



中红外液晶光学移相器的相位调制和响应时间特性

王瑞, 吴双红, 汪相如, 贺晓娴, 胡明刚, 李曼, 汪晟, 李鸣凤

引用本文:

王瑞, 吴双红, 汪相如, 等. 中红外液晶光学移相器的相位调制和响应时间特性[J]. 液晶与显示, 2021, 36(10): 1369–1376.

WANG Rui, WU Shuang-hong, WANG Xiang-ru, et al. Phase modulation and response time characteristics of mid-infrared liquid crystal optical phase shifter[J]. *Chinese Journal of Liquid Crystals and Displays*, 2021, 36(10): 1369–1376.

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.37188/CJLCD.2021-0164>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

近红外光响应液晶纳米智能材料

Near-infrared light-responsive intelligent liquid crystal nanocomposites

液晶与显示. 2020, 35(7): 631–644 <https://doi.org/10.37188/YJYXS20203507.0631>

Ag 纳米线掺杂的液晶显示器件的电-光特性

Electro-optical properties of liquid crystal display doped with Ag nanowires

液晶与显示. 2015(2): 208–212 <https://doi.org/10.3788/YJYXS20153002.0208>

物性参数对液晶偏振光栅特性的影响

Influence of physical parameters on the properties of liquid crystal polarization grating

液晶与显示. 2020, 35(12): 1222–1233 <https://doi.org/10.37188/YJYXS20203512.1222>

光学相位分布曲面的自适应调制系统

Adaptive modulation system for optical phase profile

液晶与显示. 2021, 36(4): 522–528 <https://doi.org/10.37188/CJLCD.2020-0327>

负性液晶边缘场切换模式的性能分析及优化

Performance analysis and optimization of fringe field switching with negative dielectric liquid crystal

液晶与显示. 2020, 35(9): 914–920 <https://doi.org/10.37188/YJYXS20203509.0914>

文章编号:1007-2780(2021)10-1369-08

中红外液晶光学移相器的相位调制和 响应时间特性

王 瑞¹, 吴双红^{1*}, 汪相如^{1*}, 贺晓娴¹, 胡明刚², 李 曼³, 汪 晟¹, 李鸣凤¹

(1. 电子科技大学 光电科学与工程学院, 四川 成都 611731;

2. 西安近代化学研究所, 陕西 西安 710065;

3. 光电信息控制和安全技术重点实验室, 天津 300308)

摘要: 本文研究制备了应用于中红外波段的液晶光学移相器, 选用在中红外波段具有高透过率的蓝宝石作为基底, 超薄氧化铟锡(ITO)薄膜作为透明电极, 低吸收的中红外液晶作为介质。通过对液晶移相器施加电压, 液晶分子在电光效应的作用下形成周期性的相位分布, 从而实现对中红外激光的相位调制。本文研究制备的 20 μm 盒厚的液晶光学移相器在 3.9 μm 中红外激光照射下实现 2.59π 的相位调制深度。切换电压的有效值从 2.65 V 变化到 3.37 V 时, 响应时间为 19 ms, 能够达到中红外液晶光学移相器在高盒厚条件下的快速响应, 最终能够实现液晶移相器在中红外波段的功能需求。

关键词: 中红外光学移相器; 蓝宝石基底; 透明电极; 中红外液晶材料; 响应时间

中图分类号: TN313+.1 **文献标识码:** A **doi:** 10.37188/CJLCD.2021-0164

Phase modulation and response time characteristics of mid-infrared liquid crystal optical phase shifter

WANG Rui¹, WU Shuang-hong^{1*}, WANG Xiang-ru^{1*}, HE Xiao-xian¹,
HU Ming-gang², LI Man³, WANG Sheng¹, LI Ming-feng¹

(1. School of Optoelectronics Science and Engineering,

University of Electronic Science and Technology, Chengdu 611731, China;

2. Xi'an Modern Chemistry Research Institute, Xi'an 710065, China;

3. Key Laboratory of Optoelectronic Information Control and Security Technology,
Tianjin 300308, China)

Abstract: The liquid crystal optical phase shifter applied in the mid-infrared band is prepared. The sap-

收稿日期:2021-06-17; 修订日期:2021-08-02.

