

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012 年 11 月 15 日(15.11.2012)



(10) 国際公開番号

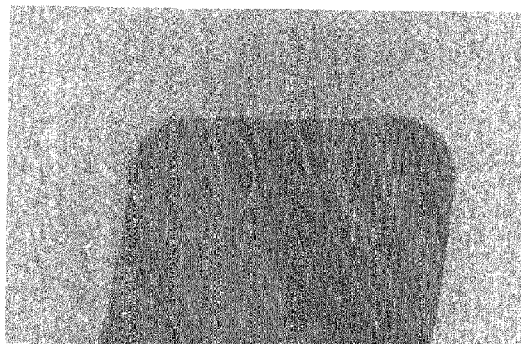
WO 2012/153700 A1

- (51) 国際特許分類:
C08L 27/12 (2006.01) C08K 3/04 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/061641
- (22) 国際出願日: 2012 年 5 月 7 日(07.05.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-106962 2011 年 5 月 12 日(12.05.2011) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): ニチアス株式会社 (NICHIA CORPORATION) [JP/JP]; 〒1058555 東京都港区芝大門 1-1-2 6 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 大谷 浩二 (OTANI Kojiro) [JP/JP]; 〒4312103 静岡県浜松市北区新都田 1-8-1 ニチアス株式会社浜松研究所内 Shizuoka (JP). 清水 智也 (SHIMIZU Tomoya) [JP/JP]; 〒4312103 静岡県浜松市北区新都田 1-8-1 ニチアス株式会社浜松研究所内 Shizuoka (JP). 九澤 直也 (KUZAWA Naoya) [JP/JP]; 〒4312103 静岡県浜松市北区新都田 1-8-1 ニチアス株式会社浜松研究所内 Shizuoka (JP). 窪山 剛 (KUBOYAMA Takeshi) [JP/JP]; 〒1058555 東京都港区芝大門 1-1-2 6 ニチアス株式会社内 Tokyo (JP). 岡藤 弘泰 (OKAFUJI Hiroyasu)
- [JP/JP]; 〒1058555 東京都港区芝大門 1-1-2 6 ニチアス株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 赤塚 賢次, 外 (AKATSUKA Kenji et al.); 〒1010041 東京都千代田区神田須田町 1-1 6 本郷ビル 5 階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: PERFLUOROELASTOMER COMPOSITION AND MOLDED BODY OF SAME

(54) 発明の名称: パーフルオロエラストマー組成物およびその成形体

【図3】



(57) Abstract: This perfluoroelastomer composition and molded body of same, which contain a perfluoroelastomer component and carbon black having a nitrogen adsorption specific surface area of 50-1300 m²/g inclusive, exhibit superior resistance to fluorine decomposition products, and as a result, are favorable as a sealing material for sealing.

(57) 要約: パーフルオロエラストマー成分と、窒素吸着比表面積が 50 m²/g 以上、1300 m²/g 以下のカーボンブラックを含有するパーフルオロエラストマー組成物及びその成形体は、フッ素の分解物に対して優れた耐性を示す。このため、封止用シール材として好適である。



WO 2012/153700 A1

明 細 書

発明の名称： パーフフルオロエラストマー組成物およびその成形体 技術分野

[0001] 本発明は、熱拡散工程やプラズマCVD工程等で使用される装置の封止用シール材として好適なパーフルオロエラストマー組成物及びその成形体に関する。

背景技術

[0002] パーフフルオロエラストマー成形体は、その優れた化学安定性から半導体製造装置等に多く使用されている。パーフルオロエラストマー成形体は、耐熱性が求められる熱拡散炉やプラズマCVD装置、プラズマエッチング装置に好適に使用されている。

[0003] 一般に、パーフルオロエラストマー成形体は、ポリマー主鎖の主要な部分を構成する共重合されたパーフルオロ化モノマーユニットの安定性および不活性により、優れた耐化学薬品性、耐熱性を発現しており、パーフルオロエラストマー組成物を主に過酸化物および共架橋剤を用いたパーオキサイド架橋により得ることができる。また、パーフルオロエラストマー成形体には、カーボンブラックをフィラーとして配合することで、機械的特性の向上を図っている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：国際公開番号WO2000/000054号公報

特許文献2：特開2011-32465号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、熱拡散工程やプラズマCVD工程ではフッ素の分解物が発生し、これらの分解物が熱拡散炉等の装置およびその装置に接続されている周辺装置、例えば排気装置に使用されるシール材に影響を及ぼしシール材の

