



KC 61006

(개정 : 2015-09-23)

IEC Ed 2.0 2004-01

전기용품안전기준

Technical Regulations for Electrical and Telecommunication Products and Components

전기 절연재료

- 유리 전이 온도 측정방법

Electrical insulating materials

- Methods of test for the determination of the glass transition temperature

KATS 국가기술표준원

<http://www.kats.go.kr>

목 차

전기용품안전기준 제정, 개정, 폐지 이력 및 고시현황	1
서 문	2
1 적용 범위 (Scope)	3
2 용어와 정의 (Terms and definitions)	3
3 방법의 중요성 (Significance of a method)	5
4 시험방법 (Test methods)	5
5 방법 A : 시차열 분석법 (DSC) 또는 시차열 분석 (DTA) (Method A: By differential scanning calorimetry (DSC) or differential thermal analysis (DTA))	6
6 방법 B : 열역학적 분석(TMA) (Method B: By thermomechanical analysis (TMA))	8
7 방법 C : 동적 기계 분석 (DMA) (Method C: By dynamic mechanical analysis (DMA))	11
부속서 A (Annex A)	18
참고문헌 (Reference)	19
해 설 1	20
해 설 2	21

전기용품안전기준 제정, 개정, 폐지 이력 및 고시현황

제정 기술표준원 고시 제2001 - 51호(2001. 2.18)
개정 기술표준원 고시 제2003 -523호(2003. 5.24)
개정 국가기술표준원 고시 제2014-0422호(2014. 9. 3)
개정 국가기술표준원 고시 제2015-383호(2015. 9. 23)

부 칙 (고시 제2015-383호, 2015.9.23)

이 고시는 고시한 날부터 시행한다.

전기용품안전기준

전기 절연재료

- 유리 전이 온도 측정방법

Electrical insulating materials

- Methods of test for the determination of the glass transition temperature

이 안전기준은 2004년 01월 제2.0판으로 발행된 IEC 61006 Electrical insulating materials - Methods of test for the determination of the glass transition temperature 를 기초로, 기술적 내용 및 대응 국제표준의 구성을 변경하지 않고 작성한 KS C IEC 61006(2008.11)을 인용 채택한다.

절연 재료의 유리 전이 온도 측정방법

Electrical insulating materials—Methods of test for the determination of the glass transition temperature

개요

이 표준은 2004년 제2판으로 발행된 IEC 61006, Electrical insulating materials—Methods of test for the determination of the glass transition temperature를 기초로 기술적 내용 및 대응국제표준의 구성을 변경하지 않고 작성한 한국산업표준이다.

1 적용범위

이 표준은 고체 전기 절연 재료의 유리 전이 온도 측정을 위한 시험절차에 대하여 규정한다. 이 표준은 비결정 재료 또는 안정성이 있으며, 유리 전이 영역에서 분해, 승화되지 않는 비결정 영역이 함유된 부분적 결정 재료에 적용한다.

2 용어와 정의

이 표준의 목적을 위하여 다음의 용어와 정의를 적용한다.

2.1

유리 전이 (glass transition)

비결정 재료 또는 부분적 결정 재료의 비결정 영역에서 점성이나 탄성이 있는 상태에서 굳은 상태로의 또는 역방향으로의 물리적 변화

비고 일반적으로 유리 전이는 상대적으로 좁은 온도 영역에서 발생하며, 유리 상태로 고체화하는 액체의 경우와 유사하다. 유리 전이는 1차 전이가 아니다. 이 온도 영역에서는 굳거나 무른 성질뿐 아니라 열팽창, 열용량 등의 성질도 급격하게 변한다. 이 현상은 2차 전이인 고무 전이(rubber transition) 또는 탄성 전이(rubbery transition)에서도 일어난다. 재료에서 하나 이상의 비결정 전이가 발생하는 경우, 일반적으로 중심이 되는 분자의 구획화된 움직임 변화와 관련되거나 가장 큰 성질 변화에 수반되는 전이를 유리 전이로 간주한다. 비결정 재료를 혼합하면 하나 이상의 유리 전이가 발생하며, 각각의 유리 전이는 혼합물의 구성 성분과 관련된다.

2.2

유리 전이 온도 (glass transition temperature, T_g)

유리 전이가 발생하는 온도범위의 중간점

비고 1 유리 전이 온도는 특정한 전기적, 기계적, 열적 또는 기타 물리적 성질이 크게 변하는 온도를 관찰하여 쉽게 측정할 수 있다. 또한 관찰되는 온도는 선정한 특성 및 시험기법의 세부 사항(가열 비율, 시험 빈도 등)에 따라 크게 변할 수 있다. 따라서 관찰되는 T_g 는 근사값으로 간주하며, 기법과 시험조건이 구체적인 경우에만 유효하다.

비고 2 시험방법 C(7. 참조)에서, 유리 전이를 동반한 기계적 소모율 곡선의 첨두 온도는 유리 전이 온도가 되도록 취한다.

2.3

시차열 분석법 (differential scanning calorimetry, DSC)

피시험 재료와 기준재료가 통제된 온도 프로그램에 있는 상태에서, 피시험 재료와 기준재료에 유입되는 열흐름 에너지 차이를 온도 함수로 측정하는 기법

비고 그 기록은 시차주사 열량측정 또는 DSC 곡선이다.

2.4

시차열 분석 (differential thermal analysis, DTA)

피시험 재료와 기준재료의 공통환경이 통제된 온도 프로그램에 있는 상태에서, 피시험 재료와 기준재료의 온도차를 온도 함수로 측정하는 기법

비고 1 그 기록은 시차열 분석 또는 DTA 곡선이다.

비고 2 유리 전이와 관련하여 네 가지 특성 전이지점이 있다(그림 1 참조).

- 외삽 개시 온도(T_i)(단위 : °C) - 전이 곡선에서 기울기가 가장 큰 지점에 그린 직선과 전이 발생 전 외삽 기준선의 교점
- 외삽 종료 온도(T_e)(단위 : °C) - 전이 곡선에서 기울기가 가장 큰 지점에 그린 직선과 전이 발생 후 외삽 기준선의 교차점
- 중간점 온도(T_m)(단위 : °C) - 열곡선 위에서 외삽 개시와 외삽 종로의 열흐름 차의 1/2에 해당하는 지점
- 변곡 온도(T_f)(단위 : °C) - 열곡선 위에서 모 열곡선의 1차 도함수(온도에 대해)의 피크값에 해당하는 지점. 이 점은 모 열곡선의 변곡점에 해당한다.
간혹 두 가지 추가 전이지점이 파악되거나 정의된다.
- 최초 편차 온도(T_o)(단위 : °C) - 전이 발생 전 외삽 기준선에서 최초로 감지되는 편차 지점
- 기준선 회귀 온도(T_r)(단위 : °C) - 전이 후 외삽 기준선에서 마지막 편차 지점이 표준에서 T_m 은 대개 팽창 및 기타 방법으로 결정되는 전이에 거의 일치하는 유리 전이 온도 T_g 로 취한다.

비고 3 이전에 정의한 온도 이외의 온도를 개별 계약에서 정한 사양에 사용할 수 있다.

