

# 열화 시간 변화에 따른 폴리카보네이트 필름의 유전 특성에 관한 연구

이성일<sup>a</sup>

한국교통대학교 안전공학과

## A Study on Dielectric Properties of Polycarbonate Film Due to Variation of Degradation Time

Sung Ill Lee<sup>a</sup>

Department of safety Engineering, Korea National University of Transportation, Chungju 27469, Korea

(Received August 16, 2018; Revised September 5, 2018; Accepted September 6, 2018)

**Abstract:** In this study, the capacity and FTIR of polycarbonate film that was degraded for 2, 4, and 8 h in a thermostat at 180°C was measured. The results of this study are as follows. It was found that the capacity decreased with increasing degradation time and frequency. This findings suggest that the attraction between molecules and amorphous polycarbonate increased because it contains the ketone group (-C=O-) and the chain of dioxies group (-O-R-O-). Measurement by FTIR found that the time of thermal degradation has a smaller impact because the transmutation or variation of the material does not occur. Measurement by SEM magnified 1,000 times found that a longer thermal degradation time results in thermal decomposition of the specimen's particles.

**Keywords:** The degradation time, Ketone group, Dioxies group

### 1. 서론

약 60여 년 전에 비스페놀 A (bisphenol A)와 포스젠(phosgene)의 반복 구조로 이루어진 폴리카보네이트(polycarbonate, PC) 수지는 비결정성의 무색투명한 열가소성 플라스틱 중합체로 널리 사용되고 있다. PC 수지는 탄산에스테르(-C-(C=O)-O-)의 단량체 단위끼리 결합되며, 사출성형이 가능하며 열 성형이 된다 [1,2].

이 수지는 투명성, 치수 안정성, 난연성, 내후성, 내열성, 자기 소화성(self-extinguishability), 내산성, 내유성 등이 우수하다.

또한 -100~150°C의 범위에서 사용되는 극성 및 흡수성이 작거나 유리 전리성이 높은 것 등 PC 수지는 온도 및 전기 특성이 대단히 우수하여 정보 기술(information

technology, IT) 제품인 모니터, 휴대폰, 노트북 등의 외장재로 사용되고 있다 [3-5].

또한 PC에 대한 절연 및 유전 연구는 되어 있으나 전기적 열화특성의 정도를 규명 및 검토해 놓은 연구는 거의 없는 현실이다 [6,7].

그래서 이 연구에서는 폴리카보네이트 필름의 전기 열화의 정도를 검토하기 위해 정전용량, 유전손실을 측정하고, FTIR (fourier transform infrared, 적외선 분광) 및 SEM (scanning electron microscopy, 전자주사현미경) 분석 및 검토를 실시하였다.

### 2. 실험 방법

#### 2.1 시료

인장강도 69.4 N/m<sup>2</sup>, 절단점에서 신장률 106%, 하중변형온도 134°C, 충격강도 96 kJ/m<sup>2</sup>, 두께 0.0001 m, 사출 시험속도 50 mm/min (탄성률: 1 mm/min)로

a. Corresponding author; [silee@cju.ac.kr](mailto:silee@cju.ac.kr)

**Table 1.** Degradation conditions of polycarbonate film specimen for 2, 4, 8 hours at 180°C.

No.	Temp.		
	2 h	4 h	8 h
C	O	O	O
Tanδ	O	O	O

Fre.(kHz): 0.1, 1, 10, 100, 1,000

Temp.(°C): 90, 110, 130, 150, 170

성형된 폴리카보네이트 필름을 시료로 선정하였다.

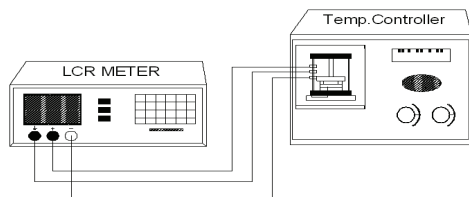
오븐 내의 160, 170, 180°C의 고정된 온도에서 2시간, 4시간, 8시간 동안 열화(degradation)시켰으며 시료의 열화조건을 표 1에 나타내었다.

