МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, МЕХАНИКИ И ОПТИКИ



М.Г. Томилин

НОВЫЙ ПОЛЯРИЗАЦИОННО-ОПТИЧЕСКИЙ МИКРОСКОП НА ОСНОВЕ ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ПРОСТРАНСТВЕННО-ВРЕМЕННОГО МОДУЛЯТОРА СВЕТА И ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ

Учебное пособие



Санкт-Петербург 2009 Томилин М.Г. Новый поляризационно-оптический микроскоп на основе жидкокристаллического пространственно-временного модулятора света и его применения – СПб: СПбГУ ИТМО, 2009. – 115 с.

Описан новый поляризационно-оптического микроскоп, в схеме которого в контакте с объектом помещен слой жидкого кристалла, что позволило визуализировать распределение невидимых физических полей на поверхности изучаемого объекта. Разработана теория визуализации дефектов микрорельефа, структурных дефектов, а также неоднородных электрических полей. Приведены И магнитных результаты экспериментальных исследований с помощью микроскопа объектов материаловедения, медицины и биологии. Разработанные методы изучения поверхности обладают новизной, универсальностью, уникальностью, экспрессивностью, высокой чувствительностью, разрешающей способностью и не требуют разработки нового оборудования.

Методические рекомендации адресованы научным сотрудникам, работающим в областях микроскопии и изучении поверхности, а также студентам и аспирантам, обучающихся в области материаловедения, оптики и фотоники.

Рекомендовано УМО по образованию В области приборостроения и оптотехники для студентов высших учебных заведений, обучающихся по направлениям подготовки 200100 – Приборостроение и 200200 – Оптотехника.

В 2007 году СПбГУ ИТМО стал победителем образовательных инновационных конкурса программ BV30B России 2007-2008 годы. на Реализация инновационной образовательной программы «Инновационная система подготовки специалистов нового поколения в области



информационных и оптических технологий» позволит выйти на качественно новый уровень подготовки выпускников и удовлетворить возрастающий спрос на специалистов в информационной, оптической и других высокотехнологичных отраслях экономики.

©Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, 2009

©...Томилин М.Г., 2009

2



Содержание

Введение		
1. Общие сведения об оптическом микроскопе		
	1.1.	Микроскоп10
	1.2.	Историческая справка10
	1.3.	Оптическая схема, принцип действия, увеличение и разрешающая способность микроскопа
	1.4.	Методы освещения и наблюдения в микроскопии15
	1.5.	Типы микроскопов
2.	Новь жидк	ий поляризационно-оптический микроскоп на основе окристаллического пространственно-временного модулятора
2	света	20 20
3.	Teop	ия визуализации физических полеи
	3.1.	Определение полей локальных деформаций слоя НЖК в зоне структурных дефектов поверхности
	3.2.	Определение полей локальных деформаций слоя НЖК в неоднородных магнитных полях
	3.3.	Определение полей локальных деформаций слоя НЖК в неоднородных электрических полях
4.	Возм	ожности и перспективы применения ПОМ на ЖК ПВМС44
	4.1.	Изучение дефектов микрорельефа45
	4.2.	Изучение структурных дефектов в материалах
	4.3.	Изучение структуры осадка растворов61
	4.4.	Изучение структуры биологических объектов
	4.5.	Изучение трещиноватых поверхностей76
	4.6.	Изучение распределений неоднородных магнитных полей82
	4.7.	Изучение распределений неоднородных электрических полей88
5.	Возм микр	ожности использования нжк для дефектоскопии в конфокальной оскопии и микроскопии сверхвысокого разрешения101

Заключение	
Список литературы	

ВВЕДЕНИЕ

Основным назначением оптических приборов является управление параметрами оптического излучения в пространстве и формирование оптического изображения. Эти функции осуществляются путем модуляции и регистрации излучения по интенсивности, фазе, спектральным параметрам и угловому распределению. Условия и режимы модуляции излучения определяются свойствами оптической среды, осуществляющей модуляцию.

Одним из самых распространенных оптических приборов является оптический микроскоп, используемый для научных целей в широких областях науки и техники.

Цель настоящего методического пособия состоит в описании устройства и действия нового поляризационного оптического микроскопа (ПОМ) с принципиально новыми функциональными возможностями, основанного на использовании жидких кристаллов (ЖК). Разработка и создание нового ПОМ основана на уникальных свойствах ЖК как регистрирующих сред. В работе этого прибора используются физические процессы, протекающие на сверхтонкой (нанометры) границе двух сред: твердого тела и ЖК.

Значительным достижением последнего столетия в создании новых оптических сред явился синтез, всестороннее исследование и применение широкого ряда термотропных ЖК. Они обладают необычными, а в ряде случаев уникальными свойствами по сравнению с традиционными оптическими материалами: возможностью плавного И локального управления оптическими характеристиками среды – светопропусканием, светорассеянием, поляризацией, преломлением, отражением, поглощением света, цветовыми параметрами. Это управление можно осуществлять электрическими, световыми сигналами, механическими, тепловыми, магнитными и даже химическими воздействиями. Отмеченное свойство ЖК позволяет рассматривать как регистрирующие среды ДЛЯ детектирования этих полей.

Разнообразие структур ЖК, физических свойств и их анизотропия, различия в граничных условиях и способность откликаться на внешние воздействия привели к обнаружению почти 30 оптических эффектов, часть нашло применение в современных информационных которых ИЗ технологиях. Эффекты проявляются В существенном изменении оптических свойств ЖК от слабых воздействий различной физической природы при высоком пространственном разрешении. Эти свойства ЖК привели к настоящей революции в оптических приборах, которые улучшили их эксплуатационные характеристики и придали им в ряде характеристики [47]. случаев уникальные В изготовлении они основываются на передовой тонкопленочной технологии, в управлении – на достижениях микроэлектроники.

С оптической точки зрения ЖК представляют собой анизотропные большой величиной оптической анизотропии. Они жидкости с составивших используются как В оптических элементах. новую элементную базу, так оптических системах С новыми И В функциональными возможностями. В основе большинства применений жидкокристаллические модуляторы света (ЖКМС), имеющие лежат низкие рабочие напряжения, высокую прозрачность в видимой и ИК области спектра и хорошее быстродействие.

Следует выделить три основные области применения ЖК материалов: дисплеи, оптические устройства и регистрирующие среды.

У большинства читателей ЖК ассоциируются с дисплеями. Основанные на различных эффектах, они обладают конструктивным многообразием, выпускаются миллионными тиражами, используются во многих приборах и широко вошли в повседневную жизнь. Основной областью их применения стали плоские экраны мониторов персональных компьютеров, телевизоров, пришедшим на смену габаритным электроннолучевым трубкам. В последние годы они нашли использование в качестве экранов мобильных телефонов, цифровых фотоаппаратов, компьютерных игр и изделий бытовой техники. ЖК часто относят к электронным материалам, хотя в большинстве применений их выходными параметрами являются оптические характеристики.

С другой стороны, в последние время интенсивно развиваются не применения. ЖКМС более дисплейные обеспечивают высокое быстродействие и пространственное разрешение, чем ЖК-дисплеи, и оптическое качество для обеспечения фазовой однородности. Они выпускаются небольшими партиями для разных оптических приборов. Ожидается, что в будущем объем не дисплейных разработок достигнет объема дисплейных. Модуляторы света на различных физических широко используются фотонике, оптоэлектронике принципах К И оптической обработке изображений [20, 35, 69]. ЖКМС с новыми функциональными возможностями находят все большее использование в интегральной и адаптивной оптике, инфракрасной и лазерной технике, телекоммуникации, динамической голографии, обработке информации, акустике и др. Разрабатываются переключатели, световые шторки, дифракционные решетки перестраиваемым шагом, оптические С дефлекторы, фазовые корректоры, когерентно-оптические преобразователи изображений. Эти элементы дали толчок развитию адаптивных оптических приборов с новыми возможностями в управлении их оптическими характеристиками, новому направлению – фотонике ЖК.

Основное внимание в настоящем методическом пособии будет посвящено использованию ЖК как регистрирующих сред.

Оптические свойства ЖК можно изменять не только прямым воздействием внешних полей на мезоморфный материал. но И управлением от граничащих «командных» поверхностей подложки или фотопроводника. Наиболее широкими функциональными возможностями обладают пространственно-временные модуляторы света (ПВМС) с электрическим или оптическим управлением. Оптически управляемые дополнительно светочувствительный модуляторы содержат слой фотопроводника. Они позволяют в аналоговом виде преобразовывать двумерные массивы информации с плотностями более 10¹⁰ бит/сек и применяются при решении задач оптической обработки изображений. Отличительной особенностью ЖК модуляторов по сравнению, например, co структурами «электрооптический кристалл DKDP-селеновый фотопроводник» (Фототитус) является отсутствие необходимости в охлаждении электрооптического кристалла до температуры чуть выше точки Кюри (около – 60°С) и уменьшение рабочего напряжения на два порядка [20, 35, 69]. Кроме того, стирание изображений в ЖК ПВМС осуществляется приложением напряжения с частотой, превышающей частоту инверсии знака диэлектрической анизотропии, а в Фототитусе – импульсом коротковолнового света.

Другим типом ПВМС с оптической адресацией является структура PROM (Pockels Redout Optical Modulator), в котором электрооптический эффект Поккельса осуществляется в кристалле Bi₁₂SiO₂₀, причем сам кристалл служит и фоточувствительной средой [82, 83, 94]. PROM характеризуется высокими напряжения питания (кВ) и низкими характеристиками по пространственному разрешению, и потому также проигрывает ЖК ПВМС по эксплуатационным параметрам. Подробно ПВМС на основе фоторефрактивных кристаллов, электрооптической керамики и структур металл-диэлектрик-фотопроводник рассмотрены в работе [14].

Специальные методы обработки граничащих с ЖК поверхностей обеспечивают задание стационарных или изменяемых граничных условий исходной ориентации.

Изучение взаимодействия света с ЖК привело к обнаружению гигантской оптической нелинейности, которая специфически проявляется в разных ЖК структурах.

Регистрирующие среды на ЖК осуществляют детектирование не только световых сигналов, но и визуализируют на поверхностях различных материалов распределения слабых температурных, электрических, магнитных, механических и др. полей, а также дефекты структуры и микрорельефа [47]. В ряде случаев метод ПОМ на ЖК ПВМС будет для краткости называться методом НЖК.

Особый класс материалов составляют полимерные ЖК. Они состоят из цепей макромолекул, содержащих жесткие и гибкие фрагменты. В них также были обнаружены электрооптические эффекты, присущие термотропным ЖК. Все это привело к созданию нового направления науки о ЖК полимерах, обладающих полезными свойствами. Наиболее интересным из них является возможность реверсивной записи оптической информации светочувствительных ЖК полимерах. на Разработка композиционных материалов основе ЖК расширило на ИХ функциональные возможности и области применения. Особое развитие получили ЖК различных классов, диспергированные в полимерную матрицу. Были созданы дискотические ЖК с отрицательной величиной оптической анизотропии, имеющие большие перспективы применения в дисплеях.

Способность ЖК к самоорганизации и формированию надмолекулярных структур делает их перспективным материалом для нанотехнологий.

Если к настоящему времени изданы десятки монографий, посвященных изучению химических аспектов ЖК соединений и смесей, а также их физических свойств, то вопросы применения ЖК материалов изучены недостаточно.

Одними из первых работ, посвященных применению ЖК, является справочник [88] и обзоры [91, 124]. Серьезный анализ применений ЖК сделан в работе [92]. Следует особо отметить монографии, посвященные ПВМС [14, 61, 103] и оптическим устройствам [71, 81]. К классическим работам по ЖК, содержащим последние сведения о ЖК ПВМС, следует отнести монографии [90, 125] Серия обстоятельных монографий содержит сведения о ЖК-дисплеях, а частные применения отражены в массе журнальных статей.

Все это делает актуальным издание настоящего методического материала, предназначенного для студентов и аспирантов, а также для ученых, работающих в областях прикладной оптики, материаловедения, электроники и медицины. Пособие может быть полезно для специалистов, разрабатывающих новые оптические материалы, а также системы отображения и обработки информации, регистрирующие среды и неразрушающие методы контроля.

Сведения об оптических устройствах на ЖК представляют собой огромный и труднообозримый объем различных источников, публикаций и патентов. Поэтому было принято решение выделить из них сведения, относящиеся к методам диагностики свойств материалов.

Основу методической разработки составили оригинальные результаты почти тридцатилетней работы автора в этой области при участии группы студентов и аспирантов. В ней также использованы международных конференций по ЖК, материалы информационным дисплеям, прикладной оптике, оптике лазеров, биофотонике И современному материаловедению. Неоценимую помощь в ее написании оказало посещение авторами научных центров более чем в 30 странах мира и личное знакомство с ведущими специалистами по прикладной оптике ЖК. Автор признателен многим отечественным и зарубежным ученым за обсуждение и согласие на представление результатов их исследований, без привлечения которых обсуждаемая проблема была бы освещена менее подробно. Особо следует отметить ценные сведения, полученные от проф. Ф. Боса и проф. О. Лаврентовича (институт ЖК в Кенте, Охайо, США), проф. Т. Учиды и проф. С. Кобаяши (Япония), проф. Х. Глессон и проф. Б. Кроссленда (Великобритания), проф. В. Хаазе (Германия), проф. С. Лагерволла (Швеция), проф. С. Квока и проф. В. Чигринова (Гонконг), проф. Г. Мина (Мельбурн, Австралия) и многих других коллег. В работе использованы рекомендации и материалы, полученные от проф. А.С. Сонина, проф. Г.Е. Невской, проф. Г.М. Жарковой, д.ф.-м.н. Э.Л. Аэро. Большую помощь оказало сотрудничество с коллегами из Болгарии и ближнего зарубежья: Украины, Белоруссии и Грузии. В учебном пособии нашли отражение результаты российских ученых, работающих в научных центрах Москвы, Иваново, Новосибирска, Красноярска и др. В ней были использованы материалы лекций, прочитанных автором в СПГУИТМО (Санкт-Петербург) и на физическом факультете МГУ (Москва).

Особую признательность автор выражает д.т.н. проф. Г.Е. Невской и к.т.н. О.А. Приходько, которые подробно ознакомились с рукописью и сделали полезные замечания. Большую помощь в оформлении учебного пособия оказал Е.А. Томилин, которого автор сердечно благодарит.

Для простоты понимания особенностей нового ПОМ на основе ЖК ПВМС полезно ознакомиться с общими сведениями об оптической микроскопии, изложенными в работах [31, 36, 56, 58, 59].

1.1. Микроскоп

Микроскоп (от микро и греч. skopéo – смотрю), оптический прибор для получения сильно увеличенных изображений объектов (или деталей их невооружённым глазом. Человеческий глаз структуры), невидимых представляет собой естественную оптическую систему, характеризующуюся определённым разрешением, т. е. наименьшим расстоянием между элементами наблюдаемого объекта (воспринимаемыми как точки или линии), при котором они ещё могут быть отличены один от другого. Для нормального глаза при удалении от объекта на так называемое расстояние наилучшего видения (D = 250 мм) минимальное разрешение составляет примерно 0,08 мм (а у многих людей – около 0,20 мм). Размеры микроорганизмов, большинства растительных и животных клеток, мелких кристаллов, деталей микроструктуры металлов и сплавов и т. п. значительно меньше этой величины. Для наблюдения и изучения подобных объектов и предназначены микроскопы различных типов. С помощью микроскопа определяют форму, размеры, строение и многие другие характеристики микрообъектов. Микроскоп даёт возможность различать структуры с расстоянием между элементами до 0,20 мкм.

1.2. Историческая справка

Свойство системы из двух линз давать увеличенные изображения предметов было известно уже в XVI в. в Нидерландах и Северной Италии мастерам, изготовлявшим очковые стекла. Имеются сведения, что около 1590 г. прибор типа микроскопа был построен Захарием Янсеном (Нидерланды). Быстрое распространение микроскопов И ИХ совершенствование, главным образом ремесленниками-оптиками, начинается с 1609-10 гг., когда Г. Галилей, изучая сконструированную им зрительную трубу, использовал её и в качестве микроскопа, изменяя расстояние между объективом и окуляром. Первые успехи применения микроскопа в научных исследованиях связаны с именами английского физика Р. Гука, описавшего в 1665 г. устройство микроскопа в книге «Микрография». С помощью микроскопа Гук увидел, что животные и растительные ткани имеют клеточное строение. Само слово «клетка» введено именно Гуком. Голландский натуралист А. Левенгук открыл с помощью микроскопа микроорганизмы (1673-77 гг.). Он первым описал эритроциты, бактерии (1683 г.), дрожжи, простейшие, волокна хрусталика, чешуйки (ссохшиеся клеточки) кожицы, зарисовал сперматозоиды (1677 г.), строение глаз насекомых и мышечных волокон.

В начале XVIII в. микроскопы появились в России: здесь Л. Эйлер (1762 г.; "Диоптрика", 1770-71 гг.) разработал методы расчёта оптических узлов микроскопа. В 1827 Дж. Б. Амичи впервые применил в микроскопе иммерсионный объектив. В 1850 английский оптик Г. Сорби создал первый микроскоп для наблюдения объектов в поляризованном свете. Таким образом, создание нового ПОМ от его первого предшественника отделяет около 150 лет.

Широкому развитию методов микроскопических исследований и совершенствованию различных типов микроскопов во 2-й половине XIX и в XX вв. в значительной степени способствовала научная деятельность Э. Аббе, который разработал (1872-73 гг.) ставшую классической теорию образования изображений несамосветящихся объектов в микроскопе.

Английский учёный Дж. Сиркс в 1893 г. положил начало интерференционной микроскопии. В 1903 г. австрийские исследователи Р. Зигмонди и Г. Зидентопф создали так называемый ультрамикроскоп. В 1935 г. Ф. Цернике предложил метод фазового контраста для наблюдения в микроскоп прозрачных слабо рассеивающих свет объектов, за что в 1953 г. был награжден Нобелевской премией по физике. Большой вклад в теорию и практику микроскопии внесли советские учёные – Л.И. Мандельштам, Д.С. Рождественский, А.А. Лебедев и В.П. Линник.

1.3. Оптическая схема, принцип действия, увеличение и разрешающая способность микроскопа

Одна из типичных схем микроскопа приведена на рис.1. Рассматриваемый объект (препарат) 7 располагают на предметном стекле 10. Конденсор 6 концентрирует на объекте пучок света, отражающегося от зеркала 4. Источником света в микроскопе чаще всего служит специальный осветитель, состоящий из лампы 1 и линзы-коллектора 2; иногда зеркало направляет на объект обычный дневной свет. Полевая 3 и апертурная 5 диафрагмы ограничивают световой пучок и уменьшают в нём долю рассеянного света, попадающего на препарат "со стороны" и не участвующего в формировании изображения.

Возникновение изображения объекта в микроскопе в основных чертах можно описать в рамках геометрической оптики. Лучи света, исходящие от объекта 7, преломляясь в объективе 8, создают перевёрнутое и увеличенное действительное изображение оптическое 7' объекта. Это изображение рассматривают через окуляр 9. При визуальном наблюдении микроскоп фокусируют так, чтобы 7' находилось непосредственно за передним фокусом окуляра F_{ox} . В этих условиях окуляр работает как лупа: давая дополнительное увеличение, он образует мнимое изображение 7'' (по-прежнему перевёрнутое). Проходя через оптические среды глаза наблюдателя, лучи от 7'' создают на сетчатке глаза действительное изображение объекта. Обычно 7'' располагается на расстоянии наилучшего видения D от глаза. Если сдвинуть окуляр так, чтобы 7' оказалось перед F_{ok} , то изображение, даваемое окуляром, становится действительным и его можно получить на экране или фотоплёнке; по такой схеме производят, в частности, фото- и киносъёмку микроскопических объектов.



Рис.1. Схема оптического микроскопа

Общее увеличение М равно произведению линейного увеличения объектива на угловое увеличение окуляра:

$$\overline{\Gamma} = \beta \cdot \overline{\Gamma} o \kappa$$

Увеличение объектива $b = D/f''_{o\delta}$, где D – расстояние между задним фокусом объектива $F'_{o\delta}$ и передним фокусом окуляра, $f'_{o\delta}$ – фокусное расстояние объектива. Увеличение окуляра, как и лупы, выражается формулой:

$$\overline{\Gamma} = 250/f'_{o\kappa}$$

 $(f''_{o\kappa}$ берётся в *мм*). Обычно объективы микроскопа имеют увеличения от 6,3 до 100, а окуляры – от 7 до 15. Поэтому общее увеличение микроскопа лежит в пределах от 44 до 1500.

Технически возможно применить в микроскопах объективы и окуляры, которые дадут общее увеличение, значительно превышающее

1500. Однако обычно это нецелесообразно. Большие увеличения не являются самоцелью – назначение микроскопа состоит в том, чтобы обеспечить различение как можно более мелких элементов структуры т.е. в максимальном использовании его разрешающей препарата. способности. А она имеет предел, обусловленный волновыми свойствами (В геометрической оптике, в рамках которой выше было света. рассмотрено образование изображения в микроскопе, отвлекаются от этих свойств света, но предел возможностей микроскопа определяют именно они.) Согласно общей закономерности, наблюдая объект в каком-либо излучении с длиной волны λ, невозможно различить элементы объекта, разделённые расстояниями, намного меньшими, чем λ. Эта закономерность проявляется и в микроскопе, причём количественное её выражение несколько различно для самосветящихся и несамосветящихся объектов. Изображение испускающей монохроматический свет точки, даваемое даже вносящим никаких искажений) объективом. идеальным (не не воспринимается глазом как точка. Вследствие дифракции света она фактически является круглым светлым пятнышком конечного диаметра d, окруженным несколькими попеременно тёмными и светлыми кольцами (т.н. дифракционное пятно, пятно Эри, диск Эри).

$$d = 1,22 \lambda/A,$$

где λ – длина волны света (при освещении препарата немонохроматическим светом λ – обычно наименьшая длина волны, характеризующая этот свет, либо длина волны, интенсивность излучения на которой максимальна), А – числовая апертура объектива, равная A = $n \sin u_m$ (n – показатель преломления среды, разделяющей светящуюся точку и объектив, u_m – половина угла раствора светового пучка, исходящего из точки и попадающего в объектив).

Если две светящиеся точки расположены близко друг от друга, их дифракционные картины накладываются одна на другую, давая в плоскости изображения сложное распределение освещённости (рис.2).

Наименьшая относительная разница освещённостей, которая может быть замечена глазом, равна 4 %. Этому соответствует наименьшее расстояние между точками, при котором их изображения можно различить — предельное разрешение микроскопа:

$$d_{\rm inp} = 0,42d = 0,51 \ \lambda / {\rm A}.$$

Для несамосветящихся объектов, как было показано Э. Аббе в его классической теории микроскопа, предельное разрешение составляет

$$d_{\rm np} = \lambda / (A + A'),$$

где А и А' — числовые апертуры объектива и конденсора микроскопа.



Рис.2. Распределение освещенностей от двух точек изображения

Изображение любого объекта состоит из совокупности изображений отдельных элементов его структуры. Мельчайшие из них воспринимаются как точки, и к ним полностью применимы ограничения, следующие из дифракции света в микроскопе – при расстояниях между ними, меньших они сливаются предельного разрешения микроскопа, И не могут наблюдаться раздельно. Существенно повысить разрешающую способность микроскопа можно, только увеличивая А. Увеличить А можно лишь за счет повышения показателя преломления *n* среды между объектом и объективом. Это осуществлено в иммерсионных системах, числовые апертуры которых достигают величины A = 1,3 (у обычных "сухих" объективов макс. A = 0,9).

Существование предела разрешающей способности влияет на выбор увеличений, получаемых с помощью микроскопа. Увеличения от 500 A до 1000 A называют полезными, т. к. при них глаз наблюдателя различает все элементы структуры объекта, разрешаемые микроскопом. При этом исчерпываются возможности микроскопа по разрешающей способности. При увеличениях свыше 1000 A не выявляются никакие новые подробности структуры препарата; всё же иногда такие увеличения используют в микрофотографии, при проектировании изображений на экран и в некоторых других случаях. Более высокой, чем у оптического микроскопа, разрешающей способностью и, следовательно, полезным увеличением обладает, например, электронный микроскоп.

1.4. Методы освещения и наблюдения в микроскопии

Структуру препарата можно различить лишь тогда, когда разные его частицы по-разному поглощают или отражают свет либо отличаются одна от другой (или от окружающей среды) показателем преломления. Эти свойства обусловливают разницу амплитуд и фаз световых волн, прошедших через различные участки препарата, отчего, в свою очередь, зависит контрастность изображения. Поэтому методы наблюдения в микроскоп выбираются и обеспечиваются конструктивно в зависимости от характера и свойств изучаемых объектов.

Метод светлого поля в проходящем свете применяется при препаратов исследовании прозрачных включенными В них С абсорбирующими (поглощающими свет) частицами и деталями. Таковы, например, тонкие окрашенные срезы животных и растительных тканей, тонкие шлифы минералов и т. д. В отсутствие препарата пучок света из конденсора, проходя через объектив, даёт вблизи фокальной плоскости окуляра равномерно освещенное поле. Если в препарате имеется абсорбирующий элемент, то он отчасти поглощает и отчасти рассеивает падающий на него свет, что и обусловливает появление изображения. Метод может быть полезен и при наблюдении неабсорбирующих объектов, но лишь в том случае, если они рассеивают освещающий пучок настолько сильно, что значительная часть его не попадает в объектив.



Рис.3. Метод светлого поля для наблюдения непрозрачных объектов

Метод светлого поля в отражённом свете (рис. 3) применяется для наблюдения непрозрачных отражающих свет объектов, например шлифов металлов или руд.

Освещение препарата 4 (от осветителя 1 и полупрозрачного зеркала 2) производится сверху, через объектив 3, который одновременно играет и роль конденсора. В изображении, создаваемом в плоскости 6 объективом совместно с тубусной линзой 5, структура препарата видна из-за различия в отражающей способности её элементов; на светлом поле выделяются также неоднородности, рассеивающие падающий на них свет.

Метод тёмного поля в проходящем свете (рис.4) применяется для получения изображений прозрачных неабсорбирующих объектов, невидимых при освещении по методу светлого поля. Часто таковы биологические объекты. Свет от осветителя 1 и зеркала 2 направляется на препарат конденсором специальной конструкции – т. н. конденсором тёмного поля 3. По выходе из конденсора основная часть лучей света, не изменившая своего направления при прохождении через прозрачный препарат, образует пучок в виде полого конуса и не попадает в объектив 5 (который находится внутри этого конуса).



Рис.4. Метод темного поля в проходящем свете

Изображение в микроскопе создаётся лишь небольшой частью лучей, рассеянных микрочастицами находящегося на предметном стекле 4 препарата внутрь конуса и прошедшими через объектив. В поле зрения 6 на тёмном фоне видны светлые изображения элементов структуры препарата, отличающихся окружающей показателем ОТ среды преломления. У светлые крупных частиц ВИДНЫ только края,

рассеивающие лучи света. При этом методе по виду изображения нельзя определить, прозрачны частицы или непрозрачны, больший или меньший показатель преломления они имеют по сравнению с окружающей средой.

