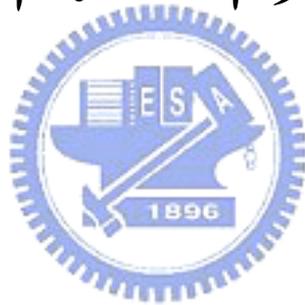


第二章. 研究方法



2.1 實驗儀器

1. 真空系統 (Vacuum Line & Schlenk Line)

2. 偏光顯微鏡 (Polarized Optical Microscope)

型號：LEICA DMLP

偏光顯微鏡以兩片偏光片加上 Mettler FP900 與 FP82HT 組合之加熱裝置，觀察樣品在加熱或冷卻過程中光學條紋之變化。可初步判斷樣品是否具有液晶性質及其液晶相種類與溫度範圍。一般下偏光片稱為 polarizer，上偏光片稱為 analyzer，上下偏光片交角為 90° 。

3. 紫外光照射儀器

型號：CL-1000L



燈源為 5 支 8 瓦特的雙燈管，輸入規格為交流電 115 伏特/60 赫茲/0.7 安培，主要波長為 365 nm，有效照射範圍 $12.7 \times 30.5 \times 25.4$ cm。

4. 光功率檢測計 (Optical Power Meter)

型號：Newport 1830-c

5. 任意波形產生器 (Function Generation)

型號：GW GFG-813

6. 數位示波器 (Digital Oscilloscope)

型號：Tektronix TDS 301213

7. 氦氖雷射 (He-Ne Laser)

型號：Unipgase，10 mW，波長 633 nm

8. 高速電源輸出放大器 (High Speed Power Amplifier)

型號：HPA20H10M

9. SEM (Scanning Electron Microscope)

型號：JEOL JSM6700F

掃描電子顯微鏡基本原理與電視相同，它是利用加熱燈絲（鎢絲）所發射出來之電子束 (Electron Beam) 充當光源，經柵極靜電聚焦之，形成一約 $10\ \mu\text{m}\sim 50\ \mu\text{m}$ 大小之點光源，在陽極之加速電壓 (0.2 KV \sim 40 KV) 的作用下，經過 2 至 3 個電磁透鏡所組成的電子光學系統，將匯聚成電子射束後，聚焦在試件表面並且必須在真空的環境中以減少電子被空氣漫射。

