

전자선 조사된 예폭시 수지의 절연파괴 특성

홍 능표^{*}, 조 둔천, 박 흥규^{**}, 소 병문, 김 영곤^{***}, 홍 진웅

광운대학교 전기공학과

* : 서울산업대학교 전기공학과

** : 삼성전자 마이크로 사업부 전력전자팀

*** : 삼성중공업 중앙연구소

The Characteristics of Dielectric Breakdown for Epoxy Resin irradiated Electron Beam

NungPyo HONG^{*}, DonChan CHO, Heung Kyu PARK^{**},ByungMun SO, WangKon KIM^{***}, JinWoong HONG

Dept. of Electrical Engineering, KwangWoon University

*: Dept. of Electrical Engineering, National Seoul Polytechnic University

**: Power Electronics, Micro Division, SamSung Electronics Co.

*** : SamSung Heavy Industries Co. Ltd., DaeDuk R&D Center

Abstract

In this paper, the electron beam with 1[Mrad], 2[Mrad], 4[Mrad], 8[Mrad] and 24[Mrad] is irradiated for specimen experiments on physical properties which is investigated by FTIR, and dielectric breakdown among the electrical characteristics of specimen are carried out. For the dielectric breakdown experiment, external 60 [Hz] AC voltage is applied to specimen with the rising voltage of 3[kV/cm] until dielectric breakdown occurred. We made a breakdown experiment under the temperature condition of 50 [°C], 100[°C], 150[°C] in the silicone oils of dynamic viscosity of 100[cSt].

1. 서 론

예폭시 수지는 성형이 용이하며, 우수한 접착성을 갖고 균형을 취하는 성능을 갖고 있기 때문에 복합재료용 매트릭스로 중요한 소재가 되고 있다. 최근에는 내열성을 향상시키기 위해 가교밀도의 증가와 내열결격의 도입을 주로 한 연구가 진행되고 있다. 본 논문에서 지금까지 보고 되어진 예폭시 경화시의 여러 외적인 조건 변화(예: 1차, 2차 경화온도의 온도 및 시간변화), 예폭시와 경화제 및 총진제의 조성비 변화만으로 예폭시의 특성을 연구하지 않고, 최근들이 난연성 전선등 고분자 개발에 많이 이용되고 있는 전자선을 사용하여 전자선 조사량에 따른 여러 전기적 특성들을 연구 보고하고자 한다. 원시료에 대한 연구 보고 뿐만 아니라 전자선 조사량이 다른 예폭시 시료에 미해 온도 변화(30[°C] ~150[°C])에 따른 교류 절연파괴 실험을 통해 전자선 조사가 예폭시 수지 조직에 미치는 영향 등을 관찰하였으며, FTIR을 이용하여 시료의 물성분석을 보고한다.

2. 사용시료 및 실험방법

(1) 사용 시료

수지 재료는 금속이나 세라믹 등을 사용한 공기밀폐 물당과 비교해 단가가 낮아 예폭시 수지가 반도체의 물당재료로 정착되어 최근에 와서는 거의 대부분 사용되고 있다. 특히 본 실험에서는 ME-269T

(NIPPON PELNOX Co.) 예폭시 수지를 사용하였고,

경화제는 Pelcare HV-112T (NIPPON PELNOX Co.)
를 사용하였다시료의 물성은 표 1과 같으며, 제작된 시료는
전자선 가속 장치를 이용한 전자선 조사량에 따라
분류하였다.

Table 1. Physical properties of specimen

ITEM	Condition	Typical value
Specific gravity 25[°C]	1.84	1.76
Viscosity 25[°C]	40,000 [cps]	11,000 [cps]
Mixing ratio (parts by wt)	100	100
Mixed viscosity 25[°C]		16,000
Gel time (100[°C]140[°C]scale)		45 minutes
Pot life 25[°C]		8 hours

(2) 경화된 시료에 대한 전자선 조사

준비된 시료의 전자선 조사량 변화에 따른 전기적 특성을 조사하기 위해 전자선 가속장치로 전자선을 조사하였다. 전자선 조사량은 표 2의 조건으로 조사되었으며, 시료의 종류는 미조사된 시료를 포함하여 5가지로 제작하였다.

