

방전처리에 따른 Poly(ethylene terephthalate) 필름의 표면특성에 관한 연구

임경범*, 이백수*, 이상희*, 황명환**, 박구범***, 박종관***, 김영일#, 임현찬##, 이덕출*
 *인하대학교, **인천대학교, ***유한대학, #신구대학, ##대구공업대학

A Study on the Surface Properties of Poly(ethylene terephthalate) films by Discharge Treatment

K.B.Lim*, B.S.Lee*, S.H.Lee*, M.W.Hwang**, G.B.Park***, G.K.Park***, Y.I.Kim#, H.C.Lim##, D.C.Lee*
 *Inha University, **Inchon University, ***Yuhan College, #Shingu College, ##Taegu Technical College

Abstract - In this paper, the weight loss, surface potential decay, surface resistivity and dielectric constant are measured to investigate the surface properties, insulation characteristic changes of PET film according to the discharge treatment. As a result of the test, up to the 10[min] the surface potential decay and surface resistivity have increased. Also, from the result of dielectric constant has decreased. On the other hand, the insulation characteristic of PET film have decreased after 10[min] in the discharge treatment.

1. 서 론

고분자 화학의 급속한 발전에 따라 우수한 특성을 가진 다양한 절연재료가 개발되어 왔으며, 이러한 유기고분자 재료의 용도와 수요가 매년 급증하고 있다. 이들 고분자 재료중 poly(ethylene terephthalate)(PET) 필름은 그 고유 특성으로 인해 자기테이프, 사진필름, 전기·전자용, 기어휠 등 구조용에 이르기까지 다양하게 사용되고 있으며 전기·전자용으로는 콘덴서, 모터절연, 전선절연, PCB 회로기판 등에 많이 사용되고 있다. 그러나 이러한 고분자재료는 사용환경에 따라 다양한 열화 요인에 노출되어 물리·화학적 변형을 유발시켜 성능저하를 초래하게 된다. 따라서 본 연구에서는 모터나 전동기 내부의 절연 및 용접용 모터 등에 사용되는 PET 필름의 장기적 성능에 영향을 미치는 요인 중 방전노출로 인한 표면에서의 특성변화와 절연성능을 조사하여 기기의 수명관리 및 열화양상을 파악하기 위하여 방전처리에 따른 PET 필름의 질량변화, 표면저항률, 표면전위감쇠, 유전특성을 측정하여 표면 및 절연특성변화를 고찰하고자 한다.

2. 실험

2.1 처리시료

본 실험에 사용한 시료는 TPA와 EG를 주원료로 하여 상압, 고온에서 1차 Ester 교환반응을 시킨 후 고진공, 고온에서 축중합 반응을 시켜 필름의 원료가 되는 PET 수지(Chip)를 제조하는 중합공정과 중합공정을 통해 만들어진 Chip을 용융하여 일정폭의 Die에 토출

시켜 Sheet 형태로 만든 후 2축 연신공정을 통하여 필름을 만드는 공정을 통하여 두께 250(μm)로 필름을 제작하였다. 시료의 방전처리에 따른 열화 특성을 조사하기 위하여 직경 100(mm)로 일정하게 절단한 후 불순물을 제거하기 위하여 에탄올 용액으로 세척 후 건조 처리한 후 방전처리 시료로 사용하였다.

2.2 처리 및 측정

시료의 방전처리 실험은 60(Hz)의 AC 플라즈마를 이용하여 반응가스로 Dry air를 분당 25(ml/min)로 주입하였고, 방전시 반응기 내부의 압력은 0.7(Torr), 방전전력 5(W)의 플라즈마를 발생시켜 처리시간을 5(min), 10(min), 15(min), 20(min)으로 설정하여 처리한 후, 각각의 처리 시간별로 특성 변화를 측정하였다.

처리에 따른 표면 및 절연특성은 질량변화, 표면저항률, 표면전위감쇠, 유전을 측정을 통해 분석하였다. 질량변화는 방전처리 후, 상온에서 10분 경과 후 전자저울(Sartorius)을 이용하여 10^{-4} (g)까지의 값으로 계산하였다. 표면의 전기적 특성변화를 알아보기 위하여 코로나 대전장치를 이용한 표면전위 측정은 코로나 대전전극과 그리드 전극과의 거리는 45(mm), 그리드 전극과 시료표면의 거리는 5(mm)로 설정한 후, 전하주입은 코로나 대전전압 10(kV), 그리드 전압 5(kV), 대전시간 1(min)으로 각각 설정하여 시료표면에 전하(⊕극성)를 주입한 후, 대전종료 후 시료표면과 표면전위 탐침(probe)과의 거리를 5(mm)로 설정한 후 표면전위가 초기값의 1/2에 이를 때까지 감쇠특성을 측정하였다.

