# Исследование ориентации молекул жидкого кристалла *E*7 в композитах на основе щелевого кремния поляризационными методами инфракрасной спектроскопии и комбинационного рассеяния света

© Е.В. Астрова<sup>\*¶</sup>, Т.С. Перова<sup>+</sup>, С.А. Грудинкин<sup>\*,+</sup>, В.А. Толмачев<sup>\*</sup>, Ю.А. Пилюгина<sup>\*</sup>, В.Б. Воронков<sup>\*</sup>, Ј.К. Vij<sup>+</sup>

\* Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,

194021 Санкт-Петербург, Россия

<sup>+</sup> Department of Electronic and Electrical Engineering, University of Dublin, Trinity College, Dublin 2, Ireland

(Получена 6 сентября 2004 г. Принята к печати 17 сентября 2004 г.)

Исследовались ориентация молекул жидкокристаллического наполнителя и электрооптический эффект в композитных фотонных кристаллах на основе щелевого кремния. Установлено, что после заполнения щелей молекулы нематического жидкого кристалла выстраиваются преимущественно планарно по отношению к кремниевым стенкам. При приложении электрического поля происходит изменение ориентации молекул жидкого кристалла на гомеотропную по отношению к стенкам щелей. Полученный эффект может быть использован для перестройки фотонной зоны одномерного фотонного кристалла.

#### 1. Введение

Впервые концепция перестраиваемого фотонного кристалла на основе диэлектрической пористой матрицы, заполненной жидким кристаллом (ЖК), была предложена в теоретической работе Буша и Джона [1]. С тех пор было опубликовано несколько экспериментальных работ, посвященных созданию композитных фотонных кристаллов (ФК) разной размерности на основе разных диэлектрических матриц (см., например, [2,3]). В двумерных композитных ФК на основе кремниевой матрицы в виде макропористого кремния был продемонстрирован сдвиг фотонной зоны на 70 нм, обусловленный изменением показателя преломления жидкого кристалла при переходе из мезофазы в изотропное состояние при нагреве [4]. Из полученных спектров авторы [4] попытались определить исходную ориентацию молекул нематического жидкого кристалла Е7 в каналах макропористого кремния. Их заключение о радиально затухающей ориентации ЖК не нашло подтверждения в более поздней работе [5], где с помощью ЯМР было установлено, что молекулы Е7 стремятся расположиться своей длинной стороной вдоль оси каналов. Для перестройки фотонной зоны двумерного ФК в этой работе также был использован термооптический эффект.

С практической же точки зрения более интересна перестройка зоны с помощью электрического поля. В случае композитов на основе макропористого кремния приложить электрическое поле к ЖК внутри каналов непросто, в силу того что Si-матрица обладает высокой электропроводностью. Более удобной кремниевой матрицей, позволяющей решить эту проблему, являются периодические структуры щелевого кремния. Ранее было показано, что щелевой кремний, полученный с помощью глубокого анизотропного травления кремния ориентации (110), является одномерным фотонным кристаллом для света, распространяющегося перпендикулярно кремниевым ребрам в плоскости пластины [6,7], и что инфильтрация его нематиком *E*7 приводит к сдвигу наблюдавшихся запрещенных фотонных зон в длинноволновую область спектра [8].

В настоящей работе разработаны модельные структуры щелевого кремния с изолированными встречноштыревыми электродами разного периода, и на их основе изготовлены композиты. Рассмотрены методические вопросы определения ориентации директора<sup>1</sup> ЖК в щелевом кремнии и выполнены исследования ориентации молекул нематика *E*7 в исходном состоянии и при воздействии внешнего электрического поля.

#### 2. Эксперимент

На рис. 1-3 показаны основные типы исследовавшихся образцов, а на рис. 4 приведено поперечное сечение встречно-штыревых структур, использованных для получения электрооптического эффекта. Исходным материалом для изготовления образцов был n-Si с удельным сопротивлением  $\rho = 5 \, \mathrm{Om} \cdot \mathrm{cm}$ . В шлифованные пластины толщиной 400 мкм, ориентированные в плоскости (110), проводилась глубокая диффузия бора и алюминия на глубину  $x_i = 160$  мкм. С лицевой стороны р-слой убирали шлифовкой и полировкой, оставляя конечную толщину пластины 190 мкм. Щели травились с лицевой стороны через окисную маску в подогретом растворе КОН. Более подробно технология получения периодических структур щелевого кремния описана в работе [6]. Получаемые при этом вертикальные плоскости кремниевых ребер, плоскостей (111), оптически

<sup>¶</sup> E-mail: east@mail.ioffe.ru

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Директор — вектор, характеризующий направление преимущественной ориентации длинных осей молекул ЖК



**Рис. 1.** Образец *D*1, заполненный жидким кристаллом (изображение в оптическом микроскопе).



**Рис. 2.** Образец D4 - 2 с одной щелью (изображение в сканирующем электронном микроскопе): *а* — исходная матрица, *b* — образец с электродами после заполнения жидким кристаллом.