10. AFM (Atomic Force Microscope)

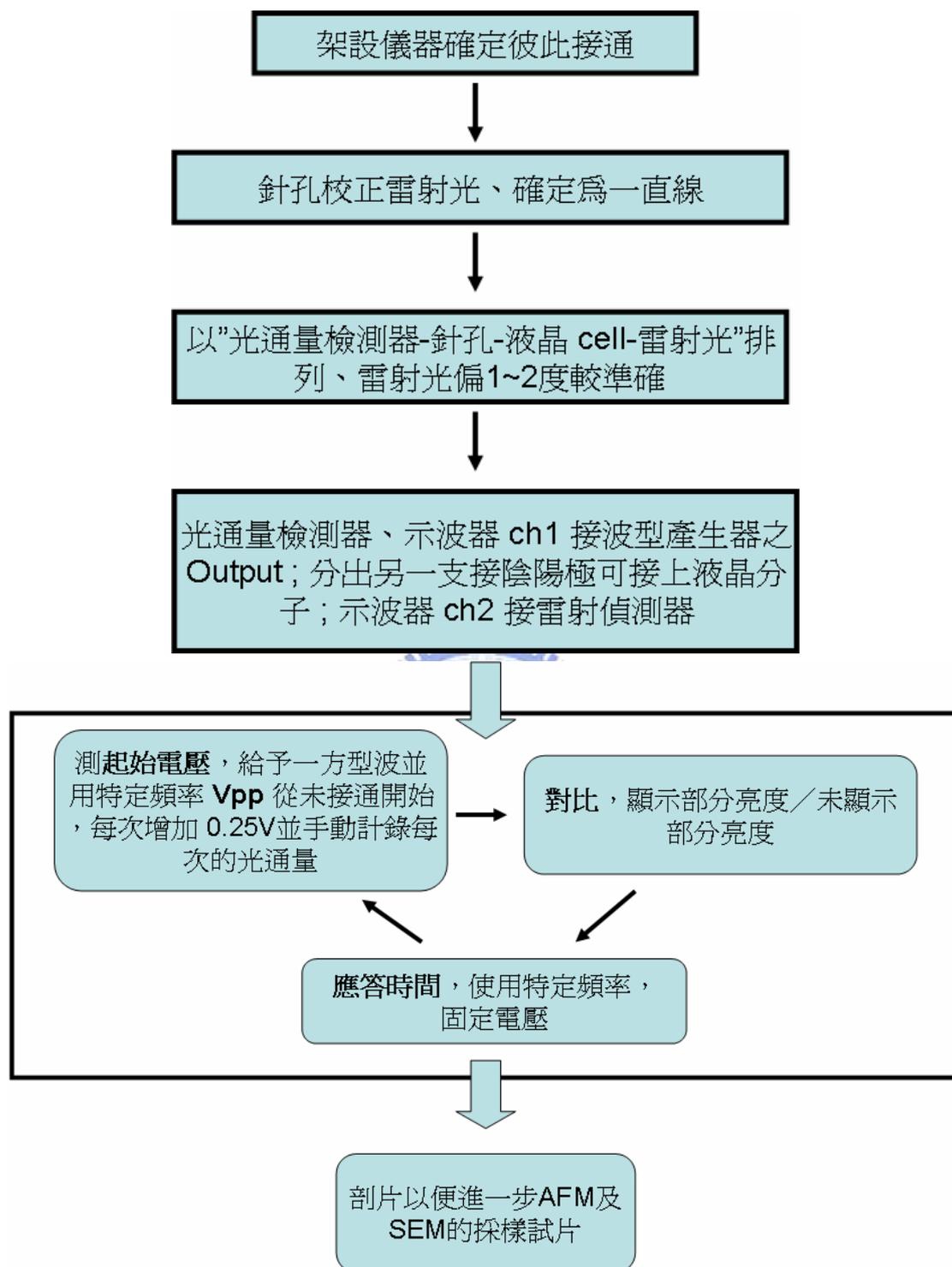
型號：Nanoscope III D3100A

利用特製的微小探針，來偵測探針與樣品表面間的某種交互作用，然後使用一個具有三軸位移的壓電陶瓷掃描器，使探針在樣品表面來回掃描偵測，並利用此掃描器的垂直微調能力及回饋迴路，讓探針與樣品間的交互作用在掃描過程中保持一定距離 (約 $10^{-10}\ \text{m}$)，只要紀錄掃描面上每一點的垂直微調距離，便可獲得樣品表面的等交互

作用圖像，進而推導出樣品表面特性。而所使用的為輕敲式 (Tapping Mode)，輕敲式 AFM 乃是介於接觸式和非接觸式之間。探針以高頻在 z 方向振動，但其振幅較非接觸式小，而且每一振動週期中，探針在振盪底部和樣品表面接觸一次。與非接觸式比較，由於此式直接接觸樣品表面，因此解析度提高為 5 至 10 nm；而與接觸式比較，雖然解析度較差，但破壞樣品的機率卻大為降低，同時也較不受摩擦力的干擾。由於高頻率敲擊的影響，對很硬的物體而言，探針針尖可能受損，而對很軟的樣品，則樣品仍可能會遭到破壞。由於 AFM 具有原子級的解析度，是各種薄膜粗糙度 (Roughness) 檢測及微觀表面結構研究的重要工具，也適合與 STEM 搭配成為從 mm 至 Å 尺寸的表面分析儀器；在奈米材料結構的製作上，已有多種可行的方法，應用在超高密度記憶裝置及次微米元件上；並可用來量測物體局部的楊氏係數，進行分子尺寸的機械量測。

