

## ТОЧНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛА ПРЕДНАКЛОНА В ТОНКИХ ПЛЕНКАХ НЕМАТИЧЕСКИХ ЖИДКИХ КРИСТАЛЛОВ

С.В.Яблонский, А.С.Михайлов, С.П.Палто, С.Г.Юдин, С.В.Яковлев, Г.Дюран\*

Институт кристаллографии РАН  
117333 Москва, Россия

\*Laboratoire de Physique des Solides, Universite Paris-Sud  
91405 Orsay, France

Поступила в редакцию 20 октября 1997 г.

После переработки 4 марта 1998 г.

Разработан новый метод измерения углов преднаклона в пространственно однородных и неоднородных тонких пленках нематических жидких кристаллов. В данном методе используется модуляционная эллипсометрия, основанная на зондировании приграничного слоя экспоненциально затухающей световой волной. С помощью внешнего периодического поля возбуждаются колебания директора жидкого кристалла, индуцированные флексоэлектрическим моментом сил. Периодическое изменение эллиптичности светового пучка, отраженного от границы раздела, детектируется как на первой, так и на второй гармониках возбуждающего электрического поля. Знание этих двух фурье-компонент электрооптического отклика позволяет вычислить как угол преднаклона директора  $\theta_0$ , так и его динамическое отклонение  $\delta\theta$ . Измеренные этим методом углы  $\theta_0$  и  $\delta\theta$  на поверхности электрода (ITO) и на поверхности сегнетоэлектрической пленки (сополимер винилиден фторида и трифторэтилена), ориентированной в коронном разряде, равнялись  $\theta_0 = 5.1^\circ$ ,  $\delta\theta = 0.5^\circ$  и  $\theta_0 = 89^\circ$ ,  $\delta\theta = 0.06^\circ$  соответственно.

PACS: 42.79.Kr, 61.30.Gd

**1. Введение.** Угол между оптической осью жидкого кристалла (ЖК) и граничащей с ним поверхностью (угол преднаклона) сильно влияет на рабочие параметры жидкокристаллических приборов. Например, создание угла преднаклона в затвистованных нематических ячейках позволяет избежать нежелательных эффектов, связанных с рассеиванием света от инверсионных доменных стенок, образующихся в процессе работы ячейки [1]. Создание соответствующего угла преднаклона позволяет достигнуть однородной деформации ЖК во всем образце и тем самым улучшить оптические свойства жидкокристаллической ячейки [2,3]. Поэтому, чтобы оптимизировать рабочие характеристики дисплеев, важно иметь точный метод измерения преднаклона в широком диапазоне углов.

Некоторые из методов измерения преднаклона представлены в работах [4–10]. При использовании таких методов, как интерферометрический [4], коноскопический [5], метода полного внутреннего отражения [6], магнитного нулевого метода и емкостного метода [7], метода вращения кристалла [7], необходимы ячейки с однородной ориентацией жидкого кристалла. Так как эти методы зондируют весь объем жидкого кристалла, то результирующий угол преднаклона является результатом усреднения по всей толщине слоя ЖК. Существенные ограничения, связанные с усреднением по всему объему ЖК, устранены в методах, работающих на анализе отраженного светового пучка от тонкого приповерхностного слоя жидкого кристалла [8–10]. В этом случае зондируется слой ЖК с толщиной порядка длины световой

волны. Однако, например, метод, основанный на измерении угла Брюстера [8], не работает у границы раздела металл – диэлектрик и, следовательно, не пригоден для обычных ячеек ЖК. Эллипсометрический анализ френелевского отражения [9] требует очень сложной процедуры подгонки.

В данной работе представлена новая версия модуляционной эллипсометрии для измерения угла преднаклона путем возбуждения колебаний директора ЖК в результате линейного взаимодействия переменного электрического поля с флексоэлектрической поляризацией среды.

