

## 이차이온질량분석기의 깊이 분포도를 이용한 동선의 열적 확산에 대한 연구

### Study of Thermal Diffusion in the Copper Wire Using SIMS Depth Profiling

박종진<sup>†</sup> · 홍태은\* · 조영진 · 서영일 · 문병선 · 박종찬 · 박혁규\*\* · 이정식\*\*\*  
Jong-Jin Park<sup>†</sup> · Tae-Eun Hong\* · Young-Jin Cho · Young-Il Seo · Byung-Sun Moon ·  
Jong-Chan Park · Hyuk-Kyu Pak\*\* · Jeong-Sik Lee\*\*\*

국립과학수사연구소, \*한국기초과학지원연구원,  
\*\*부산대학교 물리학과, \*\*\*경성대학교 물리학과  
(2008. 10. 8. 접수/2008. 12. 12. 채택)

#### 요 약

최근에 이차이온질량분석기(Secondary Ion Mass Spectrometry)를 이용한 1·2차 용융흔 구별에 관한 연구가 많은 관심을 끌고 있다. 동선의 깊이 분포에 따른  $^{12}\text{C}^-$ ,  $^{63}\text{Cu}^-$ ,  $^{18}\text{O}^-$ ,  $^{35}\text{Cl}^-$  이차 이온을 검출하기 위해  $\text{Cs}^+$  일차 이온빔을 사용하였고, 본 논문에서는 과전류에 의한 동선의 열적 확산에 대해 분석하였다. 분석결과 PVC 절연피복이 덮인 동선이 보다 더 깊이 탄소와 염소가 확산함을 보였으나, 산소는 절연피복이 덮이지 않은 동선이 더 깊이 확산된 것을 보였다.

#### ABSTRACT

Recently SIMS has attracted interest as new technique to distinguish the primary and the secondary arc beads. A  $\text{Cs}^+$  primary ion beam was used to detect the  $^{12}\text{C}^-$ ,  $^{63}\text{Cu}^-$ ,  $^{18}\text{O}^-$ ,  $^{35}\text{Cl}^-$  secondary ions which are formed during depth profiles in the copper wires. In this work, we studied thermal diffusion in the copper wire which are occurred with supplying over-current. The results demonstrated that Carbon and Chloride are diffused in PVC-coated copper wire deeper than none PVC-coated. However Oxygen showed the reverse diffusion property.

**Keywords :** SIMS, Copper wire, Diffusion

## 1. 서 론

전기화재에 있어 그 현장에 단선이나 연선 또는 코드류에 용융흔들이 화재 잔존물로 남아있는 것을 빈번하게 볼 수 있지만 통전상태에서 단락이 생겨 화재원인으로 작용한 1차 용융흔인지, 화재에 의해 피복이 소실되면서 단락되어 생성된 2차 용융흔인지 여부는 육안으로 구별하기 어렵다. 그래서 전기적으로 용융된 부위의 소공, 단면에서의 조직변화와 같은 특징을 금속현미경을 통해 관찰하여 1·2차 용융흔을 구별하고 있으나,<sup>1,2)</sup> 이 역시 일반화 되지 않았으며, 아직까지 금속조직분석을 통한 1·2차 용융흔 구별에 대한 연구가

계속 진행되고 있다.<sup>3,4)</sup>

최근 들어 표면 분석 장비인 SIMS를 이용한 1·2차 용융흔 구별에 대한 연구가 진행되고 있다.<sup>5,6)</sup>

이에 본 논문에서는 1·2차 용융흔 구별에 앞서 육안으로 추정하는 형태학적인 방법, 용융흔을 가공하여 검사하는 금속조직학적 방법 등과는 달리 이차이온질량분석기를 이용하여 전선의 가공 및 훼손 없는 상태에서 육내용으로 가장 널리 사용되고 있는 600V 2중비닐절연전선(HIV)의 과전류에 의한 열적 산화 및 흡착에 대해 분석 고찰하고자 한다.

## 2. 실험방법

이차이온질량분석기는 분석을 위해서 Figure 1에서

<sup>†</sup>E-mail: vortex820@nisi.go.kr

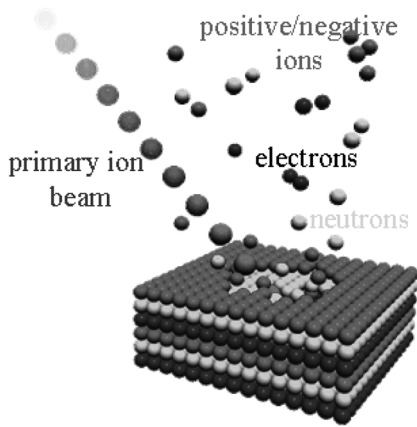


Figure 1. Interaction of an energetic ion with a solid surface.

