

테프론의 가열에 의한 C-V 열화 특성에 관한 연구

이성일^{1,a}

¹ 한국교통대학교 안전공학과

A Study on Properties of C-V Degradation due to Heating in Teflon

Sung Ill Lee^{1,a}

¹ Department of Safety Engineering, Korea National University of Transportation, Chungju 380-702, Korea

(Received October 19, 2014; Revised October 24, 2014; Accepted October 24, 2014)

Abstract: In this study, the temperature characteristics of electrostatic capacity and dielectric loss for the sample of Teflon film which is degraded at the 120°C~200°C temperature range in the oven for 10 hours has been measured in through the applied frequency range of 0.1 kHz~4,800 kHz at temperature of 50°C, 90°C, 130°C, 170°C. Also, in the same conditions, the frequency characteristics of electrostatic capacity and dielectric loss for the sample of Teflon film has been measured in through the applied temperature range of 30°C~70°C on setting frequency of 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz. The results of this study are as follows. When the frequency range of 0.1 kHz~4,800 kHz applied to the sample of Teflon film, the electrostatic capacity has been measured at the temperature of 50°C, 90°C, 130°C, 170°C. Through this measurement, it found that the electrostatic capacity decreased with increasing temperature. Regarding this result, may be it is because the electromagnetic coupling is degraded by thermal degradation. When the sample of Teflon film heated at 280°C for 10 hours in oven, the dielectric loss has changed from unstable status to stabilizing status with increasing the degradation temperature in the 120°C, 160°C, 200°C range. In this measurement, the two spectrums of dielectric loss appeared. It considers that this spectrum of dielectric loss appeared in 300 Hz is caused by the molecular motion of the C-F or OH group. Through this study, It found that the electrostatic capacity decreased with increasing frequency and temperature, and there is no change in dielectric loss, although the frequency increases.

Keywords: Electrostatic capacity, Dielectric loss frequency and temperature

1. 서 론

1938년 미국 듀폰 (Dupont) 연구소의 Roy J. Plunkett 박사가 고압 중합법으로 유백색의 파라핀상 (parapin shape) 수지인 PTFE (poly tetrafluoro

ethylene) 불소수지를 발견하여 테프론 (CH₂-CH₂ Teflon)이란 상품명으로 잘 알려진 이 재료는 물리적, 전기적, 화학적, 전기적으로 대단히 우수하다. 그러나 성형성이 어렵고, 박막의 제조도 곤란하며, 용제 (溶劑)에도 녹지 않음은 매우 열적으로 안정되기 때문이다. 테프론의 내열도 (耐熱度)는 약 210°C 정도이며 흡수성이 거의 없으며, 기계적 강도가 크다 [1,2]. 또한, 무극성이어서 고주파의 유전손 (dielectric loss)이 극히 작아서 통신기기나 고주파 케이블의 절연재료 및 내열 (耐熱) 절연물로서 사용되고 있다. 이 수지는

a. Corresponding author; silee@cjnu.ac.kr

Copyright ©2014 KIEEME. All rights reserved.
 This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

전기절연성 (특히 고주파 특성)이 매우 좋으며, 내열성, 내한성이 우수하고 마찰계수가 극히 낮으며, 다른 물질과 접촉되지 않고, 화학적으로 극히 안정한 특성을 지니고 있다 [3-5]. 또한, 불소는 음성 원소로서 탄소-불소의 유극성 결합을 하고 있는 것처럼 생각되나 실제로는 전자의 결합이 강력하며, 극성을 거의 갖지 않고 또한 결정화도가 극히 높은데 이 때문에 우수한 재질의 특성이 나타난다. 내약품성이 강하며, 흡수율이 전혀 없으며 내후성이 대단히 강한 화학 특성을 지니고 있다. 다른 물질이나 테프론끼리는 접착성(接着性), 점착성(粘着性)이 없고 접착성이 없을 경우에는 표면처리를 행하여 접착 면을 만든다. 테프론 재료는 고주파 절연재료로서 가장 우수하며, 초고주파용 절연부품, 슬리브, 튜브류로 사용되고 있다 [6,7].

