性を高めることが知られているが、分子量はポリマー重合の差異に決定されるので、目的ごとに重合の条件等を設定する必要があり、汎用性の点で劣る。

【 0 0 0 7 】

本開示の目的は、エラストマー組成物及びこれを用いたシール材について、望ましい圧縮破壊特性、圧縮永久歪み等の特性を実現することである。

10

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 8 】

本開示のエラストマー組成物は、エラストマーと、粉体のフェノール樹脂と、粉体のシリカとを含む。また、本開示のシール材は、本開示のエラストマー組成物を架橋成形してなるものである。更に、本開示のシール材は、半導体製造装置に用いるシール材である。

【発明の効果】

【 0 0 0 9 】

本開示のエラストマー組成物を用いると、耐圧縮破壊性及び圧縮永久歪みに優れた物品を製造することができる。

20

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 0 】

以下、本開示の実施形態について説明する。本実施形態のエラストマー組成物は、エラストマーと、粉体のフェノール樹脂と、粉体のシリカとを含む。フェノール樹脂及びシリカを共に含むこのようなエラストマー組成物を用いると、耐圧縮破壊性及び圧縮永久歪みについて優れた物品を製造することができる。物品の例としては、機械装置において気密性を得るためのシール材、特に半導体製造装置に用いるシール材が挙げられる。

【 0 0 1 1 】

エラストマーとしては、フッ素エラストマー及びシリコンエラストマーが望ましい。これらの一方だけからなっても良いし、両方を含んでも良い。これらのエラストマーを主成分（50質量%以上）として、他の種類のエラストマーを含んでも良い。優れた耐圧縮破壊性及び圧縮永久歪みを実現する目的からは、フッ素エラストマーを含むことが望ましく、フッ素エラストマーのみであることが更に望ましい。

30

【 0 0 1 2 】

フッ素エラストマーとしては、例えば、ビニリデンフルオライド（VDF）とヘキサフルオロプロピレン（HFP）との共重合体（二元系FKM）、ビニリデンフルオライド（VDF）とヘキサフルオロプロピレン（HFP）とテトラフルオロエチレン（TFE）との共重合体（三元系FKM）、テトラフルオロエチレン（TFE）とプロピレン（Pr）との共重合体（FEP）、ビニリデンフルオライド（VDF）とプロピレン（Pr）とテトラフルオロエチレン（TFE）との共重合体、エチレン（E）とテトラフルオロエチレン（TFE）との共重合体（ETFE）、エチレン（E）とテトラフルオロエチレン（TFE）とパーフルオロメチルビニルエーテル（PMVE）との共重合体、ビニリデンフルオライド（VDF）とテトラフルオロエチレン（TFE）とパーフルオロメチルビニルエーテル（PMVE）との共重合体、ビニリデンフルオライド（VDF）とパーフルオロメチルビニルエーテル（PMVE）との共重合体、テトラフルオロエチレン（TFE）とパーフルオロアルキルエーテル（PFAE）の共重合体等が挙げられる。これらのうちの1種又は2種以上を用いることが好ましい。

40

【 0 0 1 3 】

以上のうち、二元系FKM、三元系FKM、FEP、FFKM、パーフルオロポリエーテルがより好ましい。

【 0 0 1 4 】

50

フッ素エラストマーの架橋方法としては、ポリオール架橋とパーオキサイド（有機過酸化物）架橋とが知られているが、そのどちらを用いることもできる。

【0015】

ポリオール架橋は、圧縮永久歪みの点についてはパーオキサイド架橋よりも優れている。しかし、ポリオール架橋の場合、架橋反応の際にHFが生成するので、これを吸収するためにMgO、CaOH<sub>2</sub>等を添加する必要がある。この結果、ポリオール架橋のフッ素エラストマーは、パーオキサイド架橋のフッ素エラストマーに比べると、含有金属が多く、プラズマ環境下にて発塵しやすい傾向がある。このことから、半導体製造装置用のシール材としては、パーオキサイド架橋の方が好ましい。また、耐薬品性、スチーム性の点（金属酸化物により低下する傾向がある）からも、パーオキサイド架橋の方が好ましい。但し、ポリオール架橋のフッ素エラストマーについても、フェノール樹脂粉末を配合することにより圧縮永久歪みが向上する効果は実現するので、ポリオール架橋の場合を排除するものではない。