2.2 研究方法流程

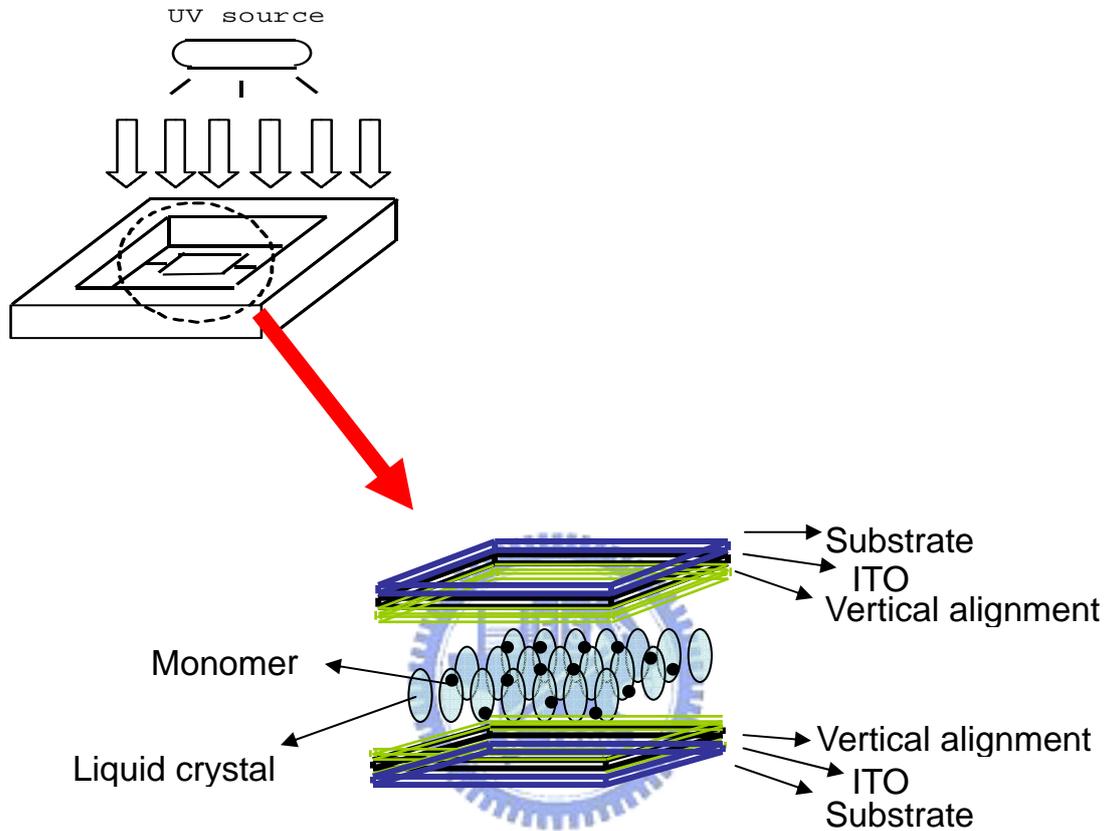
利用負型液晶 ($n_e = 1.560$, $n_o = 1.4775$, $\Delta\epsilon < 0$) 將其填充於 vertical alignment test cell (4 domains) 並溶入些許的反應型光聚合單體含雙壓克力基大約 0.3%，以抽真空方式灌進 test cell，藉由毛細現象將 test cell 填飽，接著平放置 UV 曝光機平台上，以特定波



