

# Valqua Technology News

バルカー技術誌

2012年 冬号

No.22 Winter 2012

- ご挨拶 ..... 1  
代表取締役社長 兼 CEO  
瀧澤 利一
  
- 技術論文  
半導体製造装置における複合シールの開発 ..... 2  
研究開発部 シール開発グループ  
中川 一平
  
- 技術論文  
LLW輸送容器用ガスケットの開発 ..... 7  
研究開発部 シール開発グループ  
永野 晃広
  
- 技術論文  
半導体製造装置(ドライプロセスチャンバー)用シール材の使用後シール材の  
解析によるソリューション提案 ..... 13  
海外シールマーケティング本部  
森岡 利充  
研究開発部 シール開発グループ  
佐藤 央隆
  
- 製品の紹介  
圧延成形による充填材入りふっ素樹脂シートガスケット  
バルカロン®シリーズとNo.GF300シリーズ ..... 17  
シール営業本部  
小池 真二



日本バルカー工業株式会社

<http://www.valqua.co.jp>



## ご挨拶

日本バルカー工業株式会社  
代表取締役社長 兼 CEO

瀧澤 利一

謹んで新年のご祝詞を申し上げます。読者の皆さまには本誌をご愛読いただき、厚く御礼申し上げます。

さて、昨年は中東各国において政権交代が続く中、ギリシャ債務危機に端を発した欧州各国への信用不安が広がり、世界経済は誠に不透明な中で、推移いたしました。日本国内におきましても、3月11日に発生した東日本大震災とそれに伴う福島第一原発事故は、日本人とその生き様を、根源から見直す機会を与え、また経済活動にもかつてない影響を及ぼすこととなりました。

国内外に顕在、潜在する危機に対し、我々企業活動に従事する者は、それと真摯に向かい合わざるを得ない時が来たと考えます。復興諸施策効果が緩慢な中、足踏みをしつつ新年を迎えることとなりましたが、「危機と変化」に満ち満ちたこの年をバルカーグループは満を持して、正面から立ち向かってまいります。

これまでもグローバル競争を勝ち抜くため、差別化を意識した業務展開を推進してまいりましたが、今後はより広範なリスクマネジメントに傾注し、この激動する環境変化に挑んでまいりたいと考えます。昨年末より手がけました半導体分野における環境ビジネス、より広範な中国企業との資本業務提携の強化など、成長分野に対する投資は活発化させておりますが、今後とも事業基盤の拡充をますます加速してまいり所存であります。本年度は中期経営計画NV・S5の最終年度であり、これを完遂するとともに、4月からスタートする新たなNV・S6に沿って更なる飛躍に向けて進んでまいります。

そのためにも、本誌でご紹介させていただきましたように、バルカー独自の技術を最大限に活かし、バルカーならではの新製品、新技術、差別化したサービス力で、お客様や社会に貢献してまいらねばならないと考えます。本誌が皆さまのお役に立つことができますように、今後ともタイムリーに技術情報を提供させていただく所存であります。

東日本大震災に纏わる被災者全ての方々に心よりのお見舞いを申し上げ、読者の皆さまの益々のご発展を祈念し、本年のテクノロジーニュースのご挨拶に代えさせていただきます。

# 半導体製造装置における 複合シールの開発



研究開発部 シール開発グループ

中川 一平

We developed a hybrid seal used in semiconductor fabrication equipment. In this industry, vacuum sealing performance, radical resistance, and the like are required for seal material. Conventional seals are made from single materials, such as fluoroelastomers, perfluoroelastomers, and the like. As a result, improvement in seal material performance depends on improvement in the material properties. For this reason, extensive performance improvement was difficult. However, we developed technology for bonding two materials with different characteristics. The hybrid seal combines PTFE, which has excellent radical resistance, and a fluoroelastomer, which has excellent vacuum sealing ability. This combination results in extensive performance improvement.

## Keywords:

hybrid seal, vacuum seal, radical resistance, fluoroelastomer, PTFE

## 1. はじめに

半導体製造装置に使用されるシール材には、真空シール性・耐ラジカル性・低発塵性・耐熱性・メンテナンス性などの性能が求められているが、シール材の要求性能はますます高くなってきている。

一般にシールの材質はふっ素ゴム(FKM)やパーフロロエラストマー(FFKM)が使用されており、シール材の各種性能改善は、材料性能の改善によって検討することが主流であった。

しかし、耐ラジカル性の高いパーフロロエラストマーでも短寿命となる環境や、パーフロロエラストマーはふっ素ゴムと比べガス透過性が劣ることなどから、材料性能の改善では十分な性能が得られなくなってきている。

そこで、耐ラジカル性を飛躍的に向上させる手法として複合シールの開発を検討した。これは、耐ラジカル性に優れたふっ素樹脂(PTFE)に注目し、真空シール性が高いふっ素ゴムと組み合わせることにより、耐ラジカル性と真空シール性を両立させたシール材である。

## 2. 基本特性

### 2-1) 耐ラジカル性

ラジカル環境下における重量減少率を評価した結果をfig.1に示す。

パーフロロエラストマーの重量減少率は、ふっ素ゴムと比べ1/4以下となり、耐ラジカル性が良いことがわかる。

一方、ふっ素樹脂であるPTFEはパーフロロエラストマーと比べても1/10以下の重量減少率であり、耐ラジカル性が非常

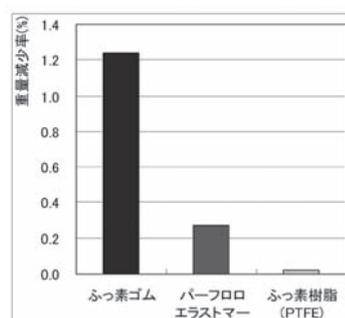


Fig.1 各種材料の耐ラジカル性

に良いことがわかる。

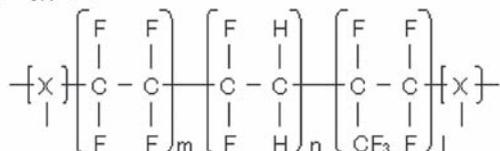
そこで、耐ラジカル性の優れたPTFEをラジカル暴露面に配置することにより、ラジカルによる重量減少が極めて少ない複合シールが設計可能と予測する。

ふっ素ゴム・パーフロロエラストマー・PTFEの構造式をFig.2に示す。

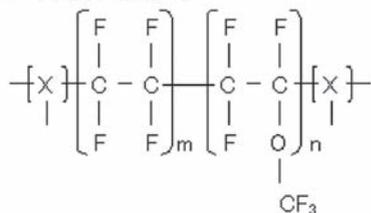
PTFEは、炭素:Cとふっ素:Fからなる化合物であるが、C-F結合は非常に強い結合エネルギーであると知られている。そのため、化学的に安定した材料であり、活性ガスであるラジカルに暴露されてもエッチングダメージを非常に受けにくい。

ふっ素ゴムやパーフロロエラストマーは、炭素:C、ふっ素:F以外にも酸素:Oや水素:H及び架橋部を含んだ化合物である。C-O結合やC-H結合は、C-F結合と比べると結合エネルギーが小さい。このため、ラジカルに暴露されると結合エネルギーの小さい結合が切れ、エッチングダメージが進む。

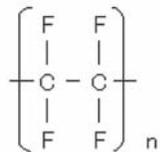
ふっ素ゴム



パーフロロエラストマー



PTFE



結合エネルギー	
C-F結合	116 kcal/mol
C-H結合	99 kcal/mol
C-C結合	83 kcal/mol
C-O結合	78 kcal/mol

Fig.2 各種材料の構造式

### 2-2) 真空シール性

ふっ素ゴムとパーフロロエラストマーの真空シール時のリーク量をFig.3に示す。評価温度は120℃とした。グラフから真空シール性はパーフロロエラストマーよりもふっ素ゴムの方が優れていることがわかる。

また、耐ラジカル性に優れているPTFEは、真空シールが出来ない。樹脂であるPTFEは、ゴムに比べ硬く、シール面への密着が困難なためである。

そこで、PTFEの外側にふっ素ゴムを配置することにより、PTFEにはない真空シール性を付与した複合シールが設計可

能と予測する。

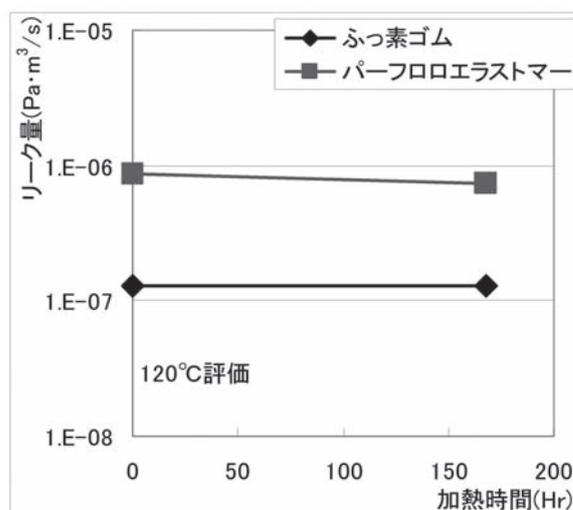


Fig.3 各種材料の真空シール性

## 3. 断面設計コンセプト

### 3-1) 断面設計コンセプト

前項の特性が発揮する様に各種材料を配置し、形状設計を実施した断面設計コンセプトをFig.4に示す。

通常のシール材ではラジカルに暴露されるシール内側がエッチングダメージを受ける。そこで耐ラジカル性の高いPTFEをシール内側に配置した。しかしPTFEは真空シール性が非常に低いため、外側にふっ素ゴムを配置し真空シール性を確保した。

また、PTFEはふっ素ゴムと異なり、形状復元力が小さく、熱劣化による永久変形を起こしやすい。そこでふっ素ゴムの反発力を利用してPTFEの変形を押し戻す機能を形状設計により付加した。このことによりPTFEは確実にシール面に接するため、ラジカルの浸入を阻止しふっ素ゴムがエッチングダメージを受けないようにしている。

このように、単体材料が持つ短所をもう一方の材料の長所と組み合わせることによって打ち消し、形状設計によってその性能を最大限に発揮するようにしている。

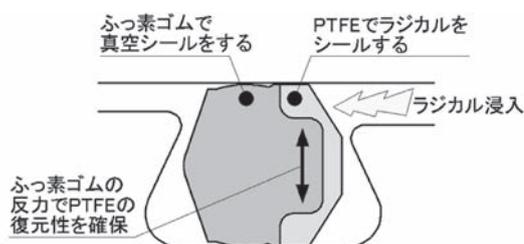


Fig.4 複合シール断面設計コンセプト

### 3-2) 複合化方法

ふっ素ゴムとPTFEを複合化する方法として、嵌め合いタイプと接着タイプが考えられる。その断面イメージ図をFig.5に示す。

嵌め合いタイプは、ふっ素ゴムとPTFEのそれぞれを単体で作成した後に嵌め合せればよいため、設計が容易であり、生産コストも比較的安価である。ただし、溝に装着後にフランジを開放すると、ふっ素ゴムとPTFEが分離する可能性がある。一方、接着タイプはふっ素ゴムとPTFEを接着している為、溝から取り外しても分離することはない。接着剤には、加硫接着剤を使用し、ふっ素ゴムとPTFEを一体成型をすることによって加硫結合をさせている。また、成型ロットごとに剥離試験を実施しており、十分な接着力が得られていることを確認している。