Метод ультрамикроскопии, основанный на том же принципе ультрамикроскопах (препараты освещаются перпендикулярно В наблюдения). обнаружить (но направлению даёт возможность не "наблюдать" в буквальном смысле слова) чрезвычайно мелкие частицы, размеры которых лежат далеко за пределами разрешающей способности наиболее микроскопов. помощью сильных С иммерсионных удаётся ультрамикроскопов зарегистрировать присутствие частиц размером до 2×10⁻⁹ м в препарате. Однако определить форму и точные размеры таких частиц с помощью этого метода невозможно: их изображения представляются наблюдателю в виде дифракционных пятен, размеры которых зависят не от размеров и формы самих частиц, а от апертуры объектива и увеличения микроскопа. Так как подобные частицы рассеивают очень мало света, то для их освещения требуются чрезвычайно сильные источники света, например угольная электрическая дуга. Ультрамикроскопы применяются главным образом в коллоидной химии.

При наблюдении по методу тёмного поля в отражённом свете непрозрачные препараты (например, шлифы металлов) освещают сверху – через кольцевую систему, расположенную вокруг объектива и называемую эпиконденсором.

Метод наблюдения в поляризованном свете (поляризационная микроскопия) служит для микроскопического исследования препаратов, включающих оптически анизотропные элементы (или целиком состоящих из таких элементов). К ним относятся многие минералы, зёрна в шлифах сплавов, некоторые животные и растительные ткани и пр. Оптические микрообъектов свойства анизотропных различны различных В направлениях и проявляются по-разному в зависимости от ориентации этих объектов относительно направления наблюдения и плоскости поляризации света, падающего на них. Наблюдение можно вести как в проходящем, так и в отражённом свете. Свет, излучаемый осветителем, пропускают через поляризатор. Сообщенная ему при этом поляризация меняется при последующем прохождении света через препарат (или отражении от него). Эти изменения изучаются с помощью анализатора и различных оптических компенсаторов. По таким изменениям можно характеристиках оптических анизотропных судить об основных микрообъектов: силе двойного лучепреломления, количестве оптических осей и их ориентации, вращении плоскости поляризации, дихроизме.

Метод фазового контраста (и его разновидность – т. н. метод "аноптрального" контраста) служит для получения изображений прозрачных и бесцветных объектов, невидимых при наблюдении по методу светлого поля [37]. К числу таких объектов относятся, например, живые неокрашенные животные ткани. Метод основан на том, что даже

при очень малых различиях в показателях преломления разных элементов препарата световая волна, проходящая через них, претерпевает разные изменения по фазе (приобретает т. н. фазовый рельеф). Эти фазовые воспринимаемые непосредственно изменения. не ни глазом, ни фотопластинкой, с помощью специального оптического устройства преобразуются в изменения амплитуды световой волны, т. е. в изменения яркости (амплитудный рельеф), которые уже различимы глазом или фиксируются на фоточувствительном слое. Другими словами. В получаемом видимом изображении распределение яркостей (амплитуд) воспроизводит фазовый рельеф. Такое изображение называется фазовоконтрастным. В типичной для этого метода схеме (рис.5) в переднем фокусе конденсора 3 устанавливается апертурная диафрагма 2, отверстие которой имеет форму кольца. Её изображение возникает вблизи заднего фокуса объектива 5, и там же устанавливается т. н. фазовая пластинка 6, на поверхности которой имеется кольцевой выступ или кольцевая канавка, называемая фазовым кольцом. Фазовая пластинка может быть помещена и не в фокусе объектива (часто фазовое кольцо наносят прямо на поверхность одной из линз объектива). Но в любом случае не отклонённые в препарате 4 лучи от осветителя 1, дающие изображение диафрагмы 2, должны полностью проходить через фазовое кольцо, которое значительно ослабляет их (его делают поглощающим) и изменяет их фазу на $\lambda/4$ (λ – длина волны света). В то же время лучи, даже ненамного отклоненные (рассеянные) в препарате, проходят через фазовую пластинку, минуя фазовое кольцо (штриховые линии), и не претерпевают дополнительного сдвига фазы.

С учётом фазового сдвига в материале препарата полная разность фаз между отклоненными и неотклонёнными лучами оказывается близкой к 0 или $\lambda/2$, и в результате интерференции света в плоскости изображения 4' препарата 4 они заметно усиливают или ослабляют друг друга, давая контрастное изображение структуры препарата. Отклоненные лучи имеют значительно меньшую амплитуду по сравнению с неотклонёнными, поэтому ослабление основного пучка в фазовом кольце, сближая значения амплитуд, также приводит к большей контрастности изображения. Метод позволяет различать малые элементы структуры, чрезвычайно слабоконтрастные поля. Прозрачные частицы, В методе светлого сравнительно не малые по размерам, рассеивают лучи света на столь небольшие углы, что эти лучи проходят вместе с неотклонёнными через фазовое кольцо. Для подобных частиц фазово-контрастный эффект имеет место только вблизи их контуров, где происходит сильное рассеяние.



Рис.5. Метод фазового контраста

Метод интерференционного контраста (интерференционная микроскопия) состоит в том, что каждый луч, входящий в микроскоп, полученных лучей раздваивается. Один ИЗ направляется сквозь наблюдаемую частицу, а второй – мимо неё по той же или дополнительной оптической ветви микроскопа. В окулярной части микроскопа оба луча соединяются И интерферируют между собой. Результат вновь интерференции определяется разностью хода лучей *d*, которая выражается формулой:

$$d = N \lambda = (n_0 - n_m)d,$$

где n_0 , n_m — показатели преломления частицы и окружающей среды, d — толщина частицы, N — т. н. порядок интерференции, λ — длина волны света.

Принципиальная схема одного из способов осуществления интерференционного контраста показана на рис.6.



Рис.6. Метод интерференционного контраста

Конденсор 1 и объектив 4 снабжены двоякопреломляющими пластинками (помечены на рис.6 диагональными стрелками). Первая расщепляет исходный световой луч на два луча, а вторая воссоединяет их. Один из лучей, проходя через объект 3, запаздывает по фазе; величина этого запаздывания измеряется компенсатором 5. Метол интерференционного контраста сходен с методом фазового контраста – оба они основаны на интерференции лучей, прошедших через микрочастицу и миновавших её. Как и фазово-контрастная микроскопия, этот метод наблюдать прозрачные и бесцветные объекты, позволяет но ИХ изображения могут быть и разноцветными (интерференционные цвета). Оба метода пригодны для изучения живых тканей и клеток и часто применяются именно с этой целью. Отличие интерференционного метода контраста заключается главным фазового образом OT метода В возможности, используя компенсаторы, с высокой точностью (до $^{1}/_{300} \lambda$) измерять разности хода, вносимые микрообъектами. Это открывает возможности количественных исследований – на основании таких измерений могут быть рассчитаны общая масса и концентрация сухого вещества в микрообъекте (например, в растительной или животной преломления клетке), показатель размеры объекта. Метод И интерференционного контраста часто сочетают с другими методами микроскопии, в частности с наблюдением в поляризованном свете.

Метод исследования в свете люминесценции (люминесцентная флуоресцентная микроскопия) микроскопия, или заключается В микроскопом зелено-оранжевого наблюдении пол свечения микрообъектов, которое возникает при их освещении сине-фиолетовым светом или не видимыми глазом ультрафиолетовыми лучами. При этом методе в оптическую схему микроскопа вводятся два светофильтра. Первый из них помещают перед конденсором; он пропускает от источника-осветителя излучение только тех волн, которые ллин возбуждают люминесценцию либо самого объекта (собственная люминесценция), либо специальных красителей, введённых в препарат и

частицами (вторичная люминесценция). поглощённых его Второй установленный после объектива, светофильтр, пропускает глазу К наблюдателя или фоточувствительный слой на только свет люминесценции. В люминесцентной микроскопии используют как освещение препаратов сверху (через объектив, который в этом случае служит и конденсором), так и снизу, через обычный конденсор. Наблюдение при освещении сверху иногда называют люминесцентной микроскопией в отражённом свете (этот термин условен – возбуждение свечения препарата не является простым отражением света); его часто сочетают с наблюдением по фазово-контрастному методу в проходящем свете.

Метод широко применяется В микробиологии, вирусологии, гистологии, цитологии, в пищевой промышленности, при исследовании почв, В микрохимическом анализе, В дефектоскопии. Обилие разнообразие применений связаны с чрезвычайно высокой цветовой чувствительностью контрастностью глаза И высокой изображения самосветящегося объекта на тёмном не люминесцирующем фоне, а также ценностью информации о составе и свойствах исследуемых веществ, которую можно получить, зная интенсивность и спектральный состав их люминесцентного излучения.

Метод наблюдения в ультрафиолетовых (УФ) лучах позволяет увеличить предельную разрешающую способность микроскопа, т. е. понизить его предельное разрешение, которое зависит от длины волны λ применяемого излучения (для используемых в микроскопии УФ лучей λ =400-250 нм, тогда как для видимого света λ =700-400 нм). Метод расширяет возможности микроскопических исследований за счёт того, что частицы многих веществ, прозрачные в видимом свете, сильно поглощают УФ излучение определённых длин волн и, следовательно, легко различимы в УФ изображениях. Характерными спектрами поглощения в УФ области обладает, например, ряд веществ, содержащихся в растительных и животных клетках (пуриновые основания, пиримидиновые основания, ароматические большинство витаминов, аминокислоты, некоторые липиды, тироксин и др.); это обусловило широкое применение УФ микроскопии в качестве одного из методов цитохимического анализа.

УФ лучи невидимы для человеческого глаза. Поэтому изображения в УФ микроскопии регистрируют либо фотографически, либо с помощью электроннооптического преобразователя или люминесцирующего экрана. Распространён следующий способ цветового представления таких изображений. Препарат фотографируется в трёх длинах волн УФ области спектра; каждый из полученных негативов освещается видимым светом определённого цвета (например, синим, зелёным и красным), и все они одновременно проектируются на один экран. В результате на экране создаётся цветное изображение объекта в условных цветах, зависящих от поглощающей способности препарата в ультрафиолете. Метод наблюдения в инфракрасных (ИК) лучах также требует преобразования невидимого для глаза изображения в видимое путём его фотографирования или с помощью ЭОПа. ИК микроскопия позволяет изучать внутреннюю структуру объектов, непрозрачных в видимом свете, например тёмных стекол, некоторых кристаллов и минералов и пр.

1.5. Типы микроскопов

Конструкция микроскопа, его оснащение и характеристики основных узлов определяются либо областью применения, кругом проблем и характером объектов, для исследования которых он предназначен, либо методом (методами) наблюдения, на которые он рассчитан, либо же и тем и другим вместе. Всё это привело к созданию различных типов специализированных микроскопов, позволяющих с высокой точностью изучать строго определённые классы объектов (или даже только некоторые определённые их свойства). С другой стороны, существуют универсальные микроскопы, с помощью которых можно различными методами наблюдать различные объекты.

Биологические микроскопы являются наиболее распространёнными. Они применяются для ботанических, гистологических, цитологических, микробиологических, медицинских исследований, а также в областях, не связанных непосредственно с биологией, - для наблюдения прозрачных Существует объектов В химии, физике и Т. Д. много моделей биологических микроскопов, отличающихся конструктивным оформлением И дополнительными принадлежностями, которые существенно расширяют круг изучаемых объектов. К ЭТИМ принадлежностям сменные осветители проходящего относятся: И отражённого света; сменные конденсоры для работы по методам светлого и тёмного полей; фазово-контрастные устройства; окулярные микрометры; микрофотонасадки; наборы светофильтров и поляризационных устройств. Они позволяют в неспециализированном микроскопе применять технику люминесцентной и поляризационной микроскопии. Во вспомогательном оборудовании для биологического микроскопа важную роль играют средства микроскопической техники, предназначенные для подготовки препаратов и проведения с ними различных операций, в том числе и непосредственно в процессе наблюдения.

2. НОВЫЙ ПОЛЯРИЗАЦИОННО-ОПТИЧЕСКИЙ МИКРОСКОП НА ОСНОВЕ ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ПРОСТРАНСТВЕННО-ВРЕМЕННОГО МОДУЛЯТОРА СВЕТА

Как следует из анализа возможностей оптического микроскопа, они ограничены, как правило, наблюдением либо распределения освещенности на поверхности объектов при работе в режиме на отражение, либо наблюдением поглощения в прозрачных объектах при работе в режиме на просвет [62]. Эти функции могут быть расширены при изучении объекта в поляризованном свете: возникает возможность наблюдать внутренние прозрачном объекте, вызывающие напряжения изменения В его коэффициента преломления, либо оптическую активность материала Поляризационно-оптический объекта. микроскоп (ПOM) является средством изучения эффективным объектов многих BO областях современной науки и передовых технологий. Однако практические нужды ставят перед микроскопией новые задачи.

Одной из актуальных задач современного материаловедения является изучение распределения физических полей на поверхности материалов и объектов, что в большинстве случаев связано с их дефектоскопией. Большой интерес к выявлению свойств поверхности испытывают медицина и биология при изучении патологий, а также при выявлении различий между живыми и неживыми объектами. Однако современная микроскопия не позволяет решать эти задачи и детектировать невидимые поля на поверхности объектов.

В настоящей работе впервые приведено описание схемы и принципа работы нового ПОМ, выявляющего распределение физических полей на поверхности объектов, а также рассмотрены примеры и перспективы его использования в фотонике и, в частности, в биофотонике. Основное отличие предлагаемого ПОМ от существующих моделей состоит во введении в оптическую схему нового элемента на основе ЖК. В простейшем случае – это тонкий слой ЖК, находящийся в контакте с объектом и являющийся регистрирующей средой. Введение в схему микроскопа регистрирующей среды на основе ЖК придает новые функции ПОМ [11].

Наибольшей чувствительностью к внешним полям обладают нематические жидкие кристаллы (НЖК), не имеющие, в отличие от холестерических и смектических ЖК, надмолекулярной структуры. Деформации слоя НЖК под воздействием физических полей на поверхности объекта могут происходить локально и протекать в реальном времени. Это позволяет рассматривать слои НЖК в схеме ПОМ как среды, осуществляющие пространственно-временную модуляцию света (ЖК ПВМС) [47]. Предпосылкой для визуализации распределения полей на поверхности объектов является исходная упорядоченность молекул НЖК. Эта упорядоченность может быть локально нарушена полями поверхности или дефектами, деформирующими слой. Возникшие деформации регистрируются в поляризованном свете на просвет или отражение.

Основная идея применения слоев НЖК в ПОМ состоит в том, что при их деформации они выполняют функцию оптической реплики с большой величиной оптической анизотропии, осуществляющей фазовую задержку проходящего света. Деформацию могут вызывать ряд невидимых физических полей при контакте слоя НЖК с поверхностью объекта: поля сил межмолекулярных взаимодействий, электрические, магнитные и др. поля. Это делает предлагаемый метод регистрации полей универсальным. Распределение и величина локальных фазовых задержек в поле зрения ПОМ соответствуют распределению и интенсивности исследуемого поля на поверхности объекта. Задание деформации осуществляется сверхтонком приповерхностном слое НЖК, который транслирует двумерную локальную ориентацию в толщу слоя. Граница поверхность-НЖК, выполняет функцию «командного слоя», а происходящие в ней явления имеют нано размерную шкалу. Для накапливания фазовой задержки, достаточной для визуализации деформаций (а значит и изучаемых полей), используют слои НЖК толщиной порядка 1-20 мкм. Подчеркнем, что ПОМ визуализирует поля, распределенные не на поверхности объекта, а их реплику в слое НЖК за счет его деформаций под действием физического поля (или локальных дефектов) объекта.

Принцип работы нового ПОМ при работе на просвет показан на рис.7. Источник излучения 1 через коллектор 2 и зеркало 4 направляет свет в конденсор 6, перед которым расположен поляризатор 5. Прошедший через конденсор свет освещает объект 7. Изучаемый объект находится в контакте со слоем НЖК 8, выполняющим функцию ПВМС. Изображение деформированных слоёв ЖК (не объекта!) строится в фокальной плоскости микрообъектива 9, пройдя через анализатор 10. Увеличенное изображение либо рассматривается через окуляр 17, либо проецируется объективом 12 на регистрирующую матрицу ПЗС-камеры 13 и анализируется на экране компьютера 14. Разделение пучков обеспечивается призмой 11.

Таким образом, принципиальным отличием нового ПОМ от предшествовавших моделей состоит во введении в его оптическую схему нового элемента – ЖК ПВМС [121].

Возможны различные способы осуществления контакта ЖК с объектом: нанесение свободного слоя НЖК на изучаемую поверхность (рис.1А, Б), размещение НЖК в зазоре между поверхностью объекта и прозрачным электродом (рис.1В), погружение объекта в слой НЖК. В ячейке при размещении электродов ортогонально оптической оси ПОМ возможно изучение динамики переноса потока НЖК с повышенной

проводимостью (рис.8). Как видно из рис.8 деформация слоя НЖК позволяет визуализировать локальные дефекты микрорельефа, структурные неоднородности, распределения неоднородных электрических и магнитных полей, а также механические напряжения, не наблюдаемые в обычный оптический микроскоп. Для краткости в публикациях на английском языке метод визуализации невидимых физических полей и дефектов был назван *LC vision* [108].

Для детектирования локальных дефектов микрорельефа поверхности разработано несколько типов профилометров на механическом и оптическом принципах. По сравнению с ними метод ЖК является очень простым и дешевым.



Рис.7. Оптическая схема нового ПОМ: 1 – источник белого света, 2 – коллектор, 3 – диафрагма, 4 – зеркало, 5 – поляризатор, 6 – конденсор, 7 – объект, **8** – **ЖК ПВМС**, 9 – микрообъектив, 10 – анализатор, 11 – светоделительная призма, 12 – объектив цифровой камеры, 13 – ПЗС-камера, 14 – компьютер, 15 – призма, 16 – диафрагма, 17 – окуляр.

Однако наибольший практический интерес вызывает возможность визуализации структурных неоднородностей на поверхности и распределения невидимых физических полей. Именно этим направлениям будет уделено основное внимание в дальнейшем изложении.

При выведении из оптической схемы поляризатора или анализатора наблюдатель теряет возможность регистрировать фазовую задержку, создаваемую деформированным слоем НЖК, и наблюдает объект непосредственно сквозь прозрачный слой НЖК [55]. Эта операция наглядно выявляет тот вклад в изображении, который привносит деформированный слой НЖК, а именно – изображения невидимых физических полей или дефектов (рис.9).

В экспериментах обеспечивают условия смачивания поверхности объектов слоем НЖК. Однако в отдельных случаях даже при не смачивании поверхности можно получить полезную информацию об особенностях ее поверхности, наблюдая динамику натекания капель.



Рис.8. Характерные примеры деформации слоя НЖК при его контакте с объектом для характерных случаев: А – дефект микрорельефа, Б – структурный дефект, В – локальное электрическое или магнитное поле.

Особый интерес может представлять изучение динамики переноса потока НЖК с повышенной проводимостью в ячейке при размещении электродов ортогонально оптической оси ПОМ (рис.8, справа).

Новый ПОМ дает возможность визуализировать дефекты микрорельефа и движение потока жидкости в микроканалах сложной конфигурации, акустические поля, внутренние напряжения на поверхности непрозрачных объектов. Макромолекулы (клетки) двигаются под действием диэлектрофоретических сил по каналу микрофлюидного чипа, загоняются в «ловушки» и фиксируются там. По перпендикулярному каналу под действием электрического поля движутся ЖК, обтекая макромолекулу и визуализируя дефекты поверхности, в т.ч. ионные каналы (в случае клетки).

Здесь же представлен пример *стоп-флоу анализа*. На площадке микрофлюидного чипа фиксируются антитела, специфичные (избирательно реагирующие) к исследуемым молекулам (аналиту). Через площадку организуется транспортный поток жидкости с пробой. Если во вводимой пробе содержится искомый аналит, происходит реакция антигенантитело. Затем в реакционную зону вводятся ЖК, визуализирующие образовавшиеся комплексы. Здесь возможны варианты определения нескольких антител, если известна зона, где фиксируется соответствующее антитело.



Рис.9. Слева: в поляризованном свете наблюдается не невидимый структурный дефект D, а деформации слоя НЖК D', вызванные дефектом. Справа: в неполяризованном свете невидимый структурный дефект D наблюдается сквозь прозрачный слой ЖК, и поэтому он не наблюдаем.

Таким образом, в ПОМ с ЖК ПВМС фактически оказались объединены два поначалу независимых научных направления – оптическая микроскопия и регистрирующие среды на ЖК, которые до того развивались без взаимного влияния друг на друга. Поэтому представляет интерес рассмотрение краткой история развития ЖК как регистрирующих сред для изучения свойств поверхности материалов.

Французский физик Ф. Гранжан в 1916 г. изучал влияние анизотропных свойств подложки на ориентацию на ней молекул НЖК [80]. Он показал, что молекулы НЖК на поверхности различных материалов спонтанно ориентируются вдоль кристаллографических направлений подложки. В 1970 г. П. де Жен при исследовании поведения капель НЖК на анизотропных кристаллических поверхностях установил, что число направлений легкой ориентации молекул НЖК напрямую совпадает с симметрией подложки [73]. Эта особенность в 1980 г. была использована Н.А. Тихомировой и другими учеными для изучения свойств симметрии ряда твердых кристаллов: NaCl, KBr, LiF, GASH и др. с помощью НЖК [105]. Оказалось, что дисклинационная картина в слое НЖК не зависит от знака $\Delta \varepsilon$, а определяется группой симметрии поверхности.

В 1980 г. Г.Е. Невская с коллегами применили НЖК для обнаружения дефектов в слое окисла на Si при приложении Е-поля для обнаружения дефектов в диэлектрике. 1982 г. Г. Боден и Кюхлер визуализировали дефекты микрорельефа на поверхности стекол при наложении *E*-поля, а в 1984 г. Н. Барбер и З. Стругальский предложили использовать НЖК для изучения топографических свойств поверхности при наложении E-поля [12, 64]. В 1984 г. М.Г. Томилин предложил использовать НЖК для неразрушающего контроля качества оптических материалов без наложения *E*-поля. В этом же году Э.Л. Аэро и М.Г. Томилин разработали теорию визуализации дефектов методом НЖК. С этого начался этап применения метода к изучению поверхностей различных материалов и изделий, нашедший отражение в монографии [47]. К наиболее существенным из полученных результатов следует отнести следующие:

М. Томилин и С. Повзун в 1998 г. использовали НЖК для декорирования патологий в гистологических срезах тканей человека и диагностики рака [45]; М. Томилин и В. Иванов с сотрудниками использовали НЖК для детектирования вирусов гриппа [49]; М. Томилин использовал метод НЖК для определения *Е*-полей биологических объектов; А. Евстрапов и М. Томилин в 2008 г. предложили оптическую схему ПОМ с ЖК ПВМС [121]

Подводя итог развитию ЖК как регистрирующих сред для изучения свойств поверхности, отметим, что это направление можно рассматривать как новый более информативный метод декорирования поверхностей, ранее развиваемый отечественной школой исследователей применительно к задачам электронной микроскопии [18].

3. ТЕОРИЯ ВИЗУАЛИЗАЦИИ ФИЗИЧЕСКИХ ПОЛЕЙ

Настоящий раздел посвящен определению полей локальных деформаций НЖК воздействием неоднородных слоя под сил межмолекулярных взаимодействий с поверхностью (структурных дефектов), неоднородных магнитных и электрических полей.

3.1. Определение полей локальных деформаций слоя НЖК в зоне структурных дефектов поверхности

В основе метода визуализации лежит проявление общих закономерностей межмолекулярных взаимодействий твердого тела и ЖК, которые носят в основном дисперсионный диполь-дипольный характер и очень чувствительны к изменению свойств поверхности. Дефект поверхности можно представить как локальный скачок энергии связи молекул ЖК с подложкой, приводящий к локальной переориентации слоя ЖК.

В общем случае интенсивность света *I* (*x*, *y*), проходящего через деформированный слой НЖК, описывается уравнением:

$$I(x, y) = I_0 \sin^2 [\delta(x, y)/2]$$
(1)

Фазовая задержка б*(x,y)*, вызванная двулучепреломлением слоя НЖК, равна:

$$\delta(x,y) = \frac{2\pi}{\lambda} \left[-n_0 \cdot H + \int_0^H n(x,y,z) dz \right]$$
(2)

Здесь H – толщина слоя НЖК; n(x, y) – показатель преломления для необыкновенного луча; n_0 – показатели преломления для обыкновенного луч.

При отсутствии твистовой (закрученной) деформации возникает только деформация изгиба, и показатель преломления описывается уравнением:

$$n(x, y, z) = [n_e^{-2}Sin^2\varphi(x, y, z) + n_0^{-2}Cos^2\varphi(x, y, z)]^{-1/2}$$
(3)

Здесь $\varphi(x, y, z)$ – угол отклонения длиной оси молекул от нормали к поверхности; n_o , n_e – главные показатели преломления НЖК для необыкновенного и обыкновенного лучей.

Значения величин оптической анизотропии находятся в диапазоне 0,05...0,2, хотя предельные значения могут превышать величину 0,4. Это означает, что даже малые угловые отклонения директора НЖК позволяют получать значительную фазовую задержку света, а значит осуществлять регистрацию. Разработанная теория формирования изображений деформированных слоев НЖК малой толщины показала, эти изображения

мало отличаются от размеров распределения визуализируемых полей на поверхности объектов [5, 6].

Изображения дефектов поверхности, как это следует из уравнений (1-3), определяется распределением поля директора l ЖК вблизи дефектов. Поэтому в теории визуализации локальных деформаций основная задача состоит в нахождении поля директора l как функции координат y, z и параметров НЖК: констант упругости k_{ii} , n_e , n_o , поверхностных натяжений подложки $\gamma_{\text{жк}}$, подложки γ_{n} , и конструктивных факторов (толщины слоя ЖК H).

В работе [7] показаны пути аналитического решения и экспериментальные исследования деформаций и их изображений, создаваемых в зонах локальных дефектов граничной поверхности.

Деформация слоя НЖК возникает счет за моментов сил межмолекулярного взаимодействия изучаемой с поверхностью. Существование ориентационных деформаций обеспечивается условием равновесия в объеме НЖК и на его поверхности. Уравнение равновесия в объеме имеет вид

$$k_{l}\boldsymbol{l} \times grad \ div \ \boldsymbol{l} - k_{3}\boldsymbol{l} \times rot \ rot \ \boldsymbol{l} + (k_{3} - k_{2})\{2(\boldsymbol{l} \ rot \ \boldsymbol{l}) \ (\boldsymbol{l} \times rot \ \boldsymbol{l}) + grad(\boldsymbol{l} \ rot \ \boldsymbol{l}) - \boldsymbol{l}[\boldsymbol{l} \ grad \ (\boldsymbol{l} \ rot \ \boldsymbol{l})]\} = 0.$$

$$(4)$$

Уравнение равновесия моментов на поверхности имеет выражение

$$\mu = M, \tag{5}$$

здесь µ -моменты, порожденные деформированным слоем НЖК; *М* – уравновешивающие моменты твердой подложки.

Уравнение (5) представляет собой граничное условие к уравнению (4) и влияет на его решение. Естественно μ зависит от параметров НЖК, а M – от характеристик твердой подложки.

Общее выражение для μ имеет вид линейного по градиентам $\partial U \partial x$ соотношения:

$$\mu_{i} = [k_{1} v_{m} + (k_{3} - k_{2}) l_{m} (lv)] l_{p} \frac{\partial l}{\partial x_{m}} \psi_{psi} + (k_{2} - k_{1} + k_{24}) (\delta_{im} - l_{i} l_{m}) (v \times l) \frac{\partial l_{s}}{\partial x_{m}} - k_{24} [v_{i} - l_{m} (lv)] l_{p} \psi_{psm} \frac{\partial l_{s}}{\partial x_{m}}.$$
(6)

v — внешняя нормаль к границе *s;* k_{24} — «поверхностная» константа упругости, отсутствующая в уравнении для объема.

