

УДК 621.317.321:620.181.4

## ИССЛЕДОВАНИЕ НАКОПЛЕНИЯ ЗАРЯДА СТАТИЧЕСКОГО ЭЛЕКТРИЧЕСТВА НА ПОВЕРХНОСТИ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ФТОРОПЛАСТА-4 МЕТОДОМ ВИБРИРУЮЩЕГО КОНДЕНСАТОРА

*Канд. техн. наук, доц. ВЕРШИНА Г. А., докт. техн. наук, проф. ЖАРИН А. Л.,  
канд. техн. наук, доц. ТЯВЛОВСКИЙ А. К.*

*Белорусский национальный технический университет*

Задача регистрации пространственного распределения поверхностного заряда диэлектриков является весьма актуальной для таких областей, как проектирование и испытание космических летательных аппаратов, производство интегральных микросхем большой и сверхбольшой степени интеграции, разработка высокоэффективных изоляционных материалов и т. д. [1]. Например, для изоляции космических аппаратов характерна проблема накопления электростатического заряда при движении по околоземной орбите, причем величина поверхностного потенциала может достигать десятков киловольт, что способно привести к выходу из строя бортовой электронной аппаратуры [2]. Одним из наиболее перспективных методов контроля качества диэлектриков, используемых в качестве изоляционного слоя или покрытия, является электрическое зарядение их поверхности, например с помощью коронного разряда, и анализ изменения нанесенного заряда во времени и пространстве, что обеспечивает (в отличие от других методов) полностью неразрушающий контроль [3]. Обязательным требованием к устройству регистрации поверхностного заряда при этом является бесконтактность, а также отсутствие каких-либо других воздействий на исследуемый образец, способных изменить картину распределения заряда.

Объектом настоящего исследования явились образцы из политетрафторэтилена (фторопласта-4) – одного из наиболее востребованных

в современной технике изоляционных материалов. Предмет исследования – определение величины и пространственного распределения поверхностного потенциала образцов после различных видов обработки. Высокая электризуемость и способность длительное время удерживать накопленный поверхностный заряд оказываются сдерживающим фактором для использования фторопласта-4 в конструкции устройств, чувствительных к статическому электричеству (в первую очередь это касается различных электронных блоков). Поэтому исследование процессов накопления и распределения электрического заряда на поверхности фторопласта-4, а также поиск путей снижения его электризуемости представляет собой актуальную и востребованную задачу.

**Характеристика объекта исследования.** В настоящее время в качестве диэлектриков широко используют фторопласты и их модификации. Одним из наиболее распространенных материалов является фторопласт-4 (ГОСТ 10007–80) и его наполненные композиции. Свойства фторопласта-4 исключительны: высокая термостойкость (от –260 до 260 °С), инертность к агрессивным средам (показатель выше, чем у золота и платины, а также стекла, сталей и сплавов). Фторопласт является диэлектриком, имеет очень низкие коэффициенты трения и теплопроводности. Благодаря таким свойствам изделия из фторопласта-4 широко используются в пищевой, медицинской, нефте-

химической, нефте- и горнодобывающей промышленности, машиностроении, судостроении в качестве уплотнений, подшипников скольжения, защитных и направляющих колец. Они обеспечивают работу узлов и машин в атмосфере сухих газов, в условиях глубокого вакуума и сухого трения и т. д. Их применение позволяет значительно повысить ресурс работы механизмов. Фторопласт-4 является относительно дорогим материалом, однако его уникальные свойства способствуют расширению сферы применения.

Фторопласт-4 получают в виде белого порошка в результате полимеризации, затем прессуют и спекают при температуре 375 °С. При производстве изделий различного назначения из фторопласта-4 возможно проведение технологической закалки. При этом свойства исходного образца изменяются, и в ряде случаев значительно улучшаются.

Известно, что при работе с фторопластом-4 возможно накопление зарядов статического электричества. Крайне высокое удельное сопротивление фторопласта-4 (порядка  $10^{18}$  Ом·м) препятствует растеканию поверхностного заряда, вследствие чего он может сохраняться длительное время. Такой статический заряд создает электрические поля значительной напряженности, способные повлиять на работу радиоэлектронной аппаратуры (вплоть до выхода ее из строя) и даже привести к пробоев электрической изоляции. Поэтому крайне важным для радиоэлектроники и приборостроения является поиск путей снижения электризуемости поверхности фторопласта-4 за счет как технологических приемов обработки материала, так и правильного размещения стекателей на основе анализа пространственного распределения поверхностного заряда.