基金项目:国家自然科学基金(No. 61775026, No. 61871031); 中央高校基本科研项目(No. ZYGX2018J048); 四川省科学技术计划项目(No. 2020YFG0038)

Supported by National Natural Science Foundation of China(No. 61775026, No. 61871031); Fundamental Research Funds for the Central Universities (No. ZYGX2018J048); Sichuan Science and Technology Program (No. 2020YFG0038)

* 通信联系人, E-mail: shwu@uestc.edu.cn; xiangruwang@uestc.edu.cn

phire with high transmittance in the mid-infrared band is selected as the substrate, the ultra-thin indium tin oxide (ITO) film is used as the transparent electrode, and the mid-infrared liquid crystal with low absorption is selected as a medium. By applying voltage to the liquid crystal phase shifter, the liquid crystal molecules form a periodic phase distribution under the action of the electro-optic effect, thereby realizing the phase modulation of the mid-infrared laser. The $20\text{ }\mu\text{m}$ liquid crystal optical phase shifter prepared in this paper can achieve a phase modulation depth of 2.59π under the irradiation of $3.9\text{ }\mu\text{m}$ mid-infrared laser. When the effective value of the switching voltage changes from 2.65 V to 3.37 V , the response time is 19 ms , which can achieve the fast response of the mid-infrared liquid crystal optical phase shifter under the condition of high cell thickness. Finally, the functional requirements of liquid crystal phase shifter in mid-infrared band can be realized.

Key words: mid-infrared optical phase shifter; sapphire substrate; transparent electrode; mid-infrared liquid crystal material; response time

1 引言

随着激光控制技术的快速发展,以液晶光学相控阵为主流的非机械式光束扫描不断成熟。液晶光学相控阵作为一种电控可编程的光束控制技术,具有精度高、分辨率高、重量轻、功耗低等优点,使其在激光雷达、激光武器、空间激光通信等多个领域起到至关重要的作用^[1]。中红外液晶光学相控阵能够满足中波红外的非机械相控波束扫描的应用需求,解决当前中红外激光雷达的机械扫描子系统所存在的惯性大、体积重量大、无法实现捷变指向等技术缺陷^[2]。随着中红外激光器的不断发展,中红外液晶光学相控阵的波束扫描技术受到高度重视,而移相器作为中红外液晶光学相控阵器件的核心组件,其在激光雷达系统中的应用价值不言而喻。

现如今,液晶光学移相器的移相控制技术在近红外波段比较成熟,但在中红外波段研究很匮乏。由于中红外光学材料研制成本较高,国内起步较晚,而国外研究仅局限于中红外液晶材料。1988年,S. T. Wu报道了4-腈基-4-戊基-二苯乙炔结构的红外液晶材料,该材料在中红外波段下透过率为50%左右^[3]。2002年,S. T. Wu通过对戊基联苯腈(5CB)进行全氘化得到全氘代戊基联苯腈(D-5CB),使C—H键在 $3.5\text{ }\mu\text{m}$ 的吸收转移至C—D键的 $4.7\text{ }\mu\text{m}$ 。但是由于

氘代的不完全,D-5CB在 $3.4\text{ }\mu\text{m}$ 中红外波段的透射率仍小于80%^[4-5]。2011年,Y. Chen等人合成了以三氟甲氧基为端基的三联苯类液晶FT,其在 $3\sim 5\text{ }\mu\text{m}$ 中红外波段透过率达到90%以上,但是该液晶分子在中红外波长下双折射率会下降至0.18左右,远远达不到中红外光学移相器相位调制量的需要^[6]。2016年M. G. Hu等人以2,2-二氟乙烯氧基为核心研制了一种在中红外波段低吸收的新型甲苯胺液晶,该液晶材料具有低吸收损耗、宽向列相范围、低熔点和高中双折射特性^[7]。S. T. Wu等人于2018年提出了一种氟化三苯基化合物,该液晶材料具有较大的折射率各向异性 Δn 和介电各向异性 $\Delta\epsilon$,并且为了抑制液晶材料在中红外波段的吸收,用较重的原子F或者Cl代替H,通过合适的极性基团将吸收带移出光谱区域^[4]。

