

# KPFM在电介质电荷行为研究中的应用

郭皓敏, 张梓轩, 贾贝贝, 陈承相, 吴 锴, 周 峻

(西安交通大学 电气工程学院 电力设备电气绝缘国家重点实验室, 陕西 西安 710049)

**摘要:**开尔文探针力显微镜(KPFM)是一种以纳米级分辨率对材料表面进行电势测量的重要工具,由于其对材料表面电荷的敏感性,近年来在电介质电荷行为研究中获得了广泛应用。本文介绍了KPFM的原理,归纳了KPFM应用于电介质中电荷行为的最新研究进展,重点分析了电介质中表面、界面电荷的扩散、迁移机制,还对KPFM在无机材料、纳米复合材料、铁电材料等典型电介质中的应用研究进行了综述。

**关键词:**开尔文探针力显微镜(KPFM);表面电势;电介质;电荷行为

**中图分类号:**TM215 **DOI:**10.16790/j.cnki.1009-9239.im.2023.10.001

## Application of KPFM in study of charge behavior in dielectric

GUO Haomin, ZHANG Zixuan, JIA Beibei, CHEN Chengxiang, WU Kai, ZHOU Jun

(State Key Laboratory of Electrical Insulation and Power Equipment, School of Electrical Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

**Abstract:** Kelvin probe force microscope (KPFM) is an important tool to measure the surface potential of materials with nanometer resolution. Because of its sensitivity to the surface charge of materials, it has been widely used in the research of dielectric charge behavior in recent years. This paper introduced the principle of KPFM, summarized the latest research progress of KPFM applied to charge behavior in dielectrics, focused on the analysis of the diffusion and migration mechanism of surface and interface charges in dielectrics. And the application of KPFM in typical dielectrics such as inorganic materials, nanocomposites, and ferroelectric materials were also reviewed.

**Key words:** Kelvin probe force microscope (KPFM); surface potential; dielectrics; charge behavior

## 0 引言

电力绝缘材料常常在表面、界面带电等因素的作用下发生老化、放电甚至击穿,在工业环境中,绝缘材料的带电会进一步造成火灾、电子设备损坏等危害<sup>[1-8]</sup>。加强对电介质电荷产生、迁移等机制的系统认识是保障电力设备和电子器件安全稳定运行的重要基础。

如今,对于电介质电荷行为的研究面临3个方面的挑战:①对于固体表面的电气特性描述与定义仍较为困难,例如在缺陷导致的电荷积聚、摩擦带电的电荷性质等方面缺乏相应的研究工具<sup>[9]</sup>;②纳米科学的发展使得纳米复合材料在电气领域的应用更加广泛,分散相纳米颗粒与连续相界面处的电荷行为深刻影响着材料的宏观性能,如击穿行为、介电性能等<sup>[10]</sup>,但相关的研究还较少;③器件的小型化要求对电荷行为研究的尺度进一步缩小至亚微米级别<sup>[11]</sup>。为了应对这些挑战,需要一种分辨率更

高的电荷表征手段,以满足亚微米尺度甚至原子级尺度下电荷行为研究的需求。然而,在电介质电荷的测量领域中应用较为成熟的技术分辨率均在几微米及以上<sup>[12]</sup>,难以观测亚微米尺度的电荷行为,无法实现对材料不同结晶晶型的电荷行为以及复合电介质填料与基体界面的电荷行为的研究。

开尔文探针力显微镜(Kelvin probe force microscopy, KPFM),是一种基于开尔文原理的高分辨率扫描探针显微表征仪器,能较准确地测量样品的表面电势<sup>[13]</sup>。在空间分辨率方面,KPFM具有绝对优势,其测量的表面电势可以达到纳米级的分辨率<sup>[14-16]</sup>。KPFM测得的表面电势通过泊松方程进行转换便可以得到空间电荷的分布<sup>[17]</sup>。WANG S等<sup>[18]</sup>总结了包括KPFM方法在内的多种研究聚合物纳米复合电介质中基质/颗粒界面特性的策略。KPFM已经被用于分析微观尺度研究离子晶体<sup>[19-21]</sup>、聚合物<sup>[22]</sup>、铁电体<sup>[23]</sup>等电介质表面的电荷注入与运动过程,以及界面接触带电的机理、电荷性质<sup>[24-26]</sup>等,并取得了诸多重要的研究成果。利用KPFM得到

的电势测量结果进行电荷行为研究大多是基于定性分析,也有部分研究致力于建立更完善的模型以及算法来提高电荷计算的准确性<sup>[22,27]</sup>,但基于定量分析的研究成果仍然较少。另外,目前的KPFM研究与其他研究方法以及传统方法结合较少,在固液界面进行的电荷行为相关研究也不够深入,关于在更小时间尺度上的电荷动态变化研究也不够成熟,因此KPFM在电介质的电荷行为研究方面仍值得探索。在现有综述中,仍然缺乏对KPFM在电介质电荷行为研究应用领域的横向综述,对KPFM用于不同电介质电荷行为研究的不足和争议之处也缺乏相应总结。

本文重点综述利用KPFM进行高分辨率电介质电荷行为研究的进展。首先介绍KPFM测量表面电势的原理,并进一步探讨KPFM在表面电荷行为、界面电荷行为分析中的应用,然后对KPFM在电介质电荷行为研究中的应用前景进行总结与展望。

## 1 KPFM介绍

开尔文探针力显微镜(KPFM)是在原子力显微镜(AFM)的基础上发展起来的,它结合了开尔文方法和AFM对力的敏感特性,能够对多种材料的表面电势进行测量。开尔文方法是KPFM运行的理论基础,同时掌握KPFM的工作模式对精确测量不同材料的表面物理特性也十分重要,因此下文将对这两方面进行详细介绍。

### 1.1 开尔文方法

开尔文方法发明于1898年,其主要内容是:当两种具有不同功函数的金属接触或相连接时,电子将会从费米能级高的材料流向费米能级低的材料,直到两种金属的费米能级相同。图1为开尔文方法原理图,其中图1(a)为两种金属未接触时的能级示意图;两金属接触后,电子的转移会使两种材料之间形成一个电势差,称为接触电势差( $V_{CPD}$ ),如图1(b)所示;图1(c)显示了在两种材料之间施加一个外加电压 $V_{DC}$ ,若使 $V_{DC}=V_{CPD}$ ,则两种材料的真空能级对齐,内建电场为0,接触电势差的大小就等于外加电压的大小,利用公式 $\phi_2=\phi_1-eV_{CPD}$ 就可以通过一种金属的功函数求得另一种金属的功函数,其中 $\phi_1$ 、 $\phi_2$ 为两种金属的功函数, $e$ 为电子电量。

### 1.2 KPFM工作模式

#### 1.2.1 闭环KPFM模式

传统的闭环KPFM模式主要包括振幅调制(AM-KPFM)模式和频率调制(FM-KPFM)模式,这两种模式的主要区别:AM-KPFM的基础是静电力

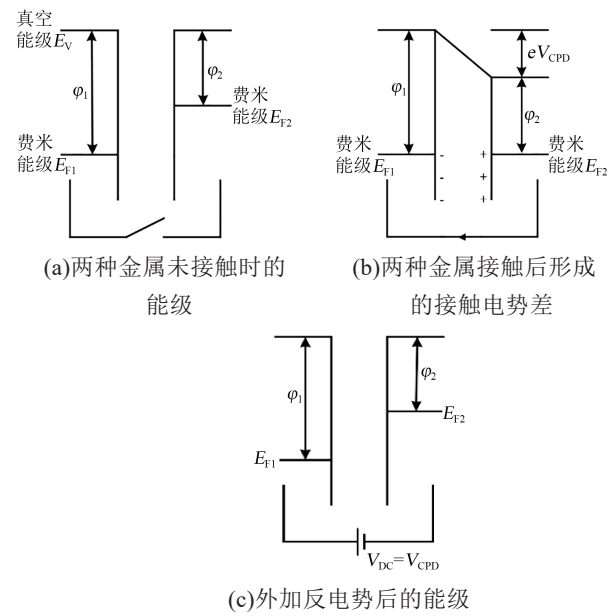


图1 开尔文方法原理图

Fig.1 Schematic diagram of Kelvin method

调零,而FM-KPFM的基础则是基于静电力梯度调零。对于KPFM而言,探针和样品可以看成上述开尔文方法中的两种材料,在测量过程中,探针和样品之间除了外加的直流补偿电压 $V_{DC}$ 外,还有一个频率为 $\omega$ 、幅值为 $V_{AC}$ 的交流电压,用来引起探针振动。探针与样品之间的电场力( $F$ )可由式(1)计算得到。