10

【0016】

パーオキサイドは、所定の温度に加熱されたときにゴム成分を架橋させる熱架橋剤である。具体例としては、1, 1 - ビス（t - ブチルパーオキシ） - 3, 5, 5 - トリメチルシクロヘキサン、2, 5 - ジメチルヘキサン - 2, 5 - ジヒドロパーオキサイド、ジ - t - ブチルパーオキサイド、t - ブチルクミルパーオキサイド、ジクミルパーオキサイド、  
 , - ビス（t - ブチルパーオキシ） - p - ジイソプロピルベンゼン、2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ジ（t - ブチルパーオキシ）ヘキサン、2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ジ（t - ブチルパーオキシ） - ヘキシン - 3、ベンゾイルパーオキサイド、t - ブチルパーオキシベンゼン、t - ブチルパーオキシマレイン酸、t - ブチルパーオキシイソプロピルカーボネート、t - ブチルパーオキシベンゾエイト等が挙げられる。パーオキサイドは、これらのうちの1種又は2種以上を用いることが好ましく、優れた物性を得る観点から、2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ジ（t - ブチルパーオキシ）ヘキサンを用いることがより好ましい。

20

【0017】

また、ポリオール系架橋剤としては、ビスフェノール類が好ましい。具体的には、例えば、2, 2 - ビス（4 - ヒドロキシフェニル）プロパン [ビスフェノールA]、2, 2 - ビス（4 - ヒドロキシフェニル）パーフルオロプロパン [ビスフェノールAF]、ビス（4 - ヒドロキシフェニル）スルホン [ビスフェノールS]、ビスフェノールA - ビス（ジフェニルホフェート）、4, 4' - ジヒドロキシジフェニル、4, 4' - ジヒドロキシジフェニルメタン、2, 2 - ビス（4 - ヒドロキシフェニル）ブタン等のポリヒドロキシ芳香族化合物が挙げられる。ポリオールは、優れた物性を得る観点から、ビスフェノールA、ビスフェノールAF等が好ましい。これらはアルカリ金属塩又はアルカリ土類金属塩の形であってもよい。

30

【0018】

シリコンゴムとしては、例えば、メチルビニルシリコンゴム、メチルビニルフェニルシリコンゴム、フロロシリコンゴム等が挙げられる。シリコンゴムは、これらのうちの1種又は2種以上が用いられていることが好ましい。シリコンゴムの架橋は、有機過酸化物が用いられて行われていても、縮合重合によって行われていても、白金触媒が用いられて行われていても、いずれでもよい。

40

【0019】

次に、フェノール樹脂は、粉体として用いることが望ましい。特に、平均粒径が20 μm以下であることが望ましく、10 μm以下であることがより望ましく、6 μm以下であることが更に望ましい。尚、平均粒径は、レーザー回折散乱法により測定した50%粒度を言うものとする。

【0020】

また、本実施形態において、フェノール樹脂は、反応が完了しているものであることが好ましい。例えば、メタノール中にて加熱環流した際の抽出分が10質量%以下であるも

50

のが好ましい。また、遊離フェノール含有量が500ppm以下のフェノール樹脂が好ましい。

【0021】

フェノール樹脂の配合量は、圧縮永久歪みを向上する観点から、ゴム成分100質量部に対し、好ましくは1質量部以上であり、より好ましくは3質量部以上であり、更に望ましくは5質量部以上である。また、同じ観点から、フェノール樹脂の配合量は好ましくは30質量部以下であり、より好ましくは25質量部以下であり、更に好ましくは15質量部以下である。

【0022】

次に、シリカについても、粉体として用いることが好ましい。シリカは、BET法により測定される比表面積が90m<sup>2</sup>/g以上であることが好ましい。シリカとしては、乾式シリカや湿式シリカ等の合成非晶質シリカが好ましく、親水性乾式シリカや疎水性乾式シリカ等の乾式シリカがより好ましく、疎水性乾式シリカが更に好ましい。

【0023】

また、シリカは、表面処理されていても良い。例えば、シランカップリング剤によって表面処理され、メチル基、ジメチル基、トリメチル基等が導入されていても良い。

【0024】

シリカの配合量は、耐圧縮破壊性を向上させる観点から、ゴム成分100質量部に対し、好ましくは1質量部以上であり、より好ましくは3質量部以上であり、更に望ましくは5質量部以上である。また、同じ観点から、シリカの配合量は好ましくは30質量部以下であり、より好ましくは25質量部以下であり、更に好ましくは15質量部以下である。