针对中红外激光光束偏转的应用场景,本文研究制备了应用于中红外波段的液晶光学移相器。为了减少吸收损耗,选用在中红外波段具有高透过率的蓝宝石晶片作为基底,超薄氧化铟锡(ITO)薄膜作为透明电极,高透过率的中红外液晶作为功能材料,在 $3.9\text{ }\mu\text{m}$ 的中红外激光照射下实现 2.59π 的相位调制深度。

2 中红外液晶光学移相器结构

中红外液晶光学移相器是一个由蓝宝石基底、超薄ITO导电膜、聚酰亚胺(PA)取向膜和中

红外液晶材料组成的 7 层结构,器件结构如图 1 所示。从上往下依次是蓝宝石基底层、超薄 ITO 透明导电膜层、PI 取向层、中红外液晶分子层、PI 取向层、超薄 ITO 透明导电膜层、蓝宝石基底层。其中中红外液晶分子层的内部喷洒高度为 $20\text{ }\mu\text{m}$ 的间隔子作为支撑;第一基板与第二基板的边缘通过边框胶进行密封封装。本文所用的液晶材料是 C09-202025 中红外液晶^[6-7],具体参数如表 1 所示,中红外液晶材料的分子式如表 2 所示。

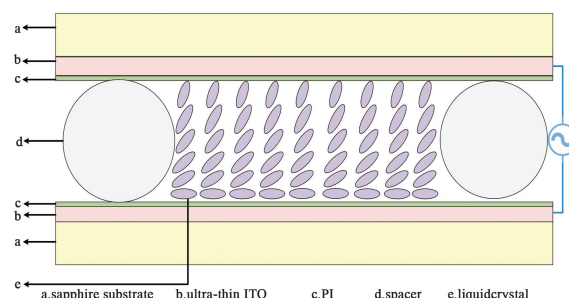


图 1 中红外液晶光学移相器器件结构

Fig.1 Device structure of mid-infrared liquid crystal optical phase shifter

表 1 C09-202025 中红外液晶材料的具体参数

Tab.1 Specific parameters of mid-infrared liquid crystal material C09-202025

Liquid crystal material	Test temperature	Clearing point temperature	Δn	$\Delta\epsilon$	Viscosity γ_1	Elastic constant (K_{11})	Elastic constant (K_{33})
C09-202025	25 °C	125 °C	0.254	17.4	306 Pa · s	18.6 pN	20.8 pN

表 2 C09-202025 中红外液晶材料的分子式及浓度配比

Tab.2 Molecular formula and concentration ratio of the mid-infrared liquid crystal material C09-202025

结构	质量分数/%
	20
	35
	45

3 中红外液晶光学移相器制备

中红外液晶光学移相器是将两片镀超薄 ITO 导电薄膜的蓝宝石基底作为底片和盖片,首先利用旋涂机在超薄的 ITO 导电薄膜上旋涂均匀的 PI;其次利用绒布在 PI 层向同一个方向进行摩擦形成取向层,中红外液晶分子按照取向层的摩擦方向平行排列,形成一致的取向。然后利用点胶机在取向完成的底片边缘涂一圈

热固性边框胶,在盖片上喷洒 $20\text{ }\mu\text{m}$ 的间隔子作为支撑,利用热台在高温条件下将底片和盖片完全贴合。

最后对空的移相器进行真空处理,将 C09-202025 中红外液晶材料滴在封口处,使中红外液晶完全覆盖封口处,之后通过气体压强将液晶灌入盒中,以此完成了中红外液晶光学移相器的制备^[8-9]。

中红外液晶光学移相器在灌注液晶之后,需要将液晶光学移相器器件放在热台上,在略高于中红外液晶材料清亮点的温度($127\text{ }^{\circ}\text{C}$)依靠加热使液晶分子之间相互作用,从而调整液晶分子指向矢的排列状态,以此达到中红外液晶光学移相器中液晶分子的规则排列。

