

明 細 書

発明の名称：

エラストマー組成物、シール材およびシール材の製造方法

技術分野

[0001] 本発明の一実施形態は、エラストマー組成物、シール材またはシール材の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 従来より、シール材は、各種用途に幅広く使用されており、これらの用途の中でも、シール材に最も負荷のかかるシール材の用途の一例として、半導体製造装置等に使用されるシール材が挙げられる。

[0003] このようなシール材としては、耐プラズマ性や耐ラジカル性に優れるシール材を得ることができることから、フルオロエラストマー（FKM）や、パーフルオロエラストマー（FFKM）などの架橋性フルオロエラストマーが使用されている。

例えば、特許文献1には、架橋性フルオロエラストマーである水素含有フッ素ゴムと、液状の水素サイト保護剤とを含有する未架橋ゴム組成物が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2019-52226号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 前記特許文献1に記載されている組成物などの従来の未架橋ゴム組成物には、液状やオイル状の成分が用いられてきた。

このような未架橋ゴム組成物から、所望の物性を示すシール材などの成形体を形成するには、該組成物中の各成分が均一に混合している必要がある。しかしながら、架橋性フルオロエラストマーと、液状やオイル状の成分とを

含む組成物を均一な組成物とする場合には、長い時間を要しており、この点で改良の余地があった。

[0006] 本発明の一実施形態は、短時間で均一な組成物とすることができるエラストマー組成物を提供する。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明者が、前記課題を解決すべく鋭意検討した結果、下記構成例によれば、前記課題を解決できることを見出し、本発明を完成した。

本発明の構成例は以下の通りである。

[0008] [1] 架橋性フルオロエラストマー (A) [ただし、エラストマー (A) は、ヒドロシリル基を有さない化合物である] と、

エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロ骨格の化合物 [ただし、該化合物は、前記エラストマー (A) 以外の化合物である]、および、エチレン性不飽和結合を有するシロキサン骨格の化合物から選ばれる少なくとも 1 種のエチレン性不飽和結合含有化合物を含み、かつ、キュラストメーターで測定した 60℃における最低トルク (ML) が 0.5 kgf・cm 以上である、組成物 (B) と

を含有する、エラストマー組成物。

[0009] [2] 前記エラストマー (A) がパーオキサイド架橋可能なフルオロエラストマーである、[1] に記載のエラストマー組成物。

[3] 前記エラストマー (A) が、フッ化ビニリデン-ヘキサフルオロプロピレン-テトラフルオロエチレン系重合体である、[1] または [2] に記載のエラストマー組成物。

[0010] [4] 前記組成物 (B) の含有量が、前記エラストマー (A) の含有量 100 質量部に対し、0.5～100 質量部である、[1]～[3] のいずれかに記載のエラストマー組成物。

[0011] [5] 架橋剤 (C) を含む、[1]～[4] のいずれかに記載のエラストマー組成物。

[6] 架橋助剤 (D) を含む、[1]～[5] のいずれかに記載のエラ

ストマー組成物。

[0012] [7] 充填材の含有量が、前記エラストマー（A）100質量部に対し、5質量部以下である、[1]～[6]のいずれかに記載のエラストマー組成物。

[0013] [8] [1]～[7]のいずれかに記載のエラストマー組成物から得られたシール材。

[9] [1]～[7]のいずれかに記載のエラストマー組成物を架橋する工程を含む、シール材の製造方法。

発明の効果

[0014] 本発明の一実施形態によれば、短時間で均一なエラストマー組成物を得ることができる。

また、本発明の一実施形態によれば、該エラストマー組成物を用いることで、硬度、引張強さ、切断時伸び、および、100%伸びにおける引張応力（100%Mo）にバランスよく優れるシール材を得ることができる。

さらに、本発明の一実施形態によれば、耐プラズマ性（耐ラジカル性）、耐クラック性、圧縮永久歪等に優れるシール材を得ることができる。このため、該シール材は、半導体製造装置用シール材、プラズマ処理装置用シール材として好適に使用することができる。

発明を実施するための形態

[0015] 《エラストマー組成物》

本発明の一実施形態に係るエラストマー組成物（以下「本組成物」ともいう。）は、架橋性フルオロエラストマー（A）[ただし、エラストマー（A）は、ヒドロシル基を有さない化合物である]と、

エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロ骨格の化合物[ただし、該化合物は、前記エラストマー（A）以外の化合物である]、および、エチレン性不飽和結合を有するシロキサン骨格の化合物から選ばれる少なくとも1種のエチレン性不飽和結合含有化合物を含み、かつ、キュラストメーターで測定した60℃における最低トルク（ML）が0.5kgf・cm以上である

、組成物（B）と
を含有する。

[0016] <架橋性フルオロエラストマー（A）>

架橋性フルオロエラストマー（A）としては、ヒドロシリル基（ $-Si-H$ ）を有さない化合物であれば特に制限されず、従来公知の架橋性フルオロエラストマーを用いることができるが、パーフルオロエラストマー以外の架橋性のフルオロエラストマーであることが好ましい。

本組成物に含まれるエラストマー（A）は、1種でもよく、2種以上でもよい。

なお、本発明において、「エラストマー」と「ゴム」は同義であり、これらに特に区別はない。

[0017] エラストマー（A）は、未加硫フッ素ゴムなどともいい、架橋タイプとしては、パーオキサイド架橋、ポリオール架橋、アミン架橋、放射線架橋タイプなどが挙げられる。これらの中でも、プラズマ雰囲気下等において、パーティクルの発生源となる受酸剤を用いる必要がなく、得られたシール材を使用中に、パーティクルを発生させる恐れがない等の点で、パーオキサイド架橋可能なフルオロエラストマーであることが好ましい。

[0018] エラストマー（A）の具体例としては、フルオロエラストマー（FKM）、テトラフルオロエチレン-プロピレン系エラストマー（FEP）、フッ素系熱可塑性エラストマー（例：少なくとも1種のエラストマー性ポリマー鎖セグメントおよび少なくとも1種の非エラストマー性ポリマー鎖セグメントを含み、これらのうちの少なくとも一方は含フッ素ポリマー鎖セグメントであるエラストマー）が挙げられる。

[0019] エラストマー（A）としては、従来公知の方法で合成したものを用いてもよく、市販品を用いてもよい。該市販品としては、ダイキン工業（株）製の「ダイエル」、ケマーズ社製の「バイトン」、3M社製の「ダイニオン」、ソルベイ社製の「テクノフロン」等が挙げられる。

[0020] エラストマー（A）としては、各種半導体ドライプロセスで使用されるブ

ラズマ（プラズマエッチング処理）に対する耐性を示すシール材を得ることができるようなエラストマーが好ましく、耐プラズマ性が比較的良好であり、シール性に優れるFKMがより好ましい。また、FKMは、安価で汎用性のある等の点でも好ましい。

[0021] FKMとしては特に制限されないが、ポリマー主鎖中に水素原子（炭素－水素結合）を含むポリマーが挙げられ、具体的には、フッ化ビニリデン由来の構成単位を含むことが好ましい。

[0022] FKMとしては特に制限されないが、具体例としては、フッ化ビニリデン－ヘキサフルオロプロピレン系重合体；フッ化ビニリデン－ヘキサフルオロプロピレン－テトラフルオロエチレン系重合体；フッ化ビニリデン－プロピレン－テトラフルオロエチレン系重合体；エチレン－テトラフルオロエチレン－パーフルオロアルキルビニルエーテル系重合体；フッ化ビニリデン－テトラフルオロエチレン－パーフルオロアルキルビニルエーテル系重合体が挙げられる。

前記パーフルオロアルキルビニルエーテルの好適例としては、パーフルオロメチルビニルエーテルが挙げられる。

[0023] これらの中でも、耐プラズマ性、耐熱性、耐薬品性等に優れる等の点から、三元系ポリマーであることが好ましく、フッ化ビニリデン－ヘキサフルオロプロピレン－テトラフルオロエチレン系重合体がより好ましい。

