

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6087257号
(P6087257)

(45) 発行日 平成29年3月1日(2017.3.1)

(24) 登録日 平成29年2月10日(2017.2.10)

(51) Int. Cl.

F I

B 2 9 C 47/88 (2006.01)	B 2 9 C	47/88	Z
B 2 9 C 47/92 (2006.01)	B 2 9 C	47/92	
B 2 9 C 47/14 (2006.01)	B 2 9 C	47/14	
C 0 8 J 5/18 (2006.01)	C 0 8 J	5/18	C E Z
B 2 9 K 71/00 (2006.01)	B 2 9 K	71:00	

請求項の数 3 (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-220264 (P2013-220264)
 (22) 出願日 平成25年10月23日(2013.10.23)
 (65) 公開番号 特開2015-80917 (P2015-80917A)
 (43) 公開日 平成27年4月27日(2015.4.27)
 審査請求日 平成28年2月8日(2016.2.8)

(73) 特許権者 000190116
 信越ポリマー株式会社
 東京都千代田区神田須田町一丁目9番地
 (74) 代理人 100112335
 弁理士 藤本 英介
 (74) 代理人 100101144
 弁理士 神田 正義
 (74) 代理人 100101694
 弁理士 宮尾 明茂
 (74) 代理人 100124774
 弁理士 馬場 信幸
 (72) 発明者 権田 貴司
 埼玉県さいたま市北区吉野町1-406-1
 1 信越ポリマー株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

少なくともポリエーテルエーテルケトン樹脂を含有する成形材料を熔融混練してポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造するポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法であって、

成形材料を熔融混練する押出成形機と、この押出成形機に取り付けられてポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを押し出すダイスと、押し出されたポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムに接触して冷却する冷却ロールとを用い、

成形材料のポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度を、温度390 における真のせん断速度 $1 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ の場合に $8 \times 10^1 \sim 1 \times 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内とするとともに、伸長粘度を、温度390 における伸長粘度曲線で伸長速度 $2 \times 10^0 \sim 2 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ の場合に $7.0 \times 10^4 \sim 7.0 \times 10^5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内とし、ダイスから冷却ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離を5 ~ 100 mmの範囲内とすることにより、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを厚さ5 μm 以下の薄膜に形成することを特徴とするポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法。

【請求項2】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の熔融混練前における含水率を5000 ppm以下とし、押出成形機とダイスの温度を、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の融点 ~ 450 の範囲内とする請求項1記載のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法。

10

20

【請求項 3】

押出成形機に不活性ガスを供給しながら成形材料を溶融混練し、冷却ロールを、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の融点未満の温度で使用する請求項 1 又は 2 記載のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、厚さ 5 μm 以下の薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂 (PEEK) フィルムは、機械的性質、耐熱性、耐薬品性、耐放射線性、耐加水分解性、電気絶縁性、低吸水性、難燃性、水蒸気バリアー性、ガスバリアー性に優れたフィルムであり、その特徴に鑑み、電気機器、医療機器、自動車、航空機等の分野で使用が提案されたり、使用されている。

【0003】

具体的には、電気機器の分野では、例えばマイクロスピーカの振動板、回路基板、粘着テープ、フィルムキャパシタ用のフィルム等として、医療機器の分野では、例えばレーザーマーキングラベル用基材フィルム等として使用が提案されたり、使用されている。また、自動車の分野では、例えばオルタネータのスロット絶縁用紙、ハイブリッド電気自動車や電気自動車用駆動モータに利用されている平角電線の被覆用フィルム、高性能スピーカの振動板あるいは炭素繊維複合材料用フィルム等、航空機の分野では、断熱防音ブラケット用フィルムや炭素繊維複合材料用フィルム等として使用が提案されたり、使用されている。

【0004】

ところで、上記分野や情報電子機器の分野では、小型・薄型・軽量化が要望されているが、この要望に伴い、それらの分野で用いられるポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム等の樹脂フィルムにも薄肉化が要求されてきている。薄肉のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造する方法としては、例えば (A) 溶媒キャスト法、(B) 特許文献 1 に示す積層法、(C) 特許文献 2 に示す同時二軸延伸法が提案され、実施されている。

【0005】

(A) の溶媒キャスト法は、溶媒にポリエーテルエーテルケトン樹脂を溶解してポリエーテルエーテルケトン樹脂溶液を調製し、このポリエーテルエーテルケトン樹脂溶液を表面が平滑な金属ロール、金属製の平滑なエンドレスベルト、表面が平滑なガラス製板や樹脂フィルム上に流延し、溶媒を蒸発させて薄肉のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造する方法である。

【0006】

(B) の積層法は、エンジニアリングプラスチック溶融体と、このエンジニアリングプラスチック溶融体と剥離性のある樹脂膜との積層体を同時に冷却成形加工し、その後、エンジニアリングプラスチック溶融体の少なくとも片面から樹脂膜を剥離して薄膜のエンジニアリングプラスチックフィルムを製造する方法である。樹脂膜は、溶融している樹脂の膜からなる溶融積層体から押出成形して得られたもの、又は別工程で冷却成形されたフィルムを用いることができる。

【0007】

樹脂膜が溶融している樹脂膜の場合、エンジニアリングプラスチック溶融体と溶融した樹脂膜とが積層して共に押出成形され、これらが公知のニップロールに挟持されて冷却成形加工されることにより、薄膜のエンジニアリングプラスチックフィルムが製造される。これに対し、樹脂膜が別工程で冷却成形されたフィルムの場合、樹脂膜であるフィルム上にエンジニアリングプラスチック溶融体が押し出され、これらがニップ構造の冷却ロール