圖二十二、光學儀器架設及量測流程圖

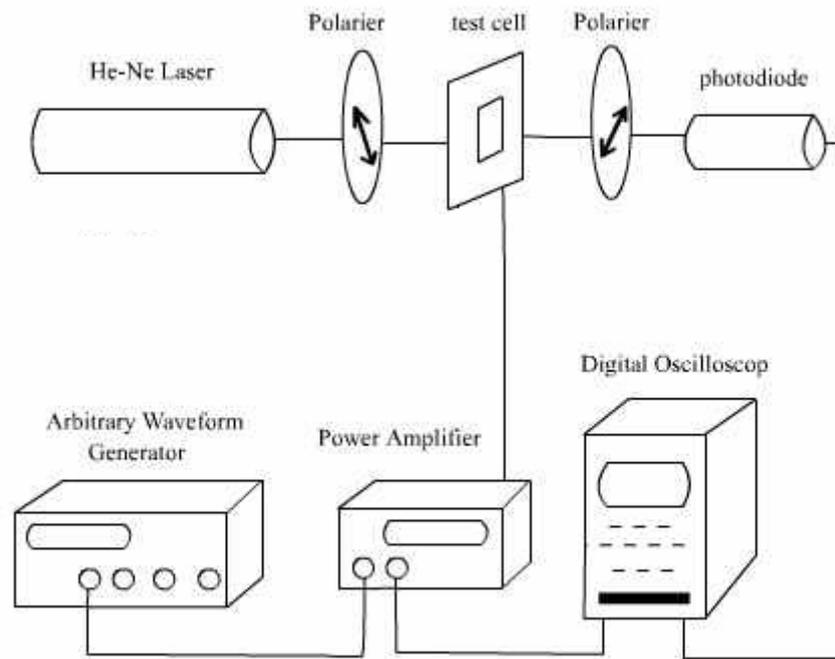
長進行照光聚合，而在照光過程中給予外加電場 75 V，且照光的溫度大約在 20~30 °C 之間。照光結束後立即開始測量光學性質，整個

光學儀器架設過程可以用流程圖來進行說明如圖二十二所示，而 UV 曝光示意圖如圖二十三所示。



圖二十三、照光實驗示意圖

照光時間控制為同個時段，而做出的 test cell 以兩片為一單位，目的是想了解同樣曝光條件上得到的結果是否相同，本論文裡也有做不同曝光時間 100 秒及 300 秒的光電性質數據，也是為了解不同曝光時間下，所得到的結果是否不同。光路儀器架設如圖二十四，

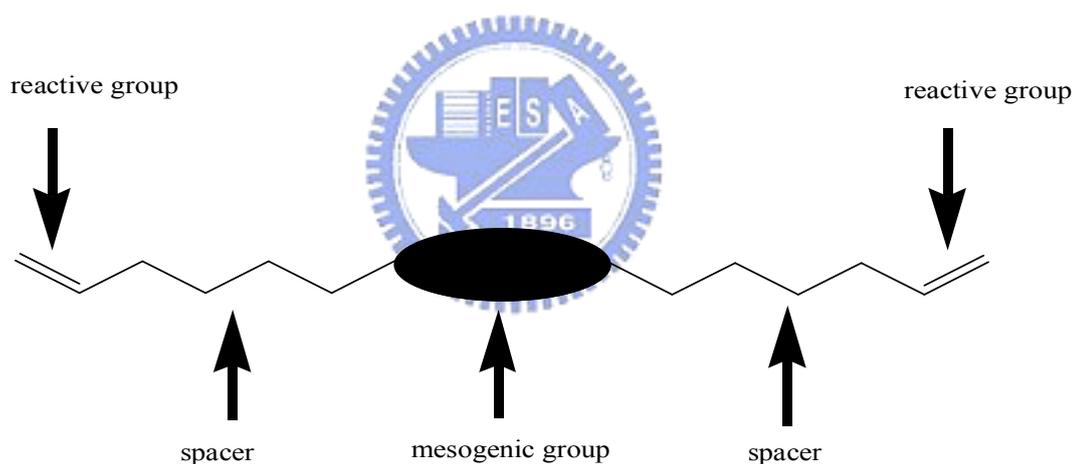


圖二十四、光學儀器架設示意圖

而在 test cell 上外接示波器及電壓放大器，夾於 test cell 兩旁的偏光片需互相垂直 90° ，雷射光源距離光偵測器約 25~30 cm，昇高電壓紀錄光通量來量測 V-T curve、contrast ratio 及 response time，旋轉 test cell 可改變與偏光片的夾角度也可知光穿通量的變化。待光電性質量測結束後，立即劃割 test cell，取適當大小的試片以正己烷清理掉表面殘留的液晶，接著以超音波震盪器震盪約十分鐘，重複以上動作兩次，在放入真空烘箱抽真空六至八小時取出即完成 AFM 及 SEM 拍片所需要的試片，其目的在拍高分子相分離後形成於表面的型態及粗糙度。綜合以上結果來探討結構上的不同是否影響光電性質或從型態及粗糙度角度來看結構之間的關係。

