

ЗАРЯДОЧУВСТВИТЕЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОЙСТВ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

К.В.Пантелеев¹, Р.И.Воробей¹, А.И.Свистун¹, О.К.Гусев¹, А.Л.Жарин¹,
Б.Т.Абдулазизов², Н.Ю.Шарибаев³, Ш.С.Джураев³

¹Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Беларусь

²Наманганский государственный университет

³Наманганский Инженерно-технологический институт, г. Наманган,
Узбекистан,

¹Тел.: (+375)17 292-67-94, e-mail: k.pantsialeveu@bntu.by

³Тел.: (+998)93 677-03-29, e-mail: sharibayev_niti@mail.ru

Аннотация. Зарядочувствительные методы являются бесконтактными и предоставляют возможность полноразмерного картирования распределения поверхностного потенциала макрообъектов с высоким пространственным разрешением. Данные методы основаны на измерении контактной разности потенциалов (потенциал Вольта), возникающей между эталонной поверхностью вибрирующего зонда (метод Кельвина–Зисмана) и исследуемой поверхностью. Целью работы являлась разработка методик экспериментальных исследований изменения параметров распределения поверхностного электростатического потенциала диэлектрических материалов под действием внешних физических факторов с использованием разработанного цифрового зондового электрометра, реализующего зарядочувствительный метод для анализа поверхности материалов (полупроводников и диэлектриков). В работе описан разработанный авторами цифровой зондовый электрометр, не требующий компенсации измеряемой величины, как это предусмотрено в традиционном методе Кельвина–Зисмана. Приведены результаты экспериментальных исследований особенностей распределения и изменения поверхностного электростатического потенциала полимерных образцов под действием внешних физических факторов (оптическое излучение в видимом и ультрафиолетовом диапазоне, упругое механическое напряжение), а также технологических деэлектризирующих процессов, отражающие эффективность предложенных технических средств и методов для исследования поверхности диэлектрических материалов.

Ключевые слова: цифровой зондовый электрометр, контактная разность потенциалов, поверхностный электростатический потенциал, диэлектрик, полимер, зонд Кельвина.

DİELEKTRİK MATERIALLARINING XUSUSIYATLARINI ANIQLASHNING ZARYADGA SEZGIR USULLARI.

K.V.Panteleev¹, R.I.Vorobey¹, A.I.Svistun¹, O.K.Gusev¹, A.L.Jarin¹,
B.T.Abdulazizov², N.Yu.Shariboev³, Sh.S.Jo'raev³

¹Belarus Milliy Texnika Universiteti, Minsk, Belarusiya

² Namangan davlat universiteti

³Namangan muhandislik-texnologiya instituti, Namangan, O'zbekiston,

¹Tel.: (+375)17 292-67-94, e-mail: k.pantsialeveu@bntu.by

³Tel.: (+998)93 677-03-29, e-mail: sharibayev_niti@mail.ru

Аннотация. Zaryadga sezgir usullar kontaktsiz bo'lib, yuqori fazoviy o'lchamdagi makroob'ektlarning sirt potentsial taqsimotini to'liq o'lchamli xaritalash imkonini beradi. Bu usullar tebranish zondning mos yozuvlar yuzasi (Kelvin-Zisman usuli) va o'rganilayotgan sirt o'rtasida paydo bo'ladigan kontakt potentsial farqini (Volta potentsiali) o'lchashga asoslangan. Ishning maqsadi sirtning tahlil qilish uchun zaryadga sezgir usulni amalga oshiradigan ishlab chiqilgan raqamli zond elektrometridan foydalangan holda tashqi fizik omillar ta'sirida dielektrik materiallarning sirt elektrostatik potentsialining tarqalish parametrlarining o'zgarishini eksperimental o'rganish usullarini ishlab chiqish edi. Materiallar (yarimo'tkazgichlar va dielektriklar). Maqolada an'anaviy Kelvin-Zisman usulida nazarda tutilgan o'lchangan qiymatning kompensatsiyasini talab qilmaydigan mualliflar tomonidan ishlab chiqilgan raqamli zond elektrometri tasvirlangan. Tashqi fizik omillar (ko'rinadigan va ultrabinafsha diapazondagi optik nurlanish, elastik mexanik kuchlanish) ta'siri ostida polimer namunalarining sirt elektrostatik potentsialining tarqalishi va o'zgarishi xususiyatlarini eksperimental tadqiqotlar natijalari, shuningdek, texnologik elektrsizlantirish jarayonlari, dielektrik materiallarning sirtini o'rganish uchun tavsiya etilgan texnik vositalar va usullarning samaradorligini aks ettiradi.

Kalit so'zlar: raqamli zond elektrometri, kontakt potentsiallar farqi, sirt elektrostatik potentsiali, dielektrik, polimer, Kelvin zondi.