【0025】

また、本実施形態のシール材を構成するフッ素エラストマー組成物は、水素サイト保護剤を更に含有していてもよい。水素サイト保護剤は、ゴム製品の製造時に放射線が照射されたとき、ゴム成分の炭素-水素間の結合が切断されて生じる炭素のラジカルに結合する化合物である。

【0026】

水素サイト保護剤は、分子内にゴム成分の炭素のラジカルに結合するアルケニル基を有するパーフルオロ骨格の化合物、及び/又は、分子内にゴム成分の炭素のラジカルに結合するアルケニル基を有するシロキサン骨格の化合物を含むことが好ましい。アルケニル基としては、例えば、ビニル基、アリル基、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基、ヘプテニル基等が挙げられる。アルケニル基は、これらのうちのビニル基が好ましい。

【0027】

分子内にアルケニル基を有するパーフルオロ骨格の化合物としては、例えば、パーフルオロポリエーテル構造の化合物、パーフルオロアルキレン構造の化合物等が挙げられる。分子内にアルケニル基を有するシロキサン骨格の化合物としては、例えば、メチルビニルシロキサンの重合体、ジメチルシロキサンの重合体、ジメチルシロキサンとメチルビニルシロキサンとの共重合体、ジメチルシロキサンとメチルビニルシロキサンとメチルフェニルシロキサンとの共重合体等が挙げられる。その他、付加重合の液状シリコンゴムである分子中にアルケニル基を含有するオルガノポリシロキサンが挙げられる。水素サイト保護剤は、これらのうちの1種又は2種以上を用いることが好ましい。

【0028】

水素サイト保護剤の含有量は、耐プラズマ性を高める観点から、ゴム成分100質量部に対して、好ましくは1質量部以上、より好ましくは5質量部以上であり、また、好ましくは20質量部以下、より好ましくは15質量部以下である。

【0029】

未架橋のフッ素ゴム組成物は、オープンロールなどの開放式のゴム混練機、或いは、ニーダーなどの密閉式のゴム混練機を用いて調製することができる。これらのうち、特にオープンロールなどの開放式のゴム混練機において、優れた混練加工性を得ることができる。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 3 0 】

以上のようなフッ素ゴム組成物からシール材等の物品を製造するには、例えば、金型を用いた加工を行う。つまり、本実施形態に係る未架橋のフッ素ゴム組成物の所定量を、予熱した金型のキャビティに充填し、次いで型締めした後、その状態で、所定の成形温度及び所定の成形圧力で所定の成形時間だけ保持する。このとき、未架橋のフッ素ゴム組成物がキャビティの形状に成形されるとともに、ゴム成分が架橋剤により架橋して可塑性を喪失する。この成形は、プレス成形であってもよく、また、射出成形であってもよい。成形温度は、例えば 150 以上 180 以下である。成形圧力は、例えば 0.1 MPa 以上 2.5 MPa 以下である。成形時間は、例えば 3 分以上 20 分以下である。そして、金型を型開きし、内部から成形品を取り出して冷却することにより、ゴム製品を得ることができる。なお、金型から取り出した成形品に対しては、更に加熱温度 150 以上 250 以下及び加熱時間 2 時間以上 24 時間以下の熱処理を施してもよい。

10

## 【 0 0 3 1 】

シリコンゴムを用いる場合についても、細かな条件等は必ずしも同じではないが、フッ素ゴムを用いる場合と同様にしてシール材を製造することができる。

## 【 0 0 3 2 】

上記のようにして製造されたシール材は、機械装置において機密性を得るために使用できる。特に、高温、高圧の条件においても使用でき、半導体製造装置等において有効にしようできる。

20

## 【 実施例 】

## 【 0 0 3 3 】

以下、本開示のエラストマー組成物と、それを用いた半導体製造装置用のシール材について、実施例 1 ~ 7 及び比較例 1 ~ 15 を説明する。配合及び特性について、それぞれ表 1 ~ 表 3 にも記載している。

