

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2011-506642

(P2011-506642A)

(43) 公表日 平成23年3月3日(2011.3.3)

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
C08L 21/00	(2006.01)	C08L 21/00		4 F 0 7 2
C08J 5/04	(2006.01)	C08J 5/04	C E Q	4 J 0 0 2
C08K 7/02	(2006.01)	C08K 7/02		
B60C 1/00	(2006.01)	B60C 1/00	Z	
C08L 15/00	(2006.01)	C08L 15/00		
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 15 頁)				

(21) 出願番号	特願2010-537027 (P2010-537027)	(71) 出願人	390023674
(86) (22) 出願日	平成20年12月3日 (2008.12.3)		イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・
(85) 翻訳文提出日	平成22年7月29日 (2010.7.29)		アンド・カンパニー
(86) 国際出願番号	PCT/US2008/085382		E. I. DU PONT DE NEMO
(87) 国際公開番号	W02009/076132		URS AND COMPANY
(87) 国際公開日	平成21年6月18日 (2009.6.18)		アメリカ合衆国、デラウェア州、ウイルミ
(31) 優先権主張番号	60/992, 441		ントン、マーケット・ストリート 100
(32) 優先日	平成19年12月5日 (2007.12.5)		7
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100092093
			弁理士 辻居 幸一
		(74) 代理人	100082005
			弁理士 熊倉 禎男
		(74) 代理人	100084009
			弁理士 小川 信夫
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 弾性率増加ゴムの製造に有用なエラストマー材料

(57) 【要約】

天然または合成ラテックスから凝固したエラストマー材料と、少なくとも0.5デシテックスの線密度、1デシテックス当たり少なくとも1.0グラムの靱性、0.1~6mmの繊維長さおよび1グラム当たり0.1~25平方メートルの比表面積範囲を有する天然または合成繊維充填剤と弾性率増強添加剤とから製造される配合ゴム商品の製造に使用するための固体エラストマー強化材。

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

(a) 天然または合成ラテックスから凝固したエラストマー材料、
(b) 少なくとも 0.5 デシテックスの線密度、1 デシテックス当たり少なくとも 1.0 グラムの靱性、0.1 ~ 6 mm の繊維長さおよび 1 グラム当たり 0.1 ~ 25 平方メートルの比表面積範囲を有する、天然または合成繊維充填剤、
(c) フェノール系、ブチルラテックス、スチレンブタジエンビニルピリジンラテックス、イソシアネート、および無水マレイン酸と付加したポリブタジエンからなる群から、単独でかまたは組み合わせて、選択される弾性率増強添加剤を含む、配合ゴム商品の製造に使用するための固体エラストマー強化材。

10

【請求項 2】

(a) エラストマー材料の 100 部当たり 10 ~ 100 重量部の合成繊維充填剤
(b) エラストマー材料の 100 部当たり 0.1 ~ 20 重量部の弾性率増強添加剤を含む、請求項 1 に記載のエラストマー強化材。

【請求項 3】

前記繊維充填剤が 1 デシテックス当たり少なくとも 18 グラムの靱性を有する、請求項 1 に記載のエラストマー強化材。

【請求項 4】

前記イソシアネート添加剤が、芳香族イソシアネート、脂肪族イソシアネート、ブロックイソシアネート、芳香族ポリイソシアネートおよび脂肪族ポリイソシアネートからなる群から単独でかまたは組み合わせて選択される、請求項 1 に記載のエラストマー強化材。

20

【請求項 5】

前記繊維充填剤が、芳香族ポリアミド、ポリオレフィン、ポリアレーンアゾール、ポリエステル、ファイバーガラス、カーボン、セラミック、ポリアクリロニトリル、ポリビニルアルコール、ナイロン、アクリル、綿、セルロースからなる群から、単独でかまたは組み合わせて、選択される、請求項 1 に記載のエラストマー強化材。

【請求項 6】

温度範囲 30 ~ 200 で「非ブロック化」される、請求項 4 に記載のブロックトイソシアネート。

30

【請求項 7】

温度範囲 40 ~ 160 で「非ブロック化」される、請求項 6 に記載のブロックトイソシアネート。

【請求項 8】

温度範囲 40 ~ 100 で「非ブロック化」される、請求項 7 に記載のブロックトイソシアネート。

【請求項 9】

請求項 1 に記載のエラストマー強化材を組み込んだ配合ゴムであって、弾性率増強添加剤の添加なしに製造された比較例の配合ゴムのそれより高い縦方向の応力係数を有する配合ゴム。