гладкие, в то время как дно щелей шероховатое. Глубина щелей l = 50 мкм, так что они проникают в область *p*-типа. Два кремниевых электрода *l* и *2* (рис. 3, *a*) электрически изолированы друг от друга с помощью обратно смещенного *p*-*n*-перехода и обеспечивают подачу напряжения к соседним ребрам в области перекрытия электродов. Вблизи дна щелей однородная конфигурация электрического поля может быть несколько искажена. Высота такой области порядка ширины щели w, и в узких и глубоких щелях ее влиянием можно пренебречь, полагая, что поле внутри щели однородно.

В каждом чипе со встречно-штыревыми электродами имелось 17 щелей, организованных в "решетку" с разным периодом A = 32, 16 и 8 мкм. Толщина кремниевых ребер  $d_{Si}$  и ширина щелей w в готовой структуре мало отличались от ширины темных и светлых полос



Рис. 3. Образец *D*8 со встречно-штыревой структурой элек-

тродов до заполнения жидким кристаллом; период структуры A = 16 мкм, ширина w щелей 8 мкм: a — общий вид чипа, b — увеличенное изображение области перекрытия электродов.



**Рис. 4.** Схема поперечного сечения образца со встречноштыревыми электродами, изолированными с помощью *p*-*n*перехода.

Физика и техника полупроводников, 2005, том 39, вып. 7



**Рис. 5.** Схема поляризационных измерений ИК-пропускания: *а* — для двух ортогональных поляризаций света вдоль и поперек щелей, *b* — для диагональной ориентации поляризатора и анализатора при измерении двулучепреломления.

на фотошаблоне и были равны друг другу в пределах структуры одного типа  $d_{Si} = w$ . Кроме периодических структур были изготовлены тестовые образцы с одной щелью шириной w = 50 мкм между электродами (рис. 2). Из-за шлифованной обратной стороны образцов с *p*-*n*-переходом и высокого уровня легирования нижней части подложки такие образцы были непрозрачны в ИК-свете. Для проведения измерений на просвет обратная сторона таких структур подвергалась травлению в полирующем травителе СР-4, при котором удалялось 20-30 мкм кремния. Некоторые образцы изготавливались без p-n-перехода, они имели полированную обратную сторону и высокую прозрачность в ИК-области (образец Fe03). Специально были изготовлены образцы со сквозными щелями без дна (образец D1 на рис. 1). Они не содержали встречно-штыревых электродов и не позволяли исследовать электрооптический эффект, но оказались удобны для исследования анизотропии ЖК в видимой области спектра на просвет.

Для проведения измерений оптического пропускания все образцы монтировались на плату из фольгированного гетинакса со сквозным полукруглым отверстием на краю. Металлическая проволока диаметром 50 мкм и серебряная паста использовались для получения контакта между Si-электродом и токопроводящей дорожкой на плате (см. рис. 2, b). Щели заполнялись жидкокристаллической смесью E7 на основе цианбифенилов фирмы Мерк (Германия) при комнатной температуре, т.е. в нематической фазе. ЖК вводился с одного угла чипа в емкость, образованную внешней рамкой и электродами. За заполнением щелей и противоположного угла емкости наблюдали под микроскопом. Наличие внешней рамки у чипа исключало возможность утечки ЖК из щелей. В образце D1 со сквозными щелями ЖК удерживался между Si-стенками за счет сил поверхностного натяжения. Для сравнения спектров ИК-поглощения и комбинационного рассеяния света (КРС) были изготовлены объемные жидкокристаллические ячейки с окнами из BaF<sub>2</sub>, прозрачными в видимой и ИК-областях спектра. Для создания однородной планарной ориентации ЖК в этих ячейках окна покрывались поливиниловым спиртом на центрифуге, отжигались при  $T = 100^{\circ}$ С и затем натирались вельветом в одном направлении.