$$F = -\frac{1}{2} \frac{dC}{dZ} \cdot \Delta V^2 \quad (1)$$

式(1)中: $C$ 是探针和样品之间的局部电容; $\Delta V$ 是两者之间的电势差; $Z$ 是两者之间的距离。

将 $\Delta V = V_{DC} - V_{CPD} + V_{AC} \sin \omega t$ 代入式(1)得到探针-样品电场力的表达式,如式(2)所示。

$$F = -\frac{1}{2} \frac{dC}{dZ} \cdot (V_{DC} - V_{CPD} + V_{AC} \sin \omega t)^2 \quad (2)$$

式(2)可以分为直流电场力 $F_{DC}$ 、一倍频电场力 $F_{\omega}$ 和二倍频电场力 $F_{2\omega}$ ,如式(3)~(5)所示。

$$F_{DC} = -\frac{1}{2} \frac{dC}{dZ} [(V_{DC} - V_{CPD})^2 + \frac{1}{2} V_{AC}^2] \quad (3)$$

$$F_{\omega} = -\frac{dC}{dZ} (V_{DC} - V_{CPD}) V_{AC} \sin \omega t \quad (4)$$

$$F_{2\omega} = \frac{1}{4} \frac{dC}{dZ} V_{AC}^2 \cos 2\omega t \quad (5)$$

图2为AM-KPFM的原理图<sup>[28]</sup>,对于AM-KPFM而言,当 $V_{DC} = V_{CPD}$ 时,一倍频电场力等于0,悬臂在一倍频处的振幅很快也会降为0,此时只要使用锁相器检测一倍频振幅为0的时刻的 $V_{DC}$ ,即可得到样品表面的电势分布。

然而对于FM-KPFM而言,需要对式(3)~(5)

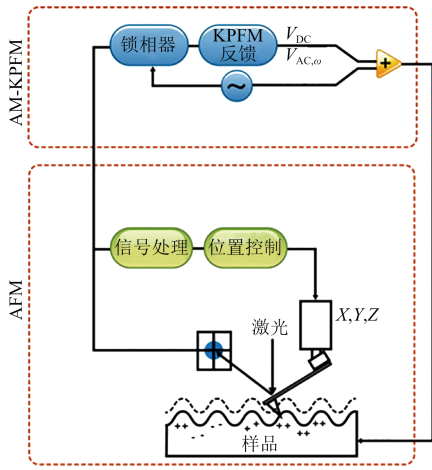


图2 AM-KPFM原理图

Fig.2 Schematic diagram of AM-KPFM

的静电力进行进一步求导,得到式(6)~(8)。

$$F_{DC}' = -\frac{1}{2} \frac{d^2C}{dZ^2} [(V_{DC} - V_{CPD})^2 + \frac{1}{2} V_{AC}^2] \quad (6)$$

$$F_{\omega}' = -\frac{d^2C}{dZ^2} (V_{DC} - V_{CPD}) V_{AC} \sin \omega t \quad (7)$$

$$F_{2\omega}' = \frac{1}{4} \frac{d^2C}{dZ^2} V_{AC}^2 \cos 2\omega t \quad (8)$$

当  $V_{DC} = V_{CPD}$  时,一倍频的电场力梯度  $F_{\omega}'$  为零,再利用电场力梯度与悬臂共振频率的联系得到  $F_{\omega}'$  为零时的  $V_{DC}$  值,从而获得表面电势数据。与 AM-KPFM 相比,FM-KPFM 具有更高的空间分辨率。

### 1.2.2 开环 KPFM 模式

开环 KPFM 是一种没有直流电压反馈的 KPFM 模式,在上述的传统闭环 KPFM 模式中,KPFM 表面电势的测量范围为  $-10 \sim 10$  V,然而,在绝缘体表面由于电荷积聚,电势可能远远超过这个范围。为了安全地实现绝缘表面电势的高压测量,可以关闭外加电压反馈,在开环状态下用计算法测量表面电势。同时,由于关闭了直流电压反馈,开环 KPFM 模式允许在电势测量时在针尖和样品之间施加直流偏压。这种开环 KPFM 在不同文献中有高压 KPFM (KPFM-HV)、双谐振 KPFM (DH-KPFM) 以及开环 KPFM (OL-KPFM) 等不同命名<sup>[29-31]</sup>,但其背后的原理都是类似的,介绍如下:

由式(3)~(5)可得,当没有外加直流电压时,一倍频静电力和二倍频静电力可分别表示为式(9)和式(10)。

$$F_{\omega} = \frac{dC}{dZ} V_{CPD} V_{AC} \sin \omega t \quad (9)$$

$$F_{2\omega} = \frac{1}{4} \frac{dC}{dZ} V_{AC}^2 \cos 2\omega t \quad (10)$$

又由于悬臂的振幅与悬臂的驱动力成正比,一倍频处的振幅和二倍频处的振幅分别满足式(11)

和式(12),若  $V_{AC}$  的频率偏离悬臂的谐振频率,则可以近似得到式(13)。

$$A_{\omega} \propto \frac{dC}{dZ} V_{CPD} V_{AC} \quad (11)$$

$$A_{2\omega} \propto \frac{1}{4} \frac{dC}{dZ} V_{AC}^2 \quad (12)$$

$$V_{CPD} = \frac{1}{4} V_{AC} \frac{A_{\omega}}{A_{2\omega}} \quad (13)$$

式(11)~(13)中: $A_{\omega}$ 、 $A_{2\omega}$ 分别为一倍频处和二倍频处的振幅。

因此只要利用锁相器得到振幅  $A_{\omega}$  和  $A_{2\omega}$ ,便可以计算得到样品的表面电势,开环 KPFM 原理图如图3所示<sup>[28]</sup>。

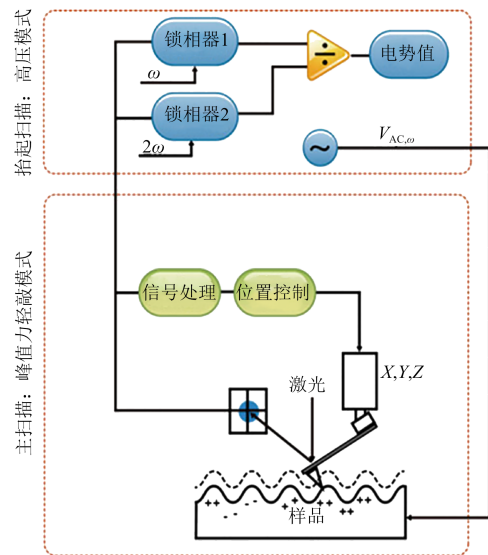


图3 开环 KPFM 原理图

Fig.3 Schematic diagram of open-loop KPFM

## 1.3 KPFM 电荷注入及其行为分析方法

### 1.3.1 KPFM 电荷注入方法

利用 KPFM 进行电荷行为研究时,常常需要向样品施加电压,向样品内注入电荷,再分别测量样品注入电荷时和去除外界电压后电荷耗散过程的表面电势,根据测得的表面电势随时间的变化规律,实现对电介质电荷行为的分析。

常用的电荷注入方式有两种,即利用 KPFM 本身探针实现的纵向加压,以及在样品两侧加装电极实现的横向加压。纵向探针加压<sup>[32]</sup>以及横向外加电极加压<sup>[33]</sup>的原理如图4~5所示。