## 2.2 측정

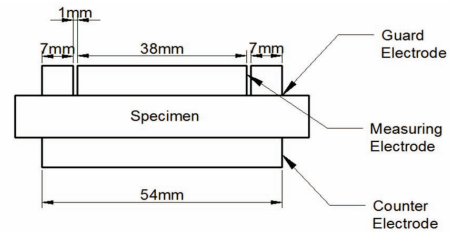
### 2.2.1 정전용량과 유전정접

이번 실험에 사용한 측정기기는 LCR 메타(KC-605, KOKUYO Co, Japan), 전극(Type SE-70, ANDO Elect. Co., Japan)을 내장한 오븐(Jeil Co, Korea)을 사용하였으며, 그림 1에 측정 회로를 나타내었다. 이 실험에서, 정전용량과 유전정접을 측정하기 위한 전극 규격은 상부전극으로 주 전극 내경 지름 38 mmΦ와 보호전극(내경 40 mmΦ, 외경 54 mmΦ)과 하부전극은 가로 70 mm, 세로 70 mm로 구성되어 있다. 시료는 두께가 0.5 mm인 폴리카보네이트 필름 시료에 Al foil 전극을 그림 2와 같이 부착하였으며, 그림 2에 시료와 전극형상을 나타내었다.

열화된 시료를 그림 1의 오븐 내부의 전극에 장착한 후 온도를 상온에서 90°C까지 상승시킨 후부터 90, 110, 130, 150, 170°C까지 20°C 간격으로 상승시키면서, 주파수 100 Hz~1 MHz의 영역에서 정전용량(capacity)과 유전정접(tanδ)을 측정하였다. 이때 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz의 주파수를 인가하였다.



**Fig. 1.** Measuring circuit.



**Fig. 2.** Specimen and electrode unit.

### 2.2.2 FTIR 분석

적외선 분광기(FTIR Spectrometer, Model: Cary 600, Agilent Technologies Co, USA)를 사용하여 시료 내부의 분자결합의 상태를 측정하였다.

### 2.2.3 SEM 분석

전자주사 현미경(Model: JSM-7610F, JEOL Co., Japan)을 사용하여 시료 내부의 분해 현상을 분석하였다.

## 3. 결과 및 고찰

항온조(thermostat) 내부에 폴리카보네이트 수지 필름 시료를 0.5 mm × 70 mm × 70 mm로 절단하여 알루미늄 호일(Al foil)에 싸서 넣고 온도를 상온에서 180°C까지 상승시켰다. 180°C에서 2시간, 4시간, 8시간 동안 가열 열화(degradation)시켰다.

### 3.1 온도에 의한 정전용량 열화

폴리카보네이트(polycarbonate, PC) 수지 필름 시료를 항온조 내의 온도를 상온 상태에서 90°C까지 상승시킨 후, 90°C부터 110, 130, 150, 170°C의 20°C마다 주파수 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz인 경우의 정전용량을 측정된 결과를 그림 3~5에 나타내었다.

그림 3은 알루미늄 호일로 PC 시료를 싸서 항온조 내부에 넣고 180°C에서 120분 동안 가열 열화시킨 시료의 온도를 90°C부터 170°C까지 20°C씩 올리면서 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz인 경우의 정전용량을 측정한 결과이다.

