

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410011168.9

[51] Int. Cl.

G02B 5/18 (2006.01)

G02F 1/13 (2006.01)

G03F 7/20 (2006.01)

[43] 公开日 2006 年 2 月 1 日

[11] 公开号 CN 1727920A

[22] 申请日 2004.10.21

[21] 申请号 200410011168.9

[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 马 骥 刘永刚 宋 静
胡立发 阮圣平

[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 4 页 附图 2 页

[54] 发明名称

电场调谐聚合物/液晶二维光栅的制备方法

[57] 摘要

本发明属于光电子器件技术领域，涉及一种电场调谐聚合物/液晶二维光栅的制备方法。本发明首先将光敏单体材料与液晶混合，然后注入液晶盒；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；在双束激光干涉处按自行设计的角度放置液晶盒；对液晶盒中的混合物进行一次曝光之后，将液晶盒转动所需的角速度，转过所需角速度后再进行一次曝光。通过对二次曝光时间的控制，在两个方向上获得交叉的周期性聚合物层面，形成可调谐二维聚合物/液晶光栅。在电场的作用下，得到的光栅的衍射图样和衍射效率在二维方向上具有调谐能力。本发明简单易控，对外界环境要求不高，很容易得到电场调谐二维结构的光栅。

1. 一种电场调谐聚合物/液晶二维光栅的制备方法，其特征是：将光敏单体材料按 40%~70%重量百分比 (wt%) 浓度与液晶混合，再加入 0.2wt%~2wt% 的引发剂，然后注入液晶盒；液晶盒由内表面带有透明导电膜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；在双束激光干涉处按自行设计的角度放置液晶盒；对液晶盒中的混合物进行一次曝光之后，按照设计的二维格子结构将液晶盒转动相应的角度，再进行一次曝光，在两个方向上获得交叉的周期性聚合物二维格子层面，格子内是液晶，形成衍射效率可调谐的聚合物/液晶二维光栅。

2. 根据权利要求 1 所述的一种电场调谐聚合物/液晶二维光栅的制备方法，其特征是：单体/液晶/引发剂混合液中还可添加稀释剂和具有降低驱动电压功能的表面活性剂。

3. 根据权利要求 2 所述的一种电场调谐聚合物/液晶二维光栅的制备方法，其特征是：样品在曝光时温度控制在 19~25℃。

4. 根据权利要求 3 所述的电场调谐聚合物/液晶二维光栅的制备方法，其特征是：两基板间隔垫物为玻璃珠，盒厚为 7~20 微米。

5. 根据权利要求 4 所述的一种电场调谐聚合物/液晶二维光栅的制备方法，其特征是：光敏单体为 NPGDA，向列相液晶为 TEB30A，NPGDA 在液晶中最佳重量百分比为 64wt%；添加二者总量的 0.5wt% 引发剂 Rose Bengal 和 1wt% 共引发剂 N-phenylglycine；Ar⁺激光器的光强调整到 100mW；第一次曝光为 20±1 秒，第二次曝光时间为 60±1 秒。

电场调谐聚合物/液晶二维光栅的制备方法

技术领域

本发明属于光电子器件技术领域，涉及聚合物/液晶光栅的制备，具体地说是一种通过控制聚合物/液晶在二维方向上的相分离，获得电场调谐二维光栅的制备方法。

背景技术

传统的光栅制备方法都是利用机械加工刻线制造的，这就对光栅的精度、分辨率、稳定性与控制系统的对接性能提出了苛刻要求，尤其是实现交叉刻线呈特定角度的二维光栅更加困难；同时由于机械加工的光栅缝宽、缝距固定，形成的衍射图样与光谱不可调节，限制了在可调光学系统中的应用。

要制备衍射图样与光谱可调谐的光栅，可利用对外在环境要求相对比较低的全息法制备液晶/聚合物光栅。液晶具有棒状的分子结构，当分子指向同方向排列时，在其分子长轴和短轴两个方向呈现不同的折射率，即具有光学和介电各向异性；而液晶的液体流动性又使其很容易在电场的作用下分子指向沿外场重新排布，使其光学性能发生变化，则衍射效率，衍射图样得以调谐。这使光栅在电光调节器件方面得到新的应用空间。