## 【 0 0 3 4 】

エラストマー組成物からなるシール材の作製

## ( 実施例 1 )

フッ素ゴム成分の FKM (Solvay 社製、商品名：テクノフロン P959) 100 質量部に対し、架橋剤としての有機過氧化物 (日本油脂株式会社製、商品名パーヘキサ 25B) 1.5 質量部と、架橋助剤としてトリアリルイソシアヌレート (TAIC、三菱ケミカル社製) 2.5 質量部と、フェノール樹脂粉末 (エア・ウォーター・ベルパール社製、商品名ベルパール R100) 5 質量部と、シリカ (日本アエロジル社製、商品名：アエロジル R972) 5 質量部を加え、オープンロールにより混練を行った。混練したコンパウンドを 160 で 10 分間プレス成形した。その後、ギアオープン中にて 200 で 4 時間、二次架橋を行った。得られたシール材を実施例 1 のシール材とした。尚、ベルパール R100 の平均粒径は 1.5  $\mu\text{m}$  である。

30

## 【 0 0 3 5 】

## ( 実施例 2 )

フェノール樹脂粉末 (ベルパール R100) 及びシリカ (アエロジル R972) の配合量を共に 10 質量部 (フッ素ゴム 100 質量部に対して。以下、配合剤の質量部について、同様にゴム成分 100 質量部に対する値であることを省略して記載することがある) とした他は実施例 1 と同様にして、実施例 2 のシール材を作製した。

40

## 【 0 0 3 6 】

## ( 実施例 3 )

フェノール樹脂粉末 (ベルパール R100) の配合量を 25 質量部、シリカ (アエロジル R972) の配合量を 5 質量部とした他は実施例 1 と同様にして、実施例 3 のシール材を作製した。

## 【 0 0 3 7 】

## ( 実施例 4 )

フェノール樹脂粉末 (ベルパール R100) の配合量を 5 質量部、シリカ (アエロジル R972

50

）の配合量を 2.5 質量部とした他は実施例 1 と同様にして、実施例 4 のシール材を作製した。

【0038】

（実施例 5）

フェノール樹脂粉末（ベルパールR100）及びシリカ（アエロジルR972）の配合量を共に 2.5 質量部とした他は実施例 1 と同様にして、実施例 5 のシール材を作製した。

【0039】

（実施例 6）

フッ素ゴム成分の FKM（ケマーズ社製、商品名：パイトンA-50）1.0 質量部に対し、架橋剤及び触媒（ケマーズ社、商品名：キュラティブV-50）2.5 質量部、受酸剤としての酸化マグネシウム（協和化学工業社製、商品名：キョーワマグ150）3 質量部及び水酸化カルシウム（近江化学工業社製、商品名：カルビット2000）6 質量部と、フェノール樹脂粉末（ベルパールR100）1.0 質量部と、シリカ（アエロジルR972）1.0 質量部とを加え、オープンロールにより混練を行った。混練したコンパウンドを 160 で 20 分間プレス成形した。その後、ギアオープン中にて 250 で 24 時間、二次架橋を行った。得られたシール材を実施例 6 のシール材とした。

10

【0040】

（実施例 7）

シリコンゴム成分の VMQ（信越化学工業社製、商品名KE-961T-U：シリカが 2.5 部添加されたVMQ）1.0 質量部に対し、架橋材としての有機過酸化物（信越化学工業社製、商品名：C-8）2 質量部、フェノール樹脂粉末（ベルパールR100）を加え、オープンロールにより混練を行った。混練したコンパウンドを 160 で 10 分間プレス成形した。その後、ギアオープン中にて 200 で 4 時間、二次架橋を行った。得られたシール材を実施例 7 のシール材とした。

20

【0041】

尚、VMQ中のシリカ含有量は、窒素雰囲気下でシリコンゴムを熱分解したときの残渣重量をシリカ重量として含有率を計算したものである。

【0042】

（比較例 1）

フェノール樹脂粉末（ベルパールR100）及びシリカ（アエロジルR972）の配合量を 0 質量部（つまり、加えない）とした他は実施例 1 と同様にして、比較例 1 のシール材を作製した。

