

# ОПТИЧЕСКОЕ ПРИБОРОСТРОЕНИЕ И ТЕХНОЛОГИЯ

УДК 535.421

## ПОЛЯРИЗАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОЛИМЕРНО-ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ РЕШЕТОК

© 2008 г. **Г. М. Жаркова**, доктор техн. наук; **А. П. Петров**, канд. техн. наук;  
**И. В. Самсонова**, канд. техн. наук; **С. А. Стрельцов**, канд. техн. наук; **В. М. Хачатурян**  
Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН, г. Новосибирск  
E-mail: zharkova@itam.nsc.ru

Представлены результаты экспериментального исследования поляризационных характеристик электрически управляемых брэгговских пропускающих решеток, сформированных голографическим методом на полимерно-дисперсных жидких кристаллах (ПДЖК). Получены полевые зависимости дифракционной эффективности решеток для *s*- и *p*-поляризации считываемого луча, и установлена ориентация директора нематического жидкого кристалла в ПДЖК-плоскостях решетки для дифракционного состояния.

Коды OCIS: 090.0090, 090.7330.

*Поступила в редакцию 14.12.2007.*

### Введение

В последнее время все больший интерес вызывают голографические фотополимерные материалы, содержащие нематические жидкие кристаллы (НЖК). Особенностью этих композитных материалов является наличие пространственно-периодической структуры в тонком слое, сформированном в результате процесса пространственно-неоднородной фотополимеризации (голографическая запись). Типичная структура представляет собой чередующиеся полосы, обогащенные либо полимером, либо НЖК-капсулами и характеризующиеся различными показателями преломления. Такая структура имеет пространственную модуляцию показателя преломления между полосами, образующими плоскости (полимерные плоскости и плоскости полимерно-дисперсионных жидких кристаллов – ПДЖК-плоскости) дифракционной решетки фазового типа в слое композитного материала. Слой материала толщиной 5–30 мкм с периодом структуры в диапазоне 0,3–1 мкм, заключенный между двумя плоскопараллельными стеклянными пластинами с прозрачными электродами, представляет собой электрически управляемую брэгговскую решетку, полученную в результате голографической записи. Под воздействием внешнего поля возникает переориентация НЖК в капсулах, что приводит к изменению светорассеивающих состояний. Решетка переключается из дифракционного в прозрачное состояние. Подобные электрически управляемые решетки перспективны в

качестве перестраиваемых оптических фильтров, мультиплексоров/демультиплексоров в оптических системах связи, в дизайне микродисплеев, оптических переключателей, световодов [1–6].

Характеристики дифракционных решеток зависят от многих факторов. Выполненные различными авторами исследования продемонстрировали зависимость характеристик от типа используемых компонентов в исходной композиции, энергетических и поляризационных характеристик света, применяемого для записи решеток, морфологии композитного материала [1, 2, 6, 7–9].

Исходная ориентация НЖК-капсул в решетке относительно вектора решетки определяет ее поведение при переключении состояний электрическим полем и временные характеристики. НЖК-капсулу можно охарактеризовать одним вектором – директором НЖК-капсулы (**N**), совпадающим с осью симметрии капсулы [10–12]. В этом случае НЖК-капсулу можно рассматривать как одноосный положительный домен. Однако усредненная ориентация осей НЖК-капсул в соответствующей плоскости решетки может меняться от гомеотропной (нормальной) до тангенциальной относительно вектора решетки. Для пропускающих решеток вектор решетки лежит в одной плоскости с *p*-поляризацией падающего луча. Ориентация осей капсул вдоль вектора решетки называется гомеотропной. Тогда ориентация осей капсул, лежащих в плоскости решетки и перпендикулярных вектору решетки – тангенциальная. Из экспериментальных данных ус-

тановлено, что ориентация осей капсул в сформированных решетках в значительной степени определяется составом предполимерной композиции, геометрией схемы записи, процессами анизотропной фотополимеризации, диффузии, застекловывания и фазового разделения полимер–НЖК, инициируемых при записи. Мономеры различного химического строения и функциональности, а также тип НЖК, входящих в композицию, в зависимости от поляризации света при записи решеток формируют определенную ориентацию осей НЖК-капсул относительно вектора решетки [11–13]. Следовательно, измерив поляризационную зависимость дифракционной эффективности (ДЭ) сформированной решетки, можно косвенно судить об ориентации осей НЖК-капсул относительно вектора решетки.

