



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2012-0121397
 (43) 공개일자 2012년11월05일

- | | |
|---|--|
| (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
COIB 31/04 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-7021760
(22) 출원일자(국제) 2011년02월14일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2012년08월20일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2011/000810
(87) 국제공개번호 WO 2011/102107
국제공개일자 2011년08월25일
(30) 우선권주장
JP-P-2010-035865 2010년02월22일 일본(JP) | (71) 출원인
가부시키가이샤 가네카
일본국 오사카 오사카시 기타구 나카노시마 3초메 2-4
(72) 발명자
오타 유스케
일본국 오사카후 세츠시 도리카이니시 5-1-1 가부
시키가이샤 가네카 내
이나다 다카시
일본국 오사카후 세츠시 도리카이니시 5-1-1 가부
시키가이샤 가네카 내
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
문두현, 문기상 |
|---|--|

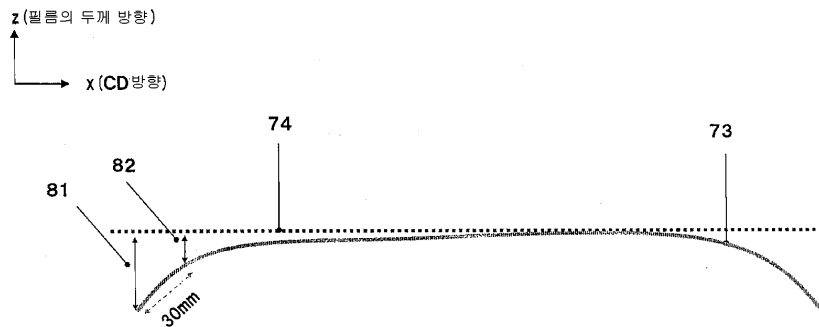
전체 청구항 수 : 총 50 항

(54) 발명의 명칭 **그래파이트 필름의 제조 방법 및 바뀌감기 방법, 그리고 그래파이트 복합 필름 및 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법**

(57) 요약

매우 낮은 평균 인열(引裂) 하중을 나타내는 그래파이트 필름은, 그 제조 공정 및 가공 공정에서 찢어짐 불량, 엇감김 불량, 주름 불량, 치수 정밀도 불량 등, 다양한 불량이 발생하기 쉽다. 이와 같은 그래파이트 필름이어도, 1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성(卷取性) 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하의 조건을 충족시키는 그래파이트 필름을 사용함으로써 이들에 불량을 억제할 수 있다.

대표도 - 도8



(72) 발명자

미시로 마코토

일본국 오사카후 세츠시 도리카이니시 5-1-1 가부
시키가이샤 가네카 내

니시카와 야스시

일본국 오사카후 세츠시 도리카이니시 5-1-1 가부
시키가이샤 가네카 내

이나다 다카시

일본국 오사카후 세츠시 도리카이니시 5-1-1 가부
시키가이샤 가네카 내

특허청구의 범위

청구항 1

롤에 권부(卷付)한 하기 1), 2)의 특징을 갖는 그래파이트 필름을 권출(卷出)하여, 다른 롤로 권취(卷取)하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름을 바꿔감기하는 방법.

1) JIS K7128에 의한 트라우저(trouser) 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하.

청구항 2

제1항에 있어서,

그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부(最端部)에 있어서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이, 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름을 바꿔감기하는 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

그래파이트 필름의 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름을 바꿔감기하는 방법.

청구항 4

롤에 권부한 하기 1), 2)의 특징을 갖는 그래파이트 필름을 권출하여, 다른 롤로 권취하기까지의 동안에, 슬릿 날을 사용하여 당해 그래파이트 필름을 슬릿하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하.

청구항 5

제4항에 있어서,

그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 6

제4항 또는 제5항에 있어서,

그래파이트 필름의 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 7

제4항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름이, 권심(卷芯)에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정에 있어서, 당해 권심과, 권심을 수납하는 외통에 의해 구성되는 용기를 구비하고, 당해 용기가 통기성을 갖는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 8

제4항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정 중 적어도 일부, 불활성 가스를 도입하면서 $-0.08\text{MPa}\sim 0.01\text{kPa}$ 의 범위에서 감압하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 9

제4항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름이, 권심에 탄화한 고분자 필름으로 이루어지는 열처리 필름을 권부한 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하는 그래파이트화 공정을 갖는 그래파이트 필름의 제조 방법에 의해 얻어지는 그래파이트 필름으로서, 상기 그래파이트화 공정은, 상기 열처리 필름의 권체(卷締)를 행하는 권체 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 10

롤에 권부한 하기 1), 2)의 특징을 갖는 그래파이트 필름을 권출하여, 다른 롤로 권취하기까지의 동안에, 당해 그래파이트 필름을 압축하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하.

청구항 11

제10항에 있어서,

그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a 값이 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 12

제10항 또는 제11항에 있어서,

그래파이트 필름의 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 13

제10항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름의 폭이 200mm 이상인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 14

제10항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정에 있어서, 당해 권심과, 권심을 수납하는 외통에 의해 구성되는 용기를 구비하고, 당해 용기가 통기성을 갖는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 15

제10항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정 중 적어도 일부, 불활성 가스를 도입하면서 $-0.08\text{MPa}\sim 0.01\text{kPa}$ 의 범위에서 감압하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 16

제10항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름이, 권심에 탄화한 고분자 필름으로 이루어지는 열처리 필름을 권부한 상태에서, 2000°C

이상의 온도에서 열처리를 행하는 그래파이트화 공정을 갖는 그래파이트 필름의 제조 방법에 의해 얻어지는 그래파이트 필름으로서, 상기 그래파이트화 공정은, 상기 열처리 필름의 권체를 행하는 권체 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 17

롤에 권부한 하기 1), 2)의 특징을 갖는 그래파이트 필름을 권출하여, 다른 롤로 권취하기까지의 동안에, 당해 그래파이트 필름을 라미네이트하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하.

청구항 18

제17항에 있어서,

그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 19

제17항 또는 제18항에 있어서,

그래파이트 필름의 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 20

제17항 내지 제19항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름의 폭이 200mm 이상인 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 21

제17항 내지 제20항 중 어느 한 항에 있어서,

그래파이트 필름이 제1롤과 접촉 개시하는 점과 제1롤의 중점과 제1롤 / 제2롤의 접점이 이루는 각도 b가 5도 이상인 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 22

제17항 내지 제21항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 복합 필름이 그래파이트 필름과 점착층 또는 접착층을 갖는 시트를 첩합하여 제조되고, 점착층 또는 접착층을 갖는 시트의 두께가 60 μ m 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 23

제17항 내지 제22항 중 어느 한 항에 있어서,

점착층 또는 접착층을 갖는 시트로부터 세퍼레이터를 벗기면서, 상기 제1롤과 제2롤 사이에 연속 공급하는 그래파이트 시트 복합품의 제조 방법으로서, 시트로부터 세퍼레이터를 벗기는 각도가 90도 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 24

제17항 내지 제23항 중 어느 한 항에 있어서,

(점착층 또는 접착층을 갖는 시트의 TD 방향의 길이)가 (그래파이트 필름의 TD 방향의 길이)보다도 5mm 이상 긴 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 25

제17항 내지 제24항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 제1롤 및 제2롤이, 크라운롤과 플랫롤의 조합인 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 26

제17항 내지 제25항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정에 있어서, 당해 권심과, 권심을 수납하는 외통에 의해 구성되는 용기를 구비하고, 당해 용기가 통기성을 갖는 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 27

제17항 내지 제25항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정 중 적어도 일부, 불활성 가스를 도입하면서 $-0.08\text{MPa} \sim 0.01\text{kPa}$ 의 범위에서 감압하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 28

제17항 내지 제25항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 그래파이트 필름이, 권심에 탄화한 고분자 필름으로 이루어지는 열처리 필름을 권부한 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하는 그래파이트화 공정을 갖는 그래파이트 필름의 제조 방법에 의해 얻어지는 그래파이트 필름으로서, 상기 그래파이트화 공정은, 상기 열처리 필름의 권체를 행하는 권체 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 29

롤에 권부한 하기 1), 2)의 특징을 갖는 그래파이트 필름을 사용한 그래파이트 필름, 또는 롤에 권부한 제17항 내지 제25항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름을 권출하여, 다른 롤로 권취하기까지의 동안에, 당해 그래파이트 필름 또는 당해 그래파이트 복합 필름을 빼기 가공하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하.

청구항 30

제29항에 기재된 그래파이트 필름이 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 31

제29항 또는 제30항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름이 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 32

제29항 내지 제31항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름이 적어도 편면에 접촉층 또는 접촉층을 갖는 시트가 형성하는 공정과, 하프 컷하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 33

제29항 내지 제32항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 주변 단부의 일부가, 접촉층 또는 접촉층을 갖는 시트로 피복하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 34

제29항 내지 제33항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정에 있어서, 당해 권심과, 권심을 수납하는 외통에 의해 구성되는 용기를 구비하고, 당해 용기가 통기성을 갖는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 35

제29항 내지 제33항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정 중 적어도 일부, 불활성 가스를 도입하면서 $-0.08\text{MPa}\sim 0.01\text{kPa}$ 의 범위에서 감압하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 36

제29항 내지 제33항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름이, 권심에 탄화한 고분자 필름으로 이루어지는 열처리 필름을 권부한 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하는 그래파이트화 공정을 갖는 그래파이트 필름의 제조 방법에 의해 얻어지는 그래파이트 필름으로서, 상기 그래파이트화 공정은, 상기 열처리 필름의 권체를 행하는 권체 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 37

제29항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 38

제29항 또는 제30항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 39

제29항 내지 제31항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이 적어도 편면에 점착층 또는 접착층을 갖는 시트가 형성하는 공정과, 하프 컷하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 40

제29항 내지 제32항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름의 주변 단부의 일부가, 점착층 또는 접착층을 갖는 시트로 피복하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 41

제29항 내지 제33항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정에 있어서, 당해 권심과, 권심을 수납하는 외통에 의해 구성되는 용기를 구비하고, 당해 용기가 통기성을 갖는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 42

제29항 내지 제33항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정 중 적어도 일부, 불활성 가스를 도입하면서 $-0.08\text{MPa}\sim 0.01\text{kPa}$ 의 범위에서 감압하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 43

제29항 내지 제33항 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이, 권심에 탄화

한 고분자 필름으로 이루어지는 열처리 필름을 권부한 상태에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행하는 그래파이트화 공정을 갖는 그래파이트 필름의 제조 방법에 의해 얻어지는 그래파이트 필름으로서, 상기 그래파이트화 공정은, 상기 열처리 필름의 권체를 행하는 권체 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 44

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

바꿔감기에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기(內卷)가 되도록 감은 상태에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름을 바꿔감기하는 방법.

청구항 45

제4항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서,

슬릿에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 46

제10항 내지 제16항 중 어느 한 항에 있어서,

압축에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.

청구항 47

제17항 내지 제28항 중 어느 한 항에 있어서,

라미네이트에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법.

청구항 48

제29항 내지 제36항 중 어느 한 항에 있어서,

빼기 가공에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 49

제37항 내지 제43항 중 어느 한 항에 있어서,

빼기 가공에 사용하는 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법.

청구항 50

JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 평균 인열(引裂) 하중이 낮은 그래파이트 필름, 그래파이트 복합 필름 및 그래파이트 빼기(拔) 가공품에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반의 플라스틱 필름 등에 비해, 그래파이트 필름은 인열 강도가 약하다는 특징이 있고, 그래파이트 필름에는, 익스팬드법에 의해 제조된 그래파이트 필름(천연 흑연 시트라고도 함)과 고분자 열분해법에 의해 제조된 그래파이트 필름(고분자 소성 그래파이트 필름이라고도 함)이 있다.

[0003] 천연 흑연 시트의 경우, 통상은 그래파이트 필름 분자 구조가 평면 방향과 평행하게 규칙적으로 배향하는 정도가 크지 않기 때문에 0.1N 정도의 인열 강도(평균 인열 하중)를 갖고 있을 경우가 많지만, 고분자 소성 그래파이트 필름의 경우에는, 그래파이트 필름의 평면 방향의 성능이 향상되는 필름 설계를 행함에 수반하여, 그래파이트의 분자 구조가 보다 평면 방향과 평행하게 규칙적으로 배향하기 때문에, 전단 방향의 응력에 대응할 수 없어 인열 강도(평균 인열 하중)가 작아지게 되는 경향에 있다.

[0004] 그래파이트 필름은 점착재층이나 절연 필름 그 외의 보호 필름층 등과의 복합품 등에 가공하여 사용되는 케이스가 있으며, 이와 같은 가공 공정에서는 평균 인열 강도가 낮은 필름은 찢어짐이나 엇감김 등의 불량 발생한다는 결점을 갖는다.

[0005] 즉, 그래파이트 필름은, 그래파이트 필름을 고성능화함에 수반하여, 가공 공정의 불량이 증대한다는 과제를 갖고 있다. 특히, 평균 인열 하중이 0.08N 이하라는 매우 취약한 그래파이트 필름에 있어서는 큰 과제였다.

[0006] 소정의 연화점을 갖는 열가소성 중합체의 박막을 천연 흑연 시트 위에 겹쳐, 온도를 제어한 2개의 캘린더를 사이에 연속법으로 공급하여 라미네이트를 형성하여, 천연 흑연 시트를 보강하는 방법이 개시되어 있지만(특허문헌 1), 이 기술을 평균 인열 하중이 0.08N 이하의 그래파이트 필름에 적용했을 경우에는, 2개의 롤 사이의 공급 바로 전에, 도 18과 같이 고분자 소성 그래파이트 필름이 단부(端部)로부터 찢어져, 첩합(貼合)할 수 없다.

[0007] 또한, 매엽(枚葉) 타입의 고분자 소성 그래파이트 필름(1매 마다의 시트상(狀)의 원료 고분자 필름으로부터 생산되는 고분자 소성 그래파이트 필름을 의미한다. 긴 권물(卷物) 원료 고분자 필름으로부터 생산되는 고분자 소성 그래파이트 필름과 구별하기 위해 사용한다)과 점착재를 갖는 시트를 라미네이터에 의해 첩합하여 보강하는 방법이 개시되어 있지만(특허문헌 2), 이 기술을 평균 인열 하중이 0.08N 이하이며, 또한 길이 1000mm 이상의 그래파이트 필름에 적용했을 경우에는, 2개의 롤 사이의 공급 바로 전에, 도 18과 같이 고분자 소성 그래파이트 필름이 단부로부터 찢어져버려, 첩합할 수 없다.

[0008] 이와 같이 평균 인열 하중이 0.08N 이하라는 매우 취약한 그래파이트 필름에 있어서는 가공 공정에서의 불량(예를 들면, 찢어짐, 엇감김, 주름 등의 발생)이 큰 과제였다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0009] (특허문헌 0001) 일본국 특개평6-024872호 공보
- (특허문헌 0002) 일본국 특개2007-261087호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명은 이와 같은 매우 낮은 평균 인열 하중을 나타내는 그래파이트 필름을 가공 공정에서의 불량을 생기기 어렵게 하여, 가공하는 것을 과제로 하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 즉, 본 발명은 롤에 권부(卷付)한 하기 1), 2)의 특징을 갖는 그래파이트 필름을 권출(卷出)하여, 다른 롤로 권취(卷取)하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름을 바꿔감기하는 방법. 1) JIS K7128에 의한 트라우저(trouser) 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있

어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하(청구항 1)에 관한 것이다.

- [0012] 본 발명은 그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이, 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 청구항 1에 기재된 그래파이트 필름을 바꿔감기하는 방법(청구항 2)에 관한 것이다.
- [0013] 본 발명은 그래파이트 필름의 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 청구항 1?2 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름을 바꿔감기하는 방법(청구항 3)에 관한 것이다.
- [0014] 본 발명은 물에 권부한 하기 1), 2)의 특징을 갖는 그래파이트 필름을 권출하여, 다른 물로 권취하기까지의 동안에, 슬릿날을 사용하여 당해 그래파이트 필름을 슬릿하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.
- [0015] 1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하(청구항 4)에 관한 것이다.
- [0016] 본 발명은 그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 청구항 4에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 5)에 관한 것이다.
- [0017] 본 발명은 그래파이트 필름의 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 청구항 4 또는 5 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 6)에 관한 것이다.
- [0018] 본 발명은 상기 그래파이트 필름이, 권심(卷芯)에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정에 있어서, 당해 권심과, 권심을 수납하는 외통(外筒)에 의해 구성되는 용기를 구비하고, 당해 용기가 통기성을 갖는 것을 특징으로 하는 청구항 4 내지 청구항 6 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 7)에 관한 것이다.
- [0019] 본 발명은 상기 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정 중 적어도 일부, 불활성 가스를 도입하면서 -0.08MPa?0.01kPa의 범위에서 감압하는 것을 특징으로 하는 청구항 4 내지 청구항 6 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 8)에 관한 것이다.
- [0020] 본 발명은 상기 그래파이트 필름이, 권심에 탄화한 고분자 필름으로 이루어지는 열처리 필름을 권부한 상태에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행하는 그래파이트화 공정을 갖는 그래파이트 필름의 제조 방법에 의해 얻어지는 그래파이트 필름으로서, 상기 그래파이트화 공정은, 상기 열처리 필름의 권체(卷締)를 행하는 권체 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 청구항 4 내지 청구항 6 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 9)에 관한 것이다.
- [0021] 본 발명은 물에 권부한 하기 1), 2)의 특징을 갖는 그래파이트 필름을 권출하여, 다른 물로 권취하기까지의 동안에, 당해 그래파이트 필름을 압축하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름의 제조 방법.
- [0022] 1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하(청구항 10)에 관한 것이다.
- [0023] 본 발명은 그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 청구항 10에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 11)에 관한 것이다.
- [0024] 본 발명은 그래파이트 필름의 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 청구항 10 내지 청구항 11 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 12)에 관한 것이다.
- [0025] 본 발명은 상기 그래파이트 필름의 폭이 200mm 이상인 것을 특징으로 하는 청구항 10 내지 청구항 12 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 13)에 관한 것이다.
- [0026] 본 발명은 상기 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐

제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정에 있어서, 당해 권심과, 권심을 수납하는 외통에 의해 구성되는 용기를 구비하고, 당해 용기가 통기성을 갖는 것을 특징으로 하는 청구항 10 내지 청구항 13 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 14)에 관한 것이다.

- [0027] 본 발명은 상기 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정 중 적어도 일부, 불활성 가스를 도입하면서 $-0.08\text{MPa} \sim 0.01\text{kPa}$ 의 범위에서 감압하는 것을 특징으로 하는 청구항 10 내지 청구항 13 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 15)에 관한 것이다.
- [0028] 본 발명은 상기 그래파이트 필름이, 권심에 탄화한 고분자 필름으로 이루어지는 열처리 필름을 권부한 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하는 그래파이트화 공정을 갖는 그래파이트 필름의 제조 방법에 의해 얻어지는 그래파이트 필름으로서, 상기 그래파이트화 공정은, 상기 열처리 필름의 권체를 행하는 권체 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 청구항 10 내지 청구항 13 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 16)에 관한 것이다.
- [0029] 본 발명은 롤에 권부한 하기 1), 2)의 특징을 갖는 그래파이트 필름을 권출하여, 다른 롤로 권취하기까지의 동안에, 당해 그래파이트 필름을 라미네이트하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 복합 필름의 제조 방법. 1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하(청구항 17)에 관한 것이다.
- [0030] 본 발명은 그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 청구항 17에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 18)에 관한 것이다.
- [0031] 본 발명은 그래파이트 필름의 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 18 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 19)에 관한 것이다.
- [0032] 본 발명은 상기 그래파이트 필름의 폭이 200mm 이상인 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 19 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 20)에 관한 것이다.
- [0033] 본 발명은 그래파이트 필름이 제1롤과 접촉 개시하는 점과 제1롤의 중점과 제1롤 / 제2롤의 접점이 이루는 각도 b 가 5° 이상인 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 20에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 21)에 관한 것이다.
- [0034] 본 발명은 상기 그래파이트 복합 필름이 그래파이트 필름과 점착층 또는 접착층을 갖는 시트를 접합하여 제조되고, 점착층 또는 접착층을 갖는 시트의 두께가 $60\mu\text{m}$ 이하인 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 21 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 22)에 관한 것이다.
- [0035] 본 발명은 점착층 또는 접착층을 갖는 시트로부터 세퍼레이터를 벗기면서, 상기 제1롤과 제2롤 사이에 연속 공급하는 그래파이트 시트 복합품의 제조 방법으로서, 시트로부터 세퍼레이터를 당겨벗기는 각도가 90° 이하인 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 22 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 23)에 관한 것이다.
- [0036] 본 발명은 (점착층 또는 접착층을 갖는 시트의 TD 방향의 길이)가 (그래파이트 필름의 TD 방향의 길이)보다도 5mm 이상 긴 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 23 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 24)에 관한 것이다.
- [0037] 본 발명은 상기 제1롤 및 제2롤이, 크라운롤과 플랫롤의 조합인 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 24 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 25)에 관한 것이다.
- [0038] 본 발명은 상기 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정에 있어서, 당해 권심과, 권심을 수납하는 외통에 의해 구성되는 용기를 구비하고, 당해 용기가 통기성을 갖는 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 25 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 26)에 관한 것이다.
- [0039] 본 발명은 상기 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정 중 적어도 일부, 불활성 가스를 도입하면서 $-0.08\text{MPa} \sim 0.01\text{kPa}$ 의

범위에서 감압하는 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 25 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 27)에 관한 것이다.

- [0040] 본 발명은 상기 그래파이트 필름이, 권심에 탄화한 고분자 필름으로 이루어지는 열처리 필름을 권부한 상태에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행하는 그래파이트화 공정을 갖는 그래파이트 필름의 제조 방법에 의해 얻어지는 그래파이트 필름으로서, 상기 그래파이트화 공정은, 상기 열처리 필름의 권체를 행하는 권체 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 25 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 28)에 관한 것이다.
- [0041] 본 발명은 물에 권부한 하기 1), 2)의 특징을 갖는 그래파이트 필름을 사용한 그래파이트 필름, 또는 물에 권부한 청구항 17 내지 청구항 25 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름을 권출하여, 다른 물로 권취하기까지의 동안에, 당해 그래파이트 필름 또는 당해 그래파이트 복합 필름을 빼기 가공하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법. 1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하(청구항 29)에 관한 것이다.
- [0042] 본 발명은 청구항 29에 기재된 그래파이트 필름이 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 30)에 관한 것이다.
- [0043] 본 발명은 청구항 29 또는 청구항 30 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름이 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 31)에 관한 것이다.
- [0044] 본 발명은 청구항 29?청구항 31 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름이 적어도 편면에 점착층 또는 점착층을 갖는 시트가 형성되는 공정과, 하프 컷하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 32)에 관한 것이다.
- [0045] 본 발명은 청구항 29 내지 청구항 32 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 주변 단부의 일부가, 점착층 또는 점착층을 갖는 시트로 피복하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 33)에 관한 것이다.
- [0046] 본 발명은 청구항 29 내지 청구항 33 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정에 있어서, 당해 권심과, 권심을 수납하는 외통에 의해 구성되는 용기를 구비하고, 당해 용기가 통기성을 갖는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 34)에 관한 것이다.
- [0047] 본 발명은 청구항 29 내지 청구항 33 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정 중 적어도 일부, 불활성 가스를 도입하면서 -0.08MPa?0.01kPa의 범위에서 감압하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 35)에 관한 것이다.
- [0048] 본 발명은 청구항 29 내지 청구항 33 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름이, 권심에 탄화한 고분자 필름으로 이루어지는 열처리 필름을 권부한 상태에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행하는 그래파이트화 공정을 갖는 그래파이트 필름의 제조 방법에 의해 얻어지는 그래파이트 필름으로서, 상기 그래파이트화 공정은, 상기 열처리 필름의 권체를 행하는 권체 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 36)에 관한 것이다.
- [0049] 본 발명은 청구항 29에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이 5mm 이상 50mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 37)에 관한 것이다.
- [0050] 본 발명은 청구항 29 또는 청구항 30 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐이 10mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 38)에 관한 것이다.
- [0051] 본 발명은 청구항 29 내지 청구항 31 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이 적어도 편면에 점착층 또는 점착층을 갖는 시트가 형성되는 공정과, 하프 컷하는 공정을 포함하는 것을

특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 39)에 관한 것이다.