테프론 수지를 120~200℃의 범위에서 10시간 동안 가열하여 50~200℃, 주파수 0.1~4.8 kHz 정전용량 C와 유전 손실 tan δ를 측정하여 그 열화 특성을 비교하였다.

2. 실험 방법

2.1 시료 및 측정

2.1.1 시료

이 실험에서 사용한 시료는 20 μm, 밀도 2.1 g/cm³, m·p 327℃인 순수 테프론 수지필름을 120℃, 160℃, 200℃의 오븐 내에 10시간 동안 열화시킨 후, 벤젠(D.S.P. GR Reagent Benzene, 덕산약품(주), Korea)으로 세척한 후, 거즈로 닦아내었다. 표 1에 가열환경 조건을 나타내었다.

Table 1. Conditions of measure in Tefron due to heating at 120~200℃.

Temp.	120℃	160℃	200℃
No.			
C	O	O	O
Tan δ	O	O	O

Frequency : 0.1~4,800 kHz
Temperature : 30~170℃

2.2 측정

이 연구에서는, 전압-전류 특성을 측정하기 위한 전극 구성은 상부전극으로 주 전극 내경지름 38 mm Φ와 보호전극 (내경 40 mmΦ, 외경 54 mmΦ와 하부 전극 54 mmΦ)으로 구성되어 있으며, 측정 회로는 그림 1과 같다. 두께가 20 μm인 테프론 수지필름시료를 온도가 50℃~170℃인 환경에서 주파수를 0.1~4,800 kHz 인가하였을 때 정전용량 C와 유전 손실 tan δ를 측정하여 그 열화 특성을 비교하였다. 그림 2에 측정 시료 단면의 단위를 나타내었다.

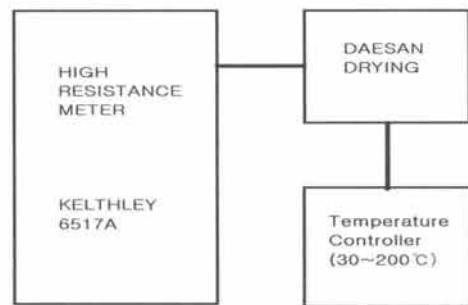


Fig. 1. Measuring circuit.

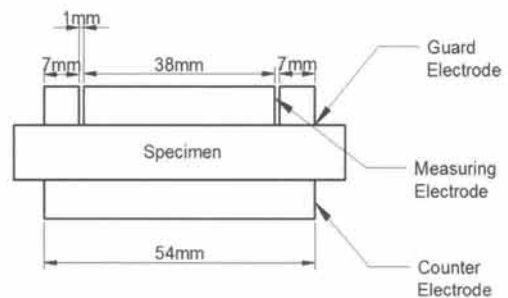


Fig. 2. Measuring unit.

3. 결과 및 고찰

3.1 온도 특성

그림 3~5는 120~200℃의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 0.1~4,800 kHz를 인가하여 온도가 50℃, 90℃, 130℃, 170℃인 경우의 정전용량을 측정된 결과이다.

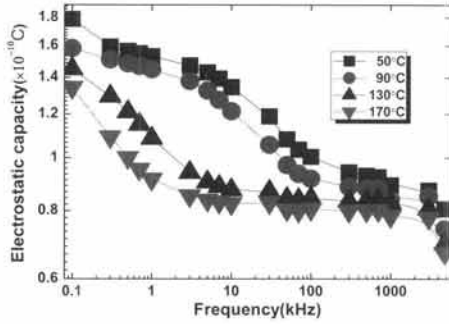


Fig. 3. Temperature properties of C-frequency of specimens due to heating 10 hours at 120°C.

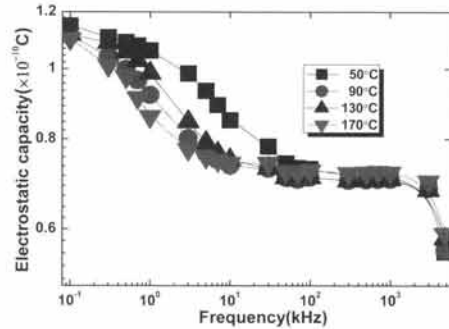


Fig. 5. Temperature properties of C-frequency of specimens due to heating 10 hours at 200°C.