ИК-спектры поглощения записывались с помощью фурье-спектрометра Digilab FTS6000, оснащенного ИК-микроскопом UMA-500. Для регистрации электрооптического эффекта апертура в виде прямоугольника выбиралась таким образом, чтобы захватить область перекрытия электродов (см. рис. 3, b) или единственную щель (рис. 2). В других случаях, для определения исходной ориентации ЖК, освещалась вся площадь композита. Измерения щелевых структур проводились при освещении образца перпендикулярно плоскости подложки. Такая геометрия позволяет выделить компоненты директора, направленные вдоль и поперек длинной стороны щели, но не дает возможности регистрировать запрещенную фотонную зону и ее сдвиг под действием электрического поля. Щели образца ориентировались параллельно либо перпендикулярно вектору поляризации света (см. рис. 5, *a*). Известно, что молекулы ЖК *E*7

имеют несколько характерных ИК-полос поглощения, обладающих дихроизмом [9]. Так, направления колебаний связей С $\equiv$ N и С-С при частотах  $v_1 = 2226$  см<sup>-1</sup> и  $v_2 = 1606$  см<sup>-1</sup>, соответственно, параллельны длинной стороне палочкообразной молекулы ЖК, а направление колебаний при  $v_3 = 817$  см<sup>-1</sup> перпендикулярно оси молекулы. Отношение интенсивностей этих полос для двух ортогональных поляризаций  $N_A$  может быть использовано для нахождения скалярного параметра порядка  $S_A$  [10]. Для измерения двулучепреломления образцы помещались между поляризатором P, расположенным под углом 45° по отношению к щелям (см. рис. 5, b), и анализатором A. Спектры записывались для двух положений анализатора: параллельно  $A \parallel P$  и перпендикулярно  $A \perp P$  поляризатору.

Спектры КРС записывались с помощью установки Renishaw 1000 в геометрии обратного рассеяния. Прибор позволял фокусировать падающий свет аргонового лазера ( $\lambda = 514$  нм) в область диаметром  $\sim 1$  мкм. Мощность лазерного излучения составляла 5 мВт. Компонента рассеянного света, ориентированная вдоль направления поляризации падающего света, выделялись с помощью анализатора. Для выделения поперечной компоненты рассеянного света перед анализатором ставилась пластинка  $\lambda/2$ . Геометрия эксперимента изображена на рис. 6. Поляризация падающего света лазера Е была всегда одинакова (на рис. 6 — в горизонтальном направлении), а образец поворачивали на 90° так, что щели располагались либо вдоль, либо поперек вектора поляризации света Е, т.е. горизонтально (H) или вертикально (V). На рис. 7 показано, что падающий свет фокусировался в центральную часть щели между электродами. После поворота образца из положения Н в положение V освещаемое пятно фиксировалось в том же



**Рис. 6.** Схема измерений комбинационного рассеяния света: a — горизонтальное положение щелей H (параллельно вектору поляризации  $\mathbf{E}$  падающего света), b — вертикальное положение щелей V (перпендикулярно вектору поляризации  $\mathbf{E}$  падающего света),  $\mathbf{k}_0$  — волновой вектор падающего света,  $\mathbf{k}_s$  — волновой вектор рассеянного света.



**Рис. 7.** Область между электродами, освещаемая лазером при измерении комбинационного рассеяния (показана перекрестием): *а* — для горизонтальной *H* ориентации щелей относительно поляризации падающего света, *b* — для вертикальной *V*.

месте. В поляризационной спектроскопии КРС принято использовать систему координат, жестко связанную с образцом. Интенсивность рассеянного света  $I_{ij}$  имеет два индекса: первый *i* определяет поляризацию рассеянного света, второй *j* — падающего. В таких обозначениях деполяризационные отношения для двух ориентаций образца могут быть записаны в следующем виде:  $R_H = I_{yx}/I_{xx}$  и  $R_V = I_{xy}/I_{yy}$  [11]. Деполяризационные отношения используются для нахождения параметров ориентационного порядка ЖК.

Для регистрации эффекта Фредерикса под действием электрического поля к электродам щелевых образцов прикладывалось постоянное или переменное напряжение с амплитудой V = 14-110 В. Переменное напряжение имело форму прямоугольных импульсов обеих полярностей, частота которых была обычно 50 Гц.

### 3. Результаты и обсуждение

Наиболее четкие данные о начальной ориентации молеул ЖК были получены на образце D1 со сквозными щелями (рис. 1). Оптическая анизотропия ЖК в его щелях была обнаружена в видимой области при исследовании на просвет между скрещенными поляризаторами поляризационного микроскопа. При вращении образца на 360° ЖК становился темным 4 раза: когда щели располагались либо параллельно, либо перпендикулярно



**Рис. 8.** Спектры жидкого кристалла *E*7 в сквозных щелях образца *D*1:  $a - I_{xx}$  и  $I_{yy}$  интенсивности комбинационного рассеяния света, b -ИК-поглощение света, поляризованного параллельно и перпендикулярно щелям.