- [0052] 본 발명은 청구항 29 내지 청구항 32 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름의 주변 단부의 일부가, 점착층 또는 점착층을 갖는 시트로 피복하는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 40)에 관한 것이다.
- [0053] 본 발명은 청구항 29 내지 청구항 33 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정에 있어서, 당해 권심과, 권심을 수납하는 외통에 의해 구성되는 용기를 구비하고, 당해 용기가 통기성을 갖는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 41)에 관한 것이다.
- [0054] 본 발명은 청구항 29 내지 청구항 33 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이, 권심에 고분자 필름을 권부한 상태에서 열처리를 행하는 탄화 공정을 거쳐 제조된 그래파이트 필름으로서, 당해 탄화 공정 중 적어도 일부, 불활성 가스를 도입하면서 $-0.08\text{MPa} \sim 0.01\text{kPa}$ 의 범위에서 감압하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 42)에 관한 것이다.
- [0055] 본 발명은 청구항 29 내지 청구항 33 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이, 권심에 탄화한 고분자 필름으로 이루어지는 열처리 필름을 권부한 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하는 그래파이트화 공정을 갖는 그래파이트 필름의 제조 방법에 의해 얻어지는 그래파이트 필름으로서, 상기 그래파이트화 공정은, 상기 열처리 필름의 권체를 행하는 권체 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 43)에 관한 것이다.
- [0056] 본 발명은 바뀌감기에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기(內卷)가 되도록 감은 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 청구항 1 내지 청구항 3 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름을 바뀌감기하는 방법(청구항 44)에 관한 것이다.
- [0057] 본 발명은 슬릿에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 청구항 4 내지 청구항 9 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 45)에 관한 것이다.
- [0058] 본 발명은 압축에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 청구항 10 내지 청구항 16 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 필름의 제조 방법(청구항 46)에 관한 것이다.
- [0059] 본 발명은 라미네이트에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 청구항 17 내지 청구항 28 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 복합 필름의 제조 방법(청구항 47)에 관한 것이다.
- [0060] 본 발명은 빼기 가공에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 청구항 29 내지 청구항 36 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 48)에 관한 것이다.
- [0061] 본 발명은 빼기 가공에 사용하는 그래파이트 복합 필름에 사용하는 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태에서, 2000°C 이상의 온도에서 열처리를 행하여 얻어진 그래파이트 필름인 것을 특징으로 하는 청구항 37 내지 청구항 43 중 어느 한 항에 기재된 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법(청구항 49)에 관한 것이다.
- [0062] 본 발명은 JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하인 것을 특징으로 하는 그래파이트 필름(청구항 50)에 관한 것이다.

발명의 효과

- [0063] 본 발명의 그래파이트 필름의 바뀌감기 방법에 의하면, 그래파이트 필름이 찢어지지 않고 바뀌감을 수 있다.
- [0064] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름의 바뀌감기 방법에 의하면, 그래파이트 필름이 엇감김을 일으키지 않고 바뀌감을 수 있다.

- [0065] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름이 찢어지지 않고, 그래파이트 필름을 제조할 수 있다.
- [0066] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름이 엇감김을 일으키지 않고, 그래파이트 필름을 제조할 수 있다.
- [0067] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름이 엷지의 불량을 발생시키지 않고, 그래파이트 필름을 제조할 수 있다.
- [0068] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름 복합 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름과 점착재층 등의 적층 대상물과 첩합할 때에 주름의 발생을 억제할 수 있다.
- [0069] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름 복합 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름과 점착재층 등의 적층 대상물과 첩합할 때에 엇감김의 발생을 억제할 수 있다.
- [0070] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름 복합 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름과 점착재층 등의 적층 대상물과 첩합할 때에 찢어짐의 발생을 억제할 수 있다.
- [0071] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름 빼기 가공품의 제조 방법에 의하면, 찢어짐의 발생을 억제할 수 있다.
- [0072] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름 빼기 가공품의 제조 방법에 의하면, 치수 정밀도 불량의 발생을 억제할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0073] 도 1은 바뀌감기하는 방법의 모식도.
- 도 2는 슬릿하는 공정의 모식도.
- 도 3은 단판 연속 프레스의 모식도.
- 도 4는 롤 압연 공정의 모식도.
- 도 5는 라미네이트하는 공정의 모식도.
- 도 6은 빼기 가공하는 공정의 모식도.
- 도 7은 JIS C2151에 기재된 느슨해짐 측정의 모식도.
- 도 8은 a값의 모식도.
- 도 9는 JIS C2151에 기재된 구부러짐 측정의 모식도.
- 도 10은 그래파이트 필름의 제1롤에의 공급 방법의 모식도.
- 도 11은 (제1롤과 그래파이트 필름의 접촉 개시점) - (제1롤의 중심점) - (제1롤 / 제2롤의 접점)의 이루는 각도 b의 설명도.
- 도 12는 2면 봉지(封止) 그래파이트 복합품 필름의 모식도.
- 도 13은 크라운 형상의 롤의 모식도.
- 도 14는 그래파이트 빼기 가공품 그 1
- 도 15는 그래파이트 빼기 가공품 그 2
- 도 16은 그래파이트 빼기 가공품 그 3
- 도 17은 그래파이트 빼기 가공품의 상품 형태.
- 도 18은 그래파이트 필름의 찢어짐 불량의 개관 사진.
- 도 19는 그래파이트 필름의 엇감김 불량의 개관 사진.
- 도 20은 그래파이트 필름의 엷지의 버르(burr) 불량의 개관 사진.
- 도 21은 그래파이트 필름의 접힘 주름 불량의 개관 사진.

- 도 22는 첩합 주름의 개관 사진.
- 도 23은 제조 조건의 차이에 의한 그래파이트 필름의 느슨해짐의 차이.
- 도 24는 느슨해짐의 설명.
- 도 25는 열처리 온도와 폴리이미드 필름의 수축 팽창의 관계.
- 도 26은 원통 용기에 폴리이미드 필름을 권부한 상태에서의 탄화의 일례.
- 도 27은 원통 용기에 폴리이미드를 권부한 상태에서의 흑연화의 일례.
- 도 28은 그래파이트 필름의 평균 인열 하중, 두께의 측정 포인트의 설명.
- 도 29는 긴 그래파이트 필름을 라미네이터에 연속 공급하고, 연속적으로 라미네이트하는 방법.
- 도 30은 고분자 필름의 휨.
- 도 31은 중앙의 느슨해짐과 단부의 느슨해짐의 개략도.
- 도 32는 그래파이트 필름의 엇지의 휨.
- 도 33은 폴리이미드 필름의 제조 장치의 개략도.
- 도 34는 그래파이트 필름을 당겨늘었을 때의 찢어짐.
- 도 35는 본 발명의 흑연화 공정의 로(爐)에 세로 배치로 셋트한 상태.
- 도 36은 흑연화 공정 후의 그래파이트 필름의 원통 형상의 무너짐.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0074] 본 발명은 1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하의 조건을 충족시키는 그래파이트 필름을 바꿔감기하는 방법, 및 그래파이트 필름의 제조 방법, 그리고 당해 그래파이트 필름을 사용한 그래파이트 복합 필름의 제조 방법 및 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0075] 그래파이트 필름이 JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하로 매우 찢어지기 쉬운 필름이어도, JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하의 조건을 충족시킴으로써, 이하에 나타내는 각 태양(본원에서는, 이들을 총칭할 경우에 「5태양」이라고 함)에서, 불량을 억제할 수 있다.
- [0076] 우선, 본 발명의 그래파이트 필름을 바꿔감기하는 방법에 있어서는, 예를 들면 도 1과 같이, 그래파이트 필름을 한쪽의 롤로부터 권취하고, 다른쪽의 롤로 권취하면서 바꿔감을 수 있다. 필름의 패스라인은 도 1과 같이 직접 권취하는 방법에는 한정되지 않고, 프리롤 등을 거쳐 접으면서 바꿔감아도 된다.
- [0077] 그래파이트 필름이 상기 1) 및 2)의 조건을 충족시킴으로써, 도 18과 같은 그래파이트 필름의 찢어짐 불량, 도 19와 같은 엇감김 불량 등의 불량을 억제할 수 있다.
- [0078] 다음으로, 본 발명의 그래파이트 필름의 제조 방법에 있어서, 그래파이트 필름을 슬릿하는 공정이란, 예를 들면 도 2과 같이 필름을 소정의 폭으로 나누어 자르는 것이다.
- [0079] 그래파이트 필름이 상기 1) 및 2)의 조건을 충족시킴으로써, 도 18과 같은 그래파이트 필름의 찢어짐 불량, 도 19와 같은 엇감김 불량, 도 20의 엇지의 버르 불량 등의 불량을 억제할 수 있다.
- [0080] 그래파이트 필름을 압축하는 공정이란, 발포 그래파이트를 압축하고, 유연성을 부여하는 것이다. 특히, 고분자 필름을 열처리하여 제조되는 그래파이트 필름에서는 효과가 크다. 압축하는 방법으로서, 예를 들면 도 3과 같은 반송하면서 단판을 연속적으로 필름에 압부하는 단판 연속 프레스나, 도 4와 같은 회전하고 있는 롤의 사이를 통과시켜 압축하는 롤 압연을 들 수 있다.
- [0081] 그래파이트 필름이 상기 1) 및 2)의 조건을 충족시킴으로써, 도 18과 같은 그래파이트 필름의 찢어짐 불량, 도 19와 같은 엇감김 불량, 도 21과 같은 접합 주름 불량 등의 불량을 억제할 수 있다.
- [0082] 다음으로, 본 발명의 그래파이트 복합 필름의 제조 방법에 있어서, 그래파이트 필름을 라미네이트하는

공정이란, 예를 들면 도 5와 같이 그래파이트 필름과, 점착층 또는 점착층을 갖는 시트를 첩합하는 것이다. 서로 평행하게 나열된 제1롤과 제2롤 사이에 그래파이트 필름과 점착층 또는 점착층을 갖는 시트를 연속 공급하면서 첩합할 수 있다. 또한, 롤에 열을 가하여 수지를 용융시켜 첩합하는 열 라미네이트도 들 수 있다.

[0083] 그래파이트 필름이 상기 1) 및 2)의 조건을 충족시킴으로써, 도 18과 같은 그래파이트 필름의 찢어짐 불량, 도 22와 같은 첩합 주름 불량 등의 불량을 억제할 수 있다.

[0084] 다음으로, 본 발명의 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법에 있어서, 그래파이트 필름 또는 당해 그래파이트 복합 필름을 빼기 가공하는 공정이란, 예를 들면 도 6과 같이 피나클형(pinnacle-type) 등을 사용하여 필름을 소정의 형상으로 오려낼 수 있다. 그래파이트 필름 단체를 오려내도 되고, 라미네이트 공정에 의해 얻어진 그래파이트 복합 필름을 타발(打拔)해도 된다. 또한, 타발하는 깊이를 조절함으로써, 적층체의 특징의 층만을 남겨 타발하는 하프 커트도 실시할 수 있다.

[0085] 그래파이트 필름이 상기 1) 및 2)의 조건을 충족시킴으로써, 도 18과 같은 그래파이트 필름의 찢어짐 불량, 타발한 필름의 치수의 정밀도가 나빠지는, 치수 정밀도 불량 등의 불량을 억제할 수 있다.

[0086] <그래파이트 필름의 평균 인열 하중과 느슨해짐>

[0087] 본 발명의 그래파이트 필름의 JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중은 0.08N 이하이다. 특히, 열 전도성, 전기 전도성이 우수한 그래파이트 필름의 경우에는, 그래파이트의 결정자가 필름면 방향으로 고도로 배향해 있기 때문에, 평균 인열 하중이 0.08N 이하가 되기 쉽다.

[0088] 본 발명의 그래파이트 필름의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 더욱 0.05N 이하, 특히 0.03N 이하여도, JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하의 조건을 충족시킴으로써, 5태양에서의 불량을 억제할 수 있다.

[0089] 여기에서, JIS C2151에 기재된 필름의 “느슨해짐”이 있는 필름이란, 필름을 인장했을 때, 필름의 일부가 그 범위에서 통상의 필름의 높이 이하로 느슨해진다. 그 측정은, 어떤 일정한 길이의 필름을 되돌려 감아, 도 7과 같이 1500mm 떨어진 2개의 평행한 봉에 직각 방향으로 올려, 중앙부에서 균일한 현수선(懸垂線)으로부터의 편차를 측정한다. 예를 들면 필름의 MD 방향으로 균일하게 장력을 가했을 경우, 필름에 느슨해짐이 있으면 느슨해짐 부분에는 힘이 가해지기 어렵다. 즉, 필름의 단부에 느슨해짐이 있으면 느슨해짐 부분에 힘이 가해지기 어렵기 때문에 찢어짐을 억제할 수 있다.

[0090] 본 발명의 그래파이트 필름의 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐은 5mm 이상 80mm 이하이다. 느슨해짐의 최적의 범위는 5mm 이상 80mm 이하, 바람직하게는 20mm 이상 70mm 이하, 더 바람직하게는 30mm 이상 50mm 이하이다. 느슨해짐이 5mm 이상이면, 비틀림이나 장력에 대하여 응력이 분산되기 때문에 찢어짐 불량을 억제할 수 있다. 한편, 느슨해짐이 80mm 이하이면, 엇감김 불량, 주름 불량, 그래파이트 빼기 가공품의 치수 정밀도 불량을 억제할 수 있다. 본 발명에서는, 그래파이트 필름의 a값이나 구부러짐을 특정의 범위로 제어함으로써, 찢어짐 등의 불량을 더 억제할 수 있다.

[0091] <그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값>

[0092] 본 발명의 그래파이트 필름은, (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값이 5mm 이상 50mm 이하인 것이 그래파이트 필름의 찢어짐 억제의 시점에서 바람직하다. 도 8에 a값의 모식도를 나타냈다. 필름의 찢어짐 불량은 필름의 단부로부터 발생하기 때문에, 필름의 찢어짐 용이성은 단부의 느슨해짐인 a값에 영향을 받는다. a값은, 보다 바람직하게는 10mm 이상 45mm 이하, 더 바람직하게는 20mm 이상 40mm 이하이다. a값이 5mm 이상이면, 비틀림이나 장력에 대하여 단부에 걸리는 응력이 분산되기 때문에 5태양에서의 찢어짐 불량을 억제할 수 있다. a값이 50mm 이하이면, 엇감김 불량이나, 첩합 주름 불량, 그래파이트 빼기 가공품의 치수 정밀도 불량을 억제할 수 있다.

[0093] <그래파이트 필름의 구부러짐>

[0094] 본 발명의 그래파이트 필름의 JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 구부러짐은, 10mm 이하인 것이 바람직하다. 도 9에 구부러짐의 모식도를 나타냈다. 본 발명의 그래파이트 필름의 구부러짐은, 보다 바람직하게는 5mm 이하, 더 바람직하게는 3mm 이하이다. 구부러짐이 10mm 이하이면, 비틀림이나 장력에 대하여 응력이 분산되기 때문에 5태양에서의 찢어짐 불량을 억제할 수 있다. 또한, 엇감김 불량, 주름 불량, 그래파이트 빼기

가공품의 치수 정밀도 불량을 억제할 수 있다.

[0095] <그래파이트 필름의 길이>

[0096] 그래파이트 필름의 길이란, 필름의 장편(長編) 방향의 길이이다. 느슨해짐의 정도가 동등해도, 그래파이트 필름의 길이가 짧아지면, 바뀌감기가 용이해진다. 그래파이트 필름의 길이가 180mm 정도의 매엽 사이즈이면 취급이 매우 용이하다. 그래파이트 필름의 길이가 1000mm를 초과하면 필름 단부에 응력이 집중해, 필름이 찢어지는 등의 불량이 발생하기 쉬워진다. 본 발명에서는, 특히 그래파이트 필름 길이가 1000mm 이상의 매우 취급하기 어려운 필름이어도, 느슨해짐, a값, 구부러짐을 적절히 제어함으로써 찢어지지 않게 작업을 실시할 수 있다.

[0097] <바뀌감기 장력>

[0098] 본 발명의 그래파이트 필름의 바뀌감기 방법에 있어서, 필름의 바뀌감기 장력과, 찢어짐 불량, 엇감김 불량과의 사이에는 관련성이 있다. 장력이 약하면, 엇감김 불량이 발생하기 쉬워지기 때문에, 장력을 강화할 필요가 있지만, 바뀌감기 장력의 고장력화는, 찢어짐 불량을 조장해 버린다. 바뀌감기 장력은, 바람직하게는 3g/cm 이상 400g/cm 이하, 보다 바람직하게는 10g/cm 이상 200g/cm 이하, 더 바람직하게는 20g/cm 이상 80g/cm 이하이다. 3g/cm 이상 400g/cm 이하이면, 찢어짐이나 엇감김과 같은 불량을 발생시키지 않고 바뀌감기를 행할 수 있다.

[0099] <바뀌감기 속도>

[0100] 본 발명의 그래파이트 필름의 바뀌감기 방법에 있어서, 바뀌감기 속도의 고속화는 생산성의 관점에서 중요하지만, 본원 발명의 그래파이트 필름에서는, 바뀌감기 속도의 고속화는 찢어짐이나 엇감김과 같은 불량을 조장해 버린다.

[0101] 본 발명의 그래파이트 필름의 바뀌감기 속도는, 바람직하게는 1m/min 이상 50m/min 이하, 보다 바람직하게는 3m/min 이상 30m/min 이하, 더 바람직하게는 5m/min 이상 20m/min 이하의 속도로 바뀌감으면 된다.

[0102] 바뀌감기 속도가 1m/min 이상이면 생산성이 좋아지고, 50m/min 이하이면 찢어짐이나 엇감김과 같은 불량을 발생시키지 않고 바뀌감기를 행할 수 있다.

[0103] <그래파이트 필름의 두께>

[0104] 본 발명의 그래파이트 필름의 두께는, 바람직하게는 5 μ m 이상 200 μ m 이하, 보다 바람직하게는 10 μ m 이상 100 μ m 이하, 더 바람직하게는 20 μ m 이상 50 μ m 이하이다. 5 μ m 이상 200 μ m 이하이면 찢어짐이나 엇감김을 억제하여 바뀌감기를 행할 수 있다.

[0105] <그래파이트 필름의 폭>

[0106] 본 발명의 그래파이트 필름의 폭(TD 방법의 길이)은, 느슨해짐의 정도가 동등해도, 그래파이트 필름의 폭이 좁아지면 바뀌감기가 용이해진다. 폭이 200mm 이상, 더욱 300mm 이상, 특히 400mm 이상이 되면, 단부에 응력이 집중하기 쉬워 찢어짐 불량이 발생하기 쉽지만, 본 발명의 느슨해짐, a값, 구부러짐의 요인을 제어함으로써, 5태양에서의 찢어짐이나 엇감김 등의 불량을 억제할 수 있다.

[0107] <슬릿날>

[0108] 그래파이트 필름은 결정자가 필름면 방향으로 고도로 배향해 있어, 필름의 절단성은 나쁘다. 이 때문에, 본 발명의 그래파이트 필름의 제조 방법에 있어서의 슬릿 공정에서는, 필름에 부담이 들지 않는 롤날이 적합하다.

[0109] <압축 방법>

[0110] 본 발명의 그래파이트 필름의 제조 방법에 있어서의 압축 공정에서는, 예를 들면, 반송하면서 단판을 연속적으로 필름에 압부하는 단판 연속 프레스나, 회전하고 있는 롤 사이를 통과시켜 압축하는 롤 압연을 사용할 수 있다. 단판 연속 프레스는, 필름의 평탄성에 상관없이 주름을 발생시키지 않고 압축할 수 있지만, 단판을 연속적으로 필름에 압부하기 때문에 필름에 걸리는 장력이 안정되지 않고 찢어짐 불량이 발생하기 쉽다는 경향이 있다. 본 발명의 단판 연속 프레스를 사용한 압축 공정에서는, 느슨해짐, a값, 구부러짐 등의 요인을 제어함으로써 찢어짐이나 엇감김을 억제할 수 있다. 또한, 롤 압연은, 장력을 일정하게 할 수 있기 때문에 필름이 찢어지기 어렵지만, 필름의 느슨해짐이 크면 물에 의한 권입(卷入) 주름이 발생하는 경향이 있다. 본 발명의 롤 압연을 사용한 압축 공정에서는, 느슨해짐, a값, 구부러짐 등의 요인을 제어함으로써, 찢어짐나 엇감김, 권입 주름을 억제할 수 있다.

- [0111] <점착층 또는 접착층을 갖는 시트>
- [0112] 본 발명의 그래파이트 복합 필름에 있어서, 그래파이트 필름과 접합하는 점착층 또는 접착층을 갖는 시트는 특별히 한정되지 않는다. 점착층을 갖는 시트의 구성은, 예를 들면 점착층으로 이루어지는 필름, 점착층 / 기재로 이루어지는 필름, 점착층 / 기재 / 점착층 등을 들 수 있다. 점착층으로서는, 실리콘계, 아크릴계, 합성 고무계 등의 점착제를 사용할 수 있다. 기재로서는, 폴리이미드계 수지, 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET)계 수지, 폴리페닐렌설파이드(PPS)계 수지, 폴리에틸렌나프탈레이트(PEN)계 수지, 폴리에스테르계 수지나, 알루미늄박이나 구리박 등의 금속 시트 등을 사용할 수 있다. 접착층을 갖는 시트의 구성으로서는, 예를 들면 접착층으로 이루어지는 필름, 점착층 / 기재로 이루어지는 필름, 점착층 / 기재 / 점착층 등을 들 수 있다. 점착층으로서는, 폴리이미드계, 에폭시계 등의 열경화형의 수지 점착제를 사용할 수 있다. 점착층으로서 용융 상태로 접착시키는 열가소성 수지 등도 사용할 수 있다. 기재로서는, 폴리이미드계 수지, 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET)계 수지, 폴리페닐렌설파이드(PPS)계 수지, 폴리에틸렌나프탈레이트(PEN)계 수지, 폴리에스테르계 수지나, 알루미늄박, 구리박 등의 금속 시트, CFRP(카본 파이버 강화 재료), 탄소 섬유 펠트, 및 다른 탄소 재료 등을 사용할 수 있다.
- [0113] <제1롤, 제2롤>
- [0114] 본 발명의 그래파이트 복합 필름의 제조 방법에 있어서 사용하는 제1롤 및 제2롤은, 라미네이터 장치 등에 부착된 그래파이트 필름과 점착층 또는 접착층을 갖는 시트를 접합하기 위한 롤이다. 제1롤이란 그래파이트 필름층의 롤이고, 제2롤이란 점착층 또는 접착층을 갖는 시트층의 롤이다. 제1롤과 제2롤의 위치 관계는 특별히 한정되지 않고, 어느 것이 상측에 있어도 상관없다. 본 발명의 제1롤, 제2롤은 온도 제어를 할 수 있는 타입의 것이어도 상관없다.
- [0115] 제1롤과 제2롤 사이에 공급되는 그래파이트 필름 및 접합하는 재료는 연속적으로 공급된다. 연속 공급하는 방법으로서, 예를 들면 긴 시트의 권물(卷物)을 권출롤에 설치하여, 권출하면서 2개의 롤 사이에 공급하는 방법을 들 수 있다. 권출롤에 토크를 걸어 장력을 컨트롤하면서 공급할 수도 있다.
- [0116] 본 발명의 그래파이트 필름의 롤 사이(제1롤과 제2롤 사이)에의 공급 방법으로서, 제1롤에 그래파이트 필름을 접촉시키면서 공급하면 된다. 도 10의 101에 나타내는 바와 같이, 찰기가 없이 플랫한 상태로 공급할 수 없는 필름이나 느슨해짐이 큰 필름의 경우에는 이를 롤 사이에 공급하면 롤이 필름의 요철을 권입하게 되어 접합 주름이 발생한다. 도 10의 102와 같이, 롤에 접촉시키면서 필름 등을 공급함으로써 요철이 생기지 않고 주름 불량을 발생시키지 않도록 접합하는 것이 가능하다.
- [0117] <본 발명의 그래파이트 필름이 제1롤과 접촉 개시하는 점과 제1롤의 중점과 제1롤 / 제2롤의 접점이 이루는 각도 b>
- [0118] 본 발명의 그래파이트 필름이 제1롤과 접촉 개시하는 점과 제1롤의 중점과 제1롤 / 제2롤의 접점이 이루는 각도 b는, 도 11에 나타내는 바와 같이 제1롤에 대한 그래파이트 필름의 감음 각도인 것이다. 제1롤과 그래파이트 필름의 접촉 개시점은 도 11의 114이며, 제1롤의 중심점은 115이고, 제1롤 / 제2롤의 접점은 116이다. 그래파이트 필름을 제1롤에 접촉시키면서, 롤 사이에 연속 공급할 때, b를 제어하는 것이 중요하다. 예를 들면, 느슨해짐이나 a값이 큰 그래파이트 필름을 사용할 경우에는 b를 크게 함으로써 접합 주름을 억제할 수 있다. 본 발명의 b로서는, 바람직하게는 5도 이상, 보다 바람직하게는 45도 이상, 더 바람직하게는 90도 이상이다. 5도 이상이면 접합 주름이 없이 접합할 수 있다.
- [0119] <(제2롤과 점착층 또는 접착층을 갖는 시트의 접촉 개시점) - (제2롤의 중심점) - (제1롤 / 제2롤의 접점)이 이루는 각도 c>
- [0120] 본 발명의 그래파이트 필름을 두께가 얇은 시트(점착층 또는 접착층을 갖는 시트)와 접합할 경우에는, (제2롤과 점착층 또는 접착층을 갖는 시트의 접촉 개시점) - (제2롤의 중심점) - (제1롤 / 제2롤의 접점)이 이루는 각도 c를 제어하는 것이 중요하다.
- [0121] 본 발명의 c로서는, 바람직하게는 5도 이상, 보다 바람직하게는 45도 이상, 더 바람직하게는 90도 이상이다. 5도 이상이면 접합 주름이 없이 접합할 수 있다.
- [0122] <세퍼레이터>
- [0123] 본 발명에서 사용되는 점착층 또는 접착층을 갖는 시트에는, 접촉면 또는 접착면에 세퍼레이터가 첨부되어 있으면 된다. 세퍼레이터를 부착한 점착제를 갖는 시트를 되돌려 감는 힘이 근소해도 되기 때문에, 그래파이트 필름과의 접합을 행하기 쉽다. 예를 들면, 도 5와 같이, 바를 세퍼레이터의 박리의 기점으로 하여, 90도 이내의

각도로 세퍼레이터를 벗기면서, 롤 사이에 접촉층 또는 접착층을 갖는 시트를 공급하면 된다.