2.5

열팽창 측정 (thermodilatometry)

물질이 통제된 온도 프로그램에 있으면서, 무시할 수 있는 정도의 하중을 받는 시험편의 치수를 온도의 함수로 측정하는 기법

2.6

열역학적 분석 (thermomechanical analysis, TMA)

시험편이 통제된 온도 프로그램에 있으면서, 진동이 없는 하중에서 시험편의 변형을 온도의 함수로 측정하는 기법

2.7

동적 기계 분석 (dynamic mechanical analysis, DMA)

진동 하중이나 변형하에서 물질의 저장 탄성 또는 손실 계수, 또는 둘 모두를 온도, 주파수, 시간 또는 이들의 조합의 함수로 측정하는 기법

2.8

복소 저장 계수 (complex storage modulus)

사인 곡선 조건하에서 기계적 변형에 대한 기계적 응력의 비에 해당하는 복소량

2.9

탄성 (저장) 계수 [elastic (storage) modulus]

복소 저장 계수의 수학적 실수부. 변형 크기에 대한 진동하는 변형을 갖는 동위상의 응력의 비로 정의되는 탄성 특성의 정량적 측정

2.10

손실 계수 (loss modulus)

복소 저장 계수의 수학적 허수부. 변형 크기에 대해 진동하는 변형을 갖는 위상에서 90° 벗어난 응력의 비로 정의되는 에너지 소모의 정량적 측정

2.11

기계적 소모율 (mechanical dissipation factor)

저장 탄성 계수에 대한 손실 계수의 비

비고 예를 들어 재료에 강제 사인 곡선으로 진동하는 일정한 진폭의 선형변형 가 가해진다면, 재료의 기계적 응력 σ 는 다음과 같이 결정된다.

$$\sigma = \underline{E} \varepsilon = (E' + iE'')\varepsilon$$

여기에서

$\underline{E}$: 복소 저장 계수

$'$: 저장 계수(이 경우에는 탄성 계수)

E'' : 손실 계수

i : 음의 제곱근

기계적 소모율은 E''/E' 과 같다.

3 방법의 중요성

유리 전이 온도는 시험 대상 재료 구조의 열적 이력에 크게 의존한다. 비결정 재료나 반결정 재료의 유리 전이 온도 측정은 재료의 열적 이력, 처리 조건, 안전성, 화학반응의 진행 및 기계적, 전기적 작용에 대한 중요한 정보를 제공한다.

예를 들어, 유리 전이 온도는 열경화성 수지 재료의 경화 정도의 지표로 사용될 수 있다. 일반적으로 열경화성 수지 재료의 유리 전이 온도는 경화됨에 따라 증가한다.

유리 전이 온도 측정은 품질보증, 사양준수성 검증 및 연구를 위해 유용하다.

4 시험방법

이 표준은 유리 전이 온도 측정을 위한 세 가지 방법을 설명한다. 세 가지 방법은 -100 °C에서 +500 °C 범위의 전형적인 온도에서 동작하며 시중에서 구입 가능한 장비를 기반으로 한다.

어떤 방법이 구체적인 재료의 성분, 구조, 물리적 상태 등에 의존하는 다른 방법보다 전이 설명에 더 효과적일 수 있다.

따라서 방법 선정은 실제적 기준에 따라서 이루어져야 한다.

비고 유리 전이는 온도범위 전체에서 발생하며, 가열(냉각) 비율 등 시간 종속적 현상의 영향을 받는 것으로 알려졌다. 이러한 이유로 동일한 가열 비율에서 얻은 데이터만이 비교가 가능하다.

서로 다른 기법으로 측정된 유리 전이 온도를 비교하는 경우 주의를 요한다.

5 방법 A : 시차열 분석법(DSC) 또는 시차열 분석(DTA)

5.1 개요

- a) 시차열 분석법(DSC) 또는 시차열 분석(DTA)을 이용하면 재료의 열용량 변화를 신속하게 측정할 수 있다.
- b) 유리 전이는 재료의 열용량 변화에 의한 열흐름의 시차에 따른 흡열량 변화로 나타난다.

5.2 방해요인

가열 속도가 규정된 속도에서 증가 또는 감소하면 결과가 바뀔 수도 있다.

첨가제 및/또는 불순물의 존재는, 특히 불순물이 고체 용액을 형성하거나 전이 후 단계에서 혼화되는 경향이 있는 경우에 전이에 영향을 미친다. 입자 크기가 전이 온도 측정에 영향을 미치는 경우, 비교 대상 샘플은 대략 동일한 입자 크기여야 한다. 측정 과정 중에 휘발성 성분(예 : 물)의 손실은 결과에 영향을 미칠 수 있다.

경우에 따라 시험편의 재료는 온도 사이클 중에 공기와 반응하여 부정확한 전이가 측정될 수 있다.

이러한 경우, 진공상태 또는 비활성 가스 블랭킷에서 시험을 실시한다는 규정이 있어야 한다. 일부 재료는 전이 영역 근처에서 성능이 저하되기 때문에 성능 저하와 전이를 구별하는데 주의를 요한다. 밀리그램 양의 재료를 사용하기 때문에 시험 재료는 균질하고 대표성을 가지며 질량과 형태에 유사성이 있음이 반드시 보장되어야 한다.

5.3 장치

시차열 측정법(DSC)을 사용하거나, (20 ± 1) K/min 이하 속도로 가열(냉각)할 수 있고 요구되는 감도와 정밀도로 피시험 재료와 기준재료의 시차에 따른 열흐름 또는 온도차를 자동 기록할 수 있는 시차열분석(DTA)을 사용한다.

비고 DSC를 주로 사용한다.

알루미늄이나 열전도율이 높은 기타 금속팬을 시험편 홀더로 사용한다.

조작이 용이하도록 시험편과 열용량이 거의 동등한 비활성 기준재료를 사용할 수 있다(알루미늄 산화물 등).

시험편을 감싸기 위해 순도 99.9 %의 질소 또는 기타 비활성 가스를 공급한다. 산화반응을 배제한 경우 공기도 사용할 수 있다. 선택한 가스의 압력은 일정해야 한다.

선택한 가스의 이슬점은 최저 동작 온도 미만이어야 한다.

5.4 교정

장비 제조자의 절차에 따라 아래 주어진 표준 기준재료를 하나 이상 사용하여 장비의 온도측을

교정한다. 기준재료는 순도가 최소한 99.9 %이어야 하며, 해당되는 온도범위에 따라 선택해야 한다. 이러한 재료를 이용한 교정은 시험 시료에 대해 사용되는 경우와 동일한 가열 비율, 정화가스, 정화가스 유동률을 적용해야 한다.

대다수 시험 측정에서 다음의 녹는점을 갖는 기준재료가 사용된다.

기준재료	녹는점(°C)
수은	- 38.9[1]
갈륨	+ 29.8
인듐	+ 156.6[1]
주석	+ 232.0[1]
납	+ 327.5[1]
아연	+ 419.6[1]

비고 위의 시차열 분석법에서 보고된 대로 외삽 개시(2.4 참조)를 녹는점 온도로 사용해야 한다. 온도 센서가 시험 시료 내부에 위치할 경우, 용융 흡열의 피크값을 시차열 분석에서 녹는점 온도로 사용해야 한다.