**Методика исследования.** Для исследований использовались образцы цилиндрической формы диаметром 40 мм и толщиной 3 мм, полученные механической обработкой из стержня (ТУ 6-05-810-88). Для исследования был использован модифицированный метод вибрирующего конденсатора [4], известный также как метод Зисмана-Кельвина. Его важными особенностями являются полное отсутствие разрушающих воздействий на образец, механиче-

ского контакта с исследуемой поверхностью, нулевое среднее значение тока в измерительной цепи, что позволяет измерять малые значения поверхностного потенциала без нарушения зарядового состояния. Метод обеспечивает достаточно высокую локальность измерений, что позволяет использовать его для построения карт распределения поверхностного заряда исследуемого образца.

Измерительный зонд и заряженная поверхность образца формируют обкладки конденсатора, диэлектриком в котором является воздух (воздушный зазор между зондом и образцом). Согласно определению электрическая емкость  $C$  конденсатора равна

$$C = \frac{Q}{U}, \quad (1)$$

где  $Q$  – заряд обкладок конденсатора;  $C$  – разность потенциалов между обкладками.

В первом приближении систему «зонд – образец» можно считать плоскопараллельным конденсатором. Емкость такого конденсатора зависит от площади обкладок, расстояния между ними и диэлектрической проницаемости среды в зазоре. При приложении внешнего напряжения к такому конденсатору величина заряда на обкладках прямо пропорционально напряжению. Данное положение верно при условии, что поле между обкладками равномерно и однородно. Емкость плоскопараллельного конденсатора вычислим по формуле

$$C = \frac{\epsilon_0 \epsilon S}{d}, \quad (2)$$

где  $S$  – площадь меньшей из обкладок;  $d$  – расстояние между обкладками;  $\epsilon$  – относительная диэлектрическая проницаемость среды; для воздуха  $\epsilon \approx 1$ ;  $\epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12}$  Ф/м – диэлектрическая постоянная.

Обозначим потенциал зонда относительно «земли» как  $U_1$ , а соответствующий потенциал исследуемой поверхности как  $U_2$ . Тогда напряжение между обкладками  $U = U_2 - U_1$ . Предположим, что зонд заземлен, т. е. его потенциал равен нулю, и соответственно  $U_1 = U_2$ . Тогда, измеряя значение  $U$ , вычислим заряд исследуемой поверхности

$$Q = U \frac{\varepsilon_0 \varepsilon S}{d}. \quad (3)$$

При перемещении одной обкладки конденсатора относительно другой (т. е. при изменении величины  $d$ ,) тому же значению заряда  $Q$  соответствует другая величина напряжения  $U$ . Если же зонд, как сказано выше, заземлен, то сохранение его потенциала на постоянном (в данном случае – нулевом) уровне потребует изменения заряда на некоторую величину  $\delta Q$ . Первая производная от этой величины по времени представляет собой ток в цепи динамического конденсатора

$$i(t) = \frac{\partial Q}{\partial t} = U \varepsilon_0 \varepsilon S \frac{\partial}{\partial t} \left( \frac{1}{d(t)} \right) = U \varepsilon_0 \varepsilon S \frac{-\frac{\partial d(t)}{\partial t}}{(d_0 + d_1(t))^2}, \quad (4)$$

где  $d_0$  – начальный зазор между зондом и поверхностью образца;  $d_1(t)$  – функция, описывающая изменение зазора во времени.

Из (4) следует, что, зная закон изменения зазора во времени и измерив силу тока в цепи зонда, можно определить разность напряжений между обкладками (и соответственно потенциал участка поверхности под зондом)

$$U = -i(t) \frac{(d_0 + d_1(t))^2}{\varepsilon_0 \varepsilon S \frac{\partial d(t)}{\partial t}}. \quad (5)$$

Определив разность напряжений, из (3) рассчитываем заряд участка поверхности под зондом.

