

# 光谱型椭偏仪对各向异性液晶层的测量<sup>\*</sup>

穆全全<sup>1,2)†</sup> 刘永军<sup>1)</sup> 胡立发<sup>1)</sup> 李大禹<sup>1)</sup> 曹召良<sup>1)</sup> 宣 丽<sup>1)</sup>

1) 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所应用光学国家重点实验室, 长春 130033)

2) 中国科学院研究生院, 北京 100049)

(2005 年 3 月 31 日收到, 2005 年 8 月 1 日收到修改稿)

探讨了利用普通光谱型椭偏仪对各向异性液晶层进行综合性测量的可行性. 并利用法国 Jobin Yvon 公司的 UVISEL SPMR(Spectroscopic Phase Modulated Ellipsometer)光谱型椭偏仪测量了光学各向异性液晶层的折射率  $n_o$  和  $n_e$  及液晶层厚  $d$ . 进一步利用椭偏仪在透射方式下测量了平行排列液晶层的光延迟特性  $\Delta nd$ , 二者取得了很好的一致性, 说明利用光谱型椭偏仪可以实现对光学单轴性液晶层及其他材料的测量, 测厚精度为纳米量级.

关键词: 光谱型椭偏仪, 各向异性, 折射率, 相位延迟

PACC: 0760F, 7530G, 4270D

## 1. 引 言

液晶是目前广泛使用的一种各向异性材料. 液晶盒的光学特性在很大程度上取决于液晶层的双折射率和厚度等特性, 对盒中液晶层的精确综合测量一直是一个很重要的课题. 但是目前能够对液晶层做综合分析的手段非常有限.

测量液晶的双折射率目前有如下一些方法: 1) 干涉色级法<sup>[1]</sup> 这种方法比较简单, 多用来测量生物液晶的双折射率, 但是它的精度不高, 只能得到双折射率的一个范围; 2) 衰减全反射法<sup>[2]</sup>: 它具有探测深度大, 探测信息量大等特点, 但是它的测量过程很复杂而且要得到较高的精度很困难; 3) 阿贝折射仪<sup>[3]</sup>: 这种方法只能测量  $n_o$ . 上述三种方法均不能同时测量液晶盒的厚度.

测量液晶盒的厚度目前有如下的方法: 干涉法和相位补偿法. 但是由于液晶盒内具有 PI, ITO 等多层薄膜, 结构非常复杂, 利用这些方法都很难得到高精度的液晶层厚度.

漏模技术<sup>[3]</sup>是一种能够同时测量液晶层的折射率和厚度, 对液晶层进行综合光学特性分析的方法. 但是文献中只给出了液晶的  $n_o$  和厚度, 没有更全面的数据报道.

针对目前液晶分析手段大多单一、精度低等特点, 本文提出了一种利用椭圆偏光法来对液晶盒进行综合分析测量的方法. 椭圆偏光法是一种很有效的测量薄膜折射率和膜厚的方法. 然而长期以来它都局限于对各向同性膜的测量. 文中我们通过一种简单的方法实现了利用普通的光谱型椭偏仪对单轴性液晶层的综合性测量, 并取得了很好的精度. 这种方法还可以适用于对其他单轴性光学介质的测量.

## 2. 原 理

椭圆法基于测量样品表面及各层界面间反射光的相互作用引起的入射光偏振态的改变, 通常用两个椭圆参数  $\psi$  和  $\Delta$  表示, 再通过建立样品的膜系模型, 利用算法模拟光束反射过程中与样品的相互作用来拟合出所测样品的有关特性, 诸如膜厚、折射率、消光系数等. 椭圆参数  $\psi$  和  $\Delta$  分别代表反射光中 P, S 分量的振幅比和相位差. 对于各向同性介质, 椭圆参数与样品的反射琼斯矩阵  $J =$

$\begin{pmatrix} r_p & 0 \\ 0 & r_s \end{pmatrix}$  有如下菲涅耳关系<sup>[4]</sup>:

$$\tan \Psi \cdot e^{i\Delta} = \rho = \frac{r_p}{r_s}, \quad (1)$$

<sup>\*</sup> 国家自然科学基金(批准号: 60277033, 50473040, 19974046, 59973020)和吉林省科委基金(批准号: 20020603)资助的课题.

