

고체誘電體의 雙極子分極 緩和時間 測定에 의한 誘電特性的의 研究

A study on the dielectric properties by measurement of relaxation time of dipole polarization in solid dielectrics

박 중 순 *	목포해양전문대학
시 장 수	송원전문대학
김 병 인	송원전문대학
국 상 훈	조선대학교

Joong - Soon Park *	Mokpo merchant marine college
Jang - Soo Seo	Song won college
Byung - In Kim	Song won college
Sang - Hoon Kook	Cho sun university

[Abstract]

When relaxation time will be distributed, TSC observed in the experimental procedure was analysed by using a potential model having two equilibrium positions and equations of dielectric properties was derived.

Calculation of distribution was made by matrix method and compared/confirmed values obtained by TSC and alternating current which have a correspondence with each other.

In this measurement, distribution of activation energy and relaxation time was determined by TSC peak at around 147k/364 of which center is 10^{-4} sec/ 10^5 sec respectively at room temperature and also obtained dielectric loss factor at the range of 10^{-7} - 10^5 Hz.

It seems that low temperature peak is local dispersion and high temperature peak have a relation to dielectric transition of the material.

1. 서론

최근 electret 등 고분자의 誘電性을 이용한 素子の 연구가 진행되고 있는데 이 고분자의 誘電特性 연구에 熱刺激電流 (Thermally Stimulated Current: TSC)가 이용되고 있다. TSC法은 원래 單結晶중의 트랩(trap)의 깊이나 캐리어밀도의 측정 수단으로서 발달된 것이며^{1), 2)} Bucci는 이것을 절연체중의 雙極子 緩和時間 측정에 이용하였다.^{3), 4)} 固體의 誘電緩和現象에 대해서 從來에는 0.1 Hz 이상에서는 交流電流에 의해서 측정하고, 0.1 Hz 이하에서는 직류에 의한 吸收電流에 의해서 측정 하였다.

그러나 交流測定の 주파수 범위는 보통장치에서 數10 Hz ~ 數MHz이고 또 直流測定은 측정에 여러가지 오차를 함유하는 등 문제가 있다.^{5), 6)} TSC에 의하면 액체질소 온도에서 약 500K 까지의 온도 범위에서 다른 緩和機構의 脫分極電流 Peak가 나타나 完化기구의 연구에 이용되고 있는데 이 방법은 다른 방법에 비해서 보다 직접적이라고 생각된다. 그러나 종래의 TSC 해석은 單一緩和時間系의 경우이고 실제의 誘電體와 같이 雙極子 緩和時間이 分布되는 경우에는 적용되지 않는다^{7), 8)}고 생각된다.

본 연구의 목적은 雙極子의 緩和時間이 分布하는 경우의 TSC를 해석하여 完化시간의 분포를 측정하는 방법을 확립하고 또 TSC에서 誘電損失을 구하는 式을 導出 하는 데 있다.

2. 시료, 실험장치 및 측정방법

2-1. 시료

a. SiO₂ 박막

고주파 Sputtering에 의해서 만들어진 것으로 전극은 Al을 증착한 Al-SiO₂-Al의 MOS구조이고 막의 두께는 7500Å, 전구면적은 1mm²이다.

b. Polyethylene terephthalate (PETP) film

Lumirror S type (전기절연용)이고 terephthalic산과 ethylene Glycol 과의 축합 polyester를 중형방향으로 2축연신하여 필름을 가공한 것이며 두께는 16, 350μm이고 전극은 Al을 증착하였으며 적구면적은 2cm²이다.

2-2. 실험장치

시료는 스텐레스제 Bell Jar 내의 동판상에 놓여지며 동판하부에는 온도 조절용 직류 Heater와 액체 질소가 통과하며 온도는 동 - Constantan 열전대로 측정한다.

다. Bell Jar 내부는 누설전류나 시료의 열화방지를 위하여 10^{-4} torr 의 고진공으로 유지하며 그 측정 계통도를 그림1에 표시한다.

