



INAOE

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE SACÁRIDOS PARA APLICACIONES HOLOGRÁFICAS

por

M.C. Nildia Yamileth Mejias Brizuela

Tesis sometida como requisito parcial para
obtener el grado de

**DOCTOR EN CIENCIAS EN LA
ESPECIALIDAD DE ÓPTICA**

en el

**Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y
Electrónica**

Septiembre 2011

Tonantzintla, Puebla

Supervisada por:

Dr. Arturo Olivares Pérez
Investigador Titular del INAOE

©INAOE 2011

El autor otorga al INAOE el permiso de
reproducir y distribuir copias en su totalidad o en
partes de esta tesis



Dedicatoria

Por alguna razón que no conocemos, los seres humanos hemos aprendido a lo largo de nuestro andar a fijarnos siempre una meta, por más difícil que esta sea y al mismo tiempo a luchar para llegar a ella.

Cuando lo logramos, a pesar de todas las dificultades enfrentadas, una sensación de plenitud, satisfacción y alegría parece llenar nuestros corazones y al mismo tiempo sentimos la necesidad de una nueva búsqueda que nos haga crecer y surgir como personas.

La satisfacción de haber aceptado un reto y haberlo superado nos prepara para enfrentar uno nuevo.

Por esta razón y por alguna otra que nos planteemos debemos tener siempre presente que la vida es una sola y que en ella solo se triunfa cuando no se retrocede ante nada ni ante nadie y que por más difícil que esta sea, es una oportunidad que se nos brinda para demostrarnos cuanto somos capaces de hacer.

Al ser que me ha enseñado el valor de la vida, mi hijo

Eber Alejandro

Agradecimientos

Mi más profundo agradecimiento al **Dr. Arturo Olivares**, por creer en mi desde que llegue a este país, por brindarme la confianza para llevar a cabo este trabajo aceptando mis puntos de vistas, por darme la oportunidad, confianza y libertad para la formación de recurso humano, pero sobre todo por ser un amigo, escucharme y apoyarme en todo momento alentándome siempre a seguir adelante, mil gracias Doctor.

A los Doctores miembros del jurado, por sus observaciones y comentarios constructivos para la mejora de este trabajo.

A mi esposo, por su amor, comprensión, apoyo incondicional, por creer en mí y por tener siempre una palabra para vencer cualquier adversidad que se presente y seguir adelante.

A mi familia, en especial a mi madre por su incalculable amor, por todo el apoyo brindado en los momentos que necesite de ella.

A la Fundación Gran Mariscal Ayacucho, Venezuela, por la beca otorgada que permitió la estancia en INAOE y por tanto el desarrollo satisfactorio de este proyecto.

A INAOE y CONACYT por permitirme llevar a cabo los estudios de doctorado y por el apoyo económico al inicio de los mismos.

Al Personal Administrativo de la Coordinación de Óptica y del Departamento Escolar por apoyarme en todo lo que necesite y por la amistad brindada.

A mis tesistas, Abel y Paty, porque de ellos también aprendí.

A mis compañeros y amigos del laboratorio, Mary Paz, Gloria, Rosangela, Valentín, por los momentos compartidos y por prestarme su ayuda en todo momento. Especialmente

agradezco a Jorge y su esposa, por brindarme tan bonita amistad y la colaboración cuando más lo necesite. Les deseo a todos el mejor de los éxitos.

A mis amigos de siempre: Margarita, Alberto, Juanita, Lupita, el Sr Daniel y familia, la Sra. Elvia y familia, gracias por tan bonita amistad, por darme su ayuda y colaboración en el mismo momento que la necesite, por su apoyo, estímulo y compañía en esos momentos difíciles que atravesé. Gracias por ser mi familia en México. De igual manera agradezco al personal del Labec, al Dr. Roberto Murphy, Mario, Aarón, Mafer y a todos aquellos que de una u otra manera nos brindaron apoyo a mí, a Eber y a mi hijo. Eternamente agradecidos.

Resumen

El desarrollo de nuevos materiales holográficos es imprescindible dada las aplicaciones que estos tienen en áreas como la óptica y la informática entre otras.

Este trabajo de investigación presenta la caracterización de materiales para registro holográfico mediante dos técnicas: replicación e interferencia holográfica empleando los sacáridos glucosa, fructosa, sacarosa y un edulcorante de alta fructosa conocido como jarabe de maíz Karo®.

La replicación holográfica se realizó en películas de sacarosa y jarabe de maíz aplicando técnicas litográficas, empleando para ello masters de baja frecuencia espacial generados por computadora y realizados en película fotográfica Plus X-Pan y luz ultravioleta. Los procesos de grabado ocurren con una modulación de fase, a través de cambios en el índice de refracción.

Se realizó una modificación de la matriz de sacarosa hacia su carácter hidrofóbico incluyendo un polisacárido y colorantes artificiales obteniéndose un 34 % de eficiencia de difracción y un aumento considerable en el tiempo de vida de las réplicas.

El grabado mediante interferencia se realizó en películas de todos los sacáridos y jarabe de maíz empleando dos agentes fotosensibilizadores y dos longitudes de onda. Los resultados arrojan que la eficiencia de difracción más alta se obtiene con la longitud de onda de 473 nm y que se requieren por lo menos 48 horas después de realizado el grabado para estabilización de las películas.

La ventaja de estos materiales es que son autorrevelables, disminuyendo así gastos en procesos de revelado y fijación de la imagen. Sin embargo, es necesaria la protección medioambiental.

Abstract

The development of new holographic materials is essential due to the applications that have in areas as the optics and computer science.

In this work we present the materials characterization for holographic registry by means of two techniques: holographic replication and holographic interference using the saccharides: glucose, fructose, sucrose and a high fructose sweetener known as Karo[®] corn syrup.

Holographic replication was performed in sucrose and corn syrup films applying lithographic techniques, using for it low spatial frequency masters (negatives) generated by computer and make in Plus-X Pan film. We also applied ultraviolet light. The holographic record process occurs with phase modulation, through changes in the refractive index.

We made a hydrophobic material adding to sucrose matrix a polysaccharide and artificial dyes and obtained 34 per cent of diffraction efficiency and improve environmental conditions of replicates obtained.

Holographic record by interference was performed in saccharides and corn syrup films using two photosensitizers agents and two wavelengths. The results show that the maximum diffraction efficiency is obtained with the wavelength of 473 nm and approximately 48 hours are necessary for films stabilization.

The advantage of these materials is that are autorevelables, reducing costs in revealed and fixing processes of image. However the environmental protection is necessary.

Índice de Contenido

	Pág.
1. Introducción	1
2. Materiales para registro holográfico	6
2.1. Medios de registro holográfico	6
2.1.1. Clasificación	7
2.1.2. Principales características	9
2.2. Azúcares como medio de registro holográfico	11
2.2.1. Clasificación y nomenclatura	11
2.2.2. Monosacáridos. Glucosa y fructosa	12
2.2.3. Disacáridos. Sacarosa	16
2.2.4. Polisacáridos. Pectinas	20
2.2.5. Edulcorantes. Jarabe de maíz	22
2.3. Fotosensibilizadores	25
2.3.1. Dicromatos	26
2.3.2. Colorantes artificiales	27
2.3.3. Citrato férrico amónico	32
Resumen	34
Referencias	34
3. Réplicas holográficas en materiales hidrofílicos e hidrofóbicos	39
3.1. Materiales hidrofílicos	39

3.1.1. Sacarosa. Preparación y generación de películas	39
3.1.1.1. Análisis espectral UV-Visible	42
3.1.1.2. Elaboración de réplicas holográficas de baja frecuencia	43
3.1.1.3. Cuantificación de la eficiencia de difracción	46
3.1.2. Sacarosa-colorantes. Preparación y generación de películas	49
3.1.2.1. Análisis espectral UV-Visible	51
3.1.2.2. Elaboración de réplicas holográficas de baja frecuencia	53
3.1.2.3. Cuantificación de la eficiencia de difracción	53
3.1.3. Jarabe de maíz. Preparación y generación de películas	55
3.1.3.1. Análisis espectral UV-Visible	56
3.1.3.2. Elaboración de réplicas holográficas de baja y alta frecuencia	57
3.1.3.3. Cuantificación de eficiencia de difracción	59
3.2. Materiales hidrofóbicos	60
3.2.1. Sacarosa hidrofóbica. PSV. Preparación y generación de películas	61
3.2.1.1. Análisis espectral UV-Visible	61
3.2.1.2. Elaboración de réplicas holográficas de baja frecuencia	62
3.2.1.3. Cuantificación de la eficiencia de difracción	63
3.2.2. PSV-colorantes. Preparación y generación de películas	64
3.2.2.1. Análisis espectral UV-Visible	65
3.2.2.2. Elaboración de réplicas holográficas de baja frecuencia	65
3.2.2.3. Cuantificación de la eficiencia de difracción	66
Resumen	67
Referencias	68
4. Grabado holográfico en sacáridos y edulcorante	70

4.1. Jarabe de maíz sensibilizado con dicromato de potasio	71
4.1.1. Preparación y generación de películas	71
4.1.2. Grabado holográfico. Arreglos interferométricos	72
4.1.3. Cuantificación de la eficiencia de difracción	75
4.1.3.1. Grabado con longitud de onda de 473 nm	75
4.1.3.2. Grabado con longitud de onda de 530 nm	75
4.1.4. Cuantificación del módulo de la función de transferencia (MTF)	77
4.1.4.1. Análisis del perfil del módulo de la función de transferencia	78
4.2. Jarabe de maíz-sensibilizado con dicromato de potasio y un colorante artificial	80
4.2.1. Cuantificación de la eficiencia de difracción	81
4.3. Monosacáridos sensibilizados con dicromato de potasio	82
4.3.1. Cuantificación de la eficiencia de difracción	84
4.4. Sacarosa sensibilizada con citrato férrico amónico	85
4.4.1. Cuantificación de la eficiencia de difracción	86
4.5. Monosacáridos sensibilizados con citrato férrico amónico	87
4.5.1. Cuantificación de la eficiencia de difracción	87
Resumen	89
Referencias	90
5.- Conclusiones	91

Índice de Figuras

	Pág.
Figura 2.1. Diferentes representaciones estructurales de la D- glucosa (dextrosa)	13
Figura 2.2. Enlaces hemiacetales que forma la glucosa y los monosacáridos en forma general	14
Figura 2.3. Diferentes representaciones estructurales para la D-fructosa	15
Figura 2.4. Conformación silla para la D-glucosa y la D-fructosa	16
Figura 2.5. Estructuras de la sacarosa (azúcar común)	17
Figura 2.6. Representaciones de la sacarosa en su conformación cristalina	18
Figura 2.7. Estructura de las pectinas	21
Figura 2.8 Procesamiento enzimático del almidón para la obtención de jarabes de maíz	25
Figura 2.9. Estructura molecular de la tartracina (amarillo N° 5)	29
Figura 2.10. Estructura molecular de erioglaucina (azul N° 1)	30
Figura 2.11. Estructura molecular del citrato férrico amónico	33
Figura 3.1. Técnica basada en centrifugado para la generación de películas de azúcar	41
Figura 3.2. Perfil de absorción espectral de una película de azúcar antes y después de la exposición a luz UV	42
Figura 3.3. Ejemplo de un master que contiene doce rejillas senoidales generadas por computadora con una frecuencia de 100 l/mm y replicado en películas de azúcares	44
Figura 3. 4. (a) Técnica de replicación holográfica empleada, (b) Exposición de una película de azúcar a radiación ultravioleta	45
Figura 3.5. (a) Vista simple de una réplica obtenida empleando un master de doce rejillas, (b) vista en microscopio de la microestructura registrada en (a) usando un objetivo de 10X	46

Figura 3.6. Sistema experimental para la cuantificación del parámetro de la eficiencia de difracción	47
Figura 3.7. Eficiencia de difracción total para películas de azúcar	48
Figura 3.8. Apariencia física de películas de azúcar-colorantes depositadas sobre superficie de vidrio	50
Figura 3.9. Perfil de absorción espectral del colorante artificial amarillo N° 5 y una película de azúcar sensibilizada con colorante amarillo N° 5	51
Figura 3.10 Perfil de absorción espectral del colorante artificial verde y una película de azúcar sensibilizada con colorante verde	52
Figura 3.11. Microfotografía de una vista en microscopio usando un objetivo 10X de una estructura periódica grabada en una película azúcar-colorante	53
Figura 3.12. Eficiencia de difracción total para películas de azúcar y azúcar-colorantes	54
Figura 3.13. Perfil del índice de refracción en función de la temperatura para jarabe de maíz Karo®	56
Figura 3.14. Perfil de absorción espectral de una película de jarabe de maíz antes y después de la exposición a luz UV	57
Figura 3.15. (a) Reconstrucción óptica de un patrón de difracción simétrico grabado en una película de jarabe de maíz, (b) reconstrucción óptica de un holograma con logo INAOE y (c) reconstrucción óptica de un holograma con leyenda	58
Figura 3.16. Réplica de un patrón holográfico de alta frecuencia grabado en una película de jarabe de maíz	59
Figura 3.17. Eficiencia de difracción total para películas de jarabe de maíz	60
Figura 3.18. Perfil de absorción espectral de una película de azúcar hidrofóbica antes y después de la exposición a luz ultravioleta	62
Figura 3.19. (a) Microfotografía de una rejilla de difracción grabada en una película de azúcar hidrofóbica, (b) patrón de difracción simétrico de (a)	63
Figura 3.20. Eficiencia de difracción total para películas de azúcar hidrofóbica	64
Figura 3.21. Perfil de absorción espectral de PSV sensibilizado con colorante azul	65
Figura 3.22. Eficiencia de difracción total para películas de azúcar hidrofóbica sensibilizadas con colorante artificial azul	66

Figura 4.1. Arreglo interferométrico usado para el grabado de rejillas holográficas en películas de jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 473nm	73
Figura 4.2. Arreglo interferométrico usado para el grabado de rejillas holográficas en películas de jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 530nm	74
Figura 4.3. (a) Rejilla de difracción grabada en una película de jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 473 nm y vista en un microscopio usando un objetivo 10X, (b) patrón de difracción de (a) reconstruido con luz blanca	74
Figura 4.4. Evolución en el tiempo de la eficiencia de difracción a primer orden de películas de jarabe de maíz dicromatado grabadas con la longitud de onda de 473 nm	76
Figura 4.5. Evolución en el tiempo de la eficiencia de difracción a primer orden de películas de jarabe de maíz dicromatado grabadas con la longitud de onda de 530 nm	76
Figura. 4.6. Arreglo experimental para la determinación del parámetro MTF	77
Figura 4.7. Comportamiento de la MTF de rejillas holográficas grabadas en jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 473nm	79
Figura 4.8. Comportamiento de la MTF de rejillas holográficas grabadas en jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 530 nm	80
Figura 4.9. Evolución en el tiempo de la eficiencia de difracción a primer orden de películas de jarabe de maíz sensibilizadas con dicromato de potasio y colorante azul grabadas con una longitud de onda de 473 nm	82
Figura 4.10. Reconstrucción óptica del patrón de difracción grabado en películas de glucosa dicromatada y fructosa dicromatada respectivamente	83
Figura 4.11 Eficiencia de difracción a primer orden de películas de glucosa dicromatada y fructosa dicromatada grabadas con una longitud de onda de 473 nm	84
Figura 4.12. Eficiencia de difracción a primer orden de películas de sacarosa sensibilizadas con citrato férrico amónico grabadas con longitud de onda de 473 nm	87
Figura 4.13. Eficiencia de difracción a primer orden de películas de glucosa y fructosa sensibilizadas con citrato férrico amónico grabadas con longitud de onda de 473 nm	88

Índice de Tablas

	Pág.
Tabla 2.1. Clasificación de los hidratos de carbono de acuerdo a la estructura química	12
Tabla 2.2. Máxima solubilidad de sacarosa	19
Tabla 4.1. pH para muestras de jarabe de maíz dicromatado	72
Tabla 4.2. pH para muestras de monosacáridos dicromatados	83

Capítulo



Introducción

La holografía es una técnica multidisciplinaria que involucra diferentes áreas o campos del conocimiento actual como la óptica, los láseres, los materiales, la informática y la fotoquímica entre otras, y se caracteriza por una de sus propiedades más resaltantes, poder crear imágenes tanto en dos como en tres dimensiones de un objeto; mediante el uso de un rayo láser, que registra un código de interferencia que es modulado por el frente de onda del objeto, el cual al ser reconstruido se proyecta de tal manera que estas simulan existir como un objeto físico tangible, aunque en realidad sea intangible.

A lo largo de las últimas seis décadas el concepto de holografía se ha ido popularizando, debido a implicaciones tanto sociales como tecnológicas que esta tiene. Así por ejemplo, la litografía holográfica se ha empleado para la generación de imágenes holográficas tipo arcoíris, sellos de seguridad bancaria, representaciones de información pública, cinematográfica, que en la sociedad sorprenden. A nivel tecnológico, se ha ido desarrollando poco a poco, logrando avances como realidad aumentada por medio de la interferometría holográfica y la holografía digital, como métodos eficientes para la determinación de propiedades mecánicas o térmicas de materiales, para realizar ensayos no destructivos o para obtener información sobre reacciones químicas. De todas las aplicaciones de la holografía, son quizás las relacionadas con los elementos ópticos

holográficos y el almacenamiento de la información las de mayor desarrollo.

No obstante, para poder crear un holograma son necesarios materiales fotosensibles para su registro, estos deben poseer características deseables, entre ellas que sean de fácil adquisición, fáciles de procesar, estables en el tiempo y capaces de reproducir imágenes de alta calidad. En la actualidad, se puede decir que con los láseres y los equipos ópticos existentes podrían producirse hologramas de la más alta calidad posible; las limitaciones en ésta vendrían dadas por el propio material de registro. De ahí la importancia de las investigaciones en el campo de los materiales de registro holográfico adecuados al avance y desarrollo de dicha área. Actualmente, múltiples investigaciones se han abocado a la caracterización de nuevos materiales y en otros casos a la optimización de los medios de registro ya existentes.

El Laboratorio de Holografía y Materiales del Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica, INAOE, México, ha reportado la investigación de materiales que presentan nuevas alternativas para registro holográfico, fundamentado principalmente en la fácil adquisición y costo accesible de estos; o en el mejoramiento de propiedades físico-químicas y ópticas de materiales ya conocidos en la holografía, como por ejemplo la gelatina dicromatada o el alcohol polivinílico.

También ha venido desarrollando la investigación de biomoléculas como los hidratos de carbono, principalmente los oligosacáridos sacarosa y lactosa como medios para replicación holográfica, esto dado a las características y ventajas que estos compuestos orgánicos poseen: son los más comunes en la naturaleza y los más consumidos por los seres humanos, por lo que son de fácil adquisición y de bajo costo, existen en un gran número, desde moléculas simples como el azúcar común hasta moléculas poliméricas como el almidón, por tanto la estructura química de estos determina su funcionalidad y características, mismas que repercuten de forma diferente e interesante para la investigación en el campo de la holografía.

A este nivel tienen una característica y/o ventaja resaltante en comparación con los

materiales clásicos empleados para registro holográfico y es que son materiales autorrevelables, es decir, no requieren un tratamiento químico posterior a la exposición para transformar la información contenida en el master. En el ámbito de la investigación, son pocos los reportes que existen usando materiales de origen natural.

El factor más limitante en dichas investigaciones ha sido la hidrofiliidad, ya que estos compuestos son higroscópicos y por tanto, la absorción de humedad ambiental deteriora rápidamente la imagen grabada. Otro factor importante ha sido el rango de sensibilidad espectral limitado a la región ultravioleta.

El *Objetivo General* de este trabajo de grado es la preparación y caracterización de materiales para registro holográfico mediante dos técnicas: replicación e interferencia holográfica empleando fundamentalmente sacáridos como glucosa, fructosa, sacarosa y un edulcorante de alta fructosa como el jarabe de maíz Karo® constituido principalmente por los azúcares mencionados.

Los *Objetivos Específicos* se presentan en función de la técnica holográfica a desarrollar:

- Replicación Holográfica:
 - a. Generación y caracterización de películas hidrofílicas de sacarosa y jarabe de maíz.
 - b. Generación y caracterización de películas hidrofóbicas de sacarosa, adicionando a la matriz original colorantes artificiales y/o agentes gelificantes de origen natural.
 - c. Cuantificación de la modulación del material a través del parámetro de eficiencia de difracción porcentual.
 - d. Descripción hipotética de las interacciones químicas que ocurren entre

la sacarosa, el master y la energía de exposición ultravioleta.

- Interferencia Óptica:
 - a. Generación y caracterización de películas fotosensibles de sacarosa, glucosa y fructosa empleando un agente fotosensibilizador no tóxico.
 - b. Generación y caracterización de películas fotosensibles de jarabe de maíz, glucosa y fructosa empleando un agente fotosensibilizador tóxico.
 - c. Cuantificación de la modulación del material a través del parámetro de eficiencia de difracción.

La distribución temática consiste en cinco capítulos que describen tanto la investigación teórica como experimental necesaria para cumplir con el objetivo general de este trabajo de grado.

En el *Capítulo 2* se dan a conocer las propiedades y parámetros que poseen los materiales clásicos usados como medios de registro holográfico, así como la técnica para grabar hologramas. Se presentan también los conceptos fundamentales y características físicas y químicas de los sacáridos involucrados en el trabajo de grado.

El *Capítulo 3* describe la preparación y caracterización holográfica de dos de los materiales empleados en esta investigación, la sacarosa y el jarabe de maíz. Se describe la técnica empleada para generar hologramas mediante replicación por técnicas mecánicas, empleando emulsiones de estos en su forma hidrofílica e hidrofóbica. Se presenta también la cuantificación de la eficiencia de difracción total y finalmente un análisis de estos después del registro con el fin de establecer una pequeña hipótesis de las posibles interacciones químicas que se generan al replicar estructuras periódicas de Fourier.

En el *Capítulo 4* se presenta la técnica experimental empleada para grabado por interferencia holográfica en todos los sacáridos: glucosa, fructosa, sacarosa, y el

edulcorante. El grabado holográfico se realiza de dos formas; la primera, empleando un agente químico fotosensibilizador no tóxico como el citrato férrico amónico para películas de sacarosa, glucosa y fructosa; y la segunda, empleando uno de los agentes fotosensibilizadores clásicos en holografía, dicromato de potasio para películas de jarabe de maíz, glucosa y fructosa.

Finalmente, se presentan las *Conclusiones* derivadas de este trabajo.

Capítulo

2

Materiales para registro holográfico

En la literatura existe una gran variedad de materiales para registro holográfico, los cuales se encuentran disponibles comercialmente. Existen materiales fotosensibles fabricados a base de materiales orgánicos como la gelatina dicromatada o fabricados a base de sales inorgánicas como los cromatos o haluros de plata. Sin embargo, cada uno de ellos tiene un mecanismo diferente de absorción de la luz así como el mecanismo involucrado en el procesado de la información registrada, de forma tal que, la calidad de la imagen holográfica dependerá de las características físicas y químicas del material de registro así como también del proceso de grabado y posterior revelado.

Conocer las características ópticas de los materiales fotosensibles permiten darles una adecuada aplicación como elementos holográficos.

2.1.- Medios de registro holográfico.

En holografía, como es sabido, se registra la fase de la onda luminosa proveniente del objeto, la cual mediante la intervención de un frente de onda o haz de referencia, se traduce en franjas de interferencias registradas en una placa de grabado, haciéndose posteriormente la reconstrucción del objeto.

El medio de registro debe ser capaz de responder al patrón de luz incidente mediante

un cambio en sus propiedades físicas o químicas. Si se incide un haz luminoso de amplitud A y longitud de onda λ sobre el material grabado, entonces su amplitud de transmitancia compleja puede escribirse como: [2.1]

$$f_A = A \exp(-\alpha d) \exp[-i(2\pi n_0 d / \lambda)],$$

2.1

Donde α es la constante de absorción del material, d el grosor de la película, n_0 el índice de refracción y el término $2\pi n_0 d / \lambda$ se le conoce como constante de propagación. Por lo tanto, si los materiales a ser considerados para grabado holográfico pueden responder a la radiación de exposición a través de cambios en la amplitud o en la fase, se pueden clasificar entonces como materiales fotosensibles con (1) modulación en amplitud o *materiales de absorción*, si α cambia durante la exposición y (2) modulación de fase o *materiales de fase*, si d o n_0 dependen de la exposición. Generalmente pueden manifestarse como cambios de relieve (en cuyo caso cambia d), o como cambios de densidad molecular del material transparente (cambios en n_0) [2.2].

2.1.1.-Clasificación.

De forma general se puede hacer una clasificación de los materiales de registro holográfico como sistemas de dos o más componentes, en cuatro categorías que se relacionan con los mecanismos de registro holográfico y la naturaleza de los mismos:

1. Sistemas fotopolimerizables. Generalmente dependen de una mezcla adecuada de monómeros, un fotoiniciador y un fotosensibilizador. El fotoiniciador genera radicales libres en estado excitado e inicia la polimerización, mientras que, el fotosensibilizador ayuda a extender el rango espectral de absorción del medio y sensibiliza la reacción en presencia de un electrón donado.
2. Sistemas fotoenlazables. Constituyen otra clase de materiales de registro, donde el fotosensibilizador son iones metálicos, los cuales sufren una reacción fotoquímica e inducen enlazamiento dentro del medio de registro siendo los

responsables de los cambios en la modulación del índice de refracción y en la formación del holograma. La mayoría de estos materiales son utilizados en seco y ejemplo de ellos son la gelatina dicromatada y polímeros dopados con iones metálicos.

3. Sistema de polímeros dopados. Se refiere a sistemas en los que se añade un colorante, un ejemplo de ello es el alcohol polivinílico (PVA) mezclado con tintes, los cuales tienen características como: alta sensibilidad, buena respuesta en frecuencia espacial, eficiencia de difracción razonable y alta razón señal/ruido, lo que permite hacer películas de registro reutilizables.
4. Otros sistemas. Están formados por materiales sol-gel, en los que se puede grabar rejillas de transmisión permanentes. Se reportan también emulsiones que graban en el rango espectral de radiación infrarroja [2.3].

A través de la historia los medios para registro holográfico han tenido un gran avance, a tal grado que en la actualidad existe un gran número de materiales fotosensibles tales como: haluros de plata, gelatina dicromatada, termoplásticos-fotoconductores, cristales ferroeléctricos, fotorresinas, etc. Sin embargo, día con día surgen nuevas investigaciones que en algunos casos son procesos complicados para la sintetización de nuevos materiales o para mejorar características o propiedades de los ya existentes. A continuación se da una breve descripción de los más comunes.