CHARGE-SENSITIVE METHODS FOR DETERMINING THE PROPERTIES OF DIELECTRIC MATERIALS

K.V.Panteleev¹, R.I.Vorobey¹, A.I.Svistun¹, O.K.Gusev¹, A.L.Zharin¹,
B.T.Abdulazizov², N.Yu.Sharibaev³, Sh.S.Juraev³

¹Belarusian National Technical University, Minsk, Belarus

² Namangan State University

³Namangan Institute of Engineering and Technology, Namangan, Uzbekistan,

¹Tel.: (+375)17 292-67-94, e-mail: k.pantsialeveu@bntu.by

³Tel.: (+998)93 677-03-29, e-mail: sharibayev_niti@mail.ru

Abstract. Charge-sensitive methods are non-contact and provide the opportunity for full-size mapping of the surface potential distribution of macro-objects with high spatial resolution. These methods are based on measuring the contact potential difference (Volta potential) that arises between the reference surface of a vibrating probe (Kelvin-Zisman method) and the surface under study. The goal of the work was to develop methods for experimental studies of changes in the distribution parameters of the surface electrostatic potential of dielectric materials under the influence of external physical factors using a developed digital probe electrometer that implements a charge-sensitive method for analyzing the

surface of materials (semiconductors and dielectrics). The paper describes a digital probe electrometer developed by the authors, which does not require compensation of the measured value, as provided for in the traditional Kelvin-Zisman method. The results of experimental studies of the characteristics of the distribution and change in the surface electrostatic potential of polymer samples under the influence of external physical factors (optical radiation in the visible and ultraviolet range, elastic mechanical stress), as well as technological deelectrifying processes, reflecting the effectiveness of the proposed technical means and methods for studying the surface of dielectric materials are presented.

Key words: digital probe electrometer, contact potential difference, surface electrostatic potential, dielectric, polymer, Kelvin probe.

Введение. Развитие методов анализа поверхности и, в частности, зондовых зарядочувствительных методов [1], способствует повышению точности описания различных физических эффектов. Например, во внимание стало широко приниматься положение о том, что макроскопические системы в равновесных или квазиравновесных состояниях могут нести избыточный заряд, создавая, конечный электрический потенциал на близком расстоянии от тела [2, 3]. Карты распределения поверхностного электростатического потенциала в макро- и микро- масштабе, полученные на диэлектриках, показали, что распределение поверхностного потенциала (заряда) неоднородно, и часто соответствует распределению с фрактальными узорами [4–6], что поставило под сомнение одну из ключевых теорий о трибоэлектрическом ряде. Концептуальным изменением является признание роли ионов, как носителей заряда, что позволило рассматривать и описывать «пространственный заряд» с точки зрения ионов и электронов [7]. Данные эффекты характерны не только диэлектрикам. Многие металлы покрыты слоем оксида с низкой собственной проводимостью, т. е. диэлектрическим слоем, изолирующим металлическое тело.

Для исследования электростатических эффектов используются различные методы спектроскопии, электрические или зарядочувствительные методы. Зарядочувствительные методы обычно основаны на измерении разности потенциалов (потенциал Вольты, КРП), возникающей между эталонной поверхностью чувствительного элемента вибрирующего зонда (метод Кельвина–Зисмана) и исследуемой поверхностью [1]. Зарядочувствительные методы являются бесконтактными и предоставляют возможность полноразмерного картирования распределения поверхностного потенциала макрообъектов с высоким пространственным разрешением [8].

Область применения зарядочувствительных методов для исследования электростатических эффектов значительно расширилась благодаря разработанному авторами нового цифрового зондового электрометра [9], реализующего косвенный метод измерения КРП и не требующего компенсации измеряемой величины [10], как это предусмотрено в традиционном методе Кельвина–Зисмана. Предложенный подход позволил значительно повысить быстродействие и расширить диапазон измерений.

Приборы и методы измерений. Рассматриваемые в работе зарядочувствительные методы для исследования электростатических эффектов основаны на измерении КРП с использованием бесконтактного цифрового зондового электрометра в режиме сканирования поверхности (аналог сканирующего зонда Кельвина) [8, 9].

В традиционном зонде Кельвина по методу Кельвина–Зисмана используется динамический конденсатор (рисунок 1), образованный измеряемой поверхностью и вибрирующим эталонным (зондовым) образцом [1]. В следствии разности потенциалов между пластинами динамического конденсатора, на выходе предусилителя возникает переменный сигнал с частотой вибрации. На конденсатор также подается напряжение компенсации (V_{Bias}), при равенстве которого разности потенциалов на пластинах конденсатора амплитуда переменного сигнала становится равной нулю. Обычно в традиционных измерителях Кельвина–Зисмана осуществляется автоматическая фазовая автокомпенсация измеряемой величины с помощью фазового детектора и интегратора [10].