**2. Основы теории метода.** Несколько лет назад нами был разработан метод модуляционной эллипсометрии [10], основанный на зондировании приповерхностного слоя с помощью экспоненциально затухающей оптической волны, возникающей в ЖК при полном отражении света от границы раздела между ЖК и стеклом из тяжелого флинта.

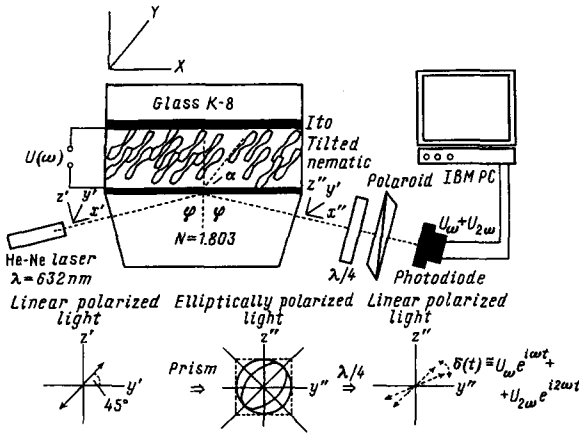


Рис.1. Схема измерения угла преднаклона  $\theta_0$  методом модуляционной эллипсометрии

Модуляция показателя преломления в приповерхностной области гомеопланарной ячейки приводит к изменению эллиптичности отраженного пучка и соответствующего фазового сдвига  $\sigma$  между необыкновенной ( $p$ ) и обыкновенной ( $s$ ) волнами:

$$\sigma = \sigma_p - \sigma_s \quad (1)$$

где

$$\sigma_p = 2 \operatorname{arctg} \frac{N \sqrt{N^2 \sin^2 \varphi - n_{eff}^2}}{n_e n_0 \cos \varphi}, \quad \sigma_s = 2 \operatorname{arctg} \frac{\sqrt{N^2 \sin^2 \varphi - n_0^2}}{N \cos \varphi},$$

$n_0$ ,  $n_e$  и  $N$  – показатели преломления жидкого кристалла и призмы, соответственно,  $\varphi > \varphi_I$  – угол падения (рис.1),  $\varphi_I$  – угол полного внутреннего отражения. Для однородной ориентации директора  $\mathbf{n}(\cos \theta, \sin \theta, 0)$  эффективный показатель преломления определяется как  $n_{eff} = \sqrt{n_0^2 \cos^2 \theta + n_e^2 \sin^2 \theta}$ ,  $\theta = \theta_0 + \delta\theta$ , где синусоидальное отклонение  $\delta\theta = \delta\theta_m \sin \omega t$  от статического угла преднаклона  $\theta_0$  создается с помощью акустического возбуждения. Фурье-анализ экспериментально измеряемой временной зависимости фазового сдвига  $\sigma(t)$  позволяет вычислить угол преднаклона  $\theta_0$  и амплитуду колебаний директора  $\delta\theta_m$  следующим образом:

$$2\delta(t) = \sigma(t) = A \Delta n_{eff}, \quad (2)$$

где  $\delta(t)$  – переменная часть азимутального угла, рис.1,

$$A = \frac{\partial(\sigma_p - \sigma_s)}{\partial n_{eff}} \Big|_{n_{eff}=n_0, n_e}, \quad \Delta n_{eff} = \frac{n_e^2 - n_0^2}{2n_0} \theta^2 \quad \text{или} \quad \Delta n_{eff} = \frac{n_e^2 - n_0^2}{2n_e} \theta^2$$

в соответствии с близостью  $\theta_0$  к оси  $X$  ( $\theta = \theta_0 + \delta\theta_m \sin \omega t \cong 0$ ) или к оси  $Y$  ( $\theta = \pi/2 - \theta_0 - \delta\theta_m \sin \omega t \cong 0$ ). Таким образом, предполагая, что  $\theta_0$  мал, имеем

$$2\delta(t) = \sigma(t) = A \frac{n_e^2 - n_0^2}{n_0} \left( \frac{2\theta_0^2 + \delta\theta_m^2}{4} + \theta_0 \delta\theta_m \sin \omega t - \frac{(\delta\theta_m)^2}{4} \cos 2\omega t \right). \quad (3)$$