10

20

30

40

50

に挟持されて冷却成形加工されることにより、薄膜のエンジニアリングプラスチックフィルムが製造される。

【 0 0 0 8 】

(C) の同時二軸延伸法は、ポリアリールケトン系樹脂を含有する前駆体フィルムを製造した後、この前駆体フィルムに対して少なくとも熱処理を含む同時二軸延伸工程を実施してプラスチックフィルムを製造する方法である。

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 9 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 0 7 - 2 1 9 1 2 号公報

10

【 特許文献 2 】 特開 2 0 1 3 - 8 2 0 8 7 号公報

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 1 0 】

しかしながら、(A) の溶媒キャスト法は、厚さ精度が要求されるフィルムの成形には有効ではあるものの、成形工程が煩雑かつ複雑であり、溶媒を完全に除去するには、長時間に亘って乾燥させなければならない。したがって、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの生産性を向上させることができず、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが高価になり、コストを削減することができないという問題が生じる。加えて、溶媒の回収工程が必要になるので、設備が大型化するおそれが少なくない。

20

【 0 0 1 1 】

また、(B) の積層法は、厚みムラが 1 0 % 以内で、厚さ 6 ~ 3 8 μm のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造することが可能であるが、厚さ 5 μm 以下の薄いポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造することはできない。また、樹脂膜が溶融している場合、エンジニアリングプラスチック溶融体と溶融した樹脂膜とが積層されるが、これでは製造工程の複雑化を招くこととなる。また、樹脂膜が別工程で冷却成形されたフィルムの場合、樹脂膜であるフィルムを一度使用してしまうと、変形して再使用が困難となるので、結果として、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが非常に高価となり、コスト削減が期待できない。

【 0 0 1 2 】

30

さらに、(C) の同時二軸延伸法は、耐熱寸法安定性や耐熱変形性に優れ、良好な透明性を有するポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造することができるものの、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの厚さが 1 0 ~ 1 5 0 μm となり、厚さ 5 μm 以下の薄いポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造が非常に困難となる。加えて、同時二軸延伸工程を要するので、設備が大型化することとなる。

【 0 0 1 3 】

本発明は上記に鑑みなされたもので、厚さ 5 μm 以下のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造することができ、しかも、製造工程や設備の簡素化を図り、生産性を向上させることのできる安価なポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法を提供することを目的としている。

40

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 4 】

本発明者等は、鋭意研究した結果、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度と伸長粘度とに着目し、加えて、ダイスの先端部から冷却ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離を調整することにより、本発明を完成させた。

【 0 0 1 5 】

すなわち、本発明においては上記課題を解決するため、少なくともポリエーテルエーテルケトン樹脂を含有する成形材料を溶融混練してポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造するポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法であって、

50

成形材料を溶融混練する押出成形機と、この押出成形機に取り付けられてポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを押し出すダイスと、押し出されたポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムに接触して冷却する冷却ロールとを用い、

成形材料のポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度を、温度390における真のせん断速度 $1 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ の場合に $8 \times 10^1 \sim 1 \times 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内とするとともに、伸長粘度を、温度390における伸長粘度曲線で伸長速度 $2 \times 10^0 \sim 2 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ の場合に $7.0 \times 10^4 \sim 7.0 \times 10^5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内とし、ダイスから冷却ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離を5～100mmの範囲内とすることにより、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを厚さ5 μm 以下の薄膜に形成することを特徴としている。

10

【0016】

なお、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の溶融混練前における含水率を5000ppm以下とし、押出成形機とダイスの温度を、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の融点～450の範囲内とすることができる。

また、押出成形機に不活性ガスを供給しながら成形材料を溶融混練し、冷却ロールを、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の融点未満の温度で使用することができる。

【0019】

ここで、特許請求の範囲におけるポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムには、微細な凹凸を形成してその形状を中心線の平均粗さで0.50 μm 以下とし、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの摩擦係数を低下させることができる。ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度は、温度390における真のせん断速度 $1 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ の場合に $1 \times 10^2 \sim 1 \times 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内が良い。

20

【0020】

押出成形機には、少なくとも単軸押出成形機、二軸押出成形機、三軸押出成形機、四軸押出成形機等が含まれる。ダイスには、少なくともTダイスや丸ダイス等が含まれる。さらに、冷却ロールのポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムとの接点としては、冷却ロールのポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムとの接触始点が好ましい。

【0021】

本発明によれば、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度や伸長粘度の数値限定により、例えばダイスからポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを引き落としても、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが破断するおそれが少ない。また、ダイスからポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを確実に押し出すことができる。

30

【発明の効果】**【0022】**

本発明によれば、厚さ5 μm 以下のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを安価に成形することができるという効果がある。また、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造工程や設備の簡素化を図り、生産性を向上させることができる。また、ダイスから冷却ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離を5～100mmの範囲内とするので、ダイスから押し出されたポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが収縮したり、周辺空気の乱れの影響を受けてポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが暴れ、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの厚さの均一性が失われたり、破断を招くことが少ない。

40

【0023】

請求項2記載の発明によれば、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の溶融混練前における含水率を5000ppm以下とするので、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の発泡するおそれが少ない。また、押出成形機やダイスの温度がポリエーテルエーテルケトン樹脂の融点～450の範囲内なので、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを確実に押出成形することができ、しかも、ポリエーテルエーテルケトン樹脂が分解するおそれを排除することができる。

【0024】

50

請求項3記載の発明によれば、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの酸化劣化や酸素架橋を防止することが可能になる。また、冷却ロールをポリエーテルエーテルケトン樹脂の融点未満の温度で使用するの、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが冷却ロールに融着して破断するのを防ぐことが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0026】