Принимая $l_x = sin\phi$, $l_y = cos\phi$ запишем выражение для проекции момента µ на ось *oz*:

$$\mu_{z} = -(k_{1}\sin^{2}\varphi + k_{3}\cos^{2}\varphi)(\frac{\partial\varphi}{\partial y}) + (k_{3}-k_{1})\sin\varphi\cos\varphi(\frac{\partial\varphi}{\partial x})$$
(7)

Эта составляющая представляет момент, вызванный ориентационными деформациями изгиба НЖК в слое. Изгибные

деформации не создают других составляющих момента (μ_x , μ_y), поэтому при решении задач изгиба достаточно ограничиться выражением (7).

Момент твердой подложки М связан с анизотропией поверхностного натяжения сверх тонкого слоя между ЖК и подложкой. Структура этого адсорбционного нано слоя определяется природой сил и моментов взаимодействия подложкой. В первом приближении С характер подложкой взаимодействия молекул ЖК можно рассматривать С соотношения поверхностного натяжения. зависящим OT ИХ сил Ориентационные деформации ЖК не влияют на его структуру, и свойства адсорбционного слоя определяется подложкой. В частности, подложкой определяется анизотропия этого слоя и энергия сцепления НЖК с подложкой. Если толщина адсорбционного слоя также не зависит от деформаций НЖК, то можно ввести поверхностную энергию W взаимодействия НЖК с подложкой, зависящую лишь от ориентации молекул НЖК по отношению к направлению анизотропии поля поверхностных сил самой подложки. Следует иметь в виду, что твердая поверхность может вызывать в тонких приграничных слоях переход НЖК в смектическую фазу, как это рассмотрено в работе [30]. Однако, как показали эксперименты, это явление существенно не изменяет характер взаимодействия ЖК с подложкой.

Наличие слабых дальнодействующих сил подложки, убывающих по степенному закону, вынуждает рассматривать их как поля, распределенные в объеме. В этом случае вклад вносится не в уравнение (5), а в уравнение (4), и в правой части появляется соответствующий член. В настоящей работе этот случай не рассматривается и принимается, что

$$W \approx \int_{y_c}^{\infty} U(\Delta y) dy + W c u$$
(8)

 W_{cu} – энергия сцепления, обусловленная короткодействующими силами; $U(\Delta y) \approx l/\Delta y^n$ – ван-дер-вальсов потенциал поверхности ($n \ge 3$); $y_c \approx l \ 10^{-5} cm$ – радиус действия сил.

Поверхностное натяжение твердых тел в отличие от жидкостей неоднородно вдоль поверхности и существенно анизотропно. Это важно для поверхностных явлений, изучаемых с помощью ЖК. Наличие в приповерхностном слое твердого тела внутренних напряжений, связанных с остаточными деформациями, нарушениями сплошности и изменениями микроструктуры в процессе формирования поверхности, определенным образом сказываются на анизотропии и неоднородности поверхностного натяжения [16] Последнее обстоятельство будет учтено зависимостью энергии W от координат вдоль поверхности: W = W(x, y) - в случае ее совпадения с координатной плоскостью *оху*. Анизотропия энергии требует согласно работе [6] введения не одного, как это принято в литературе [13, 74], а двух направлений: нормали к поверхности v и так называемого

направления легкой ориентации, отражающего анизотропию структуры ее приповерхностных слоев.

Поэтому W = W(x, z, h, h).

Явный вид этой функции определяется природой сил взаимодействия ЖК-подложка. Эти силы могут иметь полярную и дисперсионную природу с различной зависимостью от расстояния, но с универсальным характером анизотропии.

Полярные взаимодействия дают члены в энергию линейные по lv и $l\tau$, а дисперсионные – квадратичные, т.е.:

$$W = W_0 + W^n + W^{\partial}; (9)$$

$$W^{n} = W_{1}(x, z)(lv) + W_{2}(x, z)(l\tau);$$
(10)

$$W_{\partial} = W_3(x, z) (lv)^2 + W_4(x, z) (lv) (l\tau) + W_2(x, z) (l\tau)^2$$
(11)

Энергии W^n и W^o зависят от изменения орта ориентации директора l, поскольку в рассматриваемых задачах направления v и τ на поверхности можно считать фиксированными. Соответствующие изменения ориентации l у самой поверхности вызывают появление моментов сил M, с которыми переходной слой будет действовать на объем ЖК.

По определению

$$\boldsymbol{M} = \boldsymbol{l} \times \frac{\partial W}{\partial l}.$$
 (12)

Для моментов полярных M^n и дисперсионных сил $M^{\mathfrak{a}}$ сил:

$$M^{\mathrm{n}} = W_1(\boldsymbol{l} \times \boldsymbol{v}) + W_2(\boldsymbol{l} \times \boldsymbol{\tau}) \tag{13}$$

$$M^{\pi} = 2W_3(\boldsymbol{l} \times \boldsymbol{\nu})(\boldsymbol{l}\boldsymbol{\nu}) + W_4[(\boldsymbol{l} \times \boldsymbol{\nu})(\boldsymbol{l}\boldsymbol{\tau}) + (\boldsymbol{l} \times \boldsymbol{\tau})(\boldsymbol{l}\boldsymbol{\tau})] + 2W_5(\boldsymbol{l} \times \boldsymbol{\tau})(\boldsymbol{l}\boldsymbol{\tau}) \quad (14)$$

Эти поверхностные моменты могут создавать в объеме ЖК изгибные и крутящие моменты. Учитывая лишь изгибные моменты, запишем выражение для поверхностных моментов, совместив орты v и τ с координатными осями O_v и O_x соответственно:

$$M_{z}^{n} = W_{l}(x) \ l_{x} - W_{2}(x) l_{y}; \quad l_{x} = sin\phi, \ l_{y} = cos\phi$$
(15)

$$M^{\pi}_{z} = 2W_{3}(x)l_{x}l_{y} + W_{4}(x)[l^{2}_{x} - l^{2}_{y}] - 2W_{5}(x)l_{y}l_{x}$$
(16)

Теперь можно записать в явном виде уравнение (5). Для случая деформаций изгиба, вызываемых моментами поверхности, получим после подстановки уравнений (12), (15) и (16):

$$(k_{1} \sin^{2} \varphi_{s} + k_{3}) \left(\frac{\partial \varphi_{s}}{\partial y}\right) + (k_{3} - k_{1}) \sin \varphi_{s} \cos \varphi_{s} = W_{1} \sin \varphi_{s} - W_{2} \cos \varphi_{s}$$
$$= \left\{ (W_{3} - W_{5}) \sin 2\varphi_{s} - W_{4} \cos 2\varphi_{s} \right\}$$
(17)

Индекс «*s*» относится к значению угла φ и $\frac{\partial \varphi}{\partial y}$ к координатам границы. Здесь введен условный отсчет угла φ – от направления оси *оу* в то время как существует естественное начало отсчета.

Если на поверхности находится лишь тонкий адсорбционный слой ЖК, то деформация не нарушает естественной ориентации молекул относительно осей анизотропии поверхности v и τ . Это возможно и при толстом слое ЖК, но не имеющем деформаций. В любом случае, когда μ отсутствует, равенство M = 0 дает формальное условие естественной ориентации директора на поверхности. Это направление и является естественным началом отсчета для углов деформации ϕ . Для определения этого направления приравняем нулю, например, M_z^n . Тогда

$$\frac{l_x^a}{l_y^a} = tg \ \varphi_a \ = \ \frac{W_2(x)}{W_1(x)}$$
(18)

Очевидно, что φ_a есть естественный угол ориентации сверх тонкого адсорбционного слоя ЖК на поверхности, который определяется соотношением двух энергий поверхностного натяжения в двух разных направлениях. Аналогичный результат получается в случае, когда $M^{\rm A}_{\rm z} = 0$:

$$tg2 \ \varphi_a = \frac{W_4(x)}{W_3(x) - W_5(x)}$$
(19)

В любом случае естественное направление есть некий компромисс между направлениями *v* и *τ*. В общем случае оно определяется условиями обращения в нуль выражений 13 и 14.

Деформации в объеме ЖК влияют на ориентацию молекул ЖК на границе, и $\varphi_s \neq \varphi_a$ в результате возникновения моментов μ , нарушающих равенство M=0.

Однако возможен случай, когда деформационные моменты μ малы и не нарушают φ_{a} . Это так называемый случай сильного сцепления, достигаемый специальными приемами обработки поверхности (например, натиранием или нанесением ориентанта). Формально случай сильного сцепления описывается соотношением (17) при условии, что хотя бы одна из величин $W_1 \dots, W_5$ велика настолько, что выполняется условие:

$$k_{\rm a} / W_{\beta} << H(\alpha = 1, \beta = 1 \div 5)$$
 (20)

Здесь *H* – размер области неоднородности деформации, например толщина слоя ЖК.

В отсутствии внешних ориентирующих слоев градиенты углов в ЖК являются величинами ограниченными, имеющими порядок отношения $\Delta \phi_m / H$, где $\Delta \phi_m -$ максимальная разность углов разворота, которая в ЖК не превышает π . Большие закрутки в НЖК уже не устойчивы и путем срыва и формирования дисклинаций самоликвидируются. По этой причине величина μ также ограничена, в то время как величина M практически не

ограничена, так как адсорбированные слои ЖК на твердой поверхности сами могут приобретать свойства в малых толщинах, т.е. жесткую ориентацию. Если выполняется условие (20), то левой частью в уравнении (17) можно пренебречь. Тогда приводит к одному из двух соотношений:

$$tg\varphi_s = W_2 / W_1 \tag{21}$$

$$2tg\phi_s = W_4 / W_3 - W_5 \tag{22}$$

Сопоставляя первое уравнение (21) с (18) и (22) с (19), легко видеть, что уравнения (21) и (22) – это условия жесткой ориентации ЖК на границе, т. е. условия равенства:

$$\varphi_{\rm s} = \varphi_{\rm a} \tag{23}$$

Если поверхность для данного НЖК обработана так, что $\varphi_a = 0$, то говорят о гомеотропной ориентации, если $\varphi_a = 90^\circ$, то возникает планарная ориентация. Возможны и промежуточные условия наклонной ориентации. Мы будем использовать условия жесткой ориентации тогда, когда на одном участке границы задан один угол φ_a , а на другом – иное его значение. Возможен случай, когда $\varphi_a = \varphi_a(x)$, т.е. жесткая ориентация – неоднородная плавная функция координат.

Слабое сцепление с поверхностью характеризуется условием:

$$k_a / W_\beta >> H \tag{24}$$

В этом случае силы сцепления с поверхностью могут иметь конечное значение, а моменты взаимодействия близки или равны нулю (M=0) независимо от угла φ_s . Такие условия, по-видимому, реализуются на не смачиваемой ЖК поверхности, где нет условий для возникновения анизотропного направления τ , хотя направление v может играть ориентирующую роль. Смачивание и не смачивание поверхности также может быть использовано как некий критерий для оценки состояния дефектности изучаемой поверхности. Конкретные примеры использования явления смачивания для диагностики поверхности будут приведены ниже.

В случае не смачивания граничное условие (17) принимает вид:

$$-(k_{1}\sin^{2}\varphi_{s}+k_{3}\cos^{2}\varphi_{s})(\frac{\partial\varphi}{\partial y})_{s}+(k3-k1)\sin^{2}\varphi_{s}\cos^{2}\varphi_{s}(\frac{\partial\varphi}{\partial x})_{s}=0$$
(25)

Частным случаем слабого сцепления является, по-видимому, ситуация на свободной поверхности. Направление v характеризуется ориентирующим эффектом, а направление τ просто отсутствует из-за симметрии свободной поверхности. Поэтому выражения (13) и (14) принимают вид:

$$\boldsymbol{M}^{n} = W_{l}(\boldsymbol{l} \times \boldsymbol{v}) \tag{26}$$

$$M^{o} = 2W_{3}(\boldsymbol{l} \times \boldsymbol{\nu}) \ (\boldsymbol{l} \ \boldsymbol{\nu}) \tag{27}$$

Очевидно, что *l*-компоненты этих моментов $M^n l = 0$ и $M^0 l = 0$. По этой причине нужно обратить в нуль и соответствующие компоненты деформированных моментов *µ*. Это значит, что отсутствуют моменты, ориентирующие частицы в плоскости свободной поверхности, и они могут свободно вращаться, сохраняя определенный угол с нормалью к ней. Так, метоксибензилиденабутиланилина (МББА) на свободной молекулы поверхности образуют нормалью угол 15°. молекулы С a параазоксибензола – 90°.

Близкая, но не идентичная ситуация возникает в случае, когда поверхность твердого тела не имеет анизотропного направления в макромасштабах, т.е. ЖК ориентируется в плоскости подложки хаотично, образуя плоскую гомогенную структуру. Чтобы получить выражения для M^n и M^o , нужно усреднить эти выражения по всем макроскопическим направлениям τ , и по сравнению с выражением для свободной поверхности появится добавочный член

$$M^{0} = 2W_{3}(l \times v) (l v) + 2W_{5}(l \times v) (l v).$$
(28)

Этот член характеризует степень ориентации *S* плоской текстуры, отсутствующей на свободной поверхности, и обеспечивает устойчивую гомеотропную ориентацию. В случае гомеотропной ориентации вблизи плохо обработанной поверхности в равенстве (28) остается лишь последнее слагаемое, не зависящее от ф. Для этого случая граничные условия (17) примут вид

$$-(k_{I}\sin^{2}\varphi_{s}+k_{3}\cos^{2}\varphi_{s})(\frac{\partial\varphi}{\partial y})_{s}+(k3-k1)\sin^{2}\varphi_{s}\cos^{2}\varphi_{s}(\frac{\partial\varphi}{\partial x})_{s}=\text{const} (29)$$

Возможен и промежуточный случай, когда жесткая ориентация не достигается, а сцепление конечно. Тогда граничные условия имеют вид соотношения (17), т.е. условия равновесия моментов (5). При этом необходимо знать параметры W_1, \ldots, W_5 потенциала молекулярных сил поверхности. Сведения о них не могут быть получены из теории деформирования ЖК, которая, по существу является феноменологической. В то же время общие закономерности проявления межмолекулярных взаимодействий ван-дер-ваальсовой природы в спектроскопических, оптических и структурных свойствах жидких систем в настоящее время изучены достаточно подробно [13]. Современные оптико-физические методы исследований позволяют выявить весьма тонкие эффекты, связанные с ориентацией молекул жидкостей и ЖК в поле молекулярных сил, включая и процессы, протекающие на границе фаз. Все это вместе создает прочный фундамент изучения поверхностных физических неоднородностей с помощью ЖК.

Для определения полей локальных деформаций слоя НЖК в зоне характерных дефектов рассмотрим метод решения уравнения (4) в случае деформаций изгиба, зависящих от расстояния от подложки *оу* и

координаты *x*. Будем определять угловые развороты молекул $\varphi(x, y)$ лишь в плоскости *оху*, что эквивалентно следующим ограничениям, накладываемым на ориентационное поле:

$$l \operatorname{rot} l = 0; \quad l_x = \sin \varphi; \quad l_y = \cos \varphi; \quad l_z = 0.$$
(30)

Они приводят к существенным упрощениям уравнения равновесия (4), которое принимает вид

$$k_1 \mathbf{l} \times \text{grad div } \mathbf{l} - k_3 \mathbf{l} \times \text{rot rot } \mathbf{l} = 0. \quad \mathbf{l}^2 = 1.$$
(31)

Граничные условия будем принимать в форме (23), а также в виде частных вариантов, например (29).

Нелинейное уравнение (31) остается малодоступным для решения двумерных задач. Известным теоретиком д.ф.-м.н. Э.Л. Аэро был предложен приближенный метод его решения [7]. С этой целью уравнение (31) записывается через угловую функцию:

$$\nabla_{k}^{2} \phi = \chi 0(\phi); \quad \nabla_{k}^{2} \equiv \sqrt{\frac{k_{1}}{k_{3}}} \frac{\partial^{2}}{\partial x^{2}} + \sqrt{\frac{k_{3}}{k_{1}}} \frac{\partial^{2}}{\partial y^{2}}.$$
(32)

Здесь 0(ф) означает группу нелинейных членов:

$$0(\varphi) = \frac{\partial^2 \varphi}{\partial y \partial x} \frac{\sin 2\varphi}{\sin^2 \varphi_m} - \frac{\partial \varphi \partial \varphi}{\partial y \partial x} \frac{\cos 2\varphi}{\sin^2 \varphi_m} + \left(\frac{\partial^2 \varphi}{\partial y^2} - \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2}\right) \frac{\sin^2 \varphi}{\sin^2 \varphi_m} + \left\{\left(\frac{\partial \varphi}{\partial y}\right)^2 - \left(\frac{\partial \varphi}{\partial x}\right)^2\right\} \frac{\sin 2\varphi}{2\sin^2 \varphi_m} \quad (33)$$

Здесь ϕ_m – наибольшее угловое отклонение в задаче.

Безразмерная величина

 $\chi = \frac{k_3 - k_1}{\sqrt{k_1}k_3} \sin^2 \varphi_m = \sqrt{\frac{k_3}{k_1} + \frac{k_1}{k_3} - 2\sin^2 \varphi_m}$ представляет собой малый параметр

приближения.

Для некоторых НЖК величина $(k_3-k_1)/\sqrt{k_3k_1}$ оказывается сравнительно малой. Например, для МББА она составляет примерно 0,2. Есть основания считать, что это не случайно. Хотя, как правило, $k_3 = k_1$, однако с увеличением алифатической цепи молекул знак неравенства может изменяться, и рассматриваемое отношение проходит через 0. Это дает основание для использования одноконстантного приближения, принятого в физике ЖК, хотя оно справедливо для ограниченного круга соединений. Введенный параметр содержит еще множитель $sin^2 \varphi_m$, всегда меньший единицы. К тому же методы исследования свойств поверхности дают возможность выбора ЖК материала. Поэтому условие малости χ может быть обеспечено.

Исходя из малости этого параметра, можно существенно упростить трудности решения двумерных задач, не связывая себя одноконстантным приближением.

Представим решение (33) в виде степенного ряда по параметру ф:

$$\varphi(x, y, k_1, k_3) = \varphi^0(x, y) + \chi \varphi'(x, y) + \chi^2 \varphi''(x, y) +$$
(35)
Существенно, что решения на различных этапах приближения φ^0 , φ' , φ'' удовлетворяют известным уравнениям теории потенциала – уравнениям Лапласа и Пуассона:

$$\nabla_k^2 \varphi^0 = 0 \tag{36}$$

$$\nabla^2_{\ k} \varphi' = 0 (\varphi^0) \tag{37}$$

 $\nabla_{k}^{2} \phi'' = 0 (\phi')$

Поскольку условие $\chi = 0$ не означает равенства модулей $k_3 = k_1$, то уже ϕ^0 , не говоря о ϕ' , ϕ'' , ..., является $f(k_1/k_3)$. Получается цепочка приближений. Располагая нулевым решением уравнения (36) при заданных граничных условиях, можно вычислить правую часть в уравнении Пуассона (37) и найти первое приближение, например, с помощью функции Грина *G* для двумерной области *V* по формуле:

$$\varphi' = -\iint_{V} G(x, y/\varsigma\eta) 0(\varphi^{0}) d\varsigma d\eta$$
(39)

Неувязку в более общих граничных условиях, вносимую интегралом в уравнении (39), компенсируем добавлением к нему еще одного решения уравнения Лапласа ϕ^{01} . Далее по той же схеме находим второе приближение $\phi^2(x, y)$. Изложенный подход был применен для решения задач визуализации наиболее характерных дефектов: обособленного ориентационного дефекта, обособленного дефекта рельефа, замкнутых двумерных объемов, посторонних включений в слое НЖК и локальных деформаций вблизи поверхности с периодическим рельефом. Расчет локальных деформаций с периодическим рельефом был сопоставлен с экспериментальным изучением оптической миры инородным с включением в слое НЖК и показал хорошую сходимость теории и эксперимента. Детальное рассмотрение решений приведено в работе [47].

Развитая теория выявила ряд уникальных свойств НЖК как регистрирующих сред. Так, при наблюдении положительного (выступающего) рельефа поверхности, он выглядит увеличенным по сравнению с истинным размером, в то время как отрицательный рельеф поверхности выглядит меньше, чем истинный размер. При наблюдении вертикальной ступеньки профиля по оси Z, НЖК позволяет наблюдать высоту ступеньки, что невозможно наблюдать в отсутствии слоя НЖК.

Главный итог разработанной теории состоит в том, что деформации НЖК в окрестности наиболее характерных дефектов получены в виде простых аналитических зависимостей, и не требуют разработки и применения сложных компьютерных программ.

3.2. Определение полей локальных деформаций слоя НЖК в неоднородных магнитных полях

Изучение поведения НЖК в магнитных полях началось в 30-е годы прошлого столетия В.К. Фредериксом с сотрудниками [76]. Им вопреки распространенной в то время концепции дипольных сил была впервые объяснена природа ориентирующих сил диамагнитной анизотропией НЖК. В.К. Фредерикс впервые дал теоретическое описание порогового характера эффекта в плоскопараллельном слое под влиянием магнитного поля (*M*-поля) и стенок ячейки:

$$k\frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} - \chi_a H^2 \sin \varphi \cos \varphi = 0$$
 (39)

Здесь φ – угловые отклонения в результате воздействия *М*-поля; $\chi_a = (\chi_{11} - \chi_{21})$ – диамагнитная восприимчивость НЖК.

В.К. Фредерикс нашел решение уравнения в виде эллиптической функции и из граничных условий определил условие существования решения – выражение для порогового поля H_n и толщины слоя h_n :

$$H_n h_n = \pi \sqrt{\frac{k}{\chi_a}}$$

Это выражение и соответствующий эффект переориентации НЖК в *М*-поле носят имя Фредерикса.

Теория магнитооптических явлений получила развитие в работах Э.Л. Аэро, где рассмотрено влияние границ различной формы, содержащих дефекты, на деформацию и двулучепреломление НЖК [9, 10]. Разработка теории локальных деформаций НЖК в неоднородных *М*-полях имеет важное практическое значение и представляет интерес для материаловедения.

Магнитное поле H(x, y) существенно влияет на ориентационное поле директора l(x, y), создавая моменты сил, стремящиеся ориентировать его вдоль магнитно силовых линий. Этому препятствуют ориентационные упругие деформации, создающие уравновешивающие моменты, пропорциональные вторым градиентам ориентационного поля.

Пусть векторы H и l лежат в одной плоскости (x, y). Тогда в этой плоскости возникает лишь деформация изгиба и

$$l_x = \sin \varphi, \quad l_y = \cos \varphi, \quad l_z = 0, \tag{40}$$

где ϕ – угол, определяющий ось молекулярной ориентации *l* (*x*, *y*) к оси *y*.

Деформация кручения не возникает (l rot l = 0), и в результате имеем следующее уравнение указанных моментов:

$$(k_1 - k_3)\mathbf{l} \times grad \ div \ \mathbf{l} + k_3\mathbf{l} \times \Delta^2 \mathbf{l} + \chi_a \ (\mathbf{l} \ \mathbf{H})(\mathbf{l} \times \mathbf{H}) = 0.$$
(41)

Здесь k_1 , k_3 – упругие линии изгиба силовых линий поля l(x, y).

Стационарное магнитное поле в слое НЖК описывается уравнениями Максвелла:

$$rot \mathbf{H} = 4\pi \mathbf{j}; \quad div B = 0; \quad B_i = H_i + \chi_a H_k = H_i$$
(42)

Диамагнитная восприимчивость НЖК весьма мала и в гауссовской системе единиц $[\chi] \approx 1.10^{-6}$, поэтому с большой точностью B = H. Следовательно, уравнения (42) могут быть решены независимо от уравнений (41), и поле H в (41) можно рассматривать как чисто внешнее, заданное геометрией и свойствами поверхности.

Уравнение (41) можно существенно упростить, если, как и в разделе 3.1, допустить $k_1 = k_3$. В действительности существует много НЖК с близкими значениями поперечного (k_1) и продольного (k_3) изгибов, а оптимизированные смеси полярных и неполярных соединений позволяют получать точное равенство модулей $k_1 = k_3 = k$. Тогда уравнение (41) с учетом условий (40) упрощается:

$$\nabla^{2} (2\alpha) - (\chi_{a} / kH^{2}) \sin 2\alpha = - \nabla^{2} \psi; \quad \alpha = \varphi - \psi,$$
(43)

где ψ – угол ориентации вектора напряженности магнитного поля *H*.

Пусть электрические токи *j* отсутствуют и магнитное поле потенциально, т.е. $H = - \operatorname{grad} \mu$, $\nabla^2 \mu = 0$. Покажем, что в этом случае $\nabla^2 \varphi = 0$ [5]. Исходим из тождества

 $\nabla^2 \psi \equiv \cos^2 \psi [\nabla^2 (tg \psi) - 2\sin \psi \cos \psi (grad tg \psi)^2].$

Учитывая, что $tg \psi = H_x / H_y$ и вычисляя правую часть, получим

$$\nabla^2 \psi = 2 H_x H_y \left[\left(\partial H_y / \partial y \right)^2 - \left(\partial H_x / \partial x \right)^2 \right] H^4$$
(44)

Принимая во внимание второе и третье уравнения (42), имеем $\partial H_y / \partial y$ = - $\partial H_x / \partial x$. Возводя обе части в квадрат и используя полученное равенство (44), приходим к окончательному выводу, что $\nabla^2 \psi = 0$.

Преобразуем член ∇^2 (2 α) из уравнения (43), перейдя от *x*, *y* к новой системе ортогональных координат μ и η , представляющих собой действительный и мнимый потенциалы *M*-поля.

$$\boldsymbol{H} = -grad \; \boldsymbol{\mu}; \quad \boldsymbol{H}^2 = [dW/dz]^2; \quad \boldsymbol{W} = \boldsymbol{\mu} + i \; \boldsymbol{\eta}. \tag{45}$$

Условие $\mu(x, y) = \text{const}$ является уравнением эквипотенциалей, а условие $\eta(x, y) = \text{const} - \text{уравнением}$ векторных линий *М*-поля. При конформном преобразовании плоскости z = x + iy в плоскость $W = \mu + i\eta$ оператор Лапласа ∇^2 преобразуется следующим образом:

$$\nabla^{2} = [dW/dz]^{2} \nabla^{2}{}_{\mu} = H^{2} \nabla^{2}{}_{\mu}; \quad \nabla^{2}{}_{\mu} = (\partial^{2} / \partial \mu^{2}) + (\partial^{2} / \partial \eta^{2}) \quad (46)$$

Тогда уравнение (43) с учетом $\nabla^2 \psi = 0$ можно записать в виде:

$$\nabla^{2}_{\mu}(2\alpha) - (\chi_a / k) \sin 2\alpha = 0. \quad \alpha = \alpha(\mu, \eta).$$
(47)

Это уравнение равновесия определяет α – угол взаимной ориентации векторов I и H – как функцию магнитных потенциалов $\mu(x, y)$, $\eta(x, y)$ и материальной константы $\sqrt{\frac{k}{\chi_{\alpha}}}$ с размерностью магнитного потенциала.

Таким образом, особенность магнитоориентационных эффектов в НЖК с малой изгибной анизотропией состоит в том, что вид функции $\alpha(\mu, \eta, \chi_a/k)$ одинаков для полей *H* любой напряженности. Непосредственная связь α с μ и η позволяет рассматривать НЖК как регистрирующие среды, деформации которых локально отображают магнитных полей, т.е. однозначно в любой точке пространства.

