

**창 립**  
**40주년학술대회**  
**논문 87-N-21-2**

실은 이하에서 Data Acquisition을 이용한 PVDF필름의 T.S.C

○ \* \* \* \* \*  
 김기준 박승협 홍진용 이준웅  
 \*한국에너지연구소 \*\*광운대학 강사(공박) \*\*\*광운대학 이공학부 교수

T.S.C of the P.V.D.F film using Data Acquisition under room temperature

○ \* \* \* \* \*  
 K.J.KIM S.H.PARK J.W.HONG J.U.LEE  
 \*KAERI \*\*\*\*\*Dep. of Elect.Engin.Kwang Woon Univ.

**ABSTRACT**

Investigation has been carried out on the characteristics of thermally stimulated current for PVDF (Polyvinylidene flouride) film, using Data Acquisition system, in the temperature range from -100[ °C] to 20[ °C]. The peaks observed, two of the distinguished peaks such as  $\delta$ ,  $\gamma$ , each of which appeared at -39[ °C] and -15[ °C] respectively. Their peaks exhibited by the depolarization in amorphous region. It proposed new numerical method for analysis of TSC spectra.

I. 서론  
 전자사이가 공유결합을 기본으로 하여 선상 또는 방상으로 결합되어 있는 고분자재료는 기계적성질과 전기절연특성도 매우 우수한 것으로 알려져 있으나 최근 전력수요의 급증으로 송전전압이 상승되므로 이에 따른 전력 케이블이나 주변기기의 절연항상을 위하여 적합한 재료개발에 힘써야 하리라 본다. 그러나 절연재료중에는 이온, 쌍극자, 정공 및 전자등과 같이 하전입자가 존재하게 되는데 이들이 전기전도에 기여하여 절연특성을 저하시키거나 절연파괴에 영향을 미치는 것으로 보고 되어 있다. [1,2] 따라서 절연특성을 개선하기 위하여는 이들 하전입자들의 거동을 파악하는 것은 매우 중요한데 [3,4] 과거에는 이들의 거동을 살피는 데는 유전 및 점탄성특성을 많이 이용 하였으나 근래에는 열자극전류를 측정하여 하전입자의 완화시간, 활성화 에너지 및 트랩깊이 등을 초기상승법,

승은속도법, 전전적법 및 curve fitting법을 이용하여 계산하고 있다. 특히 curve fitting법은 1967년 Cowell [5] 등이 처음으로 열자극전류에 도입한 방법으로 여러가지 물리량을 비교적 신속 정확하게 구할수 있는 우수한 방법으로 단일완화인 경우는 열자극전류의 피크  $I_m$ 과  $T_m$ 이 정확하므로 수치계산이 용이하나 실제적으로 고분자물질의 열자극전류는 대부분 복합완화특성으로 나타나므로 정확한  $I_m$ 과  $T_m$ 을 결정하기가 대단히 곤란하다. 또 TSC식 중에서 적분항  $\int_{T_0}^T \exp(-H/KT) dT'$  에 대한 계산방법은 최근 국내에서 Romberg적분법을 이용하여 TSC기현에 관계 없는 수치계산법을 제안 [6], PVDF필름에 적용하여 그 성질을 규명하였다. 본연구에서는 수작업에서 발생할수 있는 오차를 최대한으로 줄이고 데이터 입력장치의 자동화를 꾀하기 위하여 Data Acquisition System을 이용하여 TSC발생현인에 구애받지 않고 복합완화특성도 정확하게 해석할수 있는 방법으로 제안된 새로운 수치해석법의 알고리즘을 적용하여 PVDF필름에서 얻은 각 peak의 기원과 물리적상수를 구하였다.

**II. 사용시료 및 측정장치**

II-1. 시료 및 측정장치  
 시료인 KF polymer는 두께 50[ $\mu$ m]인 2축 연신판 PVDF(Polyvinylidene Fluoride) 필름으로서 KUREHA chemical Co (JAPAN)에서 개발되었다. 전국으로는 Al foil을 부착하였으며 이 필름은 유전율이 다른 고분자에 비해 커서( $\epsilon_s=5-15$ ) 고분 본면서 재료로

많이 쓰이고 있다. 그림1.은 Data Acquisition System 블럭선도 이며 그림2.는 실험장치의 블럭선도이다. TSC측정장치는 TOYO SEIKI(JAPAN)사 제품으로 여기에는 액체질소를 사용하여 온도  $-200[^\circ\text{C}]$  ~  $300[^\circ\text{C}]$  까지 제어할수 있는 Oven과 Thermocontroller로 구성되어 있다. 미소 전류계는 Keithly 602(USA), 직류발생전압장치는 KIKUSEI Electronic Co :Model PAB(JAPAN) 그리고 컴퓨터는 16bit IBM PC를 사용하였다. 인터페이스 하기 위한 부품들은 LAB MASTER(USA)제품을 포함한 인터페이스 결합체를 사용하였다.