40

【請求項 10】

請求項 1 に記載のエラストマー強化材を組み込んだ配合ゴムであって、エラストマー材料ではなくて、むしろ同じ量の弾性率増強添加剤をゴムの配合中に添加した比較例の配合ゴムより高い縦方向の応力係数を有するゴム。

【請求項 11】

弾性率増強添加剤の添加なしに製造された比較例の配合ゴムのそれより 5 % 以上高い縦方向の応力係数を有する、請求項 9 に記載の配合ゴム。

【請求項 12】

エラストマー材料ではなくて、むしろ同じ量の弾性率増強添加剤をゴムの配合中に添加した比較例の配合ゴムより 5 % 以上高い縦方向の応力係数を有する、請求項 10 に記載の

50

配合ゴム。

【請求項 1 3】

弾性率増強添加剤の添加なしに製造された比較例の配合ゴムのそれより 30% ~ 200% 高い縦方向の応力係数を有する、請求項 1 1 に記載の配合ゴム。

【請求項 1 4】

エラストマー材料ではなくて、むしろ同じ量の弾性率増強添加剤をゴムの配合中に添加した比較例の配合ゴムより 30% ~ 100% 高い縦方向の応力係数を有する、請求項 1 2 に記載の配合ゴム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、配合ゴムの製造に使用されるエラストマー材料に関する。

【背景技術】

【0002】

繊維充填剤は、追加の強度をポリマーから製造される物品に提供し、動力伝達ベルトなどの物品のための良好な表面接触性を得、かつ、低コスト充填剤としての機能を果たすことにより配合物コストを低減する目的でプラスチックおよびエラストマー中へ組み込まれてきた。繊維充填剤は、ミルでまたは内部ミキサー中でポリマーを加熱してそれらを軟化させ、ポリマーと充填剤とを十分に混合することによってプラスチックおよびエラストマーに添加されてきた。この手順は、繊維がある種のエラストマーに組み込まれるときに固有の欠点を有する。繊維をエラストマーへ組み込む必要性は、エラストマーから製造される、例えば、動力伝達ベルトなどの物品の多くの使用にとって重要である。商業規模で用いられる手順は、固体の未硬化エラストマーをミキサー中でまたはゴムミルで繊維充填剤と混合することである。混合は典型的には約 5 ~ 10 分間続行される。その後混合は、エラストマーが過熱になるので、かなりの時間中止されなければならない。混合が続行される場合、エラストマーは分解し、エラストマーの重要な特性のかなりの低下および / またはストックの焦げをもたらすであろう。エラストマーと繊維との混合物が過熱するとき、それは、混合が続行される前に冷却されなければならない。蓄熱のために 6 連続もの冷却が必要とされるかもしれない。

20

【0003】

30

さらに、ゴムの段階的な加工は、特に、冷却能力が制限されるときに商業規模ミキサー中アラミド繊維と、十分な混ぜ合わせが可能である前でさえ、使用できない、焦げた生成物を生成し得る。従来法によるエラストマーへの繊維充填剤の組み込みは、繊維をエラストマーへ組み込むために製造業者が必要とする長い時間のためにエネルギー集約的でありかつコストが高い。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0004】

一実施形態では、本発明は、

40

(a) 天然または合成ラテックスから凝固したエラストマー材料、

(b) 少なくとも 0.5 デシテックスの線密度、1 デシテックス当たり少なくとも 1.0 グラムの靱性、0.1 ~ 6 mm の繊維長さおよび 1 グラム当たり 0.1 ~ 2.5 平方メートルの比表面積範囲を有する、天然または合成繊維充填剤、

(c) フェノール系、ブチルラテックス、スチレンブタジエンビニルピリジンラテックス、イソシアネート、および無水マレイン酸と付加したポリブタジエンからなる群から、単独でかまたは組み合わせて、選択される弾性率増強添加剤