**Рис. 9.** Спектр оптического поглощения образца D1 при измерении между двумя диагонально ориентированными поляризаторами P и A (см. схему на рис. 5, b): сплошная линия —  $P \perp A$ , штрих-пунктир —  $P \parallel A$ .

вектору поляризации падающего света. Различить, в каком из этих двух напралений располагается оптическая ось ЖК, удалось с помощью ИК-измерений из поляризационной зависимости высоты пика поглощения  $v_1$ . Из рис. 8, *b* видно, что интенсивность поглощения света с поляризацией, параллельной  $D_{\parallel}$  и перпендикулярной  $D_{\perp}$  щелям, неодинакова. Дихроичное отношение  $N_A = \frac{D_{\parallel}}{D_{\perp}} = 1.21$ , что свидетельствует о наличии преимущественной ориентации директора ЖК вдоль щелей. Степень порядка невелика и может быть оценена с помощью выражения [10]

$$S_A = \frac{N_A - 1}{N_A + 2} = 0.065. \tag{1}$$

Дихроичное отношение для ЖК в щелях, имеющих дно, также невелико по сравнению с объемной ячейкой (см. табл. 1).

Физика и техника полупроводников, 2005, том 39, вып. 7

Наиболее чувствителен к оптической анизотропии эксперимент по двулучепреломлению, когда образец располагается между поляризатором и анализатором, повернутыми на 45° относительно оптической оси. Спектры образца D1, полученные при скрещенных и параллельных поляризаторе и анализаторе  $P \perp A$  и  $P \parallel A$ , приведены на рис. 9, где помимо характерных пиков поглощения ЖК видны периодические колебания, максимумы и минимумы которых для двух разных положений анализатора находятся в противофазе. Разность показателей преломления обыкновенного и необыкновенного лучей  $\Delta n$  при этом легко найти из периода таких колебаний, обусловленных набегающей разностью фаз между обыкновенным и необыкновенным лучом на выходе из анизотропной среды (см. например[12]):

$$\Delta n = \frac{10^4}{2l\Delta\nu} = 0.1,\tag{2}$$

где l — толщина образца, равная 45 мкм,  $\Delta v$  — расстояние между максимумом при  $v_{\rm max} = 2100 \,{\rm cm}^{-1}$  и минимумом при  $v_{\rm min} = 3200 \,{\rm cm}^{-1}$  на спектре для случая скрещенных поляризаторов.

Менее распространенным методом определения ориентационного порядка ЖК является поляризационная спектроскопия комбинационного рассеяния света, теоретические основы которой развиты в работе [11]. Микрозондовая методика КРС хорошо подходит для исследования композитов на основе щелевого кремния, так как позволяет сфокусировать падающий свет лазера в нужной области, и полученные значения интенсивности рассеянного света не искажены прохождением через окна, как в случае с объемными ячейками. В отличие от ИК-спектроскопии в проходящем свете, где измерения могут оказаться невозможны из-за поглощения в сильно легированном слое и рассеяния на шероховатой поверхности подложки, спектры КРС записывают в геометрии обратного рассеяния, для которых прозрачность подложки не имеет значения.

Поляризационные спектры ИК-поглощения и КРС для образца D1 приведены на рис. 8. Обычно при исследова-

**Таблица 1.** Геометрические параметры и дихроичное отношение  $N_A$  в полосе поглощения  $v_1 = 2226 \text{ см}^{-1}$  для жидкого кристалла *E*7 в образцах щелевого кремния и ячейки с окнами из BaF<sub>2</sub>

| Образец                 | Период<br>структуры А,<br>мкм | Ширина<br>щели <i>w</i> ,<br>мкм | $N_A = D_\parallel/D_\perp$ |
|-------------------------|-------------------------------|----------------------------------|-----------------------------|
| D5                      | 8                             | 4                                | 1.42                        |
| Fe03                    | —                             | 50                               | 1.18                        |
| D4-2                    | _                             | 50                               | 1.27                        |
| D1                      | 64                            | 48                               | 1.21                        |
| (сквозные щели)         |                               |                                  |                             |
| Ячейка ВаF <sub>2</sub> |                               | 8                                | 5.69                        |
|                         |                               | (толщина                         |                             |
|                         |                               | зазора)                          |                             |