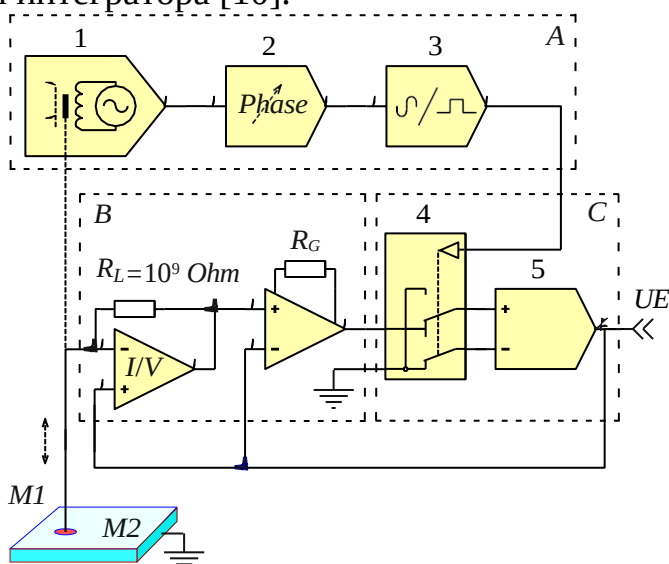
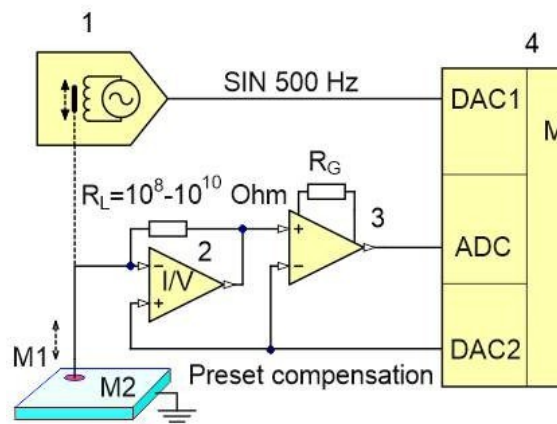
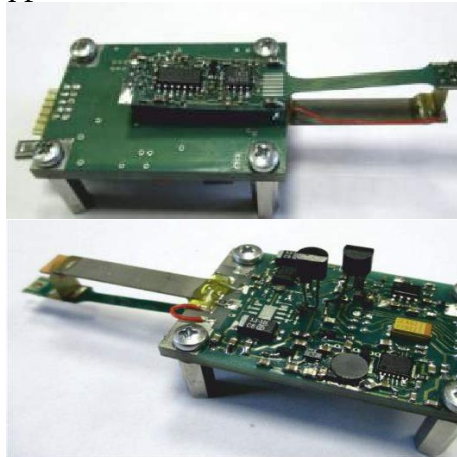


Рисунок 1 – Структурная схема измерителя КРП с автокомпенсацией: M1 и M2 – эталонный и измеряемый образцы соответственно; A – блок-схема модулятора; B – блок-схема предусилителя; C – блок-схема фазового детектора-интегратора; 1 – вибратор; 2 – фазосдвигатель; 3 – формирователь сигнала; 4 – электронный ключ; 5 – интегратор

Авторами ранее разработан цифровой зондовый электрометр (измеритель КРП), не требующий фазовой автокомпенсации, используемой в традиционном зонде Кельвина (рисунок 2) [10]. Возбуждающим воздействием является вибрация с помощью пьезопластины одной из пластин динамического конденсатора. Вместо традиционной компенсации измеряемой величины определяется амплитуда переменных сигналов при низком V_{Bias_Down} и при высоком V_{Bias_Up} произвольных напряжениях, приложенных к динамическому конденсатору, откуда математическим путем вычисляется КРП. Управление электрометром, включающее передачу

полученных данных, удалённое тестирование и калибровка осуществляется по цифровым каналам локального управления.



а
б

Рисунок 2 – Внешний вид (*а*) и структурная схема (*б*) цифрового зондового электрометра: M_1 и M_2 – эталонный и измеряемый образцы соответственно; 1 – блок модулятора; 2 – преобразователь ток-напряжение; 3 – инструментальный усилитель; 4 –микроконтроллер

Преимуществом предложенного подхода в сравнении с традиционным зондом Кельвина является следующее:

- измеритель работает в области больших сигналов с высоким соотношением сигнал/шум;
- значительно меньшее время единичного измерения за счет отсутствия необходимости поиска нулевого уровня и интеграции сигнала для автокомпенсации;
- исключаются погрешности следящей системы и аналого-цифрового преобразования КРП;
- при использовании соответствующего измерительного алгоритма возможна работа измерителя в режиме измерения высоковольтной КРП, что в традиционном методе, с учетом необходимости полной компенсации измеряемой величины, является недостижимым.

Следует отметить, что отсутствие компенсации не позволяет называть цифровой измеритель КРП зондом Кельвина.