を含む、配合ゴム商品の製造に使用するための固体エラストマー強化材である。

【発明を実施するための形態】

【0005】

エラストマーへの短パラ - アラミド繊維およびパルプの添加は、弾性率をかなり増加さ

50

せるであろう。Kevlar（登録商標）エンジニアードエラストマー（EE）は、エラストマー中のKevlar（登録商標）パルプまたはKevlar（登録商標）短繊維のコンセントレートであり、エラストマーへのKevlar（登録商標）パルプまたは繊維の組み込みを容易にし、かつ、その分散を向上させるために使用される。Kevlar（登録商標）は、E. I. du Pont de Nemours and Company（Wilmington, DE）（DuPont）の登録商標である。しかしながら、依然として経済的に製造することができるより高い強度および特に高い弾性率の材料が依然として必要とされている。一実施形態では、本発明は、弾性率増強添加剤としてエンジニアリングエラストマー（EE）製造プロセス中に接着促進樹脂の添加を提供する。本発明に使用されるエラストマーは、ラテックスの形態でなければならない。一般に、ラテックスは、約25～75%またはさらに約35～60%の固形分を有する。従来の乳化剤およびエラストマーモノマー、例えば、クロロブレンモノマーは、水および他の成分と混合されてエマルジョンを、そして重合後にラテックスを形成する。ラテックス粒子は、粒子の表面上に吸収されている、乳化剤、例えば、ロジン石鹸によって保護されたエラストマーの凝集体からなる。本発明の方法に使用することができる代表的なエラストマーラテックスには、ポリクロロブレン、スチレン-ブタジエン、ポリブタジエン、ニトリル-ブタジエンゴム、水素化ニトリル-ブタジエンゴム、天然ゴム、フルオロエラストマーおよびポリイソブレンが含まれる。ポリクロロブレンが特に好ましい。

10

【0006】

スチレン/ブタジエンエラストマーラテックスは、当該技術分野で周知であり、そしてまた本発明に使用することができる。これらのエラストマーラテックスは、一般に、60～75重量部のブタジエン、25～40重量部のスチレン、1～5重量部の乳化剤、0.1～1.0重量部の重合触媒、0.1～1.0重量部の改質剤および100～300重量部の水のエマルジョンを40～60で重合させることによって製造される。

20

【0007】

本明細書での使用に好適なポリブタジエンエラストマーは、様々な方法によって製造することができる。かかる好適な一方法は、過氧化物、過硫酸塩の分解かまたは類似のフリーラジカル形成反応によって形成された活性なフリーラジカルRによって開始されるエマルジョンでのフリーラジカル重合である。

30

【0008】

本明細書での使用に好適なポリ-1,4-イソブレンエラストマーには、天然ゴム（ヘベア（Hevea）およびバラタ（Balata）の両方）および合成ポリイソブレンが含まれる。合成ポリイソブレンは、フリーラジカル開始を用いて水性系で乳化重合させることができる。好適なフリーラジカル開始剤は、過硫酸カリウムまたはクメンヒドロペルオキシド-ピロリン酸鉄を使用する酸化還元系である。分子量は、ドデシルメルカプタンなどのメルカプタンの添加によって制御される。

【0009】

エラストマーに組み込まれる有機繊維充填剤は、少なくとも0.5デシテックスの線密度、1デシテックス当たり少なくとも1.0グラムの靱性、約0.1～6mmまたは約0.5～3.0mmの繊維長さおよび1グラム当たり0.1～25平方メートルまたは1グラム当たり5～15平方メートル、さらには1グラム当たり7～11平方メートルにわたる比表面積範囲を有する天然または合成繊維であることができる。繊維充填剤の靱性は、1デシテックス当たり少なくとも7グラムまたは1デシテックス当たり少なくとも18グラムであるべきである。充填剤は、単独でかまたは組み合わせて使用される芳香族ポリアミド、ポリオレフィン、ポリアレーンアゾール、脂肪族もしくは芳香族ポリエステル、ファイバーガラス、カーボン、セラミック、ポリアクリロニトリル、ポリビニルアルコール、ナイロン、アクリル、綿、またはセルロースであることができる。その実質的に全てがポリマーに組み込まれるエラストマーラテックスに添加される有機繊維充填剤の量は、エラストマーで作られる特定の使用に依存して変わる。一般に、EE中のエラストマーの100部当たり約10～100部、好ましくは20～50部の量の繊維充填剤が添加される