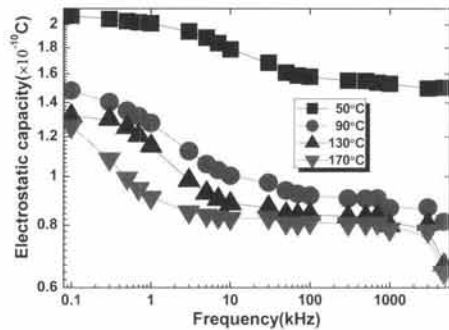


Fig. 4. Temperature properties of C-frequency of specimens due to heating 10 hours at 160°C.

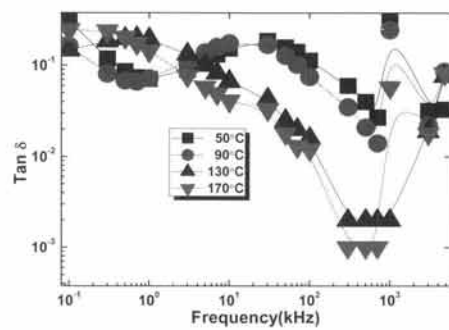


Fig. 6. Temperature properties of tan δ - frequency of specimens due to heating 10 hours at 120°C.

그림 3은 120°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 0.1~4,800 kHz를 인가하여 온도가 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 정전용량을 측정된 결과이다. 120°C에서 10시간 동안 열화된 시료는 0.1 kHz의 주파수를 인가하였을 때 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 정전용량은 1.34~1.79×10⁻¹⁰ C 정도 범위의 크기이나 1,000 kHz가 되었을 때 7.82~8.91×10⁻¹¹ C 정도 범위로 서서히 감소하다가 4.8 MHz가 되었을 때 6.70~8.06×10⁻¹¹ C 정도 범위로 급격히 감소하였다. 50°C에서 170°C로 증가시킨 경우 주파수를 0.1~4,800 kHz 인가하였을 때 정전용량은 감소함을 확인하였다.

그림 4는 160°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 0.1~4,800 kHz를 인가하여 온도가 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 정전용량을 측정된 결과이다. 160°C에서 10시간 동안 열화시킨 시료는 0.1 kHz의 주파수를 인가하였을 때

50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 정전용량은 1.26~2.08×10⁻¹⁰ C 정도 범위의 크기이나 1,000 kHz가 되었을 때 50°C인 경우는 1.53×10⁻¹⁰ C 정도 범위로 서서히 감소하다가 4.8 MHz가 되었을 때 1.50×10⁻¹⁰ C 정도로 거의 약간 작아져 있으며, 90°C, 130°C, 170°C인 경우는 7.85~8.66×10⁻¹¹ C 정도 범위의 크기로 감소하다가 4.8 MHz가 되었을 때 6.43~8.13×10⁻¹¹ C 정도 범위로 급격히 감소하였다. 50°C에서 90°C로 증가시킨 경우 정전용량은 약 1승의 차이가 났으며, 90°C, 130°C, 170°C인 경우는 주파수를 0.1~4,800 kHz 인가하였을 때 정전용량은 거의 같은 경향으로 크기의 차이도 소폭임을 확인하였다.

그림 5는 200°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 0.1~4,800 kHz를 인가하여 온도가 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 정전용량을 측정된 결과이다. 200°C에서 10시간 동안 열화시킨 시료는 0.1 kHz의 주파수를 인가하였을 때

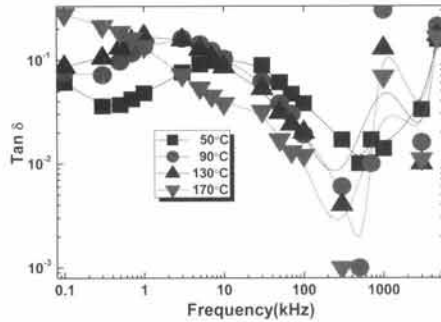


Fig. 7. Temperature properties of tan δ - frequency of specimens due to heating 10 hours at 160°C.