【図1】本発明に係るポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法の実施形態を模式的に示す全体説明図である。

【図2】本発明に係るポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法の実施形態を模式的に示す要部説明図である。

【発明を実施するための形態】

【0027】

以下、図面を参照して本発明の好ましい実施の形態を説明すると、本実施形態におけるポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法は、図1や図2に示すように、ポリエーテルエーテルケトン樹脂を含有する成形材料1を溶融混練してポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を厚さ5 μ m以下、例えば厚さ3 μ mの薄膜に製造する方法であり、成形材料1を溶融混練する溶融押出成形機10と、この溶融押出成形機10に装着されてポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を押し出すTダイス12と、押し出されたポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2に接触して冷却する金属ロール14とを用い、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度を、温度390℃における真のせん断速度 $1 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ の場合に $8 \times 10^1 \sim 1 \times 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内とするとともに、伸長粘度を、温度390℃における伸長粘度曲線で伸長速度 $2 \times 10^0 \sim 2 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ の場合に $7.0 \times 10^4 \sim 7.0 \times 10^5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内とるようにしている。

【0028】

成形材料1は、少なくともポリエーテルエーテルケトン樹脂（PEEK樹脂）が含有され、このポリエーテルエーテルケトン樹脂には、本発明の特性を損なわない範囲でポリイミド樹脂（PI樹脂）、ポリアミドイミド樹脂（PAI樹脂）、ポリエーテルケトン樹脂（PK樹脂）、ポリイミド樹脂（PI樹脂）、ポリサルホン樹脂（PSU樹脂）、ポリエーテルサルホン樹脂（PES樹脂）、ポリフェニレンサルホン樹脂（PPSU樹脂）、ポリフェニレンサルフィド樹脂、ポリフェニレンスルフィドスルホン樹脂、ポリフェニレンスルフィドケトン樹脂、液晶ポリマー（LCP）等が選択的に添加される。

【0029】

成形材料1には、本発明の特性を損なわない範囲で酸化防止剤、光安定剤、紫外線安定剤、可塑剤、滑剤、難燃剤、帯電防止剤、耐熱向上剤、無機充填剤、有機充填剤が選択的に添加される。

【0030】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の添加量は、組成重量比率でポリエーテルエーテルケトン樹脂が50質量%以上、好ましくは30質量%以上、より好ましくは10質量%以上が良い。これは、ポリエーテルエーテルケトン樹脂が50質量%未満の場合には、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の特性が失われるからである。また、液晶ポリマーが添加される場合、液晶ポリマーは、I、II、III型のいずれでも良い。

【0031】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂は、特に限定されるものではないが、以下の繰り返し単位を有する樹脂で、融点が通常320～360℃、好ましくは335～345℃であり、通常は粉状、顆粒状、ペレット状の成形加工に適した形で使用される。

【0032】

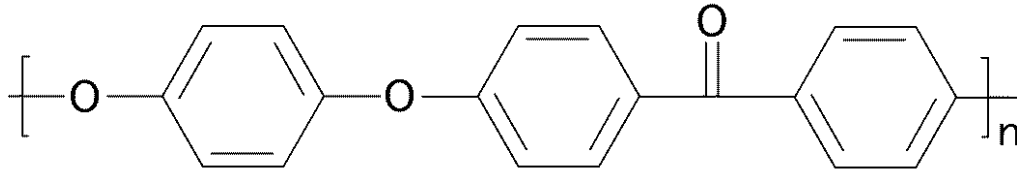
10

20

30

40

【化1】



【0033】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の構造式のnは、機械的特性の観点から10以上、好ましくは20以上が良い。このポリエーテルエーテルケトン樹脂は、〔化1〕の繰り返し単位のみからなるホモポリマーでも良いが、〔化1〕以外の繰り返し単位を有していても良い。ポリエーテルエーテルケトン樹脂中、〔化1〕の化学構造の割合は、ポリエーテルエーテルケトン100モル%に対し、50モル%以上、好ましくは70モル%以上、より好ましくは80モル%以上が良い。また、ポリエーテルエーテルケトン樹脂は、本発明の効果を損なわない範囲において、他の共重合可能な単量体とのブロック共重合体、ランダム共重合体、あるいは変性体も使用可能である。

10

【0034】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の製造方法としては、例えば特開昭50-27897号公報、特開昭51-119797号公報、特開昭52-38000号公報、特開昭54-90296号公報、特公昭55-23574号公報、特公昭56-2091号公報に記載の製造方法があげられる。

20

【0035】

このようなポリエーテルエーテルケトン樹脂の具体例としては、例えばピクトレックスピークシリーズ（ピクトレックス社製：商品名）、ベスタキーブシリーズ（ダイセル・エポニック社製：商品名）、キータスパイアシリーズ（ソルベイズスペシャルティポリマーズ社製：商品名）、GATONEシリーズ（ガルーダケミカル社製：商品名）等があげられる。

【0036】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度は、温度390℃における真のせん断速度 $1 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ の場合に $8 \times 10^1 \sim 1 \times 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内、好ましくは $1 \times 10^2 \sim 8 \times 10^2 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内とされる。これは、温度390℃における真のせん断粘度が $8 \times 10^1 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 未満の場合には、Tダイス12の先端部から押し出されたポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の溶融張力が小さいので、急激に引き落とすと、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2が破断するからである。これに対し、真のせん断粘度が $1 \times 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ を越える場合には、せん断粘度が高いので、Tダイス12から押し出すことができないからである。このポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度は、市販のせん断粘度・伸長粘度測定装置により測定される。