- [0124] <접착층 또는 접착층을 갖는 시트의 폭>
- [0125] 본 발명에서 사용하는 접착층 또는 접착층을 갖는 시트의 폭은, 도 5와 같이, 첩합하는 그래파이트 필름의 폭보다 좁은 것이 바람직하다. 접착층 또는 접착층을 갖는 시트가 그래파이트 필름보다 좁음으로써, 접착층 또는 접착층이 제1롤 혹은 제2롤에 첩부하여 시트가 권입되는 불량을 억제할 수 있다.
- [0126] 한편, 도 12와 같이 그래파이트 필름과, 그래파이트 필름보다 광폭(廣幅)의 접착층 또는 접착층을 갖는 시트를 첩합하여, 그래파이트 필름의 장편 방향의 단부를 봉지하는 라미네이트 방법도, 그래파이트 필름의 분락(粉落)을 억제하는 관점에서 유효하다.
- [0127] <롤의 형상>
- [0128] 본 발명의 그래파이트 복합 필름의 제조 방법에 있어서 사용되는 롤의 형상은 특별히 제한되지 않지만, 예를 들면 크라운롤이나 플랫롤을 사용할 수 있다.
- [0129] 크라운롤이란, 도 13에 나타내는 바와 같이 크라운상을 보이고 있으며, 압(壓)을 가했을 때에 롤 중앙의 틈을 완화하는 고안이 이루어져 있다.
- [0130] 본 발명에 있어서는, 롤 중 적어도 한쪽은, 플랫롤을 사용하는 것이 바람직하다. 특히, 그래파이트 필름이 접하는 제1롤은 플랫롤이 적합하다. 롤 중 적어도 한쪽이 플랫롤이면, 단부가 첩합 주름을 억제할 수 있다. 특히, 제1롤이 플랫하면, 그래파이트 필름을 롤 사이에 공급할 때에, 그래파이트 필름이 롤에 밀착하기 쉬워, 주름의 발생을 억제할 수 있다.
- [0131] 또한, 본 발명에서는, 롤의 중앙의 지름과, 단부로부터 4분의 1의 지름의 차가 50 μ m 이상 있는 롤을 크라운롤, 50 μ m 미만을 플랫롤이라고 정의한다.
- [0132] 본 발명에서 사용하는 크라운롤의 롤의 중앙의 지름과, 단부로부터 4분의 1의 지름의 차는, 50 μ m 이상 500 μ m 이하, 바람직하게는 100 μ m 이상 300 μ m 이하, 더 바람직하게는 150 μ m 이상 250 μ m 이하이다.
- [0133] <긴 그래파이트 필름을 라미네이터에 연속 공급하고, 연속적으로 라미네이트하는 방법>
- [0134] 본 발명에 있어서, 도 29와 같이, 원하는 형상으로 커트하면서 긴 그래파이트 필름을 라미네이터에 연속 공급하고, 연속적으로 라미네이트하는 간헐 라미네이트도 가능하다.
- [0135] <그래파이트 빼기 가공품의 예>
- [0136] 본 발명의 그래파이트 빼기 가공품이란, 도 14와 같이, 그래파이트 필름에 보호 테이프나 양면 테이프 등의 접착층 또는 접착층을 갖는 시트를 첩합한 후에, 원하는 형상으로 빼내어 스티커상으로 가공한 것이다. 도 14에 나타내는 스티커는 세퍼레이터에 놓여져 있어, 세퍼레이터로부터 스티커를 벗겨 사용된다.
- [0137] 그래파이트 빼기 가공품의 일례를 나타낸다. 그래파이트 필름의 편면에 세퍼레이터 / 양면 테이프를 첩합하여, PET 테이프 등의 보호 테이프를 더 첩합한 후, 원하는 형상으로 하프 커트함으로써, 도 14와 같은 빼기 가공품을 얻을 수 있다. 양면 테이프와 PET 테이프를 첩합하는 순번은 반대여도 된다. 여기에서 하프 커트란, 적층품을 마지막까지 타발하지 않고, 소정의 층까지 올려내는 것을 가리킨다.
- [0138] 본 발명의 그래파이트 빼기 가공품의 제조 방법에 있어서, 그래파이트 필름과 접착층 또는 접착층을 갖는 시트의 첩합이나, 그들의 복합 시트를 빼기 가공을 행한다. 긴 그래파이트 필름이면 연속적으로 행할 수 있다.
- [0139] 예를 들면, 도 14와 같이, 긴 그래파이트 필름의 편면에 양면 테이프를 첩합하고 PET 테이프를 더 첩합한 후, 원하는 형상으로 하프 커트함으로써 빼기 가공품을 얻을 수 있다. 양면 테이프와 PET 테이프를 첩합하는 순서는 어느 것이 먼저여도 된다. 또한, 도 15와 같이, 긴 그래파이트 필름의 편면에 양면 테이프를 첩합하여 더 원하는 형상으로 하프 커트하고, PET 테이프를 첩합하고 나서 그래파이트 시트보다 한층 큰 형상으로 하프 커트함으로써 빼기 가공품을 얻을 수도 있다. 또한, 도 16과 같이, 긴 그래파이트 필름을 미점착(微粘着) 필름에 첩합하여 그래파이트 시트를 원하는 형상으로 더 하프 커트하여 불필요한 그래파이트 시트를 벗기고, 계속하여 그래파이트 시트의 미점착 필름면에 양면 테이프를 첩합하고 나서 미점착 필름을 벗긴다. 또한 양면 테이프층에 PET 테이프를 첩합하고 나서, 점착 테이프가 외주(外周) 전부에 남는 형상으로, 그래파이트 필름보다 한층 크게 하프 커트함으로써, 도 16과 같은 빼기 가공품을 얻을 수 있다. 양면 테이프와 PET 테이프를 첩합하는 순서는 어느 것이 먼저여도 된다.

- [0140] 그래파이트 빼기 가공품은, 수열을 동시에 가공하여, 도 17에 나타내는 형태로 하면 생산성의 시점에서 바람직하다.
- [0141] <본 발명에서 사용되는 그래파이트 필름의 제조 방법>
- [0142] 본 발명의 그래파이트 시트는, 1) JIS K7128에 의한 트라우저 인열 시험에 있어서의 평균 인열 하중이 0.08N 이하, 2) JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하의 조건을 충족시키는 그래파이트 필름이면, 천연 그래파이트를 산(酸)발포, 롤 압연 성형하여 제조되는 천연 흑연 시트, 고분자 필름을 원료로 하여 2000℃ 이상의 온도에서 제조되는 열분해 그래파이트 중 어느 것이어도 상관없다.
- [0143] 본 발명의 그래파이트 필름의 평균 인열 하중은 0.08N 이하이다.
- [0144] 이하에, 그 일례로서, 고분자 소성 그래파이트 필름의 제조 방법을 기재한다.
- [0145] 폴리이미드 필름을 흑연제의 원통상의 심(φ100mm) 등에 권부하여(500mm 폭×50m 정도) 원통상으로 하고, 1000℃ 정도까지 열처리하는 탄화 공정, 탄화 공정으로 얻어진 탄화 필름을 2500 이상까지 열처리하는 흑연화 공정을 거쳐, 그래파이트 필름을 제조할 수 있다. 종래의 탄소질심에 원료 필름을 권부하는 방법으로는, 원통상의 이력(감음 성질)을 당겨늘이는(전개하는) 것이 가능한 그래파이트 필름은 얻을 수 있었지만, 보다 품질 레벨이 높고, 최적의 느슨해짐, a값, 구부러짐을 가지는 그래파이트 필름은 얻을 수 없고, 5태양에 있어서, 찢어짐 불량, 엇감김 불량, 접합 주름 불량, 접합 주름 불량, 치수 정밀도 불량 등이 매우 많이 발생했다.
- [0146] 도 23에는 느슨해짐이 상이한 3종류의 그래파이트 필름을 나타낸다. 도 23의 231의 필름의 느슨해짐은 10mm, 232의 필름의 느슨해짐은 40mm, 233의 필름의 느슨해짐은 80mm인 것으로 상이하다. 제조 조건을 최적화함으로써, 본 발명의 그래파이트 필름과 같이, 느슨해짐, a값을 최적의 범위로 조정하여, 찢어지기 어렵고, 그 밖의 불량도 발생하기 어려운 것을 준비할 수 있다.
- [0147] 본 발명의 그래파이트 필름의 느슨해짐을 제어하는 방법에 대해서 설명한다. 도 24의 나타내는 바와 같이, 느슨해짐은, TD 방향의 몇 개의 포인트에서 필름의 MD 방향의 길이가 다른 것에 기인한다. 느슨해져 있는 개소에서는 필름이 길어져 있다(242). 즉, 본 발명의 그래파이트 필름의 느슨해짐은, TD 방향의 각 포인트의 필름의 길이를 제어함으로써 얻을 수 있다. 이하에 느슨해짐을 제어하는 방법을 열거한다.
- [0148] (1) 열처리에 의한 느슨해짐 제어
- [0149] 도 25에, 열처리 온도와 폴리이미드 필름의 수축 팽창의 관계를 나타낸다. 폴리이미드 필름으로부터 탄화 필름을 거쳐 그래파이트 필름으로 변화하는 과정에서 필름은 수축 및 팽창을 발생시킨다. 수축 및 팽창은 탄화 필름이나 그래파이트 필름으로 변화하는 과정에서 분자 구조가 전환하기 때문이다. 예를 들면, 폴리이미드 필름의 경우에는 600℃ 부근까지 필름이 80%까지 수축한다. 이와 같은 특성을 이용하면, 열처리의 조건에 의해 필름의 크기를 조절하여, 느슨해짐을 제어할 수 있다.
- [0150] (1-1) 원통에 권부한 상태에서의 열처리
- [0151] 폴리이미드 필름은, 흑연제의 원통 용기에 권부하여 열처리한다. 필름을 원통상으로 감아 열처리하면, 필름을 전개했을 때의 필름 단부측으로부터, 열이 가해져, 열이 보다 가해진 단부에서 그래파이트화가 보다 진행하기 때문에 면 방향으로 신장하기 쉬워져, 그래파이트 필름의 단부에 느슨해짐을 형성할 수 있다.
- [0152] (1-2) 승온 속도 제어
- [0153] 승온 속도를 최적화하는 것으로도 느슨해짐의 대소를 제어할 수 있다. 예를 들면 승온 속도를 느리게 하면 필름 전체의 온도가 균열적(均熱的)으로 상승하기 때문에, 필름 전체의 그래파이트화의 진행도가 균일해져 느슨해짐을 작게 할 수 있다.
- [0154] (2) 분해 가스의 가스압을 이용하여 느슨해짐을 형성하는 방법.
- [0155] 고분자 필름을 그래파이트화하는 과정에서 분해 가스가 발생한다. 이 분해 가스는, 열처리시에 원통심에 고분자 필름을 권부해 두면 필름면에 평행인 방향으로 빠져나가려고 한다. 그때, 필름의 단부가 받는 가스압은 매우 크기 때문에, 필름 단부는 당겨늘여진다. 이 결과, 얻어지는 그래파이트 필름의 단부는 느슨해짐이 커지는 경향이 있다. 이와 같이, 발생하는 분해 가스의 압력(가스압)을 조정함으로써 느슨해짐의 크기를 제어할 수 있다.
- [0156] 가스압의 조정의 방법으로서, 예를 들면, 용기에 통기구를 마련하여, 분해 가스가 원활하게 단부를 향하도록 흐

름을 만들 수 있다. 특히 도 26의 264와 같이, 필름의 단부측에 통기구를 마련하면 효과가 크다.

- [0157] 분해 가스의 흐름을 원활하게 하는 고안으로서, N₂나 Ar 등의 불활성 가스를 도입하면서, 가스의 출구로부터는 가스가 빠지기 쉽게 -0.08MPa?0.01kPa의 범위에서 감압하는 방법도 들 수 있다.
- [0158] (3) 고분자 필름의 느슨해짐을 제어
- [0159] 느슨해짐을 제어한 고분자 필름을 사용하면, 고분자 필름에 유래한 느슨해짐을 갖는 그래파이트 필름을 얻을 수 있다.
- [0160] (4) 평탄성 교정
- [0161] 그래파이트 필름은 실온에서는 거의 신장이 없다. 그러나, 평탄성이 나쁜 그래파이트 필름을 2500℃ 이상의 온도로 유지한 상태에서 필름을 인장하거나, 압부하거나 하여, 느슨해짐을 교정할 수도 있다.
- [0162] 그래파이트 필름을 교정하는 일례로서는, 흑연심과 그래파이트 필름의 선펡창의 차를 이용하는 방법이 있다. 구체적으로는, 흑연체의 원통심에 그래파이트 필름을 뽁뽁하게 권부하여 2600℃ 이상까지 열처리하는 것을 들 수 있다. 2600℃ 이상에서는 흑연심쪽이 그래파이트 필름보다 신장하기 때문에, 그래파이트 필름은 심에 체부(締付)하여 보다 평탄한 상태로 교정된다. 원통심에 체부하는 정도를 조정하거나, 열처리 최고 온도를 조정하거나 함으로써, 필름의 느슨해짐을 교정할 수 있다.
- [0163] <폴리이미드 필름>
- [0164] 고분자 소성 그래파이트 필름의 원료로서 사용되는 고분자 필름으로서, (1) 필름의 탄화, 그래파이트화가 용이하게 진행하여 양호한 결정성, 양호한 열확산성을 갖는 그래파이트 필름이 얻어지기 쉽고, (2) 원료 모노머를 여러가지 선택할 수 있어, 용이한 분자 설계에 의해 다양한 구조 및 특성을 갖는 것을 얻을 수 있다는 이유에서, 폴리이미드 필름이 바람직하다. 전구체(前驅體)인 폴리아미드산을 탈수제와 아민류를 병용하여 이미드 전화(轉化)하는 케미컬 큐어법을 사용하여 얻어지는 폴리이미드 필름은 더 바람직하다.
- [0165] <고분자 필름의 휨의 방향, 휨량>
- [0166] 본 발명에서 사용하는 그래파이트 필름은, 고분자 필름의 제1면이 안감기, 바깥감기(外卷) 중 어느 것이어도 상관없지만, 그래파이트 필름이, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 감은 상태(이하, 권물이라고도 함)에서, 2000℃ 이상의 온도에서 열처리를 행한 것이 보다 바람직하다. 고분자 필름의 제1면이 권물의 내측이 되도록 감음으로써, 열처리 후의 원통 형상의 무너짐이나, 필름을 바깥감을 때의 찢어짐 불량을 억제할 수 있다.
- [0167] 본 발명에서 사용하는 고분자 필름은 휨을 가지면 된다. 휨은, JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐 측정으로 확인할 수 있다. 상세한 것은, 실시예의 항에 기재했다. 휨의 방향은 도 30의 301, 302와 같이 필름 엣지를 확인함으로써 알 수 있다. 301은 상면측으로 휘고, 302는 하면측으로 휘어 있다.
- [0168] 고분자 필름의 휨량이란, JIS C2151에 의한 필름의 권취성 평가에 있어서의 느슨해짐 측정으로 측정할 수 있다. 폭은 100mm(TD 방향), 길이가 3000mm(MD 방향)의 시험편을 사용한다. 상세한 것은, 실시예의 항에 기재했다.
- [0169] 본 발명에서 사용하는 고분자 필름의 휨량은 0.5mm 이상 16mm 이하, 바람직하게는 1.0mm 이상 16mm 이하, 보다 바람직하게는 1.5mm 이상 10mm 이하, 더 바람직하게는 2mm 이상 8mm 이하이다. 0.5mm 이상 16mm 이하이면, 제1면을 안감기가 되도록 감은 상태에서 열처리함으로써, 소성 후의 그래파이트 필름의 원통 형상이 무너지지 않고, 당겨늘여도 단부로부터의 찢어짐이 적으며, 또한, 바깥감아도 찢어짐 불량이 발생하지 않는 그래파이트 필름을 얻을 수 있다.
- [0170] <고분자 필름의 제1면, 제2면의 정의>
- [0171] 본 발명에 있어서 제2면이란, 도 31과 같이 필름이 휘는 측의 면을 말한다. 제2면의 반대측의 면을 제1면이라고 정의한다. 고분자 필름의 제1면을 안감기가 되도록 감은 상태에서 열처리함으로써, 소성 후의 그래파이트 필름의 원통 형상이 무너지지 않고, 당겨늘여도 단부로부터의 찢어짐이 적으며, 또한, 바깥감아도 찢어짐 불량이 발생하지 않는 그래파이트 필름을 얻을 수 있다.
- [0172] <그래파이트 필름의 제조 방법>
- [0173] 본 발명에서 사용되는 그래파이트 필름의 제조 방법은, 고분자 필름을 열처리하여 그래파이트 필름을 제조하는 방법이며, 1) 준비 공정, 2) 탄화 공정, 3) 흑연화 공정을 포함하면 된다. 필름의 형상이 무너짐이나 바깥감기

시의 찢어짐 불량을 억제하기 위해서는, 고분자 필름의 제1면이었던 면을 권물의 내측에 있는 상태로 하여 흑연화 공정을 행하는 것이 바람직하다.

- [0174] 1) 준비 공정에서는, 폴리이미드 필름 등의 고분자 필름을, 시트상으로 커트하여 각형(角型) 지그 내에 관이나 시트로 사이에 끼워 유지하는 방법이나, 긴 고분자 필름을 내심 지그에 권부하여 유지하는 방법 등이 있다. 이때 사용하는 지그는 흑연제와 같이 내열성이 있는 것이 바람직하다. 또한, 고분자 필름을 권부하는 내심은 원통 형상이 바람직하다.
- [0175] 본 발명의 그래파이트 필름의 제조 방법에서는, 고분자 필름의 제1면을 안감기가 되도록 감은 상태에서 열처리하는 것을 특징으로 한다. 따라서, 준비 공정의 단계에서, 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 준비하면, 탄화 공정, 흑연화 공정에서 바뀌감기 등을 행하지 않고 제조할 수 있다.
- [0176] 2) 탄화 공정은, 지그로 유지된 고분자 필름을 적어도 800℃ 정도의 온도까지 예비 가열하는 공정이며, 고분자 필름을 가열 분해하고, 탄화 필름을 얻는 공정이다. 얻어지는 탄화 필름은, 고분자 필름의 6할 정도의 무게가 되며, 유리상의 필름이다.
- [0177] 3) 흑연화 공정이란, 탄화 공정에서 작성된 탄화 필름, 혹은 고분자 필름을 2000℃ 이상의 온도에서 가열하고, 흑연화하는 공정이다. 흑연화 최고 온도는 2000℃ 이상, 바람직하게는 2700℃ 이상, 보다 바람직하게는 2800℃ 이상, 더 바람직하게는 2900℃ 이상이다. 2000℃ 이상이면, 그래파이트화가 진행되어, 찢어지기 어렵고 양질의 그래파이트 필름으로 전환할 수 있다.
- [0178] 고분자 필름의 연속체를 바뀌감으면서 반송(搬送)하고, 그 도중에 로 내를 통과시켜, 연속적으로 탄화 처리를 실시해도 된다. 권취시에, 원래의 고분자 필름의 제1면이 안감기가 되도록 권취함으로써, 그대로 흑연화를 실시할 수 있다.
- [0179] 흑연화 공정에서는 필름을 지그로 유지하지 않아도 되지만, 필름의 형상이 무너지는 것을 억제하기 위해, 고분자 필름의 제1면이 내측이 되도록 감긴 상태로 열처리하는 것이 바람직하다. 따라서, 준비 공정에서, 고분자 필름의 제1면이 내측이 되도록 감아 두면 작업성의 관점에서 바람직하지만, 탄화 필름을, 고분자 필름의 제1면이었던 면이 내측이 되도록 다시 감아 흑연화 처리를 실시해도 된다.
- [0180] 또한, 탄화 공정과 흑연화 공정은 연속하여 행해도, 탄화 공정을 종료시켜, 그 후 흑연화 공정만을 단독으로 행해도 상관없다.
- [0181] <선별하는 공정>
- [0182] 본 발명의 선별하는 공정이란, 흑연화 공정에 있어서, 고분자 필름의 제1면이었던 면이 권물의 내측에 감기도록, 면을 선별하여 준비하는 공정이다. 선별은, 흑연화 공정 전이면, 고분자 필름의 단계, 탄화 필름의 단계는 불문한다.
- [0183] <폴리이미드 필름의 제막(製膜) 방법>
- [0184] 그래파이트 필름의 소성 후의 형상의 무너짐, 원통 형상을 당겨늘었을 때에 발생하는 찢어짐 불량, 바뀌감기 작업시에 발생하는 찢어짐 불량은, 원료인 폴리이미드 필름의 휨에 영향을 받는다. 이 폴리이미드 필름의 휨은 제막 공정에서 발생한다.
- [0185] 폴리이미드 전구체를 이미드화하여, 최종적으로 폴리이미드 필름의 제품으로 하기 위한 제조 장치는, 유연(流延) 도포하여 케미컬 큐어를 행하는 가열 수단을 구비한 드럼실 혹은 벨트실과 열 큐어를 행하는 텐터실로 크게 나뉜다. 본 발명에 따른 폴리이미드 필름의 제조 공정의 일례를 도 33에 의해 나타내면, 우선 벨트실(3310)에서의 공정은, 믹서로 혼합한 폴리이미드 전구체를 T 다이(3312)에 의해 필름상으로 압출하는 공정을 행하고, 반응 경화실에서는 T 다이로부터 압출된 필름상의 폴리이미드 전구체를 엔드리스 벨트 혹은 캐스팅 드럼(3314) 위에 필름상으로 형성한다. 필름상으로 형성된 전구체는, 벨트 혹은 드럼의 회전에 의해 이동시켜지면서, 가열 수단에 의해 가열되어 이미드화된다. 이 벨트실 내에서는 반응에 수반하여 생성된 생성물, 주로 아세트산이나 유기 용매 등의 가연성의 휘발 성분이 증발한다.
- [0186] 벨트실에서의 온도 조건을 예시하면, 벨트 1실이 100℃, 벨트 2실 120℃, 벨트 3실 130℃, 및 냉각 폴리(3326)가 80℃ 등의 온도 조건에 의해, 캐스팅된 필름에 자기(自己) 지지성이 부여된다. 메커니즘의 상세는 알 수 없었지만, 벨트실의 온도 조건, 냉각 폴리의 온도 조건, 벨트의 회전 속도가, 폴리이미드 필름의 휨에 영향을 주고 있다.

