

УДК 532.783

## ПРИМЕНЕНИЕ НЕМАТИЧЕСКИХ ЖИДКИХ КРИСТАЛЛОВ ДЛЯ ВИЗУАЛИЗАЦИИ СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ КВАРЦЕВЫХ РЕЗОНАТОРОВ

О.Г. Габараев, Ю.И. Купоросов, М.Г. Томилин

Описано применение нематических жидких кристаллов (НЖК) для визуализации структурных дефектов в кварцевом элементе резонатора промышленного производства. Объектом исследования были структурные неоднородности в кристаллическом кварце, как природного происхождения, так и возникающие в процессе технологических операций. Проведено сравнение метода НЖК с методами травления, рентгеновской и акустической дефектоскопии. Показано, что предложенный метод НЖК является неразрушающим по сравнению с методом травления; точнее акустического метода и позволяет в отличие от него дать интегральную картину свойств изучаемой области поверхности; является экспрессным и более дешевым по сравнению с рентгеновским методом. Метод НЖК можно рассматривать как независимый метод, дающий дополнительную информацию о свойствах поверхности изучаемых объектов.

**Ключевые слова:** жидкие кристаллы, дефектоскопия, поверхность, структурные неоднородности, неразрушающий контроль, кристаллический кварц.

### Введение

Кварцевый резонатор – это прибор, в котором пьезоэлектрический эффект и явление механического резонанса используются для построения высокочастотного резонансного элемента электронной схемы [1, С. 10–16; 21–27; 85]. Внешний вид кварцевого резонатора показан на рис. 1.

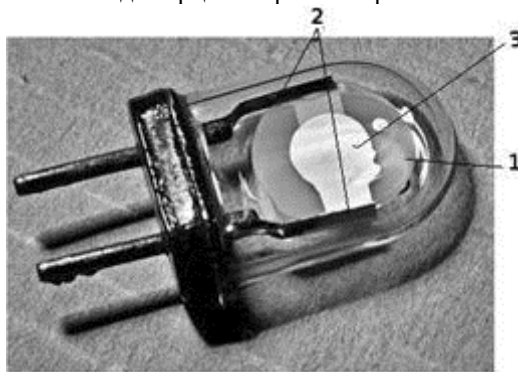


Рис. 1. Внешний вид кварцевого резонатора: 1 – кварцевый элемент (КЭ); 2 – кварцедержатель; 3 – электрод

Кварцевые резонаторы нашли широкое применение в навигационном и телекоммуникационном оборудовании, радиосвязи и вычислительной технике. Развитие технологий в данных сферах требует все более высокого качества кварцевых резонаторов, в частности, повышения стабильности их частоты. Она напрямую зависит от природной однородности материала КЭ и дефектов, образующихся в процессе изготовления резонатора. В связи с этим актуальной задачей является разработка методов контроля однородности КЭ. Разработано несколько методов контроля – травление КЭ во фторсодержащих соединениях, рентгеновская и акустическая дефектоскопии. Эти методы имеют свои преимущества и недостатки.

Травление представляет собой химический способ обработки поверхности, в ходе которого она частично растворяется в травящем веществе. Поскольку границы структурных неоднородностей содержат наибольшее количество разного рода дефектов, то именно они, в первую очередь, подвергаются разрушению. По этой причине визуализация дефектов методом травления подразумевает обнаружение только крупных структурных неоднородностей. Кроме того, метод является разрушающим и относится к экологически опасным технологическим операциям.

Рентгеновская дефектоскопия представляет собой совокупность дифракционных методов изучения дефектов строения в почти совершенных кристаллах [2, С. 23–24; 186]. К таким дефектам относят блоки и границы структурных элементов, дефекты упаковки, дислокации, скопления атомов примесей. Осуществляя дифракцию рентгеновских лучей на кристаллах на просвет и на отражение в специальных рентгеновских камерах, регистрируют дифракционное изображение кристалла – топограмму, расшифровка которой дает информацию о дефектах. Физическую основу метода составляет изучение дифракционного контраста в изображении различных областей кристалла в пределах одного дифракционного пятна, который формируется вследствие различий интенсивностей или направлений лучей от разных точек кристалла в соответствии с совершенством или ориентацией кристаллической решетки в этих точках. Эффект, вызываемый изменением хода лучей, позволяет оценивать размеры и разориентацию элементов структуры в кристаллах (фрагментов, блоков), а различие в интенсивностях пучков используется для выявления дефектов упаковки, дислокаций, сегрегации примесей и напряжений. Чувствительность методов достаточна для выявления отдельных блоков, дислокаций, выделений и других дальнедействующих

полей деформаций. Однако эти методы не выявляют точечные дефекты, за исключением плотных скоплений, и слабые внутренние напряжения. Особенностью метода является возможность осуществления структурной дефектоскопии не только в объеме образца, но и на поверхности (рис. 2).

