

온도구배 열자극 측정에 의한 Trap Carrier의 극성판정
 Determination of Polarity in Trap Carrier by Temperature
 Gradient Thermally Stimulated Measurement

권 영수 *	동아대학교 전기공학과
강 도일	홍익대학교 전기제어공학과
국 상훈	조선대학교 전기공학과
Young-Soo Kwon	Dong A University
Dou-Yol Kang	Hong Ik University
Sang-Hoon Kook	Cho Sun University

Abstract

A Thermally stimulated measurement using a temperature gradient has been applied to the study of charged particles and their polarity in polymer. Our experimental results on a cross-linked polyethylene (XLPE) film can be obtained, observing the TSC peaks of the trapped carriers in C peak determined negative polarity that is electron.

1. 서 론

절연체 중에는 여러종류의 하전입자가 존재하여 재료의 절연성능 및 전기전도 특성에 커다란 영향을 미치고 있다. 이러한 전하를 크게 나누면, 절연체 중에서 공간전하전계를 형성하는 것과 형성하지 않는 것으로 나눌 수가 있다. 공간전하전계를 형성하는 것으로서 대표적인 것으로는 고전계 인가와 함께 전극으로부터 주입 Trap 되는 전자 혹은 정공이 있다.

또한, 전계에 의해서 시료내를 이동하는 이온 Carrier도 좋은 예이다. 한편 공간 전하전계를 형성하지 않는 것으로서는 쌍극자가 있지만 X선 및 r선 등에 의해서 Trap 여기된 Carrier도 주입전하가 아니므로 일반적으로 공간전하전계를 형성하지 않는 것으로 구분하고 있다.

이와 같이 절연체중에 존재하는 하전입자를 식별, 판별 하기도 하며, Trap의 성질에 대한 정보를 얻어내는 것은 재료의 성능 향상 등에 매우 중요하므로 여러방향의 측정 수단에 의해 연구되고 있다.

최근 유전체 재료 물성 연구 및 절연체 중의 하전입자의 연구에 열자극 측정이 이용되고 있으며 많은 연구성과가 보고 되고 있다.¹⁾

열자극 측정에서는 시료내의 온도를 균일하게 유지하여 승온하지만 승온속도 및 시료의 두께 등에 의해서 균일한 온도를 유지하는 것이 곤란하여 정확한 측정결과를 얻을 수 없게 될 수도 있다.

종래의 열자극 측정의 경우에는 시료내의 온도를 균일하게 유지하기 때문에 해석은 간단하며 측정 결과 또한 단순하게 되지만, 시료내의 온도를 균일하게 하지 않고 임의의 온도분포(예를 들면 온도구배)를 설정할 수 있다면 지금까지의 열자극 측정법에서는 얻을 수 없었던 여러가지의 정보 즉, 공간전하분포 및 Carrier의 극성이 명확하게 밝혀질 가능성이 있다.

반도체 및 유기반도체의 경우에는 시료내에 온도구배를 주는 방법에 의해서 다수 Carrier의 극성을 제백효과로서 이미 판별하고 있다.²⁾

온도구배열자극 측정은 시료내에 국부적으로 서로 다른 정보를 얻는데 유리할 것으로 생각된다.

이와 같이 공간 정보를 얻을 수 있으며 전기기 기절연 (예를 들면 Cable 절연) 등 두꺼운 시료의 측정을 가능하게 하는 목적으로서 온도구배열자극 측정을 계획하여 실험을 하였다.

본 논문에서는 가교 폴리머필름(XLPE) film을 이용하여 Trap Carrier의 극성 판정에 이 방법을 적용하여 얻어진 결과를 보고한다.

2. 온도 구배 열자극 측정법^{3,4)}

현재 널리 이용되고 있는 열자극 측정에서는 polymer film 등을 시료로 사용하는 경우 두께가 수십 μm 정도가 주로 사용되며, 승온속도는 1분당 수십도에서 수도까지의 범위에서 측정되어 지고 있다. 이와 같은 경우에는 시료 내의 온도는 1°C 이내의 균일성이 유지되지만, 현실적으로 전기기기의 절연의 진단 경우에는 수mm 이상의 두꺼운 시료를 취급하지 않으면 안된다. 이 경우 재료로서 사용 되어지고 있는 polymer 등의 열전도율은 대단히 작기 때문에 시료내의 온도를 균일하게 유지하여 승온 시키는 것이 매우 곤란하게 된다. 따라서 지금까지 이와