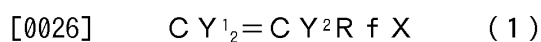
[0024] パーオキサイド架橋可能なフルオロエラストマーは、ヨウ素基、臭素基、シアノ基、ペルオキシ基、不飽和基等の官能性基を有することが好ましく、官能性基導入の容易性からヨウ素基、臭素基がより好ましい。

ヨウ素基および／または臭素基を有するフルオロエラストマーは、例えば、該エラストマーを合成する際に、飽和または不飽和の含ヨウ素および／または含臭素化合物を1種以上用いることで得ることができる。

[0025] 前記含ヨウ素および／または含臭素化合物としては、例えば、下記式（1）または（2）で表される化合物が挙げられる。

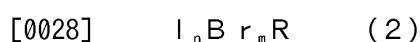
下記式（1）で表される化合物を用いることで、ヨウ素基および／または

臭素基を側鎖に有するフルオロエラストマーを合成することができ、下記式（２）で表される化合物を用いることで、ヨウ素基および／または臭素基を末端に有するフルオロエラストマーを合成することができる。



[Y¹およびY²はそれぞれ独立に、フッ素原子、水素原子またはメチル基であり、R fは、水素原子の一部または全部がフッ素原子で置換された直鎖状または分岐状の含フッ素アルキレン基、または、該含フッ素アルキレン基の一部にエーテル結合を含む基であり、Xはヨウ素原子または臭素原子である。]

[0027] 前記式（１）で表される化合物の具体例としては、国際公開第２００９／１１９４０９号に記載の化合物が挙げられる。



[Rは炭素数１～１２のフルオロ炭化水素基であり、nおよびmはそれぞれ独立に、０～２の整数であり、n+mは１または２である。]

[0029] 前記式（２）で表される化合物の具体例としては、特開２００２－９７３２９号公報や特開２００８－５６７３９号公報に記載の化合物が挙げられる。

[0030] エラストマー（Ａ）のフッ素含有量は特に制限されないが、所望のシール材を容易に得ることができる等の点から、好ましくは５５質量％以上である。より好ましくは６０％以上、さらに好ましくは６３質量％以上、特に好ましくは６５質量％以上であり、より好ましくは７３質量％以下、さらに好ましくは７１質量％以下である。

前記フッ素含有量は、¹⁹F－NMRや¹H－NMR等を用いたフッ素の元素分析または質量分析法（MSスペクトル法）等により、測定・算出することができる。

なお、本発明におけるフッ素含有量は、小数点以下を四捨五入した値である。

[0031] エラストマー（Ａ）は、フッ素含有量が６９質量％以上である架橋性フル

オロエラストマー（A1）と、フッ素含有量が55～68質量%である架橋性フルオロエラストマー（A2）とを含むことが好ましい。

フッ素含有量が前記範囲にある架橋性フルオロエラストマーを少なくとも2種類用いることで、短時間で均一なエラストマー組成物とすることができ、成形性に優れるエラストマー組成物を容易に得ることができ、硬度、引張強さ、切断時伸びおよび100%Moにバランスよく優れるシール材を容易に得ることができる。

[0032] エラストマー（A1）のフッ素含有量は、好ましくは70質量%以上であり、好ましくは73質量%以下、より好ましくは71質量%以下である。

エラストマー（A2）のフッ素含有量は、好ましくは60～68質量%、より好ましくは63～68質量%、さらに好ましくは65～68質量%である。

[0033] エラストマー（A）のムーニー粘度は、好ましくは10以上、より好ましくは15以上、さらに好ましくは18以上であり、好ましくは140以下、より好ましくは120以下、さらに好ましくは80以下、特に好ましくは60以下である。

エラストマー（A）のムーニー粘度が前記範囲にあると、成形性、特に分出し性に優れるエラストマー組成物を容易に得ることができる。

なお、本明細書におけるムーニー粘度は、ASTM D 1646に準拠して測定した121℃におけるムーニー粘度（ML1+10）のことをいう。

[0034] 本組成物の固形分中のエラストマー（A）の含有量は、好ましくは40質量%以上、より好ましくは50質量%以上であり、好ましくは95質量%以下、より好ましくは93質量%以下である。

エラストマー（A）含有量が前記範囲にあると、耐プラズマ性、耐薬品性等の化学的耐性に優れ、硬度、引張強さ、切断時伸びおよび100%Moにバランスよく優れるシール材を容易に得ることができる。

なお、本明細書において、固形分とは、溶剤以外の成分のことをいう。

[0035] 本組成物の固形分中のエラストマー（A 1）の含有量は、好ましくは40質量%以上、より好ましくは50質量%以上であり、好ましくは95質量%以下、より好ましくは85質量%以下である。

エラストマー（A 1）含有量が前記範囲にあると、耐プラズマ性、耐薬品性等の化学的耐性に優れるシール材を容易に得ることができる。

[0036] 本組成物の固形分中のエラストマー（A 2）の含有量は、好ましくは2質量%以上、より好ましくは5質量%以上であり、好ましくは50質量%以下、より好ましくは40質量%以下である。

エラストマー（A 2）含有量が前記範囲にあると、成形性および化学的耐性にバランスよく優れるシール材を容易に得ることができる。

[0037] 本組成物中のエラストマー（A 1）および（A 2）の合計含有量に対する、エラストマー（A 1）の含有量は、好ましくは60質量%以上、より好ましくは65質量%以上であり、好ましくは95質量%以下、より好ましくは90質量%以下である。

エラストマー（A 1）および（A 2）の含有量の質量比が前記範囲にあると、より短時間で均一なエラストマー組成物とすることができ、成形性に優れるエラストマー組成物を容易に得ることができ、硬度、引張強さ、切断時伸びおよび100%Moにバランスよく優れるシール材を容易に得ることができる。

[0038] <組成物（B）>

本組成物は、エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロ骨格の化合物〔ただし、該化合物は、前記エラストマー（A）以外の化合物である〕、および、エチレン性不飽和結合を有するシロキサン骨格の化合物から選ばれる少なくとも1種のエチレン性不飽和結合含有化合物（以下「化合物（b）」ともいう。）を含み、かつ、キュラストメーターで測定した60℃における最低トルク（ML）が0.5kgf・cm以上、好ましくは1kgf・cm以上である、組成物（B）を含む。

組成物（B）を用いることで、耐プラズマ性に優れ、非粘着であるシール

材を容易に得ることができる。また、組成物（B）を用いることで、硬度、引張強さ、切断時伸びおよび100%Moにバランスよく優れるシール材も容易に得ることができる。

本組成物に含まれる組成物（B）は、1種でもよく、2種以上でもよい。なお、本組成物が組成物（B）を含むとは、本組成物を調製する際の原料として、組成物（B）を用いることをいう。本組成物に含まれる組成物（B）が2種以上の場合は、本組成物を調製する際の原料として、2種以上の組成物（B）を用いることをいう。

[0039] キュラストメーターで測定した60℃における最低トルク（ML）が0.5kgf・cm以上であるとは、この分野において一般的に使用されているミラブルタイプと同義である。具体的には、組成物（B）は、液状（ペースト状）タイプやオイル状タイプの組成物とは異なる、合成ゴムのような固形状の組成物のことをいい、硬化する前の状態が天然ゴムや通常の合成ゴムの未加硫配合ゴムに類似していて、練りロール機や密閉式の混合機などで可塑化・混合することができる組成物のことをいう。