在纵向加压实验中,KPFM 允许在探针和样品之间施加直流电压,探针针尖能够向样品注入电荷。但施加的纵向电场也会引起样品的极化,这种垂直于样品表面的极化会引起表面电势的改变,导致 KPFM 测得的表面电势数据其实是注入电荷和极化效应引起的电势变化的总和,目前仍然缺乏如

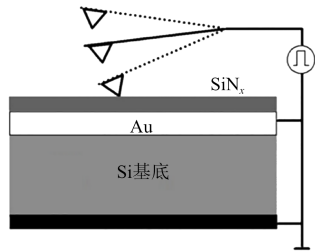


图4 AFM针尖向氮化硅薄膜纵向注电示意图

Fig.4 Schematic diagram of AFM tip injecting charge into SiNx film longitudinally

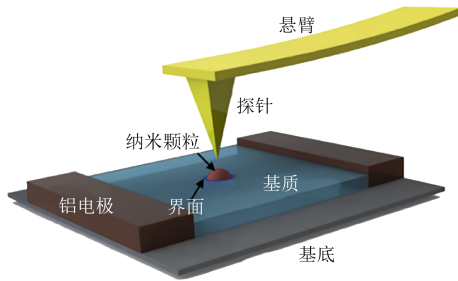


图5 横向电极间纳米复合薄膜的KPFM测量

Fig.5 KPFM measurement of nanocomposite films between transverse electrodes

何解耦这两种表面电势数据的相关研究。横向加压则是在制样时在样品两端分别加装电极,使用外部电源以平行于样品表面的方向来向样品注入电荷,从而避免了纵向极化对表面电势的影响,但其制样过程相对复杂。

### 1.3.2 KPFM 电荷计算方法

如前文所述,KPFM测得的是样品表面电势数据,若要利用这个数据进行电荷行为的分析,仍需要通过一定的计算过程。目前较为常用的将表面电势分布转化为电荷分布的计算方法有泊松方程以及电容器方程。

根据泊松方程,设表面电势为 $\phi(x)$ ,则样品表面的电场 $E(x)$ 以及电荷分布 $\rho(x)$ 可以分别由式(14)和式(15)计算<sup>[22]</sup>。

$$E(x) = -\frac{d\phi(x)}{dx} \quad (14)$$

$$\rho(x) = -\varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{d^2\phi(x)}{dx^2} \quad (15)$$

式(14)~(15)中, $\varepsilon_0$ 和 $\varepsilon_r$ 分别为真空介电常数和样品的相对介电常数。

使用电容器方程时,须假设KPFM足够大的区域上的电荷密度 $\sigma(x,y)$ 与表面电势 $\phi(x,y)$ 成比例,并忽略针尖和样品间气隙的电容,则电荷分布可由式(16)得到<sup>[34]</sup>。

$$\sigma(x,y) = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{\phi(x,y)}{d} \quad (16)$$

式(16)中, $d$ 为样品的厚度。

## 2 基于KPFM的表面电荷行为分析

电介质表面电荷的积聚与消散对其击穿、储能、物理性能等起着重要作用。KPFM能够在纳米级分辨率下提供电介质表面的电势信息,这些电势信息可以间接反映电介质表面的带电情况,因此,KPFM有利于在较高分辨率下研究电介质表面电荷的局部变化。

### 2.1 聚合物、纳米复合材料的表面电荷

电介质尤其是聚合物和纳米复合材料中的电荷运动特性一直受到广泛关注。研究聚合物中电荷的产生、注入和运动对理解纳米复合电介质的介电性能演化机制具有重要意义,KPFM成为了研究电介质薄膜电荷行为的有力工具。

对于聚合物以及纳米复合材料,CHANG J等<sup>[35]</sup>将亲水性和疏水性纳米SiO<sub>2</sub>以不同比例掺入低密度聚乙烯(LDPE)中,通过KPFM研究了纳米颗粒亲水性和浓度对聚合物表面电势衰减的影响,该工作是直接利用KPFM针尖对样品进行纵向注电,会引起材料垂直方向的极化,影响空间电荷测量的准确性。对于电极与材料界面处的电荷行为研究需要实时注入电荷,此时需要在水平方向加装电极来进行KPFM研究。K FALIYA等<sup>[22]</sup>用KPFM测量了水平铝电极之间的聚氧化乙烯(PEO)的表面电势,并在此基础上研究了如何减小表面电势信号的噪声对空间电荷测量的影响,然而这种方法只有在样品较厚时才比较准确。以上研究的侧重点在于如何提高表面电势计算电荷分布的准确性,更多地针对电极和材料界面处的电荷测量值是否与理论相符,并未对所得的电极-电介质电荷分布的含义进行具体分析。在利用KPFM测量结果分析纳米复合材料电学性能方面,YUAN C等<sup>[36]</sup>采用水平加电极的方法,对聚醚酰亚胺/[6,6]-苯基-C71-丁酸异甲酯(PEI/PCBM)复合材料进行了KPFM表面电势测量,证明分子半导体的加入极大地改变了介电聚合物的介电性能。为研究材料电学性质与物理结构的关系,K GAJEWSKI等<sup>[37]</sup>将KPFM与电学测量装置和拉伸实验结合起来,研究了石墨烯-低密度聚乙烯复合材料在对称拉伸阶段的电学性质变化。上述工作为在亚微米尺度上进行表面电荷行为分析、高分辨率空间电荷分布计算以及材料的电学性能研究奠定了基础,然而这些方法依然是基于定性分析进行的,在KPFM测试中,环境条件(如湿度、气体环境)、探针状态、样品表面粗糙度、探针与样

品的距离等对表面电势测量的准确性都有影响,对表面电势数据噪声的后期处理方法也会进一步影响电荷分布计算值的准确性,因此,在此基础上完善实验条件、优化数据处理方法,提高由表面电势分布计算得到的电荷分布准确性是十分必要的。

## 2.2 铁电材料的极化

铁电材料是电介质中一个特殊的分支,其在一定温度范围内会产生自发极化,其自发极化可以在外电场作用下改变方向,且具有压电效应、热释电效应和电卡效应,因此在电子元器件、信息存储、制冷、光催化等领域得到了广泛应用<sup>[38-40]</sup>。KPFM测得的表面电势能够在纳米尺度体现铁电材料的极化,因此在铁电薄膜的极化、铁电畴切换、表面电荷写入等研究中获得了许多应用。

Y KIM 等<sup>[41-43]</sup>用 KPFM 对锆钛酸铅(PZT)薄膜进行了一系列研究:测量了不同极化区域改变施加电压的极性和极化面积时的表面屏蔽效应,如图6所示;研究了晶界和晶粒的电位以及晶界表面电位的弛豫行为,并将 KPFM 与压电力显微镜(PFM)相结合,研究了接地尖端的电荷转移和极化反转。除 PZT 外, KPFM 也应用于其他铁电材料的研究。J Y SON 等<sup>[44]</sup>还研究了钛酸锶钡(SBT)薄膜的不同晶粒形状对铁电极化的影响,结果表明长矩形晶粒的 SBT 薄膜更容易发生铁电畴切换;同时,他们也对比了 SBT 与 PZT 在数据存储方面的差异,证明 PZT 在极化期间更不容易受电荷注入影响,比 SBT 更适合存储数据<sup>[45]</sup>。以上研究表明,对于铁电薄膜的研究,一方面最好将 KPFM 测量的电势结果与表面形貌、PFM 测量以及变温测量等相结合,以更深入地研究铁电材料的相变、极化电荷行为以及屏蔽效应等现象;另一方面,虽然 KPFM 具有较高的空间分辨率,但其时间分辨率很低,只能测得分钟以上级别的电荷动态,而实际上电荷注入与耗散的某些动态过程是非常迅速的,在以往的 KPFM 研究中,较小时间尺度的电荷动态往往被忽视了<sup>[46-47]</sup>,因此近年来时间分辨 KPFM 也成为 KPFM 应用的一个重点研究方向,这为在更小时间尺度上理解铁电材料的电荷注入在极化和屏蔽中的作用原理以及铁电材料的表面电荷弛豫提供了新的思路。