0.1, 1 k, 10 kHz인 경우는 90°C에서 약 6.36~6.34 × 10<sup>-11</sup> C (Coulomb: C) 정도의 크기이나 110°C에서 약 6.29~6.27 × 10<sup>-11</sup> C의 정도로 약간 감소하다가 150°C

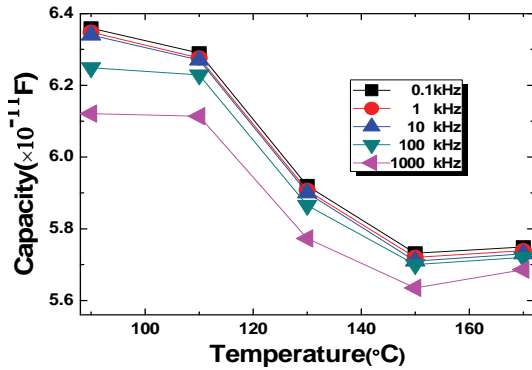


Fig. 3. Frequency properties of C vs. temperature of specimens due to thermally degradation 2 hours at 180°C.

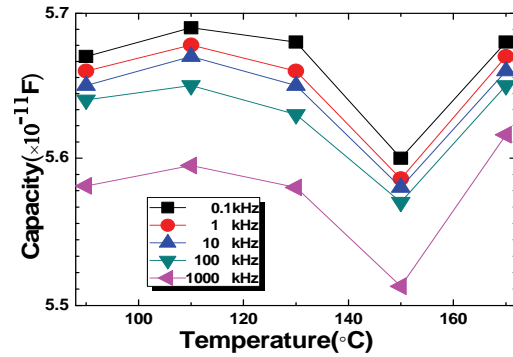


Fig. 5. Frequency properties of C vs. temperature of specimens due to thermally degradation 8 hours at 180°C.

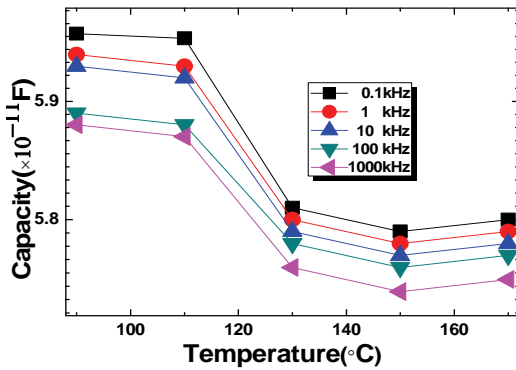


Fig. 4. Frequency properties of C vs. temperature of specimens due to thermally degradation 4 hours at 180°C.

에서 약  $5.73\sim 5.71\times 10^{-11}$  C 정도로 급격하게 감소한 후 약  $5.75\sim 5.73\times 10^{-11}$  C 정도로 되었다. 100 kHz, 1,000 kHz인 경우는 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz인 경우와 같은 경향이지만 크기의 차는 약간 커져 있음을 확인했다.

90°C에서 0.1~1,000 kHz인 경우는  $6.36\sim 6.34\times 10^{-11}$  C 정도의 크기이나 170°C에서는 0.1~1,000 kHz인 경우는  $5.75\sim 5.69\times 10^{-11}$  C 정도의 크기로 감소해져 있다. 또한 정전용량 C의 값은 온도가 90°C에서 170°C까지 상승해도 주파수가 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz로 상승할수록 정전용량 C의 값은 약간씩 감소해져 있다.

그림 4는 알루미늄 호일로 PC 시료를 싸서 항온조 내부에 넣고 180°C에서 240분 동안 가열 열화시킨 시료의 온도를 90°C부터 170°C까지 20°C씩 올리면서 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz인 경우의 정전용량을 측정된 결과이다.

0.1, 1, 10 kHz인 경우는 90°C에서 약  $5.96\sim 5.93\times$

$10^{-11}$  C 정도에서 110°C에서 약  $5.95\sim 5.92\times 10^{-11}$  C의 정도로 약간 감소하다가 130°C가 될 때까지 더욱 감소하여 150°C에서 요(凹)의 형태로 약  $5.79\sim 5.77\times 10^{-11}$  C의 정도까지 감소했다가 170°C에 약  $5.80\sim 5.78\times 10^{-11}$  C 정도로 약간 상승했다. 100 kHz, 1,000 kHz인 경우는 110°C까지는 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz인 경우와 정전용량 C의 값이 차이는 작지만 거의 같은 경향임을 확인했다.