2-3. 측정방법

1) TSC의 측정 : 그림 2 참조

a) 통상의 TSC 측정

- 1) peak가 나타나는 온도보다 높은 온도에서 시료를 Short
- 2) bias 온도 T_b 에서 전계 E_b 를 인가
- 3) 액체질소를 통과시켜 급냉한다. 이때 인가전계는 그대로 둔다
- 4) 전계 제거후 일정비율로 승온하면서 TSC측정

b) Thermal Sampling (T.S)

활성화 에너지가 넓게 분포된 쌍극자군을 갖는 시료에서 일부분의 대단히 좁은 범위의 H만을 분리하는 방법

- 1) 고온측에서 short
- 2) 희망하는 TSC peak 온도 부근 T_b 에서 bias전계를 인가
- 3) 시료 양단을 short 한후 급냉
- 4) 승온하면서 전류 측정

c) Thermal Cleaning (T.C)

활성화 에너지가 다른 TSC가 중첩 되었을때 peak를 분리하는 수단으로 이것은 H가 작은것이 온도 상승시 먼저 탈분극이 일어나는 것을 이용한 것이다. 온도 상승과정에서 저온측 TSC 끝이 얻어지면 즉시 급냉시켜 재가열하는데 이것을 반복하면서 Initial rise method로 H를 구한다.

2) 흡수전류 측정

흡수전류 측정에 측정된 전류는 흡수전류와 누설전류가 중첩되어 있으므로 누설전류의 결정이 어렵고 통상 1분치, 3분치등 시간을 정하여 측정한다. PETP필름에 있어서 전계인가후 전류가 거의 일정하게 될때까지는 1분 - 1분30초이고 그후 2분후 값을 누설전류의 값으로 하였다.

3) 교류측정 : 유전체측 측정기를 사용했다.

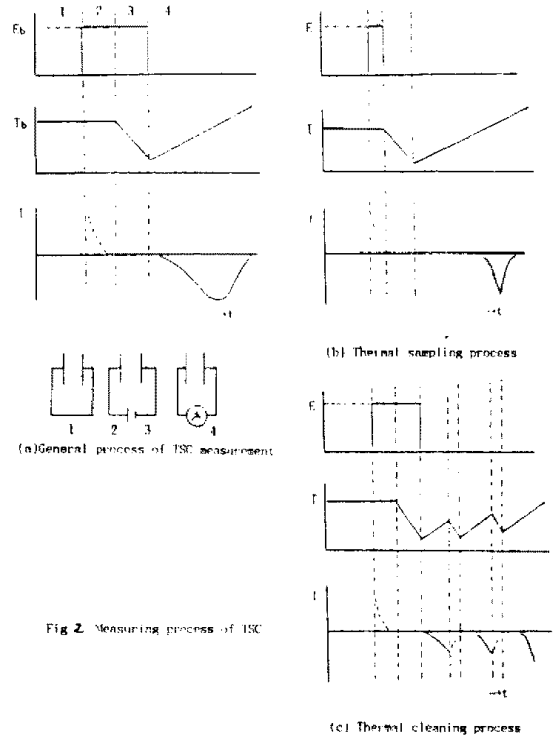


Fig 2. Measuring process of TSC

3. 실험결과 및 고찰

3-1. SiO₂의 TSC

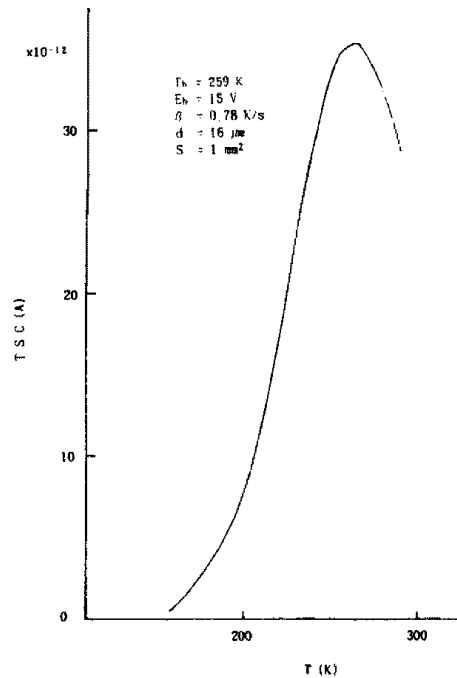


Fig 3 TSC of Sputtering SiO₂ (Low Temperature region)