보는 바와 같이 수 keV의 에너지를 가진 1차 이온을 시료에 주사시킨다.

시료 표면에 입사된 1차 이온들은 재료를 구성하고 있는 원자 및 분자들과 충돌하여 수백 Å 깊이까지 연쇄충돌(Collision Cascade)을 하게 되고, 표면에 존재하는 원소 중의 일부는 표면 결합 에너지보다 큰 운동에너지를 전달받아 표면 밖으로 방출하는 스퍼터링(Sputtering) 현상이 나타난다. 이와 같이 재료의 표면에서 스퍼터링 되는 원자 혹은 분자들의 대부분은 전기적으로 중성이고, 5% 미만만 양이온 혹은 음이온으로 방출하게 되는데, SIMS는 이렇게 방출된 이온들의 질량을 측정하여 시료 표면의 화학적 성분과 깊이에 따른 원소 분포를 분석할 수 있는 장비이다.<sup>7-12)</sup>

이차이온질량분석기에 사용된 시편은 차단기시험기(DY-A201)를 이용하여 AC 전류를 0 A, 75 A, 100 A, 120 A, 150 A로 각각 10 sec 동안 인가하여 제작되었다.

여기서 사용된 시편은 10 cm 절연전선에 5 cm는 절연피복을 제거하여 과전류 인가 시 대기 노출로 인한 열적 산화 및 확산이 될 수 있게 하였고, 나머지 5 cm의 절연피복이 덮인 전선은 줄(Joule)열에 의해 PVC(PolyVinyl Chloride) 재질의 절연피복이 열분해된 상태에서 동선이 열적 산화 및 확산될 수 있게 제작 하였다.

제작된 시편은 430 torr의 감압 밀폐기를 이용하여 분석 전에 대기 노출로 인한 2차적인 오염이 발생되지 않도록 하였다.

실험에 사용된 전선은 HIV 1.6 mm 절연전선(KS C 3328)으로 600 V 이하의 전기 공작물이나 전기기기 배선에 사용하는 절연전선으로서 내열성 가소제를 첨가하여 열에 강한 특성을 지닌 PVC 재질의 절연전선으로서 첨가제의 종류 등에 따라 다양한 물성을 나타낸다.<sup>13,14)</sup>

최충석 등의 논문에서 시차열분석기를 이용하여 HIV 절연피복의 열반응이 300°C 부근, 350°C~400°C 부근, 470°C 부근 등 3단계의 열화학 반응으로 일어나고, 1단계와 2단계는 가소제의 기화 및 탈염화소반응에 따른 것이고, 제3단계는 산화분해 및 탄화 과정으로 언급하고 있으며,<sup>15,16)</sup> 다른 논문에서도 PVC의 열분해 특성에 대해 언급하고 있다.<sup>17-19)</sup>

과전류를 통해 제작된 동선의 C, Cl, O와 Cu에 대한 이차이온질량분석기의 깊이분포도는 한국기초과학지원연구원의 CAMECA IMS-6f Magnetic Sector SIMS을 이용하여 진행되었으며, 사용된 분석 조건은 Cs+ 1차 이온(Impact Energy: 15 keV, Current: 100nA), Raster Size(200 μm×200 μm), Analysis Area(30 μm(Φ)), 검출 2차 이온(<sup>12</sup>C<sup>-</sup>, <sup>63</sup>Cu<sup>-</sup>, <sup>18</sup>O<sup>-</sup>, <sup>35</sup>Cl<sup>-</sup>) 등이다.

### 3. 결과 및 고찰

전류를 인가하지 않은 동선 표면에서부터 3 μm까지의 <sup>12</sup>C, <sup>63</sup>Cu<sup>-</sup>, <sup>18</sup>O<sup>-</sup>, <sup>35</sup>Cl<sup>-</sup> 2차 이온들에 대한 깊이 분포도 중 Figure 2는 PVC가 덮인 전선이고, Figure 3은 PVC가 덮이지 않은 동선의 데이터이다. 여기서 약 1 μm까지 Cu에 대한 깊이 분포도는 상호 일정하나, 탄소, 산소, 염소는 동일 동선에서조차 측정 부위에 따라 세기가 다를 보이는데, 이는 동선의 생산 이력과 출고 이후 취급에 따른 환경적 요인에 기인한 것으로 추정된다. 따라서 동일 동선에서도 다소 다른 분석결과가 나올 수 있음을 나타낸다.