40

50

。

【 0 0 1 0 】

弾性率増強材料 (M E A) は、E E 材料に添加することができる。フェノール樹脂、ポリブタジエンラテックス、スチレンブタジエンビニルピリジンラテックス、無水マレイン酸と付加したポリブタジエン、ブロックイソシアネート、アミンイソシアネートおよびポリイソシアネートが好適な材料である。ブロックイソシアネートが使用されてもよく、ここで、それは 3 0 ~ 2 0 0 または 4 0 ~ 1 6 0 または 4 0 ~ 1 0 0 の温度範囲で「非ブロック化」される。必要とされる弾性率増強添加剤の量は、必要とされる性能レベルにおよび M E A の選択に依存するであろう。E E 中のゴムの 1 0 0 部当たり 0 . 1 ~ 1 2 . 0 部のレベルの M E A が有効であることが示された。芳香族および脂肪族ポリイソシアネートの両方が好適な M E A である。これらの材料の例は、2 , 4 - トルエンジイソシアネート (T D I 二量体) およびイソホロンジイソシアネートの三量体 (I P D I 三量体) である。M E A の添加で、3 0 % 超の弾性率の増加がフェノール樹脂で達成され、弾性率のさらにより大きい増加がブチルラテックスから得られることを分かった。ほぼ 2 倍程度の向上がまた、水分散性イソシアネートおよびウレタンを使用して得られた。E E の製造中の接着剤の添加は、この高価値製品を製造するための効率的な方法であるのみならず、それは性能を最大にするための好ましい方法でもある。接着剤がエラストマーラテックス / 繊維水スラリーに添加されるとき、接着剤は、エラストマーおよび繊維の両方と、通常の配合操作におけるものよりはるかに濃縮された繊維と特に、ごく接近して入れられる。繊維が濃縮され、凝固が起こる前にラテックスと均質に分散されると、エラストマー対繊維接着が最大になり、これにより最終配合物の性能が最終的に最大になる。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 1 】

一実施形態では、本発明は、本発明のエラストマー材料を組み込んでいる配合ゴムであって、弾性率増強添加剤の添加なしに製造される他の点では同等の配合ゴムのそれより高い縦方向の応力係数を有するゴムに関する。意外にも、同じ量の弾性率増強添加剤が、その添加剤をエラストマー材料中へ最初に組み込むよりむしろ配合ゴムの配合中に添加される場合に、配合ゴムは、本発明の実施形態において達成されるもののようなレベルの縦方向の応力係数を達成しないことが分かった。実際に増強添加剤入りの本発明の配合ゴムは、弾性率増強添加剤の添加なしでまたは同じ量の弾性率増強添加剤がその後配合される E E 中に含まれるよりむしろゴムの配合中に添加されるときに製造された他の点では同等の配合ゴムのそれより約 5 % ~ 1 7 5 % 高い縦方向の応力係数を有する。

【 0 0 1 2 】

一般に、配合プロセスの第 1 段階は、ポリマーの素練りまたは破碎を含む。天然ゴムは、オープンロールミルで破碎されてもよいが、B a n b u r y または S h a w ミキサーなどの高剪断ミキサーを使用することがより一般的な方法である。押出機またはロールミルもまた使用することができる。時折、例えば、配合物がポリマーのブレンドを含有するとき合成ゴムで、別個の前素練り工程が用いられてもよい。これに、成分のほとんどがゴムへ組み込まれるときは、マスターバッチ化が続く。これは、ゴムへの成分の十分なおおよび一様な分散を確実にする。混合プロセスの間、温度をできるだけ低く保つことが重要である。

【 0 0 1 3 】

典型的な混合プロセスの例は次の通りであり、ネオプレン型ゴムへの K e v l a r (登録商標) パルプ・エンジニアードエラストマーの 2 段階混合を代表する：

【 0 0 1 4 】

第 1 段階

- 1 . 混合しながら、半分のネオプレンゴム、次に K e v l a r (登録商標) エンジニアードエラストマー、最後に残りのネオプレンおよび酸化マグネシウムを引き続いて添加する
- 2 . 1 ~ 1 . 5 分間効果的に混合する
- 3 . (もしあれば) ばら繊維を添加する