90°C에서 정전용량은 0.1~1,000 kHz인 경우는  $5.96\sim 5.88\times 10^{-11}$  C 정도의 크기이나 170°C에서는 0.1~1,000 kHz인 경우는  $5.80\sim 5.75\times 10^{-11}$  C 정도의 크기로 온도가 높아질수록 감소해져 있다. 또한 정전용량 C의 값은 온도가 90°C에서 170°C까지 상승해도 주파수가 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz로 상승할수록 약간씩 감소해져 있다.

그림 5는 알루미늄 호일로 PC 시료를 싸서 항온조 내부에 넣고 180°C에서 480분 동안 가열 열화시킨 시료의 온도를 90°C부터 170°C까지 20°C씩 올리면서 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz인 경우의 정전용량을 측정된 결과이다.

0.1~1,000 kHz인 경우는 90°C에서 약  $5.67\sim 5.58\times 10^{-11}$  C 정도에서 110°C에서 약  $5.69\sim 5.60\times 10^{-11}$  C의 정도로 약간 증가하다가 150°C가 될 때까지 더욱 감소하여 150°C에서 요(凹)의 형태로 약  $5.60\sim 5.51\times 10^{-11}$  C의 정도까지 감소했다가 170°C에 약  $5.68\sim 5.62\times 10^{-11}$  C 정도로 약간 상승했다. 또한 정전용량 C의 값은 온도가 90°C에서 170°C의 영역에 걸쳐 주파수가 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz인 경우 약간씩 감소해져 있음을 확인했다.

이는 비스페놀 A (bisphenol A)와 포스겐(phosgene)을 반응시켜 제조한 폴리카보네이트 수지 필름은 강한

유극성기인 캐톤기(-C=O-)와 디옥시기의 체인(chain) -O-R-O-를 함유했기 때문에 열화시간이 2·4·8시간 동안으로 길어져도 결정성 및 분자 사이의 인력이 높아져서 시료의 정전용량의 차이가 작아졌다고 생각된다.

### 3.2 온도에 의한 tan δ 열화

폴리카보네이트(polycarbonate, PC) 수지 필름 시료를 항온조 내의 온도를 상온 상태에서 90°C까지 상승시킨 후, 90°C부터 110, 130, 150, 170°C의 20°C마다 주파수 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz인 경우의 tanδ를 측정하여 결과를 그림 6~8에 나타내었다.

그림 6은 그림 4와 동일한 조건에서 tanδ를 측정하여 얻은 결과이다. 0.1 kHz, 1 kHz인 경우는 90°C에서 약 2.50~2.70×10<sup>-3</sup> 정도, 110°C부터 곡선 형태로 증가하기 시작하여 170°C일 때 0.1 kHz인 경우는 약 1.50×10<sup>-3</sup> 정도, 1 kHz인 경우는 약 6.8×10<sup>-3</sup> 정도로 증가했다. 10 kHz, 100 kHz, 1,000 kHz인 경우는 90°C에서 5.60×10<sup>-3</sup>~1.84×10<sup>-2</sup>, 170°C에서는 3.30~8.20×10<sup>-3</sup>의 정도로 감소해 있다. 주파수가 0.1 kHz부터 1,000 kHz로 높아질수록 유전정점은 작아졌다. 또한 온도가 90°C로부터 170°C로 높아질수록 유전정점은 근소하게 감소했다.