劣化等を招来するという問題がある。

[0006] なお、国際公開番号WO 2000/042093号公報には、灰化分析法による不純物金属含有量が300 ppm以下で平均粒径が700 μ m以下のカーボンブラックフィラーと架橋性エラストマー成分とを含む架橋性エラストマー組成物を架橋成形して得られる成形品であって、該成形品の灰化分析法による不純物金属含有量が100 ppm以下で、かつ酸素プラズマ照射によるパーティクル増加率が500%以下であるエラストマー成形品が開示されている。また、架橋性エラストマー組成物に配合されるカーボンブラックフィラーは、加工性の点から比表面積が3 m²/g以上でDBP吸油量が15 ml/100 g以上のものが好適であることが記載されている。しかし、WO 2000/042093号公報記載のエラストマー成形品は、半導体製造工程におけるプラズマエッチングなどのドライ工程における、エラストマー成形品からのパーティクル（不純物微粒子）の発生を抑制するものであるか、あるいは洗浄などのウェットプロセスで使用するエラストマー成形品の金属溶出の問題を解決したものであり、フッ素分解物に対する耐性を解決するものではない。

[0007] また、特開2011-32465号公報には、ビニリデンフロライドートラフルオロエチレンーヘキサフルオロプロピレン系共重合ゴム100質量部当たり、5～60質量部のカーボンブラックを配合したゴム組成物を架橋形成してなるゴム部材が開示されている。このカーボンブラックは、混合加工性及び成形性の点から、窒素比表面積が5～80 m²/g、DBP吸油量が150 ml/100 g以下が好ましいと記載されている。しかし、特開2011-32465号公報のゴム部材は、ゴム部材から発塵した摩耗粉の搬送物への粘着の低減やリン酸、塩酸及び硝酸などに対する耐性に優れたものであり、フッ素分解物に対する耐性を解決するものではない。

[0008] 従って、本発明の目的は、フッ素の分解物に対して優れた耐性を示すフルオロエラストマー組成物およびその成形体を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0009] かかる実情において、本発明者は鋭意検討を行った結果、特定のカーボンブラックを配合したパーフルオロエラストマー組成物を架橋成形したエラストマー成形品であれば、熱拡散工程やプラズマCVD工程で発生したフッ素の分解物に対して優れた耐性を示すことを見出し、本発明を完成するに至った。

[0010] すなわち、本発明は、パーフルオロエラストマー成分と、窒素吸着比表面積が $50\text{ m}^2/\text{g}$ 以上、 $1300\text{ m}^2/\text{g}$ 以下のカーボンブラックを含有するパーフルオロエラストマー組成物を提供するものである。

[0011] また、本発明は、前記パーフルオロエラストマー組成物を架橋成形して得られるエラストマー成形体を提供するものである。

発明の効果

[0012] 本発明のエラストマー成形品は、フッ素の分解物に対して優れた耐性を示す。このため、本発明のエラストマー成形品を熱拡散工程やプラズマCVD工程で使用される装置の封止用シール材として使用した場合、長期間に亘り安定したシール性を発揮することができる。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]フッ素ガス暴露試験に供した試験体の形状を示す図であり、(A)は斜視図、(B)は正面図、(C)は側面図である。

[図2]比較例1におけるフッ素ガス暴露試験後の試験体の形状を示す図であり、(A)は正面図、(B)は図2(A)のX-X線に沿って見た図である。

[図3]実施例2における断面角部の半径を求めるための処理画像である。

[図4]実施例3における断面角部の半径を求めるための処理画像である。

[図5]実施例4における断面角部の半径を求めるための処理画像である。

[図6]実施例5における断面角部の半径を求めるための処理画像である。

[図7]実施例6における断面角部の半径を求めるための処理画像である。

[図8]比較例1における断面角部の半径を求めるための処理画像である。

[図9]比較例2における断面角部の半径を求めるための処理画像である。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明のパーフルオロエラストマー組成物（以下、単に、「エラストマー組成物」とも言う。）は、パーフルオロエラストマー成分を含有する。パーフルオロエラストマー成分は、（a）テトラフルオロエチレン、（b）パーフルオロ（ C_1-C_5 アルキルビニルエーテル）および／またはパーフルオロ（ C_3-C_{11} アルコキシアルキルビニルエーテル）、（c）硬化部位モノマーからなる共重合体である。

[0015] （b）成分のパーフルオロ（ C_1-C_5 アルキルビニルエーテル）は、アルキル基の炭素数が1～5であるパーフルオロアルキルビニルエーテルであって、具体的には、パーフルオロメチルビニルエーテル、パーフルオロエチルビニルエーテル、パーフルオロプロピルビニルエーテル等が挙げられ、より好ましくはパーフルオロメチルビニルエーテルである。