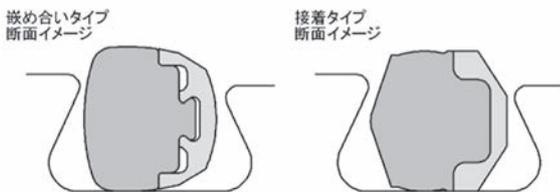


Fig.5 嵌め合いタイプと接着タイプの断面イメージ

## 4. 複合シールの性能検討

### 4-1) 真空シール性

複合シールの真空シール性は、ふっ素ゴムを使用しているため、ふっ素ゴム製シール材と同等の真空シール性を見込んでおり、その確認評価を実施した。複合シールの真空シール時のリーク量をFig.6に示す。評価温度は120℃とした。

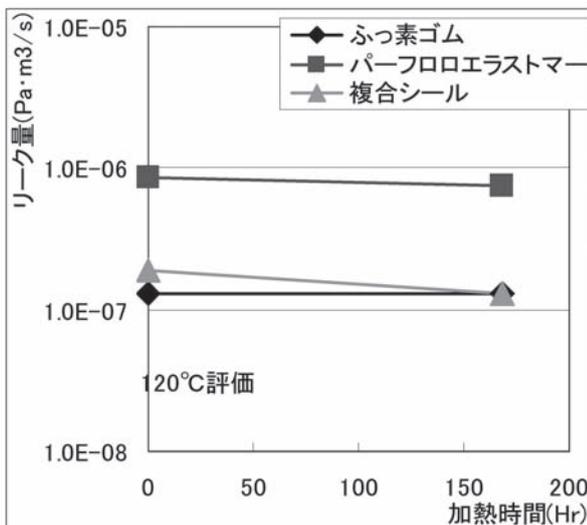


Fig.6 各種材料の真空シール性

複合シールのリーク量は、ふっ素ゴムのリーク量とほぼ同レベルであり、パーフロエラストマーよりも少なくなることがわかる。従って、見込み通りの真空シール性が発揮されていることがわかる。

### 4-2) 耐ラジカル性

PTFEの耐ラジカル性については前述の通りだが、複合シールとしての耐ラジカル性は、PTFE部が確実にラジカルの浸入を阻止し、ふっ素ゴム部にラジカルを到達させないことが重要である。そのためには、PTFE部がシール面に密着していなければならない。PTFE部を圧縮した際に、ふっ素ゴム部も圧縮され、その反力を利用してPTFEをシール面に密着させている。そのため、PTFE部の圧縮量が不十分であるとシール面への密着が不十分となり、ラジカル浸入のリスクが高まる。そこで、様々な圧縮量でのラジカル暴露評価を実施し、PTFE部の圧縮量と複合シールの重量減少の関係性を調べた。その結果をFig.7に示す。

PTFE部圧縮量0.0mmでは、複合シールに重量減少がみられるが、PTFE部圧縮量0.1mm以上では、重量減少は極端に少なくなり、ラジカルの浸入を阻止できていることがわかる。

これらの結果からラジカル浸入阻止の条件としてPTFE圧縮量0.1mm以上を設計基準の1つとしている。

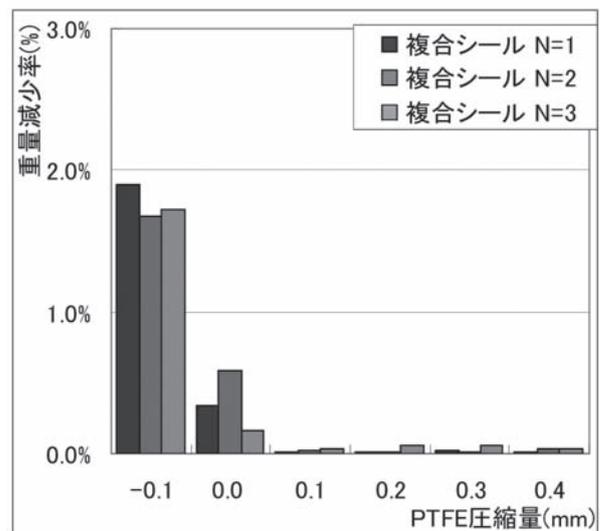


Fig.7 圧縮量とラジカルによる重量減少率

### 4-3) 寿命予測

従来のふっ素ゴムやパーフロエラストマー製シール材は、ラジカルによるエッチングダメージによって真空シールが維持できなくなった時点、または発塵が多くなった時点で寿命と判断してきた。しかし、本複合シールではPTFE部がラジカルの浸入を阻止するので、ふっ素ゴムはエッチングダメージをほぼ受

けない。そのため、ラジカルダメージは寿命決定要因とならない場合が多い。

一方、熱劣化や経年変化によるPTFE及びふっ素ゴムの永久変形からPTFE部のシール面への密着力が低下する懸念がある。そこで、加熱時間とPTFE圧縮量(=溝からのPTFE出っ張り量)の関係を調べた。複合シールの線形は3.5mmとし、つぶし率は16.9%、加熱温度は180℃とした。評価治具をFig.8に示し、評価結果をFig.9に示す。

評価前のPTFE圧縮量(PTFE出っ張り量)は0.59mmであったが、評価開始約100時間程度でPTFE圧縮量は約0.3mmになり、永久変形が進んでいることがわかる。しかし、その後は緩やかな変化となっている。

前述の耐ラジカル性の検討から、「PTFE圧縮量を0.1mm以上確保できれば、ラジカルの浸入を阻止できる」との基準を得ている。そこでPTFE圧縮量が0.1mmとなるまでの時間を予測したところ、約83年となった。これが本複合シールの寿命であると予測する。また、これはパーフロロエラストマー製シール材よりも長寿命であることがわかる。

ただし、この寿命予測は一例であり、寸法や使用温度で若干の変化をするものとする。

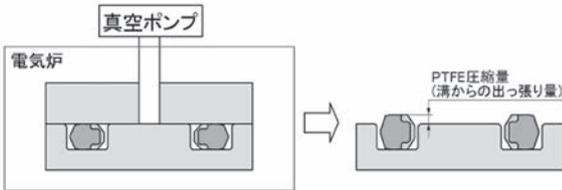


Fig.8 PTFE圧縮量評価治具

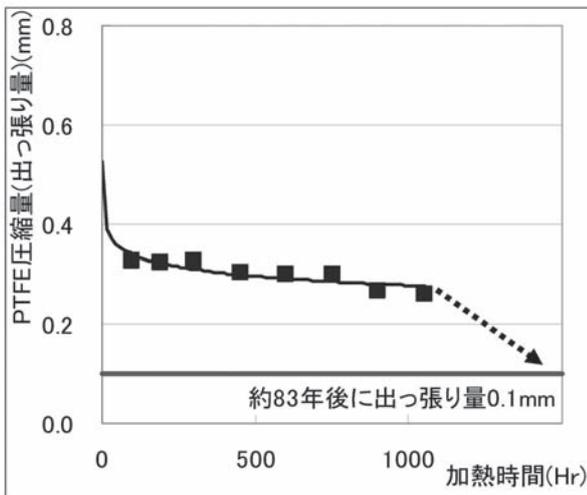


Fig.9 複合シール PTFE部圧縮量(出っ張り量)

#### 4-4) ふっ素ゴムとPTFEの接着力

ふっ素ゴムとPTFEを複合化するにあたり、嵌め合いタイプ

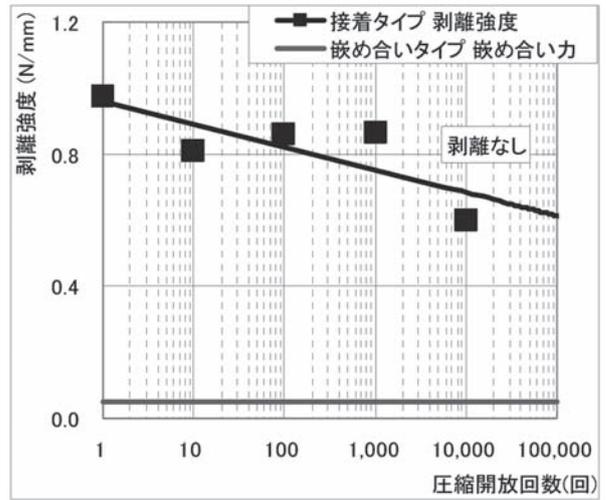


Fig.10 剥離強度の圧縮開放回数依存性

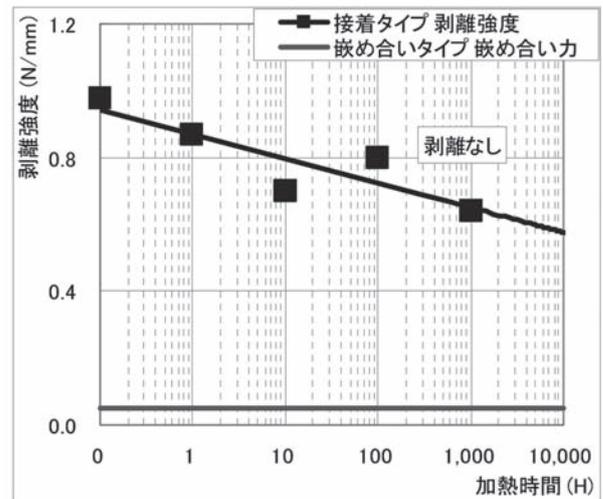


Fig.11 剥離強度の加熱時間依存性

はその形状を維持している状態においては嵌め合い力は大きく変化しないものとする。

一方、接着タイプは圧縮変形や加熱によって、接着層の破壊や熱分解による接着力の低下が懸念されるため、2種類の耐久評価を実施した。

まずは、サーボバルサーを用いてシール面を作動させ圧縮開放を繰り返す、任意回数ごとにふっ素ゴムとPTFEの剥離試験を実施した。その結果をFig.10に示す。

10,000回の圧縮開放を繰り返したところ、剥離強度は0.60N/mmとなり、嵌め合いタイプの嵌め合い力0.05N/mmと比べ十分に大きな値となる。従って、圧縮開放による接着力低下は実使用において、特に問題ないレベルであると考えられる。

次に、圧縮した状態で加熱をし、任意時間ごとに剥離試験を実施した。その結果をFig.11に示す。

1,000時間まで測定を実施したところ、0.64N/mmとなり、嵌め合いタイプの嵌め合い力0.05N/mmと比べ十分に大きな値となる。従って、加熱による接着力低下は実使用においては特に問題ないレベルであると考ええる。

## 5. まとめ

これらの検討から、耐ラジカル性と真空シール性を両立させた複合シールの開発が出来た。

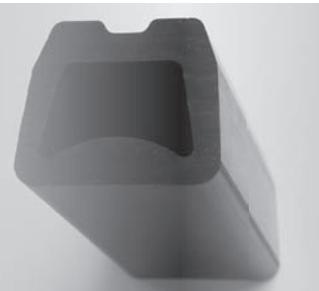
その性能および寿命は、従来のふっ素ゴムやパーフロロエラストマー製シール材と比較しても大幅に向上する事が出来た。これは、真空シール性は良いが耐ラジカル性の劣るふっ素ゴムと、耐ラジカル性は良いが真空シール性の劣るPTFEを組み合わせることによって、互いの不足する特性を補い、良い特性のみを付与することが出来たからである。また、形状設計によっても永久変形低減や長寿命化などを実現することが出来た。

## 6. おわりに

今後は、今回使用した複合化という技術を応用し、新たな用途に対する新製品の開発を行っていく所存である。

最後に、複合シールの開発にあたり、様々なご支援・ご協力を頂きましたお客様に感謝を申し上げます。

# LLW輸送容器用ガスケットの開発



研究開発部 シール開発グループ  
永野 晃広

We developed a gasket used for containers which carry low level radioactive waste. This gasket has the low compressive force which can fix a lid. It can respond to it at wide tolerance level of a lid. Furthermore, it has long life and the feature of ease of attachment. Through its original form and concept, we were able to develop a highly efficient gasket appropriate for the specifications.