30

【0037】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の伸長粘度は、温度390℃における伸長粘度曲線で伸長速度 $2 \times 10^0 \sim 2 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ の場合に $7.0 \times 10^4 \sim 7.0 \times 10^5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内、好ましくは $8.0 \times 10^4 \sim 5.0 \times 10^5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以下の範囲内とされる。これは、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の伸長粘度がこの範囲から外れる場合には、溶融押出成形中に溶融したポリエーテルエーテルケトン樹脂にドロレゾナンスが発生し、厚さ5 μm 以下の薄膜にポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を安定して成形することが困難となり、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2が破断したり、厚みムラが発生しやすくなるからである。ポリエーテルエーテルケトン樹脂の伸長粘度は、市販のせん断粘度・伸長粘度測定装置により測定される。

40

【0038】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2は、溶融押出成形法、カレンダー成形法、又はキャスト法等の公知の製造法により製造することができるが、厚さ5 μm 以下、好ましくは厚さ3 μm 以下の薄膜に製造する場合には、ハンドリング性や設備の簡略化

50

の観点から、熔融押出成形法により連続的に薄く押出成形することが望ましい。熔融押出成形法とは、製造装置の熔融押出成形機 10 を使用して成形材料 1 を熔融混練し、熔融押出成形機 10 の先端部の T ダイス 12 からポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 を連続的に押し出して製造する方法である。

【 0 0 3 9 】

製造装置は、図 1 に示すように、成形材料 1 を熔融混練する単軸押出成形機 10 や二軸押出成形機 10 等の熔融押出成形機 10 と、この熔融押出成形機 10 の先端部に連結管を介して装着され、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 を連続的に下方に略帯形に押し出す T ダイス 12 と、この T ダイス 12 の下方に配設され、瞬時に押し出されたポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 に接触する回転可能な一对の圧着ロール 13 と、T ダイス 12 の下方に配設されて一对の圧着ロール 13 間に回転可能に介在され、圧着ロール 13 との間に押し出されたポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 を挟んで急激に冷却する金属ロール 14 と、冷却されたポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 を巻取管 15 に巻き取る巻取機 16 とを備えて構成されている。

10

【 0 0 4 0 】

熔融押出成形機 10 の上部後方には、成形材料 1 用の原料投入口 11 が設けられ、この原料投入口 11 に成形材料 1 が投入される場合には、酸化劣化や酸素架橋を防止する観点から、ヘリウムガス、ネオンガス、アルゴンガス、クリプトンガス、窒素ガス、二酸化炭素ガス等の不活性ガスが必要に応じて供給される。

【 0 0 4 1 】

T ダイス 12 の先端部（下端部）から金属ロール 14 にポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 が接触する接触始点までの距離 d は、5 ~ 100 mm、好ましくは 5 ~ 70 mm、より好ましくは 5 ~ 50 mm、さらに好ましくは 10 ~ 30 mm の範囲内に調整される。これは、距離 d が 100 mm を越える場合には、T ダイス 12 の先端部から押し出されたポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 が収縮したり、周辺空気の乱れの影響を受けることにより、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 が暴れ、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 の厚さの均一性が失われたり（厚さ公差が大きくなる）、破断を招くという理由に基づく。

20

【 0 0 4 2 】

圧着ロール 13 の周面には、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 と金属ロール 14 との密着性を向上させる観点から、少なくとも天然ゴム、イソブレンゴム、ブタジエンゴム、ノルボルネンゴム、アクリロニトリルブタジエンゴム、ニトリルゴム、ウレタンゴム、シリコーンゴム、フッ素ゴム等のゴム層が必要に応じて被覆形成され、このゴム層には、シリカやアルミナ等の無機化合物が選択的に添加される。これらの中でも、耐熱性に優れるシリコーンゴムやフッ素ゴムによりゴム層が被覆形成されることが好ましい。

30

【 0 0 4 3 】

圧着ロール 13 は、表面が金属から形成される金属弾性ロールが必要に応じて使用され、この金属弾性ロールが使用される場合には、表面が平滑性に優れるポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 の成形が可能となる。金属弾性ロールの具体例としては、エアロール（ディムコ社製：商品名）や UF ロール（日立造船社製：商品名）が該当する。

40

【 0 0 4 4 】

金属ロール 14 上のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 との接触点と金属ロール 14 の中心線とを結ぶ直線 l が鉛直線 v と形成する角度 θ は、図 2 に示すように、1 ~ 45° の範囲、好ましくは 5 ~ 45° の範囲、より好ましくは 10 ~ 30° の範囲、さらに好ましくは 10 ~ 20° の範囲に調整される。これは、角度 θ が 0 ~ 45° の範囲から外れると、T ダイス 12 の先端部から金属ロール 14 にポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 が接触する接触始点までの距離 d が長くなり、周辺環境の影響を受けることにより、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 が暴れ、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム 2 の厚さの均一性が失われたり、破断を招くからである。

【 0 0 4 5 】

50

圧着ロール13とその下流に位置する巻取機16の巻取管15との間には、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の側部にスリットを形成するスリット刃17が昇降可能に配置され、このスリット刃17と巻取管15との間には、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2にテンションを作用させて円滑に巻き取るためのテンションロール18が回転可能に必要な数支持される。

【0046】

上記において、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を製造する場合には、溶融押出成形機10の原料投入口11に成形材料1を投入して成形材料1を溶融混練し、Tダイス12からポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を連続的に帯形に押し出す。この際、溶融押出成形機10やTダイス12の温度は、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の融点~450、好ましくは350~430、より好ましくは350~400が良い。これは、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の融点未満の場合には、溶融押出成形することができず、逆に450を越える場合には、ポリエーテルエーテルケトン樹脂が分解するおそれがあるという理由に基づく。