30

【0043】

（比較例 2）

フェノール樹脂粉末（ベルパールR100）の配合量を 1.0 質量部とした他は比較例 1 と同様にして、比較例 2 のシール材を作製した。

【0044】

（比較例 3）

フェノール樹脂粉末（ベルパールR100）の配合量を 2.5 質量部とした他は比較例 1 と同様にして、比較例 3 のシール材を作製した。

40

【0045】

（比較例 4）

フェノール樹脂粉末（ベルパールR100）の配合量を 5.0 質量部とした他は比較例 1 と同様にして、比較例 4 のシール材を作製した。

【0046】

（比較例 5）

フェノール樹脂粉末として、ベルパールR100に代えてベルパールR800（商品名。エア・ウォーター・ベルパール社製）を用いた他は比較例 2 と同様にして、比較例 5 のシール材を作製した。尚、ベルパールR800の平均粒径は 2.2  $\mu\text{m}$  である。

【0047】

50

(比較例 6)

シリカ (アエロジルR972) の配合量を 10 質量部とした他は比較例 1 と同様に、比較例 6 のシール材を作製した。

【0048】

(比較例 7)

シリカ (アエロジルR972) の配合量を 25 質量部とした他は比較例 1 と同様に、比較例 7 のシール材を作製した。

【0049】

(比較例 8)

シリカ (アエロジルR972) の配合量を 25 質量部とした他は比較例 1 と同様に、比較例 8 のシール材の作製を試みたが、シリカを 40 質量部程度加えた時点でロール混練が不可能になり、作製できなかった。

【0050】

(比較例 9)

カーボンブラック (Cancarb社製、商品名Thermax N990) 25 質量部を更に加えた他は比較例 1 と同様に、比較例 9 のシール材を作製した。

【0051】

(比較例 10)

カーボンブラック (Thermax N990) 10 質量部と、フェノール樹脂粉末 (ベルパールR100) 10 質量部とを更に加えた他は比較例 1 と同様に、比較例 10 のシール材を作製した。

【0052】

(比較例 11)

カーボンブラック (Thermax N990) 10 質量部と、シリカ (アエロジルR972) 10 質量部とを更に加えた他は比較例 1 と同様に、比較例 11 のシール材を作製した。

【0053】

(比較例 12)

フェノール樹脂粉末 (ベルパールR100) 及びシリカ (アエロジルR972) の配合量を 0 質量部 (つまり、加えない) とした他は実施例 6 と同様に、比較例 12 のシール材を作製した。

【0054】

(比較例 13)

フェノール樹脂粉末 (ベルパールR100) の配合量を 10 質量部とした他は比較例 12 と同様に、比較例 13 のシール材を作製した。

【0055】

(比較例 14)

シリカ (アエロジルR972) の配合量を 10 質量部とした他は比較例 12 と同様に、比較例 14 のシール材を作製した。

【0056】

(比較例 15)

フェノール樹脂粉末 (ベルパールR100) の配合量を 0 質量部 (つまり、加えない) とした他は実施例 7 と同様に、比較例 15 のシール材を作製した。

【0057】

試験評価方法

(硬さ)

作製したシール材の硬さは、JIS K6253-3に従い、タイプ A のデュロメータを用いて瞬間値として測定した。

【0058】

(引っ張り強さ、伸び、100%モジュラス)

作製したシール材の引っ張り強さ、伸び、及び100%モジュラスは、いずれもJIS K6252

10

20

30

40

50



に基づき、厚さ 2 mm の 3 号ダンベル状試験片により測定した。

【 0 0 5 9 】

（ 圧縮永久歪み ）

作製したシール材の圧縮永久歪みは、JIS K6262に基づき、AS-214 Oリングを半分に切った試験片により測定した。加熱条件は、実施例 5 及び比較例 1 5 について 1 5 0 、 7 2 時間、その他について 2 0 0 、 7 2 時間とした。圧縮率は 2 5 % とした。

【 0 0 6 0 】

（ 耐圧縮破壊性 ）

作成したシール材の耐圧縮破壊性については、Oリングを切断すること無く、圧縮率を 5 0 % 、加熱条件を 1 8 0 、 4 時間とした他は圧縮永久歪みの測定と同様に行った。それぞれ 3 つの試験片について行い、割れが生じなかった数を記録した。

