



HAL
open science

Dynamique de réorientation et piégeage d'un cristal liquide nématique au contact d'une surface solide

Mathieu Nespoulous

► **To cite this version:**

Mathieu Nespoulous. Dynamique de réorientation et piégeage d'un cristal liquide nématique au contact d'une surface solide. Analyse de données, Statistiques et Probabilités [physics.data-an]. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, 2008. Français. NNT: . tel-00355553

HAL Id: tel-00355553

<https://theses.hal.science/tel-00355553>

Submitted on 23 Jan 2009

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ
MONTPELLIER II**

spécialité :

Physique de la matière condensée

présentée par

M. Mathieu NESPOULOUS

pour obtenir le grade de DOCTEUR de l'UNIVERSITÉ MONTPELLIER II

sujet de la thèse :

**DYNAMIQUE DE RÉORIENTATION ET PIÉGEAGE
D'UN CRISTAL LIQUIDE NÉMATIQUE AU CONTACT
D'UNE SURFACE SOLIDE.**

Soutenue le **7 Novembre 2008** devant le jury composé de :

Philippe BAROIS	rapporteur
Emmanuelle LACAZE	rapporteur
Vladimir LORMAN	
Pawel PIERANSKI	
Damien VANDEMBROUCQ	
Maurizio NOBILI	directeur
Christophe BLANC	co-directeur

Rien n'est jamais perdu tant qu'il reste quelque chose à trouver.

Pierre Dac

Remerciements

Après 3 ans et demi passés au sein du Laboratoire des Colloïdes, Verres et Nanomatériaux, je tiens tout d'abord à remercier son directeur Walter Kob de m'y avoir accueilli.

Je remercie Emmanuelle Lacaze et Philippe Barois pour avoir accepté d'être rapporteur des mes travaux de thèse, ainsi que Pawel Pieranski, Vladimir Lorman et Damien Vandembroucq pour leur participation au jury de thèse.

Un grand merci à mes deux directeurs de thèse Maurizio Nobili et Christophe Blanc. Travailler avec eux pendant ces 3 ans et demi a été une expérience très fructueuse. Je n'oublierai jamais ces fameuses réunions de travail dont finissait toujours par profiter l'ensemble de l'équipe "matière molle". Je les remercie bien sur pour tout ce qu'ils m'ont appris, Maurizio pour son pragmatisme et son enthousiasme permanent, Christophe pour sa rigueur intellectuelle et pour sa grande disponibilité.

Merci également à tous les membres de l'équipe "matière molle" du LCVN qui ont participé à un cadre de travail fort sympathique.

Il m'est impossible de ne pas remercier tous ceux qui ont été présents quotidiennement tout au long de ces années : Guillaume of course ("c'est pas faux!") et tous les membres (éminents) du GDBM "Cath, Kev, Alex, Laurel" sans qui je n'aurais jamais connu les pauses café au jardin d'Eden, les "collègues de bureau" Myriam et Nico qui j'espère ne m'en voudront pas d'avoir sauté les derniers tours de P.G. et P.D. à la fin de la rédaction.

Enfin je remercie mes parents pour leur soutien constant, mon frère pour les footings hivernaux en lozère par -10°C , et bien sur Blandine qui m'a supporté pendant cette aventure.

Table des matières

Table des figures	8
Introduction générale	13
I Présentation du sujet	15
1 Les cristaux liquides nématiques thermotropes	17
1.1 Classification des mésophases	18
1.2 Paramètre d'ordre et propriétés physiques d'un nématique	21
1.2.1 Paramètre d'ordre	21
1.2.2 Elasticité	22
1.2.3 Propriétés optiques	24
1.3 Défauts topologiques et textures	27
2 L'ancrage	29
2.1 Définition	29
2.2 Types d'ancrage et énergie	30
2.3 Ancrage sur surface solide	31
2.4 Un ancrage faible original	33
Problématique et plan du mémoire	35
II Dynamique de réorientation en surface d'un cristal liquide nématique	37
3 Relaxation des boucles de défauts	39
3.1 Préparation des échantillons	39
3.2 Boucle de surfaces	42

3.3	Etude de la dynamique rapide	43
3.3.1	Existence d'un rayon critique	43
3.3.2	Modèle phénoménologique	46
3.3.3	Caractérisation complète de la dynamique rapide	47
3.4	Contribution des surfaces et du volume à la dynamique	48
4	Dynamique lente et régime de creep	53
4.1	Régime de dynamique lente	53
4.1.1	Relaxation des boucles circulaires de parois- π	54
4.1.2	Une autre approche pour mesurer la dynamique lente	57
4.2	Le rôle de l'effet mémoire	61
4.2.1	L'effet mémoire pour expliquer la friction	63
4.3	Piégeage/dépiégeage et creep	67
4.3.1	Elasticité et désordre	68
4.3.2	Interface nématique - ancrage planaire	70
	Conclusion de la partie II	73
	 III Interface cristal liquide nématique - surface solide : le rôle des hétérogénéités de surface	 75
5	Interface 5CB/SiO : le désordre figé orientationnel	77
5.1	Désordre orientationnel du directeur de surface	77
5.1.1	Le désordre figé	77
5.1.2	Dispositif expérimental	79
5.1.3	Cartographie angulaire	82
5.2	Analyse du désordre	83
5.2.1	Désordre de directeurs et hétérogénéités d'axe facile	83
5.2.2	Distribution de l'axe facile	87
5.2.3	Étude des corrélations spatiales	88
5.3	Caractérisation du désordre	94
5.3.1	Vérification expérimentale	94
5.3.2	Paramètres influençant le désordre	96
5.4	Discussion	97

6 Le désordre pour expliquer la friction ?	101
6.1 Défauts en présence de désordre	101
6.1.1 Paroi- π dans une distribution d'hétérogénéités	101
6.1.2 Paroi- π et faible désordre ($\phi_0 \ll 1$)	103
6.1.3 Interprétation : paysage de pièges et d'anti-pièges	104
6.2 Force de piégeage : rôle de la dynamique	105
6.3 Discussion - Désordre et friction	107
Conclusion de la partie III	109
Conclusion générale	111
A Un ancrage faible original	113
B Calcul de γ	119
Références Bibliographiques	121

Table des figures

1.1	Représentation schématique de la phase nématique.	20
1.2	Représentation schématique d'une phase smectique (<i>SmA</i>).	20
1.3	Représentation schématique de la phase cholestérique.	20
1.4	Paramètre d'ordre scalaire en fonction de la température	21
1.5	Déformations élastiques d'un nématique	23
1.6	Phase nématique entre polariseur et analyseur croisés	26
1.7	Exemples de disinclinaisons	27
1.8	Orientation en surface des directeurs autour d'une paroi- π	28
2.1	Ancrage homéotrope et ancrage planaire monostable	30
2.2	Interprétation géométrique de la longueur d'extrapolation d'ancrage. . .	31
2.3	Films de SiO évaporés sous incidence oblique	32
2.4	Orientation du 5CB en fonction de l'angle d'évaporation et de l'épaisseur déposée de SiO	33
3.1	Assemblage des lames	41
3.2	La molécule de 5CB	41
3.3	Paroi- π avec disinclinaisons $\pm 1/2$ aux extrémités	42
3.4	Formation de boucles de parois- π	43
3.5	Relaxation de boucles de parois- π	44
3.6	Boucle de paroi- π et superposition du cercle la localisant.	44
3.7	Evolution temporelle du rayon d'une boucle de paroi- π	45
3.8	Vitesse de relaxation d'une paroi- π en fonction de la courbure $1/R$. . .	45
3.9	Schématisation de la tension de ligne γ et de la force élastique F_{el}	46
3.10	Variations de R_c et F_0 en fonction de la température	48
3.11	Schématisation d'une paroi- π et paramétrage.	49
3.12	Evolution du rapport μ/γ en fonction de la température	51
4.1	Boucle de paroi- π et superposition du cercle la localisant	54

4.2	$v(1/R)$ d'une boucle de paroi- π	55
4.3	Schématisation d'une boucle de paroi- π à plusieurs rayons de courbure.	56
4.4	Influence des relaxations locales	56
4.5	Paroi- π formant une boucle allongée.	57
4.6	Paramétrage pour la modélisation de la vitesse	58
4.7	Boucle allongée de paroi- π	59
4.8	$x(t)$ d'une boucle allongée de paroi- π	60
4.9	$v(1/R)$ de boucles allongées de paroi- π	60
4.10	Relaxation d'une boucle allongée, avant et après blocage	62
4.11	Paramétrage du directeur.	64
4.12	Force résultante F en fonction de la vitesse de relaxation v	66
4.13	Ligne élastique en milieu aléatoire	68
4.14	Ménisque d'hélium superfluide sur un substrat de césium	69
4.15	Vitesse v en fonction d'une force de dérive constante f	70
4.16	Boucle de paroi- π piégée par une grosse impureté de surface.	71
5.1	Hauteur h en fonction de l'abscisse x pour 14 interfaces eau-air	78
5.2	Schématisation d'une cellule échantillon	80
5.3	Observation en microscopie optique polarisante d'un échantillon	80
5.4	Moyennage temporel : image brute et image moyennée	81
5.5	Intensité transmise I en fonction de l'angle α	82
5.6	Cartographie des valeurs d'angles ϕ_{min}	83
5.7	Paramétrage pour le calcul de ϕ_0	84
5.8	Cartographie des angles de directeurs ϕ_s et histogramme	88
5.9	Variations de ϕ_s le long d'une ligne d'une cartographie	89
5.10	Courbe d'autocorrélation 1D typique	89
5.11	Densité spectrale de puissance 2D d'une cartographie angulaire.	90
5.12	Fonction d'autocorrélation radiales $C(r)$ de 9 images d'angles	91
5.13	$C(r)$ de deux images d'angles et ajustement	92
5.14	Fonction d'appareil expérimentale	93
5.15	$C(r)$ de deux images d'angles : effet de la déconvolution	93
5.16	Paramètres d'ajustement en fonction de l'épaisseur de la cellule	94
5.17	$C(x)$ d'une image reconstruite pour plusieurs températures	95
5.18	Paramètres d'ajustement en fonction de la température	96
5.19	Superposition de deux $C(r)$ de cartographies établies à 48h d'intervale .	97
5.20	$C(r)$ de la topographie AFM d'une surface de SiO	99

6.1	Shématisation des différentes distributions angulaires	102
6.2	Cartographie avec schématisation d'un piège et superposition sur paroi- π	104
A.1	Paroi- π et paramétrisation du champ de directeur	114
A.2	Intensité transmise entre polariseurs croisés	115
A.3	L_{az} du NOA60 en fonction de la dose d'exposition aux UV	116
A.4	Paroi- π à différentes températures	116
A.5	Variations de texture selon le temps d'exposition au champ magnétique	117
B.1	Schématisation d'une paroi- π et paramétrage.	119

Introduction générale

La physique des cristaux liquides a connu un réel essor, depuis l'invention du dispositif d'affichage LCD¹ à la fin des années soixantes. De nombreuses études ont été consacrées au comportement de phases cristallines liquides au voisinage de surfaces, car la réalisation d'un ancrage fort et son contrôle à petite échelle ont longtemps joué un rôle majeur dans le développement à la base des LCDs et de leurs améliorations. La nature des interactions de surface entre cristal liquide et substrat est encore largement décrite de façon empirique et fait toujours l'objet de travaux fondamentaux, aussi bien dans la conception de nouveaux types d'ancrage (multistabilité, nanolithographie...) que dans l'étude des propriétés surfaciques des mésophases.

De récents dispositifs, faisant intervenir des ancrages faibles soulèvent de nouvelles questions fondamentales qui ont été longtemps ignorées. Lorsque la direction du cristal liquide en surface n'est pas strictement imposée, elle peut être modifiée par des actions extérieures. La dynamique de réorientation en surface d'un cristal liquide joue alors un rôle considérable. Contrairement à la dynamique en volume (nématohydrodynamique), la dynamique de réorientation et les processus dissipatifs au contact de paroi solide sont encore largement inconnus et ne sont pratiquement pas modélisés.

C'est dans ce cadre là que se situe ma thèse. Les travaux présentés ici contribuent à une meilleure compréhension de l'interaction d'un cristal liquide nématique au voisinage d'une surface solide et particulièrement du rôle insoupçonné que peuvent avoir les phénomènes de piégeages dus à un léger désordre en surface.

Le mémoire est composé de trois parties, chacune divisée en deux chapitres. La première partie introduit les cristaux liquides et les surfaces d'ancrage. La nature et les propriétés des cristaux liquides nématiques thermotropes sont rappelées dans le premier chapitre. Le second chapitre présente la définition et les enjeux liés à l'ancrage. De

¹Liquid Crystal Display.

la problématique exposée par la suite nous dégagerons deux approches expérimentales mettant en jeu une friction solide (partie II) et un désordre de surface (partie III).

La deuxième partie est centrée sur l'étude expérimentale de la dynamique en surface d'un cristal liquide nématique. L'observation de la relaxation de défauts d'orientation du cristal liquide permet de caractériser cette dynamique (chapitre 3). Dans le chapitre 4, nous nous intéressons plus précisément au régime "lent" de la dynamique de relaxation des défauts, avant de faire le rapprochement avec la dynamique de creep et le modèle de piégeage/dépiégeage étudiés dans d'autres systèmes physiques.

Le modèle de piégeage reliant entre les hétérogénéités de surface et la dynamique complexe observée, nous étudions la nature de ces hétérogénéités dans la troisième partie. Dans le chapitre 5, le désordre d'orientation observé à l'interface 5CB/SiO est caractérisé par une méthode originale de cartographie angulaire. Finalement nous faisons le lien entre le mouvement des parois élastiques du cristal liquide et les hétérogénéités de surface du substrat (chapitre 6).

Première partie

Présentation du sujet

Des cristaux liquides à l'ancrage

Chapitre 1

Les cristaux liquides nématiques thermotropes

Les cristaux liquides sont des matériaux présentant une ou plusieurs phases distinctes entre les phases solide et liquide. Ces phases intermédiaires ou *mésophases* [1], sont anisotropes à la manière des solides cristallins, tout en possédant un certain degré de fluidité comme les liquides simples [2]. Il en résulte que ces mésophases sont partiellement ordonnées, ordre qui est souvent imputé à l'anisotropie de forme des molécules constituant le cristal liquide. Pour des interactions moléculaires stériques, c'est la forme non sphérique (bâtonnet, disque ou tout autre forme) de ces molécules qui conduit en effet à un ordre partiel.

Aujourd'hui, plusieurs milliers de matériaux organiques connus forment des mésophases. Il est donc utile de définir des critères pour les discriminer. Une première distinction peut être faite sur la nature des molécules mésogènes [3]. Les cristaux liquides dits *thermotropes* sont essentiellement des molécules organiques pures de faible masse moléculaire. Une simple variation de la température permettra la transition entre les différentes mésophases d'un thermotrope. On peut citer également les cristaux liquides (CL) formés de mélanges de substances : les lyotropes (solution de molécules amphiphiles), les CL polymériques, et les CL colloïdaux. Pour ces trois catégories, les transitions entre mésophases dépendront des variations de concentration des composés, en plus du critère thermique. La symétrie permet de distinguer les différentes mésophases, indépendamment de la nature chimique exacte des constituants. Cet aspect sera abordé dans ce premier chapitre, où j'introduirai également le type de cristal liquide utilisé dans mes travaux.

1.1 Classification des mésophases

Les substances mésogènes sont variées, et il existe de nombreux types de mésophases. Une façon de classer les phases cristallines liquides consiste à utiliser des critères de symétries. Pour cela il est d'abord nécessaire de faire quelques rappels de théorie des groupes, en particulier sur les groupes de symétrie des phases liquide et solide.

Lorsque l'on s'intéresse aux symétries d'un groupe de particules, on peut en premier lieu considérer la position relative des molécules. Cette dernière joue un rôle considérable. On définit alors la densité du nombre de molécule $\rho(\mathbf{r})$:

$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{\alpha} \delta(\mathbf{r} - \mathbf{r}_{\alpha}) \quad (1.1)$$

dans l'approximation des particules ponctuelles, où δ représente la distribution de Dirac. Comme la physique de la matière condensée se base sur des approches statistiques, il convient d'utiliser la valeur moyenne $\langle \rho(\mathbf{r}) \rangle$. Les propriétés de $\langle \rho(\mathbf{r}) \rangle$ dépendront de l'organisation de la matière.

Symétrie de la phase liquide : Un fluide est *isotrope* et *homogène*. La symétrie globale (*i.e.* à longue portée) d'un fluide est équivalente à la symétrie de $\langle \rho(\mathbf{r}) \rangle$. Or $\langle \rho(\mathbf{r}) \rangle$ ne dépend pas de la direction de \mathbf{r} , et est donc invariante par rapport à toute rotation R autour de tout axe dans l'espace tridimensionnel (3D). Localement le fluide possède toute les opérations de symétrie d'une sphère, c'est le groupe $O(3)$. La densité moyenne $\langle \rho(\mathbf{r}) \rangle$ ne dépend pas non plus de $|\mathbf{r}|$, et est donc invariante par rapport à toute translation \mathbf{T} dans l'espace. Le fluide reste donc inchangé sous l'action d'opérations du groupe de symétrie translationnelle T_3 . Finalement le groupe d'un fluide, et par conséquent de la phase liquide, est :

$$G_F = O(3) \wedge T_3 \quad (1.2)$$

où \wedge représente le produit semi-direct (comme les groupes ne commutent pas). L'isotropie et l'homogénéité d'un fluide se traduisent donc par les relations :

$$\langle \rho(R\mathbf{r}) \rangle = \langle \rho(\mathbf{r}) \rangle \quad (1.3)$$

$$\langle \rho(\mathbf{r} + \mathbf{T}) \rangle = \langle \rho(\mathbf{r}) \rangle. \quad (1.4)$$

Symétrie de la phase solide cristalline : Un solide cristallin est *anisotrope* et *inhomogène*. L'ensemble des rotations permises dans un solide cristallin quelconque,

forment un sous-ensemble de :

$$R_{SC} = \{C_2, C_3, C_4, C_6\} \quad (1.5)$$

où C_n est une rotation de $2\pi/n$. De plus, les seules translations permises sont celles du réseau direct de maille $(\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c})$:

$$\mathbf{T}_{SC} = u\mathbf{a} + v\mathbf{b} + w\mathbf{c} \quad (1.6)$$

avec u, v, w des nombres relatifs. Dans un cristal, la densité moyenne $\langle \rho(\mathbf{r}) \rangle$ ne sera pas invariante par rapport aux translations \mathbf{T} et aux rotations R , mais seulement par rapport aux éléments d'un des 230 groupes d'espaces [4]. On s'aperçoit trivialement que le groupe de symétrie d'un solide cristallin G_{SC} est un sous ensemble de G_F . Dès lors, on comprend que l'on va pouvoir classer les mésophases en terme de symétries successivement brisées, partant de la phase la plus symétrique (phase liquide) jusqu'à celle présentant le moins de symétries (phase solide cristalline).

Symétrie ponctuelle des mésophases : En général, la première brisure de symétrie rencontrée dans un cristal liquide est la transition isotrope-nématique. La phase nématique (Fig. 1.1) se caractérise par un ordre orientationnel à longue portée. Ses symétries de rotation ne seront donc plus celles d'une sphère mais celles d'un cylindre ($D_{\infty h}$ dans la notation de Schönflies [5]). Par ailleurs, la phase nématique satisfait toujours au groupe de symétrie translationnelle T_3 . Le groupe d'espace d'un nématique s'écrit donc :

$$G_N = D_{\infty h} \wedge T_3 \quad (1.7)$$

Dans la phase smectique A (Fig. 1.2), un ordre de position à 1D est présent en plus de l'ordre orientationnel à longue distance. Cette organisation positionnelle lamellaire va induire une brisure des symétries de translation. Le groupe d'espace du SmA est alors :

$$G_N = D_{\infty h} \wedge (T_z(d) + T_2) \quad (1.8)$$

où d est la distance inter-couche, et z la direction perpendiculaire aux couches. De la même façon, on pourrait définir les autres grandes classes de mésophases : les cholestériques (Fig. 1.3) formés par des molécules chirales et caractérisés par un axe hélicoïdal ; les colonnaires (empilement de mésogènes discotiques).

Dans la suite de cette étude, nous nous intéresserons exclusivement à la phase nématique et nous retiendrons pour résumer qu'elle est la moins ordonnée des mésophases et par conséquent la plus symétrique.

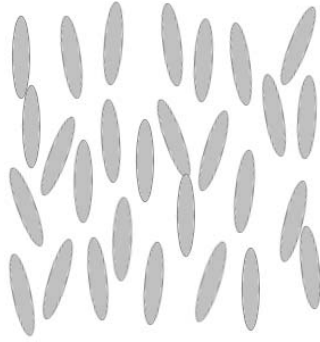


FIG. 1.1 – Représentation schématique de la phase nématique.

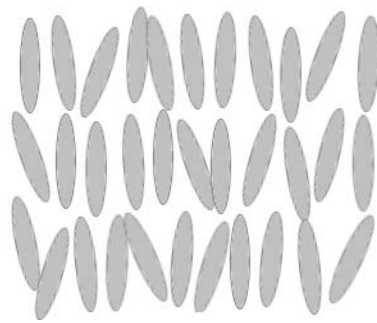


FIG. 1.2 – Représentation schématique d'une phase smectique (SmA).

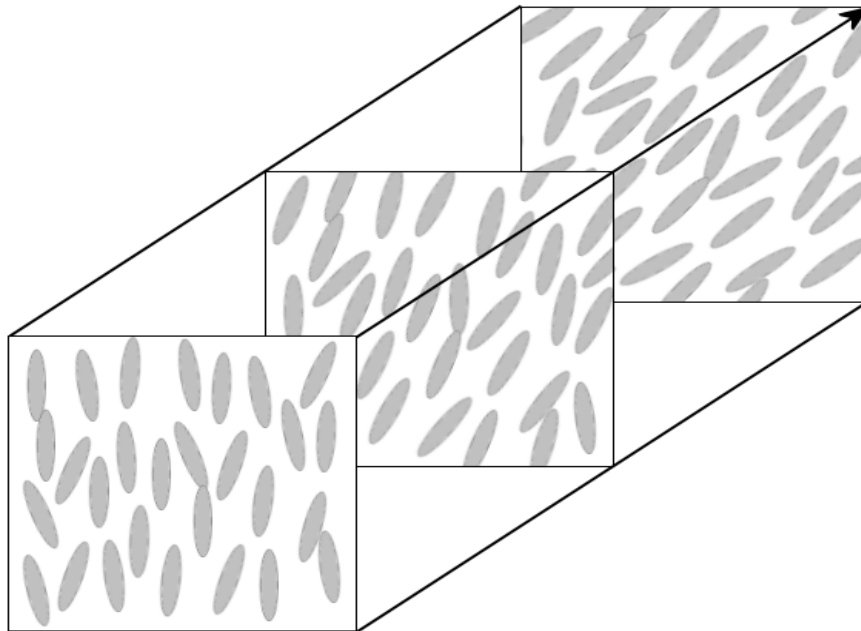


FIG. 1.3 – Représentation schématique de la phase cholestérique.

1.2 Paramètre d'ordre et propriétés physiques d'un nématique

Dans la mésophase nématique uniaxe, les molécules tendent à s'aligner le long d'une direction moyenne. Cette direction est arbitraire et sera représentée par le vecteur unitaire \mathbf{n} , appelé *directeur*. La répartition des molécules dans un sens ou dans l'autre étant aléatoire, il y a équivalence entre les états \mathbf{n} et $-\mathbf{n}$. La définition de \mathbf{n} se fait à l'échelle mésoscopique de la longueur de cohérence ξ du cristal liquide¹, *i.e.* dans un volume au moins égal à ξ^3 . Ainsi, dans l'approximation de *coarse graining*, le milieu pourra être considéré comme continu, permettant de définir un champ vectoriel \mathbf{n} (dérivable, ...).

1.2.1 Paramètre d'ordre

La notion de paramètre d'ordre provient d'une volonté de description de l'ordre à longue portée présent dans maints systèmes de la matière condensée [7]. Dans le cas des nématiques, ce paramètre va rendre compte de l'apparition du directeur \mathbf{n} lors de la transition de phase *liquide isotrope - nématique* (Fig. 1.4). Le directeur est

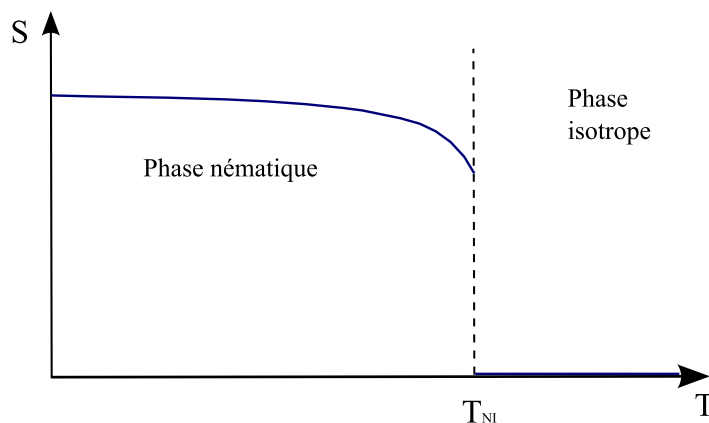


FIG. 1.4 – Evolution du paramètre d'ordre scalaire S en fonction de la température. T_{NI} représente la température de transition de phase du premier ordre *nématique-isotrope*.

une moyenne sur un ensemble de vecteurs unitaires \mathbf{a} , portés par chaque molécule du cristal liquide. Si l'on prend comme orientation du directeur l'axe z du référentiel du laboratoire (x, y, z) , on pourra définir \mathbf{a} en fonction de deux angles polaires (θ, ϕ) de

¹ ξ varie de 2 à 10 nm, de la température ambiante à la température de transition *nématique-isotrope*, pour le cristal liquide nématique 5CB [6].

la façon suivante :

$$\begin{aligned} a_x &= \sin \theta \cos \phi \\ a_y &= \sin \theta \sin \phi \\ a_z &= \cos \theta. \end{aligned} \tag{1.9}$$

L'état d'alignement des molécules peut être décrit par la probabilité $f(\theta, \phi)d\Omega$ de trouver le vecteur moléculaire \mathbf{a} dans l'angle solide $d\Omega = \sin \theta d\theta d\phi$ autour de la direction (θ, ϕ) . Du fait de l'équivalence des directions \mathbf{a} et $-\mathbf{a}$, on a $f(\theta, \phi) = f(\pi - \theta, \phi)$. De plus, $f(\theta, \phi)$ est indépendante de ϕ (symétrie cylindrique). Pour décrire le degré d'alignement des molécules par rapport au directeur, on construit le paramètre d'ordre tensoriel S_{ij} :

$$S_{ij} = \langle a_i a_j \rangle - \frac{1}{3} \delta_{ij} \tag{1.10}$$

où δ_{ij} est le delta de Kronecker. Ce tenseur répond aux conditions de symétrie des phases nématique et isotrope. Il est de trace nulle, et deux des ses valeurs propres sont égales dans le cas d'un nématique uniaxe :

$$S_{ij} = S \begin{pmatrix} -1/3 & 0 & 0 \\ 0 & -1/3 & 0 \\ 0 & 0 & 2/3 \end{pmatrix} \tag{1.11}$$

avec :

$$S = \frac{1}{2} \langle 3 \cos^2 \theta - 1 \rangle \tag{1.12}$$

où θ est l'angle entre l'axe d'une molécule et le directeur, et le symbole $\langle \rangle$ représente une moyenne statistique locale.

Remarque : on a bien $S = 0$ en phase isotrope ($\langle \cos^2 \theta \rangle = \frac{1}{3}$), et $S = 1$ quand l'ordre est parfait ($\theta = 0$).

Les propriétés macroscopiques de la phase nématique dépendent du paramètre d'ordre et du directeur \mathbf{n} . Ainsi, l'élasticité et les propriétés optiques locales peuvent être rattachées aux champ vectoriel $\mathbf{n}(\mathbf{r})$.

1.2.2 Elasticité

Dans un cas idéal (*i.e.* sans contraintes extérieures), le champ des directeurs \mathbf{n} est uniforme. Son gradient est donc nul :

$$\nabla \mathbf{n} = 0. \tag{1.13}$$

Dans les cas expérimentaux rencontrés, des contraintes externes fixant les conditions aux limites de $\mathbf{n}(\mathbf{r})$ seront présentes. De façon générale, le champ des directeurs ne sera pas uniforme. En effet pour les cristaux liquides nématiques, on observe trois types de déformations différentes qui sont schématisées ci-dessous (Fig. 1.5). Cette approche est valide si le champ de directeur $\mathbf{n}(\mathbf{r})$ est continu et varie continûment. Les variations de \mathbf{n} doivent donc être faibles à l'échelle moléculaire, ce qui s'écrit :

$$\eta \cdot \nabla \mathbf{n} \ll 1 \quad (1.14)$$

où η est la distance intermoléculaire.

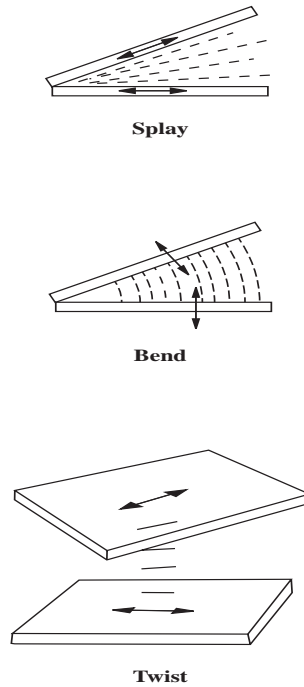


FIG. 1.5 – Les trois types de déformations élastiques d'un nématique [5]

Si on note F_d la densité d'énergie libre par unité de volume nématique due à la distorsion de \mathbf{n} , alors on montre qu'elle s'écrit, en prenant en compte les dérivées de second ordre [8][9] :

$$F_d = \frac{1}{2}K_1(\text{div}\mathbf{n})^2 + \frac{1}{2}K_2(\mathbf{n} \cdot \text{rot}\mathbf{n})^2 + \frac{1}{2}K_3(\mathbf{n} \times \text{rot}\mathbf{n})^2 + K_{13}\text{div}(\mathbf{n}\text{div}\mathbf{n}) - K_{24}\text{div}(\mathbf{n}\text{div}\mathbf{n} + \mathbf{n} \times \text{rot}\mathbf{n}) \quad (1.15)$$

avec :

- K_1 la constante de splay (déformation en éventail)
- K_2 la constante de twist (torsion)

- K_3 la constante de bend (flexion)
- K_{13} et K_{24} des termes de divergences.

Les constantes élastiques K_i sont des énergies par unité de longueur, l'ordre de grandeur étant l'énergie d'interaction entre molécules divisé par la taille moléculaire a . Nous négligerons par la suite les contributions K_{13} et K_{24} qui sont des termes liés aux conditions de bords. En effet dans les conditions d'ancrage fort (comme nous le définirons plus loin) ces termes peuvent être ignorés. L'énergie de Frank F_d s'écrit alors [10] :

$$F_d = \frac{1}{2}K_1(\operatorname{div}\mathbf{n})^2 + \frac{1}{2}K_2(\mathbf{n} \cdot \operatorname{rot}\mathbf{n})^2 + \frac{1}{2}K_3(\mathbf{n} \times \operatorname{rot}\mathbf{n})^2. \quad (1.16)$$

1.2.3 Propriétés optiques

Depuis toujours, l'étude de la propagation de la lumière a permis de mieux comprendre la structure des milieux anisotropes. Les phases cristallines liquides, qui sont optiquement anisotropes, sont largement étudiées de cette façon. La phase nématique uniaxe est biréfringente, et possède un axe optique parallèle au directeur \mathbf{n} . On peut quantifier cette biréfringence Δn à partir des deux indices optiques, correspondant aux deux modes propres de propagation des ondes électromagnétiques dans le cristal liquide nématique. Ces modes propres sont déterminés à partir des équations de Maxwell décrivant la propagation de la lumière dans un milieu hétérogène [11]. En effet, la diagonalisation du tenseur des indices optiques nous amène à la conclusion de l'existence de deux modes propres :

- un mode polarisé perpendiculairement à \mathbf{n} . Il correspond au rayon ordinaire, et a pour indice de réfraction n_o ,
- un mode polarisé dans le plan formé par \mathbf{n} et le vecteur d'onde \mathbf{k} de l'onde électromagnétique. Il correspond au rayon extraordinaire, et a pour indice de réfraction n_e .