Приведенные сведения представляют собой теоретические основы для решения проблемы визуализации и измерения характеристик неоднородных магнитных полей с помощью ПОМ с ЖК ПВМС. Из них следует, что оптимальными условиями реализации измерения характеристик магнитного поля при помощи ориентации в нем молекул НЖК являются граничные условия вида *I*||*H* или *I*⊥ *H*, а также низкие значения магнитоупругой характеристики µ или порога устойчивости деформаций.

3.3. Определение полей локальных деформаций слоя НЖК в неоднородных электрических полях

Визуализация неоднородных электрических полей (E-полей) основана на ориентационных деформациях обычно в НЖК – пространственных искажениях поля директора l(x, y, z). Они возникают в результате конкурентного ориентирующего действия на НЖК E-поля и твердых поверхностей, различным образом ориентирующих его молекулы.

Формулы (1-3), приведенные в разделе 3.1, также описывают визуализацию поля директора l, который отображает E-поле. Это отображение требует анализа, как минимум, двухмерных полей l(x, y) и E(x, y). Однако ввиду математической сложности задачи об установлении связи l- и E-полей решались за малым исключением лишь для одномерных полей l(y) и E(y).

В работе [9] разработан общий метод решения двумерных задач вида l(x, y, E), которые получены для НЖК ячеек с криволинейными границами и различным образом заданными электрическими потенциалами. С помощью этого метода можно рассчитывать параметры дисплеев, ПВМС, преобразователей на основе структуры *пироэлектрик–ЖК*, оптических устройств и элементов с управляемой фазовой задержкой, в частности нового ПОМа при изучении дефектов в интегральных схемах и разного рода кристаллах и минералах.

Общая теория деформаций НЖК в неоднородных *Е*-полях основана на решении аналогичных, но более сложных двумерных задач, что и теория деформаций НЖК в неоднородных *М*-полях.

Рассмотрим изгибные деформации векторных линий поля директора l(x,y), происходящие в плоскости (x, y). Деформации кручения при этом из рассмотрения исключаются. Уравнение изгибных деформаций в *E*-поле имеет вид:

$$\mathbf{l} \times [\mathbf{k}_1 \text{ grad div } \mathbf{l} - \mathbf{k}_3 \text{ rot rot } \mathbf{l} + \varepsilon_a (\mathbf{EL})\mathbf{E}] = 0$$
 (48)

$$\varepsilon_a = \varepsilon_{||} - \varepsilon_{\perp}. \tag{49}$$

Здесь k_1 и k_3 – упругие модули поперечного и продольного изгибов; ε_a – диэлектрическая анизотропия; $\varepsilon_{||}$ и ε_{\perp} - диэлектрическая проницаемость НЖК в продольном и поперечном направлениях.

Примем одноконстантное приближение $k_1 = k_3 = k$, допустимость которого была обоснована ранее. В ряде случаев уравнение (48) включает линейные по *E* члены, связанные с флексоэлектрической поляризацией, полагая $\varepsilon_a = 0$. В дальнейших рассуждениях мы пренебрегаем ими, полагая

$$e(\partial E / \partial x) << \varepsilon_a E^2 \rightarrow e / \varepsilon_a << Eh.$$
(50)

Здесь $e \approx 10^{-4}$ СГСЕ – флексоэлектрическая константа.

Хотя сильно полярные НЖК с большими значениями ε_a специально не рассматриваются, особое внимание уделяется большим *E*-полям, превышающим пороговые значения, когда *Eh* > 3 СГСЕ (*E* = 1 В/мм, *h* – толщина слоя). Для малых *E*-полей пренебрежение флексоэффектов возможно в тех случаях, когда они просто отсутствуют, либо в силу симметрии формы молекул НЖК, либо в силу симметрии формы области *S*_z, занимаемой НЖК. Еще одним важным условием является отсутствие проводимости слоя НЖК, определяющее диэлектрический режим переориентации молекул в *E*-поле.

С учетом этих замечаний перепишем уравнение (48), введя углы φ и ψ ориентации векторов l и E по отношению к оси *оу* с помощью соотношений:

$$l_x = \sin \varphi, \ l_y = \cos \varphi,$$

$$E_x = E \sin \psi, \ E_y = E \cos \psi.$$
(51)

Тогда уравнение (48) примет вид

$$k\nabla^{2}(2\alpha) - E^{2}\varepsilon_{a}\sin 2\alpha = -2k\nabla^{2}\psi. \quad \alpha = \varphi - \psi. \quad (52)$$

Здесь α – угол между векторами l и E.

Уравнения электрического поля таковы:

$$\boldsymbol{E} = -\operatorname{grad} U, \quad \operatorname{div} \boldsymbol{D} = 0, \qquad \boldsymbol{D} = \varepsilon \bot \boldsymbol{E} + \varepsilon_{a} (\boldsymbol{E}\boldsymbol{L})\boldsymbol{L}$$
(53)

Здесь U – электрический потенциал, **D** – вектор индукции E-поля, который удобнее переписать в виде

$$D = \frac{1}{2} \left(\varepsilon_{||} + \varepsilon_{\perp} \right) \left[E_{||} + E_{\perp} + \varepsilon_{||} \left(E - E_{\perp} \right) \right]$$
(54)

$$\varepsilon = (\varepsilon_{||} - \varepsilon_{\perp}) / (\varepsilon_{||} + \varepsilon_{\perp})$$
(55)

Здесь ε_{II} и ε_{\perp} - составляющие вектора *E* вдоль *l* и в перпендикулярном направлении.

Поскольку $E = E_{II} + E_{\perp}$, то при $\varepsilon = 0$ приходим к линейной зависимости между векторами **D** и **E**:

$$\boldsymbol{D}_0 = \frac{1}{2} \left(\varepsilon_{||} + \varepsilon_{\perp} \right) \boldsymbol{E}; \quad \varepsilon = 0.$$
(56)

Тогда из уравнения (53) следует, что электрический потенциал U_0 в этом же приближении удовлетворяет уравнению Лапласа

$$\nabla^2 U = 0, \tag{57}$$

т.е. является гармонической функцией. Это свойство играет определяющую роль в решении нелинейного уравнения (52). Обоснуем малость параметра ε , определенного в уравнении (54). Для слабо полярных НЖК имеем просто $\varepsilon_{II} = \varepsilon \perp$. С ростом полярности НЖК величина ε возрастает, но даже для сильно полярных соединений $\varepsilon \leq 1$. Это дает возможность развить метод возмущений по ε . Исключая сильно полярные НЖК, ограничимся нулевым приближением при анализе нелинейного уравнения (52).

В нулевом приближении после решения уравнения Лапласа нужно перейти к уравнению (52), где величины E_0 и ψ находятся по электрическому потенциалу U_0 , теперь известному. Анализ уравнения (52) опирается на принцип конформационных преобразований, позволяющих существенно упростить вид уравнения и перейти к задаче с простой геометрией области S_u .

Окончательные результаты преобразования уравнения (52) принимают вид следующих соотношений:

$$\nabla^2 \psi = 0, \quad \nabla^2 = E^2 \nabla^2_{\mathrm{U}} \tag{58}$$

Здесь

$$\nabla^2 = \partial^2 / \partial x^2 + (\partial^2 / \partial y^2); \qquad \nabla^2_{\ u} = \partial^2 / \partial U^2 + \partial^2 / \partial V^2, \qquad (59)$$

Величины U и V – комплексно сопряженные потенциалы E-поля, такие, что U(x, y) = const и V(x, y) = const, - представляют собой уравнения эквипотенциалей и силовых линий E-поля соответственно. С учетом выражения (58) уравнение (52) приобретает более простой вид

$$\nabla_{u}^{2}(2\alpha) - U_{\varepsilon}^{-2}\sin 2\alpha = 0. \qquad U_{\varepsilon} = \sqrt{\frac{k}{\varepsilon_{a}}}$$
(60)

Здесь U_{ε} –характеристический потенциал, зависящий лишь от свойств НЖК.

В результате получается также нелинейное, но более простого вида уравнение в плоскости (U, V), не содержащее переменного коэффициента в правой части, как в равенстве (52). При конформном преобразовании относительный угол α между двумя векторами сохраняется. Поэтому решение (60) $\alpha(U, V)$ переводится в плоскость (x, y) просто раскрытием зависимости функций U и V от координат x, y:

$$\varphi (x, y) = \alpha [U(x, y), V(x, y)] + \psi (x, y); \quad \psi (x, y) = arc tg(U'_x / U'_y); (61)$$
$$U'_x = \partial U / \partial x; \qquad U'_y = \partial U / \partial y$$
(62)

Очевидно, ориентационное поле φ зависит непосредственно от электрических потенциалов U, V и их производных, т.е. составляющих вектора напряженности E_x , E_y . Через них просто выражается угловая функция ψ . Относительный угол α как функция U, V уточняется путем решения нелинейного уравнения синус-Гельмгольца (60).

При решении конкретных задач по визуализации распределения *Е*-полей на изучаемых поверхностях граничные условия могут изменяться. Дальнейшее развитие теории локальных деформаций слоя НЖК в неоднородных Е-полях связано с изучением поведения исследуемых объектов в объеме слоя НЖК. Развитая теория открывает возможности для описания и расчета электрических полей живых и неживых объектов.

4. ВОЗМОЖНОСТИ И ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ ПОМ НА ЖК ПВМС

ПОМ на основе ЖК ПВМС является новым инструментом для изучения свойств поверхности материалов. Он существенно расширяет функциональными возможностями современной микроскопии и позволяет на его основе разрабатывать новые методики. Ниже приводятся результаты их практического использования при изучении различных объектов. При этом основной акцент делается на возможность получения уникальных результатов, которые не могут быть получены другими существующими ныне методиками, сопоставляемыми с методами на основе ЖК ПВМС.

В методическом пособии будут рассмотрены примеры практического использования нового ПОМ с ЖК ПВМС для изучения свойств поверхности без наложения внешних полей (только силы межмолекулярного взаимодействия), а также при наложении *M*- и *E*-полей, позволяющие визуализировать их распределение на поверхности. В этом находит отражение универсальность применения нового ПОМ.

Использование новых методов требует разработки новых методических приемов, из которых важным является создание однородной ориентации НЖК на поверхности. Для ее создания слой НЖК наносят на поверхность в изотропной фазе толщиной порядка 1 мкм с последующим охлаждением до комнатной температуры. Тогда возникающая картина деформаций слоя НЖК будет отражать не условия его нанесения, а истинную топографию распределения невидимых полей и дефектов.

При изучении некоторых объектов может возникнуть проблема в смачивании изучаемой поверхности слоем НЖК. Для ее устранения рекомендуется использовать НЖК с другой величиной поверхностного натяжения γ либо изменить величину поверхностного натяжения используемого НЖК. Для этого в НЖК добавляют небольшое количество спирта или ацетона, изменяющее на короткое время (до испарения добавки) величину γ .

С другой стороны, несмачивание поверхности слоем НЖК может быть свидетельством дефектности поверхности, что рассматривается ниже. Тем не менее, поскольку натекание слоя НЖК в капли происходит за единицы секунд, имеется возможность зарегистрировать за это время отдельные дефекты или распределения невидимых полей на поверхности.

Все наблюдения проводились при многократном нанесении и снятии слоя НЖК до получения воспроизводимых результатов.

В описываемых экспериментах использовались доступные НЖК и их хорошо изученные смеси на основе метоксибензилиден бутиланилина (МББА), этоксибензилиден бутиланилина (ЭББА) и цианбифенила (СБ), обладающие мезофазой при комнатной температуре.

Теория полей локальных деформаций слоя НЖК была использована для анализа его ориентации в окрестности дефектов микрорельефа. Результаты приведены в таблице 1. По мере удаления от дефекта *d* происходит как бы увеличение (в случае выступа) или уменьшение (в случае впадины) изображения дефекта.

Таблица 1.

Результаты расчета локальных деформаций в слое НЖК вблизи ряда дефектов микрорельефа поверхности

Характер дефекта	Схема локальной деформации слоя НЖК в зоне дефекта	Поле угла ориентации
Полукруглый выступ на плоской поверхности (напри- мер, следы обработки)	$\begin{array}{c} y \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\$	$\begin{aligned} \pi \frac{\varphi(x,y) - \alpha (x,y) - \varphi_0}{\varphi_d - \varphi_0} &= \arctan \frac{1 - \xi}{\eta} 1 - \arctan \frac{1 + \xi}{\eta}; \\ \xi &= x (x^2 + y^2 + R^2) / 2R (x^2 + y^2); \\ \eta &= y (x^2 + y^2 - R^2) / 2R (x^2 + y^2). \end{aligned}$ Края дефекта отслеживаются в объеме слоя. Изображение дефекта, расширяясь, удваивается
Впадина на плоской по- верхности (например, узкая по- ра в покрытии)	$H \begin{bmatrix} y \\ \phi_0 \\ \phi_d $	$\begin{split} \alpha(x,y) &= \arctan\left(dy \ / \ dx\right)_{\xi=\text{const}} \\ \pi \frac{\phi(x,y) + \alpha(x,y) - \phi_0}{\phi_d - \phi_0} &= \arctan\left(\frac{2 - 2\xi(1-b)}{b\eta} + \frac{1}{\phi_d - \phi_0}\right) \\ &+ \operatorname{arctg} \frac{2(1-b)(1-\xi)}{b\eta}; \\ \pi(x+iy) &= \operatorname{arch} \frac{(\xi+i\eta)(1-b) + b - 2}{b/2} - \frac{1}{b/2} - \frac{1}{b/2} - \frac{1}{b/\xi + i\eta}; \\ \alpha(x,y) &= \operatorname{arctg} \frac{(2-b)(\xi+i\eta) - 2}{b(\xi+i\eta)}; \\ \alpha(x,y) &= \operatorname{arctg} (dy \ / \ dx)_{\xi=\text{const}}, \ b = h \ / H. \end{split}$ Изображение дефекта сужается при увеличении толщины H слоя
Ступенька (папример, об- рыв слоя покрытия)	$\begin{array}{c} \varphi_0 \neq y \\ \hline \\ \downarrow \downarrow$	$\begin{aligned} \pi \frac{\varphi(x,y) - \alpha(x,y) - \varphi_d}{\varphi_0 - \varphi_d} &= \arctan \frac{\eta (1 - b^2)}{(\xi - 1)(\xi - b^2)\eta^2};\\ b &= \left(\frac{d}{2H} + \sqrt{1 + d^2 / 4H^2}\right);\\ x + iy &= \frac{2}{\pi} \operatorname{arctg} \sqrt{\frac{\xi - i\eta}{b}} - \left[\frac{\sqrt{b}}{x(b-1)}\right] \times\\ &\times [\ln (\sqrt{\xi + i\eta} - b)(\sqrt{\xi + i\eta} + 1)\ln (\sqrt{\xi + i\eta} + b)(\sqrt{\xi + i\eta} - 1)].\\ \text{Деформации визуализируют вертикальную стенку} \end{aligned}$

Особый интерес представляет визуализация вертикальной ступеньки в подложке высотой h при конечной толщине слоя НЖК H. Ступенька, рассматриваемая через слой обычной жидкости, видна как одна линия, параллельная оси *ог.* Локальные деформации НЖК позволяют увидеть вертикальную стенку – ее изображение как бы разворачивается по мере удаления от нижней подложки, постепенно расширяясь. Эти уникальные возможности анализа дефектов микрорельефа поверхности могут быть обеспечены только с использованием НЖК.

Проведен анализ локальный деформаций и для других характерных дефектов микрорельефа поверхности: синусоидальным и пилообразным рельефом подложки, цилиндрическим и клиновидным каналами, заполненными НЖК, включениями в слой НЖК [5-8, 47].

Контроль дефектов микрорельефа является одной из важных задач технологии оптического производства. ПОМ с ЖК ПВМС позволяет визуализировать дефекты микрорельефа (царапины, микротрещины, лясины, выколки, посторонние включения и др.), не видимые в оптический микроскоп без слоя НЖК. При этом НЖК не искажает состояния поверхности. Это подтверждено изучением поверхности стекла марки К8 после воздействия на нее слоя МББА в течение нескольких недель теневым методом с использованием светящейся точки площадью 0,2 мм². Интерференционные измерения, проведенные с точностью до 0,002 λ , показали, что рельеф и состояние поверхности не изменилось.

Экспериментальные исследования проводились схеме, ПО дефектов приведенной рис.8а. Возможность визуализации на микрорельефа позволяет установить связь между условиями обработки поверхности и ее качеством. Три группы образцов боросиликатных стекол марки К8 диаметром 25,4 мм и толщиной 5 мм полировались различными по размеру полировочными порошками оксида церия. Первая группа полировалась частицами со средним диаметром 0,2 мкм, вторая – 0,1 мкм, а третью обрабатывали, как и вторую, но длительность обработки была на 3 часа больше. Результаты, приведенные на рис. 10а, б, в, выявляют зависимость между режимами обработки и размерами микроцарапин [109].





Рис.10. Характерный вид микроцарапин, выявленных методом НЖК при полировке поверхности стекла различными по размеру порошками оксида церия: a – доминирующие вертикальные царапины, полученные при использовании частиц 0,2 мкм, δ – круговые царапины от частиц 0,1 мкм, e – царапины от частиц 0,1 мкм, но время полировки было на 3 часа больше. МББА, $t = 18^{\circ}$ С [109].

С уменьшением размера частиц полировального порошка с 0,2 до 0,1 мкм соответственно уменьшаются размеры микроцарапин. Микроцарапины, изображения которых приведены на рис. 10а, для

46

сравнения исследовали механическим профилометром фирмы Талистеп и оптическим профилометром фирмы Зуко. Оба независимых метода дали хорошие совпадения с результатами, полученными методом НЖК. Максимальная ширина микроцарапин составляла 1,0-4,0 мкм при глубине 10-20 Å. Метод НЖК существенно проще и дешевле, чем использование упомянутых профилометров. Было произведено сравнение возможностей микроскопа Номарского и метода НЖК. При изучении калибровочной микротрещины шириной 1 мкм было установлено, что микроскоп Номарского позволяет наблюдать только такую царапину в стекле, в то метод НЖК визуализирует более сложную время как картину, отражающую дополнительно микродефекты на сверхтонкой пленке, покрывающую поверхность стекла. Кроме того, метод НЖК визуализирует дефекты микрорельефа с большим контрастом.

Было замечено, что различные по направлению царапины вызывают аналогичные направления ориентации молекул НЖК. При плавном вращении анализатора ПОМ относительно поляризатора осуществляется селекция в наблюдаемых направлениях дефектов, совпадающих с плоскостью поляризации. Это позволяет оптимизировать контраст интересующих наблюдателя дефектов.

Метод люминесцентной дефектоскопии основан на использовании в качестве регистрирующей среды люминесцентного раствора, заполняющего на исследуемой поверхности микротрещины. После удаления люминесцентного раствора с поверхности под действием УФ излучения с помощью оптического микроскопа можно выявлять трещины за счет люминесценции попавших в них частиц раствора. Однако этот метод малопроизводителен, выявляет только ограниченный класс дефектов и проигрывает методу НЖК по информативности.

Достоинством метода НЖК является возможность изучения не только плоских поверхностей, но и профилей сложной конфигурации. Текучесть НЖК позволяет контролировать неплоские поверхности, полости труднодоступных стволов, каналов, щелей, поверхности регулярно-дискретных микроструктур: микроканальных пластин. волоконно-оптических элементов, дифракционных решеток. На практике высокие требования к качеству внутренних поверхностей предъявляют к микроканальным пластинам (МКП), используемым в приборах ночного Серия экспериментов по изучению качества видения. внутренних поверхностей микроканалов, отдельных склеенных один слой В параллельно друг другу, описана в работе [41]. Внутренний диаметр образцов составлял 20 мкм, длина – 15 мм (рис.11). Эвтектическая смесь нематиков МББА и ЭББА заполняла микроканалы под действием капиллярных сил и самопроизвольно однородно ориентировалась под влиянием стенок. В местах локальных дефектов микрорельефа в ПОМ наблюдались зоны локальных ориентационных деформаций НЖК. За счет

упругих свойств НЖК размеры визуализированных зон деформаций почти на порядок превышали истинные размеры дефектов.



Рис.11. Локальные ориентационные деформации НЖК в зоне дефектов микрорельефа внутренних поверхностей микроканалов. При несквозном дефекте (1) в стенке наблюдается одна зона деформаций в одном канале; при сквозном дефекте (2) наблюдаются две зоны деформации в соседних микроканалах.

Характер деформаций слоя позволял осуществлять селекцию сквозных дефектов, вскрывающих стенку до соседнего канала, от несквозных дефектов.

Эти эксперименты имели научный интерес, но были далеки от практических нужд, поскольку наблюдать за состоянием внутренних поверхностей МКП со стороны стенок невозможно из-за их непрозрачности. Тогда было предложено осуществлять контроль со стороны их торцов [43].

Объектом исследования были изготовленные ИЗ свинцовосодержащего стекла МКП диаметром 30 мм, толщиной 0,5 мм и диаметром каналов 9,5 мкм. Микроканалы заполняли НЖК на всю их длину и наблюдали в ПОМ за распределением интенсивности излучения в сечении микроканала. Если внутренняя поверхность имеет локальные нарушения микрорельефа, посторонние включения, изменения структурной однородности или загрязнения, то вблизи них слой НЖК деформируется, что изменяет наблюдаемое распределение интенсивности *I(x, y)* в сечении микроканалов. Фотометрирование распределений интенсивности излучения, проходящего через дефектные и бездефектные микроканалы, существенные различия. Сравнение показало ИХ распределений интенсивности для нескольких тысяч реальных микроканалов выполнялось с помощью ЭВМ ИБАС (Германия), что занимало около 3 мин.

позволял Описанный метод уверенно отличать дефектные микроканалы от бездефектных, но не давал информацию о характере самих предложено проводить дефектов. Поэтому было наблюдения 38 интенсивностью излучения, проходящим через МКП, при температуре вблизи фазового перехода НЖК-изотропная жидкость (ИЖ) при медленном нагревании образцов. Анализ показал, что в дефектных микроканалах переход в ИЖ происходит при повышенной температуре. Исследования установили, что сдвиг температуры фазового перехода НЖК-ИЖ (ΔT) зависит от размеров ориентационных неоднородностей в зоне дефекта.

При допущении, что дефект на внутренней поверхности представляет собой выколку в виде сферы радиуса r, ΔT в зоне дефекта можно описать уравнением Клайперона-Томпсона:

$$\Delta T = \frac{2T_1 \gamma}{q \rho r},\tag{63}$$

где T_1 – температура фазового перехода НЖК-ИЖ, γ – межфазная энергия на границе НЖК-твердое тело; по нашим измерениям $\gamma = 35$ мДж / м²; для подложки $\gamma = 16$ мДж / м²; $\rho = 10^3$ кг / м³ – плотность НЖК; $q = 2,14 \ 10^3$ Дж/кг – скрытая энергия фазового перехода НЖК-ИЖ [43].

Из уравнения (63) видно, что по величине ΔT можно оценить размеры дефектов на внутренней поверхности микроканалов. Расчетная зависимость $\Delta T = f(r)$ и эксперименты по измерению ΔT в микроканалах с диаметром 1, 2 и 5 мкм показали хорошее совпадение. Кроме того, многократно воспроизводимые наблюдения за дефектными каналами, заполненными НЖК, показали, что при $\Delta T = 30^{\circ}$ С НЖК во всех каналах переходит в ИЖ. Это позволяет оценить минимальный дефект микрорельефа как r = 0,2 мкм [43]. НЖК после операции контроля удаляют из микроканалов с помощью растворителей.

В ряде случаев ориентационные деформации в НЖК возникают при одновременном воздействии дефектов микрорельефа и других полей. В этом случае для выявления собственно дефектов микрорельефа рекомендуется использовать коноскопический микроскоп, описанный в разделе 1.5.

4.2. Изучение структурных дефектов в материалах

Теория полей локальных деформаций слоя НЖК была использована для анализа его ориентации в окрестности структурных дефектов (рис.12).



Рис.12. Обособленный ориентационный дефект с наклоном молекул фо.

Экспериментальные исследования проводились по схеме, приведенной на рис. 8б. Суть метода состоит в нанесении тонкого слоя НЖК (порядка 1 мкм) на изучаемую поверхность и его наблюдении с помощью ПОМ на ЖК ПВМС на просвет или отражение.

Ориентация молекул НЖК в окрестности структурного дефекта описывается уравнением (64).

$$\pi \frac{\varphi(x,y) - \varphi_a}{\varphi_d - \varphi_a} = \operatorname{arctg} \frac{sh(D - X)ctg \frac{Y}{2}}{ch(D - X) + 1} + \operatorname{arctg} \frac{Sh(D + X)ctg \frac{Y}{2}}{ch(D - X) + 1};$$
(64)
$$X = \frac{\pi x}{H}, \qquad Y = \frac{\pi y}{H}, \qquad D = \frac{\pi d}{H}.$$

В толстом слое ($H \ge d$) границы становятся неразличимы. Однако в тонких слоях НЖК открывается уникальная возможность непосредственной визуализации структурных неоднородностей поверхности. Если для выявления объемных дефектов материалов разработаны различные методы интроскопии, включая эффективные рентгеновские методы, то изучение свойств поверхности осуществляется методами микроскопии различных модификаций и сложными в расшифровке методами эллипсометрии. Недаром говорят, что если Бог изобрел материалы, то дьявол – поверхности.

Физическая однородность является одной из важнейших характеристик поверхности, часто отражающей объемные свойства материала и определяющей возможности его использования. В изучении структурных поверхности материалов НЖК выступает как свойств уникальная позволяющая регистрирующая среда, визуализировать двумерное распределение неоднородных полей межмолекулярного взаимодействия подложки и НЖК. В терминах понятий поверхностного натяжения НЖК позволяющей визуализировать является средой. неоднородные поверхностного натяжения. Поскольку распределения сил любой локальные дефект поверхности сопровождается локальным изменением сил поверхностного натяжения, то метод НЖК может быть использован универсальный метод дефектоскопии для изучения как лефектов различной природы в материалах различного назначения.

В разделе будут рассмотрены возможности использования ПОМ с ЖК ПВМС для изучения свойств поверхности кристаллов, минералов, стекол, металлов, твердых компонентов жидких растворов, а также поверхностей биологических объектов.

4.2.1. Исследование свойств поверхностей твердых кристаллов

Выявление типа симметрии на плоскости твердых кристаллов

При нанесении слоя НЖК на свежий скол монокристалла он разбивается на зоны с одинаковой ориентацией директора. В начале прошлого века этот вопрос изучался в работах Ч. Могена (1913 г.), Ф. Гранжана (1916 г.), П. Гоберта (1938 г) и Х. Цохера (1948 г.) [102]. Основное внимание в экспериментах уделялось изучению поведения ЖК на поверхности, чем изучению свойств самих поверхностей. Однако было показано, что легкое направление ориентации связано со свойствами симметрии твердого кристалла. Поведение капли нематика (МББА, 5ЦБ, смеси толанов) на поверхности монокристаллов с разной симметрией изучено в работе [105, 106]. На сколе кристалла NaCl, имеющем симметрию 4 m, центр капли разделен на 4 одинаковые сегмента, что подтверждает указанный тип симметрии. На рис.13 показана выявленная связь между плоскостями симметрии и направлением легкой ориентации молекул нематика H8 (эвтектическая смесь МББА и ЭББА).