그림 7은 그림 3과 동일한 조건에서 tanδ를 측정하여 얻은 결과이다. 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz로 주파수가 증가할수록 tanδ는 커져 있다. 1 kHz인 경우는 90°C일 때 약 1.80×10<sup>-3</sup> 정도, 130°C가 될 때까지 약 1.40×10<sup>-3</sup> 정도로 서서히 감소하다가 170°C일 때 2.50×10<sup>-3</sup> 정도로 증가했으며, 0.1 kHz인 경우도 1 kHz인 경우와 거의 같은 형태로 증가했다. 10 kHz, 100 kHz, 1,000 kHz인 경우는 90°C에서 4.30~9.50×10<sup>-3</sup> 정도에서 170°C에서는 3.20~6.40×10<sup>-3</sup>의 정도로 거의 변화가 없었다.

그림 8은 그림 5와 동일한 조건에서 tanδ를 측정하여 얻은 결과이다. 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz인 경우 90°C일 때 약 7.00×10<sup>-4</sup>~9.20×10<sup>-3</sup> 정도로부터 170°C일 때 약 1.60~8.30×10<sup>-3</sup> 정도의 범위에 있다. 1 kHz인 경우 90°C일 때 약 9.20×10<sup>-4</sup> 정도로부터 170°C일 때 약 5.20×10<sup>-3</sup> 정도로 증가해 있다. 0.1 kHz인 경우도 1 kHz인 경우와 거의 동일한 형태로 증가하고 증가해 있다. 0.1~1,000 kHz로 증가할수록 tanδ는 증가했다.

그림 6~8에서 주파수 10 kHz, 100 kHz, 1,000 kHz에서 tanδ의 변화가 없음을 확인했다. 일정한 온도에서 주파수에 증가에 따라서 tanδ도 증가했다. 이는 비스페놀 A를 알칼리 용액에 용해하여 호스겐(O=CCL<sub>2</sub>)을 반응시켜 만들 때 비스페놀 종류에 따라 결정화도

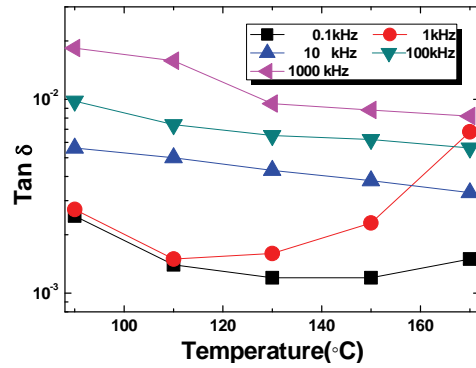


Fig. 6. Frequency properties of tanδ vs. temperature of specimens due to due to thermally degradation 2 hours at 180°C.

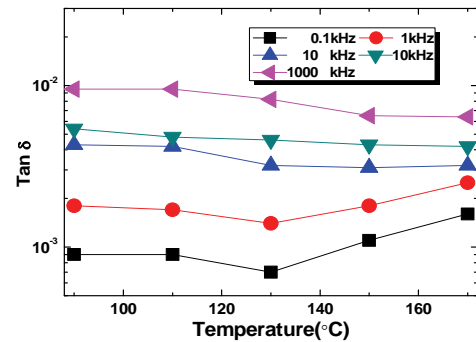


Fig. 7. Frequency properties of tanδ vs. temperature of specimens due to due to thermally degradation 4 hours at 180°C.