4. 少なくとも30秒混合する
5. 充填剤、可塑剤、酸化防止剤および他の添加剤を添加する
6. 所望の温度を達成するために必要に応じてミキサー速度を上げ、繊維の良好な分散が得られるまで混合を続行する
7. 第1段階配合物を105～110の温度範囲を超えない温度でシートにし、放冷する。

【0015】

第2段階

1. 第1段階からの冷えた生成物の半分、引き続き酸化亜鉛、硬化剤および第1パスミックスの残りを引き続いて添加する。
2. 100～105でシート化ミル中へあける。

【0016】

本発明は、特に明記しない限り全ての部、割合、および百分率が重量基準である以下の好ましい実施形態によって例示される。

【実施例】

【0017】

以下の実施例では、繊維の量は、配合ゴム中にゴムの100部当たりゼロ部または4部(phr)で存在した。表2に示される弾性率データは、配合ゴムのサンプルについて測定したものである。

【0018】

配合ゴムは、以下の材料を使用して調製した：

ISP Elastomers LP (Port Nechass, TX) 製のスチレンブタジエンゴム タイプ1502

Akrochem Corp. (Akron, OH) 製の天然ゴム タイプSMR CV60

Columbian Chemicals Co. (Marietta, GA) 製のカーボンブラック タイプN-299

Sunoco (Philadelphia, PA) 製のSundexオイル銘柄790
R.T. Vanderbilt (Norwalk, CT) 製の光安定剤Vanwax H Special

R.T. Vanderbilt (Norwalk, CT) 製の酸化防止剤、Antozite 67P

R.T. Vanderbilt (Norwalk, CT) 製の酸化防止剤、Agerite樹脂D

Crompton Corp, (Greenwich, CT) 製のステアリン酸

Zinc Corp. of America (Monica, PA) 製の酸化亜鉛

S.F. Sulfur Corp. (Valdosta, GA) 製の硫黄

R.T. Vanderbilt (Norwalk, CT) 製の、硬化促進剤、Amax

R.T. Vanderbilt (Norwalk, CT) 製の、二次促進剤、Vanax DPG

【0019】

配合ゴムサンプルは、表1による処方に従って調製した。

【0020】

表1

10

20

30

40

成分	比較例1 繊維なし (phr)	比較例2および3 対照EE (phr)	比較例4および5 対照, EE-配合時に 添加されるMEA (phr)	実施例1-17 EE中のMEA (phr)
SBR 1502	50	50	50	50
SMR CV60	50	36.6*	36.6*	36.6*
カーボンブラック	45	45	45	45
Sundex 790	9	9	9	9
Vanwax H	1	1	1	1
Antozite 67P	2	2	2	2
Agerite D	1	1	1	1
ステアリン酸	3	3	3	3
酸化亜鉛	3	3	3	3
硫黄	1.6	1.6	1.6	1.6
Amax	0.8	0.8	0.8	0.8
Vanax DPG	0.4	0.4	0.4	0.4
EE	0	17.4*	17.4*	17.4*
配合物に 添加されたMEA	0	0	比較例4および5と同様	0
EEからのMEA	0	0	0	実施例1-17を 参照

10

20

* 17.4phrのEEは、4phrのアラミドと、配合物中の既存36.6phrに添加されたときに計50phrのSMRゴムを生む13.4phrのゴムとを含有する。

【0021】

ゴムは、Banburyミキサーで配合した。EEと、EE中へ既に組み込まれていない場合にはMEAと、半分量のゴムポリマーおよびカーボンブラックとを添加し、引き続き40秒間混合することによってプレミックスを調製した。残りの半分量のゴムポリマーおよびカーボンブラックを次に添加し、混合をさらなる1分20秒間続行した。ミキサーのラムおよびスロート部分を次に掃除してきれいにし、引き続きSundex 790、Vanwax H、Antozite 67P、Agerite樹脂、ステアリン酸および酸化亜鉛を添加した。320°F未満の混合温度を保ちながら混合をさらなる2分間続行した。プレミックスを次にミキサーからデカントした。