10

【0047】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の溶融混練前における含水率は、5000ppm以下、好ましくは2000ppm以下に調整される。これは、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の溶融混練前における含水率が5000ppmを越える場合には、ポリエーテルエーテルケトン樹脂が発泡するおそれがあるからである。

【0048】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を押し出したら、一对の圧着ロール13、金属ロール14、テンションロール18、巻取機16の巻取管15に順次巻架し、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の両側部をスリット刃17でそれぞれカットし、巻取管15に順次巻き取れば、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を厚さ5 μ m以下の薄膜に製造することができる。この際、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を金属ロール14に密着させる方法として、圧着ロール13により、金属ロール14にポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を押し付けて密着させるタッチロール法の採用が好ましい。

20

【0049】

金属ロール14は、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の融点未満、好ましくはポリエーテルエーテルケトン樹脂の結晶化温度以下、より好ましくはポリエーテルエーテルケトン樹脂のガラス転移以下の温度で使用される。これは、金属ロール14の温度がポリエーテルエーテルケトン樹脂の融点以上の場合には、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2が金属ロール14に融着して破断するからである。

30

【0050】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の表面には、微細な凹凸を形成してその形状を中心線の平均粗さで0.50 μ m以下とし、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2表面の摩擦係数を低下させることができる。微細な凹凸の形成方法としては、(1)PEI樹脂とフッ素樹脂との組成物を溶融押出成形機10により溶融混練し、この溶融混練した組成物をTダイス12から微細な凹凸を周面に有する金属ロール14上に吐き出して密着させ、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の成形時に同時に微細な凹凸を形成する方法、(2)ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を製造した後、微細な凹凸を周面に有する金属ロール14上に密着させ、微細な凹凸を形成する方法がある。これらの中では、設備の簡略化の観点から、(1)の方法が好ましい。

40

【0051】

微細な凹凸形状は、中心線の平均粗さで0.50 μ m以下、好ましくは0.40 μ m以下、より好ましくは0.35 μ m以下が最適である。これは、中心線の平均粗さで0.50 μ mを越える場合には、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の機械的性質が低下するおそれがあるからである。

【0052】

50

ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の厚さ公差は、平均値 $\pm 10\%$ の範囲内、好ましくは平均値 $\pm 5\%$ の範囲内、より好ましくは平均値 $\pm 3\%$ の範囲内が好適である。これは、厚さ公差が平均値 $\pm 10\%$ の範囲を外れると、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の特性に差異が生じたり、巻取管15に巻き取った場合に、外観の見栄えが悪化するという理由に基づく。

【0053】

このようにして厚さ $5\mu\text{m}$ 以下、好ましくは厚さ $3\mu\text{m}$ の薄膜に製造されたポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2は、マイクロスピーカの振動板用基材フィルム、フィルムキャパシタ用フィルム、あるいはハイブリッド電気自動車や電気自動車用駆動モータの平角電線の被覆用フィルム等として好適に利用される。

10

【0054】

上記によれば、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度を、温度 390 における真のせん断速度 $1 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ の場合に $8 \times 10^1 \sim 1 \times 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内とし、伸長粘度を、温度 390 における伸長粘度曲線で伸長速度 $2 \times 10^0 \sim 2 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ の場合に $7.0 \times 10^4 \sim 7.0 \times 10^5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内とするので、厚さ $5\mu\text{m}$ 以下、例えば厚さ $4\mu\text{m}$ や $3\mu\text{m}$ の薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2をムラなく安定して高品質に製造することができる。

【0055】

また、Tダイス12の先端部から金属ロール14にポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2が接触する接触始点までの距離 d を $5 \sim 100 \text{ mm}$ の範囲内とするので、例えば厚さ $4\mu\text{m}$ や $3\mu\text{m}$ の薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2をムラなく安定して高品質に製造することができる。また、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の製造工程を従来よりも簡素簡略化することができ、長時間に亘って乾燥させる必要もない。したがって、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の生産性を著しく向上させることができ、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2の大幅なコスト削減が期待できる。

20

【0056】

さらに、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2にスリット刃17によりスリットを形成し、所定の大きさに整えることができるので、製造工程の簡略化が可能になる。

【0057】

なお、上記実施形態では圧着ロール13により、金属ロール14にポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を押し付けて密着させるタッチロール法を採用したが、何らこれに限定されるものではない。例えば、例えば静電印加法（ピンニング法）やエアナイフを採用して金属ロール14にポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム2を密着させても良い。また、圧着ロール13と巻取機16との間に必要数のテンションロール18を回転可能に支持させても良い。

30

【実施例】**【0058】**

以下、本発明に係るポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法の実施例を比較例と共に説明する。

40

〔実施例1〕

まず、ポリエーテルエーテルケトン樹脂を 160 に加熱した排気口付きの熱風オープン中に 24 時間静置して乾燥させ、図1に示すポリエーテルエーテルケトン樹脂を幅 900 mm のTダイスを備えた 40 mm の単軸溶融押出成形機（アイ・ケー・ジー社製）に投入して溶融混練し、溶融混練したポリエーテルエーテルケトン樹脂を単軸溶融押出成形機のTダイスから連続的に押し出し、薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを帯形に成形した。

【0059】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の乾燥時の含水率を測定したところ、 138 ppm であった。このポリエーテルエーテルケトン樹脂の含水率は、微量水分測定装置（三菱化学