| Образец  | Период<br>структуры А,<br>мкм | Ширина<br>щели <i>w</i> ,<br>мкм               | I <sub>xx</sub>                       | $I_{yy}$                            | $N_R = I_{xx}/I_{yy}$                 | $R_H = I_{yx}/I_{xx}$                     | $R_V = I_{xy}/I_{yy}$                     |
|--|-------------------------------|--|---------------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------------|---|---|
| D2<br>D8<br>K2<br>D1<br>Ячейка<br>BaF <sub>2</sub> | 8<br>16<br>32<br>64           | 4<br>8<br>16<br>48<br>8<br>(толщина<br>зазора) | 5980<br>2787<br>2319<br>4620<br>14605 | 1319<br>1947<br>1412<br>2520<br>931 | 4.53<br>1.43<br>1.64<br>1.83<br>15.68 | 0.453<br>0.513<br>0.324<br>0.425<br>0.116 | 1.310<br>0.907<br>1.070<br>1.158<br>1.577 |

**Таблица 2.** Поляризационные компоненты КРС от жидкого кристалла *E*7 в композитах на основе щелевого кремния (полоса  $v_2 = 1606 \,\mathrm{cm}^{-1}$ ), отн.ед.

нии ориентации ЖК на основе цианбифенилов с помощью КРС используют полосу  $v_2 = 1606 \text{ см}^{-1}$ , обусловленную С-С деформационными колебаниями фенильного кольца, направление которых также параллельно длинной оси молекулы [13,14]. КРС является эффективным методом исследований, позволяющим получить информацию о тензоре поляризуемости молекулы ЖК. С его помощью находят параметры ориентационного порядка, включая более высокие степени разложения функции распределения. Однако точное количественное определение вышеуказанных величин базируется на довольно сложных расчетах, исходными данными для которых служат экспериментально измеренные деполяризационные отношения  $R_H$  и  $R_V$  [11,13]. Поэтому, не углубляясь в решение уравнений, необходимых для получения точных значений параметров ориентационного порядка, мы использовали методику КРС для получения поляризационных компонент интенсивности рассеянного света, с помощью которых можно судить об ориентации директора ЖК. На рис. 8, а приведен спектр комбинационного рассеяния света для ЖК, находящегося в сквозных щелях шириной 48 мкм образца D1. Сравнение его с ИК-спектром поглощения, приведенном на том же рисунке, показывает, что не все колебания одинаково активны в ИК-поглощении и в КРС. Хорошо видны пики  $v_1$  и  $v_2$ , обусловленные колебаниями связей, параллельных оси молекулы. Из деполяризационных отношений  $R_H$  и  $R_V$  для колебания C-C ( $v_2 = 1606 \text{ см}^{-1}$ ), приведенных в табл. 2, следует, что R<sub>V</sub> > 1. Как было показано в работах [11,13] и следует из наших измерений на ячейке BaF<sub>2</sub> с однородной планарной ориентацией,  $R_V > 1$  в том случае, когда вектор Е падающего света перпендикулярен директору ЖК. Отсюда можно сделать вывод о том, что при вертикальной ориентации щелей (положение образца V) директор ЖК располагается вдоль длинной стороны щелей. Этот вывод хорошо согласуется с результатом, полученным из ИКизмерений. Сравним чувствительность поляризационных методов ИК- и КРС-спектроскопии для одного и того же колебания при  $v_1 = 2226 \text{ см}^{-1}$ . Возьмем отношение интенсивностей рассеянного света с той же поляризацией, что и падающего лазерного излучения, для

двух взаимно перпендикулярных положений образца Н и V:  $N_R(v_1) = I_{xx}/I_{yy} = 1.62$ . Это заметно больше, чем найденное из ИК-измерений отношение интенсивностей  $N_A(v_1) = 1.21$ . Для колебания при  $v_2 = 1606 \,\mathrm{cm}^{-1}$  чувствительность комбинационного рассеяния к поляризации получается еще выше  $N_R(v_2) = 1.83$ , в то время как  $N_A(v_2) = 1.29$ . Таким образом, методика КРС позволяет получить более высокую чувствительность при исследовании ориентации ЖК в плоскости ху, параллельной подложке. Для нахождения *z*-компоненты директора, перпендикулярной к подложке, необходимо, чтобы свет падал сбоку, по нормали к плоскости кремниевых ребер. Поскольку Si непрозрачен в видимой области, используемой для исследования комбинационного рассеяния света, в такой геометрии использовать спектроскопию КРС невозможно.