4 中红外液晶光学移相器特性分析

4.1 中红外液晶光学移相器透过率测试

蓝宝石晶体在中红外波段具有良好的透过率,因此作为中红外液晶光学移相器的光学窗口材料。蓝宝石晶体相比于碳化硅(SiC)、砷化镓(GaAs),具有硬度大、热扩散率大、表面致密性好等优点,并且具备优良的光电特性和化学稳定性^[10-12]。

透明电极作为中红外液晶光学移相器的馈电

部分。通过对比 ITO、 $\text{Ti}:\text{Sn}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}:\text{ZnO}$ 、石墨烯、碳纳米管薄膜等不同透明电极材料的光电特性,发现超薄 ITO 导电薄膜具有较宽的带隙范围、良好的导电性、高的红外透射率和低的电阻率。在工艺制备过程中,超薄 ITO 导电膜容易被刻蚀,与 PI 取向膜的吸附作用强。因此选择在蓝宝石基底上镀超薄 ITO 导电薄膜作为中红外液晶光学移相器的透明电极。

利用傅里叶红外光谱仪对蓝宝石基底、超薄 ITO 透明电极、制备完成但未灌入中红外液晶的移相器和灌入 C09-202025 中红外液晶的移相器进行光学透过率测试,测试结果如图 2 所示。测试结果表明,蓝宝石基底在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 的中红外波段透过率约为 78%,相比于透明玻璃、 CaF_2 、 MgF_2 等基底材料具有较高的透过率。蓝宝石基底上镀超薄 ITO 导电薄膜形成的透明电极在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 的中红外波段透过率范围在 40%~60%,能够满足中红外液晶光学移相器的功能要求。未灌入中红外液晶的移相器在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 的中红外波段透过率均高于 20%,灌入 C09-202025 中红外液晶材料的液晶移相器在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 的中红外波段的透过率相比于未灌入液晶的器件下降了约 5%。灌晶后的液晶光学移相器具有法布里-玻罗(FP)效应,在透过率光谱中有周期性振荡,但不影响器件的性能。未灌晶与灌晶的液晶移相器,透过率均呈现一个稳定的变化趋势。

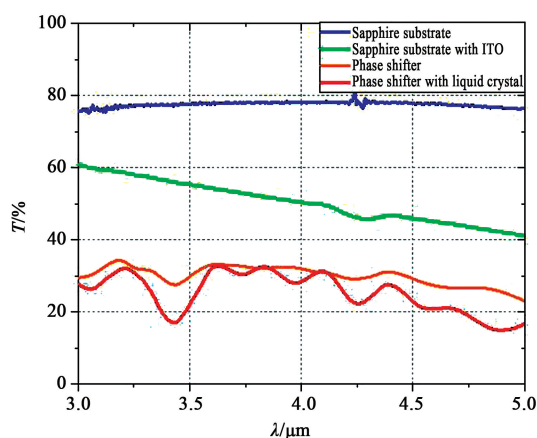


图2 蓝宝石基底、透明电极、移相器器件在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 中红外波段的透过率。

Fig.2 Transmittance of sapphire substrate, transparent electrode, and phase shifter device in the mid-infrared band of $3\sim 5\ \mu\text{m}$.

4.2 液晶移相器电压-相移测试

电压-相移(U-PHi)关系是描述液晶光学移相器电控相移特性。根据 U-PHi 关系能够确定中红外液晶材料的介电常数 $\epsilon_{\parallel}$ 和 $\epsilon_{\perp}$ 、双折射率 $n_{\parallel}$ 和 $n_{\perp}$ 、弹性系数 k 、粘滞系数 η 对相位调制深度 δ 和阈值电压 V_{th} 的影响;同时还能够确定液晶盒厚度 d 和驱动电压 V 对相位调制深度 δ 的影响。