전자선 조사시 조사량은 크게 인가전류와 컨페아의 속도를 가지고 조절하는데, 본 실험에서는 전자선 가속기의 특성상 최소 5(mA), 7(m/min)에서 최대 20 (mA), 3.5(m/min)까지 인가전류와 컨페아속도로 전자선 조사량을 조절하였다.

Table 2. Electron beam irradiation condition
of specimen

NO.	인가전류[mA]	컨페아 속도[m/min]	조사량 [Mrad]
미 조 사			
# 1			
# 2	5	7	1
# 3	10	7	2
# 4	10	3.5	4
# 5	20	3.5	8
# 6	20	3.5 × 3회	24

(3) 실험 장치

시료의 전자선 조사에 따른 전기적 특성을 조사하기 위해 절연피과 특성을 실험하였으며, 측정장치의 구성은 그림 1과 같다.

한편, 측정용 전극장지는 연구실에서 자체 제작하였고, 전극의 구성과 크기는 그림 2와 같다.

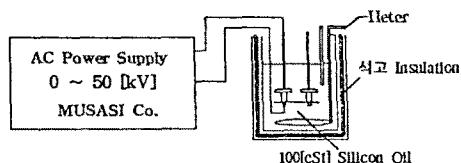


Fig. 1. Block diagram of measurement device

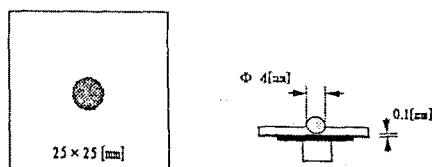


Fig. 2 Geometry of electrode and specimen

3. 측정방법

(1) 시료의 물성

FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)을 이용하여 시료의 물성을 조사하였으며, 실험에서 측정 시료는 5×5 [mm], 0.6 [mm]의 두께로 가공한 후 측정하였다. NICOLET Magna-IR Spectrometer 550 (U.S.A) FTIR 장비를 사용하였으며, 측정범위 4000 ~ 400 [cm^{-1}] 사이에서 적외선 흡수 밴드를 측정하였다.

(2) 절연피과 특성

전자선 조사된 시료의 전자선 조사량에 따른 절연피과 전압을 측정하기 위해 시료에 도전성 Cu 전극을 부착한 후, 실험실에서 제작한 절연피과 장치 안에 시료를 장착하고, 전원 공급장치로부터 60[Hz] 교류 인가 전압을 승압속도 3[kV/sec]로 절연피과가 일어날 때까지 승압하였다. 한편 승압속도를 일정하게 유지하기 위해 별도의 재이장치를 자체 제작하여 실험에 사용하였다.

측정온도는 50[°C], 100[°C], 150[°C]의 온도조건에서 실험하였고, 시료를 통해 정확한 절연피과를 유도하기 위한 전극부의 절연제로 동점도 100[cSt]의 실리콘유 바에서 일정시간 경과 후, 전압을 인가하였다.

4. 검토 및 고찰

(1) 시료의 물성 연구

에폭시 수지는 분자내 활성화 에폭시기를 갖는 Playpolymer로 각종 경화제를 혼기하여 경화시키기 필요한 분야에 적용하고, 우수한 성능을 갖는 재료로 사용되고 있다. 에폭시 수지는 구조에 따라 반응성, 점도 및 물리적, 화학적, 전기적 성질이 달라진다. 시료의 물성을 조사하기 위해 FTIR을 이용하여 적외선 흡수 스펙트럼(Infrared Absorption Spectra)을 조사하였다.

