

열처리조건이 폴리이미드의 전기적 특성에 미치는 영향

오 상 영      곽 영 순      조 정 수  
부 산 대 학 교      전 기 공 학 과

Effect of Heat Treatment on the Dielectric Strength of Polyimide

Sang Yeong Huh,<sup>o</sup> Young Soon Kwak, Jung Soo Cho,  
Dept. of Electrical Engineering, Pusan National University

1. 서 론

고분자재료의 내열성 향상은 전기절연기술의 향상에서 중요한 문제의 하나이다. 현재 전력케이블의 절연재료로서 널리 실용화되어 있는 고교폴리에틸렌은 분자쇄를 가교시킴에 따라 내열성을 향상시켜 우수한 실용성을 얻고 있다.

내열성 절연재료로서는 종래에는 실리카, 마이카, 등의 무기재료가 많이 사용되어왔지만 이것에 비해 기계적 특성이 우수한 내열성 합성 고분자재료의 연구가 더욱 활발해지고 있다.

본 연구에서는 PI 의 고온절연파괴특성에 미치는 열처리효과를 조사하며 유전적, 기계적 특성에도 관련지어 고온절연파괴특성의 향상을 기하고자 한다.

2. 시료 및 실험방법

시료는 폴리이미드 필름(Kapton H Type ; 미국 Dupont 사제품)으로 두께는 26, 52, 80 $\mu$ m 이다. 건조기(Desiccator)에 보관중인 시료를 전기로에서 원하는 시간동안 열처리한후, 표면관찰 및 중량변화,  $\tan\delta$  를 측정하였다. 고온절연파괴강도 시험은 구대면판전극에 시료를 끼운다음, 일정한 온도로 유지시킨 실리콘유중에서 약 5분간 경과한 후 +DC 전압을 인가하였다. 또한 열처리에 따른 인장특성시험 및 밀도변화도 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Kapton 은 그 구조식에서 알 수 있는 바와 같이 열적으로 안정한 방향환을 이미드기와 에테르기로 결합하고 있으므로 종래의 수지에서 볼 수 없는 독특한 성질을 가지고 있는데, -196 $^{\circ}$ C 의 극저온에서 400 $^{\circ}$ C 의 고온에 이르는 넓은 온도범위에서 우수한 기계적, 전기적 성질을 가진다. 또한 제조과정에서 이미드화 반응이 완전히 진행되지 않고 폴리이미드산이 잔존하므로 열처리에 따라 이미드화를 더욱 진행시켜 가교시킬 수 있다.

그림 1은 열처리시료에 대한  $\tan\delta$ 의 온도의존성을 나타내고 있다. 처음 입수된 시료의  $\tan\delta$ 특성은 건조기에서 장시간 보존시킴에 따라, 또한 열처리를 함에 따라, 크게 감소되어 나타나는 데 이것은 처음에는 흡습의 영향이 크

며 처음 열처리에 의한 탈수경화(이미드화)가 진행됨을 알 수 있다. 그림 2는 각 온도에서의 열처리시간에 따른  $\epsilon$  및  $\tan\delta$ 의 변화를 나타낸다. 그림에서 나타난 바와 같이 열처리온도 및 시료두께에 관계없이 극대치를 나타내며, 이 극대치가 발생하는 시간은 시료의 두께가 얇을 수록, 온도가 높을수록, 단시간축으로 이동한다. 열처리함에 따라  $\epsilon$  및  $\tan\delta$ 가 저하하는 것은 열처리에 의한 이미드화가 진행되어 가교됨으로서 가동이온과 쌍극자 운동이 급격히 감소하게 된다고 생각되며, 이것은 일반적인 고전압절연수지의 열처리효과와 거의 일치한다. 열처리시간을 증가시킴에 따라 다시 상승하여 극대치를 나타내는 것은 열처리에 의한 가교연상은 줄어들고 열열화에 의한 분해물(수분, CO 등)이 생성되며, 그 분해물의 발생속도가 외부에의 확산속도보다 커서 절연체내부에 축적되므로 그 결과  $\tan\delta$  및  $\epsilon$ 이 모두 증가하며, 열화가 더욱 진행되면 열분해에 따른 void의 발생으로 외부에의 확산속도가 증가하게 되어 축적된 분해물이 확산되므로 다시 저하한다고 생각된다. 그림 3은 열처리조건에 따라 PI의 절연파괴강도의 변화를 보여주고 있다. 그림에서 알 수 있듯이 열처리에 따른 전기강도의 상승은 실온에서는 기대하기 어렵고 175 $^{\circ}$ C 이상인 고온에서의 절연파괴강도는 열처리 효과로 향상을 보여주고 있다.

고온에서의 PI의 절연파괴강도특성은 이온전도에 의한 순열적파괴과정이 지배적이며, 이 이온전도를 제어시키면 고온절연강도를 향상시킬 수 있음이 알려져 있으며, 필름층의 이온은 잔존 폴리이미드산으로 부터 공급된다고 보고되고 있다. 따라서 본 실험에서의 열처리에 따른 고온절연파괴강도의 증가는 거기에 원인이 있다고 생각된다.