Haluros de plata. Estas emulsiones son ejemplo de materiales de absorción y constituyen uno de los primeros materiales utilizados en holografía, ya que fue donde se registró el primer holograma por Gabor. Vienen en sustratos de vidrio de alta calidad, de acetato o de otros polímeros transparentes.

Un haluro de plata es una sal fotosensible que se descompone en presencia de luz formando pequeños gránulos de plata metálica de color negro. Requiere de procesos de revelado para transformar los iones plata en plata metálica en las zonas afectadas por la

luz para llegar a tener una imagen visible.

El registro holográfico se lleva a cabo por una variación de la densidad en función de la luz absorbida mediante los procesos de: exposición (mediante una serie de reacciones de óxido-reducción); revelado, fijación, lavado y secado de la película.

Gelatina dicromatada. Estas películas consisten de dos medios, el medio de suspensión y el compuesto sensible a la luz. El medio de suspensión es la gelatina (un coloide transparente a la luz) y el compuesto sensible a la luz puede ser cromatos o dicromatos (de amonio, de potasio o de sodio). Cuando las capas de películas son expuestas a la luz se endurecen y son menos solubles que las áreas no expuestas, interpretándose este cambio de solubilidad como cambios en el índice de refracción o densidad del material en el proceso de revelado, por lo que son ejemplo de materiales de fase. La sal dicromatada más atractiva es el dicromato de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dada su alta solubilidad en agua, permitiendo introducir grandes cantidades de la misma y por tanto aumentar la fotosensibilidad espectral en la región ultravioleta (UV) hasta la zona azul del espectro visible, específicamente desde 180 nm a 488 nm [2.4].

2.1.2.- Principales características.

Desde sus inicios la holografía ha tenido la interrogante de que materiales utilizar como medios de registro y su importancia fue reconocida por Gabor en una de sus primeras publicaciones debido a que la alteración de la información durante el proceso de grabado no podrá ser recuperada en procesos posteriores.

Teniendo en cuenta esto se han propuesto diversos esquemas que puedan representar las características más importantes de los materiales usados para registro holográfico. Entre las principales características que determinan la calidad en un holograma registrado en un material fotosensible se encuentran: fotosensibilidad, la dependencia entre tiempo de exposición y eficiencia de la imagen reconstruida y la facilidad de grabado, entre otras. Otro factor no menos importante en los medios de

registro holográfico es su sensibilidad al medio ambiente.

Sensibilidad espectral. Puede ser considerada como un parámetro que caracteriza la respuesta que tiene un material fotosensible al ser expuesto a la luz y se mide en unidades de energía por unidad de área (J/cm^2). Entre más pequeña sea la energía necesaria para realizar el grabado mayor será la sensibilidad del material. Por lo tanto la sensibilidad depende del tipo de longitud de onda utilizada para grabar, por lo que suele emplearse el concepto de sensibilidad espectral, que muestra la dependencia de la sensibilidad en función de la longitud de onda de radiación electromagnética.

Velocidad de grabado. Se refiere a la cantidad de energía luminosa que se requiere para generar cambios físicos o químicos dentro de la estructura del material en determinado tiempo.

Reducir la energía luminosa para un material es vital, ya que así se logra reducir el tiempo de exposición, estabilidad mecánica para grabado y costos que estos representan. Por tanto, un material fotosensible se considera más rápido que otro si para iguales condiciones de iluminación requiere menor tiempo de exposición para producir un holograma con la misma eficiencia de difracción de la imagen.

Resolución (ν). Es una de las características de gran importancia que debe poseer un medio de registro, ya que se considera como la capacidad de registrar detalles mínimos provenientes de la información del objeto y se expresa comúnmente en ciclos o líneas por milímetro. Los requerimientos teóricos deben ser:

Hologramas de transmisión: $0 < \nu < 4000$ líneas/mm

Hologramas de reflexión: $4500 < \nu < 6000$ líneas/mm.

Ruido. Se conoce como ruido a la luz que no forma imagen y que es difractada en el mismo sentido que la imagen reconstruida. Las principales causas son: dispersión aleatoria de los haces de referencia y del objeto durante la exposición debido a la granularidad de la

emulsión, y por la dispersión del haz de referencia en la reconstrucción debido a la granularidad después del revelado.

Estas causas se deben principalmente al medio de soporte de los materiales fotosensibles, por defectos en la superficie. En algunos materiales como la gelatina dicromatada, la calidad no se puede controlar fácilmente y por tanto debe realizarse un revelado adecuado para obtener hologramas aceptables. Por esta razón es que los materiales autorrevelables son atractivos ya que minimizan posibles deformaciones en la superficie y cuerpo del material.

Eficiencia de difracción. Una de las características más importante en una imagen holográfica es su brillantes o cantidad de luz difractada conocido como eficiencia de difracción (η). Es definida como la razón entre la intensidad de luz difractada en el primer orden (que es el que contribuye a la formación del frente de onda original) y la intensidad de luz incidente sobre la placa holográfica [2.4].

2.2.- Azúcares como medio de registro holográfico.

La glucosa, la fructosa y la sacarosa forman parte de los compuestos orgánicos más abundantes en la naturaleza y los más consumidos por los seres humanos, los hidratos de carbono o carbohidratos, los cuales estructuralmente están formados por carbono, hidrógeno y oxígeno (CHO) y grupos funcionales como carbonilos (C=O) y/o hidroxilos (OH), lo que los hace atractivo como biomoléculas en holografía tanto para replicación como para grabado por interferencia óptica.

2.2.1.-Clasificación y nomenclatura.

El termino hidrato de carbono o carbohidrato se usó en la antigüedad cuando se comenzaron a estudiar estos compuestos y sus fórmulas moleculares presentaban la relación $C_n(H_2O)_n$, lo que de alguna forma muestra que, cada átomo de carbono se encontraba combinado con una molécula de agua. Sin embargo, la definición moderna

abarca todo compuesto aldehídico o cetónico polihidroxilado llamados comúnmente *azúcares* o compuestos que al hidrolizarse, los produzcan [2.5].

Existen diversas formas de clasificar los hidratos de carbono, cada cual basada en diferentes criterios: estructura química, ubicación del grupo funcional carbonilo (en cuyo caso serían aldosas o cetosas), número de átomos de carbono presentes en la cadena estructural (en cuyo caso serían triosas, tetrosas, pentosas, hexosas), abundancia en la naturaleza, uso en alimentos, poder edulcorante, etc. Generalmente, se establece o se prefiere el criterio de estructura química, que hace referencia al número de átomos de carbono que contenga, así como al número de unidades de azúcar que lo conforman. De acuerdo a este criterio, los hidratos de carbono se clasifican en monosacáridos, oligosacáridos y polisacáridos, como se muestra en la Tabla 2.1 [2.6].

Tabla 2.1. Clasificación de los hidratos de carbono de acuerdo a la estructura química.

<i>Monosacáridos (1 Unidad de azúcar)</i>	<i>Oligosacáridos (de 2 a 10 unidades de azúcar)</i>	<i>Polisacáridos (más de 10 unidades)</i>
Pentosas: arabinosa, ribosa, xilosa. Hexosas: Aldohexosas: glucosa, manosa, galactosa Cetohexosas: fructosa	Disacáridos: sacarosa, lactosa, maltosa. Trisacáridos: rafinosa. Tetra y pentasacáridos: estaquiosa, verbascosa.	Homopolisacáridos: almidón, glucógeno, celulosa. Heterosacáridos: pectinas, hemicelulosa.

La nomenclatura de los carbohidratos es algo confusa ya que, al igual que muchos otros compuestos químicos, fueron designados con nombres cuyas raíces indican el origen o procedencia, solo añadiendo el sufijo “osa”, como el caso de la lactosa, azúcar de la leche, la fructosa de las frutas o la maltosa de la malta, entre otros. Aunque por lo regular se prefiere hablar de sacáridos, glúcidos o simplemente azúcares [2.5].

2.2.2.- Monosacáridos. Glucosa y fructosa.

Los monosacáridos son azúcares simples, siendo los más importantes glucosa y fructosa. Son solubles en agua e insolubles en etanol y éter, tienen apariencia cristalina y

blanca [2.6].

Glucosa.

Es una aldohexosa, un azúcar que contiene como grupo funcional, un aldehído ($\text{H}-\text{C}=\text{O}$) y seis átomos de carbono. Fue el primer carbohidrato simple que se obtuvo puro y tiene la fórmula molecular $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ [2.7]. También se le conoce con el nombre de dextrosa, debido a que es dextrorrotatoria (es decir, gira a la derecha sobre el plano de la luz polarizada) y como es abundante en la uva (95 % de azúcares totales) se le llama azúcar de uva [2.6].

Es el monosacárido más abundante en la naturaleza; se encuentra en diferentes frutas, como las manzanas y las fresas, y en hortalizas como las cebollas [2.6].

A nivel industrial tanto la glucosa líquida (jarabe de glucosa) como la dextrosa (glucosa en polvo) se obtienen a partir de la hidrólisis enzimática del almidón de cereales como el trigo o el maíz [2.6].

Las representaciones químicas pueden hacerse mediante proyecciones de Fischer (cadena lineal abierta) y de Haworth (cadena cíclica) como se muestra en la Figura 2.1 [2.6].

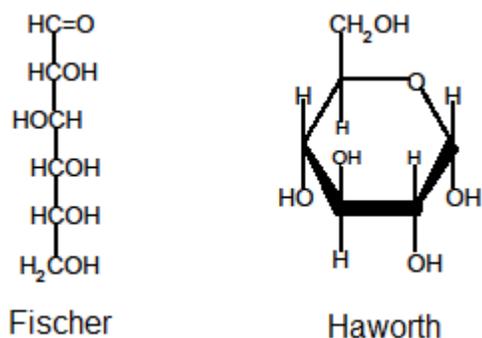


Figura 2.1. Diferentes representaciones estructurales de la D- glucosa (dextrosa). [2.6]

En la proyección Fischer se numera a partir del aldehído (Figura 2.2) y dada la alta

reactividad, el carbonilo interacciona con grupos alcohol (OH) de la misma molécula, produciendo enlaces hemiacetales intramoleculares que originan azúcares cíclicos que en agua se encuentran en equilibrio con la cadena abierta (Figura 2.2), produciéndose una glucopiranososa (anillo de seis átomos, estable debido a que presenta menos tensión entre sus enlaces) [2.6].

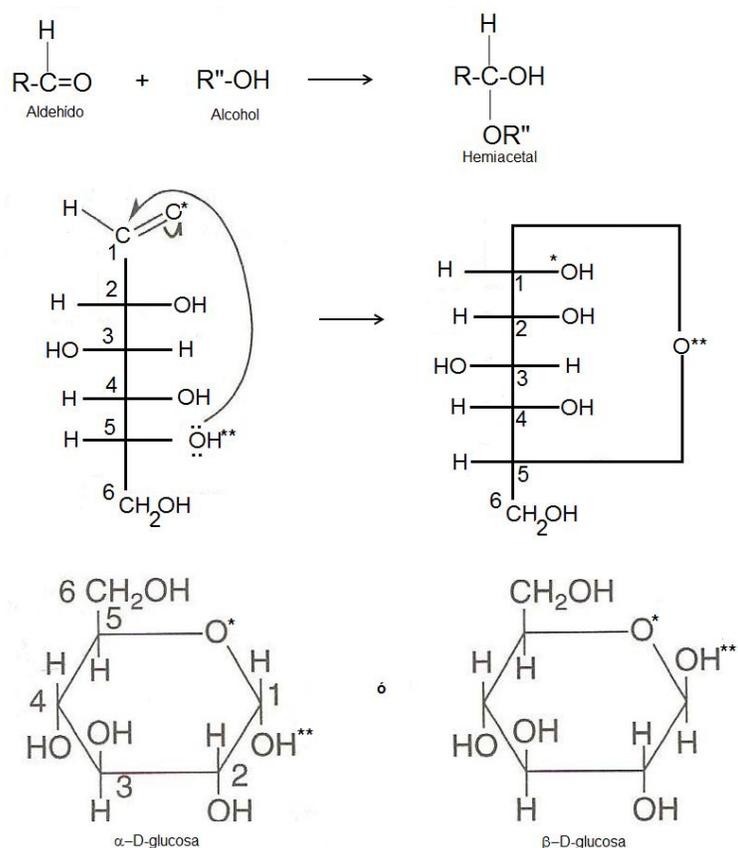


Figura 2.2. Enlaces hemiacetales que forma la glucosa y los monosacáridos en forma general. [2.6]

La unión hemiacetal origina un nuevo centro asimétrico correspondiente al carbono anomérico en posición 1 de la representación de Haworth, que da origen a dos posibles enantiómeros; cuando el OH está por debajo del plano formado por los carbonos, denominado enantiómero α y cuando está por encima, denominado enantiómero β . De acuerdo a la Figura 2.2, los OH a la derecha en la representación Fischer se localizan como

α en la de Haworth, y los de la izquierda, como β . Los isómeros α -D-glucosa y β -D-glucosa presentan características físicas y químicas distintas [2.6].

Fructosa.

Es una cetohehexosa, azúcar de seis miembros con un grupo cetónico (C=O) como grupo funcional principal. Es un isómero de la glucosa, por tanto posee la misma fórmula molecular [2.7]. Se le conoce también con el nombre de levulosa dado a que es altamente levorrotatorio (gira a la izquierda sobre el plano de la luz polarizada) [2.6].

Se encuentra principalmente en jugos de frutas y mieles y cuando se hidroliza la sacarosa, produciendo cantidades equimolares de fructosa-glucosa. Es un azúcar reductor, más dulce y soluble que la glucosa [2.6].

De igual forma puede representarse mediante las dos representaciones dadas para la glucosa (Figura 2.3), solo que en la proyección Fischer se numera desde el átomo de carbono más cercano al grupo funcional cetona [2.6]. Se encuentra en mayor proporción en la forma cíclica y muy poco en la forma abierta. Se cicla para obtener una estructura similar a la del furano (anillo hemiacetal de cinco carbonos) y por esta razón se le nombra fructopiranososa o fructofuranosa, presentando también dos anómeros, la α -D-fructofuranosa (ó α -D-fructopiranososa) y β -D-fructofuranosa (ó β -D-fructopiranososa) [2.5].

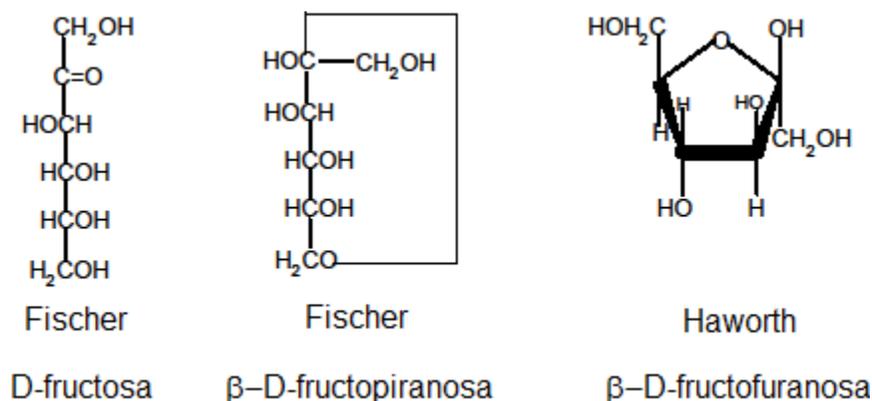


Figura 2.3. Diferentes representaciones estructurales para la D-fructosa. [2.6]

La conformación más estable de los monosacáridos es aquella donde la cadena carbonílica adopta un arreglo de zigzag con los grupos OH de manera antiparalela, lo que hace que la molécula se encuentre en un estado de mínima energía. De acuerdo con esto, las piranosas adoptan conformación silla en la que los OH son axiales, si están perpendiculares al plano de átomos de carbono, o son ecuatoriales, si están paralelos a dicho plano. La mayoría de los monosacáridos están en la conformación silla con los OH en posición ecuatorial ya que de esta forma hay menos impedimentos estéricos. La Figura 2.4 muestra la conformación silla para la glucosa y fructosa con los OH ecuatoriales representados en negritas [2.6].

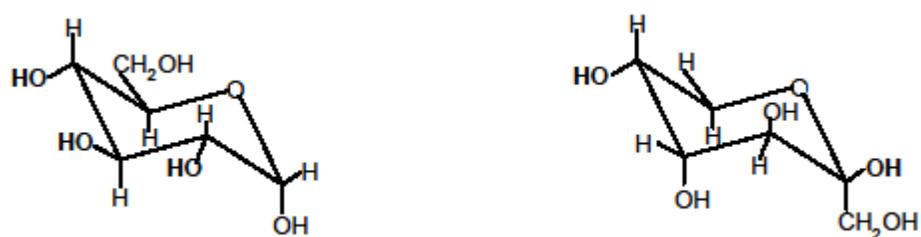


Figura 2.4. Conformación silla para la D-glucosa y la D-fructosa. [2.6]

2.2.3.- Disacáridos. Sacarosa.

Los disacáridos son azúcares complejos que contienen un enlace acetal glicosídico entre el carbono anomérico de un azúcar y un grupo hidroxilo (-OH) en cualquier posición en el otro azúcar. Los azúcares pueden ser ellos mismos, como la maltosa, o diferentes como la sacarosa. El enlace glicosídico puede ser α (maltosa) o β (lactosa) y es particularmente común un enlace glicosídico entre el C1 del primer azúcar y el -OH en C4 del segundo azúcar; conocido como enlace 1 \rightarrow 4 pero también se conocen otros como el enlace 1 \rightarrow 2 [2.7].

La **sacarosa** ([2-O-(α -D-glucopiranosil) β -D-fructofuranósido, nombre oficial de acuerdo a la IUPAC) llamada comúnmente “azúcar” está integrada por una glucosa (anillo de 6

miembros) cuyo carbono aldehídico (C1) se une al cetónico de la fructosa (C2, anillo de 5 miembros), estableciendo un enlace glicosídico 1 → 2 (Figura 2.5) que impide que este azúcar sea reductor y por tanto no experimenta mutarrotación [2.6-2.8]. Esta entre las sustancias químicas orgánicas puras más abundante en el mundo, y puede obtenerse comercialmente bien sea a partir del azúcar de caña (20 % en masa) o del azúcar de remolacha (15 % en masa) [2.7-2.9].

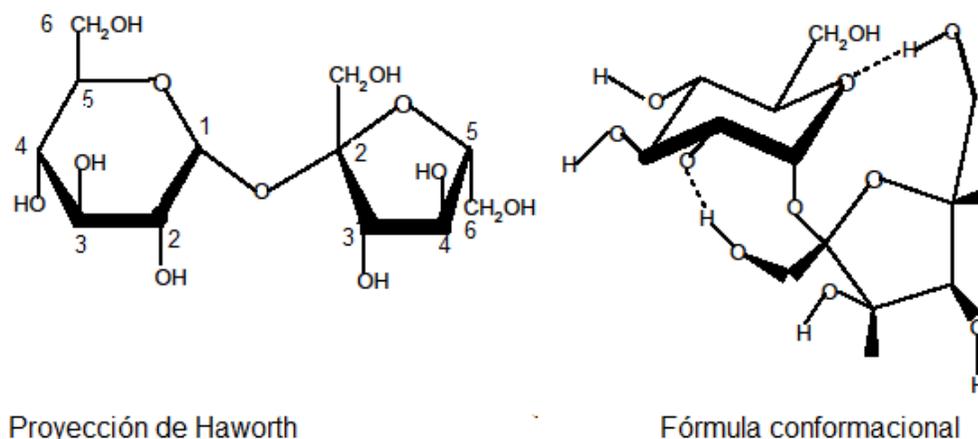


Figura 2.5. Estructuras de la sacarosa (azúcar común). [2.6]

Propiedades físicas y químicas.

Las tres formas bajo las cuales la sacarosa es preparada experimental o industrialmente son en su forma cristalina, acuosa y/o amorfa. Este es el orden de presentación de algunas *propiedades físicas* de cierta utilidad [2.10].

1. Forma cristalina.

La sacarosa cristaliza como un cristal anhidro monoclinico. Pertenece al grupo espacial $P2_1$ dado su alto carácter polar [2.10]. Dicha estructura cristalina se ve influenciada por los llamados puentes de hidrógeno. Un puente de hidrógeno, es una fuerza atractiva que surge entre un par covalente donador (X-H) y un par vecino no covalente (A, A',...). De acuerdo a estudios de rayos X y espectroscopia de resonancia magnética nuclear existen

dos, tres y hasta cuatro centros de puentes de hidrógeno y los mismos son tipo intra o intermolecular. La Figura 2.6 muestra dos representaciones espaciales de la sacarosa en su conformación cristalina mostrando mediante líneas punteadas los puentes de hidrógeno [2.8].

Muchos carbohidratos se descomponen o deshidratan a temperaturas muy cercanas a su punto de ebullición. La presencia de impurezas o pequeñas cantidades de sacarosa no cristalinas pueden modificar el valor. *El punto de ebullición* generalmente admitido para la sacarosa es 186°C, aunque un rango de 182 a 192°C ha sido reportado y aceptado actualmente [2.10, 2.11].

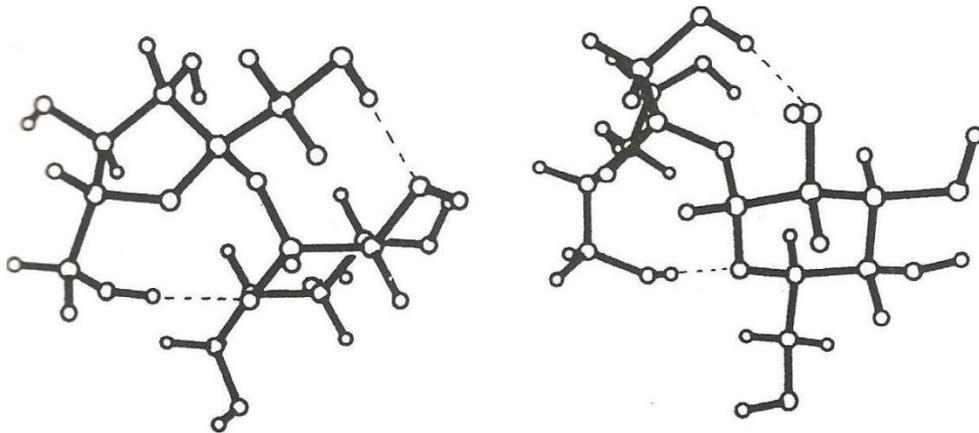


Figura 2.6. Representaciones de la sacarosa en su conformación cristalina (las líneas punteadas indican los puentes de hidrógeno intramoleculares). [2.8]

La *densidad* deriva de datos cristalográficos y fue medida por Plato en 1901 [2.12] a 15°C estableciendo un valor de $\delta = 1587.9 \text{ Kg/m}^3$ y válido actualmente para fines prácticos [2.10].

El cristal de azúcar ha sido reportado como triboluminiscente, es decir emite luz al sufrir una fractura (Hirschmüller, 1953) [2.13] debido al carácter polar de la molécula y a la interacción dipolo-dipolo natural que existe entre puentes de hidrógeno en el cristal. De acuerdo a ello, el cristal posee un *momento dipolar* de $3.1 \times 10^{-18} \text{ cm}$ (reportado por Landt, 1934) [2.14] y una *constante dieléctrica* $\epsilon = 3.50\text{-}3.85$ dependiendo de la orientación

(Narayana, 1950) [2.15]. Pavlik reportó en 1939 [2.16] un efecto piezoeléctrico en cristales de azúcar, sin embargo, valores de conductividad han reportado a la sacarosa como un material no conductor [2.10].

2. Forma acuosa.

Una de las propiedades más importantes de la sacarosa es su solubilidad en agua ya que es esencial en la determinación de las condiciones de saturación tanto en el proceso de ebullición como en el de cristalización [2.17].

Una molécula de sacarosa contiene ocho grupos hidroxilos, catorce átomos de hidrógeno, lo que permite la formación de puentes de hidrógeno con moléculas de agua. Además, el anillo de fructosa tensionado hace que el enlace glucosídico sea muy lábil al calor y a los ácidos, y pueda hidrolizarse con facilidad. En solventes no acuosos, la solubilidad de la sacarosa es significativamente más baja que en agua, por lo que la sacarosa no se disuelve en solventes no polares [2.17].

La solubilidad es influenciada por la temperatura y por la cantidad y tipo de otras moléculas disueltas (impurezas, no azúcares), aunque una pequeña cantidad de impurezas no afecta ni hace que decrezca [2.17]. La Tabla 2.2 muestra el incremento proporcional de la sacarosa en agua en función de la temperatura [2.6].

Tabla 2.2. Máxima solubilidad de sacarosa.

Temperatura (°C)	g/100 g agua
0	179.2
15	197.0
25	211.4
40	238.1
80	362.1
100	487.2

Dado que son soluciones acuosas, existen expresiones matemáticas que permiten expresar la concentración de las mismas [2.8]. Una forma muy común de expresar la

cantidad de azúcares disueltos en solución es la *Escala Brix* o *grados Brix*, que consiste en medir el cociente total de sacarosa disuelta en un líquido. De forma general, los grados Brix son una medida de densidad específica, por ejemplo, una solución de 25°Brix se interpreta como 25 g de azúcar por 100 g de solución, o dicho de otra forma, hay 25 g de azúcar y 75 g de agua en 100 g de solución [2.18].

Para determinarlos se puede usar el refractómetro de ABBE, ya que por ser una medida de densidad se puede asociar un índice de refracción a la solución medida a la temperatura estándar de 20°C y luego con ayuda de tablas y/o ecuaciones matemáticas establecer el valor de grados Brix a la temperatura de trabajo [2.18]. Sin embargo, ya existen en el mercado refractómetros conocidos como refractómetros de mano que permiten medir directamente los grados Brix sin necesidad de ajustes de escala, es decir se usa un patrón de referencia (como agua de grifo o una solución de sacarosa), se mide a temperatura ambiente, se ajusta a cero la escala Brix (en algunos casos) y se hace la medición de la solución experimental [2.19].