中红外液晶材料 C09-202025 具有电控双折射特性,通过给中红外液晶材料两级加载电压,改变中红外液晶分子指向矢的方向,从而改变入射中红外激光与中红外液晶分子指向矢之间的夹角。入射的中红外激光经过中红外液晶分子,出射光束相对于入射光束发生相位延迟,故出射光相对入射光方向发生了偏转。通过对制备完成的中红外液晶光学移相器进行 U-Phi 测试,定量地确定中红外液晶光学移相器是否具有 2π 的相位调制深度。

利用功率等效法进行中红外液晶光相控阵器件的 U-Phi 测试。

根据马吕定律,出射光为:

$$I = I_0 \sin^2\left(\frac{\delta}{2}\right), \quad (1)$$

其中: I_0 为入射激光的光强, δ 为相移量,根据公式(1)可以得到出射光强 I 和相移量 δ 之间的关系。

透射光的光强满足:

$$I = I_0 \sin^2\left(\frac{4\pi}{\lambda} \cdot \frac{\Delta V}{V_{\text{th}}} \cdot \Delta n \cdot d\right), \quad (2)$$

其中:阈值电压 $V_{\text{th}} = \pi \sqrt{\frac{\kappa}{\Delta\epsilon}}$, $\lambda = 3.9\ \mu\text{m}$ 是中红外激光器的波长, $d = 20\ \mu\text{m}$ 为中红外液晶光学移相器的盒厚, $\Delta n = 0.254$ 为中红外液晶的折射率各向异性, ΔV 为变化的电压值。根据公式(2)可以得到变化的电压 ΔV 和出射光强 I 之间的变化关系;

结合公式(1)、(2)可以得到相位 δ 和电压 ΔV 之间的对应关系。

测试流程图如图 3(a)所示,测试结果如图 3(b)、(c)示。入射的中红外激光($\lambda = 3.9\ \mu\text{m}$)经过液晶光学移相器在正交偏振光下,透射光强由最

大值变到最小值,而后又从最小值变回到最大值,形成一个振荡曲线,具有周期性^[13]。测试结果表明,电压的有效值从 0.99 V 到 7.07 V 的变化过程中,中红外液晶移相器的功率值从 7.39 mW 降低到 0.562 mW,又从 0.562 mW 上升到 9.48 mW,达到饱和状态,最后从 9.48 mW 变化到 0。

根据上述公式将光强 I 转化成对应的相位如图 3(c)所示。图 3(b)、(c)中 A 点到 B 点为一个周期,具有 360° 的相位调制深度;A 点到 D 点具有 467° 的相位调制深度;C 点为功率的峰值点。20 μm 盒厚的中红外液晶光学移相器可以实现 467° 的相移,即 2.59π 的相位调制深度。