Dans un cas général, l'indice de réfraction effectif N est défini. Il dépend de l'orientation relative de \mathbf{n} et \mathbf{k} selon :

$$N(\theta) = \frac{n_o n_e}{\sqrt{n_e^2 \cos^2 \theta + n_o^2 \sin^2 \theta}} \quad (1.17)$$

où θ est l'angle formé par l'axe optique et le vecteur d'onde \mathbf{k} . La biréfringence du cristal liquide se définit comme :

$$\Delta n = n_e - n_o. \quad (1.18)$$

Dans le cas du cristal liquide nématique uniaxe que j'ai utilisé dans cette étude, cette biréfringence prend pour valeur : $\Delta n \approx 0.2$, à température ambiante [12].

La résolution exacte des équations de Maxwell est souvent complexe, faisant appel à des techniques numériques matricielles. Dans un certain nombre de cas, les approximations suivantes seront très utiles.

Lame mince cristalline, et microscopie optique polarisante : L'anisotropie optique peut être mise à profit en microscopie optique polarisante, pour remonter à l'orientation de l'axe optique et donc du directeur (Fig. 1.6). Pour cela il suffit de placer une cellule contenant du cristal liquide en phase nématique entre deux polariseurs croisés, *i.e.* à 90° l'un de l'autre. L'intensité lumineuse transmise à travers les polariseurs et le nématique s'écrit, dans le cas d'une couche uniforme d'épaisseur d et où \mathbf{n} est perpendiculaire à la direction d'incidence de la lumière :

$$I = I_0 \sin^2 2\alpha \sin^2 \left[\frac{\pi d}{\lambda_0} (n_e - n_o) \right] \quad (1.19)$$

avec α l'angle entre le directeur local \mathbf{n} et la polarisation de la lumière incidente, et λ_0 la longueur d'onde de la lumière. On va donc pouvoir repérer la position du directeur de façon simple. Sans cristal liquide (*i.e.* $(n_e - n_o) = 0$ dans (1.19)), le faisceau de lumière naturelle (polychromatique) arrivant sur un système de deux polariseurs linéaires croisés ne sera pas transmis. Avec le cristal liquide, deux situations se présentent alors :

- Si l'axe optique du nématique est parallèle ou perpendiculaire au polariseur : $\alpha = 0, \frac{\pi}{2}, \dots$, la polarisation du faisceau de lumière traversant la cellule reste inchangée. Et donc, aucune lumière ne passe à travers le polariseur de sortie (appelé analyseur), il y a extinction.
- Si l'axe optique forme un angle α quelconque avec le polariseur ($\alpha \neq 0, \frac{\pi}{2}$), alors il y a modification de la polarisation du faisceau. Une partie de la lumière est transmise. L'intensité transmise est maximale pour $\alpha = 45^\circ$.

Ce dispositif expérimental nous permet donc de repérer l'orientation du directeur mais aussi, et c'est là l'intérêt, les variations ponctuelles de cette dernière.

Ainsi nous pourrions déduire le champ de directeur en surface, par simple rotation des polariseurs. On voit cependant que cette expression (1.19) de l'intensité transmise présente une dégénérescence en α . En effet, α et $\alpha + \pi/2$ donnent la même contribution à I . Pour supprimer cette ambiguïté de configuration du champ de directeur en surface, on utilise un compensateur optique. C'est une lame cristalline taillée de façon à ce que son axe optique soit parallèle à sa face. On l'introduit entre l'échantillon et

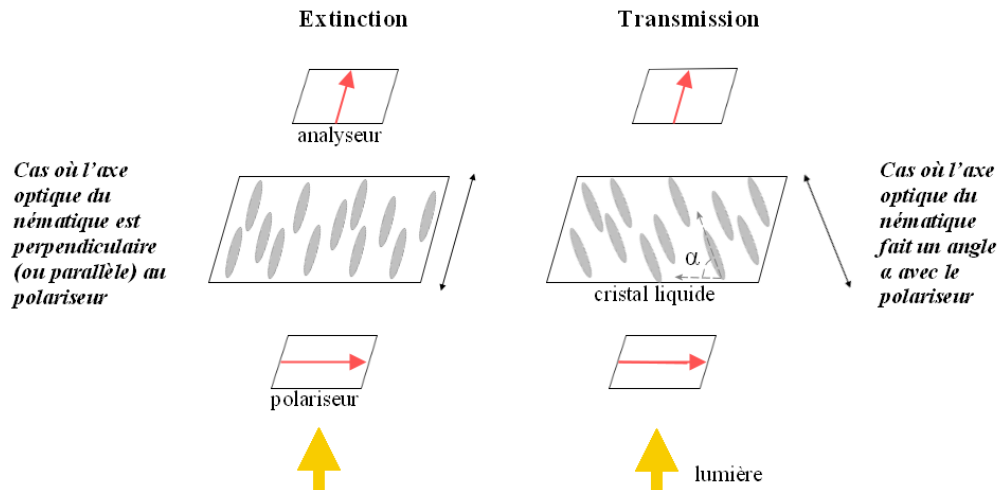


FIG. 1.6 – Phase nématique entre polariseur et analyseur croisés, *i.e.* à 90° l'un de l'autre.

l'analyseur, à 45° des axes des polariseurs. Si l'axe lent du compensateur est perpendiculaire à \mathbf{n} , on pourra compenser la différence de chemin optique, faisant apparaître une frange d'interférence noire. Ainsi, selon l'alignement du directeur avec les axes du compensateur, les régions auparavant équivalentes seront discriminées.

Approximation de Mauguin : L'approximation précédente *lames minces*, n'est valable que pour une orientation uniforme du nématique. Généralement, les observations en microscopie optique polarisante sont grandement affectées par les déformations 3D du champ de directeur. Considérons le cas intermédiaire de déformation de twist suivant : un échantillon dont le directeur est uniforme et parallèle au plan (x, y) , mais présente un twist dans la direction z perpendiculaire aux substrats. Le régime de Mauguin [13], ou approximation adiabatique, sera établi lorsque la longueur de distorsion p du twist sera telle que : $p \gg \lambda_0 / (n_e - n_o)$; la déformation de twist étant inversement proportionnelle à p . Si p est de l'ordre de $\lambda_0 / \Delta n$, alors l'approximation ne sera plus valable. Tant que la condition de Mauguin sera respectée, la polarisation linéaire de la lumière transmise sera garantie. Dans d'autres cas, notamment au voisinage de fortes distorsions, le twist pourra être considérable et la propagation de la lumière fortement perturbée.

D'autres approximations moins restrictives, comme l'approximation de l'optique géométrique ou l'utilisation de matrices de Jones [14], permettront alors de mieux caractériser la propagation de la lumière. La méthode de Jones consiste à considérer le

milieu (le cristal liquide) comme étant composé d'un grand nombre de sections infinitésimales², chaque section portant un axe optique propre (cf. schématisation d'un cholestérique, Fig. 1.3, p. 20). Dans ce calcul, le cristal liquide est donc assimilé à un empilement de couches nématiques dont les axes principaux sont successivement désorientés d'un petit angle θ . Connaissant l'intensité de la distorsion de twist dans la cellule, nous pourrions déduire l'orientation du champ de directeur, notamment sur les surfaces. Avec cette méthode nous serons capable, par exemple, de mesurer l'épaisseur de parois de défauts.

1.3 Défauts topologiques et textures

Les propriétés énoncées précédemment font appel à des considérations macroscopiques et de continuité. À l'instar des solides cristallins, les mésophases peuvent présenter des dislocations, *i.e.* des singularités de répartitions moléculaires. Par exemple les dislocations d'orientation (ou *disinclinaisons*), observées notamment dans les cristaux liquides nématiques, sont en fait des singularités bidimensionnelles pour le champ de directeur (Fig. 1.7). Chaque disinclinaison est définie par un rang C , également appelé *charge topologique*, tel que :

$$C = \alpha/2\pi \quad (1.20)$$

où α est l'angle parcouru par des vecteurs tangents au champ de directeur, autour d'un circuit fermé γ (orienté arbitrairement) qui entoure la ligne de disinclinaison [15].

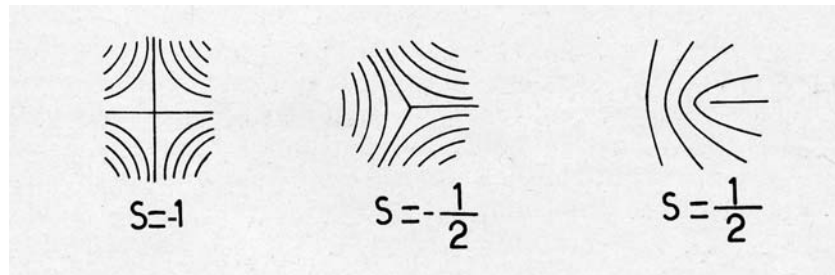


FIG. 1.7 – Exemples de disinclinaisons [15] : le directeur est tangent aux courbes en tout point.

On peut montrer que l'énergie d'une ligne de disinclinaison varie comme le carré de la charge C . Les disinclinaisons de rang faible sont donc favorisées d'un point de vue énergétique. Expérimentalement, on observe en majorité des défauts de rang $C = \pm 1$ ou $C = \pm 1/2$. Lorsque l'on s'approche du centre de la disinclinaison, le gradient de \mathbf{n}

²Les couches sont supposées avoir une épaisseur très faible en pratique (quelques Å) [2].

augmente et devient très grand. En dessous d'un certain rayon³ r_c l'énergie élastique devient si importante que le milieu nématique fond au profit de la phase isotrope [16]. La région délimitée par r_c représente le cœur fondu de la disinclinaison. Enfin, on peut noter que la contribution énergétique du cœur est assez faible, devant l'énergie de distortion élastique dans le volume extérieur au cœur.

Par ailleurs, on observe aussi des déformations importantes et localisées qui ne sont pas nécessairement des défauts topologiques. Ces déformations correspondent à une rotation rapide d'un angle π du directeur et délimitent donc deux zones du cristal liquide d'orientation équivalente (une orientée selon \mathbf{n} et une selon $-\mathbf{n}$, cf. Fig. 1.8). On les appelle pour cela : *parois*- π . Par leur nature, elles sont comparables aux parois d'Ising-Bloch que l'on peut observer, à champ nul, pour les ferromagnétiques. De telles textures de déformation du champ de directeur peuvent être aisément observées. L'étude de leur dynamique sera l'objet principal de la seconde partie de ce mémoire.

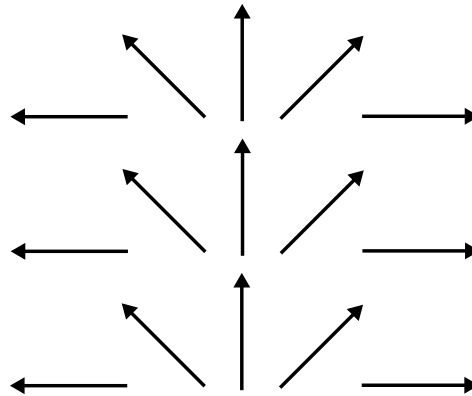


FIG. 1.8 – Orientation en surface des directeurs autour d'une paroi- π

³ $r_c \approx 10$ nm

Chapitre 2

L'ancrage

L'ordre orientationnel fait partie inhérente de la mésophase nématique, et l'orientation du champ de directeur à l'équilibre est arbitraire. Cependant, il est possible d'exercer un contrôle extérieur, sur une direction vers laquelle le cristal liquide tendra à s'orienter. C'est là tout l'enjeu de l'alignement. Dans ce chapitre, je vais m'attarder sur une définition précise de l'ancrage, ainsi que sur la description des couches d'alignement que j'ai utilisées durant mes travaux.

2.1 Définition

Dans un cristal liquide nématique isolé et sans limite, le champ de directeur \mathbf{n} à l'équilibre est uniforme mais orienté de façon aléatoire. Le confinement de la mésophase lève cette dégénérescence et impose une direction d'alignement. Cette modification de l'orientation par les surfaces définit l'*ancrage* du cristal liquide. Ce phénomène provient du fait que la tension de surface dans un cristal liquide nématique est anisotrope, car reliée à l'orientation du directeur [17]. Il existe une ou plusieurs directions qui minimisent la tension interfaciale. Ces directions préférentielles seront appelées *axes faciles* \mathbf{n}_0 . L'orientation du directeur sur la surface sera caractérisée par deux angles : l'angle zénithal θ_0 qui est défini par rapport à la normale à l'interface, et l'angle azimutal ϕ_0 qui correspond à l'angle entre la projection de \mathbf{n}_0 dans le plan de la surface et un axe x de la surface.

2.2 Types d'ancrage et énergie

Selon la valeur de l'angle zénithal θ_0 , on distingue trois types d'ancrage différents à l'interface nématique-isotrope :

- l'ancrage *homéotrope* pour $\theta_0 = 0$ (Fig. 2.1),
- l'ancrage *planaire* pour $\theta_0 = \pi/2$,
- l'ancrage *oblique* pour $0 < \theta_0 < \pi/2$.

En ce qui concerne les ancrages planaire et oblique, et considérant les éléments de symétrie de la couche d'alignement, une ou plusieurs directions d'ancrages seront possibles. Si l'axe facile \mathbf{n}_0 est invariant par rapport à toute opération de symétrie relative à la surface, l'ancrage sera appelé *monostable*. Si plusieurs directions d'ancrage sont équivalentes, on parlera de *multistabilité*. Dans le cas limite d'une multistabilité d'ordre infini l'ancrage planaire, ou oblique, sera qualifié de dégénéré. L'ancrage homéotrope, quant à lui, est monostable.

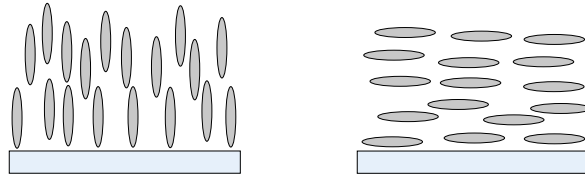


FIG. 2.1 – Schématisation des ancrages homéotrope (à gauche) et planaire monostable (à droite).

Une orientation différente de celle imposée par la surface solide va induire un coût énergétique supplémentaire. On peut décrire cette énergie de surface, ou ancrage, en fonction d'un tenseur symétrique sans trace $w_{\alpha\beta}$ [18] :

$$W = -\frac{1}{2} \sum_{\alpha,\beta} w_{\alpha\beta}(\mathbf{r}) n_\alpha n_\beta. \quad (2.1)$$

Mais généralement, les éléments du tenseurs se réduiront à un seul coefficient d'ancrage en surface (K/L). On représentera alors l'énergie d'ancrage en surface par la forme phénoménologique suivante [19], par exemple dans le cas d'un ancrage planaire :

$$W(\theta) = \frac{K}{L} \sin^2(\theta) \quad (2.2)$$

où θ représente l'écart angulaire zénithal à l'axe facile. K est une constante élastique, et L la longueur d'extrapolation donnant la force de l'ancrage ¹.

¹Typiquement pour un ancrage planaire fort $L \simeq 10\text{nm}$.

L'ancrage est donc habituellement défini par la longueur d'extrapolation L . On peut représenter celle-ci d'un point de vue géométrique. Sur la figure 2.2 est schématisée une cellule planaire-planaire twistée² : à droite, une paroi *fictive* donnant un ancrage infini avec un angle en surface bloqué à la valeur ϕ_d , à gauche une paroi *réelle*. Sur cette dernière les interactions moléculaires sont finies. Pour minimiser l'énergie totale, la distorsion élastique de volume relaxe en modifiant la direction en surface de $\phi = 0$ à $\phi = \phi_s$. La longueur d'extrapolation va rendre compte du travail nécessaire pour modifier l'orientation du directeur par rapport à l'axe facile. Elle est indépendante de l'amplitude du twist.

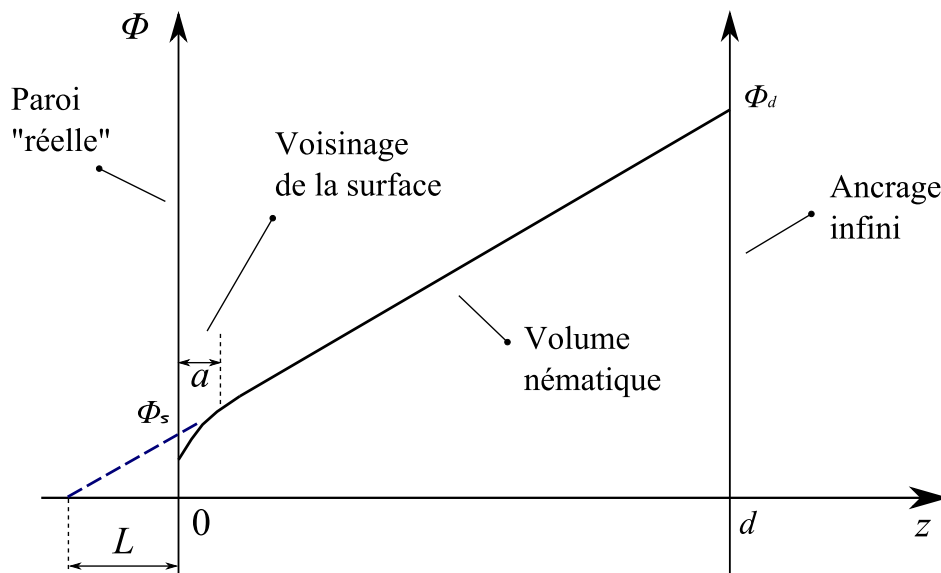


FIG. 2.2 – Interprétation géométrique de la longueur d'extrapolation d'ancrage.

L'ancrage sera qualifié de *fort* lorsque le directeur en surface sera fixé définitivement, *i.e.* quand L sera comparable aux dimensions moléculaires (ou au moins à la longueur de cohérence du nématique). Dans le cas contraire, où cette même longueur sera beaucoup plus grande que les dimensions moléculaires, l'ancrage sera *faible* (cas $L \gg a$, Fig. 2.2).

2.3 Ancrage sur surface solide

Au cours de mes travaux, j'ai essentiellement travaillé avec des couches d'alignement élaborées sur des surfaces solides. Les traitements de surface font intervenir des

²Le directeur subit une distorsion d'angle $\phi_d - \phi_0$ d'une surface à l'autre.

méthodes variées et de multiples matériaux. On peut citer : le brossage de verre [20] ou de films de polymères [21], l'évaporation sous vide de SiO_x [22], l'exposition de couches de polymère à un rayonnement ultra-violet [23] ou ionique [24], ou encore les films de Langmuir-Blodgett [25]. On remarquera également l'engouement, ces dernières années, pour les surfaces d'ancrages lithographiées et micropatternées [26] [27]. Ce contrôle fin de l'ancrage sur surface solide suscite encore aujourd'hui un intérêt fondamental, expérimental et technologique.

Le SiO, surface modèle : Pendant longtemps, les surfaces orientant de façon homogène et uniforme les cristaux liquides nématiques, étaient obtenues en frottant avec un tissu des couches de polymère, préalablement déposées sur du verre. En 1972, J.L. Janning [28] proposa une nouvelle méthode d'alignement à partir de fines couches de monoxyde de silicium (SiO).

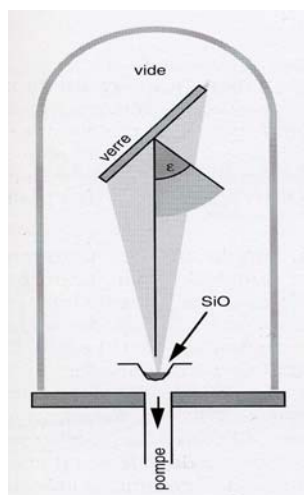


FIG. 2.3 – Films de SiO évaporés sous incidence oblique [3].

Le procédé consiste à déposer le SiO par évaporation sous vide sur des surfaces planes. Le monoxyde de Silicium est disposé dans un creuset au fond de l'évaporateur (Fig. 2.3). L'échantillon, une lame de verre par exemple, est ensuite placé à la verticale du creuset à une distance assez importante pour garantir l'uniformité du dépôt sur toute la surface d'intérêt (typiquement à $80-100 \text{ cm}^2$). Le vide est fait dans l'enceinte de l'évaporateur, à une pression inférieure à 10^{-5} Torr ($1 \text{ Torr} = 133.322 \text{ Pa}$). Puis le SiO est rapidement porté à sa température de sublimation, et vient se fixer sur le substrat. L'épaisseur de la couche déposée est contrôlée par un capteur piézoélectrique placé à proximité de

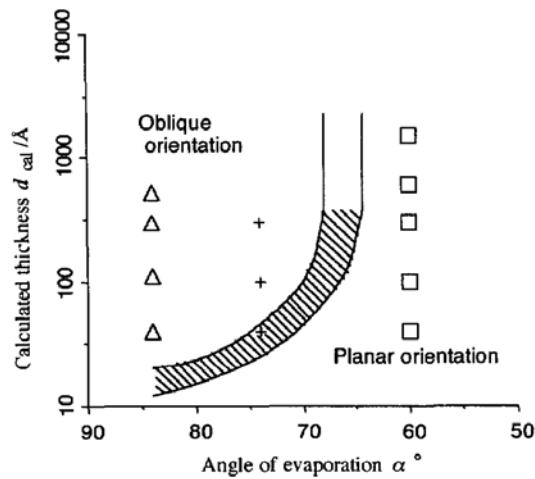


FIG. 2.4 – Diagramme de phase de l'orientation du cristal liquide 5CB en fonction de l'angle d'évaporation et de l'épaisseur déposée de SiO.

l'échantillon. Les paramètres ajustables sont donc l'angle d'évaporation et l'épaisseur d'oxyde métallique. Les couches de SiO ainsi évaporées présentent une structure poreuse d'aiguilles inclinées, de quelques centaines d'angströms de hauteur [29].

Le couple angle/épaisseur va conditionner la nature de l'ancrage, comme l'ont montré Jérôme *et al* [30] et Monkade *et al* [31] (voir le diagramme de phase de l'étude, Fig. 2.4). Nous voyons, par ailleurs, sur ce diagramme que les films déposés de SiO permettent d'obtenir des ancrages monostables obliques ou planaires, ainsi que des ancrages bistables (cf. région hachurée).

2.4 Un ancrage faible original

L'alignement en surface est primordial dans la plupart des applications à base de cristaux liquides. La recherche d'ancrages faibles est un point important pour toute une classe de dispositif d'affichage à cristaux liquides (voir par exemple [32]). Dans les afficheurs conventionnels, l'ancrage a un rôle passif de couche d'alignement. Il permet de retrouver un état bien défini lorsque les champs électriques responsables de la commutation sont absents. En ce qui concerne les dispositifs plus récents, basés sur des propriétés telle que la bistabilité [33] ou l'*In-Plane Switching* (IPS) [34], l'ancrage joue un rôle actif. Pour ces applications, trouver de nouvelles méthodes de fabrication de couches d'alignement est nécessaire. C'est dans ce cadre que nous nous sommes intéressés à caractériser un ancrage azimuthal original à base de photopolymère [35].

Dans l'annexe A nous décrivons la mise en œuvre d'un ancrage planaire homogène, à partir de couches photosensibles d'un polymère commercial (NOA60). L'étude des propriétés d'ancrage révèle une longueur d'extrapolation azimuthale supérieure à $80\ \mu\text{m}$. Cette ancrage ultra-faible ouvre de nouvelles possibilités, notamment pour obtenir de meilleurs contrastes et de plus grandes vitesses pour les afficheurs IPS.

Problématique et plan du mémoire

Le comportement des cristaux liquides au voisinage de surfaces présente un intérêt fondamental et technologique. Comme nous l'avons montré, les études de nouveaux ancrages, aussi bien sur les surfaces lithographiées et micropatternées que les ancrages très faibles, posent de nouveaux problèmes :

- Définition des énergies : la forme phénoménologique de Rapini et Papoular (Eq. (2.2), p. 30) est elle suffisante pour décrire les effets fin d'ancrages ?
- Importance des aspects dynamiques : les mécanismes dissipatifs lors de la rotation du directeur en surface sont-ils bien compris ?

Dans ce travail de thèse, j'ai contribué à approfondir les connaissances de l'interaction d'un cristal liquide nématique avec une surface d'ancrage solide. L'originalité de ce travail tient à la liaison faite entre deux approches expérimentales, la description statique du désordre orientationnel de surface et la dynamique de réorientation. Nous verrons quel rôle tiennent les forces en jeu, dans les phénomènes interfaciaux entre cristaux liquides et substrats solides.

La partie II sera consacrée à l'étude de la dynamique en surface d'un cristal liquide nématique. Notre approche originale consistera à caractériser localement la dynamique à partir de l'observation du mouvement de lignes de défaut créées en phase nématique.

Dans la partie III, nous étudierons l'interface entre le cristal liquide nématique et la surface d'alignement, de façon statique. Nous verrons notamment que le désordre figé à l'interface, contribue largement à la présence d'hétérogénéités angulaires dans le champ de directeur. Un traitement d'images quantitatif par cartographie angulaire sera présenté, et permettra la caractérisation de ce désordre figé. Les aspects dynamique et statique seront enfin reliés, dans le cadre de la théorie du piégeage/dépiégeage.

Deuxième partie

Dynamique de réorientation en surface d'un cristal liquide nématique

Chapitre 3

Relaxation des boucles de défauts

Les cristaux liquides sont orientés facilement par des forces externes dues aux surfaces, aux champs électriques. . . Du fait de l'application de tels champs, des défauts topologiques ou des déformations du champ de directeur peuvent apparaître, se modifier, ou disparaître. La statique et la dynamique en volume de ces textures sont bien connues [3] [5]. Cependant, le comportement dynamique des phases nématiques au voisinage des surfaces est encore largement inconnu. En observant la dynamique de défauts mettant en jeu des changements d'orientation en surface, nous proposons une approche originale de caractérisation de la dynamique de rotation du directeur au voisinage de la surface. Les avantages de cette démarche sont :

- la facilité de mise en œuvre (microscopie optique polarisante),
- le contrôle par des champs externes permettant d'obtenir une grande sensibilité.

Dans ce chapitre je présente de façon détaillée la fabrication des échantillons utilisés pour les expériences menées sur la dynamique des défauts. Ensuite j'introduirai ces objets élastiques, principaux acteurs de cette étude, et décrirai la dynamique rapide qui leur est associée.

3.1 Préparation des échantillons

Les cellules sont systématiquement préparées à partir de lames de verre. L'essentiel de mes expériences se déroulant en lumière transmise, un matériau transparent est indispensable pour l'élaboration des échantillons. La nécessité d'appliquer des champs électriques au cours des expériences, conduit à utiliser des lames dont une des faces est recouverte d'oxyde d'indium étain (Indium Tin Oxyde, ITO). En effet, cet oxyde métallique combine conductivité électrique et transparence optique.

Nettoyage des lames : Une fois découpées¹, les lames de verre+ITO, doivent être efficacement nettoyées afin de prévenir toute irrégularité dans le dépôt de la couche d'ancrage. Nous plongeons successivement chaque lame dans de l'eau distillée, de l'acétone puis de l'éthanol (quelques minutes par bain) ; ces trois bains étant eux-même placés dans une cuve à ultrasons (35 kHz). Après rinçage à l'eau distillée et séchage à l'azote, chaque lame est trempée (quelques dizaines de secondes) dans un mélange sulfochromique (2% CrO₃ dans H₂SO₄) afin d'éliminer les impuretés minérales des surfaces ; elles sont ensuite rincées et séchées à nouveau. Les lames ainsi traitées sont vierges de tout déchet organique et autre poussière incrustée. Enfin, deux tests visuels simples permettent de vérifier la qualité du nettoyage. Le premier consiste à passer la lame sous de l'eau distillée et vérifier qu'elle est mouillée en totalité par l'eau ; le second à vérifier par réflexion de lumière s'il reste des impuretés grossières ou s'il apparaît des franges d'interférence (dues à des fines couches d'impuretés).

Couche d'alignement : Nous déposons ensuite sur les lames de fines couches de SiO d'environ 300 Å, par évaporation sous vide à une incidence de 60°. En suivant la procédure décrite en section 2.3 l'ancrage obtenu est planaire fort, ce qui se traduit par une longueur d'extrapolation azimuthale (*i.e.* dans le plan du substrat) faible : $L_{az} \approx 0.2 \mu\text{m}$ [36]. L'axe facile obtenu est perpendiculaire à la direction d'évaporation et dans le plan de la surface.

Assemblage : Les lames, une fois traitées par déposition de SiO, doivent être assemblées pour former des cellules. Chaque cellule est constituée de deux lames collées (à l'aide d'une colle polymérisant sous ultraviolet) les faces ITO en regard et légèrement décalées (Fig. 3.1). Avant de placer la cellule sous UV, le parallélisme est vérifié en étudiant les franges du coin d'air, et les axes faciles sont soigneusement alignés. Le simple fait de déposer quatre points de colle, et d'appliquer une pression pendant quelques secondes sur ceux-ci, permet d'obtenir des épaisseurs de l'ordre de quelques microns. Pour des épaisseurs plus grandes, des films de Mylar sont utilisés comme espaceurs. Après polymérisation, on repère la zone qui semble la plus homogène en épaisseur (en observant les franges d'interférences), et l'épaisseur exacte de la cellule à cet endroit est mesurée, avec un spectromètre UV-visible. Typiquement, la variation de l'épaisseur d de la cellule est : $\Delta d \approx 0.3 \mu\text{m}$ sur notre plage d'observation ($100 \mu\text{m}^2$), ce qui correspond à environ une frange d'interférence dans le champ d'observation.

¹Dimensions typiques : $20 \times 25 \times 1 \text{ mm}^3$

Enfin deux électrodes sont soudées à l'indium, ce qui permet l'application ultérieure de champs électriques.

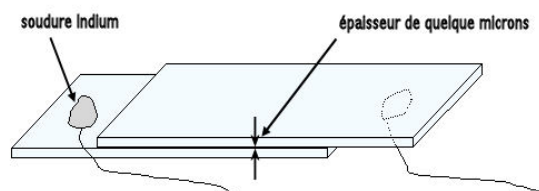


FIG. 3.1 – Assemblage des lames

Insertion du cristal liquide et mise en place des échantillons : Le cristal liquide thermotrope que j'ai utilisé est le 4'-pentyl-4-biphenylcarbonitrile, ou 5CB (Fig. 3.2). Il présente une phase nématique entre 17°C et $35,3^{\circ}\text{C}$, permettant une mise en œuvre expérimentale aisée à température ambiante.

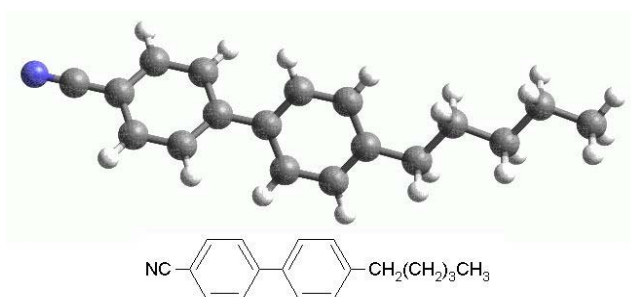


FIG. 3.2 – La molécule de 5CB : schématisation tridimensionnelle et formule semi-développée.

La dernière étape de fabrication des échantillons est l'injection de 5CB dans les cellules. Pour cela une goutte de cristal liquide, dans sa phase isotrope, est déposée à l'extrémité de la cellule. Le 5CB va alors s'écouler à l'intérieur par capillarité. L'échantillon ainsi formé est placé dans l'enceinte d'un four pendant toute la durée des expériences. Le four Instec STC200D utilisé permet un contrôle de la température à $0,1^{\circ}\text{C}$, avec une stabilité de $0,03^{\circ}\text{C}$. Cet ensemble échantillon/four est enfin fixé sur la platine d'un microscope optique Leica DMR équipé de polariseurs croisés et d'une caméra CCD (Sony XC-HR70) de résolution 1024×768 pixels.

3.2 Boucle de surfaces

Comme nous l'avons vu dans la première partie, des défauts topologiques sont abondamment présents dans les phases cristallines liquides. Leur formation se produit notamment par simple trempe thermique à partir de la phase isotrope. Des disinclinaisons (lignes de défauts normales au plan d'observation) reliées par des parois- π volumiques peuvent être obtenues (Fig. 3.3), et leur relaxation observée. Cette relaxation, qui a lieu du fait du surcoût énergétique des défauts, est contrôlée par l'énergie d'ancrage, l'énergie élastique et les hétérogénéités locales.