なお、組成物（B）は、エラストマー（A）や、下記架橋剤（C）、架橋助剤（D）、その他の成分等と混合する前の最低トルク（ML）が前記範囲にあることを意味する。

前記最低トルク（ML）は、具体的には、下記実施例に記載の方法で測定される。

[0040] 組成物（B）は、通常、前記化合物（b）と、シリカなどの充填材とを含む。組成物（B）中に含まれる化合物（b）は1種でも2種以上でもよく、組成物（B）中に含まれる充填材は1種でも2種以上でもよい。

さらに、組成物（B）は、分子中に2個以上のヒドロシリル基を有する反応性有機珪素化合物（例：特開2003-183402号公報、特開平11-116684号公報等に記載の有機ケイ素化合物）、触媒（例：特開2003-183402号公報、特開平11-116684号公報等に記載の触媒）等の添加剤を含んでいてもよい。

[0041] 組成物（B）としては、化合物（b）の種類により、パーオキシドの分解によるラジカルにより架橋するパーオキシド架橋タイプと、触媒により、エチレン性不飽和結合とヒドロシリル基とが反応する付加架橋タイプとが挙げられ、本組成物では、これらのどちらを用いてもよいが、パーオキシド架橋タイプを用いることが好ましい。

パーオキシド架橋タイプの組成物（B）を用いる場合、下記パーオキシド系架橋剤を用いることが好ましい。

[0042] 組成物（B）中の化合物（b）の含有量は、耐プラズマ性に優れ、非粘着であるシール材を容易に得ることができる等の点から、好ましくは50質量%以上、より好ましくは60質量%以上であり、好ましくは90質量%以下、より好ましくは80質量%以下である。

また、組成物（B）中の充填材の含有量は、ミラブルタイプの組成物とすることができ、より短時間で均一なエラストマー組成物を得ることができる等の点から、好ましくは10質量%以上、より好ましくは20質量%以上であり、好ましくは50質量%以下、より好ましくは40質量%以下である。

[0043] 組成物（B）は、市販品を用いてもよい。該市販品としては、例えば、「S I F E L」（信越化学工業（株）製）が挙げられる。

なお、組成物（B）の市販品としては、1成分型の市販品と2成分型の市販品等があるが、これらのいずれを使用してもよい。

[0044] 本組成物中の組成物（B）の含有量は、より短時間で均一なエラストマー組成物とすることができ、耐プラズマ性により優れるシール材を容易に得ることができる等の点から、エラストマー（A）100質量部に対して、好ましくは0.5質量部以上、より好ましくは1質量部以上であり、好ましくは100質量部以下、より好ましくは50質量部以下、さらに好ましくは25質量部以下である。

[0045] 本組成物が、組成物（B）と下記架橋剤（C）とを含む場合、耐プラズマ性により優れるシール材を容易に得ることができる等の点から、本組成物中の架橋剤（C）の含有量に対する組成物（B）の含有量の質量比（組成物（

B)の含有量／架橋剤(C)の含有量)は、好ましくは0.5以上、より好ましくは1以上であり、好ましくは50以下、より好ましくは20以下である。

[0046] 〈化合物(b)〉

化合物(b)は、エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロ骨格の化合物(以下「化合物(b1)」ともいう。)、および、エチレン性不飽和結合を有するシロキサン骨格の化合物(以下「化合物(b2)」ともいう。)から選ばれる少なくとも1種の化合物である。これらの中でも、より耐プラズマ性に優れるシール材を容易に得ることができる等の点から、化合物(b)は、化合物(b1)を含むことが好ましい。

[0047] 前記エチレン性不飽和結合としては、例えば、ビニル基、メチルビニル基、アリル基、プロペニル基、イソプロペニル基、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基、ヘプテニル基等の炭素数2～8のアルケニル基、ビニルフェニル基、(メタ)アクリロイル基、アリルオキシ基、スチリル基、プロパルギル基が挙げられる。これらの中でも、アルケニル基が好ましく、炭素数2～4のアルケニル基がより好ましく、ビニル基が特に好ましい。

化合物(b)は、2種以上のエチレン性不飽和結合を有していてもよい。

[0048] [化合物(b1)]

化合物(b1)は、エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロ骨格の化合物であり、前記エラストマー(A)以外の化合物である。

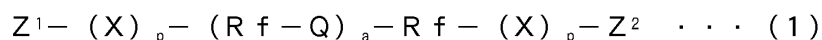
化合物(b1)としては、例えば、エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロポリエーテル構造の化合物、エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロアルキレン構造の化合物が挙げられ、これらの中でも、エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロポリエーテル構造の化合物(以下「化合物(b1-1)」ともいう。)が好ましい。

[0049] ・化合物(b1-1)

前記化合物(b1-1)としては、1分子中に2個以上のエチレン性不飽和結合を有するパーフルオロポリエーテルであることが好ましい。

[0050] 化合物 (b 1 - 1) の好適例としては、特開 2 0 0 3 - 1 8 3 4 0 2 号公報、特開平 1 1 - 1 1 6 6 8 4 号公報、特開平 1 1 - 1 1 6 6 8 5 号公報、特開 2 0 1 5 - 6 7 7 3 7 号公報に記載の化合物が挙げられる。

[0051] 化合物 (b 1 - 1) としては、例えば、下記式 (1) で表される化合物が挙げられる。



[0052] X は独立に $-CH_2-$ 、 $-CH_2O-$ 、 $-CH_2OCH_2-$ 、 $*-Si(R^2)_2-Ph$ (Ph : フェニレン基)、 $*-Y-NR^1SO_2-$ または $*-Y-NR^1-CO-$ (但し、Y は $-CH_2-$ または $*-Si(R^2)_2-Ph$ である。なお、前記 * 部分が、 Z^1 または Z^2 に結合する。) である。

R^f は 2 価パーフルオロポリエーテル基 (2 価パーフルオロオキシアルキレン基) である。

p は独立に 0 または 1 である。a は 0 以上の整数であり、好ましくは 0 ~ 10 の整数、より好ましくは 0 ~ 6 の整数である。

Q は下記式 (2)、(3) または (4) で表される基である。

[0053] R^2 は、炭素数 1 ~ 10、特に炭素数 1 ~ 8 の置換または非置換の 1 価炭化水素基であり、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、t-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基等のアルキル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基等のシクロアルキル基、ビニル基、アリル基、プロペニル基、イソプロペニル基、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、キシリル基、ナフチル基等のアリール基、ベンジル基、フェニルエチル基、フェニルプロピル基等のアラルキル基、これらの基の水素原子の一部または全部をハロゲン原子等で置換した基 (例: クロロメチル基、クロロプロピル基、ブromoエチル基、3, 3, 3-トリフルオロプロピル基、6, 6, 6, 5, 5, 4, 4, 3, 3-ノナフルオロヘキシル基等のフッ素置換アルキル基) が挙げられる。

[0054] R^1 は、水素原子または前記 R^2 として例示した基と同様の炭素数 1 ~ 10、

特に炭素数 1～8 の置換または非置換の 1 価炭化水素基であり、水素原子または R^2 と同様の基を挙げることができ、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピ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、アリル基等のアルケニル基、フェニル基、トリル基等のアリール基、これらの基の水素原子の一部をハロゲン原子等で置換した基（例：クロロメチル基、クロロプロピル基、3, 3, 3-トリフルオロプロピル基、6, 6, 6, 5, 5, 4, 4, 3, 3-ノナフルオロヘキシル基等のフッ素置換アルキル基）が挙げられる。