[0016] また、（b）成分のパーフルオロ（ C_3-C_{11} アルコキシアルキルビニルエーテル）は、側鎖の全炭素数が3～11のパーフルオロアルコキシアルキルビニルエーテル、すなわちアルコキシ基およびアルキル基の炭素数の合計が3～11のパーフルオロアルコキシアルキルビニルエーテルであって、具体的には、 $CF_2=CFOCF_2CF(CF_3)OC_nF_{2n+1}$ （ $n:1\sim5$ ）、 $CF_2=CFO(CF_2)_3OC_nF_{2n+1}$ （ $n:1\sim5$ ）、 $CF_2=CFOCF_2CF(CF_3)O(CF_2O)_mC_nF_{2n+1}$ （ $n:1\sim5$ 、 $m:1\sim3$ ） $CF_2=CFO(CF_2)_2OC_nF_{2n+1}$ （ $n:1\sim5$ ）等が挙げられる。これらの（b）成分は、単独または2種以上を適宜組み合わせて用いることができる。

[0017] （c）硬化部位モノマーとしては、ヨウ素や臭素を含む硬化部位モノマーやシアノ基を含む硬化部位モノマーが挙げられる。ヨウ素や臭素を含む硬化部位モノマーとしては、 $CF_2=CF(CF_2)_nI$ 、 $CF_2=CF(CF_2)_nBr$ 、 $I(CF_2)_nI$ 等が挙げられる。またシアノ基を含む硬化部位モノマーの例としては、シアノ基含有パーフルオロビニルエーテルが挙げられ、例えば、 $CF_2=CFO(CF_2)_nOCF(CF_3)CN$ （ $n:2\sim4$ ）、 $CF_2=CFO(CF_2)_nCN$

($n : 2 \sim 12$)、 $\text{CF}_2=\text{CFO}[\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_m(\text{CF}_2)_n\text{CN}$ ($n : 2$ 、 $m : 1 \sim 5$)、 $\text{CF}_2=\text{CFO}[\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_m(\text{CF}_2)_n\text{CN}$ ($n : 1 \sim 4$ 、 $m : 1 \sim 2$)、 $\text{CF}_2=\text{CFO}[\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_n\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CN}$ ($n : 0 \sim 4$) 等が挙げられる。中でも、パーフルオロ(8-シアノ-5-メチル-3,6-ジオキサ-1-オクテン)が好ましい。

[0018] また、配合比は、(a) テトラフルオロエチレンが50～75モル%、好ましくは60～75モル%、(b) パーフルオロ($\text{C}_1\text{--}\text{C}_5$ アルキルビニルエーテル)および/またはパーフルオロ($\text{C}_3\text{--}\text{C}_{11}$ アルコキシアルキルビニルエーテル)が49.8～25モル%、好ましくは39.8～25モル%、(c) 硬化部位モノマーが0.2～5モル%、好ましくは0.5～3モル%である。

[0019] エラストマー組成物に配合されるカーボンブラックは、窒素吸着比表面積が $50\text{ m}^2/\text{g}$ 以上、 $1300\text{ m}^2/\text{g}$ 以下、好ましくは $60\text{ m}^2/\text{g}$ 以上、 $1000\text{ m}^2/\text{g}$ 以下、特に $65\text{ m}^2/\text{g}$ 以上、 $200\text{ m}^2/\text{g}$ 以下である。カーボンブラックの窒素比表面積が $50\text{ m}^2/\text{g}$ 未満では、エラストマー成形体が、高温に加熱したフッ素ガスに曝されると、表面が溶解し易くなる。なお、窒素吸着比表面積とは、窒素吸着量からS-BET式で求めた比表面積(JIS K 6217)のことである。

[0020] エラストマー組成物に配合されるカーボンブラックは、DBP吸油量が好ましくは $90\text{ cm}^3/100\text{ g}$ 以上、 $600\text{ cm}^3/100\text{ g}$ 以下、特に好ましくは $95\text{ cm}^3/100\text{ g}$ 以上、 $400\text{ cm}^3/100\text{ g}$ 以下、更に好ましくは $95\text{ cm}^3/100\text{ g}$ 以上、 $200\text{ cm}^3/100\text{ g}$ 以下である。カーボンブラックのDBP吸油量が、 $90\text{ cm}^3/100\text{ g}$ 未満では、エラストマー成形体が、高温に加熱したフッ素ガスに曝されると、表面が溶解し易くなる。DBP吸油量とは、カーボンブラック100gが吸収するDBP(ジブチルフタレート)量(JIS K 6221)のことである。

[0021] このようなカーボンブラックとしては、例えば、SAFカーボンブラック

、 I S A F カーボンブラック、 H A F カーボンブラック、 F E F カーボンブラック等のファーネスブラックやアセチレンブラックが挙げられる。この中、アセチレンブラックが、耐フッ素ガス性に優れる点で好ましい。

[0022] カーボンブラックは、パーフルオロエラストマー成分 1 0 0 重量部に対して、5 重量部以上、好ましくは 1 0 重量部以上、3 0 重量部以下、特に好ましくは 1 2 重量部以上、2 5 重量部以下、更に好ましくは 1 4 重量部以上、2 0 重量部以下配合する。カーボンブラックの配合量が、パーフルオロエラストマー成分 1 0 0 重量部に対して、5 重量部未満であると、エラストマー成形体が高温に加熱したフッ素ガスに曝されると、表面が溶解し易くなる。