10

【 0 0 6 1 】

試験評価結果

【 0 0 6 2 】

【表 1】

		実施例					比較例										
		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
ベ-スゴム	FKM(テックフロンプ959)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
架橋剤	有機過酸化物(パ-ヘキ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
架橋助剤	多官能化合物(TAIC)	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
充填剤	7-ノ-ル樹脂(パ-ルパ-ルR100)	5	10	25	5	25	-	10	25	50	-	-	-	-	-	10	-
	7-ノ-ル樹脂(パ-ルパ-ルR800)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-	-	-
	カーボンブラック(Thermax)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	25	10	10
	シリカ	5	10	5	25	25	-	-	-	-	10	10	25	50	-	-	10
常態物性	硬さ (Type-A)	66	74	73	84	92	51	58	69	85	67	65	83	作成			
	引張強さ (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	不可			
	伸び (%)	280	210	190	250	110	290	210	190	120	230	270	230				
	100%モジュラス (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				
耐熱性	圧縮永久歪み (%)	15	18	23	30	35	27	13	17	24	崩壊	36	40				
耐圧破壊性	圧縮割れの無かった数	3	3	3	3	3	0	1	2	2	0	1	1				

【 0 0 6 3 】

表 1 に、実施例 1 ~ 5 と、比較例 1 ~ 11 について、エラストマー組成物の配合及び

10

20

30

40

50

試験評価結果を記載している。

【0064】

実施例1～5について、圧縮破壊は発生していない（3回の試験を行い、圧縮割れの生じなかった数が3である）。これに対し、比較例1～11では、少なくとも1つは圧縮破壊を生じている。従って、フェノール樹脂及びシリカを共に配合することにより、耐圧縮破壊性が向上している。

【0065】

比較例1は、フェノール樹脂及びシリカをいずれも配合しない例である。耐圧縮破壊性の試験により3回とも試験片は割れており、耐圧縮破壊性は低い。

【0066】

フェノール樹脂のみを配合する比較例2～4について、配合量を増やすことで耐圧縮破壊性が向上する傾向は見られる。しかし、配合量が50質量部の比較例4でも3回の試験で1回は割れている。これに対し、フェノール樹脂及びシリカの合計の配合量が合わせて10質量部の実施例1において、割れは防がれている。従って、単純に配合量を増やすことでは耐圧縮破壊性を十分に向上することはできず、フェノール樹脂及びシリカを共に用いることが効果を発揮している。

【0067】

また、シリカのみを配合する比較例6及び7の場合、フェノール樹脂及びシリカのいずれも配合しない場合（比較例1）に比べれば、多少は耐圧縮破壊性が改善している。しかし、3回の試験で2回は割れており、十分な効果は無い。また、実施例8のように、シリカを50質量部としたシール材は作成不可能であった。

【0068】

更に、比較例6では圧縮永久歪みが36%であるのに対し、実施例2では18%である。この2例においてシリカの配合量は同じであるから、フェノール樹脂を配合することにより圧縮永久歪みが改善することが示されている。比較例7と実施例4との比較からも、同様のことが示されている。シリカを配合すると圧縮永久歪みは劣化する傾向にあるが、更にフェノール樹脂を配合することにより、劣化は抑制されている。

【0069】

比較例9～11は、カーボンブラックを配合する例である。耐圧縮破壊性に関して（比較例1に比べた場合）多少の改善は見られるが、不十分である。フェノール樹脂を更に配合する比較例10では、比較例9又は11よりも優れるが、実施例には及ばない。

【0070】

また、比較例9～11について、引張強さは20前後であり、これは望ましい値である。これに対し、実施例1～5についても引張強さは20以上の値である。つまり、引張強さに関して、フェノール樹脂及びシリカを共に充填剤として配合すると、一般的な充填剤であるカーボンブラックと同等の効果がある。従って、引張強さを劣化させることなく耐圧縮破壊性を改善することができる。

【0071】

比較例5は、実施例2とはフェノール樹脂の平均粒径だけが異なる。実施例2ではフェノール樹脂の平均粒径は1.5μm程度、比較例5では2.2μm程度である。比較例5の場合、圧縮永久歪みの試験において試験片は崩壊し、また、耐圧縮破壊性の試験において3回の試験で全て割れを生じた。従って、フェノール樹脂の平均粒径には望ましい範囲が存在する。

【0072】

尚、実施例として表1には示していないが、平均粒径が5.8μm程度のフェノール樹脂粉末（エア・ウォーター・ベルパール社製、商品名ベルパールR200）を用いた場合にも耐圧縮破壊性等の改善は確認された。