30

【0022】

最終ミックスは、半分量のプレミックス、引き続きAmax、Vanax DPGおよび硫黄の硬化成分を添加することによって調製した。最後に、他の半分のプレミックスを添加し、ラムおよびスロートを掃除してきれいにし、210°F未満の温度を維持しながら混合を40秒間続行した。完成配合ゴムを次にミキサーから取り出した。

40

【0023】

MEAをEE中へ組み込んだ以下の実施例の全てにおいて、MEAは、凝固剤の添加前に水性ラテックススラリーに添加した。凝固剤は、酢酸と塩化カルシウムとの混合物であった。この方法に関するさらなる情報は、米国特許第5,205,973号明細書に詳述されている。

【0024】

実施例1~4

これらの実施例は、SIG Group (Schenectady, NY) から入手可能であるElastobond A-150、固体フェノール樹脂を弾性率増強添加剤とし

50

て使用して形成した。このフェノール樹脂は、使用前に粉末へ手動により粉碎した。この添加剤は、E E 中に 100 部ゴム当たり 1 ~ 20 部 (p h r) の濃度の範囲で存在した。完成配合ゴムの機械的特性を表 2 に示す。

【 0 0 2 5 】

実施例 5 ~ 7

これらの実施例は、S I Group (S c h e n e c t a d y , N Y) から入手可能である E l a s t o b o n d A - 2 5 0、固体フェノール樹脂を弾性率増強添加剤として使用して形成した。このフェノール樹脂は、使用前に粉末へ手動により粉碎した。この添加剤は、E E 中に 100 部ゴム当たり 1 ~ 10 部の濃度の範囲で存在した。完成配合ゴムの機械的特性を表 2 に示す。

10

【 0 0 2 6 】

実施例 8 ~ 11

これらの実施例は、L o r d C o r p (E r i e , P A) から入手可能である A q u a l a s t B L 100、ブチラテックスを弾性率増強添加剤として使用して形成した。この添加剤は、E E 中に 100 部ゴム当たり 1 . 2 ~ 12 部の濃度の範囲で存在した。完成配合ゴムの機械的特性を表 2 に示す。

【 0 0 2 7 】

実施例 12 ~ 14

これらの実施例は、B a y e r M a t e r i a l S c i e n c e L L C (P i t t s b u r g h , P A) から入手可能である D i s p e r c o l l B L X P 251 4 N、60 ~ 90 で非ブロック化するアミン封入芳香族ポリイソシアネート水性分散系を弾性率増強添加剤として使用して形成した。この添加剤は、E E 中に 100 部ゴム当たり 0 . 1 ~ 2 . 5 部の濃度の範囲で存在した。完成配合ゴムの機械的特性を表 2 に示す。

20

【 0 0 2 8 】

実施例 15 ~ 17

これらの実施例は、B a y e r M a t e r i a l S c i e n c e L L C (P i t t s b u r g h , P A) から入手可能である B a y h y d u r 302、水分散性ポリイソシアネートを弾性率増強添加剤として使用して形成した。この添加剤は、E E 中に 100 部ゴム当たり 0 . 1 ~ 2 . 5 部の濃度の範囲で存在した。完成配合ゴムの機械的特性を表 2 に示す。

30

【 0 0 2 9 】

比較例 1

この比較例は、カーボンブラックおよび上の表 1 に詳述されるような配合添加剤入りのスチレンブタジエンゴムと天然ゴムエラストマーとの重量で 50 / 50 のブレンドのみを使用して形成した。アラミド繊維または弾性率増強添加剤 (M E A) はこの比較例には全く存在しない。完成配合ゴムの機械的特性は、4 つの試験サンプルの平均に基づいたものであり、表 2 に示される。

【 0 0 3 0 】

比較例 2

この比較例は、最終配合物中へ繊維を組み込むためのキャリアとして D u P o n t から入手可能な M e r g e 1 F 7 2 2 天然ゴム E E (23 重量 % K e v l a r (登録商標) パルプ / 77 重量 % 天然ゴム) を含む製造材料から製造した。この市販の売り物は、調合物中に M E A を全く含有しなかった。最終配合物が 50 p h r の各スチレンブタジエンゴムと天然ゴムとを依然として含有するが、4 p h r の K e v l a r (登録商標) パルプ入りであるようにこの対照調合物を調整した。完成配合ゴムの機械的特性は、平均 7 試験サンプルに基づいたものであり、表 2 に示される。