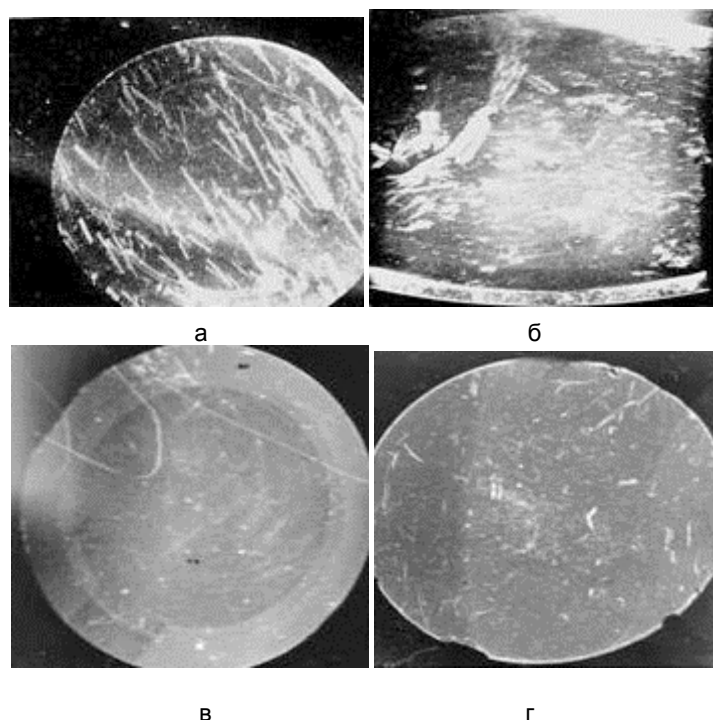


Рис. 2. Визуализация структурных дефектов в КЭ методом рентгеновской дефектоскопии: а, б – в объеме образца; в, г – на его поверхности. Фото И.Л. Шутьпиной (Физико-технический институт им. А. Иоффе)

Линейное разрешение методов рентгеновской топографии составляет 20–1 мкм, угловое разрешение –  $1^{-0,01}$ ". Недостатком методов является необходимость использования специального сложного оборудования.

Акустические методы разделяют на низкочастотные и высокочастотные. К первым относят колебания в звуковом и низкочастотном ультразвуковом диапазоне (до десятков кГц). Ко вторым – колебания в высокочастотном ультразвуковом диапазоне от нескольких сотен кГц до 20 мГц. Ультразвуковая дефектоскопия основывается на способности ультразвука распространяться в материале изделия и отражаться от внутренних дефектов и границ неоднородностей. Широкое распространение в практике ультразвуковой дефектоскопии нашли импульсные методы, в том числе эхо-метод и теневой метод. Для излучения и приема ультразвука используют два соосно расположенных преобразователя, а о наличии дефектов судят по уменьшению амплитуды принимаемых колебаний. Излучатель ультразвуковых волн, проверяемая деталь и приемник образуют акустический тракт, по которому распространяется ультразвуковая волна. Решение о дефектности проверяемой детали принимают по величине амплитуды принятого сигнала на выходе принимающего преобразователя. Недостатками метода являются необходимость двустороннего доступа к изделию, низкая чувствительность при контроле изделий средней и большой толщины, а также технологические сложности выполнения работы.

Недостаточная наглядность и чувствительность описанных методов заставляет обратиться к изучению и использованию новых методов структурной дефектоскопии.

### Метод нематических жидких кристаллов

Один из передовых методов дефектоскопии основан на использовании НЖК. Он был применен на заводе ОАО «Морион» в Санкт-Петербурге. Метод НЖК как альтернативный метод контроля структурной однородности КЭ позволяет получить ряд преимуществ – экспрессность, низкую стоимость и высокую чувствительность [3]. Разработка метода потребовала определения критерия оценки структурных неоднородностей КЭ, обеспечивающего стабильность колебаний резонатора.