【0073】

10

20

30

40

【表 2】

		実施例	比較例		
		6	12	13	14
ポリマー	FKM(ハイトンA-50)	100	100	100	100
架橋剤	ポリオール(キュラティブ V50)	2.5	2.5	2.5	2.5
受酸剤	酸化マグネシウム(キョーワマグ 150)	3	3	3	3
	水酸化カルシウム(カルティック2000)	6	6	6	6
充填剤	フェノール樹脂(ヘルパールR100)	10	-	10	-
	シリカ(アエロシールR972)	10	-	-	10
常態物性	硬さ(Type-A)	77	56	64	73
	引っ張り強さ(MPa)	13.2	8.2	10.5	15.1
	伸び(%)	240	290	250	240
	100%モジュラス(MPa)	5.6	1.8	2.8	4.7
耐熱性	圧縮永久歪み	21	19	20	28
耐圧縮破壊	圧縮割れの無かった数	3	0	1	1

10

20

## 【0074】

次に、表 2 に、実施例 6 と比較例 12 ～ 14 とについて、エラストマー組成物の配合及び試験評価結果を記載している。実施例 6 及び比較例 12 ～ 14 は、ポリオール架橋のフッ素ゴムを用いた例である。

## 【0075】

フェノール樹脂及びシリカを共に配合する実施例 6 では、耐圧縮破壊性の試験において割れを生じていない。これに対し、フェノール樹脂及びシリカの一方又は両方を配合した比較例 12 ～ 14 では、割れが生じている。

## 【0076】

これらの例から、ポリオール架橋のフッ素ゴムについても、フェノール樹脂及びシリカの両方を配合することにより耐圧縮破壊性が向上することが示されている。

30

## 【0077】

【表 3】

		実施例	比較例
		7	15
ベースゴム	VMQ(KE-961T-U)	100	100
架橋剤	有機過酸化物(C-8)	2	2
充填剤	フェノール樹脂(ヘルパールR100)	10	-
常態物性	硬さ(Type-A)	65	57
	引っ張り強さ(MPa)	8.4	8.1
	伸び(%)	230	393.8
	100%モジュラス(MPa)	2.9	2.3
耐熱性	圧縮永久歪み	21	14
耐圧縮破壊	圧縮割れの無かった数	3	2

10

## 【0078】

20

次に、表3に、実施例7と比較例15とについて、エラストマー組成物の配合及び試験評価結果を記載している。実施例7及び比較例15は、シリコンゴムを用いた例である。表3に直接は示されていないが、用いたシリコンゴムはシリカを含有する。従って、実施例7と比較例15は共にシリカを含み、差異はフェノール樹脂を含むか否かである。

## 【0079】

実施例7について、耐圧縮破壊性の試験にて割れは生じなかった。これに対し、比較例15では、3回の試験で1回は割れを生じた。従って、シリコンゴムを用いた場合にも、フェノール樹脂及びシリカの両方を配合することにより、耐圧縮破壊性が向上することが示された。

## 【産業上の利用可能性】

30

## 【0080】

本開示のエラストマー組成物及びシール材は、圧縮破壊特性、圧縮永久歪み等の特性に優れるので、これらの特性についての要求が厳しい条件での使用に有用である。また、本開示のエラストマー組成物は、圧縮破壊特性、圧縮永久歪み等の特性に優れるので、例えばホース、チューブ、搬送用パッド、搬送用ローラに成形して使用するために有用である。

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード(参考)
<b>C 0 9 K</b> <b>3/10</b> <b>(2006.01)</b>	C 0 9 K    3/10    G	
<b>F 1 6 J</b> <b>15/10</b> <b>(2006.01)</b>	C 0 9 K    3/10    M	
	F 1 6 J    15/10    X	

(72)発明者 浜村 武広

兵庫県尼崎市東向島西之町 8 番地 三菱電線工業株式会社 尼崎事業所内

F ターム(参考) 3J040 FA06 FA07 HA15 HA30

4H017 AA03 AA24 AA27 AB12 AB15 AB16 AC01 AD03

4J002 AA011 AC001 BB241 BD121 BD131 BD141 BD151 BD161 CC032 CP081

CP141 DJ016 FD016 FD140 GJ02 GM00 GQ00