На рисунке 1 представлен внешний вид измерительной установки СКАН-13, оснащенной цифровым измерителем КРП. Основное назначение СКАН-13 – контроль однородности свойств поверхностных слоев полупроводниковых пластин [11]. Установка позволяет проводить исследования как на полупроводниках, так и на металлах, сплавах и диэлектриках [11, 14]. В случае кристаллических металлических и полупроводниковых материалов контролируемым параметром является, такая фундаментальная величина твердого тела, как работа выхода электрона поверхности, в случае диэлектриков – собственный и/или

приобретенный в результате внешнего воздействия поверхностный электростатический потенциал (заряд) диэлектрика. Установка работает в

режиме сканирования поверхности с пространственным разрешением не хуже 500 мкм.

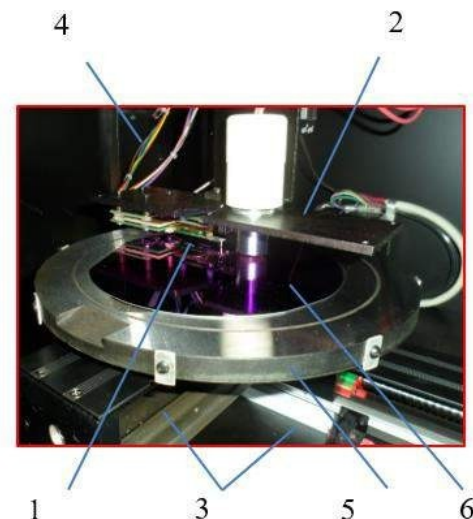


Рисунок 3 – Общий вид установки СКАН-13: 1 – цифровой измеритель КРП; 2 – консоль для размещения источников излучающего воздействия; 3, 4 – приводы трехкоординатного сканирования; 5 – предметный столик; 6 – исследуемый образец

Результаты исследований и их обсуждение. На рисунке 3 приведены результаты исследования изменения зарядового состояния полимерного образца из полиамида ПА6 при воздействии на поверхность излучением видимого и ультрафиолетового диапазона в течение 30 минут.

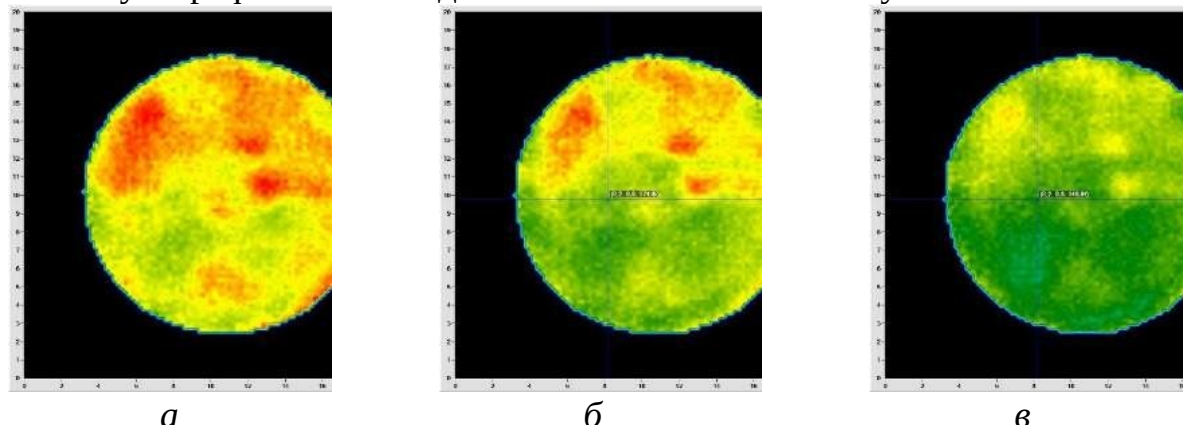


Рисунок 3 – Карты распределения поверхностного электростатического потенциала образца из полиамида ПА6 в исходном состоянии (а) при воздействии на поверхность излучением видимого (б) и ультрафиолетового диапазона (в)

Из результатов исследования видно, что в исходном состоянии на образце присутствуют области с более высоким значением электростатического потенциала. Данные области могут характеризовать неоднородности свойств поверхности, например, связанные с неоднородностью структуры. При воздействии на образец излучением видимого диапазона наблюдается незначительное сглаживание градиента

распределения электростатического потенциала и уменьшение его среднеквадратического значения по всей площади поверхности. Данный эффект более существенен при воздействии на образец излучением ультрафиолетового диапазона длиной волны 250–400 нм.

Проведены исследования интенсивности стекания заряда при воздействии ультрафиолетовым излучением после зарядки образца ПА6 трением (рисунок 4, г). В качестве воздействующего фактора использованы источники сине-фиолетового (250–400 нм, рисунок 4, б и в) и ультрафиолетовым излучением (360–440 нм, рисунок 4, д и е). Воздействие осуществлялось в течение 20 минут. Из результатов исследования видно, что после воздействия на образец математическое ожидание распределения потенциала для обоих случаев примерно одинаковое и составляет 28–30 мВ. При этом интенсивность стекания заряда выше при воздействии источником ультрафиолетового излучения диапазоном длин волн 360–440 нм.