Figure 4, 5는 산소에 대한 깊이 분포도로 대기 중에 포함된 산소와 차단된 절연피복이 덮인 Figure 4의 전선은 150 A의 과전류 변화에도 산소의 깊이 분포 차이

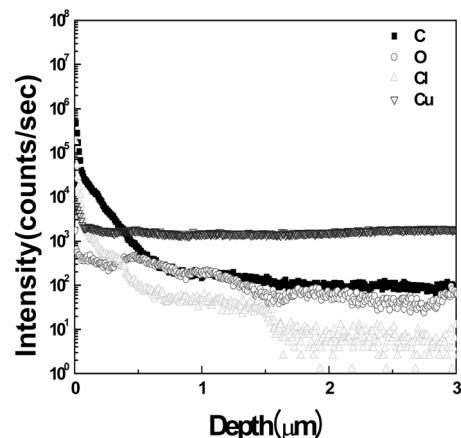


Figure 2. Depth profiling for blank copper wire with PVC.

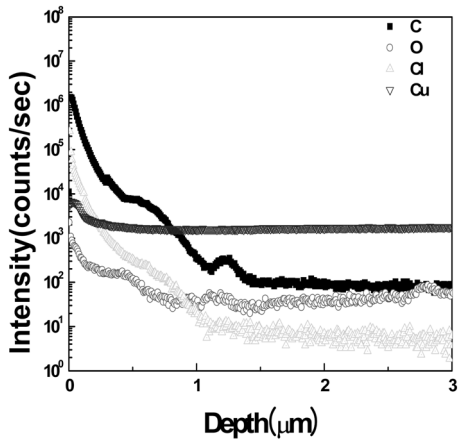


Figure 3. Depth profiling for blank copper wire without PVC.

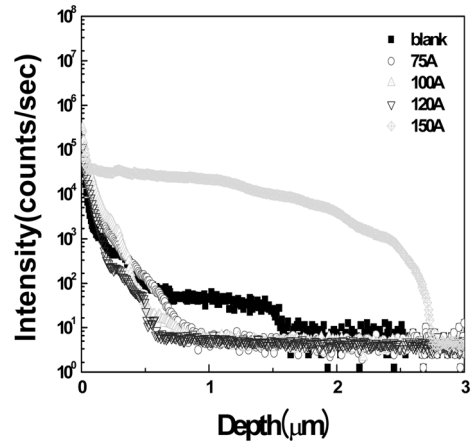


Figure 6. Chlorine depth profiles for copper wire with PVC.

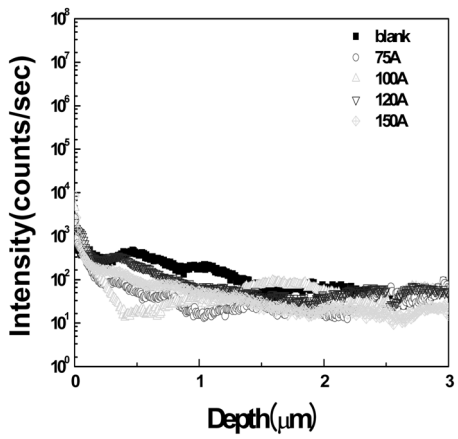


Figure 4. Oxygen depth profiles for copper wire with PVC.

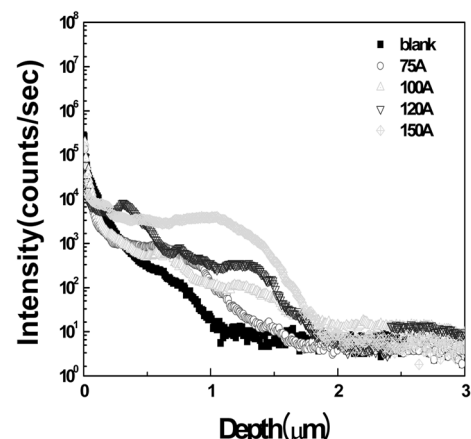


Figure 7. Chlorine depth profiles for copper wire without PVC.