С практической точки зрения наибольший интерес представляет случай синусоидального закона изменения зазора, т. е. зонд совершает гармонические колебания. При этом емкость конденсатора  $C$  изменяется по закону [5]

$$C(t) = \varepsilon_0 \varepsilon S \frac{1}{d_0 + d_1 \sin \omega t} = C_0 \frac{1}{1 + m \sin \omega t}, \quad (6)$$

где  $C_0$  – емкость динамического конденсатора при нейтральном положении колеблющегося зонда;  $\omega$  – круговая частота колебаний;  $m = d_1/d_0$  – коэффициент модуляции динамического конденсатора.

Из (4) и (6) ток в цепи такого динамического конденсатора

$$i(t) = -U \varepsilon_0 \varepsilon S \frac{d_1 \omega \cos \omega t}{(d_0 + d_1 \sin \omega t)^2}. \quad (7)$$

Для измерения силы тока в цепи динамического конденсатора с учетом ее малой величины и емкостного характера источника сигнала целесообразно использовать зарядочувствительный усилитель. Из (6) следует, что ток в цепи динамического конденсатора прямо пропорционален частоте колебаний и нелинейно зависит от коэффициента модуляции. Таким образом, для повышения чувствительности конденсаторного зонда при ограниченной (по соображениям разрешающей способности) площади поверхности зонда  $S$  можно как увеличить частоту вибрации, так и (в определенных пределах) повышать коэффициент модуляции, однако в последнем случае следует принять во внимание увеличение коэффициента гармоник выходного сигнала.

Применительно к диэлектрикам (в отличие от проводников и полупроводников) метод динамического конденсатора перестает быть поверхностно-чувствительным в строгом смысле этого слова, поскольку в формировании сигнала измерительного преобразователя участвует и весь объем диэлектрика в подэлектродной области. Вследствие этого высказывалось мнение об ограниченной применимости метода вибрирующего конденсатора для исследования диэлектриков [6]. При этом с точки зрения формирования электрического поля, поведение объемно поляризованного диэлектрика полностью эквивалентно поведению неполяризованного диэлектрика с некоторой поверхностной плотностью заряда  $\sigma$  [7]. Таким образом, для корректной интерпретации результатов исследования пространственного распределения поверхностного потенциала диэлектриков необходимо располагать априорной информацией о том, является ли заряд объемным или поверхностным.

Другой особенностью измерения пространственного распределения поверхностного потенциала диэлектриков является то, что, в общем случае, поверхностный потенциал диэлектриков может достигать относительно больших значений (вплоть до тысяч вольт). При использовании классического метода динамического

конденсатора с компенсацией измеряемого потенциала на предусилитель пришлось бы подавать компенсирующий потенциал, равный поверхностному, что трудно осуществить на практике. Поэтому в настоящей работе был использован метод динамического конденсатора без компенсации измеряемого потенциала поверхности, а потенциал поверхности определялся по амплитуде сигнала с динамического конденсатора.

**Установка для исследования поверхностного заряда диэлектриков.** Структурная схема установки, реализующей описанный метод измерения, приведена на рис. 1. Ее основу составляет вибрирующий конденсатор, одной из обкладок которого является торцевая поверхность электрометрического зонда, а другой – заряженная поверхность диэлектрического образца. Электрометрический зонд (подвижная обкладка динамического конденсатора) вибрирует вдоль нормали к поверхности образца с частотой  $\omega$ , чем достигается необходимая модуляция выходного сигнала зонда. Приводом подвижной обкладки служит электромагнитная катушка, на которую подается напряжение от генератора (в данном случае выбрана частота 300 Гц).

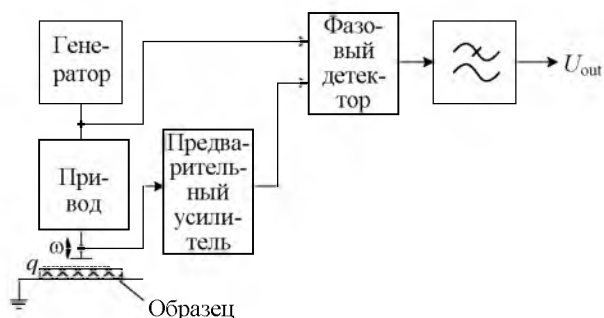


Рис. 1. Схема установки для исследования поверхностного заряда диэлектриков

Переменный сигнал электрометрического зонда, имеющий малую мощность (обусловленную стремящимся к бесконечности выходным сопротивлением электрометрического зонда), поступает на предварительный усилитель, построенный по зарядочувствительной схеме. Далее усиленный сигнал подается на фазовый детектор с закрытым входом, выделяющим его переменную составляющую. Продетектирован-