Для амплитуд соответствующих фурье-компонент электрооптического отклика, измеряемого на основной и удвоенной частотах модулирующего поля, имеем

$$U(\omega) = A \frac{n_e^2 - n_0^2}{n_0} \theta_0 \delta\theta_m \left( \frac{\Delta U}{2\alpha} \right), \quad (4)$$

$$U(2\omega) = -A \frac{n_e^2 - n_0^2}{4n_0} (\delta\theta_m)^2 \left( \frac{\Delta U}{2\alpha} \right), \quad (5)$$

где  $\Delta U$  – изменение напряжения на выходе фотодетектора при вращении анализатора на угол  $\alpha$ . Таким образом, для угла преднаклона имеем

$$\theta_0 = \sqrt{\frac{\alpha}{A(n_e^2 - n_0^2)n_0^{-1}}} \frac{U(\omega)}{\sqrt{U(2\omega)\Delta U}}. \quad (6)$$

Последнее уравнение является базовым для измерений угла преднаклона и оценки точности метода.

Ключевым моментом в нашем подходе к измерению угла преднаклона является возбуждение синусоидальных колебаний директора благодаря линейному флексоэлектрическому взаимодействию нематического ЖК с внешним электрическим полем. Для достижения этого необходимо устранить диэлектрический вклад в момент сил (обусловленный квадратичным эффектом), используя компенсированный нематический ЖК, обладающий нулевой диэлектрической анизотропией. Для случая нулевой диэлектрической анизотропии мы уже нашли выражение для отклонения угла  $\delta\theta$  [11, 12]:

$$\delta\theta = \frac{(e_1 + e_3)E_m \sin 2\theta_0}{2K[L^{-1} + (1+i)\sqrt{\omega\eta/2K} + 2i\eta_s\omega]} \exp(i\omega t) \exp(iqz), \quad (7)$$

где  $q = (-1+i)(\omega\eta/2K)^{1/2}$ ,  $L = K/W$  – экстраполяционная длина, определяемая поверхностной энергией взаимодействия  $W$ ,  $e_1$  и  $e_3$  – флексоэлектрические коэффициенты,  $K$  – комбинация поперечных и продольных упругих модулей,  $\eta$  – эффективная вязкость (примерно равная вращательной вязкости),  $\eta_s$  – поверхностная вязкость. Мы используем переменное синусоидальное поле  $E = E_m \exp(i\omega t)$ , а начальная ориентация директора соответствует диапазону ( $0 \leq \theta_0 \leq \pi/2$ ).

Из уравнения (7) можно оценить порядок амплитуды флексоэлектрической деформации у поверхности. Подставляя в (7) реальные величины  $e = 3 \cdot 10^{-4}$  дин<sup>1/2</sup>,  $E_m = 30$  СГСЕ,  $K = 10^{-6}$  дин,  $L = 0.1$  мкм,  $z = 0$ , получаем

$$\delta\theta \cong \theta_0/10. \quad (8)$$

**3. Экспериментальные аспекты модуляционной эллипсометрии.** Схема эксперимента показана на рис.1. Основным элементом является жидкокристаллическая ячейка, состоящая из призмы с высоким показателем преломления ( $N = 1.803$ ) и стеклянной пластинки, которые покрыты электродами из ИТО. Ячейка устанавливается на оптической скамье, а индуцируемые угловые колебания директора ЖК у поверхности призмы регистрируются методом эллипсометрии.

Используемый нами принцип оптической модуляционной эллипсометрии иллюстрируется на нижней части рис.1 с помощью диаграммы последовательных преобразований поляризации световой волны.