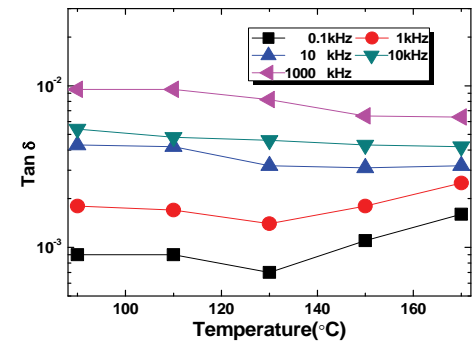
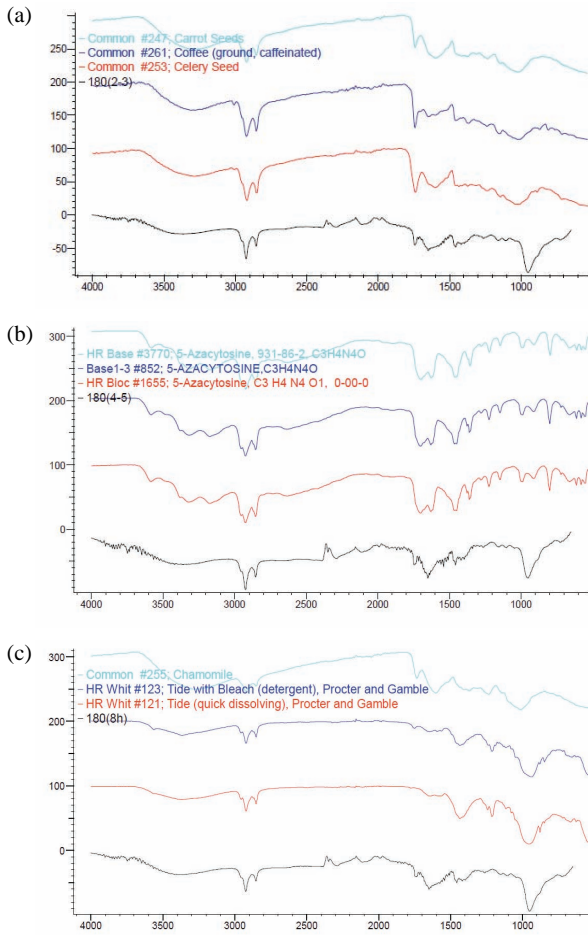


Fig. 8. Frequency properties of tanδ vs. temperature of specimens due to due to thermally degradation 8 hours at 180°C.

및 융점이 넓게 변하기 때문이라고 생각된다.

### 3.3 FTIR 분석

그림 9는 온도 180°C에서 (a)는 2시간, (b)는 4시간, (c)는 8시간 동안 열 열화시킨 PC의 FTIR 분석을 한

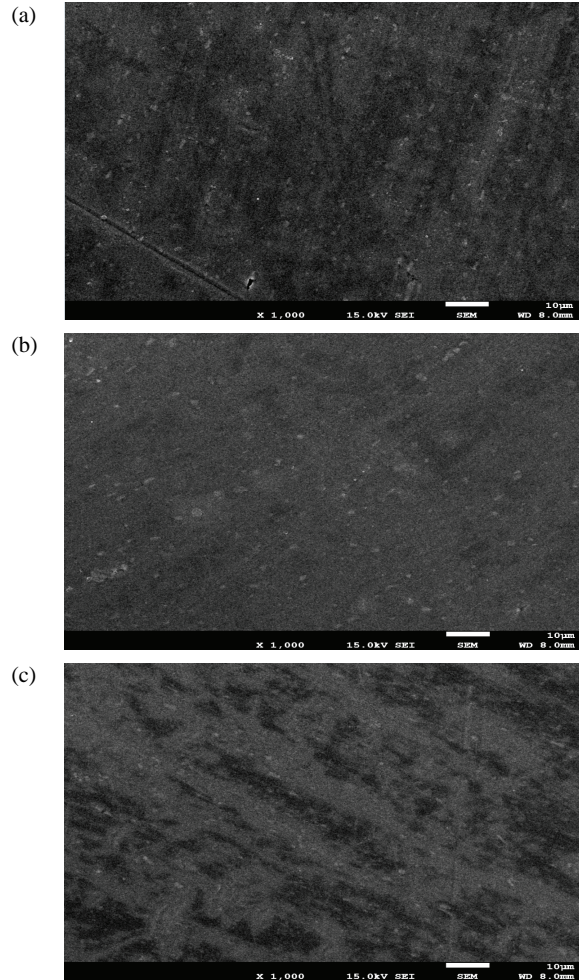


**Fig. 9.** FTIR analysis of specimen at 180°C. (a) 2 hour (180°C) (b) 4 hour (200°C), and (c) 8 hour (220°C).

결과이다. (a), (b), (c)의 시료에서 모두 비슷한 물질의 피크(peak)를 보이고 있다. FTIR을 분석한 결과 (a), (b), (c) 모두 변이나 물질의 변화는 없어 보이므로 열 열화시간에 의한 영향은 있어 보이지 않는다.

