

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200510017027.2

[51] Int. Cl.

G02B 5/18 (2006.01)

G02F 1/13 (2006.01)

[43] 公开日 2007 年 1 月 17 日

[11] 公开号 CN 1896779A

[22] 申请日 2005.8.5

[21] 申请号 200510017027.2

[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

地址 130031 吉林省长春市东南湖大路 16 号

[72] 发明人 宣丽 宋静 刘永刚 马骥  
彭增辉 胡立发 鲁兴海

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司  
代理人 李恩庆

权利要求书 1 页 说明书 6 页 附图 2 页

## [54] 发明名称

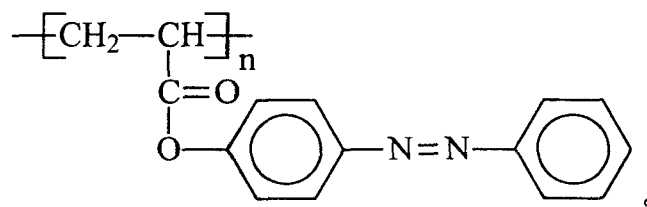
一种低电压驱动的液晶折射率光栅的制备方法

## [57] 摘要

本发明属于光电子器件技术领域，涉及液晶折射率电场调谐光栅的制备方法。本发明首先将含有偶氮基团的光致变色高分子材料与液晶混合，然后注入液晶盒中；液晶盒由内表面带有透明导电膜（ITO）的两块玻璃基板组成，两基板间用隔垫物控制间隙，并用 AB 胶固定封严；采用光栅掩模板，用线性紫外偏振光照射；光致变色高分子在亮条纹区发生光异构反应，从而诱导液晶在亮、暗条纹区取向方向不同，形成液晶折射率光栅。本发明不但简化了光栅的制备过程，更重要的是采用分子量很大的光致变色高分子在降低光栅器件驱动电压的同时提高了器件长期稳定性，在室温下可保存八个月，对外界环境要求不高。具有电场可调谐性，驱动电压可与集成电路匹配等优点。

1、一种低电压驱动的液晶折射率光栅的制备方法，其特征是将含有偶氮基团的光致变色高分子材料与液晶混合，含有偶氮基团的光致变色高分子材料重量百分含量为 0.1~0.6 wt%，然后注入液晶盒中；液晶盒由内表面带有透明导电膜 ITO 的两块玻璃基板组成，两基板间用隔垫物控制间隙，并用 AB 胶固定封严；在液晶盒上覆盖一光栅掩模板，在紫外线性偏振平行光的照射下形成液晶取向周期性变化的光栅。

2、根据权利要求 1 所述的低电压驱动的液晶折射率光栅的制备方法，其特征是掺入液晶中的含有偶氮基团的光致变色高分子材料的侧链一端带有偶氮苯基团，分子结构为：



3、根据权利要求 2 所述的低电压驱动的液晶折射率光栅的制备方法，其特征是液晶盒盒厚为 2~5 $\mu\text{m}$ ；选择紫外灯为光源，通过格兰棱镜和准直光管出射紫外线性偏振平行光，光强在波长为 297nm 处为 2~5 $\text{mW}/\text{cm}^2$ ，将光栅掩模板覆盖在液晶盒上曝光 15~30 分钟。

4、根据权利要求 3 所述的低电压驱动的液晶折射率光栅的制备方法，其特征是选用石家庄实力克公司生产的 TEB30A 液晶，掺入含有偶氮基团的光致变色高分子材料重量百分含量为 0.1~0.6 wt%。

5、根据权利要求 4 所述的低电压驱动的液晶折射率光栅的制备方法，其特征是两玻璃基板间用玻璃珠作为隔垫，玻璃珠直径在 2~5 $\mu\text{m}$  之间选择。

6、根据权利要求 5 所述的低电压驱动的液晶折射率光栅的制备方法，其特征是线性偏振平行光在波长为 297nm 处的光功率密度为 3 $\text{mW}/\text{cm}^2$ ，曝光时间为 20 分钟。

## 一种低电压驱动的液晶折射率光栅的制备方法

### 技术领域

本发明属于光电子器件领域，涉及一种将光致变色高分子溶入向列相液晶中，用线性偏振光掩膜光照使液晶产生周期性取向排列，形成低电压驱动的可调谐一维折射率光栅的制备方法，具体地说是一种低电压驱动的液晶折射率光栅的制备方法。