**4. Результаты и обсуждение.** Все измерения были выполнены для компенсированной смеси ( $\Delta\epsilon \approx 0.02$ ). Угол преднаклона создавался методом однонаправленного натирания [13]. Планарно ориентированная ЖК ячейка была собрана из призмы и стеклянной пластинки с антипараллельным направлением натирания. В этом случае натрились чистые электроды из ИТО. В гомео-планарной ячейке обе подложки ИТО покрывались тонкими пленками сегнетоэлектрического сополимера винилиден фторида и трифторэтилена (молярное соотношение винилиден фторида и трифторэтилена составляло 70:30), а затем только пленка на поверхности призмы натиралась в одном направлении и поляризовалась коронным разрядом при разности потенциалов между вольфрамовой иглой и подложкой  $-9$  кВ, при температуре  $100^\circ\text{C}$ . Угол преднаклона всегда измерялся при комнатной температуре через день после заполнения ячейки.

Для правильного выбора величины модулирующего поля амплитуды первой и второй гармоник электрооптического отклика измерялись в зависимости от приложенного переменного напряжения. Результаты представлены на рис.2. Линейность зависимостей  $U_\omega(V)$  и  $\sqrt{U_{2\omega}}(V)$  находится в согласии с уравнениями (4) и (5) в интервале от 3 до 10 В, который и определяет возможные значения модулирующего внешнего напряжения. Особенности в электрооптическом отклике, которые видны на графиках при напряжениях выше 10 В, отражают наведенную полем нестабильность в ЖК.

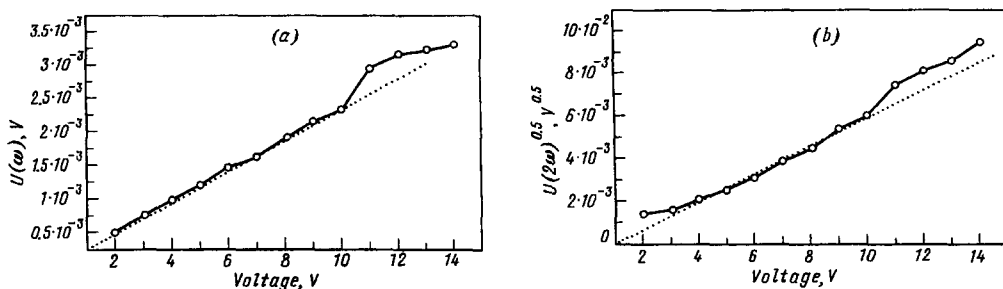


Рис.2. Первая (а) и вторая (б) гармоники электрооптического отклика в зависимости от приложенного переменного напряжения

Фурье-спектры электрооптического отклика при модулирующем напряжении 8 В показаны на рис.3. Из этих спектров для искомым фурье-компонент имеем  $U(498 \text{ Гц}) = 5.6 \cdot 10^{-4} \text{ В}$ ,  $U(996 \text{ Гц}) = 1.27 \cdot 10^{-5} \text{ В}$  и  $U(742 \text{ Гц}) = 8.04 \cdot 10^{-4} \text{ В}$ ,  $U(1484 \text{ Гц}) = 1.25 \cdot 10^{-5} \text{ В}$ . Мы измеряли фурье-гармоники для различных частот модулирующего напряжения лишь для того, чтобы показать, что результат измере-