5.5 주의사항

이 표준의 재료, 조작, 장비사용은 위험할 수 있다. 이러한 위험성에 대한 책임은 적절한 안전규약 제정 및 사용에 앞서 제한사항을 규정하기 위해 이 표준을 이용하는 사용자에게 있다.

5.6 시험 시료

- 분말, 과립형 시험 시료 : 5.7에 제시한 예비 열사이클을 수행하지 않은 경우 분쇄하지 않는다. 크기를 줄이기 위한 분쇄 또는 이와 유사한 공정은 종종 마찰이나 배향 또는 둘 모두로 인한 열적효과를 유발하여 시험 시료의 열적 이력을 변화시킨다.
- 몰드형, 펠릿형 시험 시료 : 마이크로톰, 레이저 칼, 펀치(hypodermic punch, paper punch), cork borer(size No. 2 또는 3)를 사용하여, 시험 시료 홀더에 가장 적합하고 이후의 시험절차에 필요한 중량에 근접한 적절한 크기, 두께, 지름, 길이로 시험 시료를 절단한다.
- 필름 또는 시트형 시험 시료 : 0.04 mm보다 두꺼운 필름의 경우, 더 얇은 필름인 경우에는 원형 시험 시료팬을 사용하면 시험 시료 홀더 또는 펀치 디스크에 맞는 조각으로 절단한다.
- 액체형 시험 시료 : 측매가 함유된 액체 열경화성 수지는 시험팬에서 직접 경화시킬 수 있다.

비고 기계적, 열적 전처리를 보고해야 한다.

5.7 절차

- a) 피시험 재료로 적절한 질량의 시험 시료를 사용한다. 대부분의 경우 10 mg에서 20 mg의 질량이 적당하다. 열용량이 시험 시료의 열용량과 비슷한 기준재료를 사용할 수 있다.
- b) 5.3의 정화가스를 유동시킨다. (20±1) K/min의 속도로 시험하면서 이전 열적 이력을 제거할 정도로 높은 온도까지 초기 열사이클을 수행, 기록한다.
- c) 정상 상태에 도달할 때까지 온도를 유지한다(보통 5분에서 10분).
- d) 최소한 20 K/min의 속도로 해당 전이 온도 이하로 냉각시킨다. 일반적으로 50 K 이하가 된다.
- e) 정상 상태에 도달할 때까지 온도를 유지한다(보통 5분에서 10분).

f) 20 K/min의 속도로 재가열하고 필요한 모든 전이가 완료될 때까지 가열 곡선을 기록한다.
가열 비율은 보고해야 한다.

비고 권장 재가열 속도는 KS M ISO 11403-2[2]에 따라 10 K/min이다. 가열 속도를 높이면 기준선이 더 많이 이동하여 검출이 수월해진다. DSC의 경우에 그 신호는 열용량 측정을 위한 가열 속도와 정비례한다.

g) 중간점 온도 $T_m(^{\circ}\text{C})$ 을 측정하고 그것을 T_g 로 기록한다.

h) 최소한 세 개의 시험 시료에 대하여 측정을 실시하여 T_g 를 그 평균값으로 보고한다.

5.8 보고서

보고서는 다음을 포함한다.

- 출처 및 제조자 코드를 비롯한 피시험 재료의 완전한 식별 및 설명
- 시험에 사용된 장비에 대한 설명
- 시험 시료의 형태 및 준비, 전처리 방법
- 시험 시료 홀더의 치수, 기하학적 구조, 재질 및 선형 온도 변화의 평균 비율 설명
- 온도 교정 절차에 대한 설명
- 적용되는 경우 습도를 비롯한 시험 시료 대기, 가스 압력, 유동률, 순도, 구성성분의 식별
- 측정된 T_g
- 또한 부대작용(예를 들면 교차연결, 열적 성능 저하, 산화)을 보고하고, 가능하면 그 반응을 식별해야 한다.

6 방법 B : 열역학적 분석(TMA)

6.1 개요

이 방법은 다음 기법을 이용한 유리 전이 온도 측정을 다룬다.

- 방법 B1-열팽창 측정(팽창 모드)
이 방법은 시험 온도범위에서 충분한 강도를 나타내어 시료에 프로브를 사용하여도 심각한 흠이나 압축이 일어나지 않는 재료에 적용한다.
- 방법 B2-열역학적 방법(침투 모드)
이 방법은 시험 온도범위에서 강도가 변화하여 시료에 프로브를 사용하면 심각한 흠이 생기는 재료에 적용한다. 조밀한 시스템에는 적용하지 않는다.

두 기법 모두 재료에 일정한 비율로 열을 가하면서 시험 시료에 위치한 프로브의 이동을 측정하는 열역학 분석기 또는 유사한 장치를 사용한다.

프로브의 이동은 온도의 함수로 기록한다.

팽창 모드(B1) 또는 침투 모드(B2)에서 프로브 변위 곡선의 기울기 변화를 전이 온도 측정에 이용한다.

열팽창 측정(방법 B1)을 이용하면 시험 시료의 온도를 제어하면서 무시할 수 있는 부하 아래서 시험 시료의 치수 변화를 온도의 함수로 쉽게 측정할 수 있다.

열팽창 계수의 불연속성이 유리 전이와 관계된다.

대신 침투 기법(방법 B2)을 이용하면 시험 시료의 온도를 제어하면서 부하 아래서 시험 시료의 강도 변화를 온도의 함수로 모니터링할 수 있다.

프로브 변위 대 온도 곡선의 불연속성이 유리 전이와 관계된다.

6.2 장치

장치는 시료를 놓을 수 있는 시험편 홀더로 구성되어 있다. 시료의 압축 계수나 길이의 변화는 프로브의 움직임으로 감지된다.

프로브의 형태와 크기는 프로브에 의해 시험 시료에 인가되는 부하가 해당 온도범위에서 시험 시료에 심각한 흠이나 압축을 유발하지 않거나(방법 B1), 또는 시험 시료의 흠을 유발해야(방법 B2) 한다.

방법 B1의 경우 지름 2 mm에서 5 mm의 납작한 원형 프로브를 사용한다.

방법 B2의 경우 위와 같거나 작은 지름의 반구형 프로브를 사용한다.

다음의 장치를 사용한다.

- 시험편의 길이 또는 계수의 변화로 생긴 프로브의 움직임을 감지하며 이러한 움직임을 기록기 또는 데이터 처리장치에 입력할 수 있는 적절한 신호로 변환하는 장치. 감지 소자는 필요하면 감도 범위가 더 적은 ± 50 nm의 감도로 프로브 움직임의 최소 1 mV/0.1 mm의 전기적 출력을 할 수 있는 것이 좋다.
- 시험편 길이(± 50 nm) 또는 프로브 위치의 변화를 시험편 온도(± 0.1 K)의 함수로 기록하는 장치. 1 cm의 차트 편향 당 1 mm의 프로브 편향 감도를 갖는 X-Y 또는 스트립 차트 기록기를 사용할 수 있다. 디지털 및 데이터 처리 장치에는 적절한 플로터 또는 프린터 플로터가 필요하다.
- 해당 온도범위에서 사전 결정된 속도로 시험편을 균일하게 가열하는 장치. 주위 온도 또는 상온 이하 온도를 측정하는 경우에는 노(furnace)와 시험편을 사전 냉각할 수 있는 규정이 필요하다. 적어도 10 K/min까지의 가열, 냉각 속도가 요구된다.
- 시험편 온도를 측정하는 장치.
- 시험편 환경을 질소나 헬륨(열전도성이 높은 헬륨이 선호됨)과 같은 건조한 비활성 가스로 정화하는 장치. 선택한 가스의 이슬점은 최저 동작 온도 미만이어야 한다.