고온절연파괴강도를 상승시킬 수 있는 열처리조건은 열처리에 따른  $\tan\delta$  특성의 저하 즉 이미드화를 더욱 진행시키는 경화영역에서 가능하며, 그 이상은 오히려 절연강도를 크게 저하시킨다.

그림 4는 열처리조건에 따른 PI의 인장강도의 변화를 나타내고 있다. PI는 제조과정에서 1축연신되며, 연신 방향으로 고분자쇄가 배열된다고 알려져 있다. 고로 가교됨에 따라 그 방향의 기계적강도는 다소 상승시킬 수 있

나 열처리함에 따라 유연성이 적어지며 부서지기 쉬운 경향을 보이는데 이것은 PI의 독특한 구조에 의한다고 생각된다.

4. 결 론

PI를 열처리함으로써 그 전기적특성의 변화를 연구한 결과

1. 열처리함에 따라 tan 특성은 처음에는 이미드화에 의한 가교로 감소하나, 시간이 길어지면 열열화되어 상승하여 극대치를 갖는다.
2. 열처리에 따라 tan $\delta$ 의 절연파괴강도는 175°C 이상인 고온에서 양상을 기대할 수 있으며 기계적 강도의 변화도 고려해야 한다.

참 고 문 헌

1. 村上: "耐熱絶縁用 FILM" 工業材料, 2 (昭 48)
2. 長尾·沢 家田: 電氣学会論文誌 A. 77. 299 (昭 52-6)
3. E. Sacher & D.G. Sedor, "The Possibility of Further Imidization in PI film", Polym. Sci.; Polym. phys. ED., Vol. 12, 626-632 (1974)
4. E. Sacher; "Dielectric Properties of PI film II, DC Porperties", "IEEE EI-14 85 (1979)

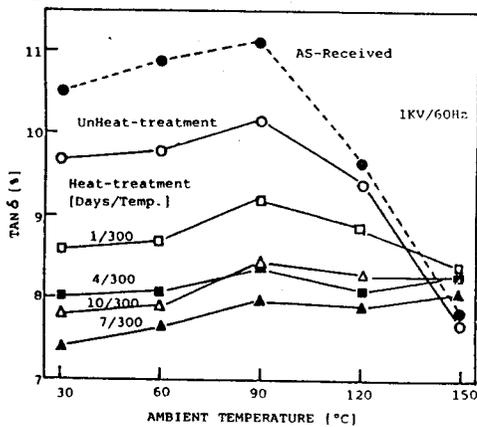


그림 1. 열처리된 PI의 tan $\delta$ -온도곡선

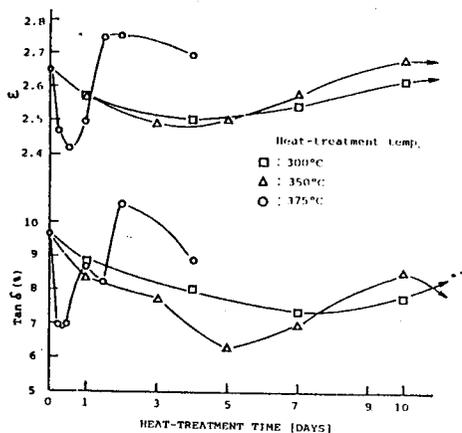


그림 2. 열처리에 따른 PI의  $\epsilon$ , tan $\delta$  변화곡선

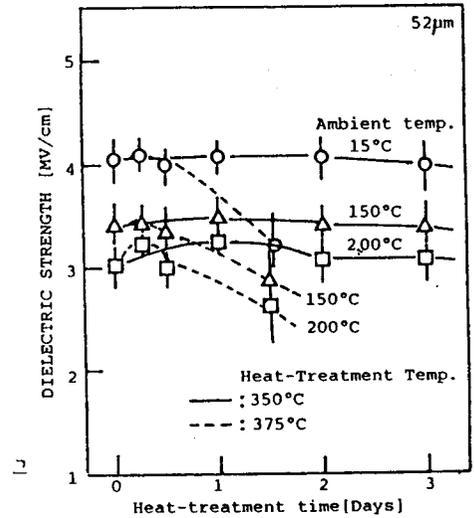


그림 3. 열처리에 따른 PI의 고온절연파괴강도 변화곡선

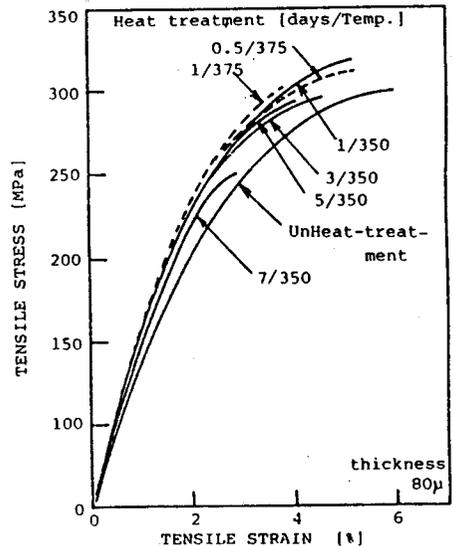


그림 4. 열처리된 PI의 인장응력-변형곡선