### 技术背景

光栅是重要的光学元件，在计量、无线电天文学、集成光学、光通信和信息处理等许多领域都有着十分广泛的应用。尽管目前传统光栅的工艺已经很成熟，但光栅的衍射、反射效率不具有可调性，难以满足现代显示、通信、集成光学、光存储技术的要求，严重地限制了光栅的使用范围。可调谐的光栅在光学数据存储、光学处理与计算、集成光学、光互联、光开关、可调谐滤波器、波分复用等领域具有广阔的应用前景。

为制备可调谐光栅，科学工作者们提出聚合物/液晶折射率周期性变化的光栅，这种光栅目前仍处于研制阶段，存在的主要问题是驱动电压过高，很难与 TFT 或大规模集成电路相匹配；聚合物与液晶的相分离不完全，器件衍射效率不够高；另外液晶材料与聚合物材料的折射率差别不够大，衍射效率可调谐范围较小。

1991 年, I. Janossy 等人 (Mol. Cryst. Liq. Cryst., 203 卷, 77 页, 1991 年) 报道了异构体染料分子掺杂在液晶中控制液晶的取向。这一理论为采用光

致变色分子代替光敏单体材料掺杂在液晶中形成液晶折射率光栅提供了思路。

最近 Artem Petrossian 等人 (Opticacs Communications , 228 卷, 145 页, 2003 年) 将偶氮染料甲基红掺入液晶中, 利用偶氮染料甲基红在光栅光场中的光异构特性, 使垂直取向的单畴液晶变为水平、制作出垂直周期性取向变化的折射率光栅。由于诱导液晶取向变化的染料分子浓度很小, 驱动电压可以很低。Artem Petrossian 等人着重研究了液晶指向矢在光栅形成过程中的变化轨迹, 以及基板表面锚定作用和液晶体内染料分子作用的两个微观过程。由于所使用的偶氮染料甲基红分子量低, 其异构体不能长期稳定, 所以 Artem Petrossian 等人制作的是可擦除光栅。

### 发明内容

本发明的目的是提供一种低电压驱动的液晶折射率光栅的制备方法。

为了制作永久光栅, 本发明从 Artem Petrossian 等人的论文中得到启示: 将偶氮染料甲基红替换为含有偶氮基团的光致变色高分子掺入液晶中, 在有强弱分布的图案化光场中偶氮基团的光异构体具有相应的定域分布, 从而诱导液晶定域取向, 可形成液晶取向周期性变化的长期稳定折射率光栅。

本发明将光致变色高分子溶入液晶中, 在掩膜光照或其它图案化光场中, 光致变色高分子的光异构体具有相应的定域分布引起液晶分子的再取向, 如图 1 所示, 旨在提供一种长期稳定性好, 驱动电压可与集成电路相匹配的可调谐一维液晶光栅的制备方法。

本发明首先将含有偶氮基团的光致变色高分子材料与液晶混合, 然后注入液晶盒中; 液晶盒由内表面带有透明导电膜( ITO )的两块玻璃基板组成, 两基板间用隔垫物控制间隙, 并用 AB 胶固定封严; 采用光栅掩模板, 用线性紫外

偏振光照射；光致变色高分子在亮条纹区发生光异构反应，从而诱导液晶在亮、暗条纹区取向方向不同，形成液晶折射率光栅。本发明不但简化了光栅的制备过程，更重要的是采用分子量很大的光致变色高分子材料在降低光栅器件驱动电压的同时提高了器件长期稳定性，在室温下可保存八个月。

为了更清楚地理解本发明，下面详述本发明的过程。

### 1、配制光致变色高分子掺杂的液晶材料

将带有偶氮基团的光致变色高分子材料溶入液晶中，溶入液晶中的带有偶氮基团的光致变色高分子材料重量百分含量在 0.1~0.6wt% 范围。溶入后，室温下搅拌均匀。

### 2、制备液晶盒

取两块带有透明导电膜 ITO 的玻璃基板，以带有透明导电膜 ITO 为内表面将两块玻璃基板对叠。两玻璃基板间用隔垫物控制间隙，即盒厚。盒厚范围为 2~5 $\mu$ m。两玻璃基板周围用 AB 胶固定，并留有液体注入口，作成液晶盒。将掺有光致变色高分子材料的液晶在室温注入液晶盒中。注入后，用 AB 胶封上注入口，形成封闭液晶盒。