## Keywords:

low compressive force, wide tolerance level, long life, ease of attachment

## 1. はじめに

原子力発電所の運転や定期点検などの作業時に発生した比較的放射線レベルの低い廃棄物(低レベル放射性廃棄物[Low-Level-Waste])は、200リットルのドラム缶に収納して、原子力発電所から陸上輸送と海上輸送を経て埋設する施設へ輸送されている。<sup>1)</sup>

この輸送容器として、ドラム缶8本を収納することの出来るLLW輸送容器がある。[Fig.1]

今般、このLLW輸送容器の蓋に取り付けるガスケットの開発を行なった。

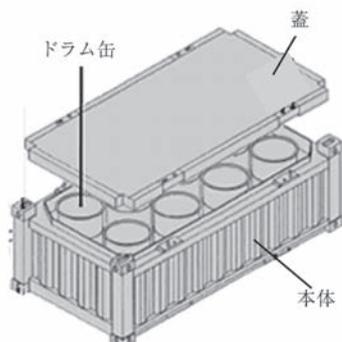


Fig.1 LLW輸送容器

## 2. ガスケットの要求仕様と技術的課題

開発するガスケットについて、従来品からの改良点を加えた要求仕様と技術的な課題をTable.1に示す。

Table.1 ガスケットの要求仕様と技術的課題

	要求仕様	技術的課題
基本仕様	①シールに必要な接触面圧を有すること	①②低圧縮反力 低圧縮反力とした上で、相反する特性となる接触面圧を確保しつつ、圧縮量を可能な限り多く設定すること ③④⑤長寿命 低圧縮永久歪で耐熱性と耐候性に優れること ⑥着脱性 手作業で容易に着脱が出来ること ⑦耐脱落性 接着しなくても蓋開放時に脱落しないこと ⑧接触部のズレ対応 圧縮量や圧縮位置のズレを吸収すること
	②ボルトで蓋の締め付け固定が実施できる低圧縮反力とすること	
	③ガスケットへの圧縮力開放時の変形(歪み)量が少ない低圧縮永久歪とすること	
	④表面に割れやひびが起らない耐熱性と耐候性を有すること	
改良点	⑤経年劣化の少ないこと(③と④の複合)	①②低圧縮反力 低圧縮反力とした上で、相反する特性となる接触面圧を確保しつつ、圧縮量を可能な限り多く設定すること ③④⑤長寿命 低圧縮永久歪で耐熱性と耐候性に優れること ⑥着脱性 手作業で容易に着脱が出来ること ⑦耐脱落性 接着しなくても蓋開放時に脱落しないこと ⑧接触部のズレ対応 圧縮量や圧縮位置のズレを吸収すること
	⑥装着(交換)が容易であること	
	⑦蓋開放時に脱落しないこと	
	⑧ガスケットのシール当たり面には圧縮方向と水平方向に幅があり、これを吸収できること[Fig.2]	

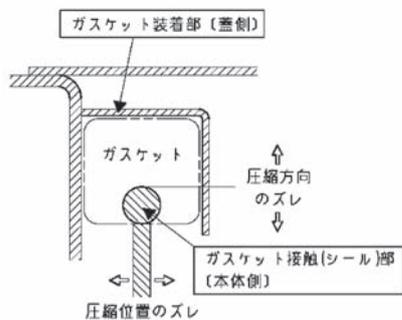


Fig.2 ガスケット接触部のズレ範囲

### 3. ガスケット仕様の机上検討

Table.1の要求仕様に応じた技術的課題を満足させるべく、以下のデザインコンセプトを立案した。

#### 3-1) 低圧縮反力及び接触部のズレ対応(要求仕様①②⑧)

蓋と本体を固定するボルトによる締め付けと、ガスケットの圧縮量や圧縮位置のズレを考慮して、低圧縮反力とするために、形状はリップタイプ又は中空タイプとして、可能な限り多くの圧縮量と接触面圧が得られるものとする。加えて、圧縮量を多くすることから、相反する特性となる低圧縮反力とするために低硬度の材料とする。

#### 3-2) 長寿命(要求仕様③④⑤)

低圧縮永久歪で耐熱性と耐候性に優れ、原子力用途としても使用実績の多いVMQとEPDMを材質の候補とする。

#### 3-3) 着脱性(要求仕様⑥)

ガスケットの着脱(交換)を容易にするため、蓋への装着は接着剤等を使用しない方法とする。加えて、手作業での着脱も容易にするため、ガスケットの幅を蓋の溝幅よりも小さくすること及び、低硬度の材料を選定する。

#### 3-4) 耐脱落性(要求仕様⑦)

蓋へガスケットを接着しなくても蓋開放時に脱落することのないようにするため、ガスケットの幅を溝の幅よりも大きくして、ガスケット自体の拡張力で保持をする設定とする。

## 4. デザイン

#### 4-1) 材料検討

低圧縮反力及び接触部のズレ対応と着脱性を考慮してゴム硬さは低硬度の50度を選定した。また、長寿命とするため

に低圧縮永久歪で耐熱性と耐候性に優れた材料を候補とした。[Table.2]

Table.2 候補材料の特性

項目	単位	VMQ	EPDM
		VMQ 50	EPDM 50
ゴム硬さ	JIS-A	50	51
引張強さ	MPa	9.1	15.3
伸び	%	350	810
引張応力 (M-200%)	MPa	4.0	1.7
圧縮永久歪	%	14 (120°C×336hr)	46 (120°C×336hr)
耐熱性 <sup>2)</sup>	—	◎	◎
耐候性 <sup>2)</sup>	—	◎	◎

注1) 上記の値は、測定値の一例であり規格値ではない。

注2) ◎優、○良、△可、×不可

#### 4-2) 断面形状検討

低圧縮反力及び接触部のズレ対応を考慮して、リップタイプと中空タイプで検討を行なったが、リップタイプではこれらを成立させることが困難であると結論し、中空タイプに絞って断面形状の検討を行なった。

まず初めにオーソドックスな断面形状の丸形状[Fig.3]と四角形状[Fig.4]から検討を始めた。

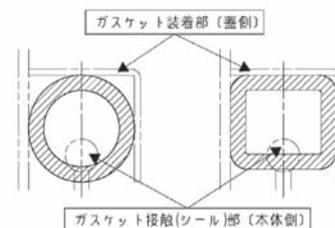


Fig.3 丸形状 Fig.4 四角形状

丸形状は、溝へ装着する際に捻れの発生が懸念され、また、水平方向に範囲のあるガスケット接触部の圧縮位置によっては圧縮量が大きく変わる事、更に、装着した溝から脱落する可能性が考えられることから、不適であると判断した。

四角形状は、着脱性を考慮してガスケットの幅を小さくすると溝から脱落し易くなり、耐脱落性を考慮してガスケットの幅を大きくすると着脱性が悪くなることが考えられた。また、FEM解析では、圧縮量が少なくなると接触面圧が低く成り過ぎる結果となった。

このことから、中空タイプでもオーソドックスな断面形状では、技術的課題として挙げた低圧縮反力及び接触部のズレ対応を両立させることが困難であると判断した。

そこで、溝へ装着する際に捻れの起こることもなく、水平方向にズレのあるガスケット接触部の圧縮位置に対しても圧縮量の変わることがない、四角形状をベースとして、以下の面取りタイプ[Fig.5]とRタイプ[Fig.6]を検討した。

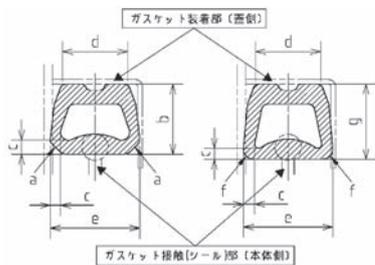


Fig.5 面取りタイプ Fig.6 Rタイプ

## 〔面取りタイプ〕

本体側のガスケット接触部で圧縮されるシール部の両端を面取り形状(a)とした。こうすることで、圧縮時に面取り部を屈折[Fig.7]させて、シール部を反転することにより圧縮反力を生み出す構造とした。しかしながら、この構造の場合は、Fig.8に示すようにガスケット接触部の位置が水平方向の最大ズレ位置で、かつ、圧縮量が最大となると、ガスケットの圧縮反力が過大になり易くなる。そこで、ガスケットの肉厚(c)と高さ(b)を調整する必要が生じた。これらのことを踏まえた上で、低圧縮反力と接触部のズレへの対応を両立させるため、ガスケットの肉厚(c)を薄く設定した。しかし、この肉厚の調整に伴って、ガスケットの高さ(b)設定に制約が生まれたため、その結果、圧縮量は多くすることが出来なかった。

手作業による着脱性を容易にするためには、溝幅よりもガスケットの幅を小さくする必要がある。しかしながら、ガスケットの幅を小さくすると、溝から脱落することが考えられる。従って、この相反する着脱性と耐脱落性を両立させる必要があった。その手段として、ガスケットの幅(d, e)を適正な寸法に設定した。着脱性ではガスケットの上部(d)を溝幅よりも小さくしてテーパーを設けた。耐脱落性ではガスケットの下部(e)を溝幅よりも大きくして、ガスケット自体の拡張力で保持する設定とした。

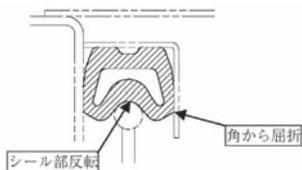


Fig.7 シール部の反転構造

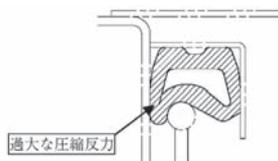


Fig.8 水平方向最大ズレ位置+圧縮量最大

## 〔Rタイプ〕

本体側のガスケット接触部で圧縮されるシール部の両端をR形状(f)とした。こうすることで、圧縮時にガスケットの両側部が支え[Fig.9]となり、シール部が伸びることにより圧縮反力を