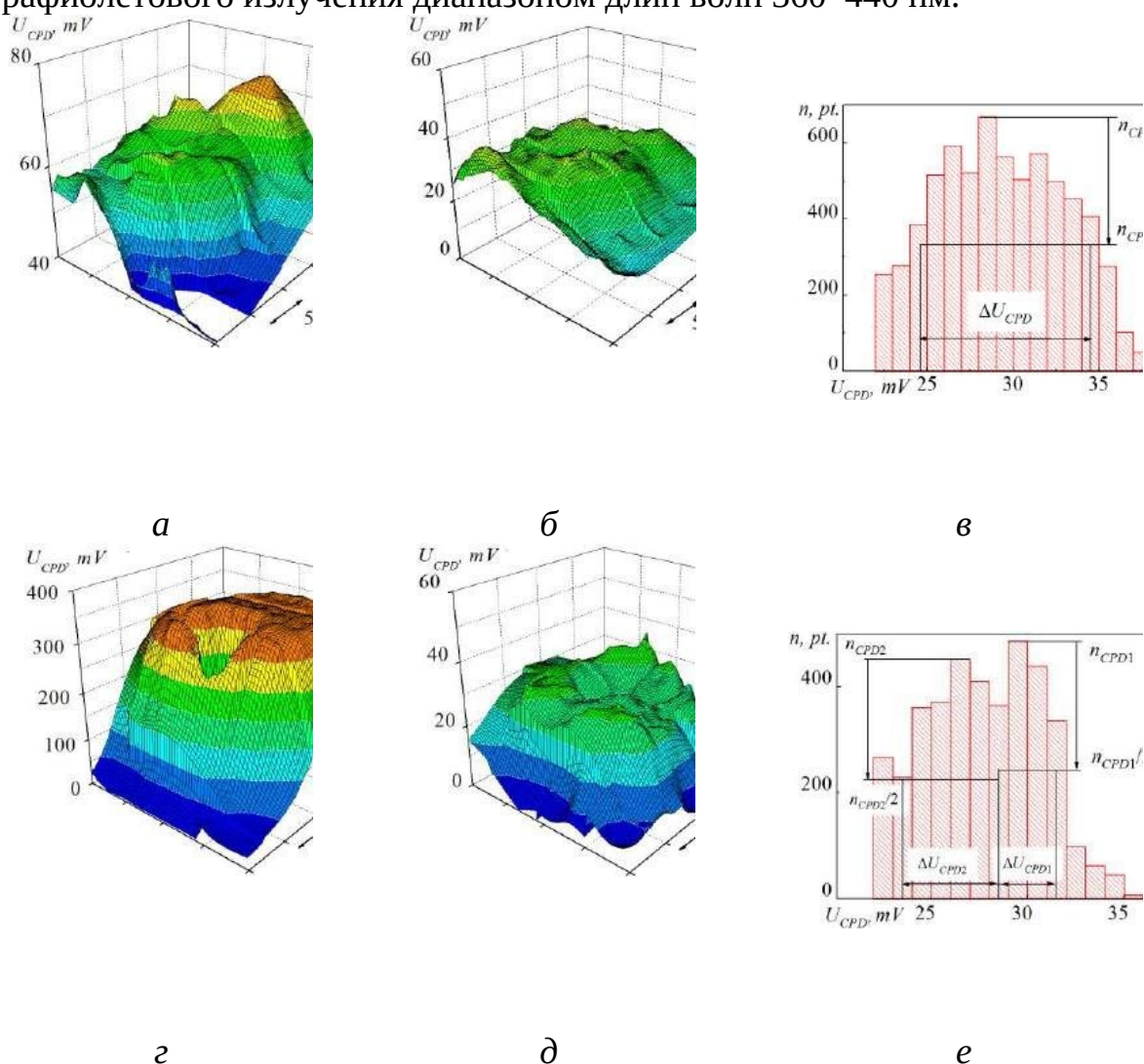


Рисунок 10 – Карты и гистограммы распределения поверхностного электростатического потенциала образца из полиамида ПА6 в исходном состоянии (а), при воздействии сине-фиолетовым излучением (б и в), зарядки поверхности трением (г) и последующим облучением ультрафиолетовым излучением (д и е)

На рисунке 3 приведены результаты исследования изменения зарядового состояния полимерного образца из фторопласта Ф4 после

промывки в деионизированной воде и после последующей закалки в изопропиловом спирте [12]. Результаты исследований показали эффективность технологических операций деэлектризации полимеров, а также позволили выявить области со встроенным зарядом, снятие которых трудно выполнимо

даже при технологической закалке. Встроенные заряды могут формироваться при изготовлении материала [13].