### 3、制备光栅

根据本发明所选择的光致变色高分子材料的光敏波段，选择紫外灯为光源，通过格兰棱镜和准直光管出射紫外线性偏振平行光，光强在波长为 297nm 处为 2~5mW/cm<sup>2</sup>；将光栅掩模板覆盖在液晶盒上曝光，如图 2 所示；控制曝光时间在 15~30 分钟，得到液晶折射率光栅。

用本发明制备的液晶折射率光栅，其偏光显微镜照片如图 3 所示，从图 3 可以看出光照前后偶氮高分子诱导液晶分子取向发生周期性改变。光栅的衍射

光斑如图 4 所示。

本发明的制备方法简单易控，对外界环境要求不高；更为重要的是本发明在液晶中掺杂的含有偶氮基团的光致变色高分子材料，能够诱导液晶发生取向周期变化，有效地提高了光栅器件的衍射效率；同时高分子材料含量要求极少，大幅降低了光栅的驱动电压，饱和电压在 10V 以下，可与薄膜晶体管阵列 TFT 和大规模集成电路相匹配；稳定周期达八个月。

### 附图说明

图 1 为光致变色高分子诱导液晶取向变化的示意图。其中●代表光致变色高分子，○代表液晶分子。

图 2 为液晶盒的结构和掩膜光照制备液晶折射率光栅的示意图。图中，1、紫外光；2、掩模板；3、上玻璃基板；4、透明导电膜 ITO，即上电极；5、掺杂光致变色高分子材料的液晶；6、透明导电膜 ITO，即下电极；7、下玻璃基板。

图 3 为光栅常数  $65\mu\text{m}$  的液晶折射率光栅在正交偏光显微镜下的透过率照片。

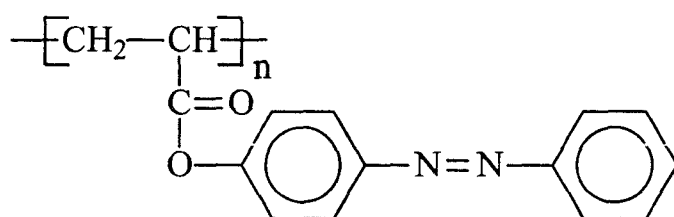
图 4 为用本发明制备的光栅，其衍射级次随施加电压的增高而减少的图片。其中 (a) 是驱动电压为 0V 时的 32 级衍射，光斑数达 63 个，照片上只分辨出 55 个；(b) 是驱动电压为 2V 时的 8 级衍射，光斑数为 15 个；(c) 是驱动电压为 5V 时的 6 级衍射，光斑数为 11 个；(d) 是驱动电压为 10V 时衍射消失，光斑数为 1 个。

### 具体实施方式

为了更清楚地理解本发明，以下结合具体实施方式进一步详述制备过程。

### 1、配制带有偶氮基团的光致变色高分子掺杂的液晶材料

先称取向列相液晶 TEB30A 2.5 克，再向其中加入 0.013 克带有偶氮基团的光致变色高分子材料。所选取向列相液晶 TEB30A 是石家庄实力克公司的产品。加入的带有偶氮基团的光致变色高分子材料，具有侧链一端带有偶氮苯基团的高分子结构。本发明一个具有代表性的带有偶氮基团的光致变色高分子材料的分子式为：



加入后，在室温下搅拌至混合物均匀。

### 2、制备液晶盒

将厚度为 0.7mm 的带有透明导电膜 ITO 玻璃切割成 2cm×2cm 尺寸的基板两块，作为上玻璃基板 3 和下玻璃基板 7。将上玻璃基板 3 和下玻璃基板 7，以透明导电膜 ITO 为内表面对叠。两玻璃基板间用 3μm 直径的玻璃珠均匀分散隔垫，玻璃基板周围用 AB 胶固定，并留有液晶注入口，制成间隙为 3μm 的液晶盒，如图 2 所示。

3、在室温下将掺杂有光致变色高分子材料的液晶注入液晶盒中，用 AB 胶封口，形成所需实验样品。

4、如图 2 所示，将光栅常数为 65μm 的掩膜板 2 覆盖在样品上，并置于偏振、准直化的氙灯下。氙灯发出的紫外光 1 波长为 297nm 处的偏振平行光光强为 3mW/cm<sup>2</sup>，控制曝光时间为 20 分钟，制得液晶折射率光栅。

5、在正交偏光显微镜下观察所制的液晶折射率光栅，如图 3 所示，栅格由

不同取向的液晶层交替构成，栅格界面较平整。

6、检测光栅衍射效果和电场调谐性。如图 4 所示，图中衍射级次可看到 26 级，直接观测可看到 32 级；施加电场前后衍射斑点数由 26 变为 1，说明该光栅具有很强的电场调谐性。