같은 두꺼운 시료의 열자극 측정은 거의 보고되지 않고 있는 실정이다. 시료내의 온도의 불균일성을 일부러 피할 필요없이 온도구배를 제공하는 온도구배 열자극 측정의 방법은 두꺼운 시료의 열자극 측정에는 우리가 없는 유효한 측정법이 될 것으로 생각된다. 또한 시료에 온도구배를 제공하는 것은 공간적인 정보를 얻는데 대단히 유용하다. 예를 들면, 이온 공간전하 분극의 경우에 Carrier의 전중이 정(+), 부(-)의 어느 전극면에서 발생하고 있는가? 하는 것이 본 방법의 의해서 간단히 판정 될 수 있다. 한편, Trap Carrier가 전자성인가, 정공성인가 하는 문제는 여러방향으로 논의되고 있지만 유전체의 경우에는 반도체 예시와 같이 Hall효과가 관측되지 않기 때문에 전자성, 정공성을 구별한다는 것이 간단하지는 않다. 그러나 본 온도구배 열자극 측정법을 이용하면 공간적인 정보로서 전자 혹은 정공의 구별이 가능할 것으로 생각된다. 유전체내의 공간전하전계의 측정도 매우 중요한 것으로 음압pulse를 이용한 압축법⁵⁾, 전자빔법⁶⁾, 열pulse법⁷⁾ 등이 보고되어 있다. 이와 같이 절연기술 면에서의 주된 Trap 전하의 공간전하 분포의 측정도 온도구배 열자극 측정법에 의해 응용되어 지고 있다.⁸⁾

3. 측정 장치 및 시료

그림1은 측정장치의 개략도로서 시료의 온도제어 부분을 제외하면 다른 부분은 종래의 열자극 측정법과 같은 원리이다. V_b 와 V_c 는 Bias 전압과 Collecting 전압으로 이 장치는 전류계 A로서 열자극 전류(TSC)를 측정하며, 표면 전위계로서 개외로 일때의 시료 상부전극에 발생하는 열자극 표면전위(TSSP)를 측정한다. 시료에

온도구배를 주기 위해서는 시료 양면으로부터 온도제어를 할 필요가 있다. 종래의 열저항 측정에서는 시료의 일부분에 Heater와 액체 질소로서 온도제어를 하였지만 본 장치에서는 온도구배를 만들기 위하여 상부 전극측을 적외선전열 lamp (lamp 용량 250W)를 사용하여 가열하였으며 하부전극측은 종래와 같이 Heater와 액체 질소로서 온도를 제어하였다.

그림 2에 본 실험장치를 이용하여 두께 0.3mm의 XLPE에 대한 온도 특성을 나타내었다. T1이 시료의 윗 부분의 온도이며, T2가 시료의 밑 부분의 온도이다. 하부 전극측의 온도 제어만을 사용하던 종래의 관습상의 경우에는 온도가 T1=T2로 유지되었지만 상부전극측의 온도제어도 사용하여야 하는 온도구배 승온의 경우에는 시료의 두께방향으로 약 25°C의 온도구배가 만들어져 있는 것을 알 수 있다. T1 및 T2의 온도측정은 시료 양면의 Al증착전극에 접속한 Cu판에 열전대를 붙여 측정하였다. 또한, 온도제어는 그림 3에 나타난 것처럼 처음에는 T1=T2로 하여 시료를 Bias처리 하였으며, 그 후 급변하여 T1>T2로 시료에 온도구배를 만들어 일정한 속도로 온도를 상승시키면서 실험을 하였다. 실험에 사용한 시료는 두께 0.3mm의 가교 폴리에틸렌 (XLPE) film으로서 film의 표면을 적외선전열로서 깨끗이 청소한 후 10⁻⁶Torr의 진공중에서 Al전극을 시료의 양면에 8cm²의 면적으로 증착하였다.

4. 실험 결과 및 검토

실험은 먼저 XLPE 중이 포함되어 있는 하전인자를 식별하기 위해 종래의 TSC 및 전기적 특성을 측정하였다. 그 후 온도구배가 있는 경우와 없는 경우의 TSP를 측정하여 시료중에 포함되어 있는 하전인자의 특성을 판별하였다.