[0023] 本発明のエラストマー組成物には、任意成分として、適用箇所の要求に対応する各種添加剤を配合することができる。このような、各種添加剤としては、例えば安定剤、可塑剤、潤滑剤および加工助剤等が挙げられる。また、各種添加剤の配合量は、本発明の効果を損なわない範囲で適宜決定することができる。

[0024] 本発明のエラストマー組成物は、架橋剤を含有する。本発明のエラストマー組成物に配合する架橋剤は、エラストマーの架橋性基の種類によって適宜選定すればよい。架橋反応としては、例えばパーオキサイド架橋系、ポリオール架橋系、ポリアミン架橋系、トリアジン架橋系、オキサゾール架橋系、イミダゾール架橋系、チアゾール架橋系、放射線架橋系など公知の架橋系が挙げられる。

[0025] 架橋剤の配合量は、パーフルオロエラストマー成分 1 0 0 重量部に対し、通常 0. 0 5 ~ 1 0 重量部、好ましくは 1 ~ 5 重量部である。架橋剤の配合量が 0. 0 5 重量部未満であると、エラストマーが充分架橋されず、1 0 重量部を超えると、架橋物の物性を悪化させる。

[0026] 本発明のエラストマー組成物は、各種成形体の成形材料として有用である。また、本発明のエラストマー組成物は、特に、半導体ウェハーの熱拡散炉の封止用成形体に使用される。本発明のエラストマー組成物は、パーフルオロエラストマー成分、上記カーボンブラック、及び架橋剤などの上記の各成

分を、通常のエラストマー用混練機械、たとえば、オープンロール、バンバリミキサー、ニーダー等を用いて混合することにより調製することができる。

[0027] 本発明のエラストマー成形体は、エラストマー組成物を架橋成形して得られる。すなわち、得られた混練物を所定形状、例えばＯリング等に成形し、加熱して架橋させることで本発明のパーフルオロエラストマー成形体を得られる。架橋条件は、公知の方法に準拠すればよく、例えば金型に入れ、加圧下１２０～２２０℃で１～６０分間保持することによってプレス架橋を行ない、次いで１２０～２６０℃の炉中で０．５～５０時間保持することによってオープン架橋を行なう方法等が挙げられる。

[0028] 本発明のエラストマー成形体は、半導体ウェハーの熱拡散炉の封止用シール材、例えば、Ｏリングとして使用すると、本発明の効果が顕著に表れる。半導体ウェハーの熱拡散炉は、半導体ウェハー製造過程におけるウェハーへの不純物の熱拡散を行うものであり、例えば特開平６－４５２９４号公報の不純物拡散装置であってもよい。また、半導体ウェハーの熱拡散炉は、熱拡散炉周辺の例えば排気装置等を含むものである。本発明のエラストマー成形体を、例えばＯリングとして、これら熱拡散炉のシール材として使用すると、熱拡散炉で発生する高温のフッ素ガスに曝されても、Ｏリング表面が溶解等損傷しないため、長期間に亘り、安定したシール機能を発現することができる。

実施例

[0029] 次に、実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明するが、これは単に例示であって、本発明を制限するものではない。

[0030] (実施例１)

(エラストマーの製造)

容量５００ｍｌのステンレスオートクレーブ内に、蒸留水２００ｍｌ、パーフルオロオクタン酸アンモニウム２．５ｇ及び $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ４ｇを仕込んだ後、内部を窒素ガス置換して、次いで減圧した。このオー

トクレーブを50℃まで冷却した後、テトラフルオロエチレン32g、パーフルオロメチルビニルエーテル68g、パーフルオロ-8-シアノ-5-メチル3,6-ジオキサー1-オクテン6.4gを仕込み、80℃に昇温させた後、亜硫酸ナトリウム0.75g及び過硫酸アンモニウム3.75gをそれぞれ25mlの水溶液として仕込み重合を開始した。20時間重合を継続した後、未反応ガスをパージし、そこに形成された水性ラテックスを取り出し、10%塩化ナトリウム水溶液で塩析した後、乾燥させクラムラバー状の3元系共重合体を44g得た。この3元系共重合体は、赤外線吸収分析の結果から、テトラフルオロエチレン62モル%、パーフルオロメチルビニルエーテル37モル%及びパーフルオロ-8-シアノ-5-メチル3,6-ジオキサー1-オクテン（シアノ基の特性吸収 2268 cm^{-1} ）1.0モル%の共重合組成を有していた。