除了以上提到的研究外,许多学者利用 KPFM 在铁电薄膜上进行定向纳米组装的研究。KPFM 探针不仅能够用于测量样品的表面电势,还可以在针尖和样品间施加一定的偏压,实现电荷的注入,或在样品表面诱导极化。定向纳米组装即是先在 KPFM 针尖和铁电薄膜间施加一定的偏压,在电

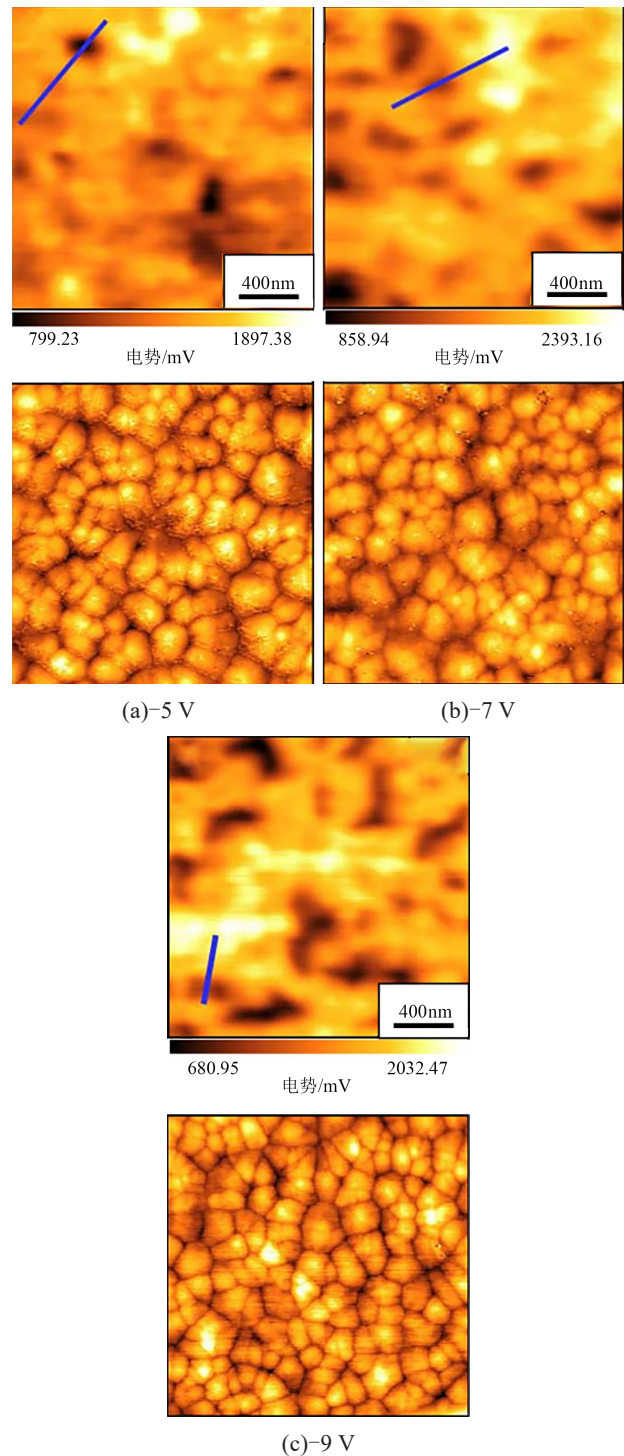


图6 施加不同电压时极化区域的表面电势和形貌

Fig.6 Surface potential and morphology of polarized region under different voltage

场的作用下在铁电薄膜的特定位置写入特定极性的电荷,然后利用静电力将带有相反电荷的纳米颗粒吸附到铁电薄膜表面,从而实现在无掩膜条件下制造亚微米结构。在这个过程中, KPFM 也用于电荷写入后通过测量表面电势来检查写入的电荷图案是否符合预期。P MESQUIDA 等<sup>[48]</sup>利用 KPFM 探针将电荷写入类似聚四氟乙烯的氟碳聚合物薄

膜,再利用电荷对相反带电粒子的吸引,将金纳米粒子从悬浮液沉积到薄膜表面,从而实现纳米级别的金属结构制造。之后又有许多研究者利用类似的方法在各种不同种类的驻极体表面进行了其他纳米材料(如二氧化硅、金纳米颗粒等)的定向组装等<sup>[49-54]</sup>,定向组装后的形貌图案及表面电势如图7所示。然而,以上研究除碳纳米管的定向组装外,大多是对球形胶体纳米粒子进行组装,P MOUTET等<sup>[55]</sup>成功使用AFM将具有高纵横比的金纳米线组装到铁电薄膜表面的指定位置,为具有高度各向异性的纳米物体的定向组装奠定了基础。这些研究为更加精准的静电复印以及微小集成器件的制造提供了有效思路,同时,将各向异性纳米物体组装在铁电薄膜表面,也方便了对各向异性材料特性的进一步研究。在此基础上,进一步实现二维材料、三维材料在铁电薄膜表面的定向组装,也是一个值得关注的方向。但受限于KPFM操作的人工复杂性、工艺复杂性及其高昂成本,这种定向纳米组装的方法暂时无法应用于大批量的微小器件制造,因此尚未能广泛应用于工程实际中。

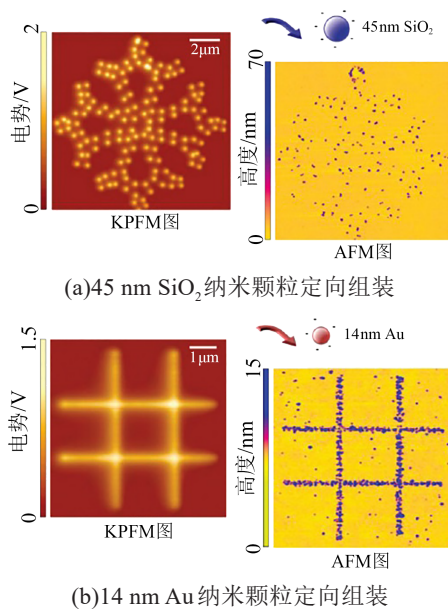


图7 45 nm SiO<sub>2</sub>和14 nm Au纳米颗粒定向组装后的形貌和表面电势

Fig.7 Surface morphology and potential of 45 nm SiO<sub>2</sub> and 14 nm Au nanoparticles after directed assembly

### 2.3 MEMS开关层间介质电荷

微机电系统(MEMS)技术已经成为新一代高性能射频组件的使能技术,如射频微机电系统(RFMEMS)开关、可调电容器和电感。其中RFMEMS组件可以与单片微波集成电路完全集成,

因此系统体积小、质量轻、功耗低且可以批量生产<sup>[56]</sup>。与现有的器件相比,射频MEMS器件具有独特的射频性能。然而,静电MEMS电容式开关的可靠性仍然不高,主要原因是开关的层间低频氮化硅介质表面的电荷积聚会导致MEMS器件失效。KPFM的尖端可以对介质表面进行充电,这一点恰好可以模拟MEMS中电介质通过粗糙点接触的充电现象,利用KPFM对电介质层进行表面电势测量,可以在微观上对电介质电荷的积聚、衰减等特性进行进一步分析,为提高MEMS开关的可靠性提供了基础。