ный сигнал усредняется фильтром нижних частот. Использование фазового детектора вместо детектора амплитудных значений позволяет получить информацию не только о величине, но и о знаке заряда. Таким образом, в отличие от существующих измерителей контактной разности потенциалов данная схема реализует прямой, а не компенсационный метод измерений.

Использование современной элементной базы (в частности, малощумящих операционных усилителей ОРА380 с пикоамперными токами утечки по входам [8]) позволило обеспечить достаточно низкий уровень входного тока измерительного преобразователя (порядка  $10^{-13}$  А), что, в совокупности с малой емкостью электрометрического зонда (порядка 0,1 пФ [9]) дает возможность регистрировать малые заряды. Так, для создания в измерительной цепи силы тока 1 нА (амплитудное значение), что в 10 раз превышает порог чувствительности первичного преобразователя, при коэффициенте модуляции  $m = 0,4$  и частоте колебаний  $\omega = 300$  Гц достаточно поверхностной плотности заряда диэлектрика  $2 \cdot 10^{-16}$  Кл/мм<sup>2</sup>, т. е. всего порядка 1000 избыточных (или недостающих) электронов на квадратном миллиметре поверхности исследуемого образца. Следует отметить, что при исследованиях реальных диэлектрических материалов данный теоретический предел практически никогда не реализуется. Возможности регистрации малых зарядов ограничиваются динамическим диапазоном измерительной системы, составляющим  $10^3$ , т. е. минимальная регистрируемая (без изменения настроек измерительной системы) плотность заряда составляет одну тысячную от верхнего предела измерений измерительного преобразователя при данном коэффициенте модуляции  $m$ .

**Результаты исследования.** С использованием описанной техники исследованы поверхности образцов, выполненных из фторопласта-4. Поверхность имела видимые следы механической обработки. Предполагалось, что в образцах отсутствует сколько-либо значимый объемный заряд. При этом, как следует из (8), фактически измеряемой величиной при таком исследовании является распределение поверхностного заряда. Источник такого заряда – неспецифическая адсорбция ионов и заряженных

пылевых частиц из воздуха, а также трибоэлектризация. Для изоляционных материалов самопроизвольное накопление статического заряда является нежелательным, поскольку снижаются характеристики их электрической прочности, диэлектрической проницаемости, а также возникают значительные электрические поля, способные повлиять на работу радиоэлектронной аппаратуры.

На рис. 2 показано распределение поверхностного потенциала образцов, не подвергавшихся специальной обработке. Из рисунка видно, что два внешне одинаковых образца имеют существенно различное распределение поверхностного потенциала. Первый образец (рис. 2а) имеет практически равномерное распределение поверхностного потенциала примерно на  $2/3$  площади его поверхности на уровне порядка 200 мВ, однако у правого нижнего края наблюдаются значительный участок с отсутствующим поверхностным зарядом, а также второй такой же участок меньшей площади. В результате контур потенциального изображения не повторяет контур образца, на нем присутствуют «выемки». При этом прилегающие к ним участки поверхности имеют повышенный заряд (до 250–280 мВ). Вероятно, в этих областях были созданы условия для стекания заряда (за счет контакта с заземленными проводящими элементами), либо же при адсорбции ионов во время выдержки на воздухе эти области были экранированы близко прилегающими к образ-

цу объектами. Второй образец (рис. 2б) демонстрирует более «традиционное» распределение заряда, на общем равномерном фоне около 200 мВ выделяются кромки образца, а также имеются несколько пиков, составляющих разорванный кольцевой контур. Последние, вероятно, отражают механические микронесоднородности, т. е. следы точения торцевой поверхности образца резцом.