Основными требованиями, предъявляемыми к жидкокристаллическим материалам, являются большая величина оптической анизотропии  $\Delta n$ , широкий температурный интервал мезофазы, лежащий в области комнатной температуры, нетоксичность и смачивание изучаемой поверхности.

Перед нанесением на КЭ тонкого слоя НЖК он проходит очистку в ультразвуковой камере. При нанесении необходимо добиваться однородного по толщине (порядка 1 мкм) слоя НЖК. Осуществляя

визуализацию структурных дефектов на поверхности, метод НЖК не позволяет получать информацию о структурных дефектах в объеме. В ряде случаев объемные дефекты структуры выходят на поверхность и могут декорироваться слоем НЖК. Однако для получения достоверных данных об объемных дефектах следует совмещать метод НЖК с рентгеновским, используемым в режиме на просвет. Схема визуализации, приведенная на рис. 3, с использованием поляризационного микроскопа иллюстрирует переориентацию молекул НЖК в области структурного дефекта  $D$  поверхности КЭ [4].

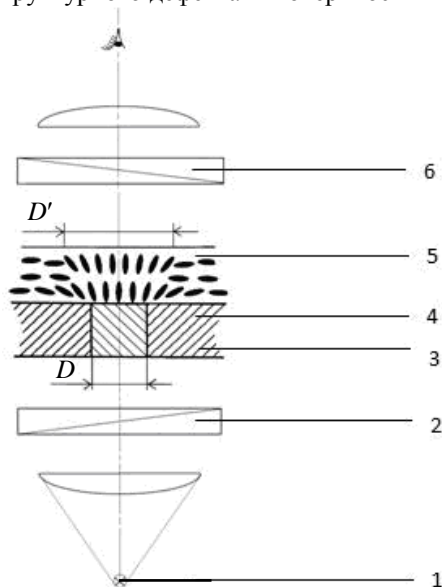


Рис. 3. Схема, иллюстрирующая переориентацию молекул НЖК в области дефекта поверхности объекта: 1 – источник света; 2 – поляризатор; 3 – образец; 4 – дефект; 5 – слой НЖК; 6 – анализатор

При наблюдении в поляризационный микроскоп виден не сам дефект  $D$ , а его изображение  $D'$  на модифицированной поверхности жидких кристаллов (ЖК); при этом деформированная зона слоя НЖК влияет на цвет изображения. Вращением анализатора относительно поляризатора можно добиться как полной поляризации для четкого выделения дефектов, так и частичной, которая позволяет видеть не только деформации слоя ЖК, но и поверхность КЭ. На образцах КЭ, исследованных методом НЖК, были выявлены структурные дефекты в виде четко наблюдаемых блоков (рис. 4), а также точечные дефекты, выколки и скопления дислокаций.

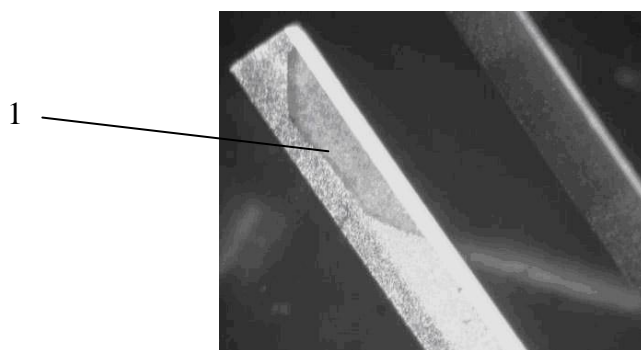


Рис. 4. Снимок дефектного кварцевого резонатора: 1 – структурный дефект в виде блока

Для повторного использования КЭ в производстве резонаторов в ряде случаев осуществляется снятие электрода химическим травлением в предположении сохранности качества поверхности. Однако метод НЖК показал, что такие элементы заведомо дефектны (рис. 5).