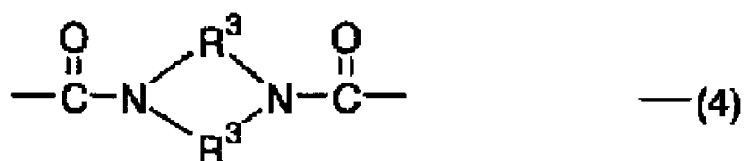
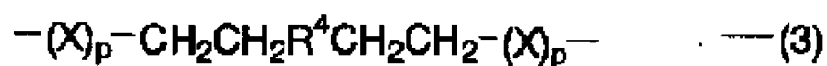
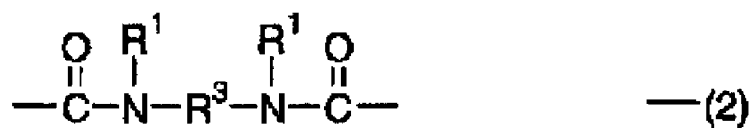
[0055] Z^1 および Z^2 はそれぞれ独立に、エチレン性不飽和結合含有基であり、 $-Si(i)$ （エチレン性不飽和結合含有基） $(R')_2$ であってもよい。

該エチレン性不飽和結合含有基としては、1 価のアルケニル基が好ましく、炭素数 2～4 の 1 価のアルケニル基がより好ましく、1 価のビニル基が特に好ましい。

R' は独立に、置換または非置換の 1 価の炭化水素基であり、具体的には、例えば、メチル基、エチル基、 n -プロピル基、 i -プロピル基、 n -ブチル基、 i -ブチル基、 t -ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基などのアルキル基；フェニル基、トリル基、キシリル基などのアリール基；3-クロロプロピル基、3, 3, 3-トリフルオロプロピル基などのハロゲン化アルキル基が挙げられ、これらの中でも、炭素数 1～5 のアルキル基が好ましい。

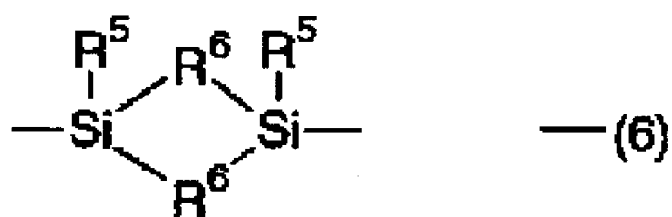
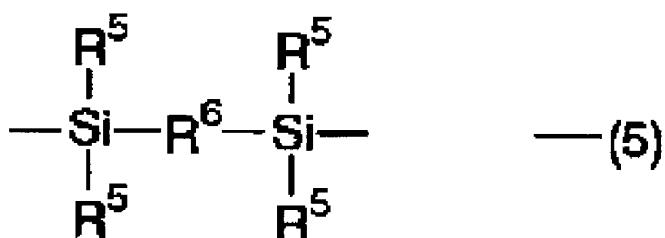
[0056]

[化1]



[0057] 式(2)～(4)において、X、pおよびR¹は前記式(1)中のX、pおよびR¹と同義である。R³およびR⁴はそれぞれ独立に、結合途中に酸素原子、窒素原子、ケイ素原子および硫黄原子から選ばれる1種以上を介在させてもよい置換または非置換の2価炭化水素基であり、式(2)中のR³および式(3)中のR⁴はそれぞれ独立に、下記式(5)または(6)で表される基であってもよい。

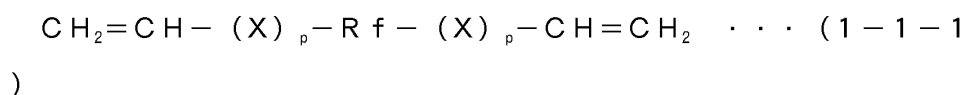
[0058] [化2]



- [0059] 式(5)、(6)において、 R^5 は置換または非置換の1価炭化水素基であり、 R^6 は炭素原子、酸素原子、窒素原子、ケイ素原子および硫黄原子から選ばれる1種以上を含む基である。
- [0060] R^3 および R^4 としては、置換または非置換の2価炭化水素基であれば特に限定されないが、炭素数1~20、特に2~12の2価炭化水素基が好適であり、具体的にはメチレン基、エチレン基、プロピレン基、メチルエチレン基、ブチレン基、ヘキサメチレン基等のアルキレン基、シクロヘキシレン基等のシクロアルキレン基、フェニレン基、トリレン基、キシリレン基、ナフチレン基、ビフェニレン基等のアリーレン基、これらの基の水素原子の一部をハロゲン原子等で置換した基、これらの置換または非置換のアルキレン基、アリーレン基の組み合わせが例示される。
- [0061] $-(X)_p-(R^f-Q)_a-R^f-(X)_p-$ は、 $-(O-R^7)_n-$ [R^7 はパーフルオロアルカンジイル基を示し、 n は2以上の整数を示す。複数存在する R^7 は互いに同一でも異なってもよい。]であることが好ましい。
- [0062] R^7 で表されるパーフルオロアルカンジイル基としては、例えば、 C_mF_{2m} で表される基 (m は2以上の整数) が挙げられ、直鎖状でも分岐状であってもよい。パーフルオロアルカンジイル基の炭素数 (すなわち m) は、例えば1~10であり、好ましくは2~6、より好ましくは2~4、特に好ましくは2~3である。
- [0063] n は2以上であればよく、例えば10以上、好ましくは40以上、より好ましくは70以上である。また、 n は、例えば300以下、好ましくは200以下、より好ましくは150以下である。
- [0064] $-(O-R^7)_n-$ は、下記 R^f と同様の基であってもよい。
- [0065] 前記式(1)で表される化合物は、下記式(1-1)で表される化合物であることが好ましい。
- $$CH_2=CH-(X)_p-(R^f-Q)_a-R^f-(X)_p-CH=CH_2 \cdots$$
- $$\cdot (1-1)$$
- [式(1-1)中の各符号の定義は、式(1)中の各符号の定義と同様ある]

。]

[0066] また、前記式 (1-1) で表される化合物は、a が 0 である化合物であることが好ましく、この場合、下記式 (1-1-1) で表される。

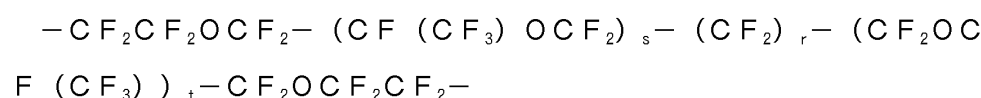


[式 (1-1-1) 中の各符号の定義は、式 (1) 中の各符号の定義と同様である。]

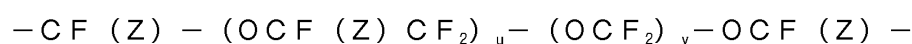
[0067] 前記 Rf の具体例としては、以下の基が挙げられる。



(Z は、フッ素原子または $-\text{CF}_3$ であり、p、q および r は、 $p \geq 1$ 、 $q \geq 1$ 、 $2 \leq p+q \leq 200$ 、好ましくは $2 \leq p+q \leq 110$ 、 $0 \leq r \leq 6$ を満たす整数である。)、



(r、s および t は、 $0 \leq r \leq 6$ 、 $s \geq 0$ 、 $t \geq 0$ 、 $0 \leq s+t \leq 200$ 、好ましくは $2 \leq s+t \leq 110$ を満たす整数である。)、



(Z は、フッ素原子または $-\text{CF}_3$ であり、u および v は、 $1 \leq u \leq 100$ 、 $1 \leq v \leq 50$ を満たす整数である。)、



(w は、 $1 \leq w \leq 100$ を満たす整数である。)

[0068] [化合物 (b2)]

化合物 (b2) は、エチレン性不飽和結合を有するシロキサン骨格の化合物であり、1 分子中に 2 個以上のエチレン性不飽和結合を有するポリシロキサンであることが好ましく、1 分子中に 2 個以上のエチレン性不飽和結合を有し、かつ、ケイ素原子に有機基が結合したオルガノポリシロキサンであることが好ましい。前記エチレン性不飽和結合の結合位置は特に制限されない。

[0069] ケイ素原子に結合した有機基としては、例えば、前記エチレン性不飽和結合、直鎖状アルキル基、分岐鎖状アルキル基、環状アルキル基、アリール基、アラルキル基、ハロゲン化アルキル基が挙げられる。