- [0187] 이들 공정에 의해, 폴리이미드 전구체의 필름을 이미드화하면서, 필름이 자기 지지성을 갖는 겔 필름으로 하고, 엔드리스 벨트로부터 떼어낸다.
- [0188] 상기 겔 필름(3316)은 단부가 고정되고 텐터실(3318)에서 가열처리된다. 예를 들면, 텐터실 (3318)은, 가열로 (3320) 및 서냉로(徐冷爐)(3322)로 구성되고, 도 33에서는, 핀으로 필름을 고정한 핀 시트를 핀 컨베이어의 회전 구동에 의해 가동시킴으로써, 필름이 텐터실 내를 이동한다. 열 큐어를 행하는 가열로(3320) 내에서 서서히 가열함으로써 겔 필름을 더 이미드화한다.
- [0189] 예를 들면, 가열로(3320)로서 열풍로, 원적외선 히터를 사용하여, 가열로(3320) 내를 서서히 승온하여, 폴리이미드에의 이미드화를 완료시킨다. 열처리의 온도는, 초기 설정 온도는 필름의 막두께, 또한 폴리이미드 전구체의 반응에 사용하는 유기 용매의 종류 등과의 관계에 따라, 건조의 정도가 상이하다. 구체적으로는, 초기 설정 온도는, 예를 들면, 최종 막두께 25 μ m의 필름에 있어서는, 200 $^{\circ}$ C 내지 250 $^{\circ}$ C, 최종 막두께 125 μ m의 필름에 있어서는 150 $^{\circ}$ C?200 $^{\circ}$ C가 바람직하다. 이 단계에서, 겔 필름의 건조가 효과적으로 행해지고 동시에 이미드화 반응이 진행된다고 생각할 수 있다.
- [0190] 그 후, 서서히 가열하여 최고 온도 500 $^{\circ}$ C 이상 630 $^{\circ}$ C 이하의 온도 범위로 하는 것이 바람직하다. 더 바람직하게는, 540 $^{\circ}$ C 이상 580 $^{\circ}$ C 이하의 범위가 바람직하다. 최고 온도에 달하는 온도 구배에 대해서는, 상기의 온도 범위에서 열처리를 실시하면, 특별히 제한되지 않는다. 열처리 시간은, 몇 초 내지 몇 십분, 바람직하게는 1분 내지 5분이며, 열처리 온도와의 관계에서 적의(適宜) 설정된다.
- [0191] 온도 구배는, 필름 두께나 건조의 정도 등 필름의 상태에 적응하여 설정되며, 특별히 한정되지 않는다. 구체적으로 예를 들어 설명하면, 25 μ m의 막두께의 필름에서는, 200 $^{\circ}$ C 이상 250 $^{\circ}$ C 이하의 온도 범위에서 30초, 또한 300 $^{\circ}$ C 이상 350 $^{\circ}$ C 이하의 온도 범위에서 30초, 400 $^{\circ}$ C 이상 450 $^{\circ}$ C 이하의 온도 범위에서 30초, 또한 500 $^{\circ}$ C 이상 580 $^{\circ}$ C 이하의 온도 범위에서 60초이다.
- [0192] 상기 가열로(3320) 내에서의 열 큐어의 공정에 있어서, 완전히 이미드화된 폴리이미드 필름은, 제냉로(除冷爐)(3322)에서 서서히 냉각된다.
- [0193] <벨트면, 에어면>
- [0194] 본 발명에서는, 고분자 필름을 캐스트법으로 제작할 때, 겔 필름이 엔드리스 벨트와 접해 있던 면을 벨트면이라고 하고, 반대의 면을 에어면이라고 한다. 통상, 벨트면이 제1면이다.
- [0195] [실시예]
- [0196] 이하에 있어서, 본 발명의 여러가지 실시예를 몇 개의 비교예와 함께 설명한다. 또한, 본원 명세서에 있어서는, 그래파이트 필름을 GS로 생략할 경우가 있다.
- [0197] <그래파이트 필름 1?20>
- [0198] ?그래파이트 필름 1(GS1)
- [0199] 두께 50 μ m, 폭 500mm, 길이 50m의 가네카제 폴리이미드 필름(아피칼 AV)을, 도 26과 같이, 외경 100mm, 길이 600mm의 원통상의 흑연재 내심에 권부하고, 내경 130mm의 외통을 씌웠다. 용기에는 264와 같이 통기성을 갖게 하기 위한 구멍이 몇 개소 열려 있다. 이 용기를 전기로 내에 가로 방향으로 셋트했다. 가스의 흐름을 좋게 하기 위해, 질소를 5l /min 도입하면서, 로(爐) 출구로부터, -0.05MPa로 감압했다. 1400 $^{\circ}$ C까지 2도 /min의 승온 조건으로 탄화 처리를 행했다. 다음으로, 얻어진 롤상의 탄화 필름을 외경 100mm의 내심에, 도 27과 같이 셋트 하여, 이 용기를, 가로 방향으로 그래파이트화 로 내에 셋트하고(지지대에 의해 내심을 띄운 상태), 2900 $^{\circ}$ C까지 5 $^{\circ}$ C /min의 승온 조건으로 흑연화 처리를 실시했다. 또한 얻어진 그래파이트 필름을 ϕ 100의 원통상의 심에 다시 감아, 다시 2900 $^{\circ}$ C까지 가열하여, 2회째의 흑연화 처리를 실시했다. 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐 = 10mm, a값=5mm, 구부러짐=<1mm, 두께=25 μ m, 폭=450mm, 길이=35m, 면적=15.75m², 평균 인열 하중=0.01N의 GS1을 조제했다.
- [0200] ?그래파이트 필름 2(GS2)
- [0201] 다시 감는 정도를 조절하여, a값=2mm가 되도록 조제한 것 이외는, GS1과 같이 하여, GS2를 준비했다.
- [0202] ?그래파이트 필름 3(GS3)
- [0203] 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=20mm, a값=10mm가 되도록 조제한 것 이외는, GS1과 같이 하여, GS3을

준비했다.

- [0204] ?그레파이트 필름 4(GS4)
- [0205] 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=40mm, a값=30mm가 되도록 조제한 것 이외는, GS1과 같이 하여, GS4를 준비했다.
- [0206] ?그레파이트 필름 5(GS5)
- [0207] 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=40mm, a값=30mm, 평균 인열 하중=0.05N이 되도록 조제한 것 이외는, GS1과 같이 하여, GS5를 준비했다.
- [0208] ?그레파이트 필름 6(GS6)
- [0209] 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=40mm, a값=2mm가 되도록 조제한 것 이외는, GS1과 같이 하여, GS6을 준비했다.
- [0210] ?그레파이트 필름 7(GS7)
- [0211] 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=70mm, a값=50mm가 되도록 조제한 것 이외는, GS1과 같이 하여, GS7을 준비했다.
- [0212] ?그레파이트 필름 8(GS8)
- [0213] 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=70mm, a값=60mm가 되도록 조제한 것 이외는, GS1과 같이 하여, GS8을 준비했다.
- [0214] ?그레파이트 필름 9(GS9)
- [0215] 두께 75 μ m의 가네카제 폴리이미드 필름(아피칼 AV)을 원료로 사용한 것, 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=40mm, a값=30mm, 두께=40 μ m가 되도록 조제한 것 이외는, GS1과 같이 하여, GS9를 준비했다.
- [0216] ?그레파이트 필름 10(GS10)
- [0217] 폭 275mm의 가네카제 폴리이미드 필름(아피칼 AV)을 원료로 사용한 것, 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=10mm, a값=5mm, 폭 250mm가 되도록 조제한 것 이외는, GS1과 같이 하여, GS10을 준비했다.
- [0218] ?그레파이트 필름 11(GS11)
- [0219] 폭 140mm의 가네카제 폴리이미드 필름(아피칼 AV)을 원료로 사용한 것, 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=10mm, a값=5mm, 폭 120mm가 되도록 조제한 것 이외는, GS1과 같이 하여, GS11을 준비했다.
- [0220] ?그레파이트 필름 12(GS12)
- [0221] 다시 감는 정도를 조절하여, 구부러짐=5mm가 되도록 조제한 것 이외는, GS12와 같이 하여, GS12를 준비했다.
- [0222] ?그레파이트 필름 13(GS13)
- [0223] 다시 감는 정도를 조절하여, 구부러짐=10mm가 되도록 조제한 것 이외는, GS12와 같이 하여, GS13을 준비했다.
- [0224] ?그레파이트 필름 14(GS14)
- [0225] 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=2mm, a값=2mm가 되도록 조제한 것 이외는, 실시예 1과 같이 하여, GS14를 준비했다.
- [0226] ?그레파이트 필름 15(GS15)
- [0227] 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=100mm, a값=60mm가 되도록 조제한 것 이외는, 실시예 1과 같이 하여, GS15를 준비했다.
- [0228] ?그레파이트 필름 16(GS16)
- [0229] 다시 감는 정도를 조절하여, 느슨해짐=40mm, a값=30mm, 평균 인열 하중=0.12N이 되도록 조제한 것 이외는, 실시예 1과 같이 하여, GS16을 준비했다.
- [0230] ?그레파이트 필름 17(GS17)

- [0231] 천연 흑연분을 산발포시켜, 압연물로 압축 성형하고, 두께 50 μ m의 GS17을 제작했다. 느슨해짐=2mm, a값=2mm, 구부러짐=<1mm, 두께=50 μ m, 폭=450mm, 길이=35m, 면적=15.75m², 평균 인열 하중=0.12N이었다.
- [0232] ?그래파이트 필름 18(GS18)
- [0233] 길이 20m?폭 250mm?두께 75 μ m의 폴리이미드 필름(가네카제 폴리이미드 아피칼 AH)을 외경 150mm의 원통상 탄소 질심에 권부하고, 전기로를 사용하여 질소 분위기 하에서, 1000℃까지 승온된 후, 1000℃에서 1시간 열처리하여 탄화 처리(탄소화)가 행해졌다. 계속하여, 초고온로를 사용하여 아르곤 분위기 하에서 2800℃까지 승온되고, 그 최고 온도에서 1시간 유지되었다. 그 후, 냉각되어, GS18이 얻어졌다. 느슨해짐=85mm, a값=60mm, 구부러짐=<1mm, 두께=40 μ m, 폭=225mm, 길이=18m, 면적=4.05m², 평균 인열 하중=0.06N이었다.
- [0234] ?그래파이트 필름 19(GS19)
- [0235] 길이 30m?폭 250mm?두께 75 μ m의 폴리이미드 필름(가네카제 폴리이미드 아피칼 AH)을 외경 250mm의 원통상 탄소 질심에 권부한 것 이외는, 그래파이트 필름 18과 같이 GS19를 제작했다. 느슨해짐=86mm, a값=55mm, 구부러짐=<1mm, 두께=40 μ m, 폭=225mm, 길이=27m, 면적=6.075m², 평균 인열 하중=0.06N이었다.
- [0236] ?그래파이트 필름 20(GS20)
- [0237] 두께 50 μ m, 폭 500mm, 길이 50m의 가네카제 폴리이미드 필름(아피칼 AV)을, 외경 250mm의 원통상 탄소질심에 권부한 것 이외는, 그래파이트 필름 18과 같이 GS20을 제작했다. 느슨해짐=120mm, a값=70mm, 구부러짐=<1mm, 두께=25 μ m, 폭=450mm, 길이=35m, 면적=15.75m², 평균 인열 하중=0.06N이었다.
- [0238] <각종 물성 측정 조건>
- [0239] <느슨해짐 및 구부러짐의 평가의 측정 원리>
- [0240] JIS C2151에 기재된 필름의 권취성 평가에 준하여 행하는 구부러짐 및 느슨해짐의 평가의 측정 방법을 이하에 설명한다.
- [0241] 권취성은, 롤상으로 공급하는 필름에 나타난 “일그러짐”으로 평가한다.
- [0242] 필름에는, 적절한 권취성을 손상시킬 가능성이 있는 일그러짐이 다음 두 가지 형태로 나타난다.
- [0243] 1) “일그러짐”을 나타내는 필름은, 필름 엽지가 곧지 않다.
- [0244] 2) “느슨해짐”을 가지는 필름은, 필름을 인장했을 때, 필름의 일부가 그 범위의 통상의 필름의 레벨 이하로 느슨해진다.
- [0245] 구부러짐 및 느슨해짐의 측정법은 A법 및 B법 두 가지 방법이 규정되어 있지만, 본 발명의 그래파이트 필름의 느슨해짐 및 구부러짐의 평가는, A법에 준하여 실시한다.
- [0246] <그래파이트 필름의 JIS C2151에 기재된 느슨해짐의 측정>
- [0247] 어떤 일정한 길이의 필름을 되돌려 감아, 규정된 조건 하에서 2개의 평행한 봉에 직각 방향으로 올리고, 균일한 현수선으로부터의 편차를 측정한다. 느슨해짐의 평가를 위한 장치로서 권취기의 롤을 사용할 수 있지만, 결과에 의의가 있을 경우에는, 다음에 설명하는 장치를 사용한다.
- [0248] (장치) 장치에 대해서 다음에 설명한다(도 7).
- [0249] a) 롤을 부착한 가대(架臺)
- [0250] 자유롭게 회전하는 2개의 금속제 롤 및 이 2개의 롤을 평행하게 지지하는 견고한 가대.
- [0251] 각 롤은, 직경이 100mm \pm 10mm이고, 길이가 시험하는 필름의 최대폭을 충분히 올릴 수 있는 것. 2개의 롤의 축은 동일 수평면에 있으며, 서로 1500mm \pm 15mm의 간격을 두고 0.1도 이내(즉, 롤의 길이 1m에 대해서 1.8mm 이내)로 평행한 상태로 고정한다. 롤은, 원통도 0.1mm 이내의 원통상으로 하고, 표면은 적절한 배표면(pear-surface) 마무리(연마 마무리가 아님)인 것으로 한다. 가대에는, 한쪽의 롤(제1롤)의 바로 아래에 시험하는 필름롤을 올리기 위한 장치(탈착축)를 부착한다. 이 장치는 다음에 의한다.
- [0252] 1) 필름을 올리는 탈착축은, 제1롤의 축과 1도 이내로 평행하게 한다.
- [0253] 2) 필름의 측부의 위치를 자유롭게 조정할 수 있다.

- [0254] 3) 되돌려 감음 장력을 조정하면서 필름롤로부터 필름을 인출하도록 한다.
- [0255] b) 필름에 장력을 가하는 장치
- [0256] 가대의 반대측의 끝에서, 2개째의 롤(제2롤)로부터 자유롭게 아래로 늘어진 필름에 추 또는 용수철 부착 클램프를 고정할 수 있게 한다. 추 또는 용수철 하중은, 필름의 폭 1cm당 50g을 곱하고, 필름의 폭방향으로 가능한 균일하게 장력을 가해지도록 조절할 수 있는 것으로 한다. 혹은, 텐션롤에 권부하여, 폭 1cm당 50g의, 균일한 장력을 가해도 된다.
- [0257] c) 치수 측정 기구
- [0258] 2개의 롤 사이의 중앙부에서 롤에 평행한 선을 따라, 2개의 롤 사이의 평면과 아래로 늘어진 필름의 거리를 측정하기 위한 기구. 측정에 사용하는 기구는, 길이 1525mm 이상의 강재(鋼製) 끈은자 및 1mm 눈금이 부착된 길이 150mm의 강재 스케일로 한다. 또는, 필름의 위치를 자동적으로 또는 반자동적으로 표시하는 복잡한 기구를 사용해도 된다.
- [0259] (시험편) 시험편은, 되돌려 감기 위해 필요한 최소한의 장력으로 천천히 롤로부터 새롭게 약 2m의 길이를 인출한 것으로 한다. 이때 시험편을 취출하는 장소는, 롤이 감긴 중앙 부근으로부터로 한다. 즉, 100m의 감김이면, 감긴 끝부터 50m 부근으로부터 시험편을 3매 취출한다.
- [0260] (측정 순서) 도 7과 같이, 장치의 2개의 롤 위에 시험편을 길이 방향으로 올린다. 필름의 자유단에는 장력을 가한다. 필름의 제2롤을 통과하는 최종적인 위치는, 필름이 2개의 롤의 중앙에서 거의 수평이 되도록 조절한다.
- [0261] 강제 끈은자 및 눈금을 부착한 강제 스케일, 또는 다른 적절한 기구를 사용하여, 2개의 롤의 중앙부에서 폭방향을 따라 필름을 확인하고, 주변의 통상의 필름으로부터 내려가 있는, 모든 느슨해짐 중에서의 최대 깊이를 1mm 까지 측정하고, 그 시험편의 느슨해짐의 값으로서 보고한다.
- [0262] (결과) 느슨해짐의 값은, 3개의 측정값의 중앙값으로 한다.
- [0263] <그래파이트 필름의 a값의 측정>
- [0264] 그래파이트 필름의 a값의 측정도, 상술한 JIS C2151에 기재된 느슨해짐 측정과 같은 상태로 필름을 셋트하고 나서 실시했다. 도 8과 같이, 최단부의 현수선으로부터의 느슨해짐의 길이를 측정하고, 다음으로, 최단부로부터 30mm 지점의 현수선으로부터의 느슨해짐의 길이를 측정했다. 그 후, (최단부의 느슨해짐)으로부터 (최단부로부터 30mm 지점의 느슨해짐)을 뺐다. 좌우에 대하여 같은 계측을 실시하고, 그 평균값을 1회의 측정값으로 했다. 단부의 느슨해짐의 값은, 3매의 시험편에 대하여 실시하고, 그 중앙값으로 했다. 시험편은, 되돌려 감기 위해 필요한 최소한의 장력으로 천천히 그래파이트 필름의 롤로부터 새롭게 약 2m의 길이를 인출한 것으로 했다. 이때 시험편을 취출하는 장소는, 롤이 감긴 중앙 부근으로부터로 했다. 즉, 100m의 감김이면, 감긴 끝으로부터 50m 부근으로부터 시험편을 3매 취출한다.
- [0265] <그래파이트 필름의 구부러짐의 측정>
- [0266] 어떤 일정한 길이의 필름을 되돌려 감아 평면 위에 두고, 그 필름의 양(兩) 엣지에 대해서 직선으로부터의 편차를 각각 측정한다.
- [0267] (장치) 장치에 대해서 다음에 설명한다(도 9).
- [0268] a) 테이블
- [0269] 폭이 시험하는 필름의 최대폭보다 충분히 크고, 길이가 1500mm±15mm이고, 양단의 평행도가 0.1도 이내(또는, 테이블의 폭 1m당 1.8mm 이내)의 것을 사용한다. 적절한 재질로 표면을 배표면 마무리를 한(연마 마무리하고 있지 않은) 평평하고 수평인 것을 사용한다. 테이블의 길이가 이보다 긴 경우에는, 테이블의 표면에 1500mm±15mm 간격으로 평행한 2개의 표선을 명확하게 그린다. 표선의 평행도는 0.1도 이내(표선의 길이 1m당 1.8mm 이내)로 한다.
- [0270] b) 브러쉬
- [0271] 테이블 표면에 올린 필름을 평평하게 하기 위한 부드러운 브러쉬.
- [0272] c) 끈은자

- [0273] 길이가 1525mm 이상의 강제의 것.
- [0274] d) 스케일
- [0275] 길이가 150mm이고 1mm 간격의 눈금이 부착된 강제의 것.
- [0276] (시험편) 시험편은, 롤로부터 새롭게 길이 약 2m의 것을 3매 취한다. 시험편을 취출할 때는, 되돌려 감기 위해 필요한 최소한의 장력으로 천천히 인출한다. 이때 시험편을 취출하는 장소는, 롤이 감긴 중앙 부근으로부터로 한다. 즉, 100m의 감김이면, 감긴 끝으로부터 50m 부근으로부터 시험편을 3매 취출한다.
- [0277] (측정 순서) 시험편을, 도 9에 나타내는 바와 같이 테이블 위에 길이 방향으로 둔다. 한쪽의 끝으로부터, 필름에 가벼운 힘으로 부드럽게 솔질하여, 테이블과 필름 사이에 공기 고임이 가능한 한 남지 않도록 밀착시킨다.
- [0278] 끈은자의 엷지를 필름의 한쪽의 엷지에 붙여 두고, 직선으로부터 필름 엷지 전의 편차를 잘 관찰될 수 있도록 한다. 강제의 끈은자는, 테이블의 양단(또는, 표선 위)에서 필름의 엷지에 일치하도록 조절한다. 기준 위치 사이의 대략 중앙에서, 강제의 자를 사용하여 강제의 끈은자와 필름의 엷지의 편차(d_1)를 1mm까지 측정한다.
- [0279] 동일한 방법으로, 필름의 다른 한쪽의 엷지와 끈은자의 편차(d_2)를 측정한다.
- [0280] 시험편의 구부러짐의 값은, 기준선의 간격의 중앙에서, 필름의 양측에 있어서의 밀리미터로 나타낸 끈은자의 엷지와 필름의 엷지의 편차의 합($d_1 + d_2$)으로 한다. 또한, 다른 2매의 시험편에 대해서 이 방법을 반복한다. ($d_1 + d_2$)= R_{gs} 이다.
- [0281] (결과) 구부러짐은, 3개의 측정값의 중앙값으로 한다.
- [0282] <고분자 필름의 휨의 방향의 확인과 휨량의 측정>
- [0283] 고분자 필름의 휨의 방향의 확인과 휨량의 평가는, JIS C2151에 기재된 필름의 권취성 평가에 의거하는 느슨해짐 측정으로, 필름 단부의 휨의 크기를, 실온(23℃)에서 측정했다.
- [0284] (시험편의 제작 방법) 1) 고분자 필름의 롤로부터 새롭게 약 3m의 길이를 인출한다. 2) 중앙 부근으로부터 커터 나이프를 사용하여, 폭은 100mm(TD 방향), 길이가 3000mm(MD 방향)의 시험편을 잘라낸다. 이때, 원래의 롤의 TD 방향, MD 방향이 시험편의 TD 방향, MD 방향과 일치하도록 주의한다. 같은 방법으로, 순서 1), 2)를 실시하여 3매의 시험편을 제작한다.
- [0285] (장치에 대해서) 장치에 대해서는 도 7과 같은 것을 사용한다.
- [0286] (휨의 방향의 확인 방법) 도 31의 311과 같이, 상면측으로 휘어 있을 경우에는, 상면이 제2면, 312와 같이 하면측으로 휘어 있을 경우에는 하면이 제2면이다.
- [0287] (휨량의 측정 방법) 도 31의 311과 같이, 상면이 제2면일 경우에는, 필름을 뒤집어, 312와 같이 하면에 제2면을 배치하여 측정한다. 도 31의 314과 같이, 최단부의 현수선으로부터의 느슨해짐을 측정한다. 좌우의 느슨해짐을 측정하여, 평균값을, 그 시험편의 휨량으로서 보고한다.
- [0288] (결과) 휨량은, 3개의 측정값의 중앙값으로 한다.
- [0289] <그래파이트 필름의 면적의 측정>
- [0290] 그래파이트 필름의 면적은, 필름의 폭과, 길이를 측정한 값의 곱으로 평가할 수 있다. 단, 형태가 일그러져 길이의 측정이 곤란할 경우나, 필름이 파손하기 쉬워 길이의 측정이 곤란할 경우에는, 롤상의 그래파이트 필름의 전 중량을 측정하여, 일부(100mm×100mm)를 잘라낸 중량과의 비로, 면적을 산출해도 된다.
- [0291] <그래파이트 필름의 두께 측정>
- [0292] 그래파이트 필름의 두께의 측정 방법으로서, 하이덴하인(주)에서 입수 가능한 두께 게이지(HEIDENHAIN-CERTO)를 사용하여, 실온 25℃의 항온실에서 측정했다. 측정 개소는, 도 28과 같이, 롤상의 고분자 필름 및 그래파이트 필름의 외측(필름을 감기 시작(281))으로부터 500mm의 포인트 1?3, 필름의 내측(필름을 감기 종료(282))으로부터 500mm의 포인트 7?9, 그 중점인 포인트 4?6의 9포인트를 측정했다(포인트 2는 포인트 1과 포인트 3의 중점, 포인트 5는 포인트 2와 포인트 8의 중점이다).
- [0293] <그래파이트 필름의 폭의 측정>

- [0294] 그래파이트 필름의 폭은, 필름의 길이 방향과 직각 방향의 필름의 길이이다. 측정 포인트는, 도 28과 같이, 물상의 그래파이트 필름의 외측(필름을 감기 종료 281)으로부터 500mm, 내측(필름을 감기 시작 282)으로부터 500mm, 그 중간으로 한다. 3점의 평균값을 폭으로 한다.
- [0295] <그래파이트 필름의 평균 인열 하중의 측정>
- [0296] 그래파이트 필름의 평균 인열 하중의 측정은, JISK7128에 기재된 트라우저 인열 시험법에 의해 실시했다. 실제의 측정에서는, 도 28의 9점으로부터, 150mm×50mm의 시험편을 빼냈다. 각 샘플에 75mm의 틈을 두고, 오토그래프를 사용하여, 시험 속도 200mm/min으로 시험을 실시하고, 평균 인열 하중을 측정했다. 9점의 측정의 평균값을 측정값으로 했다. 평균 인열 하중은, SIMAZU제의 오토그래프(형번: AG-10TB)를 사용하고, 50N의 로드셀(형번: SBL-50N)을 사용했다.
- [0297] <(1)~(5)의 테스트>
- [0298] 실시예에서는, 이하의 (1)~(5)의 테스트를 실시했다.
- [0299] (1) 바퀴감기 테스트
- [0300] (2) 슬릿 테스트
- [0301] (3) 압축 테스트
- [0302] (4) 라미네이트 테스트
- [0303] (5) 빼기 가공 테스트
- [0304] <(1)~(5)의 테스트에 있어서의 그래파이트 필름의 찢어짐 불량률의 평가>
- [0305] (1)~(5)의 테스트에 있어서의 그래파이트 필름의 찢어짐 불량률의 평가 방법을 설명한다. 물의 전 영역에 걸쳐, 길이 5mm 이상의 찢어짐 불량률을 세어, 단위 길이(1m)당 찢어짐 불량률의 수로서 환산했다. 1m당 찢어짐 불량률이 0.05개/m 미만은 A, 0.05개/m 이상 0.2개/m 미만은 B, 0.2개/m 이상 1개/m 미만은 C, 1개/m 이상 2개/m 미만은 D, 2개/m 이상은 E로 했다.
- [0306] <(1)~(3)의 테스트에 있어서의 엇감김의 평가>
- [0307] (1)~(3)의 테스트에 있어서의, 엇감김(단부의 짝을 이룬 것의 정도)을 평가했다. 테스트 종료 후의 그래파이트 필름의 권(卷)의 단부를 확인하고, 최대 5mm 미만밖에 어긋나 있지 않은 것을 A, 5mm 이상 10mm 미만 어긋나는 것은 B, 10mm 이상 20mm 미만의 것은 C, 20mm 이상 30mm 미만의 것은 D, 30mm 이상은 E로 했다.
- [0308] <(2)의 테스트의 그래파이트 필름의 엇지의 버르의 평가>
- [0309] 그래파이트 필름의 슬릿면의 버르의 발생의 정도를 평가했다. 물의 전 영역에 걸쳐, 눈으로 보아 확인할 수 있는 버르의 개수를 세어, 단위 길이(1m)당 버르의 개수로서 환산했다. 1m당 주름의 개수가 0.05개/m 미만은 A, 0.05개/m 이상 0.2개/m 미만은 B, 0.2개/m 이상 1개/m 미만은 C, 1개/m 이상 2개/m 미만은 D, 2개/m 이상은 E로 했다.
- [0310] <(3)의 테스트의 그래파이트 필름의 접힘 주름의 평가>
- [0311] 압축 테스트 후의 그래파이트 필름의 접힘 주름에 대해서, 이하와 같이 평가했다. 물의 전 영역에 걸쳐, 길이 5mm 이상의 접힘 주름의 개수를 세어, 단위 길이(1m)당 주름의 개수로서 환산했다. 1m당 주름의 개수가 0.05개/m 미만은 A, 0.05개/m 이상 0.2개/m 미만은 B, 0.2개/m 이상 1개/m 미만은 C, 1개/m 이상 2개/m 미만은 D, 2개/m 이상은 E로 했다.
- [0312] <(4)의 테스트 후의 그래파이트 복합 필름의 접합 주름의 평가>
- [0313] 도 22와 같은, 접합 공정 후의 그래파이트 복합 필름의 접합 주름에 대해서, 이하와 같이 평가했다. 물의 전 영역에 걸쳐, 길이 5mm 이상의 접합 주름의 개수를 세어, 단위 길이(1m)당 주름의 개수로서 환산했다. 1m당 주름의 개수가 0.05개/m 미만은 A, 0.05개/m 이상 0.2개/m 미만은 B, 0.2개/m 이상 1개/m 미만은 C, 1개/m 이상 2개/m 미만은 D, 2개/m 이상은 E로 했다.
- [0314] <(5)의 테스트의 그래파이트 빼기 가공품의 치수 정밀도 평가>
- [0315] 그래파이트 빼기 가공품의 치수 정밀도를 평가했다. 얻어진 그래파이트 빼기 가공품 전 수에 대해, 4번의 길이

를 측정하여, $50\text{mm} \pm 0.5\text{mm}$ 를 합격으로 판단했다. 합격 개수와 전 수로부터, 합격률을 산출했다. 합격률이 98% 이상을 A, 95% 이상 98% 미만을 B, 90% 이상 95% 미만을 C, 85% 이상 90% 미만을 D, 85% 미만을 E로 했다.