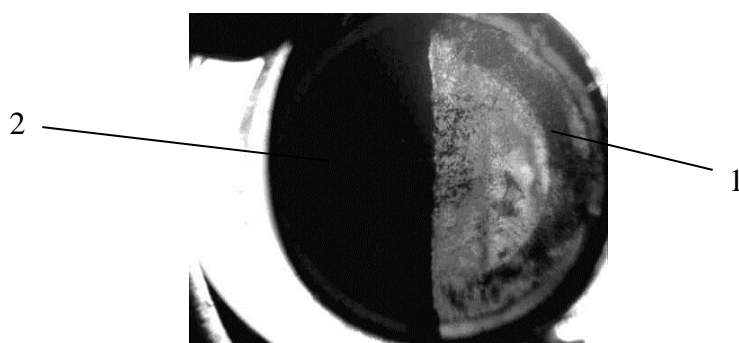


Рис. 5. Снимок резонатора после подготовки к повторной эксплуатации: 1 – след от стравленного электрода; 2 – область без НЖК

Другим достоинством метода НЖК является возможность наблюдения за изменениями структуры в реальном времени. Отобрав КЭ с областью скопления трещин (которую не удавалось обнаружить без НЖК) и оказав на него механическое воздействие, можно было наблюдать динамику разрушения образца (рис. 6).

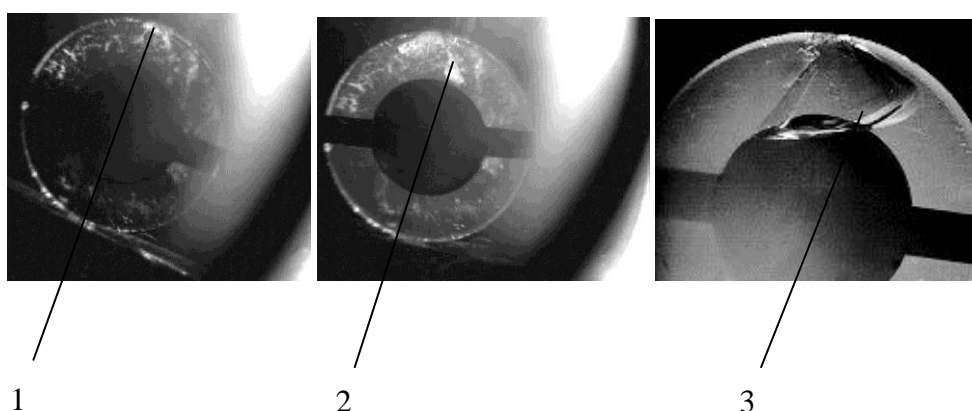


Рис. 6. Серия снимков кварцевого резонатора под действием механической нагрузки: 1 – область повышенного скопления трещин; 2 – область повышенного скопления трещин после механического воздействия; 3 – скол, образовавшийся в зоне повышенного скопления трещин

После увеличения механической нагрузки произошло разрушение КЭ в области повышенного скопления трещин, что свидетельствует о недостаточной механической прочности КЭ после его травления.

### Заключение

Метод НЖК обладает рядом преимуществ по сравнению с альтернативными методами: является неразрушающим по сравнению с травлением; точнее акустического метода и позволяет в отличие от него дать интегральную картину свойств изучаемой области поверхности; является экспрессным и более дешевым по сравнению с рентгеновским методом. Применение метода НЖК позволило успешно выявить как природные дефекты кварцевого элемента, такие как точечные дефекты, блоки, мелкие выколки и дефекты рельефа, так и дефекты, возникшие при изготовлении кварцевого резонатора: следы снятия электрода травлением и области скопления трещин на поверхности. Предложенный метод можно рассматривать как независимый метод изучения свойств поверхности, альтернативный существующим методам и позволяющий получать новую информацию о свойствах поверхности изучаемых объектов.

### Литература

1. Глюкман Л.И. Пьезо-электрические кварцевые резонаторы. – М.: Радио и связь, 1981. – 216 с.
2. Боуэн Д.К., Таннер Б.К. Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография. – СПб: Наука, 2002. – 274 с.
3. Томилин М.Г. Взаимодействие жидких кристаллов с поверхностью. – СПб: Политехника, 2001. – 325 с.
4. Томилин М.Г., Барсуков О.А. Новый поляризационный микроскоп с расширенными функциональными возможностями // Оптика и спектроскопия. – 2010. – № 1. – С. 122–128.

- Габараев Олег Григорьевич* – ОАО «Морион», инженер, gabaraev@morion.com.ru  
*Купоросов Юрий Игоревич* – Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, студент, i.jadded@gmail.com  
*Томилин Максим Георгиевич* – Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, доктор технических наук, профессор, mgtomilin@mail.ru