50

社製：商品名CA-100型)を用い、カールフィッシャー滴定法により測定した。また、単軸溶融押出成形機は、 $L/D = 25$ 、圧縮比：2.5、スクリュー：フルフライトスクリュータイプとした。単軸溶融押出成形機の温度は $380 \sim 420$ 、Tダイスの温度は 400 、これら単軸溶融押出成形機とTダイスとを連結する連結管の温度は 400 に調整した。

【0060】

単軸溶融押出成形機にポリエーテルエーテルケトン樹脂を投入する際、単軸溶融押出成形機に窒素ガスを 520 L/分 供給した。また、溶融したポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度に関し、Tダイス入口のポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度を測定したところ、 398 であった。Tダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離は、 70 mm に調整した。また、金属ロールのポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムとの接触点と金属ロールの中心線とを結ぶ直線 l が鉛直線と形成する角度は、 15° に調整した。

10

【0061】

薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを帯形に成形したら、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度と伸長粘度とをそれぞれ測定し、その結果を表1にまとめた。

【0062】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度については、ツインキャピラリーレオメーターR6000 (IMATEK社製：商品名)を使用して測定した。具体的には、キャピラリーダイ： $1.0\text{ mm} \times 16\text{ mm}$ (ロングダイ)、 $1.0\text{ mm} \times 0.25\text{ mm}$ (ショートダイ)、バレル径： 15 mm 、温度： 390 において、ポリエーテルエーテルケトン樹脂をバレル内に 40 g 投入し、ロングダイ側： 0.9 MPa 、ショートダイ側： 0.3 MPa になるまでピストンを 50 mm/min の速度で押し込み、圧力が所定値の圧力となったら、そのままの状態 6 分間保持した。

20

【0063】

その後、再び、ロングダイ側： 0.9 MPa 、ショートダイ側： 0.3 MPa になるまでピストンを 50 mm/min の速度で押し込み、圧力が所定値の圧力となったら、所定の見かけのせん断速度(10 、 30 、 50 、 80 、 100 、 300 、 500 、 800 、 1000 s^{-1})を与えて測定し、真のせん断速度と真のせん断粘度とを求めた。真のせん断速度と真のせん断粘度とを求めたら、真のせん断粘度を縦軸、真のせん断速度の値を横軸にプロットし、真のせん断粘度 - 真のせん断速度曲線を作成し、この曲線より真のせん断速度が 100 s^{-1} の時の真のせん断粘度を読み取った。

30

【0064】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の伸長粘度についても、ツインキャピラリーレオメーターR6000 (IMATEK社製：商品名)を使用して測定した。具体的には、キャピラリーダイ： $1.0\text{ mm} \times 16\text{ mm}$ (ロングダイ)、 $1.0\text{ mm} \times 0.25\text{ mm}$ (ショートダイ)、バレル径： 15 mm 、温度： 390 において、ポリエーテルエーテルケトン樹脂をバレル内に 40 g 投入し、ロングダイ側： 0.9 MPa 、ショートダイ側： 0.3 MPa になるまでピストンを 50 mm/min の速度で押し込み、圧力が所定値の圧力となったら、そのままの状態 6 分間保持した。

40

【0065】

その後、再び、ロングダイ側： 0.9 MPa 、ショートダイ側： 0.3 MPa になるまでピストンを 50 mm/min の速度で押し込み、圧力が所定値の圧力となったら、所定の見かけのせん断速度(10 、 30 、 50 、 80 、 100 、 300 、 500 、 800 、 1000 s^{-1})を与えて測定し、真のせん断速度と真のせん断粘度とを求めた。真のせん断速度と真のせん断粘度とを求めたら、真のせん断粘度を縦軸、真のせん断速度の値を横軸にプロットし、真のせん断粘度 - 真のせん断速度曲線を作成し、伸長速度 $2 \sim 20\text{ s}^{-1}$ の範囲の時の伸長粘度が $7.0 \times 10^4 \sim 7.0 \times 10^5\text{ Pa} \cdot \text{s}$ の範囲内であった場合を、外れた場合を \times とした。

50

【 0 0 6 6 】

薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを帯形に成形したら、薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを、シリコンゴム製の一对の圧着ロール、140 に加熱した金属ロール、テンションロール、巻取機の6インチの巻取管に順次巻架し、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの両側部をスリット刃でそれぞれ裁断し、その後、巻取機の巻取管に順次巻き取ることにより、長さ2000m、幅660mmのフィルムを製造した。この際、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの厚さを測定し、その平均値とフィルム厚公差とをそれぞれ求め、その結果を表1にまとめた。

【 0 0 6 7 】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの厚さについては、接触式の厚さ計である電子マイクロメータ ミロトン1240 (Mahar社製：商品名)を使用して測定した。測定に際しては、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの押出方向と幅方向(押出方向の直角方向)が交わる所定位置の厚みを100箇所測定し、その平均値をフィルム厚とした。押出方向の測定箇所は、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの先端部から100mm間隔で100mm、200mm、300mm、400mm、500mmの位置とした。

10

【 0 0 6 8 】

これに対し、幅方向の測定箇所は、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの左端部から25mm、次いで30mm間隔で55mm、85mm、115mm、145mm、175mm、205mm、235mm、265mm、295mm、325mm、355mm、385mm、415mm、445mm、475mm、505mm、535mm、565mm、595mmの箇所とした。

20

【 0 0 6 9 】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムのフィルム厚公差については、以下の式から求めた。

$$\text{フィルム厚公差}[\%] = \{ (\text{MAX} \text{または} \text{MIN}) - (\text{AVE}) \} / (\text{AVE}) \times 100$$