A BELARNI等<sup>[57]</sup>使用KPFM对低频氮化硅注入电荷,并研究了表面电荷随时间的衰减机制,并分析了注入偏压对电荷充电和衰减的影响。U ZAGHLOUL等<sup>[32]</sup>用KPFM对射频MEMS开关用氮化硅薄膜介质进行了一系列研究,包括用于沉积介质薄膜的衬底层、介质层厚度和沉积条件对薄膜性能的影响,并比较了KPFM法与放电电流瞬变(DCT)法、热刺激去极化电流(TSDC)法的异同。上述研究都是在空气环境中进行的,实际上,环境气体成分以及相对湿度对MEMS的KPFM测量结果都有一定的影响。因此,U ZAGHLOUL等<sup>[58-61]</sup>又进一步改变了环境气体、相对湿度和环境净化水平3个条件,研究了环境参数对静电MEMS器件充放电过程的影响。在上述研究中,作者将KPFM法与传统宏观方法如DCT法、TSDC法等得到的电荷弛豫时间进行对比,并从原理上解释了KPFM法得到较大弛豫时间的原因,这为将KPFM法测量结果与传统测试方法进行结合以及相互印证、相互补充提供了思路。但利用KPFM针尖注入电荷对氮化硅薄膜介质的研究仅能在一定程度上模拟MEMS介质层的电荷行为,无法得到介质层实际应用时与器件其他部分接触时充放电的实际现象,且由于KPFM结构的限制,只能用于研究平行于介质层表面方向上的表面电荷行为,对于其厚度方向上的电荷运动及分布则无法测量,即KPFM暂时无法进行三维空间的电荷行为分析。

## 3 基于KPFM的界面电荷行为分析

### 3.1 纳米复合材料的界面电荷

纳米复合材料是以树脂、橡胶、陶瓷和金属等基体为连续相,以纳米尺寸的金属、半导体、刚性粒子和其他无机粒子、纤维、纳米碳管等改性为分散相,通过适当的制备方法将改性剂均匀性地分散于基体材料中,形成的含有纳米尺寸材料的复合体

系<sup>[62]</sup>。纳米复合材料由于其优越的综合性能,例如较高的绝缘强度<sup>[63]</sup>、优异的电极化性能<sup>[64-65]</sup>等,近年来在电介质学科的发展中备受关注。这些优越的介电性能往往与纳米填料含量无关<sup>[66]</sup>,而与纳米颗粒和基体材料界面处的电荷行为密切相关<sup>[67]</sup>,如界面处的电子陷阱增多、界面处的局域极化增强等。在以往的研究中,已经进行了许多对纳米复合材料性能的宏观表征,随着微观表征技术的发展,近年来也有不少研究者在纳米分辨率的尺度对纳米复合材料进行了研究,其中具有高分辨率的KPFM有助于在纳米尺度上研究纳米颗粒的掺入在界面上对基质性能产生影响的微观机制,从而为更好地理解不同类型的纳米颗粒和表面修饰对纳米复合材料中电荷分布的影响机制提供了可能性,为高性能纳米复合电介质材料的研究提供了有力的表征工具。

利用KPFM进行纳米复合材料的研究大多采用外加偏压进行电荷注入,然后测量纳米颗粒及其周围电势随时间的变化规律。R BORGANI等<sup>[68]</sup>首先使用开环KPFM观察低密度聚乙烯(LDPE)基质中单个氧化铝纳米颗粒周围电荷的纵向注入和提取,并提出了一个能带模型来解释实验结果,发现纳米颗粒在不同直流偏压下的表面电势变化与电荷纳米颗粒周围导带附近局域能态(浅陷阱)有关。CHEN Y等<sup>[34]</sup>对BaTiO<sub>3</sub>颗粒填充的PVDF复合薄膜纳米界面的动态电荷注入和耗散行为进行了KPFM研究,认为影响电荷注入的主要因素是空间电荷极化,而电荷耗散过程服从指数规律,由电荷隧道效应决定。ZHOU J等<sup>[69]</sup>以环氧树脂为基体,以具有核-壳结构的M-SiO<sub>2</sub>@Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>纳米颗粒为填料制备了纳米复合材料,并使用KPFM观察到了纳米颗粒周围的界面电荷积聚。PENG S等<sup>[70]</sup>利用开环KPFM直接检测了一种典型铁电聚合物纳米复合材料P(VDF-TrFE)/BT在不同纵向直流偏压下界面区域的局部极化特性,结果表明基质/颗粒界面区的电极化增强与界面区域的链迁移率高于聚合物基质中的链迁移率有关,图8展示了纳米复合铁电薄膜中颗粒附近的形貌和电势图像;此后,他们又采用横向加压对P(VDF-TrFE)/BT进行了空间电荷的实时注入,消除了纵向加压造成的感应极化影响,进一步研究了复合材料界面电荷的注入和耗散过程,得到空间电荷在纳米粒子周围会形成20~30 nm的电荷晕层<sup>[33]</sup>。JIA B等<sup>[71]</sup>用KPFM研究了含Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>颗粒和气泡的环氧基复合材料在横向电压下表面电势和界面区域的动态电荷行为,发现Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>颗粒周围更

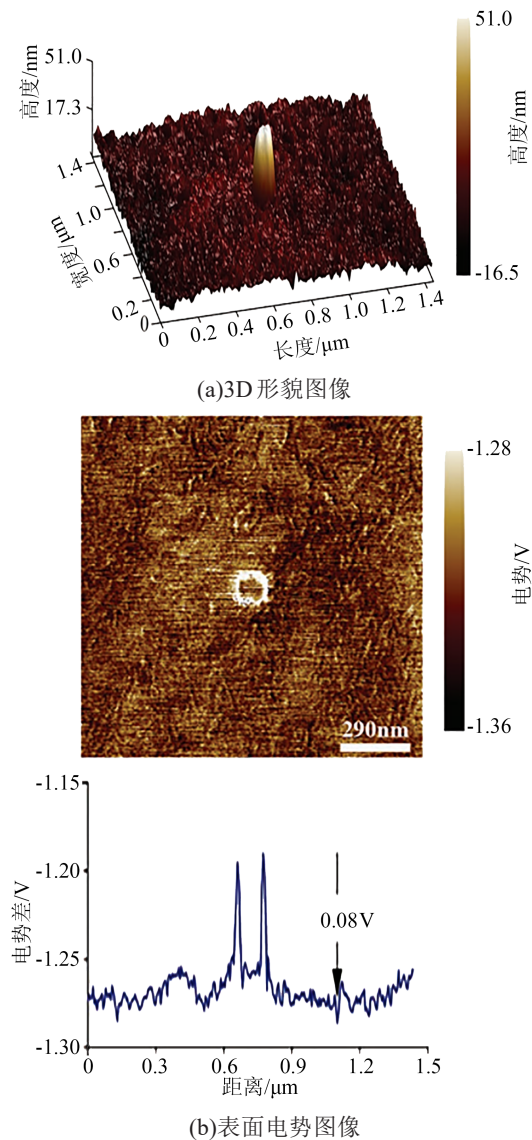


图8 纳米复合铁电薄膜中颗粒附近的3D形貌图像和表面电势图像

Fig.8 3D morphology image and surface potential image near particles in nanocomposite ferroelectric films

容易积聚负电荷并产生浅陷阱,而气泡周围更容易积聚正电荷并形成深陷阱。利用KPFM进行纳米复合电介质研究的主要目标是深入理解纳米颗粒的掺入在界面上对材料性能产生影响的微观机制,为设计高性能纳米复合材料提供了一定的理论依据。然而,目前仍然缺乏关于如何将这微观界面处的电荷分布和扩散规律与宏观性能进行直接关联的研究,在将KPFM测试所得到的电荷信息与宏观测试的结果相互印证、相互联系方面,仍需进行进一步探索。并且,利用KPFM研究颗粒和基体界面时,要求颗粒在基体中呈半裸露状态,这不仅对薄膜厚度提出了较高的要求,也意味着KPFM并不能反映埋入基体的颗粒-基体界面的电荷行为,并

且如前所述,KPFM只能测量平行于样品表面方向的电荷行为,对薄膜内部存在的颗粒-基体界面的电荷行为则难以表征。

### 3.2 接触带电现象研究

接触带电现象也称为摩擦生电,这种现象从被发现至今已有2000余年<sup>[9]</sup>,并且在纳米摩擦发电机<sup>[72-73]</sup>的研究中获得了许多应用。虽然接触带电是一种基本的带电效应,但现有的研究对接触带电现象产生的机制、电荷的性质等依然不够清晰。KPFM的发明为在纳米尺度上探究接触带电产生的机制以及电荷性质的研究提供了有力的工具,有不少研究者利用这一工具对摩擦带电现象进行了研究。