生み出す構造とした。この構造の場合は、Fig.10に示すようにガスケット接触部の位置が水平方向の最大ズレ位置で、且つ、圧縮量が最大となっても、ガスケットの圧縮反力は過大にならない。このことから、ガスケットの肉厚(c)と高さ(g)を調整し易い。従って、面取りタイプよりもガスケットを高く設定して、圧縮量を多くすることが出来た。

相反する着脱性と耐脱落性を両立させる手段については、面取りタイプと同様とした。

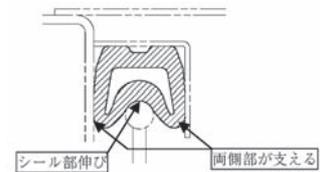


Fig.9 シール部の伸びる構造

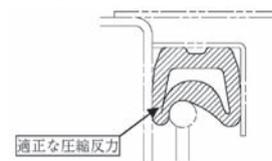


Fig.10 水平方向最大ズレ位置+圧縮量最大

## 5. FEM解析による検証

面取りタイプとRタイプについて、FEM解析を行い、低圧縮反力及び接触部のズレ対応と接触面圧のシミュレーションを実施した。

FEM解析の項目及び目的をTable.3に示す。

Table.3 FEM解析の項目と目的

項目	圧縮位置	目的
圧縮状態	Center (*1)	異常変形の有無を確認
	Side (*2)	
圧縮反力	Center (*1)	ガスケット圧縮時の圧縮反力を確認
	Side (*2)	
接触面圧	Center (*1)	ガスケット圧縮時の接触面圧を確認
	Side (*2)	

(\*1) 溝中央位置

(\*2) 水平方向の最大ズレ位置

## 5-1) FEM解析条件

FEM解析の条件をTable.4に示す。

Table.4 FEM解析条件

項目	FEM解析条件
圧縮	圧縮量の許容差 (Min/Nom/Max) 圧縮位置の許容差 (Min/Nom/Max)
方法	溝に装着して圧縮
温度	25℃
摩擦係数	1 (潤滑の無いドライ状態)
材料モデル	シリコンゴム (VMQ)
解析モデル	平面歪みモデル
解析コード	Mark 2007

5-2) FEM解析結果

面取りタイプとRタイプについてFEM解析を行ったところ共に低圧縮反力及び接触部のズレ対応と接触面圧を満足する結果となったことから、試作品による性能確認を実施することとした。

5-2-1) 面取りタイプ [Table.5~6]

圧縮状態が最大となる圧縮量Max/圧縮位置Max時 [Table.6]でも圧縮反力は低く、接触面圧も確保されている。

Table.5 面取りタイプ/圧縮位置Center

圧縮量	Min	Nom	Max
圧縮状態			
圧縮反力	0.76 適正範囲内	1 (基準) 適正範囲内	1.14 適正範囲内
接触面圧 (左側/右側)	溝底側 0.79 / 0.81 押さえ側 1.15 適正範囲内	溝底側 1 / 1 (基準) 押さえ側 1 (基準) 適正範囲内	溝底側 1.17 / 1.17 押さえ側 0.87 適正範囲内

注)表中の数値はNom値を基準とした比率を表す。

Table.6 面取りタイプ/圧縮位置Side

押さえ量	Min	Nom	Max
圧縮状態			
圧縮反力	0.61 適正範囲内	1 (基準) 適正範囲内	1.05 適正範囲内
接触面圧 (左側/右側)	溝底側 0.64 / 0.73 押さえ側 0.34 適正範囲内	溝底側 1 / 1 (基準) 押さえ側 1 (基準) 適正範囲内	溝底側 1.11 / 1.17 押さえ側 2.05 適正範囲内

注)表中の数値はNom値を基準とした比率を表す。

5-2-2) Rタイプ [Table.7~8]

圧縮状態が最大となる圧縮量Max/圧縮位置Max時 [Table.8]は、圧縮反力が面取りタイプに比べると高くなるが、ボルトによる蓋の締め付け(安全率含む)が可能な低圧

Table.7 Rタイプ/圧縮位置Center

押さえ量	Min	Nom	Max
圧縮状態			
圧縮反力	0.67 適正範囲内	1 (基準) 適正範囲内	1.26 適正範囲内
接触面圧 (左側/右側)	溝底側 0.31 / 0.78 押さえ側 1.04 適正範囲内	溝底側 1 / 1 (基準) 押さえ側 1 (基準) 適正範囲内	溝底側 1.25 / 1.24 押さえ側 0.94 適正範囲内

注)表中の数値はNom値を基準とした比率を表す。

Table.8 Rタイプ/圧縮位置Side

押さえ量	Min	Nom	Max
圧縮状態			
圧縮反力	0.53 適正範囲内	1 (基準) 適正範囲内	1.75 適正範囲内
接触面圧 (左側/右側)	溝底側 0.66 / 0.77 押さえ側 0.31 適正範囲内	溝底側 1 / 1 (基準) 押さえ側 1 (基準) 適正範囲内	溝底側 1.58 / 1.23 押さえ側 2.24 適正範囲内

注)表中の数値はNom値を基準とした比率を表す。

縮反力であり、接触面圧も確保されている。

6. 性能確認

FEM解析の結果において、低圧縮反力及び接触部のズレ対応と接触面圧が満足した面取りタイプとRタイプについて試作を行ない、寿命と着脱性、耐脱落性の性能確認を実施した。

6-1) 材料試験 [長寿命]

6-1-1) 目的

長寿命とするために低圧縮永久歪で耐熱性に優れた材料である必要があることから、圧縮永久歪試験と空気老化試験を実施する。

6-1-2) 方法

- ・硬さ試験 : JIS K 6253
- ・引張強さ試験 : JIS K 6251
- ・伸び試験 : JIS K 6251
- ・引張応力試験 : JIS K 6251
- ・圧縮永久歪試験 : JIS K 6262
- ・空気老化試験 : JIS K 6257

6-1-3) 試料

JIS規格に準ずる。

6-1-4) 試験条件

- ・常態物性 : 硬さ、引張強さ、伸び、引張応力
- ・圧縮永久歪 : 150°C×336hr
- ・空気老化試験 : 150°C×336hr

6-1-5) 試験結果

ガスケットの寿命に影響する圧縮永久歪は、EPDMよりも

VMQ が低い値であり、VMQの中でも50度は空気老化試験において優れた結果となったことから、材料はVMQ50を選定した。[Table.9]

Table.9 材料試験結果

試験項目	単位	VMQ 50	VMQ 70	EPDM 50	EPDM 70
<b>常態物性</b>					
・ゴム硬さ	JIS-A	50	71	51	70
・引張強さ	MPa	9.1	8.7	15.3	18.0
・伸び	%	350	210	810	430
・引張応力 (M-200%)	MPa	4.0	8.2	1.7	7.8
<b>圧縮永久歪試験</b> (150°C×336hr)					
・圧縮永久歪	%	28	21	52	43
<b>空気老化試験</b> (150°C×336hr)					
・ゴム硬さ	度	+1	+3	+5	+5
・引張強さ	MPa	-2	+7	-47	-13
・伸び	%	-4	-2	-16	-16
・引張応力 (M-200%)	%	+2	+9	-1	-12

## 6-2) 圧縮反力試験【低圧縮反力、接触部のズレ対応】

### 6-2-1) 目的

蓋と本体を固定するボルトによる締め付け(安全率含む)が可能であるのかを確認するため、各圧縮量と各圧縮位置時の圧縮反力を測定する。

### 6-2-2) 方法

ガスケットを装着する蓋側の溝と本体側のガスケット接触部を模擬したフランジにて、供試試料を所定の高さまで圧縮し、その各圧縮時の反力を測定する。

### 6-2-3) 試料 [Fig.5~6]

- ・試験片 100mm×n=3pc

### 6-2-4) 試験条件

- ・試験状態 : ドライ
- ・試験温度 : 常温
- ・試験回数 : 各試料に対して4回繰り返し

### 6-2-5) 試験結果

各圧縮量と各圧縮位置時の圧縮反力を測定した結果、面取りタイプとRタイプ共に低く、蓋と本体を固定するボルトによる締め付けが可能であることが確認できた。なお、この結果は、5項のFEM解析によるシミュレーションと概ね等しい値であった。[Table.10]

Table.10 圧縮反力試験結果

形状	材質硬さ	圧縮位置	圧縮量	結果
面取りタイプ	VMQ 50	Center	Min/Nom/Max	適正範囲内
		Side	Min/Nom/Max	適正範囲内
Rタイプ	VMQ 50	Center	Min/Nom/Max	適正範囲内
		Side	Min/Nom/Max	適正範囲内

## 6-3) 圧縮永久歪試験【長寿命】

### 6-3-1) 目的

圧縮による永久歪を確認するため、面取りタイプとRタイプの試作品で圧縮永久歪試験を実施する。

### 6-3-2) 方法

ガスケットを装着する蓋側の溝と本体側のガスケット接触部を模擬したフランジにて、供試試料を所定の高さまで圧縮し、下記条件後の圧縮永久歪を求めめる。

### 6-3-3) 試料 [Fig.5~6]

- ・試験片 100mm×n=3pc

### 6-3-4) 試験条件

- ・試験環境 : 大気中
- ・試験温度 : 常温
- ・試験時間 : 168Hr (1週間)
- ・フランジ数 : 1温度条件×1種時間



Fig.11 圧縮前[Rタイプ]

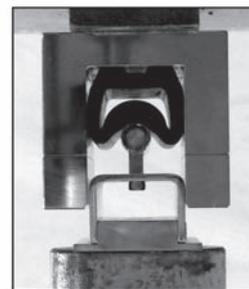


Fig.12 圧縮後[Rタイプ]

### 6-3-5) 試験結果

圧縮永久歪を測定した結果、面取りタイプとRタイプは共に低い値であることから、長寿命となることが期待できる。[Table.11]

Table.11 圧縮永久歪試験結果

形状	材質硬さ	圧縮位置	結果
面取りタイプ	VMQ 50	Center	適正範囲内
		Side	適正範囲内
Rタイプ	VMQ 50	Center	適正範囲内
		Side	適正範囲内

## 6-4) 装着試験【着脱性】

### 6-4-1) 目的

手作業による着脱が容易であるのかを確認するため、装着試験を実施する。

### 6-4-2) 方法

ガasketを装着する蓋側の溝を模擬したフランジに供試料を装着する際の荷重を測定する。

### 6-4-3) 試料 [Fig.5~6]

- ・試験片 100mm×n=1pc

### 6-4-4) 試験条件

- ・試験状態：ドライ／ウエット(水塗布)
- ・試験温度：常温
- ・試験回数：各試料に対して3回

### 6-4-5) 試験結果

装着時の荷重を測定した結果、荷重の高くなるドライ状態でも面取りタイプとRタイプは共に低い値であることから、装着は手作業で実施できることが確認できた。しかしながら、装着を手作業で行なう際の容易さについて比較をすると、面取りタイプは傾かないように注意して装着しなければならないのに対して、Rタイプは傾きが起こり難く、容易に装着を行なうことが出来たことから、装着性についてはRタイプに優位性が認められた。[Table.12]

Table.12 装着試験結果

形状	材質 硬さ	状態	結果
面取り タイプ	VMQ 50	ドライ	適正範囲内
		ウエット	適正範囲内
R タイプ	VMQ 50	ドライ	適正範囲内
		ウエット	適正範囲内