### II-2. 인터페이스

그림2.에서 걸선 핀것과 같이 Electrometer의 출력인 아나로그 신호는 인터페이스를 거치면서 디지털 신호로 변환된다. 인터페이스의 구성은 Operational Amplifier, Active Filter, Analog Multiplexer, Sample and Hold 회로 및 A/D변환기[7]로 되어 있는데 Electrometer의 출력 1[V] 미만신호인 TSC Spectra는 A/D변환을 위하여 Operational Amplifier로 0-5[V]정도로 증폭한다. 이때 Reference 전압값에 의해 증폭된 S/N비 신호값에 포함된 잡음은 Low Pass Active Filter를 사용 제거하였다. 각기 다른 아나로그 채널들 사이에서 A/D변환기를 시간분할로 연결해주는 멀티플렉서는 출력선에 연결이 되어 있는 병렬 전자적 스위치의 배열로 2진 입력값을 디코더 하고 점유되는 스위치를 "on"시키기 위한 디코더 드라이브를 함유하게 된다. "Sample and Hold"회로는 A/D변환을 해주기 위한 빈 시간(aperature time)을 축소 시키고 아나로그 정보를 저장하는 역할을 해주며, 이 회로를 거치고난 아나로그 신호값은 A/D변환기에 의해 변환이 이루어져 timer pulse의 계수에 따라 인터럽트가 이루어져 sampling이 되어진다.

### III. 실험결과

그림3.은 두께  $50[\mu\text{m}]$  PVDF필름에 전압 25-250[V]를 형성온도  $60[^\circ\text{C}]$ 에서 600[sec]간 인가하여 제작된 Electret로부터 실온 이하에서 승온속도  $5[^\circ\text{C}/\text{min}]$ 으로 관찰된 TSC곡선들이다. 여기서 얻은

TSC곡선은  $-39[^\circ\text{C}]$ 에서  $\delta$  peak와  $-15[^\circ\text{C}]$ 부근에서  $\gamma$  peak를 각각 얻었는데 이들 두 peak의 최대값이 나타나는 온도  $T_m$ 은 형성전계에 의존하지 않고 일정하였다. <sup>참고</sup>들은 PVDF의 TSC 및 점탄성에 관하여 연구[8]하였는데  $72[^\circ\text{C}]$ 에서 형성된 일렉트레트로 부터  $-35[^\circ\text{C}]$ 와  $-13[^\circ\text{C}]$ 에서 각각의 peak를 얻었는데, 이들 peak는 비정질 영역에 존재하는 쌍극자의 탈분극에 의해 나타나며 점탄성의 경우에서도  $-35[^\circ\text{C}]$ 에서 peak를 얻었는데 이 peak의 기원은 유리전이온도부근에서 주쇄의 진동으로 나타나는 것으로 보고하고 있다. 본연구에서 관찰한  $\delta, \gamma$  peak의 기원은 형성온도, 형성전계 및 형성시간으로 부터 쌍극자의 탈분극으로 나타나는 것임을 추리할수 있으며 여러 연구자들의 연구결과와도 잘일치 하는 것을 확인하였다.

### IV. 결론

두께  $50[\mu\text{m}]$ 의 PVDF필름을 실온이하에서 TSC스펙트라를 관찰한 결과

- 1)  $\delta, \gamma$  peak의 기원은 쌍극자의 탈분극에 의해 나타났다.
- 2) 열자극전류 해석을 위한 curve fitting법의 새로운 알고리즘을 제안하였다.
- 3) 새로 제안된 curve fitting법으로  $\delta, \gamma$  peak의 물리적계정수를 쉽게 얻을수 있었다.

### References

1. A.C. Lilly and J.R. McDowell; High-Field Conduction in Film of Mylar and Teflon, J. APPL. Phys. 39, 1, pp. 141-147 (1968)
2. A. Bradwell et al; Proc. Inst. Elect. Engrs. 118, 247 (1971)
3. Y. Oka and N. Koizumi, "Effects of Impurity Ions on Electrical Properties of Poly(vinylidene Fluoride)", Polym. J., Vol. 14, pp. 869 (1962)
4. Y. Masayuki et al., "Electrical Conduction of Poly(vinylidene Fluoride)", JIEE, Vol. 96, pp. 479 (1976)
5. T.A.T. Cowell and J. Woods, "The evaluation of Thermally stimulated Current Curves", Brit. J.