Для удаления адсорбированных ионов была выполнена отмывка образцов в кипящем изопропиловом спирте в течение 5 мин, после которой каждый из образцов выдерживался на воздухе в течение 1,5 ч. После этого вновь были проведены исследования пространственного распределения поверхностного потенциала, результаты которого показаны на рис. 3. Видно, что основная часть поверхности обоих образцов полностью лишилась накопленного заряда, однако краевые участки, характеризующиеся достаточно резкими (незакругленными) кромками, по-прежнему сохраняют значительный заряд, создающий поверхностный потенциал до 150–200 мВ. На рис. 3а хорошо видно, что в местах «выемок» потенциальной картины исходного образца (рис. 2а) теперь образовались разрывы в характерной кольцевой картине распределения заряда. Интересно, что небольшой заряд сохранился и по центру обоих образцов (выраженный пик на рис. 3а и незначительный на рис. 3б), где после механической обработки, действительно, остались небольшие выступы.

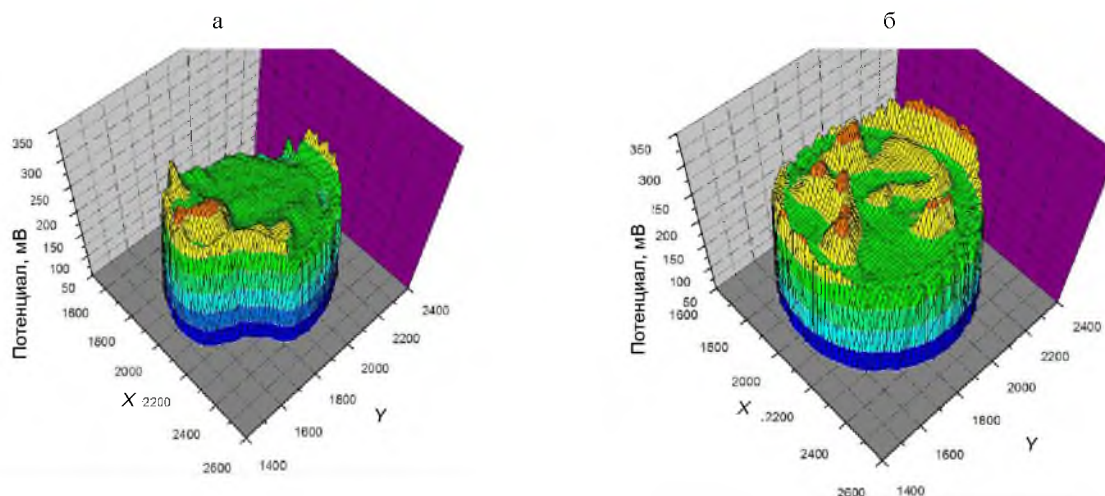


Рис. 2. Пространственное распределение поверхностного потенциала двух фторопластовых образцов до обработки

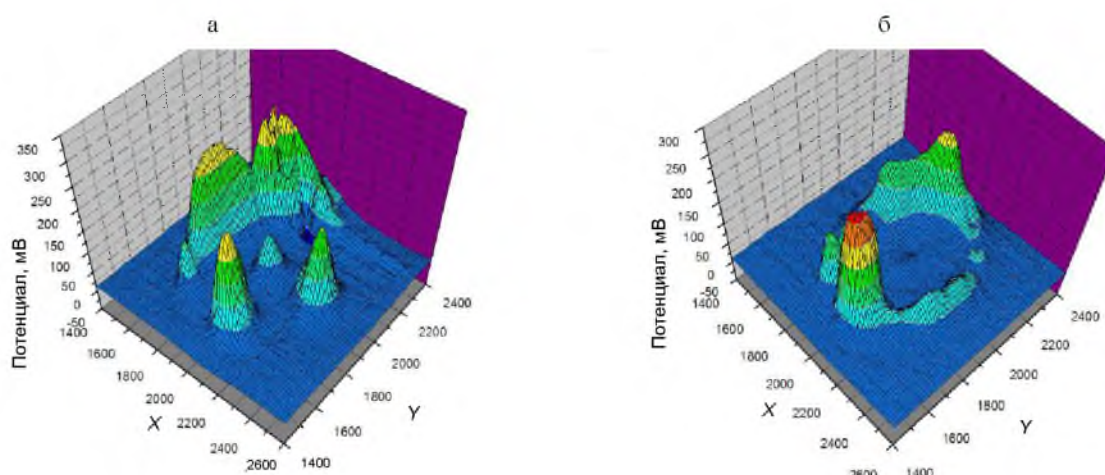


Рис. 3. Пространственное распределение поверхностного потенциала тех же образцов после отмывки в изопропиловом спирте