2.3 反應型單體討論

本實驗所使用的反應型單體皆為 AUO 公司提供，為符合實驗中光聚合用，單體的結構設計上，兩邊末端皆掛上壓克力基 (Acrylate Group)，並無外接烷鏈段 (Spacer)，中間硬段部份 (Mesogenic Group) 以雙苯環為主要基本架構，如圖二十五，且更改苯環上的取代基，看是否有不同光電性質或是高分子型態，除此之外本實驗有外加其他的反應型單體來比較結構上的差異是否會影響高分子型態。

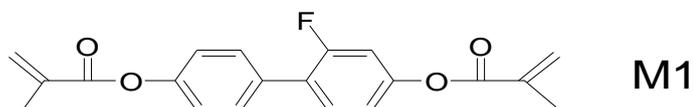


圖二十五、反應型單體基本架構

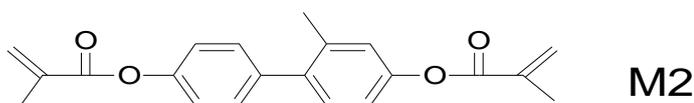
圖二十六為本實驗所使用的單體化學結構 (AUO 提供)，此五種單體並無接烷鏈段，末端為甲基壓克力基，相對於單壓克力基而言，更能增加一些結構剛硬性，玻璃轉化溫度 (Tg) 能提升一些，在光聚合相分離的過程中，會有較好的分離性。以立體性觀點來看，M1、

M2、M3、STD03 因兩苯環並無相聯因此結構上皆無共平面，而

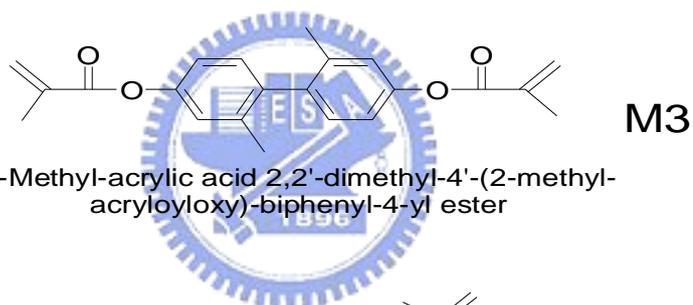
STD02 兩苯環是相聯的，所以整體結構是共平面的。



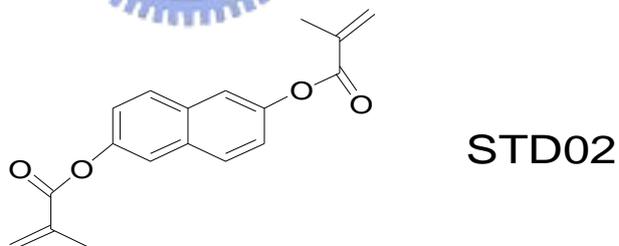
2-Methyl-acrylic acid 2-fluoro-4'-(2-methyl-acryloyloxy)-biphenyl-4-yl ester



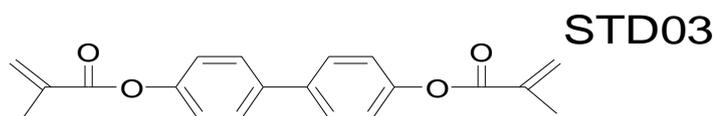
2-Methyl-acrylic acid 2-methyl-4'-(2-methyl-acryloyloxy)-biphenyl-4-yl ester