## 6-5) 取り外し試験【着脱性、耐脱落性】

### 6-5-1) 目的

手作業による交換が容易であるのかと、蓋開放時に脱落しないことを確認するため、取り外し試験を実施する。

### 6-5-2) 方法

ガasketを装着する蓋側の溝を模擬したフランジに装着した供試料を取り外す際の荷重を測定する。

### 6-5-3) 試料 [Fig.5~6]

- ・試験片 100mm×n=1pc

## 6-5-4) 試験条件

- ・試験状態：ドライ／ウエット(水塗布)
- ・試験温度：常温
- ・試験回数：各試料に対して3回

## 6-5-5) 試験結果

取り外し時の荷重を測定した結果、Rタイプは荷重の高くなるドライ状態で、面取りタイプに比べて高い値となったが、手作業による交換が可能な値であることが確認できた。また、Rタイプは蓋開放時の耐脱落性に対しても、ドライ／ウエット状態共に取り外し荷重が高い結果であることから優位性が認められた。[Table.13]

Table.13 取り外し試験結果

形状	材質 硬さ	状態	結果
面取り タイプ	VMQ 50	ドライ	適正範囲内
		ウエット	適正範囲内
R タイプ	VMQ 50	ドライ	適正範囲内
		ウエット	適正範囲内

## 7. おわりに

各性能確認において面取りタイプとRタイプの比較を行なった結果、優位性の認められたRタイプをLLW輸送容器用のガasketとして採用が決定した。

このRタイプは、要求仕様①②⑧に応じた低圧縮反力及び接触部のズレ対応、要求仕様③④⑤に対応した長寿命、要求仕様⑥に対応した着脱性、要求仕様⑦に対応した耐脱落性を満足するシールである。

## 謝辞

この開発を進めるにあたり、ご指導を頂いた原燃輸送株式会社、トランスニュークリア株式会社に厚く感謝致します。

## 8. 参考資料

- 1) 原燃輸送株式会社 HP <http://www.nft.co.jp>
- 2) バルカーハンドブック 技術編

# 半導体製造装置 （ドライプロセスチャンバー）用 シール材の使用後シール材の 解析によるソリューション提案



海外シールマーケティング本部  
森岡 利充  
研究開発部 シール開発グループ  
佐藤 央隆

There have been extreme price drops for semiconductors, and it is necessary to improve the cost performance of sealing products used in semiconductor fabrication equipment.

Through analyzing simulations for used sealing products, Valqua is able to grasp the necessary specifications for that particular product as well as recommend to our customers appropriate materials for that product based on the results of said analysis.

By optimizing sealing products, our customers can reduce the annual cost for sealing products, maintenance cost and the downtime of equipment.

**Keywords:**

semiconductor fabrication equipment, sealing product, maintenance, downtime of equipment

バルカー技術誌  
Winter 2012

No.22

## 1. はじめに

半導体の価格下落は激しく、半導体製造装置に用いられる各種部材に関しても、コストパフォーマンスの向上が求められている。当社で販売している半導体製造装置（ドライプロセスチャンバー／以下省略）用シール材に関しても例外ではない。

このコストパフォーマンス向上へのソリューションとして、当社では半導体製造装置のシール材使用箇所に対し、単に価格の安いシール材の提供、あるいは性能の高いシール材の提供を行う部分最適ではなく、シール材一式の年間コストの低減に加え、メンテナンスサイクル延長によるメンテナンス費用低減や装置のダウンタイム低減に伴う生産性向上によるチャンバー単位での全体最適の提供を目指している。

全体最適を提供する手段として、当社にて実践している半導体製造装置用シール材の適材適所な選定による最適化と、それを支えている各シール材使用箇所求められるシール材のスペックを把握するための使用後シール材の解析について紹介する。

## 2. 半導体製造装置用シール材の製品 ラインアップと適材適所な材質選定

半導体製造装置用シール材には、耐ラジカル性、純粋性、真空シール性、耐熱性、メンテナンス性、コストパフォーマンス等が求められるが、当社では半導体製造装置用シール材として、高機能ふっ素ゴム、パーフロロエラストマー、更にはゴムと樹脂とのハイブリッドシールと幅広い要求に対応出来る製品ラインアップを揃えている。その製品ラインアップをTable.1に、求められる性能の代表例である耐ラジカル性と

Table.1 製品ラインアップ

製品群	代表製品	
	製品名	材料区分
ARMOR <sup>®</sup> シリーズ	ARMOR CRYSTAL <sup>®</sup>	高機能ふっ素ゴム
FLUORITZ <sup>®</sup> シリーズ	FLUORITZ <sup>®</sup> -TR	パーフロロエラストマー
VICTRA <sup>®</sup> シリーズ	VICTRA-ER <sup>®</sup>	ハイブリッド製品 (ゴム+樹脂) *特定固定部専用

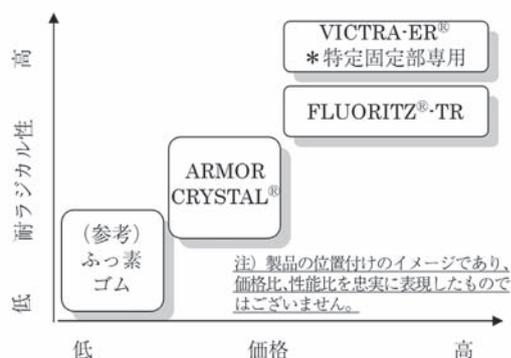


Fig.1 代表製品の位置付け

コストの位置付けをFig.1に示す。

半導体製造装置に使われるシール材は多数有り、シール材使用箇所により使用環境、すなわちシール材に掛かる負荷は異なる。これら様々なシール材使用箇所に対して、シール材への負荷が大きくメンテナンスサイクルに対してボトルネックとなっているシール材は高性能化し、シール材への負荷が小さくメンテナンスサイクルに対してオーバースペックとなっているシール材は性能よりも製品単価を重視し、当社の幅広い製品ラインアップを適材適所に選定することにより、シール材の最適化を図っている。

### 3. 使用後のシール材の解析

適材適所な材質選定の実現には、各シール材使用箇所のシール材に掛かる負荷の測定が必要であり、当該シール材使用箇所で使用したシール材のダメージを確認するのが有用と考えている。使用後のシール材の解析について、以下に紹介する。

#### 3-1) 解析手法

ユーザーから使用後シール材を回収した後、外観の状態と使用状況の情報およびユーザーの要望や目的から、必要な解析内容を決定して実施する。解析に使用する主要機器と解析で得られるデータをTable.2に示す。

Table.2 主要機器と解析で得られるデータ

	分析機器	データ
1	マイクロスコープ	シール材表面の画像記録 3D計測による表面状態の定量化
2	画像測定器	シール断面による ダメージ状態の確認と輪郭スキャン
3	形状測定顕微鏡	各部詳細寸法の詳細計測値
4	SEM	(走査型電子顕微鏡) シール材表面の詳細観察、画像記録
5	EDX	(エネルギー分散型X線分光器) シール材や付着物、異物の元素分析
6	FT-IR	(フーリエ変換赤外分光光度計) シール材や付着物、異物の成分同定

#### 3-2) 解析内容

シール材の使用後状態や解析目的により、必要となる様々な解析を行なうが、主要な解析内容としては次の3点になる。

- (i) シール材のダメージ解析
- (ii) シール材の寿命に関する解析
- (iii) シール材のシール溝装着やマッチングに関する解析

次に、これらの解析の実例を紹介する。

#### 3-3) 解析の実例

##### 3-3-1) シール材のダメージ解析

実際の解析において取得するデータの例をFig.2に示す。

Fig.2は、半導体製造装置にて使用されたシール材のエッチングダメージを示している。ダメージとしては軽微であり、シールトップ面へのダメージもないため、継続使用が可能な状態である。

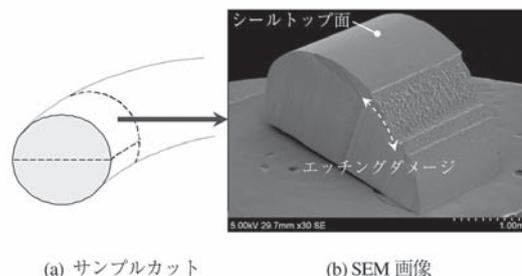


Fig.2 解析で取得する画像データの例

##### 3-3-2) シール材の寿命に関する解析

シール材が安定したシール性能を発揮するには、適切なシール圧の持続的な発生が必要となる。そのために一定の圧縮をさせて使用されるが、その圧縮を元に戻そうとする圧力でシール性能を発揮することになる。しかし、各種使用環境においては、エッチングによる削れ、磨耗、変形といった形状に現れる形態変化や、熱的劣化および経年変化といった様々な要因で、シール面を形状的に維持出来なくなったり、最初の圧縮変形量が永久変形してしまい、シール性能が低下するといった状態がおこる。このとき目的の圧力や真空状態が破れて、重大な事故やトラブルにつながる危険がある。

シール性能を定量的に計測する指標の一つにCS(圧縮永久歪率)がある。CSが一定値になるまでの予測時間から、CSによるシール材の寿命を測ることができる。Fig.3にCSによるシール材の寿命予測例を示す。

##### 3-3-3) シール材のシール溝装着やマッチングに関する解析

使用後シール材には、特にシール溝とのマッチングの不適切が原因と考えられる大きなエッチングダメージやネジレ、破断などの不具合が見られる場合がある。

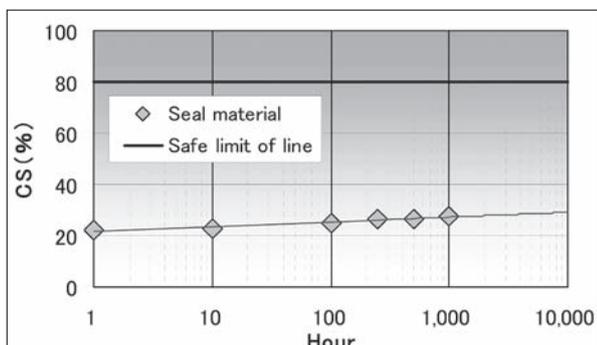


Fig.3 CSによる寿命予測例

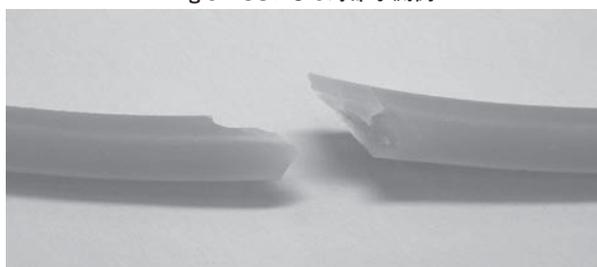
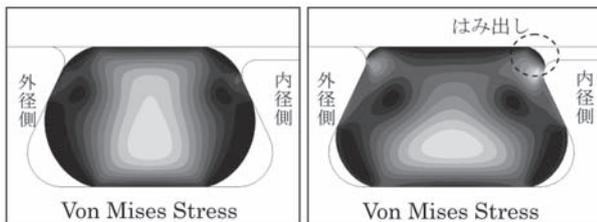