6.3 교정

시험 시료에 적용되는 동일한 가열 비율, 정화가스 및 정화가스 유동률로 순도 99.9 % 이상의 표준 기준재료를 사용하여 해당 온도범위 전체에 걸쳐 장비의 온도측을 교정한다.

시험 시료의 경우와 동일한 비율로 녹는점 온도로 가열되는 결정 시험 시료의 50 mN 부하 프로브에 의한 침투 외삽 개시를 관찰하여 ± 1.0 K까지 온도 교정을 실시한다. 다음 기준재료를 사용할 수 있다.

기준재료	녹는점(°C)
수은	-38.9[1]
갈륨	+29.8

인듐	+156.6[1]
주석	+232.0[1]
납	+327.5[1]
아연	+419.6[1]

프로브 변위 측정, 기록 시스템은 장비 제조자의 권장 절차에 따라 두께가 알려진 표준 시험 시료를 이용해 교정해야 한다. 표준 두께는 300~600 μm 를 권장한다.

6.4 주의사항

이 표준의 재료, 조작, 장비사용은 위험할 수 있다. 이러한 위험성에 대한 책임은 적절한 안전규약의 제정 및 사용에 앞서 제한사항을 규정하기 위해 이 표준을 이용하는 사용자에게 있다.

6.5 시험 시료

시험 시료는 수령된 상태로 또는 전처리 후 분석할 수 있다. 분석 전에 시험 시료를 조정(conditioning)하는 경우 이러한 처리공정을 보고서에 기록해야 한다.

추천 시험 시료 두께는 1~3 mm이다. 이 범위 외의 두께를 사용하는 경우 보고해야 한다. 5 μm 이하의 두께는 권장하지 않는다. 되도록 시험 시료의 표면은 매끄럽고 평평해야 한다.

6.6 절차

프로브 아래 시험 시료 홀더에 1~3 mm 두께의 시험 시료를 둔다. 시험 시료 온도 센서는 시험 시료와 접촉시키거나 가능한 한 시험 시료에 근접시킨다(장비 제조자가 권장하는 쪽을 따른다). 6.2에 따라 프로브를 선택한다.

무른 재료는 유리 전이 온도 T_g 보다 높은 온도에서 흠이 날 수 있다. 그러한 경우 팽창 모드(방법 B1)에서는 프로브와 시험 시료의 윗면 사이에 얇은 보조 금속 디스크(알루미늄 등)를 놓아 프로브 지름을 효과적으로 넓히고 따라서 과도한 침투를 막는다.

노를 이동시켜 시험 시료 홀더를 돌려싼다. 시험 시료를 냉각 또는 가열하기 전에 건조한 비활성 정화가스를 쏘인다. 거의 주위 온도에서 또는 부속 주위 온도에서 측정을 실시하는 경우, 적어도 해당 최저 온도보다 30 K 이하로 시험 시료 및 노를 냉각시킨다. 냉각제는 정화가스와 동일하지 않으면 시험 시료와 직접 접촉하지 않도록 한다.

방법 B1 : 프로브가 시험 시료와 접촉한 상태인지 확인하기 위하여 탐지 프로브에 5 mN에서 10 mN의 힘을 가한다. 부하를 다르게 하는 경우 보고서에 기록해야 한다.

방법 B2 : 탐지 프로브에 50~1 000 mN의 부하를 인가한다.

기록기에 설정할 적절한 감도를 선택한다.

비고 이 정보를 제공하기 위하여 유사한 시험 시료의 사전 분석이 필요할 수 있다.

필요한 온도범위에서 (10 ± 1) K/min의 일정한 가열 비율로 시험 시료를 가열한다. 가열 비율을 다르게 하는 경우 보고서에 기록해야 한다.

변위 곡선 기울기의 급격한 변화는 재료의 상태 전이를 가리킨다. 외삽된 곡선의 선형 부분이 교차하는 지점의 사영 온도(그림 2 또는 그림 3 참조)가 전이 온도가 된다.

잔류 응력이 명백한 경우(유리 전이에서의 돌연한 비가역적 편향), 가열을 이 온도보다 약 20 K 높은 온도에서 멈추어야 한다. 다음으로 온도를 초기 조건으로 되돌리고 가열을 반복한다. 두 번째 실시에서 측정된 유리 전이는 실시한 열처리와 함께 보고한다(그림 4 참조).

최소한 세 개의 시험 시료에 대하여 측정을 실시하여 T_g 를 그 평균값으로 보고한다. 일부 시험 시료를 재시험하여 얻은 결과는 새로운 시험 시료를 사용한 독립된 시험으로 간주하지 않는다.

6.7 계산

유리전이 온도는 다음과 같이 결정한다.

- 전이 온도 아래에서 팽창, 침투 곡선과의 접선을 그린다.
- 전이 온도 위에서 팽창, 침투 곡선과의 접선을 그린다.
- 접선이 교차하는 온도를 유리 전이 온도(T_g)로 기록한다.

6.8 보고서

보고서는 다음을 포함한다.

- 제조자명, 로트 번호, 알려진 화학성분에 대한 정보를 비롯한 재료명
- 기계적, 열적, 환경적 노출을 비롯한 시험, 시험 시료 준비방법
- 원 부분에 대한 시험 시료의 배향 또는 복합재료를 시험하는 경우 섬유충진재의 방향
- 시험 시료의 치수
- 유리 전이 온도(T_g)
- 사용된 열역학 분석기의 설명
- 정화가스, 유동률 및 사용된 경우 냉각 매질
- 사용된 프로브 형태 및 부하의 세부사항
- 구한 프로브 변위 곡선
- 가열 비율

7 방법 C : 동적 기계 분석(DMA)

7.1 개요

이 방법은 동적 기계 분석기를 이용하는 고체 전기 절연 재료의 유리 전이 온도 측정을 다룬다.

기하학적 구조가 알려진 시험 시료를 고정된 또는 자연스런 공진 주파수에서 기계적 진동 상태에 위치시킨다. 시험 시료의 탄성 계수 기계적 손실률을 온도의 함수(일정한 온도 또는 가변 온도)로 측정한다. 기계적 손실률의 그래프는 시험 시료의 점탄성 특성을 나타낸다. 일반적으로 특정한 온도에서 점탄성의 급격한 변화는 전이 영역을 나타낸다.

비고 구체적인 기계적 손실률 측정방법은 사용하는 기계의 작동원리에 달려 있다.