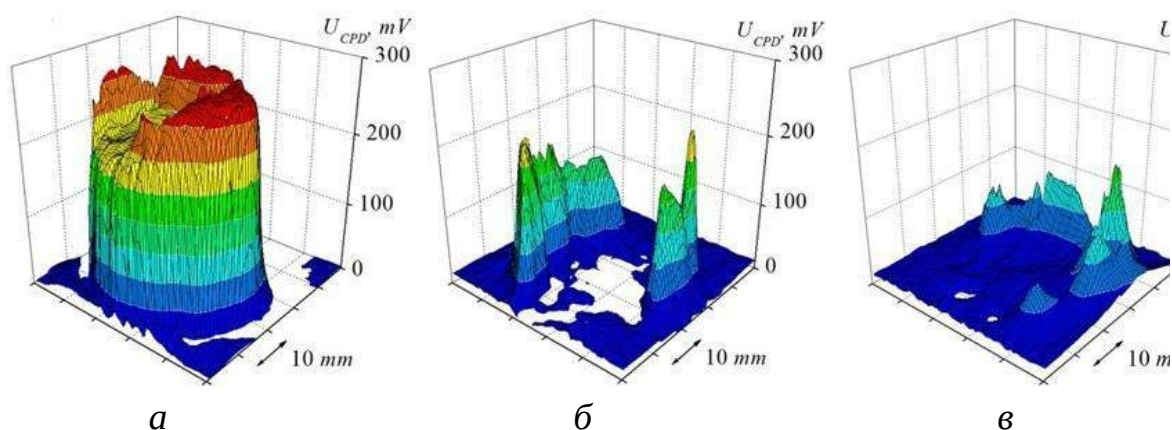


Рисунок 4 – Карты распределения поверхностного электростатического потенциала образца из фторопласта Ф4 в исходном состоянии (а), после промывки (б) и после закалки в спирте (в)

На рисунке 4 приведены результаты исследования изменения распределения поверхностного электростатического потенциала при упругом механическом воздействии на образце полиэтилены высокого давления (ПЭВД) [15]. Результаты исследований показали перераспределение и локализацию поверхностного потенциала в области деформирования и релаксацию в течение последующих 14 часов.

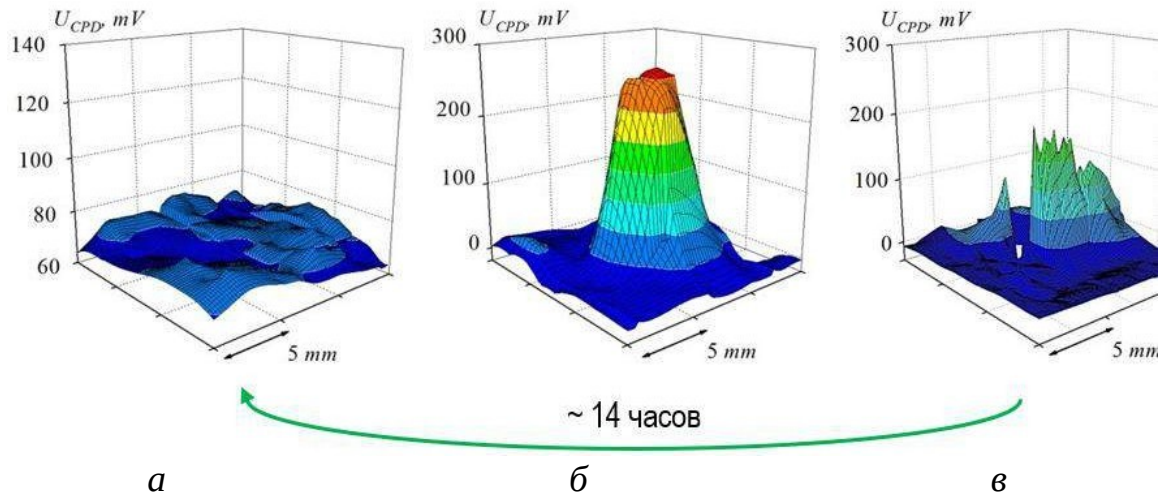


Рисунок 5 – Карты распределения поверхностного электростатического потенциала образца из ПЭВД в исходном состоянии (а), после локального упругого деформирования (б) и через 4 часа после приложения нагрузки (в)

Аналогичные результаты получены на проводящих и диэлектрических полимерных композиционных материалах на основе ПЭВД с наполнением углеродным наноматериалом и наночастицами диоксида кремния (рисунок 6). Однако характер распределения поверхностного

электростатического потенциала под действием упругих напряжений несколько отличается от результатов, полученных на матричном ПЭВД.