### 3.4 SEM 분석

그림 10은 온도 180°C에서 (a)는 2시간, (b)는 4시간, (c)는 8시간 동안 열 열화시킨 PC의 SEM 분석을 한 결과이다. 전자주사 현미경을 사용하여 시료 표면의 분해 현상을 측정된 결과를 (a), (b), (c)에 나타내었다. 가열시간이 길어질수록 케톤기(-C=O-)와 디옥시기의 체인(chain) -O-R-O-를 함유했기 때문에 비결정성 및 분자 사이의 열분해에 의해 망상의 상태로 됨을 확인했다.



**Fig. 10.** SEM analysis of specimen at 180°C. (a) 2 hour, 180°C (×1,000), (b) 4 hour, 200°C (×1,000), and (c) 8 hour, 220°C (×1,000).

## 4. 결론

이 연구에서는 항온조(thermostat) 내부에 0.5×70×70 mm인 폴리카보네이트 수지 필름을 알루미늄 호일(Al foil)에 싸서 넣고 온도를 상온부터 180°C까지 상승시켰다. 180°C에서 2시간, 4시간, 8시간 동안 가열 열화시킨 시료에 온도를 90°C부터 170°C의 범위에서 주파수 0.1, 1, 10, 100, 1,000 kHz인 경우 열에 의한 열화 정도를 검토하기 위해 정전용량과 tanδ를 측정하고, FTIR, SEM을 분석한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 정전용량은 열화시간이 길어질수록 작아졌으며, 주파수가 높아질수록 작아졌음을 확인했다. 이는 케톤기(-C=O-)와 디옥시기의 체인(chain) -O-R-O-

- 를 함유했기 때문에 비결정성 및 분자 사이의 인력이 높아졌기 때문이라 생각된다.
- 2) FTIR의 측정 결과, 변이나 물질의 변화가 나타나지 않으므로 열 열화(degradation) 시간의 영향은 적다고 생각된다.
  - 3) SEM을 1,000배 확대하여 측정한 결과, 열 열화 시간이 길어질수록 시료의 입자가 열분해되었다고 생각된다.

### REFERENCES

- [1] G. H. Choi, *J. Korea Ophthalmic Opt. Soc.*, **9**, 313 (2004).
- [2] H. Kikuchi and H. Hanawa, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, **19**, 99 (2012). [DOI: <https://doi.org/10.1109/TDEI.2012.6148507>]
- [3] J. C. Fothergill, J. K. Nelson, and M. Fu, *Proc. The 17th Annual Meeting of the IEEE Lasers and Electro-Optics Society, 2004. LEOS 2004.* (IEEE, Boulder, USA, 2004) p. 406.
- [4] T. Tanaka, G. C. Montanari, and R. Mulhaupt, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, **11**, 763 (2004). [DOI: <https://doi.org/10.1109/TDEI.2004.1349782>]
- [5] J. Montesinos, R. S. Gorur, L. Zimmer, and N. F. Hubele, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, **7**, 408 (2000). [DOI: <https://doi.org/10.1109/94.848927>]
- [6] S. Kumagal and N. Yoshimura, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, **7**, 424 (2000). [DOI: <https://doi.org/10.1109/94.848931>]
- [7] D. R. Domingues and A. S. Pouzada, *Key Eng. Mater.*, **230**, 235 (2002). [DOI: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.230-232.235>]