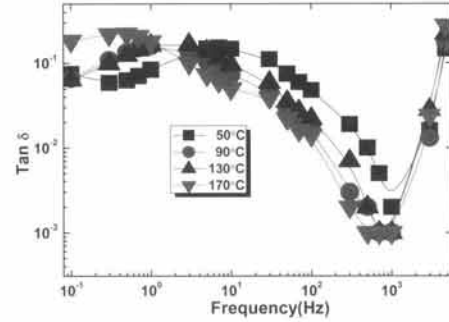


Fig. 8. Temperature properties of tan δ - frequency of specimens due to heating 10 hours at 200°C.

50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 정전용량은 $1.10 \sim 1.15 \times 10^{-10}$ C 정도 범위의 크기이나 1,000 kHz가 되었을 때 $7.03 \sim 7.18 \times 10^{-11}$ C 정도 범위로 서서히 감소하였으며 이 때 정전용량의 크기는 근소한 차이가 나타나고 있음을 확인하였으며, 4.8 MHz가 되었을 때 $5.57 \sim 5.91 \times 10^{-11}$ C 정도 범위로 감소하였다. 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우 주파수를 0.1~4,800 kHz 인가하였을 때 정전용량은 거의 같은 경향으로 크기의 경향으로 감소했음을 확인하였다.

그림 3~5에서 120~200°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료 모두 0.1~4,800 kHz의 주파수를 테프론 필름시료에 인가하였을 때 온도가 50°C, 90°C, 130°C, 170°C로 증가하였을 때 정전용량은 감소하였는데 이는 삼염화메탄(HCCl_3)에 불화수소인 $+\text{HF}(\text{AlCl}_3)$ 를 작용시키면 이불화염화메탄(F_2CHCl)이 된다. 이것을 700°C로 열 분해시키면 사불화에틸렌($\text{F}_2\text{C}=\text{CF}_2\text{C}$)이 된다. 이 사불화에틸렌에 과산화물 촉매를 가해서 중합시키면 폴리사불화에틸렌(Teflon)이 생성한다. 열을 가하여 열화시키면 전자결합이 약해졌기 때문으로 생각된다.

그림 6~8은 120~200°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 0.1~4,800 kHz를 인가하여 온도가 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 tan δ를 측정된 결과이다.

그림 6은 120°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 0.1~4,800 kHz를 인가하여 온도가 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 tan δ를 측정된 결과이다. 120°C에서 10시간 동안 열 열화시킨 시료는 0.1 kHz의 주파수를 인가하였을 때 50°C,

90°C, 130°C, 170°C인 경우의 tan δ는 $1.46 \sim 3.05 \times 10^{-1}$ 정도 범위의 크기이나 1,000 kHz가 되었을 때 $2.43 \times 10^{-1} \sim 2.00 \times 10^{-3}$ 정도 범위로 유전 손실 차의 범위가 가장 커졌다가 4.8 MHz가 되었을 때 $3.30 \sim 8.20 \times 10^{-2}$ 정도 범위로 감소하였다. 130°C와 170°C인 경우 주파수를 300~1,000 kHz에서 tan δ는 1.00×10^{-3} 정도로 감소했음을 확인하였다.

그림 7은 160°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 0.1~4,800 kHz를 인가하여 온도가 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 tan δ를 측정된 결과이다. 160°C에서 10시간 동안 열 열화시킨 시료는 0.1 kHz의 주파수를 인가하였을 때 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 tan δ는 $6.10 \times 10^{-2} \sim 2.77 \times 10^{-1}$ 정도 범위의 크기이나 300 kHz가 되었을 때 $1.70 \times 10^{-2} \sim 1.00 \times 10^{-3}$ 정도의 범위로 유전 손실이 작아졌다가 4.8 MHz가 되었을 때 $1.57 \sim 2.10 \times 10^{-1}$ 정도 범위로 증가하였다. 130°C와 170°C인 경우 주파수를 300~1,000 kHz에서 tan δ는 1.00×10^{-3} 정도로 유전 손실이 가장 감소했음을 확인하였다.