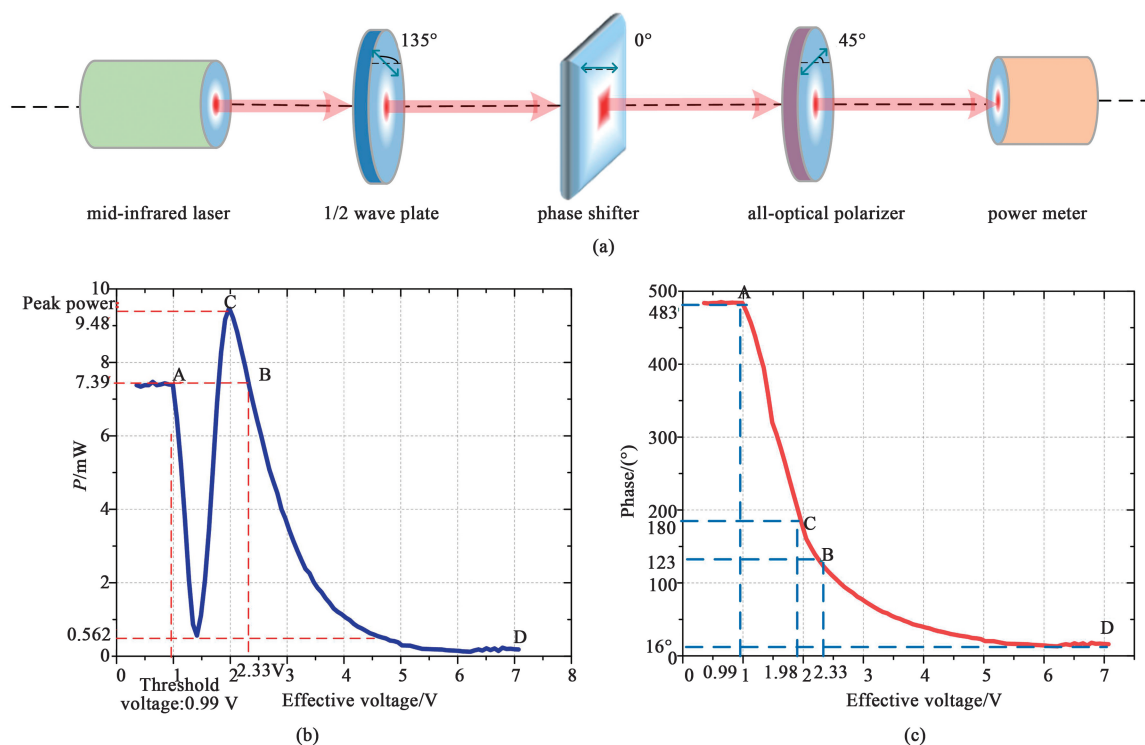


图 3 (a) U-Phi 测试流程图;(b) 20 μm 盒厚的中红外液晶光学移相器有效值电压和功率(U-P)测试结果图;(c) 20 μm 盒厚的中红外液晶光学移相器的 U-Phi 测试结果图。

Fig.3 (a) U-Phi test flow chart;(b) Effective voltage and power (U-P) test results of a mid-infrared liquid crystal optical phase shifter with a cell thickness of 20 μm ; (c) U-Phi test results of a mid-infrared liquid crystal optical phase shifter with a cell thickness of 20 μm .

4.3 液晶移相器响应时间测试

中红外液晶光学移相器的波束切换采用相控的方式,相位转换时间是衡量中红外液晶光学移相器波束位置捷变切换能力的技术指标。中红外液晶光学移相器的上升时间表达式为:

$$t_{\text{on}} = \frac{\eta \cdot d^2}{\Delta\epsilon \cdot \Delta V^2 - \pi^2 k}, \quad (3)$$

下降时间表达式为:

$$t_{\text{off}} = \frac{\eta \cdot d^2}{\pi^2 k}, \quad (4)$$

其中: η 为粘度, k 为弹性系数, d 为液晶盒厚度,

$\Delta\epsilon$ 为介电各向异性, V 为外加电压。响应时间是决定中红外液晶光学移相器相位转变速度的关键因素。

响应时间的测试流程图如图 4(a)所示,电压的有效值从 2.47 V 到 3.37 V 的变化过程中,通过对不同电压切换状态下响应时间的测试,可以得到如图 4(b)(c)的测试结果。测试结果表明电压值从 2.65 V 变化到 3.37 V,响应时间达到 19 ms,能够满足中红外液晶光学移相器在高盒厚条件下快速响应的要求。