- [0316] <(1)?(5)의 테스트에서 사용되는 그래파이트 필름의 면 방향의 열확산율 측정>
- [0317] 그래파이트 필름의 면 방향의 열확산율은, 광(光)교류법에 의한 열확산율 측정 장치(알박리코우(주)샤로부터 입수 가능한 「LaserPit」)를 사용하여, 그래파이트 필름을 $4 \times 40\text{mm}$ 의 샘플 형상으로 절취하고, 20°C 의 분위기 하에서, 10Hz로 측정했다. 실제의 측정에서는, 도 28의 9점으로부터, $150\text{mm} \times 50\text{mm}$ 의 시험편을 빼냈다.
- [0318] 면 방향의 열확산율이 $8.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2 / \text{s}$ 이상을 A, $6.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2 / \text{s}$ 이상 $8.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2 / \text{s}$ 미만을 B, $4.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2 / \text{s}$ 이상 $6.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2 / \text{s}$ 미만을 C, $6.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2 / \text{s}$ 이상 $3.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2 / \text{s}$ 미만을 D, $3.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2 / \text{s}$ 미만을 E로 했다.
- [0319] 실시예, 비교예, 참고예에서 사용되는 그래파이트 필름의 파라미터와, (1)?(5)의 테스트의 조건을 표 1?5에 정리했다. 또한, 표 1?5에 기재한 각종 파라미터를 하기에 나타내고, 그 의미도 아울러 나타냈다.
- [0320] $a = (\text{최단부의 느슨해짐}) - (\text{최단부로부터 } 30\text{mm} \text{ 지점의 느슨해짐})$
- [0321] $b = (\text{제1롤과 그래파이트 필름의 접촉 개시점}) - (\text{제1롤의 중심점}) - (\text{제1롤 / 제2롤의 접점})$ 이 이루는 각도
- [0322] $c = (\text{제2롤과 접촉층 또는 접착층을 갖는 시트의 접촉 개시점}) - (\text{제2롤의 중심점}) - (\text{제1롤 / 제2롤의 접점})$ 이 이루는 각도
- [0323] (1) 바뀌감기 테스트에 대해서
- [0324] [실시예 1]
- [0325] 도 1과 같이, 바뀌감기 테스트를 실시했다. 보다 상세하게는, 지제(紙製)의 지름이 3인치의 지관(紙管)에 감긴 GS1을, 평행하게 배치된 다른 3인치의 지관에 바뀌감았다. 지관끼리의 거리는 1000mm 로 실시했다. 그래파이트 필름의 MD 방향으로 가하는 장력을 $30\text{g} / \text{cm}$, 바뀌감기 속도를 $5\text{m} / \text{min}$ 으로 실시했다. 그래파이트 필름의 찢어짐의 정도와, 엇감김의 정도를 평가했다.
- [0326] [실시예 2]
- [0327] MD 방향으로 가하는 장력을 $5\text{g} / \text{cm}$ 로 변경한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0328] [실시예 3]
- [0329] MD 방향으로 가하는 장력을 $100\text{g} / \text{cm}$ 로 변경한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0330] [실시예 4]
- [0331] MD 방향으로 가하는 장력을 $400\text{g} / \text{cm}$ 로 변경한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0332] [실시예 5]
- [0333] 바뀌감기 속도를 $20\text{m} / \text{min}$ 으로 변경한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0334] [실시예 6]
- [0335] GS2를 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0336] [실시예 7]
- [0337] GS3을 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0338] [실시예 8]
- [0339] GS4를 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0340] [실시예 9]
- [0341] MD 방향으로 가하는 장력을 $5\text{g} / \text{cm}$ 로 변경한 것 이외는 실시예 8과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0342] [실시예 10]

- [0343] MD 방향으로 가하는 장력을 100g / cm로 변경한 것 이외는 실시예 8과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0344] [실시예 11]
- [0345] MD 방향으로 가하는 장력을 400g / cm로 변경한 것 이외는 실시예 8과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0346] [실시예 12]
- [0347] 바뀌감기 속도를 20m / min으로 변경한 것 이외는 실시예 8과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0348] [실시예 13]
- [0349] GS5를 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0350] [실시예 14]
- [0351] GS6을 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0352] [실시예 15]
- [0353] GS7을 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0354] [실시예 16]
- [0355] GS8을 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0356] [실시예 17]
- [0357] GS9를 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0358] [실시예 18]
- [0359] GS10을 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0360] [실시예 19]
- [0361] GS11을 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0362] [실시예 20]
- [0363] GS12를 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0364] [실시예 21]
- [0365] GS13을 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0366] [비교예 1]
- [0367] GS14를 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0368] [비교예 2]
- [0369] GS15를 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0370] [비교예 3]
- [0371] GS16을 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.
- [0372] [참고예 1]
- [0373] GS17을 사용한 것 이외는 실시예 1과 같이 바뀌감기 테스트를 실시했다.

[0374] [표 1]

실시예	종류	그라파이트 필름 조건										되감기 조건		평가		
		노스해점 mm	a mm	구부러짐 mm	두께 μm	폭 mm	길이 m	면적 m^2	평균 인열 허용 N	장력 g/cm	속도 m/min	찢어짐	엇감김	GS의 열화신용		
실시예 1	GS1	10	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	B	A	A		
실시예 2	GS1	10	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	5	5	A	B	A		
실시예 3	GS1	10	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	100	5	C	A	A		
실시예 4	GS1	10	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	400	5	C	A	A		
실시예 5	GS1	10	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	20	C	B	A		
실시예 6	GS2	10	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	C	A	A		
실시예 7	GS3	20	10	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	B	A	A		
실시예 8	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	A	A	A		
실시예 9	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	5	5	A	C	A		
실시예 10	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	100	5	A	A	A		
실시예 11	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	400	5	B	A	A		
실시예 12	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	20	A	B	A		
실시예 13	GS5	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.050	30	5	A	A	C		
실시예 14	GS6	40	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	C	A	A		
실시예 15	GS7	70	50	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	A	C	A		
실시예 16	GS8	70	60	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	A	D	A		
실시예 17	GS9	40	30	<1	40	450	35	15.8	0.010	30	5	A	A	A		
실시예 18	GS10	10	5	<1	25	250	35	8.75	0.010	30	5	A	A	A		
실시예 19	GS11	10	5	<1	25	120	35	4.2	0.010	30	5	A	A	A		
실시예 20	GS12	10	5	5	25	120	35	4.2	0.010	30	5	B	C	A		
실시예 21	GS13	10	5	10	25	120	35	4.2	0.010	30	5	C	D	A		
비교예 1	GS14	2	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	E	A	A		
비교예 2	GS15	100	60	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	A	E	A		
비교예 3	GS16	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.120	30	5	A	A	E		
비교예 4	GS17	2	2	<1	50	450	35	15.8	0.120	30	5	A	A	E		

[0375]

[0376] (2) 슬릿 테스트에 대해서

[0377] [실시예 22]

[0378] 도 2와 같은 슬릿 테스트를 실시했다. 보다 상세하게는, 지체의 지름이 3인치의 지관에 감긴 GS1을, 평행하게 배치된 다른 3인치의 지관에 바꿔감으면서, 롤 커터로 그라파이트 필름의 폭이 절반이 되도록 슬릿했다. 지관 끼리의 거리는 1000mm로 실시했다. 슬릿하는 날의 위치는, 지관의 중앙에 배치했다. 그라파이트 필름의 MD 방향으로 가하는 장력을 30g/cm, 바꿔감기 속도를 5m/min으로 실시했다. 그라파이트 필름의 찢어짐의 정도와, 엇감김의 정도, 엇지의 버르의 정도를 평가했다.

[0379] [실시예 23]

[0380] 시저날을 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.

[0381] [실시예 24]

[0382] GS2를 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.

[0383] [실시예 25]

[0384] GS3을 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.

[0385] [실시예 26]

- [0386] GS4를 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0387] [실시예 27]
- [0388] 시저날을 사용한 것 이외는, 실시예 26과 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0389] [실시예 28]
- [0390] GS5를 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0391] [실시예 29]
- [0392] GS6을 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0393] [실시예 30]
- [0394] GS7을 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0395] [실시예 31]
- [0396] GS8을 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0397] [실시예 32]
- [0398] GS11을 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0399] [실시예 33]
- [0400] GS12를 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0401] [실시예 34]
- [0402] GS13을 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0403] [비교예 4]
- [0404] GS14를 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0405] [비교예 5]
- [0406] GS15를 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0407] [비교예 6]
- [0408] GS16을 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.
- [0409] [참고예 2]
- [0410] GS17을 사용한 것 이외는, 실시예 22와 같이 하여 슬릿 테스트를 실시했다.

[0411] [표 2]

종류	그래파이트 필름 조건										슬릿 조건			평가		
	노출해결 mm	a mm	구부러짐 mm	두께 μm	폭 mm	길이 m	면적 m ²	평균 인열 N	인장 g/cm	속도 cm/min	날의 종류	찢어짐	엇감김	엿지의 상태	GS의 열확산율	
실시예22	GS1	10	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	롤날	B	A	A	A
실시예23	GS1	10	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	시제날	C	A	C	A
실시예24	GS2	10	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	롤날	C	A	A	A
실시예25	GS3	20	10	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	롤날	B	A	A	A
실시예26	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	롤날	A	A	A	A
실시예27	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	시제날	B	A	B	A
실시예28	GS5	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.050	30	5	롤날	B	A	C	C
실시예29	GS6	40	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	롤날	C	A	A	A
실시예30	GS7	70	60	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	롤날	A	C	A	A
실시예31	GS8	70	60	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	롤날	A	D	A	A
실시예32	GS11	10	5	<1	25	120	35	4.2	0.010	30	5	롤날	A	A	A	A
실시예33	GS12	10	5	5	25	120	35	4.2	0.010	30	5	롤날	B	C	A	A
실시예34	GS13	10	5	10	25	120	35	4.2	0.010	30	5	롤날	C	D	A	A
비교예4	GS14	2	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	롤날	E	A	A	A
비교예5	GS15	100	60	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	5	롤날	A	E	A	A
비교예6	GS16	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.120	30	5	롤날	B	E	E	E
참고예2	GS17	2	2	<1	50	450	35	15.8	0.120	30	5	롤날	A	A	C	E

[0412]

[0413] (3) 압축 테스트에 대해서

[0414] [실시예 35]

[0415] 도 3과 같은 단관 연속 프레스를 사용하여, 압축 테스트를 실시했다. 보다 상세하게는, 지체의 지름이 3인치의 지관에 감긴 GS1을, 평행하게 배치된 다른 3인치의 지관에 바꿔감으면서, 그 중간 지점에서 30mm 폭×500mm의 금형을 사용하여, 그라파이트 필름을 연속 프레스했다. 프레스의 횡수는 60회/min으로 했다. 그라파이트 필름의 MD 방향으로 가하는 장력은 30g/cm, 바꿔감기 속도는 1m/min으로 했다. 그라파이트 필름의 찢어짐의 정도와, 엿감김의 정도, 압축 후의 주름의 정도를 평가했다.

[0416] [실시예 36]

[0417] 도 4과 같은 롤 압연을 사용하여, 압축 테스트를 실시했다. 보다 상세하게는, 지체의 지름이 3인치의 지관에 감긴 GS1을, 평행하게 배치된 다른 3인치의 지관에 바꿔감으면서, 그 중간 지점에서, 외경 300mm의 금속제 압연 롤과 외경 280mm의 수지제 압연롤 사이에 그라파이트 필름을 통과시켜 압축 테스트를 실시했다. 그라파이트 필름의 MD 방향으로 가하는 장력은 30g/cm, 바꿔감기 속도는 1m/min으로 했다. 그라파이트 필름의 찢어짐의 정도와, 엿감김의 정도, 압축 후의 주름의 정도를 평가했다.

[0418] [실시예 37]

[0419] 그라파이트 필름의 MD 방향으로 가하는 장력을 100g/cm로 한 것 이외는, 실시예 36과 같이 하여, 압축 테스트

를 실시했다.

- [0420] [실시예 38]
- [0421] GS2를 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0422] [실시예 39]
- [0423] GS3을 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0424] [실시예 40]
- [0425] GS4를 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0426] [실시예 41]
- [0427] GS4를 사용한 것 이외는, 실시예 36과 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0428] [실시예 42]
- [0429] GS4를 사용한 것 이외는, 실시예 37과 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0430] [실시예 43]
- [0431] GS5를 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0432] [실시예 44]
- [0433] GS6을 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0434] [실시예 45]
- [0435] GS7을 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0436] [실시예 46]
- [0437] GS8을 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0438] [실시예 47]
- [0439] GS11을 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0440] [실시예 48]
- [0441] GS12를 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0442] [실시예 49]
- [0443] GS13을 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0444] [비교예 7]
- [0445] GS14를 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0446] [비교예 8]
- [0447] GS15를 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0448] [비교예 9]
- [0449] GS16을 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.
- [0450] [참고예 3]
- [0451] GS17을 사용한 것 이외는, 실시예 35와 같이 하여 압축 테스트를 실시했다.

[0452]

[표 3]

실시에 35	실시에 36	실시에 37	실시에 38	실시에 39	실시에 40	실시에 41	실시에 42	실시에 43	실시에 44	실시에 45	실시에 46	실시에 47	실시에 48	실시에 49	비교예 7	비교예 8	비교예 9	점교예 3	그래파이트 필름 조건										인속 조건			평가			
																			종류	두께	폭	길이	면적	평균 인열 허용	장력	속도	인속 방법	찢어짐	잇감량	GS의 열화선율	주름				
GS1	GS1	GS1	GS2	GS3	GS4	GS4	GS4	GS5	GS6	GS7	GS8	GS11	GS12	GS13	GS14	GS15	GS16	GS17	2	2	<1	50	450	35	15.8	N	30	1	단편 연속 포레스	C	A	A	A	A	
10	10	10	10	20	40	40	40	40	40	70	70	10	10	10	2	100	40	2	2	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	B	A	A	A	B	
5	5	5	5	2	30	30	30	30	2	50	50	<1	<1	5	<1	<1	<1	<1	<1	5	5	25	450	35	15.8	0.010	100	1	불암연	B	A	A	A	A	
<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	5	<1	<1	<1	<1	<1	5	5	25	450	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	D	A	A	A	A	
25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	450	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	C	A	A	A	A	
450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	m	450	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	m ²	450	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A		
N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	450	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	g/cm	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A		
단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	단편 연속 포레스	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
C	B	B	D	C	A	A	A	A	D	A	A	A	C	C	E	A	B	A	A	A	A	A	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	C	D	A	C	D	A	E	A	A	A	A	A	A	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
A	B	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	
A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	30	35	15.8	0.010	30	1	단편 연속 포레스	A	A	A	A	A	

[0453]

[0454]

[0455]

[0456]

(4) 라미네이트 테스트에 대해서

[실시예 50]

도 5와 같은 라미네이트 테스트를 실시했다. 보다 상세하게는, 지제의 지름이 3인치의 지관에 감긴 GS1을, 서로 평행하게 나열된 외경 50mm 길이 635mm의 제1롤과 제2롤 사이에, b가 120도가 되도록 연속적으로 공급하여, 두께 10μm, 폭 430mm의 PET 테이프와 접합했다. PET 테이프는 데라오카세이사쿠쇼로부터 입수할 수 있는 633K의 세퍼레이터 부착을 사용하여, 세퍼레이터를 80도의 각도로 벗기면서 제2롤에, c가 120도가 되도록 공급했다. 이때 제1롤은 플랫폼(도 13의 중앙과 1/4의 위치의 지름의 차가 20μm 이하)을 사용하고, 제2롤은 크라운롤(도 13의 중앙과 1/4의 위치의 지름의 차가 200μm)을 사용했다. 그라파이트 필름의 MD 방향으로 가하는 장력은 30g/cm, 바퀴감기 속도는 1m/min으로 했다. 그라파이트 필름의 찢어짐의 정도, 접합 주름의 정도를 평가했다.

- [0457] [실시예 51]
- [0458] 그래파이트 필름의 MD 방향으로 가하는 장력은 100g / cm로 변경한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0459] [실시예 52]
- [0460] GS2를 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0461] [실시예 53]
- [0462] GS3을 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0463] [실시예 54]
- [0464] GS4를 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0465] [실시예 55]
- [0466] 그래파이트 필름의 MD 방향으로 가하는 장력은 5g / cm로 변경한 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0467] [실시예 56]
- [0468] 그래파이트 필름의 MD 방향으로 가하는 장력은 100g / cm로 변경한 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0469] [실시예 57]
- [0470] b가 0도로 변경한 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0471] [실시예 58]
- [0472] b가 5도로 변경한 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0473] [실시예 59]
- [0474] b가 45도로 변경한 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0475] [실시예 60]
- [0476] c가 0도로 변경한 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0477] [실시예 61]
- [0478] c가 45도로 변경한 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0479] [실시예 62]
- [0480] 제1롤을 크라운롤로 변경한 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0481] [실시예 63]
- [0482] 제1롤을 크라운롤, 제2롤을 플랫폼롤로 변경한 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0483] [실시예 64]
- [0484] PET 테이프를 세퍼레이터가 부착되어 있지 않은 것을 사용한 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0485] [실시예 65]
- [0486] PET 테이프의 폭이 470mm인 것 이외는, 실시예 54와 같이 하여 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0487] [실시예 66]
- [0488] GS5를 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0489] [실시예 67]

- [0490] GS6을 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0491] [실시예 68]
- [0492] GS7을 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0493] [실시예 69]
- [0494] GS8을 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0495] [실시예 70]
- [0496] GS10을 사용한 것, PET 테이프의 폭이 230mm인 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0497] [실시예 71]
- [0498] GS11을 사용한 것, PET 테이프의 폭이 110mm인 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0499] [실시예 72]
- [0500] GS12를 사용한 것 이외는, 실시예 71과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0501] [실시예 73]
- [0502] GS13을 사용한 것 이외는, 실시예 71과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0503] [비교예 10]
- [0504] GS14를 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0505] [비교예 11]
- [0506] GS15를 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0507] [비교예 12]
- [0508] GS16을 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.
- [0509] [참고예 4]
- [0510] GS17을 사용한 것 이외는, 실시예 50과 같이 하여, 라미네이트 테스트를 실시했다.

[0511] [표 4]

실시예	종류	단층원형 mm	α	두께 mm	그라파이트 필름 조건				면적 m ²	평균 인열 하중 N	원칙상 또는 원칙상 를 갖는 시트 조건		라미네이트 조건						평가			
					두께 μm	폭 mm	길이 m	밀도 g/cm ³			재료	총 두께 μm	폭 mm	장력 g/cm	속도 m/min	b	g	세퍼레이션 도	제	층의 형성	찢어짐	층
실시예 50	GS1	10	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	B	A	A
실시예 51	GS1	10	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	100	1	120	120	유무	불특	크리온	C	A	A
실시예 52	GS2	10	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	C	A	A
실시예 53	GS3	20	10	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	B	A	A
실시예 54	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	5	1	120	120	유무	불특	크리온	A	A	A
실시예 55	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	5	1	120	120	유무	불특	크리온	A	A	A
실시예 56	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	100	1	120	120	유무	불특	크리온	A	A	A
실시예 57	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	0	120	유무	불특	크리온	A	A	A
실시예 58	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	45	120	유무	불특	크리온	A	C	A
실시예 59	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	B	A
실시예 60	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	B	A
실시예 61	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	45	유무	불특	크리온	A	C	A
실시예 62	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	B	A
실시예 63	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	B	A
실시예 64	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	C	A
실시예 65	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	470	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	B	A
실시예 66	GS5	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.050	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	A	C
실시예 67	GS6	40	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	C	A	A
실시예 68	GS7	70	50	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	B	A
실시예 69	GS8	70	60	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	B	A
실시예 70	GS10	10	5	<1	25	250	35	8.73	0.010	PET/이포	10	230	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	A	A
실시예 71	GS11	10	5	<1	25	120	35	4.2	0.010	PET/이포	10	110	30	1	120	120	유무	불특	크리온	A	A	A
실시예 72	GS12	10	5	5	25	120	35	4.2	0.010	PET/이포	10	110	30	1	120	120	유무	불특	크리온	B	C	A
실시예 73	GS13	10	5	10	25	120	35	4.2	0.010	PET/이포	10	110	30	1	120	120	유무	불특	크리온	C	D	A
비교예 10	GS14	2	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	0	유무	불특	크리온	E	A	A
비교예 11	GS15	100	60	<1	25	450	35	15.8	0.010	PET/이포	10	430	30	1	120	0	유무	불특	크리온	A	E	A
비교예 12	GS16	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.120	PET/이포	10	430	30	1	120	0	유무	불특	크리온	A	A	E
비교예 4	GS17	2	2	<1	50	450	35	15.8	0.120	PET/이포	10	430	30	1	120	0	유무	불특	크리온	A	A	E

[0512]

[0513] (5) 빼기 가공 테스트에 대해서

[0514] [실시예 74]

[0515] 도 6과 같이 빼기 가공 테스트를 실시했다. 보다 상세하게는, 지체의 지름이 3인치의 지관에 감긴 GS1을, 평행하게 배치된 다른 3인치의 지관에 바꿔감으면서, 그 중간 지점에서, 50mm 각의 피나클형을 8열 나열된 틀을 사용하여, 그라파이트 필름을 타발했다. 타발한 횟수는 100회 /min으로 했다. 그라파이트 필름의 MD 방향으로 가하는 장력은 30g/cm, 바꿔감기 속도는 6m/min으로 했다. 그라파이트 필름의 찢어짐의 정도, 타발품의 치수 정밀도를 평가했다.