Рис.13. Связь между плоскостями симметрии и направлением легкой ориентации молекул нематика H8 на сколах твердого кристалла KCL (вверху слева) и поверхности квасца (вверху справа). Увеличение 50х. В нижнем ряду показано, что посторонние включения в квасцах искажают его симметрию. Увеличение 100х.

В узлах симметрии обнаружены области локальных искажений в ориентации НЖК, вызванные локальным *Е*-полем, создаваемым некомпенсированными зарядами. Описанный метод является прямым методом выявления типа симметрии в монокристаллах и может быть использован помимо научных исследований в образовательном процессе.

Выявление границ двойников в твердых кристаллах

В оптическом приборостроении для изготовления поляризационных элементов используется исландский шпат, к структурной однородности которого предъявляют высокие требования. Использование материала с оптическими неоднородностями для этой цели недопустимо. Для контроля его однородности применяют теневые, коллиматорные, поляризационные и интерференционные методы. Однако такие структурные дефекты, как двойниковые границы, методами выявляются не всегда. ЭТИМИ Двойниковые границы можно выявить травлением поверхностей в кислотах, однако это приводит к разрушению полированных поверхностей. предложено выявлять такие неоднородности без нарушения Нами поверхности ПОМ с ЖК ПВМС [85].

На рис.14 видна граница двойников в образце исландского шпата, визуализированная новым ПОМ. Достоверность выявления этой границы была подтверждена травлением: протравленная линия границы совпала с линией, выявленной методом НЖК. Области двойников характеризуются различной самопроизвольной ориентацией НЖК на их поверхностях, легко различимой визуально. Кроме того, метод выявляет тонкие детали вростков, не обнаруживаемые травлением (рис.15).





Рис.14. Граница двойников в исландском шпате, визуализированная НЖК. МББА, 50х.

Рис.15. Визуализация двойниковых вростков в исландском шпате методом НЖК. МББА, 250х.

В случае, когда структурные свойства двойников различаются мало, визуализируемая граница наблюдается с малым контрастом (рис.16а). Метод НЖК повышает контраст в изображении границы двойников, если использовать фазовый переход нематика в изотропную жидкость [110]. Вследствие известной анизотропии свойств исландского шпата энергия сцепления НЖК с поверхностью по обе стороны двойниковой границы разная. Тогда при медленном нагревании (или охлаждении) образца до изотропной фазы в первую очередь произойдет фазовый переход в области с меньшей энергией сцепления (рис.16б), а при дальнейшем нагревании – в области с большей энергией сцепления. Разница в температуре фазового перехода НЖК при контакте с поверхностью двойников составила примерно 0,5°С. Это означает, что фазовый переход можно эффективно использовать для визуализации двойниковой границы с максимальным оптическим контрастом. Метод позволяет регистрировать разницу в энергии сцепления НЖК с подложкой менее чем в 1.10⁻³ эрг/см².



Рис.16. Изображение границы двойников в исландском шпате, получаемое методом НЖК при комнатной температуре, может иметь невысокий оптический контраст (*a*). Контраст в изображении двойниковой границы увеличивается при нагревании НЖК до температуры фазового перехода в изотропную жидкость (δ). МББА:ЭББА. t_a =20°С. t_{δ} =53,4°С. 50х.

На рис.17 показано изображение двойников в пьезокристаллическом резонаторе на основе оптического кварца АТ-среза, используемом для дальней космической связи на частотах несколько мГц. Резонаторы представляют собой пластины с мембраной, получаемые утонением ее центральной части. Толщина мембраны определяется требуемой частотой колебаний и составляет единицы микрометров, в то время как периферийная часть имеет достаточную толщину и прочность.



Рис.17. Двойниковые образования в кристаллических кварцевых элементах: слева – полный сформировавшийся двойник: справа – неполный двойник (внизу штрихом обозначен контур, выявленный НЖК). 2х. МББА:ЭББА.

К существенным изменениям резонансных частот приводит двойникование кварца, которое может возникать в процессе ионного травления при утонении мембраны вследствие тепловых и механических воздействий. Для выявления такого рода неоднородностей используют химические методы травления во фторсодержащих соединениях и рентгеновские методы. Травление является разрушающим методом, выявляющим только крупные неоднородности (рис. 18). Рентгеновские методы более чувствительны, однако они трудоемки и требуют наличия специального оборудования. Применение метода НЖК позволило заменить разрушающий метод контроля неразрушающим [32].



Рис.18. Двойниковая граница в кварцевом пьезорезонаторе, визуализированная методом травления в бифториде аммония (извилистая линия), и методом НЖК (темная зона). МВВА:ЭББА, *t*=20°C. 25х.

Извилистая линия, изображающая границу двойников (рис.18), получена методом травления. Темная зона выявляет границу двойников методом НЖК, являющимся неразрушающим методом. Сравнение методов показывает, что преимуществом обладает неразрушающий метод, основанный на применении НЖК, дающий и более высокую точность в выявлении двойниковой границы. Это объясняется тем, что травление осуществляется по линии наименьшей механической прочности материала, в то время как слой НЖК выявляет границу двойников по объективному кристаллографическому критерию, определяемому различием в величине поверхностного натяжения материала по обе стороны границы. Таким образом, для точной локализации структурных дефектов на изучаемой поверхности рекомендуется использовать метод НЖК.

Выявление структурных блоков в твердых слюдах (мусковит)

На рис.19 показаны структурные неоднородности в слюдах {KAl₂[AlSi₃O₁₀](OH,F)₂}. ПОМ с ЖК ПВМС предположительно визуализировал алюмо-кислородные слои и слои катионов. Метод дает возможность выборки образцов с повышенной однородностью, не содержащих внутренние пустоты, и может использоваться как контроль качества изоляционных свойств слоев слюды для электротехнических изделий.



Рис.19. Структурные неоднородности в слюдах (мусковит), выявленные методом НЖК. МББА, $t = 20^{\circ}$ С. 100х.

Визуализация структурных дефектов в лазерных кристаллах

При выращивании кристаллов для лазерных применений требуется обеспечение их высоких нелинейно-оптических характеристик, зависящих от структурной однородности образцов. Высокие требования предъявляются к однородности кристаллов для внутрирезонаторной генерации второй гармоники (ГВГ) лазеров, работающих в непрерывном режиме. Структурные дефекты снижают эффективность преобразования частоты. Проблема состояла в том, что процесс ГВГ происходит во всем объеме кристалла, а НЖК выявляет структурные дефекты поверхности.

Объектами были кристаллы KTiOPO₄ (KTP), исследования нелинейно-оптическими обладающие высокими характеристиками. естественные грани (100),(201)поверхности, Исследовались И перпендикулярные направлению синхронизма для ГВГ на длине волны 1,06 мкм. В образцах, дающих некачественную картину ГВГ, методом НЖК были обнаружены структурные неоднородности (рис.19а).



Рис.19а. Структурные дефекты в кристалле КТР, 100х. Их расположение было сопоставлено с теневыми картинами дефектов удвоения частоты излучения по пространственному распределению второй гармоники по сечению кристалла, что показало их удовлетворительное совпадение. Причем метод НЖК выявляет структурные дефекты с более высоким пространственным разрешением, чем метод ГВГ. Эффективность метода была подтверждена экспериментами с серией кристаллов КТР. Это позволяет рекомендовать метод НЖК для простого прогнозирования свойств и выбора бездефектного материала на ранней стадии его обработки [25].

Визуализация гетерофазных структур в стеклообразных материалах

Для задач оптической записи, хранения и обработки материалов разработаны светочувствительные неорганические материалы – ситаллы и мультихромные стекла. Их регистрирующие свойства основаны на необратимых гетерофазных превращениях (возникновении кристаллической фазы в стеклообразной матрице), происходящих в результате одновременного воздействия излучения и теплового поля. Под действием УФ излучения и последующей термообработки происходит катализированная кристаллизация – рост микрокристаллов Li₂OSiO₂ в фотоситаллах и NaF(NaAg)Br в мультихромных стеклах. В облученной зоне в результате фазового разделения изменяются плотность, показатель преломления, объем, механические и диэлектрические свойства. Эффекты изменения показателя поглощения, преломления и объема используются для записи информации, голограмм и создания элементов микрооптики. Для изучения процессов кристаллизации и визуализации превращений кристаллической и стеклообразных фаз в стеклах использовался метод НЖК.

Объектом исследования служило натриевоцинковосиликатное мультихромное стекло, сенсибилизированное ионами серебра и церия. Изготовленные из него полированные пластины подвергали воздействию УФ излучения импульсного азотного лазера ЛГИ (λ=347 нм, средняя мощность 10 мВт при частоте следования импульсов 100 Гц, диаметр пятна облучения 3 мм, экспозиция 3 Дж/см²). Для записи голограммы использовали дифракционную решетку с частотой 100 мм⁻¹, прозрачную в УФ области спектра. Оригинал накладывали на образец мультихромного стекла и производили экспонирование. Облученные образцы подвергали обработке в течение 1,5 часов при температуре 520°С. Такой режим приводил в зоне облучения к восстановлению ионов серебра и росту кристаллической фазы. С увеличением дозы УФ излучения уменьшаются размеры микрокристаллов и увеличивается их концентрация.

На рис.20 показаны изображения распределения интенсивности излучения по сечению лазерного пучка, облученного участка образца этим пучком и увеличенная фотография фрагмента этого участка с картиной, визуализированной методом НЖК. На границе облученной и необлученной областей выявлены крупные структурные неоднородности,

отождествляемые с кристаллическими образованиями. Справа от границы отсутствуют. Слева по мере смещения монокристаллы к центру наблюдаются облученной зоны увеличение концентрации кристаллической фазы и уменьшение размеров монокристаллов. Такое распределение согласуется с распределением интенсивности излучения в лазерном пучке и, таким образом, с дозой облучения. Обращает на себя внимание регулярная пространственная модуляция монокристаллов в облученной зоне: периоды записываемой одномерной голограммы и дифракционной решетки, наблюдаемой на фотографии, совпадают. Это иллюстрирует возможность метода НЖК наблюдать за генезисом кристаллической фазы и ее пространственным распределением [15].



Рис. 20. Схема распределения интенсивности излучения в сечении лазерного пучка (*a*), в облученной части образца с выделенным фрагментом (*б*) и фотография фрагмента этого участка. 1300х (*в*). МББА:ЭББА.

Визуализация дефектов на поверхности кремния

Полупроводниковые элементы на основе кремния изготовляются как многослойными. Наряду с собственными правило объемными несовершенствами кристаллов кремния, дефекты И примеси, образующиеся при обработке поверхности, также ухудшают однородность материала. В этой связи возникает необходимость контроля качества поверхностей полупроводников. Метод НЖК, обладающий высокой

разрешающей способностью, выявляет точечные дефекты на подложках кремния и германия (рис.21).



Рис.21. Дефекты кристаллической решетки и скопления дислокаций, выявленные методом НЖК на подложке кремния. 500х. МББА:ЭББА [89].

Другим объектом исследования были пленки α-Si:H, наносимые на подложки Si *p*-типа методом магнетронного распыления. Результаты изучения их поверхности методом НЖК приведены на рис.22 и показывают возможность выявлять структурные неоднородности, вызванные собственными дефектами подложки. Так, аналогичные дефекты оказались выявлены на противоположной стороне подложки, не содержащей пленки α-Si:H. Этот факт демонстрирует влияние морфологии подложки на структурную неоднородность пленок α-Si:H.



Рис.22. Структурные дефекты, выявленные на поверхности α-Si:H

Аналогичный эффект влияния структуры подложки на пленку α-Si:H показан на рис.23. Конфигурация Cr – электрода, напыленного на стеклянную подложку, наблюдается сквозь слой пленки α-Si:H [89].

Среди различных применений кремниевых материалов актуально создание светоизлучающих структур. Один из подходов связан с формированием соединений кремния с переходными материалами (Fe, Ru). Так были синтезированы фазы β-FeSi₂ и Ru₂Si₃. Методом НЖК были выявлены скопления дислокаций на поверхности кремниевых подложек и установлена связь между технологией их изготовления и плотностью распределения скопления дислокаций (рис.24) [26]. Полученные

результаты подтвердили возможность выявления дислокаций в монокристаллах [28].



Рис.23. Слева: визуализация Cr – электрода на стеклянной подложке, наблюдаемого сквозь слой α-Si:H. Справа: геометрия эксперимента.





Рис.24. Визуализация областей скопления дислокаций в слое кремния α -Si/Fe до отжига (слева) и после отжига при температуре 800°C в течение 2 ч (справа). МББА:ЭББА. 200х. t = 20°C.

Этим продемонстрирована возможность прямого наблюдения дефектов на поверхности кремния и его соединений, что можно использовать для контроля качества полупроводниковых материалов. Полученные результаты были подтверждены независимыми исследованиями с использованием структур МДП-ЖК [19].

Изучение неоднородности проводимости полимерных структур

Практический интерес представляют материалы, электронной структурой которых можно управлять. Одним из таких материалов является полианилин (ПА). Проводимость ПА зависит от степени окисления и микроструктуры. На рис.25 показана возможность выявления связи изменения структуры ПА с изменением его проводимости. Полностью восстановленный материал имеет структуру лейкоэмеральдина, обладающую низкой проводимостью (I). Его структура, визуализированная с помощью нового ПОМ, приведена на рис.25, слева. После окисления полианилина возникает структура пернигранилина (III), обладающего высокой проводимостью (рис.25, справа). Наибольший интерес вызывает структура эмеральдина (II), имеющего промежуточную

величину проводимости, природа которой до конца не выяснена (рис.25, в середине) [49].





Рис.25. Различные структуры полианилина, выявленные с помощью нового ПОМ: лейкоэмеральдин, обладающий низкой проводимостью (слева), пернигранилин, обладающий высокой проводимостью (справа), эмеральдин с промежуточной величиной проводимости (в середине).

Априори считают, что при различной степени окисления все компоненты материала распределены в объеме слоя равномерно. Однако ряд наблюдений указывает на то, что при промежуточных степенях окисления возникает неоднородное распределение окисленных и не окисленных фрагментов в полимерной цепи эмеральдина. Эти фрагменты ответственны за структурную неоднородность ПА на молекулярном уровне и оказывают заметное влияние на электрические, оптические, магнитные и другие свойства.

Согласно литературным данным, в ПА наблюдается наноструктурные редокс-неоднородности, которые на различных уровнях структурной организации ПА образуют своеобразную иерархию от молекулярного до микроскопического уровня. Для их изучения был использован новый ПОМ, выявивший наглядную картину структуры эмеральдина, содержащего одновременно восстановленные и окисленные фрагменты полимерной цепи, т.е. промежуточную стадию окисления. По сравнению с обычными микроскопическими методами НЖК выявляет области с меньшим различием в степени окисления за счет увеличения оптического контраста. Ценная информация содержится в изображениях с малыми цветовыми различиями, которые теряются при их черно-белом воспроизведении.

Полученные результаты можно использовать при изучении многослойных структур с электролюминесцентными, фотовольтаическими и электрохромными эффектами.

4.3. Изучение структуры осадка растворов

Изучение свойств растворов является актуальной задачей в медицине, биологии, системах безопасности, парфюмерии, пищевой промышленности и других областях. Часто основные свойства растворов определяются структурой их осадка (твердых компонентов), структурная однородность которых характеризует качество растворов. Контроль их качества является сложной задачей, обычно связанной с объективной диагностикой запахов и вкуса. С некоторыми оговорками можно предложить два подхода к ее решению.

С точки зрения человеческого восприятия – это проблема индивидуальная (субъективная), относящаяся к областям психологии и физиологии. Субъективное восприятие имеет ряд ограничений, связанных с человеческим фактором, например, со здоровьем, и внешними условиями – температурой, влажностью и др. К тому же человеческие рецепторы не всегда чувствительны к таким опасным воздействиям, как яд, газ и пр.

С позиций материаловедения – это проблема визуализации структуры источников вкуса и запаха. Объективные методы их распознавания развиваются по пути использования электронных устройств искусственного носа и языка [118]. Однако все эти методы остаются слепыми, не позволяя визуализировать структуры раздражителей.

Следует признать, что не существует строгой корреляции между этими подходами, поскольку объективное физическое описание объекта не совпадает с его субъективным восприятием человеком. Однако на практике имеется возможность с некоторым приближением сравнить характеристики структуры и ее свойства. Подобная проблема возникает, например, при физическом описании восприятия цветов человеком. Методы детектирования запаха и вкуса существенно отстают от методов детектирования света и звука.

Объективный контроль запахов и вкусовых ощущений на первый взгляд представляется неразрешимым, если изучать объекты в жидкой или газообразной фазе. Задача существенно упрощается, если объекты находятся в твердой фазе.

Твердые компоненты осадка растворов явились новым классом объектов, исследуемых методом НЖК с последующей оптической

обработкой изображений для их распознавания. Дозированные капли раствора наносились на пробные стекла ПОМ с помощью прибора Affymetrix GMS 417 Arrayer (Genetic MicroSystems) или вручную беличьей кисточкой при температуре 20°С и влажности 60%. Слой НЖК наносился на осадок раствора после его испарения в эксикаторе или на свежем воздухе при обеспечении защиты от пыли. При этом летучие компоненты растворов исчезают, что может ограничить применение метода.

Детектирование структуры компонентов парфюмерных материалов

Объектами исследования служили образцы туалетной воды и духов. Результаты выявления их структур показаны на рис.26 и 27. Структуры содержат специфические ароматические включения, изображения которых настолько различны, что легко идентифицируются визуально (рис.26).





Рис.26. Структуры твердых компонентов выпаренного осадка туалетной воды, визуализированные смесью нематиков МББА:ЭВВА. $32x. t = 20^{\circ}C.$

Структуры твердых компонентов осадка лаванды и духов показаны на рис. 27.

В специальных случаях для распознавания изображений структур можно использовать разработанные методы оптической обработки изображений. Таким путем можно осуществлять контроль качества изделий и выявлять фальсифицированные продукты.

Предложена новая объективная методика проверки устойчивости духов, основанная на времени перехода нанесенного НЖК в изотропное состояние. Она иллюстрируется примером, приведенным на рис.28.

Было замечено, что при нанесении дозированной капли НЖК на осадок духов, НЖК переходит в изотропное состояние. Переход вызывается облаком молекул духов, разрывающим связи молекул НЖК в мезофазе. Кинетика перехода показана в верхнем ряду рис.28.



Рис.27. Структуры твердых компонентов осадка лаванды и ряда духов. МББА:ЭВВА. 25х. $t = 20^{\circ}$ С.

После полного испарения молекул духов происходит обратный переход из изотропной фазы в нематическую (рис.28, нижний ряд).



Рис.28. Переход капли НЖК, нанесенной на осадок духов после их испарения, в изотропное состояние (верхний ряд, t перехода – 22 мин). После полного испарения духов наблюдается обратный переход в нематическую фазу (нижний ряд, t=36 мин). Духи Валентина. МВВА:ЕВВА; 25х. $t = 20^{\circ}$ С.

Было установлено, что длительность нахождения НЖК в изотропном состоянии зависит от типа НЖК, размера капли и температуры. Это свойство можно использовать как новый объективный критерий для оценки устойчивости духов, если стандартизировать условия проведения измерений.

Детектирование структуры осадка компонентов чая

Контроль качества чая весьма важен. Каждый третий человек в мире выпивает чашку чая, по крайней мере, раз в день. Качество чая зависит от

его вкуса и аромата, хотя результат определяется индивидуальным пристрастием. В наше время контроль качества проводится дегустатором. Субъективное восприятие качества чая можно заменить объективным контролем. Применение ПОМ с ЖК ПВМС позволяет получить изображения структуры осадка различных сортов чая. Такой подход не рассматривается альтернативным к дегустационному. Напротив, полученные изображения структур позволяют сопоставить дегустатору субъективные впечатления с результатами объективного анализа.

Объектами исследования были выпаренные структуры осадка различных чаев, в том числе элитных сортов, привезенных из специализированных магазинов Индии: Lipton, Lloyd & Gerson, Pr. Java, Pr. Noori, Sir Kent, Sun Cha и др. (рис.29).



Sir. Kent

pr. Java

Noori

pr.



Lloyd & Gerson Lloyd & Gerson Lloyd & Gerson 250x Рис.29. Структуры осадка различных сортов чая, визуализированные методом НЖК. МББА:ЭББА. $t = 20^{\circ}$ С.

Применение НЖК дает новую информацию о выпаренных структурах осадка чая. Различные сорта отличаются структурой, в то время как различные образцы чая одного сорта имеют одинаковые структуры, легко идентифицируемые визуально. Изученные структуры отличались по цвету. Большинство чаев после высушивания формировали тонкие твердые пленки. Границы пленки имели небольшие отличия от центральной зоны и зависели от качества чая. Дорогие сорта чая имели в осадке меньше посторонних включений [119].

Предварительные исследования сортов кофе марки Арабик показали, что структуры существенно зависят от тонкости помола зерен (рис.30)



Рис.30. Структуры осадка кофе Арабик разного помола. МББА:ЭББА. 250х.

Детектирование структуры осадка вин

Объектами исследования были распространенные сорта французских вин: Каберне, Мерло, Пино и др. Структуры их выпаренного осадка были проанализированы по описанному выше методу и представлены при увеличении 100х на рис.31.



Каберне Совиньон



Мерло



Пино, Франция



Рис.31. Структуры осадка вин, визуализированные смесью МББА:ЭББА. *t*=20°С.

Метод НЖК также не является альтернативным к дегустационному. Напротив, полученные изображения структур осадка позволяют сопоставить дегустатору субъективные впечатления с результатами объективного анализа. [67].

Применение метода НЖК к изучению структур твердых компонентов в осадке растворов позволяет получить о них уникальную которую Это информацию, не дают другие методы. открывает возможности для выявления содержащихся в растворах опасных или вредных компонентов, таких как наркотики, яды и взрывчатые вещества. Для этого методы, описанные в экспериментах, необходимо развить до стандартизированных методик, что требует решения ряда методических задач (обеспечение дозирования и выбора оптимальных материалов, идентичность условий при выполнении контроля, учет влияния летучих компонентов). Одним из путей является комбинирование метода НЖК и методов анализа газов.

4.4. Изучение структуры биологических объектов

Одна из первых работ по ЖК была посвящена изучению связи их структур со структурами биологических объектов [66]. В данном разделе основное внимание уделяется возможности использовать ПОМ с ЖК ПВМС как эффективному инструменту в биофотонике для выявления патологий в сложных биологических объектах. Ниже приводятся примеры использования метода при изучении структуры тканей кожи человека, детектировании злокачественных новообразований, идентификации вирусов гриппа и выявления патологий в эритроцитах крови.

4.4.1. Изучение структурных неоднородностей в гистологических срезах тканей человека

Объектами исследования были образцы срезов кожи человека с воспалением дерме реактивным хроническим В И утолщением покрывающего ее эпидермиса. Для микроскопических исследований срезы тканей уплотняют либо путем замораживания на микротоме, либо заливкой в парафиновые блоки. После этого срезы окрашиваются органическими красителями для возможности различения ядер клеток, их цитоплазмы и другие тканевые компоненты. Декорирование парафиновых срезов тканей слоем НЖК оказалось не эффективно, поскольку НЖК декорируют не столько ткань, сколько находящейся в ней парафин. Поэтому изучались срезы фиксированной в формалине и замороженной ткани, помещенной на предметное стекло и не покрытое покровным стеклом. Срезы окрашивались гематоксилином, придающим фиолетовый цвет ядрам клеток, и эозином, придающим розовый цвет цитоплазме и межклеточному веществу [112].

Результаты исследований представлены на рис.32. Традиционная методика дает изображение структуры ткани с различимыми клетками эпидермиса, одинаково воспринимающими окраску, т.е. обладающими однотипными свойствами. При декорировании того же препарата слоем НЖК выявляются новые свойства клеток эпидермиса. В поверхностных слоях они имели иной вид, чем в базальных. Эта картина неизменно воспроизводится при многократном смывании НЖК растворителем (спирт,

ацетон) и последующем повторном нанесении НЖК. Эпидермис в норме обладает слоистостью, причем базальный слой является ростковым. В нем расположены наиболее молодые клетки, а в приповерхностном – наиболее зрелые, куда клетки перемещаются по мере их созревания. При созревании клеток в их цитоплазме происходит накопление белка кератина. При завершении жизненного цикла поверхностные клетки превращаются в роговые чешуйки, состоящие из кератина и его производных. НЖК выявили в них различное содержание кератина. В этом случае можно говорить об утолщении эпидермиса при хроническом воспалении кожи за счет базального росткового слоя.



Рис.32. Микрофотографии срезов кожи человека, полученные с использованием обычного оптического микроскопа (слева) и с помощью ПОМ с ЖК ПВМС (справа). 300х. МББА:ЭББА. $t = 20^{\circ}$ С [44].

Вместе с тем видно, что соотношения зрелого и незрелого слоев клеток эпидермиса на разных участках отличается. Эти различия не видны в оптический микроскоп в обычном микропрепарате. Этим показано, что метод НЖК позволяет получать новую дополнительную информацию о структуре биологических тканей в норме и при патологии [44].

4.4.2. Применение НЖК для объективной диагностики злокачественных опухолей

Традиционные методы онкологической диагностики гистологических срезов ткани человека основаны на оценке комплекса микроскопических изменений ткани. Совокупная оценка признаков долей достоверности поставить позволяет с известной диагноз с использованием окрашивания тканей дихроичными красителями (рис.33). рассматриваемых случаев Олнако оценка каждого ИЗ остается субъективной, так как целиком зависит от опыта патоморфолога. Мнения различных врачей об одном и том же случае бывают неодинаковыми, а цена диагностической ошибки может равняться цене человеческой жизни. Поскольку диагноз основан на субъективной интуиции врача, а не объективном критерии, то для большей достоверности приходиться обращаться к дорогостоящим методам: электронной микроскопии, иммуногистохимии и др. Поэтому разработка дешевого и экспрессного метода с использованием НЖК для объективной диагностики злокачественных новообразований явилась актуальной задачей.



Рис. 33. Традиционная диагностика злокачественных новообразований в тканях осуществляется по субъективному анализу окрашивания среза. Гематоксилин придает фиолетовый цвет ядрам клеток, а эозин – розовый цвет цитоплазме и межклеточному веществу.

Использование ПОМ с ЖК ПВМС показало, что молекулы определенных классов НЖК, например МББА, ориентируются гомеотропно на поверхности срезов злокачественных опухолей, в то время как на поверхности срезов здоровых тканей имеют планарную или наклонную ориентацию [45, 46]. При наблюдении в поляризационный микроскоп области срезов со злокачественными опухолями выглядят темными, а здоровые ткани – светлыми или окрашенными в различные цвета (рис. 34).



Рис. 34: а) – фотография границы рака прямой кишки - аденокарциномы (слева) и окружающей здоровой ткани (справа), выявленной НЖК; б) – модель ориентации молекул НЖК на злокачественной и здоровой ткани.

Если $\gamma_{LC} > \gamma_S$, молекулы НЖК ориентируются гомеотропно; если $\gamma_{LC} < \gamma_S$, молекулы НЖК ориентируются планарно или наклонно. Обнаруженное явление было использовано как новый критерий для объективной диагностики злокачественных опухолей в практике Санкт-Петербургской военно-медицинской Академии. Были объяснены причины различной ориентации молекул НЖК на злокачественной и здоровой ткани и развиты новые представления о механизме роста злокачественных опухолей. Способ выявления структурных неоднородностей в тканях человека методом НЖК защищен патентом [33].

