

첨가제에 의한 PET 의 구조변화와 유전특성에 관한 연구

○ 정 은 식 이 남 기 김 기 범 박 정 후
 부산 수산대 박사과정 * 부산 수산대 석사과정 " " 부산 수산대 교수

A Study on the Morphology and Dielectric Properties of PET with Additives

Eum-Shik Jeung Nam-Ki Lee Gi-Beom Kim Chung-Hoo Park
 NFUP Dr. course NFUP Ms. Course " " NFUP Prof.

1. 서론.

포화 폴리에스 텔 수지의 대표적 고분자인 PET (polyethylene terephthalate) 필름은 결정성 고분자로서, 비중이 1.12-1.14, 용점이 264도이며 극히 내열성으로 150도에서도 연속적으로 사용 가능하며 전기적, 기계적 특성이 우수하여, 발전기, 전동기, 변압기 등의 전기기계의 기반 재료로서 폭넓게 이용되고 있어 이 재료의 연간 세계적 판매고는 다른 고분자의 연간 판매고를 훨씬 상회하고 있다. 최근에는 유리섬유를 첨가한 복합재료가 출현하여 그의 열변형 온도가 240도 까지 이르고, 전기적, 기계적 특성이 뛰어나 이 고분자 필름의 이용은 더욱 늘어날 전망이다. 그러나 PET 필름은 사용온도에 따라 사출전에 여러가지 첨가물, 예로 들면 실리카, 티탄, 혹은 벤논나이트 등을 첨가하게되면 이 첨가물은 시료의 연신 및 열처리 과정에서 결정핵으로 작용하게 되어 내부구조의 변화를 초래하게 되며 그 결과 유전적 특성 및 기계적 특성이 크게 변화할 것으로 사료된다.¹⁾ 본연구에서는 첨가물을 가하지 않은 순수 PET 및 SiO₂ 를 첨가한 PET 의 열처리에 의한 유전특성의 변화를 연구 분석하여 이 재료의 희망 용도에 적합한 필름 재료를 제작하는데 필요한 기본 데이터를 확립하고자 한다.

2. 연구내용 및 방법 .

본실험에서 사용한 시료는 Toyobo Co의 호의에 의해 제작된 필름상의 미연신 PET (A) 및 SiO₂ 를 약 0.1% 첨가한 미연신 PET (B)로서 두께는 약 100μm 이다. 한편 시료의 구조 변화와 유전 특성의 관계를 구하기 위해 , 두시료는 동일 조건하에서 열처리를 행하였다. 열처리 온도는 120-230℃로 하였으며 열처리 시간은 1분~20시간 으로 하였다. 열처리가 끝난 시료에 대하여 CCl₄ 와 Heptane 의 혼합용액에 의한 부침법으로 시료의 비중을 측정하여 결정화도 p를 아래식에 의 해 구하였다.²⁾

$$p = \frac{1 - Da(T)/D(T)}{1 - Da(T)/Dc(T)} \times 100$$

여기서 Da (T), Dc(T) 및 D (T)는 각각 온도 에서의 PET 의 무정형부분, 결정부분 및 측정시료의 비중이다. 여기서 무정형 부분 및 결정부분에서의 비중은 각각 1.331 및 1.47 g/cm³로 하였다.³⁾ 결정화도의 측정이 끝난 시료는 Precision Tanδ and C Bridge meter (TeTTex AG Co.)에 의해 인가전압 및 온도 변화에 대한 Tanδ 값 및 C 값의 변화를 측정하였다. Tanδ 값의 측정시 전극은 Silver paste 를 사용하여 전극과 시료사이의 기포를 제거하였으며 습기의 영향을 제거하기 위하여 세심한 주의를 기울였다.

3. 실험결과 및 고찰 .

표 1은 열처리한 시료의 결정화도의 변화를 나타내고

있다. 일반적으로 PET의 결정화도는 60%이하로서 글라스 전이온도 이상의 고온에서 장시간 열처리 할수록 결정화도가 증가함을 알 수 있다. 그러나 230°C 이상에서 약 1시간 이상 열처리한 시료는 최성이 증가하여 부서져 버려 실험을 행할 수 없었다. 또 결정화도가 증가할 수록 투명에서 유백색으로 변화하였으며, β시료가 A시료보다 동일 조건하에서 높은 값을 나타내었다. 이와 같이 β시료가 A시료보다 높은 값을 나타내는 이유는 SiO₂의 첨가물이 열처리 과정에서 결정핵으로 작용하게 되어 결정화도가 증가하기 때문으로 생각된다.⁴⁾ 그림 1은 A시료에 대한 인가전압(60 Hz)의 변화에 대한 Tanδ의 변화를 나타내고 있다. 이 그림에서 알 수 있듯이 열처리온도가 높아 질수록 Tanδ 최대값을 나타내는 열처리시간은 짧아지며 200°C에서 열처리한 시료는 1분 이하에서 최대점이 있을 것으로 사료된다. 그림 2는 β시료에 대한 인가전압 - Tanδ 특성곡선으로 β시료의 경우는 160°C 이상의 열처리온도에서 최대점은 1분 이하에서 존재함을 알 수 있었다. 이와 같은 변화는 이물질 첨가 및 변화에 따른 내부구조의 변화와 관계가 있을 것으로 사료된다.⁵⁾ 한편 그림 3은 온도가 변화할 경우 A시료의 인가전압에 대한 Tanδ 변화를 나타내고 있다. 이 경우 미연신 시료는 연신 시료에 비하여 열변형온도가 낮아 60°C 이상에서 실험을 행할 수 없었다. 또 반복 측정에 대한 Tanδ의 변화실험도 행하였으며 다수회 측정시에는 대체로 전압하강시의 특성곡선과 일치함을 알 수 있었으며, 이에 대한 상세한 연구는 다음호에 다음 예정이다. 이들 시료에 대한 절연강도 변화 및 체적저항, 표면저항 등의 측정을 할 예정이다.