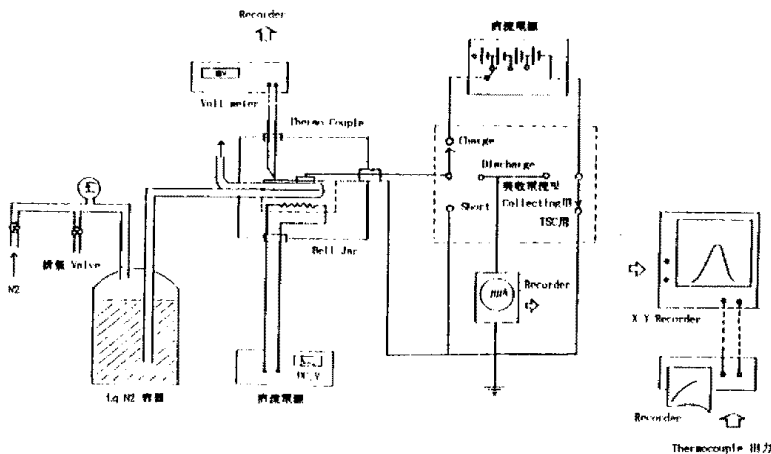


Fig 1 Schematic diagram of measuring equipment

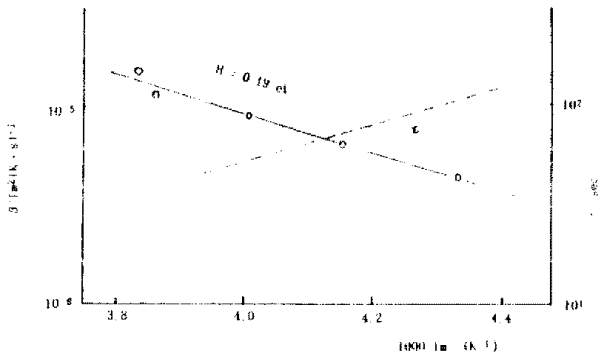


Fig 4. (β/α^2) vs $(1000/\alpha)$ at β parameter (heating rate method)