[0516] [실시예 75]

[0517] GS2를 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.

- [0518] [실시예 76]
- [0519] GS3을 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0520] [실시예 77]
- [0521] GS4를 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0522] [실시예 78]
- [0523] GS5를 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0524] [실시예 79]
- [0525] GS6을 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0526] [실시예 80]
- [0527] GS7을 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0528] [실시예 81]
- [0529] GS8을 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0530] [실시예 82]
- [0531] GS10을 사용한 것, 피나클형을 4열 나열한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0532] [실시예 83]
- [0533] GS11을 사용한 것, 피나클형을 2열 나열한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0534] [실시예 84]
- [0535] GS12를 사용한 것 이외는, 실시예 83과 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0536] [실시예 85]
- [0537] GS13을 사용한 것 이외는, 실시예 83과 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0538] [비교예 13]
- [0539] GS14를 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0540] [비교예 14]
- [0541] GS15를 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0542] [비교예 15]
- [0543] GS16을 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.
- [0544] [참고예 5]
- [0545] GS17을 사용한 것 이외는, 실시예 74와 같이 하여, 빼기 가공 테스트를 실시했다.

[0546] [표 5]

종류	그래파이트 필름 조건										베기 가공의 조건				평가		
	노출패장	a	구분패장	두께	폭	길이	면적	평균인열하중	정렬	속도	타입 사이즈	열	젓이점	지수정밀도	GSS의 열확산율		
mm	mm	mm	μm	mm	m	m ²	N	g/cm	m/min								
실시예74	GS1	10	5	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	6	50mm각	8	B	A	A	
실시예75	GS2	10	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	6	50mm각	8	C	A	A	
실시예76	GS3	20	10	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	6	50mm각	8	B	A	A	
실시예77	GS4	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	6	50mm각	8	A	A	A	
실시예78	GS5	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.050	30	6	50mm각	8	A	A	A	
실시예79	GS6	40	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	6	50mm각	8	C	A	A	
실시예80	GS7	70	50	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	6	50mm각	8	A	B	A	
실시예81	GS8	70	60	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	6	50mm각	8	A	B	A	
실시예82	GS10	10	5	<1	25	250	35	8.75	0.010	30	6	50mm각	4	A	A	A	
실시예83	GS11	10	5	<1	25	120	35	4.2	0.010	30	6	50mm각	2	A	A	A	
실시예84	GS12	10	5	5	25	120	35	4.2	0.010	30	6	50mm각	2	B	C	A	
실시예85	GS13	10	5	10	25	120	35	4.2	0.010	30	6	50mm각	2	C	D	A	
비교예13	GS14	2	2	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	6	50mm각	8	E	A	A	
비교예14	GS15	100	80	<1	25	450	35	15.8	0.010	30	6	50mm각	8	A	E	A	
비교예15	GS16	40	30	<1	25	450	35	15.8	0.120	30	6	50mm각	8	A	A	E	
참고예5	GS17	2	2	<1	50	450	35	15.8	0.120	30	6	50mm각	8	A	A	E	

[0547]

[0548] [실시예 86]

[0549] 4,4'-옥시아닐린의 1당량을 용해한 DMF(디메틸포름아미드) 용액에, 피로멜리트산2무수물의 1당량을 용해하여 폴리아미드산 용액(18.5중량%)을 얻었다.

[0550] 이 용액을 냉각하면서, 폴리아미드산에 함유되는 카본산기에 대하여, 1당량의 무수 아세트산, 1당량의 이소퀴놀린, 및 DMF를 함유하는 이미드화 촉매를 첨가하여 탈포했다.

[0551] 중합 공정에서 만들어진 폴리아미드산의 DMF 용액은 믹서로 경화제(무수 아세트산, 이소퀴놀린)와 일정한 비율로 혼합하여, T 다이로부터 엔드리스 벨트(표면 거칠기(Ra)가 10μm) 위, 연속적으로 약 600μm의 두께로 유연 도포하고, 벨트를 회전시키면서 열풍 건조했다. 이때, 벨트실의 온도 조건은, 벨트 온도 120℃×4분, 냉각 폴리의 온도 70℃로 했다. 이 혼합 바니시는 가열됨으로써 분자 내의 탈수가 일어나, 이미드화 반응이 진행됐다. 또한, 용매가 증발함으로써 벨트실 출구에서의 잔(殘)용매량이 약 46%가 된 자기 지지성을 갖는 필름(겔 필름)을 벨트로부터 당겨버려, 핀 테두리에 고정하고, 텐터실에서 300℃?580℃로 합계 4분의 열처리를 행했다. 그 후, 냉각실에서 실온까지 승온하고, 핀으로부터 당겨버려 권취했다. 두께 50μm의 폴리아미드 필름 A를 제조했다. 얻어진 폴리아미드 필름 A의 휨량은 5mm이며, 제1면이 제막시의 벨트면, 제2면이 에어면이었다. 제1면의 표면 거칠기(Ra)는 43μm, 제2면이 36μm였다.

[0552] 두께 50μm, 폭 250mm, 길이 50m의 폴리아미드 필름 A를, 제1면이 내측이 되도록, 도 26과 같은, 외경 100mm, 길

이 300mm의 원통상의 흑연제 내심에 권부하고, 내경 130mm의 외통을 씌웠다. 용기에는 264와 같이 통기성을 갖게 하기 위한 구멍이 몇 개소 열려 있다. 이 용기를 전기로 내에 가로 방향으로 셋트했다. 1400℃까지 2℃ / min의 승온 조건으로 탄화 처리를 행했다. 다음으로, 얻어진 롤상의 탄화 필름을 외경 100mm의 내심에, 도 35와 같이 셋트하여, 이 용기를, 세로 방향으로 흑연화 로 내의 가대에 놓고 셋트했다. 2900℃까지 5℃ / min의 승온 조건으로 흑연화 처리를 실시했다.

[0553] 로로부터 취출했을 때, 흑연화 필름의 원통 형상이 도 36의 362와 같이 크게 무너져 있는 것을 C, 조금만 무너져 있는 것을 B, 도 36의 361과 같이 무너져 있지 않은 것을 A로 했다. 로로부터 취출했을 때의 흑연화 필름의 원통 형상에 따른 이 평가 항목을 형상 붕괴라고 한다.

[0554] 또한, 실시예 8, 26, 40, 54, 77과 같은 방법으로, (1) 바뀌감기 테스트, (2) 슬릿 테스트, (3) 압축 테스트, (4) 라미네이트 테스트, (5) 빼기 가공 테스트를 각각 실시했다.

[0555] [실시예 87]

[0556] 제2면이 내측이 되도록 권부한 것 이외는 실시예 86과 같이 실시했다.

[0557]

[표 6]

종류	고분자 필름										단화 공정				축연화 공정															
	두께 μm	폭 mm	길이 m	면적 m ²	필량 *** mm	제막시의 면			표면 거칠기 (Ra)		권의 내면		용기		권의 내면		용기		최고 온도 °C	체온 두께 of 두께										
실시예 86	폴리아미드 필름 A	50	250	50	12.5	5	벨트면	제1면 *	제2면 **	제1면	제2면	43	36	43	36	제1면	제2면	원통	원통	100	100	1400	제1면	제2면	원통	원통	100	100	2900	체온
실시예 87	폴리아미드 필름 A	50	250	50	12.5	5	벨트면	제1면 *	제2면 **	제1면	제2면	43	36	43	36	제1면	제2면	원통	원통	100	100	1400	제1면	제2면	원통	원통	100	100	2900	체온

* 제1면 ... 제1 축의 면과 반대 축의 면
 ** 제2면 ... 제2 축의 면
 *** 필량 ... 폭 100mm 로 측정하여 측정

[0558]

[0559] [표 7]

실시에 86 실시에 87	종류	그래파이트 필름의 물성										평가				
		질량 중량률	두께	a	구멍직경	두께	폭	길이	면적	평균 인열 허용 강도	(1) 바뀐감기 테스트	(2) 열적 테스트	(3) 압축 테스트	(4) 강도 테스트	(5) 배기 테스트	OS의 물성 신용
A	A	8.3	40	30	<1	25	225	45	10.125	N	A	A	A	A	A	A
C	C	8.3	40	30	<1	25	225	45	10.125	0.010	C	C	C	C	C	A

[0560]

[0561] <결과>

[0562] (1) 바뀐감기 테스트에 대해서

[0563] <바뀐감기하는 방법에서의 그래파이트 필름의 느슨해짐에 대해서>

[0564] 실시예 1, 7, 8, 15, 비교예 1, 2를 비교한다.

[0565] 비교예 1은, 그래파이트 필름의 느슨해짐이 5mm보다 작기 때문에, 필름의 단부에 응력이 집중하여, 찢어짐 불량이 다발했다. 한편, 비교예 2는, 찢어짐 불량은 발생하지 않았지만, 느슨해짐이 80mm보다 크기 때문에, 권취시에 엇감김 불량이 발생했다.

[0566] 실시예 1, 7, 8, 15는, 그래파이트 필름의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하의 적절한 범위에 있기 때문에, 찢어짐 불량 및 엇감김이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 8은, 찢어짐 불량 및 엇감김이 전혀 발생하지 않았다.

[0567] <바뀐감기하는 방법에서의 그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값에 대해서>

[0568] 실시예 1, 7, 8, 15, 비교예 1, 2를 비교한다.

- [0569] 비교예 1은, 그래파이트 필름의 a값이 5mm 미만이기 때문에, 단부에 응력이 걸리기 쉬워, 찢어짐 불량이 다발했다.
- [0570] 실시예 1, 7, 8, 15는 그래파이트 필름의 a값이 5mm 이상 50mm 이하로 적당한 범위에 있기 때문에, 찢어짐 불량이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 8은, 찢어짐 불량이 전혀 발생하지 않았다.
- [0571] 또한, 실시예 1과 6, 실시예 8과 14를 각각 비교한다.
- [0572] 실시예 1, 실시예 8은, a값이 5mm 이상으로 크기 때문에, 동일한 느슨해짐을 가지는 실시예 6, 14와 비교하여 찢어짐 불량을 억제할 수 있었다.
- [0573] <바꿔감기하는 방법에서의 그래파이트 필름의 구부러짐에 대해서>
- [0574] 실시예 19?20을 비교한다.
- [0575] 실시예 19?20의 비교로부터, 그래파이트 필름의 구부러짐이 10, 5, <1mm로 작아지자, 찢어짐 불량 및 엇감김이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 19는 찢어짐 불량 및 엇감김이 전혀 발생하지 않았다.
- [0576] <바꿔감기하는 방법에서의 인열 강도에 대해서>
- [0577] 실시예 1, 7, 8, 13, 15, 비교예 1, 3, 참고예 1을 비교한다.
- [0578] 비교예 1과의 대비로부터 알 수 있는 바와 같이, 구체적으로는, 실시예 1, 7, 8, 13, 15와 같은 저(低)인열 강도의 그래파이트 필름이어도, 느슨해짐을 5mm 이상 80mm 이하, a값을 5mm 이상 50mm 이하로 함으로써 찢어짐이나 엇감김과 같은 불량을 발생시키지 않고 바꿔감기를 행할 수 있다.
- [0579] 또한, 참고예 1이나 비교예 3은, 인열 강도가 낮다는 과제가 없는 그래파이트 필름이지만, 본원 발명의 그래파이트 필름과 비교하여, 열확산율이 낮은 것이다.
- [0580] <바꿔감기하는 방법에서의 바꿔감기 장력에 대해서>
- [0581] 실시예 1?4, 실시예 8?11을 비교한다.
- [0582] 실시예 1?4, 8?11의 비교로부터 알 수 있는 바와 같이, 바꿔감기 장력을 5, 30, 100, 400g / cm로 강화함으로써 엇감김 불량을 억제할 수 있었다. 또한, 실시예 1?4와 실시예 8?11의 대비로부터 알 수 있는 바와 같이, 느슨해짐, a값이 클수록, 장력의 증대에 의해 증가하는 찢어짐 불량도 억제할 수 있었다.
- [0583] <바꿔감기하는 방법에서의 바꿔감기 속도에 대해서>
- [0584] 실시예 1과 5, 실시예 8과 12를 각각 비교한다. 실시예 1과 5, 실시예 8과 12의 비교로부터 알 수 있는 바와 같이, 바꿔감기 속도를 5, 20m / min으로 빠르게 해도, 느슨해짐, a값이 클수록, 찢어짐 불량이나 엇감김 불량이 발생하기 어려웠다.
- [0585] <바꿔감기하는 방법에서의 그래파이트 필름의 두께에 대해서>
- [0586] 실시예 8, 17을 비교한다. 느슨해짐의 정도가 같으면, 두께가 25 μ m여도 40 μ m여도, 마찬가지로 바꿔감을 수 있었다.
- [0587] <바꿔감기하는 방법에서의 그래파이트 필름의 폭에 대해서>
- [0588] 실시예 1, 18, 19를 비교한다. 450mm 폭의 광폭이어도 느슨해짐과 a값의 선정으로 양호한 결과를 얻을 수 있지만, 실시예 1, 18, 19의 비교로부터 알 수 있는 바와 같이 폭이 250mm, 120mm가 되면 동일한 느슨해짐, a값이어도 찢어짐 불량이 적어진다.
- [0589] (2) 슬릿 테스트에 대해서
- [0590] <슬릿하는 공정에서의 그래파이트 필름의 느슨해짐에 대해서>
- [0591] 실시예 22, 25, 26, 30, 비교예 4, 5를 비교한다. 비교예 4는, 그래파이트 필름의 느슨해짐이 5mm보다 작기 때문에, 필름의 단부에 응력이 집중하여, 찢어짐 불량이 다발했다. 한편, 비교예 5는, 찢어짐 불량은 발생하지 않았지만, 느슨해짐이 80mm보다 크기 때문에, 엇감김 불량이 발생했다.
- [0592] 실시예 22, 25, 26, 30은, 그래파이트 필름의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하의 적절한 범위에 있기 때문에, 찢어짐 불량 및 엇감김이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 26은, 찢어짐 불량 및 엇감김이 전혀 발생하지 않았

다.

- [0593] <슬릿하는 공정에서의 그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값에 대해서>
- [0594] 실시예 22, 25, 26, 30, 비교예 4, 5를 비교한다.
- [0595] 비교예 4는, 그래파이트 필름의 a값이 5mm 미만이기 때문에, 단부에 응력이 걸리기 쉬워, 찢어짐 불량이 다발했다.
- [0596] 실시예 22, 25, 26, 30은, 그래파이트 필름의 a값이 5mm 이상 50mm 이하로 적당한 범위에 있기 때문에, 찢어짐 불량이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 26은, 찢어짐 불량이 전혀 발생하지 않았다.
- [0597] 또한, 실시예 22와 24, 실시예 26과 29를 각각 비교한다.
- [0598] 실시예 22, 실시예 26은, a값이 5mm 이상으로 크기 때문에, 동일한 느슨해짐을 가지는 실시예 24, 29과 비교하여 찢어짐 불량을 억제할 수 있었다.
- [0599] <슬릿하는 공정에서의 그래파이트 필름의 구부러짐에 대해서>
- [0600] 실시예 32?34를 비교한다.
- [0601] 실시예 32?34의 비교로부터, 그래파이트 필름의 구부러짐이 10, 5, <1mm로 작아지자, 찢어짐 불량 및 엇감김이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 32는, 찢어짐 불량 및 엇감김이 전혀 발생하지 않았다.
- [0602] <슬릿하는 공정에서의 인열 강도에 대해서>
- [0603] 실시예 22, 25, 26, 28, 30, 비교예 4, 6, 참고예 2를 비교한다. 비교예 4와의 대비로부터 알 수 있는 바와 같이, 구체적으로는, 실시예 22, 25, 26, 28, 30과 같은 저인열 강도의 그래파이트 필름이어도, 느슨해짐을 5mm 이상 80mm 이하, a값을 5mm 이상 50mm 이하로 함으로써, 찢어짐이나 엇감김과 같은 불량을 발생시키지 않고 슬릿하는 공정을 실시할 수 있었다.
- [0604] 또한, 참고예 2나 비교예 6은, 인열 강도가 낮다는 과제가 없는 그래파이트 필름이지만, 본원 발명의 그래파이트 필름과 비교하여, 열확산율이 낮은 것이다.
- [0605] <슬릿하는 공정에서의 슬릿날의 종류에 대해서>
- [0606] 실시예 22, 23 및 실시예 26, 27을 비교한다. 실시예 22, 26에서는, 동일한 조건으로 시저날을 사용했을 경우 보다도, 찢어짐 불량이 감소하고, 또한, 엇지의 버르의 발생도 적었다. 이는, 풀날은 슬릿할 경우, 회전하기 때문에, 그래파이트 필름에 부담이 들기 어려웠기 때문이다.
- [0607] (3) 압축 테스트에 대해서
- [0608] <압축하는 공정에서의 그래파이트 필름의 느슨해짐에 대해서>
- [0609] 실시예 35, 39, 40, 45, 비교예 7, 8을 비교한다.
- [0610] 비교예 7은, 그래파이트 필름의 느슨해짐이 5mm보다 작기 때문에, 필름의 단부에 응력이 집중하여, 찢어짐 불량이 다발했다. 한편, 비교예 8은, 찢어짐 불량은 발생하지 않았지만, 느슨해짐이 80mm보다 크기 때문에 엇감김 불량이 발생했다.
- [0611] 실시예 35, 39, 40, 45는, 그래파이트 필름의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하의 적절한 범위에 있기 때문에, 찢어짐 불량 및 엇감김이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 40은, 찢어짐 불량 및 엇감김이 전혀 발생하지 않았다.
- [0612] <압축하는 공정에서의 그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값에 대해서>
- [0613] 실시예 35, 39, 40, 45, 비교예 7, 8을 비교한다.
- [0614] 비교예 7은, 그래파이트 필름의 a값이 5mm 미만이기 때문에, 단부에 응력이 걸리기 쉬워, 찢어짐 불량이 다발했다.
- [0615] 실시예 35, 39, 40, 45는, 그래파이트 필름의 a값이 5mm 이상 50mm 이하로 적당한 범위에 있기 때문에, 찢어짐

불량이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 40은, 찢어짐 불량이 전혀 발생하지 않았다.

- [0616] 또한, 실시예 35와 38, 실시예 40과 44를 각각 비교한다.
- [0617] 실시예 35, 실시예 40은, a값이 5mm 이상으로 크기 때문에, 동일한 느슨해짐을 가지는 실시예 38, 44와 비교하여 찢어짐 불량을 억제할 수 있었다.
- [0618] <압축하는 공정에서의 그래파이트 필름의 구부러짐에 대해서>
- [0619] 실시예 47?49를 비교한다.
- [0620] 실시예 47?49의 비교로부터, 그래파이트 필름의 구부러짐이 10, 5, <1mm로 작아지자, 찢어짐 불량 및 엇감김이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 47은, 찢어짐 불량 및 엇감김이 전혀 발생하지 않았다.
- [0621] <압축하는 공정에서의 인열 강도에 대해서>
- [0622] 실시예 35, 39, 40, 43, 45, 비교예 7, 9, 참고예 3을 비교한다.
- [0623] 비교예 7과의 대비로부터 알 수 있는 바와 같이, 구체적으로는, 실시예 35, 39, 40, 43, 45와 같은 저인열 강도의 그래파이트 필름이어도, 느슨해짐을 5mm 이상 80mm 이하, a값을 5mm 이상 50mm 이하로 함으로써, 찢어짐이나 엇감김과 같은 불량을 발생시키지 않고 압축 공정을 실시할 수 있다.
- [0624] 또한, 참고예 3이나 비교예 9는, 인열 강도가 낮다는 과제가 없는 그래파이트 필름이지만, 본원 발명의 그래파이트 필름과 비교하여, 열확산율이 낮은 것이다.
- [0625] <압축하는 공정에서의 압축 방법에 대해서>
- [0626] 실시예 35, 36 및 실시예 40, 41을 비교한다. 실시예 36에서는, 롤 압연을 사용했기 때문에, 그래파이트 필름에 부담이 걸리기 어렵고, 동일한 조건으로 단판 연속 프레스한 실시예 35와 비교하여, 찢어짐 불량이 발생하기 어려웠다. 한편, 느슨해짐, a값이 큰 실시예 40에서는, 단판 연속 프레스여도 찢어짐 불량을 억제할 수 있었다.
- [0627] 실시예 36, 37 및 실시예 41, 42를 비교한다. 실시예 37, 42에서는, 장력이 크기 때문에, 그 밖의 조건이 동일한 실시예 36, 41과 비교하여 권입 주름이 개선되었다. 느슨해짐, a값이 적절한 범위이기 때문에, 고(高)장력이어도 찢어짐 불량이 발생하지 않았다.
- [0628] (4) 라미네이트 테스트에 대해서
- [0629] <라미네이트하는 공정에서의 그래파이트 필름의 느슨해짐에 대해서>
- [0630] 실시예 50, 53, 54, 68, 비교예 10, 11을 비교한다.
- [0631] 비교예 10은, 그래파이트 필름의 느슨해짐이 5mm보다 작기 때문에, 필름의 단부에 응력이 집중하여, 찢어짐 불량이 다발했다. 한편, 비교예 11은, 찢어짐 불량은 발생하지 않았지만, 느슨해짐이 80mm보다 크기 때문에 첩합시에 주름이 발생했다.
- [0632] 실시예 50, 53, 54, 68은, 그래파이트 필름의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하의 적절한 범위에 있기 때문에, 찢어짐 불량 및 첩합 주름이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 54는, 찢어짐 불량 및 첩합 주름이 전혀 발생하지 않았다.
- [0633] <라미네이트하는 공정에서의 그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값에 대해서>
- [0634] 실시예 50, 53, 54, 68, 비교예 10, 11을 비교한다.
- [0635] 비교예 10은, 그래파이트 필름의 a값이 5mm 미만이기 때문에, 단부에 응력이 걸리기 쉬워, 찢어짐 불량이 다발했다.
- [0636] 실시예 50, 53, 54, 68은, 그래파이트 필름의 a값이 5mm 이상 50mm 이하로 적당한 범위에 있기 때문에, 찢어짐 불량이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 54는, 찢어짐 불량이 전혀 발생하지 않았다.
- [0637] 또한, 실시예 50과 52, 실시예 54와 67을 각각 비교한다.
- [0638] 실시예 50, 실시예 54는 a값이 5mm 이상으로 크기 때문에, 동일한 느슨해짐을 가지는 실시예 52, 67과 비교하여

찢어짐 불량을 억제할 수 있었다.