<sup>†</sup> E-mail: muquanquan@eyou.com

琼斯矩阵为对角矩阵,即 P、S 光相互独立反射。

图 1 所示为一单层膜系统,设  $n_0, n_1, n_2$  分别为环境介质、膜层、基底的复折射率;  $d_1$  为膜层厚度;  $\theta_0$  为上界面的入射角,  $\theta_1, \theta_2$  为在膜层与基底中的光束折射角;  $r_{01}, r_{12}, r_{10}, t_{01}, t_{10}$  分别表示在各界面处的振幅反射率和透射率;  $\delta$  为相邻两反射光束间的位相差,  $\delta = \frac{2\pi}{\lambda} \Delta L = \frac{4\pi}{\lambda} n_1 d_1 \cos \theta_1$  (假设  $\text{Re}(n_0) < \text{Re}(n_1) < \text{Re}(n_2)$  则各反射光间的半波损失可以不予考虑)。

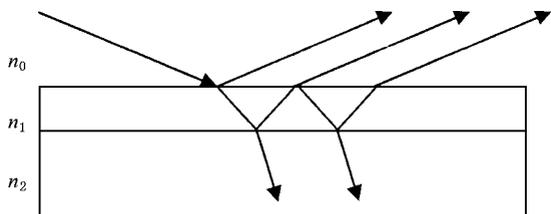


图 1 单层各向同性膜多重反射与折射

反射光的总复振幅为

$$r_{\text{total}} = r_{01} + t_{01} r_{12} t_{10} e^{-i\delta} + t_{01} r_{12}^2 r_{10} t_{10} e^{-i2\delta} + \dots$$

$$= r_{01} + r_{12} t_{01} t_{10} \sum_{j=0}^{\infty} (r_{12} r_{10} e^{-i\delta})^j e^{-i\delta} \quad (2)$$

结合斯托克斯倒逆关系

$$\begin{cases} r_{01}^2 + t_{01} t_{10} = 1, \\ r_{10} = -r_{01}, \end{cases} \quad (3)$$

对 (2) 式做级数求和有

$$r_{\text{total}} = r_{01} + \frac{e^{-i\delta} (1 - r_{01}^2) r_{12}}{1 + r_{12} r_{01} e^{-i\delta}} = \frac{r_{01} + r_{12} e^{-i\delta}}{1 + r_{12} r_{01} e^{-i\delta}}$$

以上各式对 P、S 光均分别成立, 即有

$$r^p = \frac{r_{01}^p + r_{12}^p \exp(-i\delta)}{1 + r_{01}^p r_{12}^p \exp(-i\delta)}$$

$$r^s = \frac{r_{01}^s + r_{12}^s \exp(-i\delta)}{1 + r_{01}^s r_{12}^s \exp(-i\delta)} \quad (4)$$

结合菲涅耳反射公式和折射定律

$$r_{01}^p = \frac{n_1 \cos \theta_0 - n_0 \cos \theta_1}{n_1 \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1}$$

$$r_{01}^s = \frac{n_0 \cos \theta_0 - n_1 \cos \theta_1}{n_0 \cos \theta_0 + n_1 \cos \theta_1}$$

$$r_{12}^p = \frac{n_2 \cos \theta_1 - n_1 \cos \theta_2}{n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2}$$

$$r_{12}^s = \frac{n_1 \cos \theta_1 - n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2} \quad (5)$$

$$n_0 \sin \theta_0 = n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2, \quad (6)$$