HAO S等<sup>[74]</sup>利用AFM针尖与SiO<sub>x</sub>衬底进行摩擦。然后立即用KPFM测量摩擦电荷,分别研究了载荷力、摩擦速度、摩擦次数和相对湿度等因素对表面电荷的影响,并发现在针尖与相似性质的衬底之间施加不同的载荷力时,摩擦电荷的极性会发生反转。H T BAYTEKIN等<sup>[75]</sup>认为接触带电后的表面电荷并不是均匀分布的,而是有些区域带正电,有些区域带负电,就像是形成了表面电荷的“马赛克”,并使用KPFM对常见的聚合物表面进行了接触电荷的成像以验证这一猜想。以上研究针对摩擦带电的电荷符号以及电荷行为进行了分析,但对其背后的机理仍需进行深入阐释。LIN S等<sup>[24-25]</sup>先将KPFM与热离子发射、光电子发射相结合,研究了KPFM针尖与电介质摩擦后,聚合物、陶瓷等电介质表面接触电荷的性质,并用能带理论解释了接触过程中的电荷转移机制,为纳米摩擦发电机的研究应用提供了理论支撑。L VIEIRA等<sup>[76]</sup>将KPFM与划痕测试结合,研究了DLC-Ag薄膜的表面电势,结果表明银纳米粒子具有显著增强非晶态涂层表面荷电的能力。YIN J等<sup>[77]</sup>使用KPFM研究了绝缘聚酯纤维在与导电纤维接触后的表面接触带电,并在此基础上分析了接触带电与电荷耗散的机理。但在利用KPFM针尖对电介质表面进行划痕摩擦测试时,随着摩擦力增大、摩擦次数增加,不可避免地会造成针尖的磨损,这会对表面电势的测量结果造成一定的误差。

以上研究都是针对固体-固体界面的接触带电研究,而事实上,接触带电也发生在固体-液体的接触界面上,KPFM能够在液体环境中进行电介质表面的高分辨率形貌和表面电势测量,为在液体环境中探究固体-液体界面接触带电的机理提供了有力工具。LIN S等<sup>[26]</sup>将KPFM与热电子发射相结

合,研究了液体与陶瓷电介质表面接触双电层的形成,判断了接触电荷的性质。H H SINGH等<sup>[78]</sup>使用KPFM研究了水滴落在ZnO-PVDF薄膜表面时的接触带电现象,并制作了液-固界面型摩擦电纳米发电机,其性能参数与理论相一致。上述研究利用KPFM技术,在研究各种界面的接触带电原理方面取得了一定的进展,为纳米摩擦发电机、静电危害清除等领域的发展做出了贡献。但现有的研究结果以及理论仍不完整,例如固-液接触界面双电层形成理论依然存在许多争议,固-液接触后离子的转移机制仍不明确,由于KPFM具有在液体中进行电学测量的能力,在固液界面电荷研究方面具有独特的优势。但固-液接触界面会形成双电层,KPFM进行表面电势测量时,为避免范德华力的影响,探针距材料表面的距离往往大于双电层宽度,即测得的电势是在双电层以外的电势。由于双电层屏蔽效应<sup>[26]</sup>,仅靠KPFM在液体环境测得的表面电势并不能反映固体表面真实所带的电荷极性和电荷量,需要进一步结合能够深入双电层的力曲线测试以及移去液体后的表面电势测量才能确定固液接触带电的性质。

## 4 结束语

KPFM由于能够同时对样品的形貌和表面电势进行高分辨率成像,在电介质的表面电荷、极化、界面电荷等研究方面获得了广泛应用。利用KPFM进行聚合物以及纳米复合材料的表面及界面电荷行为研究,有利于在微纳尺度理解纳米颗粒的加入对复合材料电学性能的影响机制。利用KPFM观察MEMS的氮化硅介质层电荷的注入和消散过程有利于理解介质充电与器件失效的联系;同时,KPFM还可以用于对铁电材料极化、接触带电现象的研究,为纳米定向组装、纳米打印、摩擦电纳米发电机的应用提供了基础。KPFM逐渐成为在微纳尺度范围研究电介质电荷行为的重要工具,然而,其在电介质中的应用仍不够广泛和成熟,其测量结果和测试方法的可靠性存在争议,主要体现在以下几个方面:①KPFM电势测量结果受到样品表面形貌的影响,过大的表面起伏会造成表面电势的误差;②测量环境中的气体、湿度都会影响KPFM测量结果的准确性,尤其是样品表面吸附的水分、灰尘等杂质,对电势测量结果影响很大;③KPFM探针状态对测量结果也有较大的影响,探针在使用过程中会产生磨损,磨损严重后需及时更换探针,无论是磨损还是更换探针,都会导致电势测量数据产生偏差;

④KPFM的时间分辨率只有几分钟会相对于某些电荷行为而言,这个时间尺度过大掩盖较快的电荷动态过程。

因此,在今后的研究中,可以重点关注以下4个方面:

(1)应着重分析影响KPFM表面电势测量准确性的影响因素,例如形貌、环境湿度和气体氛围、探针特性、探针带电等对电势测量结果的影响。改善实验条件,如将测试仪器及样品放置于手套箱中。提高制样水平,并将这些因素与计算方法结合以提高对表面电势数据的处理能力,得到更为准确的电荷分布规律。

(2)根据实验条件选择适宜的探针,根据样品的特性选择弹性系数、曲率半径适宜的探针,所制样品的表面应尽量平整,并在实验过程中选择适宜的参数以减小探针的磨损,在同一系列的实验中尽量避免更换探针,来提高实验数据的可信度。

(3)注重KPFM测量与其他测试方法的结合,如与拉伸试验、PFM测量、变温实验、光电子发射实验、宏观热刺激电流实验、介电谱等相结合,扩展KPFM在电介质电荷行为研究方面的应用范围,加强与宏观实验结果的联系。

(4)在提高KPFM的时间分辨率方面进行研究,从提高控制回路的效率、开发针对性的实验方法等角度入手,使KPFM能够用于分析电荷的快弛豫行为、光电子行为,这将有利于进一步理解电介质的电荷输运机理。