Настоящая работа посвящена установлению взаимосвязи между наблюдаемым явлением дифракции падающего на решетку линейно поляризованного луча и усредненной ориентацией осей НЖК-капсул в соответствующих плоскостях решеток, записанных на композициях, содержащих ранее не используемый акрилатный мономер.

### Материалы и запись решеток

Исходная предполимерная композиция состояла из НЖК, акрилатного мономера, связующего компонента и фотоиницирующей системы. В качестве НЖК была выбрана коммерческая эвтектическая смесь цианобифенилов с оксиалкилцианобифенилами ( $n_0 = 1,52$ ,  $n_e = 1,69$ ), мономера – пентаэритритол тетраакрилат с показателем преломления  $n_p = 1,487$  (продукт фирмы “Aldrich”). *N*-винилпирролидон использовался как связующий компонент и растворитель для красителя и соинициатора. Был исследован состав с фотоиницирующей системой, где в качестве красителя выбран метиленовый голубой, а соинициатора – триэтанолламин. Соотношение компонентов в предполимерной композиции и условия записи решеток обеспечивали максимальную величину ДЭ (первый порядок) для данной композиции: 37 масс.% НЖК, 0,3 масс.% красителя и 1,2 масс.% соинициатора.

Композиция готовилась в виде гомогенного раствора, который методом полива наносился на одну из стеклянных поверхностей, а затем накрывался второй. На стеклянные поверхности такой ячейки был нанесен слой поливинилацетата (ПВА) толщиной  $3 \pm 0,3$  мкм для ориентации НЖК-капсул. Толщина ячейки, задаваемая лавсановыми полосками, составляла 10 мкм.

Принципиальная схема записи описана в [14]. Запись решетки осуществлялась путем засветки

ячейки излучением лазерного диода ML120G ( $\lambda = 658$  нм) с пространственно-периодическим распределением интенсивности. Угол схождения интерферирующих *p*-поляризованных лучей  $2\Theta = 28^\circ$ . Плотность мощности в плоскости записи составляла  $45$  мВт/см<sup>2</sup>, а время экспозиции варьировалось в диапазоне 5–60 с. Для завершения полимеризации и обесцвечивания оставшегося красителя ячейки облучались лампой дневного света в течение 60 с.

### Методы экспериментальных исследований

Для измерений светорассеивающих характеристик записанных решеток использовались He–Ne-лазер ( $\lambda = 632,8$  нм) и стандартный измерительный стенд [15]. Полуволновая пластинка вводилась в оптическую схему непосредственно перед тестируемой ячейкой с решеткой для поворота поляризации падающего луча. По полученным характеристикам проведены оценки периода сформированных решеток  $\Lambda$  и ДЭ. ДЭ в первом порядке определялась как отношение интенсивности света первого порядка дифракции  $I_1$  к интенсивности света, падающего на ячейку с решеткой  $I_{in}$ ,  $\eta_1 = I_1/I_{in}$ ; ДЭ в нулевом порядке – как отношение интенсивностей прошедшего ячейку  $I_0$  и падающего света  $I_{in}$ ,  $\eta_0 = I_0/I_{in}$ .

Измерения ДЭ решеток в переменном электрическом поле (500–1000 Гц) и без него проводились для *s*- и *p*-поляризованного считывающего луча ( $\eta_{1s}$  и  $\eta_{1p}$  соответственно). Для измерений времени переключения решетки между состояниями на ячейку подавался импульс напряжения прямоугольной формы амплитудой 60–220 В и длительностью 0,3–1 мс. Время включения (при приложении поля) определяет переключение решетки из дифракционного в прозрачное состояние, а время релаксации (при отключении поля) – переключение из прозрачного в дифракционное состояние. Времена включения и релаксации решетки определялись как время, за которое амплитуда сигнала отклика изменялась от 0,1 до 0,9 конечного значения. На рис. 1 показана осциллограмма оптического отклика решетки на одиночный электрический импульс.

Морфология полученных решеток исследовалась методом электронной микроскопии. Подготовка образцов включала стандартную обработку ячеек с решетками [14, 16].