또한, 질량변화 및 표면전위감쇠 측정이 끝난 시료를 대상으로 표면저항률 및 유전특성을 측정하였다. 표면저항률과 유전특성은 JIS. K-6911(열경화성 플라스틱의 일반시험방법) 규정에 준하여 원형의 마스크를 제작하여 AI으로 진공증착한 후 3단자 전극을 형성시켰다. 표면저항률은 측정시료를 25 $^{\circ}\text{C}$ 로 설정된 항온조에 설치하고 미소전류계(Picoammeter 487, Keithley, Co)를 이용하여 직류전압 100(V)를 인가하여 30분이 경과된 후 누설전류값을 측정하여 표면저항률을 구하였다. 유전특성은 시료를 25($^{\circ}\text{C}$)의 항온조에 넣고 임피던스 어날라이저(4192A, Hewlett Packard)에 연결하여 60(Hz)~10(MHz)에 이르는 주파수영역에 걸쳐 유전율을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 질량변화

방전처리에 따른 시료의 질량변화를 그림 1에 나타낸다. 방전처리 시간에 비례하여 선형적인 감소를 나타내었다. 이러한 질량의 선형적인 감소는 플라즈마내의 활성종이 표면에 충돌하여 수분층을 제거하는 세정효과로 시료 표면에 잔존하던 극성 저분자 물질과 콜로이드 상의 미세 입자가 증발하고, 표면 및 하부표면에서 저분자화 및 재가교의 결과에 기인하는 것으로 생각된다.

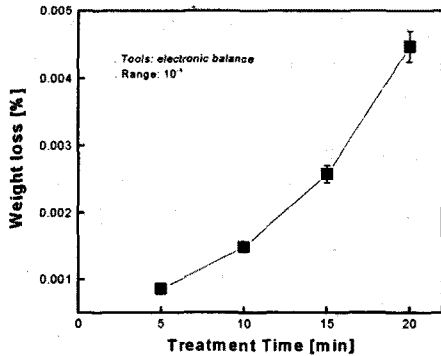


그림 1. 방전처리에 따른 PET 필름의 질량변화
Fig. 1. Weight loss of PET film as discharge treatment.

3.2 표면전위 감쇠 특성

표면에서의 전기적 특성을 분석하고자 처리된 시료를 코로나 대전장치로 대전시킨 후 관측된 표면전위감쇠 특성을 그림 2에 나타낸다. 5(min) 및 10(min) 동안 처리된 시료는 미 처리 시료와 비교해 표면에 주입된 전하가 서서히 감쇠하는 현상을 나타내고 있다. 이는 방전처리로 인해 시료 표면에 잔존하던 유동적 극성 저분자물질이 증발하고 재가교가 진행되어 표면에 공급되거나 유기된 전하의 유동이나 결합이 크게 어려워져 오히려 표면의 전기절연 특성이 향상되어 감을 알 수 있다. 그러나 20(min) 이상의 처리시간에서는 플라즈마상 전자에 충돌하여 발생하는 라디칼이 더욱 증가하고, 원자간 또는 분자간의 결합을 파괴하여 다량의 결합쇄가 절단되어 표면전하의 포집능력이 급격히 저하함에 따라 표면전위감쇠도 급격히 감소함을 보이고 있으며, 이러한 경향은 표면 절연특성의 감소를 의미한다.

3.3 표면저항률 특성

그림 3은 방전처리된 시료의 표면저항률 특성을 나타낸다. 미 처리된 시료는 표면저항률이 $10^{13}(\Omega/\text{cm}^2)$ 범위에 있으나 5(min) 및 10(min) 처리 시료에서는 표면저항률이 증가하여 $10^{14}(\Omega/\text{cm}^2)$ 범위를 나타내고, 그 이상의 처리시간에서는 감소하는 경향을 보인다. 이 현상은 표면전위감쇠 특성의 결과에서 나타나고 있는 현상과 상호 일치하고 있다. 따라서 방전에 노출된 PET

필름의 표면분자쇄는 방전에너지로 인하여 일정시간까지는 오히려 표면 활성화가 지연되며, 표면저항률 및 표면정전하 축적이 증가되는 것을 볼 수 있다.

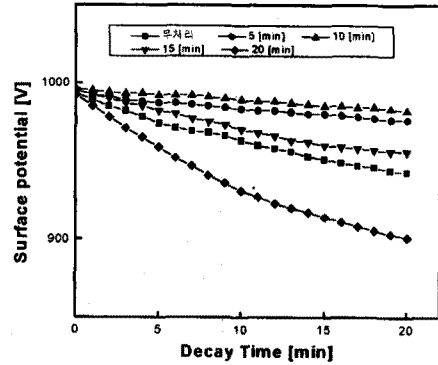


그림 2. 방전처리에 따른 PET 필름의 표면전위감쇠
Fig. 2. Surface potential decay of PET film as discharge treatment.