美国布郎大学等已利用全息法做出一维聚合物/液晶光栅。首先将光敏单体材料与液晶混合，然后注入液晶盒；构置激光的双光束干涉光路，将液晶盒置于干涉光场中；由于光干涉在空间产生光强分布，光敏单体在干涉光场的亮区发生光聚合形成固体层析出；暗区中未参加光反应的单体由于浓度梯度向亮区扩散，相反，干涉亮区域内的液晶被排向暗区域。从而形成聚合物层和液晶层交替变化的一维光栅。2000年 C.C.Bowley 等在美国应用物理通讯 (Appl.Phys.Lett, 76, 523(2000)) 上报导了利用三束光的干涉场制备交织在一起的三个一维光栅，起到两个反射光栅和一个透射光栅的功能。2003年 Michael J. Escuti 等人也在美国应用物理通讯 (Appl.Phys.Lett, 83, 1331(2003)) 报道利用偏振态不同的四束光获得二维光子晶体，其衍射图样可以得到二维调谐。但

是控制四束光的偏振态，在光路中引入偏振器件以及四种偏振态的计算，使光栅的制备过程非常复杂。

中国专利公报曾公开“带全息网格光栅的彩光灯具及其制备方法”的专利申请（公开号 CN85 1 04065A，公开日 1986 年 7 月 16 日），用二次或多次曝光的方法获得做为彩光灯具的全息网格光栅。由于光栅在全息干板上形成，其衍射效率和衍射图样不可调。

发明内容

本发明采用光敏单体在液晶中的二次曝光相分离过程，目的是提供一种衍射效率可调谐的聚合物/液晶二维光栅的制备方法。

本发明首先将光敏单体材料与液晶混合，加入引发剂，然后注入液晶盒；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；在双束激光干涉处按自行设计的角度放置液晶盒；对液晶盒中的混合物进行一次曝光之后，将液晶盒转动所需的角度，例如制成正方形格子结构，转动90度，制成60度菱形结构，转动60度，转过所需角度后再进行一次曝光。通过对二次曝光时间的控制，在两个方向上获得交叉的周期性聚合物层面，即二维聚合物格子，格子内是液晶，即形成可调谐聚合物/液晶二维光栅。

为了更清楚地理解本发明，下面详述本发明的过程。

一、 光学系统

如图 1 所示，以 Ar^+ 激光器 1 为光源，激光器 1 出射的激光通过小孔滤波器 2 滤去杂光，再通过准直镜 3 将激光扩束准直，利用分束镜 8 将单束光分成强度相等的两束光，以夹角 θ 使两束光干涉。

两束光间的夹角 θ 决定相邻干涉条纹的间距即光栅常数 Λ ，它们之间的关系为：

$$\Lambda = \frac{\lambda}{2n\sin(\theta/2)}$$

其中 n 为光聚合物材料的折射率， λ 为入射光波长。因此调节两束 Ar^+ 激光的夹角可以改变光栅常数的大小。

二、 液晶盒的制备

取两块带有透明电极的 ITO 玻璃基板，以 ITO 为内表面对迭，两基板间利用隔垫物控制盒厚为 7~20 微米，基板周围用 AB 胶固定，并留有液体注入口。

三、 配制单体/液晶混合液

选择丙烯酸类光敏单体材料以 40%~70%重量百分比 (wt%) 浓度混合于向列相液晶中。加入二者总量的 0.2wt%~2wt%光引发剂和共引发剂, 引发自由基光聚合反应。根据实际情况还可添加稀释剂和具有降低驱动电压功能的表面活性剂。上述混合物加热至液晶清亮点后从加热器上取下, 放到磁力搅拌器上搅拌 1.5~2.5 小时, 使其混合均匀。