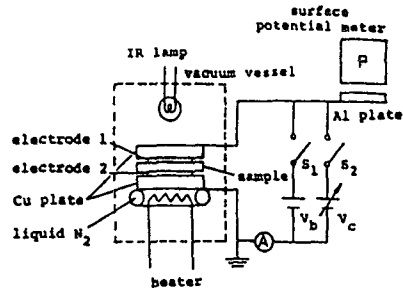


그림 1. 온도구배 열저항법의 측정장치

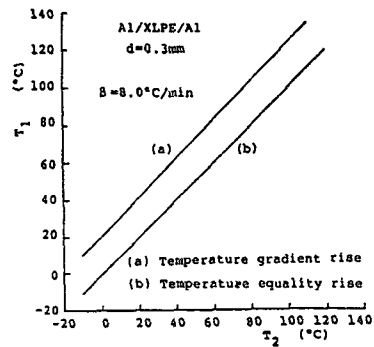


그림 2. XLPE 시료의 온도구배 특성

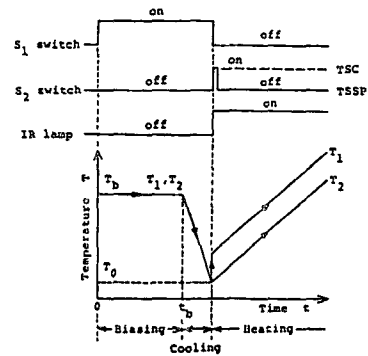


그림 3. 온도제어와 측정수순

온도 -150°C 에서 100°C 까지의 TSC spectrum을 그림 4에 나타내었다. 그림 4에서 알 수 있듯이 A, B, C, D 4개의 TSC peak가 관측되었다. 본 논문에서는 이들 peak중 C peak에 대해서 측정 및 검토를 하였다. A, B, D peak에 대해서는 다음 기회에 보고하겠다. 그림 5는 Collecting 전압을 인가하여 TSC를 측정한 결과이다. 그림 5에 의하면 T_b 를 80°C 로 하였을 때는 TSC가 반전되지 않고 비직선적으로 변화하고 있지만, T_b 가 40°C 의 경우와 20°C 의 경우는 TSC의 극성이 반전하여 변화하고 있음을 알 수 있다. 이와 같은 Collecting 특성의 반전은 Trap 전하에 의한 peak가 가지는 특징적 현상이다.^(9,10) 이와 같이 c peak의 원인이 Trap Carrier에 기인한다는 사실은 TSC의 Bias 온도, Bias 시간, Bias 전압의 관계를 측정한 결과 알 수가 있었으며 TSSP의 Collecting 특성에서도 C peak의 원인이 Trap Carrier인 것으로 확인되었다.⁽¹⁰⁾ 한편, 그림 4에서도 알 수 있듯이 C 및 D peak의 온도 구별이 확실하지 않으므로 Thermal sampling법과 Initial rise법을 이용하여 C 및 D peak의 구별을 하였다. 그 결과 그림 4의 TSC의 spectrum 가운데 Trap성의 C peak와 고온 영역에서 C peak와 중첩되어 Ion성의 D peak가 나타나는 것으로 생각하였다.⁽¹⁰⁾ Trap Carrier가 전자성인가 정공성인가의 극성 판정을 하기 위하여 먼저 D peak의 영향을 받지 않는 다음과 같은 조건에서 측정을 하였다. Bias 전압은 시료에 Carrier의 주입이 충분하다고 생각되는 고전계를 인가하였으며, Bias 온도는 그림 5의 Collecting 특성에서 반전이 되는 Bias 온도(40°C)로 하였다. Bias 시간 역시 Carrier의 주입이 충분하도록(10분) 하였으며, 급냉후 시료를

단락하여 승온을 개시하는 온도는 C peak가 시작되는 온도($10 - 20^{\circ}\text{C}$)로 하여서 C peak에 대한 온도구배 TSSP를 측정 하였다(그림 6).