- [0639] <라미네이트하는 공정에서의 그래파이트 필름의 구부러짐에 대해서>
- [0640] 실시예 71?73을 비교한다.
- [0641] 실시예 71?73의 비교로부터, 그래파이트 필름의 구부러짐이 10, 5, <1mm로 작아지자, 찢어짐 불량 및 접합 주름이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 71은, 찢어짐 불량 및 접합 주름이 전혀 발생하지 않았다.
- [0642] <라미네이트하는 공정에서의 인열 강도에 대해서>
- [0643] 실시예 50, 53, 54, 66, 68, 비교예 10, 12, 참고예 4를 비교한다. 비교예 10과의 대비로부터 알 수 있는 바와 같이, 구체적으로는, 실시예 50, 53, 54, 66, 68과 같은 저인열 강도의 그래파이트 필름이어도, 느슨해짐을 5mm 이상 80mm 이하, a값을 5mm 이상 50mm 이하로 함으로써, 찢어짐이나 엇감김과 같은 불량을 발생시키지 않고 라미네이트 공정을 실시할 수 있다.
- [0644] 또한, 참고예 4나 비교예 12는, 인열 강도가 낮다는 과제가 없는 그래파이트 필름이지만, 본원 발명의 그래파이트 필름과 비교하여, 열확산율이 낮은 것이다.
- [0645] <그래파이트 필름이 제1롤과 접촉 개시하는 점과 제1롤의 중점과 제1롤 / 제2롤의 접점이 이루는 각도 b에 대해서>
- [0646] 실시예 54, 57?59를 비교한다. 실시예 59와 같이, b가 0도로, 그래파이트 필름을 제1롤에 접촉시키지 않고, 그대로 공급했을 경우에는, 접합 주름이 많이 발생했다. 실시예 58, 59, 54와 같이, b를 크게 하자, 접합 주름을 억제할 수 있었다. 특히 b를 45도 이상으로 하자, 접합 주름이 적어졌다. 이는, 롤에 접촉시키면서, 공급함으로써 그래파이트 필름 요철을 완화한 상태에서, 접합 포인트에 필름을 공급할 수 있었기 때문이다.
- [0647] <(제2롤과 접촉층 또는 접착층을 갖는 시트의 접촉 개시점) - (제2롤의 중심점) - (제1롤 / 제2롤의 접점)이 이루는 각도 c에 대해서>
- [0648] 실시예 54, 60, 61을 비교한다. 실시예 60과 같이, c가 0도로, 접촉층 또는 접착층을 갖는 시트를 제2롤에 접촉시키지 않고, 그대로 공급했을 경우에는, 접합 주름이 많이 발생했다. 실시예 60, 54와 같이, c를 크게 하자, 접합 주름을 억제할 수 있었다. 이는, 롤에 접촉시키면서, 공급함으로써, 접촉층 또는 접착층을 갖는 시트를 당겨늘린 상태에서, 접합 포인트에 필름을 공급할 수 있기 때문이다.
- [0649] <세퍼레이터의 유무에 대해서>
- [0650] 실시예 54, 64를 비교한다. 실시예 54와 같이 세퍼레이터가 부착된 접촉층 또는 접착층을 갖는 시트로부터 세퍼레이터를 벗기면서 접합을 행하면, 실시예 64의 세퍼레이터리스의 시트를 사용했을 경우와 비교하여, 접합 주름이 적음을 알 수 있었다.
- [0651] <접착층 또는 접착층을 갖는 시트의 폭에 대해서>
- [0652] 실시예 54, 65를 비교한다. 실시예 54에서는, 접촉층 또는 접착층을 갖는 시트의 폭이, 접합하는 그래파이트 필름의 폭보다 좁기 때문에, 안정적으로 접합이 가능했다.
- [0653] <라미네이트하는 공정에서의 장력에 대해서>
- [0654] 실시예 50, 51, 실시예 54?56을 비교한다. 실시예 50, 51에서는, 느슨해짐이 작기 때문에, 장력을 강화하자, 찢어짐 불량이 발생하기 쉬워졌다. 한편, 실시예 54?56은, 느슨해짐이 어느 정도 크기 때문에, 장력을 강화해도, 찢어짐 불량은 거의 발생하지 않았다.
- [0655] 또한, 실시예 50, 51, 실시예 54?56에 있어서 장력을 크게 하자, 주름 불량이 발생하기 어려워지는 경향이 있었다.
- [0656] <롤의 형상에 대해서>
- [0657] 실시예 54, 62, 63을 비교한다. 실시예 54, 63과 같이 한쪽의 롤이 플랫폼하면, 실시예 62의 크라운-크라운과 비교하여, 접합 주름을 억제할 수 있었다. 특히 실시예 54의 그래파이트 필름과 접하는 제1롤이 플랫폼일 경우, 주름이 매우 적고 접합이 가능했다.
- [0658] (5) 빼기 가공 테스트에 대해서

- [0659] <빼기 가공하는 공정에서의 그래파이트 필름의 느슨해짐에 대해서>
- [0660] 실시예 74, 76, 77, 80, 비교예 13, 14를 비교한다.
- [0661] 비교예 13은, 그래파이트 필름의 느슨해짐이 5mm보다 작기 때문에, 필름의 단부에 응력이 집중하여, 찢어짐 불량이 다발했다. 한편, 비교예 14는, 찢어짐 불량은 발생하지 않았지만, 느슨해짐이 80mm보다 크기 때문에 타발의 정밀도가 저하했다.
- [0662] 실시예 74, 76, 77, 80은, 그래파이트 필름의 느슨해짐이 5mm 이상 80mm 이하의 적절한 범위에 있기 때문에, 찢어짐 불량 및 그래파이트 빼기 가공품의 치수 정밀도 불량이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 77은, 찢어짐 불량 및 그래파이트 빼기 가공품의 치수 정밀도 불량이 전혀 발생하지 않았다.
- [0663] <빼기 가공하는 공정에서의 그래파이트 필름의 (TD 방향의 최단부에서의 느슨해짐)으로부터 (TD 방향의 최단부로부터 30mm 지점에서의 느슨해짐)을 뺀 a값에 대해서>
- [0664] 실시예 74, 76, 77, 80, 비교예 13, 14를 비교한다.
- [0665] 비교예 13은, 그래파이트 필름의 a값이 5mm 미만이기 때문에, 단부에 응력이 걸리기 쉬워, 찢어짐 불량이 다발했다.
- [0666] 실시예 74, 76, 77, 80은, 그래파이트 필름의 a값이 5mm 이상 50mm 이하로 적당한 범위에 있기 때문에, 찢어짐 불량이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 77은, 찢어짐 불량이 전혀 발생하지 않았다.
- [0667] 또한, 실시예 74와 75, 실시예 77과 79를 각각 비교한다.
- [0668] 실시예 74, 실시예 77은, a값이 5mm 이상으로 크기 때문에, 동일한 느슨해짐을 가지는 실시예 75, 79와 비교하여 찢어짐 불량을 억제할 수 있었다.
- [0669] <빼기 가공하는 공정에서의 그래파이트 필름의 구부러짐에 대해서>
- [0670] 실시예 83?85를 비교한다.
- [0671] 실시예 83?85의 비교로부터, 그래파이트 필름의 구부러짐이 10, 5, <1mm로 작아지자, 찢어짐 불량 및 그래파이트 빼기 가공품의 치수 정밀도 불량이 발생하기 어려웠다. 특히, 실시예 83은, 찢어짐 불량 및 그래파이트 빼기 가공품의 치수 정밀도 불량이 전혀 발생하지 않았다.
- [0672] <빼기 가공하는 공정에서의 인열 강도에 대해서>
- [0673] 실시예 74, 76, 77, 78, 80, 비교예 13, 15, 참고예 5를 비교한다. 비교예 13과의 대비로부터 알 수 있는 바와 같이, 구체적으로는, 실시예 74, 76, 77, 78, 80과 같은 저인열 강도의 그래파이트 필름이어도, 느슨해짐을 5mm 이상 80mm 이하, a값을 5mm 이상 50mm 이하로 함으로써, 찢어짐이나 그래파이트 빼기 가공품의 치수 정밀도의 저하와 같은 불량을 발생시키지 않고 빼기 가공을 실시할 수 있었다.
- [0674] 또한, 참고예 5나 비교예 15는, 인열 강도가 낮다는 과제가 없는 그래파이트 필름이지만, 본원 발명의 그래파이트 필름과 비교하여, 열확산율이 낮은 것이다.
- [0675] GS18?20에 대해서는, 느슨해짐, a값이 지나치게 커서, 바퀴감기 테스트, 슬릿 테스트, 압축 테스트, 라미네이트 테스트, 빼기 가공 테스트에 있어서, 찢어짐 불량, 엇감김 불량, 접힘 주름 불량, 첩합 주름 불량, 치수 정밀도 불량 등이 매우 많이 발생했다.
- [0676] <고분자 필름의 제1면이었던 면이 권물의 내측에 감기도록 선별하고 나서 제작된 그래파이트 필름>
- [0677] 고분자 필름의 제1면이 내측이 되도록 감은 상태에서 열처리하여 제작된 그래파이트 필름을 사용한 실시예 86과, 제2면이 내측이 되도록 감은 상태에서 열처리하여 제작된 그래파이트 필름을 사용한 실시예 87을 비교한다.
- [0678] 표 1에 나타내는 바와 같이, 고분자 필름의 제1면이 내측이 되도록 감은 상태에서 열처리한 실시예 86에서는, 열처리 후의 그래파이트 필름의 원통 형상은 무너지지 않았다. 또한, 각종 테스트에 있어서도 거의 찢어짐 불량은 발생하지 않았다. 한편, 고분자 필름의 제2면이 내측이 되도록 감은 상태에서 열처리한 실시예 87에서는, 도 36의 362와 같이 열처리 후의 원통 형상은 크게 무너져, 당겨늘었을 뿐으로 필름의 단부로부터 찢어짐이 발생했다. 또한, 각종 테스트에 있어서도 찢어짐 불량이 다발하고, 핸들링성이 매우 나빴다.

산업상 이용가능성

- [0679] 본 발명은 매우 낮은 평균 인열 하중을 나타내는 그래파이트 필름을 가공 공정에서의 불량을 생기기 어렵게 하여, 가공하기 위한 것이다.
- [0680] 본 발명의 그래파이트 필름의 바뀌감기 방법에 의하면, 그래파이트 필름이 찢어지지 않고 바뀌감을 수 있다.
- [0681] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름의 바뀌감기 방법에 의하면, 그래파이트 필름이 엇감김을 일으키지 않고 바뀌감을 수 있다.
- [0682] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름이 찢어지지 않고, 그래파이트 필름을 제조할 수 있다.
- [0683] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름이 엇감김을 일으키지 않고, 그래파이트 필름을 제조할 수 있다.
- [0684] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름이 엇지의 불량을 발생시키지 않고, 그래파이트 필름을 제조할 수 있다.
- [0685] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름 복합 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름과 점착재층 등의 적층 대상물과 첩합할 때에 주름의 발생을 억제할 수 있다.
- [0686] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름 복합 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름과 점착재층 등의 적층 대상물과 첩합할 때에 엇감김의 발생을 억제할 수 있다.
- [0687] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름 복합 필름의 제조 방법에 의하면, 그래파이트 필름과 점착재층 등의 적층 대상물과 첩합할 때에 찢어짐의 발생을 억제할 수 있다.
- [0688] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름 빼기 가공품의 제조 방법에 의하면, 찢어짐의 발생을 억제할 수 있다.
- [0689] 또한, 본 발명의 그래파이트 필름 빼기 가공품의 제조 방법에 의하면, 치수 정밀도 불량의 발생을 억제할 수 있다.

부호의 설명

- [0690] 11: 그래파이트 필름
- 12: 권출롤
- 13: 권취롤
- 14: 롤 사이의 거리
- 21: 슬릿용 롤날(상날)
- 22: 슬릿용 롤날(하날)
- 31: 단판 연속 프레스 금형(상)
- 32: 단판 연속 프레스 금형(하)
- 41: 압연롤(상)
- 42: 압연롤(하)
- 51: 점착층 또는 점착층을 갖는 시트
- 52: 점착층 또는 점착층을 갖는 시트의 권출롤
- 53: 제1롤
- 54: 제2롤
- 55: 세퍼레이터
- 56: 세퍼레이터 권취롤

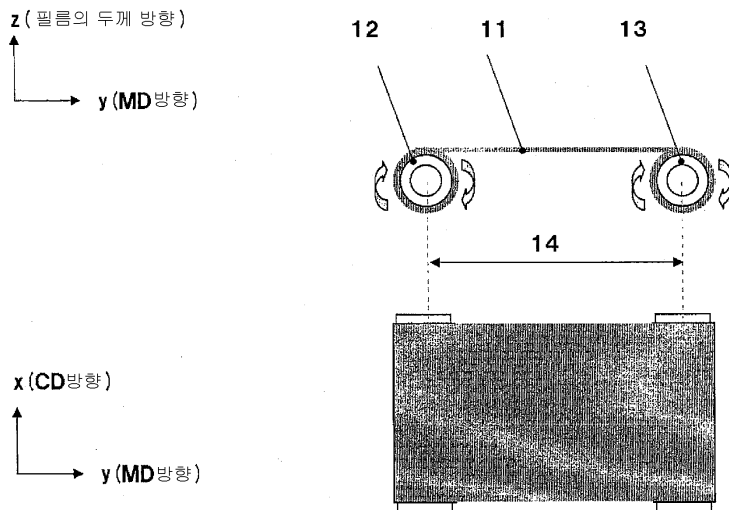
- 57: 세퍼레이터를 벗기기 시작하는 계기가 되는 바
- 58: 세퍼레이터 부착 PET 테이프
- 59: 그래파이트 필름의 폭
- 510: 접착층 또는 접착층을 갖는 시트의 폭
- 61: 빼기 가공용 금형
- 62: 피나클날
- 71: 롤 1
- 72: 롤 2
- 73: 그래파이트 필름
- 74: 현수선
- 75: 느슨해짐
- 81: 최단부의 느슨해짐
- 82: 최단부로부터 30mm 지점의 느슨해짐
- 91: 테이블
- 92: 그래파이트 필름
- 93: 자의 위치
- 101: 제1롤에 접촉시키지 않고 공급
- 102: 제1롤에 접촉시키면서 공급
- 103: 제1롤
- 104: 찰기가 없이 플랫폼한 상태로 공급할 수 없는 필름이나, 느슨해짐이 큰 필름
- 111: 그래파이트 필름
- 112: 제1롤
- 113: (제1롤과 그래파이트 필름의 접촉 개시점) - (제1롤의 중심점) - (제1롤 / 제2롤의 접점)이 이루는 각도
- 114: 제1롤과 그래파이트 필름의 접촉 개시점
- 115: 제1롤의 중심점
- 116: 제1롤 / 제2롤의 접점
- 131: 크라운롤
- 132: 롤 중앙의 지름
- 133: 롤의 1/4 부분의 지름
- 141: PET 테이프(보호 테이프)
- 142: 그래파이트 필름
- 143: 양면 테이프(접착 테이프)
- 144: 세퍼레이터
- 171: 그래파이트 빼기 가공품
- 172: 스티커가 놓여 있는 세퍼레이터
- 181: 그래파이트 필름의 찢어짐 불량

- 191: 그래파이트 필름의 엇감김 불량
- 201: 그래파이트 필름의 엇지의 버르 불량
- 211: 그래파이트 필름의 접힘 주름
- 221: 그래파이트 복합 필름
- 222: 확대도
- 223: 첩합 주름
- 231: 느슨해짐 10mm의 그래파이트 필름
- 232: 느슨해짐 40mm의 그래파이트 필름
- 233: 느슨해짐 80mm의 그래파이트 필름
- 241: 짧음
- 242: 깊
- 261: 원통상의 흑연제 원통심
- 262: 외통
- 263: 원통심에 감긴 폴리이미드 필름
- 264: 통기성을 갖게 하기 위한 개구부
- 271: 탄화 필름
- 272: 지지대
- 281: 권의 내심측
- 282: 권의 외측
- 291: 타발날
- 292: 토대
- 293: 이송 롤러
- 294: 단리된 그래파이트 필름
- 301: 상면으로의 휨
- 302: 하면으로의 휨
- 311: 중앙이 느슨해질 경우
- 312: 단부가 느슨해질 경우
- 313: 중앙의 느슨해짐
- 314: 단부의 느슨해짐
- 321: 권의 외측으로의 휨
- 322: 권의 내측으로의 휨
- 3310: 벨트실
- 3312: T 다이
- 3314: 엔드리스 벨트
- 3316: 겔 필름
- 3318: 텐터실

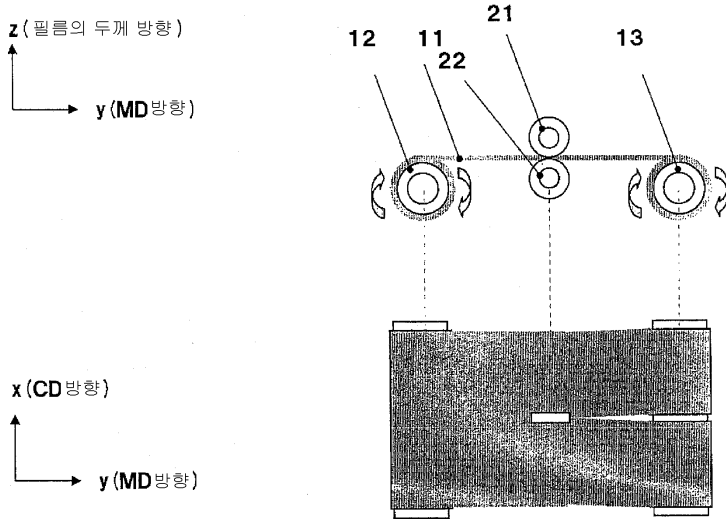
- 3320: 가열로
- 3322: 제냉로
- 3324: 폴리이미드 필름
- 3326: 냉각 폴리
- 341: 찢어짐 불량
- 351: 탄화 필름
- 352: 가대
- 361: 원통 형상이 무너져 있지 않은 그래파이트 필름
- 362: 원통 형상이 무너진 그래파이트 필름