## 参考文献:

- [1] 郑书生,张宗衡,孔举,等. 电树枝起树后电压幅值对生长形貌和局部放电特性的影响[J]. 绝缘材料,2023,56(3):70-76.
- [2] 尹毅,肖登明,屠德民. 空间电荷在评估绝缘聚合物电老化程度中的应用研究[J]. 中国电机工程学报,2002,22(1):44-49.
- [3] ZHANG Y, LEWINER J. Evidence of strong correlation between space-charge buildup and breakdown in cable insulation[J]. IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, 1996, 3(6): 778-783.
- [4] LI C, ZHU Y, HU J, et al. Charge cluster triggers unpredictable insulation surface flashover in pressurized SF<sub>6</sub>[J]. Journal of Physics D: Applied Physics,2020,54(1):015308.
- [5] 郜超,秦松林,肖登明. 特高压直流输电线路下的直流离子流电场[J]. 电气技术,2012,146(3):6-9.
- [6] YUAN M, ZOU L, LI Z, et al. A review on factors that affect surface charge accumulation and charge-induced surface flashover[J]. Nanotechnology,2021,32(26):262001.
- [7] 周远翔,吴优,张灵,等. 预交联对XLPE直流电缆料空间电荷特性的影响[J]. 绝缘材料,2022,55(3):23-31.
- [8] ZHANG L, LIN C, LI C, et al. Gas-solid interface charge characterisation techniques for HVDC GIS/GIL insulators[J]. High Voltage,2020,5(2):95-109.
- [9] WANG Z L, WANG A C. On the origin of contact-electrification[J]. Materials Today,2019,30:34-51.
- [10] LUO H, ZHOU X, ELLINGFORD C, et al. Interface design for high energy density polymer nanocomposites[J]. Chemical Society Reviews,2019,48(16):4424-4465.
- [11] ZHANG P, WANG F, YU M, et al. Two-dimensional materials for miniaturized energy storage devices: From individual devices to smart integrated systems[J]. Chemical Society Reviews, 2018,47(19):7426-7451.
- [12] 周远翔,王宁华,王云杉,等. 固体电介质空间电荷研究进展[J]. 电工技术学报,2008,23(9):16-25.
- [13] NONNENMACHER M, OBOYLE M P, WICKRAMASINGHE H K. Kelvin probe force microscopy[J]. Applied Physics Letters, 1991,58(25):2921-2923.
- [14] SADEWASSER S, GLATZEL T, SHIKLER R, et al. Resolution of Kelvin probe force microscopy in ultrahigh vacuum: Comparison of experiment and simulation[J]. Applied Surface Science, 2003,210(1-2):32-36.
- [15] LISICIO A, PALERMO V, SAMORI P. Nanoscale quantitative measurement of the potential of charged nanostructures by electrostatic and Kelvin probe force microscopy: Unraveling electronic processes in complex materials[J]. Accounts of Chemical Research,2010,43(4):541-550.
- [16] COLLINS L, KILPATRICK J I, KALININ S V, et al. Towards nanoscale electrical measurements in liquid by advanced KPFM techniques: A review[J]. Reports on Progress in Physics,2018,81(8):086101.
- [17] VILLENEUVE-FAURE C, BOUDOU L, MAKASHEVA K, et al. Methodology for extraction of space charge density profiles at nanoscale from Kelvin probe force microscopy measurements[J]. Nanotechnology,2017,28(50):505701.
- [18] WANG S, LUO Z, LIANG J, et al. Polymer nanocomposite dielectrics: Understanding the matrix/particle interface[J]. ACS Nano,2022,16(9):13612-13656.
- [19] BARTH C, HENRY C R. Kelvin probe force microscopy on surfaces of UHV cleaved ionic crystals[J]. Nanotechnology,2006,17(7):S155.
- [20] BARTH C, HENRY C R. Surface double layer on (001) surfaces of alkali halide crystals: A scanning force microscopy study[J]. Physical Review Letters,2007,98(13):136804.
- [21] BOCQUET F, NONY L, LOPPACHER C, et al. Analytical approach to the local contact potential difference on (001) ionic surfaces: Implications for Kelvin probe force microscopy[J]. Physical Review B,2008,78(3):35410.
- [22] FALIYA K, KLIEM H, DIAS C J. Space charge measurements with Kelvin probe force microscopy[J]. IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation,2017,24(3):1913-1922.
- [23] WANG J, ZHANG H, CAO G, et al. Injection and retention characterization of trapped charges in electret films by electrostatic force microscopy and Kelvin probe force microscopy[J]. Physica Status Solidi (A) Applications and Materials,2020,217

- (20):2000190.
- [24] LIN S, XU L, XU C, et al. Electron transfer in nanoscale contact electrification: Effect of temperature in the metal-dielectric case [J]. *Advanced Materials*,2019,31(17):1808197.
- [25] LIN S, XU L, ZHU L, et al. Electron transfer in nanoscale contact electrification: Photon excitation effect[J]. *Advanced Materials*,2019,31(27):1901418.
- [26] LIN S, XU L, CHI WANG A, et al. Quantifying electron-transfer in liquid-solid contact electrification and the formation of electric double-layer[J]. *Nature communications*,2020,11(1):1-8.
- [27] VILLENEUVE-FAURE C, TEYSSÉDRE G, LE ROY S, et al. Interface properties in dielectrics: A cross-section analysis by atomic force microscopy[C]//2018 12th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials. Xi'an, China: IEEE,2018:1135-1138.
- [28] LUO D, SUN H, LI Y. Kelvin probe force microscopy in nanoscience and nanotechnology[M]//*Surface Science Tools for Nanomaterials Characterization*. Berlin, Germany: Springer, 2015:117-158.
- [29] FU L, ZHOU J, YANG J, et al. Probing charge transfer under external bias at Cu/SrTiO<sub>3</sub> heterojunction[J]. *Applied Surface Science*,2022,592:153269.
- [30] COLLINS L, VASUDEVAN R K, SEHIRLIOGLU A. Visualizing charge transport and nanoscale electrochemistry by hyperspectral Kelvin probe force microscopy[J]. *ACS applied materials & interfaces*,2020,12(29):33361-33369.
- [31] COLLINS L, KILPATRICK J I, WEBER S A L, et al. Open loop Kelvin probe force microscopy with single and multi-frequency excitation[J]. *Nanotechnology*,2013,24(47):475702.
- [32] ZAGHLOUL U, BHUSHAN B, PONS P, et al. On the influence of environment gases, relative humidity and gas purification on dielectric charging/discharging processes in electrostatically driven MEMS/NEMS devices[J]. *Nanotechnology*, 2011, 22(3): 035705.
- [33] PENG S, LUO Z, WANG S, et al. Mapping the space charge at nanoscale in dielectric polymer nanocomposites[J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*,2020,12(47):53425-53434.
- [34] CHEN Y, ZHOU J, LI Y, et al. Nanoscale detection of interfacial charge mobility in BaTiO<sub>3</sub>/polyvinylidene fluoride nanocomposites[J]. *ACS Applied Nano Materials*,2022,5(4):5906-5914.
- [35] CHANG J, HAN B, LÜ X, et al. Study on surface charge characteristics of polyethylene/SiO<sub>2</sub> nano-composites observed by Kelvin probe force microscope[C]//2019 2nd International Conference on Electrical Materials and Power Equipment. Guangzhou, China:IEEE,2019:264-267.
- [36] YUAN C, ZHOU Y, ZHU Y, et al. Polymer/molecular semiconductor all-organic composites for high-temperature dielectric energy storage[J]. *Nature Communications*,2020,11(1):1-8.
- [37] GAJEWSKI K, SZYMAŃSKI W, KACZOROWSKI W, et al. Quasi in-situ observation of the elastic properties changes of the graphene-low-density polyethylene composites[J]. *Diamond and Related Materials*,2018,82:143-149.
- [38] LUE H T, WU C J, TSENG T Y. Device modeling of ferroelectric memory field-effect transistor for the application of ferroelectric random access memory[J]. *IEEE Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics & Frequency Control*,2003,50(1):5-14.
- [39] ZHANG G, LI Q, GU H, et al. Ferroelectric polymer nanocomposites for room-temperature electrocaloric refrigeration[J]. *Advanced materials*,2015,27(8):1450-1454.
- [40] KHAN M A, NADEEM M A, IDRIS H. Ferroelectric polarization effect on surface chemistry and photo-catalytic activity: A review[J]. *Surface Science Reports*,2016,71(1):1-31.
- [41] KIM Y, HONG S, KIM S H, et al. Surface potential of ferroelectric domain investigated by Kelvin force microscopy[J]. *Journal of Electroceramics*,2006,17(2):185-188.
- [42] KIM Y, PARK M, BÜHLMANN S, et al. Effect of local surface potential distribution on its relaxation in polycrystalline ferroelectric films[J]. *Journal of Applied Physics*, 2010, 107(5): 054103.
- [43] KIM Y, KIM J, BÜHLMANN S, et al. Screen charge transfer by grounded tip on ferroelectric surfaces[J]. *Physica Status Solidi (RRL) - Rapid Research Letters*,2008,2(2):74-76.
- [44] SON J Y, KIM B G, CHO J H. Grain dependence of ferroelectric domain switching on SrBi<sub>2</sub>Ta<sub>2</sub>O<sub>9</sub> thin films observed by Kelvin probe force microscope[J]. *Thin Solid Films*,2006,500(1-2): 360-363.
- [45] SON J Y, BANG S H, CHO J H. Kelvin probe force microscopy study of SrBi<sub>2</sub>Ta<sub>2</sub>O<sub>9</sub> and PbZr<sub>0.53</sub>Ti<sub>0.47</sub>O<sub>3</sub> thin films for high-density nonvolatile storage devices[J]. *Applied physics letters*,2003, 82(20):3505-3507.
- [46] COLLINS L, AHMADI M, QIN J, et al. Time resolved surface photovoltage measurements using a big data capture approach to KPFM[J]. *Nanotechnology*,2018,29(44):445703.
- [47] STRELCOV E, JESSE S, HUANG Y L, et al. Space- and time-resolved mapping of ionic dynamic and electroresistive phenomena in lateral devices[J]. *ACS Nano*,2013,7(8):6806-6815.
- [48] MESQUIDA P, STEMMER A. Maskless nanofabrication using the electrostatic attachment of gold particles to electrically patterned surfaces[J]. *Microelectronic Engineering*, 2002, 61(7): 671-674.
- [49] SEEMANN L, STEMMER A, NAUJOKS N. Selective deposition of functionalized nano-objects by nanoxerography[J]. *Microelectronic Engineering*,2007,84(5-8):1423-1426.
- [50] SEEMANN L, STEMMER A, NAUJOKS N. Local surface charges direct the deposition of carbon nanotubes and fullerenes into nanoscale patterns[J]. *Nano Letters*,2007,7(10):3007-3012.
- [51] RESSIER L, NADER V L. Electrostatic nanopatterning of PMMA by AFM charge writing for directed nano-assembly[J]. *Nanotechnology*,2008,19(13):135301.
- [52] RESSIER L, PALLEAU E, GARCIA C, et al. How to control AFM nanoxerography for the templated monolayered assembly of 2 nm colloidal gold nanoparticles[J]. *IEEE Transactions on Nanotechnology*,2009,8(4):487-491.
- [53] PALLEAU E, SANGEETHA N M, RESSIER L. Quantification of the electrostatic forces involved in the directed assembly of colloidal nanoparticles by AFM nanoxerography[J]. *Nanotech-*