直鎖状アルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基等の炭素数1～20、好ましくは炭素数1～6の基が挙げられる。

分岐鎖状アルキル基としては、例えば、イソプロピル基、イソブチル基、t-ブチル基、2-エチルヘキシル基等の炭素数1～20、好ましくは炭素数1～6の基が挙げられる。

環状アルキル基としては、例えば、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等の炭素数3～20の基が挙げられる。

アリール基としては、例えば、フェニル基、トリル基等の炭素数6～20の基が挙げられる。

アラルキル基としては、例えば、ベンジル基、2-フェニルエチル基、2-メチル-2-フェニルエチル基等の炭素数7～20の基が挙げられる。

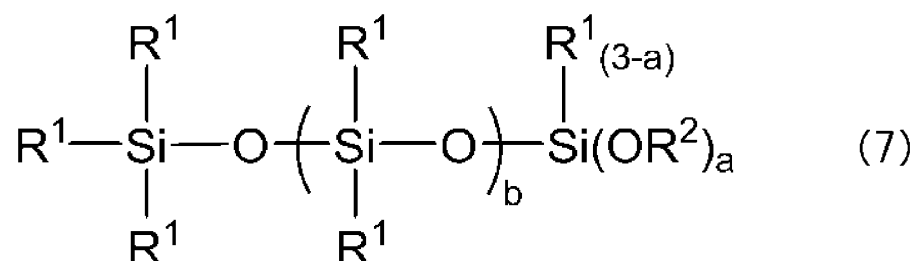
ハロゲン化アルキル基としては、例えば、3, 3, 3-トリフルオロプロピル基、2-(ノナフルオロブチル)エチル基、2-(ヘプタデカフルオロオクチル)エチル基等の炭素数1～20、好ましくは炭素数1～6の基が挙げられる。

[0070] 前記ケイ素原子に結合した有機基としては、直鎖状アルキル基、アルケニル基、アリール基が好ましく、炭素数1～6の直鎖状アルキル基、アルケニル基、アリール基がより好ましく、メチル基、ビニル基、フェニル基が特に好ましい。

[0071] 化合物(b2)の分子構造は特に限定されず、例えば、直鎖状、分岐鎖状、一部分岐を有する直鎖状、樹枝状(デンドリマー状)が挙げられ、好ましくは直鎖状、一部分岐を有する直鎖状である。化合物(b2)は、これらの分子構造を有する単一の重合体、これらの分子構造を有する共重合体、これらの重合体の2種以上の混合物であってもよい。

[0072] 化合物（b 2）としては、例えば、分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、分子鎖両末端メチルフェニルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体、分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体、分子鎖両末端シラノール基封鎖ジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体、分子鎖両末端シラノール基封鎖ジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体、分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖メチル（3，3，3－トリフルオロプロピル）ポリシロキサン、式： $(CH_3)_3SiO_{1/2}$ で表されるシロキサン単位と式： $(CH_3)_2(CH_2=CH)SiO_{1/2}$ で表されるシロキサン単位と式： $CH_3SiO_{3/2}$ で表されるシロキサン単位と式： $(CH_3)_2SiO_{2/2}$ で表されるシロキサン単位とからなるオルガノシロキサン共重合体、下記式（7）で表される化合物が挙げられる。

[0073] [化3]



[式（7）中、 R^1 はそれぞれ独立に、非置換または置換の1価炭化水素基であり、 R^2 は独立に、アルキル基、アルコキシアルキル基、アルケニル基またはアシル基であり、 b は2～100の整数であり、 a は1～3の整数である。但し、式（7）中の R^1 および R^2 のうち少なくとも2つは、前記エチレン性不飽和結合を含む。]

[0074] 式（7）中、 R^1 はそれぞれ独立に、非置換または置換の、好ましくは炭素

数 1 ～ 10 の 1 価炭化水素基であり、その例としては、前記ケイ素原子に結合した有機基として例示した基と同様の基が挙げられる。これらの中では、炭素数 1 ～ 6 の 1 価炭化水素基が好ましく、アルケニル基、アリール基、炭素数 1 ～ 3 のアルキル基がより好ましい。

[0075] 式 (7) 中の R^2 におけるアルキル基およびアルケニル基としては、例えば、前記ケイ素原子に結合した有機基として例示した基と同様の直鎖状アルキル基、分岐鎖状アルキル基、環状アルキル基、アルケニル基が挙げられる。

式 (7) 中の R^2 におけるアルコキシアルキル基としては、例えば、メトキシエチル基、メトキシプロピル基等の炭素数 2 ～ 10 の基が挙げられる。

式 (7) 中の R^2 におけるアシル基としては、例えば、アセチル基、オクタノイル基等の炭素数 2 ～ 10 の基が挙げられる。

[0076] 式 (7) 中の b は、好ましくは 10 ～ 50 の整数であり、 a は、好ましくは 3 である。

[0077] < 架橋剤 (C) >

エラストマー (A) は、架橋剤 (C) を用いなくても架橋させることはできるが、十分に架橋し、硬度、引張強さ、切断時伸び、および、100%Moにバランスよく優れるシール材を容易に得ることができる等の点から、本組成物は、用いるエラストマー (A) の種類に応じた架橋剤 (C) を含むことが好ましい。

本組成物が架橋剤 (C) を含む場合、該本組成物に含まれる架橋剤 (C) は、1 種でもよく、2 種以上でもよい。

[0078] 架橋剤 (C) としては、従来より公知の架橋剤を特に制限なく使用することができ、用いるエラストマー (A) の種類に応じて適宜選択すればよいが、例えば、FKMを用いる場合、パーオキサイド系架橋剤、ポリアミン系架橋剤、ポリオール系架橋剤、トリアジン系架橋剤等が挙げられる。

[0079] これらの中でも、プラズマ雰囲気下等において、パーティクルの発生源となる、酸化マグネシウム、水酸化カルシウムなどの受酸剤を本組成物中に配合する必要がなく、得られたシール材を使用中に、パーティクルを発生させ

る恐れがない等の点でパーオキサイド系架橋剤が好ましい。

[0080] パーオキサイド系架橋剤としては、例えば、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(t-ブチルパーオキシ)ヘキサン、ジクミルパーオキサイド、2, 4-ジクロロベンゾイルパーオキサイド、ジ-t-ブチルパーオキサイド、t-ブチルジクミルパーオキサイド、ベンゾイルパーオキサイド、2, 5-ジメチル-2, 5-(t-ブチルパーオキシ)ヘキシン-3, 2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(ベンゾイルパーオキシ)ヘキサン、 α , α' -ビス(t-ブチルパーオキシ-m-イソプロピル)ベンゼン、t-ブチルパーオキシイソプロピルカーボネート、ジ-(4-t-ブチルシクロヘキシル)パーオキシジカーボネート、p-クロロベンゾイルパーオキサイド、t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエート、t-ブチルパーオキシベンゾエート、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、 α , α' -ビス(t-ブチルパーオキシ)-p-ジイソプロピルベンゼン、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が挙げられる。

これらの中でも、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(t-ブチルパーオキシ)ヘキサン、2, 4-ジクロロベンゾイルパーオキサイド、ジクミルパーオキサイド、ベンゾイルパーオキサイド、 α , α' -ビス(t-ブチルパーオキシ-m-イソプロピル)ベンゼンが好ましく、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(t-ブチルパーオキシ)ヘキサンがより好ましい。

[0081] 本組成物が架橋剤(C)を含有する場合、本組成物中の架橋剤(C)の含有量は、架橋反応が十分に進行し、硬度、引張強さ、切断時伸び、および、100%Moにバランスよく優れるシール材を容易に得ることができる等の点から、エラストマー(A)100質量部に対して、好ましくは0.2~4質量部、より好ましくは0.2~2.5質量部である。