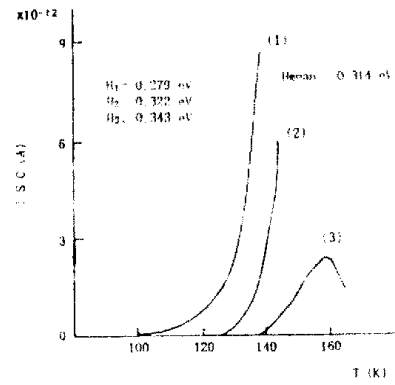


Fig 7. Thermal cleaning of peak A

3-2. PETP film 의 TSC

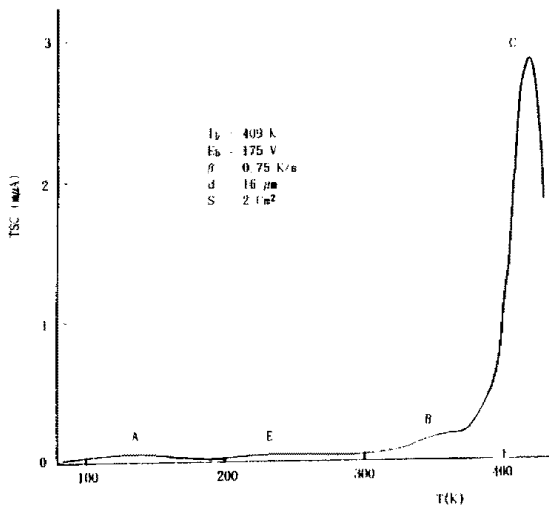


Fig 5. TSC of PETP

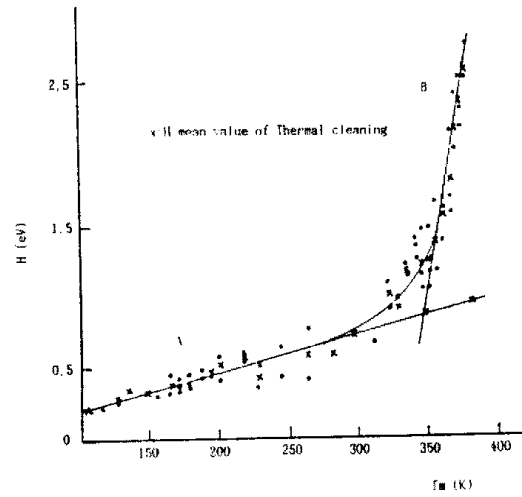


Fig 8. T_m and H of Thermal sampling peak

3-3. 주파수 인자 K의 활성화 에너지 H와의 관계

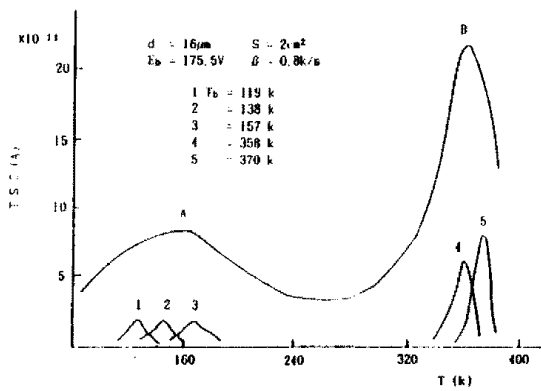


Fig 6. TSC and Thermal sampling peak of PETP

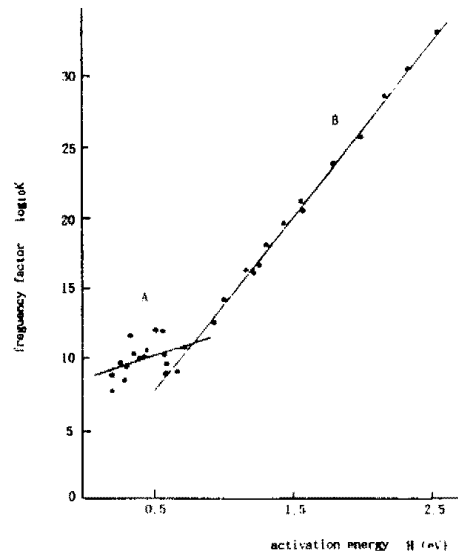


Fig 9. Characterization of activation energy and frequency factor

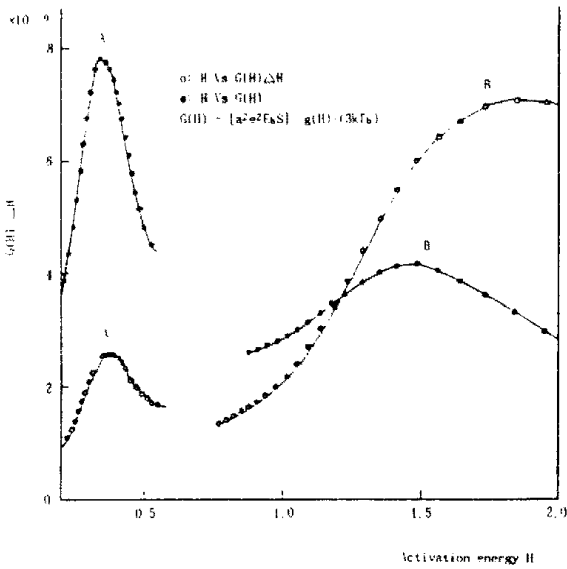


Fig 10 Activation energy H Vs G(H) Δ R and H Vs G(H)