### Морфология решеток

На рис. 2 показана структура полученной решетки, представляющая собой плоскости, обогащенные полимером, чередующиеся с плоскостями, сформированными

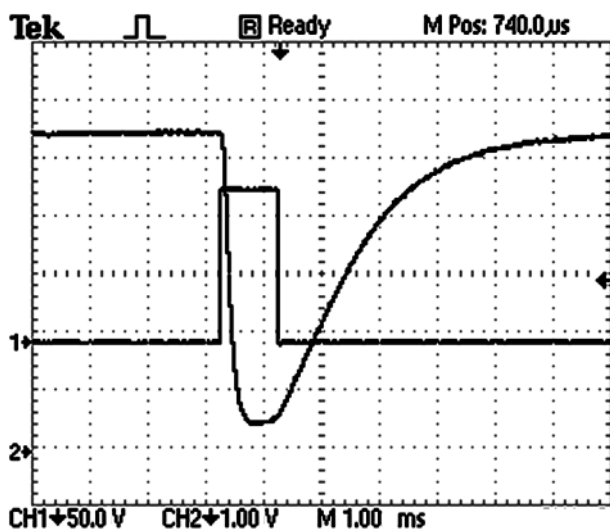


Рис. 1. Осциллограмма оптического отклика (1-й порядок дифракции) решетки (канал 2 – CH2), соответствующая прямоугольному импульсу напряжения (канал 1 – CH1).

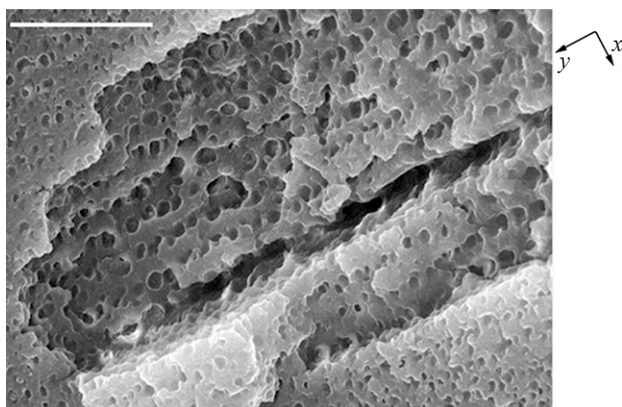


Рис. 2. Изображение фотополимерной структуры решетки. Метка на изображении соответствует 5 мкм.

рованными пустотами в полимере почти сферической формы. Эти пустоты образованы НЖК-капсулами, из которых для исследования решеток методом электронной микроскопии удален НЖК. Период записанной решетки из полимерных и ПДЖК-плоскостей  $\Lambda = 1 \pm 0,1$  мкм. Анизотропия НЖК-капсул (отношение продольных размеров капсул к поперечным, плоскость  $xu$  на рис. 2 и 3) составляет примерно 1,3. Следовательно, ожидается не очень высокая оптическая анизотропия решеток. Это может быть обусловлено близкими скоростями образования и роста НЖК-капсул со скоростью фотополимеризации, что способствует снижению механических напряжений и не приводит к образованию вытянутых капсул. [6, 17].

## Экспериментальные исследования поляризационных характеристик решеток

Для исследования модуляции ДЭ решеток электрическим полем были протестированы решетки, сформированные при экспозиции 20–30 с, поскольку при этих условиях облучения формируются решетки с максимальной ДЭ для выбранной предполимерной композиции.

При высокой напряженности электрического поля оси капсул ориентируются вдоль поля (в случае НЖК с положительной диэлектрической анизотропией, как в данной работе) независимо от их начальной ориентации в дифракционном состоянии (рис. 3). Считывающий решетку луч распространяется вдоль оси симметрии капсул – оптической оси одноосных доменов. Модуляция показателя преломления между полимерными и ПДЖК-плоскостями снижается до минимального значения вследствие выравнивания показателей преломления во всех плоскостях. Соответственно, уменьшается ДЭ первого порядка, увеличивается ДЭ нулевого порядка и решетка переключается в прозрачное состояние.