即可将 (4) 式化为只是关于样品参数的函数形式

$$r^p = f_1(n_1, n_2, d_1), \quad r^s = f_2(n_1, n_2, d_1) \quad (7)$$

一般  $n_0, n_2, \theta_0$  为已知量, 所以由上述两式结合 (1) 式原则上可以联立解得膜层的参数。

但是真正要将椭圆参数与样品的参数联系起来, 还需要对椭圆数据做大量的数学分析。椭圆数值分析主要分三个部分: (1) 建立样品的膜系结构模型; (2) 确定各层膜材料的色散函数关系; (3) 通过理论模拟计算出一组椭圆参数并与实测椭圆参数值进行数据拟合求解。在拟合过程中需要对试样的厚度、色散特性等有初步的了解, 进行粗略, 或据经验判定材料  $d, n, k$  的上下限, 合理赋初值并给出一定的波动范围, 这样可使程序较快收敛到真实解。拟合过程给予了这种测量方式很大的开放性和灵活性。光谱的引入不仅克服了单波长椭圆仪在确定厚度周期方面的困难, 同时还可以给出膜材料的色散特性。

对于各向异性介质, 一般来说 P、S 光的反射是相关的, 反射琼斯矩阵不再对角化。此时椭圆参数也不再是两个而是六个。这些椭圆参数与样品的反射琼斯矩阵  $J = \begin{pmatrix} r_{pp} & r_{sp} \\ r_{ps} & r_{ss} \end{pmatrix}$  之间的菲涅耳关系<sup>[5]</sup> 将为如下三式:

$$\tan \Psi_{ps} \cdot e^{i\Delta_{ps}} = \rho_{ps} = \frac{r_{ps}}{r_{pp}}$$

$$\tan \Psi_{sp} \cdot e^{i\Delta_{sp}} = \rho_{sp} = \frac{r_{sp}}{r_{ss}}$$

$$\tan \Psi \cdot e^{i\Delta} = \rho = \frac{r_{pp}}{r_{ss}} \quad (8)$$

对于单轴性液晶层, 如果液晶光轴方向与入射面之间的夹角为  $\theta$  ( $\theta \neq 90^\circ$  或  $0^\circ$ ), 那么入射光的 P 和 S 光分量与液晶层的  $n_e$  和  $n_o$  光方向也有一个夹角。二者在液晶层中的传播可以等效为入射后分别在  $n_e$  和  $n_o$  两个光方向上有两个分量且有不同的位相延迟。这样液晶层中的光波就可以表示为如下的四个分量  $P_i(e), P_i(o), S_i(e), S_i(o)$  经过反射以后这四个分量再分别投射到反射方的 P 和 S 方向上, 于是就有

$$P_r = f(P_i(e), P_i(o), S_i(e), S_i(o)),$$

$$S_r = \varphi(P_i(e), P_i(o), S_i(e), S_i(o)).$$

由上面两个函数关系可见, 在通常的反射情况下, 即使是单轴性液晶, 经过反射后 P 光和 S 光也是相关的, 二者不独立, 正如上面的琼斯矩阵所示。

因此, 利用普通的光谱型椭圆仪无法直接测到

所有的椭圆参数,也无法实现对各向异性介质的测试.但对于单轴性液晶层存在一个特殊的现象:当液晶光轴方向与光束的入射面平行或者垂直时,P光和S光将特殊地独立反射,此时其对应的琼斯矩阵将化为对角形式<sup>[6]</sup>.利用这个特点,我们就可以用类似于各向同性的模式来对单轴性液晶层进行测量.