Затем два образца были подвергнуты нагреванию при температуре 320 °С, близкой к температуре плавления (327 °С), в течение 30 мин и быстрому охлаждению в воде при температуре 18 °С (технологическая закалка). Эти же образцы снова были исследованы на предмет определения поверхностного потенциала. Результаты исследований (рис. 4) показали существенное уменьшение электризуемости поверхности образцов. Основная часть поверхности обоих образцов оказалась не заряжена, а потенциал присутствующих «пятен» электризации оказался того же порядка, что и после предыдущей отмывки (100–150 мВ). Любопытно, что два исследованных образца продемонстрировали различное распределение заряженных областей: если у первого (рис. 4а) заряженны-

ми оказались краевые участки (частично), то у второго (рис. 4б) – центр, а край был заряжен фрагментарно и незначительно.

Для оценки стойкости присутствующего заряда вновь была проведена отмывка образцов в кипящем изопропиловом спирте. Результаты исследования пространственного распределения заряда после отмывки приведены на рис. 5. Видно, что интегральный заряд поверхности существенно уменьшился при некотором его перераспределении по поверхности исследуемых объектов. При этом максимальное значение потенциала поверхности первого образца упало до 120 мВ (рис. 5а), а второго образца после исчезновения центрального пика – до 15 мВ (рис. 5б), что ненамного превышает уровень шумов измерительного преобразователя.

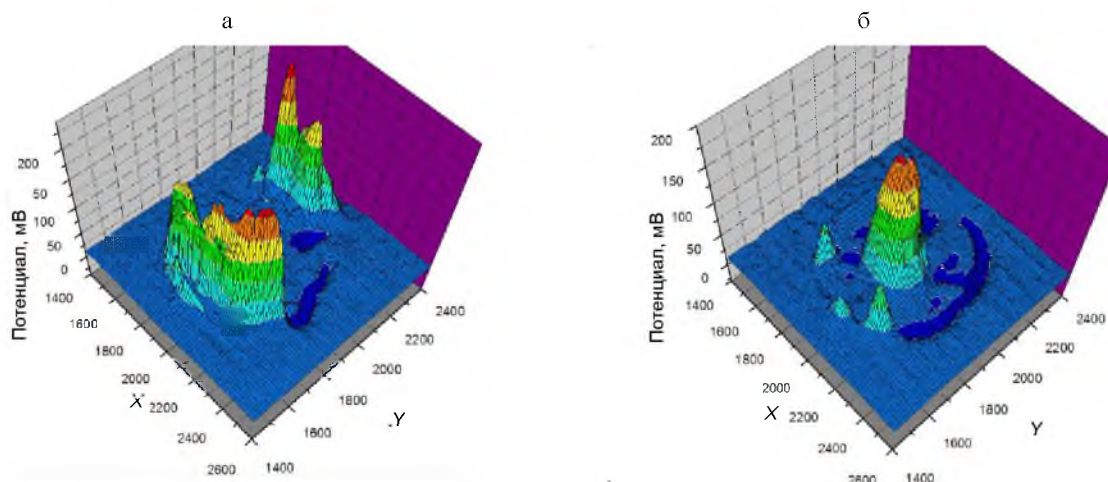


Рис. 4. Пространственное распределение поверхностного потенциала образцов после технологической закалки и длительной выдержки на воздухе