Fig.4 シール材の破断事例

Fig.4にシール材に発生した破断の例を示す。

これらは、外観上、明らかに原因が特定できるものもあるが、原因の特定が難しい場合は、シール材全域にわたり詳細なマイクロ解析や寸法測定などを行ない、現象を推測することになる。また、熱影響などによるシール材の膨張や、動的シール部における転動現象が起因すると考えられる場合は、FEA解析を行ないシール溝内における挙動やマッチングの良否を検証し、対策案を提案する。

Fig.5にFEA解析の例を示す。Fig.5-(a)は、定常温度におけるOリングのシール状態の解析例であるが、Fig.5-(b)は温度条件を想定される最高温度にて解析を実施した例である。内径側にOリングがはみ出す傾向が見られ、この部位でシール材が破断する可能性があり、新たな溝寸法もしくはシール材寸法の設計が対策として考えられる。



(a) 定常温度 (b) 想定最高温度

Fig.5 FEAによるシール材とシール溝とのマッチング検証の例

以上、解析内容の実例を簡単に紹介した。解析結果をもとにして、半導体製造装置のシール材使用箇所に適材適所なシール材を提案している。次にその選定例について紹介する。

## 4. 使用後シール材の解析による 適材適所なシール材の選定例

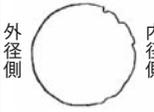
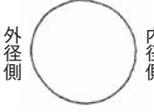
以下に適材適所な材質選定の具体事例を紹介する。

### 4-1) 現状確認

あるお客様の半導体製造装置に用いられているシール材はメンテナンスごとに毎回交換を実施している。代表するいくつかのシール材使用箇所において、現状のメンテナンスサイクルで使用したシール材のダメージをTable.3に示す。

現状のメンテナンスサイクルはシール部位③に使用しているシール材の寿命から設定されており、事実シール部位③での使用後シール材にはラジカルの影響と考えられる大きなエッチングダメージが確認され、これ以上の延命は困難と推測される。シール材使用箇所③が延命出来れば、メンテナンスサイクルの延長が実現出来、その他シール材の長期使用、メンテナンス費用低減、及び装置のダウンタイム低減の効果が期待出来る。

Table.3 半導体製造装置で使用されたシール材のダメージ

使用箇所	使用製品	使用後品(Oリング)の状態	
		断面図	所見
シール材使用箇所① (固定部)	高機能 ふっ素ゴム		寿命に至るダメージは見受けられず、延命可能と推測される。
シール材使用箇所② (動的部)	高機能 ふっ素ゴム		寿命に至るダメージは見受けられず、延命可能と推測される。
シール材使用箇所③ (固定部)	高機能 ふっ素ゴム		ラジカルの影響と考えられるエッチングダメージがシール面付近まで進行しており、延命困難と推測される。

### 4-2) 適材適所な材質選定

#### 4-2-1) シール材使用箇所①

現在の使用製品である高機能ふっ素ゴムで、性能上問題なく、性能向上による延命は求められておらず、シール単価の低減によるコストパフォーマンス向上が求められる。

現在の使用製品は耐ラジカル性の面で軽微なダメージが確認されるが、耐熱性の面では指標となる圧縮永久歪は特に見られず、熱によるダメージは小さいと考えられる。

当社製品ラインアップの中で、耐ラジカル性、その他純粋性等は現在の使用製品と同等、耐熱目安温度は現在の使

用製品に劣るが、メンテナンスサイクル延長のための必要スペックは満足し、かつ単価低減が期待出来る当社高機能ふっ素ゴム“ARMOR CRYSTAL<sup>®</sup>”を選定した。Fig.6に本部位での適材適所選定のポイントを図示する。

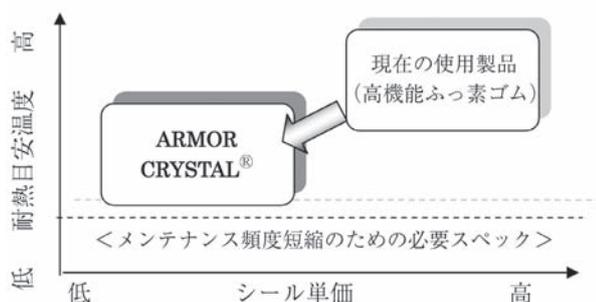


Fig.6 シール材使用箇所①での適材適所選定

#### 4-2-2) シール材使用箇所②

シール部位①同様に、現在の使用製品である高機能ふっ素ゴムで、性能上問題無く、性能向上による延命は求められておらず、シール単価の低減によるコストパフォーマンス向上が求められる。

現在の使用製品で、耐ラジカル性、耐熱性等によるダメージは特に見られず、シール部位①に同じく、“ARMOR CRYSTAL<sup>®</sup>”が候補となるが、本シール部位は動的部であるため、動的部で使用可能な機械特性も有する高機能ふっ素ゴム“ULTIC ARMOR<sup>®</sup>-F”を選定した。Fig.7に本部位での適材適所選定のポイントを図示する。

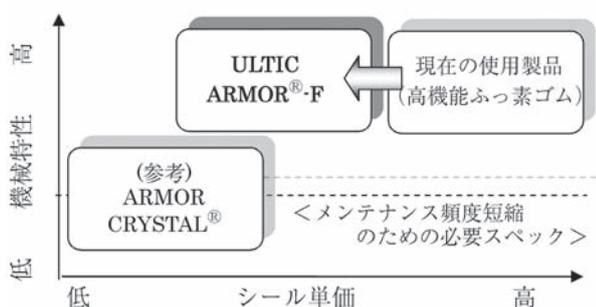


Fig.7 シール材使用箇所②での適材適所選定

#### 4-2-3) シール材使用箇所③

メンテナンスサイクルを決定するボトルネックとなっているシール部位であり、延命には現在の使用製品のダメージ要因と考えられるラジカルに対して、より耐性を有する製品の選定が求められる。当社製品ラインアップの中で、耐ラジカル性の向上に主眼を置き、究極の耐ラジカル性をコンセプトに開発したハイブリッドシール“VICTRA-ER<sup>®</sup>”を選定した。Fig.8に本部位での適材適所選定のポイントを図示する。

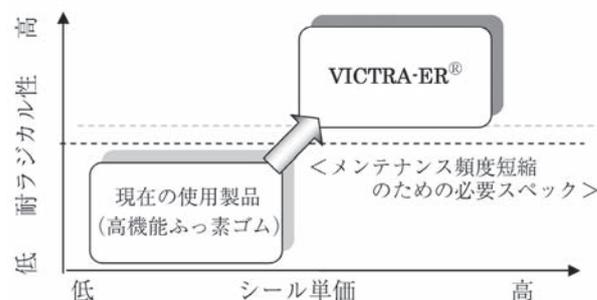


Fig.8 シール材使用箇所③での適材適所選定

適材適所な選定製品にて実機評価を進めており、従来の使用製品と同等のメンテナンスサイクルで問題なくパフォーマンスを発揮している。

同一のメンテナンスサイクルであっても、年間シールコスト低減に寄与出来る見込みであるが、さらにメンテナンスサイクル延長に向けた延命評価を進めており、順調に推移している。

メンテナンスサイクル延長の実現により、年間シールコストの更なる低減に加え、メンテナンス費用削減、及び装置のダウンタイム低減に大きく貢献する見込みである。

## 5. まとめ

半導体製造装置用シール材に対するソリューションとして、以下を実践し、年間シールコスト削減、メンテナンス費用削減、装置のダウンタイム低減に繋がる一定の成果を得た。

- 各シール材使用箇所求められるシール材のスペックを把握するための使用後シール材の解析
- 解析結果に基づき、シール材を適材適所に選定することによる装置の最適化

## 6. おわりに

当社の適材適所なシール材の選定にご賛同の上、評価頂き、当社の知見向上にも繋がる取り組みにご協力頂いておりますお客様に感謝を申し上げます。

尚、ユーザー各位の使用シール材、使用方法によっては、本文中で紹介した適材適所な材質選定によるコストパフォーマンス向上が十分に発揮出来ない可能性を含みますが、今後とも、製品ラインアップの拡充と提案力の向上により、社会の発展のために広範囲にソリューションを提供出来るよう邁進する所存であり、ご要望等ございましたら当社までご一報頂ければ幸いです。

# 圧延成形による充填材入り ふっ素樹脂シートガスケット バルカロン<sup>®</sup>シリーズとNo.GF300シリーズ



シール営業本部  
小池 真二

Compressed non-asbestos fiber sheet, which are used in place of compressed asbestos fiber sheet (“CAF”), has less fiber and, when the rubber binder is hardened under high temperatures, is extremely fragile and cannot withstand retightening. This situation has not yet been fully resolved.

Therefore, in the process of eliminating Asbestos, spiral wound gaskets are often used instead of CAF, but the convenience of sheet gaskets has remained and the use of fluorocarbon resin sheet gaskets as an alternative to CAF has also increased.

Because of their excellent chemical resistance, many kinds of fluorocarbon resin sheet gaskets have been used at petrochemical and chemical plants since before asbestos regulations were implemented. However, the creep of fluorocarbon resin was easily mitigated and replacing CAF completely in terms of versatility was an enormous task.

Valqua BLACKHYPER<sup>®</sup> No.GF300 (“GF300”) was developed as an absolute alternative sheet gasket to CAF to solve this issue and increase versatility. Today the GF300 and products descended from it are widely recognized as alternatives to CAF alternative sheet gaskets.

However, fluorocarbon resin sheets have a wide variety of manufacturing processes and filled fluorocarbon resin sheets with improved creep mitigation is not the sole product line. Therefore, there is some confusion during the product selection process, and in some cases this can possibly lead to failures.

In this report, we would like to make clear manufacturing processes and functional features of each product line included in these fluorocarbon resin sheets and provide guidelines for the selection and use of each product line.