Для полученных решеток поляризационный контраст  $\eta_{1s}/\eta_{1p} \approx 1,66$  в дифракционном состоянии, когда напряженность поля равна нулю (рис. 3 и 4). Наблюдается преимущественная ориентация осей капсул в ПДЖК-плоскостях решетки перпендикулярно  $p$ -поляризации лучей при записи и  $\eta_{1s} > \eta_{1p}$ . В этом состоянии оси капсул в ПДЖК-плоскостях решетки ориентированы преимущественно перпендикулярно волновому вектору решетки  $\mathbf{k}$  (рис. 3), что соответствует их тангенциальной ориентации [11, 12]. Также предполагается широкое пространственное распределение длинных осей капсул. Характер полевой зависимости ДЭ решеток (рис. 4) подтверждает сделанное предположение. Из рис. 4 также видно, что переключение в прозрачное состояние происходит при меньшей напряженности поля в случае тестирования решетки  $p$ -поляризованным лучом (14 В/мкм) по сравнению с  $s$ -поляризованным (15,8 В/мкм). Данный факт предполагает различную природу переключения решеток между дифракционным и прозрачным состояниями при указанных поляризациях считывающего луча. Наличие ПВА-слоев на стеклянных поверхностях ячейки приводит к высокой напряженности поля переключения в прозрачное состояние по сравнению с напряженностью поля для решеток, полученных на композициях такого же состава и при одинаковых плотности мощности и времени экспозиции в ячейках без ориентирующего слоя (8 В/мкм [16]). Тем не менее наличие ПВА-слоев обеспечивает долговременную стабильность (более года) электрооптического отклика решеток.

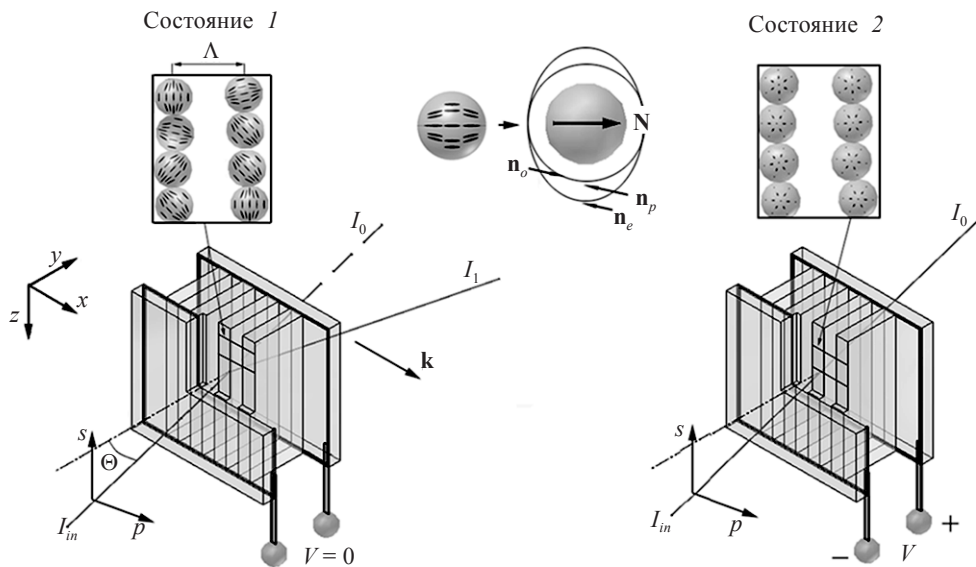


Рис. 3. Схематическое представление НЖК-капсулы в виде одноосного домена (в центре), а также экспериментальной ячейки с решеткой и ее переключение электрическим полем из дифракционного состояния 1 в прозрачное 2.

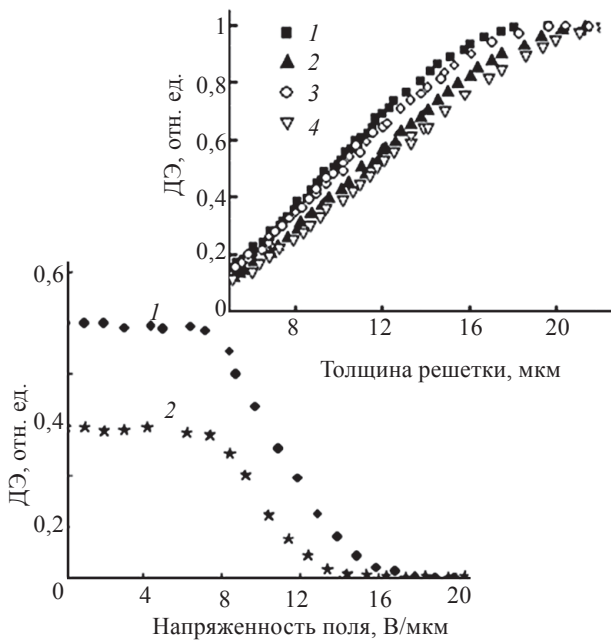


Рис. 4. Полевые зависимости (ДЭ) полученных решеток в первом порядке при  $s$ - (1) и  $p$ -поляризации (2) считывающего луча. На вставке сверху показана расчетная зависимость ДЭ от толщины решетки при  $s$ - (1, 3) и  $p$ -поляризации (2, 4) считывающего луча.