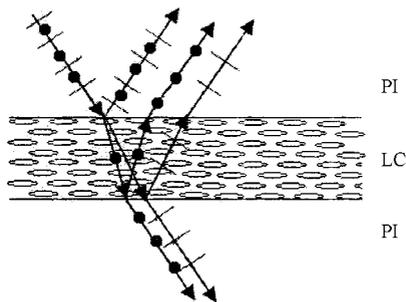


图2 液晶双折射光路

图2所示当光轴平行于入射平面时液晶与取向层界面间的反射和折射光路.图中圆点表示光矢量垂直于入射面即纸面(S光),短线表示光矢量平行于入射面(P光).由图可见当光线射入液晶层后,由于液晶的光轴与入射面平行,使得P,S光分别只对应一个折射率,S光对应于 $n_o$ 发生折射,而P光则对应于 $n_e(\theta)$ 发生折射,所以P,S光将分别独立地发生折射只是对应于不同的折射角.外部表现为P,S光相互独立出射.折射率 $n_e(\theta)$ 的表达式为

$$n_e(\theta) = \sqrt{\frac{n_o^2 n_e^2}{n_o^2 \cos^2 \theta + n_e^2 \sin^2 \theta}}, \quad (9)$$

式中 $\theta$ 为P光的折射角.因此,只要用 $n_o$ 和 $n_e(\theta)$ 分别代替(5)式中对应于S和P各式中的 $n_1$ 即可通过类似于各向同性膜的测量方法实现对单轴各向异性膜的测试.此时

$$\begin{aligned} r^p &= f_1(n_o, m_2, d_1); \\ r^s &= f_2(n_e(\theta), m_2, d_1). \end{aligned} \quad (10)$$

需要指出的是,经过这种替换之后未知数的数目变成了三个.直接从上述方程无法唯一确定最终参数的解.然而通过椭圆参数的拟合过程却可以找到一组最佳的样品参数,也就是所要的解.

### 3. 实验装置

实验所用椭圆仪为法国JY公司生产的UVISEL

SPME型椭圆仪,结构简图如图3所示.光源(75W Xe灯)发出的光经由光纤导入到入射臂,经过起偏器A入射到样品表面,起偏器的偏振方向为沿光路逆时针+45°方向,入射角 $\theta_0$ 为70°;反射光经过反射臂中的光弹性相位调制器M和检偏器P后再由光纤导入分光光谱仪,检偏器的偏振方向与起偏器平行,调制器置于0°,它可以在P,S光之间产生调制速率为50kHz的周期性相位变化.光谱适用范围为240—830nm.在测量时,为了保证液晶光轴方向与入射面之间的严格位置关系这一测量条件,通过一个由步进电机控制的旋转样品台来实现样品在水平平面内的全方位旋转,控制精度可以达到0.05°.通过在起偏器为0°时旋转样品台同时监测调制强度的一次和二次谐波分量 $R_{\omega}$ 和 $R_{2\omega}$ 两个参数直到二者全部为零时,光路即为满足要求<sup>[6]</sup>.

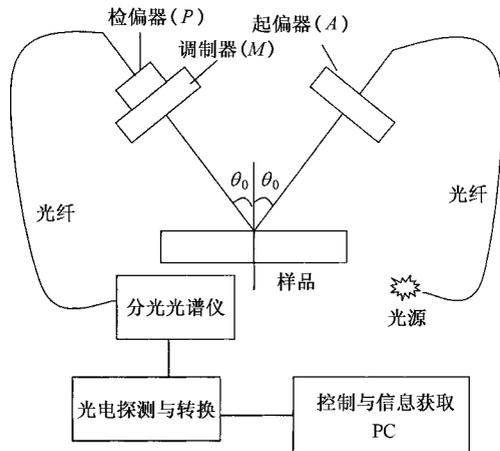


图3 椭圆仪结构简图

### 4. 实验过程

1)样品的准备 实验中选用了0.7mm厚的玻璃作为基板,这样经过上下基板所反射的光都可以被探测器接收到.液晶材料选用了石家庄实力克公司提供的TEB30A液晶;由于液晶盒的层结构复杂(包括两层玻璃基板、两层取向层和一层液晶层),在实验中采取了逐层分析的方法.分别对玻璃、玻璃+PI和液晶盒进行测试,利用前一步所获得的参数做为后一步的近似已知参数来处理,增加结果的可靠性.