## Keywords:

BLACKHYPER<sup>®</sup>, No.GF300, versatility, filled fluorocarbon resin sheets

## 1. はじめに

日本を始め欧米各国では、石綿規制に伴い、石綿ジョイントシート(以下CAFと記載)に代替することを目的として、多数の非石綿ジョイントシートが開発された。しかし、こうして開発された非石綿ジョイントシートは、CAFに比べてその繊維分は極めて少なく、高温でゴムバインダーが硬化すると脆くなり、増締めによってガスケットの割れる事例が多発するようになった。こうした状況は、今日に至っても完全には解消されていない<sup>1)</sup>。

そのため、非石綿化の過程では、CAFに代えてうず巻形ガスケットが使用されることが多くなったが、シートガスケットの利便性は捨てがたく、ふっ素樹脂系シートガスケットがCAF代替として選択される場合も増えていった。

ふっ素樹脂系シートガスケットは、耐薬品性に優れるため、石綿規制以前から、多くの種類のものが石油化学や化学プラントなどに

使用されていたが、ふっ素樹脂はクリープ緩和し易いため、CAFに完全代替するには、その汎用性には大きな課題があった。

こうした課題を解決し、汎用性を高めてCAFに完全代替できるシートガスケットとして開発されたのが、バルカーブラックハイパー<sup>®</sup>No. GF300 (以下GF300と記載)である。このGF300及びその系統のシートガスケットは、今日にあっては、CAF代替シートとして、広くその有効性を認識されてきた。

しかし、ふっ素樹脂系シートは製法も多岐にわたり、クリープ緩和特性を改良した充填材入りふっ素樹脂シートも単一の製品群ではない。そのため、選定の過程では時として混乱を生じ、場合によってはシール故障につながる場合もある。

本報にあっては、こうしたふっ素樹脂系シートに含まれる各製品群の製法及び機能的特長を明瞭にし、各製品群の選定、使用のための指針を提示したい。

## 2. ふっ素樹脂系シートガスケット

ふっ素樹脂は、1938年 Du Pont 社の Plunket によって偶然発明された。耐薬品性に優れることから、1946年までは、原子爆弾製造の為にU235工場に使われ、他の用途への使用は厳しく制約された。しかし、その後はストレプトマイシン製造などの医薬ラインに使われ、打抜きガスケットやふっ素樹脂被覆ガスケットの外被、うず巻形ガスケットのフィラーなどのシール部材としても使われようになった。

ふっ素樹脂が耐薬品性に優れることは、シール材として大きな特質ではあったが、クリープ緩和の大きいことは多年の課題であった。特にシートガスケットは素材特性がそのままガスケット特性となる。このため、ふっ素樹脂系シートガスケットにあっては、多くの製法及び配合が検討され、その過程はふっ素樹脂のクリープ緩和特性改良の歴史とも言える。

Table.1に、各種ふっ素樹脂系シートガスケットの分類を示し、以下、各製品群について概説する。

Table.1 ふっ素樹脂系シート

分類	成形方法	一般名称	品番	特徴	
ふっ素樹脂系シート	ふっ素樹脂シート	圧縮成型 スカイピングシート	PTFE平型ガスケット	No.7010 No.7010EX	耐薬品 純粋性
		延伸シート (二軸延伸)	PTFEソフトシートガスケット	No.7GP66	耐薬品 純粋性 柔軟性
	充填材入り ふっ素樹脂シート	圧縮成型 スカイピングシート	充填材入りスカイピングシート	No.7010-2N0など	耐薬品
		圧延成形シート	圧延成形 充填材入りふっ素樹脂シートガスケット (バルカロンシリーズ)	No.7020 No.7026	耐薬品
			GF300シリーズ	No.GF300 No.SF300 No.MF300	耐クリープ・緩和
			ガイロンブルー	ガイロンNo.3504	高圧縮

### 2-1) 圧縮成形によるふっ素樹脂系シートガスケット

四ふっ化エチレン樹脂(以下PTFEと記載)を圧縮成形した後、スカイピングによってシート状に加工し、ガスケット形状に打抜いたもので、成分別に以下のように分類できる。

- ① No.7010 純PTFEの平型ガスケット
- ② No.7010-EX 変成 PTFEの平型ガスケット
- ③ No.7010-2N0など PTFEに無機充填材を配合した平型ガスケット

純PTFEガスケットは耐薬品性や純粋性に優れることから、腐食性流体や汚染を嫌うプロセスラインに使用される。ただし、クリープ緩和特性に劣る。このため純PTFEガスケットは、クリープを抑制するために溝形フランジで使用することが望ましい。変成PTFEや充填材入りPTFEは、純PTFEに比べクリープ緩和特性は改善されているが、汎用シートガスケットとしての使用には耐えない。

### 2-2) 延伸成形によるふっ素樹脂系シートガスケット

純PTFEソフトシートは、シート状のPTFE予備成形体を二軸延伸して、薄層化したものを積層してシート状に加工される。延伸によってPTFEは繊維化されるとともに内部に空隙を持った柔軟なシートが形成される。ガスケット形状に打抜いたソフトシートガスケットNo.7GP66は、PTFE平形ガスケットより柔軟で高強度である。

高い柔軟性があるため、大径のガラスライニングフランジのように、座面にうねりのある場合に使用されることが多い。ただし気密性お

よび取扱い性に課題があるため、汎用シートガスケットとして使用するには問題がある。

### 2-3) 圧延成形による充填材入りふっ素樹脂シートガスケット

PTFEのクリープ緩和特性を改善するには、その流動性を抑制するために充填材の大量配合が必要である。しかし、圧縮成形における充填材配合量には限界があった。

一方、圧延成形は、予備成形体を作る段階で充填材を配合するため、無機充填材の配合量を格段に高めることが出来、更に圧延によってPTFEが繊維化され、クリープ緩和特性は大きく改善された。

石綿規制以前は、バルカロン<sup>®</sup>No.7020に代表されるように、耐薬品性を第一義的特性としたシートがプロセスライン等で多用された。また、ガイロンブルー（ガイロンNo.3504）のように、内部空隙率を高め圧縮率を大きくしたシートが、グラスライニングフランジのような座面のうねりが大きいフランジでその有用性を認められた。

しかし、これらシートの用途は明確ではあったが、CAFのような汎用性を意図したのではなく、石綿規制におけるCAF代替として考えた場合、これらのシートのクリープ緩和特性はまだまだ不十分であった。そのため、CAFと同等の汎用性、機能性を持ったシートとして開発されたものがGF300である。GF300は高温時のクリープ緩和特性を汎用に耐える水準にまで向上させるために、PTFEの配合量を極限まで低減する技術によって開発された。これにより、GFシリーズは高温下でもクリープ緩和特性が大幅に改善され、CAF同等の汎用性を実現することが出来た。

すなわち、圧延成形による充填材入りふっ素樹脂シートガスケットには、次のような、それぞれ固有の機能を持った三つの製品群が含まれている。

- ① 耐薬品性を特徴とした充填材入りふっ素樹脂シートガスケット
- ② 高いクリープ緩和特性で汎用性を特徴とした充填材入りふっ素樹脂シートガスケット
- ③ 高圧縮を特徴とした充填材入りふっ素樹脂シートガスケット

これらは、その製法だけでくくり出来るものではなく、これら製品群については、その機能面からの理解が必要であり、中でも重要な①耐薬品性を特徴としたシート及び、②高いクリープ緩和特性で汎用性を特徴としたシートについて、次章においてその特性を詳説する。

## 3. 圧延成形による充填材入りふっ素樹脂シートガスケットの特徴

圧延成形による充填材入りふっ素樹脂シートガスケットとしては、従来から実績のある耐薬品性を特徴とするNo.7020やNo.7026のバルカロン<sup>®</sup>シリーズと、CAF代替として開発され、高いクリープ緩和特性で汎用性を特徴とするGF300シリーズがある。以下、それぞれの機能的特長を明確にし、選定及び使用のための指針を示す。

### 3-1) 耐薬品性を特徴とする充填材入りふっ素樹脂シートガスケット

圧延成形した充填材入りふっ素樹脂シートガスケットは、充填材の種類を選ぶことで純PTFEと同等の耐薬品性を付与することが出来る。

石綿規制以前から使用されているバルカロン<sup>®</sup>シリーズがその代表で、耐薬品性の求められるプロセスラインにおいて多数の実績を有している。本製品群には、次の二品番がある。

- ① No.7020 酸性流体に耐性
- ② No.7026 アルカリ性流体に耐性

各種薬液に対するそれらの重量減少率をTable.2に示す。充填材入りふっ素樹脂シートガスケットの耐薬品性は、充填材の耐薬品性に依存する。No.7020は充填材にクレーを使用し、酸性流体に高い耐薬品性を示し、非常に多くの実績を持つ。ただし、クレーは強アルカリに対する耐性が乏しく、加熱した水酸化ナトリウム水溶液への浸漬では重量減少が大きい。No.7026は充填材にカーボンを使用しており、アルカリ性流体に高い耐薬品性を示す。このため加熱した水酸化ナトリウム水溶液への浸漬でも重量減少率は極めて低い。

Table.2 耐薬品性(浸漬による重量減少率)

浸漬条件(温度×時間)	50% 水酸化ナトリウム	95% 硫酸	69% 硝酸	34% 塩酸	85% リン酸
	108°C×168h	108°C×168h	70°C×168h	70°C×168h	108°C×168h
No.7020	17.2	0.2	-0.6	3.1	0.8
No.7026	0.0	1.4	-1.7	-0.6	0
No.GF300	25.9	1.7	0.5	4.6	1.7
No.MF300	2.0	3.6	1.4	2.2	1.1

Table.3 流体別選定指針

製品	アルカリ		酸			水・油・アルコール	有機溶剤	低温流体	可燃性 不燃性ガス	不活性ガス
	高温・高濃度	それ以外の 中濃度 アルカリ	高温・高濃度	酸化性酸	それ以外の酸					
No.7020	×	△	○	○	○	○	○	○	○	○
No.7026	○	○	○	×	○	○	○	○	○	○
No.GF300	×	△	△	×	○	○	○	○	○	○
No.SF300	×	△	△	○	○	○	○	○	○	○
No.MF300	△	○	△	○	○	○	○	○	○	○
(石綿ジョイントシート)	×	△	×	×	△	○	△	△	△	○

流体別の選定指針をTable.3に、酸・アルカリ性流体への適用範囲をTable.4に示す。バルカロン®シリーズのように、耐薬品性を特徴とする圧延成形による充填材入りふっ素樹脂シートガスケットは、200°Cまでの高濃度酸性流体や高濃度アルカリ性流体に適用することができ、耐薬品性の観点においてはGF300シリーズより優れている。

### 3-2) 高いクリーブ緩和特性で汎用性を特徴とした充填材入りふっ素樹脂シートガスケット

高いクリーブ緩和特性で汎用性を特徴とした圧延成形による充填材入りふっ素樹脂シートガスケットは、GFシリーズに代表される。GFシリーズは、PTFEの配合量を極限まで下げることで、耐薬品性を特徴としたバルカロン®シリーズよりもクリーブ緩和特性を格段に向上させ、高温下でのフローも大幅に改善したことで、広い汎用性を有している。また、この製品群はCAFの完全代替を目的としたもので、PTFEの配合量を低減させても、CAFと同等の耐薬品性を保持している。

高いクリーブ緩和特性で汎用性を特徴とした圧延成形による充填材入りふっ素樹脂シートガスケットには、次の三品番がある。

- ① ブラックハイパー®No.GF300 (以下GF300と記載)
- ② ホワイトハイパー®No.SF300 GF300と同等の性能で白色
- ③ ブライトハイパー®No.MF300 (以下MF300と記載) GF300の長期信頼性をそのままに、白色でかつ耐薬品性を向上し適用流体範囲を広げた新製品

これらのクリーブ緩和特性を応力緩和率で評価した結果をTable.5に示す。圧延成形の充填材入りふっ素樹脂シートガスケットは、純PTFE系シートに比べ、クリーブ緩和特性に優れ、GFシリーズは充填材入りふっ素樹脂シートガスケットの中でも極めてクリーブ緩和特性に優れていることがわかる<sup>2)3)</sup>。

Table.5 応力緩和特性(厚さ1.5t)