Значения ДЭ в первом порядке в отсутствие поля (рис. 4), полученные из эксперимента, хорошо согласуются с расчетными ДЭ для рассматриваемых толщин сформированных решеток  $10 \pm 0,5$  мкм (вставка на рис. 4). Расчет ДЭ проведен для объемных фазовых ненаклонных решеток с синусоидальным

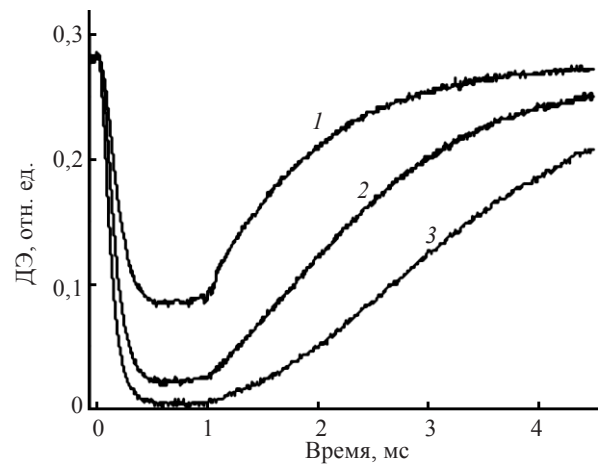


Рис. 5. Отклик первого порядка дифракции на прямоугольный импульс напряжения  $U$  длительностью 1 мс для  $p$ -поляризованного считывающего луча. 1 –  $U = 114$  В, 2 – 134, 3 – 154.

профилем [5, 18–20] для амплитуды модуляции показателя преломления между плоскостями решетки  $\Delta n = 0,016$  (кривые 1, 2 на вставке к рис. 4) и 0,015 (кривые 3, 4 там же) при Брэгговском угле  $\Theta = 14,5^\circ$ .

Наблюдается типичное поведение времен включения исследуемых решеток: их уменьшение с увеличением прикладываемого к ячейке напряжения (рис. 5). Измеренные времена включения находятся в диапазоне 0,25–0,5 мс. Типичное время релаксации к дифракционному состоянию после отключения поля составляет 5–5,5 мс (рис. 5). Для решеток на акрилатных композициях характерно появление “памяти” при отключении высокого напряжения. Для тестируемых в данной работе решеток этот эффект,

по-видимому, усиливается ПВА-слоями на поверхностях ячейки. Временные характеристики решеток при *s*- или *p*-поляризации считывающего луча отличаются незначительно, поскольку поляризационный контраст ДЭ сформированных решеток невысокий.

### Заключение

Исследована поляризационная зависимость дифракционной эффективности и ее поведение в электрическом поле для пропускающих брэгговских решеток, полученных с использованием предполимерной композиции, содержащей ранее не используемый многофункциональный акрилатный мономер. Экспериментально установлено, что в отсутствие поля (в дифракционном состоянии) и при наличии ориентирующего слоя поляризационный контраст дифракционной эффективности составляет  $\eta_{1s}/\eta_{1p} \approx 1,66$ . В этом состоянии оси НЖК-капсул в ПДЖК-плоскостях решетки ориентированы преимущественно перпендикулярно волновому вектору решетки, что соответствует их тангенциальной ориентации. При напряженности электрического поля, обеспечивающей переключение в прозрачное состояние, считывающий луч распространяется вдоль оптической оси одноосных доменов – НЖК-капсул и наблюдается только нулевой порядок дифракции.

Работа выполнена при поддержке Программы Президиума РАН № 8 “Разработка методов получения новых химических веществ и создание новых материалов” и интеграционных проектов СО РАН № 17 и 33.