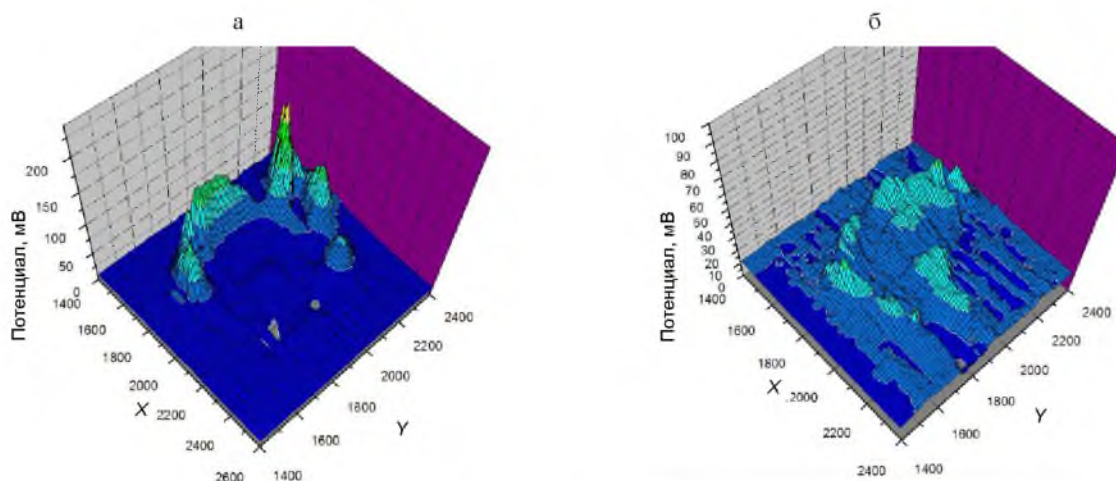


Рис. 5. Пространственное распределение поверхностного потенциала образцов непосредственно после вторичной отмытки в изопропиловом спирте

## ВЫВОДЫ

1. Результаты применения модифицированного метода вибрирующего конденсатора к исследованию поверхностного заряда диэлектриков показали, что метод может применяться для контроля электрических свойств поверхности диэлектриков. Модификация включает в себя отказ от компенсационного метода измерения с переходом к прямым измерениям. Определение значения измерительного сигнала осуществляется с помощью фазового детектора.

2. Регистрируемое пространственное распределение поверхностного потенциала в целом отражает распределение микронеоднородностей поверхности диэлектрика, хотя и не копирует его. Наибольшее накопление заряда наблюдается по краям и в центре точеных образцов.

3. Технологическая закалка образцов из фторопласта-4 при температуре 320 °С приводит как к уменьшению начального накопления поверхностного заряда статического электричества, так и к более легкому и быстрому его стеканию. Установление точного механизма уменьшения электризуемости требует дополнительного исследования структурных изменений фторопласта-4 при закалке.

## ЛИТЕРАТУРА

1. **Emerging** Trends in Surface Metrology / CIRP Annals / P. M. Lonardo [et al.] // Manufacturing Technology. – 2002. – № 51(2). – P. 701–723.
2. **Chugg, A.** Modelling the charge and dose deposition at electronic devices within spacecraft / A. Chugg, G. Randall // Radiation Physics and Chemistry. – 1999. – № 56 (3). – P. 259–266.
3. **Corona-Oxide-Semiconductor** Device Characterization / D. K. Shroder [et al.] // Solid-State Electronics. – 1998. – Vol. 42, № 4. – P. 505–512.
4. Surplice, N. A. a. D. a., R. J. A critique of the Kelvin method of measuring work functions. // Journal Of Physics E-Scientific Instruments. – 1970. – № 3. – P. 477.
5. **Zharin, A. L.** Contact Potential Dierence Techniques as Probing Tools in Tribology and Surface Mapping / A. L. Zharin // Scanning Probe Microscopy in Nanoscience and Nanotechnology (ed. by B. Bhushan). – Springer Heidelberg Dordrecht London New York, 2010. – P. 687–720.
6. **Charging** effect on work function measurements of lithium ceramics under irradiation / G.-N. Luo [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. – 2003. – № 349. – P. 211–216.
7. **Ястребов, С. А.** Электрические поля в диэлектрических структурах с неравномерно распределенными поверхностными зарядами / С. А. Ястребов // Журнал технической физики. – 1999. – Т. 69, вып. 8. – С. 138–140.
8. **ОРА380** Precision, High-Speed Transimpedance Amplifier [электронный ресурс]. Режим доступа: <http://focus.ti.com/general/docs/lit/getliterature.tsp?genericPartNumber=opa380&fileType=pdf> – Дата доступа: 03.12.2010.

Поступила 14.02.2011