7、光栅的驱动特性测试。该光栅驱动阈值电压为 2V；饱和电压、即衍射斑点数变为 1 时的电压为 10V。



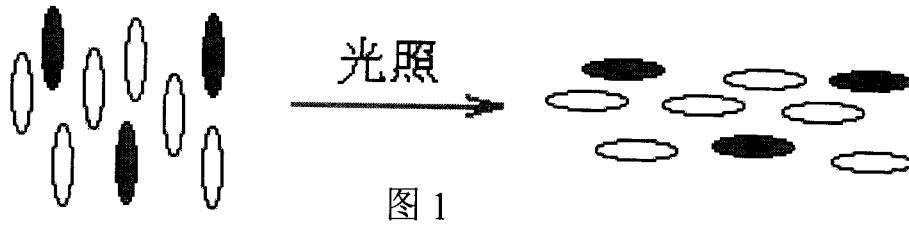


图 1

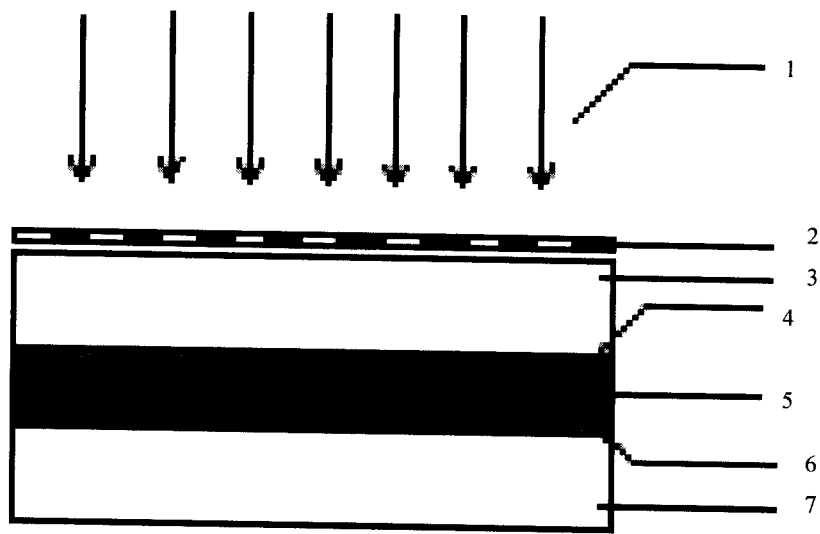


图 2

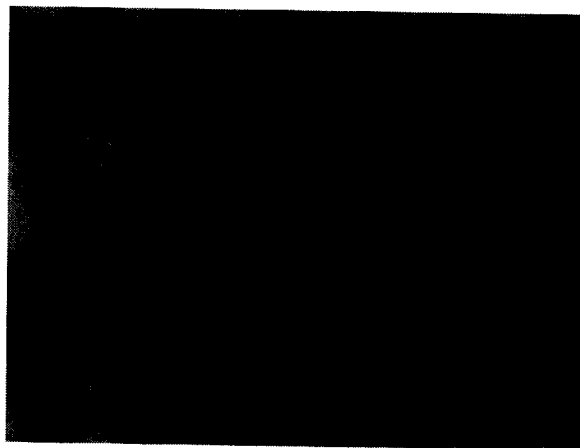
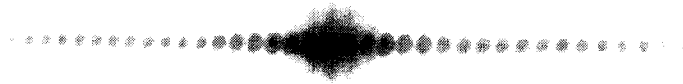
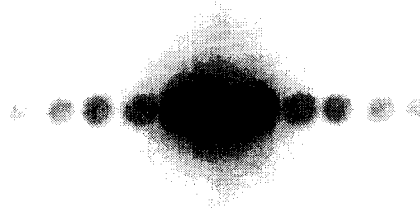


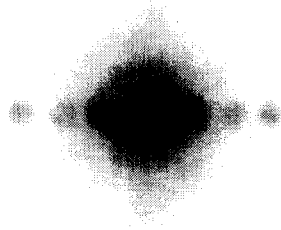
图 3



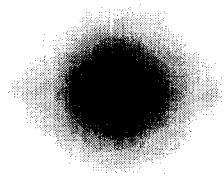
(a)



(b)



(c)



(d)

图 4