### ЛИТЕРАТУРА

1. *Sutherland R.L., Natarajan L.V., Tondiglia V.P., Bunning T.J.* Bragg gratings in an acrylate polymer consisting of periodic polymer-dispersed liquid-crystal planes // *Chem. Mater.* 1993. V. 5. P. 1533–1538.
2. *Sutherland R.L., Tondiglia V.P., Natarajan L.V., Bunning T.J., Adams W.W.* Electrically switchable volume gratings in polymer-dispersed liquid crystals // *Appl. Phys. Lett.* 1994. V. 64. P. 1074–1076.
3. *Natarajan L.V., Sutherland R.L., Bunning T.J., Tondiglia V.P.* Holographic PDLCs for optical beam modulation, deflection, and dynamic filter applications // *Proc. SPIE.* 1998. V. 3292. P. 44–51.
4. *Damash L., Crawford G., Ashmead A., Smith R., Popovich M., Storey J.* Holographic PDLC for photonic applications // *Proc. SPIE.* 2000. V. 4107. P. 46–58.
5. *Lu Y.-Q., Du F., Wu S.-T.* Polarization switch using thick holographic polymer-dispersed liquid crystal grating // *J. Appl. Phys.* 2004. V. 95. P. 810–815.
6. *Pogue R.T., Sutherland R.L., Schmitt M.G., Natarajan L.V., Siwecki S.A., Tondiglia V.P., Bunning T.J.* Electrically switchable bragg gratings from liquid crystal / polymer composites // *Appl. Spectroscopy.* 2000. V. 54. № 1. P. 12A–28A.
7. *Bowley C.C., Fontecchio A.K., Lin J.-J., Yuan H., Crawford G.P.* Advances in holographic polymer-dispersed liquid crystal technology // *Mat. Res. Soc. Sym. Proc.* 1999. V. 559. P. 97–107.
8. *Jazbinsek M., Drevensek Olenik I., Zgonik M., Fontecchio A.K., Crawford G.P.* Characterization of holographic polymer dispersed liquid crystal transmission gratings // *J. Appl. Phys.* 2001. V. 90. P. 3831–3837.
9. *Кануто П., Сухов А.В., Уметон Ч., Ушаков П.Ф.* Образование решетки субмикронных слоев нематика при фотополимеризации нематосодержащих смесей // *ЖЭТФ.* 2000. Т. 118. В. 6(12). С. 1374–1383.
10. *Wu B.-G., Erdmann J.H., Doane J.W.* Response time and voltage for PDLC light shutters // *Liq. Cryst.* 1989. V. 5. P. 1453–1465.
11. *Sutherland R.L.* Polarization and switching properties of holographic polymer-dispersed liquid-crystal gratings. 1. Theoretical model // *JOSA. B.* 2002. V. 19. № 12. P. 2995–3003.
12. *Sutherland R.L., Natarajan L.V., Tondiglia V.P., Chandra S., Shepherd C.K., Brandelik D.M., Siwecki S.A.* Polarization and switching properties of holographic polymer-dispersed liquid-crystal gratings. 2. Experimental investigations // *JOSA. B.* 2002. V. 19. № 12. P. 3004–3012.
13. *Bunning T.J., Natarajan L.V., Tondiglia V.P., Sutherland R.L.* Holographic polymer-dispersed liquid crystals (H-PDLCs) // *Annual Review of Materials Science.* 2000. V. 30. P. 83–115.
14. *Zharkova G.M., Samsonova I.V., Streltsov S.A., Khachatryan V.M., Petrov A.P.* Liquid Crystal Composites with Spatially Periodic Structure // *Proc. 12 Inter. Symp. “Advanced Display Technologies: Basic Studies of Problems in Information Display”.* 2003. Korolev. Moscow Region. Russia. P. 102–105.
15. *Герасимова Т.Н., Жаркова Г.М., Пен Е.Ф., Стрельцов С.А., Шелковников В.В.* Исследование характеристик шума рассеяния голографических фотополимерных материалов // *Оптический журнал.* 2002. Т. 69. № 10. С. 49–52.
16. *Zharkova G., Samsonova I., Streltsov S., Khachatryan V., Petrov A., Rudina N.* Electro-optical characterization of switchable Bragg gratings based on nematic liquid crystal-photopolymer composites with spatially ordered structure // *Microelectronic Engineering.* 2005. V. 81. P. 281–287.
17. *Lucchetta D.E., Criante L., Simoni F.* Optical characterization of polymer dispersed liquid crystals for holographic recording // *J. Appl. Phys.* 2003. V. 93. № 12. P. 9669–9674.
18. *Kogelnik H.* Coupled wave theory for thick hologram gratings // *Bell Syst. Tech. J.* 1969. V. 48. P. 2909–2925.
19. *Holmes M.E., Malcuit M.S.* Controlling the anisotropy of holographic polymer dispersed liquid crystal gratings // *Phys. Rev. E.* 2002. V. 65. P. 66603–66607.
20. *Кольер Р., Беркхарт К., Лин Л.* Оптическая голография. М.: Мир, 1973. 686 с.