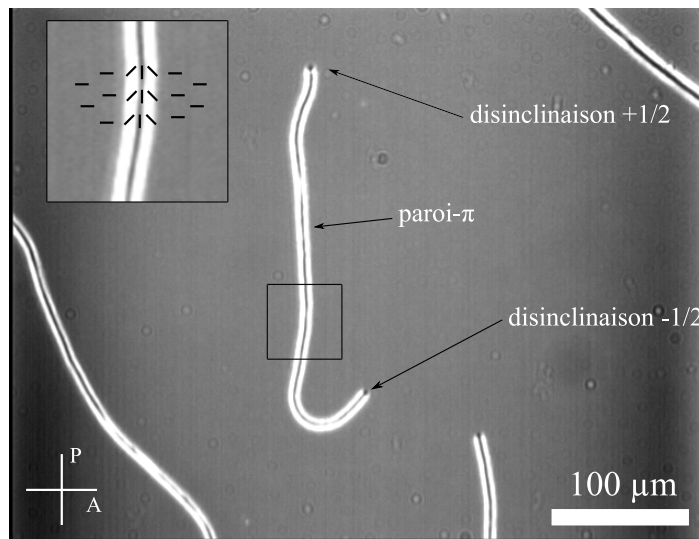


FIG. 3.3 – Paroi- π avec disinclinaisons $\pm 1/2$ aux extrémités et schématisation du champ moyen de directeurs (observation en microscopie optique polarisante) [37].

De la même façon que nous faisons apparaître des disinclinaisons, nous pouvons former des paires de boucles de parois- π (une sur chaque surface) plus ou moins circulaires, par simple trempe thermique ou par application d'un champ électrique. L'application d'un champ électrique normal à l'axe facile et supérieur au seuil de Frederiks [38], conduit à deux configurations inclinées équivalentes du directeur en volume. Des domaines d'inclinaisons opposées se forment alors dans la phase nématique ; ils sont séparés par des parois dites de Brochard-Léger (BL) [39][40]. Ce sont des distorsions volumiques du champ de directeur. En présence de parois- π , les parois BL vont connecter les disinclinaisons de charges opposées. Sous champ élevé (environ 2 fois le champ de Frederiks) les parois BL reliant deux défauts peuvent s'étendre jusqu'aux surfaces, en se transformant en parois- π [41]. Après coupure du champ, elles laissent place à des paires de boucles de parois- π (cf. Fig. 3.4). Notons par ailleurs que l'épaisseur de

nos échantillons étant faible², les deux boucles de surfaces seront la plupart du temps alignées dans la direction d’observation. Ainsi nous visualiserons la relaxation d’une seule boucle apparente.

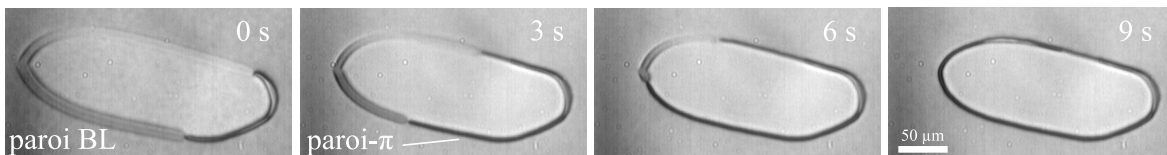


FIG. 3.4 – Formation de deux boucles de parois- π (au niveau des surfaces) à partir d’une paroi de Brochard-Léger créée par application d’un champ électrique supérieur au seuil de Frederiks, pour une cellule d’épaisseur $d = 11 \mu\text{m}$ à $T = 34^\circ\text{C}$ [41].

La figure 3.5 illustre les étapes de la relaxation des boucles de paroi- π . Comme la succession de photos le suggère, la relaxation va se passer en deux étapes : une première étape *lente*³ au cours de laquelle la boucle va relaxer vers une forme circulaire, et une seconde étape plus *rapide* qui se conclut par la disparition de la paroi- π . Dans ce chapitre, nous nous attachons à décrire la dynamique rapide des boucles circulaires de paroi- π . Ces “quasi-cercles” peuvent être définis par un rayon moyen R qui diminue au cours du temps. Cette relaxation se traduit par une réorientation des molécules en volume mais aussi au voisinage des surfaces. Les premières études ont donc porté sur la dynamique de ces boucles, *i.e.* l’évolution du rayon au cours du temps, et sur l’influence des surfaces sur la dynamique observée. Comme nous allons le voir, la représentation de cette dynamique en terme de vitesse de relaxation montre que cette dernière est une fonction affine de la courbure ($1/R$). La dynamique du rayon $R(t)$ va donc nous permettre d’obtenir une information indirecte sur la dynamique de réorientation et sur les interactions au voisinage de la surface.

3.3 Etude de la dynamique rapide

3.3.1 Existence d’un rayon critique

Des boucles de paroi- π sont formées, et leur relaxation mesurée par vidéo-microscopie à température fixée. Un logiciel associé à la caméra CCD permet l’enregistrement d’images codées en 8 bits, à intervalle de temps donné. Il reste alors à déterminer le

²Du même ordre de grandeur que la largeur des boucles, soit quelques microns.

³Dans l’exemple typique de la figure 3.5, cette étape occupe environ 80% du temps total de la relaxation (de 0 à 200 secondes).

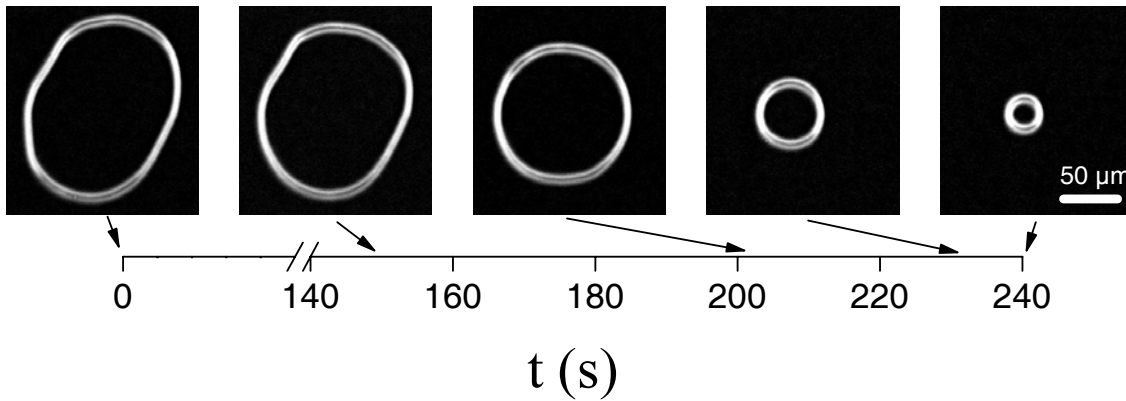


FIG. 3.5 – Visualisation de la relaxation au cours du temps de boucles de parois- π , pour une cellule d'épaisseur $d = 5.1 \mu\text{m}$ à $T = 35^\circ\text{C}$.

rayon R de la boucle à chaque instant pour pouvoir évaluer la vitesse de relaxation en fonction de la courbure. Pour cela on utilise un script (codé avec le logiciel IDL) qui utilise la méthode des moindres carrés pour ajuster nos “quasi-cercles” à des cercles parfaitement définis, de rayon R (Fig. 3.6). Après binarisation et seuillage des images, la paroi est ajustée par un cercle dont les coordonnées du centre et le rayon sont les paramètres libres.

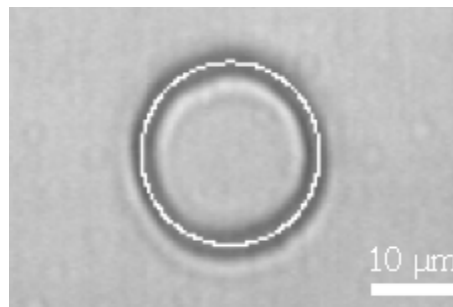


FIG. 3.6 – Boucle de paroi- π et superposition du cercle la localisant.

Nous obtenons ainsi pour chaque image un rayon R . Connaissant l'instant de prise de chaque image, nous pouvons tracer l'évolution temporelle du rayon approché des parois- π (Fig. 3.7).

Sur la figure 3.8, cette dynamique est représentée par l'évolution de la vitesse de relaxation des boucles en fonction de leur courbure. Le point essentiel de cette représentation est la mise en évidence d'un *rayon critique* R_c , au delà duquel la boucle reste piégée (immobile).

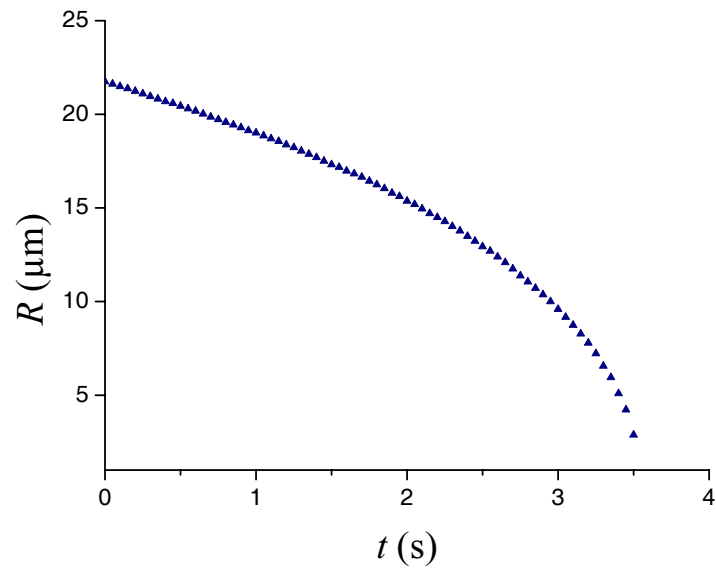


FIG. 3.7 – Evolution temporelle du rayon d'une boucle de paroi- π , à $T = 34.9^\circ\text{C}$.

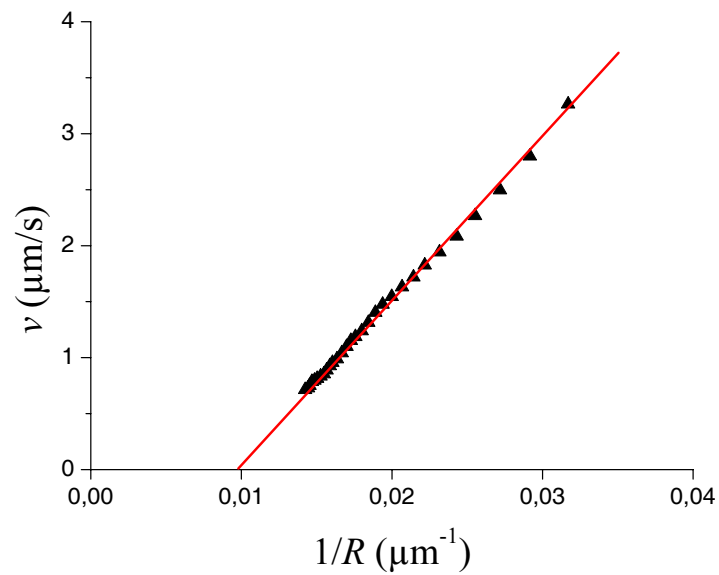


FIG. 3.8 – Vitesse de relaxation d'une paroi- π en fonction de la courbure $1/R$.

3.3.2 Modèle phénoménologique

Nous décrivons la dynamique des boucles de paroi- π à l'aide d'un modèle phénoménologique simple. La paroi est soumise à une tension de ligne γ , que nous supposons isotrope, responsable de la relaxation. Sur la figure 3.9, cette tension γ et la force élastique F_{el} qui lui est associée, sont schématisées. La résultante radiale de la tension de ligne sur l'élément dl s'écrit : $F_{el} = -2\gamma \sin \alpha$. Or α et dl sont infinitésimaux : $\sin \alpha \approx \alpha$ et $\alpha \approx dl/2R$.

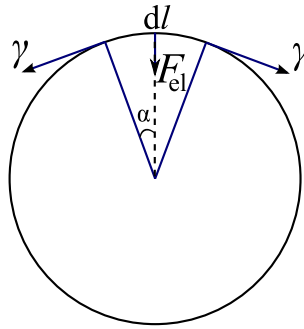


FIG. 3.9 – Schématisation de la tension de ligne γ et de la force élastique F_{el} .

La force élastique s'écrit finalement :

$$F_{el} = -\gamma \frac{dl}{R}. \quad (3.1)$$

Ensuite, du fait du caractère dynamique de la relaxation, il faut prendre en compte la dissipation visqueuse associée à la réorientation du directeur. Cette dissipation dépendra de la vitesse angulaire de réorientation. Le mouvement de l'élément infinitésimal dl est ainsi associé à une force de friction visqueuse F_v , proportionnelle à la vitesse radiale de la boucle :

$$F_v = \mu dl \frac{dR}{dt} \quad (3.2)$$

où μ (en Pa.s) est une viscosité effective.

Si nous nous en tenons à ces deux paramètres visco-élastiques, l'application du principe fondamental de la dynamique nous permet d'exprimer la vitesse radiale :

$$v = \frac{\gamma}{\mu} \frac{1}{R}. \quad (3.3)$$

Or cette loi décrit mal la relaxation des boucles. En effet comme on peut le voir sur la figure 3.8, la vitesse n'est pas inversement proportionnelle au rayon : elle s'annule pour une force seuil non-nulle. Ce phénomène peut être pris en compte par l'introduction

ex nihilo d'une troisième contribution indépendante de la vitesse, qui va s'apparenter à une force de friction solide. Cette force de surface F_s est proportionnelle à l'élément dl :

$$F_s = F_0 dl \quad (3.4)$$

où F_0 est une constante de friction (force par unité de longueur) qui reflète a priori l'interaction du champ de directeur avec la surface.

L'application de la relation fondamentale de la dynamique pour cette modélisation à trois forces, nous amène ainsi à l'expression :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{\gamma}{\mu} \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_c} \right) \quad (3.5)$$

où le rayon critique R_c est défini comme :

$$R_c = \frac{\gamma}{F_0}. \quad (3.6)$$

La dynamique des boucles de surface ainsi décrite est en accord avec les observations expérimentales (Fig. 3.8), validant notre modélisation avec une *friction solide* provenant uniquement des surfaces. Elle est l'analogie de la relaxation d'une ligne circulaire (de tension γ) plongée dans une solution visqueuse, et au contact d'une paroi rugueuse. De l'équation (3.5), on voit apparaître l'existence de deux régimes :

- Un régime, $R \leq R_c$, où la vitesse est fonction de l'inverse du rayon : $v = f(\frac{1}{R})$
- Un régime “immobile” (R est constant) quand $R > R_c$.

La dynamique est entièrement décrite à l'aide de deux paramètres R_c et γ/μ , ou de façon équivalente par R_c et F_0 .

3.3.3 Caractérisation complète de la dynamique rapide

Dans le cas de la dynamique dite *rapide* ($R < R_c$), ce modèle faisant intervenir trois forces décrit bien les relaxations expérimentales observées. Pour faire une étude systématique des mouvements des parois dans ce régime rapide, nous pouvons caractériser les évolutions de R_c et F_0 en fonction de l'épaisseur des échantillons et de la température. Une étude précédente [42] que j'ai complétée, montre que la dépendance en épaisseur est négligeable. Les variations du rayon critique R_c en fonction de la température sont présentées sur la figure 3.10.a. L'évolution de R_c montre une brusque augmentation de celui-ci à l'approche de la température de transition nématique-isotrope. Notons que le “bruit” sur cette courbe provient de l'utilisation de plusieurs

échantillons d'épaisseurs différentes ; il donne une indication de la dispersion sur nos mesures.

Cette tendance montrée par l'évolution de R_c signifie que la force de friction en surface

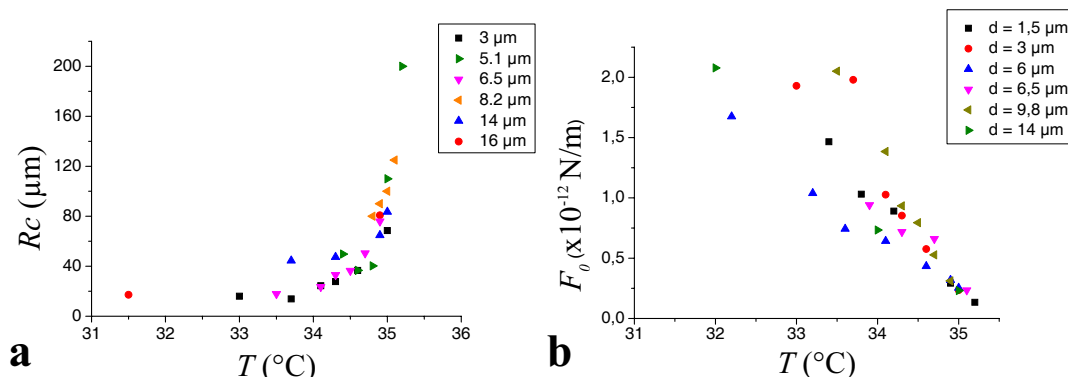


FIG. 3.10 – Variations du rayon critique R_c (a), et variations de la force de friction F_0 (b) en fonction de la température T du cristal liquide nématique, pour différentes épaisseurs de cellule.

F_0 diminue sensiblement au voisinage de la transition. En effet, si nous associons ces mesures de R_c à des valeurs théoriques⁴ de γ , nous pouvons calculer F_0 . La figure 3.10.b montre cette forte dépendance en température de la force de friction.

3.4 Contribution des surfaces et du volume à la dynamique

La dynamique en volume d'un cristal liquide nématique est parfaitement connue. Nous avons, dans un premier temps, tenté d'expliquer la dynamique observée et les paramètres mesurés à partir du volume seul. Pour cela il faut relier les coefficients mesurés aux grandeurs connues du cristal liquide nématique 5CB. D'après l'équation (3.5), la vitesse de relaxation des boucles dépend linéairement de la courbure (elle-même inversement proportionnelle à la force) à partir de la valeur $1/R_c$. La pente de cette partie de la courbe est alors donnée par le rapport γ/μ .

Maintenant, nous allons évaluer ce rapport à l'aide de modèles établis.

Tension de ligne : Tout d'abord, la valeur théorique de γ peut être calculée exactement, en régime quasi-statique, par minimisation des énergies élastique et d'ancrage

⁴Se référer à la section 3.4 et à l'annexe B pour les détails du calcul.

d'une paroi- π droite et infinie, à l'équilibre en $x = 0$ (Fig. 3.11). Le détail du calcul peut être consulté en annexe B. Disons simplement ici que le directeur $\mathbf{n}(\mathbf{r})$ est paramétré par l'angle ϕ qu'il fait avec l'axe x :

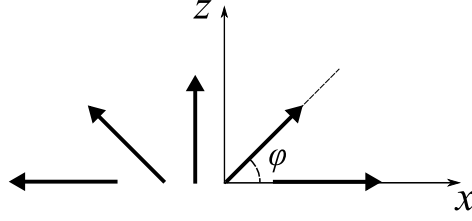


FIG. 3.11 – Schématisation d'une paroi- π et paramétrage.

$$\mathbf{n}(\mathbf{r}) = \mathbf{n}(\cos \phi(x, y, z), 0, \sin \phi(x, y, z)), \quad (3.7)$$

avec $\phi(x, y)$ donné par :

$$\phi(x, y) = \arctan \left(\frac{\sin(y \pi / e)}{\sinh \left(\sqrt{\frac{K_2}{K}} \frac{\pi x}{e} \right)} \right) \quad (3.8)$$

et e défini par l'équation :

$$\tan \left(\frac{\pi d}{2e} \right) = \frac{e}{L_{az} \pi}. \quad (3.9)$$

$K (= K_1 = K_3)$ et K_2 sont les constantes élastiques, e est une longueur caractéristique liée à l'épaisseur d de la cellule, et L_{az} est la longueur d'extrapolation azimuthale. Ainsi, l'énergie par unité de longueur de la paroi- π à l'équilibre est :

$$\gamma = 2\sqrt{KK_2} \left[\frac{\pi}{2} - \arctan \left(\frac{L_{az} \pi}{e} \right) + \int_0^1 \frac{\arctan(et / \pi L_{az})}{t} dt \right]. \quad (3.10)$$

Compte tenu des valeurs suivantes :

$$K = 4 \cdot 10^{-12} \text{ N} \quad \text{et} \quad K_2 = 2 \cdot 10^{-12} \text{ N} \quad [43],$$

$$d = 10 \mu\text{m},$$

$$L_{az} = 0.2 \mu\text{m},$$

on peut calculer numériquement la valeur de γ dans (3.10) à l'aide du logiciel Mathematica. On trouve ainsi :

$$\gamma \simeq 6.6 \cdot 10^{-11} \text{ N}.$$

Dynamique de volume : D'autre part, pouvons-nous expliquer le terme visqueux fluide μ à partir de la viscosité rotationnelle γ_1 [3] du cristal liquide en volume? Ceci revient à faire l'hypothèse que la dissipation visqueuse est localisée en volume, et donc que la viscosité effective μ est fonction de γ_1 et du volume impliqué dans la relaxation de la paroi. Considérons le cas suivant : si la paroi se déplace selon x , il y aura dissipation visqueuse car le directeur change localement d'orientation. Si ce déplacement se fait à la vitesse v , on peut écrire :

$$\phi(x, y, z, t) = \phi(x - vt, y, z).$$

On peut ainsi exprimer la dissipation, par unité de longueur selon x , due à la rotation du directeur :

$$\iint \gamma_1 \left(\frac{\partial \phi}{\partial t} \right)^2 dx dy = \gamma_1 v^2 \iint \left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)^2 dx dy. \quad (3.11)$$

Or la dissipation de la force visqueuse F_v par unité de longueur vaut :

$$F_v v = \mu v^2. \quad (3.12)$$

En utilisant (3.11) et (3.12), il vient :

$$\iint \gamma_1 \left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)^2 dx dy = \mu. \quad (3.13)$$

Nous pouvons donc relier le rapport μ/γ évalué expérimentalement, à son expression théorique :

$$\frac{\mu}{\gamma} = \frac{\gamma_1}{\gamma} \iint \left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)^2 dx dy. \quad (3.14)$$

Connaissant γ_1 ($= 0.034 \text{ Pa.s}$ [44]) et compte tenu de (3.8), on calcule numériquement (3.14) pour différentes valeurs d'épaisseur d de cellule.

Comparaison avec l'expérience : Les études faites en dynamique rapide ont permis d'évaluer expérimentalement le rapport γ/μ , et de montrer que celui-ci était stable en température (cf. Fig. 3.12). Ces résultats expérimentaux sont très proches de ceux provenant du calcul⁵, comme nous pouvons le voir sur le tableau 3.1.

Nous concluons que cette dissipation en volume attendue peut donc parfaitement expliquer la force de friction visqueuse. Elle ne peut cependant expliquer le terme de friction solide. Cette dernière, mise en évidence à travers nos expériences de dynamique

⁵Considérant les hypothèses de calcul (constantes élastiques isotropes...).

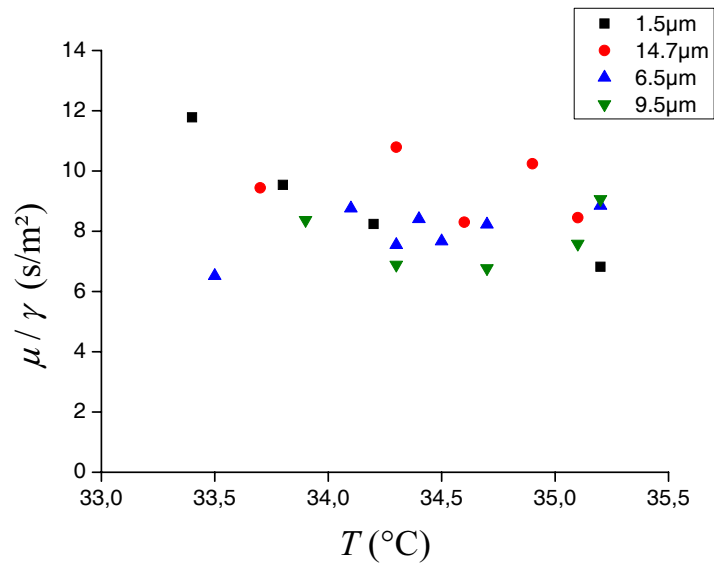


FIG. 3.12 – Evolution du rapport entre la viscosité μ et la tension de ligne γ en fonction de la température, pour différentes épaisseurs de cellule.

d (μm)	μ/γ (s/m ²) <i>théorique</i>	μ/γ (s/m ²) <i>exp.</i>
6.5	$(8.6 \pm 0.1) \cdot 10^9$	$(7.9 \pm 0.3) \cdot 10^9$
9.5	$(8.6 \pm 0.1) \cdot 10^9$	$(7.7 \pm 0.4) \cdot 10^9$
14.7	$(8.6 \pm 0.1) \cdot 10^9$	$(9.4 \pm 0.5) \cdot 10^9$

TAB. 3.1 – Evaluation du rapport μ/γ .

rapide, a également été observée sur le mouvement de défauts topologiques (disinclinaisons) [42]. Nous allons maintenant nous intéresser au cas de dynamique plus lente de parois- π , où la dissipation visqueuse de volume est négligeable afin de :

- vérifier que la modélisation avec une force de friction solide est correcte,
- mesurer précisément cette force dans un cas stationnaire et lent.

Chapitre 4

Dynamique lente et régime de creep

Le résultat le plus marquant du chapitre précédent est la mise en évidence, d'une force de friction de type solide agissant sur le mouvement d'une paroi de défauts. La dissipation d'énergie associée (de type non visqueuse) ne peut s'expliquer par le seul mouvement en volume, dû à la rotation des molécules du cristal liquide. En effet, elle est par exemple inexistante lors de la relaxation en volume des parois de Brochard-Léger. Ces dernières, même de taille très grande, relaxent toujours. L'origine de cette force inédite semble donc liée à la présence des surfaces solides, et devrait a priori traduire l'existence d'un couple de friction solide empêchant la rotation libre du directeur, en leur voisinage. Afin de préciser ces points, nous allons maintenant étudier la relaxation lente des parois- π , et ainsi essayer de préciser la dynamique dans les régions où la dissipation visqueuse est marginale.

4.1 Régime de dynamique lente

Les observations faites en dynamique rapide ont montré qu'il existait un rayon critique R_c au delà duquel les boucles de parois- π ne relaxaient plus. Cependant l'étude qualitative de grandes boucles (*i.e.* de rayon $R \geq R_c$) montre que celles-ci peuvent relaxer sous certaines conditions (de température notamment). Ce mouvement lent a deux caractéristiques principales :

- il est extrêmement lent : $v \rightarrow 0$,
- sa dynamique n'est pas régulière mais apparaît saccadée, mettant en évidence des hétérogénéités.

Dans un premier temps, nous avons complété les expériences faites sur la relaxation de boucles circulaires de parois- π , en observant cette dynamique lente au voisinage de R_c .

4.1.1 Relaxation des boucles circulaires de parois- π

Expériences et traitement informatique : Un protocole identique à celui établi pour la dynamique rapide est suivi. Par simple trempe thermique, ou à l'aide d'un champ électrique, nous stabilisons des boucles circulaires de parois- π ayant un rayon supérieur au rayon critique R_c . Or ce dernier varie en fonction de la température. En effet, R_c augmente lorsque la température se rapproche de la température de transition ($T_{NI} = 35.3^\circ\text{C}$). Pour une épaisseur de cellule d et une température T données nous évaluons qualitativement le rayon critique. Typiquement, nous faisons des mesures à quelques dixièmes de degré Celsius en dessous de T_{NI} . Le "jeu" consiste ensuite à repérer, toujours à T et d données, des boucles ayant le plus gros rayon possible tout en n'étant pas totalement bloquées. A l'aide de la caméra CCD et d'un logiciel de capture vidéo, la relaxation des bons candidats est alors enregistrée.

Le traitement informatique établi pour la dynamique rapide (section 3.3) est réutilisé pour suivre la dynamique lente des boucles (Fig. 4.1). On détermine alors la vitesse de relaxation en fonction de la courbure des boucles.

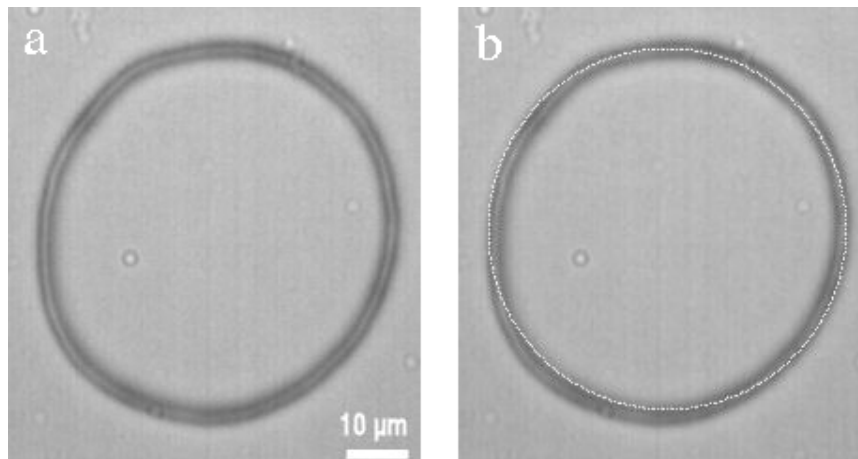


FIG. 4.1 – (a) Boucle de paroi- π . (b) Superposition d'un cercle localisant la boucle.

Résultats : Les expériences ont été menées sur des cellules de différentes épaisseurs (de 3 à 30 microns), et à différentes températures dans la gamme $34,4 - 35,2^\circ\text{C}$. En procédant ainsi, nous atteignons des vitesses de l'ordre du dixième de micromètre par seconde au voisinage de R_c , autrement dit, des temps de relaxation de quelques dizaines de minutes au maximum. Sur la figure (Fig. 4.2) est présentée l'évolution de la vitesse de relaxation d'une boucle de paroi- π en fonction de sa courbure. Nous remarquons qu'au voisinage du rayon critique un écart au régime asymptotique apparaît : la vitesse

diminue mais ne s'annule pas en R_c . Ainsi pour des rayons légèrement supérieurs à R_c nous observons un mouvement.

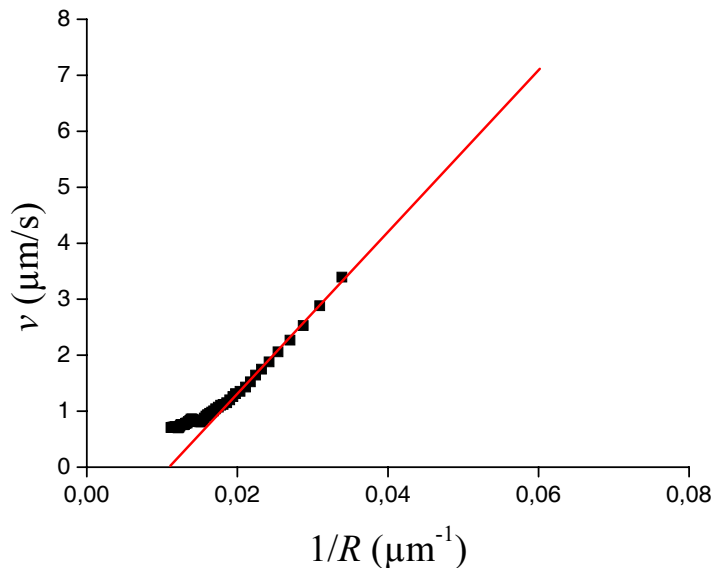


FIG. 4.2 – Vitesse de relaxation v d’une boucle de paroi- π en fonction de la courbure $1/R$. La droite représente l’ajustement (3.5) du régime asymptotique.

La caractérisation de ce mouvement reste néanmoins qualitative car la forme circulaire des boucles n’est jamais parfaite. Cet obstacle expérimental majeur limite ce type de mesures. Les grandes boucles que forment les parois- π sont comme nous l’avons dit, “quasi-circulaires”, et donc définies localement par plusieurs rayons de courbure. Prenons l’exemple de la figure 4.3, où est schématisée une boucle à deux rayons de courbure. De façon intuitive et en se référant à la loi phénoménologique locale (3.5), on comprend que la portion de boucle définie par le rayon R_2 va relaxer plus vite que la portion définie par R_1 , car la vitesse est inversement proportionnelle au rayon. Ainsi les boucles vont systématiquement se circulariser avant de relaxer de façon homogène. Le traitement informatique utilisé, parfaitement adapté pour la relaxation rapide, n’est plus pertinent pour la relaxation non stationnaire du régime lent. Les relaxations locales des boucles engendrent en effet, des variations notables du rayon de courbure et donc de la vitesse calculée; la paroi- π ne relaxant pas significativement pour autant (Fig. 4.4).

Remarque : La boucle de paroi- π de la figure 4.4 comporte deux disinclinaisons (une de rang 1 et une de rang -1), mais celles-ci s’annihilent sans perturber la relaxation.

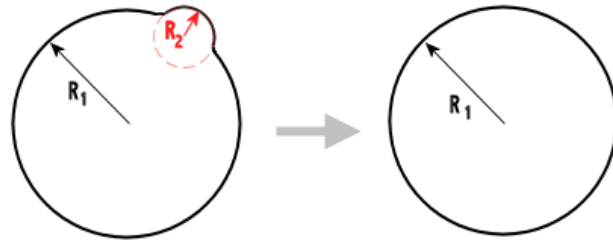


FIG. 4.3 – Schématisation d'une boucle de paroi- π à plusieurs rayons de courbure.