[0031]（Oリングの製造）

上記製造方法で得られたエラストマー100重量部、架橋剤2,2-ビス（3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル）ヘキサフルオロプロパン1重量部、下記「カーボンブラックA」5重量部をオープンロールで混練した後、190℃の温度で30分間加熱処理して1次架橋し、次いで240℃で48時間熱処理をして2次架橋を行い成形した。成形体の形状はOリング（AS568B-214）とした。なお、カーボンブラックは、JIS K 6217（1997）に準じ、窒素吸着比表面積およびDBP吸油量を算出したものであり、その値はメーカーカタログ値である。得られたOリングは下記のフッ素ガス暴露試験を実施し、高温のフッ素ガスに対する耐性について評価した。その結果を表1に示す。

[0032]「カーボンブラックA」；

「デンカブラック」（電気化学工業社製；アセチレンブラック）

窒素吸着比表面積 $69\text{ m}^2/\text{g}$ 、DBP吸油量 $190\text{ cm}^3/100\text{ g}$

[0033]（フッ素ガス暴露試験）

AS568B-214サイズ（直径Dが3.53mm）のOリングを切断

して一本の円形断面の線状体とし、そこから長さLが10mmの線分を切り出した試験片を得た（図1参照）。そして、試験片をチャンバー内にセットし、20%濃度のフッ素ガス（80%窒素）を圧力が500torrになるように導入後、チャンバー内を250℃に加温して2時間保持した。

[0034] （評価方法）

フッ素ガス暴露試験後のOリングの表面及び端面を観察する。高温フッ素ガスによる溶解が進行するOリングの場合、溶解は図2（B）に示すようにOリングの端面の角部において生じ、溶解の進行が進むと端面が球面に近づいていく。このため、Oリングの端面の角部の半径Rを測定することで、高温フッ素ガスに対する耐性を評価した。この角部の半径Rは、試験後のOリングを図2（A）のX-X線に沿った切断面を写真撮影し、画像処理により求めた。従って、この半径（mm）が大であるほど、高温のフッ素ガスに対する耐性が劣ることになり、小であるほど、高温のフッ素ガスに対する耐性が優れることになる。

[0035] （実施例2）

「カーボンブラックA」に代えて、下記「カーボンブラックB」を使用した以外は、実施例1と同様の方法により、Oリングを作成した。なお、カーボンブラックは、JIS K 6217（1997）に準じ、窒素吸着比表面積およびDBP吸油量を算出したものであり、その値はメーカーカタログ値である。得られたOリングは同様に耐フッ素ガス性を評価した。その結果を表1に示す。また、フッ素ガス暴露試験後の試験体の端面角部の半径を求めるための画像を図3に示す。図3中、黒色部分が試験体であり、白色部分が、角部の半径を有する画像処理で付記された円形である。

[0036] 「カーボンブラックB」；

「シヨウブラックIP1500」（SAFカーボンブラック）（キャボット社製）

窒素吸着比表面積180m²/g、DBP吸油量123cm³/100g

[0037] （実施例3）

「カーボンブラック A」に代えて、下記「カーボンブラック C」を使用した以外は、実施例 1 と同様の方法により、Oリングを作成した。なお、カーボンブラックは、J I S K 6 2 1 7 (1 9 9 7) に準じ、窒素吸着比表面積および D B P 吸油量を算出したものであり、その値はメーカーカタログ値である。得られた Oリングは同様に耐フッ素ガス性を評価した。その結果を表 1 に示す。また、フッ素ガス暴露試験後の試験体の端面角部の半径を求めるための画像を図 4 に示す。図 4 中、黒色部分が試験体であり、白色部分が、角部の半径を有する画像処理で付記された円形である。

[0038] 「カーボンブラック C」；

「旭 # 7 0」(H A F カーボンブラック) (旭カーボン社製)

窒素吸着比表面積 $77 \text{ m}^2/\text{g}$ 、D B P 吸油量 $101 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$

[0039] (実施例 4)

「カーボンブラック A」5 重量部に代えて、「カーボンブラック A」15 重量部を使用した以外は、実施例 1 と同様の方法により、Oリングを作成した。得られた Oリングは同様に耐フッ素ガス性を評価した。その結果を表 1 に示す。また、フッ素ガス暴露試験後の試験体の端面角部の半径を求めるための画像を図 5 に示す。

[0040] (実施例 5)

「カーボンブラック B」5 重量部に代えて、「カーボンブラック B」15 重量部を使用した以外は、実施例 2 と同様の方法により、Oリングを作成した。得られた Oリングは同様に耐フッ素ガス性を評価した。その結果を表 1 に示す。また、フッ素ガス暴露試験後の試験体の端面角部の半径を求めるための画像を図 6 に示す。

[0041] (実施例 6)

「カーボンブラック C」5 重量部に代えて、「カーボンブラック C」15 重量部を使用した以外は、実施例 3 と同様の方法により、Oリングを作成した。得られた Oリングは同様に耐フッ素ガス性を評価した。その結果を表 1 に示す。また、フッ素ガス暴露試験後の試験体の端面角部の半径を求めるた