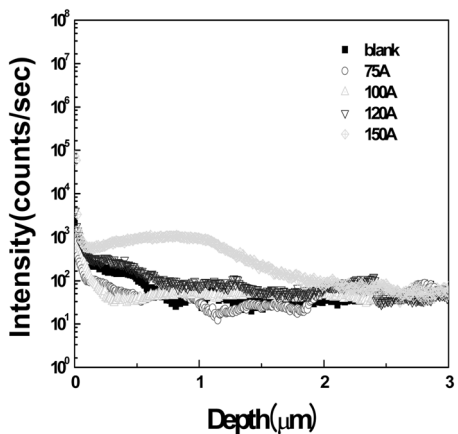


Figure 5. Oxygen depth profiles for copper wire without PVC.

가 없음을 알 수 있으나, Figure 5와 같이 대기 중에 노출된 동선은 150 A 과전류에서 다소 깊게 확산해 나감을 알 수 있다.

Figure 6, 7은 염소에 대한 깊이 분포도로 대기 중에 노출된 동선은 과전류 크기에 따라 점차적으로 확산해 나감을 알 수 있으나, PVC로 덮인 부분은 150 A의 과전류에서 급격하게 확산된 것을 알 수 있다.

이는 PVC가 덮인 동선은 최충석 등의 논문<sup>15,16)</sup>의 1단계와 2단계의 탈염화수소반응에 기인하여 높은 농도로 깊이 확산해 나간 것이며, 동 단계에서 생성된 염소가 이웃한 절연피복이 덮이지 않은 동선으로 확산하여 Figure 7과 같은 결과가 나타난 것으로 판단된다.

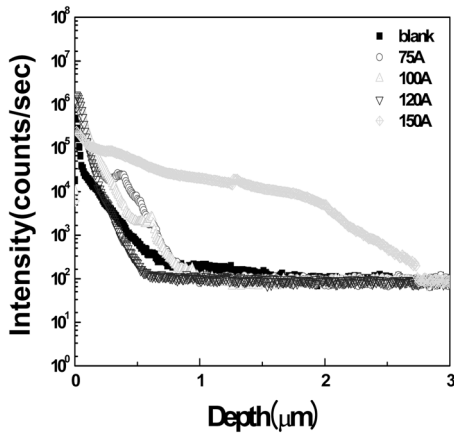


Figure 8. Carbon depth profiles for copper wire with PVC.

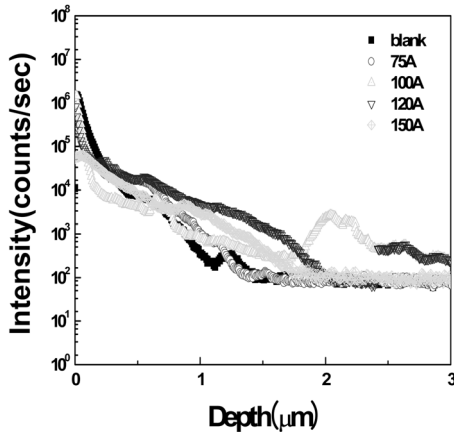


Figure 9. Carbon depth profiles for copper wire without PVC.

Figure 8, 9은 탄소의 깊이 분포도로서 PVC로 덮인 부분이 150A의 과전류에 의해 급격하게 확산된 것을 알 수 있다. 이 역시 염소에 대한 깊이 분포도와 같이 PVC 내부 표면에서 제3단계의 산화분해 및 탄화에 의해 높은 농도의 탄소가 확산해 나간 것이라 할 수 있다.

#### 4. 결 론

이차이온질량분석기를 이용하여 과전류를 인가한 전선의 가공 및 훼손 없이 동선의 깊이 방향에 대한 염소, 탄소, 산소의 분포도를 확인할 수 있었다.

150 A 과전류가 인가된 절연피복이 덮인 전선에서 염소, 탄소가 더 깊이 확산해 감을 나타내고 있는데, 이는 절연피복 재료의 PVC가 탈염화수소반응 및 탄화되는 열분해 과정에서 발생된 염소와 탄소가 동선으로

확산한 것이며, 산소는 절연피복의 차폐로 인해 대기 중에 노출된 PVC가 덮이지 않은 동선이 오히려 깊이 확산해 감을 보였다.

그러므로 과전류에 의한 1·2차 용융흔에 있어 외부화염에 의해 절연피복이 연소 용융된 2차 용융흔과 과전류에 의해 절연전선 내부에서 열열화되며 생성된 1차 용융흔의 산소, 염소, 탄소 농도에 대한 깊이 분포가 다를 것으로 추정되며, 향후 이에 대한 실험을 수행할 계획이다.