2)光路的调整 实验中以0.05°的控制精度旋转样品台,以使液晶的光轴平行于入射面,最终结果

$R\omega_{\min} = 0.00048$  和  $R2\omega_{\min} = 0.00033$ .

3) 建模与结果拟合 在建模中我们先分别为玻璃、液晶层和取向层选择适当的色散公式 赋以各系数一定的初始值进行模拟得到一个预期的色散曲线. 然后利用实验测得的  $\Psi$  和  $\Delta$  值与通过理论模拟得到的  $\Psi$  和  $\Delta$  值进行比较拟合, 通过改变材料的厚度、色散等参数, 使二者差值最小, 这时的样品参数就认为是所求的结果. 这个拟合过程是通过软件自动完成的.

4) 相位延迟的直接测量 液晶的相位延迟特性在液晶空间光调制器研究、液晶非线性<sup>[7]</sup>、液晶在外场作用下的扭曲效应<sup>[8]</sup>等研究中有着广泛的应用价值. 对液晶相位延迟特性的探讨还有助于研究铁电液晶分子双稳态转换的微观动态响应模型. 利用椭偏仪可以测量 P, S 光间相位差(即  $\Delta$ )的原理, 我们利用椭偏仪在透射条件下直接精确测得了液晶层的相位延迟  $\delta_r(\lambda) = \frac{\Delta nd}{\lambda} \times 360$ . 光路的配置方式完全相同于反射模式下, 光线垂直入射到样品表面, 液晶光轴垂直于入射面. 在这种条件下,  $\Delta$  值即为相位延迟, 利用椭偏仪高精度的探测能力可以测得非常精确的相位延迟色散特性<sup>[9]</sup>和电压调制特性.

## 5. 结果与讨论

实验中建立的液晶盒的膜系结构模型如图 4 所示. 左边的数字分别表示各层膜的厚度, 单位为  $\text{\AA}$ , 右边以 dsp 为后缀的文件包含了该层材料的复折射率色散数据, 其中液晶层的寻常和非常折射率各对应一个色散曲线, 用来作为拟合过程的初始值. 最右边的文字表明了该层所对应的材料.

<input type="checkbox"/> 6929695.0	<input type="checkbox"/> G1a1.dsp	玻璃层
<input type="checkbox"/> 716.4	<input type="checkbox"/> P12.dsp	取向层
<input checked="" type="checkbox"/> 94164.2	<input type="checkbox"/> extraordinary_LC1.dsp	液晶层
	<input type="checkbox"/> ordinary_LC(12.10)1.dsp	
<input type="checkbox"/> 716.4	<input type="checkbox"/> P12.dsp	取向层
<input type="checkbox"/> 6929695.0	<input type="checkbox"/> G1a1.dsp	玻璃层
	<input type="checkbox"/> void.dsp	基底空气层

图 4 液晶盒膜系模型

在实验中我们采取了逐层分析的方法, 先利用相对简单的单层模型拟合得到了玻璃以及取向层的相关参数, 在测量液晶盒时就只选择拟合液晶层的厚度和折射率, 而把玻璃和取向层作为已知量来

处理.

在实验中我们尝试了不同的拟合方式. 首先给出了液晶层的厚度和折射率的初始值, 液晶层的厚度以液晶综合测试仪测得的空盒厚度  $10\mu\text{m}$  为初始值, 折射率则以实力克公司提供的 TEB30A 在  $589\text{nm}$  处的折射率为参考用经典色散公式模拟出了一个近似的色散曲线. 在开始拟合时, 我们选定液晶的折射率, 只拟合其厚度, 得到了一个其厚度值可能的大致变化范围, 接下来同时对其折射率和厚度进行拟合, 并且根据拟合结果中的明显错误逐步修改公式参数. 常用的判断依据有: 1) 层厚度不可以为零; 2) 在测量波段液晶层的吸收系数近似为零, 所以其色散曲线应该是随着波长下降; 3) 有吸收的材料, 吸收系数不可以是负值.