Appl. Phys. ,Vol.18,pp.1045(1967)

6. 김 봉 록 외 ; " PVDF 필름에서의 새로운 curve fitting법에 의한 TSC특성의 수치해석 ", 전기.전자공학 학술대회 논문집(I), PP.236(1987)

7.G.Spitharan ; "Micro Computer-Based Synchronous Multichannel Data Acquisition System",IEEE TRAN S Industrial Electronics,Vol.IE-31,No4,pp289-29

1

8. 高松 et al; PVDF Electret の 脱分極電流의 分子運動, 理化学 研究報告 ,45,3,pp.49-54(1969)

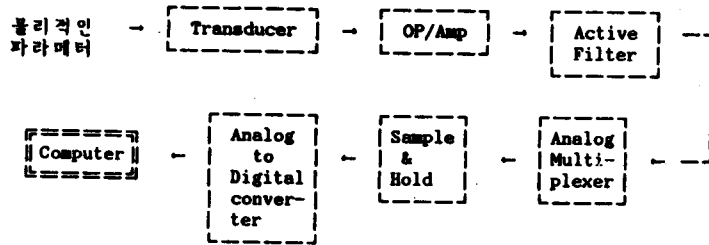


그림 1. 일반적인 Data Acquisition system의 블럭선도

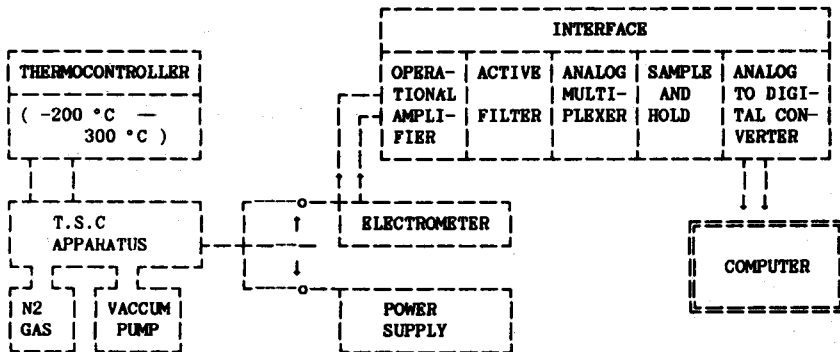


그림 2. PC를 이용한 열자극전류 실험장치의 블럭선도

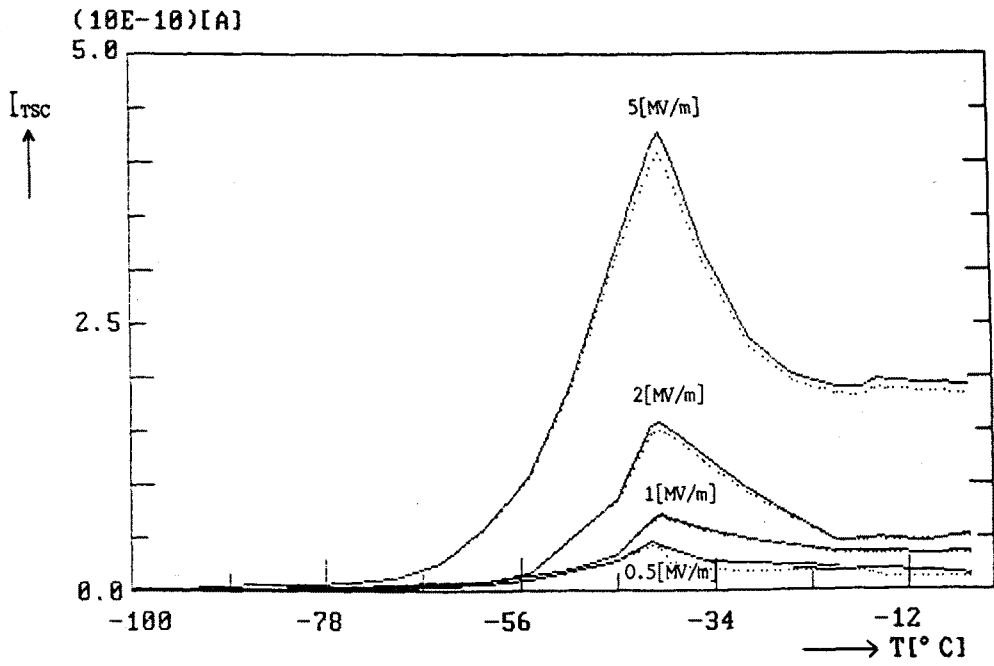


그림 3. PVDF필름에서의 실험치(실선)와 이론치(점선)와의 관계곡선