#### 참고문헌

1. Bruce V. Ettling, "Electrical Wiring in Building Fires", *Fire Technology*, Vol.14, No.4, pp.317-325 (1978).
2. D.W. Levinson, "Copper Metallurgy as a Diagnostic Tool for Analysis of the Origin of Building Fires", *Fire Technology*, Vol.19, No.1, pp.211-222(1983).
3. 김향곤, 최충석, 김동욱, 정현상, "과전류에 의해 열화된 비닐코드의 특성 분석", *한국전기전자재료학회 2003년도 하계학술대회 논문집*, pp.489-492(2003).
4. 최충석, 김향곤, 송길목, "외부화염에 의해 소손된 비닐 코드의 단락 특성에 관한 연구", *한국화재소방학회 논문지*, Vol.18, No.4, pp.72-77(2004).
5. Kazuhiro Satoh, Hajime Fukushima, Shigeru Sasao, and Masaya Iwaki, "Verification of SIMS Application to the Fire Investigation Concerning Arc Beads", *Fire Engineers Journal*, pp.30-32, March(1999).
6. C.Y. Chen, Y.C. Ling, J.T. Wang, and H.Y. Chen, "SIMS Depth Profiling Analysis of Electrical Arc Residues", *Applied Surface Science*, Vol.203-204, pp.779-784(2003).
7. D. Briggs and M.P. Seah, "Practical Surface Analysis(Second Edition)", Vol.2, pp.10, 11(1992).
8. A. Benninghoven, F.G. Rudenauer, and H.W. Werner, "Secondary Ion Mass Spectrometry", *Chemical Analysis*, Vol.86, Wiley & Son, New York(1987).
9. E. Niehuis, T. Heller, H. Feld, and A. Benninghoven, "Design and Performance of a Reflectron Based Time-of-flight Secondary Ion Mass Spectrometer with Electrodynamic Primary Ion Mass Separation", *J. Vac. Sci. Technol., A*, Vol.5, No.4, pp.1243-1246 (1987).
10. H. Feld, R. Zurmullen, A. Leute, and A. Benninghoven, "Carbon Cluster Emission from Polymers Under keV and MeV-ion Bombardment", *J. Phys. Chem.*, Vol.94, pp.4595-4599(1990).
11. Y.H. Lee and S.F. Han, "Surface Analysis by Time-Of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry(TOF-

- SIMS)", Analytical Science & Technology, Vol.10, No.5, pp.87-104(1997).
12. Y.H. Lee, "Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry (TOF-SIMS) for Polymer Surface Analysis", Polymer Science and Technology, Vol. 11, No.6, pp.798-805, December(2000).
  13. H.Y. Won and I.W. Kim, "Manufacture and Processing of PVC Streight Resin", Polymer Science and Technology, Vol.4, No.4, pp.263-277, August (1993).
  14. C.-H. Lee, D.-S. Shim, and S.-W. Kim, "Effects of Pigment on Weatherability of PVC", J. of Korean Ind. & Eng. Chemistry, Vol.6, No.1, pp.22-28, February(1995).
  15. 최충석, 김형래, 송길목, 김향곤, 김동욱, 김동우, "과 부하에 의해 변형된 비닐절연전선의 구조변화 분석", 한국전기전자재료학회 2002년도 하계학술대회 논문집, pp.398-401(2002).
  16. C.-S. Choi, K.-S. Lee, and D.-C. Lee, "Analysis of Properties Variation of Thermal Deteriorated 600V Grade Heat-Resistant Polyvinyl Chloride Insulated wires", Trans. KIEE. Vol.49C, No.1, pp.8-12, Jan. (2000).
  17. H.S. Jun, S.I. Woo, and Y.G. Kim, "Kinetic Study of Dehydrochlorination Reaction of Poly(vinyl chloride)", HWAHAK KONGHAK, Vol.25, No.6, pp.623-633, December(1987).
  18. S.-J. Hong, S.C. Oh, H.-P. Lee, H.T. Kim, and K.-O. Yoo, "A Study on the Pyrolysis Characteristics of Poly(vinyl chloride)", HWAHAK KONGHAK, Vol. 37, No.4, pp.515-521, August(1999).
  19. S.D. Kim, I.-H. Hwang, and D.-H. Lee, "Dehydrochlorination Kinetic Models of PVC during the course of Pyrolysis", J. Korea Society of Waste Management Vol.19, No.5, pp.602-614(2002).