이러한 방법은 일반적으로 0.5 MPa에서 100 GPa 범위의 탄성 계수를 갖는 재료에 대해 설계되었다.

7.2 방해요인

가열 속도가 규정 속도보다 증가하거나 감소하면 결과가 변한다.

전이 온도는 실험 주파수의 함수이므로 진동 주파수를 항상 규정해야 한다(전이 온도는 주파수가 증가하면 증가한다). 기준 주파수에 대한 외삽은 사전 결정된 주파수 시프트 계수를 이용하여 실시한다. 이 시험의 목적상 전이 온도는 1 Hz에서 측정(또는 보고)해야 한다.

시험시 열팽창으로 인해 고정된 시험 시료가 휘어지지 않도록 주의한다.

7.3 방법 및 장치

7.3.1 장치

장치의 기능은 시험 시료의 단면을 균일하게 유지하여 시험 시료가 기계적 진동계에서 탄성, 손실 요소 역할을 하도록 하는 것이다.

이러한 유형의 장비를 일반적으로 동적 기계 분석기라 한다.

7.3.2 방법

공진 시스템

- 자유 감쇠 비틀림 진동
- 일정 진폭의 강제 진동
- 휨 진동

비공진 시스템, 고정 주파수

- 일정 진폭의 강제 비틀림 진동
- 일정 진폭의 강제 장력 진동
- 일정 진폭의 강제 압축 진동
- 일정 진폭의 강제 휨 진동

비고 공진 시스템의 경우, 진동 주파수는 시험 시료 성질의 함수이며 온도 종속적이다.

7.3.3 장치의 구성

모든 장치는 다음으로 구성된다.

- 클램프 : 미끄러지지 않게 시험 시료를 잡는 고정 장치
- 진동 변형(스트레인) 장치 : 시험 시료에 진동 변형(스트레인)을 가하는 장치. 자유 진동 장치는 변형을 가한 후 해제하고 강제 진동 장치는 지속적으로 변형을 가한다.
- 검출기 : 힘(응력), 변형(스트레인), 진동 주파수, 온도 등 종속적, 독립적 실험 파라미터를 측정하기 위한 장치. 온도는 0.5 K, 주파수는 ± 1 %, 힘은 ± 1 %의 정확도로 측정해야 한다.
- 온도 조절기 및 오븐 : 가열(단계적 또는 지속적), 냉각(단계적 또는 지속적) 또는 일정한 온도 환경을 유지하여 시험 시료 온도를 제어하는 장치
- 정확도를 위한 건조한 질소 또는 기타 비활성 기체 공급 장치
- ± 1 %의 정확도로 시험 시료의 치수를 측정할 수 있는 캘리퍼스 또는 길이 측정 장치

7.4 교정

- 얼음(물) 0.0 °C
- 인듐 156.6 °C

7.4.1 온도

시험 시료의 경우와 동일한 가열 속도, 온도 상승 계획, 등온으로 장비 제조자의 절차에 따라 위에서 언급한 재료 중 하나 또는 모두를 이용하여 장비의 온도측을 교정한다.

7.4.2 기타 파라미터

계수 및 손실을 결정에 사용되는 기타 파라미터의 경우, 제조자의 권장 사항에 따라서 교정을 실시한다.

7.5 주의사항

시험 시료를 분해 온도 가까이까지 가열하는 경우 유독성, 부식성 물질이 유출되어 사람이나 장치에 해로울 수 있다.

7.6 시험 시료

시험 시료의 형태 또는 크기는 장비 제조자의 권장사항에 따라야 한다. 소량의 시험 시료를 사용하는 경우, 시험 시료는 재료를 대표할 수 있어야 한다.

다양한 유형의 동적 기계 장치가 있기 때문에 측정 수행시 시험 시료의 크기가 고정되어 있지 않다.

대부분의 경우 0.75 mm×10 mm×50 mm의 시험 시료가 유용하고 편리한 것으로 알려졌다.

비고 피시험 재료의 계수 및 측정 장치의 능력에 부합하는 시험 시료 크기를 선택하는 것이 중요하다. 예를 들어, 두꺼운 시험 시료는 계수가 낮은 재료를 측정하는 경우에 적합하다. 반면 계수가 큰 재료에는 얇은 시험 시료가 요구된다.

7.7 절차

- ± 1 %의 정확도로 시험 시료의 길이, 폭, 두께를 측정한다.
- 최대 변형 크기는 재료의 선형 점탄성 범위 내에 있어야 한다.

비고 1 1 %보다 작은 변형을 권장한다.

- 1 Hz에 근접한 시험 주파수를 선택하는 것이 실용적이다. 시험 주파수는 시험장치에 따라 고정하거나 가변적으로 할 수 있다.

비고 2 이 시험에서는 1 Hz에서의 시험 분석 결과를 보고해야 한다.

- 해당 온도범위의 최저점에서 최고점까지 시험 시료의 온도를 변화시키면서 점탄성과 댐핑특성을 측정한다.

비고 3 되도록 전체 온도범위에서 수행하는 시험은 단계적으로 온도를 증가시키거나 시험 시료 전체에서 온도 평형이 이루어질 정도로 충분히 느린 비율로 온도를 증가시키면서 실시한다. 평형에 도달하는 시간은 특정한 시험 시료의 질량 및 고정 장치에 달려 있다. 1 K/min에서 2 K/min의 비율 또는 2 K~5 K씩 3분에서 5분 간격의 온도 상승이 적합한 것으로 알

려졌다. 가열 비율의 영향은 두 가지 이상의 비율로 측정을 실시, 그 결과를 비교하여 관찰할 수 있다.

비고 4 온도 측정에 요구되는 정확도는 시험 시료의 온도를 조사할 때 기계적 손실률의 변화율에 달려 있다. 경험상 전이 영역에서는 ± 0.5 K의 정확도로 시험 시료의 온도를 판독해야 한다.

– 별도로 규정하지 않은 한 세 개의 시험 시료에 대해 시험을 실시해야 한다.

7.8 계산

장비 제조자의 작동 매뉴얼에서 제공하는 식을 이용하여 기계적 손실률 프로파일을 계산한다. 기계적 손실률 프로파일을 시험 시료 온도의 함수 그래프로 나타낸다.

시험 시료의 길이, 폭, 두께는 평균 측정값을 사용한다.

기계적 손실률 프로파일이 최대일 때의 온도를 유리 전이 온도(T_g)로 선택한다(그림 5 참조).

비고 1 유리 전이는 온도범위 전체에서 발생하며 가열 비율, 진동 주파수 등 시간 종속적 현상의 영향을 받는 것으로 알려졌다. 이러한 이유로 동일한 온도 프로그램 및 진동 주파수에서 얻은 데이터만이 비교가 가능하다.

이 시험에서는 1 Hz를 기준 주파수로 한다.