ここで、MAX：フィルム厚の最大値

MIN：フィルム厚の最小値

AVE：フィルム厚の平均値

求めたフィルム厚公差が±5%以内の場合を、±5～10%以内の場合を、±10%を超える場合を×とした。

30

【 0 0 7 0 】

〔実施例2〕

ポリエーテルエーテルケトン樹脂を160 に加熱した排気口付きの熱風オープン中に24時間静置して乾燥させ、基本的には実施例1と同様にして薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを帯形に成形し、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度と伸長粘度とをそれぞれ測定してその結果を表1にまとめた。

【 0 0 7 1 】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の乾燥時の含水率は、156ppmであった。また、溶融したポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度に関し、Tダイス入口のポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度を測定したところ、396 であった。Tダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離は、30mmに調整した。また、金属ロールのポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムとの接触点と金属ロールの中心線とを結ぶ直線が鉛直線と形成する角度 は、20°に調整した。

40

【 0 0 7 2 】

〔実施例3〕

基本的には実施例1と同様にして薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを帯形に成形し、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度と伸長粘度とをそれぞれ測定してその結果を表1にまとめた。

50

【 0 0 7 3 】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の乾燥時の含水率は、137ppmであった。また、溶融したポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度に関し、Tダイス入口のポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度を測定した結果、393であった。Tダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離は、10mmに変更した。また、金属ロールのポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムとの接触点と金属ロールの中心線とを結ぶ直線が鉛直線と形成する角度は、30°に変更した。

【 0 0 7 4 】

〔実施例4〕

先ず、実施例1で使用したポリエーテルエーテルケトン樹脂80質量%とポリフェニルサルホン樹脂20質量%とを樹脂容器に投入し、この樹脂容器に蓋を取り付けてタンブラーミキサーに装着し、このタンブラーミキサーを23、1時間の条件で回転させることにより、ポリエーテルエーテルケトン樹脂とポリフェニルサルホン樹脂とを攪拌混合して攪拌混合物を調製した。

10

【 0 0 7 5 】

次いで、攪拌混合物を真空ポンプ付きの高速二軸溶融押出機（池貝社製：商品名PCM30、L/D=35）に供給して減圧下で溶融混練し、高速二軸溶融押出機先端部のダイスから棒形に吐き出させてストランドを形成させた。この際の溶融混練条件は、シリンダー温度：350～390、アダプター温度：390、ダイス温度：390とした。

20

【 0 0 7 6 】

ストランドを形成したら、このストランドを水冷してペレタイザによりカットし、長さ2～3mm、直径1～2mmの成形材料をペレット形に調製し、この成形材料を160に加熱した排気口付きの熱風オープン中に24時間静置して乾燥させるとともに、含水率を175ppmに調整し、成形材料の真のせん断粘度と伸長粘度とをそれぞれ測定してその結果を表1にまとめた。成形材料の含水率は、実施例1と同様の方法により測定した。

【 0 0 7 7 】

以下、実施例1と同様にして薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを帯形に成形した。この際、Tダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離は、30mmに変更した。また、金属ロールのポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムとの接触点と金属ロールの中心線とを結ぶ直線が鉛直線と形成する角度は、20°に変更した。

30

【 0 0 7 8 】

【表 1】

実施例		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度 [Pa・s]		233	191	151	164
ポリエーテルエーテルケトン樹脂の伸長粘度		○	○	○	○
Tダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離 [mm]		70	30	10	30
結 果	フィルム厚 [μm]	3.20	2.53	3.00	4.20
	フィルム厚公差	○	◎	◎	○

10

【0079】

〔比較例1〕

ポリエーテルエーテルケトン樹脂を160 に加熱した排気口付きの熱風オープン中に24時間静置して乾燥させ、基本的には実施例1と同様にして薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを帯形に成形しようとし、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度と伸長粘度とをそれぞれ測定してその結果を表2にまとめた。

20

【0080】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の乾燥時の含水率は、129ppmであった。また、溶融したポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度に関し、Tダイス入口のポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度を測定した結果、394 であった。Tダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離は、50mmとした。また、金属ロールのポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムとの接触点と金属ロールの中心線とを結ぶ直線が鉛直線と形成する角度 は、15°とした。

30

【0081】

Tダイスからポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを押出成形しようとしたが、Tダイスと金属ロールとの間でポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが破断し、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造することができなかった。

【0082】

〔比較例2〕

ポリエーテルエーテルケトン樹脂を160 に加熱した排気口付きの熱風オープン中に24時間静置して乾燥させ、基本的には実施例1と同様にして薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを帯形に成形しようとし、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度と伸長粘度とをそれぞれ測定してその結果を表2にまとめた。

40

【0083】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の乾燥時の含水率は、157ppmであった。また、溶融したポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度に関し、Tダイス入口のポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度を測定したところ、394 であった。Tダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離は、30mmに変更した。また、金属ロールのポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムとの接触点と金属ロールの中心線とを結ぶ直線が鉛直線と形成する角度 は、20°に変更した。

【0084】

50

比較例 1 同様、T ダイスと金属ロールとの間でポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが破断し、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造することができなかった。

【 0 0 8 5 】

〔 比較例 3 〕

基本的には実施例 1 と同様にして薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを帯形に成形しようとし、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度と伸長粘度とをそれぞれ測定してその結果を表 2 にまとめた。

【 0 0 8 6 】

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の乾燥時の含水率は、測定の結果、158 ppmであった。また、単軸溶融押出成形機の温度は400～425、T ダイスの温度は400、これら単軸溶融押出成形機とT ダイスとを連結する連結管の温度は420 に変更した。