도면

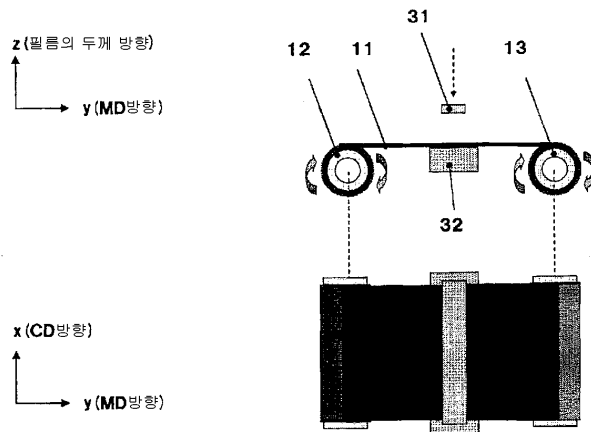
도면1



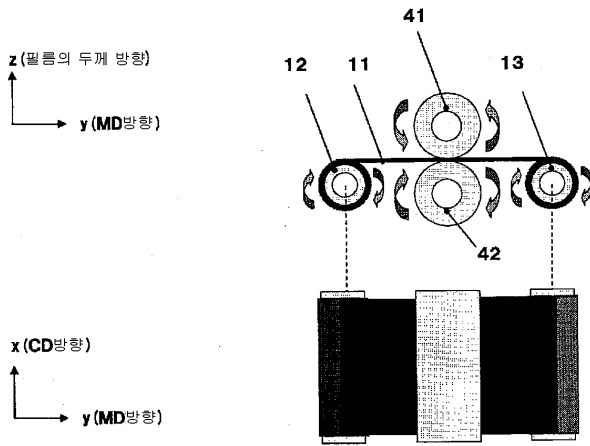
도면2



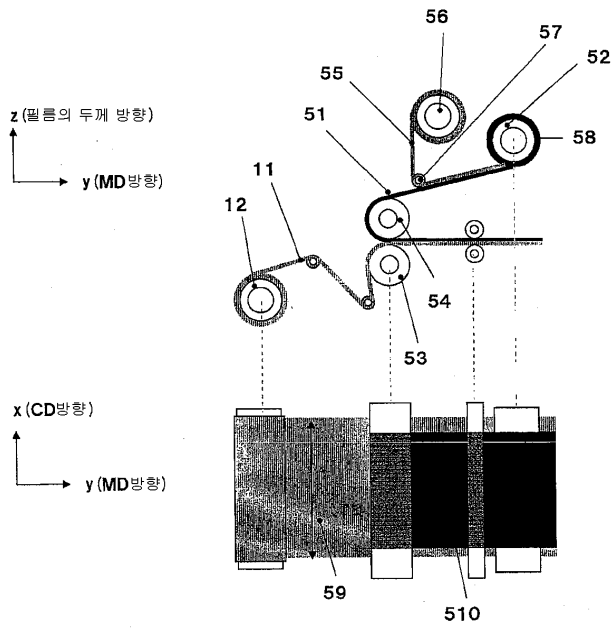
도면3



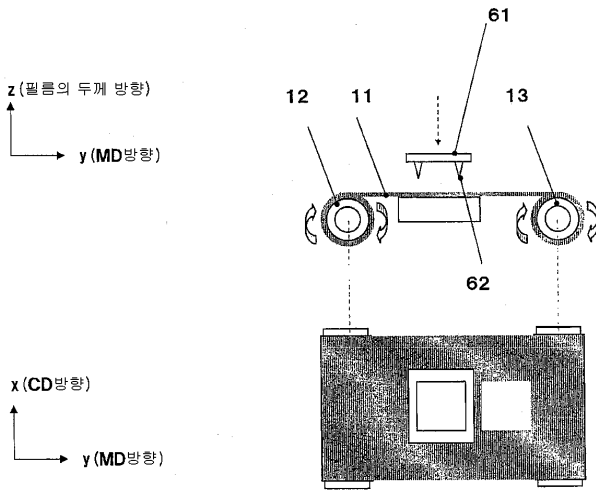
도면4



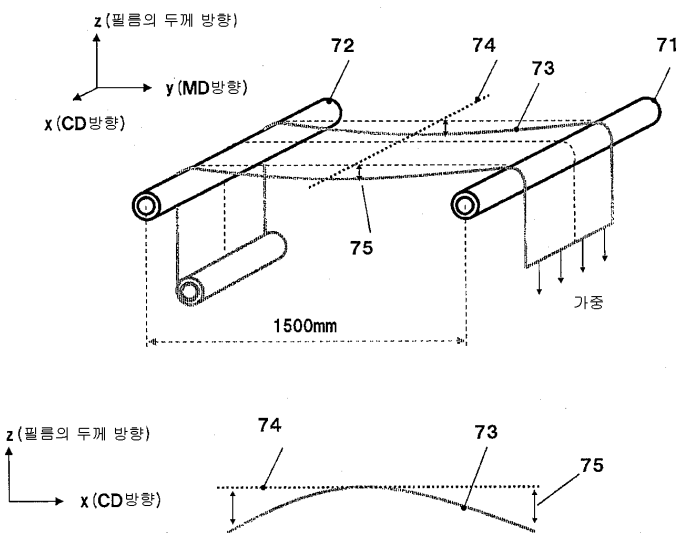
도면5



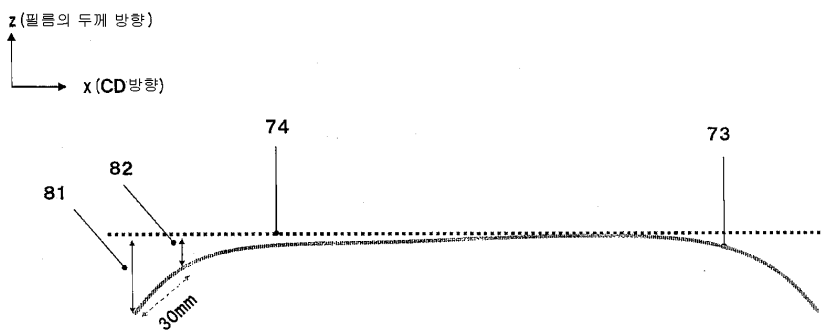
도면6



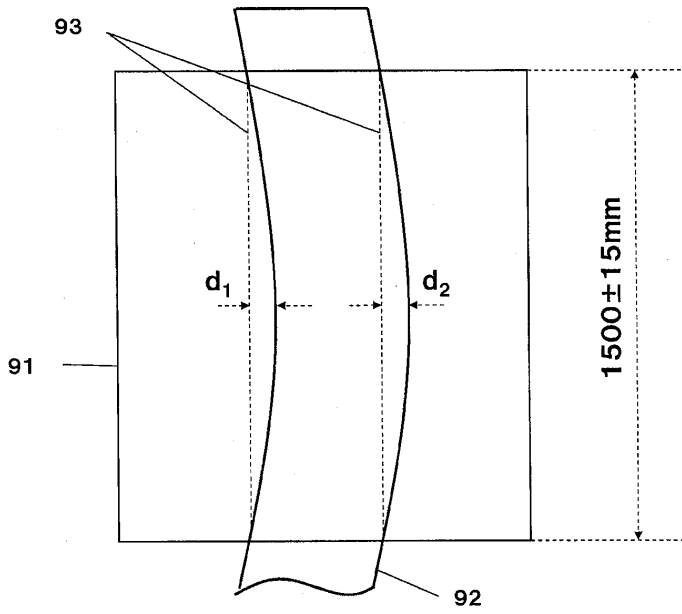
도면7



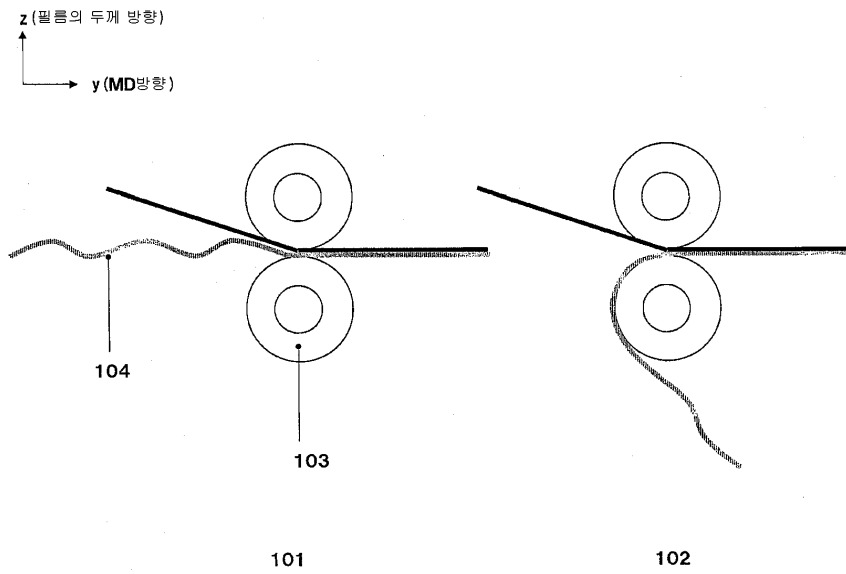
도면8



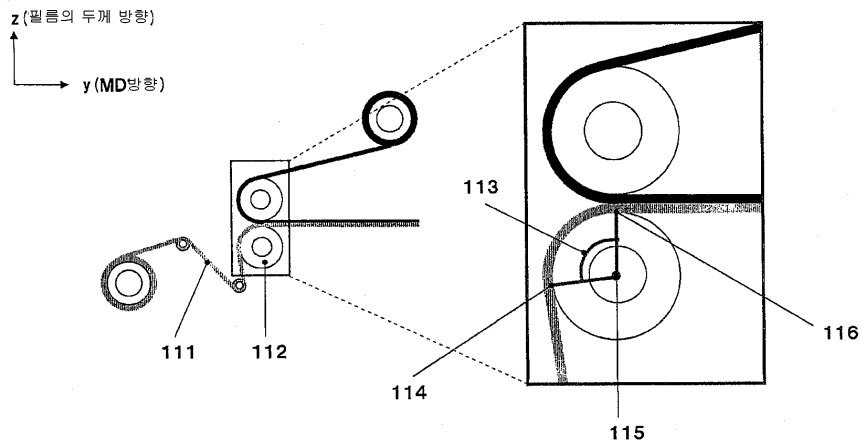
도면9



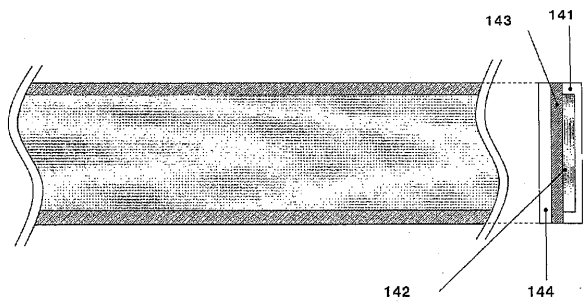
도면10



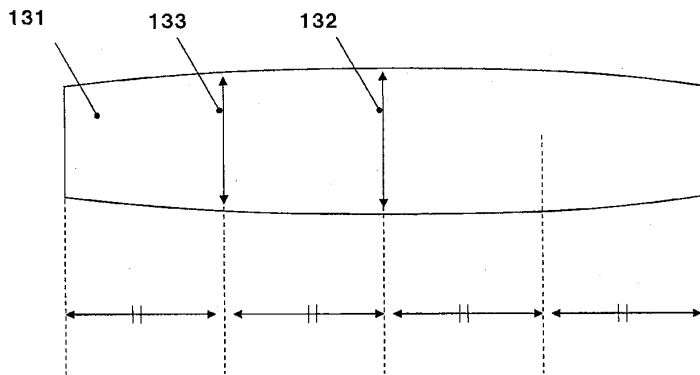
도면11



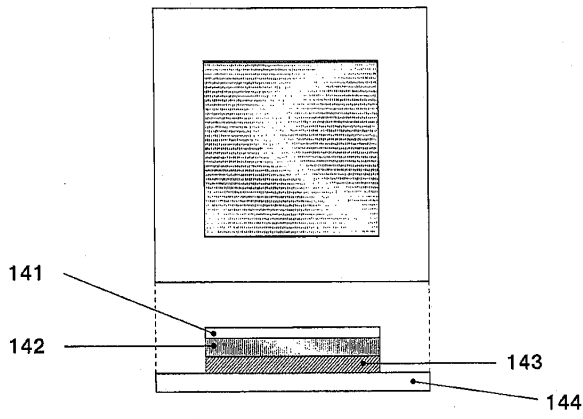
도면12



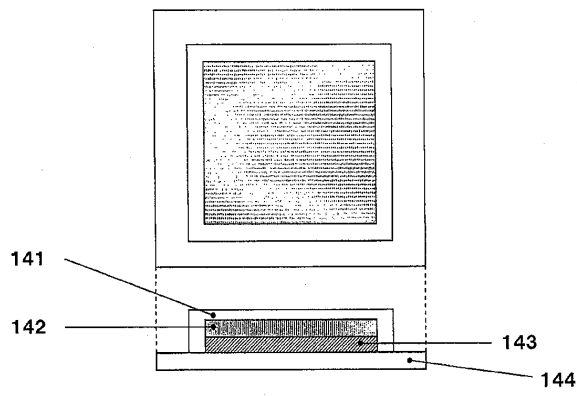
도면13



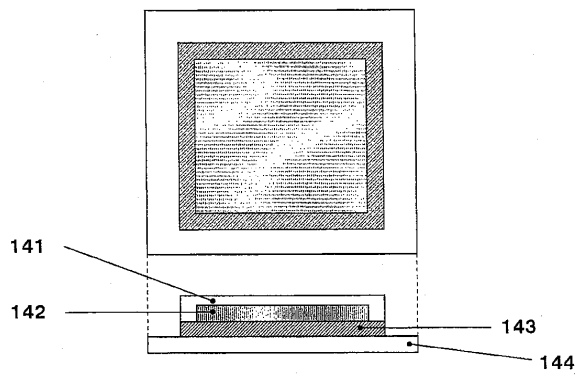
도면14



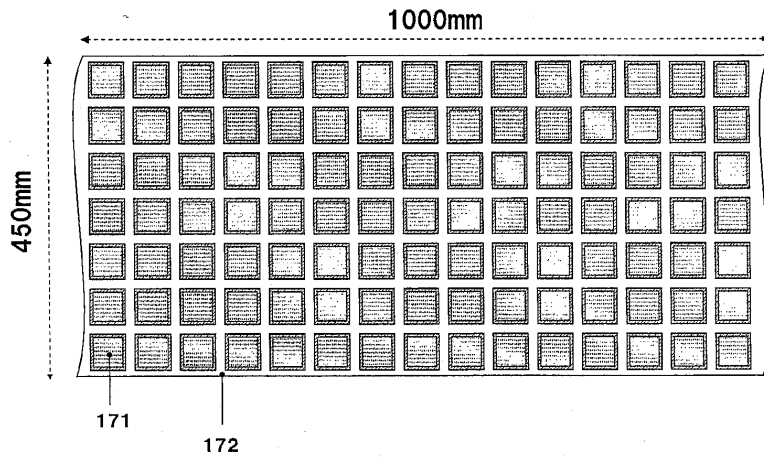
도면15



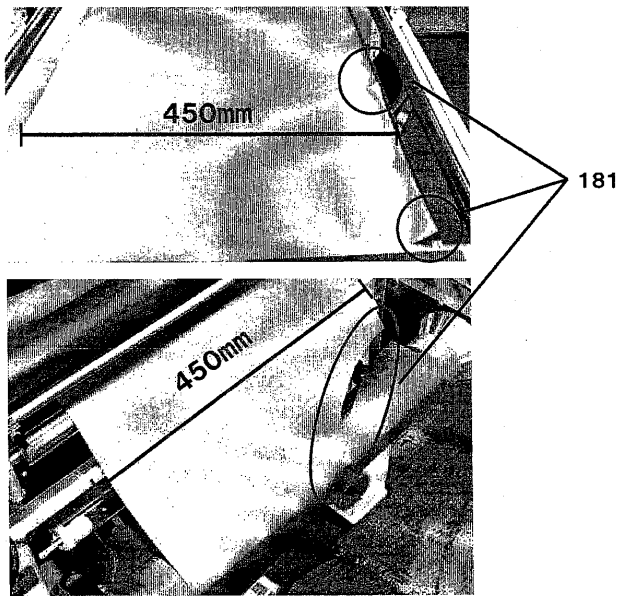
도면16



도면17



도면18



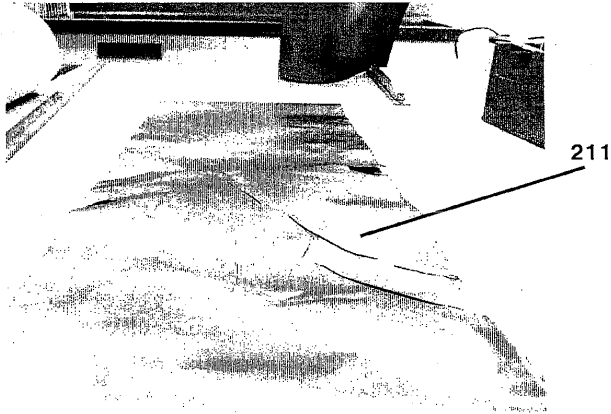
도면19



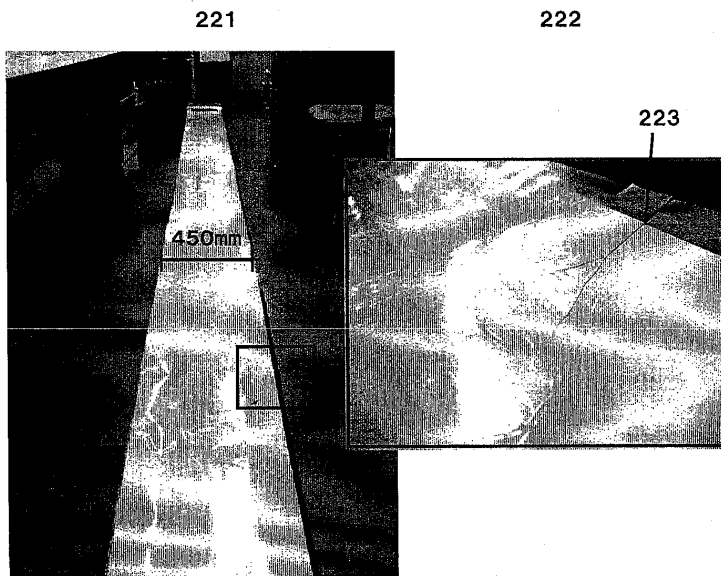
도면20



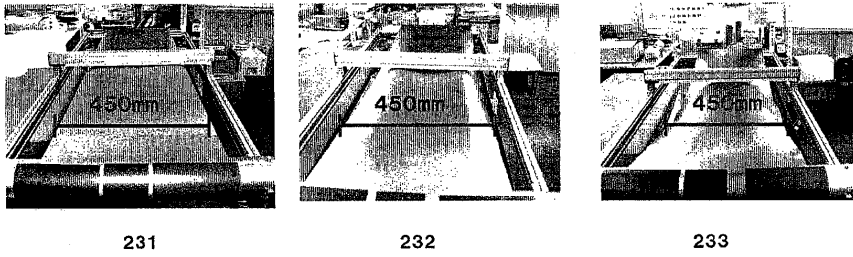
도면21



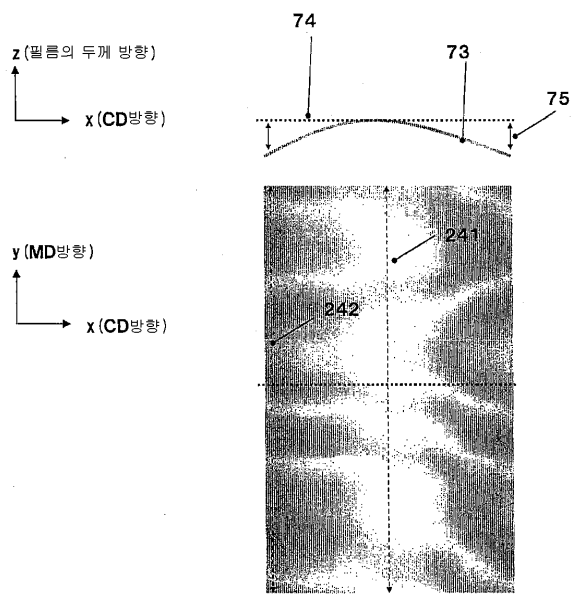
도면22



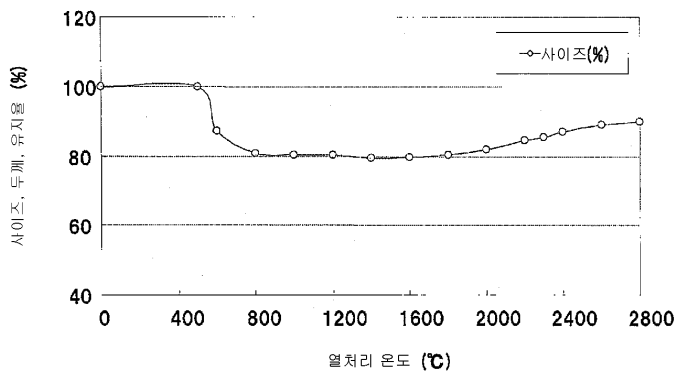
도면23



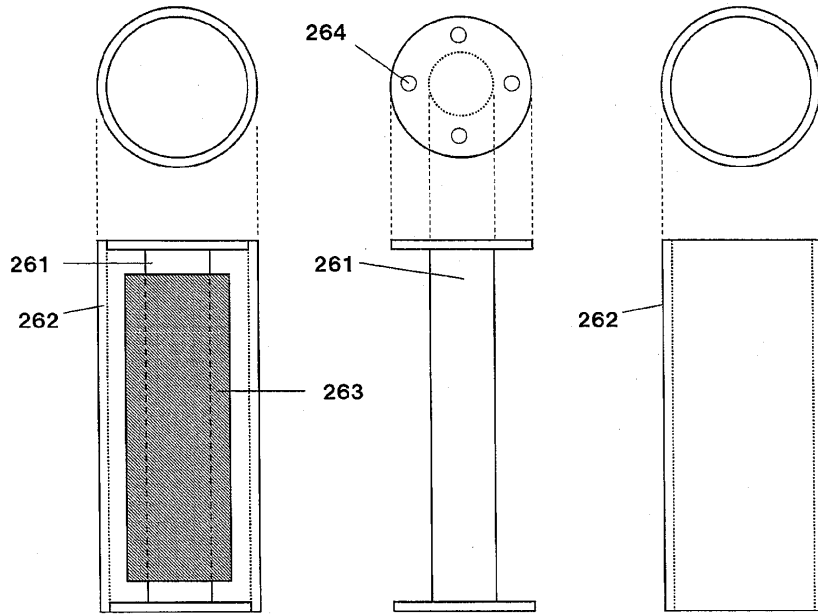
도면24



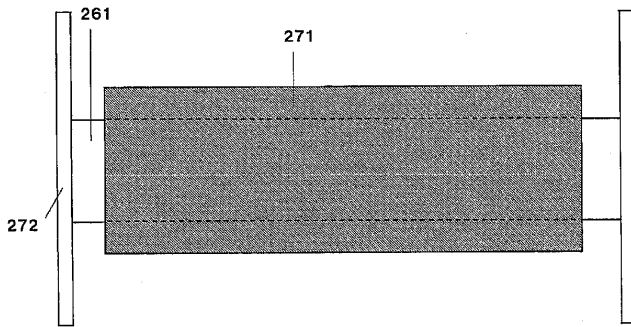
도면25



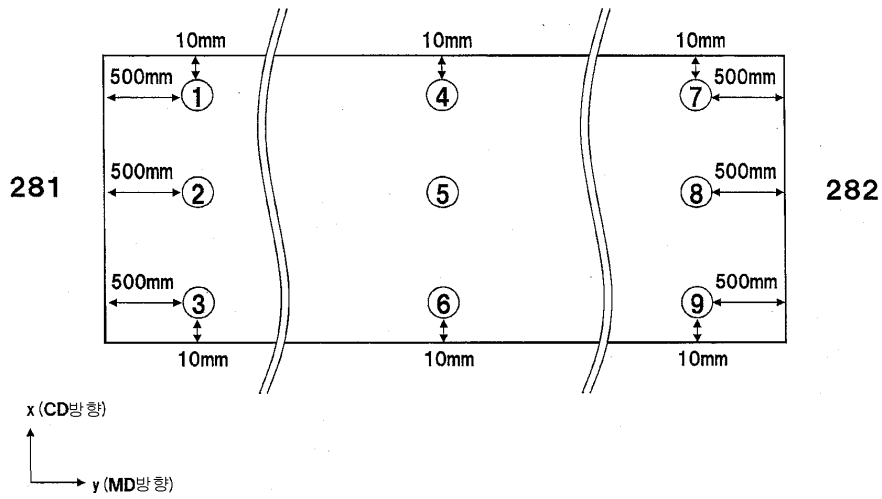
도면26



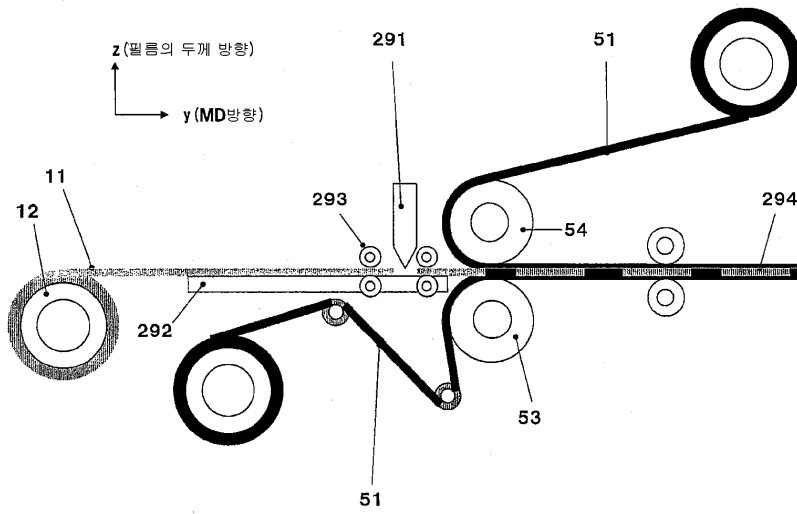
도면27



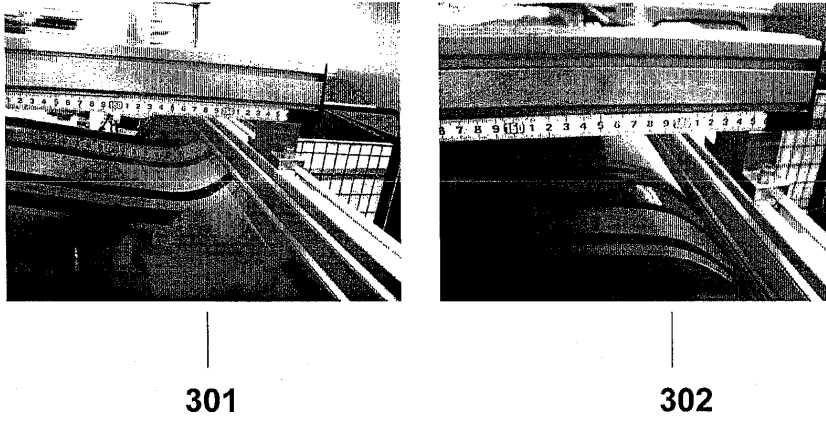
도면28



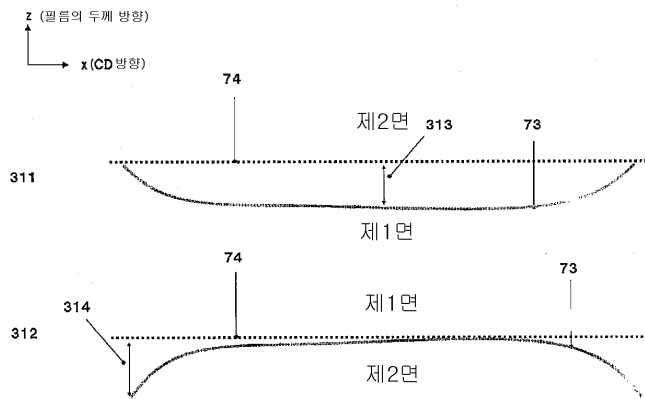
도면29



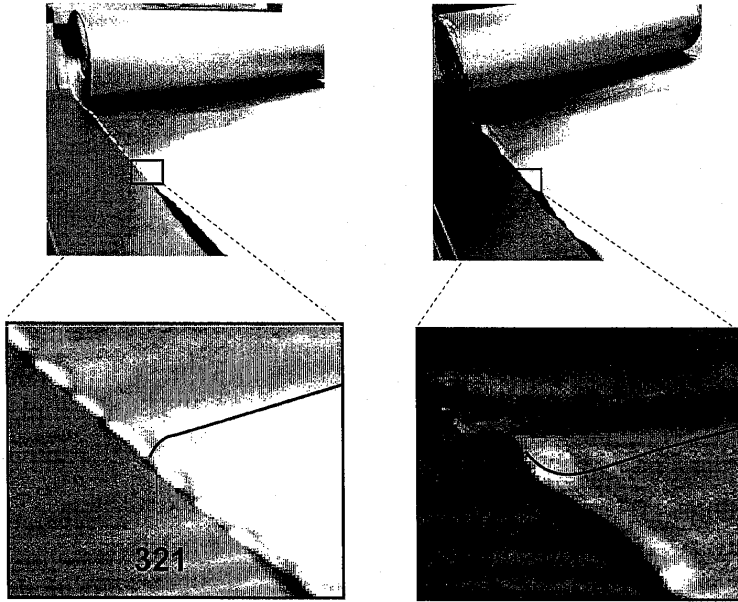
도면30



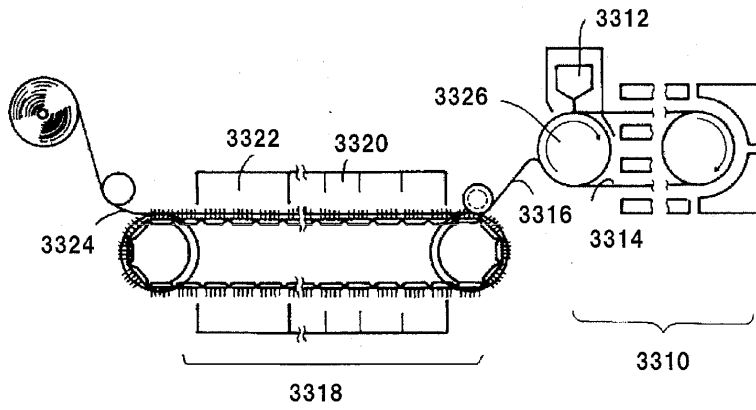
도면31



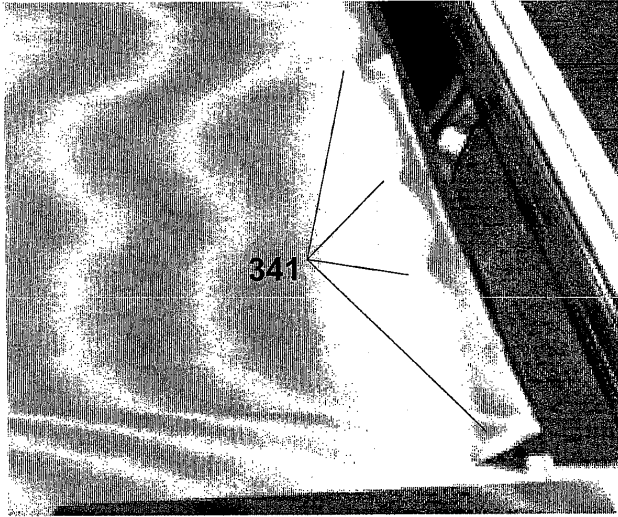
도면32



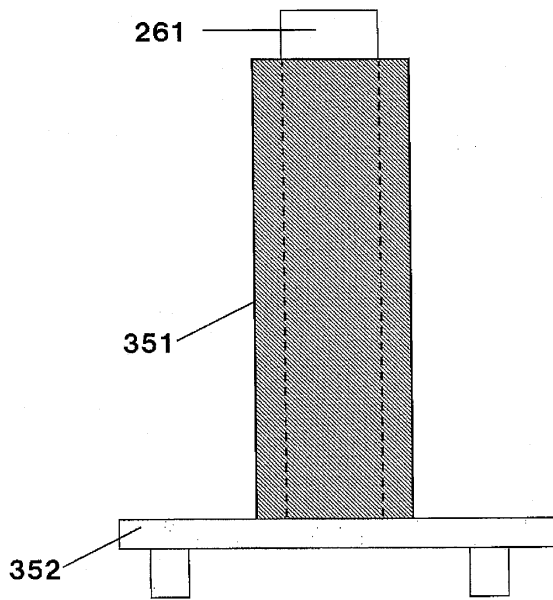
도면33



도면34



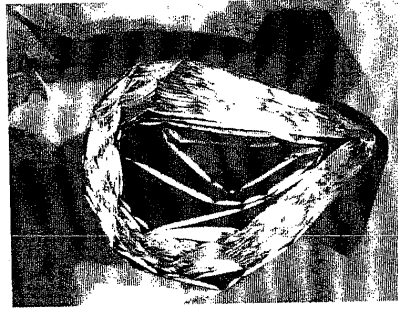
도면35



도면36



361



362