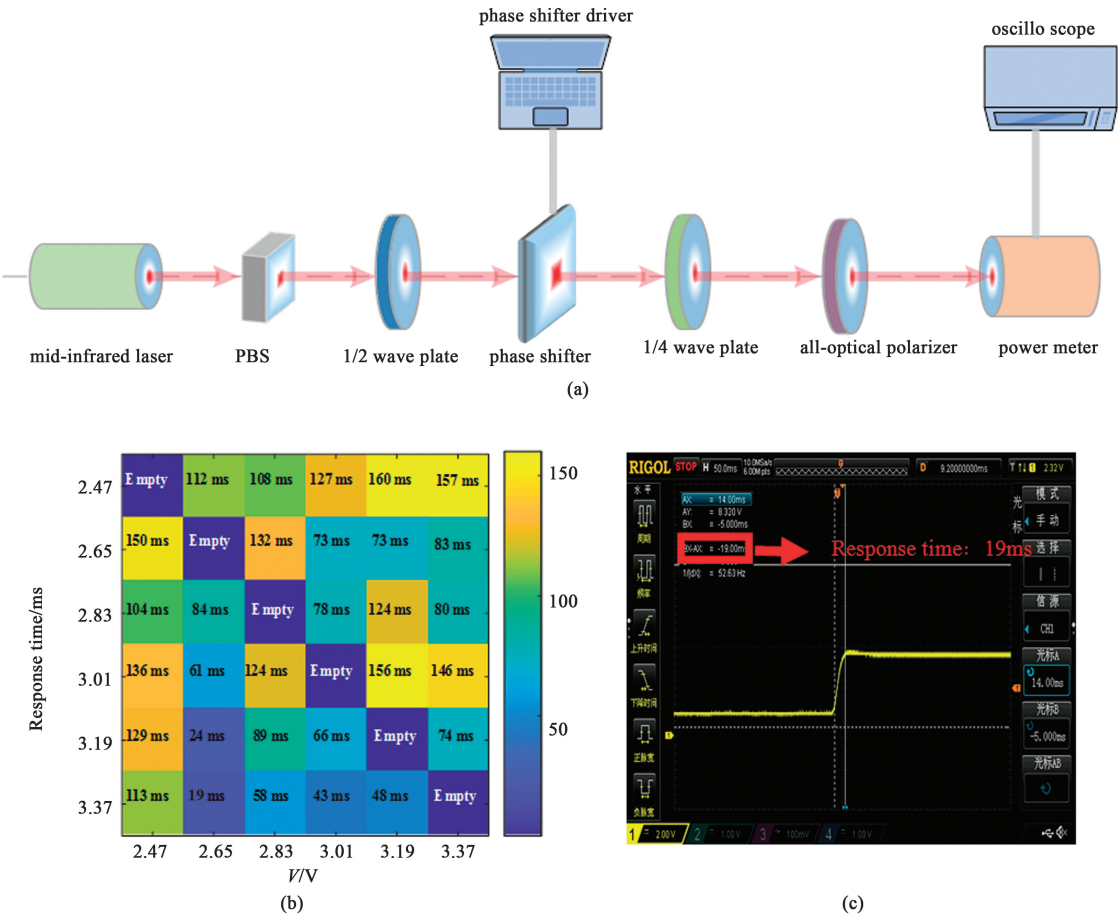


图 4 (a)中红外液晶光学移相器器件响应时间的测试流程图;(b)电压值在 2.47 V 到 3.37 V 的变化范围内, 响应时间的测试数据;(c)电压值从 2.65 V 变化到 3.37 V, 对应响应时间的测试结果图。

Fig.4 (a) Test flow chart of the response time for the mid-infrared liquid crystal optical phase shifter; (b) Test data of response time when the voltage value is within the range of 2.47 V to 3.37 V; (c) Test result diagram of the response time when the voltage value changes from 2.65 V to 3.37 V.

5 结 论

针对国内外激光雷达和激光武器对于中红外液晶光学相控阵的需求,本文实现了应用于中红外波段的液晶光学移相器的研究制备。选用蓝宝石作为基底材料,超薄 ITO 作为透明电极,C09-202025 的液晶材料制备中红外液晶光学移相器,

并对器件进行了透过率、电压-相移(U-PHi)测试、响应时间测试。测试结果表明,液晶光学移相器在 3.9 μm 的中红外激光照射下有 2.59π 的相位调制深度,并且电压值从 2.65 V 变化到 3.37 V,响应时间仅为 19 ms,能够满足中红外液晶光学移相器在高盒厚条件下的快速响应。该研究结果极大地促进了中红外液晶光学移相器的研制。

参 考 文 献:

[1] 李曼,许宏.光学相控阵技术进展及其应用[J].光电技术应用,2011,26(5):8-10,41.
LI M, XU H. Progress and application of optical phased array technology [J]. *Electro-Optic Technology Application*, 2011, 26(5): 8-10, 41.(in Chinese)