四、 两次曝光制备可调谐二维光栅

将液晶空盒加热至略高于液晶清亮点温度 (液晶到各向同性相的相变点), 利用毛细作用将单体/液晶/引发剂混合液注入液晶盒形成样品; 样品制备控制温度在 19~25℃; 样品放置在两束光的干涉处, 并用快门控制打开或切断光路。基板的表面与光入射面垂直, 打开快门进行第一次曝光。由于干涉光的光场强度呈正弦曲线分布, 在干涉亮条纹的区域, 混合物中的光敏单体发生自由基引发的光交联反应, 聚合成光聚合物固体层。单体分子向亮条纹区域漂移, 而液晶分子向暗条纹区域漂移。其结果是混合物发生相分离, 在干涉亮条纹处形成聚合物相, 在干涉暗条纹处形成富液晶相。

控制第一次曝光的时间, 使单体不完全发生反应; 将样品绕着基板中心的法线转动所需结构的角度的角度, 再进行第二次曝光, 使单体完全反应。聚合物和液晶在二维空间上呈周期性分布, 如图 2、图 3 所示。在两次适宜的曝光时间下, 可以获得相分离程度均等的二维聚合物/液晶光栅。

本发明的制备方法简单易控, 对外界环境要求不高, 很容易得到二维结构的光栅。图 4 为用本发明方法实验制得的方格型二维聚合物/液晶光栅的偏光显微镜照片, 聚合物方格的边长为 2μm, 其衍射图样可以在电场中发生变化如图 5 所示, 当电压达到 80V 时衍射斑点明显减少, 说明光栅的总衍射效率在电场中得到调谐。

附图说明

图 1 是本发明所用的光学系统示意图, 其中 1 为激光器, 2 为小孔滤波器, 3 为准直扩束镜, 4 为快门, 5、6、7 分别为反射镜, 8 为分束镜, 9 为样品。

图2为二维光栅剖视结构示意图, 其中10为玻璃基板, 11为透明ITO电极。

图3为二维光栅俯视结构示意图。

图4为实验制得的方格型聚合物/液晶二维光栅的光学显微镜照片。

图5为衍射图样随施加电压的变化，其中（a）是电压为0V时二维光栅的衍射图样，（b）是电压为80V时二维光栅的衍射图样。

具体实施方式

1) 液晶盒的制备：厚度为0.7mm的玻璃切割为尺寸2×2cm的ITO玻璃基板两块，以ITO为内表面对迭，两基板间用8微米直径的玻璃珠均匀分散隔垫，基板周围用AB胶固定，并留有液体注入口，制成间隙为8微米的液晶盒。

2) 光敏单体与液晶混合液的配制：选择光敏单体NPGDA（北京丰特斯化工材料有限公司）的重量百分比为64wt%混合于向列相液晶TEB30A（石家庄实力克公司）中，再添加二者总量的0.5wt%引发剂Rose Bengal(ACROS ORGNICS)和1wt%共引发剂N-phenylglycine(ALDRICH CHENICAL COMPANY)。配制混合物共3g。将混合物加热至液晶清亮点70℃后从加热器上取下，放到磁力搅拌器上搅拌2小时，使混合均匀。

3) 将液晶盒加热至70℃，将单体和液晶的混合物注入液晶盒，形成所需要的样品。

4) 光路如图1所示。激光器1采用波长为488nm Ar⁺激光器，光强调整为100mW。将激光器1射出的激光通过15微米小孔滤波器2（Newport制）滤去杂光，再通过准直扩束镜3（Newport制）扩束准直，用分束镜8（Newport制）分成强度相等的两束光，使两束光夹角为6°以相等的光程到达注有光敏单体NPGDA和液晶TEB30A的样品9，在样品9处形成干涉场。