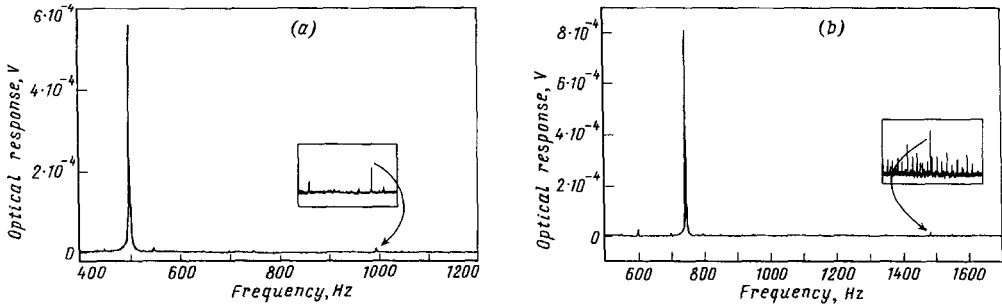


Рис.3. Фурье-спектры электрооптического отклика для: а) наклонной пространственно однородной ориентации:  $U = 8$  В,  $f = 498$  Гц,  $U(\omega) = 5.6 \cdot 10^{-4}$  В,  $U(2\omega) = 1.27 \cdot 10^{-5}$  В и б) гибридной ориентации:  $U = 8$  В,  $f = 742$  Гц,  $U(\omega) = 8.04 \cdot 10^{-4}$  В,  $U(2\omega) = 1.25 \cdot 10^{-5}$  В

ний не зависит от частоты модуляции в полосе, определяемой ЖК и составляющей в нашем случае 1500 Гц. Из уравнений (4) – (6) для измеренных амплитуд фурье-компонент, принимая  $n_0 = 1.55$ ,  $n_e = 1.77$  [14],  $N = 1.803$ ,  $\varphi = 80^\circ$ , мы получаем значения углов преднаклона и его отклонений  $\theta_0 = 5.1^\circ \pm 0.2^\circ$ ,  $\delta\theta = 0.5^\circ \pm 0.05^\circ$  и  $\theta_0 = 89^\circ \pm 0.2^\circ$ ,  $\delta\theta = 0.06^\circ \pm 0.01^\circ$  для планарной и гомеопланарной ячеек, соответственно. Оценки этих же углов методом полного внутреннего отражения (ПВО) дают значения  $\theta_0 = 6^\circ$  и  $\theta_0 = 89.5^\circ$ . Грубые измерения методом ПВО были также необходимы для правильного выбора одного из приближений в уравнении (2) (возможны два варианта:  $n_{eff} = n_0$  или  $n_{eff} = n_e$ ), необходимого для определения производной  $A$ . Используемое приближение (уравнения (2)–(6)) достаточно точное для углов  $\theta_0 \leq 10^\circ$  и  $80^\circ \leq \theta_0 \leq 90^\circ$ . Из уравнения (6) легко видеть, что в пределе малых и больших углов точность метода определяется точностью измерений амплитуды второй гармоники, которая может быть оценена из фурье-спектров и составляет примерно 5%. Для измерений в промежуточном диапазоне углов не существует принципиальных препятствий, требуются лишь дополнительный анализ исходного уравнения (1) и более сложная процедура обработки данных. Важно также оценить ошибки, источником которых является диэлектрическое взаимодействие. Из баланса объемного и поверхностного моментов имеем

$$\delta\theta_B \approx \epsilon_a E^2 / 4\pi\gamma\omega, \quad (9)$$

$$K\nabla\theta_s = K\delta\theta_s / L, \quad (10)$$

где индексы  $B$  и  $s$  относятся к объемному и поверхностному вкладам, соответственно,  $\epsilon_a$  – диэлектрическая анизотропия,  $\gamma$  – вращательная вязкость. Принимая во внимание первую пространственную фурье-компоненту распределения директора, получаем:

$$K(\pi/d)\epsilon_a E^2 / 4\pi\gamma\omega = K\delta\theta_s / L \quad (11)$$

или

$$\delta\theta_s \approx \epsilon_a E^2 L / 4\gamma\omega d. \quad (12)$$

Из уравнения (7) мы получаем отклонение угла, обусловленное флексоэлектрическим моментом,

$$\delta\theta_f \approx eEL / K. \quad (13)$$

Понятно, что отношение этих углов должно быть значительно меньше, чем отношение амплитуд второй и первой гармоник электрооптического отклика:

$$\frac{\delta\theta_s}{\delta\theta_f} \approx \frac{\varepsilon_a EK}{4\gamma\omega de} \ll \frac{U(2\omega)}{U(\omega)} = \frac{1}{40} \quad (14)$$