Dentro de las *propiedades químicas*, la más resaltante en nuestro caso es la pureza de la sacarosa, generalmente el azúcar comercial posee cerca del 99.9 % de pureza. Otras propiedades químicas están relacionadas con las reacciones químicas que puede experimentar, propiedades sensoriales, color, etc. [2.20].

2.2.4.- Polisacáridos. Pectinas.

Los polisacáridos constituyen un grupo heterogéneo de polímeros en el que intervienen más de diez monosacáridos unidos por distintos enlaces glucosídicos. Producen dispersiones de tamaño coloidal y en su forma pura no tienen color, aroma ni sabor.

Las *pectinas*, comprenden un extenso grupo de heteropolisacáridos vegetales cuya estructura básica está integrada por moléculas de ácido D-galacturónico, unidas por enlaces glucosídicos α -D-(1,4), en la cual algunos de los carboxilos pueden estar

esterificados con metilos o en forma de sal (Figura 2.7).

Existen principalmente dos clases de sustancias pécicas: los ácidos pectínicos, que tienen una pequeña porción de sus ácidos poligalacturónicos como ésteres metílicos, y los ácidos pécticos, que solo contienen moléculas de ácido poligalacturónico libre de esterificación. Por lo general, las pectinas son ácidos pectínicos con diferente grado de esterificación y neutralización que pueden contener de 200 a 1000 unidades de ácido galacturónico.

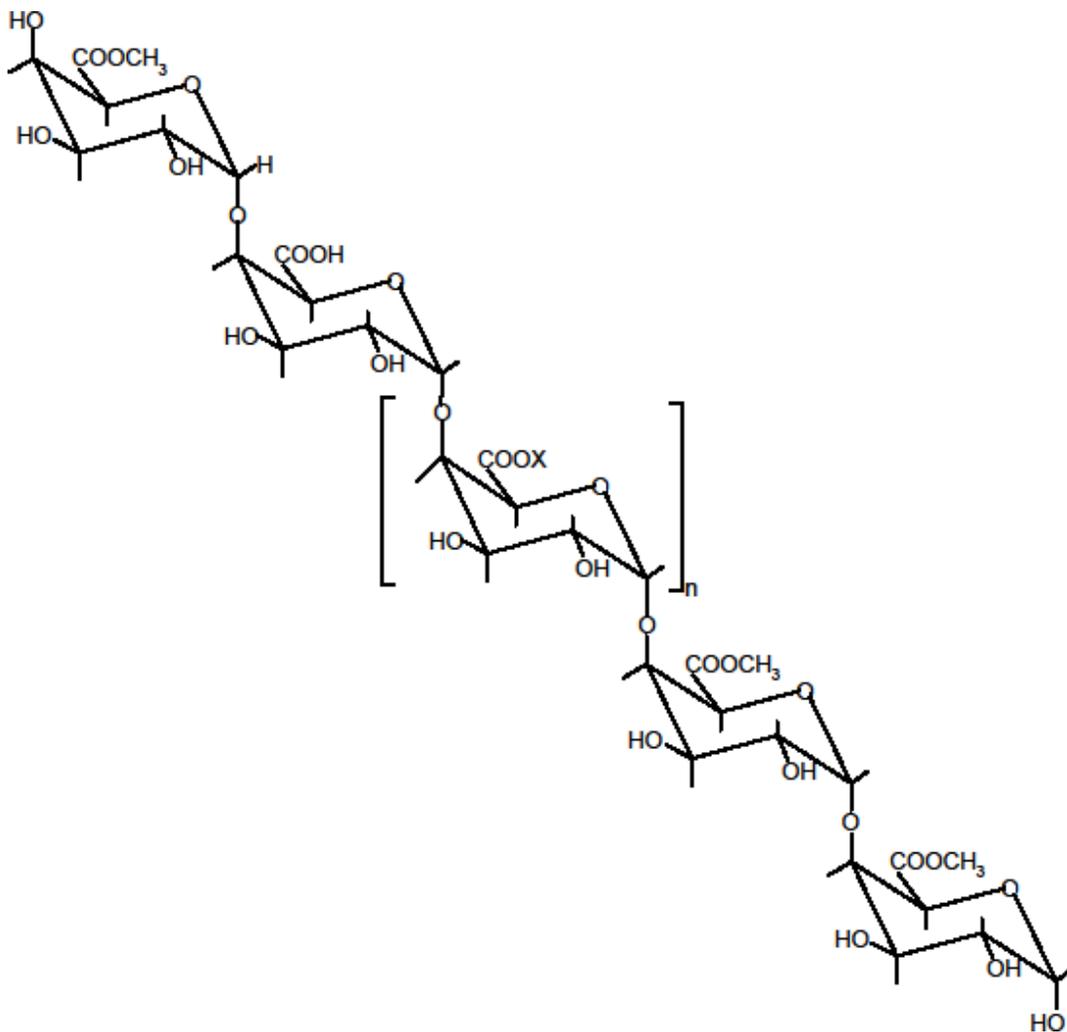


Figura 2.7. Estructura de las pectinas: X puede ser H o CH_3 . [2.6]

Se encuentran en mayor cantidad en frutos inmaduros y especialmente en algunos

tejidos suaves, como la cascara de los cítricos, en las manzanas, las peras, etc. Industrialmente se obtienen a partir de la cascara de los cítricos (en México, el limón) o del bagazo de manzana. Se cotizan más cuanto menos degradación presenten, esto se da con la hidrólisis de los enlaces éster metoxílico (desmetoxilación) y glucosídico (despolimerización) reduciéndose la calidad.

Su funcionalidad y por ende su posible aplicación depende de factores intrínsecos como peso molecular y grado de esterificación (que depende de la materia prima y condiciones de fabricación, etc.). La viscosidad de sus dispersiones es proporcional al grado de esterificación.

Las pectinas de alto metoxilo gelifican dentro de un intervalo de pH de 2.0 a 3.5 y con un 60 a 65 % de sacarosa. Mediante estudio de rayos X se ha comprobado que los geles de esta manera se estabilizan mediante enlaces débiles, los carboxilos se encuentran protonados y crean puentes de hidrógeno entre sí o con los hidroxilos de una molécula vecina de pectina o del disacárido. Adicionar azúcar ejerce un efecto “deshidratante” sobre los polímeros, favoreciendo las interacciones polisacárido-polisacárido de manera hidrófoba y se crea una estructura tridimensional que rodea las moléculas de sacarosa altamente hidratadas.

Por su parte, las pectinas de baja esterificación requieren la presencia de iones calcio (para establecer uniones iónicas con otras moléculas de pectina y crear la estructura del gel) y de un pH de 2.8 a 6.5. Para su gelificación no se requiere sacarosa y en algunos casos se sustituye por un edulcorante sintético como la sacarina o el aspartamo [2.6].

2.2.5.- Edulcorantes. Jarabe de maíz.

La sensación de dulce que provocan algunos alimentos se debe a un gran número de compuestos de estructuras químicas muy diferentes, *los edulcorantes*, los cuales pueden clasificarse en base a su potencial y valor nutritivo como:

1. *Edulcorantes nutritivos de poder edulcorante semejante a la sacarosa:*

a) Mono y oligosacáridos: sacarosa, fructosa, glucosa, lactosa, miel de abeja, jarabe de maíz, azúcar invertido, isoglucosa, etc.

b) Polioles: sorbitol, jarabe de glucosa hidrogenado, manitol, maltitol, etc.

2. *Edulcorantes de mayor poder edulcorante que la sacarosa:*

a) De origen vegetal:

Glucósidos: glicirricina, dihidrochalconas, esteviósido

Proteínas: taumatina, monelina y miraculina

b) Sintéticos: aspartamo, sacarina, sacralosa, alitamo, dulcina, acesulfamo K [2.21].

El edulcorante empleado en este trabajo de grado es el conocido *jarabe de maíz Karo®*, se obtiene a nivel industrial a partir del almidón o fécula de maíz y está compuesto principalmente por un 15 a 20 por ciento de glucosa, fructosa y sacarosa. Existen básicamente dos presentaciones: light, transparente y con sabor a vainilla y la oscura, de color marrón y con sabor similar a melaza [2.22].

Los procesos por conversión enzimática y acido-enzimática han sido uno de los avances en la producción de jarabes de maíz, por lo que es obvio pensar que, el uso de diferentes enzimas producirá jarabes con diferente composición de azúcares. De acuerdo a estudios realizados algunas bacterias pueden contribuir con tales enzimas, sin embargo, en la actualidad es un proceso bastante complicado. Uno de los grandes triunfos de la tecnología enzimática ha sido el desarrollo de “glucosa isomerasa”, la cual es bastante costosa, razón por la cual es reutilizada en el proceso industrial [2.23, 2.24].

Industrialmente los jarabes de maíz se obtienen a través del procesamiento enzimático del almidón, cuya conversión da en primer lugar jarabes de glucosa que al ser

procesados producen finalmente jarabes de maíz de alta fructosa (HFCS, siglas en inglés) [2.25]. El primer proceso para producir HFCS fue desarrollado en los años setenta por investigadores japoneses [2.26]. En este sentido se emplean conjuntamente varias enzimas en forma escalonada, como se describe a continuación.

A una solución gelatinizada de almidón se le añade una α -amilasa bacteriana termorresistente (de *B. licheniformis*) cuya actividad transforma el almidón en maltodextrinas, las cuales a su vez sirven de sustrato para llevar a cabo tres transformaciones de las cuales solo dos son de interés: *a*) si se incuba con la enzima amiloglicosidasa (producida por *Aspergillus*) se favorece la hidrólisis prácticamente total de D-glucosa (97-98 %), azúcar que se transforma en fructosa (42 %) por mediación de la glucosa isomerasa, generalmente en forma inmovilizada; *b*) las dextrinas obtenidas en presencia de amiloglicosidasa y β -amilasa se convierten en jarabes glucosados con equivalentes de 42 a 63 de dextrosa.

Tomando en cuenta la transformación descrita en *a*) y mediante purificación cromatográfica (cromatografía líquida) se obtienen jarabes con 92 % de fructosa, finalmente este es mezclado con la mezcla original para obtener una concentración final de aproximadamente 55 % de fructosa, llamado industrialmente HFCS.

El grado de transformación del almidón en glucosa se determina por el poder reductor del jarabe y se expresa como equivalente de dextrosa (ED). La Figura 2.8 muestra un esquema del proceso enzimático del almidón para la obtención de jarabes de glucosa y fructosa [2.25].

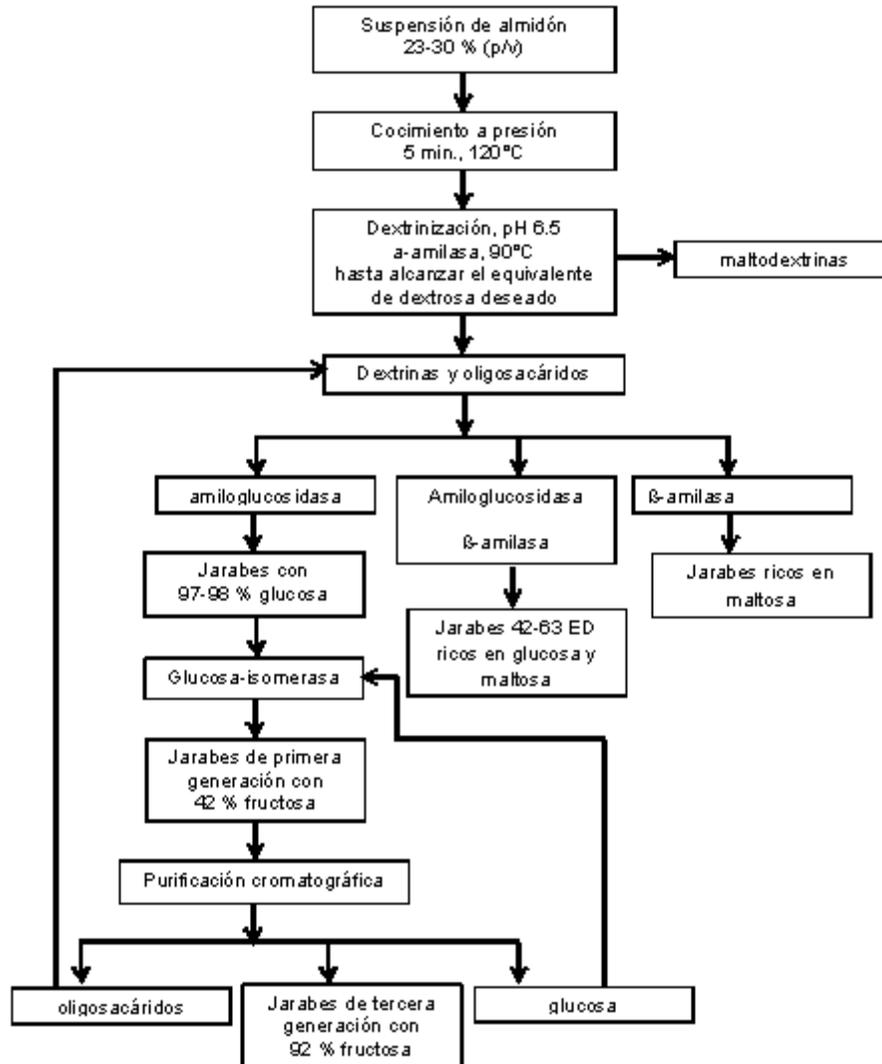
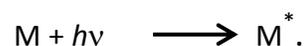


Figura 2.8. Procesamiento enzimático del almidón para la obtención de jarabes de maíz. [2.25]

2.3.- Fotosensibilizadores.

La absorción de radiación ultravioleta o visible por una especie atómica o molecular M puede considerarse como un proceso de dos etapas, la primera de ellas consiste en una excitación electrónica de la especie M por absorción de un fotón



El tiempo de vida de esta especie excitada es breve (10^{-8} a 10^{-9} s) y su existencia termina por alguno de los distintos procesos de relajación (segunda etapa).

Si en el proceso de relajación ocurre descomposición de M^* para dar lugar a nuevas especies se tendrá una reacción fotoquímica:



La transferencia intermolecular de la especie M^* a otra A, conduce a la formación de especies excitadas A^* no absorbentes a la longitud de onda dada, que pudieran dar lugar a cambios químicos que no son posibles por absorción directa de luz por una sola especie.

La absorción de radiación ultravioleta o visible resulta, generalmente, de la excitación de los electrones de enlace de la especie absorbente, en los que existen transiciones que incluyen electrones pi (π), sigma (σ) y n ; electrones d y f y electrones de transferencia de carga [2.27].

2.3.1.- Dicromatos.

La adición de dicromatos solubles en agua en ciertas sustancias orgánicas causa que estas se vuelvan fotosensibles. Los dicromatos usados por excelencia han sido sales de amonio ($(NH_4)_2Cr_2O_7$), potasio ($K_2Cr_2O_7$) y sodio ($Na_2Cr_2O_7$), aunque también existe y se ha usado el dicromato de piridina, $Cr_2O_7H_2 \cdot C_5H_5N \times 11H_2O$, el cual aumenta la sensibilidad en un factor de tres pero presenta el inconveniente que es difícil su preparación y la sensibilización de películas tiene pocas horas de vida media. También se usan las mismas sales en forma de cromatos. Dada la alta solubilidad de los dicromatos en agua, es posible usar altas concentraciones de estos en películas fotosensibles sin dar lugar a procesos de cristalización antes del proceso de secado de la película.

En una película dicromatada, por lo general, las áreas expuestas a la luz son endurecidas y se vuelven menos solubles en comparación con las partes no expuestas, esta diferencia de solubilidad puede traducirse como una variación del grosor o densidad

de la película, resultando la formación de la imagen holográfica, la cual es obtenida por reacción del ión dicromato con el medio de soporte que lo contiene. Una vez expuesta la película, revelada y secada, las regiones en las que se ha cristalizado el dicromato, producen variaciones en las propiedades fisicoquímicas del material.

A pesar del uso que se ha dado a los dicromatos y cromatos en holografía, los detalles de las reacciones fotoquímicas aún no están bien definidos y se han propuesto diversos mecanismos en la sensibilización de la gelatina, que es el medio de registro holográfico clásico en el que se usa este tipo de fotosensibilizador [2.4].

2.3.2.- Colorantes artificiales.

El color es una propiedad de la materia directamente relacionada con el espectro de la luz, por lo que puede medirse físicamente en términos de energía radiante o intensidad y por su longitud de onda [2.28].

En 1868 Witt postula que todas las sustancias son compuestos orgánicos que contienen en su estructura grupos funcionales que les confieren color, denominados *cromóforos*, los cuales contienen electrones de valencia con energías de excitación relativamente bajas, ejemplo de ellos son el grupo funcional: azo (-N=N-); carbonilo (C=O) y benceno (-C₆H₆), entre otros. Dentro de la misma molécula existe también otro grupo de átomos que no absorben radiación pero tienen la capacidad de modificar la absorción del cromóforo, así como de incrementar su intensidad, a este grupo se les denominó *auxocromos*. Ejemplo de ellos son: oxidrilos (-OH,) y amino (-NH₂), entre otros [2.27].

Según la FDA (Administración de Alimentos y Fármacos de Estados Unidos) un colorante o pigmento es cualquier material que imparte color a otra sustancia obtenida por síntesis, extraída o derivada, con o sin intermediarios del cambio final de identidad, a partir de un vegetal, animal, mineral u otra fuente y que cuando es añadida o aplicada es capaz de impartir color por sí misma [2.28].

Los colorantes se pueden clasificar por medio de

1. *Su origen:*

a) Naturales: de origen vegetal (clorofila, β -caroteno, achiote, azafrán); animal (cochinilla de grana) o mineral (óxido de tintineo).

b) Artificiales o sintéticos: amarillo N° 5, azul N° 1, fucsina, azul índigo, etc.

c) Orgánicos e inorgánicos: azocompuestos, derivados del trifenilmetano, etc.

2. Su color: rojo, azul, amarillo, negro, verde, etc. [2.28].

En este proyecto de grado se emplean colorantes de origen artificial o sintético. Estos son solubles en agua, debido a la presencia de grupos de ácido sulfónico ($-\text{SO}_3$), y consecuentemente fáciles de utilizar, generalmente en forma de sales sódicas, en forma de líquidos y/o materiales pastosos. También se pueden utilizar en forma insoluble, como lacas con hidróxido de aluminio, cuando se añaden a productos sólidos. Además de ser más fáciles de utilizar que los colorantes naturales, los colorantes artificiales son también, en general, más resistentes a los tratamientos térmicos, pH extremos, luz, etc., que los colorantes naturales [2.29].

Una forma muy común de clasificarlos es conforme a su estructura química, de acuerdo a los cromóforos que contengan y de acuerdo al compuesto del que se derivan, así se tiene:

- Nitroso o nitrocolorantes
- Colorantes azoicos o azocolorantes
- Colorantes derivados del trifenilmetano
- Colorantes de la antraquinina

- Colorantes indigoides

Dentro de los colorantes artificiales a usar están la tartrazina y la erioglaucina [2.30].

Tartracina.

Colorante ampliamente utilizado (desde 1916) en productos de repostería, derivados cárnicos, salsas, helados, caramelos, etc. Pertenece al grupo de los colorantes azoicos o azocolorantes cuyo cromóforo es el grupo azo (-N=N-). Su nombre sistemático (IUPAC) es 5-hidroxi-1-(4-sulfonatofenil)-4-(4-sulfonatofenilazo)-H-pirazol-3-carboxilatotrissódico, su fórmula molecular condensada es $C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$ y su peso molecular de 534,37 g/mol. La estructura molecular se muestra en la Figura 2.9.

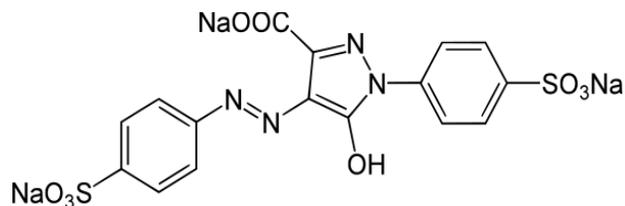


Figura 2.9. Estructura molecular de la tartracina (amarillo N° 5). [2.29]

Se presenta en forma de polvo y es soluble en agua; haciéndose de color más amarillo en tanto más disuelto esté. Posee los códigos E102 (Unión Europea) y Amarillo N° 5 o Yellow 5 (FDA-USA) y su potencial comercial aumenta porque además de los tonos amarillos-anaranjados, al ser mezclado con otros colorantes como el azul brillante se obtienen diversas tonalidades verduscas.

La toxicidad aguda de la tartracina es muy pequeña, incluso menos que la de sal común. La “ingestión diaria aceptable”, prácticamente imposible de alcanzar está establecida en 7,5 mg/kg de peso [2.29, 2.31, 2.32].

Erioglaucina.

También conocida como azul N° 1 o azul brillante (FDA USA). Pertenece al grupo de los colorantes derivados del trifenilmetano o colorantes triaril, cuyos cromóforos son anillos bencénicos. Generalmente se presenta como una sal sódica cuyo nombre sistemático (IUPAC) es Bis[4-(N-etil-N-3-sulfofenilmetil)aminofenil]-2-sulfofenilmetildisodico, su fórmula molecular condensada es $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$, su peso molecular es de 792.85 g/mol, soluble en agua y alcohol a 40°C. Su estructura molecular consta de tres anillos aromáticos (bencénicos) unidos por un átomo de carbono central, tal como se muestra en la Figura 2.10 [2.33].

Se presenta en forma de polvo de color azul o en forma de gránulos. Posee el código E133 y al combinarse con tartracina da colorantes verdes [2.34]. Es muy útil para detectar antibióticos presentes en la leche. Se emplea también como colorante trazador en la investigación de las rutas hídricas en substratos. El empleo más habitual es en la industria alimentaria, encontrándose en bebidas de color azul y verde, caramelos, helados, etc. Se emplea igualmente en la tinción de productos cosméticos y de higiene personal [2.35]. La ingesta diaria máxima es de 12mg/Kg de peso corporal [2.36].

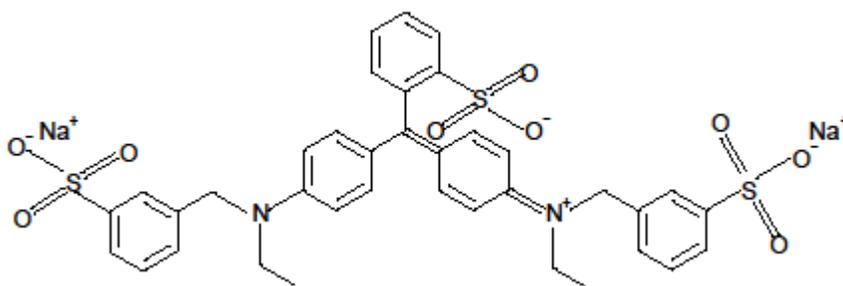


Figura 2.10. Estructura molecular de erioglaucina (azul N° 1). [2.33]

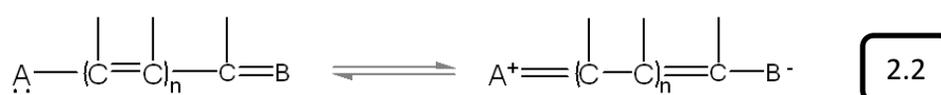
Colorantes como sensibilizadores.

En 1873 Vogel descubrió que la adición de colorantes a una emulsión la hacen sensible

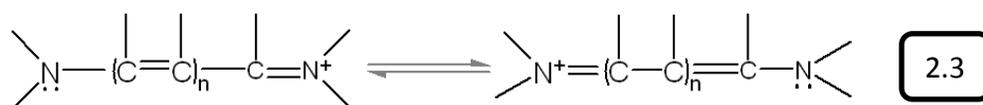
a la región donde absorba el colorante, así un colorante amarillo sensibiliza en región del azul y un colorante azul sensibiliza en la zona del rojo [2.37].

Los colorantes orgánicos como fotosensibilizadores presentan tres características esenciales: 1) fuerte absorción espectral en el visible, ultravioleta cercano e infrarrojo, debido a transiciones electrónicas en los niveles energéticos de la molécula, 2) capacidad para ser absorbidos por cualquier polímero, fibra o cristal iónico, además de resistir procesos de lavado y 3) tendencia a la transferencia de la energía de excitación que adquieren durante la absorción de radiación a otro sistema molecular apropiado, dicha transferencia en principio involucra la transferencia de un electrón [2.38].

La fotosensibilización de un colorante se puede relacionar con una estructura de la forma siguiente:



Una cadena conjugada de átomos de carbono que contiene en sus extremos dos átomos terminales, A y B, los cuales pueden donar o aceptar electrones fácilmente. A y B pueden ser un mismo elemento (estructura 2.3) en el que existirá una diferencia de carga en los extremos de la cadena, o elementos diferentes con diferencia de carga en un solo extremo de la cadena carbonada (estructura 2.4).

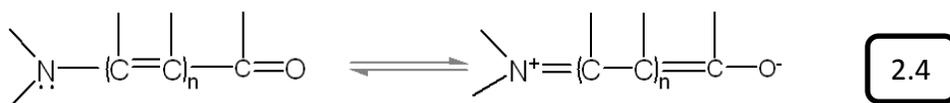


Los electrones que son excitados por radiación ultravioleta o visible en una molécula de colorante son los electrones pi (π), los cuales no se encuentran localizados en relación a un núcleo atómico individual y por lo tanto podrán moverse libremente a través de toda la cadena. Una forma de describir esta deslocalización es mediante el concepto de resonancia, donde los electrones se representan por medio de estructuras derivadas de

los intercambios entre enlaces dobles y sencillos a través de la cadena carbonada, por lo que el doble sentido de la flecha en las estructuras mostradas indica que las mismas no pueden ser descritas por una sola estructura sino por superposición simultánea de ambas, conocido como híbrido de resonancia [2.37].

Los átomos terminales A y B deben ser capaces de ganar o ceder electrones de forma fácil. En el caso de la estructura 2.3, los átomos terminales corresponden a un solo elemento (N), el cual en ambos extremos de la cadena carbonada es trivalente con un par de electrones desapareados, mientras que, en el otro extremo N es cuaternario con un electrón aceptador. Por ser una estructura simétrica, los extremos poseen la misma energía.

Caso contrario, la estructura 2.4, que es una estructura asimétrica ya que contiene elementos diferentes en sus extremos, nitrógeno y oxígeno, que en un instante dado actúan como un par donador-aceptor y en otro instante pueden contener cargas opuestas [2.38].



2.3.3- Citrato férrico amónico.