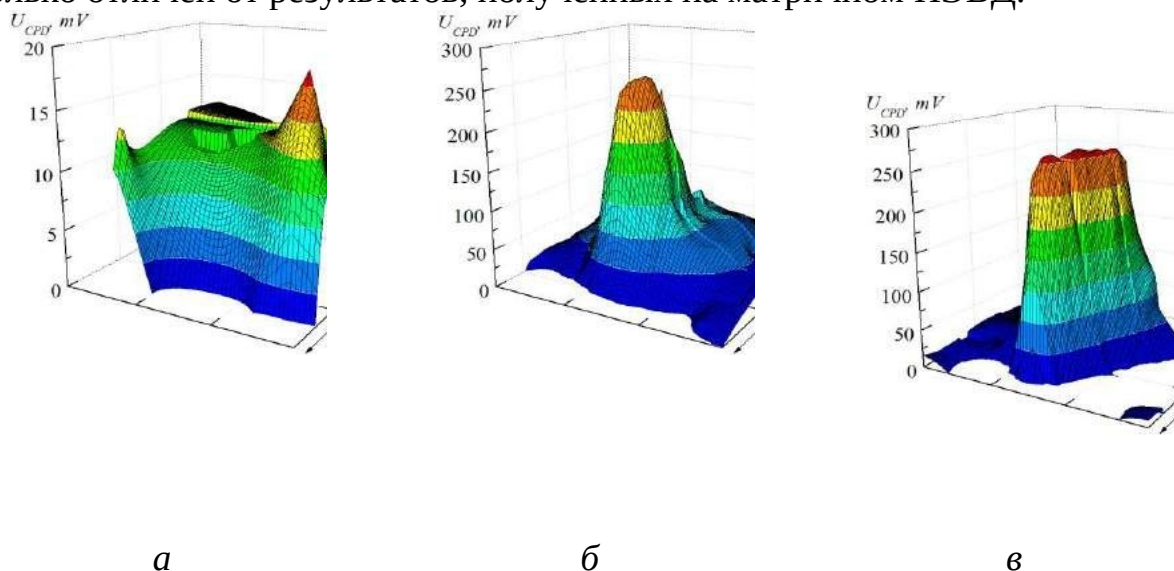


Рисунок 6 – Карты распределения поверхностного электростатического потенциала образца из ПЭВД при упругом механическом воздействии: а – 94 мас. % ПЭВД + 6 мас. % углеродоволокна; б – 94 мас. % ПЭВД + 6 мас. % углеродного наноматериала; в – 97 мас. % ПЭВД + 3 мас. % наночастиц диоксида кремния

Характерными электрофизическими явлениями сопровождается и разрушение адгезионных контактов в металлополимерных клеевых соединениях. На рисунке 7 приведены результаты исследования адгезионной прочности соединений оцинкованной стали (ОС) и фторопласт (Ф), скрепленных композитными клеями на основе сополимер этилена с винилацетатом (СЭВА). В качестве наполнителя для СЭВА использованы монтмориллонит (ММТ) и органофункционализированный монтмориллонит (ОММТ).

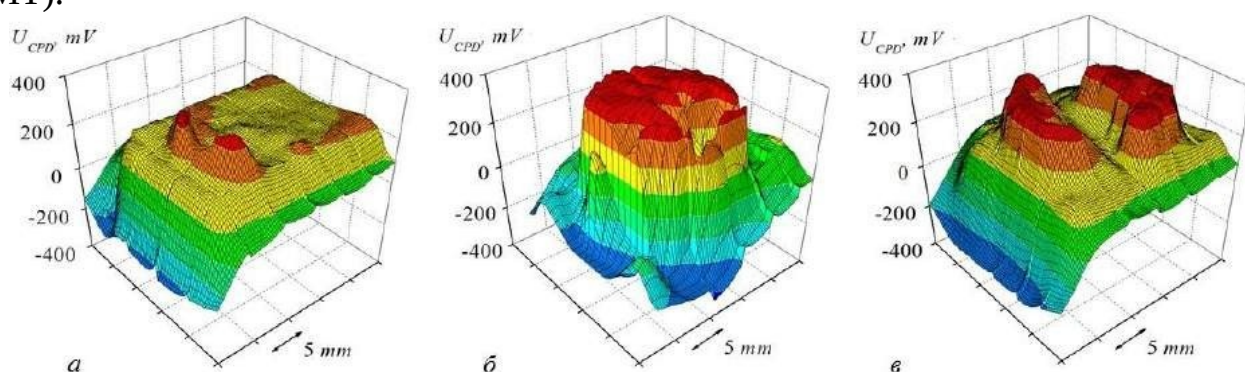


Рисунок 7 – Карты распределения поверхностного электростатического потенциала образцов клеевых соединений ОС–СЭВА–Ф (а), ОС–СЭВА+ММТ–Ф (б), ОС–СЭВА+ОММТ–Ф (в)

В общем случае, результаты исследований показывают, что образцы с более высокой адгезионной прочностью обладают большими значениями поверхностного потенциала на более значительных участках поверхности. Нарушения сплошности покрытия или адгезионных связей на локальном участке соединения, из-за некомпенсированности силового взаимодействия

атомов и молекул на освободившейся поверхности металла, приводят к

соответствующим перераспределениям свободных электронов двойного электрического слоя и, следовательно, к изменению поверхностного электростатического потенциала.