応力緩和率(%)	100°C×22h 200°C×22h	圧縮成形スカイピングシート			圧延成形		
		純PTFEシートガスケット		充填材入りふっ素樹脂シートガスケット			
		No.7010	No.7010-EX	No.7010-2N0	No.7020	No.GF300	No.MF300
	100°C×22h	75.9	63.7	62.1	37.2	16.2	16.9
	200°C×22h	92.4	86.0	84.0	66.7	35.3	35.8

Table.4 酸・アルカリでの使用可能範囲

アルカリ性流体	
No.MF300	pH14以下…260°C以下 pH14超え…100°C以下
No.GF300	pH14以下…100°C以下 pH11以下…260°C以下
No.7026	pH14超え…200°C以下
酸性流体	
No.MF300	pH0以上…260°C以下
No.GF300	pH0未満…100°C以下
No.7020	pH0未満…200°C以下

注1) pH14のアルカリ性流体とは、概ね5%の無機強アルカリ水溶液のことである。

注2) pH0の酸性流体とは、概ね5%の無機強酸水溶液のことである。

注3) 値は参考値でありこの条件での使用を保証するものではない。

GFシリーズは、CAF同等の耐薬品性の維持を前提としたもので、バルカロン®シリーズの耐薬品性には達しないが、Table.2からわかるように、GF300及びMF300は酸性流体に対する変化は微少である。また、MF300はアルカリ性流体に対しても重量減少が少なく、GF300よりも耐アルカリ性に優れている。Table.3に流体別選定指針を示す。また、Table.4には、GF300及びMF300の酸性・アルカリ性流体での適用可能範囲の詳細を示す。

更に、新製品であるMF300は、GF300やNo.7020が使用できない高温・高濃度アルカリや、GF300やNo.7026が使用できない酸化性酸に対しても、使用することができる。すなわち新製品であるMF300は、特定流体に対してはバルカロン®シリーズの耐薬品性に譲るところはあるものの、流体適用範囲の広さはCAFをも上回り、耐薬品性の観点においても広い汎用性を有している。

具体的には、アルカリ性流体の場合、MF300はpH14以下であれば260℃まで、pH14を越える場合も100℃まで使用可能である。一方、GF300はpH11以下では260℃まで、pH14以下では100℃までに制限される。なお、更に条件が厳しいpH14を超え、100℃を超える場合には、高濃度アルカリ用であるNo.7026が最も適している。

酸性流体では、GF300、MF300ともpH0以上であれば260℃まで、pH0未満であれば、100℃まで使用可能である。なお、更に条件が厳しいpH0未満、100℃を超える場合には、高濃度酸用としてNo.7020が最も適している。

#### 4. 有限要素解析を用いた長期信頼性評価

石綿ガスケットは、長期にわたる使用実績があり、それが製品の信頼性の指標となっていた。しかし、石綿規制の時期に開発された新製品にはそうした実績はない。そのため、こうしたガスケットの長期信頼性を予測するために、バルカーはガスケット材料特性を考慮したボルト締結体の長期的なガスケット面圧挙動を、有限要素解析(FEA)を用いて評価している<sup>4)5)6)</sup>。

ここでは、フランジ締結体におけるGF300とMF300の長期的なガスケット応力経時変化の予測事例を示す。締結体は、JIS 10K 600A 平面座 管フランジ締結体を想定したものである。初期締付け面圧は35MPa、内圧は1.0MPa、ガスケット厚さは1.5mmである。運転サイクル条件は、1年毎に内圧と温度を下げて運転を停止し、1日後に再運転するという状況を想定した。

Fig.1に有限要素解析から得られたガスケット面圧挙動を示す。比較として、他社白色PTFEガスケットの解析結果を併記した。熱サイクルが負荷された場合、運転停止時にガスケット面圧が大きく低下することは一般的によく知られている。しかし、GF300及びMF300は、熱サイクル時にガスケット面圧低下は見られるが、定常高温下では高いガスケット面圧を維持している。このことはシール性能を維持する上で重要な要素であり、長期的な密封信頼性の基本となるものである。

こうした解析の裏づけにより、GF300シリーズは、優れたクリープ緩和特性による長期の信頼性と、PTFEの高温安定性が高い評価を得て、CAF代替のシートガスケットとして多くのユーザーに好評を頂いている。

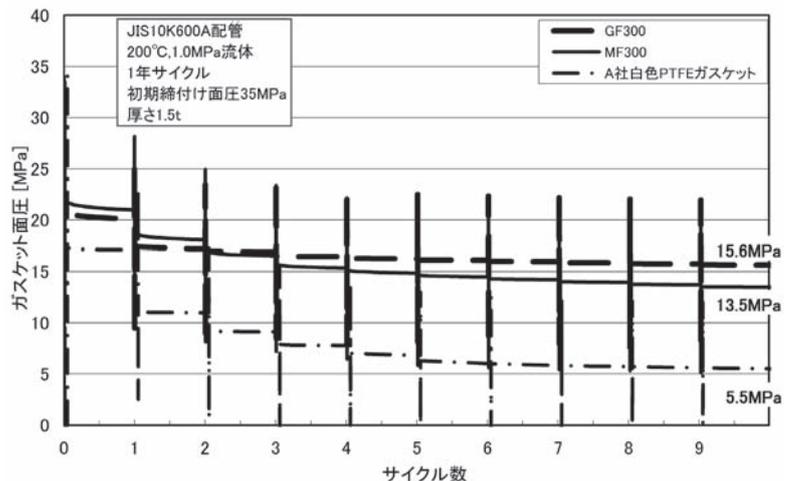


Fig.1 有限要素解析(FEM)によるガスケット面圧挙動

#### 5. おわりに

ふっ素樹脂系シートガスケットには多数の製品群が含まれており、その製法と機能を明確に分類し体系化することを試みた。

特に、圧延成形による充填材入りふっ素樹脂シートガスケットには、耐薬品性に特化してCAFと住み分けたバルカロン®シリーズと、クリープ緩和特性を向上させ、CAFの全面代替を可能にした汎用性の高いGFシリーズの、二つの製品群があるため、本報にあつては、それらの機能的特徴及び適用流体を明瞭にするよう心掛けた。

今後、シートガスケットを選定する上での一つの指針にして頂ければ幸いです。

## 6. 参考文献

- 1) ノンアス切替推進プロジェクト：“シール製品の本格的ノンアス化について”、バルカーテクノロジーニュース、No.12 (2007) P2-11
- 2) 小池真二：“広範囲の流体に適用できる白色ふっ素樹脂系ガスケット プライトハイパー<sup>TM</sup>No.MF300”、バルカーテクノロジーニュース、No.20 (2011) P12-15
- 3) 出口聡美：“広範囲の流体に適用可能な白色ふっ素樹脂系シートガスケット プライトハイパー<sup>TM</sup>No.MF300”、プラントエンジニア、Vol.43, No.6 (2011/6) P24-29
- 4) 佐藤広嗣、西田隆仁：“有限要素解析を用いた締結体シール特性の長期予測”、圧力技術 Vol.48, No.3 (2010) P132-139
- 5) 佐藤広嗣、黒河真也、山邊雅之、高木知弘：“ソフトガスケットを用いた単一ボルト締結体の高温長期軸力緩和挙動 の評価”、日本機械学会論文集 C編、Vol.76, No.769 (2010/9) P2219-2224
- 6) 佐藤広嗣：“有限要素解析を用いた締結体シール特性の長期予測”、配管技術、Vol.52, No.5 (2010/4) P19-24

地球に、そして人にやさしいモノづくり……

# バルカー ノンアスガスケット®



## ブライトハイパー®(MF300)

バルカーのノンアスガスケット®が更に使いやすく進化いたしました。

高温・長期安定性はもとより、耐薬品性を更に向上させ、より広域の用途に適用可能となりました。ユーティリティーからプロセス用途、白色を必要とするラインまで幅広く使用でき、複数の流体に対するガスケットの使い分けを緩和する製品です。



## ブラックハイパー®(GF300)

多くの実績に裏付けされた信頼性と、高いコストパフォーマンスでノンアスガスケット®のベストセラーです。

### ■MF300・GF300 共通

●使用温度範囲：-200～300℃ ●最高圧力：3.5MPa  
※カタログ、技術資料の注意事項をご参照下さい。



〒141-6024 東京都品川区大崎2-1-1  
ThinkPark Tower 24F  
TEL.03(5434)7370(代) FAX.03(5436)0560(代)  
<http://www.valqua.co.jp>

## VALQUA 日本バルカー工業株式会社

■本社(代)	☎(03)5434-7370	Fax.(03)5436-0560
■大阪事業所	☎(06)6443-5221	Fax.(06)6448-1019
■M・R・Tセンター	☎(042)798-6770	Fax.(042)798-1040
■新城事業所	☎(0536)23-2158	Fax.(0536)23-3804
■奈良事業所	☎(0747)26-3330	Fax.(0747)26-3340

●札幌営業所	☎(011)242-8081	Fax.(011)242-8082
●仙台営業所	☎(022)264-5514	Fax.(022)265-0266
●日立営業所	☎(0294)22-2317	Fax.(0294)24-6519
●京浜営業所	☎(045)444-1715	Fax.(045)441-0228
●豊田営業所	☎(0566)77-7011	Fax.(0566)77-7002
●名古屋営業所	☎(052)811-6451	Fax.(052)811-6474
●岡山営業所	☎(086)435-9511	Fax.(086)435-9512
●中国営業所	☎(0827)54-2462	Fax.(0827)54-2466
●周南営業所	☎(0834)27-5012	Fax.(0834)22-5166
●松山営業所	☎(089)974-3331	Fax.(089)972-3567
●北九州営業所	☎(093)521-4181	Fax.(093)531-4755
●長崎営業所	☎(095)861-2545	Fax.(095)862-0126
●四日市駐在所	☎(059)353-6952	Fax.(059)353-6950
●宇部駐在所	☎(0836)31-2727	Fax.(0836)32-0771
●熊本駐在所	☎(096)364-3511	Fax.(096)364-3570
●大分駐在	☎(097)555-9586	Fax.(097)555-9340

## VALQUA TECHNOLOGY NEWS

### 冬号 No.22 Winter 2012

発行日・・・2012年1月10日  
編集発行・・・日本バルカー工業株式会社  
〒141-6024  
東京都品川区大崎2-1-1  
ThinkPark Tower 24F  
TEL.03-5434-7370  
FAX.03-5436-0560  
制作・・・株式会社千修プリコム

### グループ会社 国内販売拠点

■株式会社バルカーエスイース	●本社(千葉) ☎(0436)20-8511 Fax.(0436)20-8515
	●鹿島営業所 ☎(0479)46-1011 Fax.(0479)46-2259
■株式会社バルカーテクノ	●本社・東京営業所 ☎(03)5434-7520 Fax.(03)5435-0264
	●大阪営業所 ☎(06)4803-8280 Fax.(06)4803-8284
	●福山営業所 ☎(084)941-1444 Fax.(084)943-5643
■バルカー・ガーロック・ジャパン株式会社	●本 社 ☎(03)5434-7431 Fax.(03)5436-0579

<http://www.valqua.co.jp>

※VALQUAの登録商標はVALUEとQUALITYを意味します。 ※本誌の内容は当社のホームページにも掲載しております。  
※許可なく転載・複製することを禁じます。