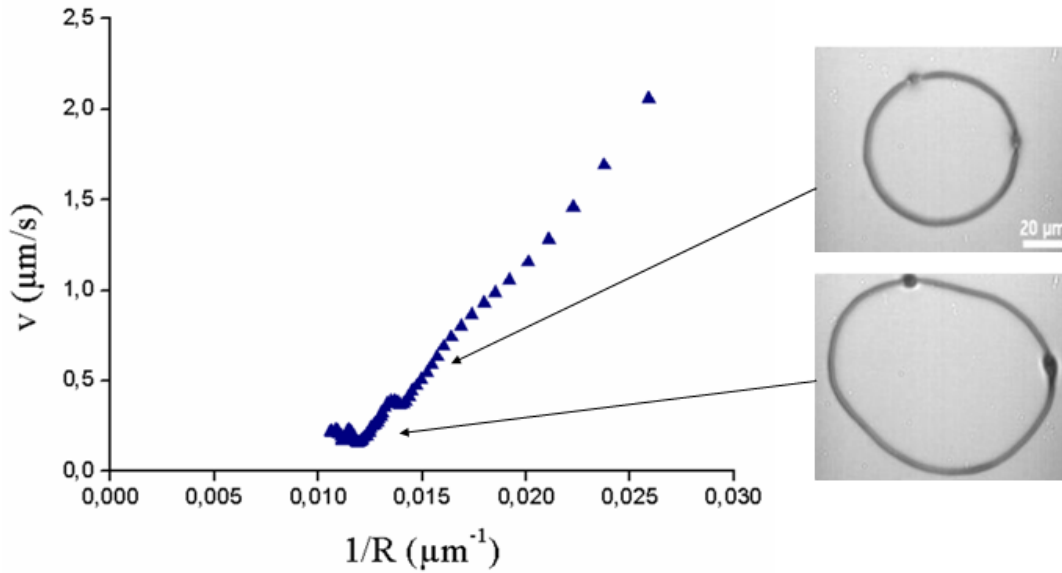


FIG. 4.4 – Influence des relaxations locales sur une courbe d'évolution au cours du temps du rayon d'une boucle de paroi- π .

Le problème du mouvement à vitesse très faible pourrait être abordé avec une description locale. Mais une caractéristique de la dynamique limite l'étude quantitative : l'existence d'une dynamique saccadée. Les hétérogénéités présentes sur la surface vont affecter la dynamique aux faibles vitesses.

En résumé, les boucles de paroi- π permettent de caractériser le régime dynamique ($R < R_c$), mais sont difficilement exploitables pour la dynamique au voisinage de R_c . Il nous faut donc trouver une autre géométrie pour étudier la dynamique lente, si possible dans un cas stationnaire où la vitesse moyenne serait mieux définie.

4.1.2 Une autre approche pour mesurer la dynamique lente

Les boucles allongées : Lors de la formation des boucles circulaires, il m'est souvent arrivé de voir des parois- π se refermant en boucle, de façon allongée plus que de façon circulaire (Fig. 4.5). Ces *boucles allongées* peuvent être "vues" comme des lignes immobiles (rayon de courbure infini) reliées par des demi cercles qui eux relaxent. L'intérêt

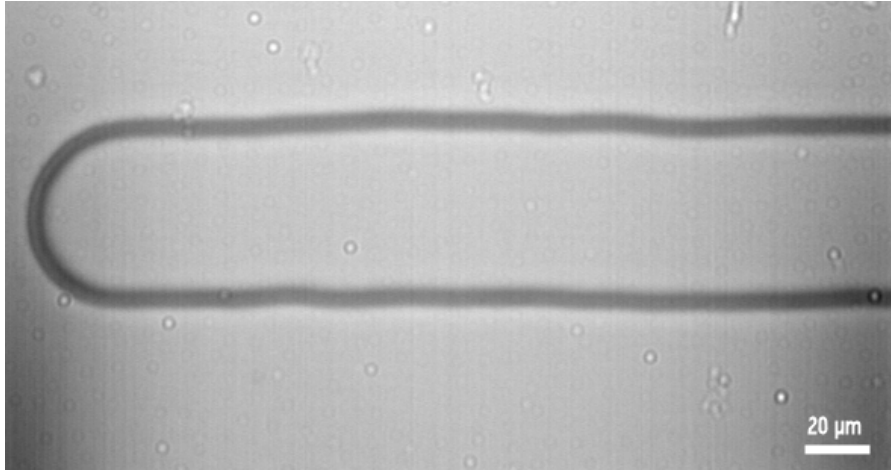


FIG. 4.5 – Paroi- π formant une boucle allongée.

de ce système de défauts est alors évident : son évolution est stationnaire. La mesure de relaxation de telles boucles va ainsi nous permettre d'obtenir des couples *vitesse/rayon* avec une meilleure précision, dans le régime lent. La géométrie du système ayant cependant changé, le modèle phénoménologique précédent doit être revu. La figure 4.6 montre le paramétrage que nous utilisons pour calculer la vitesse v (dirigée selon x) de relaxation de boucles allongées de paroi- π de taille $2R$, dans le régime rapide.

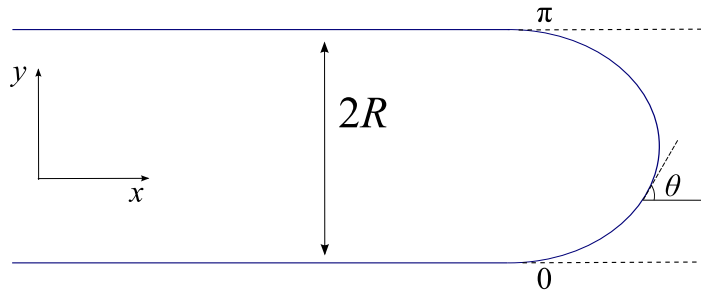


FIG. 4.6 – Paramétrage pour la modélisation de la vitesse de relaxation d’une boucle allongée.

Considérons un petit élément ds de la partie courbe de la boucle, sur lequel nous faisons le bilan des forces :

$$\gamma \frac{d\theta}{ds} = \mu v \sin \theta + F_0 \quad (4.1)$$

où la tension de ligne γ , la viscosité effective μ et la force de friction F_0 sont les mêmes que précédemment. Sachant que $dy = ds \sin \theta$, on peut écrire (4.1) en fonction de dy :

$$dy = \frac{\gamma \sin \theta d\theta}{\mu v \sin \theta + F_0}. \quad (4.2)$$

L’intégration numérique de (4.2) donne l’expression implicite suivante, décrivant la relation entre le rayon R et la vitesse v des boucles allongées :

$$R = \frac{\gamma \pi}{2\mu v} + \frac{2F_0 \gamma}{\mu v \sqrt{F_0^2 - \mu^2 v^2}} \left[\arctan \left(\frac{\mu v}{\sqrt{F_0^2 - \mu^2 v^2}} \right) - \arctan \left(\frac{F_0 + \mu v}{\sqrt{F_0^2 - \mu^2 v^2}} \right) \right]. \quad (4.3)$$

Cette expression est ensuite adimensionnée :

$$\tilde{R} = \frac{\pi}{2} \frac{1}{\tilde{v}} + \frac{2}{\tilde{v} \sqrt{1 - \tilde{v}^2}} \left[\arctan \left(\frac{\tilde{v}}{\sqrt{1 - \tilde{v}^2}} \right) - \arctan \left(\frac{1 + \tilde{v}}{\sqrt{1 - \tilde{v}^2}} \right) \right] \quad (4.4)$$

avec :

$$\tilde{R} = \frac{R}{R_c}, \quad \tilde{v} = \frac{v\mu}{F_0},$$

et toujours¹ :

$$R_c = \frac{\gamma}{F_0}.$$

Enfin, nous faisons un développement limité au voisinage de l’infini de (4.4) pour établir une expression de la vitesse comparable au cas des boucles circulaires. Nous trouvons

¹Le rayon critique R_c des boucles allongées est le même que celui défini pour les boucles circulaires.

ainsi que la pente de la droite correspondant au régime rapide a légèrement augmenté d'un facteur $\pi/2$, d'où :

$$v = \frac{\pi \gamma}{2 \mu} \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_c} \right). \quad (4.5)$$

Pour la partie expérimentale, les vidéos enregistrées avec la caméra CCD sont discrétisées. Puis en soustrayant le fond de chacune des images et en appliquant un filtre de contraste, on obtient des représentations binarisées (Fig. 4.7). J'ai ensuite mis au point une routine simple, permettant de repérer l'abscisse du *front* (*i.e.* le point de la paroi tangent à la normale à l'axe des abscisses) de la boucle allongée, sur chaque image. Nous pouvons alors rendre compte du mouvement stationnaire des parois- π et déterminer leur vitesse de relaxation (Fig. 4.8).

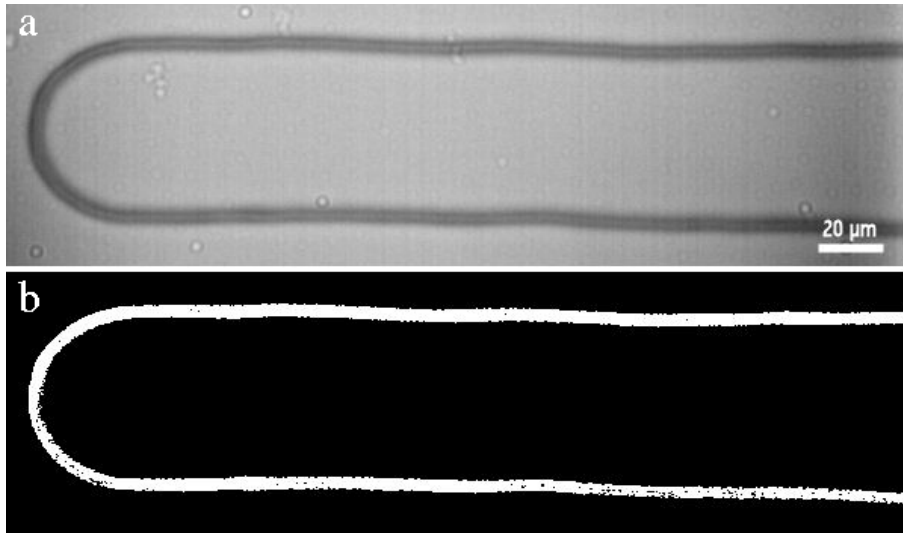


FIG. 4.7 – (a) Boucle allongée de paroi- π en microscopie polarisante. (b) Image binarisée de la paroi.

Résultats : Cette approche expérimentale nous permet de mesurer des vitesses de l'ordre du dixième de $\mu\text{m/s}$. Ces vitesses de relaxation sont très bien définies, comme on le voit sur la figure 4.8 par exemple. Chaque mesure nous donne un couple *vitesse/rayon* que l'on reporte sur un graphique. Ainsi, pour une cellule d'épaisseur donnée à température fixée, nous obtenons des courbes comme celle présentée sur la figure 4.9. Nous retrouvons un comportement en dynamique rapide semblable à celui des boucles circulaires, à savoir une évolution suivant une droite ne passant pas par l'origine. La pente de cette droite est plus forte que dans le cas des boucles circulaires. Le facteur $\pi/2$ présent dans (4.5) est ainsi confirmé expérimentalement.

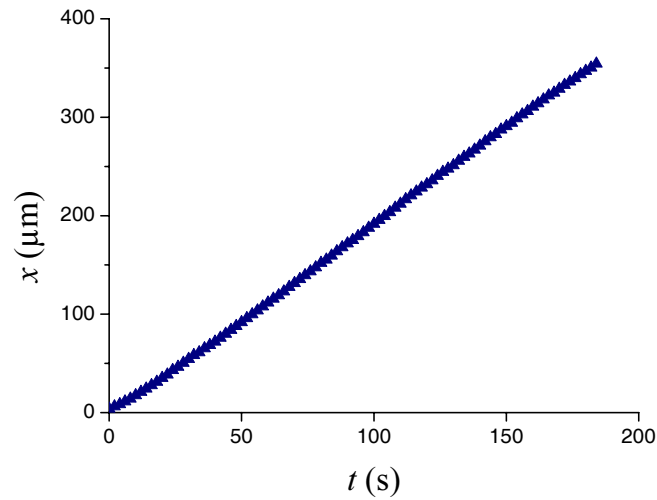


FIG. 4.8 – Abscisse x d’un front de boucle allongée en fonction du temps t . Exemple de relaxation, à $v = 1.97 \mu\text{m/s}$, d’une boucle allongée de $35.1 \mu\text{m}$ de rayon.

Lorsque l’on s’intéresse au régime lent (vitesse de l’ordre de quelques dixièmes $\mu\text{m/s}$, viscosité négligeable) pour des rayons supérieurs au rayon critique, on observe des relaxations stationnaires de boucles allongées. Cependant, deux contraintes expérimentales s’opposent à une caractérisation fine de ce régime avec ce protocole : d’une part la difficulté de former un grand nombre de boucles allongées de rayon supérieur à R_c , sur un même échantillon ; et d’autre part la mémorisation d’ancrage aux vitesses les plus lentes qui induit un biais dans les mesures.

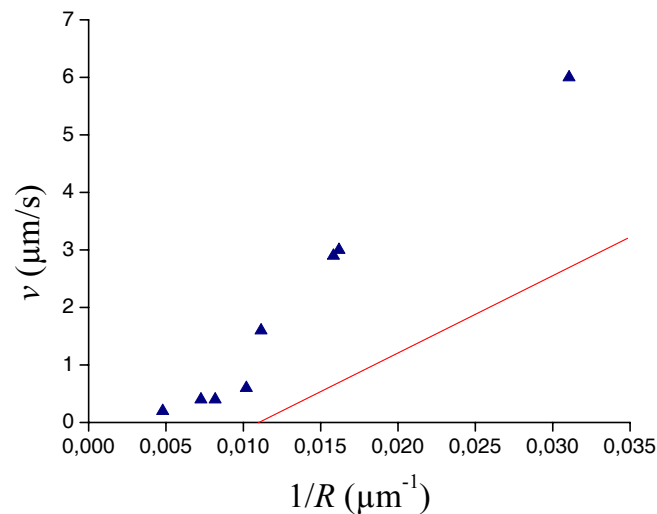


FIG. 4.9 – Vitesse v en fonction de la courbure $1/R$ des boucles allongées. Mesures effectuées pour une cellule d’épaisseur $8 \mu\text{m}$ à 35.2°C . La courbe (trait plein) indique la droite de pente “habituelle”, *i.e.* dans le cas des boucles circulaires.

L'étude de la relaxation des boucles allongées de parois- π ne permet pas de caractériser de façon quantitative le régime lent. Néanmoins, nous retiendrons la mise en évidence nette d'une force de friction solide qui bloque la dynamique. Cette friction ne semble pas attribuable à la nématohydrodynamique mais plutôt à l'action des surfaces, ce qui est confirmé par la présence d'hétérogénéités dans le mouvement.

4.2 Le rôle de l'effet mémoire

L'effet mémoire de surface est connu depuis longtemps dans les systèmes de cristaux liquides [1]. Ce phénomène est décrit comme l'induction d'un axe facile local sur un substrat initialement isotrope, par la présence d'une mésophase [45]. Ce mécanisme est également observé sur des surfaces possédant déjà un axe facile, quand de forts champs (électriques ou magnétiques) sont appliqués et favorisent une orientation autre que l'axe facile. Il est aussi présent dans les systèmes à ancrage bistables, et a pour conséquence la mémorisation des textures de parois sur les surfaces [46].

Dans notre cas, le SiO oriente le cristal liquide nématique parallèlement aux lames de verre de la cellule. Ainsi, nous pouvons nous demander si les parois- π qui représentent, par définition, une désorientation locale du champ de directeur par rapport à l'axe facile, peuvent à leur tour modifier la forme de l'ancrage sur des temps longs. Ce qui revient à se demander si le surcoût énergétique, induit par les défauts, peut être minimisé par une modification locale de l'ancrage. Un tel effet mémoire est-il présent dans notre système ? Peut-il expliquer les dynamiques observées ? Pour répondre à ces questions, nous avons effectué des mesures spécifiques sur les parois- π , sur des temps longs.

Partie expérimentale : Un protocole expérimental a été mis en place pour la mise en évidence de l'effet mémoire sur la dynamique des parois- π :

- Trempe de la phase liquide vers la phase nématique jusqu'à une température fixée, et formation de boucles.
- Mesure de la vitesse de relaxation d'une boucle allongée, puis blocage court de celle-ci avec un champ électrique (environ $1 \text{ V}/\mu\text{m}$), le temps d'effectuer le blocage thermique.
- Baisse rapide² de la température du four à $T = 30^\circ\text{C}$, puis extinction du champ électrique : la boucle est ainsi bloquée à basse température, il n'y a plus besoin

²À l'aide d'un dispositif à flux de vapeur d'azote.

de champ extérieur pouvant modifier le système.

- La boucle reste bloquée pendant un *temps de blocage* défini au préalable.
- Élévation rapide de la température jusqu'à atteindre la température de départ, blocage avec champ E à l'approche de la température initiale.
- Mesure du temps de latence τ après coupure du champ E , et de la vitesse de relaxation après déblocage.

Remarques :

1 Afin de bloquer les boucles, un champ électrique normal aux surfaces est appliqué. Lorsque la valeur de ce champ atteint le seuil de Frederiks [38], les directeurs s'inclinent dans sa direction et les paroi- π se retrouvent bloquées.

2 La vitesse après déblocage est mesurée sur la partie de la courbe suivant le plateau τ (Fig. 4.10).

Résultats et interprétation : La figure 4.10 illustre les résultats obtenus. La première courbe (carrés) montre la relaxation uniforme d'une boucle allongée avant blocage avec des champs externes. La seconde (triangles) décrit l'évolution de cette même boucle après la procédure de blocage. Cette évolution se déroule en deux étapes :

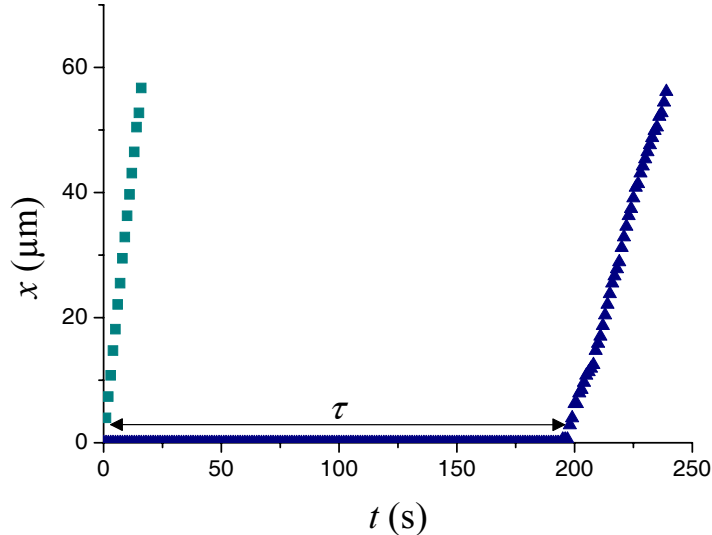


FIG. 4.10 – (Carrés) Relaxation d'une boucle allongée de taille $55.2 \mu\text{m}$ avant blocage ($v \approx 3.5 \mu\text{m/s}$). (Triangles) Evolution après déblocage au bout de 5 h : une période de latence $\tau \approx 200$ s, suivie d'une relaxation à vitesse constante ($v \approx 1.3 \mu\text{m/s}$).

d'abord un palier, la boucle reste figée pendant un temps de latence τ , puis une relaxation uniforme. La relaxation post-blocage quant à elle se fait à vitesse réduite comme on peut le voir sur la figure 4.10 en comparant les deux pentes. Les résultats issus de

mesures faites sur une cellule de $4.5 \mu\text{m}$ d'épaisseur à $T = 34.8^\circ\text{C}$ sont regroupés sur le tableau 4.1. Le rôle du temps de blocage semble mineur : de 1h à 16h de blocage l'effet mémoire a lieu, mais il n'évolue pas de façon quantitative en intensité.

Rayon R (μm)	Vitesse avant blocage ($\mu\text{m/s}$)	Temps de blocage (h)	Vitesse après déblocage ($\mu\text{m/s}$)	Temps de latence (s)
59.7	2.18 ± 0.04	1	1.71 ± 0.01	86
40.7	5.07 ± 0.04	2	2.26 ± 0.04	50
55.2	3.54 ± 0.02	5	1.31 ± 0.01	195
38.2	5.04 ± 0.03	16	3.36 ± 0.02	50

TAB. 4.1 – Mesure d'effet mémoire sur des boucles allongées de paroi- π .

Le “gel” des cellules, sur des temps longs, met donc en évidence une baisse significative de la vitesse de relaxation des défauts. De plus après la remontée en température, nous observons systématiquement un palier pour des temps de blocage supérieurs ou égaux à 1 heure, signifiant que les boucles restent bloquées après coupure du champ électrique. Cette perturbation dans la dynamique de relaxation des défauts peut s'interpréter en terme de mémorisation d'ancrage. Les parois- π figées vont laisser leur empreinte sur la surface, modifiant localement l'arrangement des molécules de SiO. Après retour à la température de départ, les boucles vont se trouver dans un environnement modifié favorablement, d'un point de vue énergétique, pouvant expliquer le plateau. Enfin après le déblocage, cet effet persiste uniquement sur les bandes latérales, diminuant ainsi légèrement la force motrice.

Nous avons bien mis en évidence la présence d'un effet mémoire sur les parois- π . Maintenant, nous pouvons nous demander si cet effet observé expérimentalement aux temps longs, peut expliquer à lui seul la force de friction solide.

4.2.1 L'effet mémoire pour expliquer la friction

Bien que le champ de directeur ne soit pas forcément uniforme en volume (il y a du twist), nous allons traiter le problème dans le cas à deux dimensions. Ceci ne changera pas qualitativement les résultats obtenus. Le directeur \mathbf{n} est paramétré par l'angle ϕ (Fig. 4.11) tel que :

$$\mathbf{n} = \mathbf{n}(\cos \phi, \sin \phi, 0).$$

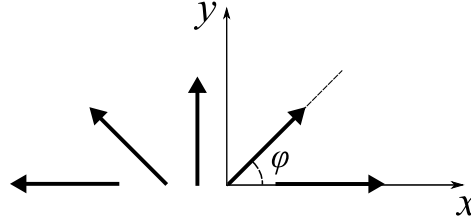


FIG. 4.11 – Paramétrage du directeur.

A chaque instant, l'énergie totale de la paroi- π s'écrit comme la somme d'une contribution élastique et de l'énergie de surface³ :

$$E(\phi) = \int \left[\frac{Kd}{2} \left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)^2 + \frac{K}{L} (\sin(\phi - \phi_0))^2 \right] dx \quad (4.6)$$

où d est l'épaisseur de la cellule, $K(= K_1 = K_3)$ une constante élastique, L la longueur d'extrapolation, et ϕ_0 l'axe facile local.

Cas sans mémoire : Traitons d'abord le cas classique sans effet mémoire ($\phi_0 = 0$) d'une paroi immobile ($\phi(x, t) = \phi(x)$). Nous cherchons à exprimer $\phi(x)$, en minimisant l'énergie (4.6) par le procédé d'Euler-Lagrange :

$$\frac{d}{dx} \frac{\partial E}{\partial \left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)} - \frac{\partial E}{\partial \phi} = 0, \quad (4.7)$$

soit :

$$Kd \frac{\partial^2 \phi}{\partial x^2} - \frac{2K}{L} \sin \phi \cos \phi = 0 \quad (4.8)$$

et en intégrant en ϕ :

$$\frac{Kd}{2} \left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)^2 - \frac{K}{L} \sin^2 \phi = 0. \quad (4.9)$$

En séparant les variables, il vient :

$$\frac{d\phi}{\sin \phi} = -\sqrt{\frac{2}{Ld}} dx. \quad (4.10)$$

Avec Mathematica on calcule :

$$\int \frac{d\phi}{\sin \phi} = \ln \left[\tan \left(\frac{\phi}{2} \right) \right], \quad (4.11)$$

d'où finalement :

$$\phi(x) = 2 \arctan \left[\exp \left(-\sqrt{\frac{2}{Ld}} x \right) \right]. \quad (4.12)$$

³Nous considérons les deux surfaces dans le calcul.

Avec effet mémoire : Nous allons maintenant considérer que la direction ϕ_0 , imposée au cristal liquide par la surface, peut être modifiée à son tour au cours du temps, sous l'influence du nématique. C'est ce que nous observons expérimentalement. Dans ce cas, les variations temporelles de ϕ_0 dépendent de la différence $\phi - \phi_0$. La forme la plus simple respectant la symétrie de la paroi- π est :

$$\frac{\partial \phi_0}{\partial t} = \frac{\sin(2(\phi - \phi_0))}{\tau} \quad (4.13)$$

où τ sera un temps caractéristique de l'effet mémoire. Le mouvement étant stationnaire, on pose :

$$\phi(x - vt) = \phi(X)$$

$$\phi_0(x - vt) = \phi_0(X).$$

Dans ce cas, l'équation d'Euler-Lagrange conduit à :

$$\frac{\partial^2 \phi}{\partial X^2} - \frac{2}{Ld} \sin(\phi - \phi_0) \cos(\phi - \phi_0) = 0. \quad (4.14)$$

On pose de plus :

$$U = \phi - \phi_0.$$

Il vient :

$$\frac{\partial^2 U}{\partial X^2} - \frac{2}{v\tau} \cos(2U) \frac{\partial U}{\partial X} - \frac{2}{Ld} \sin U \cos U = 0. \quad (4.15)$$

Nous adimensionnons ensuite l'équation :

$$\frac{\partial^2 U}{\partial \tilde{X}^2} - A \cos(2U) \frac{\partial U}{\partial \tilde{X}} - \sin U \cos U = 0 \quad (4.16)$$

avec :

$$\tilde{X} = \sqrt{\frac{2}{Ld}} X, \quad A = \frac{\sqrt{2Ld}}{v\tau}.$$

Nous faisons alors l'intégration numérique de (4.16) avec les conditions aux limites $U(-\infty) = \pi$ et $U(\infty) = 0$ d'après (4.12). Cela nous permet d'évaluer la dissipation d'énergie due à l'effet mémoire.

Énergie dissipée : La dissipation d'énergie W_d est due au terme de l'énergie totale, associé à la mémoire, soit :

$$\frac{\partial W_d}{\partial \phi_0} \delta \phi_0 = \frac{K}{L} \sin(\phi - \phi_0) \cos(\phi - \phi_0) \delta \phi_0, \quad (4.17)$$

par unité de surface pour une petite variation angulaire $\delta\phi_0$, ou encore :

$$dW_d = \frac{K}{L} \sin(U) \cos(U) \frac{\partial\phi_0}{\partial t} dt. \quad (4.18)$$

Compte tenu de (4.13), il vient :

$$dW_d = \frac{2K}{L\tau} \sin^2(U) \cos^2(U) dt. \quad (4.19)$$

La puissance dissipée par unité de longueur est donc :

$$\frac{dW_d}{dt} = \int \left(\frac{2K}{L\tau} \sin^2(U) \cos^2(U) \right) dX. \quad (4.20)$$

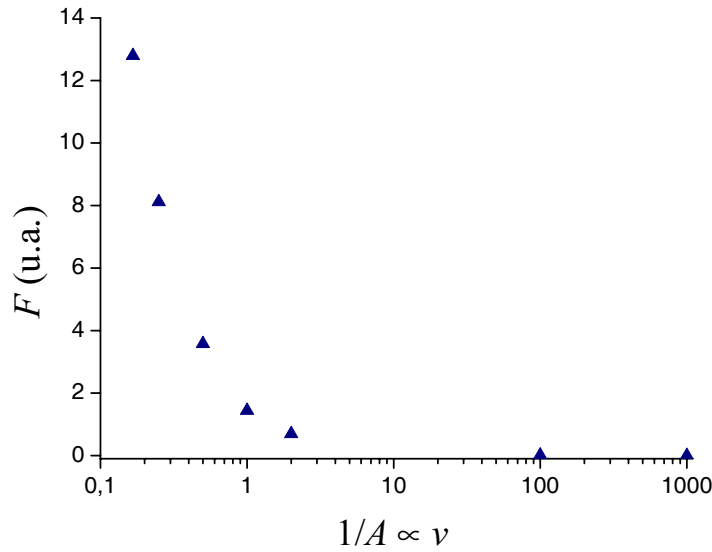


FIG. 4.12 – Force résultante F agissant sur la paroi- π en fonction de la vitesse de relaxation v ($\propto 1/A$).

En intégrant numériquement cette dernière équation, nous obtenons ainsi l'énergie dissipée par la paroi- π , par unité de ligne et par unité de temps. Si nous faisons varier A et donc la vitesse, nous nous apercevons que la force résultante : $F = W/v$ augmente fortement lorsque la vitesse diminue (Fig. 4.12) et s'annule aux grandes vitesses, ce qui ne correspond pas aux observations expérimentales. En effet, dans la gamme de vitesses explorée (de l'ordre du $\mu\text{m/s}$), nous estimons un temps de mémorisation $\tau \approx 1\text{h}$, et obtenons ainsi des valeurs de A très grandes ($A > 1000$). Pour les vitesses étudiées au chapitre 3, la mémoire n'a donc pas le temps d'agir.

Si les effets de mémoires sur l'interface 5CB/SiO sont bien présents aux temps longs, ils ne permettent pas d'expliquer la dépendance $v(1/R)$ observée, ni la présence marquée

d'hétérogénéités observées aux vitesses plus lentes.

En suivant l'analyse précédente nous pouvons en effet montrer qu'une dissipation uniquement liée aux variations angulaires (sans mémoire), permet d'obtenir une force de friction constante :

Une seconde approche macroscopique pour expliquer la friction : La force de friction étant liée aux variations angulaires, on fait ainsi l'hypothèse que l'axe facile ne bouge pas ($\phi_0 = 0$) et que la dissipation est proportionnelle à l'angle de rotation du directeur en surface :

$$\delta W = f(\phi) \delta \phi. \quad (4.21)$$

En notant toujours :

$$\phi(X) = \phi(x - vt), \quad (4.22)$$

la variation angulaire s'écrit alors :

$$\delta \phi = \frac{\partial \phi}{\partial X} dx \quad (4.23)$$

$$\delta \phi = \frac{\partial \phi}{\partial X} v dt. \quad (4.24)$$

Donc l'énergie dissipée (par unité de ligne) pendant un temps dt , par une boucle relaxant à une vitesse v , est :

$$\delta W = \int \left(f(\phi) \frac{\partial \phi}{\partial X} dX \right) v dt \quad (4.25)$$

$$\delta W = \pi \langle f(\phi) \rangle v dt \quad (4.26)$$

avec :

$$F_0 = \pi \langle f(\phi) \rangle. \quad (4.27)$$

Ce type de dissipation correspond donc à une force de friction constante, tout à fait compatible avec mes résultats expérimentaux. La question de la nature microscopique de $f(\phi)$ reste cependant ouverte. Je l'aborderai dans la prochaine partie.

4.3 Piégeage/dépiégeage et creep

Nous avons mis en évidence que la dynamique de réorientation en surface d'un cristal liquide nématique n'est pas décrite par un régime purement visqueux. Outre la présence d'une friction solide, l'étude du régime lent révèle l'importance d'une

hétérogénéité de la dynamique, aux faibles vitesses. Nous avons vu que la théorie classique des cristaux liquides et de l’ancrage ne permet pas d’expliquer simplement cette dynamique particulière. Ses caractéristiques ne sont cependant pas propres à nos expériences, car de nombreux systèmes de la matière condensée ont des comportements similaires. Ainsi, dans le mouillage d’une surface solide par un liquide [47], la ligne de contact présente une dynamique proche de celle des parois- π (présence d’une force seuil à l’avancée, rôle important des hétérogénéités à faible vitesse...). Ce n’est que récemment qu’une théorie globale de *piégeage/dépiégeage* a permis de décrire de nombreux phénomènes [48, 49, 50]. Après un bref aperçu de cette approche, nous verrons dans quelle mesure notre système expérimental peut être abordé sous cet angle.

4.3.1 Élasticité et désordre

La figure 4.13 représente un objet élastique (ligne ou interface) dans un paysage énergétique complexe et aléatoire. La forme au repos mais aussi la dynamique de cet objet peuvent être décrites en terme de piégeage par le désordre du milieu. Elles résulteront d’une compétition entre l’élasticité de l’objet (tension de ligne, de surface...), le désordre du substrat et les forces extérieures éventuellement appliquées. La connaissance des propriétés et du comportement de ces “interfaces dans du désordre” a fait l’objet de nombreux travaux.