40

【 0 0 3 1 】

比較例 3

この比較例は、1 F 7 2 2 と同じ組成の、再びいかなる M E A もなしの実験室製造 E E を使用して形成した。完成配合ゴムの機械的特性は、平均 5 試験サンプルに基づいたもの

50

であり、表 2 に示される。

【 0 0 3 2 】

比較例 4

この比較例は、配合ゴムに直接添加される M E A として L a n x e s s I n c (F a i r l a w n , O H) から入手可能な固体ブチルエラストマータイプ B a y e r B u t y l 3 0 1 と共に 1 F 7 2 2 E E を使用して形成した。この添加剤を、それが E E 中に 1 0 0 部ゴム当たり 4 部の濃度で存在するのに等しい量で配合ゴムに添加した。完成配合ゴムの機械的特性を表 2 に示す。

【 0 0 3 3 】

比較例 5

この比較例は、配合ゴムに直接添加される M E A として E l a s t o b o n d A - 1 5 0 と共に 1 F 7 2 2 E E を使用して形成した。この添加剤を、それが E E 中に 1 0 0 部ゴム当たり 1 0 部の濃度で存在するのに等しい量で配合ゴムに添加した。完成配合ゴムの機械的特性を表 2 に示す。

【 0 0 3 4 】

配合ゴムのサンプルについての機械的特性試験クーポンを、4 インチ × 6 インチ × 0 . 0 7 8 インチ厚さ (1 0 2 m m × 1 5 2 m m × 2 m m) の寸法を有する平板を製造するのに十分なゴムをプレスし、そして硬化させることによって 1 5 0 トン W a b a s h 圧盤プレスで調製した。ゴムを 1 3 0 トンの圧力下に 1 6 0 で 1 5 分間硬化させた。

【 0 0 3 5 】

配合ゴムの弾性率および破断点伸び値は、U n i t e d T e s t i n g S y s t e m s 機械的試験機モデル E - V I を使用して A S T M D 4 1 2 - 9 2 に従って測定した。弾性率結果は、様々な百分率の伸びでの弾性率として示す。例えば、M 1 0 は、1 0 % 伸びでの弾性率についての値である。破断点伸び結果は、E B と標示される列に示す。

【 0 0 3 6 】

表 2

10

20

例	MEA濃度 (EE中のPHR)	M10	M25	M50	M100	EB
		MPa	MPa	MPa	MPa	MPa
比較例1 繊維なし		0.47	0.73	1.07	1.56	20.9
比較例2 1F722		0.90	1.64	2.87	4.74	19.4
比較例3 実験室対照		1.01	2.03	3.94	5.24	17.8
比較例4 1F722/BL 100	4*	0.85	1.56	3.06	4.66	19.5
比較例5 1F722/A-150	10*	0.97	2	3.98	5.21	19.6
実施例1 Elastobond A-150	1	0.83	1.79	3.39	4.7	16.1
実施例2 Elastobond A-150	3.3	0.98	2.24	4.8	5.57	18.2
実施例3 Elastobond A-150	10	1.20	2.46	5.17	5.71	16.9
実施例4 Elastobond A-150	20	1.17	1.92	3.81	5.43	16.75
実施例5 Elastobond A-250	1	0.89	2.03	4.25	5.12	15.1

10

20

【 0 0 3 7 】
(表 2 続 き)

実施例6 Elastobond A-250	3.3	0.99	2.49	4.81	5.46	17.4
実施例7 Elastobond A-250	10	1.07	2.46	5.03	5.61	17.5
実施例8 Agualast BL 100	1.2	0.92	1.73	3.79	5.74	18.4
実施例9 Agualast BL 100	4	1.40	3.01	5.63	6.10	19.0
実施例10 Agualast BL 100	8	1.26	3.14	6.55	6.51	18.6
実施例11 Agualast BL 100	12	1.29	2.99	5.65	6.14	18.6
実施例12 DISPブロックトイソシアネート	0.1	0.82	1.67	4.13	5.57	19.5
実施例13 DISPブロックトイソシアネート	0.5	1.88	4.74	6.27	6.43	19.2
実施例14 DISPブロックトイソシアネート	2.5	1.21	3.35	5.57	5.91	18.6
実施例15 BAYアミンイソシアネート	0.1	1.42	3.08	5.2	5.86	17.85
実施例16 BAYアミンイソシアネート	0.5	1.29	3.64	5.87	6.16	19.38
実施例17 BAYアミンイソシアネート	2.5	1.41	3.6	5.94	6.11	19.54