Влияние дна на ориентацию ЖК было удобно проследить на образце без p-n-перехода Fe03. Общий вид спектра ИК поглощения этого образца приведен на рис. 10. Видно, что для обеих поляризаций амплитуды пиков для параллельных полос  $v_1 = 2226 \text{ см}^{-1}$  и  $v_2 = 1606 \text{ см}^{-1}$  малы по сравнению с пиком, соответствующим поперечным колебаниям ( $v_3 = 817 \text{ см}^{-1}$ ). Из сравнения их со спектрами E7 в объемных ячейках



**Рис. 10.** ИК-спектр поглощения ЖК в образце *Fe*03 с несквозными щелями и без *p*-*n*-перехода.

с планарной и гомеотропной ориентацией, а также со спектром в образце D1 со сквозными каналами можно сделать вывод о том, что имеется вертикальная составляющая директора, нормальная к поверхности подложки. Что касается анизотропии в плоскости, параллельной подложке, то она менее выражена, чем в случае сквозных щелей и зависит от ширины щелей (при постоянной их глубине). Так, в образце D5 с узкими щелями (шириной 4 мкм), где дихроичное отношение для C=N колебаний наиболее высокое (см. табл. 1), с уверенностью регистрировалось и двулучепреломление  $\Delta n = 0.1$ . Его величина оказалась практически такой же, как и для образца D1 со сквозными широкими щелями, в то время как для образца K2 со щелями шириной 16 мкм  $\Delta n$  составило всего лишь 0.025.

Данные по комбинационному рассеянию сведены в табл. 2. Из них видно, во-первых, качественное согласие с данными ИК-спектометрии (табл. 1), а во-вторых, также прослеживается зависимость  $N_R$  и деполяризационных отношений  $R_H$  и  $R_V$  от ширины щели. Наиболее выражена ориентация директора вдоль щелей для образца D2 со щелями шириной 4 мкм, а для щелей 8 и 16 мкм она существенно меньше. Сравнение с образцом D1 без дна с еще большей шириной щели, но сохранящим ориентацию директора вдоль щелей, позволяет утверждать, что шероховатое дно вносит искажения в ориентацию директора. Влияние дна тем больше, чем меньше отношение глубины щели к ее ширине l/w.

#### 4. Электрооптический эффект

Электрооптический эффект можно было наблюдать визуально в отраженном поляризованном свете под микроскопом. При подаче постоянного, пилообразного или импульсного напряжения в условиях скрещенных поляризаторов было видно изменение яркости ЖК, находящегося в области сильного поля между электродами. Пороговое напряжение перехода Фредерикса под действием электрического поля для образца с w = 16 мкм составляло 14 В, а не 2 В, как в ЖК ячейке, что обусловлено, по-видимому, падением напряжения на контактах щелевой структуры. Дальнейшее увеличение напряжения приводило к усилению эффекта. При  $V = 90 - 110 \,\mathrm{B}$  (в зависимости от частоты сигнала в диапазоне 2–400 Гц) ЖК в щелях по всей длине структуры становился темным. Это относилось и к исходно светлым областям в горизонтальной части дна. При этом в лучших образцах ток утечки через *p*-*n*-переход был не более 200 мкА. Наблюдавшийся эффект при напряжениях < 30 В мы считаем возможным интерпретировать как переход Фредерикса: сначала кулоновские силы поворачивают вдоль поля молекулы, изначально расположенные вдоль щелей в горизонтальной плоскости, параллельной подложке, а при больших напряжениях поле переводит в горизонтальную плоскость и придонные молекулы, ориентированные вертикально (гомеотропно к подложке). Высокие напряжения ~ 100 В в некоторых образцах приводили к появлению больших токов утечки (до 5 мА) и обусловливали нагрев структуры до 70°С. В этом случае ЖК переходил в изотропное состояние. Поэтому при исследовании влияния электрического поля приходилось тщательно следить за током, протекающим через структуру.

На рис. 11 показано, как изменяется амплитуда полосы ИК-поглощения  $v_1$  при приложении 30 В к одиночной щели шириной 50 мкм. Наиболее сильно изменяется поглощение для поляризации света, перпендикулярной щелям. В образцах со встречно-штыревой структурой, где приходилось работать с меньшей апертурой, расположенной в области перекрытия электродов, зарегистрировать изменение высоты пика или  $\Delta n$  на ИК-спектрах не удавалось. Они были в пределах ошибки. Измерения КРС, напротив, позволяли видеть значительные изменения в амплитуде рассеянного света.