5) 将样品9放置在两束光的干涉光场中，样品的玻璃基板表面与光入射面垂直。实验温度为25℃。

6) 通过快门4控制第一次曝光为20±1秒，使部分光敏单体按照光场分布定域聚合。

7) 将样品绕着玻璃基板中心的法线转动90度进行第二次曝光，曝光时间为60±1秒。

8) 用光学显微镜检测获得的方格型二维光栅形貌，如图4所示。

9) 检测二维光栅衍射效率的电场调谐性，如图5所示，施加电场前后衍射斑点数变化，说明得到的是电场调谐二维光栅。

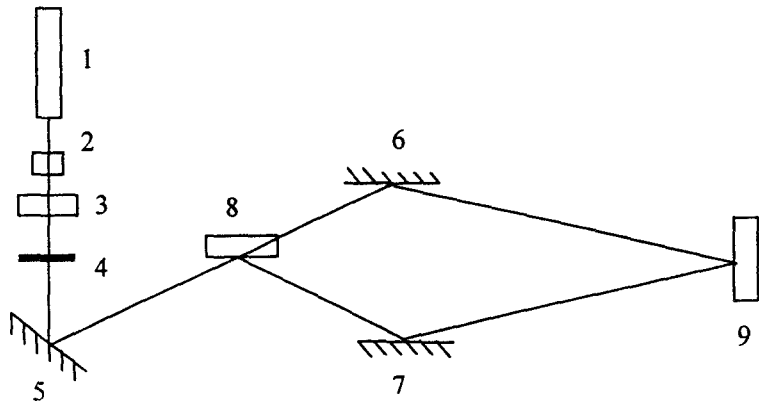


图 1

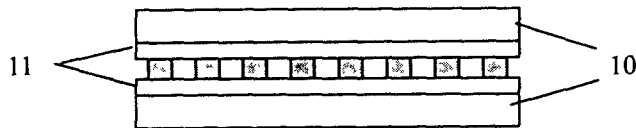


图 2

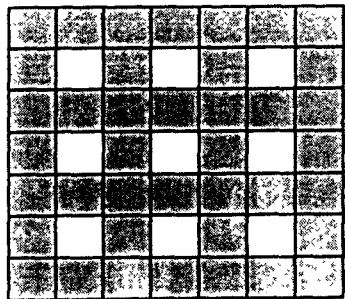


图 3

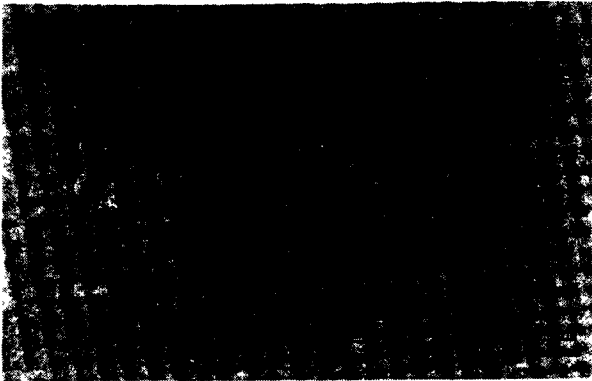


图 4

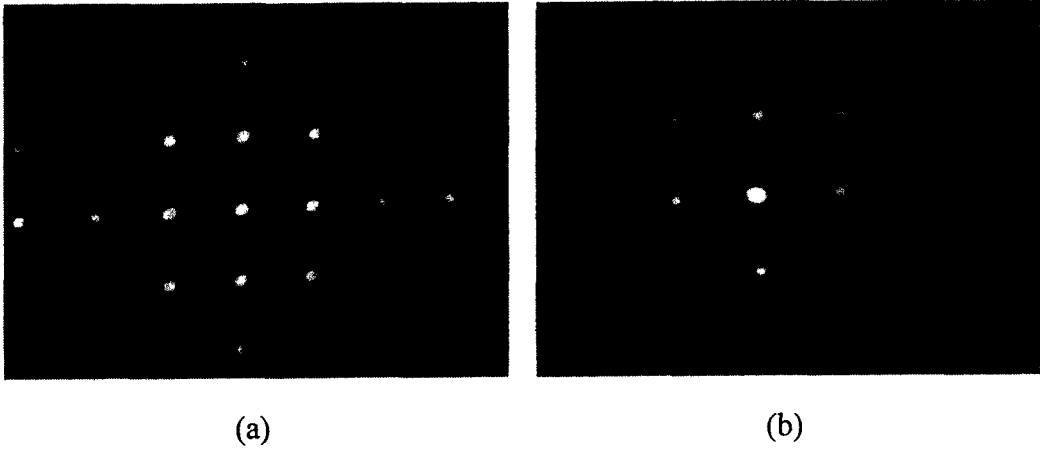


图 5