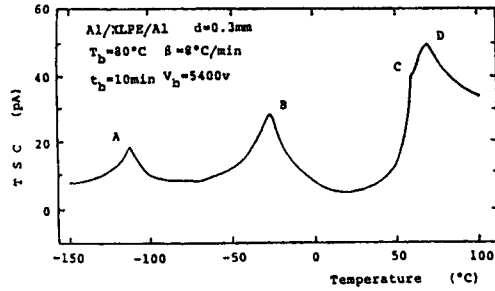


그림 4. 시료의 열자격전류

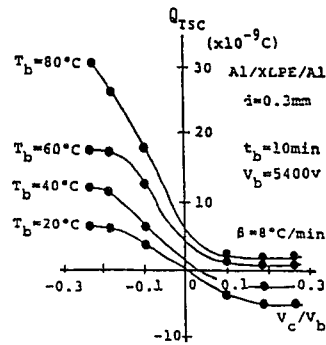


그림 5. TSC의 collecting 전압 특성

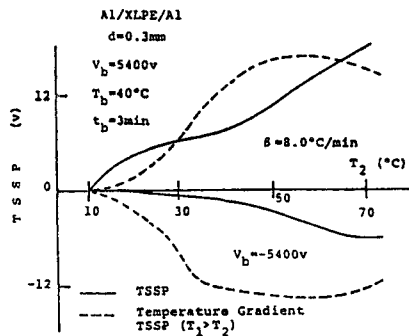


그림 6. 온도구배가 있는 경우와 없는 경우의 TSSP

그림6에서 파선으로 표시한 것이 온도구배 TSSP의 결과이지만, Bias전압의 극성에 관계없이 전위 변화는 온도구배 TSSP가 보통의 TSSP에 대하여 10°C의 단락 직후에서는 부(-)의 전위 방향으로 변화하고 있다. 이와 같은 특성은 Trap Carrier의 극성이 부(-) 즉, 전자성이라는 것을 나타낸 것으로 다음과 같이 정성적으로 설명할 수가 있다¹⁰⁾ 외부로부터 시료에 전기를 인가하여 접연체어 전하를 주입한 후 저온에서 전하를 동결하여 양전극을 단락하면, Trap된 전자 혹은 정공에 의한 공간전위가 그림7과 같이 시료내에 형성되게 된다. 이와 같은 Trap 전하를 없애서 해방시키면 해방된 Carrier의 수송은 Trap 전하를 형성한 전계에 의해서 이루어 진다고 보며, Zero field plane x^* 를 경계로 하여 반대 방향으로 이동하게 된다. 즉 그림 7에서 온도구배를 만들어서 승온하는 경우에 Carrier는 고온에서 빨리 여기됨으로 전극 1에서 x^* 사이의 Trap Carrier가 빨리 여기되어 전극 1의 방향으로 수송되어 버린다. 따라서 시료내에 온도구배가 있는 경우와 온도구배가 없는 경우의 전하의 여기상태는 서로 다르게 되므로 폐회로에서 전류측정 혹은 개회로에서의 전위측정을 하면 Carrier의 극성이 구별될 수 있게 되는 것이다. 만일, Trap Carrier가 정(+)이면 전위 발생 초기에 균등승온의 경우보다 온도구배 승온의 전위가 높게 될 것이며, 반대로 부(-)이면 전위가 낮게 될 것이다. 즉 (1) Trap Carrier는 열여기로서 수송되며, 여기된 Carrier는 빨리 전극에 도달하게 된다. (2) 열자극 표면전위(TSSP)의 발생 초기만을 생각하기 때문에 Trap 전하의 초기 분포는 변화하지 않는다는 조건

아래에서는 열자극 표면 전위 V_s 의 초기 변화 속도는 다음과 같이 표시된다.³⁾

$$\frac{dV_s}{dt} \approx \frac{1}{\epsilon} \left\{ \int_0^{x^*} \rho_0(x) e_n(x, T) dx - \int_{x^*}^d (d-x) \rho_0(x) e_n(x, T) dx \right\} \quad \text{---(1)}$$

여기서 x^* 는 Zero field plane의 위치, d 는 시료의 두께, $\rho_0(x)$ 는 초기 전하분포, ϵ 은 유전율, $e_n(x, T)$ 는 전하의 Trap시 여기속도를 나타내며, 단일 Trap이면 다음과 같이 된다.

$$e_n(x, T) = \nu \exp(-Ht/KT(x)) \quad \text{---(2)}$$

여기서 ν 는 Frequency factor, K 는 Boltzmann정수, Ht 는 Trap의 길이이다.

(2)식에서 알수 있듯이 시료내의 온도가 균일하면 $e_n(x, T) = e_n(T)$ 가 되어 위치에는 관계없이 되지만, 시료에 온도구배를 만들 경우에는 온도가 높은 부분의 $e_n(x, T)$ 는 큰 값을 갖게 된다. 따라서 그림7의 온도구배가 있는 경우의 dV_s/dt 와 온도구배가 없는 경우의 dV_s/dt 는 다음의 관계가 TSSP 발생 초기에 성립하게 된다.

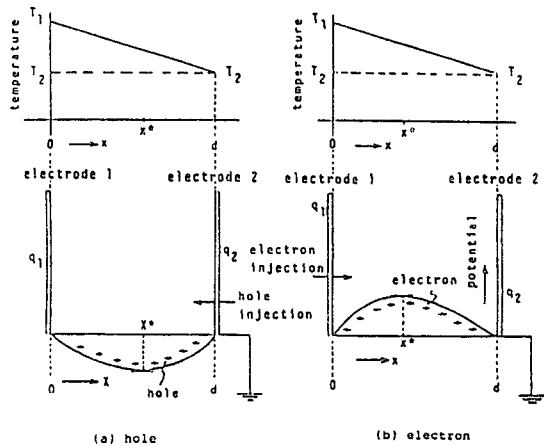


그림7. Trap carrier의 model과 시료내의 온도구배