На рис. 12 приведены спектры комбинационного рассеяния для образца К2, из которых видно, что при



**Рис. 11.** Изменение высоты пиков ИК-поглощения света разной поляризации в образце D4-2 при подаче на электроды переменного напряжения V = 30 В.



**Рис. 12.** Влияние электрического поля на поляризационные составляющие комбинационно-рассеянного света для образца *K*-2 (*V* = 110 B.)



**Рис. 13.** Зависимость деполяризационных отношений  $R_H$  и  $R_V$  от приложенного постоянного напряжения для образца *D*8.

приложении к электродам прямоугольных импульсов амплитудой V = 110 В все поляризационные компоненты рассеянного света сильно возрастают (см. табл. 3). Наиболее сильно (в 14 раз) возрастает амплитуда  $I_{yy}$ , когда из рассеянного света выделяется *y*-составляющая с поляризацией, параллельной поляризации падающего света, а сам падающий свет поляризован перпендикулярно щелям (и исходной ориентации директора).

**Таблица 3.** Влияние переменного электричекого поля  $(f = 50 \,\Gamma \text{u}, \text{прямоугольные импульсы})$  на поляризационные компоненты амплитуды КРС от жидкого кристалла в образце  $K2 \, (\nu_2 = 1606 \,\mathrm{cm}^{-1})$ 

| V, B | $I_{xx}$ | $I_{yy}$ | $I_{yx}$ | Ixy  | $R_H = I_{yx}/I_{xx}$ | $R_V = I_{xy}/I_{yy}$ |
|------|----------|----------|----------|------|-----------------------|-----------------------|
| 0    | 2319     | 1412     | 752      | 1544 | 0.324                 | 1.07                  |
| 110  | 11051    | 19756    | 1861     | 5057 | 0.168                 | 0.256                 |

Внешнее электрическое поле направлено вдоль оси *y*, в направлении которой стремятся сориентироваться молекулы ЖК. Если оценивать степень ориентационного порядка с помощью отношений амплитуд при различных напряжениях: V = 0,  $N_R = I_{xx}/I_{yy}$  и V = 110 В,  $N_R(110) = I_{yy}/I_{xx}$ , то ориентация директора меняется от планарной относительно Si-ребер ( $N_R(0) = 1.64$ ) до гомеотропной ( $N_R(110) = 1.79$ ), что сказывается и на величинах деполяризационных отношений. Возрастание всех компонент рассеянного света свидетельствует, повидимому, о развороте директора в плоскость, параллельную подложке. Из табл. 4 видно, как изменяются амплитуды рассеянного света по мере увеличения напряжения постоянного смещения между электродами образца D8. Наиболее чувствительна к электрическому полю, как и в предыдущем случае, амплитуда  $I_{yy}$ . Однако ее изменение не превышает двукратного. На рис. 13 построены зависимости деполяризационных отношений от напряжения. Отношение  $R_V$  уменьшается, а  $R_H$ , наоборот, возрастает с ростом поля, что свидетельствует об увеличении доли молекул, ориентированных вдоль поля (перпендикулярно щелям).

**Таблица 4.** Зависимость поляризационных компонент КРС от постоянного напряжения, приложенного к образцу *D*8

| $I_{yy}$ | $I_{yx}$   | Ixy   | $R_H = I_{yx}/I_{xx}$  | $R_V = I_{xy}/I_{yy}$  |
|----------|--|---|--|--|
| 1947     | 1429   | 1767  | 0.513  | 0.907  |
| 1639     | 1479   | 1468  | 0.511  | 0.896  |
| 1806     | 1558   | 1677  | 0.522  | 0.929  |
| 2859     | 1635   | 2178  | 0.561  | 0.762  |
| 3430     | 1986   | 2752  | 0.535  | 0.802  |
|          | <i>I</i> <sub>yy</sub><br>1947<br>1639<br>1806<br>2859<br>3430 | Iyy Iyx   1947 1429   1639 1479   1806 1558   2859 1635   3430 1986 | Iyy Iyx Ixy   1947 1429 1767   1639 1479 1468   1806 1558 1677   2859 1635 2178   3430 1986 2752 | $I_{yy}$ $I_{yx}$ $I_{xy}$ $R_H = I_{yx}/I_{xx}$ 1947142917670.5131639147914680.5111806155816770.5222859163521780.5613430198627520.535 |

#### 5. Заключение

В заключение отметим, что нематик *E*7 имеет малые силы сцепления с вертикальными стенками щелевого кремния, но выстраивается преимущественно вдоль



**Рис. 14.** Схема ориентации директора жидкого кристалла *E7* в щели кремния: *а* — исходная в сквозной щели без дна, *b* — в щели с дном при приложении электрического поля (структура с изолированными электродами).