4. 유전 특성

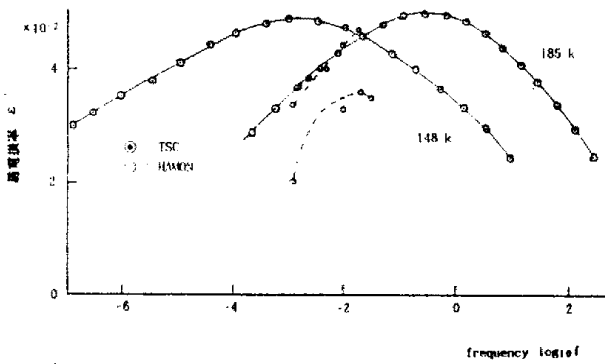


Fig 11 (a) dielectric loss factor of peak A

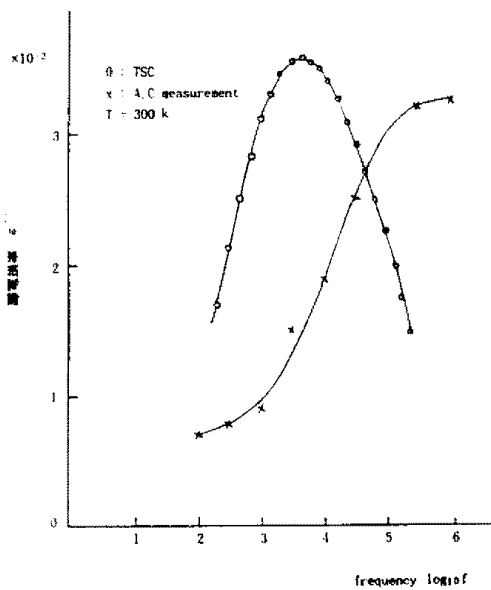


Fig 12 dielectric loss factor of A.C. measurement method and TSC method of peak B

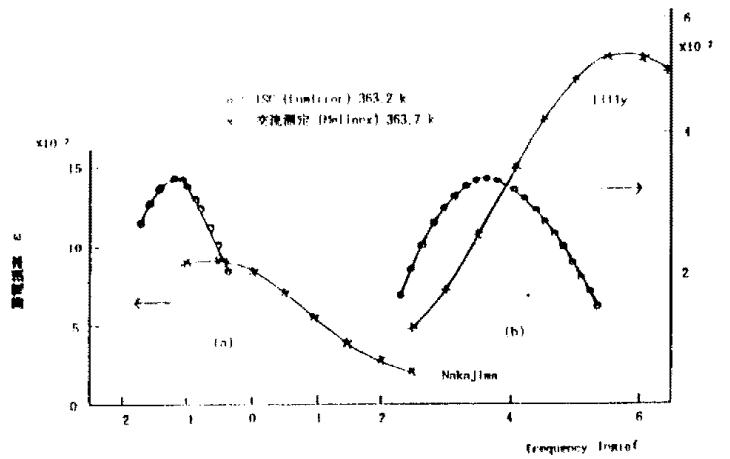


Fig 13 Comparison of A.C. measurement with TSC measurement for peak B

5. 결론

쌍극자 분극이 완화시간분포를 갖는 경우 TSC에 대하여 2평형점 Model에 의한 해석을 하고 유전율을 구하는 식을 도출하였다. 그 결과를 요약하면 다음과 같다.

1. 유전율의 값은 종래의 흡수전류 측정법과 교류전류 측정법에서 얻어진 것과 잘 일치하였다.
2. TSC에서 쌍극자 분극의 완화시간 분포와 활성화 에너지를 구할 수 있었다.
3. TSC 측정에서 분극의 완화시간분포를 구하는 관계식을 얻었다.
4. TSC법으로 시료중에 들어있는 여러가지 완화현상을 쉽게 구별하여 하나하나 끌어내어 측정하는 것이 가능하였다.
5. 저온측 peak는 국소분산에 의한 것이고, 고온측 peak는 물질의 유전전이에 관계가 있다고 생각된다.

실용물질에는 다소의 차이는 있지만 완화시간이 분포되어 있다고 생각되며 본 연구에서 얻어진 결과는 분포계에 확실할 수 있으며 재료의 물성 연구에 유용하다고 생각된다.

<參考文獻>

1. R.H.Bube : J. Chem. phys. 23, 15(1955)
2. R.H.Bube, L.D.Miller : J. Appl. phys. 37, 21(1966)
3. C.Bucci, R.Fieshi : phys. Rev.Letters 12, 16(1964)
4. C.Bucci, R.Fieshi : phys. Rev. VD, Vol.148, 816(1966)
5. T.Hino : Japan J. Appl. phys. 11, 1573(1972)
6. T.Hino, K.Suzuki, K.Yamashita : Japan J. Appl. phys 12 (1973)
7. 日野 : 電學誌 93-A, 99(1973)
8. 日野, 鈴木 : 電學誌 93-A, 449(1973)