Las sales de hierro han sido ampliamente usadas en el campo de la óptica, concretamente en el desarrollo histórico del campo fotográfico. Uno de estos procesos fotográficos es la cianotipia, inventado por John Herschel que en 1842 descubrió que las sales de hierro, específicamente sales férricas solubles en agua se reducen a sales ferrosas insolubles en agua bajo la acción de la luz. Como sistema fotosensibilizador principal se usa el *citrato férrico amoniacal* que en combinación con el ferrocianuro de potasio forman la sal fotosensible que al ser reducida forman un precipitado de ferrocianuro ferroso que da un color azul intenso, característico del proceso [2.39].

En holografía, las sales de hierro se usan como sistemas fotosensibilizadores ya que en comparación con los dicromatos (fotosensibilizador clásico) estos son electrolitos fuertes que se disocian totalmente en sistemas acuosos no complejos experimentando fácilmente procesos de reducción con resultados satisfactorios [2.40]. En el Laboratorio de Materiales y Holografía del INAOE se ha empleado cloruro férrico como agente fotosensibilizador del alcohol polivinílico (PVA) para estudiar el comportamiento de rejillas holográficas con y sin voltaje [2.41, 2.42].

En la industria alimentaria el citrato férrico amónico (o amoniacal) es ampliamente usado dadas sus ventajas: ampliamente económico, prácticamente insípido, es estable y su tolerancia gástrica e intestinal es muy buena en comparación con otros agentes quelantes como el sulfato ferroso. Se usa en el enriquecimiento de productos como los cereales, como agente regulador de acidez, como apelmazante en la sal y como fuente de hierro en medicinas para niños con problemas de anemias [2.43].

El citrato férrico amónico o citrato de amonio férrico, es una mezcla compleja de amonio, hierro y ácido cítrico, de fórmula molecular $C_6H_{5+4y}Fe_xN_yO_7$, peso molecular 261.974 g/mol, presentación en polvo color verde y café, soluble en agua, ingesta diaria máxima de 0.8 mg/Kg de peso corporal. La estructura molecular se muestra en la Figura 2.11 [2.44].

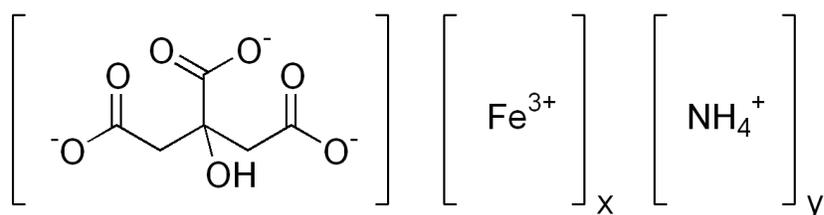


Figura 2.11. Estructura molecular del citrato férrico amónico. [2.44]

Resumen

Los materiales de registro holográfico tanto clásicos como todos aquellos que se generen de nuevas investigaciones deben ser tales que la exposición y el procesado (en caso de que lo haya) alteren las propiedades ópticas de los mismos.

En este capítulo, se describió en primer lugar y de forma breve el caso más general de los materiales holográficos, que dependiendo de la respuesta a la absorción de radiación electromagnética mediante un cambio en su coeficiente de absorción, su índice de refracción o en su espesor, se clasifican básicamente como materiales de absorción o materiales de fase, derivando así sus principales características ópticas, fundamentales para la holografía. Esta clasificación corresponde a casos extremos, pues pueden existir simultáneamente variaciones de la absorción, el índice y el espesor.

Otra clasificación es basada en la impresión y procesado del material, constituyendo básicamente el holograma que puede ser de amplitud o de fase, según se modifique la onda que incide sobre el mismo, siendo nuevamente casos extremos, ya que pueden existir hologramas mixtos de amplitud-fase.

En segundo lugar, se presentan de forma bastante detallada los conceptos y características físicas y químicas fundamentales de los azúcares (mono, di y polisacáridos) y edulcorantes. Finalmente, se describieron características básicas de los fotosensibilizadores empleados.

Referencias

[2.1] Mentha, P. C. and Rampal, V. V., [Lasers and Holography], 1st ed., World Scientific Publishing Co., Singapore, pp. 338-340 (1993).

[2.2] Hariharan, P., [Basics of Holography], Cambridge University Press, New York, USA, Chapter 5, pp. 45, 46 (2002), ISBN: 978-0-511-07643-5.

[2.3] Reyes R. y Rubiera L., "Revisión Bibliográfica sobre Materiales de Registro Holográfico", Rev. Cub. Fís. **8**(1), 74-78, (2000).

[2.4] Collier R. J., Burckhardt C. B. and Lin L. H., [Optical Holography], Academic Press, New York, USA, Chapter 10, pp. 280-309 (1971).

[2.5] Wade L. G. Jr., [Química Orgánica], 2ª Ed., Pearson Educación, México, Cap. 25, pp. 1109-1123 (1993), ISBN: 3:978-970-686-823-7.

[2.6] Valdés Martínez S. E., [Química de los Alimentos], ed. por Badui Dergal S., 4ª ed., Pearson Addison Wesley, México, Cap. 2, pp. 29-109 (2006), ISBN: 970-26-0670-5.

[2.7] McMurry J., [Química Orgánica], 7ª ed., Cengage Learning Editores, México, Cap. 25, pp. 973-975, 997-999 (2008), ISBN: 10:970-686-823-2.

[2.8] Pérez S., [Sucrose Properties and Applications], ed. por M. Mathlouthi y P. Reiser, 1st ed., Chapman & Hall, Gran Bretaña, Cap. 2, pp. 11-20 (1995), ISBN: 0-7514-0223-0.

[2.9] Vaccari G. and Mantovani G., [Sucrose Properties and Applications], ed. por M. Mathlouthi y P. Reiser, 1st ed., Chapman & Hall, Gran Bretaña, Cap 3, pp.33-48 (1995), ISBN: 0-7514-0223-0.

[2.10] Reiser P., Birch G. G. and Mathlouthi M., [Sucrose Properties and Applications], ed. por M. Mathlouthi y P. Reiser, 1st ed., Chapman & Hall, Gran Bretaña, Cap 8, pp. 186-222 (1995), ISBN: 0-7514-0223.

[2.11] Roos Y., "Melting and glass transition of low molecular weight carbohydrates", Carbohydr. Res., **238**, 39-48, (1993).

[2.12] Plato F., Wiss. Abh. Kaisel, *Normal Aichung Kommission*, Springer Verlag, Berlin, Alemania, 1901.

[2.13] Hirschmüller H., [Principles of sugar Technology], ed. por P. Honig, Elsevier Pub., Amsterdam, pp. 19-72 (1953).

[2.14] Landt E., Naturwiss, **22**, 809 (1934).

[2.15] Narayana R., Current sciences, **19**, 276 (1950).

[2.16] Pavlik B. Z., Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys. Chem, **100**, 414 (1939).

[2.17] Bubník Z. y Kadlec P., [Sucrose Properties and Applications], ed. por M. Mathlouthi y P. Reiser, 1st

ed., Chapman & Hall, Gran Bretaña, Cap 7, pp. 101-108 (1995), ISBN: 0-7514-0223-0.

[2.18] Grado Brix, Disponible en <http://www.es.wikipedia.org>.

[2.19] Manual de Instrucciones refractómetro digital de mano. Cat. N 3810, -S04. Disponible en <http://www.atago.net>.

[2.20] Clarke M. A., [Sucrose Properties and Applications], ed. por M. Mathlouthi y P. Reiser, 1st ed., Chapman & Hall, Gran Bretaña, Cap 9, pp. 225-246 (1995), ISBN: 0-7514-0223-0.

[2.21] Badui Dergal S., [Química de los Alimentos], ed. por Badui Dergal S., 4^a ed., Pearson Addison Wesley, México, Cap. 9, pp.528-529 (2006), ISBN: 970-26-0670-5.

[2.22] Stamper G., Difference between Corn Syrup & Karo Syrup. Disponible en http://www.ehow.com/facts_5799227_difference-corn-syrup-karo-syrup.html.

[2.23] BeMiller J. N., [Food Analysis], ed. por Nielsen S. S., 3^a ed., Kluwer Academic Plenum Publisher, New York USA, pp. 143-174 (2003).

[2.24] Powers J. R., [Food Analysis], ed. por Nielsen S. S., 3^a ed., Kluwer Academic Plenum Publisher, New York USA, pp. 285-291 (2003).

[2.25] Quirasco Baruch M. y López-Munguía Canales A., [Química de los Alimentos], ed. por Badui Dergal S., 4^a ed., Pearson Addison Wesley, México, Cap. 5, pp. 323-329 (2006), ISBN: 970-26-0670-5.

[2.26] Jähren A. H., Saudek C., Yeung E. H., Kao W. H., Kraft R. A. and Caballero B., "An isotopic method for quantifying sweeteners derived from corn and sugar cane", *Am. J. Clin. Nutr.*, **84**(6), 1380-1384 (2006).

[2.27] Skoog D. A., Holler J. F. and Nieman T. A., [Principios de Análisis Instrumental], 5^a ed., Mc Graw Hill, España, Cap. 14, pp.354-360 (2001), ISBN: 0-03-002078-6, 84-481-2775-7.

[2.28] Guerrero Legarreta I., López Hernández E. y Armenta López R., [Química de los Alimentos], ed. por Badui Dergal S., 4^a ed., Pearson Addison Wesley, México, Cap. 7, p. 401 (2006), ISBN: 970-26-0670-5.

[2.29] Calvo M., [Bioquímica de los Alimentos], Cap. 7, España, (2008). Disponible en: <http://milksci.unizar.es/bioquimica/temas/aditivos/colorartif.html>.

[2.30] McLaren K., [The Color Science of Dyes and Pigments], 2^a ed., Adam Hilger, Bristol, UK, (1986).

[2.31] Barros Santos C., [Los aditivos en la alimentación de los españoles. La legislación que regula su autorización], p. 55 (2008), ISBN 978-84-9886-391-8.

[2.32] Stevenson D. D.; Simon R. A.; Lumry W. R. and Mathison D. A., "Adverse reactions to tartrazine", *The Journal of allergy and clinical immunology*, **78**, 182-191 (1986).

[2.33] Geethakrishnan T. y Palanisamy P. K., "Optical phase-conjugation in erioalgalucine dye-doped thin film", *Pramana J. of Phys.*, **66**(2), 473-478 (2006).

[2.34] Sarwar Khandker S., *Lateral and vertical movement of water, nutrients, fecal coliforms*, University of Alberta, Canada, p. 90 (2008).

[2.35] Ketelsen H. & Meyer-Windel S., "Adsorption of brilliant blue FCF by soils", *Geoderma*, **90**(1-2), 131-145 (1999).

[2.36] Norma 95/45/CE: Criterios específicos de pureza en relación con los colorantes utilizados en los productos alimenticios, p. 16 (1995). Disponible en: http://ec.europa.eu/food/fs/addit_flavor/flav13_es.pdf.

[2.37] Neblette C. B., [Photography Its Materials and Processes], Van Nostrand Reinhold Company, New York, USA, Cap. 1, p.8 (1962).

[2.38] Sturge J. M., Neblette C. B., [Handbook of Photography and Reprography Materials, Processes and Systems], 7th ed., Van Nostrand Reinhold Company, New York, USA (1977).

[2.39] Fuentes de Cia A. M. y J Robledano Arillo., [Manual de documentación fotográfica], Madrid, España, pp. 1-7 (2000).

[2.40] Skoog, West, Holler and Crouch, [Fundamentos de Química Analítica], 8^a ed., Thomson, México, Cap. 9 y 10, 231-273 (2005), ISBN: 970-686-369-9.

[2.41] Garay Hernández M. P., *Caracterización de materiales orgánicos conductores para grabado holográfico*, Tesis de Doctorado en Ciencias INAOE, Puebla, México (2008).

[2.42] Fontanilla Urdaneta, R. C., *Study the behavior of holographic gratings as a function of voltaje*, Tesis de Doctorado en Ciencias INAOE, Puebla, México (2011).

[2.43] Theilkuhl J. F., Lozano F. y Meneses de Góngora B., *Estudio Comparativo del Sulfato Ferroso y del Citrato Férrico Amónico en el Modelo de la Anemia Hipocrómica del Cerdo Lactante*, Extracto de Tesis de Maestría en Farmacología, Universidad Nacional de Colombia, Colombia, pp. 1-13 (2000). Disponible en

<http://www.ciencias.unal.edu.co/unciencias/.pdf>

[2.44] Rodríguez-Macedo A., “El Hierro en el Tratamiento de las Anemias Hipocrómicas de la Infancia”, Rev. Méd. Hond, 264-268 (2000).

Réplicas holográficas en materiales hidrofílicos e hidrofóbicos

Este capítulo describe la preparación de las mezclas de sacarosa en su forma hidrofílica e hidrofóbica y del edulcorante jarabe de maíz, empleados para la generación de películas para replicación holográfica. Presenta también el análisis espectral de absorbancia y la descripción de la técnica usada para grabado holográfico de dichos materiales. Finalmente, se presenta la cuantificación de la modulación del material a través del parámetro de eficiencia de difracción total y el análisis después del grabado holográfico.

3.1. MATERIALES HIDROFÍLICOS.

3.1.1.- Sacarosa. Preparación y generación de películas.

Para la preparación de la disolución de sacarosa (o azúcar) se usa azúcar refinada comercial previamente macerada y se mezcla con agua en una proporción 1:2 en peso, respectivamente. La mezcla se calienta y agita gradualmente usando una plancha de calentamiento con agitación magnética hasta alcanzar 180°C (punto de ebullición de la sacarosa, [3.1]), se filtra para eliminar impurezas y se continua calentando y agitando

hasta obtener una disolución viscosa con una concentración final de 30° Brix [3.2], medida con un refractómetro de mano modelo Pocket PAL-1 [3.3].

Para lograr obtener las películas de azúcar se emplearon varios métodos, uno de ellos consistió en:

- Colocar 1.5×10^{-1} mililitros de disolución de azúcar en el centro de sustratos de vidrio (portaobjetos de $2.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$ previamente limpios), distribuir las usando un agitador de vidrio y secarlas por gravedad usando una base de vidrio nivelada mediante tornillos en su base. Estas presentaron el inconveniente de uniformidad irregular, poco control de espesor y no hay adherencia al sustrato. Se repitió el procedimiento pero ahora intentando secado aplicando calor, pero existieron problemas de cristalización en las películas.

Dado el inconveniente de hidrofiliidad que presentan las películas a base de azúcares, el método óptimo para la obtención de las mismas consistió en el siguiente procedimiento de centrifugado:

- 1.5×10^{-1} mililitros de disolución de azúcar se colocan sobre un sustrato de vidrio (vidrio portaobjetos de $2.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$, previamente limpio), el cual se introduce por espacio de 1 minuto en una estufa de secado graduada a 60° C , se retira y se coloca en un spinner (motor de licuadora con disco giratorio y fuente de voltaje variable) con el fin de distribuir uniformemente la muestra por toda la superficie del sustrato (se requirió de 600 rpm y 5 segundos). Se lleva nuevamente a la estufa por 3 minutos para eliminar la mayor cantidad de agua atrapada en la película, se retira y se deja reposar 5 segundos a temperatura ambiente. Las películas obtenidas son altamente transparentes. La Figura 3.1 muestra la técnica de centrifugado empleada.

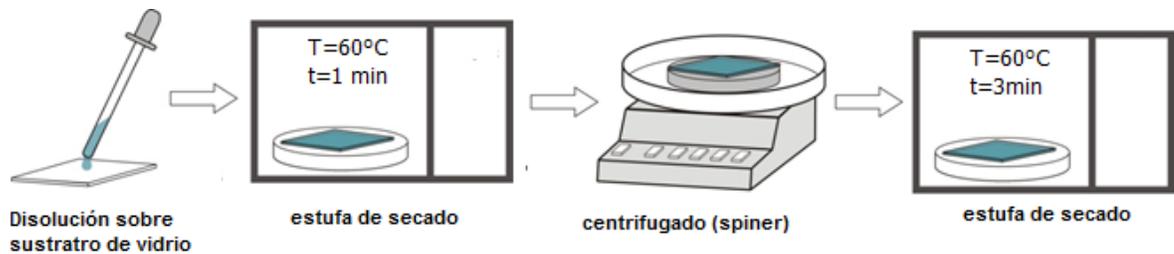


Figura 3.1. Técnica basada en centrifugado para la generación de películas de azúcar.

Las condiciones de trabajo fueron condiciones de laboratorio con un promedio de 25°C de temperatura y 40 % de humedad relativa.

Experimentalmente se pudo observar que el espesor de la capa de película está influenciado por parámetros relacionados con la mezcla tales como: viscosidad, temperatura, cantidad agregada, deposición sobre el sustrato, así como la velocidad y el tiempo de centrifugado [3.4].

Para determinar el espesor se procedió de manera sencilla como sigue:

El sustrato de vidrio a emplear se divide en 9 zonas y con un tornillo micrométrico digital modelo IP65 (apreciación $5 \times 10^{-4} \mu\text{m}$) se mide el espesor del vidrio en cada una de estas zonas. Se prepara la película descrita anteriormente y se mide nuevamente el espesor (vidrio + película) en cada zona. Finalmente, el espesor de la película es el promedio de la diferencia que resulta de las medidas anteriores.

$$\text{Espesor de película} = (\text{Espesor vidrio + película}) - (\text{Espesor del vidrio})$$

3.1

De acuerdo a esto, las películas de azúcar tienen un espesor promedio de 20 μm aproximadamente.

El índice de refracción de estas películas no se pudo determinar haciendo uso del Refractómetro de Abbe modelo VISTA C10, dado que presentaron el fenómeno conocido como *birrefringencia*, fenómeno de doble refracción, que consiste en que un haz de luz

estrecho y monocromático, al penetrar en ciertos materiales da lugar simultáneamente a dos haces refractados distintos. Este fenómeno es debido a que los medios birrefringentes son óptimamente anisótropos y en ellos la luz se propaga con una velocidad que no solo depende de su longitud de onda, sino también de su dirección de propagación. Los rayos obtenidos por doble refracción transportan ambos luz polarizada. [3.5].

3.1.1.1.- Análisis espectral UV-Visible.

El espectro de absorción de una película de azúcar se muestra en la Figura 3.2 y se obtuvo empleando un espectrofotómetro Perkin Elmer Lambda® 3B UV-Visible usando láminas de cuarzo para la deposición de la película.

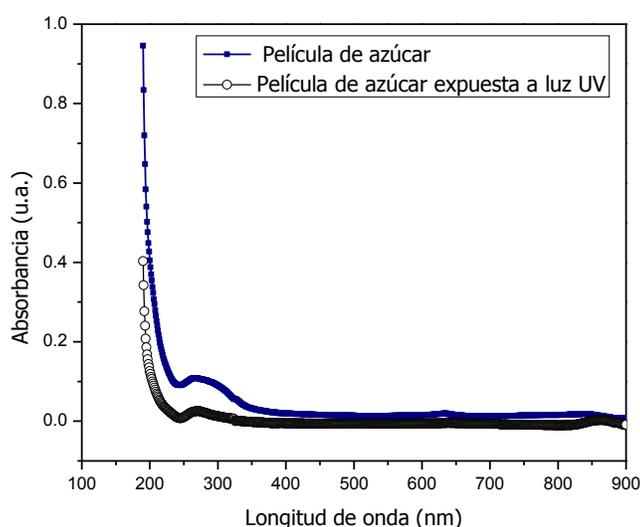


Figura 3.2. Perfil de absorción espectral de una película de azúcar antes y después de la exposición a luz UV.

La respuesta espectral sugiere que la sacarosa es apta para grabado holográfico en la región ultravioleta del espectro ya que presenta un máximo de absorción espectral a 200 nm (0,946 u.a.) seguido de una segunda banda muy pequeña entre 250 y 350 nm.

También se muestra el espectro de absorbancia de una película de azúcar expuesta a luz ultravioleta, esto con el fin de determinar cualitativamente si existen cambios en la densidad del material, los cuales pueden interpretarse como cambios en el índice de refracción antes y después de la exposición.

Aun cuando el perfil de absorbancia de ambas películas es idéntico y presentan absorción en la misma región espectral, existe una disminución de la absorción cuando la película de azúcar es sometida a luz ultravioleta. En función de esto se asume que existen cambios en la modulación de fase de la información transferida y por tanto cambios en el índice de refracción, por lo que se puede decir que los procesos de replicación holográfica en azúcar se deben a cambios en el índice de refracción del material [3.6].

3.1.1.2.- Elaboración de réplicas holográficas de baja frecuencia.

Incluye básicamente dos pasos, el primero, correspondiente a la generación del máster o mascarilla que contiene el patrón de difracción y el segundo, correspondiente a la replicación del mismo.

1. La obtención del máster consiste en la simulación de estructuras periódicas para generar patrones de difracción que corresponden a una función armónica en amplitud (hologramas de Fourier en niveles de gris) empleando programas computacionales diseñados en el Laboratorio de Materiales y Holografía del INAOE. Obtenidas dichas estructuras, se escoge una de ellas y se proyecta en el monitor de la computadora y se lleva a cabo una fotorreducción usando una cámara réflex con diafragma 5.6, película fotográfica Plus X Pan (ASA 125) y tiempos de exposición de 1/20 s. finalmente, se revela y seca la película.

El negativo seco se suele llamar mascarilla o máster de transmisión porque en él está contenido el patrón de difracción que va a ser transferido a las películas de trabajo [3.7-3.11]. La Figura 3.3 muestra un ejemplo de un master que contiene 12 rejillas de difracción en total obtenido mediante el procedimiento descrito y con

una frecuencia de 100 l/mm aproximadamente y replicado en películas de azúcares.

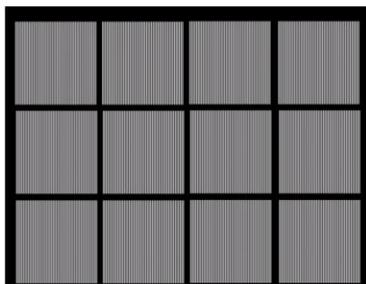


Figura 3.3. Ejemplo de un master que contiene doce rejillas senoidales generadas por computadora con una frecuencia de 100 l/mm y replicado en películas de azúcares.

2. La replicación se lleva a cabo por técnicas mecánicas conocidas como *técnicas litográficas* [3.12-3.15] y es como sigue: el negativo obtenido se coloca lo más uniforme posible y de forma alineada sobre el sustrato de vidrio que contiene la película de azúcar.

El simple contacto sustrato-master no genera replicación de la información, por lo que es necesario ejercer fricción (frotamiento) con el dedo pulgar de la mano sobre el master (en este caso se aplicó durante 10 segundos) de forma tal que se genere calor gradualmente y exista una transferencia del mismo entre película-master. Intrínsecamente intervienen también parámetros de presión.

Se dejó en contacto película-master por tiempos cortos (segundos) y al momento de retirar el master no hubo replicación, ya que la película se adhiere al master dañándolo; por lo que se realizó el mismo procedimiento en tiempos largos (minutos) y al disiparse el calor transferido por fricción se obtiene replicación del patrón de difracción pero la calidad de las réplicas es pobre y son efímeras.

Para lograr réplicas con calidad holográfica se tomó en cuenta el comportamiento

del material a la radiación UV mostrado en la Figura 3.2, por lo que inmediatamente después de colocar el master sobre la película y ejercer fricción las películas se expusieron a radiación ultravioleta, con el fin de completar el proceso de curado entre película-master. Para ello se usó una lámpara UV bajo un arreglo construido en el laboratorio de holografía con una intensidad de 7.81×10^{-4} watts/cm².

La Figura 3.4 muestra (a) técnica de replicación holográfica empleada y (b) exposición de una película de azúcar a radiación ultravioleta.



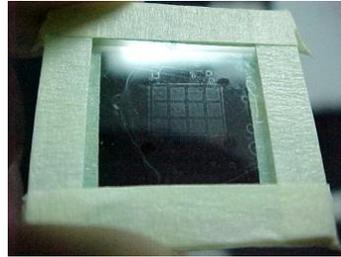
Figura 3. 4. (a) Técnica de replicación holográfica empleada, (b) Exposición de una película de azúcar a radiación ultravioleta.

Después de la exposición, se procede inmediatamente a retirar el master de la película y así las rejillas holográficas quedaran grabadas. Este se desprende poco a poco desde una esquina, de forma continua y suave hasta retirarlo completamente. El tiempo en el que se retira influye mucho en el copiado de la información, ya que se ve influenciado por la humedad ambiental, es decir, si el sistema película-master se deja mucho tiempo, absorbe humedad ambiental haciéndose hidrofílica y no existiendo replicación alguna.

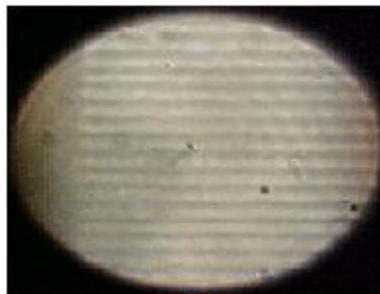
Las réplicas holográficas obtenidas no requieren ningún tratamiento químico posterior a la exposición para transformar la información contenida en la mascarilla en cambios locales de relieve e índice de refracción, es decir, no requieren procesos de revelado y fijación de imagen, son autorrevelables, pero si requieren protección del medio ambiente

dadas las condiciones hidrofílicas del material. Para ello se colocó sobre la película grabada una superficie de vidrio idéntica a la usada y se protegieron los bordes con cinta autoadhesiva. De esta forma las películas duran alrededor de dos semanas, de lo contrario solo horas.

A continuación se muestran algunos resultados experimentales:



(a)



(b)

Figura 3.5. (a) Vista simple de una réplica obtenida empleando un master de doce rejillas, (b) vista en microscopio de la microestructura registrada en (a) usando un objetivo de 10X.

3.1.1.3.- Cuantificación de la eficiencia de difracción.

Para la cuantificación de la eficiencia de difracción se emplearon rejillas de difracción (master o mascarilla), elaboradas de acuerdo al procedimiento descrito en 3.1.1.2. Se replicaron en total doce rejillas en escala de grises (Figura 3.3) en una misma película de azúcar.

Experimentalmente la cuantificación de dicho parámetro consiste en hacer incidir un

haz de luz monocromática (632 nm en nuestro caso) sobre cada una de las rejillas grabadas en la película [3.5], que se encuentra en una base micrométrica que permite realizar desplazamientos.