Физика и техника полупроводников, 2005, том 39, вып. 7

длинной стороны щели (рис. 14, a). Наличие у щели дна приводит к более сложной конфигурации директора вследствие того, что часть молекул ориентируется гомеотропно по отношению к подложке. Внешнее электрическое поле способствует переходу молекул ЖК в одну плоскость и выстраиванию их вдоль силовых линий поля (рис. 14, b). Проведенные поляризационные измерения показали, что наиболее подходящей методикой для исследования ориентации ЖК в щелевом Si является микрозондовая спектроскопия КРС. На специально разработанных приборных структурах был получен электрооптический эффект, который может быть использован для перестройки фотонной зоны композитов щелевой кремний–жидкий кристалл.

Авторы выражают благодарность В. Панову за помощь в проведении экспериментов, Р. Доджу за полезное обсуждение и С. Антонову за подготовку иллюстраций.

Работа поддержана грантом INTAS N 0642, Ирландским грантом SFI (No. 04/BR/P0698) по Программе фундаментальных исследований, Российским грантом по программе "Оптика и лазерная физика".

#### Список литературы

- [1] K. Busch, S. John. Phys. Rev. Lett., 83, 967 (1999).
- [2] S. Gottardo, D.S. Wiersma, W.L. Vos. Physica B, **338**, 143 (2003).
- [3] G. Mertens, T. Röder, R. Schweins, K. Huber, H.-S.R. Kitzerow. Appl. Phys. Lett., 80, 1885 (2002).
- [4] S.W. Leonard, J.P. Mondia, H.M. van Driel, O. Toader, S. John, K. Busch, A. Birner, U. Gösele, V. Lehmann. Phys. Rev, B, 61, 2389 (2000).
- [5] G. Mertens, T. Röder, H. Matthias, H. Marsmann, H.-S.R. Kitzerow. Appl. Phys. Lett., 83, 3036 (2003).
- [6] В.А. Толмачев, Л.С. Границына, Е.Н. Власова, Б.З. Волчек, А.В. Нащекин, А.Д. Ременюк, Е.В. Астрова. ФТП, 36, 932 (2002).
- [7] V.A. Tolmachev, T.S. Perova, K. Berwick. Appl. Opt., 42, 5679 (2003).
- [8] V.A. Tolmachev, T.S. Perova, E.V. Astrova, R.M. Moore. Proc. 5th Int. Conf. on Transparent Optical Networks (Warsaw, Poland, 2003) v. 1, Tu.P.2.
- [9] S.T. Wu. Opt. Eng., 26, 120 (1987).
- [10] Л.М. Блинов. Электро- и магнитооптика жидких кристаллов (М., Наука, 1978).
- [11] K. Miyano. J. Chem. Phys., 69, 4807 (1978).
- [12] С.Е. Фриш, А.В. Тиморева. Курс общей физики, т. 3: Оптика. Атомная физика (М., Физматгиз, 1961) с. 192.
- [13] S. Jen, N.A. Clark, P.S. Pershan. J. Chem. Phys., 66, 4635 (1977).
- [14] W.J. Jones, D.R. Thomas, D.W. Thomas, G. Williams. J. Molecul. Struct., 614, 75 (2002).

Редактор Л.В. Беляков

## Polarized infared and Raman microspectrometry studies of nematic liquid crystal alignment in composites based on grooved silicon

E.V. Astrova\*, T.S. Perova<sup>+</sup>, S.A. Grudinkin<sup>\*,+</sup>, V.A. Tolmachev\*, Yu.A. Pilyugina\*, V.B. Voronkov\*, J.K. Vij<sup>+</sup>

Ioffe Physicotechnical Institute, Russian Academy of Sciences, 194021 St. Petersburg, Russia <sup>+</sup> Department of Electronic and Electrical Engineering, University of Dublin, Trinity College, Dublin 2, Ireland

**Abstract** Molecular alignment of liquid crystal filler and electrooptical effect in composite photonic crystals based on grooved silicon have been studied. It has been found that nematic liquid crystal molecules in the as filled grooves are primarily planar in respect to silicon walls. Under the electric field the liquid crystal molecules are reoriented homeotropically in respect to the groove walls. The obtained effect can be used to tune photonic band gap of 1*D* photonic crystal.