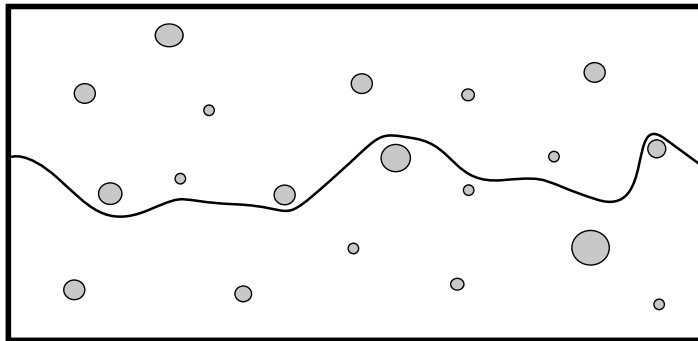


FIG. 4.13 – Ligne élastique en milieu aléatoire. La ligne est déformée par les impuretés, même à température nulle [51].

Considérons ainsi le mouvement d’une ligne élastique, par exemple une ligne triple (eau/air/solide) montrant l’étalement d’une goutte d’eau sur un substrat solide [52]. Cette ligne évoluant dans un champ de force surfacique aléatoire (rugosité, impuretés) peut se retrouver bloquée, piégée dans sa progression (*pinning*). Dans une autre expérience de mouillage, Prevost *et al.* [53] ont étudié la dynamique de l’angle de contact

d'un ménisque d'hélium liquide (^4He) sur un substrat de césium. Ils ont montré que la ligne de contact avait un mouvement saccadé, dû à l'élasticité de l'hélium super-fluide et à la rugosité du césium (cf. Fig. 4.14).

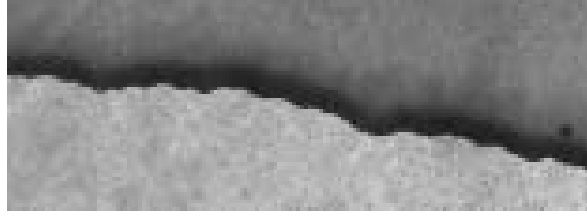


FIG. 4.14 – Influence du désordre et de l'élasticité pour un ménisque d'hélium super-fluide sur un substrat de césium désordonné (largeur 12 mm) [54].

Ce type de mouvement lent et irrégulier a également été observé dans les systèmes magnétiques par Lemerle *et al.* [55]. Ils étudient une fine couche bidimensionnelle⁴ de platine/cobalt/platine soumise à un champ magnétique perpendiculaire. Leurs observations du mouvement de parois de Bloch (interface délimitant deux domaines magnétiques d'aimantation opposée) sous la force du champ H montrent également l'existence d'une dynamique saccadée.

La figure 4.15, qui décrit ces comportements, résume les principaux résultats de l'approche simple du *piégeage/ dépiégeage*. Elle décrit l'évolution de la vitesse v d'une ligne élastique, en réponse à une force de dérive constante f . On peut distinguer 3 cas (correspondant aux 3 courbes de la figure 4.15) :

- un régime visco-élastique, en l'absence de désordre ou à température infinie : la vitesse est proportionnelle à la force,
- à température nulle, en présence de désordre, le système est piégé par les impuretés jusqu'à ce que la force de dérive atteigne une valeur critique f_c . A très grande force de dérive ($f \gg f_c$) la ligne se comporte comme si il n'y avait pas de désordre,
- un régime intermédiaire à température non-nulle. La ligne est toujours en mouvement, même pour une force de dérive inférieure à f_c . En dessous de f_c , la ligne avance par effet de cascades (régime *creep*), alors qu'au dessus de cette force un écoulement régulier est observé (*flow*).

⁴Considérée comme telle, la couche de cobalt ayant une épaisseur de 0.5 nm.

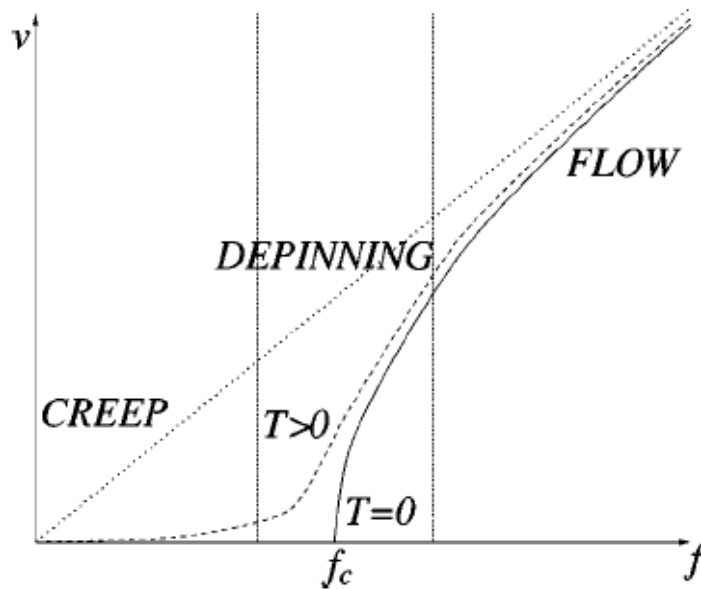


FIG. 4.15 – Vitesse v en fonction d’une force de dérive constante f , et visualisation des différents régimes (pinning, creep) en fonction de la température du système. Dans le cas limite, linéaire, il y a absence de désordre : $v \propto f$. A grande force de dérive, le système coule en ignorant le désordre [56].

4.3.2 Interface nématique - ancrage planaire

L’approche précédente semble pertinente, et laisse penser que la compétition entre élasticité et désordre joue également un rôle central dans la dynamique des parois de défauts de cristaux liquides ancrés sur des surfaces solides, et en particulier pour l’interface 5CB/SiO. Il reste toutefois à préciser dans quelles conditions nous pouvons appliquer le modèle du dépiégeage. Pour cela, nous proposons les grandes lignes d’un scénario basé sur l’approche du dépiégeage :

- Le mouvement des défauts (parois- π) de la phase nématique au voisinage du substrat implique la rotation du directeur en surface.
- La rotation du directeur n’est pas libre, ni même pilotée par une énergie simple de type Rapini-Papoular [19] couplée à une viscosité. Elle correspond à un paysage énergétique complexe où certains domaines tourneront plus aisément que d’autres.
- Le phénomène de dépiégeage se traduit donc par l’existence d’un couple de “friction seuil”, dont dérive directement la force de friction apparente des parois- π . L’avancée de ces dernières est, en effet, conditionnée par la rotation du directeur en surface.

Ce scénario est-il cohérent avec nos observations ?

Aspect dynamique : Comme nous l’avons vu, en s’éloignant de la température de transition nématique-isotrope, les boucles de parois- π peuvent se trouver bloquées dans leur relaxation par des impuretés de surfaces. Notre étude de la dynamique des déformations de parois élastiques a permis de mettre en évidence la présence d’un régime de creep sous certaines conditions. Nous savons qu’à température finie, un tel régime est attendu dans tout système élastique en contact avec un milieu désordonné [55, 56]. C’est ce régime de creep, fortement non-linéaire, que nous avons étudié en observant la dynamique lente de relaxation de boucles de parois- π . Cela nous a permis de confirmer la présence d’une force de friction agissant sur le mouvement des lignes de défaut.

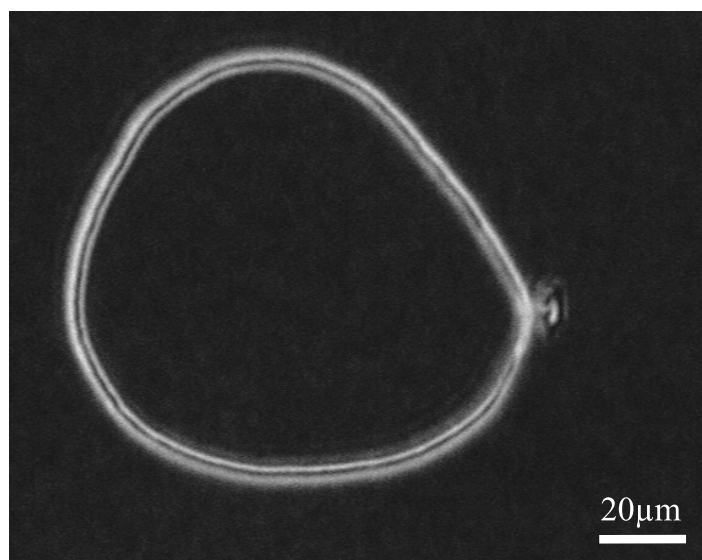


FIG. 4.16 – Boucle de paroi- π piégée par une grosse impureté de surface.

Aspect statique : Cette friction solide résulte probablement d’un paysage énergétique complexe sur nos surfaces. Les parois de défauts du nématique sont bloquées par des impuretés macroscopiques présentes sur le SiO (cf. Fig. 4.16) mais aussi, à faible vitesse, par des pièges de moindre énergie, responsables du creep et de l’aspect “rugueux” localement de la paroi. Pour compléter l’étude en dynamique et valider l’approche “dépiégeage”, nous allons donc préciser deux points importants :

1. Déterminer la nature des hétérogénéités (qui devraient être visibles en statique).
2. Relier le désordre de surface à la dynamique et développer une approche cohérente de la dynamique de rotation d’un nématique sur une surface solide.

Conclusion de la partie II

Dans cette partie, j'ai décrit l'étude de la dynamique de surface d'un cristal liquide nématique sur substrat de SiO. L'approche expérimentale de cette étude a consisté à observer la relaxation de textures de défauts particulières : les parois- π . L'observation de boucles circulaires, et de boucles allongées de parois- π a révélé la présence d'une force de friction solide constante, sur une large gamme de vitesse. Nous avons également mis en évidence un régime de "creep" à basse température, cependant la caractérisation quantitative de celui-ci n'a pu être effectuée avec cette approche expérimentale.

D'autre part j'ai expliqué plus précisément, à l'aide de la théorie classique des cristaux liquides, les constantes du modèle phénoménologique décrivant la relaxation des parois- π , en particulier le coefficient μ/γ . Nous avons également modélisé la relaxation des boucles allongées de parois- π . En ce qui concerne l'origine de la force de friction solide F_0 , j'ai montré l'existence d'un effet mémoire et démontré que celui-ci ne pouvait expliquer la friction. Pour décrire cette dernière, j'ai introduit le modèle du piégeage faisant le lien entre la dynamique observée et les hétérogénéités de la surface.

Nous allons maintenant étudier l'interface entre le cristal liquide nématique 5CB et la surface de SiO, d'un point de vue statique. Une meilleure connaissance des mécanismes fins de l'ancrage nous permettra de mieux comprendre la réorientation en surface du directeur. Nous pourrons alors relier les approches statique et dynamique pour tenter d'expliquer la force de friction.

Troisième partie

Interface cristal liquide nématique -
surface solide : le rôle des
hétérogénéités de surface

Chapitre 5

Interface 5CB/SiO : le désordre figé orientationnel

Nous avons tout d’abord voulu déterminer la nature des hétérogénéités des surfaces. Une étude soignée du champ de directeur montre que la texture du 5CB (sans défauts) aligné sur le SiO, observée entre polariseurs croisés dans les cellules planaires, n’est pas parfaitement homogène. Un désordre orientationnel de faible amplitude est présent. Nous avons caractérisé en détail ce désordre qui s’apparente au “désordre figé” (*quenched disorder*) observé dans de nombreux systèmes.

5.1 Désordre orientationnel du directeur de surface

5.1.1 Le désordre figé

Définition : Le désordre figé peut être défini comme un bruit causé par un champ aléatoire qui ne change pas au cours du temps (contrairement aux fluctuations thermiques) [57, 58].

Ce désordre peut être rencontré dans de nombreux systèmes physiques, comme les systèmes poreux [59], les ferromagnétiques [60], ou les cristaux bidimensionnels [61]. Dans ces derniers par exemple, la présence de désordre figé permet d’expliquer la transition d’un réseau 2D, de l’état “verre de Bragg” vers un état désordonné de solide en fusion. L’étude de Rubio *et al.* [62] illustre la signature spécifique du désordre figé sur la dynamique de deux fluides immiscibles dans un milieu poreux. Les auteurs observent le front d’avancement d’une interface eau-air dans une matrice désordonnée de billes de verre. Sur la figure 5.1 le profil de l’interface à différents temps est présenté. La rugosité de cette interface est évidente. Pour la caractériser, on peut regarder l’évolution des

fluctuations carrés moyennes des hauteurs h de l'interface, sur la distance L :

$$w^2(L) = \langle [h(x) - \langle h \rangle_L]^2 \rangle_x \quad (5.1)$$

où $\langle h \rangle_L$ est la hauteur moyenne sur la distance L . Pour des fluctuations thermiques le déplacement carré moyen est proportionnel au temps. On s'attendrait donc ici, à ce que les fluctuations carrés moyennes soient proportionnelle à la longueur L . Or dans cet exemple, les auteurs trouvent un comportement en loi de puissance ; c'est la signature du désordre figé :

$$w^2(L) \propto L^{1.46}. \quad (5.2)$$

Cet exposant de rugosité '1.46' reflète les propriétés d'échelle du système.

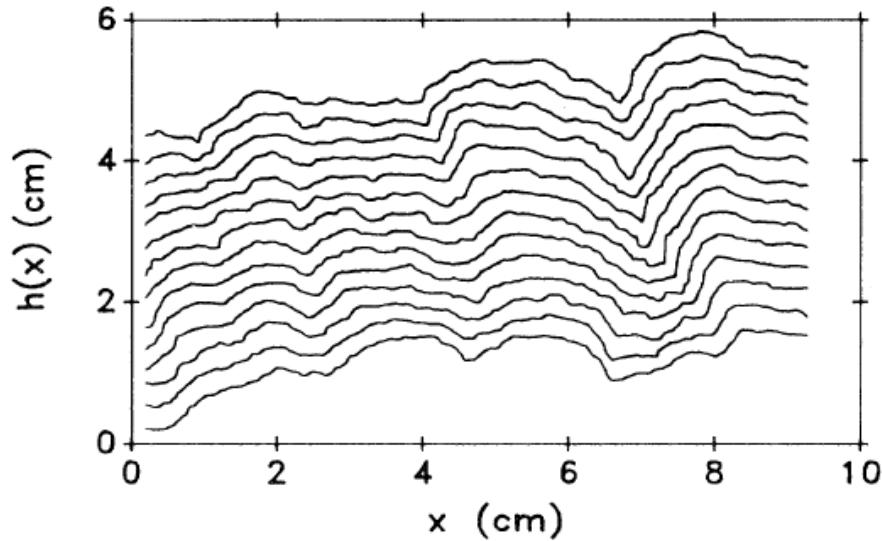


FIG. 5.1 – Evolution de la hauteur h en fonction de l'abscisse x de 14 interfaces eau-air successives, avec un intervalle de temps de 30s entre chaque interfaces [62].

Cristaux liquides et désordre figé : Le désordre figé a aussi été étudié avec les cristaux liquides [63, 64]. Dans une étude sur les élastomères nématiques [65], Petridis et Terentjev ont montré que les noeuds de réticulation du réseau agissaient comme source de désordre figé. Ce comportement explique la nature de la transition nématique-isotrope continue de ce système. Buscaglia *et al.* [66] étudient, quant à eux, la turbidité liée au désordre orientationnel d'un cristal liquide nématique incorporé dans un milieu poreux. Dans cette structure figée, l'importance des surfaces et de leur interactions avec le cristal liquide, va induire un désordre orientationnel dans ce dernier. Les observations expérimentales sont interprétées par un modèle d'Ising incluant le désordre figé. De

cette façon, les auteurs arrivent à la conclusion que la structure nématique désordonnée est liée à l'existence d'une distribution spatiale de lignes de défauts piégées, mettant ainsi en évidence de façon indirecte la présence d'un désordre figé.

Comme on peut le voir, le désordre figé est à l'origine de nombreux effets dans les systèmes physiques. Malgré les nombreuses études dédiées à ce sujet dans les systèmes contenant des cristaux liquides, la caractérisation directe du désordre du directeur en surface n'a pas encore été directement abordée. Nous avons donc étudié ce désordre sur l'interface 5CB/SiO.

5.1.2 Dispositif expérimental

Préparation des échantillons : Un protocole expérimental, similaire à celui utilisé pour les expériences en dynamique, est suivi. La différence se situe dans la nature des couches d'alignement. Ici, une lame à ancrage planaire est assemblée avec une contre lame à ancrage homéotrope. De cette façon, l'axe facile du substrat homéotrope étant perpendiculaire à la direction incidente de la lumière, nous isolons la réponse optique de la surface d'ancrage étudiée (Fig. 5.2). Cette géométrie nous permet d'étudier une seule surface d'ancrage planaire.

L'ancrage planaire homogène est obtenu, comme précédemment, en évaporant à 60° des couches de 300 \AA de SiO sur des lames de verre. Pour l'ancrage homéotrope, une solution de silane (0.1 % v/v de *chlorure d'ammonium de 3-(triméthoxysilyl) propyl-diméthyl-octadécyle* dans un mélange eau/méthanol) est déposée par *spin coating* sur des lames de verres. Ce procédé permet en effet de déposer de fines couches uniformes d'une solution sur une surface plane [67]. La solution de silane est placée en excès (*i.e.* quelques gouttes) sur le substrat, mis en rotation à 1500 tour/mn pendant 20 secondes. Pour évaporer le solvant et fixer la couche de silane, les lames traitées sont placées dans un four à 90°C pendant 1 heure. Ce protocole permet d'obtenir une monocouche de silane greffée en surface.

Les cellules hybrides, d'une épaisseur de $10 \mu\text{m}$ environ (mesurée au spectromètre UV-visible), sont ensuite assemblées. Ces cellules sont remplies de 5CB, et conservées dans un four Instec STC200D stable à 0.03°C .

Premières observations : La figure 5.3.a est une photographie typique de ce que nous observons après avoir placé nos échantillons sous un microscope équipé de polariseurs croisés. L'image est assez sombre car l'axe facile moyen \mathbf{n}_0 sur la surface de SiO a été aligné avec le polariseur. Si nous augmentons l'intensité lumineuse (Fig. 5.3.b)

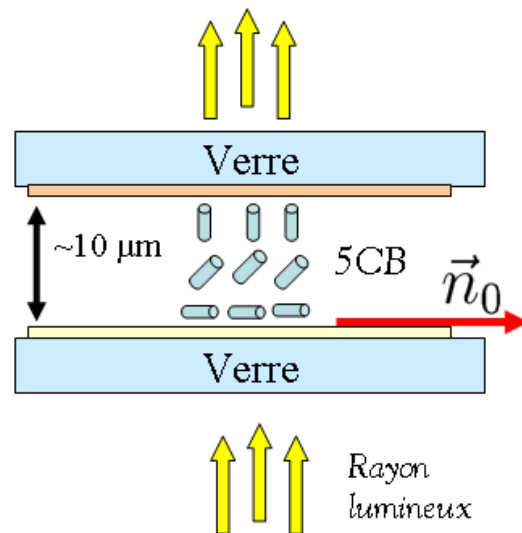


FIG. 5.2 – Schématisation d'une cellule échantillon. Le dépôt sur la lame supérieure symbolise la couche d'ancrage homéotrope, celui sur la lame inférieure symbolise l'ancrage planaire.

nous apercevons des hétérogénéités dans l'intensité de la lumière transmise. Une analyse directe est cependant gênée par le fait que le nématique fluctue temporellement en volume [5], ce qui se traduit par des fluctuations d'intensité. Nous devons donc déterminer quelle est la part des fluctuations thermiques dans les hétérogénéités observées.

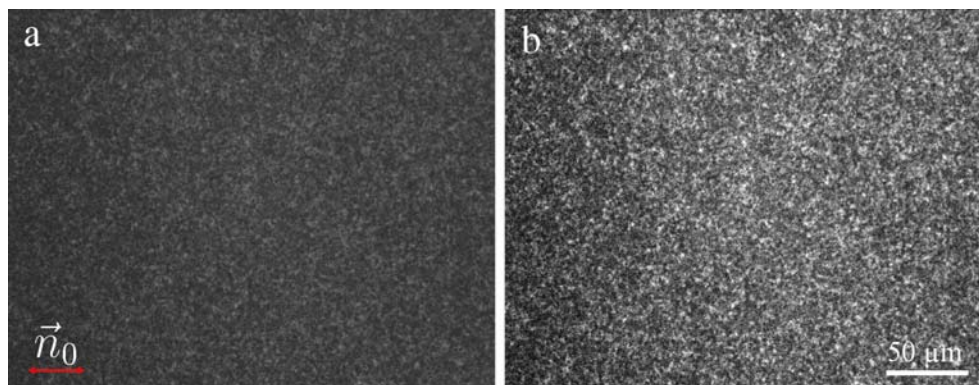


FIG. 5.3 – (a) Observation avec un microscope équipé de polariseurs croisés, d'une cellule homéotrope/planaire remplie de 5CB - l'axe facile moyen \mathbf{n}_0 sur la surface planaire de SiO est aligné avec le polariseur. (b) Même image avec augmentation sensible de l'intensité de la source lumineuse.

Importance des fluctuations thermiques : Les fluctuations du directeur dans un volume nématique peuvent être décrites par des ondes sinusoïdales sur-amorties [68].

Les modes des fluctuations dépendent des paramètres visco-élastiques du cristal liquide, mais aussi des conditions aux limites (*i.e.* l'ancrage sur les surfaces). Pour une cellule à ancrage planaire-planaire, nous pouvons exprimer le temps de relaxation τ_0 des fluctuations du mode fondamental (mode le plus lent). Dans des conditions d'ancrage infiniment fort, τ_0 ne dépend que des constantes visco-élastiques (η, K) du cristal liquide, et de l'épaisseur d de l'échantillon :

$$\tau_0 = \frac{\eta}{K} \frac{d^2}{\pi^2}. \quad (5.3)$$

Ces fluctuations sont de l'ordre du dixième de seconde : $\tau_0 \approx 100$ ms. Dans notre géométrie (planaire-homéotrope), un temps de relaxation du même ordre de grandeur est attendu. Nous pouvons nous débarrasser aisément de ces fluctuations en moyennant une centaine d'images, prises à une image par seconde, jusqu'à obtenir une moyenne stationnaire. Sur la figure 5.4 la photographie de gauche montre une image brute enregistrée avant de moyenner ; celle de droite montre le résultat d'un moyennage sur 60 images enregistrées en 1 minute¹. On peut remarquer que les motifs de surface ne disparaissent pas du fait du moyennage temporel. Les motifs observés ne sont donc pas uniquement dues aux fluctuations d'origine thermique. Dans la suite, cette procédure de moyennage (60 images enregistrées en 1 minute, à 1 image par seconde) sera appliquée systématiquement.

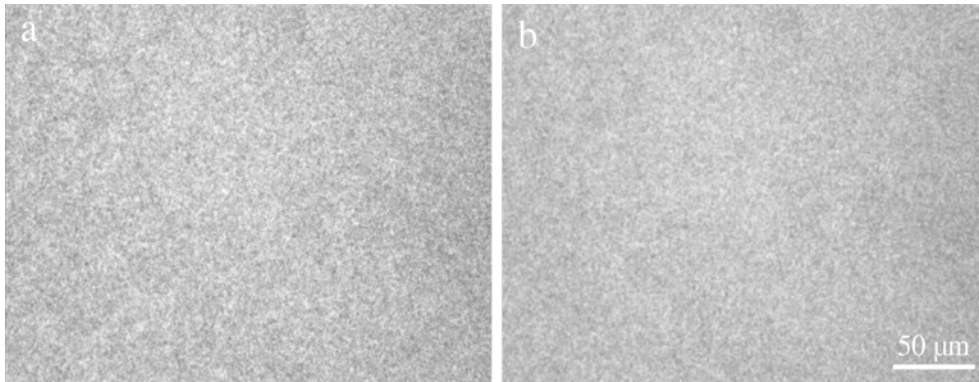


FIG. 5.4 – (a) Image brute de notre échantillon de 5CB sur SiO entre polariseurs croisés (\mathbf{n}_0 n'est pas aligné avec les polariseurs). (b) Moyenne de 60 images enregistrées en 1 minute.

¹60 correspond à un nombre à partir duquel les images moyennes ne varient plus de façon significatives.

5.1.3 Cartographie angulaire

Une caractérisation cartographique du désordre orientationnel a été entreprise. Cette cartographie orientationnelle est réalisée à l'échelle du pixel^2 de l'image, en déterminant le directeur local en surface \mathbf{n}_s à partir de l'intensité lumineuse transmise. Un ensemble d'image (8 bits) est enregistré pour un angle fixé α entre le polariseur et le directeur moyen en surface. Cette opération est répétée pour plusieurs valeurs de l'angle α dans la gamme angulaire $[-18^\circ, +18^\circ]$. Typiquement, une dizaine d'angles suffisent pour décrire précisément l'évolution de l'intensité. De cette façon, nous obtenons les variations de l'intensité lumineuse transmise en fonction de α (Fig. 5.5).

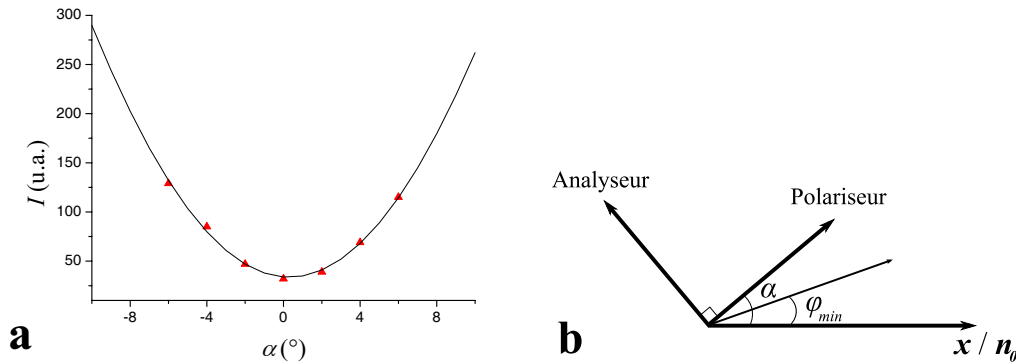


FIG. 5.5 – (a) Variation de l'intensité transmise I en fonction de l'angle α entre le polariseur et le directeur moyen. Les points représentent les données expérimentales, et la ligne pleine l'ajustement avec la fonction (5.4). (b) Schématisation des angles α et ϕ_{min} .

L'intensité $I(\alpha)$ mesurée présente un minimum bien défini. En raison des symétries, elle est ajustée par l'expression suivante, les coefficients étant obtenus analytiquement par méthodes des moindres carrés :

$$I(\alpha) = I_0 \sin^2 2(\alpha - \phi_{min}) + I_1 \quad (5.4)$$

où I_0 est l'amplitude de l'intensité, ϕ_{min} la valeur qui minimise l'intensité transmise, et I_1 le bruit expérimental³. Nous obtenons ainsi la valeur de l'angle ϕ_{min} pour chaque pixel de l'image. Notons ici que les données obtenues, et qui seront utilisées pour les traitements ultérieurs (corrélations...), sont codées sous forme réelles (*float*). Les représentations “graphiques” données par la suite seront des images échelonnées sur 8 bits. Nous avons donc un moyen simple de caractériser la distribution des valeurs des

²De taille typique $0.08 \mu\text{m}^2$.

³Négligeable par rapport à l'amplitude de l'intensité : $I_0/I_1 \approx 10^2$

angles ϕ_{min} .

La figure 5.6 montre une cartographie typique d'un tel champ angulaire, le niveau de gris sur chaque pixel correspondant à une valeur ϕ_{min} . Cette image révèle des domaines angulaires, les pixels les plus clairs correspondant aux plus grandes valeurs de ϕ_{min} , et les plus sombres aux valeurs les plus faibles. L'angle moyen $\langle \phi_{min} \rangle$ sur chaque image est nul.

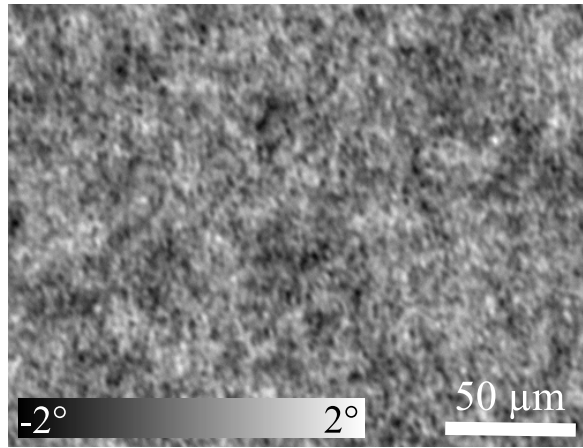


FIG. 5.6 – Cartographie typique des valeurs d'angles ϕ_{min} rééchelonnée en 8 bits pour améliorer la visibilité - l'échelle en incrustation donne l'équivalence *niveau de gris / degré*.

La réalisation de ces cartographies angulaires nous a permis de mettre en évidence l'existence d'un désordre statistique à l'interface 5CB/SiO. Afin de caractériser ces hétérogénéités nous allons tout d'abord relier ϕ_{min} à l'angle ϕ_s que fait le directeur local \mathbf{n}_s avec le directeur moyen de surface \mathbf{n}_0 . Ensuite nous traduirons le désordre de directeur en désordre d'axe facile ϕ_0 . L'étude des corrélations spatiales des cartographies nous permettra de déterminer précisément la distribution des axes faciles.

5.2 Analyse du désordre

5.2.1 Désordre de directeurs et hétérogénéités d'axe facile

Modèle : Les variations en (x, y) de l'angle ϕ_{min} , traduites par l'existence de domaines angulaires, relaxent élastiquement en z en produisant un twist dans la cellule. Pour accéder au twist, nous avons modélisé la surface de la façon suivante. Dans la géométrie plane/homéotrope (cf. Fig. 5.7), le calcul est fait en considérant un directeur $\mathbf{n}(\mathbf{r})$ paramétré par l'angle azimuthal ϕ et l'angle zénithal θ tel que :

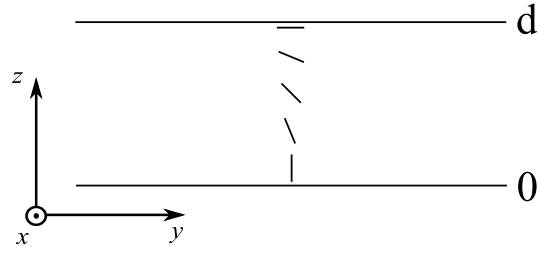


FIG. 5.7 – Paramétrage pour le calcul de l’axe facile local ϕ_0 , en géométrie planaire/homéotrope.

$$\mathbf{n}(\mathbf{r}) = (\sin \theta(x, y, z) \cos \phi(x, y, z), \sin \theta(x, y, z) \sin \phi(x, y, z), \cos \theta(x, y, z)). \quad (5.5)$$

Nous faisons l’hypothèse que l’angle zénithal varie simplement en z :

$$\theta(z) = \frac{\pi z}{2d}. \quad (5.6)$$

Cette expression correspond au cas simple sans twist ($\phi = cte$), ce qui est une bonne approximation comme ϕ reste petit (moins de 1° a priori). La minimisation de l’énergie libre dans l’approximation $K = K_1 = K_2 = K_3$ donne alors :

$$2 \sin^2 \theta(z) \Delta \phi(x, y, z) + \frac{\pi}{d} \sin 2\theta(z) \frac{\partial \phi}{\partial z} = 0, \quad (5.7)$$

ou encore :

$$\Delta \phi + \frac{\pi}{d} \frac{1}{\tan \theta(z)} \frac{\partial \phi}{\partial z} = 0. \quad (5.8)$$

Ensuite, nous utilisons la décomposition de ϕ définie selon :

$$\phi(x, y, z) = \frac{1}{2\pi} \iint f(\mathbf{q}, z) \tilde{\phi}_s(\mathbf{q}) \exp^{-i\mathbf{q} \cdot \mathbf{s}} d\mathbf{q} \quad (5.9)$$

où $\mathbf{s} = (x, y)$, $\mathbf{q} = (q_x, q_y)$, $\tilde{\phi}_s(\mathbf{q})$ est la transformée de Fourier de $\phi_s(x, y)$ qui est la partie “surfactive” de $\phi(x, y, z)$, et $f(\mathbf{q}, z)$ traduit la dépendance fonctionnelle de ϕ par rapport à z . En réécrivant (5.8) seulement en fonction de la dépendance en z de ϕ il vient :

$$-q^2 f + \frac{\partial^2 f}{\partial z^2} + \frac{\pi}{2} \frac{1}{\tan \theta(z)} \frac{\partial f}{\partial z} = 0. \quad (5.10)$$

La longueur est normalisée selon $\tilde{z} = \frac{\pi z}{2d}$. Ce qui donne :

$$\left(\frac{\pi}{2d}\right)^2 \frac{\partial^2 f}{\partial \tilde{z}^2} + \frac{\pi^2}{2d^2} \frac{1}{\tan \tilde{z}} \frac{\partial f}{\partial \tilde{z}} - q^2 f = 0, \quad (5.11)$$

$$\frac{\partial^2 f}{\partial \tilde{z}^2} + \frac{2}{\tan \tilde{z}} \frac{\partial f}{\partial \tilde{z}} - a f = 0 \quad (5.12)$$

avec $a = 4d^2q^2/\pi^2$.