Изучение характера декорирования 220 срезов тканей животных и человека с различными патологиями (в 130 случаях имелись различные виды злокачественных новообразований), подтвердило наблюдавшиеся различия между злокачественными опухолями и здоровыми тканями. Примеры сравнительного изучения злокачественных опухолей методами красителей и НЖК приведены на рис.35а, б, в, г.



Рис.35. Результаты сравнительного изучения злокачественных опухолей методами красителей (левый ряд) и НЖК (правый ряд) для образцов, подверженных раку почек (верхний ряд) и раку желудка (нижний ряд). МББА: ЭББА, 200х.

Метод НЖК позволяет просто выявить темные зоны (рис.356, г), предполагающие наличие злокачественных образований.

Для расчета поверхностного натяжения γ_{SV} злокачественных и здоровых тканей использовалось уравнение Янга и Ньюмана [48]:

$$\gamma_{SL} = 2(\gamma_{LV} \ge \gamma_{SV}) 1/2 e^{-0.00015} (\gamma_{LV} - \gamma_{SV})^2;$$
(65)

S – индекс твердой поверхности; *L* - жидкости; *V* – пара.

$$\gamma_{SL} = \gamma_{SV} - \gamma_{LV} \cos\theta \tag{66}$$

Экспериментальные данные для МББА при $t = 20^{\circ}$ С составляют 30 дин/см². Согласно измерениям γ_{SV} тканей, выполненных теневым методом, и расчетам: $\gamma_{SV} = 26$ дин/см² для злокачественных опухолей, $\gamma_{SV} = 32$ дин/см² для здоровых тканей (при точности измерений 0,5 дин/см²).

Эксперименты с 11 типами тканей человека показали, что контактный угол смачивания на поверхности здоровых тканей на 30% больше, чем на злокачественных. Эти различия достаточны для выполнения правила, изложенного в работе [87], согласно которому гомеотропная ориентация молекул НЖК возникает в случае, когда $\gamma_{LC} > \gamma_S$, а планарная (или наклонная) ориентация возникает в случае, когда $\gamma_{LC} < \gamma_S$. Правило оказалось справедливым при декорировании всех типов злокачественных опухолей во всех экспериментах, выполнявшихся в течение 5 лет. Различия в ориентации ЖК на злокачественных и здоровых тканях объясняются различием их поверхностного натяжения.

Этот результат был подтвержден также в экспериментах *in vivo* при анализе мазков злокачественной ткани мыши (рис.35).



Рис.35. Мазок ткани мыши, декорированный МББА (темная область) *in vivo*, 25х.

Причина различного поверхностного натяжения злокачественных опухолей и здоровых тканей связана с биохимическими особенностями злокачественных клеток. Поверхностное натяжение срезов биологических тканей определяется свойствами тонкой границы, заключенной между собственно тканью и слоем НЖК, выполняющей функцию командного слоя. По своей природе это слой структурированной клеточными коллоидами (преимущественно белковыми) воды, напоминающий строение ЖК вследствие связывания ее молекул водородными связями (между атомом водорода одной и атомом кислорода другой молекулы воды). Толщина такого слоя лежит в пределах от 100 до 10000 Å. Было выявлено, что на поверхности срезов злокачественных опухолей вода имеет большую упорядоченность и большую толщину по сравнению со здоровой тканью. Это свойство можно объяснить большей концентрацией белка и меньшей концентрацией жиров в интенсивно делящихся злокачественных клетках [51]. Поэтому энергия сцепления молекул НЖК с поверхностью срезов злокачественных опухолей оказывается выше энергии сцепления со срезами здоровой ткани (рис.36).



Рис.36. Модельное представление о влиянии структурированности воды в пограничном слое на характер ориентации молекул НЖК на поверхности среза злокачественной опухоли и на границе со здоровой тканью.

По этой причине над поверхностью злокачественной опухоли НЖК имеет гомеотропную ориентацию по всей толщине слоя НЖК (~1,0 мкм), а над здоровой тканью гомеотропная ориентация распространяется на меньшую толщину слоя НЖК, значения которой колебались в зависимости от вида ткани от 0,1 до 0,3 мкм. При удалении от границы гомеотропная ориентация переходит в планарную. Наблюдаемое изменение ориентации известно как локальный переход Фредерикса [47] и идентифицируется в проходящем поляризованном свете в виде светлой или окрашенной области.

Методы НЖК в изучении свойств злокачественных опухолей по-новому взглянуть проблему роста позволяют на ракового И метастазирования. В частности можно предположить, что скорость роста и метастазирование определяются кооперативными динамическими изменениями между показателями поверхностного натяжения опухоли (и поверхностного ее метастазов) окружающих тканей. И натяжения Предложенная экспериментальном гипотеза при ee независимом может раскрыть вопросы злокачественного роста и подтверждении метастазирования, относящиеся к избирательности и «излюбленной» локализации быстрорастущих метастазов злокачественных опухолей, частого отсутствия метастазов сарком в лимфатических узлах, долгих сроков субклинического существования опухолей, причин быстро и медленно прогрессирующего роста опухолей и наличия различных гистологических вариантов одной и той же опухоли в первичном очаге и ее метастазах.

Одним из ограничений в применении нового ПОМ в диагностике опухолей является необходимость получения среза ткани для проведения исследования. В этой связи представляет интерес получение объектов исследования без применения хирургического вмешательства. Одним из возможных решений является изучение естественных человеческих выделений, например, мочи. Образцы мочи можно изучать по методике, разработанной для изучения твердых компонентов растворов, изложенной выше. Результаты исследования образцов мочи пациентов, страдающих мочеполовыми болезнями, приведены на рис.37.



Рис.37. Результаты структурного анализа осадка мочи при раке мочеточника (а) и раке почек (б). МББА, 100х.

Цитологический анализ распределения ядер в осадках мочи, выявленный с помощью нового ПОМ и сопоставленный с традиционным урологическим исследованием, позволил отнести пациентов к группе риска прогрессирующего развития злокачественных опухолей. Индикатором служили области гомеотропной ориентации НЖК (темные зоны), причина формирования которых была проанализирована выше. Полученные результаты открывают возможности для структурного анализа патологий без хирургического вмешательства и в других биологических жидкостях.

4.4.3. Применение НЖК для независимой диагностики вирусов гриппа

Проблема диагностики вирусов гриппа чрезвычайно актуальна, поскольку служит для предотвращения эпидемий и даже пандемии в
мировом масштабе. Существующие методы диагностики основаны на визуализации следов взаимодействия вирусов и антитела с помощью красителей и флуоресцентных меток [101]. К сожалению, они не дают возможности непосредственно наблюдать модификации вирусов гриппа. Они требуют несколько дней для установления диагноза и содержат много операций. Для устранения этих недостатков было предложено использовать новый ПОМ. Положительные результаты были получены при использовании слоев полианилина, обеспечивающих хорошую адгезию антител на стеклянных пластинах [21]. Независимая методика разработана в институте ЖК в Кенте (США) и основана на использовании дефицитных лиотропных ЖК типа хромоников [96]. Методика дорога и также не позволяют визуализировать модификации вирусов.

Нами был предложен простой, экспрессивный и информативный метод доступого НЖК, требующий с использованием не применения полианилинового слоя. На стеклянной подложке помещалась структура «вирус-антитело», на которую наносился слой НЖК. Результаты изучения приготовленных препаратов. В институте вирусологии ИМ. Д.И. Ивановского (Москва) приведены на рис.38.

В случае взаимодействия несогласованности структур «вирус-антитело» комплиментарной реакции не происходит, что можно непосредственно наблюдать в поляризационный микроскоп (рис.38б). При совпадении структур происходит комплиментарная реакция, о чем свидетельствует возникновение кристаллоподобной сегментной структуры (рис.38в).



Рис.38. Визуализация картины взаимодействия структур «вирус-антитело»: а – образец вируса гриппа модификации А (слева – с нанесенным слоем НЖК, справа – без слоя НЖК); б - образец структуры «вирус А-антитело В» (слева – с нанесенным слоем НЖК, справа – без слоя НЖК); в - образец структуры «вирус В-антитело В» (слева – с нанесенным слоем НЖК, справа – без слоя НЖК); МББА:ЭББА, 500х.

Анализ картины следов взаимодействия вируса и антитела показывает, что в случае несогласованности структур наблюдается мозаичное изображение, состоящее из небольших блоков нерегулярной формы. В случае взаимодействия согласованных структур изменяется характер их связей, что проявляется в возникновении изображений регулярных блоков симметрии 6-го порядка. Более подробно картина следов взаимодействия комплиментарных структур вируса и антитела на всей поверхности препарата приведены на рис.39. Здесь отчетливо наблюдаются центры взаимодействий вируса и антитела. Использование нового ПОМ позволило визуализировать следы взаимодействия структур «вирус-антитело», которые ранее не наблюдались [93].



Рис.39. Картина следов взаимодействия комплиментарных структур вируса и антитела на всей поверхности препарата, визуализированная с помощью эвтектической смеси МББА:ЭББА. Размер наблюдаемой поверхности имеет 280 мкм в диаметре. $t = 20^{\circ}$ С.

Подобные эксперименты были независимо проведены в Санкт– Петербурге, в институте Гриппа. Препараты отличались отсутствием полианилинового слоя на стеклянной подложке, что не препятствовало обеспечению хорошего сцепления антитела со стеклянной подложкой. Результаты экспериментов приведены на рис.40.



Рис.40. Картина следов взаимодействия комплиментарных структур вируса В и антитела В на поверхности препарата без использования полианилинового слоя. МББА:ЭББА. *t* = 20°C; 500×.

Изображения, полученные с помощью нового ПОМ, позволяют непосредственно наблюдать следы взаимодействия антитела и вируса. Появление структурных блоков в изображениях можно объяснить различной эффективностью взаимодействия. Центры взаимодействия наблюдаются как вершины многоугольников, в то время как блоки можно представить как области взаимодействия. Принципиально отметить, что области взаимодействия по площади во много раз больше размеров взаимодействия. Это объясняет тот факт, центров что области взаимодействия различимы при наблюдении в оптический микроскоп, хотя размеры собственно вирусов составляют величину менее 0,1 мкм. Характер взаимодействия антитела и вируса можно пояснить следующим примером: при надавливании пальцем на воздушный шар область его деформации оказывается больше, чем площадь соприкосновения с пальцем. Возможность наблюдения вирусов в липидных бислоях методом ЖК была подтверждена более поздней публикацией [86].

Новый ПОМ с использованием НЖК открывает новые возможности в идентификации типа вирусов и их модификаций по сравнению со спектроскопическим и флуоресцентным методами.

4.4.4. Выявление патологий в эритроцитах

От сердечнососудистых болезней и заболевания крови в наибольшей степени страдает население нашей планеты. Одной из основных причин этому является нарушение кровообращения, вызванное дефектами формы и упругости мембран эритроцитов. Изучение вязкоупругих свойств эритроцитов является актуальной задачей при установлении ранней стадии лейкемии, малярии и установлении допустимых нагрузок на пациента. параметром Решающим В этих случаях оказывается упругость эритроцитов, ответственная за их перемещение по капиллярам сосудов. Для выявления патологий в эритроцитах были разработаны различные Принцип объемной ориентации эритроцитов с помощью методы. оптических ножниц описан в работе [72]. В ней показано, что скорость вращения ансамбля красных кровяных тел под действием светового воздействия зависит от патологии эритроцитов. Исследование деформаций эритроцитов под действием внешнего давления методом лазерной дифракции изложено в [65]. Все эти методы основаны на выявлении различий упругости мембран эритроцитов в норме и в случае патологии.

Нами было предложено использовать метод НЖК как альтернативный метод диагностики. Объектом исследования был мазок крови, размещенный на стеклянной подложке и высушенный без доступа загрязнений на открытом воздухе. На образец наносился тонкий слой НЖК и наблюдался в ПОМ. Результаты наблюдения приведены на рис.41. Было обнаружено, что в НЖК матрице здоровые эритроциты овальной формы при взаимодействии с анизотропными молекулами НЖК деформируются, принимая форму прямоугольников. Причиной этому является анизотропия межмолекулярного взаимодействия в системе. В то же время эритроциты с патологией принимают деформированную конфигурацию, что объясняется нарушением их упругости (рис.41).



Рис.41. Изображение эритроцитов в НЖК матрице: в слое НЖК эритроциты без патологий имеют прямоугольную форму, а вне зоны НЖК – овальную; эритроциты с патологией в слое НЖК имеют иную деформированную конфигурацию. НЖК – 5ЦБ, $t = 20^{\circ}$ C, 250х.

Дополнительно возникновение прямоугольной формы у мембран эритроцитов было подтверждено методом лазерной дифракции. Предложенный метод может использоваться как независимый экспрессный метод для диагностики патологии эритроцитов.

Приведенные примеры свидетельствуют о широких возможностях применения нового ПОМ для изучения биологических объектов.

4.5. Изучение трещиноватых поверхностей

Экспериментальные исследования показали, что подложки, изготовленные из распространенных марок стекол, например, К8, хорошо смачиваются слоями НЖК. Однако в случае разрушающих воздействий на стеклянные подложки, дефектные слои не смачиваются НЖК. Из общих теоретических позиций смачивание происходит при большой энергии сцепления молекул НЖК с поверхностью, не смачивание – при малой.

Явление не смачивания в общем случае ограничивает возможности использования метода НЖК при изучении свойств поверхности. Однако в отдельных случаях оно может быть с пользой использовано как новый критерий для характеристики трещиноватости поверхности. В основу этих представлений положено наблюдение, что дефектные трещиноватые поверхности не смачиваются используемыми при изучении поверхностей типами НЖК. Чаще всего причиной не смачивания является разрушение исходной бездефектной поверхности. Наиболее характерные примеры этому приведены на рис.42.

Обнаруженное явление открывает возможность получать уникальную информацию о глубине дефектного слоя подложки, создаваемого при механической обработке поверхности (шлифовке и полировке).



Рис.42. Примеры не смачивания подложки, изготовленной из стекла К8, подверженной разрушениям: а – стекло К8 с оптическим покрытием ZnO₂+SiO₂, имеющее скол, не смачиваемый НЖК, увеличение 100х; б – выбоина в стекле, полученная при воздействии мощного лазерного смачиваемая НЖК, увеличение 50x; одновременно импульса, не напряженно-деформированного наблюдается картина уникальная состояния поверхности в окрестности выбоины (явление фотоупругости), переданная слою НЖК, увеличение 50х; в – поверхность медной подложки после ударного напряжения за время 1.10⁻⁶ с, на которой наблюдается распределение анизотропных капель НЖК, характеризующее уникальную картину топографии локальных деформаций подложки.

При изготовлении оптических деталей методом механической обработки, включающей операции шлифовки и полировки, вблизи поверхности образуется дефектный слой, отличный по своим свойствам от глубинных слоев материала. Дефектный слой неоднороден по глубине, зависящей от свойств материала и методов обработки. В технологии приборостроения И производстве полупроводниковых оптического микросхем выявление глубины дефектного слоя, определяющего как прочностные свойства деталей, так и эксплуатационные свойства микросхем, является актуальной задачей. Для ее решения разработаны методы, состоящие из двух этапов: на первом используются операции, дефекты поверхности, на втором выявляющие операции, обеспечивающие послойное удаление дефектного слоя. Недостаток этих методов состоит в том, что обе операции на каждом из этапов являются разрушающими.

Нами предложено заменить одну из разрушающих операций, как правило, травление, выявляющей дефекты поверхности, экспрессивной неразрушающей, основанной на использовании НЖК (рис.43).

Объектом исследования являлись пластины диаметром 50 мм и толщиной 10 мм, изготовленные из силикатного стекла К8 методами глубокого шлифования и полирования. Послойное снятие дефектного слоя осуществляют ионным травлением на установках с не фокусированным пучком при использовании генератора на 440 кГц при давлении аргона в камере (1-7)10³ Торр, плотности ионного тока 2 мА/см², напряжением ВЧ-генератора 1,5 кВ и нагревом поверхности образцов до 175-200°С. Толщины удаленных слоев измерялись интерферометрическим методом на приборе МИИ-4 с точностью $\pm 0,03$ мкм.

В работе использована зависимость степени смачивания поверхности слоем НЖК от качества (степени дефектности) поверхности. Известно, что защитная плёнка 1 на стекле, имеющая толщину в несколько сотен ангстрем и содержащая следы воды и атмосферных загрязнений, хорошо смачивается слоем НЖК 4 (рис.43). Лежащий ниже этой плёнки дефектный (трещиноватый) слой 2 стекла не смачивается слоем ЖК.

В работе путём последовательного съёма слоев дефектной области 2 стекла определялась ее глубину. После полного съёма дефектной зоны очищенная поверхность стекла становится практически бездефектной, поскольку ионная полировка в щадящем режиме фактически не создает дефектов. Такая поверхность смачивается ЖК. Проведенное, в частности, исследование показало, что глубина нарушенного слоя в подложке, изготовленной из стекла К8 и подвергнутой шлифовке и полировке, составило 0,8 мкм [39].



Рис.43. Определение глубины дефектного слоя поверхности стекла после механической обработки (шлифовки и полировки): 1 – тонкая пленка толщиной в несколько сотен ангстрем, содержащая следы загрязнений; 2 – дефектный слой в стекле, пронизанный микротрещинами; 3 – бездефектный слой; 4 – слой НЖК смачивает поверхность; 5 – слой НЖК не смачивает поверхность.

Одной из актуальных и сложных задач структурной металлографии является изучение механизмов деформирования и разрушения материалов при ударном и импульсном нагружении. Эти механизмы зависят от природы материалов, степени его однородности, условий нагружения, температуры и других факторов. В соответствии с современными представлениями физики пластичности на различных масштабных уровнях могут реализовываться трансляционные и ротационные моды деформирования.

В условиях квазистатических режимов нагружения развитие деформационных механизмов прослеживается в реальном масштабе времени. Что касается динамических нагружений, то современные методы таких возможностей не предоставляют, и о предполагаемых механизмах судят по реликтовым следам структурных перестроек с использованием оптической И электронной микроскопии. Эти методы требуют специальной подготовки образцов и не всегда обладают необходимой информативностью. Поэтому было предложено использовать метод НЖК для изучения динамических механизмов структурных перестроек.

Объектами исследования были образцы меди М2, подвергнутые одноосному ударному нагружению длительностью примерно 1 мкс [2, 3]. Высокая чувствительность метода НЖК к изменению структуры изучаемой поверхности была использована для изучения локализованных сдвигов и ротаций [47].

Метод НЖК позволяет проследить за этапами образования локализованных сдвигов и полосовой структуры на двух масштабных уровнях (рис.44).



Рис.44. Линии локализованного сдвига и полосовые структуры (слева), выявленные методом НЖК. МББА:ЭББА, увеличение 100х.

Все линии локализованного сдвига ориентированы вдоль направления распространения ударной волны. Они не выявляются металлографическим травлением шлифов.

При неоднородном динамическом деформировании могут реализовываться ротационные моды деформаций. Методы оптической и электронной микроскопии дают только качественную информацию об этих структурах, в то время как метод НЖК выявляет не только сами ротации, но и дает возможность измерять углы их разориентации относительно материала. На рис.45 виден разворот материала внутри ячейки на 90°. Выявленные ротационные структуры имеют размер 5-15 мкм, причем вокруг ядра наблюдается постепенно убывающее поле дальнодействующего упругого напряжения. Оно имеет вид постепенно уменьшающихся по яркости цветовых лепестков, распространяющихся на расстояние до 1000 мкм (рис.42в). Часто они имеют вид закручивающихся рукавов спирали, по виду которых можно определить направление ротаций.



Рис.45. Визуализация динамических ротаций методом НЖК. МББА:ЭББА. 250х.

Одновременно НЖК выявил извилистые темные линии, предположительно совпадающие с локальным направлением деформаций. Ими оказались зоны утонения и деформации слоя при натекании капель на не смачиваемой поверхности [42]. Формирование линий в определенном направлении объясняется натеканием НЖК в условии анизотропии смачивания деформированной зоны. В наблюдаемых случаях направление «легкого смачивания» совпадало с направлением деформации образцов. Это иллюстрирует свойство НЖК визуализировать сложную картину локальных деформаций поверхности.

Явление не смачивания трещиноватого слоя при нанесении слоя НЖК можно объяснить «эффектом лотоса» (рис.46) [126]. Контактный угол смачивания водой листьев некоторых растений (например, лотоса) составляет почти 180° из-за того, что их поверхность имеет форму острых иголок. На иголках вода может располагаться только в форме отдельных капель. Слой НЖК располагается на трещиноватой поверхности так же, как на иголках, и потому принимает форму капель. Подобная ситуация возникает при нанесении слоя НЖК на трещиноватую поверхность, возникающую в разрушенной области подложки. Данное явление можно использовать для локализации «сюжетно важных зон» на поверхности с целью ее изучения методами микроскопии сверхвысокого разрешения.



Рис.46. Иллюстрация не смачивания листа лотоса каплей воды, формирующей на поверхности листа контактный угол почти в 180°.

«Модель лотоса» (рис.47) демонстрирует структуру листьев лотоса при увеличении и поведение жидкости на игольчатой поверхности [126].



Рис.47. Поверхности листа лотоса при большом увеличении (слева) и модель, объясняющая причину не смачивания – формирования капель.

Наблюдение за явлением не смачивания поверхности НЖК можно совмещать с наблюдением переориентации НЖК в окрестности дефекта или распределения физического поля.

4.6. Изучение распределений неоднородных магнитных полей

В данном разделе обобщено применение НЖК для изучения магнитных структуры доменов В материалах применительно к минералогии, металлографии и оптическому приборостроению. Объектами исследования в минералогии были образцы горных пород, содержащие зерна магнитных материалов. В запоминающих устройствах на подложке Gd₃Ga₅O₁₂ с выращенной на ней пленкой (YLa)₃Fe₅O₁₂, выявлены лабиринтные, полосчатые и цилиндрические структуры доменов для случая, когда вектор магнитного поля (*H*-поля) параллелен вектору оптической поляризации. Домены на поверхности аморфных пленок из Сосодержащих сплавов изучались ЖК с гигантской величиной диамагнитной анизотропии. Результаты сопоставлены с данными, полученными методом магнитных эмульсий.

4.6.1. Визуализация магнитных доменов в минералах

Для изучения топографии Н-полей В минералах обычно использовались либо метод магнитных эмульсий, либо эффекты Фарадея [104]. Получаемая с помощью эмульсий картина магнитных доменов выглядит хаотичной, и ее расшифровка вызывает трудности. На рис.48 показаны в сравнении картины магнитных доменов на одной и той же кристаллов пирротина, поверхности визуализированные методами магнитных эмульсий и НЖК.



Рис.48. Структура магнитных доменов на поверхности кристаллов пирротина, визуализированная методами магнитных эмульсий (слева) и НЖК (эвтектическая смесь МББА и ЭББА) (справа); *t* = 20°C, 300х.

Оба метода выявили подобную доменную структуру, однако они позволяют извлечь различную информацию. Метод эмульсий нуждается в проведении дополнительных исследований для интерпретации визуализированной картины. Метод ЖК, напротив, дает дополнительную информацию о структурных неоднородностях изучаемой поверхности и выявляет направления намагничивания в каждой точке поверхности, в том числе внутри отдельных блоков и зерен [24]. В каждом блоке домены имеют регулярную ориентацию, и вся картина обретает ясность.

Связь между особенностями геологических структур и магнитными свойствами минералов является предметом самостоятельного изучения. Рис.49 иллюстрирует возможности метода НЖК как нового инструмента для изучения магнитных свойств минералов, например, отличия структуры магнитных доменов в минералах различных месторождений.



b

d



Рис.49. Структуры доменов в магнетите Ковдорского месторождения (Кольский полуостров) [a, b] и Лермонтовского месторождения (Кольский полуостров) [c, d]. МББА:ЭББА, $100x_t = 20^{\circ}$ С.

На рис.49 выявлены два основных направления ориентации доменов на поверхности магнетита из месторождения на Кольском полуострове: параллельно областям блочных структур и под углом 45° к ним. Метод НЖК открывает возможности в установлении произошедших в далеком

прошлом изменений в направлении магнитного поля Земли. Для этого необходимо визуализировать направление палеомагнетизма в породе, зафиксированное в период ее образования.

4.6.2. Визуализация магнитных доменов в материалах для запоминающих устройств

Тонкие пленки в виде двойных слоев (YLa)₃Fe₅O₁₂, выращенные на подложке Gd₃Ga₅O₁₂, используются в запоминающих устройствах с высокой плотностью записи информации, основанных на переориентации цилиндрических магнитных доменов (ЦМД). Магнитооптические дефекты в упорядочении доменов могут явиться причиной дефектов в работе запоминающих устройств. Это явилось причиной изучения ЦМД.

Вектор *H*-поля в пленке может быть направлен параллельно или перпендикулярно к вектору оптической поляризации *P*. Когда $H \perp P$, визуализацию ЦМД можно осуществить с помощью магнитооптического эффекта Фарадея. Когда $H \parallel P$, эффект Фарадея не позволяет визуализировать ЦМД, однако это можно осуществить с помощью НЖК. На Рис.50 показаны различные структуры магнитных доменов, визуализированные с помощью НЖК: полосчатые (1), лабиринтные (2) и цилиндрические (3).



Рис.50. Структуры магнитных доменов, выявленные с помощью НЖК: полосчатые (1), лабиринтные(2) и цилиндрические (3). $t = 20^{\circ}$ C, 5CB, 2000х.

Методом НЖК было также установлено, что регулярные структуры магнитных доменов искажаются под воздействием дефектов в материале.

4.6.3. Визуализация магнитных доменов в тонких пленках на основе сплавов кобальта

Тонкие пленки на основе сплавов Со используются в кораблестроении в качестве материала для экранирования *H*-полей. Они получили название аморфных по результатам рентгеноструктурных исследований, хотя структура их поверхности изучена недостаточно.

Магнитная структура этих пленок зависит от технологии их изготовления. Для выявления их магнитной структуры использовались методы магнитной эмульсии и НЖК.

Размеры магнитных доменов в пленках на основе сплавов Со меньше, разрешающая способность оказались чем оптического микроскопа. Для увеличения размеров доменов прикладывалось поле от постоянного магнита. Изображения магнитных доменов, полученные обоими методами, дали сходные результаты, отражающие неоднородность магнитных структур (рис.51, 52). Для достоверного получения каждого изображения слой магнитной эмульсии или ЖК многократно наносился или смывался с изучаемого образца до осуществления окончательной регистрации. Области магнитных доменов составили только небольшую часть поверхности образца. Время формирования картины доменов составило период «экспонирования» от одного до двух дней. Оба метода выявили различия в картине доменов в зависимости от термообработки образцов. Наблюдались некоторые различия в структурах магнитных доменов, полученных разными методами. Методом магнитной эмульсии были визуализированы домены с различной ориентацией и размерами двух масштабов порядка 1 и 10 мкм (Рис.51).