비고 2 다른 주파수에서 얻은 T_g 값은 사전 결정된 주파수 시프트 계수 k 를 사용하여 비교한다.

$$\theta_r = \theta_o - k(\lg f_o - \lg f_r) = \theta_o - k \lg(f_o / f_r)$$

여기에서

: f_r 에서의 유리 전이 온도

θ_o : 관찰 주파수에서 측정된 유리 전이 온도

k : 주파수 시프트 계수

f_o : 관찰된 진동 주파수(Hz)

f_r : 기준 주파수(Hz)

비고 주파수 시프트 계수가 주파수 10당 8 K($k=8$ K), 관찰 주파수 $f_o=15$ Hz에서 관찰 온도 $\theta_o=100^\circ\text{C}$, $f_r=1$ Hz라고 하면,
 $\theta_r = [100 - 8 \lg (15/1)]^\circ\text{C}$
 $= (100 - 8 \times 1.18)^\circ\text{C}$
 $= 90.6^\circ\text{C}$

1 Hz에서 θ_r 을 계산하고 그 값을 T_g 로 보고한다.

7.9 보고서

보고서는 다음을 포함한다.

- 출처 및 제조자 코드를 비롯한 피시험 재료의 완전한 식별 및 설명
- 시험방법의 식별, 자유 감쇠 비틀림 진동 등(7.2 참조)
- 시험 시료 치수
- 교정 절차 설명
- 사용된 기체 성분, 순도, 유동률 등 시험 시료 대기의 식별
- 시험 전 시험 시료의 조정에 관한 세부사항. 추천 분석 형태를 얻기 전에 시료에 열처리를 실시

한 경우, 이를 보고서에 기록해야 한다.

- 선형 온도 변화율, 온도 증가 간격의 크기, 지속 시간 및 초기, 최종 온도를 비롯한 온도 계획
- 원 실험 데이터
- 피시험 시료의 수
- 기계적 손실을 프로파일을 구한 식
- 시험 시료 온도 대 기계적 손실률 그래프
- 기계적 손실률은 위쪽이 감쇠의 증가를 나타내는 세로 좌표에 나타내야 한다. 세로 좌표에는 측정 제목과 단위를 명확히 표시한다.
- 온도는 오른쪽 증가를 나타내는 가로 좌표에 나타낸다. 측정 제목과 단위를 명확히 표시한다.
- 1 Hz에서 T_g 의 중간값
- 1 Hz 이외의 주파수에서 실시한 측정의 경우, 원 관찰 온도(), 진동 주파수(f_0) 및 사용된 주파수 시프트 계수(k)를 보고한다.