经过多次修改和拟合, 得到了一个最佳的解. 最终得到的各层厚度值如表 1 所示, 液晶层的复折射率色散曲线如图 5 所示. 在此基础上, 我们又把玻璃以及取向层的折射率参数也同时选择进行了拟合, 结果基本没有改变, 说明这个最优解很稳定, 是可信的.

由表 1 中的误差可以看出对于取向层和液晶层, 其测量精度均是很高的, 而对于玻璃基板其误差值比较大, 这主要是因为  $0.7\text{mm}$  厚的玻璃基板在所测波段上是一个非相干的反射模式, 信号的变化幅度很小所致<sup>[10]</sup>.

表 1 各层厚度值及拟合误差

	厚度/ $\text{\AA}$	拟合误差/ $\text{\AA}$
玻璃	6929695	12609.78
取向层	716.4	3.26
液晶层	94164.2	25.85

TEB30A 液晶材料的折射率在  $589\text{nm}$  处与石家庄实力克公司所给参数比较如表 2 所示. 从表中可以看出, 拟合结果是非常准确的.

表 2 液晶折射率对比

折射率	实验值	实力克
$n_e$	1.691662	1.692
$n_o$	1.522716	1.522
$\Delta n$	0.1689	0.17

进一步我们用反射法得到的结果并借助公式  $\delta_r(\lambda) = \frac{(n_e - n_o)d}{\lambda} \times 360$  计算了液晶的相位延迟, 与透射情况直接测得的相位延迟进行了比较, 如图

6 所示. 由图中可以看出, 二者的差值在  $50^\circ$  以下. 差值的均匀分布说明拟合得到的液晶折射率的色散曲线是准确的, 进一步证明了拟合结果是准确与合理的. 这个差值的存在也说明拟合结果有一定的误

差. 但是这个差值并不完全是误差的结果, 由于手工制作液晶盒的不平整以及两种状态下所测的并不是同一点, 也导致了二者之间会有差值. 我们认为这个差值主要是由于液晶盒的不平整引起的.

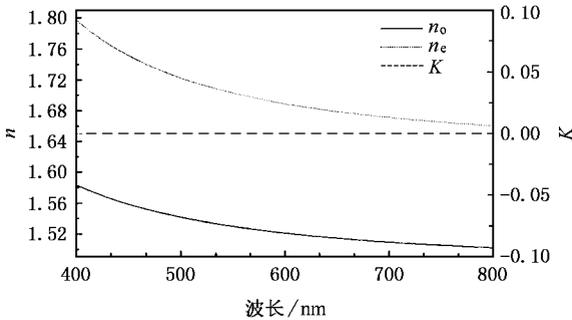


图 5 液晶复折射率色散曲线

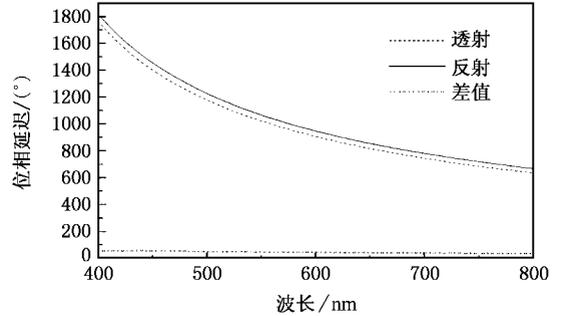


图 6 液晶相位延迟特性

## 6. 结 论

本文利用一种独特的光路配置方式实现了光谱型椭偏仪对单轴各向异性液晶层的测量, 并取得了很好的测量精度. 这种方法可以应用到任意的单轴

各向异性光学介质层的测量中. 在不改变光路配置模式的情况下, 把反射式测量改成透射式测量, 首次利用椭偏仪直接测得了液晶的相位延迟特性, 既验证了拟合结果的精确性, 同时扩展了椭偏仪的使用范围.