- [2] 贺晓娟,汪相如,李曼.液晶中波红外光学相控阵关键技术研究进展[J].红外与激光工程,2016,45(8):0830003.
HE X X, WANG X R, LI M. Research review on mid-infrared liquid crystal optical phased array [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2016, 45(8): 0830003.(in Chinese)
- [3] GOU F W, PENG F L, RU Q T, *et al.* Mid-wave infrared beam steering based on high-efficiency liquid crystal diffractive waveplates [J]. *Optics Express*, 2017, 25(19): 22404-22410.
- [4] GOU F W, CHEN R, HU M G, *et al.* Submillisecond-response polymer network liquid crystals for mid-infrared applications [J]. *Optics Express*, 2018, 26(23): 29735-29743.
- [5] SUN J, CHEN Y, WU S T. Submillisecond-response and scattering-free infrared liquid crystal phase modulators [J]. *Optics Express*, 2012, 20(18): 20124-20129.
- [6] CHEN Y, XIANYU H Q, SUN J, *et al.* Low absorption liquid crystals for mid-wave infrared applications [J]. *Optics Express*, 2011, 19(11): 10843-10848.
- [7] HU M G, AN Z W, LI J, *et al.* Low mid-infrared absorption tolane liquid crystals terminated by 2,2-difluorovinyl-oxyl: synthesis, characterization and properties [J]. *Journal of Materials Chemistry C*, 2016, 4(22): 4939-4945.
- [8] 扈静,喻志农,张世玉,等.柔性PI衬底上ITO薄膜的制备及性能研究[J].光学技术,2014,40(5):465-469.
HU J, YU Z N, ZHANG S Y, *et al.* Growth and properties of ITO films on flexible polyimide (PI) substrates [J]. *Optical Technique*, 2014, 40(5): 465-469.(in Chinese)
- [9] 吕博凡,武永梅.中红外透明导电ITO薄膜的制备[J].物联网技术,2017,7(1):48-51.
LV B F, WU Y M. Preparation of mid-infrared transparent conductive ITO film [J]. *Internet of Things Technologies*, 2017, 7(1): 48-51.(in Chinese)
- [10] 周全,汪岳峰,魏大鹏.基于蓝宝石基底转移石墨烯的中波红外透过光谱分析[J].红外技术,2014,36(9):695-699.
ZHOU Q, WANG Y F, WEI D P. Infrared transmission spectroscopy of transferred graphene on sapphire [J]. *Infrared Technology*, 2014, 36(9): 695-699.(in Chinese)
- [11] 党少坤.蓝宝石基底激光薄膜的设计与制备[D].西安:西安工业大学,2014.
DANG S K. Design and preparation of laser film on sapphire substrate [D]. Xi'an: Xi'an Technological University, 2014.(in Chinese)
- [12] 官庆,廖林炜.蓝宝石基底可见光/激光/中红外多光谱窗口薄膜研究[J].光学与光电技术,2017,15(6):66-72.
GUAN Q, LIAO L W. Research of VIS/NIR/MIR multispectral anti-reflective hard window coatings on the sapphire substrate [J]. *Optics & Optoelectronic Technology*, 2017, 15(6): 66-72.(in Chinese)
- [13] 汪相如,贺晓娟,方琳,等.傅立叶1/4波片法检测液晶光学相控阵移相量的精度分析[J].液晶与显示,2017,32(1):7-12.
WANG X R, HE X X, FANG L, *et al.* Precision analysis on the phase delay measurement method of Fourier quarter-wave-plate on liquid crystal optical phased array [J]. *Chinese Journal of Liquid Crystals and Displays*, 2017, 32(1): 7-12.(in Chinese)

作者简介:



王 瑞(1997—),女,青海西宁人,硕士研究生,2019年于南京邮电大学获得学士学位,主要从事液晶光电子学研究。E-mail:15951875381@163.com



吴双红(1982—),女,陕西渭南人,博士,副教授,2011年于中国科学院长春光学精密机械与物理研究所获得博士学位,主要研究方向为液晶光电子器件、有机光电子器件。E-mail:shwu@uestc.edu.cn



汪相如(1983—),男,安徽黄山人,博士,教授,2012 年于电子科技大学光学获得博士学位,主要从事液晶光电子器件、控制及应用研究。E-mail:xiangruwang@uestc.edu.cn