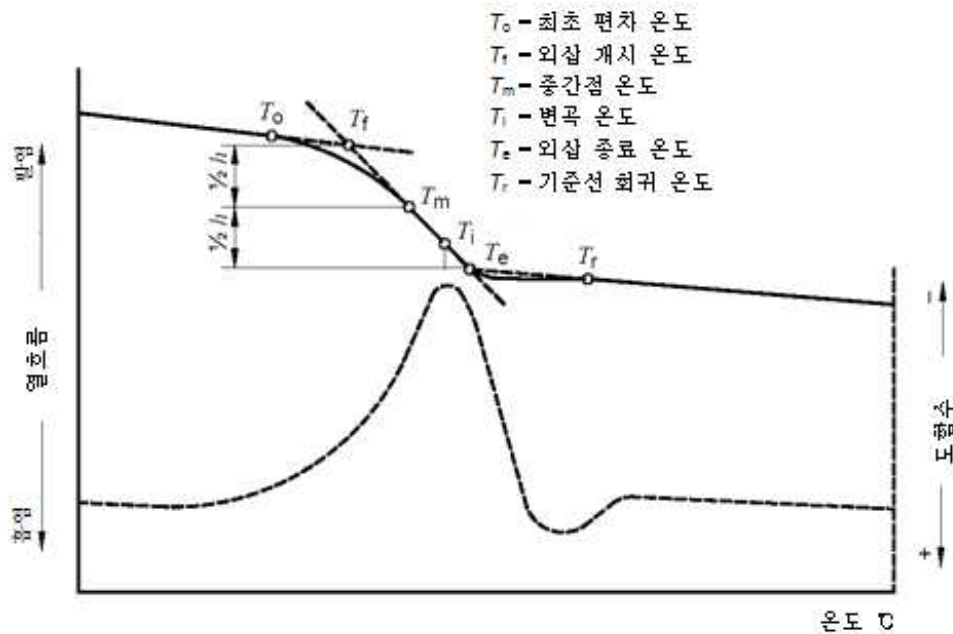


그림 1 - 시차열 분석법(DSC) : 유리 전이와 관련한 특성 전이 지점

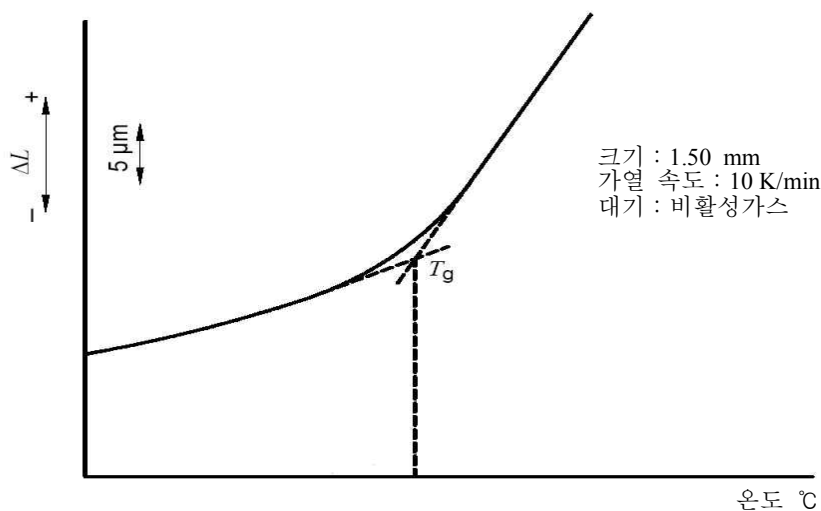


그림 2 - 열역학적 분석(TMA)(팽창 모드) : 유리 전이 온도 T_g 의 결정

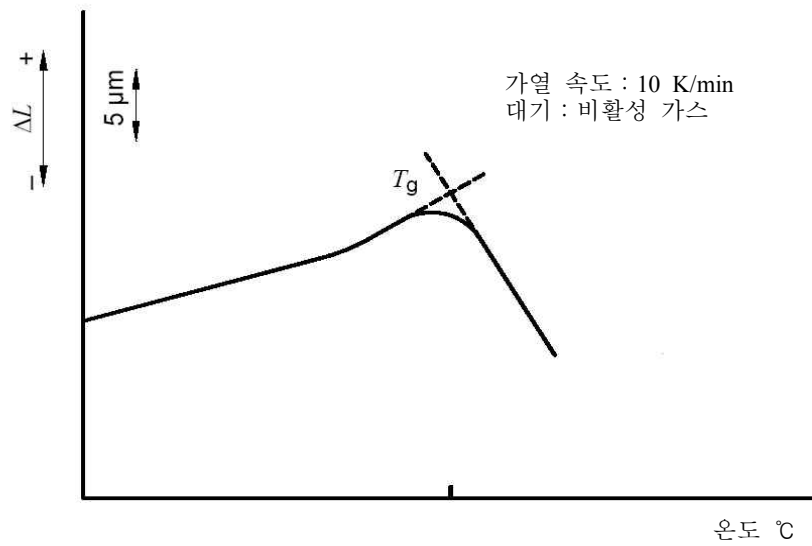


그림 3 - 열역학적 분석(TMA)(침투 모드) : 유리 전이 온도 T_g 의 결정

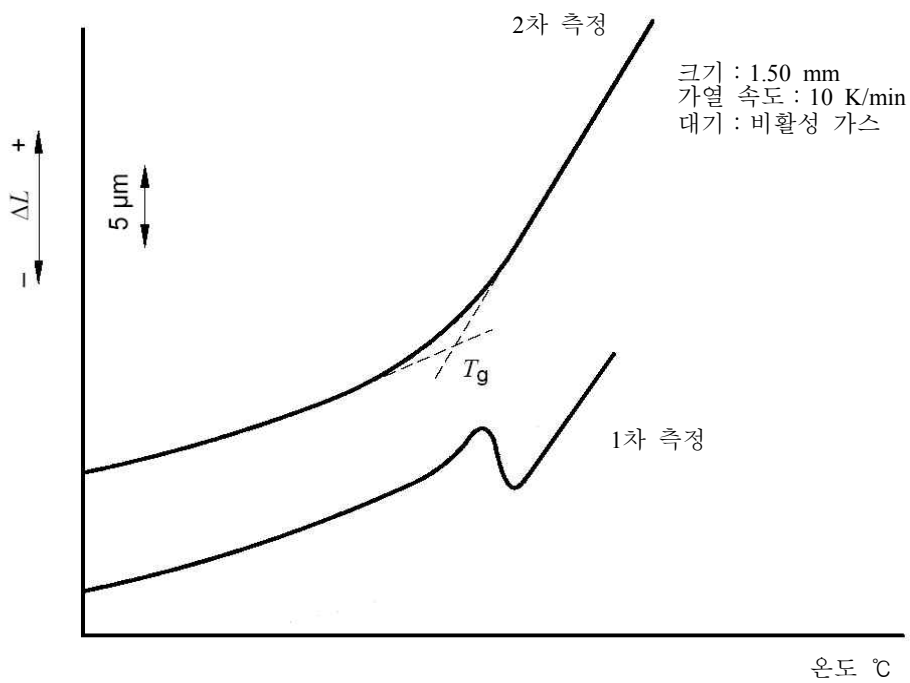


그림 4 - 열역학적 분석(TMA)(팽창 모드) : 유리 전이 온도의 측정(2차 측정)

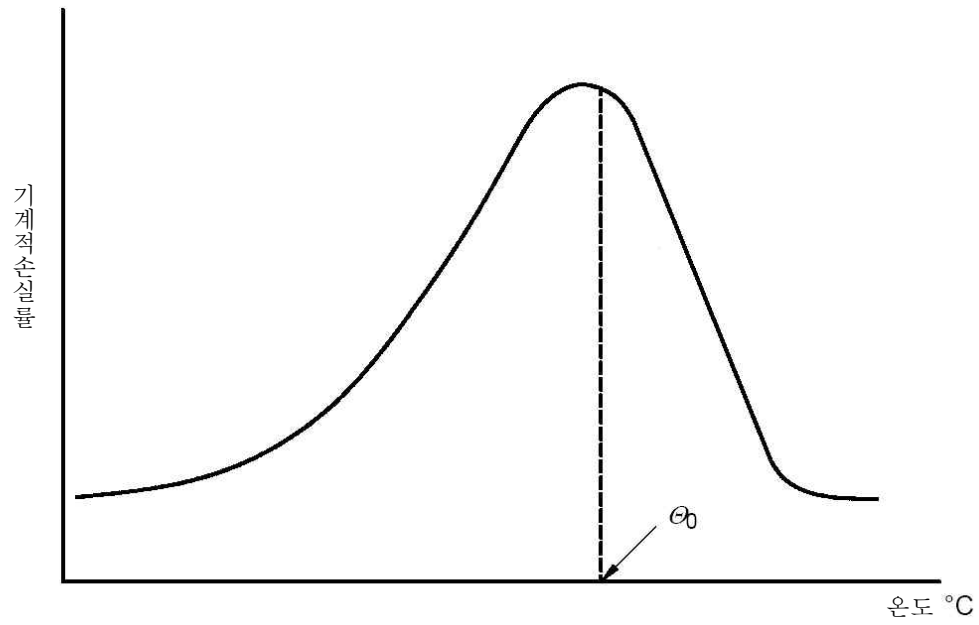


그림 5 - 전형적인 기계적 손실률 프로파일

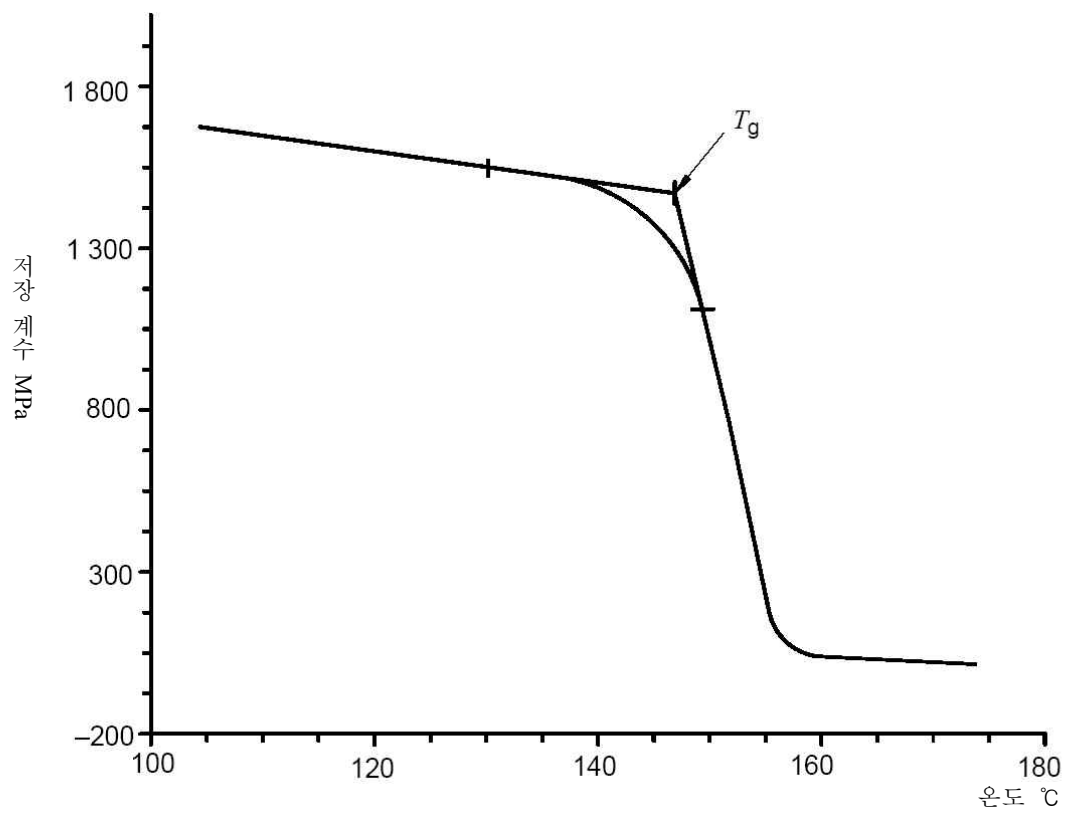


그림 6 - 동적 기계 분석(DMA) : 유리 전이 온도 T_g 의 측정

부속서 A (참고)

그래프 평가

그림 6은 저장 계수와 온도의 그래프이다. 곡선의 변화는 유리 전이 영역을 나타낸다. 저장 계수의 연화(즉, 저장 에너지에 대한 재료의 표시)를 관찰할 수 있다. 저장 계수의 감소는 시편 강성의 감소를 나타낸다. 이 감소는 시편이 유리 상태에서 연화되기 때문에 발생한다. 더 높은 온도에서 저장 계수는 마침내 최소값에 도달한다. 이 곡선 위 두 기울기 교차점의 가로축 값에서 T_g 를 그래프 상에서 평가할 수 있다.