Como son rejillas de baja frecuencia (100 l/mm aproximadamente), los patrones de difracción tienen más de un orden de difracción, por lo que la intensidad de cada uno de ellos se determina a través de un potenciómetro (radiómetro) sintonizado a la longitud de onda de trabajo (Figura 3.6).

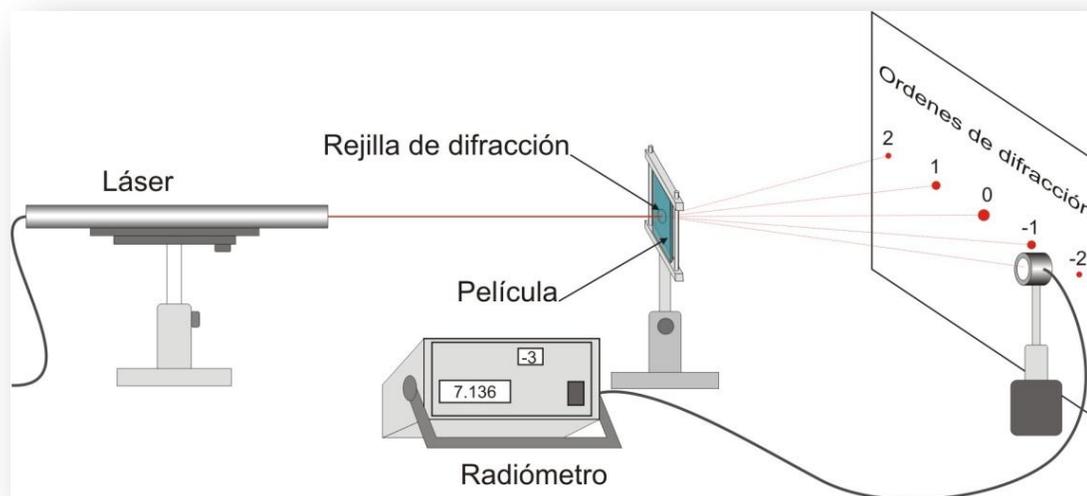


Figura 3.6. Sistema experimental para la cuantificación del parámetro de la eficiencia de difracción.

Se obtuvieron en promedio ocho órdenes de difracción por cada rejilla replicada pero solo se cuantificaron los órdenes 1 y 2 (+1, +2, -1, -2), ya que el resto presentó intensidad muy baja no contribuyendo significativamente a la cuantificación de la eficiencia de difracción.

Medidas las intensidades de los órdenes difractados, se hace uso de la ecuación 3.2 para obtener una distribución porcentual total de energía difractada [3.5]

$$\eta_A = \frac{\sum_{i=1}^i I_i}{I_0} * 100.$$

3.2

Donde: I_i es la intensidad de cada orden difractado,

I_0 es la intensidad de la radiación incidente.

La eficiencia de difracción se mide de forma básica sin consideración de pérdidas.

Los resultados obtenidos son un gráfico de eficiencia de difracción total porcentual en función de la energía de exposición UV como se muestra en la Figura 3.7. Cada punto en el gráfico es el resultado de medir la intensidad de los órdenes de difracción 1 y 2 por cada rejilla mostrada en la Figura 3.3. Por ser doce rejillas, cada punto representa el promedio de 48 puntos detectados.

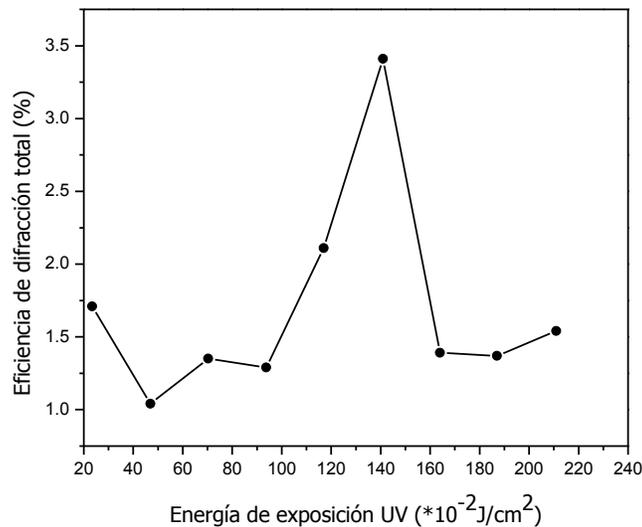


Figura 3.7. Eficiencia de difracción total para películas de azúcar.

La máxima eficiencia de difracción es del orden de 3.4 % centrada a una energía de exposición UV de $141 \times 10^{-2} \text{ J/cm}^2$ y la mínima eficiencia de difracción es del orden de 1.0 %

alcanzada a una energía de exposición UV de $23.4 \times 10^{-2} \text{ J/cm}^2$.

El comportamiento observado son máximos y mínimos parciales debido posiblemente a condiciones de la película de azúcar al entrar en contacto con el master, posiblemente en el caso de los mínimos, las películas contenían cierto porcentaje de agua que se fue eliminando con calor producido por la fricción y la exposición a luz ultravioleta siendo parcial la absorción de la misma, mientras que, en el caso contrario (máximos) la película estaba completamente seca antes del proceso de fricción, en cuyo caso al generar un gradiente de temperatura contribuye a una mejor transferencia de la información del master y por tanto una absorción completa de luz ultravioleta en el tiempo escogido.

Para establecer el posible mecanismo que ocurre cuando se replica una estructura periódica utilizando emulsiones de azúcares tenemos que la mascarilla o master empleado es un negativo de película fotográfica que contiene zonas de plata metálica (Ag^0) que al entrar en contacto con la película, ésta se alinea al master, produciéndose en consecuencia dos fenómenos: el primero, consiste en una transferencia de calor a causa de la fricción aplicada al master y el segundo, al ser irradiado con luz UV el sistema película-master se induce un proceso de curado que equivale a un rearrreglo molecular. Ambos procesos contribuyen a la replicación holográfica [3.16].

3.1.2.- Sacarosa-colorantes. Preparación y generación de películas.

Con el fin de mejorar las condiciones hidrofílicas de las películas de azúcar estas se modifican agregando a la disolución de azúcar un colorante artificial, el cual actúa también como sensibilizador del material desplazando el perfil de absorción hacia la región visible del espectro electromagnético.

Los colorantes artificiales usados fueron amarillo número 5 (tartrazina), azul número 1 (erio Glaucina) y una combinación de ambos, verde.

Las mezclas azúcar-colorantes artificiales fueron preparadas bajo condiciones de

laboratorio, establecidas con un promedio de 24.5°C de temperatura y 50 % de humedad relativa.

Se preparan mezclando 20 mililitros de disolución de azúcar con 2.66×10^{-3} mililitros del colorante artificial escogido (amarillo, azul o verde), se agitan constantemente en una plancha de calentamiento y agitación durante 30 minutos aproximadamente.

La concentración final fue de 26° Brix para disolución azúcar-colorante amarillo (etiquetada como azúcar-amarillo) y de 25° Brix para disolución azúcar-colorante verde (etiquetada como azúcar-verde).

La mezcla azúcar-colorante artificial azul fue preparada bajo las mismas cantidades que las muestras anteriores pero no fue posible realizar grabado holográfico debido a que las películas obtenidas fueron muy opacas y el registro fue muy complicado a la hora de medir las intensidades de los órdenes difractados.

La Figura 3.8 muestra la apariencia física de una película de (a) azúcar-amarillo y (b) azúcar-verde depositada sobre una superficie de vidrio.

El espesor promedio de películas de azúcar-colorante artificial fue de 30 μm .

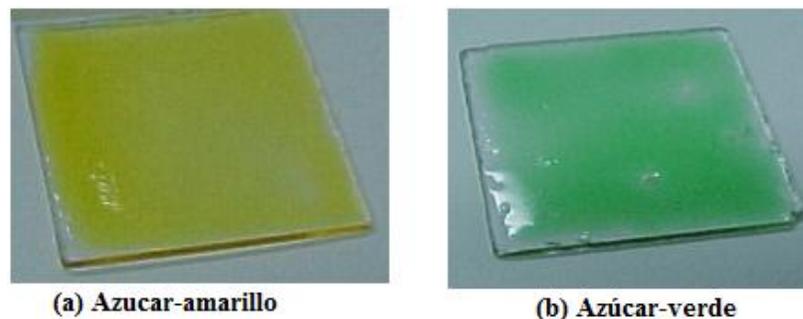


Figura 3.8. Apariencia física de películas de azúcar-colorantes depositadas sobre una superficie de vidrio.

3.1.2.1.- Análisis espectral UV-Visible.

Los espectros de absorbancia para las mezclas azúcar-colorantes se midieron empleando un espectrofotómetro Perkin Elmer. Las películas azúcar-colorante fueron depositadas en láminas de cuarzo y los colorantes por su condición de líquidos fueron depositados en celdas de cuarzo.

La Figura 3.9 muestra la curva de absorbancia en función de la longitud de onda para el colorante amarillo número 5 y para una película azúcar-colorante amarillo.

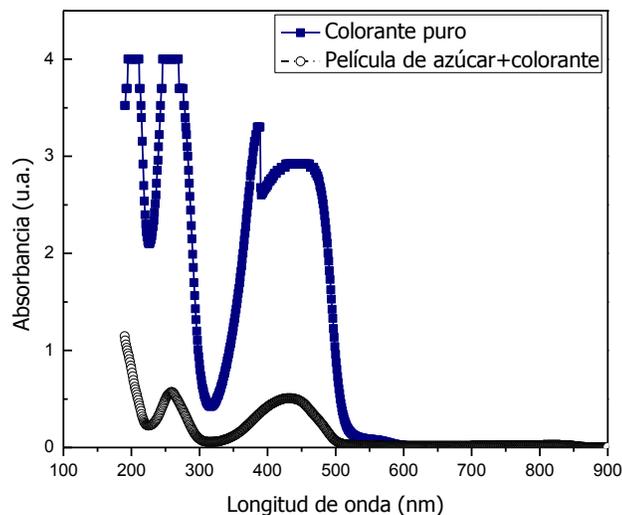


Figura 3.9. Perfil de absorción espectral del colorante artificial amarillo N° 5 y una película de azúcar sensibilizada con colorante amarillo N° 5.

El colorante presenta principalmente dos bandas de absorción, una en la región UV en el intervalo comprendido entre 200 y 260 nm aproximadamente y la segunda en la región del espectro UV visible entre 350 y 500 nm. Mientras que, para la película azúcar-colorante la curva de absorbancia sugiere que el comportamiento del material permite grabado holográfico tanto en la región espectral ultravioleta como en la región espectral

visible. Al comparar con la Figura 3.2 se observa un ligero incremento en la banda de absorción de la disolución estándar y la absorbancia del colorante se ve un tanto disminuida debido a la mezcla con azúcar.

La Figura 3.10 muestra la curva de absorbancia en función de la longitud de onda para el colorante verde presentando dos bandas de absorción en la región ultravioleta, desde 190 a 350 nm; seguida de una banda ancha entre 350 y 500 nm y finalmente una banda de absorción entre 550 y 700 nm. A su vez la curva en línea punteada representa la absorbancia para la mezcla azúcar-colorante verde, presentando bandas de absorción de en la región UV seguido de tres bandas de absorción en la región visible.

En ambos casos los perfiles de absorbancia sugieren que las réplicas holográficas pueden realizarse aplicando luz ultravioleta o luz láser con longitudes de onda entre 400 y 600 nm para completar los procesos de curado del sistema película-master.

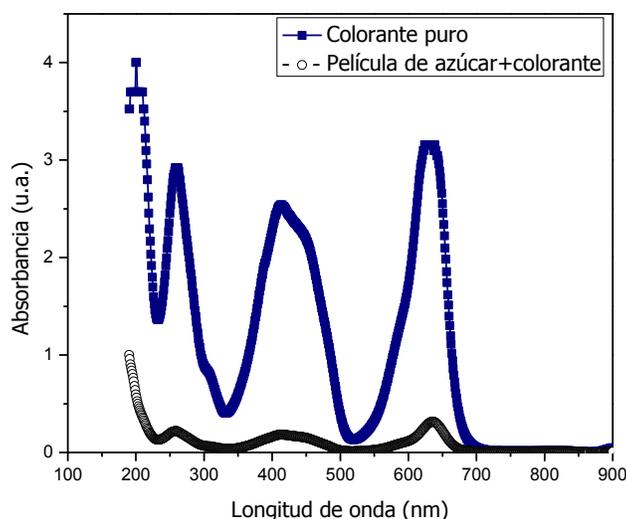


Figura 3.10. Perfil de absorción espectral del colorante artificial verde y una película de azúcar sensibilizada con colorante verde.

3.1.2.2.- Elaboración de réplicas holográficas de baja frecuencia.

Se elaboraron bajo el mismo procedimiento descrito para películas de azúcar.

La Figura 3.11 muestra una microfotografía de una estructura periódica grabada en una película azúcar-colorante observada en un microscopio.

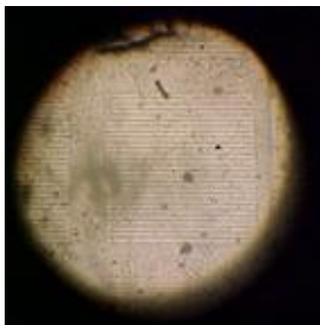


Figura 3.11. Microfotografía de una vista en microscopio usando un objetivo 10X de una estructura periódica grabada en una película azúcar-colorante.

Las réplicas holográficas son autorrevelables y fueron protegidas de la humedad de la misma forma descrita para réplicas de azúcar permaneciendo aproximadamente seis semanas. Estas son un poco menos hidrofílicas que las réplicas de azúcar.

3.1.2.3.- Cuantificación de la eficiencia de difracción.

La Figura 3.12 muestra un gráfico de la variación de la eficiencia de difracción total porcentual en función de la energía de exposición ultravioleta. Cada punto corresponde a la medida de la intensidad de los dos primeros órdenes de difracción en un arreglo de 12 rejillas.

Al comparar los perfiles obtenidos para la eficiencia de difracción de películas de azúcar con los perfiles obtenidos para películas de azúcar-colorantes se puede observar que existe un ligero incremento en el parámetro de eficiencia de difracción usando colorantes artificiales y que de los dos colorantes artificiales usados el que representa un

mejor comportamiento es el colorante verde.

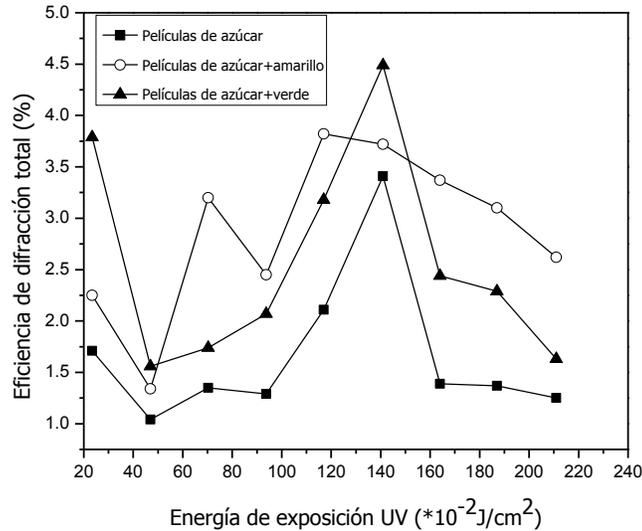


Figura 3.12. Eficiencia de difracción total para películas de azúcar y azúcar-colorantes.

Se obtuvo un máximo de eficiencia de difracción total de 3.8 % a una energía de exposición ultravioleta de $117 \times 10^{-2} \text{ J/cm}^2$ usando el colorante amarillo, mientras que, usando el colorante verde se obtuvo un máximo de 4.5 % de eficiencia de difracción total a una energía de $141 \times 10^{-2} \text{ J/cm}^2$, máximo alcanzado al mismo punto donde se alcanza el máximo para películas de azúcar que fue de 3.4 %.

El ligero incremento que se obtiene posiblemente se deba a la excitación de electrones π que se encuentran distribuidos en toda la molécula de colorante (Figuras 2.8 y 2.9), que en el caso del verde se incrementa puesto que es una combinación de azul y amarillo. Dado que dichos electrones se encuentran localizados a lo largo de toda la estructura molecular, al absorber energía la molécula, estos son los primeros en excitarse y moverse libremente a través de la cadena por medio de resonancia electrónica causando el desplazamiento relativo de la carga electrónica y generando una especie de campo magnético que puede transmitir energía a otras moléculas o sistemas afines a dicho campo [3.17], tales como el sistema azúcar-agua. Es de resaltar que la energía

suministrada por la lámpara usada no es relativamente fuerte de forma tal que pueda activar todo el sistema.

3.1.3.- Jarabe de maíz. Preparación y generación de películas.

Dada la composición química del jarabe de maíz Karo® [3.18] se escogió como material para grabado holográfico mediante réplicas holográficas de baja y alta frecuencia.

Para obtener las películas de jarabe de maíz se empleó el siguiente procedimiento:

1.5x10⁻³ mililitros de jarabe de maíz Karo® se depositan sobre sustratos de vidrio (vidrio portaobjetos de 2.5 x 2.5 cm previamente limpios), se colocan en el spinner por espacio de 10 segundos (600 rpm) y se suministra aire frío a través de un ventilador de pared durante 15 minutos, con el propósito de eliminar moléculas de agua y a su vez proporcionar secado de las películas.

Las condiciones medioambientales de trabajo fueron de 23°C y 43 % de humedad.

El espesor de las películas se determina empleando el mismo método descrito para películas de azúcar. En promedio fue de 35 µm a 40 µm.

La determinación del índice de refracción para estas películas tampoco pudo determinarse de forma convencional dado el inconveniente de alta birrefringencia que presentan las películas de azúcares.

Sin embargo, experimentalmente se determinó el índice de refracción del jarabe de maíz Karo® líquido usando para ello un refractómetro Abbe modelo Vista C10 equipado con un termómetro (0-70°C) y tomando como base la línea del sodio ($N_d = 1.5164$). Para la calibración se usó agua destilada ($n_D^{20} = 1.3320$). Las medidas se realizaron tomando una porción de diez mililitros de jarabe de maíz Karo® en un frasco erlenmeyer que se sumergió en un baño de agua termostatado (evitando siempre la penetración de humedad o vapor de agua al interior de la muestra); frente al prisma del refractómetro se

colocó una fuente de luz blanca con el fin de lograr incrementos de temperaturas, al lograrlo se colocó una gota de muestra sobre el prisma del refractómetro y se hizo lectura del índice de refracción [3.19].

La Figura 3.13 muestra la tendencia decreciente de los valores de índice de refracción (1.48 a 1.46) en función del aumento de temperatura de 5 a 60°C; por encima de esta temperatura existe descomposición del jarabe de maíz. También muestra un ajuste polinomial realizado que demuestra que la curva experimental se ajusta a un polinomio cuadrático.

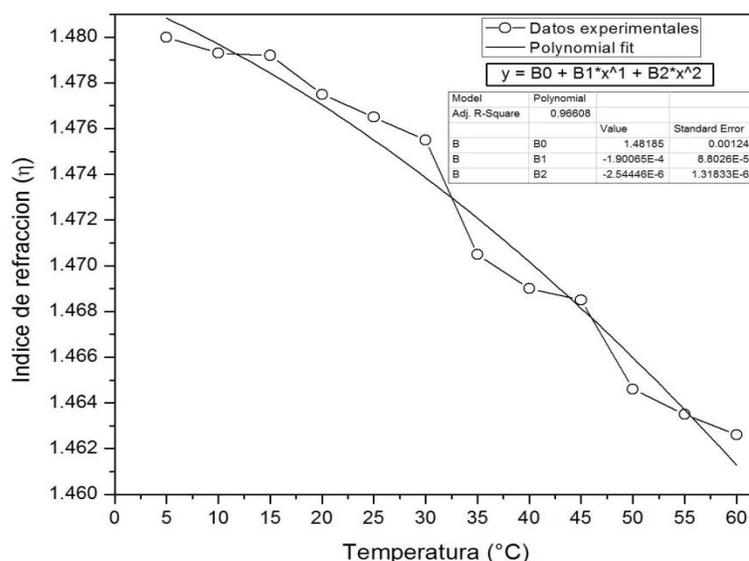


Figura 3.13. Perfil del índice de refracción en función de la temperatura para jarabe de maíz Karo®.

3.1.3.1.- Análisis espectral UV-Visible.

La Figura 3.14 muestra el comportamiento espectral como una función de la longitud de onda para una película de jarabe de maíz antes y después de la exposición a luz UV medidos con un espectrofotómetro Perkin Elmer Lambda 3B UV-Visible.

El perfil espectral sugiere que la película de jarabe de maíz cambia la absorbancia al aplicar luz ultravioleta, puesto que su comportamiento respecto al original presenta una

disminución en la absorción, lo que cualitativamente indica que es un material apto para grabado con modulación de fase, es decir a través de una modulación en el índice de refracción.

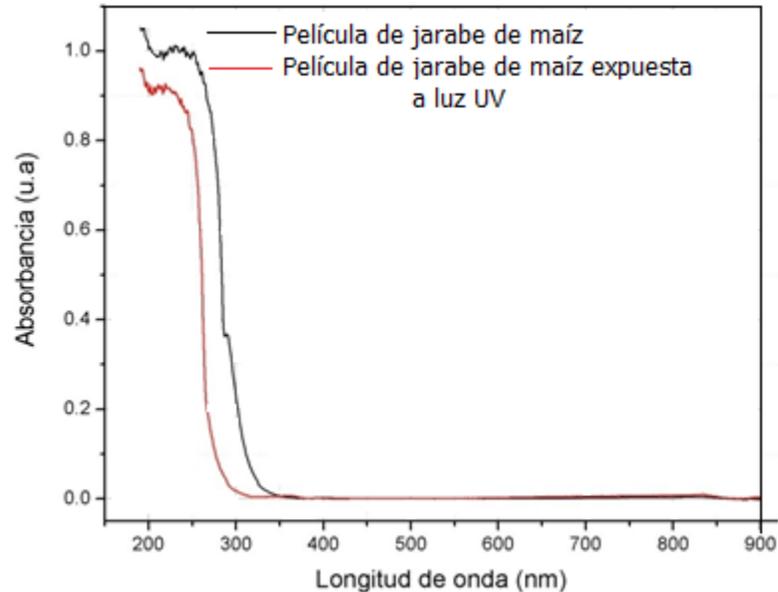


Figura 3.14. Perfil de absorción espectral de una película de jarabe de maíz antes y después de la exposición a luz UV.

3.1.3.2.- Elaboración de réplicas holográficas de baja y alta frecuencia.

1. Una vez obtenida la película de jarabe de maíz se coloca el master (negativo) generado por computadora con una frecuencia de 100 l/mm y con un arreglo de doce rejillas en total (Figura 3.3) y se ejerce una fricción suave con el dedo pulgar de 10 segundos aproximadamente.

2. Las películas con el máster fueron sometidas a radiación UV haciendo uso de la lámpara UV con intensidad de 7.81×10^{-4} watts/cm².

3. Después de la exposición, el máster es retirado de acuerdo al mismo procedimiento descrito para réplicas de azúcar y las rejillas quedan grabadas en las

películas.

La Figura 3.15 (a) se muestra un patrón de difracción simétrico con nueve ordenes de difracción reconstruido con un láser con $\lambda = 632$ nm. También se replicaron hologramas de Fourier tales como el logo de INAOE y algunos otros con ciertas leyendas usando película fotográfica Plus X-Pan y reconstruidos con un láser con $\lambda = 530$ nm mostrados en la Figura 3.15 (b) y (c).

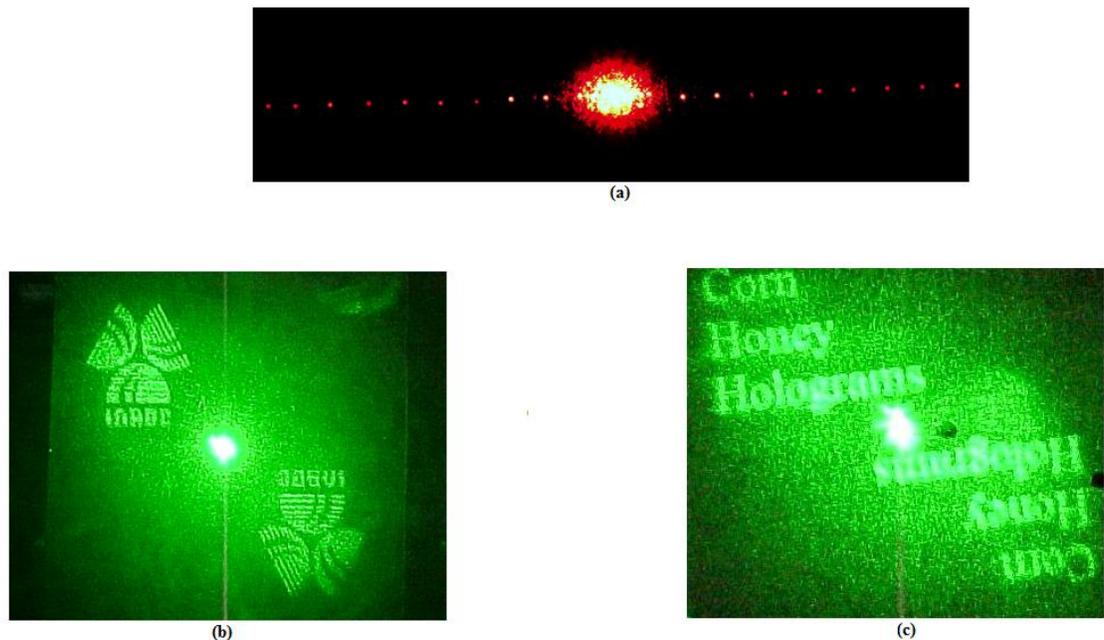


Figura 3.15. (a) Reconstrucción óptica de un patrón de difracción simétrico grabado en una película de jarabe de maíz, (b) reconstrucción óptica de un holograma con logo INAOE y (c) reconstrucción óptica de un holograma con leyenda.

El proceso de protección de las réplicas consistió en colocar una superficie de vidrio idéntica al sustrato que contiene la película de jarabe de maíz y colocar cinta autoadhesiva en los bordes, tal como se hizo con las réplicas de azúcar. Para intentar una mayor protección de la humedad ambiental se ideó guardarlas en una caja de plástico resistente con tapa y en un lugar seco permaneciendo alrededor de seis semanas.