한편, IR Spectrum에서는 분자량에 따라 흡수 피크가 크게 달라 질 수 있는데, 실험에 사용된 시료의 IR Spectrum은 그림 3에 나타내었으며, 피수 1630 ~ 1580 [cm^{-1}] 벤드의 벤젠현을 표준으로 하고 있다.

그림에서 피수 1730 ~ 1705 [cm^{-1}] 범위에서 예상한 피크가 나타나는데, 이것은 carbonyl기 (CO_\equiv)의 기여로 전기적 특성에 큰 영향을 미친다.

일반적으로 이 범위의 피크는 열 또는 자외선에 의한 산화가 진행됨으로 인해 각종 CO_\equiv 기가 증가하는 것으로 보고되어 있는데, 전자선 조사의 경우에서는 전자선 조사량이 증가함에 따라 오히려 감소되는 것을 확인할 수 있다.

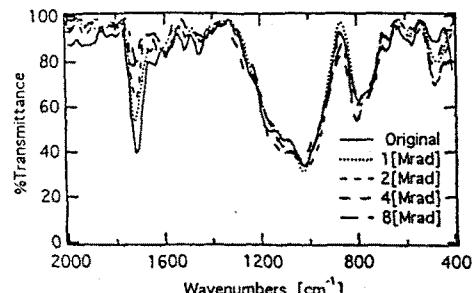


Fig. 3 IR absorbtion band of specimen

(2) 절연피과 특성

그림 4, 5, 6은 에폭시 수지의 전자선 조사량 변화에 따른 전기 절연피과 강도를 나타내고 있다. 절연피과 특성은 온도 조건은 50[°C], 100[°C], 150[°C]의 절연피과 강도를 도시한 것이다.

그림 4는 온도 50[°C]의 전기 절연피과 특성을 나타내는데, 미조사된 시료의 절연피과 강도는 115 [kV/cm]정도 되지만, 전자선 조사량이 8[Mrad]로 증가되면 절연피과 강도는 절반정도인 63 [kV/cm]로 낮아짐을 알 수 있다.

이 결과는 전자선 조사로 인하여 분자체가 풀어져 결경이 해체되며, 조사량의 증가로 전자 Trap 등이 증가함으로 인해 절연피과강도 F_o 가 감소하는 것으로 사료된다.

이것은 IR 흡수 밴드에서 확인할 수 있듯이 전자선 조사된 시료의 경우에 결경이 증가되기 때문으로 사료된다.

그러나, 전자선 조사량이 24[Mrad]로 커지면 절연피과 강도는 증가된다.

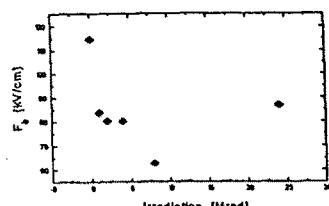


Fig. 4. Breakdown Characteristics of specimen at 50[°C]

그림 5에서 측정온도 100[°C] 때 전자선 조사량 증가시 2[Mrad] 까지는 절연파괴 강도가 감소되지만, 전자선 조사량이 2[Mrad] 이상이 되면 절연파괴 강도는 커진다. 시료의 측정온도가 100[°C] 정도 되면 일반적인 예폭시 수지의 경우 유리전이온도 부근이 되지만, 본 실험에 사용된 시료의 경우는 다른 일반적인 예폭시 수지에 비해 고온 저팽창 수지로 정제가 매우 우수한 것으로 되어 있다. 따라서 시료 내부에서 캐리어의 이동에 따른 Joule 열과 도전율이 정의 온도계수를 갖으므로 절연파괴 강도는 크게 낮아진다.