めの画像を図7に示す。図7中、黒色部分が試験体であり、白色部分が、角部の半径を有する画像処理で付記された円形である。

[0042] 比較例1

「カーボンブラックA」に代えて、下記「カーボンブラックD」を使用した以外は、実施例1と同様の方法により、Oリングを作成した。なお、カーボンブラックは、JIS K 6217 (1997)に準じ、窒素吸着比表面積およびDBP吸油量を算出したものであり、その値はメーカーカタログ値である。得られたOリングは同様に耐フッ素ガス性を評価した。その結果を表1に示す。また、フッ素ガス暴露試験後の試験体の端面角部の半径を求めるための画像を図8に示す。図8中、2つの円形は角部の半径を有する画像処理で付記されたものである。

[0043] 「カーボンブラックD」；

「旭#50」(SRF-HS-HMカーボンブラック)(旭カーボン社製)

窒素吸着比表面積 $23 \text{ m}^2/\text{g}$ 、DBP吸油量 $63 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$

[0044] 比較例2

「カーボンブラックA」5重量部に代えて、下記「カーボンブラックE」15重量部とした以外は、実施例1と同様の方法により、Oリングを作成した。なお、カーボンブラックは、JIS K 6217 (1997)に準じ、窒素吸着比表面積およびDBP吸油量を算出したものであり、その値はメーカーカタログ値である。得られたOリングは同様に耐フッ素ガス性を評価した。その結果を表1に示す。また、フッ素ガス暴露試験後の試験体の端面角部の半径を求めるための画像を図9に示す。図9中、2つの円形は角部の半径を有する画像処理で付記されたものである。

[0045] 「カーボンブラックE」；

「サーマックスMT N990」(MTカーボンブラック)(cancarb社製) 窒素吸着比表面積 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ 、DBP吸油量 $43 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$

の相互作用が強く、高温のフッ素ガスに曝されても、エラストマーの溶融を塞ぎ止めているものと思われる。また、表 1 及び図 3、図 4 から明らかなように、窒素吸着比表面積が $50 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上のカーボンプラックを、エラストマー成分 100 重量部に対して 5 重量部含有するパーフルオロエラストマー組成物から得られる実施例 1～3 の成形体は、高温のフッ素ガス雰囲気中に所定時間曝されても大きな溶解現象は観察されなかった。これに対して、窒素吸着比表面積が $10 \text{ m}^2/\text{g}$ や $23 \text{ m}^2/\text{g}$ のカーボンプラックを含有パーフルオロエラストマー組成物から得られる比較例 1 及び 2 の成形体は、図 8 及び図 9 から明らかなように、大きな溶解現象が観察された。

産業上の利用可能性

[0048] 本発明のエラストマー成形品は、フッ素の分解物に対して優れた耐性を示すため、フッ素分解物が発生する半導体ウェハーの熱拡散炉の封止用シール材として好適に使用できる。

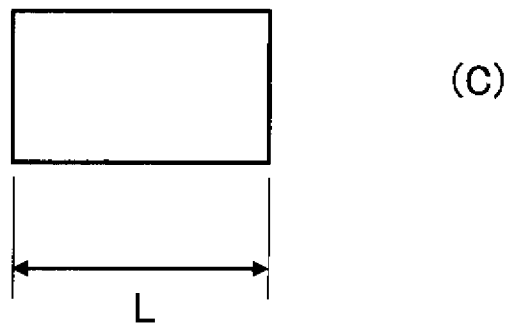
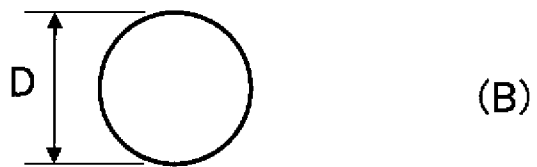
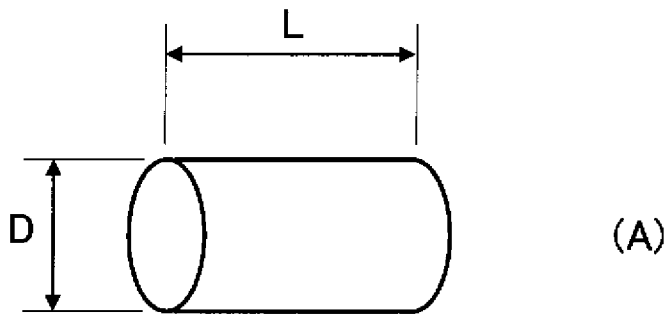
符号の説明