이 방법은 다양한 열경화성 재료, 열가소성 재료, 복합 재료에 적용할 수 있다.

참고문헌

- [1] Rossini, F.D., Pure and Applied Chemistry, volume 22, 1970, page 557.
- [2] KS M ISO 11403-2, 플라스틱-비교 가능한 다점 데이터의 획득 및 표시-제2부 : 열적 및 가공 특성

해설 1 전기용품안전기준의 한국산업표준과 단일화의 취지

1. 개요

이 기준은 전기용품안전관리법에 따른 안전관리대상 전기제품의 안전관리를 수행함에 있어 국가표준인 한국산업표준(KS)을 최대한 인용하여 단일화한 전기용품안전기준이다.

2. 배경 및 목적

전기용품안전관리법에 따른 안전관리대상 전기제품의 인증을 위한 시험의 기준은 2000년부터 국제표준을 기반으로 안전성 규격을 도입·인용하여 운영해 왔으며 또한 한국산업표준도 2000년부터 국제표준에 바탕을 두고 있으므로 규격의 내용은 양자가 거의 동일하다.

따라서 전기용품안전관리법에 따른 안전기준과 한국산업표준의 중복인증이 발생하였으며, 기준의 단일화가 필요하게 되었다.

전기용품 안전인증기준의 단일화는 기업의 인증대상제품의 인증시 시간과 비용을 줄이기 위한 목적이며, 국가표준인 한국산업표준과 IEC 국제표준을 기반으로 단일화를 추진이 필요하다.

또한 전기용품 안전인증기준을 한국산업표준을 기반으로 단일화 함으로써 한국산업표준의 위상을 강화하고, 우리나라 각 부처별로 시행하는 법률에 근거한 각 인증의 기준을 국제표준에 근거한 한국산업표준으로 일원화할 수 있도록 범부처 모범사례가 되도록 하였다.

3. 단일화 방향

전기용품안전관리법에서 적용하기 위한 안전기준을 동일한 한국산업표준으로 간단히 전기용품안전기준으로 채택하면 되겠지만, 전기용품안전기준은 그간의 전기용품 안전관리제도를 운용해 오면서 국내기업의 여건에 맞추어 시험항목, 시험방법 및 기준을 여러번의 개정을 통해 변경함으로써 한국산업표준과의 차이를 보이게 되었다.

한국산업표준과 전기용품안전기준의 단일화 방향을 두 기준 모두 국제표준에 바탕을 두고 있으므로 전기용품안전기준에서 한국산업표준과 중복되는 부분은 그 내용을 그대로 인용하는 방식으로 구성하고자 한다.

안전기준에서 그간의 전기용품 안전관리제도를 운용해 오면서 개정된 시험항목과 시험방법, 변경된 기준은 별도의 항을 추가하도록 하였다.

한국산업표준과 전기용품안전기준을 비교하여 한국산업표준의 최신판일 경우는 한국산업표준의 내용을 기준으로 전기용품안전기준의 내용을 개정기로 하며, 이 경우 전기용품안전기준의 구판은 병행 적용함으로써 그간의 인증받은 제품들이 개정기준에 맞추어 개선할 시간적 여유를 줌으로서 기업의 혼란을 방지하고자 한다.

그리고 국제표준이 개정되어 판번이 변경되었을 경우는 그 최신판을 한국산업표준으로 개정 요청을 하고 그리고 전기용품안전기준으로 그 내용을 채택함으로써 전기용품안전기준을 국제표준에 신속하게 대응하고자 한다.

그리고 전기용품안전기준에서만 규정되어 있는 고유기준은 한국산업표준에도 제정요청하고, 아울러 필요시 국제표준에도 제안하여 우리기술을 국제표준에 반영하고자 한다.

4. 향후

한국산업표준과 전기용품안전기준의 중복시험 항목을 없애고 단일화 함으로써 표준과 기준의 이원화에 따른 중복인증의 기업부담을 경감시키고, KS표준의 위상을 강화하고자 한다.

아울러 우리나라 각 부처별로 시행하는 법률에 근거한 각 인증의 기준을 국제표준에 근거한 한국산업표준으로 일원화할 수 있도록 범부처 모범사례가 되도록 한다.

또한 국제인증기구인 국제표준 인증체계를 확대하는 추세에 있으며, 표준을 활용하여 자국 기업의 경쟁력을 강화하는 추세에 있다. 이에 대응하여 국가표준과 안전기준이 국제표준에 신속히 대응함으로써 우리나라의 수출기업이 인증에 애로사항을 감소하도록 한다.

해설 2 전기용품안전기준의 추가대체항목 해설

이 해설은 전기용품안전기준으로 한국산업표준을 채택함에 있어 추가대체하는 항목을 적용하는 데 이해를 돕고자 주요사항을 기술한 것으로 규격의 일부가 아니며, 참고자료 또는 보충자료로만 사용된다.

심 의 :

구	분	성명	근무처	직위
(위	원	장)		
(위	원)			

(간사)

원안작성협력 :

구	분	성명	근무처	직위
(연구	책임자)			
(참여	연구원)			

전기용품안전기준의 열람은 국가기술표준원 홈페이지(<http://www.kats.go.kr>), 및 제품안전정보센터(<http://www.safety.korea.kr>)를 이용하여 주시고, 이 전기용품안전기준에 대한 의견 또는 질문은 산업통상자원부 국가기술표준원 제품안전정책국 전기통신제품안전과(☎ 043-870-5441~9)으로 연락하여 주십시오.

이 안전기준은 전기용품안전관리법 제3조의 규정에 따라 매 5년마다 안전기준전문위원회에서 심의되어 제정, 개정 또는 폐지됩니다.

KC 61006 : 2015-09-23

Electrical insulating materials

- Methods of test for the determination of the glass transition temperature

ICS 17.220.99; 29.035.01

Korean Agency for Technology and Standards
<http://www.kats.go.kr>



산업통상자원부 국가기술표준원

Korean Agency for Technology and Standards

Ministry of Trade, Industry & Energy

주소 : (우) 369-811 충북 음성군 맹동면 이수로 93

TEL : 043-870-5441~9 <http://www.kats.go.kr>