Las réplicas holográficas de alta frecuencia se obtuvieron empleando un patrón holográfico comercial de Digital Optics™ Corp. [3.20] siguiendo el mismo procedimiento descrito anteriormente. Fueron protegidas en la misma caja pero sin colocar una superficie de vidrio sobre ellas durando meses.

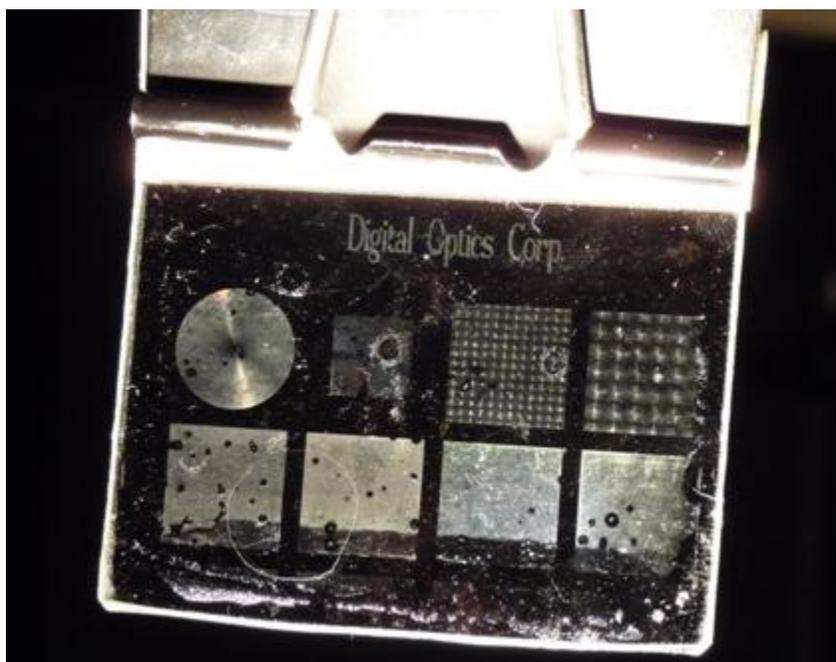


Figura 3.16. Réplica de un patrón holográfico de alta frecuencia grabado en una película de jarabe de maíz.

3.1.3.3.- Cuantificación de eficiencia de difracción.

La Figura 3.17 muestra el gráfico de eficiencia de difracción total porcentual en función de la energía de exposición UV para las réplicas obtenidas en películas de jarabe de maíz. Se midió solo la intensidad de los órdenes de difracción uno y dos de doce rejillas de difracción de baja frecuencia.

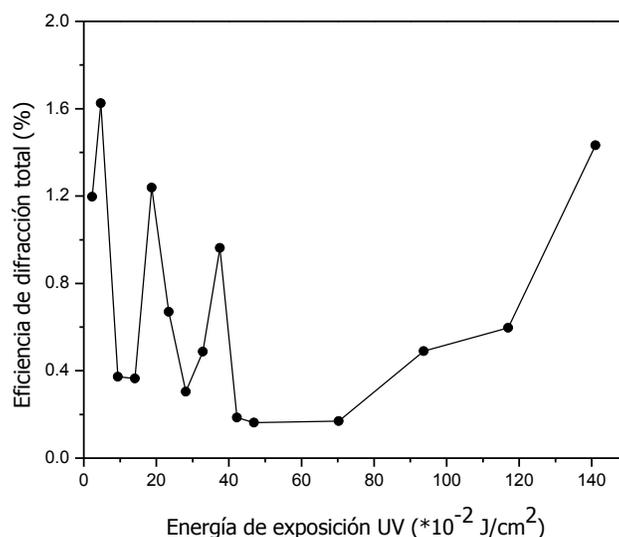


Figura 3.17. Eficiencia de difracción total para películas de jarabe de maíz.

En estas películas se lograron replicar patrones de difracción con hasta doce órdenes por lo que existe una distribución de energía en toda la película y aun cuando los primeros ordenes son los de mayor intensidad, estos se ven afectados por dicha distribución y por tanto la eficiencia de difracción es considerablemente baja siendo el máximo valor alcanzado de 1.62 % a una energía de exposición UV baja también.

3.2.- MATERIALES HIDROFÓBICOS.

Dado el alto porcentaje de absorción de humedad (hidrofilicidad) y el bajo porcentaje de eficiencia de difracción que presentan las películas de azúcar, azúcar-colorantes y jarabe de maíz se procedió a incluir algunos compuestos químicos que actúen como gelificantes tales como la pectina cítrica y la vainilla. La inclusión de ambas a la disolución de azúcar permite un incremento en la viscosidad de la mezcla, una disminución de los procesos de cristalización tanto en la mezcla como en las películas, por tanto el proceso de

replicación es más óptimo; viéndose reflejado en un aumento en el parámetro de eficiencia de difracción y en una mayor estabilidad de las réplicas en el tiempo.

3.2.1.- Sacarosa hidrofóbica. PSV. Preparación y generación de películas.

La mezcla azúcar-pectina-vainilla se denominó PSV (por sus siglas en inglés) y se preparó mezclando 1.0 gramo de pectina cítrica, 30 gramos de azúcar y 4.0 gramos de vainilla. El procedimiento es:

En un vaso de precipitado se calientan 100 ml de agua hasta alcanzar 82°C (punto de ebullición de la pectina cítrica [3.21]), un poco antes de alcanzar el proceso de ebullición se agrega la cantidad exacta de pectina cítrica, se continúa calentando y ahora agitando (mediante agitación magnética) hasta obtener una suspensión. Se adiciona la cantidad de azúcar previamente macerada y se continúa el proceso de calentamiento y agitación hasta que esta se disuelva completamente, se filtra con el objetivo de eliminar impurezas. Finalmente, se agrega la cantidad de vainilla, se reduce la temperatura a unos 30°C y se continúa agitando por espacio de una hora aproximadamente hasta obtener una disolución viscosa.

Las películas se obtuvieron mediante el procedimiento descrito:

1.5×10^{-1} mililitros de la mezcla se agregan a superficies de vidrio portaobjetos, se distribuyen uniformemente aplicando centrifugado (600 rpm y 2 segundos) y finalmente se secan por 3 minutos en una estufa de secado graduada a 60°C.

Las condiciones de trabajo fueron condiciones relativas de laboratorio con un promedio de 19.5°C y 43 % de humedad.

El espesor promedio fue de aproximadamente 25 μm .

3.2.1.1.- Análisis espectral UV-Visible.

Se realizó el espectro de absorción de una película de PSV antes y después de la

exposición a luz UV, como se muestra en la Figura 3.18. Se determinaron empleando un espectrofotómetro Perkin Elmer Lambda 3B UV-Visible.

La película PSV antes de la exposición a radiación UV presenta un máximo de absorción de 1.6 u.a. en 190 nm, mientras que, PSV irradiado con luz ultravioleta presenta el máximo de absorción en 1.9 u.a. a la misma longitud de onda. Se observa también una pequeña banda de absorción entre 250 nm y 350 nm. Estos cambios cualitativos pueden interpretarse como cambios a través de la modulación de fase en el material ya que después de la exposición se alcanzan valores del orden de 70 a 80 % de absorbancia.

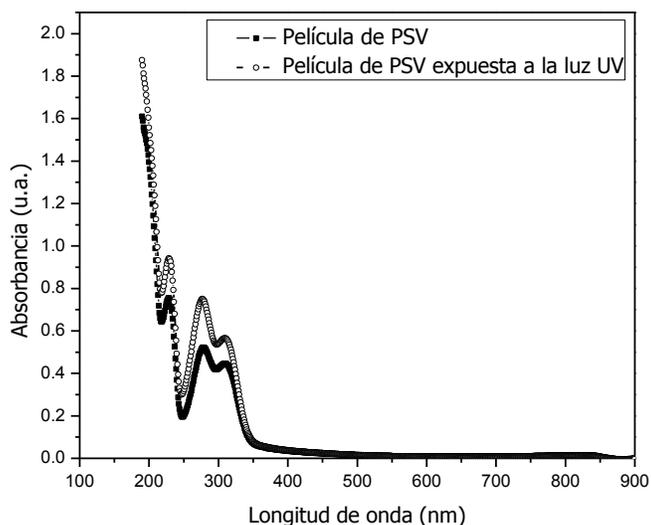


Figura 3.18. Perfil de absorción espectral de una película de azúcar hidrofóbica antes y después de la exposición a luz UV.

3.2.1.2.- Elaboración de réplicas holográficas de baja frecuencia.

La técnica aplicada consiste en la modulación por computadora de estructuras periódicas para generar patrones de difracción, tomar una fotografía de la imagen y obtener un negativo con una reducción de 20 veces en películas Plus X-Pan. El

procedimiento seguido es colocar el master sobre la emulsión y exponer a radiación ultravioleta usando una lámpara de 7.81×10^{-4} watts/cm² de intensidad. Finalmente se obtienen las réplicas al retirar el master una vez concluido el tiempo de exposición.

La Figura 3.19 muestra algunos resultados obtenidos en películas hidrofóbicas de azúcar. Estos se refieren a una microfotografía de una rejilla de difracción grabada y la correspondiente reconstrucción óptica usando un láser rojo ($\lambda = 632$ nm). La modulación muestra cambios de densidad en el material pudiéndose interpretarse como cambios en el índice de refracción y la reconstrucción muestra un patrón de difracción simétrico.

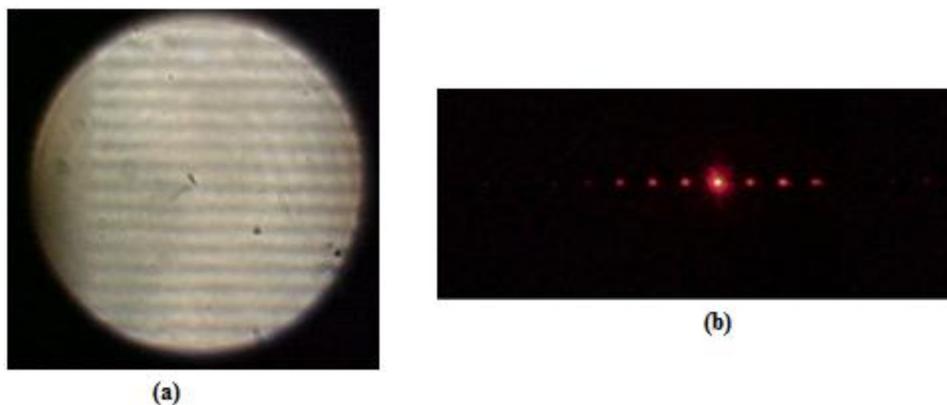


Figura 3.19. (a) Microfotografía de una rejilla de difracción grabada en una película de azúcar hidrofóbica, (b) patrón de difracción simétrico de (a).

Estas películas por ser hidrofóbicas son más estables en el tiempo, no se les protegió colocando superficies de vidrio sobre ellas sino que fueron guardadas en una caja de plástico resistente, cerrado y en un lugar seco, logrando permanecer alrededor de dos meses.

3.2.1.3.- Cuantificación de eficiencia de difracción.

La Figura 3.20 muestra el perfil de eficiencia de difracción total porcentual de 12 rejillas grabadas en películas de azúcar hidrofóbica variando la energía de exposición

ultravioleta en un intervalo de $4.69 \times 10^{-2} \text{ J/cm}^2$ a 1.87 J/cm^2 . Solo se tomó en cuenta los dos primeros órdenes difractados, ya que son los de mayor intensidad. Cabe resaltar que por ser rejillas de baja frecuencia se lograron grabar más de dos órdenes de difracción.

La máxima eficiencia de difracción que se obtiene es de 20.4 % a una energía de exposición UV de $141 \times 10^{-2} \text{ J/cm}^2$, mientras que la mínima se alcanza a una energía de $4.69 \times 10^{-2} \text{ J/cm}^2$.

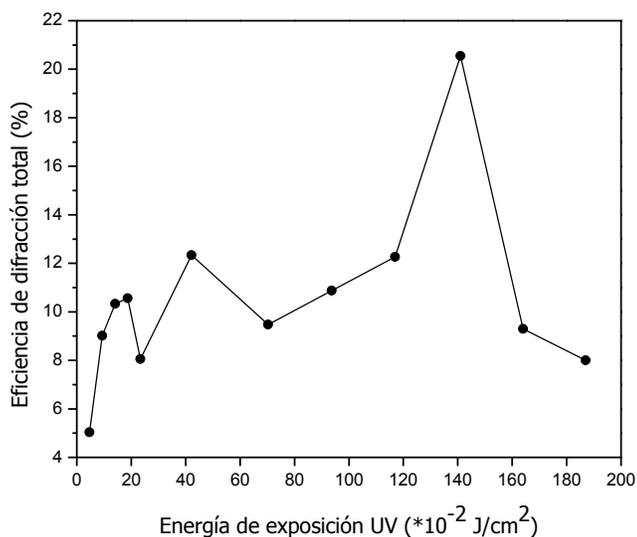


Figura 3.20. Eficiencia de difracción total para películas de azúcar hidrofóbica

3.2.2.- PSV-colorantes. Preparación y generación de películas.

De acuerdo al incremento obtenido en el parámetro de eficiencia de difracción en películas de azúcar-colorantes artificiales, se decidió adicionar el colorante artificial azul (erioglaucina) al biopolímero de PSV.

La mezcla se obtiene simplemente agregando 0.35 gramos de colorante a la mezcla de PSV una vez preparada.

Las películas se obtienen agregando 1.5×10^{-1} mililitros de la mezcla sobre vidrios portaobjetos previamente limpios y precalentados por un minuto, se distribuyen por medio de centrifugado y se llevan a la estufa a 60°C por tres minutos.

El espesor promedio de películas de PSV-colorante fue de $25 \mu\text{m}$ aproximadamente.

3.2.2.1.- Análisis espectral UV-Visible.

La Figura 3.21 muestra el perfil de absorbancia de PSV-colorante con las correspondientes bandas del biopolímero (190-300 nm) y las bandas correspondientes a la zona de sensibilización del colorante en la región visible, específicamente entre 400 y 632 nm.

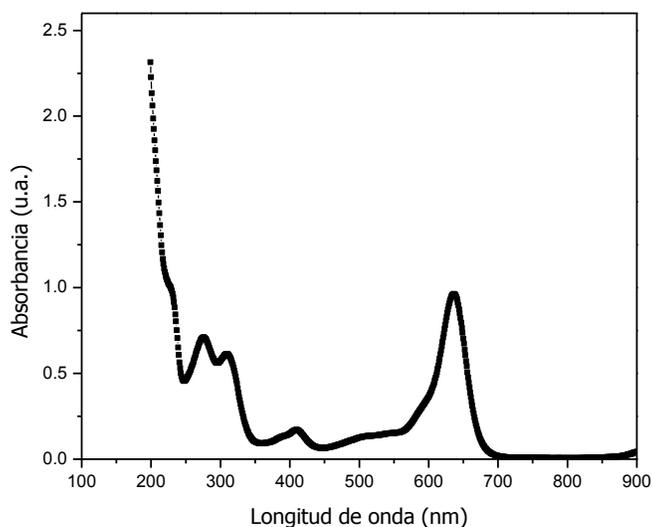


Figura 3.21. Perfil de absorción espectral de PSV sensibilizado con colorante azul.

3.2.2.2.- Elaboración de réplicas holográficas.

Se realizan bajo el mismo procedimiento descrito para películas de PSV.

3.2.2.3.- Cuantificación de la eficiencia de difracción.

La reconstrucción física en este caso se llevó a cabo empleando una longitud de onda de 532 nm (láser verde) y se determinó nuevamente la intensidad de los dos primeros órdenes de difracción de doce rejillas de difracción.

Los resultados muestran un incremento considerable en la eficiencia de difracción, obteniéndose un máximo de 34 % a la misma energía de exposición que se obtuvo para réplicas de PSV ($141 \times 10^{-2} \text{ J/cm}^2$).

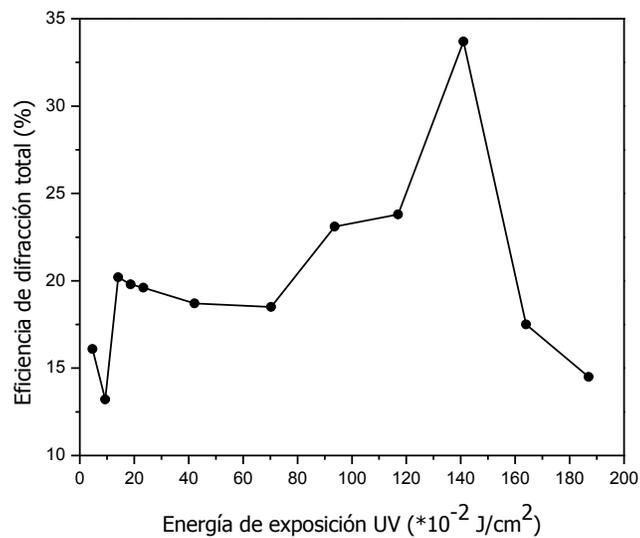


Figura 3.22. Eficiencia de difracción total para películas de azúcar hidrofóbica sensibilizadas con colorante artificial azul.

Resumen

Se logró establecer un método experimental para la generación de películas usando emulsiones a base de azúcar y realizar grabado holográfico por replicación mediante técnicas litográficas, empleando para ello masters de baja frecuencia espacial generados por computadora y realizados en película fotográfica Plus X-Pan. Este método experimental permitió obtener películas altamente transparentes con control de procesos de cristalización al momento del grabado.

A través del análisis espectral de absorción molecular se puede decir cualitativamente que tanto la sacarosa como el jarabe de maíz se comportan como materiales de fase, es decir los procesos de grabado ocurren con una modulación de fase, a través de cambios en el índice de refracción.

Para la replicación de la información contenida en el master es necesaria la aplicación de una suave fricción manual y luz UV.

Una ventaja a resaltar de los materiales presentados en este capítulo es que son autorrevelables, disminuyendo así gastos en procesos de revelado y fijación de la imagen que en algunos casos pueden deteriorarla o disminuir la calidad de la misma. Sin embargo, es necesaria la protección medioambiental dada la característica de hidrofiliidad que presenta la sacarosa y en menor grado el jarabe de maíz.

No obstante, una modificación de la matriz hacia su carácter hidrofóbico mejora considerablemente las condiciones de grabado y por tanto un aumento considerable en el parámetro de eficiencia de difracción y en el tiempo de vida de las réplicas obtenidas.

Un punto a resaltar del jarabe de maíz Karo® es que puede grabar bastante bien rejillas holográficas de alta frecuencia perdurando considerablemente en el tiempo.

Referencias

[3.1] Reiser P., Birch G. G. and Mathlouthi M., [Sucrose Properties and Applications], ed. por M. Mathlouthi y P. Reiser, 1st ed., Chapman & Hall, Gran Bretaña, Cap 8, pp. 186-222 (1995), ISBN: 0-7514-0223.

[3.2] Grado Brix, Disponible en <http://www.es.wikipedia.org>.

[3.3] Manual de Instrucciones refractómetro digital de mano. Cat. N 3810, -S04. Disponible en <http://www.atago.net>

[3.4] Toxqui-López S., Replicación de Hologramas en Polímeros Autorrevelables, Tesis de Doctorado en Ciencias INAOE, Puebla, México, pp. 89-93 (2007).

[3.5] Altamirano Aguilar J. H. y Martí López L., [Holografía Básica], 1^a ed., Dirección de publicaciones Tresguerras, México, p. 62 (2004), ISBN: 970-36-0164-2.

[3.6] Ponce-Lee E. L. et al, "Sugar (sucrose) holograms", *Opt. Mat.*, **26**, 5-10 (2004).

[3.7] Juárez-Pérez J. L., et al, "Nonredundant calculation for creating digital Fresnel holograms", *Appl. Opt.*, **36**, 7437-7443 (1997).

[3.8] Juárez-Pérez J. L., et al, "Digital and optical image form computer simulated Fresnel holograms", *Rev. Mex. Fis.*, **44**, 559-563 (1998).

[3.9] Lohmann A. W., Paris D. P., "Binary Fraunhofer holograms generated by computer", *Appl. Opt.*, **6**, 1739-1748 (1967).

[3.10] Lee W. H., "Sample Fourier transform hologram generated by computer", *Appl. Opt.*, **9**, 639-643 (1970).

[3.11] Frère Ch., et al, "Computer generated hologram three-dimensional objects composed of line segments", *JOSA A*, **3**, 726-730 (1986).

[3.12] Olivares-Pérez A., "Procedure for producing uniform layer of photoresist for holographic applications", *Opt. Eng.*, **32**, 1257-1260 (1993).

[3.13] Olivares-Pérez A., et al, "Effects on profile depth of changes in the thickness of the phototresist layers", *Appl. Opt.*, **33**, 2043-2047 (1994).

[3.14] Pinto-Iguanero B., et al, "Holographic material film composed by Norland Noa 65[®] adhesive", *Opt. Mat.*, **20**, 225-232 (2002).

[3.15] Pinto-Iguanero B., et al, "Non-hydroscopic vanilla doped dichromated gelatin holographic material", *Opt. Mat.*, **22**, 397-404 (2003).

[3.16] Collier R. J., Burckhardt C. B. and Lin L. H., [Optical Holography], Academic Press, New York, USA, Chapter 10, pp. 280-309 (1971).

[3.17] Morrison R. and Boyd R., [Química Orgánica], 5^{ta} ed., Pearson Addison Wesley, Mexico, Cap. 1, pp. 28-29 (1998), ISBN: 968 444 340 4.

[3.18] Stamper G., Difference between Corn Syrup & Karo Syrup. Disponible en

http://www.ehow.com/facts_5799227_difference-corn-syrup-karo-syrup.html.

[3.19] Miel de abejas - Determinación del contenido de agua, Norma chilena NCh 3026-2006, pp. 1-4 (2006). Disponible en: <http://www.chilealimentos.com>

[3.20] Digital Optics Corporation. Disponible en: <http://www.doc.com>

[3.21] Valdés Martínez S. E., [Química de los Alimentos], ed. por Badui Dergal S., 4ª ed., Pearson Addison Wesley, México, Cap. 2, pp. 29-109 (2006), ISBN: 970-26-0670-5.

Grabado holográfico en sacáridos y edulcorante

Dado que es de interés en esta investigación lograr grabado holográfico mediante interferencia óptica en biomoléculas de azúcares como la sacarosa y sus componentes principales, los monosacáridos, glucosa y fructosa, así como en un edulcorante como el jarabe de maíz, este capítulo muestra la técnica empleada para tal fin, describiendo el proceso experimental para la obtención de películas, el grabado holográfico y la modulación del material a través del parámetro de eficiencia de difracción.

También es de interés realizar la investigación empleando un agente fotosensibilizador no tóxico (citrato férrico amónico) con el fin de crear un nuevo lineamiento dentro del Laboratorio de Materiales y Holografía del INAOE. De forma paralela se realiza el estudio usando un agente fotosensibilizador tóxico ampliamente conocido en el campo de la holografía como lo es el dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$).

Para el estudio holográfico empleando dicromato de potasio se fotosensibilizaron películas de jarabe de maíz, glucosa y fructosa. Mientras que, para el estudio holográfico empleando citrato férrico amónico se fotosensibilizaron películas de sacarosa, glucosa y fructosa.

4.1.- Jarabe de maíz sensibilizado con dicromato de potasio.

La sal dicromatada más atractiva para la fotosensibilización de materiales holográficos es el dicromato de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dada su alta solubilidad en agua, permitiendo introducir grandes cantidades de la misma y por tanto aumentar la fotosensibilidad espectral [4.1]. Sin embargo, éste no pudo emplearse para la fotosensibilización de películas de jarabe de maíz dado que fue imposible obtener una mezcla óptima (sin problemas de homogenización y cristalización) para la preparación de películas, razón por la que se usó dicromato de potasio.

4.1.1.- Preparación de mezcla y generación de películas.

Con el fin de obtener la mezcla óptima de trabajo se realizan cuatro muestras en las que permanece constante la cantidad de jarabe de maíz (10 mililitros) y se varió la cantidad de dicromato de potasio desde 1 % en peso hasta 4 % en peso (tomando en cuenta el peso total de muestra correspondiente a jarabe de maíz-agua). Se agrega 1 mililitro de agua para facilitar la homogenización de las muestras. El mezclado se lleva a cabo en una plancha de calentamiento y agitación magnética. Por encima de 4 % existen problemas de homogenización en la muestra, es decir se presenta precipitación.

La muestra que presentó mejor homogenización sin problemas de precipitación y cristalización en el tiempo es la correspondiente a mezclar 10 mL de jarabe de maíz Karo, 1 mL de agua y 3 % p/p (0.33 g) de dicromato de potasio (Meyer Chemical Co., A.C.S. Reactivo [2025-100], Pureza 99.7%, peso molecular: 94.18 g/mol, cristales $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

Dado que el dicromato de potasio en solución tiene carácter ácido y/o básico en el tiempo [4.2], se determinó el pH de la muestra minutos después de preparada y cuatro semanas después que es el tiempo promedio de duración de la muestra. Se emplea un pHmetro (conductronics pH15[®]), y se usa como patrón de referencia un buffer pH 7.

Tabla 4.1. pH para muestras de jarabe de maíz dicromatado.

Mezcla de jarabe de maíz dicromatado recién preparada	4.73
Mezcla de jarabe de maíz dicromatado después de 4 semanas de preparada	7.53

Generación de películas de jarabe de maíz dicromatado.

Como sustrato se utilizan placas de vidrio portaobjetos de 5x5 cm. La elaboración de películas es similar a las preparadas para replicación holográfica:

1. Sobre el sustrato de vidrio se colocan 4.0×10^{-1} mililitros de la mezcla preparada y se esparce sobre la superficie con ayuda de un gotero.
2. Se deja reposar la película por 15 minutos.
3. Se lleva al spiner por 10 segundos aplicando 600 rpm con el fin de lograr una película lo más uniforme posible.
4. Se coloca en una estufa de secado a 70°C durante 45 minutos para extraer el mayor contenido de agua posible atrapado en la película.
5. Finalmente se deja a temperatura ambiente por 5 minutos.

Las condiciones de trabajo fueron condiciones de laboratorio con un promedio de 25°C de temperatura y 42 % de humedad relativa y el espesor promedio de estas películas fue de 122 μm .

4.1.2.- Grabado holográfico. Arreglos Interferométricos.