- [ 1 ] Wu J , Yang H M , Zhou M F *et al* 1994 *Academic Journal of Kunming Medical College* **15** 4 ( in Chinese ) [ 吴 杰、杨海珉、周明非 1994 昆明医学院学报 **15** 4 ]
- [ 2 ] Guo J X , Shi R H , Ma K *et al* 1994 *Chinese Letter of Liquid Crystal* **3** ( 3 ) 231 ( in Chinese ) [ 郭建新、史若桦、马 凯等 1994 液晶通讯 **3** ( 3 ) 231 ]
- [ 3 ] Shi R H , Huang X M , Jian L X 1994 *Chinese Letter of Liquid Crystal* **2** ( 1 ) 38 ( in Chinese ) [ 史若桦、黄锡珉、姜岭秀 1994 液晶通讯 **2** ( 1 ) 38 ]
- [ 4 ] Laskarakis A , Logothetidis S , Pavlopoulou E *et al* 2004 *Thin Solid Films* **455-456** 43
- [ 5 ] Volodymyr Tkachenko , Antigone Marino , Francesco Vita *et al* 2004

*Eur. Phys. J. E* **14** 185

- [ 6 ] Touir H , Stehakovsky M , Ossikovski R *et al* 2004 *Thin Solid Films* **455-456** 628
- [ 7 ] Lin Z Y , Xiang Y , Xu Z D , Li Y X 1999 *Acta Phys. Sin.* **48** 1297 ( in Chinese ) [ 林子杨、项 颖、徐则达、李宇新 1999 物理学报 **48** 1297 ]
- [ 8 ] Lin Z Y , Xiang Y , Zhang J L , Ma S Y , Xu Z D 1999 *Acta Phys. Sin.* **48** 1898 ( in Chinese ) [ 林子杨、项 颖、张介立、马仕永、徐则达 1999 物理学报 **48** 1898 ]
- [ 9 ] Wu Q H , Hodgkinson I 1994 *J. Opt.* **25** 43
- [ 10 ] Kildemo M , Ossikovski R , Stehakovsky M 1998 *Thin Solid Films* **313-314** 108

# Determination of anisotropic liquid crystal layer parameters by spectroscopic ellipsometer<sup>\*</sup>

Mu Quan-Quan<sup>1,2)†</sup> Liu Yong-Jun<sup>1)</sup> Hu Li-Fa<sup>1)</sup> Li Da-Yu<sup>1)</sup> Cao Zhao-Liang<sup>1)</sup> Xuan Li<sup>1)</sup>

1 *State key Laboratory of Applied Optics, Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China*

2 *Graduate School of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China*

( Received 31 March 2005 ; revised manuscript received 1 August 2005 )

## Abstract

Spectroscopic ellipsometry is widely used in measuring the refractive index and thickness of optical isotropic thin layers. A simple method using spectroscopic ellipsometry to measure uniaxial liquid crystal layer is introduced. A UVISEL spectroscopic phase modulated ellipsometer is used to measure the ordinary refractive index, extraordinary refractive index and thickness of the liquid crystal layer in a parallel-aligned liquid crystal cell. The phase retardation  $\Delta nd$  is measured in transmission mode. The results show that the spectroscopic ellipsometry can be used to measure the anisotropic multilayer liquid crystal cell with high precision.

**Keywords** : spectroscopic ellipsometry, anisotropy, refractive index, phase retardation

**PACC** : 0760F, 7530G, 4270D

<sup>\*</sup> Project supported by the National Natural Science Foundation of China ( Grant Nos. 60277033, 50473040, 19974046, 59973020 ) and Science Foundation of Jilin Province ( Grant No. 20020603 ).

<sup>†</sup> E-mail : muquanquan@eyou.com