4. 결론.

미연신 PET에 대하여, 열처리 과정에서 나타나는 유전적 특성의 변화를 고찰하여 다음과 같은 결

론을 얻을 수 있었다. SiO₂를 첨가한 미연신 PET의 시료는 미첨가 PET보다 동일 열처리 조건하에서 결정화도가 높으며 Tanδ값도 대체로 높은 값을 나타낸다. 인가전압의 변화에 대한 Tanδ값은 열처리 초기상태에서는 200°C, 160°C, 120°C 순으로 감소하여가며, 열처리시간이 증가할 수록 고온에서 열처리한 시료에 대해 다소 증가하는 경향을 나타내고 있다. 한편 미연신 시료는 주의온도가 증가할 수록 인가전압에 대한 Tanδ값은 증가하며, 특히 미연신 시료의 글라스전이온도(60°C)에서 크게 증가함을 알 수 있었다.

참고 문헌

1. 和田ハジメ "고분자의 고체물성" 培風館, pp. 413. 1971
2. C.H. Park et al., "Effect of Heat Treatment on Dielectric Strength of Polyethylene Terephthalate under Compressive Stress." IEEE Trans. Vol. EI-18, 380-389, 1983
3. 박정후, "일축연신 PET의 절연강도 특성에 미치는 결정화도의 영향", 대한 전학지, 33권, 27, 1984
- 4, 5: 1과 같음.

표1. 열처리 온도와 시간간에 대한 P

온도 °C	열처리 시간	경첩화도%	
		A	B
미처리	0	1.0	11.2
120	1 분	9.1	15.5
	30 분	20.0	29.1
	20 시간	38.4	39.6
160	1 분	36.6	37.5
	1 시간	41.1	41.7
200	1 분	42.8	43.9
	1 시간	45.4	46.5
230	1 분	47.8	49.2
	1 시간	50.0	53.0

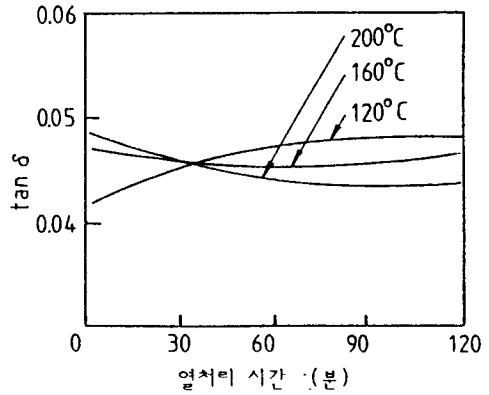


그림 2. 첨가 시료의 $\tan\delta$ -열처리시간 특성

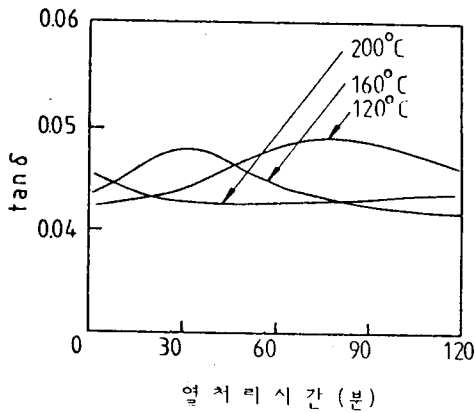


그림 1. 미첨가 PET의 $\tan\delta$ -열처리 시간 특성

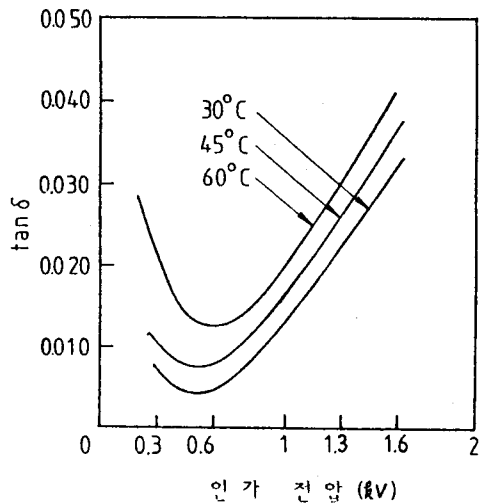


그림 3 미첨가 시료의 $\tan\delta$ -인가전압 특성