[0082] <架橋助剤(D)>

本組成物では、前記架橋剤(C)を単独で用いてもよいが、前記架橋剤(C)を用いる場合、架橋助剤(D)を用いることが好ましい。該架橋助剤(D)

D) としては、架橋剤 (C) の種類に応じて公知の架橋助剤を選択すればよい。

本組成物が架橋助剤 (D) を含む場合、該本組成物に含まれる架橋助剤 (D) は、1 種でもよく、2 種以上でもよい。

[0083] 例えば、パーオキサイド系架橋剤を用いる場合に使用される架橋助剤の例としては、トリアリルイソシアヌレート；トリアリルシアヌレート；トリメタリルイソシアヌレート；トリアリルホルマール；トリアリルトリメリテート；N, N'-m-フェニレンビスマレイミド；ジプロパギルテレフタレート；ジアリルフタレート；テトラアリルテレフタルアミド；エチレングリコール・ジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレートなどの多官能性(メタ)アクリレート；等のラジカルによる共架橋が可能な化合物(多官能性モノマー)：高級カルボン酸の金属塩：多価アルコール(メタ)アクリレート：(メタ)アクリル酸金属塩が挙げられる。

これらの中では、反応性に優れ、耐熱性に優れ、高硬度で高モジュラスのシール材を容易に得ることができる等の点から、トリアリルイソシアヌレートが好ましい。

[0084] 本組成物が架橋助剤 (D) を含有する場合、本組成物中の架橋助剤 (D) の含有量は、架橋反応が十分に進行し、硬度、引張強さ、切断時伸び、および、100%Moにバランスよく優れるシール材を容易に得ることができる等の点から、エラストマー (A) 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2質量部以上、さらに好ましくは4質量部以上であり、好ましくは10質量部以下、より好ましくは7質量部以下、さらに好ましくは6質量部以下である。

特に、プラズマ雰囲気下等において、シール材に生じ得るクラックを抑制するために、放射線架橋したシール材(放射線処理物)が好ましいが、この場合、より高硬度で高モジュラスのシール材を容易に得ることができる等の点から、本組成物中の架橋助剤 (D) の含有量は、エラストマー (A) 100質量部に対して、好ましくは2質量部以上、さらに好ましくは4質量部以

上であり、好ましくは7質量部以下、さらに好ましくは6質量部以下である。

[0085] 本組成物中の架橋剤(C)の含有量に対する架橋助剤(D)の含有量の質量比(架橋助剤(D)の含有量/架橋剤(C)の含有量)は、架橋剤(C)を過不足なく反応させ、所望の物性を示すシール材を容易に得ることができる、特に、より高硬度で高モジュラスのシール材を容易に得ることができる等の点から、好ましくは2以上、より好ましくは4以上、さらに好ましくは6以上であり、好ましくは30以下、より好ましくは20以下である。

[0086] <その他の成分>

本組成物は、前記成分の他に、本発明の効果を損なわない範囲で、必要に応じて、シール材に配合されてきた従来公知のその他の成分を含んでもよい。該その他の成分としては、例えば、分子中に2個以上のヒドロシリル基を有する反応性有機珪素化合物；触媒；ポリオール系化合物；酸化マグネシウム、水酸化カルシウム等の受酸剤；アントラキノン系顔料、ペリレン系顔料、ジオキサジン系顔料等の有機顔料；可塑剤；加工助剤；加硫促進剤；老化防止剤；酸化防止剤；無機充填材；有機充填材が挙げられる。

前記その他の成分はそれぞれ、1種のみを用いてもよいし、2種以上を用いてもよい。

[0087] [反応性有機珪素化合物]

前記反応性有機珪素化合物としては、好適には、特開2003-183402号公報、特開平11-116684号公報等に記載の有機ケイ素化合物と同様の化合物等が挙げられる。

[0088] [触媒]

前記触媒としては、好適には、特開2003-183402号公報、特開平11-116684号公報等に記載の触媒と同様の触媒等が挙げられる。

[0089] [ポリオール系化合物]

前記ポリオール系化合物を用いることで、シール材としての性能を損なうことなく、プラズマ環境下における耐クラック性に優れるシール材を容易に

形成することができる。

- [0090] 前記ポリオール系化合物としては、従来公知のものが広く使用できるが、特に耐クラック性に優れるシール材を容易に得ることができる等の点から、ビスフェノール類であることが好ましい。

該ビスフェノール類としては、例えば、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)、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)、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン(ビスフェノールS)が挙げられ、これら化合物のアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩等の塩類でもよい。これらの中でも、ビスフェノールAF、ビスフェノールA等が好ましく、耐クラック性に特に優れるシール材を容易に得ることができる等の点から、ビスフェノールAFがより好ましい。

- [0091] 本組成物がポリオール系化合物を含有する場合、本組成物中のポリオール系化合物の含有量は、耐クラック性に優れ、圧縮ひずみが小さく、加硫速度に優れるシール材を容易に得ることができる等の点から、エラストマー(A) 100質量部に対して、好ましくは0.1~3質量部、より好ましくは0.1~2質量部、さらに好ましくは0.1~1質量部である。

- [0092] [有機顔料]

前記有機顔料としては、好適には、国際公開第2016/043100号、特許第4720501号公報、国際公開第2004/094527号等に記載の有機顔料と同様の有機顔料等が挙げられる。

- [0093] [充填材]

前記無機充填材および有機充填材(以下これらを総称して、単に「充填材」ともいう。)は、前記組成物(B)、架橋剤(C)および架橋助剤(D)以外の粒子状(粉末状)の成分である。

前記無機充填材としては、例えば、カーボンブラック、シリカ、硫酸バリウム、酸化チタン、酸化アルミニウムが挙げられる。

前記有機充填材としては、例えば、PTFE、PFA、FEP、ETFE

、P V D F等のフッ素樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂およびメラミン樹脂が挙げられる。

[0094] 本組成物を、プラズマ雰囲気下等の、パーティクルの発生が問題となるようなシール材の製造に用いる場合には、前記充填材の含有量は、エラストマー（A）100質量部に対し、好ましくは5質量部以下、より好ましくは3質量部以下である。

[0095] <本組成物の製造方法>

本組成物は、エラストマー（A）と組成物（B）とを混合（混練）することで製造することができ、好ましくは、エラストマー（A）と、組成物（B）と、架橋剤（C）と、架橋助剤（D）と、必要により前記その他の成分とを混合（混練）することで製造することができる。

エラストマー（A）と、組成物（B）、架橋剤（C）、架橋助剤（D）、その他の成分等の添加剤との混合順は特に制限されず、任意の順番で順次混合（混練）してもよく、これらを一括混合（混練）してもよいが、各成分が均一になるように、順次混合（混練）することが好ましい。

[0096] 前記混合（混練）の際には、従来公知の混合（混練）機を用いることができ、例えば、オープンロール、バンバリーミキサー、二軸ロール、ニーダーが挙げられる。

また、前記混合（混練）の際には、混合（混練）機に応じて、必要により、加熱下または冷却下で混合（混練）してもよい。

[0097] <<シール材>>

本発明の一実施形態に係るシール材（以下「本シール材」ともいう。）は、前記本組成物から得られたシール材である。

本シール材は、前記本組成物から得られるため、硬度、引張強さ、切断時伸び、および、100%Moにバランスよく優れ、さらに、耐プラズマ性（耐ラジカル性）、耐クラック性、圧縮永久歪等に優れる。