El dicromato de potasio presenta sensibilización espectral en la región del visible, específicamente entre 400 y 550 nm [4.3] por lo que las películas de jarabe de maíz dicromatado presentaran bandas de absorción tanto en la región UV como visible del

espectro electromagnético. En función de ello se escogieron dos longitudes de onda para el grabado holográfico de dichas películas, la primera correspondiente a 473 nm y la segunda correspondiente a 530 nm. Ambos arreglos interferométricos se basan en el principio de división de amplitud [4.4].

El primer arreglo interferométrico ilustrado en la Figura 4.1 corresponde al montaje para grabado holográfico empleando la longitud de onda de 473 nm. Consiste en un haz de luz monocromática dirigido a una lente y un prisma encargado de la división de amplitud, los dos haces resultantes se superponen e inciden en el medio de registro (película de jarabe de maíz dicromatado) donde se forma el patrón de interferencia.

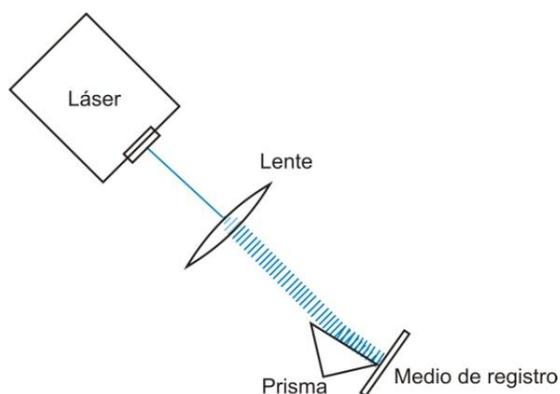


Figura 4.1. Arreglo interferométrico usado para el grabado de rejillas holográficas en películas de jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 473 nm.

El segundo arreglo interferométrico corresponde al grabado holográfico empleando la longitud de onda de 530 nm y se ilustra en la Figura 4.2. Consiste en un haz de luz monocromática (con potencia de salida de 100 mW) que da a un prisma divisor de haz, los dos haces resultantes se dirigen uno hacia el espejo 1 y otro hacia el espejo 2, finalmente se superponen e inciden en un punto localizado de la película fotosensible formando el patrón de interferencia.

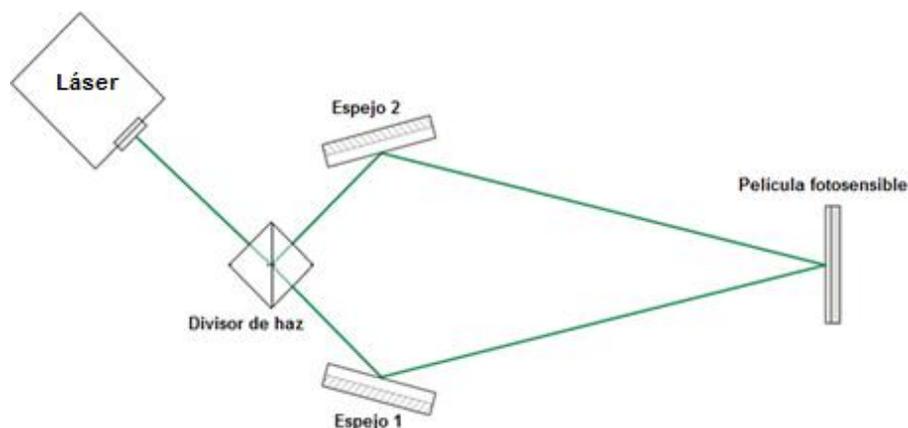


Figura 4.2. Arreglo interferométrico usado para el grabado de rejillas holográficas en películas de jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 530 nm.

Cabe mencionar que las películas obtenidas no necesitan procesos de revelado y fijación de la imagen grabada al igual que las réplicas holográficas. Se protegieron guardándolas en una caja cerrada de plástico resistente y el tiempo promedio de duración es de dos meses.

La Figura 4.3 muestra una fotografía de una rejilla de difracción grabada en una película de jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 473 nm y vista en un microscopio usando un objetivo 10X y el patrón de difracción de dicha rejilla holográfica observado con luz blanca.

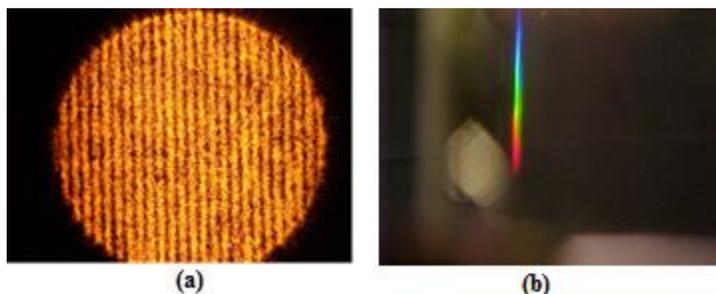


Figura 4.3. (a) Rejilla de difracción grabada en una película de jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 473 nm y vista en un microscopio usando un objetivo 10X, (b) patrón de difracción de (a) reconstruido con luz blanca.

4.1.3.- Cuantificación de la eficiencia de difracción.

Experimentalmente este parámetro se determina de la misma forma descrita en el Capítulo 3 (sesión 3.1.1.3), determinando solo la intensidad de difracción del orden uno (+1,-1). Se determinó de forma básica sin considerar ningún tipo de pérdidas.

Se estudió la evolución de dicho parámetro en un intervalo de 0 a 96 horas. Cero horas corresponde a medir la intensidad del orden uno difractado el mismo día de haber realizado el grabado.

Los resultados obtenidos de dicho parámetro se muestran a continuación y están en función de la longitud de onda empleada para el registro holográfico.

4.1.3.1.- Grabado con longitud de onda de 473 nm.

La Figura 4.4 muestra la evolución de la eficiencia de difracción porcentual a primer orden en función de la energía de exposición de películas de jarabe de maíz sensibilizadas con dicromato de potasio. De acuerdo al gráfico puede observarse que la eficiencia de difracción es proporcional al tiempo después de realizado el grabado, debido posiblemente a que se generan cargas electrostáticas en el proceso de grabado que se estabilizan en el tiempo, obteniendo así un máximo porcentual de 4.0 % después de 96 horas de realizado el grabado holográfico a una energía de exposición de 0.5 J/cm^2 . Todas las curvas presentan la misma forma y los máximos porcentuales son centrados a la misma cantidad de energía de exposición.

4.1.3.2.- Grabado con longitud de onda de 530 nm.

La Figura 4.5 muestra la evolución de la eficiencia de difracción porcentual a primer orden en función de la energía de exposición de películas de jarabe de maíz sensibilizadas con dicromato de potasio.

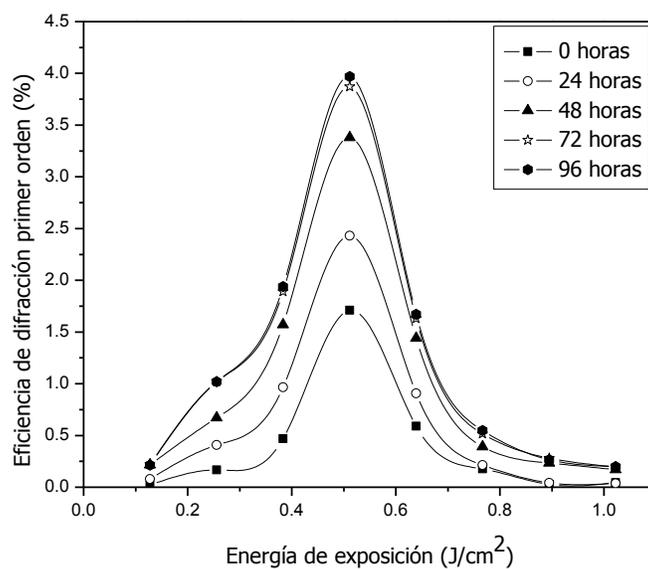


Figura 4.4. Evolución en el tiempo de la eficiencia de difracción a primer orden de películas de jarabe de maíz dicromatado grabadas con la longitud de onda de 473 nm.

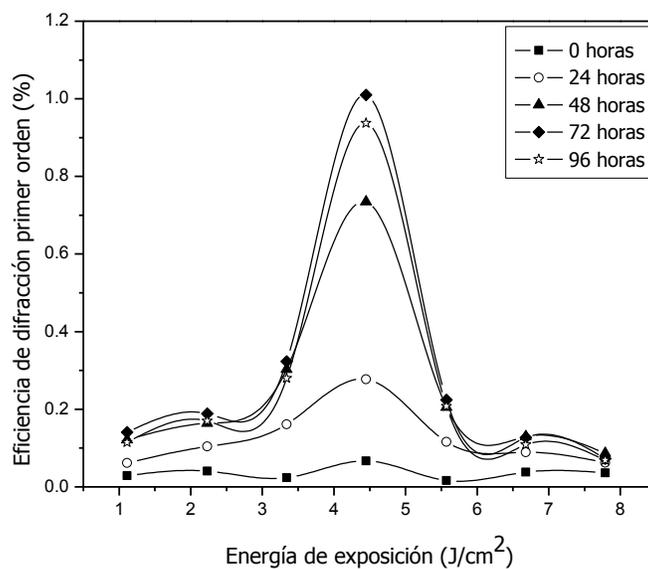


Figura 4.5. Evolución en el tiempo de la eficiencia de difracción a primer orden de películas de jarabe de maíz dicromatado grabadas con la longitud de onda de 530 nm.

En este caso la emulsión necesita más energía en comparación con las películas grabadas con la longitud de onda de 473 nm. De acuerdo al gráfico puede observarse que la eficiencia de difracción es proporcional al tiempo después de realizado el grabado holográfico hasta alcanzarse las 72 horas donde se obtiene el máximo porcentual igual a 1.0 % empleando una energía de exposición de 4.5 J/cm^2 . Después de este tiempo, a las 96 horas el parámetro de eficiencia de difracción porcentual decae.

4.1.4.- Cuantificación del módulo de la función de transferencia (MTF).

El parámetro del módulo de la frecuencia de transferencia (MTF) corresponde a la capacidad de modulación en la resolución espacial del material, es decir, determina la capacidad de la emulsión de resolver varias frecuencias espaciales en función de la eficiencia de difracción [4.5, 4.6].

La Figura 4.6 muestra cada uno de los componentes ópticos utilizados para generar una zona de interferencia modulable en frecuencia.

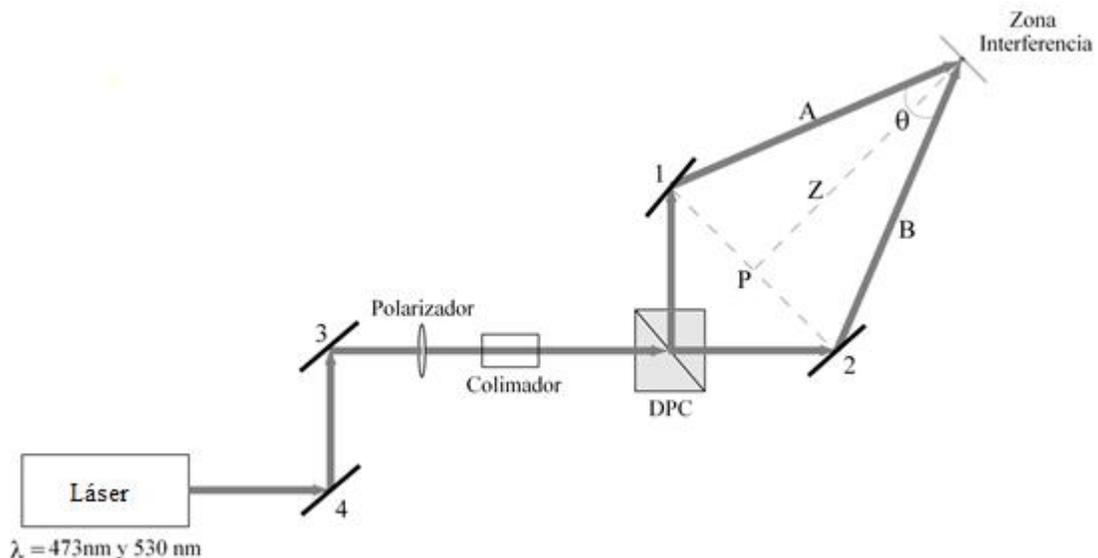


Figura. 4.6. Arreglo experimental para la determinación del parámetro MTF.

El arreglo experimental consiste en un haz de luz linealmente polarizado haciendo uso de un polarizador colocado después de los espejos 3 y 4. El haz se divide en dos brazos simétricos (A y B) a través de un prisma divisor de haz (DPC) formando un ángulo θ . La energía incidente de los dos brazos no necesariamente es la misma, pero se intenta siempre que estén en un 50 %. Los dos haces inciden y se superponen en un punto bien localizado (zona de interferencia), donde se forma el patrón de interferencia.

Las fuentes luminosas empleadas para el registro holográfico fueron láseres diodo con una longitud de onda de 473 nm y 530 nm respectivamente.

Ambos brazos A y B son linealmente polarizados, y como simetría geométrica forman un triángulo isósceles entre el espejo 1 y el espejo 2 y la zona de interferencia. Esta simetría permite variar la distancia Z, entre la zona de interferencia y el punto P. Se realizan diferentes posiciones con el fin de tener diferentes ángulos, dando lugar a rejillas holográficas con múltiples frecuencias espaciales necesarias para obtener los parámetros MTF como se muestran en las Figuras 4.7 y 4.8 donde se obtuvieron 12 mediciones.

El tamaño físico y forma de la zona de interferencia puede modificarse si se coloca un colimador antes del sistema de prisma DPC. Las mediciones experimentales se realizaron con una zona de interferencia de aproximadamente 5 mm de diámetro, y su tamaño varía según el ángulo que se forma entre los brazos del arreglo y la zona de interferencia [4.7].

4.1.4.1.- Análisis del perfil del módulo de la función de transferencia (MTF).

La Figura 4.7 muestra el comportamiento del módulo de la función de transferencia (MTF) de rejillas holográficas de películas de jarabe de maíz fotosensibilizado con dicromato de potasio utilizado como emulsión. El registro se realizó con un láser diodo con longitud de onda de 473 nm. Todas las medidas se realizaron a una misma energía de exposición.

Debido a las limitaciones experimentales presentadas en la configuración holográfica

dispuesta para la grabación de rejillas usando el arreglo holográfico mostrado en la Figura 4.6 solo doce familias de rejillas con varias frecuencias pudieron obtenerse graficando nueve rejillas en promedio para cada punto, como se muestra en la Figura 4.7, observándose que la frecuencia de 1100 líneas/mm corresponde al valor máximo de eficiencia de difracción (un 5%).

El comportamiento de la MTF en este material no es lineal. El ancho de banda de las frecuencias espaciales obtenidas va desde 900 líneas/mm hasta 1600 líneas/mm.

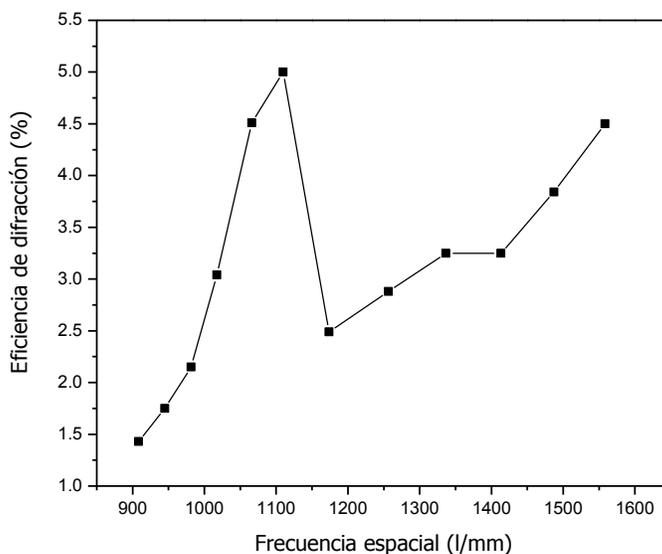


Figura 4.7. Comportamiento de la MTF de rejillas holográficas grabadas en películas de jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 473nm.

La Figura 4.8 muestra el comportamiento del parámetro de MTF de las rejillas holográficas grabadas con láser diodo a 530 nm. Este gráfico es más lineal que el gráfico mostrado en la Figura 4.7, pero requiere más energía, del orden de 10 veces para obtener resultados aceptables. Se trabajó con 12 posiciones a través del arreglo experimental para

construir rejillas con diferentes frecuencias espaciales.

El máximo de la eficiencia de difracción de las rejillas fue del orden de 1.2 %, para todo el ancho de banda de frecuencias desde 790 líneas/mm a 1375 líneas/mm.

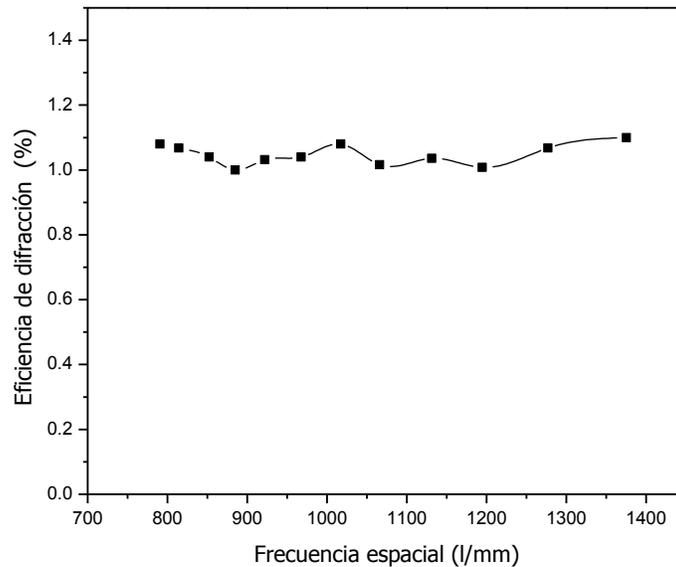


Figura 4.8. Comportamiento de la MTF de rejillas holográficas grabadas en jarabe de maíz dicromatado usando una longitud de onda de 530 nm.

4.2.- Jarabe de maíz sensibilizado con dicromato de potasio y un colorante artificial.

Es sabido que los colorantes en holografía han sido usados para mejorar las propiedades fotosensibles de los materiales tales como la gelatina dicromatada [4.8] y el alcohol polivinílico [4.9].

Con este propósito han sido usados en esta investigación tres colorantes artificiales, siendo el colorante artificial azul (eriolglaucina) quien proporcionó resultados satisfactorios en cuanto al parámetro de eficiencia de difracción en el grabado de réplicas holográficas usando una emulsión de azúcar hidrofóbica. En función de ello y dado que dicho colorante

presenta sensibilización espectral en la región visible (entre 400 nm y 632 nm) [4.10], se decidió adicionarlo a películas de jarabe de maíz dicromatado y hacer grabado interferométrico en la zona azul del espectro electromagnético (473 nm).

- La mezcla para la generación de películas de jarabe de maíz- $K_2Cr_2O_7$ -colorante se obtiene simplemente agregando igual cantidad de colorante artificial azul que agregada de dicromato de potasio (0.33 g) a la mezcla descrita en el apartado 4.1.
- El pH inicial de la mezcla fue de 4.70 y cuatro semanas después fue de 7.50.
- Las películas se elaboran de la misma forma descrita anteriormente.
- Las condiciones de trabajo para la preparación de las mismas fue de 25°C y 42 % de humedad.
- El espesor promedio fue de 122 μm .

4.2.1.- Cuantificación de la eficiencia de difracción.

La evolución del parámetro de eficiencia de difracción en el tiempo en función de la energía de exposición se muestra en la Figura 4.9. Las curvas son el promedio de medidas realizadas por triplicado.

El adicionar colorante artificial azul a películas de jarabe de maíz dicromatado no generó un incremento considerable en la eficiencia de difracción si se compara con el obtenido en replicas holográficas obtenidas con azúcar hidrofóbica. Sin embargo, se obtiene un máximo porcentual de 5 %, lo que representa un incremento del 1 % con referencia al máximo porcentual obtenido para películas de jarabe de maíz dicromatado. También se observa que este máximo porcentual se alcanza a lo que se ha denominado cero horas (corresponde a medir el orden uno difractado el mismo día de realizado el grabado holográfico) siendo el decaimiento de la eficiencia de difracción más rápido, 24 horas después de realizado el grabado.

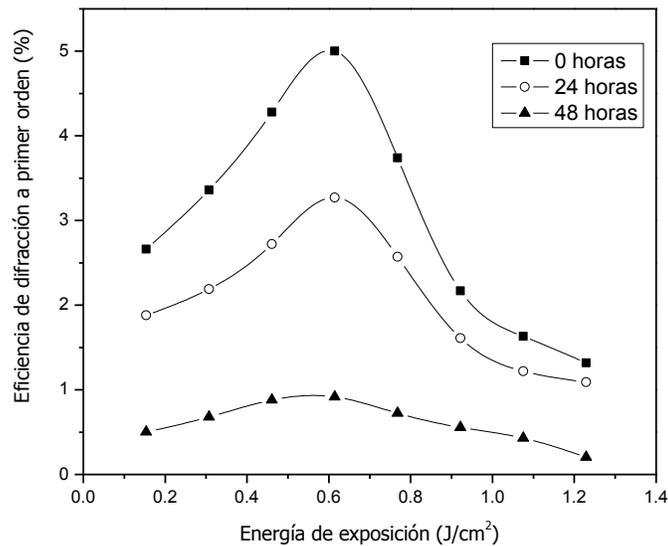


Figura 4.9. Evolución en el tiempo de la eficiencia de difracción a primer orden de películas de jarabe de maíz sensibilizadas con dicromato de potasio y colorante azul grabadas con una longitud de onda de 473 nm.

4.3.- Monosacáridos sensibilizados con dicromato de potasio.

Con el fin de estudiar el comportamiento aislado de los componentes principales del jarabe de maíz se realizó grabado holográfico en glucosa y fructosa sensibilizadas con dicromato de potasio.

- Las mezclas de ambos monosacáridos fueron preparadas bajo el mismo procedimiento descrito para mezclas de jarabe de maíz sensibilizada con dicromato de potasio.
- El pH de las muestras se determinó una vez preparada y cuatro semanas después y se muestra en la Tabla 4.2.
- La generación de películas también se llevó a cabo siguiendo el mismo esquema de

trabajo descrito anteriormente.

- Las condiciones de trabajo para la preparación de las mismas fue de 25°C and 42 % de humedad.
- El espesor fue de 122 μm .
- No fue posible determinar los espectros de absorbanca de estas muestras, pero es sabido que existirían bandas de absorción en la región UV debido a los monosacáridos y una banda de absorción en la región visible, aproximadamente en 350 nm debida a la absorción del dicromato de potasio.
- El grabado holográfico se realizó empleando la longitud de onda de 473 nm dado que es la longitud de onda que mejores resultados arrojo.

Tabla 4.2. pH para muestras de monosacáridos dicromatados.

Muestra	pH inicial	pH después de 4 semanas
Glucosa dicromatada	4.10	7.67
Fructosa dicromatada	4.25	7.83

La Figura 4.10 corresponde a la reconstrucción óptica del patrón de difracción de una película de glucosa y fructosa dicromatada, respectivamente usando un láser He-Ne de 632 nm. Es de resaltar los órdenes de difracción, como puede observarse se registran más de un orden aun cuando fueron realizadas bajo las mismas condiciones de trabajo y por duplicado.

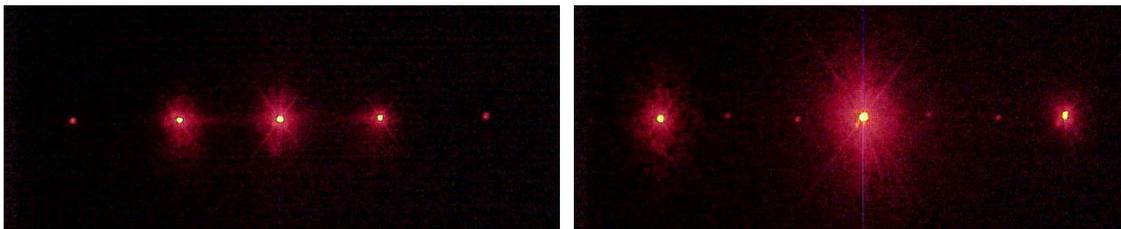


Figura 4.10. Reconstrucción óptica del patrón de difracción grabado en películas de glucosa dicromatada y fructosa dicromatada respectivamente.

4.3.1.- Cuantificación de la eficiencia de difracción.

La dependencia de la eficiencia de difracción con la energía de exposición para monosacáridos dicromatados fue medida en el mismo intervalo de tiempo escogido para películas de jarabe de maíz dicromatado (entre 0 y 96 horas).

La Figura 4.11 muestra solo el perfil de máxima eficiencia de difracción porcentual de glucosa dicromatada y fructosa dicromatada obtenido 48 horas después de realizado el grabado, justo después de este tiempo decae la eficiencia de difracción.

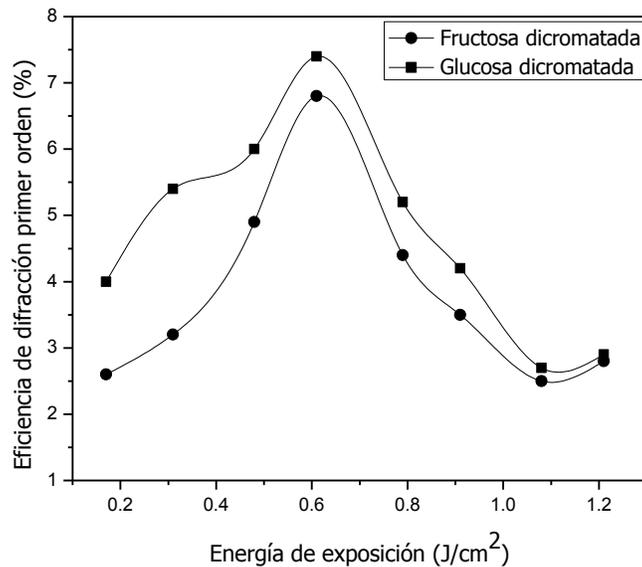


Figura 4.11. Eficiencia de difracción a primer orden de películas de glucosa dicromatada y fructosa dicromatada grabadas con una longitud de onda de 473 nm.