[0049] D 試験体の直径
L 試験体の長さ
R 溶解を受けた角部の半径

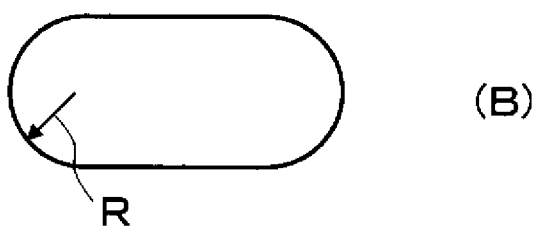
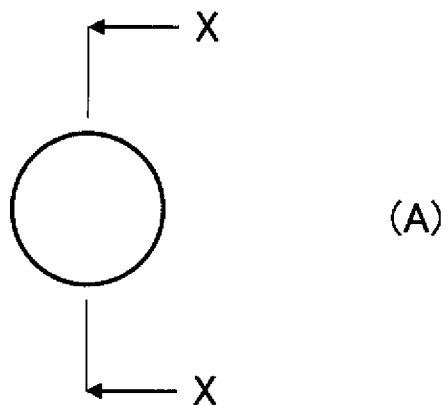
請求の範囲

- [請求項1] パーフルオロエラストマー成分と、窒素吸着比表面積が $50 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上、 $1300 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下のカーボンプラックを含有するパーフルオロエラストマー組成物。
- [請求項2] 前記カーボンプラックは、DBP吸油量（A法）が $90 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$ 以上、 $600 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$ 以下であることを特徴とする請求項1記載のパーフルオロエラストマー組成物。
- [請求項3] 前記カーボンプラックは、アセチレンブラックであることを特徴とする請求項1又は2記載のパーフルオロエラストマー組成物。
- [請求項4] 前記カーボンプラックを、パーフルオロエラストマー成分100重量部に対して、5重量部以上、30重量部以下配合することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載のパーフルオロエラストマー組成物。
- [請求項5] 請求項1～4のいずれか1項に記載のパーフルオロエラストマー組成物を架橋成形して得られるエラストマー成形体。

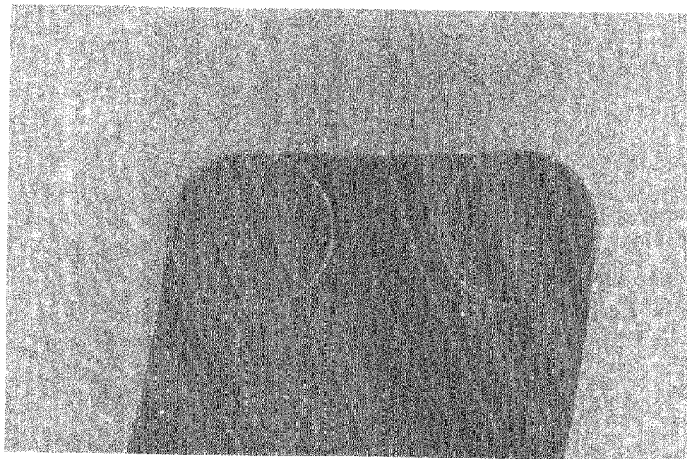
[図1]



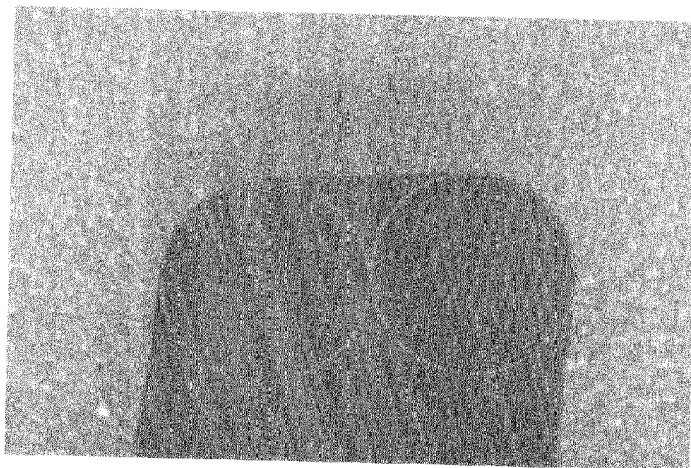
[図2]



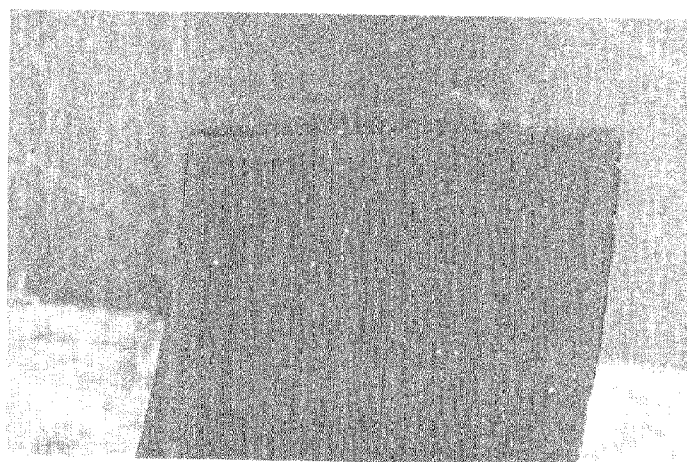
[図3]