그림 8은 200°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 0.1~4,800 kHz를 인가하여 온도가 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 tan δ를 측정된 결과이다. 200°C에서 10시간 동안 열 열화시킨 시료는 0.1 kHz의 주파수를 인가하였을 때 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 tan δ는 $6.40 \times 10^{-2} \sim 1.84 \times 10^{-2}$ 정도 범위의 크기이나 1,000 kHz가 되었을 때 $1.00 \times 10^{-1} \sim 2.00 \times 10^{-2}$ 정도 범위로 유전 손실이 가장 작아졌다가 4.8 MHz가 되었을 때 $0.47 \sim 2.78 \times 10^{-2}$ 정도의 크기로 증가하였다. 130°C와 170°C

인 경우 주파수를 500~1,000 kHz에서 $\tan \delta$ 는 1.00×10^{-3} 정도로 작아졌음을 확인하였다.

그림 6~8에서 120~200°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 테프론 필름시료를 가하였을 때 열화 온도가 120°C, 160, 200°C로 상승할수록 유전 손실 (dielectric loss)은 혼란 상태에서 안정화 상태로 되었다. 이 측정으로부터 2개의 유전 손실 스펙트럼이 나타났는데, 여기서 300 Hz에서 나타난 이 손실 스펙트럼은 C-F기나 OH기의 분자운동에 기인한 것으로 생각된다.

3.2 주파수 특성

그림 9~11은 120~200°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 온도 30°C~170°C를 인가하여 주파수가 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz인 경우의 정전용량을 측정된 결과이다. 그림 9는 120°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 온도 30°C~170°C를 인가하여 주파수가 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz인 경우의 정전용량을 측정된 결과이다. 120°C에서 10시간 동안 열화시킨 시료는 30°C의 온도를 인가하였을 때 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz인 경우의 정전용량은 $2.22 \sim 2.94 \times 10^{-10}$ C 정도 범위의 크기이나 70°C가 되었을 때 $1.45 \times 10^{-10} \sim 9.29 \times 10^{-11}$ C 정도 범위로 가파르게 감소한 후 170°C 인가되었을 때 $8.06 \times 10^{-11} \sim 1.34 \times 10^{-10}$ C 정도의 크기로 서서히 감소하였다. 주파수가 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz로 증가할수록 온도의 증가와 더불어 정전용량은 감소함을 확인했다.

그림 10은 160°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 온도 30°C~170°C를 인가하여 주파수가 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz인 경우의 정전용량을 측정된 결과이다. 120°C에서 10시간 동안 열화시킨 시료는 30°C의 온도를 인가하였을 때 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz인 경우의 정전용량은 $1.64 \sim 2.29 \times 10^{-10}$ C 정도 범위의 크기이나 70°C가 되었을 때 $1.56 \times 10^{-10} \sim 9.55 \times 10^{-11}$ C 정도 범위로 가파르게 감소한 후 170°C 인가되었을 때 $8.11 \times 10^{-11} \sim 1.26 \times 10^{-10}$ C 정도의 크기로 서서히 감소하였다. 주파수가 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz로 증가할수록 온도의 증가와 더불어 정전용량은 감소하였다.

그림 11은 200°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 가열한 테프론 필름시료를 온도 30°C~170°C를

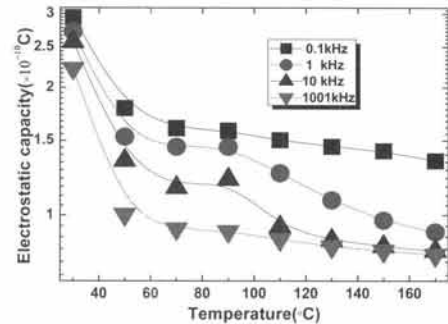


Fig. 9. Frequency properties of C-temperature of specimens due to heating 10 hours at 120°C.

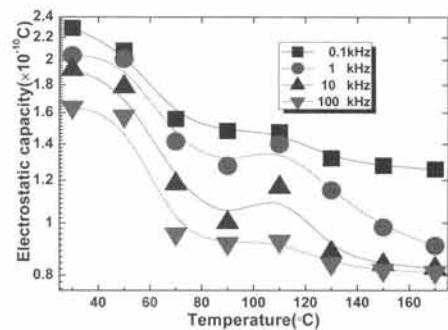


Fig. 10. Frequency properties of C-temperature of specimens due to heating 10 hours at 160°C.