El máximo porcentual alcanzado para glucosa dicromatada es del orden de 7.3 % aplicando una energía de 0.6 J/cm² aproximadamente. La frecuencia espacial de rejillas de difracción es de 570 líneas/mm. De igual forma el máximo porcentual de eficiencia de difracción alcanzado para fructosa dicromatada es de 6.8 % usando la misma energía y arreglo interferométrico. La frecuencia espacial de las rejillas de difracción es del mismo valor que las obtenidas para glucosa dicromatada.

4.4.- Sacarosa sensibilizada con citrato férrico amónico.

Se realizó una serie de mezclas con el fin de obtener la más óptima. En ellas se fijó la cantidad de sacarosa en agua y se varió progresivamente la cantidad de citrato férrico amónico desde el 1 % en relación al peso de disolución de azúcar hasta 14 % del mismo. Se estudiaron procesos de cristalización tanto en la muestra líquida como en la generación de películas.

Para la preparación y generación de películas se probaron varios métodos: películas depositadas sobre vidrio portaobjetos y películas depositadas sobre acetato. En el primer caso el vertido se hizo sobre un solo vidrio, en dos vidrios para generar películas tipo sándwich y vertido en un vidrio y cubrir con otro. El vertido se realizó variando el número de mililitros de muestra final para la determinación del espesor óptimo.

El secado de películas se probó mediante el método de secado por gravedad a temperatura ambiente y en una estufa con control de temperatura desde una hora después del vertido hasta 48 horas después del mismo.

Las pruebas de grabado se realizaron bajo el mismo principio de división de amplitud y la configuración mostrada en la Figura 4.2, usando inicialmente una fuente de luz láser de 442 nm y luego una de 473 nm, con potencia de salida del orden de 20 mw, una lente colocada justo después de la fuente luminosa con las siguientes características: $\phi = 50\text{mm}$, $d = 3.6\text{mm}$, $r_1 = \infty$, $r_2 = 516.80\text{ mm}$ y finalmente un prisma divisor de haz.

En función de lo anterior, la técnica experimental optimizada consistió en:

- Mezclar una proporción de 2:1 en peso de azúcar refinada-citrato férrico amónico verde en 100 mililitros de agua.
- Se agregan 3.0×10^{-1} mililitros de muestra preparada en el centro de un sustrato de vidrio portaobjeto y se esparce con ayuda de un gotero y spinner a 60 rpm

por 2s, logrando así espesores de 130 μm en promedio.

- El secado se realizó en una estufa con temperatura controlada a 25° C por 24 horas.
- Las condiciones de trabajo fueron 23°C y 42 % de humedad ambiental en promedio.
- El grabado holográfico se llevó a cabo con la longitud de onda de 473 nm.
- La reconstrucción se realizó empleando la longitud de onda de 632 nm.
- Inmediatamente después se cubren con un vidrio portaobjeto limpio y cinta adhesiva y se guardan en una caja de material plástico que las protege de la luz permaneciendo alrededor de una semana.

4.4.1.- Cuantificación de la eficiencia de difracción

La dependencia de la eficiencia de difracción con la energía de exposición fue medida el mismo día de realizado el grabado holográfico. El procedimiento de grabado se realiza por triplicado, por lo que los valores obtenidos son un promedio de lecturas de tres películas grabadas a una misma energía y solo el orden uno difractado.

La Figura 4.12 muestra la eficiencia de difracción porcentual a primer orden en función de la energía de exposición de películas de sacarosa sensibilizadas con citrato férrico amónico. El máximo porcentual obtenido para estas películas es de 0.9 % a una energía de exposición de 0.55 J/cm². Aun cuando las películas fueron protegidas de la humedad ambiental, días posteriores al grabado las mismas presentaron deterioro, dada la gran desventaja que presenta este material en su condición pura, la absorción de humedad lo que afecta enormemente la calidad del elemento holográfico grabado.

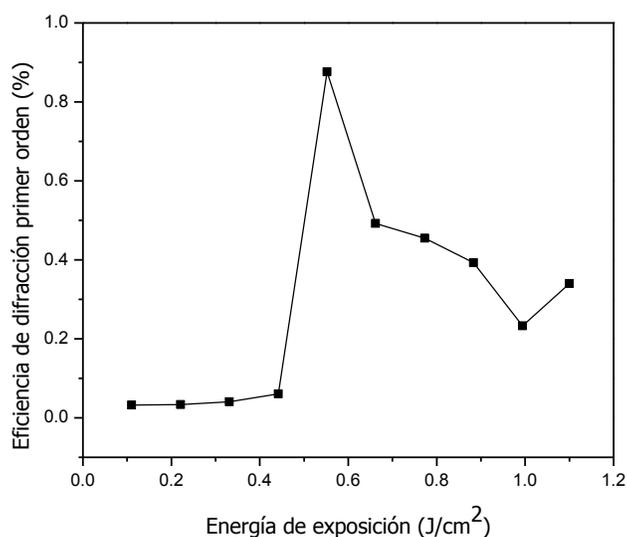


Figura 4.12. Eficiencia de difracción a primer orden de películas de sacarosa sensibilizadas con citrato férrico amónico grabadas con longitud de onda de 473 nm.

4.5.- Monosacáridos sensibilizados con citrato férrico amónico.

- Las mezclas se prepararon agregando una proporción 1:1 de monosacárido (glucosa o fructosa) y citrato férrico amónico verde en 10 ml de agua. El mezclado se lleva a cabo en una plancha de calentamiento y agitación magnética.
- El procedimiento de generación, secado, grabado y protección de películas es el mismo descrito para películas de sacarosa sensibilizadas con citrato férrico amónico. Una vez protegidas las películas estas permanecieron alrededor de dos a tres meses.

4.5.1.- Cuantificación de la eficiencia de difracción.

La dependencia de la eficiencia de difracción con la energía de exposición para monosacáridos sensibilizados con citrato fue medida entre cero y 48 horas.

La Figura 4.13 muestra solo el perfil de eficiencia de difracción porcentual de glucosa sensibilizada con citrato férrico amónico y fructosa sensibilizada con citrato férrico amónico obtenido 24 horas después de realizado el grabado, justo después de este tiempo decae la eficiencia de difracción.

El máximo porcentual alcanzado para glucosa-citrato es del orden de 3.0 % aplicando una energía de 0.7 J/cm^2 aproximadamente. De igual forma el máximo porcentual de eficiencia de difracción alcanzado para fructosa-citrato es de 2.0 % usando aproximadamente la misma energía y arreglo interferométrico.

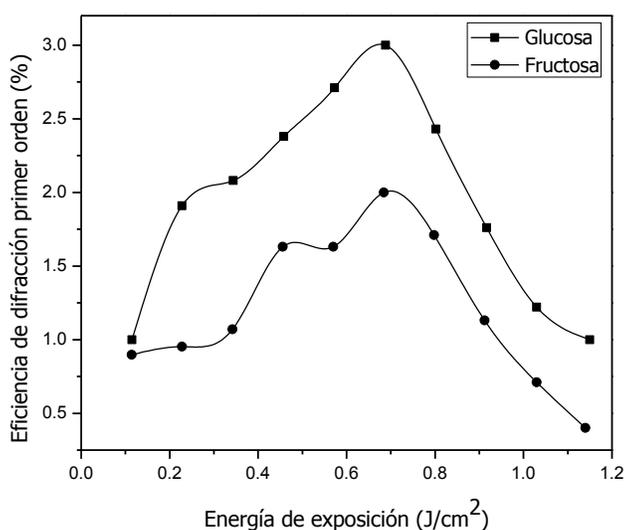


Figura 4.13. Eficiencia de difracción a primer orden de películas de glucosa y fructosa sensibilizadas con citrato férrico amónico grabadas con un diodo laser de 473 nm.

Resumen

Se optimizaron dos métodos experimentales para la generación y caracterización de películas de jarabe de maíz, monosacáridos y disacárido sensibilizadas con agentes químicos distintos y realizar así grabado holográfico en la región del azul y del verde del espectro electromagnético. Este método experimental permitió obtener películas transparentes con control en los procesos de cristalización al momento del grabado.

De los dos agentes fotosensibilizadores empleados, el dicromato de potasio es quien arroja una alta calidad en todos los procesos descritos tales como vertido, secado, grabado de películas, etc. También presentó un mayor rendimiento porcentual de eficiencia de difracción y la imagen grabada es de muy buena calidad y estable en el tiempo. Sin embargo, el citrato férrico amónico funcionó bastante bien como agente fotosensibilizador de monosacáridos, dando también patrones de difracción estables en el tiempo y con eficiencia de difracción aceptable.

De los cuatro azúcares estudiados, la glucosa es la que presentó alta calidad de grabado, mayor eficiencia de difracción y patrones de difracción altamente estables en el tiempo, dado que la misma es menos higroscópica que la sacarosa y la fructosa.

Referencias

[4.1] Collier R. J., Burckhardt C. B. and Lin L. H., [Optical Holography], Academic Press, New York, USA, Chapter 10, pp. 280-309 (1971).

[4.2] McMurry J., [Química Orgánica], 7^a ed., Cengage Learning Editores, México, Cap. 25, pp. 973-975, 997-999 (2008), ISBN: 10:970-686-823-2.

[4.3] Páez-Trujillo G., Olivares-Pérez A., Mejias-Brizuela N. Y., Hernández-Garay M. P., Fontanilla-Urdaneta R., Fuentes-Tapia I., Amigon-De León E., "Holograms recorded in organic dye-sensitized dichromate gelatin," Proc. SPIE, **6657**, ed. por Susana Orlic and Klus Meerholz, San Diego, California, USA, pp. 66570M-1, 66570M-8 (2007).

[4.4] Graham S., [Practical Holography], 3th ed., IOP Publishing Ltd, USA, Chapter 11, pp. 153 (2004), ISBN: 0 7503 0912 1.

[4.5] Born M. and Wolf E., [Principles of Optics], 6th ed., Pergamon Press, New York USA, Chapter 9, pp. 459-490 (1984).

[4.6] Saleh B. E. A., and Teich M. C., [Fundamentals of Photonics], 1st ed., Wiley-Interscience Publications/ John Wiley & Sons, Inc., New York, USA, Chapter 4 pp. 108-156 (1991), ISBN: 0471839655.

[4.7] Olivares-Pérez A., Hernández-Garay M. P., Fuentes-Tapia I., Ibarra-Torres J.C., "Holograms in polivinil alcohol photosensitized with $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$," Opt. Eng., **50**, 065801-1, -065801-6 (2011).

[4.8] Páez-Trujillo G., Olivares-Pérez A., Mejias-Brizuela N. Y., Garay-Hernández M. P., Fontanilla-Urdaneta R., Toxqui-López S., Fuentes-Tapia I., "Dichromate Gelatin holograms with triphenyl dyes," Proc. SPIE, **6912**, San Jose California USA, pp. 691203-1- 691203-8 (2008).

[4.9] Páez-Trujillo G., Olivares-Pérez A., Mejias-Brizuela N. Y., Hernández-Garay M. P., Fontanilla-Urdaneta R., Fuentes-Tapia I., Amigon-De León E., "Hologram with dichromated polyvinyl alcohol and natural colorant," ed. por Susana Orlic and Klus Meerholz, Proc. SPIE, **6657**, San Diego California, USA, pp. 66570N-1, 66570N-8 (2007).

[4.10] Grande-Grande A., Mejias-Brizuela N. Y., Olivares-Pérez A., Páez-Trujillo G., Fuentes-Tapia I., "Holograms with corn honey and erioglaucine dye", Proc. SPIE, **6912**, ed. por H. I. Bjelkhagen and K. Raymond, San José California, USA, pp. 691210-1 - 691210-9 (2008).

Capítulo

5

Conclusiones

Se lograron dos procedimientos para la obtención de rejillas holográficas en materiales de uso común y de fácil adquisición como los azúcares simples: sacarosa, glucosa y fructosa, además del edulcorante de alta fructosa. Estos se emplearon en su forma pura y en su forma modificada para observar la viabilidad de resultados.

El primero de los procedimientos se basó en la obtención de rejillas holográficas de fase mediante replicación en emulsiones de sacarosa y jarabe de maíz empleando una fuente de luz ultravioleta.

Para la obtención de emulsiones o películas se optimizaron los procedimientos experimentales logrando obtener una técnica apropiada para la preparación de muestras, vaciado sobre sustrato de vidrio, espesor, curado y secado. Dichas emulsiones a su vez fueron caracterizadas determinando su respuesta espectral y espesor, ya que el índice de refracción en ninguno de los casos pudo ser determinado por presentar el fenómeno de birrefringencia.

Los masters a transferir fueron realizados mediante holografía computacional y registrados en película fotográfica Plus X-Pan.

Dadas las condiciones de hidrofiliidad que presentaron las películas de sacarosa se

implementó una modificación del disacárido adicionando colorantes artificiales sintéticos tales como el amarillo N° 5 y un polisacárido como la pectina cítrica. El material hidrofóbico obtenido permitió un incremento considerable en el parámetro de eficiencia de difracción de alrededor de un 30% y mejoró las condiciones de la imagen grabada.

En el edulcorante jarabe de maíz se logró replicar rejillas holográficas de baja y alta frecuencia, siendo estas últimas de gran calidad.

El segundo de los procedimientos se basó en la obtención de rejillas holográficas de transmisión mediante interferencia óptica en emulsiones de sacarosa, glucosa, fructosa y jarabe de maíz empleando dos longitudes de onda, 473 nm y 530 nm. Este procedimiento se llevó a cabo usando dos agentes fotosensibilizadores, citrato férrico amónico y dicromato de potasio.

En el caso del dicromato de potasio, se sensibilizaron películas de jarabe de maíz, glucosa y fructosa y se realizó grabado empleando las dos longitudes de onda mencionadas, siendo la longitud de onda de 473 nm la que arrojó resultados favorables en cuanto a energía de exposición y eficiencia de difracción porcentual.

Se determinó la eficiencia de difracción porcentual en función del tiempo después de realizado el grabado para los tres casos, estableciendo que después de 48 horas realizado el mismo, dicho parámetro decae para el caso de glucosa y fructosa y para jarabe de maíz después de 96 horas.

La cuantificación de la eficiencia de difracción también permite establecer que se obtiene un mayor rendimiento de ésta en los monosacáridos que en el edulcorante; siendo del orden de 7 % para glucosa y fructosa en comparación con un 4% obtenido para jarabe de maíz.

La resolución espacial se determinó mediante la MTF para los tres materiales. Para el edulcorante empleando las dos longitudes de onda y para los monosacáridos solo una

(473 nm). De ello se determinó que el edulcorante es quien presenta una resolución espacial más alta, de 1100 a 1600 l/mm empleando un arreglo holográfico basado en el principio de división de amplitud y usando una longitud de onda de 473 nm.

Para el agente sensibilizador citrato férrico amónico se emplearon emulsiones de sacarosa, glucosa y fructosa usando solo la longitud de onda de 473 nm para el grabado holográfico. Por ser un fotosensibilizador nuevo en el Laboratorio de Materiales y Holografía se logró optimizar un procedimiento experimental para la obtención de muestra líquida, preparación, generación y secado de películas.

Se determinó la eficiencia de difracción porcentual en función del tiempo después de realizado el grabado solo para los monosacáridos, estableciendo que este decae 24 horas después de realizado el grabado.

Al igual que en el caso de películas fotosensibilizadas con dicromato de potasio, la cuantificación de la eficiencia de difracción también permite establecer que se obtiene un mayor rendimiento en los monosacáridos que en el disacárido, siendo del orden de 3 % para glucosa y 2 % para fructosa en comparación con un 1 % obtenido para sacarosa.

Independientemente del fotosensibilizador agregado se requiere de por lo menos 24 horas para la estabilización de las películas.

En base al parámetro de eficiencia de difracción arrojado para cada uno de los materiales en su forma pura o modificada se puede decir que todos son aceptables como medios para registro holográfico tanto de fase como de transmisión; considerando que en el caso de replicación holográfica el mejor material es el hidrofóbico usando pectina cítrica y denominado PSV y en el caso de interferencia holográfica los mejores son los monosacáridos, específicamente la glucosa dicromatada.

Dado que el grabado holográfico se realiza bajo condiciones ambientales y que son materiales altamente hidrofílicos, es necesario en todos los casos proteger las películas

para resguardar así la imagen grabada. Esto bien puede hacerse empleando el método de sándwich o haciendo uso de una caja con tapa de material resistente como el plástico.

Finalmente, la gran ventaja que presentan todos los materiales estudiados en este trabajo de investigación es que son autorevelables, de fácil adquisición y bajo costo, lo que los hace atractivos para investigaciones en holografía.

Es de resaltar también, que no existe investigación en el campo de la holografía referente al uso de estos materiales como medio de registro holográfico, por lo que este trabajo es original abriendo una ventana a nuevas investigaciones en dicho campo que permitan la mejora de las técnicas establecidas y por tanto de los resultados obtenidos, así como a nuevos lineamientos.

Publicaciones y Trabajos generados en esta Investigación

1.- A. Olivares-Pérez, N. Y. Mejias-Brizuela, A. Grande-Grande, I. Fuentes-Tapia, "Corn syrup holograms", *Optik Int. J. Light Electron Opt.* (2011), doi: 10.1016. (article in Press).

2.- N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, M. P. Hernandez-Garay, I. Fuentes-Tapia, "Sugar holograms with artificial organic colorants," *Organic 3D Photonics Materials and Devices*, ed. by Susana Orlic, Klus Meerholz, *Proc. SPIE*, **6657**, doi: 10.1117/12.735108, pp. 66570H-1, 66570H-9, 26-30 Agosto **2007**, San Diego, CA, USA.

3.- N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, G. Páez-Trujillo, I. Fuentes-Tapia, "Sugar holograms with erioglaucine and tartrazine", *Organic 3D Photonics Materials and Devices*, ed by Susana Orlic, Klus Meerholz, *Proc. SPIE*, **6657**, doi: 10.1117/12.735108, pp. 66570I-1 - 66570I-8, 26-30 Agosto **2007**, San Diego, CA, USA.

4.- N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, R. Fontanilla-Urdaneta, G. Páez-Trujillo, M. P. Hernández-Garay, I. Fuentes-Tapia. "Holograms in colored sugar with artificial dye", *EOS Topical Meeting on Diffractive Optics*, pp. 196-197, 20-23 Noviembre **2007**, Barcelona, España.

5.- Dirección de la Tesis de Licenciatura: "**Aislamiento de las proteínas del albumen de huevo como material de replicación holográfica**" sustentada por *Patricia Pérez Salina* para obtener el título de Ingeniero Bioquímico. Asesores M.C. N. Y. Mejias-Brizuela, Dr. A. Olivares-Pérez. Octubre **2007**.

6.- A. Grande-Grande, N. Y. Mejias-Brizuela, G. Páez-Trujillo, A. Olivares-Pérez, I. Fuentes-Tapia, "Réplicas holográficas obtenidas con miel de maíz y colorantes artificiales", *Memorias L Congreso Nacional de Física, 2MD18*, 29 Octubre 2 Noviembre **2007**, Veracruz, México.

7.- N. Y. Mejias-Brizuela, G. Páez-Trujillo, M. P. Garay-Hernández, R. Fontanilla-Urdaneta, I. Fuentes-Tapia, "Hydrophobic sugar holograms", *SPIE Practical Holography XXII: Materials and Applications*, ed. H I Bjelkhagen and K. Raymond, **6912**, doi: 10.1117/12.761994, pp. 69120X-1 - 69120X-7, 20-24 Enero **2008**, San José California, USA.

8.- A. Grande-Grande, N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, G. Páez-Trujillo, I. Fuentes-Tapia, "Holograms with corn honey and erioglaucine dye", *SPIE Practical Holography XXII: Materials and Applications*, ed. H I Bjelkhagen and K. Raymond, **6912**, doi: 10.1117/12.762023, pp. 691210-1 - 691210-9, 20-24 Enero **2008**, San José California, USA.

9.- P. Pérez-Salinas, N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, A. Grande-Grande, G. Páez-Trujillo, M. P. Garay-Hernández, I. Fuentes-Tapia. "Hologram with egg albumin", SPIE Practical Holography XXII: Materials and Applications, ed H I Bjelkhagen and K. Raymond, **6912**, doi: 10.1117/12.762307, pp. 691213-1- 691213-8, 20-24 Enero **2008**, San José California, USA.

10.- N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, E. E. Orozco-Guillen, R. Fontanilla Urdaneta, I. Fuentes-Tapia, "Biopolymer Holographic Material With Hydrophobic Sugar and Artificial Dye," International Topical Meeting on Optoinformatics'08, 15-18 Septiembre **2008**, St. Petersburgo Rusia. (**Seleccionado para publicación en International Journal Optical Memory and Neural Networks**)

11.- A. Grande-Grande, N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, E. E. Orozco-Guillén. "Holographic Diffraction Gratings Recorder in Corn Honey Sensitized with Blue Dye", International Topical meeting on Optoinformatics'08, Septiembre **2008**, St. Petersburgo, Rusia. (**Primer Lugar Sesión "Holography. Materials and Recording Media"**).

12.- A. Grande-Grande, N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, E. E. Orozco-Guillen, "Rejillas de difracción holográficas grabadas en miel sensibilizada con un colorante azul", LI Congreso Nacional de Física, 1MD04, 20-24 Octubre **2008**, Zacatecas, México.

13.- Dirección de las Tesis de Licenciatura: "Caracterización de miel de maíz como medio de registro holográfico" sustentada por *Abel Grande Grande* para obtener el título de Ingeniero Bioquímico. Asesores M.C. N. Y. Mejias-Brizuela, Dr. A. Olivares-Pérez. Noviembre **2008**, Puebla, México

14.- N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, I. Fuentes-Tapia "Comparison between hydrophilic sugar and hydrophobic sugar", Decimo Encuentro de Investigación INAOE, 5-6 noviembre **2009**, Puebla, México.

15.- N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, A. Grande-Grande, "Evolution of Diffraction Efficiency from Holograms with Monosaccharides," SPIE Practical Holography XXIV: Materials and Applications, ed by H. I. Bjelkhagen, K. Raymond K. **7619**, doi: 10.1117/12.841048, pp. 761928V - 761928, Enero **2010**, San Francisco California, USA.

16.- N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez y A. Grande-Grande, "Holograms recorded in dichromated with simple sugars", VII Reunión Iberoamericana de Óptica & X Encuentro de Óptica, Láseres y Aplicaciones, eds. Baldwin G., Dorrío, B.V., De Zela, F., ISBN: 978-612-4057-21-2, pp. 87, 20-24 Septiembre **2010**, Lima, Perú.

17.- N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez y A. Grande-Grande, "Holograms recorded in dichromated with simple sugars", IOP Publishing Journal of Physics: Conference Series **274** 012034, doi:10.1088/1742-6596/274/1/012034, **2011**.

18.- N. Y. Mejias-Brizuela, A. Olivares-Pérez, A. Grande-Grande, M. J. Ordóñez-Padilla "Parameter evolution diffraction efficiency of gratings with corn syrup", 22nd General

Congress of the International Commission for Optics (ICO 22), ed. R. Rodríguez-Vera and R. Díaz-Urbe, 15-19 Agosto **2011**, Puebla, México.

19.- G. Páez-Trujillo, A. Olivares-Pérez, **N. Y. Mejias-Brizuela**, M. P. Hernández-Garay, R. Fontanilla-Urdaneta, I. Fuentes-Tapia, E. Amigon-De León,"Holograms recorded in organic dye-sensitized dichromate gelatin,"Organic 3D Photonics Materials and Devices, ed by Susana Orlic, Klus Meerholz, Proc. SPIE, **6657**, doi: 10.1117/12.734290, pp. 66570M-1, 66570M-8, 26-30 Agosto 2007, San Diego, CA, USA.

20.- G. Páez-Trujillo, A. Olivares-Pérez, **N. Y. Mejias-Brizuela**, M. P. Hernández-Garay, R. Fontanilla-Urdaneta, I. Fuentes-Tapia, E. Amigon-De León," Hologram with dichromated polyvinyl alcohol and natural colorant,"Organic 3D Photonics Materials and Devices, ed by Susana Orlic, Klus Meerholz, Proc. SPIE, **6657**, doi: 10.1117/12.734290, pp. 66570N-1, 66570N-8, 26-30 Agosto 2007, San Diego, CA, USA.

21.- R. Fontanilla-Urdaneta, M. P. Hernández-Garay, A. Olivares-Pérez, **N. Y. Mejias-Brizuela**, G. Páez-Trujillo, I. Fuentes-Tapia,"Electrical Potencial Effect by Diffractive Optical Elements for Holographic Gratings," EOS Topical Meeting on Diffractive Optics, pp 158-159, 20-23 Noviembre 2007, Barcelona España.

22.- G. Páez-Trujillo, A. Olivares-Pérez, **N. Y. Mejias-Brizuela**, M. P. Garay-Hernández, R. Fontanilla-Urdaneta, S. Toxqui-López, I. Fuentes-Tapia,"Dichromate Gelatin holograms with triphenyl dyes," SPIE, **6912** pp. 691203-1- 691203-8 doi: 10.1117/12.760989, Practical Holography XXII: Materials and Applications, San Jose California USA (2008).

23.- G. Páez-Trujillo, A. Olivares-Pérez, **N. Y. Mejias-Brizuela**, M. P. Garay-Hernández, R. Fontanilla-Urdaneta, I. Fuentes-Tapia, S. Toxqui-López," Dichromate polyvinyl Alcohol Film Doped with Organic Colorants," SPIE Vol. **6912** pp. 691204-1- 691204-8 doi: 10.1117/12.761026, Practical Holography XXII: Materials and Applications, San Jose California USA (2008).

24.- M. P. Garay-Hernández, A. Olivares-Pérez, R. Fontanilla-Urdaneta, G. Páez-Trujillo, **N. Y. Mejias-Brizuela**, I. Fuentes-Tapia," Optical properties of Composite Organic Conductive Films by Holographic Storage," SPIE Vol. **6912** pp. 691205-1- 691205-10 doi: 10.1117/12.761918, Practical Holography XXII: Materials and Applications, San Jose California USA (2008).

25.- R. C. Fontanilla-Urdaneta, A. Olivares-Pérez, **N. Y. Mejias-Brizuela**, E. E. Orozco-Guillén, I. Fuentes-Tapia,"Photoluminiscent properties of Organic Materials and Holographic Storage Applications," International Topical Meeting on Optoinformatics'08 St. Petersburg, Rusia (2008).