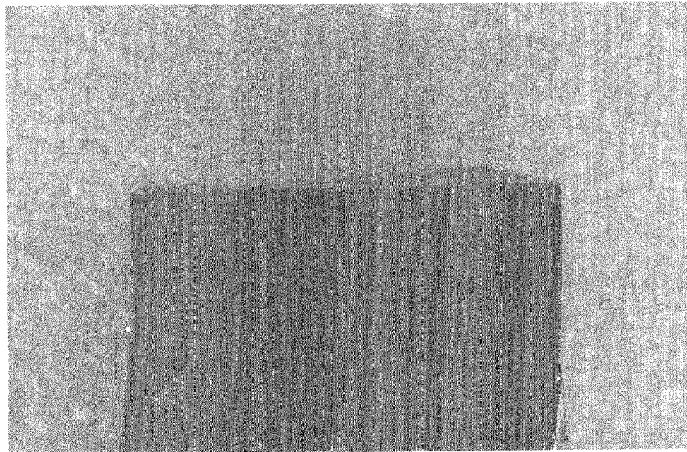
[図4]



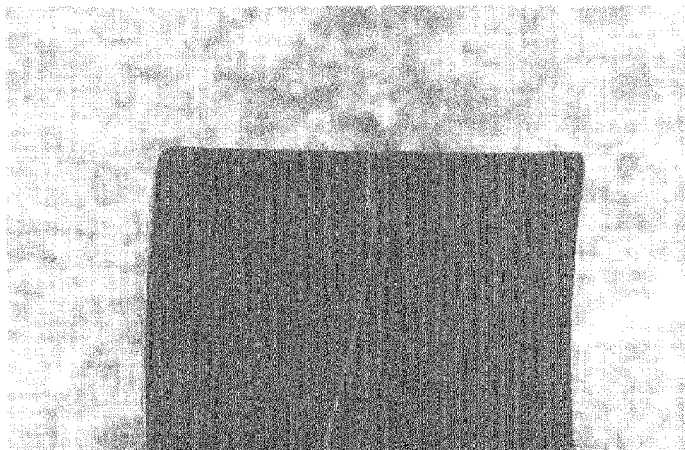
[図5]



[図6]



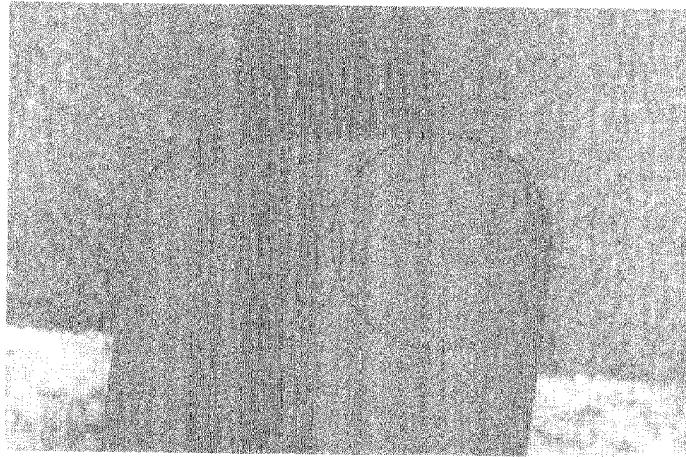
[図7]



[図8]



[図9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/061641

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C08L27/12 (2006.01) i, C08K3/04 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C08L27/12, C08K3/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2004/063281 A1 (Daikin Industries, Ltd.), 29 July 2004 (29.07.2004), claims; example 1 & US 2006/0058448 A1 & EP 1584661 A1	1-5
X A	JP 09-500163 A (E.I. Du Pont De Nemours & Co.), 07 January 1997 (07.01.1997), comparative examples A, B & WO 1995/002634 A1	1, 2, 4, 5 3
A	JP 07-032815 A (Bridgestone Corp.), 03 February 1995 (03.02.1995), paragraph [0014] (Family: none)	1-5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
24 July, 2012 (24.07.12)

Date of mailing of the international search report
07 August, 2012 (07.08.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C08L27/12(2006.01)i, C08K3/04(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C08L27/12, C08K3/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	WO 2004/063281 A1 (ダイキン工業株式会社) 2004.07.29, 請求の範囲、実施例 1 & US 2006/0058448 A1 & EP 1584661 A1	1-5
X A	JP 09-500163 A (イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・アンド・ カンパニー) 1997.01.07, 比較実施例 A 及び B & WO 1995/002634 A1	1, 2, 4, 5 3

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

2 4 . 0 7 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

0 7 . 0 8 . 2 0 1 2

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官 (権限のある職員)

車谷 治樹

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 5 7

4 J

4 1 6 5

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 07-032815 A (株式会社ブリヂストン) 1995. 02. 03, 段落【0014】 (ファミリーなし)	1-5