С помощью НЖК была выявлена морфология поверхности пленки, содержащие зерна различного химического состава, декорированные цветами. Этот результат позволяет изучать различными причину неоднородности магнитных структур материалов не вслепую, а в связи с однородностью морфологии образцов. Размеры доменов в зернах были в пределах от 1 до 10 мкм, изредка до 20 мкм. По сравнению с методом эмульсий НЖК позволяют определять напряженности магнитных полей Пороговая напряженность Н-поля доменов. домена, вызывающая переориентацию НЖК, рассчитывается из уравнения равновесия с полярной энергией сцепления с поверхностью, лежащей в пределах 10⁻²-10⁻³ эрг/см² [47]. НЖК типа МББА имеют величину диамагнитной анизотропии $\Delta \gamma < 120 \ 10^{-6} \ \mathrm{сm}^{3}$ /моль [52]. Для сокращения «экспозиции» и увеличения чувствительности к Н-полю был использован новый класс ЖК, содержащий редкоземельные металлы с гигантской величиной $\Delta \gamma$, обусловленной вкладом парамагнитной анизотропии ионов лантаноидов [53]. Слои металломезогенов на основе редкоземельных металлов переориентировались *Н*-полем доменов за доли секунды. Использовались ЖК координационные соединения оснований Шиффа с ионами Tb(III) -L₃Tb(C₁₂H₂₅SO₄)₃ [78]. Структура соединения и его пространственная конфигурация (без алкилсульфатных групп) приведены ниже:

L=
$$C_{12}H_{25}O - C_{V} - C_{V} - C_{14}H_{29}$$



Используемый ЖК материал имел температуру мезофазы ТК 84 СЖК 115 ИЖ и гигантскую величину $\Delta \chi = -22800^{\circ}10^{-6}$ см³/моль. Это приводило к быстрой переориентации слоя ЖК под воздействием *H*-полей доменов. Другой особенностью этого класса соединений является их способность к переохлаждению. После охлаждения образца из мезофазы до комнатной температуры со скоростью 2-3 град/мин он сохраняет зарегистрированную в мезофазе структуру доменов. Этот «эффект памяти» открывает новые возможности для изучения неоднородных H-полей в материалах.



Рис.51. Изображения доменов на поверхности аморфных пленок, визуализированные методом эмульсий. Видны полосчатые структуры размером в 10 мкм и мелкие домены размером порядка 1 мкм. *t* =20°C.



Рис. 52. Изображения магнитных доменов на поверхности аморфных пленок, визуализированные методом НЖК (МББА:ЭББА), размером от 1 до 10 мкм , *t*=20°C. Домены наблюдаются внутри визуализированных поликристаллических зерен.

На рис.53а показана структура доменов, полученная в мезофазе СЖК. При охлаждении до кристаллического состояния (рис.53б) материал сохраняет изображения доменов в твердой фазе, наблюдаемые на фоне поликристаллической структуры.

В поляризационный микроскоп домены наблюдаются в цвете, что позволяет отличить их от изображения зерен. Изображения доменов в твердой фазе ЖК могут сохраняться длительное время, что повышает удобства в обработке изображений структур. Расчеты показывают, что применение новых материалов сокращает время визуализации структур доменов на четыре порядка и повышает чувствительность метода на один порядок. Напряженность локального магнитного поля на границе ЖК с доменами составила примерно 1.10⁻¹ эрг/см², что примерно на порядок выше энергии сцепления молекул ЖК с поверхностью. Эти результаты хорошо согласуются с экспериментом.

a

б



Рис.53. Картина магнитных доменов (темные области на фоне зерен), полученная с помощью ЖК на основе $L_3Tb(C_{12}H_{25}SO_4)_3$ в смектической фазе.

Проведенный анализ позволил уточнить представление об аморфности исследуемых пленок, которое справедливо при изучении малых размеров образцов рентгеновскими методами. Методом оптической микроскопии с использованием термотропных ЖК надежно установлена поликристаллическая структура «аморфных» пленок. Этот результат открывает новые возможности в изучении природы неоднородных магнитных структур материала и ее связи с морфологией образцов. Он является независимым физическим методом для визуализации структуры на поверхности магнитных материалов в статическом доменов И динамическом режимах, обладающим высокой чувствительностью И пространственным разрешением.

Метод ЖК показал свою эффективность при изучении неоднородных магнитных полей на поверхности минералов, пленок ферромагнитных материалов и пленок на основе сплавов кобальта. Его достоинством по сравнению с магнитными эмульсиями является возможность визуализации неоднородных магнитных полей на поверхности материалов одновременно с визуализацией их структурных неоднородностей. Другим достоинством метода ЖК является его метрологические возможности, позволяющие рассчитывать напряженности локальных магнитных полей на поверхности образцов. Слои ЖК, охлажденные до твердокристаллического состояния, сохраняют зарегистрированное в мезофазе изображение неоднородных магнитных полей структурных неоднородностей И В твердокристаллическом состоянии (эффект памяти).

4.7. Изучение распределений неоднородных электрических полей

Принцип визуализации неоднородных электрических полей для отображения информации реализуется в массовой продукции плоских информационных дисплеев. Теория этого вопроса для ЖК дисплеев, работающих на использовании твист-эффекта, изложена в [47]. При решении задач дефектоскопии с применением ПОМ достигнуты положительные результаты при визуализации структурных неоднородностей полупроводниковых материалов, дефектов В диэлектрических слоях, доменной структуры в сегнетоэлектрических материалах, а также электрических полей биологических объектов.

4.7.1. Визуализация дефектов в монокристаллах полупроводников пространственно-временных модуляторов света на ЖК

Принцип действия пространственно-временных модуляторов света (ПВМС) с оптическим управлением (рис.54) состоит в пространственном перераспределении напряжения между слоями ЖК и полупроводника при проецировании на последний оптического излучения.

ПВМС могут использоваться для непосредственной визуализации дефектов монокристаллов полупроводников, входящих в их структуру [19]. В них при изучении формирования изображений было обнаружено, что помимо изображения в световом пучке, отраженном от поверхности полупроводника, в котором создается управляющее поле, присутствует и артефактное изображение.



Рис.54. Конструкция оптически управляемого элемента отражательного типа: 1-стеклянные подложки, 2-просветляющие покрытия, 3-прозрачные электроды, 4-фотопроводник, 5-светоблокирующий слой, 6-зеркало, 7-прокладки, 8-слой ЖК.

Сопоставление фрагментов артефактных изображений с картинами избирательного химического травления полупроводника ПВМС показало, что они обусловлены дефектами кристаллической структуры полупроводника: дислокациями, собственными и примесными дефектами и их комплексами.

Оптическая система для визуализации дефектов приведена на рис.55.



Рис.55. Оптическая схема для визуализации дефектов кристаллической решетки полупроводниковых материалов: 1 – источник излучения; 2 - конденсор; 3 – плоское зеркало; 4 – объектив ПОМ; 5 – ЖК ячейка; 6 – источник питания ЖК ячейки; 7 – светоделительный кубик; 8 – цветной фильтр; 9 - поляризатор; 10 – экран или система ПОМ.

преобразует черно-белые полутоновые изображения Она В псевдоцветные с последующей спектральной селекцией для усиления слабоконтрастных деталей – структурные неоднородности материала. На электроды освещаемой с двух сторон ЖК ячейки подавалось импульсное синусоидальное напряжение, создающее В полупроводнике ИЛИ обедненную область. Длительность импульсов должна быть меньше времени заполнения потенциальной ямы за счет термогенерации носителей в полупроводнике, чтобы генерация свободных носителей в основном определялась интенсивностью выходной засветки. Генерируемые светом дрейфуют границе фотопроводник-ЖК И носители К создают потенциальный рельеф, приводящий к появлению оптического рельефа в слое НЖК. Для визуализации дефектов структуры предпочтительно освещать ячейку со стороны НЖК белым поляризованным светом, что позволяет получать на экране псевдоцветное изображение со сменой цветовой гаммы при изменении режима питания. Основой визуализации структурных дефектов является зависимость поляризационных эффектов в НЖК от длины волны λ проходящего света:

$$I_{\lambda} = f(\Delta \Phi); \qquad \Delta \Phi = f(\Delta n, \lambda) \tag{67}$$

Слабоконтрастные изображения выделяют, выбирая фильтр в данном псевдоцветном изображении из набора длин волн.

Объектами исследования были пластины арсенида галлия марки АГРПМ-3 и фосфида индия марки ФИП-1. Результаты выявления структурных дефектов в полупроводниках методами ЖК и травления приведены на рис.56.



Рис.56. Сопоставление изображений структурных дефектов в пластине полуизолирующего арсенида галлия (*a*) с картиной избирательного травления (*б*, *г*) той же пластины: *а* – режим питания ЖКЯ – *U*=80B, *f*≈100 кГц; *б*, *в* – дислокационные стенки и полосы роста, выявленные травителем Абрахамса-Бьюоччи; *в* – участок пластины, тождественный изображенному на рис.*г*, *д* с дислокациями, выявленными в расплаве КОН.

Рассмотренный метод расширяет возможности изучения структурных неоднородностей в материалах по сравнению с контактным методом без наложения электрического поля, описанным в разделе 4.2.

4.7.2. Выявление дефектов в диэлектрических слоях

Качество и надежность изделий микроэлектроники, основанной на тонкопленочной технологии, обусловлены электрическими свойствами используемых слоев, требующих контроля их качества. По сравнению с электротопографическим электрохимическим, электрографическим, методами или растровой электронной микроскопии ПОМ с ЖК ПВМС обладает более широкими возможностями. Он является экспрессным, не оборудования требует дорогостоящего И позволяет получать изображение дефектов непосредственное на всей контролируемой поверхности.

Наиболее характерными дефектами изделий микроэлектроники являются сквозные и несквозные поры в диэлектрических слоях, электрические неоднородности в полупроводниковых слоях, обрывы электрических цепей, короткие замыкания другие И нарушения, приводящие к образованию неоднородных Е-полей в окрестности дефекта. Рассмотрим эксперимент по визуализации неоднородных Е-полей в окрестности дефектов диэлектрических слоев. Для этого использовалась специальная ячейка, представленная на рис.57 [17, 70].



Рис.57. Схема ЖК ячейки для визуализации дефектов в диэлектрическом слое: 1, 8 – разъемы для питания; 2 – прокладка; 3 –изучаемая пластина с диэлектрическим слоем; 4 – металлическое основание; 5 – стеклянная пластина; 6 – прозрачный электрод; 7 – слой НЖК, наблюдаемый в ПОМ.

На основание 4 помещали исследуемую пластину 3 с диэлектрическим слоем. На нее наносили слой НЖК, толщина которого

контролировалась прокладками 2. Гомеотропная ориентация НЖК обеспечивалась ориентантом. Сверху располагалась прозрачная пластина с прозрачным электродом 6. Напряжение подводилось через разъемы 1 и 8. Ячейку помещали на предметный столик ПОМ. В экспериментах применяли НЖК с различным знаком $\Delta \varepsilon$, имевшем толщину 40 мкм.

Объектами исследования были диэлектрические слои двуокиси кремния на кремниевой подложке при различной полярности потенциала на Si. При приложении постоянного напряжения (U<Un) НЖК над бездефектной зоной при скрещенных анализаторе и поляризаторе остаются темными. В области дефектов сплошности диэлектрического слоя наблюдается оптическое просветление в виде коноскопических крестов (рис.58а). При фиксированном напряжении наблюдаются «кресты» разных размеров, что свидетельствует о разных размерах визуализируемых дефектов. С увеличением напряжения размеры крестов растут, и наблюдается появление новых крестов (рис.58б). Это означает увеличение числа визуализируемых дефектов с ростом напряжения.



Рис.58. Визуализация дефектов в диэлектрических слоях двуокиси кремния методом ПОМ: a (слева) – U=18 B; б (справа) – U= 22 B.

Поскольку метод НЖК является полярным, то число визуализируемых дефектов зависит от полярности напряжения. На рис.59 представлены зависимости числа визуализируемых пор в двуокиси кремния от напряжения: кривая 1 получена при отрицательном смещении на кремнии, 2 – при обратной полярности.



Рис.59. Зависимость числа визуализируемых дефектов от N от напряжения *U*: 1 – для отрицательного смещения на кремниевой подложке; 2 – обратная полярность.

Чувствительность метода к полярности напряжения позволяет классифицировать обнаруживаемые дефекты. К биполярным дефектам поры, сквозные царапины, проводящие включения, относятся пронизывающие пленку насквозь. К монополярным дефектам относятся несквозные поры, выступы, и неровности рельефа поверхности подложки, нарушения однородности окисла. При напряжении 30 В удается визуализировать дефекты размером менее 0,1 мкм, что лежит выше разрешения оптического микроскопа. Объясняется это увеличением размера изображения дефекта, создаваемого слоем НЖК (см. раздел 4.1). Эти выводы подтверждены наблюдениями с помощью электронной микроскопии.

Неразрушающий характер метода, его экспрессивность, простота используемого оборудования в сочетании с высокой чувствительностью и разрешающей способностью делают его незаменимым инструментом при контроле изделий микроэлектроники.

4.7.3. Визуализация электрического состояния поверхности кристаллов и минералов

Для изучения неоднородных поверхностных электростатических полей традиционно используется метод порошкографии, подобный методу магнитных суспензий, только вместо частичек ферромагнетика применяли наэлектризованные частицы диэлектрика, обычно серы. Эти частички притягиваются к противоположным заряженным участкам поверхности, выявляя, например, распределения доменов в сегнетоэлектриках. Метод используют лишь в сильных полях, и он не позволяет использовать векторные характеристики поля. Эти недостатки могут быть устранены при использовании метода НЖК, что было убедительно продемонстрировано работами [60, 79, 95] и особенно Н.А. Тихомировой с сотрудниками при изучении сегнетоэлектриков [105, 106].

Известен ряд методов для наблюдения и изучения статических и динамических доменных структур в сегнетоэлектриках. Однако они применимы только для случая, когда сегнетоэлектрические домены разного знака имеют различную ориентацию оптических индикатрис. В случае коллинеарных сегнетоэлектриков с оптически неразличимыми доменами эти методы неприменимы и используют разрушающие методы, основанные на различной скорости травления доменов различной полярности. Метод НЖК основан на различной ориентации директора на сколе сегнетоэлектрика и лишен упомянутых недостатков.

На рис.60 приведена характерная картина доменного строения триглицилсульфата (ТГС), визуализированная с помощью НЖК на сколе (010) кристалла. На обоих доменах ориентация слоя НЖК планарная, но на домене с отрицательным направлением спонтанной поляризации на поверхности (010) директор ориентирован вдоль направления [001], а на положительным выходом спонтанной поляризации домене с на поверхность – вдоль направления [508] или [702]. Установлено, что ориентационные энергии сцепления на обоих направлениях очень близки, лля [508] или [702] эта энергия меньше. Метод позволяет но визуализировать домены размером до 1 мкм на сколах полярных сегнетоэлектриков любой толщины и полярной площади.



Рис.60. Статическая 180-градусная доменная структура монокристалла ТГС, визуализируемая слоем НЖК на сколе (010).

Движение объемного заряда в нематике под колеблющимися доменными стенками приводит к конвективным течениям, которые вызывают изменение упорядочения в слое НЖК. При наблюдении в ПОМ области доменных стенок хорошо различимы. На рис.61 показан пример визуализации доменных стенок в кристалле ТГС при использовании НЖК с $\Delta \varepsilon < 0$.



Рис.61. Динамическая доменная структура кристалла ТГС на частоте 10³ Гц, визуализируемая методом НЖК с использованием эффекта динамического рассеяния света.

Важное значение имеет визуализация дефектов в кристаллах, возникающих при их облучении ионизирующей радиацией. Если кристалл ТГС в монодоменном состоянии облучить рентгеновским излучением через маску и затем приложить внешнее постоянное Е-поле, то изменяется поляризация только необлученной части образца. При этом четко выявляется граница между облученной и необлученной зонами образца (рис.62).



Рис.62. Визуализация методом НЖК продольных доменов и радиационных дефектов на участке сегнетоэлектрического кристалла ТГС (Си-излучение; D – 0,2 мрад; толщина ТГС 1 мм); смесь МББА:ЭББА, 50х.

Чувствительности метода НЖК оказалось достаточно для выявления дефектов поверхности, возникающих при ее исследовании с помощью растрового электронного микроскопа. Ранее полагали, что облучение электронами с энергией в несколько килоэлектронвольт не изменяет свойств поверхности. Однако метод НЖК выявил дефекты, сохраняющиеся более года после облучения (рис.63).



Рис.63. Поверхность ТГС, локально облученная электронами. Визуализированы прямоугольные радиационные дефекты, сохраняющиеся более года после облучения. 100х.

Полученные результаты актуальны для решения многих задач нанотехнологий, связанных с изучением поверхности материалов.

4.7.4. Визуализация электрических полей биологических объектов

Полученные результаты позволяют распространить использование нового ПОМ с ЖК ПВМС на изучение биологических объектов. Изучение Е-полей биологических объектов является эффективным диагностическим средством в медицине и биологии. Высокой информативностью обладают методы биофотоники, визуализирующие Е-поля объектов живой природы и динамику их изменений. За последние полвека получил развитие метод газоразрядной визуализации $(\Gamma PB).$ Он основан на регистрации изображения приповерхностных Е-полей объектов живой и неживой природы при разряде в конденсаторе. Изображения возникают при воздействии высоковольтных Е-полей (десятки кВ) высокой частоты (десятки кГц) при возбуждении молекул воздуха или газа. сопровождаемого излучением фотонов при ИХ возвращении ИЗ возбужденного состояние в невозбужденное [27]. Метод является строгим физическим методом, однако наблюдаемые Е-поля интерпретируются его разработчиками как поля особой природы, присущей только живым организмам. Эта позиция воспринимается академической наукой как метафизическая [54]. Кроме того, высоковольтные поля могут изменять поверхностные свойства объекта. В разделе описан новый оптический метод детектирования Е-полей биологических объектов, основанный на низковольтных электрооптических эффектах в НЖК.

Объектом исследования был человеческий волос диаметром около 10 мкм, помещенный в полость электрооптической ЖКЯ с толщиной слоя НЖК 80 мкм. Малые толщины слоя НЖК позволяют исследовать электрический рельеф на поверхности объектов при малых напряжениях внешнего Е-поля. ЖКЯ представляла собой электролитический конденсатор с НЖК, размещенным между разделенными прокладками плоскопараллельными стеклянными подложками, на внутренней стороне прозрачный токопроводящий которых нанесен слой. Подложки склеивались периметру. На поверхности подложек по задавалась планарная ориентация НЖК. ЖКЯ заполнялась материалом ЖК-1289 $(\Delta n=0,169; \Delta \varepsilon > 0)$ разработки НИИОПиК. Удельная электропроводность составляла величину $\approx 1 \, 10^{-13} \, \text{Om}^{-1} \text{сm}^{-1}$. Исследовались три ЖКЯ, в каждую помещалось по три образца волоса параллельно направлению ориентации. Волосы с помощью прокладок размещались в средней части ячейки. Они принадлежали молодому человеку, не были ни окрашены, ни подвержены болезни.

Методика эксперимента была наблюдении основана на в поляризованном свете эффекта переориентации молекул НЖК в ячейке вблизи биологического объекта при приложении внешнего напряжения. Источником питания служил генератор низкочастотного напряжения. Измерительная установка содержала ПОМ с исследуемой ЖКЯ на рабочем столе и цифровой камерой, генератор низкочастотного напряжения и вольтметр. Наблюдения производились в режиме на просвет; регистрация статических и переходных динамических процессов переориентации слоя НЖК осуществлялась цифровой фотокамерой. На экране дисплея наблюдались с высоким цветовым контрастом и измерялись размеры волоса и деформированного слоя НЖК вокруг него.

Эксперименты дали следующие результаты. В отсутствие внешнего Е-поля в окрестности волоса наблюдалась небольшая деформация слоев НЖК, вызванная влиянием поверхности на ориентацию прилегающих слоев. Выявлялись дефекты рельефа поверхности волоса и его формы (рис. 64а). Диаметр зоны деформации НЖК $d_{\rm жк}$ измерялся и сопоставлялся с диаметром волоса *d*. Область деформации $d_{\rm жк}$ в отсутствии внешнего Еполя (*U*=0) составляла в среднем величину 1,3*d*.

При подаче напряжения 2В в диапазоне частот 1-10 Гц область деформации слоя НЖК вблизи волоса увеличивалась за доли секунды [23]. С увеличением напряжения область деформации плавно возрастала. Измерения проводились для напряжения 10 В на частоте 1 Гц. При этих

условиях более четко наблюдалась граница области деформации НЖК. В начальный момент времени область деформации $d_{\text{жк}}$ для свежесрезанного («живого») волоса имела величину 3,5*d* (рис.64б).



Рис.64. Изображение деформированного слоя НЖК в одной из ЖКЯ в зоне волоса через день после срезания, наблюдаемое в поляризованный микроскоп: a - U=0 B; 6 - U=10 B, f=1 Гц, $d \ge 0.15$.

Исследовалась зависимость $d_{\text{жк}}$ от времени. Обобщенные результаты исследований для трех ячеек приведены на рис.65. Со временем величина $d_{\text{жк}}$ плавно уменьшалась и на 9-й день после срезания достигала в среднем величины 2,3*d*. Такую же величину $d_{\text{жк}}$ имели образцы после года хранения (рис.65, кривая 4) или после температурного воздействия в 120°С, убивающего живую ткань (рис.65, кривая 4) [120]. После 9-го дня дальнейшее уменьшение деформированной зоны не зарегистрировано.

Полученные результаты были сопоставлены с результатами исследования интенсивности свечения волоса методом ГРВ, выполненные под руководством профессора К.Г. Короткова и любезно представленные автору. Изменение интенсивности свечения волоса человека во времени для двух образцов после момента их срезания с головы испытуемых показаны на рис.66. Характер зависимостей, представленных на рис.65 и 66, совпадает.

Полученные в настоящей работе результаты свидетельствуют о возможности применения ЖК для визуализации электрических полей биологических объектов и их динамики во времени. При этом ЖК ведут себя как пространственно-временной модулятор света, осуществляя локальную модуляцию излучения в реальном масштабе времени. Метод основан на деформации слоя НЖК в неоднородном Е-поле. Особенностью изучаемого биологического объекта является наличие собственного электрического поля. Возникающая зона деформации НЖК в окрестности волоса вызвана суперпозицией поля биологического объекта и внешнего Е-поля.



Рис.65. Обобщенные результаты исследований деформированных областей ЖК для различных объектов и условий проведения экспериментов в течение времени (в днях):

1, 2, 3 – зависимость *d*жк/*d* для 3-х ЖКЯ при *U*=10 В, *f*=1 Гц.

4 – зависимость *d*жк/*d* для ЖКЯ при *U*=10 В, *f*= 1 Гц через год после срезания волоса.

5 – зависимость d # k/d для ЖКЯ при U=10 В, f=1 Гц после температурного воздействия на образец в 120°С.

6 — зависимость *d*жк/*d* для ЖКЯ в отсутствии электрического поля; деформация вызвана воздействием поверхности образца.

Высокая чувствительность и пространственная разрешающая способность, экспрессивность, неразрушающее воздействие на объект, простота и низкая стоимость явились основанием для применения метода НЖК в изучении приповерхностных Е-полей биологических объектов.



Рис.66. Изменение интенсивности свечения волоса человека во времени для двух образцов после их срезания с головы испытуемых. По данным К.Г. Короткова, полученным методом ГРВ.

Преимущество предложенного метода состоит В использовании низковольтных электрооптических эффектов в НЖК, не вызывающих заметных изменений свойств изучаемых объектов. Достоинством метода НЖК является его возможность определять значения собственных Е-полей биологических объектов, основанная на развитой теории электрооптических эффектов в НЖК. Его применение для изучения Е-полей живых и неживых объектов малых размеров, а также границы между живой И неживой тканью, открывает возможности для использования в биологии и медицине.

5. ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ НЖК ДЛЯ ДЕФЕКТОСКОПИИ В КОНФОКАЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ И МИКРОСКОПИИ СВЕРХВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

В последние годы для исследования ориентации ЖК в объеме нашли методы атомно-силовой, сканирующей применение туннельной И конфокальной микроскопии. Однако авторы не ставили своей задачей использовать эти методы для решения задач дефектоскопии. С другой стороны, представляется достаточно очевидным возможность их использования для решения обратной задачи – выявления источников нарушения ориентации НЖК, т.е. дефектов поверхности.

В одной из первых работ приведены полученные с помощью сканирующего туннельного микроскопа изображение молекул двухкомпонентной смеси 8ЦБ и 12 ЦБ на поверхности MoS₂ и ее графическая интерпретация [77]. Метод атомно-силовой микроскопии (ACM) был применен для исследования гомеотропно ориентированного слоя НЖК. Было обнаружено, что при формировании этого слоя первым монослоем является двумерный СЖК, далее идет переходная область, где реализуется фазовый переход СЖК—НЖК, а выше формируется НЖК.

Методы атомно-силовой и сканирующей поляризационной микроскопии были применены для исследования ориентации НЖК в объеме, в частности, в направлении, перпендикулярном к подложке (по оси Z) [75]. На рис.67 представлена принципиальная схема определения ориентации молекул.



Рис.67. Схема определения ориентации молекул НЖК в объеме слоя

Сверхминиатюрный зонд, представляющий собой оптическое волокно с внутренним диаметром 50 нм, помещен в слой НЖК. Источником излучения является He-Ne лазер (λ =532 нм), свет от которого проходит поляризатор, фазовые пластинки, модулятор, управляемый модулятором, и направляется в сканирующий зонд. Далее свет проходит через слой НЖК, анализатор и объектив, после чего регистрируется

светоприемником и после обработки выводится на экран монитора (рис.68).

В работе было предложено использовать кантеливер ACM для создания нанорельефа на подложке, покрытой полиимидом. Создание регулярного нанорельефа представляет интерес для его использования в качестве ориентирующего слоя в дисплейных применениях. Принцип создания нано рельефа иллюстрирует рис.68.



Рис.68. Принципиальная схема установки для сканирования зонда микроскопа сверхвысокого разрешения относительно слоя НЖК.

Кантеливер, представляющий собой жесткую консоль, содержит зонд, выполненный в виде иглы с диаметром острия около 20 нм. Этим зондом он процарапывает поверхность, снимая слой атомов, как это показано на рис.69. Изменяя направление сканирования зонда, можно получить различный рельеф поверхности с определенным профилем и углом наклона борозд.

сформированным Ha подложку co нанорельефом наносился слой НЖК. ориентация молекул которого свободный по оси Ζ исследовалась зондом. Обнаружено, что вблизи подложки (до 200 нм) ориентация молекул совпадает с рельефом поверхности. При увеличении расстояния до 500 нм влияние рельефа на ориентацию существенно ослабевает. Метод позволяет эффективно определять ориентацию молекул в объеме НЖК.

Для изучения ориентации директора в объеме слоя ЖК использовался метод флуоресцентной конфокальной поляризационной микроскопии (ФКПМ) [97-100]. Схема микроскопа для изучения ориентации ЖК в объеме приведена на рис.70.



Рис.69. Принцип создания нано рельефа на подложке [75].



Рис.70. Принципиальная схема ФКПМ для изучения ориентации ЖК в объеме.

В изучаемый ЖК добавлялся флуоресцентный краситель в количестве 0,01% (по весу). В работе [97-100] были исследованы НЖК и

СЖКА с добавкой красителя п, п'- бис(2,5 дитерт-бутилфенил)-3,4,9,10перилен-эдикарбоксимида с помощью микроскопа Olympus Fluoview BXполяризаторами. Возбуждающее флуоресценцию 50. оснащенного излучение осуществлялось Ar-лазером (λ=488 Лазерный нм). лүч фокусировался объективом в малый объем ЖК (< 1мкм³). Флуоресценция от этого объема регистрировалась с помощью фотоумножителя (PMT1) в спектральном диапазоне 510-550 нм. Диафрагма диаметром 100 мкм, расположенная перед фотоумножителем, ограничивала сигнал от соседних от выбранного объема зон. Малая мощность лазера (100 нВт) исключала влияние излучения на ориентацию молекул красителя. Интенсивность флуоресценции была максимальной, когда поляризация излучения была параллельна директору, и минимальной, когда перпендикулярна ему. зависимость интенсивности флуоресцентного Сильная сигнала ОТ ориентации красителя позволяла определять ориентацию молекул ЖК в объеме. Сканирование фокусированного луча по горизонтали и вертикали (по оси Z) давало полную картину ориентации в объеме. Разрешение по оси Z составило около 1 мкм. Существующие методы обработки изображений позволяют областям излучения различной интенсивности придавать различные цвета, что делает более наглядными результаты эксперимента. Рассмотренная методика была эффективно использована для исследования эффекта Фредерикса в ЖКЯ в окрестности дефектов в объеме ЖК (рис.71) и при различных величинах управляющего напряжения (рис.72).