[0098] 本シール材は、例えば、種々の部材のガスケットやパッキンとして使用することができ、特に前記効果を奏するため、半導体製造装置用や、プラズマ

処理装置用、特に、プラズマ処理チャンバーユニットの開口部に使用されるゲートバルブをはじめとした駆動部用として好適に使用することができる。

本シール材の形状等は、用いる用途に応じて適宜選択すればよい。

[0099] <本シール材の製造方法>

本シール材は、具体的には、本組成物を成形することで製造することができるが、耐プラズマ性（耐ラジカル性）、耐クラック性、非粘着性等により優れ、硬度、引張強さ、切断時伸び、および、100%Moにバランスよく優れるシール材を容易に得ることができる等の点から、本組成物を架橋処理する工程（架橋工程）を含む方法で得られた架橋処理物であることが好ましい。

[0100] 本組成物からシール材を形成する際には、成形作業の効率を向上させるためや、不良率を低減するためなどの点から、分出し工程を行うことが好ましい。この分出し工程は、通常、ロールなどを使用して行われ、通常、本組成物をシート状に予備的に成形する工程でもある。

[0101] 前記分出し工程で得られたシートは、前記架橋工程の前に、所望のシール材の形状に予備成形することが好ましい。

この予備成形は、分出し工程で得られたシートから直接所望のシール材形状を形成してもよく、分出し工程で得られたシートを、裁断や押出成形等により、ロープ状（リボン状、うどん状等も同義である。）等の形状にし、得られたロープ状物を所望のシール材形状にしてもよい。

[0102] 前記架橋工程は、一次架橋工程および二次架橋工程を含むことがより好ましい。

前記架橋工程は、前記予備成形で得られた所望のシール材形状物を用いて行うことが好ましい。

[0103] 前記一次架橋工程としては、前記予備成形で得られた所望のシール材形状物を加熱加圧する工程であることが好ましく、具体的には、例えば予備成形された材料を金型に投入し、加熱プレス機等によって2～15MPa程度の加圧下、例えば150～200℃の温度で、例えば5～20分間程度架橋す

る工程が挙げられる。

- [0104] 前記二次架橋工程としては、前記一次架橋工程で得られた成形体を加熱する工程であることが好ましく、具体的には、常圧～減圧下で各種オープン、好ましくは真空オープンを用いて、例えば150～300℃の温度で、1～24時間、より好ましくは3～24時間程度加熱する工程が挙げられる。

この二次架橋工程により、架橋を促進させたり、前記一次架橋工程後に未反応成分が残存していたとしても、該未反応成分を分解揮散させることができ、より放出ガス発生が少ないシール材を得ることができる。

- [0105] 本シール材の製造方法では、プラズマ雰囲気下等において、シール材に生じ得るクラックをより容易に抑制できる等の点から、前記架橋工程の後、放射線を照射する工程（放射線照射工程）を行ってもよい。この放射線照射工程を経て得られる本シール材は、放射線処理物であるといえる。

- [0106] 前記放射線照射工程において照射する放射線としては、エラストマー（A）を架橋できるものであれば特に制限されないが、例えば、X線、ガンマ線、電子線、陽子線、中性子線、重粒子線、アルファ線、ベータ線が挙げられ、これらの中でも、ガンマ線、電子線が好ましい。

照射する放射線は、1種単独でもよく、2種以上でもよい。

- [0107] 放射線を照射する際には、吸収線量が、好ましくは1～120kGy、より好ましくは20～100kGyとなるように放射線を照射することが望ましい。このような量で放射線を照射すると、パーティクルや放出ガスとなり得る未反応成分を低減することができ、エラストマー（A）を過度に低分子量化せず、耐プラズマ性、耐クラック性等に優れるシール材を容易に得ることができる。

なお、前記放射線照射工程は、条件を変更して、2段階以上に分けて行ってもよい。

- [0108] 放射線を照射する際には、空气中で照射してもよいが、放射線照射時に酸素が存在すると、架橋反応が阻害され、シール材の機械的強度の低下や、シール材の表面にベタツキが生じる恐れがある。このため、前記放射線照射工

程は、窒素やアルゴンなどの不活性ガスの雰囲気下で行なうことが好ましい。
。

実施例

[0109] 次に、本発明について実施例を示してさらに詳細に説明するが、本発明はこれらによって限定されるものではない。

[0110] [実施例 1]

ダイエル G 9 1 2（ダイキン工業（株）製、フッ素含有量：71 質量%、以下「架橋性フルオロエラストマー 1」ともいう。）100 質量部を、ロール温度を 60℃に設定した 6 インチロールに 20 ppm の回転速度で巻付け素練りを行い、切返しを行った。そこに、X-71-906（信越化学工業（株）製、エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロ骨格の化合物を含む、ミラブルタイプ、以下「組成物 B 1」ともいう。）2 質量部を投入し、外観が均一になるまで混練した。

[0111] なお、JSR トレーディング（株）製のキュラストメーター T Y P E R（ゴム用）を用い、以下の条件で組成物 B 1 の最低トルク（ML）を測定したところ、3.74 kgf・cm であった。

試料：10 g

温度：60℃

振幅角度：±3°

測定時間：10 分

[0112] [実施例 2]

X-71-906 100 質量部と、KE-1830（信越化学工業（株）製、エチレン性不飽和結合を有するシロキサン骨格の化合物含有）25 質量部とを混練りして、組成物 B 2 を得た。得られた組成物 B 2 の最低トルク（ML）を前記と同様の方法で測定したところ、2.43 kgf・cm であった。

実施例 1 において、組成物 B 1 の代わりに、得られた組成物 B 2 を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、外観が均一になるまで混練した。

[0113] [比較例 1]

組成物 B 1 の代わりに、S I F E L 3 5 9 0 - N（信越化学工業（株）製、エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロ骨格の化合物を含む、一液型液状タイプ）を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、外観が均一になるまで混練した。

[0114] [比較例 2]

組成物 B 1 2 質量部の代わりに、S I F E L 8 0 7 0 A（信越化学工業（株）製、オイル状タイプ）1 質量部および S I F E L 8 0 7 0 B（信越化学工業（株）製、オイル状タイプ）1 質量部を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、外観が均一になるまで混練した。

なお、S I F E L 8 0 7 0 A および S I F E L 8 0 7 0 B の少なくとも一方には、エチレン性不飽和結合を有するパーフルオロ骨格の化合物が含まれている。

[0115] 実施例 1 ～ 2 および比較例 1 ～ 2 において、それぞれ外観が均一になるまで混練するのに要した時間を測定し、以下の基準で評価した。結果を表 1 に示す。

○：外観が均一になるまで混練するのに要した時間が 1 0 分以内

△：外観が均一になるまで混練するのに要した時間が 1 0 分を超え、3 0 分以内

×：外観が均一になるまで混練するのに要した時間が 3 0 分を超える

[0116] [表1]

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2
架橋性フルオロエラストマー1	100	100	100	100
組成物B1	2			
組成物B2		2		
SIFEL 3590-N			2	
SIFEL 8070A+B				2
評価	○	○	△	×

[0117] [実施例 3]

架橋性フルオロエラストマー 1 1 0 0 質量部を、ロール温度を 6 0 ℃に

設定した6インチロールに20ppmの回転速度で巻付け素練りを行い、切返しを行った。そこに、組成物B1 2質量部を投入し、外観が均一になるまで混練した。次いで、切返しを行い、そこに、TAIC（三菱ケミカル（株）製、トリアリルイソシアヌレート）6質量部を投入し、外観が均一になるまで混練した。次いで、切返しを行い、そこに、パーヘキサ25B（日油（株）製）1質量部を添加し、外観が均一になるまで混練した。

なお、架橋性フルオロエラストマー1 100質量部に対し、100質量部の組成物B1を用いても、混練り可能であった。

[0118] [実施例4]

実施例3において、組成物B1の代わりに、前記実施例2と同様にして得られた組成物B2を用いた以外は、実施例3と同様にして、外観が均一になるまで混練した。

[0119] [比較例3]

組成物B1の代わりに、SIFEL 3590-Nを用いた以外は、実施例3と同様にして、外観が均一になるまで混練した。

なお、SIFEL 3590-Nを用いた場合、架橋性フルオロエラストマー1 100質量部に対し、混練り可能なSIFEL 3590-Nの量は最大で50質量部であった。