La solution de l'équation (5.12) est :

$$f(\mathbf{q}, \tilde{z}) = C_1 \frac{\sin(\sqrt{1-a}\tilde{z})}{\sin \tilde{z}} + C_2 \frac{\cos(\sqrt{1-a}\tilde{z})}{\sin \tilde{z}}. \quad (5.13)$$

Les constantes sont déterminées à l'aide des conditions de bord suivantes (la première résultant du fait qu'il n'y a pas de couple de twist sur la surface homéotrope) :

$$\left. \frac{\partial f}{\partial \tilde{z}} \right|_{\tilde{z}=0} = 0, \quad f|_{\tilde{z}=\pi/2} = 1. \quad (5.14)$$

Nous obtenons :

$$C_2 = 0 \quad \text{et} \quad C_1 = \frac{1}{\sin(\sqrt{1-a}\pi/2)}. \quad (5.15)$$

La fonction $f(\mathbf{q}, \tilde{z})$ s'écrit finalement :

$$f(\mathbf{q}, \tilde{z}) = \frac{\sin(\sqrt{1-a}\tilde{z})}{\sin(\sqrt{1-a}\pi/2)} \frac{1}{\sin \tilde{z}}. \quad (5.16)$$

En faisant un développement limité en $\tilde{z} = 0$ nous obtenons :

$$f(\mathbf{q}, \tilde{z}) = \frac{\sqrt{1-a}}{\sin(\sqrt{1-a}\pi/2)}. \quad (5.17)$$

Considérant que $qd \gg 1$, nous déduisons⁴ :

$$f(\mathbf{q}, \tilde{z}) \approx \frac{2qd}{\pi \sinh(qd)}. \quad (5.18)$$

Nous pouvons alors faire l'approximation de (5.9) suivante :

$$\phi(x, y, 0) \approx 0. \quad (5.19)$$

Reconsidérons maintenant l'intensité transmise à travers l'échantillon. Pour une configuration d'orientation α du polariseur par rapport à l'axe x , le champ entrant \mathbf{E}_0 se décompose sur les axes ordinaire et extraordinaire du directeur local \mathbf{n}_s en :

$$E_0 \cos(\alpha - \phi_s) \mathbf{n}_e(d) \quad \text{et} \quad E_0 \sin(\alpha - \phi_s) \mathbf{n}_o(d) \quad (5.20)$$

où \mathbf{n}_e et \mathbf{n}_o sont respectivement les directions extraordinaire et ordinaire en surface. L'approximation adiabatique donne en sortie le champ \mathbf{E}_{out} :

$$\mathbf{E}_{out} = E_0 \cos(\alpha - \phi_s) \mathbf{n}_e(d) \exp\left(i \frac{2\pi}{\lambda} \Delta l\right) + E_0 \sin(\alpha - \phi_s) \mathbf{n}_o(d) \quad (5.21)$$

⁴Approximation valable car les longueurs considérées (corrélations) sont très petites devant l'épaisseur d des échantillons.

où λ est la longueur d'onde de la lumière incidente, Δl la différence de chemin optique, et $(\mathbf{n}_e, \mathbf{x}) = \cos \alpha$. La projection sur la direction de l'analyseur est donnée par :

$$E_{out} = E_0 \cos(\alpha - \phi_s) \exp\left(i\frac{2\pi}{\lambda}\Delta l\right) \sin \alpha - E_0 \sin(\alpha - \phi_s) \cos \alpha. \quad (5.22)$$

Si α et $(\alpha - \phi_s)$ sont petits, l'intensité transmise vaut alors :

$$I = I_0 \left[\alpha \exp\left(i\frac{2\pi}{\lambda}\Delta l\right) - (\alpha - \phi_s) \right] \left[\alpha \exp\left(-i\frac{2\pi}{\lambda}\Delta l\right) - (\alpha - \phi_s) \right] \quad (5.23)$$

où $I_0 = E_0^* E_0$. Cette expression se réduit à :

$$I = I_0 \left[\alpha^2 + (\alpha - \phi_s)^2 - 2 \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda}\Delta l\right) (\alpha - \phi_s)\alpha \right]. \quad (5.24)$$

Finalement, la minimisation ($\alpha = \phi_{min}$) de l'intensité conduit à :

$$\phi_s = 2\phi_{min}. \quad (5.25)$$

Cette expression est générale car, pour des raisons de symétries, elle est valable pour des angles ϕ_s quelconques et pour n'importe quel twist (au-delà de l'approximation adiabatique) [69].

La relation entre ϕ_s et l'axe facile ϕ_0 est faite via la condition d'ancrage :

$$\left. \frac{\partial f}{\partial \tilde{z}} \right|_{\tilde{z}=\pi/2} \tilde{\phi}_s(\mathbf{q}) + \frac{1}{L_{az}} \left(\tilde{\phi}_s(\mathbf{q}) - \tilde{\phi}_0(\mathbf{q}) \right) = 0 \quad (5.26)$$

avec :

$$\left. \frac{\partial f}{\partial \tilde{z}} \right|_{\tilde{z}=\pi/2} = \sqrt{1-a} \frac{1}{\tan(\sqrt{1-a}\pi/2)} \quad (5.27)$$

et donc :

$$\left. \frac{\partial f}{\partial z} \right|_{z=\pi/2} = \frac{\pi}{2d} \sqrt{1-a} \frac{1}{\tan(\sqrt{1-a}\pi/2)}. \quad (5.28)$$

La condition d'ancrage (5.26) devient :

$$\left(\frac{\pi}{2d} \sqrt{1 - \frac{4d^2 q^2}{\pi^2}} \frac{1}{\tan\left(\sqrt{1 - \frac{4d^2 q^2}{\pi^2}} \pi/2\right)} + \frac{1}{L_{az}} \right) \tilde{\phi}_s(\mathbf{q}) - \frac{\tilde{\phi}_0(\mathbf{q})}{L_{az}} = 0. \quad (5.29)$$

Nous obtenons finalement, l'expression reliant l'angle azimuthal ϕ_s et l'axe facile local ϕ_0 :

$$\tilde{\phi}_s(\mathbf{q}) = \frac{\tilde{\phi}_0(\mathbf{q})}{1 + \frac{\frac{\pi L_{az}}{2d} \sqrt{1 - \frac{4d^2 q^2}{\pi^2}}}{\tan\left(\sqrt{1 - \frac{4d^2 q^2}{\pi^2}} \pi/2\right)}}. \quad (5.30)$$

Cette expression peut être simplifiée si $qd \gg 1$; c'est la limite de notre expérience. Dans ce cas :

$$\sqrt{1 - \frac{4d^2q^2}{\pi^2}} \approx \frac{2dq}{\pi}, \quad (5.31)$$

$$\tan\left(\sqrt{1 - \frac{4d^2q^2}{\pi^2}} \frac{\pi}{2}\right) \approx \tanh(qd). \quad (5.32)$$

L'équation (5.30) se réduit à :

$$\tilde{\phi}_s(\mathbf{q}) = \frac{\tilde{\phi}_0(\mathbf{q})}{1 + \frac{iqL_{az}}{\tanh(qd)}}. \quad (5.33)$$

Remarquons que pour $q < 1/L_{az}$ (*i.e.* pour les grandes longueurs d'ondes) le second terme du dénominateur peut être négligé dans (5.33) et il vient donc :

$$\tilde{\phi}_s(\mathbf{q}) \approx \tilde{\phi}_0(\mathbf{q}). \quad (5.34)$$

Nos mesures de l'angle en surface ϕ_s correspondent donc à des mesures d'hétérogénéités d'axe facile local ϕ_0 . Cependant les fluctuations d'axe facile de petite longueur d'onde sont "gommées" par l'élasticité. Au dessous du micron, il y a convolution (twist, fonction d'appareil et résolution) et le désordre n'est plus accessible. Cet effet devrait être renforcé au voisinage de T_{NI} (où L_{az} augmente).

5.2.2 Distribution de l'axe facile

En nous intéressant à la statistique des angles de directeurs ϕ_s , nous nous apercevons que leur distribution suit un comportement gaussien (Fig. 5.8.b, ligne pleine) avec comme largeur typique $w = 0.6^\circ$. Pour évaluer la précision sur la mesure de ϕ_s et obtenir une indication sur la reproductibilité de nos cartographies, le même protocole est appliqué sur plusieurs enregistrements faits sur la même région. Nous créons successivement plusieurs cartographies sur une même zone d'un même échantillon. L'histogramme de chaque ensemble de directeurs ϕ_s obtenu est ajusté par une gaussienne. Les largeurs de ces dernières sont toutes contenues dans l'intervalle $0.59^\circ - 0.61^\circ$, *i.e.* $w = (0.6 \pm 0.01)^\circ$. Cette dispersion $\Delta w = 0.01^\circ$ dans la distribution angulaire, un ordre de grandeur plus faible que la largeur de la gaussienne, peut être attribuée à la résolution expérimentale. Pour confirmer la reproductibilité de notre méthode expérimentale, et la faible influence des divers bruits électroniques, nous pouvons simplement comparer deux histogrammes de deux cartographies, réalisées successivement

sur une même zone d'un même échantillon. De cette façon, une incertitude $\delta w = 0.001^\circ$ est estimée, confirmant la très bonne résolution expérimentale de notre méthode.

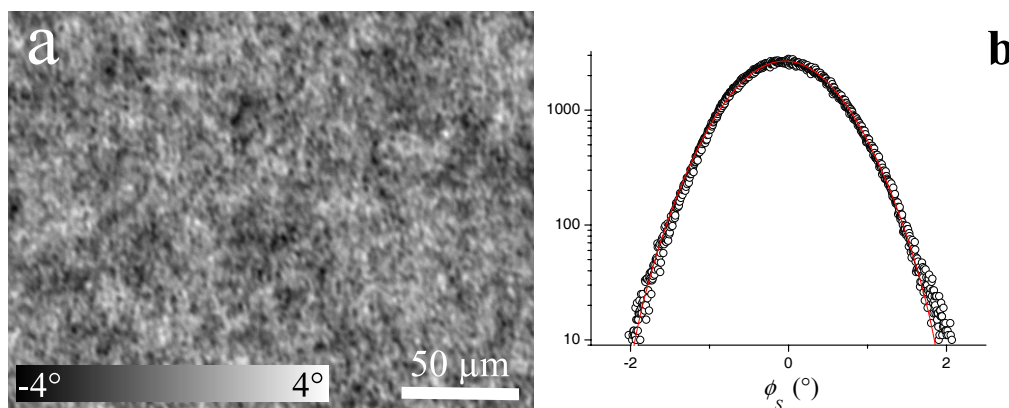


FIG. 5.8 – (a) Cartographie typique des angles de directeurs ϕ_s reéchélonnée en 8 bits pour améliorer la visibilité - l'échelle en incrustation donne l'équivalence *niveau de gris / degré*. (b) Histogramme des valeurs de ϕ_s en semi-log avec ajustement gaussien.

Revenons à l'histogramme des valeurs d'angles mesurées (Fig. 5.8.b). Celui-ci montre une distribution gaussienne des angles de directeurs, mais il ne permet pas de mettre en évidence la taille typique des domaines qui semble émerger des représentations graphiques (Fig. 5.8.a). Nous avons donc décidé d'approfondir l'analyse, en étudiant les corrélations spatiales de ces domaines d'orientation.

5.2.3 Étude des corrélations spatiales

Méthode : La figure 5.9.a rend compte des variations de l'angle ϕ_s du directeur en surface, le long d'une ligne d'une image construite (Fig. 5.9.b). Pour extraire de l'information statistique de ces données, nous calculons la fonction d'autocorrélation (AC) des tableaux d'angles. Tout d'abord la fonction d'AC à une dimension (1D) de nos cartographies est calculée. Que représente cette autocorrélation ? Considérons une image quelconque : à décalage nul, l'image autocorrélée donne une corrélation parfaite (la fonction d'AC normalisée $C(x)$, définie plus bas, prend la valeur normalisée 1). Si cette image ne présente aucune corrélation, pour un décalage d'un pixel, la fonction des corrélations devient alors nulle. Cette fonction ne s'annule pas dans notre cas (Fig. 5.10), ce qui indique la présence de corrélations sur une distance supérieure au pixel dans nos cartographies.

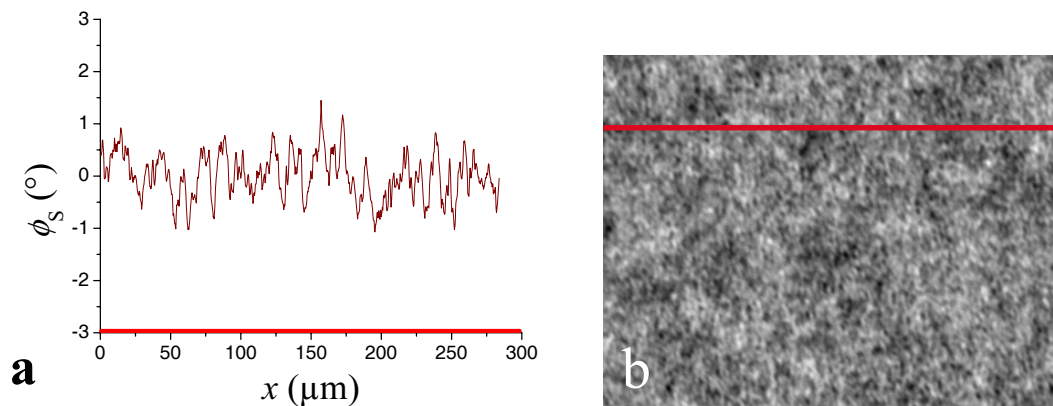


FIG. 5.9 – (a) Variations de l'angle ϕ_s le long d'une ligne d'une cartographie angulaire (dans la direction x). (b) Cartographie angulaire typique de dimension 1014×768 pixels.

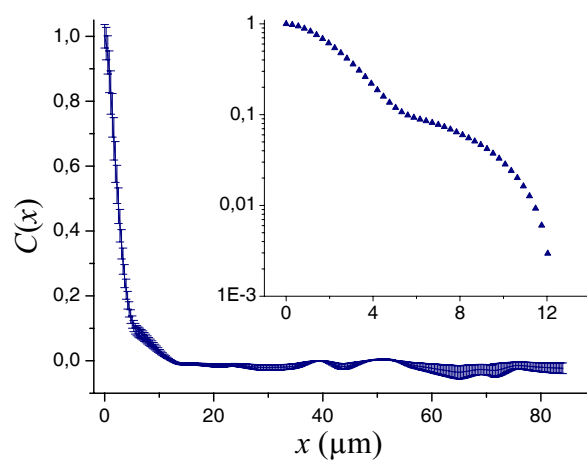


FIG. 5.10 – Fonction d'auto-corrélation 1D typique en fonction du décalage spatial x . Insert : visualisation en semi-log sur une gamme réduite de décalage x .

En suivant cette procédure, nous obtenons une fonction d'AC pour chaque ligne de la cartographie. En moyennant ces fonctions nous exprimons finalement la fonction d'AC 1D $C(x)$ des images construites :

$$C(x) = \frac{\sum_{k=0}^{N_\phi-x-1} (\phi_k - \bar{\phi})(\phi_{k+x} - \bar{\phi})}{\sum_{k=0}^{N_\phi-1} (\phi_k - \bar{\phi})^2} \quad (5.35)$$

où N_ϕ est le nombre de points de l'image, ϕ_k représente ϕ_s dans le pixel k et $\bar{\phi}$ est la moyenne sur l'ensemble des points considérés.

Dans la suite de mon travail sur le désordre figé, comme nos cartographies sont évidemment bidimensionnelles, nous avons utilisé une méthode de détermination des corrélations à deux dimensions (2D). Pour cela nous pouvons utiliser la *densité spectrale*. Cette notion est introduite dans la théorie de traitement du signal, pour décrire les phénomènes qui ne sont ni périodiques ni transitoires, ce qui est le cas du désordre figé. La densité spectrale de puissance (DSP), que l'on peut calculer aisément⁵ à partir d'un signal (cartographie), n'est autre que la transformée de Fourier de la fonction d'autocorrélation. Nous pouvons donc calculer la fonction d'autocorrélation spatiale 2D via la transformée de Fourier inverse de la DSP. Une densité spectrale de puissance typique des angles de directeurs, dans une région de la surface⁶, est représentée sur la figure 5.11. On peut remarquer que la DSP est isotrope, ce qui signifie que l'anisotropie de l'axe facile n'est pas reflétée dans la morphologie des domaines.

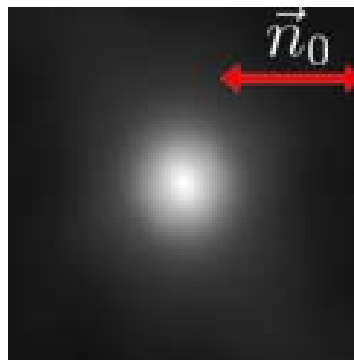


FIG. 5.11 – Densité spectrale de puissance 2D d'une cartographie angulaire.

Les fonctions d'autocorrélations radiales $C(r)$ sont obtenues par intégration angulaire

⁵Par exemple avec le logiciel IDL.

⁶Région identique à celle de la cartographie présentée précédemment.

des fonctions d'AC 2D. Sur la figure 5.12, on peut voir plusieurs courbes d'AC typiques de différentes régions de la surface d'un échantillon. Les courbes d'AC se superposent dans la région 0-3 μm , et diffèrent de façon significative à plus grand décalage spatial (différences encore visibles en représentation linéaire). Cette superposition est systématique sur tous les échantillons que nous avons observés. De la même façon, aucune tendance claire n'a jamais été mise en évidence pour de plus grands décalages spatiaux ($> 3\mu\text{m}$). Par conséquent, nous nous concentrerons dans la suite sur les faibles décalages spatiaux ($\leq 3\mu\text{m}$) pour caractériser l'évolution des corrélations.

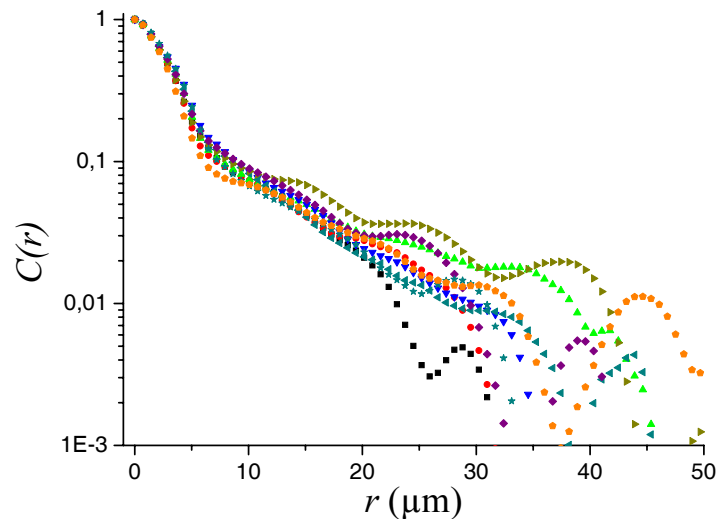


FIG. 5.12 – Fonction d'autocorrélation radiales $C(r)$ de 9 images d'angles en fonction du décalage spatial r .

Ajustement des données expérimentales : Sur la première partie de la courbe de la figure 5.13, les corrélations ne suivent pas une loi exponentielle, comme on peut facilement s'en rendre compte à partir d'une représentation en semilog.

Elles sont ajustées par une exponentielle compressée avec deux paramètres libres a et b (Fig. 5.13, ligne pleine), expression souvent utilisée pour décrire les surfaces désordonnées [58, 70] :

$$C(r) = \exp \left[- \left(\frac{r}{a} \right)^b \right] \quad (5.36)$$

où a représente la distance typique sur laquelle les angles de directeurs locaux sont corrélés. L'exposant b indique, quant à lui, la façon dont ces angles sont corrélés; il définit les propriétés d'échelle sur la surface. Dans la suite nous appellerons a la *taille des domaines*, et b l'*exposant de compression*. Les valeurs moyennes des paramètres

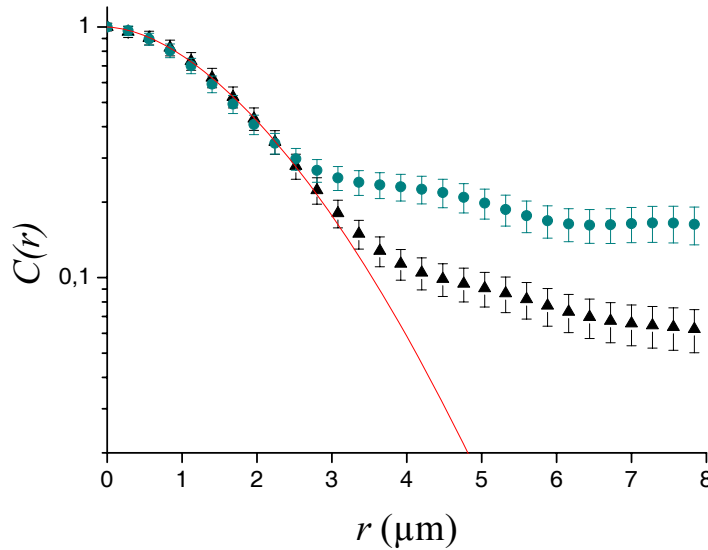


FIG. 5.13 – Fonction d'autocorrélation $C(r)$ de deux images d'angles et ajustement (ligne pleine) de la courbe expérimentale (triangles), avec les paramètres : $a = 3.27 \pm 0.06 \mu\text{m}$ et $b = 1.54 \pm 0.03$.

d'ajustement sont $a \approx 3 \mu\text{m}$ et $b \approx 1.5$ (moyennes issues de l'analyse d'environ 50 mesures sur une dizaine d'échantillons). Notons que d'autres expressions telle qu'une loi de puissance (à deux paramètres libres) ont été utilisées, mais qu'elles donnent un mauvais ajustement des données expérimentales.

En principe, les corrélations spatiales devraient être affectées par la limitation de résolution due à la diffraction. Nous avons vérifié que nos mesures n'étaient pas biaisées par cette limitation. La *fonction d'appareil*, ou *point spread function* (PSF), permet de mesurer l'influence de la diffraction en reliant l'image réelle $f(x, y)$ à l'image de la mesure $g(x, y)$ selon :

$$g(x, y) = f(x, y) * h(x, y) + n(x, y) \quad (5.37)$$

où $h(x, y)$ est la PSF, $n(x, y)$ le bruit et $*$ représente le produit de convolution. Pour déterminer la PSF du microscope dans nos conditions expérimentales, nous devons utiliser un objet diffractant de taille inférieure à la résolution⁷. Pour cela nous avons utilisé des billes de latex de rayons $r = 0.1 \mu\text{m}$, qui peuvent donc être considérées comme des source ponctuelle. L'image réelle (d'une bille) étant un disque de $0.2 \mu\text{m}$ de diamètre, on peut considérer $f(x, y)$ dans (5.37) comme étant un delta de Dirac, d'où : $h(x, y) = g(x, y) - n(x, y)$. La PSF est simplement obtenue en soustrayant le bruit de

⁷1 px $\approx 0.3 \mu\text{m}$

fond des images de billes que nous observons (cf. Fig. 5.14).

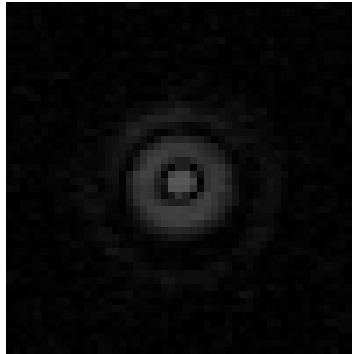


FIG. 5.14 – PSF expérimentale déterminée à partir de la réponse optique des billes de latex.

Ensuite, tout le processus de reconstruction de directeurs de surface par cartographie, a été répété sur des images d'intensité déconvoluées avec cette PSF. Cette procédure nous amène à considérer de faibles corrections ($< 1\%$) sur les paramètres d'ajustement de nos courbes d'AC, comme on peut le voir sur la figure 5.15.

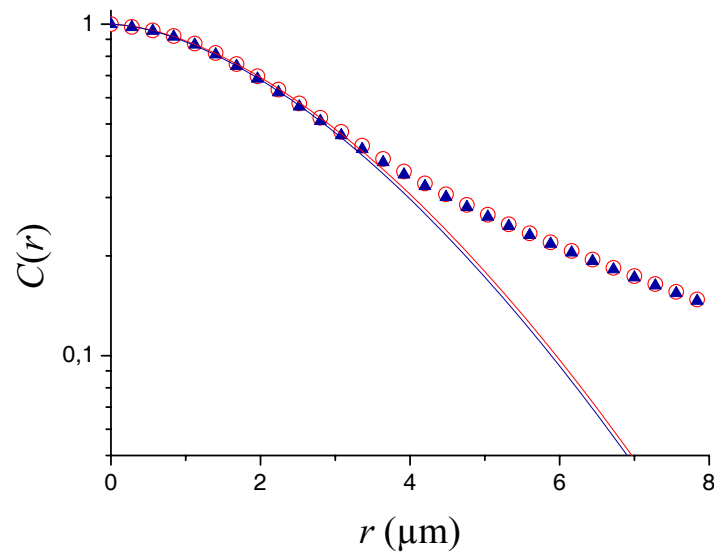


FIG. 5.15 – Fonction d'autocorrélation $C(r)$ de deux images d'angles : une obtenue sans déconvolution (cercles), et une obtenue après déconvolution avec la PSF (triangles). Les lignes pleines représentent les ajustements en exponentielle compressée correspondant.

5.3 Caractérisation du désordre

L'étude de l'interface 5CB/SiO par l'analyse des corrélations a confirmé la présence d'un désordre orientationnel au delà du micron. Avant d'analyser plus finement ce désordre, nous avons étudié l'influence de l'épaisseur des échantillons et de la température. Pour comprendre l'origine de ce désordre orientationnel, nous nous sommes demandé si la façon de préparer nos échantillons avait une influence sur le désordre. Nous discuterons ensuite ces expériences afin de proposer des origines plausibles du désordre.

5.3.1 Vérification expérimentale

Pour nous assurer que nous caractérisons l'angle en surface, nous avons examiné l'influence de l'épaisseur des cellules. Dans cette expérience, les cellules utilisées sont formées d'une lame à ancrage planaire homogène (SiO) et d'une lentille sphérique⁸ traitée pour fournir un ancrage homéotrope (silane). La lentille est fixée sur un support équipé d'un système à vis, permettant d'ajuster la distance lentille-lame dans la gamme 0 – 30 μm . Ainsi une même zone de la surface peut être étudiée en modifiant seulement l'épaisseur. Ensuite, nous déterminons la cartographie angulaire et nous calculons les corrélations. Sur la figure 5.16 sont répertoriés les paramètres de l'ajustement de nos courbes de corrélations en fonction de l'épaisseur des échantillons⁹. Cette étude ne révèle pas de changements significatifs dans la distribution et la taille des domaines, pour des épaisseurs au delà de quelques microns.

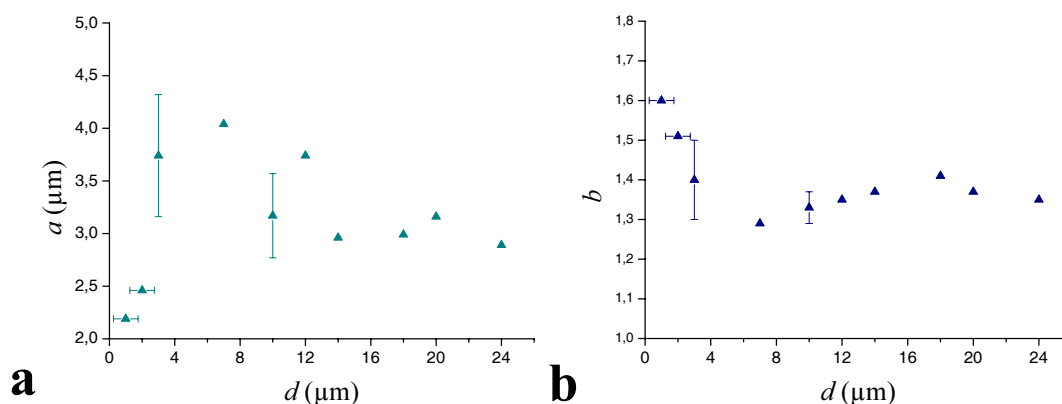


FIG. 5.16 – Evolution des paramètres d'ajustement de l'exponentielle compressée avec l'épaisseur d de la cellule : (a) Taille des domaines a , (b) Exposant de compression b .

⁸De rayon de courbure $R_l = 1\text{m}$

⁹La valeur moyenne $b \approx 1.35$ est inférieure à la valeur moyenne globale $b \approx 1.5$ mais n'est pas aberrante.

L'influence de la température sur les domaines angulaires a été examinée. Pour cela nous avons effectué de nouvelles mesures à plus fort grossissement¹⁰, afin d'augmenter la définition et obtenir une cartographie plus précise. Tout d'abord nous remarquons cependant que la distribution des valeurs mesurées reste inchangée, en augmentant la température (les histogrammes sont indentiques). Sur la figure 5.17, la fonction d'autocorrélation 1D d'une image construite est présentée, en fonction de la température. Nous remarquons que pour un décalage spatial donné, les corrélations augmentent avec la température, révélant ainsi de façon claire une dépendance en température de nos domaines angulaires.

L'évolution des paramètres d'ajustement de l'exponentielle compressée en fonction de

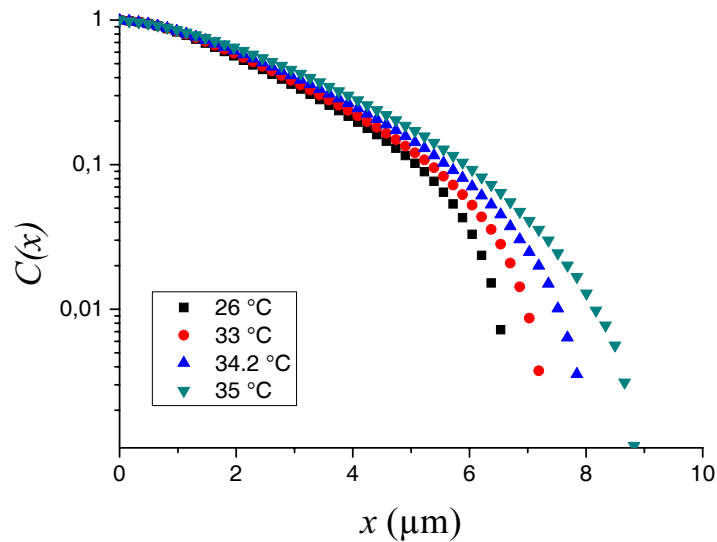


FIG. 5.17 – Fonction d'autocorrélation radiale $C(x)$ d'une image reconstruite, en fonction du décalage spatial x , pour plusieurs températures.

la température est présentée sur la figure 5.18. La taille des domaines a (Fig. 5.18.a) augmente légèrement à l'approche de la transition nématique isotrope du 5CB ($T_{NI} = 35.3\text{ °C}$), alors que l'exposant de compression b ne montre pas de tendance claire (Fig. 5.18.b). L'augmentation de la taille des domaines peut être expliquée par l'évolution différente des couples d'ancrage et de volume en fonction de la température. Près de T_{NI} , la longueur d'extrapolation azimuthale L_{az} sur le SiO augmente en effet d'un ordre de grandeur [71]. Le terme correctif dans le dénominateur de (5.33) n'est plus négligeable, par conséquent l'angle mesuré ϕ_s (qui dépend de L_{az}) n'est plus assimilable à ϕ_0 . Dans ce nouveau régime, le couple élastique impose au couple d'ancrage une texture plus homogène (*i.e.* de plus grands domaines).