Заключение. В сравнении с традиционным зондом Кельвина, разработанный авторами цифровой зондовый электрометр (измеритель контактной разности потенциалов) не требует реализации автоматической компенсации измеряемой величины. Предложенный подход позволил значительно повысить быстродействие и расширить диапазон измерений, что позволяет использовать зарядочувствительные методы для исследования особенностей распределения поверхностного электростатического потенциала диэлектрических материалов и, тем самым, расширить область их применения. Результаты применения зарядочувствительного метода для исследования диэлектрических и проводящих полимерных материалов в совокупности с внешними воздействиями позволяет проследить за изменением состояния поверхности вследствие внешнего физического воздействия и получить информацию о механизмах заряжения, миграции и стекании поверхностного электростатического потенциала.

Полученные результаты могут служить базой для разработки новых методов и методик исследования свойств поверхности диэлектрических материалов, их однородности и изменения при воздействии различных внешних факторов.

Список литературы

1. Жарин, А.Л. Метод контактной разности потенциалов и его применение в трибологии / А.Л. Жарин. – Минск : Бестпринт. – 1996. – 235 с.
2. Patterns of Electrostatic Charge and Discharge in Contact Electrification / S.W. Thomas [et al.] // *Angewandte Chemie*, 2008. – Vol. 120, iss. 35. – p. 6756-6758.
3. McCarty, L. S. Electrostatic Charging Due to Separation of Ions at Interfaces: Contact Electrification of Ionic Electrets / L. S. McCarty, G. M. Whitesides // *Angewandte Chemie*, 2008. – Vol. 47, iss. 12. – p. 2188-2207.
4. Scanning electric potential microscopy imaging of polymers: electrical charge distribution in dielectrics / A. Galembeck [et al.] // *Polymer*. – 2001. – Vol. 42. – P. 4845–4851.
5. The mosaic of Surface Charge in Contact Electrification / Н.Т. Baytekin, [et al.] // *Science*. – 2011. – Vol. 333. – P. 308–312.
6. Анализ распределения электрофизических и фотоэлектрических свойств нанокompозитных полимеров модернизированным зондом Кельвина / К. В. Пантелеев [и др.] // *Приборы и методы измерений*. – 2017. – Т. 8, № 4. – С. 386–397.

7. Galembeck, F. Chemical Electrostatics. New Ideas on Electrostatic Charging: Mechanisms and Consequences / F. Galembeck, Thiago A.L. Burgo. – Springer. – 2017. – 237 p.

8. Характеризация электрофизических свойств границы раздела кремний-двуокись кремния с использованием методов зондовой электрометрии / В. А. Пилипенко [и др.] // Приборы и методы измерений. – 2017, Т. 8, № 4. – С. 344–356.

9. Универсальный цифровой зондовый электрометр для контроля полупроводниковых пластин / А.Л. Жарин [и др.] // Приборы и методы измерений. – 2023. – Т. 14, № 3. – С. 161–172.

10. Пантелеев, К. В. Методы и средства измерения контактной разности потенциалов на основе анализа компенсационной зависимости зонда Кельвина : автореф. дис. канд. техн. наук : 05.11.01 / К. В. Пантелеев ; БНТУ. – Минск, 2016. – 23 с.

11. Semiconductor wafers testing based on electron work function of surface / K. Pantsialeu, A. Zharin, V. Mikitsevich, O. Gusev // Euroasian Journal of Semiconductors Science and Engineering, 2020. – Vol. 2, Iss. 5, Article 2. – P. 11–15.

12. Вершина Г. А., Жарин А. Л., Тявловский А. К. Исследование накопления заряда статического электричества на поверхности изделий из фто-ропласта-4 методом вибрирующего конденсатора. Наука и техника, 2012, № 1, с. 26–32.

13. Белый, В. А. Трение полимеров / В. А. Белый, А. И. Свириденко, М. И. Петроковец, В. Г. Савкин; под ред. Д. Н. Гаркунова. – М.: Наука. – 1972. – 202.

14. Исследования локализации пластической деформации в металлах и сплавах / Р. И. Воробей [и др.] // Научно-технический журнал Наманганского инженерно-технологического института. – 2023. – Т. 7, спец. вып. № 2. – С. 479–488.

15. Digital contact potential probe in studying the deformation of dielectric materials / K. Pantsialeu [et al.] // Informatics, Control, Measurement in Economy and Environmental Protection, 2020. – № 10, vol. 4. – P. 57–60.