인가하여 주파수가 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz인 경우의 정전용량을 측정된 결과이다. 200°C에서 10시간 동안 열화시킨 시료는 30°C의 온도를 인가하였을 때 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz인 경우의 정전용량은 $1.10 \sim 1.15 \times 10^{-10}$ C 정도 범위의 크기이나 70°C가 되었을 때 $1.08 \times 10^{-10} \sim 9.75 \times 10^{-11}$ C 정도 범위로 감소한 후 170°C 인가되었을 때 $5.57 \sim 5.91 \times 10^{-11}$ C 정도의 크기 정전용량의 더 큰 차이를 나타내었다. 주파수가 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz인 경우 주파수가 증가할수록 온도의 증가와 더불어 정전용량도 감소함을 확인하였다.

그림 9~11에서 온도가 30°C일 때 주파수가 높아 질수록 정전용량의 크기는 작아졌으며, 시료를 120°C에서 200°C로 열화시킨 시료일수록 온도가 110°C에서 손실 진폭 피크 열화가 커졌는데 이는 온도에 의한 활성화에 의해 PTFE에 존재하는 C-H기 등이 온도

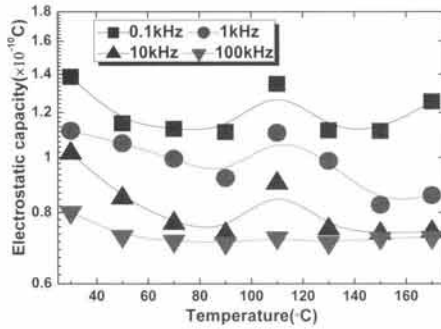


Fig. 11. Frequency properties of C-temperature of specimens due to heating 10 hours at 200°C

의 증가로 수가 줄어들기 때문이라 생각된다. 또한, 30°C에 나타난 손실은 C-F기의 산화로 인해 쌍극자가 생성되어 전계 내에서 회전하여 손실로 나타났기 때문으로 생각된다.

4. 결론

이 연구에서는, 120~200°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 열화시킨 테프론 필름시료를 0.1~4,800 kHz를 인가하여 온도가 50°C, 90°C, 130°C, 170°C인 경우의 정전용량과 유전 손실의 온도 특성을 측정할 결과이다. 동일 조건에서 30~170°C를 인가하여 0.1 kHz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz인 경우의 정전용량과 유전 손실의 주파수 특성을 측정한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 0.1~4,800 kHz의 주파수를 테프론 필름시료에

인가하였을 때 온도가 50°C, 90°C, 130°C, 170°C로 증가한 경우의 정전용량은 감소하였는데 이는 열 열화에 의해서 전자결합이 약해졌기 때문으로 생각된다.

2) 120~200°C의 오븐 내의 환경 속에 10시간 동안 테프론 필름시료를 가하였을 때 열화 온도가 120°C, 160, 200°C로 상승할수록 유전 손실 (dielectric loss)은 혼란 상태에서 안정화 상태로 되었다. 이 측정으로부터 2개의 유전 손실 스펙트럼이 나타났는데, 여기서 300 Hz에서 나타난 이 손실 스펙트럼은 C-F기나 OH기의 분자운동에 기인한 것으로 생각된다.

3) 온도가 높아질수록 정전용량은 주파수가 높아질수록 감소하였으며, 유전 손실은 주파수가 높아져도 큰 변화가 없는 것을 확인하였다.

REFERENCES

- [1] D. J. Toop, *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, EI-6, 2 (1971).
- [2] J. H. Flynn and L. A. Wall, *Polymer Letters*, 4, 323 (1966).
- [3] C. S. Huh, K. S. Jang, and H. G. Cho, *J. KIEEME*, 9, 344 (1996).
- [4] K. S. Cole and R. H. Cole, *J. Chem. Phys.*, 9, 341 (1941).
- [5] Y. S. Yoo, J. H. Kim, K. S. Seo, H. G. Cho, and Y. K. Park, *J. KIEEME*, 12, 1052 (1999).
- [6] H. C. Karner, *Evaluation of Polymeric Insulating Materials for HV Outdoor Application*, 6th ISH, 30.02, 1 (1989).
- [7] ASTM D 2132-91, *Standard Test Method for Dust-and-fog Tracking and Erosion Resistance of Electrical Insulation Materials* (1991).