10

【 0 0 8 7 】

溶融したポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度に関し、T ダイス入口のポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度を測定したところ、413 であった。T ダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離は、30 mmに変更した。また、金属ロールのポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムとの接触点と金属ロールの中心線とを結ぶ直線が鉛直線と形成する角度 は、20 °とした。

【 0 0 8 8 】

20

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の溶融粘度が著しく高いため、T ダイス全面より溶融したポリエーテルエーテルケトン樹脂を押し出すことができず、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造できなかった。

【 0 0 8 9 】

〔 比較例 4 〕

基本的には実施例 1 と同様にして薄膜のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを帯形に成形し、ポリエーテルエーテルケトン樹脂の真のせん断粘度と伸長粘度とをそれぞれ測定してその結果を表 2 にまとめた。

ポリエーテルエーテルケトン樹脂の乾燥時の含水率は、129 ppmであった。また、溶融したポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度に関し、T ダイス入口のポリエーテルエーテルケトン樹脂の温度を測定したところ、394 であった。

30

【 0 0 9 0 】

T ダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離は、120 mmとした。また、金属ロールのポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムとの接触点と金属ロールの中心線とを結ぶ直線が鉛直線と形成する角度 は、30 °とした。

【 0 0 9 1 】

【表 2】

比較例		比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
ポリエーテルエーテルケトン樹脂の 真のせん断粘度 [Pa・s]		306	67	1130	233
ポリエーテルエーテルケトン樹脂の 伸長粘度		×	○	○	○
Tダイスの先端部から金属ロールに ポリエーテルエーテルケトン樹脂フ ィルムが接触する接触始点までの距 離 [mm]		50	30	30	120
結 果	フィルム厚 [μm]	樹脂フィルムを 製造できなかつ たので、測定せず	樹脂フィルムを 製造できなかつ たので、測定せず	Tダイスから樹 脂を押し出すこと ができなかった	4.53
	フィルム厚公差				×

10

【0092】

実施例 1、2、3、4 の場合には、厚さが 5 μm 以下であり、しかも、フィルム厚公差が ±10% 以内のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを高品質に製造することができた。

20

【0093】

これに対し、比較例 1 の場合には、伸長粘度が本発明の範囲外なので、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造することができなかった。また、比較例 2、3 の場合には、真のせん断粘度が本発明の範囲外なので、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造できなかった。

【0094】

比較例 4 の場合、ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを製造することができたものの、Tダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離が 100 mm を越えるので、フィルム厚公差が ±10% を越えてしまった。したがって、高品質のポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムを得ることができなかった。

30

【産業上の利用可能性】

【0095】

本発明に係るポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムの製造方法は、電気機器、医療機器、自動車、航空機等の製造分野で使用される。

【符号の説明】

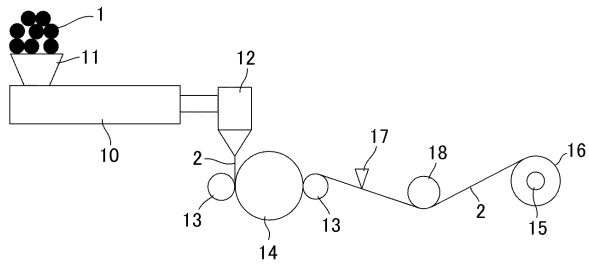
【0096】

- 1 成形材料
- 2 ポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルム
- 10 溶融押出成形機（押出成形機）
- 12 Tダイス（ダイス）
- 13 圧着ロール
- 14 金属ロール（冷却ロール）
- 15 巻取管
- 16 巻取機
- d Tダイスの先端部から金属ロールにポリエーテルエーテルケトン樹脂フィルムが接触する接触始点までの距離
- l 直線
- v l 鉛直線

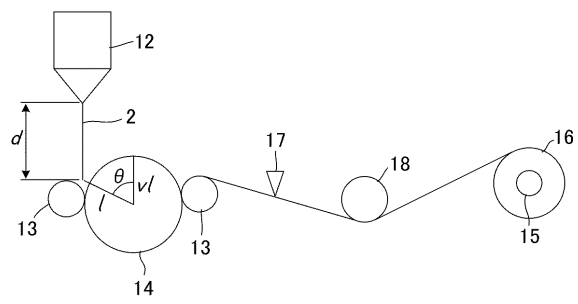
40

50

【 図 1 】



【 図 2 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
B 2 9 L 7/00 (2006.01) B 2 9 L 7:00

- (72)発明者 戸井田 裕二
埼玉県さいたま市北区吉野町1-406-1 信越ポリマー株式会社内
- (72)発明者 鈴木 和宏
埼玉県さいたま市北区吉野町1-406-1 信越ポリマー株式会社内
- (72)発明者 滝沢 賢郎
埼玉県さいたま市北区吉野町1-406-1 信越ポリマー株式会社内
- (72)発明者 森岡 勇三
埼玉県さいたま市北区吉野町1-406-1 信越ポリマー株式会社内

審査官 辰己 雅夫

- (56)参考文献 特開平10-076563(JP,A)
特開平01-283127(JP,A)
特開昭63-092430(JP,A)
特開昭63-004934(JP,A)
特開2009-045934(JP,A)
米国特許出願公開第2009/0045544(US,A1)
特開2012-006383(JP,A)
国際公開第2007/141899(WO,A1)
特開2012-089609(JP,A)
特開2012-125934(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B 2 9 C 4 7 / 0 0 - 4 7 / 9 6