- nology,2011,22(32):325603.
- [54] PALLEAU E, SANGEETHA N M, VIAU G, et al. Coulomb force directed single and binary assembly of nanoparticles from aqueous dispersions by AFM nanoxerography[J]. ACS Nano, 2011,5(5):4228-35.
- [55] MOUTET P, LACROIX L M, ROBERT A, et al. Directed assembly of single colloidal gold nanowires by AFM nanoxerography[J]. Langmuir,2015,31(14):4106-4112.
- [56] CAO B Y, SUN J, CHEN M, et al. Molecular momentum transport at fluid-solid interfaces in MEMS/NEMS: A review[J]. International Journal of Molecular Sciences, 2009, 10(11): 4638-4706.
- [57] BELARNI A, LAMHAMDI M, PONS P, et al. Kelvin probe microscopy for reliability investigation of RF-MEMS capacitive switches[J]. Microelectronics Reliability,2008,48(8-9):1232-1236.
- [58] ZAGHLOUL U, BELARNI A, COCCETTI F, et al. A comprehensive study for dielectric charging process in silicon nitride films for RF MEMS switches using Kelvin probe microscopy [C]//Solid-state Sensors, Actuators & Microsystems Conference, Transducers International. Denver, USA:IEEE,2009.
- [59] ZAGHLOUL U, KOUTSOURELI M, WANG H, et al. Assessment of dielectric charging in electrostatically driven MEMS devices: A comparison of available characterization techniques[J]. Microelectronics Reliability,2010,50(9-11):1615-1620.
- [60] ZAGHLOUL U, COCCETTI F, PAPAIOANNOU G J, et al. A novel low cost failure analysis technique for dielectric charging phenomenon in electrostatically actuated MEMS devices[C]// IEEE International Reliability Physics Symposium. Anaheim, USA:IEEE,2010.
- [61] ZAGHLOUL U, PAPAIOANNOU G J, WANG H, et al. Nanoscale characterization of the dielectric charging phenomenon in PECVD silicon nitride thin films with various interfacial structures based on Kelvin probe force microscopy[J]. Nanotechnology,2011,22(20):205708.
- [62] THOSTENSON E T, LI C, CHOU T W. Nanocomposites in context[J]. Composites Science & Technology, 2005, 65(3-4): 491-516.
- [63] PALLON L, HOANG A T, POURRAHIMI A M, et al. The impact of MgO nanoparticle interface in ultra-insulating polyethylene nanocomposites for high voltage DC cables[J]. Journal of Materials Chemistry A,2016,4(22):8590-8601.
- [64] GAO L, HE J, HU J, et al. Large enhancement in polarization response and energy storage properties of poly(vinylidene fluoride) by improving the interface effect in nanocomposites[J]. The Journal of Physical Chemistry C,2014,118(2):831-838.
- [65] 南江,刘诚威,夏平安. 聚四氟乙烯/纳米碳化硅改性复合材料的制备及其介电特性[J]. 电工技术学报,2021,36(S1):1-7.
- [66] MENDES S F, COSTA C M, CAPARROS C, et al. Effect of filler size and concentration on the structure and properties of poly(vinylidene fluoride)/BaTiO<sub>3</sub> nanocomposites[J]. Journal of Materials Science,2012,47(3):1378-1388.
- [67] ALI F, UGURLU B, KAWAMURA A. Polymer nanocomposite dielectrics-The role of the interface[J]. IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation,2005,12(4):629-643.
- [68] BORGANI R, PALLON L, HEDENQVIST M S, et al. Local charge injection and extraction on surface-modified Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles in LDPE[J]. Nano Letters,2016,16(9):5934-5937.
- [69] ZHOU J, LI Y, WU Y, et al. Tuned local surface potential of epoxy resin composites by inorganic core-shell microspheres: Key roles of the interface[J]. Langmuir,2019,35(37):12053-12060.
- [70] PENG S, YANG X, YANG Y, et al. Direct detection of local electric polarization in the interfacial region in ferroelectric polymer nanocomposites[J]. Advanced Materials, 2019, 31(21): 1807722.
- [71] JIA B, ZHOU J, CHEN Y, et al. Local charge transport at different interfaces in epoxy composites[J]. Nanotechnology,2022,33: 345709.
- [72] WU C, WANG A C, DING W, et al. Triboelectric nanogenerator: A foundation of the energy for the new era[J]. Advanced Energy Materials,2019,9(1):1802906.
- [73] CHENG T, GAO Q, WANG Z L. The current development and future outlook of triboelectric nanogenerators: A survey of literature[J]. Advanced Materials Technologies,2019,4(3):1800588.
- [74] HAO S, CHU H, WANG J, et al. Kelvin probe force microscopy study on nanotriboelectrification[J]. Applied Physics Letters, 2010,96(8):602.
- [75] BAYTEKIN H T, PATASHINSKI A Z, BRANICKI M, et al. The mosaic of surface charge in contact electrification[J]. Science,2011,333(6040):308.
- [76] VIEIRA L, LUCAS F, FISSMER S F, et al. Scratch testing for micro- and nanoscale evaluation of tribocharging in DLC films containing silver nanoparticles using AFM and KPFM techniques[J]. Surface & Coatings Technology,2014,260:205-213.
- [77] YIN J, NYSTEN B. Contact electrification and charge decay on polyester fibres: A KPFM study[J]. Journal of Electrostatics, 2018,96:16-22.
- [78] SINGH H H, KHARE N. KPFM study of flexible ferroelectric polymer/water interface for understanding the working principle of liquid - solid triboelectric nanogenerator[J]. Advanced Materials Interfaces,2021,8(12):2100032.

收稿日期:2022-11-19;修回日期:2023-01-19。

作者简介:郭皓敏(1999-),女(汉族),河北张家口人,硕士生,主要从事复合电介质界面特性的研究;周峻(1985-),男(汉族),甘肃陇南人,副教授,主要从事能源转换与存储、新能源技术、复合电介质材料等方向的研究。