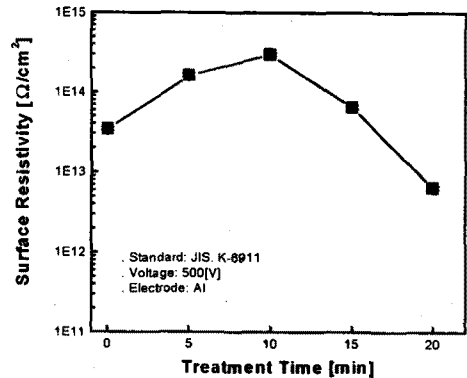


그림 3. 방전처리에 따른 PET 필름의 표면저항률
Fig. 3. Surface resistivity of PET film as discharge treatment.

3.4 유전특성

방전처리된 시료의 유전특성을 그림 4에 나타낸다. PET 필름의 비유전율은 1 [kHz]에서 처리 전 3.51 정도의 값을 나타내지만 10(min) 처리에서는 3.37 정도로 감소하고, 20(min) 처리에서는 3.61 정도로 증가한다. 10(min)이내의 처리시료에서는 플라즈마내의 활성종이 시료 표면에 충돌하여 수분층을 제거하는 효과로 인하여 표면에서 weak boundary layer의 형성을 막아 표면결합이 양호해져 비유전율이 감소하나, 처리시간이 너무 길어지면 안정된 성질을 갖는 고분자 사슬이 절단되어 표면손상의 원인이 되고 미세요철의 증가로 인하여 미세기포가 형성되기 때문에 오히려 비유전율의 증가로 유전특성은 저하된다.

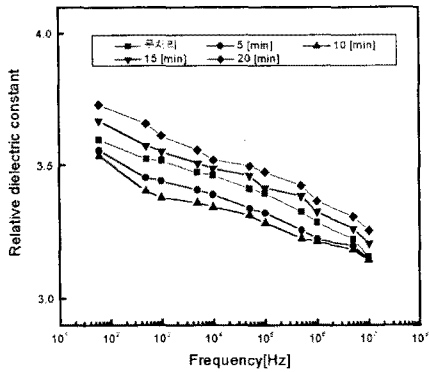


그림 4. 방전처리에 따른 PET 필름의 비유전율
 Fig. 4. Relative dielectric constant of PET film as discharge treatment.

4. 결 론

방전처리에 따른 PET 필름의 표면특성을 조사한 결과 처리조건에 따라 서로 다른 특성변화를 나타내는 것을 알 수 있었다.

5[min] - 10[min] 처리 시료에서는 플라즈마내오 활성종이 표면에 충돌하여 표면의 저분자 극성물질의 증발과 재가교를 통해 표면저항률, 표면전위감쇠 특성, 유전특성이 향상되어 절연특성 향상되는 것을 알 수 있었다. 그러나 처리시간이 증가하면서 다량의 라디칼 발생과 분자간력의 감소로 인한 결합체의 절단 등으로 표면저항률, 표면전위감쇠 특성, 유전특성의 저하로 절연특성이 감소하는 경향을 보인다.

이 논문은 1999년도 한국학술진흥재단의 학술연구조성비(국제협력공동연구과제)에 의하여 연구되었음.

(참 고 문 헌)

- [1] S.S.Schwartz, S.H.Goodman, "Plastic Materials and Processes", Van Nostrand Reinhold, New York, 1982.
- [2] Wei Chen and Thomas J. McCarthy, "Chemical Surface Modification of Poly(ethylene terephthalate)", *Macromolecules*, Vol. 31, pp. 3648-3655, 1998.
- [3] J.Brandrup, E.H.Immergut, "Polymer Handbook", CRC Press, 1982.
- [4] S.J.Chiu, W.H.Cheng, "Thermal degradation and catalytic cracking of Poly(ethylene terephthalate)", *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 63, pp. 407-412, 1999.
- [5] M.R.Kim, "Surface Treatment of Polyethylene Terephthalate Films by Corona Discharge", *J. of KIEEM*, Vol. 8, No. 3, pp. 316-323, 1995.

- [6] D.K.Owens, "The Mechanism of corona and Ultraviolet Light-Induced Self-adhesion of Poly(ethylene terephthalate) Film", *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol. 19, pp. 3315-3326, 1975.
- [7] 高田達雄, 堺孝夫, 鳥山四男, "ポリエステルフィルムの帯電特性和漏れ現象の相關", *JIEE*, Vol. 91, No. 2, pp. 85-90, 1971.