Рис.71. Зависимость интенсивности флуоресцентного сигнала от ориентации красителя позволяла определять ориентацию молекул ЖК в объеме (а) в окрестности точечного дефекта(b) [100].



Рис.72. Картины распределения интенсивности излучения в сечениях по вертикали в ЖКЯ (а) и результаты компьютерного моделирования угла θ между директором и нормалью к поверхности (б) при переходе Фредерикса в НЖК.

Предложенный метод позволяет исследовать динамику процесса переориентации молекул с временным разрешением 1 мс, а также ориентацию молекул.

Все это открывает большие перспективы применения метода НЖК для решения задач дефектоскопии поверхности в микроскопии сверхвысокого разрешения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложен новый тип ПОМ с расширенными функциональными возможностями на основе ЖК ПВМС, позволяющий осуществлять визуализацию невидимых физических полей на поверхности объекта: межмолекулярных взаимодействий, полей сил характеризующих структурные свойства поверхности, электрических, магнитных полей, а также ряд иных свойств поверхности. Визуализация этих полей является характеризуемым простотой. экспрессивным методом, высокой чувствительностью, и пространственным разрешением, ограниченным пределами оптической микроскопии.

Достоинством использования нового ПОМ является его метрологические возможности, позволяющие осуществить расчет характеристик внешнего воздействия.

Новый ПОМ универсальным является исследовательским кристаллографии, инструментом, используемым минералогии, В материаловедении, тонкопленочной и нанотехнологиях, и особенно в медицине и биологии. Перспективным представляется его применение в биофотонике для регистрации невидимых электрических полей биологических объектов.

Предложенный принцип ПОМ является новым, независимым и альтернативным методам красителей и люминесцентных меток; он расширяет возможности научной фотографии при регистрации невидимых физических полей.

Идею оптическую схему ЖК введения В элемента можно распространить на другие оптические микроскопы: интерференционные, фазово-контрастные, голографические и др. Реально распространить ее и на неоптические микроскопы, например, ближнепольные и микроскопы сверхвысокого которых разрешения, В можно использовать ЖК нанокомпозиты.

Завершить пособие я хочу словами Марциала Марка: «Есть в моей книге хорошее. Кое-что слабо. Немало есть и плохого. Других книг не бывает, мой друг».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Аргунова Т.С., Керпелева С.Ю., Теруков Е.И., Томилин М.Г., Шульпина И.Л. Применение НЖК в исследовании неоднородности кремниевых структур // Сб. трудов межд. конф. Прикладная оптика 2000, СПб., ГОИ, Т.1, с. 29-30.

2. Атрошенко С.А., Жигалева Н.И., Мещеряков Ю.И., Томилин М.Г. Визуализация с помощью НЖК мод структурных деформаций // Письма в ЖТФ. 1993. Т. 19. № 10. С.33-35.

3. Атрошенко С.А., Мешеряков Ю.И., Томилин М.Г. Применение НЖ для визуализации динамически инициируемых мод деформаций в меди // Журн. ОМП, 1994. № 7. С. 65-68.

4. Аэро Э.Л., Булыгин А.Н. Линейная механика ЖК // Физика твердого тела. 1971. Т.13. № 6. С. 1701-1714.

5. Аэро Э.Л., Томилин М.Г. К теории устройств отображения информации на ЖК // Мат. 3-го отрасл. семинара «Опт. свойства ЖК и их применение». Л.: ГОИ. 1984. С. 98-115.

6. Аэро Э.Л., Бахшиев Н.Г., Томилин М.Г. Визуализация поверхностных дефектов различной природы с помощью НЖК // Оптика жидких кристаллов. Л.: ГОИ. 1986. Т.60. Вып. 194. С. 91-121.

7. Аэро Э.Л. Двулучепреломление НЖК вблизи неоднородной поверхности // Оптика и спектроскопия. 1986. Т.60. Вып.2. С. 347-353.

8. Аэро Э.Л., Томилин М.Г. Применение ЖК для неразрушающего контроля оптических материалов, деталей и изделий // Журнал ОМП. 1987. № 8. С. 50-69.

9. Аэро Э.Л. Электро- и магнитооптические эффекты в криволинейных областях, заполненных НЖК // Оптика и спектроскопия. 1995. Т.79. Вып.2. С. 320-328.

10. Аэро Э.Л., Бессонов Н.М., Веретенникова Т.В. Магнитоупругие деформации НЖК и задачи визуализации и отображения информации в неоднородных М-полях // Опт. журнал. 1998. Т.65. №7. С. 47-50.

11. Барсуков О.А., Евстрапов А.А., Томилин М.Г. Оптический поляризационный микроскоп. Заявка N 2008127133 от 20.06.2008.

12. Боден Г., Кюхлер З. Исследование эффектов поверхности стекол с помощью ЖК // Физика и химия стекла. 1982. Т.8. № 2. С. 187-191.

13. Бахшиев Н.Г. Спектроскопия межмолекулярных взаимодействий. Л.: Наука. 1976. 263 с.

14. Васильев А.А., Касасент Д., Компанец И.Н., Парфенов А.В. Пространственные модуляторы света. М. Радио и связь. 1987. 320 с.

15. Глебов Л.Б., Мухамадеева А.Р., Никаноров Н.В., Томилин М.Г. Применение НЖК для визуализации гетерофазных структур в стеклообразных материалах // Опт. журн. 1994. № 7. С. 63-64.

16. Гохштейн А.Я. Поверхностное натяжение твердых тел и адсорбция. М.: Наука. 1976. 399 с.

17. Гриценко Н.И., Коваль Ю.Д., Маркова О.З., Мошель Н.В. Применение НЖК для визуализации рассеянных электрических полей в изделияхмикроэлектроники // Микроэлектроника. 1980. Т.19. № 5. С. 444-449.

Дистлер Г.И. и др. Декорирование твердых поверхностей. М., Наука.
1976.

19. Думаревский Ю.Д., Ковтанюк Н.Ф., Лапшин А.Н., Освенский В.Б., Шифрин С.С. Визуализация дефектов в полупроводниковых монокристаллах структурами МДП-ЖК // В сб. Применение жидких кристаллов в неразрушающем контроле оптических материалов и изделий. Методические рекомендации. Под ред. М.Г. Томилина. Изд. ГОИ им. С.И. Вавилова. Л., 1987. С. 43-56.

20. Дун А.З., Меркин С.Ю, Бухарова Т.А. и др. Фотоэлектрооптический преобразователь. В кн.: Проблемы и перспективы оптических методов обработки изображений // Ред. С.Б. Гуревич и В.К. Соколов. Л.: ФТИ им. А.Ф. Иоффе. 1984. С. 133–145.

21. Иванов В.Ф., Иванова В.Т., Ракутина Р.О., Исакова А.А., Томилин М.Г., Яблоков М.Ю. Способ определения вирусов гриппа с помощью ЖК // Патент №220044, приоритет 9 марта 2005

22. Иванов В.Ф., Иванова В.Т., Ракутина Р.О., Исакова А.А., Томилин М.Г., Яблоков М.Ю. Оптический метод диагностики вирусов гриппа на основе НЖК // Оптический журнал, 2006, Т. 73, № 8, с. 90-92.

23. Иванова Н.Л., Коротков К.Г., Томилин М.Г. Оптические исследования волоса человека с помощью ЖК. Труды VII межд. конференции «Прикладная оптика 2006», СПб, 2006, том 4. С. 131-134.

24. Иванюк Г.Ю., Томилин М.Г. Применение НЖК для визуализации магнитных доменов на поверхности материалов // Журн. ОМП, 1994. № 4 С. 140-144.

25. Калинцев А.Г., Рахманова А.Р., Томилин М.Г., Якобсон В.Э. Структурные дефекты в кристаллах КТП и их связь с эффективностью удвоения частоты излучения // Опт. журн. 1995. № 11. С. 86-88.
26. Керпелева С.Ю., Кудоярова В.Х., Томилин М.Г., Теруков Е.И. Визуализация дефектов поверхности кремниевых материалов методом НЖК / Оптический журнал. 2003. № 7. С. 71-73.

27. Коротков К.Г. Основы ГРВ биоэлектрографии. СПб: СПбГИТМО (ТУ). 2001. 360 с.

28. Матвеенко В.Н., Кирсанов Е.А. Декорирование дислокаций в монокристаллах твердых тел жидкими кристаллами / Сб. тезисов 2-й конф. соц. стран по ЖК. Болгария, 1977.

29. Микроскопы. Под ред. Н. И. Полякова, М., 1969.

30. Миранцев Л.В. Деформированная смектическая А-структура в НЖК вблизи поверхности твердой подложки с микрорельефом // Тез. докл. XV межд. конф. «Математические модели, методы потенциала и конечных элементов в механике деформируемых тел», 19-22.06.1996. СПб. Изд. СПб ГТУ, с.87.

31. Михель К. Основы теории микроскопа, пер. с нем., М., 1955.

32. Пасынкова О.В., Рубан Ю.В., Томилин М.Г., Чудор И.В. Визуализация структурных неоднородностей кристаллических элементов из оптического кварца // Журн. ОМП, 1991. № 7. С. 69-71.

33. Повзун С.А., Томилин М.Г. Способ выявления структурных неоднородностей в тканях человека с помощью НЖК. Патентом № 2166194 от 22.06.1998.

34. Применение жидких кристаллов в неразрушающем контроле оптических материалов и изделий // Методические рекомендации. Под ред. М.Г. Томилина. Изд. ГОИ им. С.И. Вавилова. Л., 1987. 85 с.

35. Пространственные модуляторы света // Под ред. С.Б. Гуревича. Л.: Наука, 1977.

36. Ринне Ф., Берек М. Оптические исследования при помощи поляризационного микроскопа. Пер. с нем., М. 1937.

 Рытов С.М. О методе фазового контраста в микроскопии // УФН., 1950. Т.XLI. вып.4. С. 425-451.

38. Томилин М.Г. Поляризационный метод изучения поверхностей с использованием ЖК // Журнал ОМП. 1985. № 9. С. 22-25.

39. Томилин М.Г., Калугин Ф.И., Кулешов А.И., Марухно Л.Г., Тихомиров Г.П., Туровская Т.С. Изучение дефектности поверхностей оптических деталей после механической обработки с помощью ЖК // Журнал ОМП, 1987. № 4. С. 39-42.

40. Томилин М.Г. Регистрирующие среды на жидких кристаллах // В книге Перспективы и возможности несеребреной фотографии. Л., Химия. 1988. С. 172-195.

41. Томилин М.Г. ЖК в исследовании состояния внутренних поверхностей микроканалов // Журнал ОМП. 1989. № 6. С. 41-43.

42. Томилин М.Г. "Snake-skin" эффект в тонких слоях нематиков на поверхности металлов // Опт. журн. 1997. Т.64. № 5. С. 55-57.

43. Томилин М.Г., Полухин В.Н., Левин П.В. НЖК в неразрушающем контроле микроканальных элементов // Опт. журн. 1998. Т.65. № 7. С. 55-57.

44. Томилин М.Г., Повзун С.А. Применение ЖК для декорирования структурных неоднородностей в гистологических срезах тканей человека // Опт. журн., 1998. Т. 65, № 7. С. 58-59.

45. Томилин М.Г., Повзун С.А., Киланов А.А. Применение нематиков для оптической диагностики злокачественных опухолей // Опт. журн., 1999. Т. 66, № 1. С. 141-144.

46. Томилин М.Г., Повзун С.А., Киланов А.А. Применение нематиков для объективной диагностики злокачественных опухолей // Журнал научной и прикладной фотографии, 1999, т.44, №4, с. 27-31.

47. Томилин М.Г. Взаимодействие жидких кристаллов с поверхностью. Изд. Политехника. СПб, 2001. 325 с.

48. Томилин М.Г., Повзун С.А., Грибанова Е.В., Ефимова Т.А. Исследование с помощью нематиков поверхностного натяжения тканей с целью диагностики злокачественных опухолей // Опт. журн. 2001. Т.68. № 9. С. 73-77.

49. Томилин М.Г., Иванов В.Ф, Чеберяко К.В., Ванников А.В. Использование нематиков для изучения неоднородности проводимости полимерных структур // Опт. журн. 2004. Т.71. № 11. С. 95-96.

50. Томилин М.Г., Галяметдинов Ю.Г., Кузнецов П.А. Применение парамагнитных жидких кристаллов с гигантской магнитной анизотропией для изучения структуры доменов в магнитных материалах // Жидкие кристаллы и их практическое использование, 2004, вып. 3-4. - С. 81-90.

51. Томилин М.Г., Курмашов А.Ф., Повзун С.А. Использование нематических жидких кристаллов для диагностики злокачественных опухолей // Журнал «Жидкие кристаллы и их практическое использование», Иваново. 2004. Вып. 2. С. 86-90.

52. Томилин М.Г., Пестов С.М. Свойства ЖК материалов. Изд. Политехника. СПб, 2005. 296 с.

53. Томилин М.Г., Галяметдинов Ю.Г., Кузнецов П.А. Применение парамагнитных жидких кристаллов с гигантской магнитной анизотропией для изучения структуры доменов в магнитных материалах // Опт. журн. 2005. Т. 74, № 9. С. 32-36.

54. Томилин М.Г. Кирлиан-эффект: физика и метафизика // Машины и механизмы. 2008. №1. С.28-33.

55. Томилин М.Г., Барсуков О.А. Новый поляризационный микроскоп с расширенными функциональными возможностями // Опт. и спектр. (в печати).

56. Тудоровский А. И., Теория оптических приборов, 2 изд., ч. 1-2, М. - Л., 1948-52.

57. Федин Л. А., Микроскопы, принадлежности к ним и лупы, М., 1961.

58. Федин Л. А., Барский И. Я., Микрофотография, Л., 1971.

59. Франсон М., Фазово-контрастный и интерференционный микроскопы, пер. с франц., М., 1960.

60. Хайрятдинов И.А., Чувыров А.Н. Взаимодействие электрического поля в минералах с ЖК // ДАН СССР. 1980. Т. 255. №2. С. 437-439.

61. Чилая Г.С. Физические свойства и применения жидких кристаллов с индуцированной спиральной структурой. Мецниереба, Тбилиси. 1985. 88 с.

62. Чуриловский В.Н. Теория оптических приборов. Изд. «Машиностроение». М. - Л., 1966. 564 с.

63. Aero E.L., Tomilin M.G. The application of LCs for nondestructive testing of optical materials, elements and systems // Sov. J. Opt. Techn. 1987. Vol. 8. P. 50-59.

64. Barber N., Strugalski Z. A new method for solid surface topographical studies using NLC // Appl. Physics A. 1984. V. 38. P. 209-211.

65. Bessmeltsev S.S., Lendiaev A.V., Skvortsova Y.A., Tarlykov V.A. Lazer diffractometry of erythrocyte deformation under the hypoosmotic hemolysis // St. Petersburg, Russia. Proceed. of SPIE. 2000. Vol. 4316. P. 83-88.

66. Brown G.H., Wolken J.J. Liquid crystals and biological structures. Academic Press. N-Y. 1979.

67. Bulgarian patent. Reg. N 110231/13.10. 2008.

68. Carl D., Kemper B., Wernicke G., and G. von Bally. Parameter optimized digital holographic microscope for high resolution living cell analysis // Appl. Opt. 2004. 43. P. 6536-6544.

69. Casasent D. Photo DKDP light valve: a review // Optical Engineering, 1978. Vol. 17. P. 365–370.

70. Chigrinov V.G., Nevskaya G.E. Electro-optic LC methods for nondestructive testing of solid surfaces // Mol. Cryst. Liq. Crys. 1991. Vol.209. P. 9-18. 71. Chigrinov V.G. Liquid Crystal Devices: Physics and Applications. 1999. 380 p.

72. Dasgupta R., Mohanty S.K., Gupta P.K. // Optics & Photonics News. 2003. December, 16.

73. De Gennes P.G. Structures en domains dans un nematiques sous champ magnetique // Solid State Commun. 1970. Vol. 8. P. 213-216.

74. De Jew W.H., Classen W.A.P. The elastic costants of NLC terminally substituted azoxybenzenes // J. Chem. Phys. 1977/ Vol. 67. № 8. P. 3705-3712.

75. De Luca A., Barna V., Atherton T. J., Carbone G., Rosenblatt C. Optical Nanotomography of Liquid Crystals // Books of Abstracts 12th Intern. Topical Meet. on Optics of Liquid Crystals. October 2007. Puebla City, Mexico.O-65.

76. Freedericksz V., Zolina V. On the use of magnetic field in the measurement of the forces tending to orient an anisotropic liquid in a thin homogeneous layer // Trans. Amer. Electrochem. Soc. 1929. Vol.55. P. 85-96.

77. Frommer J. Liquid crystals – as seen by scanning tunneling microscopes // Liquid Crystals Today. 1993. Vol.3. №2. P. 1, 5-12.

78. Galyametdinov Yu.G., Haase W., Malykhina L., et. al. // Chem. Europ. J. 2001. Vol. 7. P. 99.

79. Glagorova M., Yanovec V. LC orientation on ferroelectric substrate // Proceed of IV ICSC on LCs. Tbilisi. 1981. Vol. 2. P. 272.

80. Grandjean F.L. L'orientation des liquids anisotropes sur les cristaus // Bull. Fr. Miner. 1916. V.39. P. 164.

81. Hasegawa M., Itoh N., Sakamoto M., et. al. Alignment technologies and applications of liquid crystal devices. CRC PRESS, 2005. 320 p.

82. Horwitz B.A., Corbett F.J. The PROM theory and application to for the Pockels redout optical modulator // Optical Eng., 1978. Vol. 17, № 4. P. 353-364.

83. Hou S.L., Oliver D.S. Pockels redout optical memory using $Bi_{12}SiO_{20}$ // Appl. Phys. Lett., 1971. Vol 18, No 4. P. 325–328.

84. Ivanov N.P., Tikhomirova N.A. The first type phase transition front visualization in ferroelectric-LC sandviches // Proceed of IV ICSC on LCs. Tbilisi. 1981. Vol. 2. P. 285.

85. Ivanyuk G.Yu., Tomilin M.G. NLC thin layer application for analysis // Liquid Crystals. 1993. Vol. 14. № 5. P. 1599-1606.

86. Jang C.-H., Cheng L.-L., Olsen Ch.W., Abbott N.L. Anchoring of NLCs on viruses with different envelope structures // Nano Letters, 2006, Vol.6, № 5, P. 1053-1058.

87. Kahn F.J., Taylor C.N., Shonhorn H. Surface-produced alignment of LCs // Proceed. IEEE, 1973, Vol.61, P. 823-829.

88. Kelker H., Hartz R. Handbook of liquid crystals. Weinheim: Verlag-Chemie, 1980. 917 p.

89. Kerpeleva S.Yu., Tomilin M.G., Terukov E.I. LC Vision: The New Application to Silicon Surface Defects Testing. // Mol. Cryst. Liq. Cryst., 2001, Vol. 368, pp. 1-8.

90. Khoo I.-C. Liquid crystals. John Wiley & Sons. 2007. 383 p.

91. Liquid crystals and their applications // Ed. by Thomas Kallard. Optosonic Press. 1970. 156 p.

92. Liquid crystals: applications and uses // Ed. by Birendra Bahadur. World Scientific Publishing Co., Inc. Vol. 1, 1990, 602 p.; Vol. 2, 1991, 448 p.; Vol. 3, 1992, 424 p.

93. Mikhailova-Kadikova T.S., Stepanova A.A., Tomilin M.G. LC vision: new application in viruses detecting // Int. Conf. on Optics and Optoelectronics, IRDE, Dehradun, P. 24. 2005.

94. Petrov M.P., Khomenko A.V., Shlyagin M.G. On mechanism of image recording and erasure in PROM device // Ferroelectrics, 1980. Vol. 28. P. 407.

95. Sabashvili A.S., Frolova E.K., Ryabchenko S.M., Sarbey O.G. NLC orientation by crystalline substrates // Proceed of IV ICSC on LCs. Tbilisi. 1981. Vol. 2. P. 306.

96. Shiyanovskii S.V., Schneider T., Smalyukh I.I. et al. Real-time detection based on director distortion around growing immune complexes in lyotropic chromonic LCs // Phys. Rev. E 71. 2005. 020702-1-020702-4.

97. Smalyukh I.I., Shiyanovskii S.V., Lavrentovich O.D. Three-dimensional imaging of orientational order by fluorescence confocal polarizing microscopy // Chem. Phys. Lett., 2001. Vol. 336. P. 88-96.

98. Smalyukh I.I., Lavrentovich O.D. 3D director structure of defects in Grandjean-Cano wedges of cholesteric LCs studied by fluorescence confocal polarizing microscopy // Phys. Rev. 2002. E 66, 051703.

99. Smalyukh <u>I.I., Senyuk</u> B.<u>I., Palffy-Muhoray</u> P., <u>Lavrentovich</u> O.D., <u>Huang</u> H., <u>Gartland</u> <u>E.C., Bodnar Jr.</u>V.H., <u>Kosa</u> T., Taheri. <u>B.</u> Electric-fieldinduced nematic-cholesteric transition and three-dimensional director structures in homeotropic cells // Phys. Rev. E 72, 2005. 061707.

100. Smalyukh I.I., <u>Senyuk</u> B.<u>I.</u>, Shiyanovskii S.V., Lavrentovich O.D., Kuzmin A.N., Kachynski A.V., Prasad P.N. Optical trapping, manipulation, and 3D imaging of disclination in LCs and measurement of their line tension // Mol. Cryst. Liq. Cryst. 2006. Vol. 450. P. 79-95.

101. Song J., Cheng Q., Zhu S., Stevens R.C. "Smart" materials for biosensing devices: cell-mimicking supramolecular assemblies and colorimetric detection of pathogenic agents // Biomedical Microdevices: 4:3. 2002. P. 213-221.

102. Sonin A. The surface physics of LCs. Amsterdam: Gordon and Breach Publ. 1995. P. 118-122.

103. Spatial Light Modulators // Ed. by Geoffrey Burdge and Sadik C. Esener. From the Topical Meeting March 17-19, 1997, OSA Trends in Optics and Photonics Series, Volume 14, Incline Village, Nevada.

104. Tikadzumi S. Physics of Ferromagnetism, (Mir). 1988. 400p.

105. Tikhomirova N.A., Ginsberg A.V. NLC drop's behavior on the anisotropic surface // Advances in LC research and application. Pergamon Press, Oxford-Budapest. 1980. P. 651-655.

106. Tikhomirova N.A., Dontsova L.I., Pikin S.A. Electrodiffussion process in FLC sandwiches // Proceed of V-th ICSC on LC. Odessa. 1983. Vol.1. Part.2. P. 189.

107. Tomilin M.G. New physical method to study characteristics of the surface coated by NLC // Mol. Cryst. Liq. Cryst. 1990. Vol.193. P. 7-11.

108. Tomilin M.G. LC vision // Optical information processing. SPIE, 1993. Vol. 2051. P. 286-294.

109. Tomilin M.G., Marioge R.-P, Mercier R., Mullot M., Tissot G., Bernstein L., Roblin G. The use of NLC in detection of polished glass surface defects // Optics (Paris). 1994. Vol. 25. № 5. P. 195-199.

110. Tomilin M.G., Flegontov Yu.A. The application of phase transitions in LC vision // Abstr. Book of 16-th ILCC. Kent, Ohio: Kent state university. 1996. P. 106.

111. Tomilin M.G., Rachmanova A.R., Solovjeva I.I. LC vision: the application of NLCs for solid crystals defectoscopy // Proceed of ILCW "Surface phenomena". SPIE, 1996. Vol. 2731. P. 199-206.

112. Tomilin M.G., Povzun S.A. The application of NLC for decoration structural inhomogeneities in histological sections of human tissues // Sov. J. Opt. Techn., 1998. Vol. 7. P. 58.

113. Tomilin M.G., Kilanov A.A., Povzun S.A. The use of nematics for optical diagnosis of malignant growth // Mol. Cryst. Liq. Cryst, 1999, V. 41, p. 341-346.

114. Tomilin M.G., Kilanov A.A., Povzun S.A. LC vision: new application in cancer detection // Mol. Cryst. Liq. Cryst., 2000, V. 351, p. 1-8

115. Tomilin M.G., Povzun S.A., Gribanova E.V., Efimova T.A. New criterion of cancer detection based on NLC molecules orientation // Mol. Cryst. Liq. Cryst., 2001, V. 367, p. 133-141.

116. Tomilin M.G., Soms L.N. New horizons of optical instruments opened by liquid crystal elements // Abstr. of 6 ECLC, Germany, Halle. 2001. 9P-22.

117. Tomilin M.G., Bessmeltsev S.S., Smirnova I.G., Stafeev S.K., Tarlykov V.A. LC Vision application to erythrocytes pathology detecting // Book of Abstract ECLC2007, 9-th European conference on Liquid Crystals, Lisbon, Portugal, July 2-6, 2007.

118. Tomilin M.G. LC vision application to objective detecting solutions smell and taste // Book of Abstract 12th International Topical Meeting on Optics of Liquid Crystals, October 1-5, 2007.Hotel NH, Puebla City, Mexico, O-11, p.34.

119. Tomilin M.G. LC vision in detecting tea structures // Programme and Book of Abstracts "Optics and Laser Applications in Medicine and Environmental Monitoring for Sustainable Development". 19-24 November, 2007. University of Cape Coast, Ghana. P.81.

120. Tomilin M.G. How to display biological objects E-field // Abstract of SID-ME Chapter Spring Meeting 2008, March 13-14, 2008. Abbe Center, Beutenberg Campus, Jena, Germany.

121. Tomilin M.G. and Evstrapov A.A. New optical microscope for invisible physical field's visualization // Proceed. of ICO 2008. Australia, Sydney. 7-10 July 2008. P. 140; New polarizing microscopy technique based on LC SLM for objective tea quality detecting // Proceed. of IC Trends in Optics & Photonics. Calcutta, India. March 1-4, 2009. P.362-367.

122. Tomilin M.G., Stafeev S.K. LC Vision Application to Solution Components Structure Investigation // Mol. Cryst. Liq. Cryst. 2008. Vol.494. P. 231–241.

123. Tomilin M.G., Barsukov O. New optical polarizing microscope based on LCs // Proceed. of 22 ILCC 2008.

124. Wall M.A. Liquid crystals for nondestructive testing // Bibliog. Review. Harwell, Bershire: Atomic energy research establishment, 1972. 19 p.

125. Yang D.-K., Wu S.-T. Fundamentals of Liquid Crystal Devices. John Wiley & Sons. 2006. 387 p.

126. Fotakis S. Lotus effect // ICO 21-2008 Congress Optics for the 21st Century, Book of Proceedings, Sydney, 7-10 July 2008. P.40.

Редакционно-издательский отдел

Санкт-Петербургского государственного университета информационных технологий, механики и оптики

197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49