¹⁰La taille des pixels diminue par conséquent : $1\text{ px} = 0.16\text{ }\mu\text{m}$

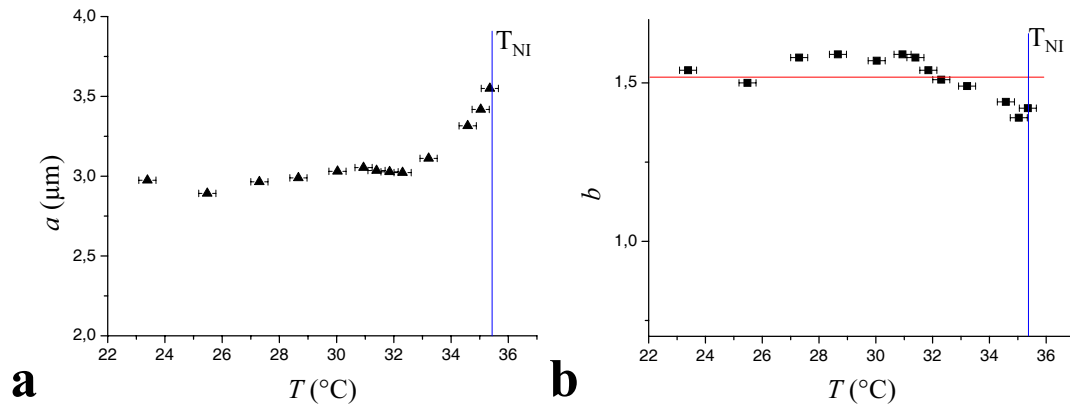


FIG. 5.18 – Evolution des paramètres d’ajustement de l’exponentielle compressée avec la température. (a) Evolution de la taille des domaines a . (b) Evolution de l’exposant de compression b .

5.3.2 Paramètres influençant le désordre

Adsorption : Une première vérification concerne la préparation des échantillons et le rôle de l’état (isotrope/nématique) du cristal liquide lors de l’introduction dans les cellules. Des expériences ont été menées sur deux cellules d’épaisseurs similaires, une remplie de 5CB en phase isotrope, l’autre de 5CB dans sa phase nématique. L’observation des cartographies et l’analyse des corrélations ne montrent pas de différences notables. Nous concluons que la phase dans laquelle se trouve le cristal liquide au moment du contact avec la couche de SiO, n’a pas d’influence sur le désordre orientationnel observé par la suite.

Mémoire d’ancrage : Nous avons ensuite effectué une autre vérification de l’influence de la phase en contact avec le SiO. Pour cela nous avons préparé un échantillon “classique”, puis procédé aux étapes de cartographie et d’étude des corrélations. L’échantillon a ensuite été porté à 50°C pendant 48h. Après retour en phase nématique et stabilisation en température, la caractérisation du désordre figé est faite à nouveau. La figure 5.19 montre les courbes d’AC radiales de deux mesures successives du désordre sur une même zone, suivant ce protocole. Il n’y a pas de différences vraiment significatives entre ces deux courbes. La légère baisse de corrélation à la suite du passage prolongé en phase isotrope pourrait être attribuée à une influence de la phase désordonnée du 5CB ; mais aussi à un effet dû au décalage inévitable d’une dizaine de pixels entre les deux cartographies, lors d’une telle mesure dans le temps.

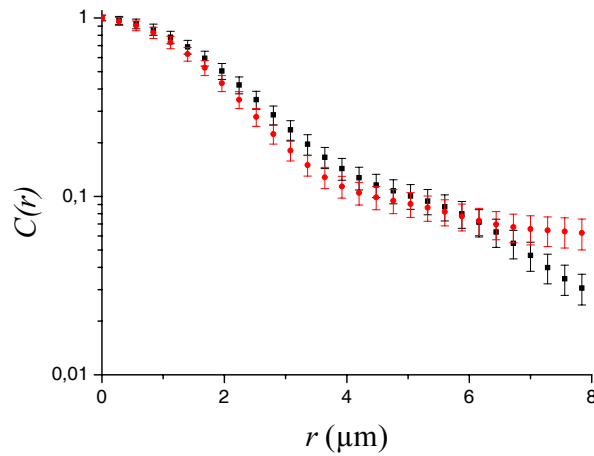


FIG. 5.19 – Superposition de deux courbes d’AC radiale d’une même zone, correspondant à des mesures faites à 48h d’intervalle avec passage en phase isotrope (50°C). La courbe “carrés” correspond à la cartographie initiale, et la courbe “points” représente les corrélations de la cartographie après passage en phase isotrope.

Écoulement : Nous savons qu’il existe un couplage entre l’écoulement de la phase nématique et l’orientation de ses molécules [5]. Afin de tester l’influence éventuelle de l’écoulement sur le désordre, nous avons mis au point une expérience d’élaboration d’une couche adsorbée en l’absence de flux. Il s’agit de déposer une monocouche de 5CB par évaporation sur les couches d’ancrage (planaire et homéotrope) [72]. Pour cela nous déposons une goutte de 5CB dans un récipient, et nous plaçons une lame traitée (SiO ou silane) à proximité de la goutte. Après avoir fermé hermétiquement le récipient, nous plaçons celui-ci dans un four à 70°C pendant 20mn. Nous assemblons ensuite des cellules formées de deux lames (SiO et silane) ainsi traitées, puis nous les remplissons de 5CB. L’étude des corrélations sur les cartographies issues de ces cellules, ne montre pas de changements significatifs.

5.4 Discussion

Dans ce chapitre, nous avons montré l’existence d’un désordre orientationnel à l’interface 5CB/SiO. Ce désordre a été qualifié de “figé” car il ne dépend pas, ou très faiblement, du temps. Que peut-on dire sur la statistique du désordre de ϕ_0 ? A-t-il les mêmes propriétés statistiques que le désordre figé déjà observé dans différents systèmes physiques, et notamment des systèmes présentant une rugosité de surface [62, 66] ? Pour cela reconsidérons l’équation (5.26). Si $qd \gg 1$ elle devient :

$$iq \tilde{\phi}_s(q) = -\frac{1}{L_{az}} \tilde{\phi}_s(q) + \frac{1}{L_{az}} \tilde{\phi}_0(q). \quad (5.38)$$

Cette équation est équivalente à la transformée de Fourier d'une équation de Langevin. L'expression du premier membre de l'équation joue le rôle d'un terme inertiel, dans le second membre $-\tilde{\phi}_s(q)/L_{az}$ est l'équivalent du terme visqueux et finalement $\tilde{\phi}_0(q)/L_{az}$ est le terme de "bruit" interprété comme une force aléatoire. La solution d'une telle équation, dans sa forme "carrée moyenne" est [58] :

$$C = \exp(-2r/L_{az}) \int_0^r \int_0^r \exp\left(\frac{r_1 + r_2}{L_{az}}\right) \langle \phi_0(r_1) \phi_0(r_2) \rangle dr_1 dr_2. \quad (5.39)$$

Si la statistique de la "fonction aléatoire" ϕ_0 était gaussienne non-corrélée, il viendrait :

$$\langle \phi_0(r_1) \phi_0(r_2) \rangle \propto \delta(r_1 - r_2) \quad (5.40)$$

où δ représente la distribution de Dirac. La fonction de corrélation serait une exponentielle avec une longueur caractéristique L_{az} . Or les corrélations suivent une exponentielle compressée dans notre cas, ce qui indique que :

$$\langle \phi_0(r_1) \phi_0(r_2) \rangle \neq \delta(r_1 - r_2). \quad (5.41)$$

Ce désordre n'est donc pas gaussien non-corrélé. Il apparaît ainsi une longueur particulière (différente de L_{az}) reliée à la distribution d'angle ϕ_0 et qui dépend probablement de la structure de la couche de SiO.

Pour expliquer ce désordre, nous pouvons envisager deux hypothèses principales : soit les écarts d'axe facile sont dus à une distribution de la porosité du substrat, soit ils sont liés à une variation de la topographie de la surface. Pour vérifier cette seconde hypothèse, le substrat de SiO seul a été observé. Notre surface d'ancrage a été caractérisée par microscopie à force atomique (AFM) [73]. Nous avons étudié la topographie de nos échantillons de surface de SiO, et calculé les corrélations dans la structure observée. La figure 5.20 montre la topographie et les corrélations de hauteur d'une surface de SiO de dimensions $10 \times 10 \mu\text{m}^2$. Les longueurs de corrélation mesurées sont environ 10 fois plus faibles que notre taille de domaine. Notons que des topographies de surface plus grandes ($50 \times 50 \mu\text{m}^2$) ont été établies, mais qu'elles n'apportent pas d'informations supplémentaires car toute corrélation est perdue au delà de la centaine de nanomètres. Ces corrélations sont calculées sur des variations de hauteur nanométriques du dépôt de SiO, alors que celles déterminées à partir des cartographies sont liées à des variations angulaires. Il apparaît donc difficile de faire le lien entre ces observations par AFM et le désordre figé observé par ailleurs, en microscopie optique ; même si nous savons que l'alignement nématique sur une plus grande échelle est fortement corrélé avec la structure particulière du SiO [31]. Il est en effet bien connu que de petites variations de

la porosité ou des conditions d'évaporations du SiO donnent des types variés d'orientation du nématique [3].

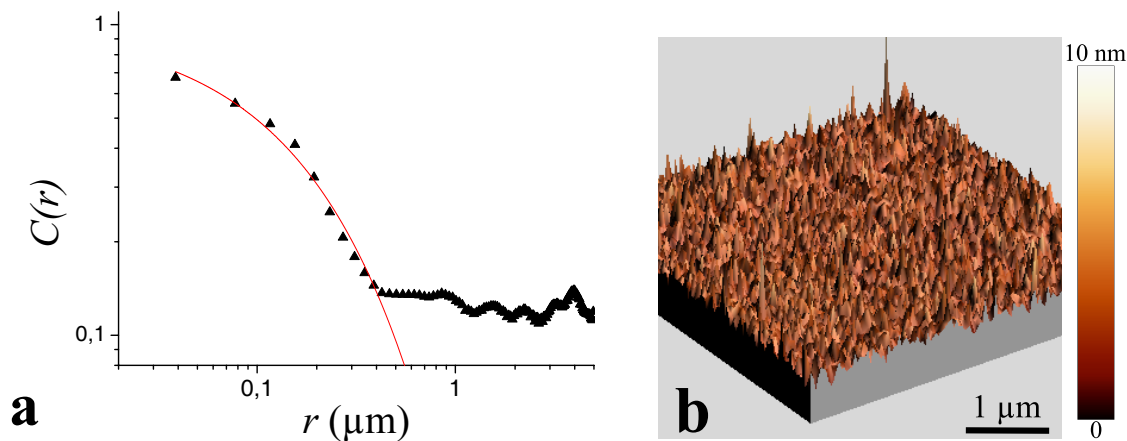


FIG. 5.20 – (a) Fonction d'autocorrélation radiale de la topographie AFM d'une surface de SiO de dimension $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ - Les paramètres d'ajustement de l'exponentielle sont ici : $a = (0.160 \pm 0.04)\mu\text{m}$ et $b = 0.75 \pm 0.03$. (b) Zoom $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ de la topographie AFM de la surface de SiO.

Il est possible que l'observation du SiO seul ne permette pas d'expliquer la taille des domaines angulaires. Il est en effet envisageable que le SiO n'oriente pas parfaitement le cristal liquide dans une direction mais définisse une petite gamme angulaire d'axes faciles. Dans ce cas, au contact du cristal liquide (arrivée du liquide, ou par nucléation d'un film à partir de la vapeur), les domaines de nématique orientés se forment par mécanisme de nucléation-croissance et atteignent une taille micrométrique. Un tel processus doit dépendre de la façon de créer la première couche de nématique déposée sur le SiO, et donc du processus d'adsorption des molécules en surfaces (effet mémoire). Les expériences effectuées semblent montrer que cette dépendance est faible mais néanmoins présente. En effet, les corrélations baissent légèrement à la suite d'un passage prolongé en phase isotrope, qui doit modifier la couche adsorbée. De plus, comme nous l'avons vu en section 4.2, cette couche peut être modifiée de façon plus importante et plus rapidement ($\sim 1\text{h}$), sous l'effet de distorsions angulaires importantes comme celles imposées par les parois- π .

Chapitre 6

Le désordre pour expliquer la friction ?

Nous avons mis en évidence la présence d'un désordre figé à l'interface 5CB/SiO. Maintenant le rôle de ce désordre sur la dynamique de parois de défauts, étudiée en première partie, va être examiné. Tout d'abord, l'effet des hétérogénéités de surface du substrat sur les textures de défauts du cristal liquide nématique sera étudié. Nous ferons ensuite le lien avec la dynamique et la force de friction statique.

6.1 Défauts en présence de désordre

Comment l'introduction du désordre modifie-t-elle l'énergie d'une paroi- π ? Pour répondre à cette question, nous allons calculer l'énergie de piégeage d'une paroi- π dans un paysage énergétique hétérogène de surface.

6.1.1 Paroi- π dans une distribution d'hétérogénéités

Considérons une distribution d'axes faciles locaux ϕ_0 donnant une distribution angulaire du directeur ϕ_h en l'absence de défauts, et une paroi- π dont la solution à l'équilibre ϕ_π est connue (cf. Fig. 6.1)¹.

Dans l'hypothèse où l'ancrage est très fort ($L_{az} \rightarrow 0$), la solution du système "paroi- π et désordre" se déduit donc par combinaison linéaire (ϕ vérifiant $\Delta\phi = 0$) :

$$\phi = \phi_\pi + \phi_h \tag{6.1}$$

¹Dans l'approximation des constantes élastiques isotropes $K = K_1 = K_2 = K_3$

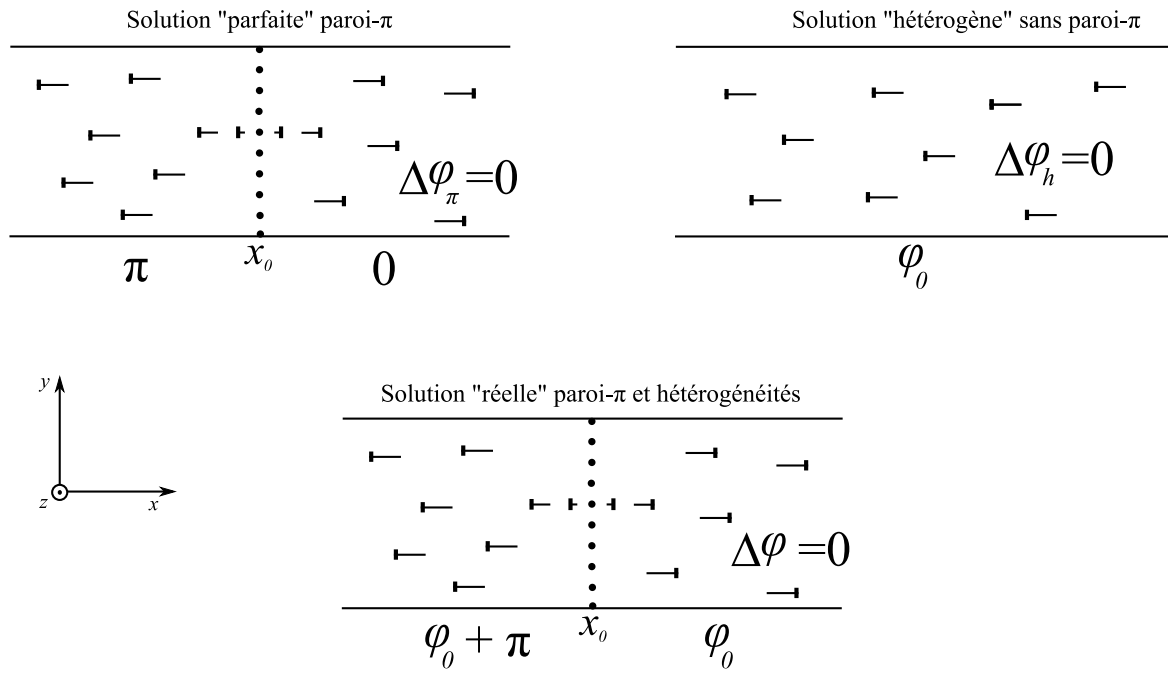


FIG. 6.1 – Schématisation des différentes distributions angulaires pour le calcul de l'énergie d'une paroi- π en présence de désordre figé. Représentation en "clou" : un clou représente un directeur faisant un angle α avec le plan de la figure ; la longueur du clou est proportionnelle à $\cos \alpha$ [15].

équation dans laquelle ϕ est solution de la minimisation de l'énergie élastique E . Cette dernière s'écrit² :

$$E = \int_V \frac{K}{2} (\vec{\nabla} \phi)^2 d\mathbf{r} = \int_V \frac{K}{2} (\vec{\nabla} \phi_\pi + \vec{\nabla} \phi_h)^2 d\mathbf{r}. \quad (6.2)$$

En développant :

$$E = \int_V \frac{K}{2} (\vec{\nabla} \phi_\pi)^2 d\mathbf{r} + \int_V \frac{K}{2} (\vec{\nabla} \phi_h)^2 d\mathbf{r} + \int_V K \vec{\nabla} \phi_\pi \cdot \vec{\nabla} \phi_h d\mathbf{r}. \quad (6.3)$$

On retrouve ici l'énergie de la paroi- π sans désordre (1^{er} terme) et l'énergie du désordre sans paroi (2nd terme). Intéressons nous maintenant seulement au dernier terme "croisé" E' , rendant compte des effets combinés de la paroi- π et des hétérogénéités. Dans le cas où l'ancrage n'est pas infiniment fort, il y a une condition de bord sur $\partial \phi_\pi / \partial y$. Par intégration par partie, E' se réduit à :

$$E' = - \int_S K \phi_h \left(\frac{\partial \phi_\pi}{\partial y} \right) ds. \quad (6.4)$$

Le terme $\partial \phi_\pi / \partial y$ est fonction de $(x - x_0)$, où x_0 marque la position initiale de la paroi- π parfaite (cf. fig. 6.1). En utilisant l'expression donnant ϕ_π [37], et en considérant un

²Convention : $\int_V d\mathbf{r} = \iiint dx dy dz$ et $\int_S ds = \iint dx dz$

ancrage infiniment fort (L_{az}) il vient finalement :

$$E' = - \int_S \frac{K}{L_{az}} \phi_0 \cos \phi_\pi \sin \phi_\pi \, ds. \quad (6.5)$$

6.1.2 Paroi- π et faible désordre ($\phi_0 \ll 1$)

Dans une approche rigoureuse, l'énergie totale de la paroi- π est :

$$E_{Tot} = \int_V \frac{K}{2} (\vec{\nabla} \phi)^2 \, d\mathbf{r} + \int_S \frac{K}{2L_{az}} \sin^2(\phi - \phi_0) \, ds. \quad (6.6)$$

ϕ est solution de la minimisation de cette équation. En présence d'un désordre d'axe facile faible ($\phi_0 \ll 1$), la distribution angulaire des directeurs est celle de la paroi- π parfaite, avec une légère perturbation :

$$\phi = \phi_\pi + h \quad (6.7)$$

avec $\phi_\pi \gg h$ et $h \ll 1$. Le développement limité en $(h - \phi_0)$ du terme d'ancrage (2nd terme de (6.6)) donne :

$$\int_S \frac{K}{2L_{az}} \sin^2(\phi - \phi_0) \, dx \, dz = \int_S \frac{K}{2L_{az}} [\sin^2 \phi_\pi + 2 \sin \phi_\pi \cos \phi_\pi (h - \phi_0) + \cos 2\phi_\pi (h - \phi_0)^2] \, ds. \quad (6.8)$$

L'énergie totale se réécrit :

$$E_{Tot} = E_\pi + \int_V \frac{K}{2} (\vec{\nabla} h)^2 \, d\mathbf{r} + \int_V K \vec{\nabla} \phi_\pi \cdot \vec{\nabla} h \, d\mathbf{r} + \int_S \frac{K}{L_{az}} \sin \phi_\pi \cos \phi_\pi (h - \phi_0) \, ds + \int_S \frac{K}{2L_{az}} \cos 2\phi_\pi (h - \phi_0)^2 \, ds, \quad (6.9)$$

avec :

$$E_\pi = \int_V \frac{K}{2} (\vec{\nabla} \phi_\pi)^2 \, d\mathbf{r} + \int_S \frac{K}{2L_{az}} \sin^2 \phi_\pi \, ds. \quad (6.10)$$

L'intégration par partie du terme croisé de volume donne :

$$\int_V K \vec{\nabla} \phi_\pi \cdot \vec{\nabla} h \, d\mathbf{r} = - \int_S \frac{K}{L_{az}} \sin \phi_\pi \cos \phi_\pi h \, ds. \quad (6.11)$$

Par simplification (6.9) devient alors :

$$E_{Tot} = E_\pi + \int_V \frac{K}{2} (\vec{\nabla} h)^2 \, d\mathbf{r} - \int_S \frac{K}{L_{az}} \sin \phi_\pi \cos \phi_\pi \phi_0 \, ds + \int_S \frac{K}{2L_{az}} \cos 2\phi_\pi (h - \phi_0)^2 \, ds. \quad (6.12)$$

Finalement l'énergie "d'interaction" E' , entre la paroi- π et le désordre, se résume au terme de premier ordre de (6.12) traduisant le couplage entre paroi et hétérogénéités d'axe facile :

$$E' = - \int_S \frac{K}{L_{az}} \sin \phi_\pi \cos \phi_\pi \phi_0 ds. \quad (6.13)$$

A cette énergie E peuvent être ajoutés des termes de second ordre issus de la minimisation de l'énergie de "fond" E_h (*i.e.* la partie de (6.12) liée à la perturbation h) :

$$E_h = \int_V \frac{K}{2} (\vec{\nabla} h)^2 d\mathbf{r} + \int_S \frac{K}{2L_{az}} \cos 2\phi_\pi (h - \phi_0)^2 ds. \quad (6.14)$$

Ce qui revient à résoudre :

$$\Delta h = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial h}{\partial y} = \cos 2\phi_\pi (h - \phi_0). \quad (6.15)$$

6.1.3 Interprétation : paysage de pièges et d'anti-pièges

De façon qualitative, l'effet du désordre figé sur les défauts du cristal liquide peut être interprété dans une approche de *pinning*. Sur la figure 6.2.a est dessiné en superposition, le directeur sur plusieurs domaines adjacents d'une cartographie. Ces domaines angulaires forment un piège pour la paroi- π , ils sont énergétiquement favorables pour celle-ci.

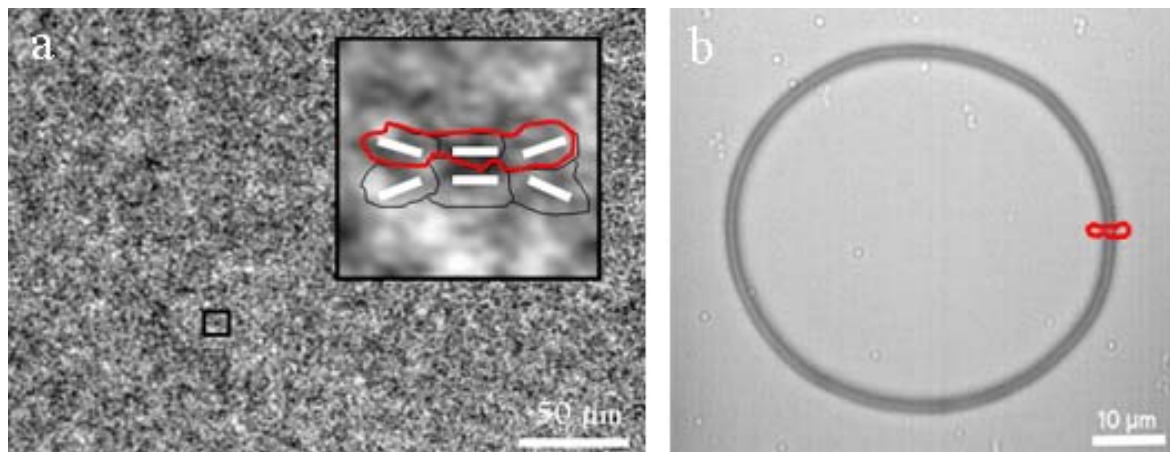


FIG. 6.2 – (a) Cartographie angulaire d'une interface 5CB/SiO avec schématisation d'un piège d'orientation pour le directeur. (b) Superposition de ce piège schématisé, sur une boucle de paroi- π .

La présence de désordre brise l'invariance par translation de la paroi- π . Celle-ci reste donc positionnée dans un paysage énergétique complexe. Comment ce paysage de pièges et d'anti-pièges donne-t-il naissance à une force de friction ?

6.2 Force de piégeage : rôle de la dynamique

L'énergie par unité de longueur due au désordre d'une paroi centrée en x_0 est, d'après (6.13) :

$$\begin{aligned} E(x_0) &= - \int_x \frac{K}{L_{az}} \sin \phi_\pi(x - x_0) \cos \phi_\pi(x - x_0) \phi_0(x) dx \\ &= - \int_x \frac{K}{L_{az}} \sin \phi_\pi(x) \cos \phi_\pi(x) \phi_0(x + x_0) dx \end{aligned} \quad (6.16)$$

où $\phi_\pi(x)$ est l'angle azimutal du directeur pour une paroi centrée en $x = 0$. Ses variations spatiales se traduisent par une force totale agissant sur la paroi par unité de longueur :

$$F(x_0) = \int_x \frac{K}{L_{az}} \sin \phi_\pi(x) \cos \phi_\pi(x) \frac{\partial \phi_0(x + x_0)}{\partial x_0} dx. \quad (6.17)$$

Cette force, sur l'ensemble des configurations de désordre possibles, est en moyenne nulle. Mais sa variance détermine la force typique de piégeage responsable de la friction, sur une longueur sur laquelle la paroi reste droite :

$$\begin{aligned} \langle F(x_0)^2 \rangle &= \frac{K^2}{L_{az}^2} \int_v \int_w \sin \phi_\pi(v) \cos \phi_\pi(v) \sin \phi_\pi(w) \cos \phi_\pi(w) \dots \\ &\quad \dots \left\langle \frac{\partial \phi_0(v + x_0)}{\partial x_0} \frac{\partial \phi_0(w + x_0)}{\partial x_0} \right\rangle dv dw \\ &= \frac{K^2}{L_{az}^2} \int_v \int_\xi \sin \phi_\pi(v) \cos \phi_\pi(v) \sin \phi_\pi(v + \xi) \cos \phi_\pi(v + \xi) \dots \\ &\quad \dots \left\langle \frac{\partial \phi_0(0)}{\partial x_0} \frac{\partial \phi_0(\xi)}{\partial x_0} \right\rangle dv d\xi. \end{aligned} \quad (6.18)$$

Or la relation suivante est vérifiée :

$$\left\langle \frac{\partial \phi_0(0)}{\partial x_0} \frac{\partial \phi_0(\xi)}{\partial x_0} \right\rangle = - \langle \phi_0^2 \rangle \frac{\partial^2 C(\xi)}{\partial \xi^2} \quad (6.19)$$

où la fonction d'autocorrélation $C(\xi)$ est définie par :

$$C(\xi) = \frac{\langle \phi_0(0) \phi_0(\xi) \rangle}{\langle \phi_0^2 \rangle}. \quad (6.20)$$

Pour un désordre de longueur de corrélation typique a , qui définit une fonction de corrélation approchée par :

$$C(\xi) = \begin{cases} 1 - \frac{\xi^2}{a^2} & \text{pour } |\xi| < a \\ 0 & \text{pour } |\xi| > a, \end{cases} \quad (6.21)$$

nous avons une force de dépiégeage dont l'ordre de grandeur est donnée par :

$$\langle F^2 \rangle = \frac{K^2 \langle \phi_0^2 \rangle}{L_{az}^2 a^2} \int_v \int_{-a}^a \sin \phi_\pi(v) \cos \phi_\pi(v) \sin \phi_\pi(v + \xi) \cos \phi_\pi(v + \xi) dv d\xi. \quad (6.22)$$

Pour calculer l'ordre de grandeur de cette force de piégeage, l'intégrale de (6.22) doit être estimée. Cette estimation peut être effectuée dans les deux cas limites $a \gg L$ (où L est la largeur typique de la paroi- π) et $a \ll L$. Dans ce dernier cas : $\phi_\pi(v+\xi) \approx \phi_\pi(v)$ et donc :

$$\int_{-a}^a \sin \phi_\pi(v+\xi) \cos \phi_\pi(v+\xi) d\xi \approx 2a \sin \phi_\pi(v) \cos \phi_\pi(v). \quad (6.23)$$

Nous obtenons avec (6.23) et (6.22) :

$$\begin{aligned} \langle F^2 \rangle &\approx \frac{2K^2 \langle \phi_0^2 \rangle}{L_{az}^2 a} \int_v \sin^2 \phi_\pi(v) \cos^2 \phi_\pi(v) dv \\ &\approx \frac{2K^2 \langle \phi_0^2 \rangle}{L_{az} a} \int_v \frac{\cos^2 \phi}{\sqrt{1 + \frac{\pi^2 L^2}{d^2 \tan^2 \phi}}} d\phi \\ &\approx \frac{K^2 \pi \langle \phi_0^2 \rangle}{L_{az} a}. \end{aligned} \quad (6.24)$$

Dans le cas où $a \gg L$, seule la surface d'intégration $[-L < v < L, -L < v + \xi < L]$ donne une contribution sensible à l'intégrale. Il vient alors :

$$\langle F^2 \rangle \approx \frac{4K^2 \langle \phi_0^2 \rangle}{a^2}. \quad (6.25)$$

Ce terme donne alors une force de piégeage typique par unité de longueur de l'ordre de :

$$F_p \approx \begin{cases} \frac{2K\Delta\phi_0}{\sqrt{L_{az}a}} & \text{pour } a < L_{az} \\ \frac{2K\Delta\phi_0}{a} & \text{pour } a > L_{az} \end{cases} \quad (6.26)$$

où $\Delta\phi_0 = \sqrt{\langle \phi_0^2 \rangle}$.

Comparaison de F_p et F_0 : Cette force F_p , associée à une paroi- π sur une surface désordonnée, est-elle comparable à la force de friction F_0 (mesurée au chapitre 3) ?

$$F_0 = F_p \quad (6.27)$$

$$\frac{\gamma}{R_c} = \frac{2K\Delta\phi_0}{a} \quad (6.28)$$

Considérons le cas d'un échantillon typique à température ambiante, avec :

$$\begin{aligned} L_{az} &= 0.2\mu m \\ R_c &= 20\mu m. \end{aligned} \quad (6.29)$$

La distribution des hétérogénéités angulaires du directeur que nous avons mesuré étant $\Delta\phi_0 \approx 0.6^\circ$, il vient :

$$a \approx 5 \cdot 10^{-2} \mu m. \quad (6.30)$$

L'association de la force de friction statique et du faible désordre orientationnel implique l'existence d'une petite longueur caractéristique, inférieure à la taille des domaines de corrélations angulaires.

6.3 Discussion - Désordre et friction

Échelle du désordre : Les expériences de microscopie optique révèlent un désordre dont la longueur caractéristique est de l'ordre du micron. Or le calcul précédent indique que des domaines submicrométriques sont nécessaires pour expliquer la friction mesurée, dans le cadre de la théorie du dépiégeage. Il faut cependant noter que nous n'avons pas accès en microscopie optique au désordre inférieur au micromètre, du fait des effets de convolutions (élasticité, résolution et fonction d'appareil). Nous savons par ailleurs que le SiO présente une structure fractale pour sa topographie [73]. Une vision vraisemblable serait donc que la longueur caractéristique mesurée en microscopie (taille des domaines) correspond à la queue de la distribution en taille de ce désordre. Ce point pourrait être abordé en contrôlant l'ancrage, ou plus précisément en concevant des surfaces d'alignement à désordre contrôlé (nanolithographie...).

Couple de friction statique : Nous avons traduit les actions de la surface sur les parois par une force de friction statique. Cette force est en fait virtuelle, car l'action des surfaces sur le cristal liquide ne peut se traduire que par un couple sur le champ de directeurs. Les expériences révèlent donc *in fine* l'existence d'un couple de friction statique. La présence de ce dernier va modifier l'équilibre des couples "classiques" (élasticité, ancrage) sur la surface. Une tentative de mise en évidence macroscopique d'un tel couple a déjà été entreprise, bien que dans des conditions expérimentales différentes (ancrage sur PVA, zone de mesure millimétrique) [74]. Le couple correspondant à ces mesures est largement inférieur (d'un facteur $\sim 10^{-3}$) à celui mis en évidence sur nos substrats de SiO. Cet écart peut être imputé aux faits que les surfaces d'ancrage sont de natures différentes, et que notre mesure est plus locale. Notre approche constitue une preuve originale de l'existence d'un couple de friction statique.