и, следовательно,

$$\varepsilon_a \ll \gamma\omega de/10EK. \quad (15)$$

После подстановки соответствующих значений:  $\gamma = 1$  П,  $\omega = 2\pi \times 1000$  Гц,  $E = 20$  СГСЕ,  $d = 10^{-3}$  см,  $K = 10^{-6}$  дин,  $e = 3 \cdot 10^{-4}$  дин<sup>1/2</sup>, получаем

$$|\varepsilon_a| \ll 10. \quad (16)$$

Для используемых частот возбуждения глубина проникновения упругой волны примерно в 10 раз меньше, чем глубина проникновения света. Этот факт способствует увеличению электрооптического отклика, связанного с объемными колебаниями директора и очевидным переходом неравенства (16) к виду

$$|\varepsilon_a| \ll 1, \quad (17)$$

что находится в хорошем согласии со значением диэлектрической анизотропии для нашей компенсированной смеси.

Из уравнения (15) следует, что соответствующим выбором толщины ячейки можно устранить ограничения, накладываемые неравенством (15), и измерять угол преднаклона для любого НЖК.

Следует отметить высокую чувствительность метода к малым углам преднаклона для однородной и гомеотропной ориентаций. Так как фурье-гармоники электрооптического отклика на фундаментальной частоте в соответствии с (4) и (7) равны нулю при  $\theta_0 = 0^\circ$  и  $\theta_0 = 90^\circ$ , то в этом случае мы имеем нулевой метод.

В заключение нами предложен новый метод измерения угла преднаклона в НЖК, который имеет ряд преимуществ: 1) высокая точность, определяемая отношением сигнал/шум для второй гармоники электрооптического отклика, 2) постоянная геометрия схемы измерения, упрощающая изучение эволюции угла преднаклона, обусловленной изменениями температуры, эффектами командной поверхности и др., 3) возможность изучения неоднородно упорядоченных образцов.

Данная работа поддержана грантами COPERNICUS (IC15-CT96-0744), INTAS 95-IN-RU-128, INTAS 93-1700ext, Российского фонда фундаментальных исследований 95-02-0354.

- 
1. A.Stieb, G.Baur, and G.Meier, and Ber.Bunsenges, *Phys. Chem.* **78**, 899, (1974).
  2. G.Baur, F.Windscheid, and D.W.Berreman, *Appl. Phys.* **8**, 101 (1975).
  3. M.Shadt, H.Seiberle, and A.Schuster, *Nature*, **381**, 212 (1996).
  4. R.Simon and D.M.Nicholas, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **18**, 1423 (1985).
  5. E.Guyon, P.Pieranski, and M.Boix, *Lett. Appl. Eng. Sci.* **1**, 19 (1973).
  6. Y.Levy, D.Riviere, and C.Imbert, *Optics communications*, **26**, 225 (1978).
  7. T.J.Scheffer and J. Nehring *J. Appl. Phys.* **48**, 1783 (1977).
  8. R.Chiarelli, S.Faetti, and L.Fronzoni, *Optics Communications* **46**, 9 (1983).
  9. J.P.Nicholson, *J.Physique* **48**, 131 (1987).
  10. L.M.Blinov, D.B.Subachyus, and S.V.Yablonskii, *J. Phys. II* **1**, 459 (1991).
  11. L.M.Blinov, G.Durand, and S.V.Yablonskii, *J. Phys. II* **2**, 1287 (1992).
  12. S.V.Yablonskii, M.Rajteri, C.Oldano, and G.Durand, *SPIE* **2731**, 87 (1985).
  13. P.Chatelain, *Bull. Soc. Fr. Mineral* **66**, 105 (1943).