[0120] [比較例4]

組成物B1 2質量部の代わりに、SIFEL 8070A 1質量部およびSIFEL 8070B 1質量部を用いた以外は、実施例3と同様にして、外観が均一になるまで混練した。

なお、SIFEL 8070AおよびBを用いた場合、架橋性フルオロエラストマー1 100質量部に対し、混練り可能なSIFEL 8070AおよびBの合計量は最大で10質量部であった。

[0121] 実施例3～4および比較例3～4において、それぞれ外観が均一になるまで混練するのに要した時間を測定し、以下の基準で評価した。結果を表2に示す。

○：外観が均一になるまで混練するのに要した時間が60分以内

△：外観が均一になるまで混練するのに要した時間が60分を超え、90分以内

×：外観が均一になるまで混練するのに要した時間が90分を超える

[0122] [表2]

	実施例3	実施例4	比較例3	比較例4
架橋性フルオロエラストマー1	100	100	100	100
組成物B1	2			
組成物B2		2		
SIFEL 3590-N			2	
SIFEL 8070A+B				2
TAIC	6	6	6	6
パーヘキサ25B	1	1	1	1
評価	○	○	△	×

[0123] [実施例5]

架橋性フルオロエラストマー1 70質量部、テクノフロンP757（ソルベイ社製、フッ素含有量：67質量%、以下「架橋性フルオロエラストマー2」ともいう。）30質量部、組成物B1 2質量部、TAIC 6質量部、および、パーヘキサ25B 1質量部をロールで均一に混練することで塊状のエラストマー組成物を得た。

[0124] 得られた塊状のエラストマー組成物を金型に充填し、圧縮真空プレス機を用い、5MPaの加圧下、170℃で10分間のプレス成形し（一次架橋）、次いで、プレス成形後のシートを、真空オーブン（真空度：50Pa）での減圧下、200℃で16時間加熱した（二次架橋）。

得られた成形体について、下記常態物性を測定した。結果を表3に示す。

[0125] <常態物性>

常態物性として、JIS K 6253：2012に準拠して、ショアA硬度を測定し、かつ、JIS K 6251：2017に準拠して、引張強さ、切断時伸び、100%伸びにおける引張応力（100%Mo）を測定した。

[0126] [実施例6～9]

実施例5において、組成物B1の使用量を表3に示す量に変更した以外は実施例5と同様にして、各種評価を行った。結果を表3に示す。

[0127] [表3]

		実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9
架橋性フルオロエラストマー1		70	70	70	70	70
架橋性フルオロエラストマー2		30	30	30	30	30
組成物B1		2	10	20	50	100
常態物性	硬度(shoreA)	61	63	64	68	68
	引張強さ(MPa)	10.4	13.8	16.2	15.4	8.2
	切断時伸び(%)	200	225	275	275	225
	100%Mo(MPa)	2.1	2.7	2.6	3.4	2.9

[0128] [実施例10～14]

実施例5において、組成物B1の使用量を表4に示す量に変更した以外は実施例5と同様にして、塊状のエラストマー組成物を得た。

[0129] 得られた塊状のエラストマー組成物を金型に充填し、圧縮真空プレス機を用い、5 MPaの加圧下、170℃で10分間のプレス成形し（一次架橋）、次いで、プレス成形後のシートを、真空オーブン（真空度：50 Pa）での減圧下、200℃で16時間加熱した（二次架橋）。その後、二次架橋されたシートに、吸収線量が80 kGyとなるように放射線を照射することで成形体を得た。

得られた成形体について、前記常態物性を測定した。結果を表4に示す。

[0130] <耐プラズマ性>

また、得られた成形体について、耐プラズマ性（質量減少率）を測定した。具体的には以下の通り測定した。

電極径：φ300 mm、電極間距離：50 mmの平板プラズマ処理装置を用いて、RF500 W、CF₄ガス流量50 sccm、O₂ガス流量150 sccm、真空度1 torrの条件下で、得られた成形体にプラズマを3時間照射した。

なお、得られた成形体は、プラズマ電極より6 cm離れた場所に設置した。次いで、試験前後の成形体の質量を測定して、下記式により、質量減少率(%)を求めることで、耐プラズマ性を評価した。質量減少率が小さいほど

耐プラズマ性に優れるといえる。

$$\text{質量減少率 (\%)} = \left[\frac{(\text{試験前の成形体の質量} - \text{試験後の成形体の質量})}{\text{試験前の成形体の質量}} \right] \times 100$$

[0131] [表4]

		実施例10	実施例11	実施例12	実施例13	実施例14
架橋性フルオロエラストマー1		70	70	70	70	70
架橋性フルオロエラストマー2		30	30	30	30	30
組成物B1		2	10	20	50	100
常態物性	硬度(shoreA)	70	69	69	75	78
	引張強さ(MPa)	10.1	12.8	11.9	12.1	8.5
	切断時伸び(%)	135	140	140	150	90
	100%Mo(MPa)	6.0	6.4	6.1	6.0	—
耐プラズマ性	質量減少率(%)	0.83	0.64	0.49	0.38	0.30

[0132] [実施例15]

実施例10において、パーヘキサ25Bの使用量を0.5質量部に変更した以外は実施例10と同様にして成形体を得た。

得られた成形体について、前記常態物性および耐プラズマ性を測定した。結果を表5に示す。

[0133] [比較例5]

実施例15において、組成物B1を使用しなかった以外は実施例15と同様にして成形体を得た。

得られた成形体について、前記常態物性および耐プラズマ性を測定した。結果を表5に示す。

[0134] [表5]

		実施例15	比較例5
架橋性フルオロエラストマー1		70	70
架橋性フルオロエラストマー2		30	30
組成物B1		2	
常態物性	硬度(shoreA)	68	69
	引張強さ(MPa)	10.5	6.3
	切断時伸び(%)	140	100
	100%Mo(MPa)	5.3	4.6
耐プラズマ性	質量減少率(%)	0.84	0.97

請求の範囲

- [請求項1] ヒドロシリル基を有さない化合物である架橋性フルオロエラストマー（A）と、
- 前記エラストマー（A）以外の化合物であるエチレン性不飽和結合を有するパーフルオロ骨格の化合物、および、エチレン性不飽和結合を有するシロキサン骨格の化合物から選ばれる少なくとも1種のエチレン性不飽和結合含有化合物を含み、かつ、キュラストメーターで測定した60℃における最低トルクが0.5 kgf・cm以上である組成物（B）と
- を含有する、エラストマー組成物。
- [請求項2] 前記エラストマー（A）がパーオキサイド架橋可能なフルオロエラストマーである、請求項1に記載のエラストマー組成物。
- [請求項3] 前記エラストマー（A）が、フッ化ビニリデン-ヘキサフルオロプロピレン-テトラフルオロエチレン系重合体である、請求項1または2に記載のエラストマー組成物。
- [請求項4] 前記組成物（B）の含有量が、前記エラストマー（A）の含有量100質量部に対し、0.5～100質量部である、請求項1～3のいずれか1項に記載のエラストマー組成物。
- [請求項5] 架橋剤（C）を含む、請求項1～4のいずれか1項に記載のエラストマー組成物。
- [請求項6] 架橋助剤（D）を含む、請求項1～5のいずれか1項に記載のエラストマー組成物。
- [請求項7] 充填材の含有量が、前記エラストマー（A）100質量部に対し、5質量部以下である、請求項1～6のいずれか1項に記載のエラストマー組成物。
- [請求項8] 請求項1～7のいずれか1項に記載のエラストマー組成物から得られたシール材。
- [請求項9] 請求項1～7のいずれか1項に記載のエラストマー組成物を架橋す

る工程を含む、シール材の製造方法。