10

20

* この当量を配合中に添加し、対照EEを使用した。

【 0 0 3 8 】

本発明の調合物は、動力伝達（v - ベルトおよびタイミングベルト）、ホース、シール、ダイアフラム、コンベヤーベルト、タイヤ、車輪および防護衣などの、多くの用途に有利に使用することができる。

30

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US2008/085382

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
INV. C08K5/205	C08K7/02	C08L21/00 C08J5/06 C08J5/10
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) C08J C08K C08L		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, COMPENDEX		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 756 925 A (FURUKAWA MASASHI [US] ET AL) 12 July 1988 (1988-07-12) column 2, lines 36-56 column 5, line 43 - column 6, line 20 examples comp.ex., 8	1, 3-14
X	US 5 387 160 A (NAKAJIMA MASAYOSHI [JP] ET AL) 7 February 1995 (1995-02-07) column 2, lines 34-38 column 4, lines 13-35, 54-66 column 5, lines 5-24 examples 6-8; table IV examples 6-8; table VI	1-5, 9-14
	----- -/--	
☒ 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 document 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 31 March 2009		Date of mailing of the international search report 06/04/2009
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Denis, Cécile

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2008/085382

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2003/027920 A1 (KINOSHITA TAKASHI [JP] ET AL KINOSHITA TAKASHI [JP] ET AL) 6 February 2003 (2003-02-06) page 1, paragraph 12-16 page 3, paragraph 56 page 3, paragraph 63 - page 4, paragraph 69 example 1 table 4 example comp.ex.4	1-3,9-14
X	WO 02/078983 A (PIRELLI [IT]; SERRA ANTONIO [IT]) 10 October 2002 (2002-10-10) page 19, lines 6-21 examples 2,3; table 1 examples 2,3; table 2 page 12, lines 1-23	1-3,9-14

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International application No

PCT/US2008/085382

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4756925	A	12-07-1988	DE 3771756 D1 EP 0239915 A2	05-09-1991 07-10-1987
US 5387160	A	07-02-1995	DE 4303937 A1	12-08-1993
US 2003027920	A1	06-02-2003	CA 2369237 A1 CN 1386787 A DE 10204092 A1 JP 2003139198 A	26-07-2002 25-12-2002 19-09-2002 14-05-2003
WO 02078983	A	10-10-2002	JP 2004525022 T US 2006151084 A1	19-08-2004 13-07-2006

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),
EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MT,NL,NO,PL,PT,RO,SE,SI,SK,T
R),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BR,BW,BY,
BZ,CA,CH,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,JP,KE,K
G,KM,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT
,RO,RS,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100084663

弁理士 箱田 篤

(74)代理人 100093300

弁理士 浅井 賢治

(74)代理人 100119013

弁理士 山崎 一夫

(74)代理人 100147588

弁理士 渡辺 浩司

(72)発明者 フランシス アーノルド

アメリカ合衆国 ヴァージニア州 23059 グレン アレン リーブルック ウェイ 590
8

(72)発明者 リ ダニエル

中華人民共和国 201210 シャンハイ グァンラン ロード ナンバー 1166 ビーエ
ルケイ 13 アpartment 1001

Fターム(参考) 4F072 AA02 AA08 AA09 AB03 AB04 AB05 AB06 AB09 AB14 AB15

AB34 AD02 AD05 AD13 AE01 AE02 AE06 AE10 AF01 AF26

AF31 AH04 AJ04 AK16 AL18 AL19

4J002 AB012 AC001 AC011 AC031 AC071 AC081 AC091 AC103 AC113 AC121

BB002 BB183 BE022 BG102 CC033 CF002 CL002 DA016 DA036 DL006

DM006 ER007 FA042 FA046 FD012 FD016 FD203 FD207 GM01 GN01