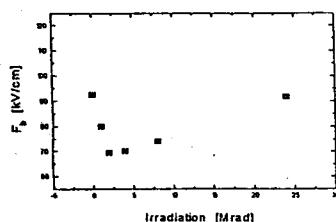


Fig. 5. Breakdown characteristics of specimen at 100[°C]

그림 6은 측정온도 150[°C] 때 절연파괴 특성으로 100[°C] 이하의 경향과 다르게 나타나는 것을 알 수 있다. 4[Mrad] 이하 조사된 시료에서는 80[kV/cm]에서 109[kV/cm]로 매우 급하게 증가되다가 조사량이 더욱 증가하면 파괴전압은 낮아지는 것을 확인할 수 있다. 그리고 일시료의 경우, 절연파괴 강도는 온도상승으로 인하여 크게 낮아지는데, 예폭시 수지는 일반 고분자보다는 열방출의 효율을 높이기 위해 충전제가 첨가되므로 측정온도가 150[°C] 정도 높아지면 절연파괴 강도는 낮아진다. 그러나 전자선 조사된 시료의 경우는 조사량이 증가하면 절연파괴 강도의 크기는 커지는 편인데, 이것은 전자선 조사시 화학변화도 발생하지만 시료내부에 결함도 증가되므로 인해 전자의 이동을 방해하여 평균자유행정 거리를 감소시키기 때문에 절연파괴 강도가 증가되는 것으로 시료된다.

그리고 이 영역에서는 $\Delta F_r / \Delta T \geq 0$ 이므로 전자선에 따른 파괴로 설명되며, 동시에 온도가 높으므로 반구 전극으로부터 전자주입이 용이해지기 때문에, 이 homoe성 공간전하를 쉽게 형성하여 파괴 전개를 원화 시켜 절연파괴 강도는 커진다.

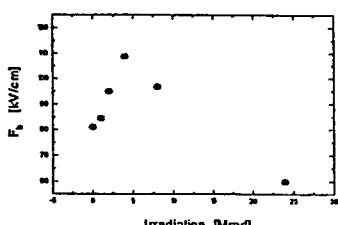


Fig. 6 Breakdown characteristics of specimen at 150[°C]

특히, 고분자에서 파괴강도 F_r 는 유리 전이 온도 부근에서 급격히 변화한다. 이외 같은 사실은 실험 결과에서 8[Mrad] 조사된 시료의 실험전 유리전이 온도는 139.4[°C] 정도 되지만, 실험후 시료의 유리전이온도를 측정하면 146[°C] 되는 것으로 알 수 있다. 이것은 다른 시료의 경우에는 감소되는데 비해 증가됨을 나타내지만, 측정온도가 유리전이온도보다 낮음으로 인해 자유체적과 주변의 재배열이 발생되어 절연파괴 강도는 낮아지는 것으로 시료된다.

5. 결 론

전력용 반도체 물당재료인 고온 저팽창 예폭시 수지를 시료로 선택하여 전자선 조사에 따른 전기적 특성을 조사하기 위해 물성실험과 절연파괴 특성 실험을 하였다.

FTIR을 이용한 IR 축수밴드를 통해 전기적 특성에 영향을 미치는 carbonyl기는 전자선 조사에 따라 감소되는 것을 확인하였다.

또한, 절연파괴 특성은 측정온도에 따라 크게 변화하는데, 이것은 전자선 조사로 유리전이 온도의 변화와 새로운 결정들이 재배열 되었기 때문으로 시료된다.

참 고 문 헌

1. G.P.Schmidt and J.P.Wiley, "A Statistical Model for Viscosity Changes During Epoxy Resin Cure", Proceedings of ANTEC'84, Society of plastics Engineering, p270~273, 1984
2. C.A.May et al., "Rheological and Chemical Overview of Thermoset Curing", chemorheology of Thermoset Polymers, Vol 227, ACS Symposium series, C.A. May, Ed., American Chemical Society, p1~24, 1983
3. D.D. Day, "Thermoset Process Cure Control for Utilizing Microdielectric Feedback", SAMPLE series, Vol33, Society for the Advancement of Material and Process Engineering, p594~602, 1988
4. 坂本良憲, "實務者のための電子線加工", 高分子刊行會, 京都, 1989
5. Juey H. Lai, Ph.d. "Polymers for Electronic Applications" CRC Press, p64~79, 1989