2-Methyl-acrylic acid 2,2'-dimethyl-4'-(2-methyl-acryloyloxy)-biphenyl-4-yl ester



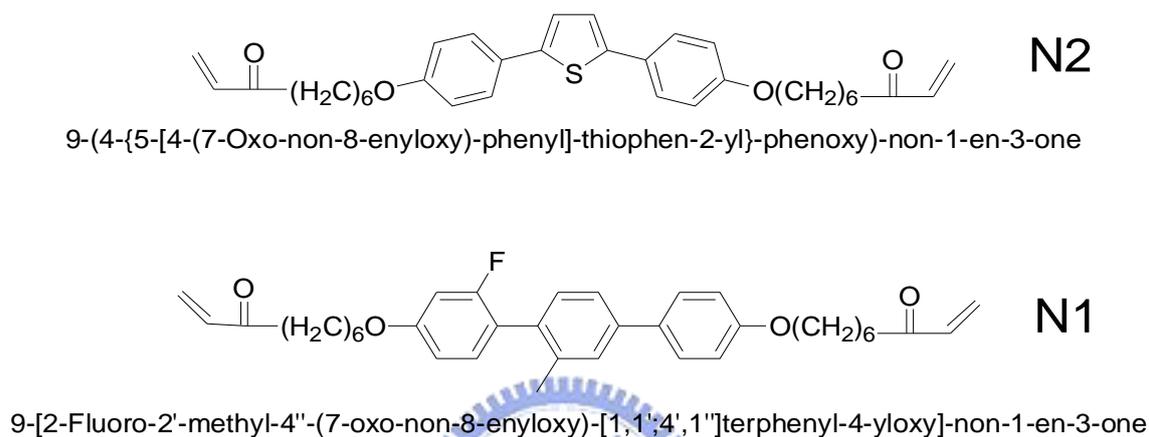
2-Methyl-acrylic acid 6-(2-methyl-acryloyloxy)-naphthalen-2-yl ester



2-Methyl-acrylic acid 4'-(2-methyl-acryloyloxy)-biphenyl-4-yl ester

圖二十六、實驗單體的化學結構式 1

另外增加來比較的單體結構如圖二十七，增加的 **N1** 及 **N2** 是為了能夠比較分子結構式含烷鏈段所形成的高分子構型是否與不含烷鏈段的相同，相對於以上五種單體，**N1** 及 **N2** 的立體性也都無共



圖二十七、實驗單體的化學結構式 2

平面，而 **N1** 整體的結構有些微的彎曲角度，**N2** 則呈現直線形。從 **M1**、**M2**、**M3**、**STD02**、**STD03** 來看，取代基由甲基 (CH_3) 及氟原子 (F) 作取代，甲基的陰電性較弱是屬於推電子基一方的基團，而氟原子陰電性較強為拉電子基，結構上而言，甲基團的立體障礙較氟原子大，但甲基團的溶解度較氟原子更易溶解於液晶裡。從 **N1** 及 **N2** 來看，三苯環的架構能增加整體的剛硬性，但由於烷鏈段的添加，不僅增加結構的長度，溶解度也增加，更易溶解於液晶溶劑中，綜合以上的描述，光電性質的表現及高分子構型會是如何？

此次 N1 及 N2 之曝光條件、cell 類型(美相購得)及液晶類型，如下表，所使用的 UV 光源為 365 nm 波長、50 mW。

表二、N1 及 N2 曝光條件及前置條件

	N1 or N2
LC type	E7
Cell type	Anti-parallel
Cell gap	9 μm
Exposure time	100 s or 300 s
Concentration	1% or 3%

2.4 實驗藥品

溶劑	廠商
Acetone	Aldrich
Dichloromethane	Fisher
Ethyl Acetate	Janssen
n-Hexane	Lancaster
Tetrahydrofuran	TEDIA

藥品名稱	來源
M1	Lab Hsu
M2	Lab Hsu
M3	Lab Hsu
STD02	AUO
STD03	AUO
N1	Lab Lin
N2	Lab Lin