Conclusion de la partie III

Dans cette troisième partie, une caractérisation du désordre figé orientationnel à l'interface 5CB/SiO a été menée. Pour cela j'ai introduit une méthode originale de traitement d'image, consistant à faire la cartographie angulaire du champ de directeur en surface. Cette analyse d'images particulière a permis de mettre en évidence la présence de domaines angulaires. L'étude statistique de ces derniers a montré qu'ils étaient corrélés, avec une longueur de corrélation de quelques microns ($a \approx 3\mu\text{m}$). Ensuite je me suis penché sur l'origine de ces hétérogénéités angulaires, en reconsidérant la préparation des échantillons, et en analysant la topographie des couches de SiO. Finalement, pour relier cette étude du désordre à celle de la dynamique de réorientation, l'énergie d'une paroi- π en présence de désordre figé orientationnel a été calculée. Nous avons estimé en ordre de grandeur, la force de piégeage associée à cette énergie, et l'avons comparé à la force de friction statique.

Conclusion générale

Ce travail de thèse aborde l'étude de la dynamique de réorientation en surface des cristaux liquides nématiques sur les substrats solides, et sa relation avec le désordre orientationnel.

La réorientation du directeur a été caractérisée d'une façon originale, par l'étude macroscopique du mouvement de défauts et textures du cristal liquide nématique 5CB au contact de SiO, couche d'ancrage modèle. L'analyse extensive de la dynamique a révélé aux temps courts (< 1 h) l'existence d'une dissipation en surface d'origine non visqueuse. Cette dissipation traduit une force de friction "solide", s'opposant au mouvement des défauts, ou encore un couple de friction statique s'opposant à la rotation du directeur en surface. Cette friction ne relève pas du phénomène d'effet mémoire que nous avons mis en évidence par ailleurs, aux temps longs.

Nous nous sommes inspirés des théories du piégeage/dépiégeage pour proposer un scénario expliquant l'origine de la friction. Le directeur en surface n'est pas homogène mais s'adapte localement à un désordre de surface. La mise en rotation du directeur nécessite de franchir des barrières de potentiel. L'effet collectif de ces pièges microscopiques donne alors naissance à une friction macroscopique.

Ce scénario a été validé en deux étapes. Tout d'abord, nous avons mis en évidence la présence d'un désordre figé à l'interface 5CB/SiO, et l'avons caractérisé par une analyse fine du champ de directeur à l'interface. Pour cela nous avons introduit une méthode de cartographie angulaire du cristal liquide en surface. L'étude statistique du désordre figé a montré la présence d'une taille caractéristique micrométrique. Dans un second temps, nous avons montré qu'une estimation théorique de la force de piégeage associée à ce désordre orientationnel expliquait l'ordre de grandeur de la friction statique mesurée.

L'approche suivie ici offre un cadre fructueux pour poursuivre la caractérisation du désordre figé à des échelles submicrométriques, à l'aide de dispositifs expérimentaux mieux résolus spatialement (TEM. . .), mais aussi pour étudier l'influence d'un désordre contrôlé (en utilisant la nanolithographie par exemple) sur les propriétés d'ancrage. Ce travail montre également que des théories de type piégeage/dépiégeage sont pertinentes pour aborder des phénomènes mettant en jeu du désordre, des dynamiques complexes dans les cristaux liquides.

Annexe A

Un ancrage faible original

Comme nous l'avons présenté au chapitre 2, cette annexe décrit la caractérisation d'un ancrage azimuthal original sur une couche d'alignement planaire, à base de photopolymère.

Photopolymère et préparation des échantillons : Dans cette étude, j'ai utilisé le photopolymère commercial Norland Optical Adhesive (NOA60) comme couche d'alignement. Le NOA60 est décrit comme un mélange de prépolymères UV-sensibles à base de thiol accompagné d'un photo-initiateur benzophénone. Dans la même famille de photopolymères, le NOA65 a déjà fait l'objet d'étude comme couche d'orientation [75], ou comme matrice de polymères pour des cristaux liquides (PDLC) [76]. La méthode d'alignement consiste ici en une adsorption anisotrope des molécules du cristal liquide nématique, alignées par un champ magnétique intense, sur la couche irradiée de NOA60. De cette façon, nous avons obtenu un ancrage planaire homogène avec une énergie d'ancrage azimuthal jamais atteinte à notre connaissance ; caractérisée par une longueur d'extrapolation : $L_{az} = 80 \mu\text{m}$.

Pour concevoir nos échantillons, une solution de 1% en masse de NOA60 est préparée dans l'éthanol [77]. Cette solution est ensuite spin-coatée sur des lames de verres propres. Les lames sont mises au four à 90° pendant 1h, puis exposées à un rayonnement UV. Des cellules sont ensuite assemblées avec deux lames identiques, de façon parallèle, dans une gamme d'épaisseur allant de 3 à $6 \mu\text{m}$. Ces cellules sont remplies avec le cristal liquide nématique 5CB (4-*n*-pentyl-4'-cyanobiphenyle) dans sa phase isotrope. Pour induire un axe facile homogène \mathbf{n}_0 dans le plan des substrats, nous faisons transiter le cristal liquide vers sa phase nématique, sous un champ magnétique $H = 2$ T. Le champ est parallèle aux lames, et est appliqué pendant 1h. Après coupure du champ, on observe un directeur uniformément aligné le long de la direction de H , à la

fois dans le volume et sur les surfaces.

Ancrage azimuthal, méthode et mesure : Les échantillons sont placés dans un four permettant de contrôler la température avec une stabilité de 0.1° . Les observations se font en vidéo-microscopie optique polarisante. Avant d'effectuer la mesure d'ancrage, on procède à une transition de la phase isotrope vers la phase nématique, pour se stabiliser ensuite à une température donnée. Quand la phase nématique apparaît, des disinclinaisons du cristal liquide se forment. Du fait de l'ancrage en surface, la distorsion élastique associée aux disinclinaisons est confinée dans des parois- π connectant ces défauts topologiques. Le profil d'orientation du directeur autour de la paroi dépend de l'énergie d'ancrage. Nous allons déduire le champ de directeur dans la cellule à partir du motif, observée en transmission de lumière entre polariseurs croisés, d'une paroi- π (Fig. A.1). En utilisant un modèle de structure des paroi- π décrit par Bogi *et al.* [36], nous pouvons caractériser la dépendance de la fonction d'ancrage sur l'angle azimuthal, et ainsi déterminer la longueur d'extrapolation azimuthal L_{az} . L'intensité transmise dépend de l'orientation du directeur sur la surface par rapport aux polariseurs. La figure A.2 montre une mesure typique de l'intensité selon la direction x .

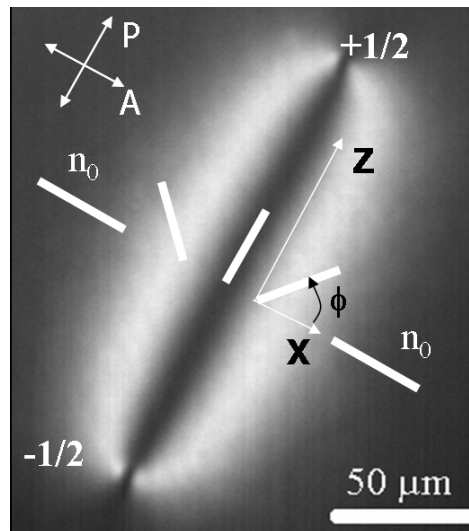


FIG. A.1 – Paire de disinclinaisons $\pm 1/2$ reliées par une paroi- π et paramétrisation du champ de directeur.

Par cette méthode, nous avons mesuré une longueur d'extrapolation $L_{az} \approx 80 \mu\text{m}$, qui correspond à l'ancrage le plus faible jamais mesuré sur une surface solide. L_{az} est

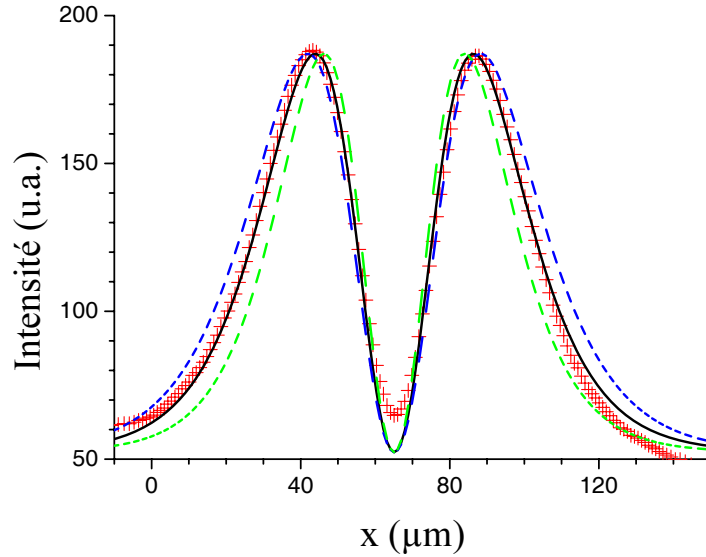


FIG. A.2 – Intensité transmise entre polariseurs croisés à $T = 30^\circ\text{C}$ et $t_e = 5$ mn. Les croix représentent les valeurs expérimentales. Les lignes pleine et pointillées représentent, respectivement, le meilleur ajustement [35] et une courbe avec $(1 \pm 0.5 L_{az})$.

une fonction non-monotone de la dose¹ d'UV auxquels les substrats ont été exposés ; avec un maximum pour une dose $D = 6228 \text{ J/m}^2$ (Fig. A.3). De plus, nous nous sommes intéressés à l'influence de la température. Sur la figure A.4 est présenté le motif d'une paroi- π en transmission de lumière, en fonction de la température. Les parois- π s'élargissent quand la température augmente, ce qui traduit une augmentation de la longueur d'extrapolation de l'ancrage. Nous avons observé que L_{az} augmentait de façon drastique à l'approche de la température de transition nématique-isotrope. Enfin, nous avons étudié l'influence du temps d'exposition t_H au champ magnétique. Les motifs de surfaces observés entre polariseurs croisés varient énormément en fonction de t_H , comme on peut le voir sur la figure A.5. L'intensité transmise n'est pas homogène quand t_H est inférieur à 1h. Cela se traduit par des hétérogénéités spatiales de l'axe facile sur les surfaces. Une orientation homogène du directeur le long du champ magnétique, ainsi qu'une stabilité des mesures d'ancrages, sont seulement atteintes pour des temps d'exposition t_H supérieur à 1h.

Ancrage zénithal, méthode et mesure : Pour ces mesures, les échantillons sont préparés différemment. D'une part les lames de verres utilisées possèdent une couche

¹définie comme : $D = P * t_e$ avec $P = 51.9\text{W/m}^2$ la puissance par unité de surface, et t_e le temps d'exposition aux UV

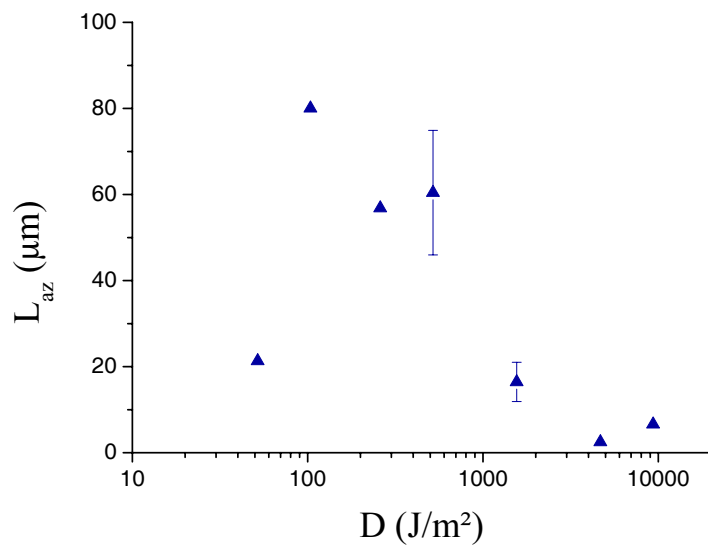


FIG. A.3 – Longueur d’extrapolation azimuthale L_{az} du NOA60 en fonction de la dose d’exposition D au rayonnement UV, à $T = 30^\circ\text{C}$. Les barres d’erreur représentent la dispersion des valeurs expérimentales : des zones différentes sur le même échantillon.

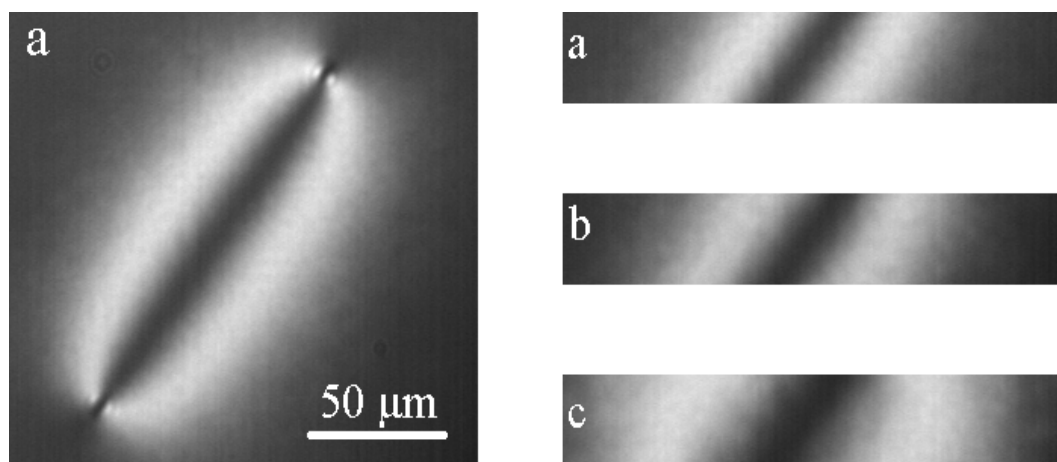


FIG. A.4 – Paroi- π à différentes températures [(a) $T = 27^\circ$, (b) $T = 34^\circ$, et (c) $T = 35.3^\circ$].

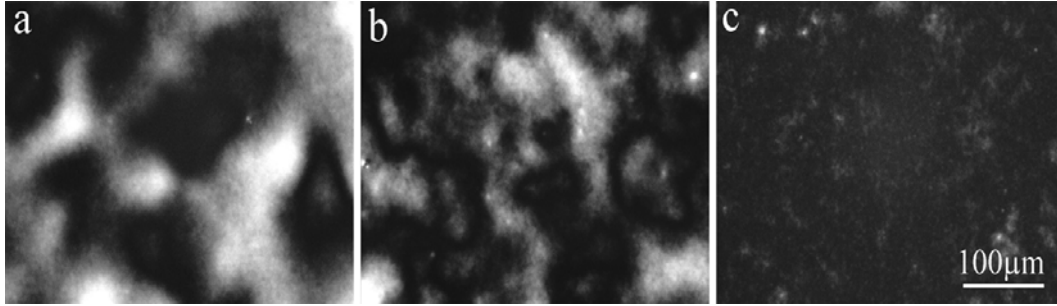


FIG. A.5 – Variations du motif de surface selon le temps d'exposition t_H au champ magnétique \mathbf{H} , avec $D = 31140 \text{ J/m}^2$ [(a) $t_H = 1\text{mn}$, (b) $t_H = 10\text{mn}$, (c) $t_H = 1\text{h}$].

d'oxyde indium/étain (ITO), afin d'appliquer des champs électriques. Ensuite, les cellules sont formées d'une lame de NOA60 et d'une contre lame de silane (0.1% en volume de chlorure d'ammonium 3-(triméthoxysilyl) propyldiméthylloctadécyl dans du méthanol), qui fournit un ancrage homéotrope fort. Le protocole décrit précédemment est suivi pour induire un axe facile planaire et homogène sur les couches de NOA60. Les échantillons sont observés en microscopie optique polarisante avec une source de lumière monochromatique. Un photomultiplicateur est utilisé pour mesurer l'intensité transmise. Des électrodes reliées aux lames de la cellule permettent l'application d'un champ électrique orthogonal à l'échantillon. En utilisant une méthode électro-optique [35, 78], nous sommes alors capable de caractériser l'ancrage zénithale du NOA60.

La longueur d'extrapolation zénithale L_{zen} mesurée est identique à celle trouvée par ailleurs sur des substrats comme le SiO ou le PVA [79]. Elle est également beaucoup plus forte que la longueur d'extrapolation azimuthale : $L_{zen}/L_{az} \approx 10^{-2}$ [80].

Annexe B

Calcul de γ

Comme nous l'avons dit dans la section 3.4 de la Partie II, la valeur théorique de γ peut être calculée exactement par minimisation des énergies élastique et d'ancrage d'une paroi- π droite et infinie, à l'équilibre en $x = 0$ (Fig. B.1). Le directeur $\mathbf{n}(\mathbf{r})$ est paramétré par l'angle ϕ qu'il fait avec l'axe x :

$$\mathbf{n}(\mathbf{r}) = \mathbf{n}(\cos \phi(x, y, z), 0, \sin \phi(x, y, z)). \quad (\text{B.1})$$

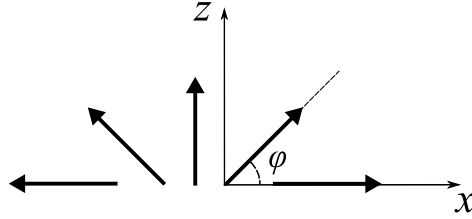


FIG. B.1 – Schématisation d'une paroi- π et paramétrage.

La tension de ligne, moteur de la relaxation, est :

$$\gamma = -\frac{dF}{du} \quad (\text{B.2})$$

où F représente l'excédent d'énergie libre élastique contenu dans la paroi, et du un élément de longueur infinitésimal de cette dernière. A partir du paramétrage de la figure B.1, on définit les coordonnées normalisées :

$$x' = \sqrt{\frac{K_2}{K}} \frac{\pi}{e} x \quad y' = \frac{\pi}{e} y \quad (\text{B.3})$$

où $K(= K_1 = K_3)$ est la constante de *splay-bend*, et e est une longueur caractéristique définie par l'équation (B.8). Ainsi, la tension de ligne normalisée γ' s'écrit :

$$\gamma' = \frac{2\gamma}{\sqrt{K_2 K}} \quad (\text{B.4})$$

$$\gamma' = \iint \left[\left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial \phi}{\partial y} \right)^2 \right] dx dy + \frac{e}{L_{az}\pi} \int \sin^2 \phi_S dx \quad (\text{B.5})$$

où L_{az} est la longueur d'extrapolation azimuthale, et ϕ_S l'angle que fait le directeur en surface avec l'axe x . Pour une cellule symétrique d'épaisseur d avec deux surfaces identiques, la minimisation de γ sur une moitié de cellule permet d'obtenir ϕ :

$$\frac{\partial^2 \phi}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \phi}{\partial y^2} = 0, \quad (\text{B.6})$$

avec les conditions aux limites :

$$\begin{aligned} \left. \frac{\partial \phi}{\partial y} \right|_{y=(\pi/2)-(\pi d/2e)} &= \frac{e}{2L_{az}\pi} \sin(2\phi_S) \\ \left. \frac{\partial \phi}{\partial y} \right|_{y=(\pi/2)} &= 0 \\ \left. \frac{\partial \phi}{\partial x} \right|_{x=\pm\infty} &= 0. \end{aligned} \quad (\text{B.7})$$

Les équations (B.5) et (B.6) sont résolues à l'aide d'une technique de transformation conforme développée en électrostatique [37]. On montre ainsi que la distorsion à l'équilibre dans la paroi est équivalente à une distorsion associée à deux défauts virtuels, parallèles aux surfaces, et à une distance $z_0 = \arctan(L_{az}\pi/e)$ du substrat. La longueur caractéristique e est donnée par l'équation implicite :

$$e \left[1 - \frac{2}{\pi} \arctan \left(\frac{L_{az}\pi}{e} \right) \right] = d. \quad (\text{B.8})$$

L'angle $\phi(x, y)$ du directeur, à l'équilibre, sur la paroi est :

$$\phi(x, y) = \arctan \left(\frac{\sin(y\pi/d)}{\sinh \left(\sqrt{\frac{K^2}{K} \frac{\pi}{d}} x \right)} \right). \quad (\text{B.9})$$

Finalement, l'énergie par unité de longueur de la paroi- π est obtenue par intégration de (B.5) avec l'angle du directeur à l'équilibre $\phi(x, y)$ de l'Eq. (B.9) :

$$\gamma = 2\sqrt{KK_2} \left[\frac{\pi}{2} - \arctan \left(\frac{L_{az}\pi}{e} \right) + \int_0^1 \frac{\arctan(\frac{e}{L_{az}\pi} t)}{t} dt \right]. \quad (\text{B.10})$$

Bibliographie

- [1] G. FRIEDEL, *Ann. Phys.*, **18**, 273, (1922).
- [2] S. CHANDRASEKHAR. *Liquid Crystals*. Cambridge University Press, second edition, (1992).
- [3] P. OSWALD and P. PIERANSKI. *Les Cristaux Liquides*, volume 1. Gordon and Breach, (2000).
- [4] N. W. ASHCROFT and N. D. MERMIN. *Solid State Physics*. Saunders College Publishing, (1976).
- [5] P.-G. de GENNES. *The Physics of Liquid Crystals*. Clarendon Press, (1974).
- [6] E.B. PRIESTLEY, P.J. WOJTOWICZ and P. SHENG. *Introduction to liquid crystals*. Plenum Press, (1976).
- [7] M. KLEMAN and O. D. LAVRENTOVICH. *Soft Matter Physics*. Springer, (2003).
- [8] J. NEHRING and A. SAUPE, *J. Chem. Phys.*, **54**, 337, (1971).
- [9] J. NEHRING and A. SAUPE, *J. Chem. Phys.*, **56**, 5527, (1972).
- [10] P.M. CHAIKIN and T.C. LUBENSKY. *Principles of Condensed Matter Physics*. Cambridge University Press, (1995).
- [11] M. BORN and E. WOLF. *Principles of Optics*. Pergamon Press, (1959).
- [12] T.R. TSAI, C.Y. CHEN, C.L. PAN, R.P. PAN and X.C. ZHANG, *Appl. Opt.*, **42**, 2372–2376, (2003).
- [13] C. MAUGUIN, *Bull. Soc. Fr. Minér. Cristallogr.*, **34**, , (1911).
- [14] S.J. ELSTON and J.R. SAMBLES. *The Optics of Thermotropic Liquid Crystals*. Taylor & Francis, (1998).
- [15] M. KLEMAN. *Points. Lignes. Parois*, volume Tome 1. Ed. Phys., (1977).
- [16] J.L. ERICKSEN. *Liquid Crystals and Ordered Fluids*. Plenum Press, (1970).
- [17] H. YOKOYAMA. *Handbook of Liquid Crystal Research*. Oxford University Press, (1997).

- [18] S. V. SHIYANOVSKII, A. GLUSHCHENKO, Y. REZNIKOV, O. D. LAVRENTOVICH and J. L. WEST, *Phys. Rev. E*, **62**, R1477, (2000).
- [19] A. RAPINI and M. PAPOULAR, *J. Phys. Colloq.*, **30**, 54, (1969).
- [20] P. CHÂTELIN, *Bull. Soc. Fr. Mineral.*, **66**, 105, (1943).
- [21] KW LEE, SH PAEK, A LIEN, C DURNING and H FUKURO, *Macromolecules*, **29**, 8894, (1996).
- [22] B. JEROME, *Rep. Prog. Phys.*, **54**, 391, (1991).
- [23] J. CHEN, D. L. JOHNSON, P. J. BOS, X. WANG and J. L. WEST, *Phys. Rev. E*, **54**, 1599, (1996).
- [24] J.S. GWAG, C.G. JHUN, J.C. KIM and T.H. YOON, *J. Appl. Phys.*, **96**, 257, (2004).
- [25] G. BARBERO and A.G. PETROV, *J. Phys. Cond. Mat.*, **6**, 2291, (1994).
- [26] J.-H. KIM, M. YONEYA and H. YOKOYAMA, *Nature*, **420**, 159, (2002).
- [27] B. ZHANG, F. K. LEE, O. K. C. TSUI and P. SHENG, *Phys. Rev. Lett.*, **91**, 215501, (2003).
- [28] J. L. JANNING, *Appl. Phys. Lett.*, **21**, 173, (1972).
- [29] M. MONKADE, M. BOIX and G. DURAND, *Europhys. Lett.*, **5**, 697, (1988).
- [30] B. JÉRÔME, P. PIÉRANSKI and M. BOIX, *Europhys. Lett.*, **5**, 693, (1988).
- [31] M. MONKADE, P. MARTINOT-LAGARDE, G. DURAND and C. GRANJEAN, *J. Phys. II*, **7**, 1577, (1997).
- [32] L. KOMITOV, B. HELGEE and J. FELIX, *Appl. Phys. Lett.*, **86**, 023502, (2005).
- [33] I. DOZOV, M. NOBILI and G. DURAND, *Appl. Phys. Lett.*, **70**, 1179, (1997).
- [34] M. OHE and K. KONDO, *Appl. Phys. Lett.*, **67**, 3895, (1995).
- [35] M. NESPOULOUS, C. BLANC and M. NOBILI, *J. Appl. Phys.*, **102**, 073519, (2007).
- [36] A. BOGI, P. MARTINOT-LAGARDE, I. DOZOV and M. NOBILI, *Phys. Rev. Lett.*, **89**, 225501, (2002).
- [37] C. BLANC, A. VELLA, P. MARTINOT-LARGARDE and M. NOBILI, *Mol. Cryst. and Liq. Cryst.*, **438**, 1739, (2005).
- [38] V. FREDERIKS and V. ZOLINA, *Trans. Faraday Soc.*, **29**, 919, (1933).
- [39] F. BROCHARD, *J. Phys.*, **33**, 607, (1972).
- [40] L LÉGER, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, **24**, 33, (1973).

- [41] A. VELLA, R. INTARTAGLIA, C. BLANC, I. I. SMALYUKH, O. D. LAVRENTOVICH and M. NOBILI, *Phys. Rev. E*, **71**, 061705, (2005).
- [42] E. ANGOT. Rapport de Magistère, ENS Lyon, (2004).
- [43] N.V. MADHUSUDANA and R. PRATIBHA, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, **89**, 249, (1982).
- [44] K. SKARP, S.T. LAGERWALL and B. STEBLER, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, **60**, 215, (1980).
- [45] N.A. CLARK, *Phys. Rev. Lett.*, **55**, 292, (1985).
- [46] M NOBILI, R BARBERI and G DURAND, *J. Phys. II*, **5**, 531, (1995).
- [47] P. G. de GENNES, *Rev. Mod. Phys.*, **57**, 827, (1985).
- [48] G BLATTER, MV FEIGELMAN, VB GESSHKENBEIN, AI LARKIN and VM VINO-KUR, *Rev. Mod. Phys.*, **66**, 1125, (1994).
- [49] D. CULE and T. HWA, *Phys. Rev. Lett.*, **77**, 278, (1996).
- [50] F. BROCHARD-WYART and P.G. de GENNES, *Advances in Colloid and Interface Science*, **39**, 1, (1992).
- [51] A. ROSSO. Thèse de Doctorat, Université Paris VI, (2002).
- [52] S. M. M. RAMOS, E. CHARLAIX, A. BENYAGOUR and M. TOULEMONDE, *Phys. Rev. E*, **67**, 031604, (2003).
- [53] A. PREVOST, E. ROLLEY and C. GUTHMANN, *Phys. Rev. Lett.*, **83**, 348, (1999).
- [54] E. ROLLEY and J. FERRÉ. *Images de la Physique*. CNRS, (2000).
- [55] S. LEMERLE, J. FERRÉ, C. CHAPPERT, V. MATHET, T. GIAMARCHI and P. LE DOUSSAL, *Phys. Rev. Lett.*, **80**, 849, (1998).
- [56] P. CHAUVE, T. GIAMARCHI and P. LE DOUSSAL, *Phys. Rev. B*, **62**, 6241, (2000).
- [57] G.S. IANNACCHIONE, *Fluid Phase Equilibria*, **222**, 177, (2004).
- [58] T. S. CHOW, *Phys. Rev. Lett.*, **79**, 1086, (1997).
- [59] V. K. HORVÁTH, F. FAMILY and T. VICSEK, *Phys. Rev. Lett.*, **67**, 3207, (1991).
- [60] R. PAUL, S. PURI and H. RIEGER, *Phys. Rev. E*, **71**, 061109, (2005).
- [61] C. REICHHARDT and C. J. OLSON, *Phys. Rev. Lett.*, **89**, 078301, (2002).
- [62] M. A. RUBIO, C. A. EDWARDS, A. DOUGHERTY and J. P. GOLLUB, *Phys. Rev. Lett.*, **63**, 1685, (1989).
- [63] T. BELLINI, M. BUSCAGLIA, C. CHICCOLI, F. MANTEGAZZA, P. PASINI and C. ZANNONI, *Phys. Rev. Lett.*, **85**, 1008–1011, Jul 2000.

- [64] J. V. SELINGER, H. G. JEON and B. R. RATNA, *Phys. Rev. Lett.*, **89**, 225701, (2002).
- [65] L. PETRIDIS and E. M. TERENTJEV, *Phys. Rev. E*, **74**, 051707, (2006).
- [66] M. BUSCAGLIA, T. BELLINI, C. CHICCOLI, F. MANTEGAZZA, P. PASINI, M. ROTUNNO and C. ZANNONI, *Phys. Rev. E*, **74**, 011706, (2006).
- [67] B. D. WASHO, *IBM J. Research & Dev.*, **21**, 190, (1977).
- [68] M. VILFAN, A. MERTELJ and M. COPIC, *Phys. Rev. E*, **65**, 041712, (2002).
- [69] E. POLOSSAT and I. DOZOV, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, **282**, 223, (1996).
- [70] S. K. SINHA, E. B. SIROTA, S. GAROFF and H. B. STANLEY, *Phys. Rev. B*, **38**, 2297, (1988).
- [71] M. NOBILI, C. LAZZARI, A. SCHIRONE and S. FAETTI, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, **212**, 97, (1992).
- [72] C. S. MULLIN, P. GUYOT-SIONNEST and Y. R. SHEN, *Phys. Rev. A*, **39**, 3745, (1989).
- [73] R. BARBERI, M. GIOCONDO, G.V. SAYKO and A.K. ZVEDIN, *J. Phys. Condens. Matter*, **6**, A275, (1994).
- [74] S. FAETTI and M. NOBILI, *Phys. Lett. A*, **217**, 133, (1996).
- [75] H.-R. KIM, J.-W. JUNG, Y.-J. LEE and J.-H. KIM, *Appl. Phys. Lett.*, **88**, 113504, (2006).
- [76] Y.-G. FUH and T.-H. LIN, *J. Appl. Phys.*, **96**, 5402, (2004).
- [77] C. BLANC, D. SVENŠEK, S. ŽUMER and M. NOBILI, *Phys. Rev. Lett.*, **95**, 097802, (2005).
- [78] N. NOBILI. Thèse de Doctorat, Universita' degli Studi di Pisa, (1992).
- [79] H. YOKOYAMA, S. KOBAYASHI and H. KAMEI, *J. Appl. Phys.*, **61**, 4501, (1987).
- [80] P. OSWALD, A. DEQUIDT and A. ŻYWOCIŃSKI, *Phys. Rev. E*, **77**, 061703, (2008).

Résumé

Ce travail expérimental aborde la dynamique réorientationnelle et le piégeage orientationnel d'un cristal liquide nématique au contact d'une surface solide.

La première partie expérimentale porte sur l'étude de la dynamique de réorientation de cristal liquide 5CB en phase nématique, sur des surfaces de SiO. Le mouvement de parois de défauts du 5CB est observé, en microscopie optique polarisante, et permet notamment de mettre en évidence la présence d'une friction solide. Celle-ci s'oppose à la réorientation du cristal liquide sur les surfaces d'ancrages.

Dans la seconde partie, l'étude fine de l'interface 5CB/SiO montre la présence d'un désordre figé orientationnel. Ce désordre est caractérisé par une méthode originale de cartographie angulaire. Nous discutons du rôle du désordre sur la dynamique, pour expliquer finalement la nature du couple de friction.

Mots-clés : cristaux liquides, ancrage, microscopie optique, défauts, friction solide, piégeage, désordre figé.

Abstract

The aim of this experimental work is to present the reorientationnal dynamics and the orientationnal pinning of a nematic liquid crystal on a solid surface.

The first experimental part concerns the study of the reorientationnal dynamics of the 5CB liquid crystal, in its nematic phase, on SiO layers. The observation, under a polarizing optical microscope, of 5CB defect walls motion highlights a solid friction. This friction is opposed to the liquid crystal reorientation on the anchoring layers.

In the second part, the precise study of the 5CB/SiO interface shows the existence of an orientationnal quenched disorder. This disorder is characterized by an original angular mapping method. Eventually, the role of the disorder on the dynamics is discussed to explain the nature of the friction torque.

Keywords: liquid crystals, anchoring, optical microscopy, defects, solid friction, pinning, quenched disorder.