

# ESTUDIO DE LA RESISTIVIDAD DEL MATERIAL EN BASE DE FeCl3 PARA REGISTROS HOLOGRÁFICOS

Por

# Rosaura Vallejo Mendoza

Tesis sometida como requisito parcial para obtener el grado de:

### MAESTRA EN CIENCIAS EN LA ESPECIALIDAD DE ÓPTICA

en el

## INSTITUTO NACIONAL DE ASTROFÍSICA, ÓPTICA Y ELECTRÓNICA

Agosto 2012 Tonantzintla, Puebla

Directores:

Dr. Arturo Olivares Pérez Dr. Nicolai Korneev Zabello

> Departamento de Óptica INAOE

© INAOE 2012 El autor concede al INAOE permiso para reproducir y distribuir copias de este documento de forma parcial o total.



# ESTUDIO DE LA RESISTIVIDAD DEL MATERIAL EN BASE DE *FeCl*<sub>3</sub> PARA REGISTROS HOLOGRÁFICOS

### Resumen

Se analizan las propiedades eléctricas de las películas orgánicas fotosensibles de volumen, partiendo de dos matrices fotosensibles para uso holográfico; nitrocelulosa y PVA. Ambas dopadas con  $FeCl_3$ , comúnmente utilizando como fotosensibilizador. Con la técnica de cuatro puntas, se mide la resistividad de estas matrices, para evitar los efectos iónicos en la interface de material-electrodo, debido a que la película presenta un carácter hidrofilico, con la matriz de PVA, e hidrofóbico con la matriz de nitrocelulosa.

### Introducción

La holografía, desde sus orígenes siempre se han realizado análisis y estudio de nuevos materiales fotosensibles. Desde la década de los 60's con el advenimiento del laser, se empezó esta disciplina con mucho vigor hasta nuestros días.

Una de las vertientes más dinámicas, son los materiales que presentan un comportamiento electro-óptico. La holografía con estos materiales ha generado un gran número de dispositivos difractivos que pueden ser modulados por un voltaje. Generalmente con muy alto voltaje.

En nuestra investigación se analizan las propiedades electro-ópticas de las materiales de nitrocelulosa y Alcohol Polivinilico (PVA), ambas dopadas con Cloruro Férrico ( $FeCl_3$ ), como un material foto-sensibilizador y conductor a la vez. La nitrocelulosa tiene un comportamiento hidrofóbico, mientras que el PVA tiene un comportamiento hidrofílico. Estas diferencias hacen que en un material no tenga transporte de carga iónica, mientras que en otro material si se produce este transporte.

En el presente trabajo mostramos una secuencia que exib el contenido de este proyecto de tesis de maestría.

En el capítulo 1 se describe teóricamente los principios básicos de los hologramas de trasmisión y reflexión. Así como la teoría básica en los hologramas delgados y hologramas gruesos, derivados del espesor de la matriz involucrada en el proceso de registro. Además se muestran los conceptos de modulación por amplitud y modulación por fase. Todos estos parámetros se involucran en los resultados teóricos que predicen la eficiencia de difracción de los hologramas.

En el capítulo 2 se explica teóricamente la ley de Ohm, a partir de cargas iónicas, se explica la problemática que existe entre los electrodos y el material. Dando lugar a implementar otra técnica conocida como método de cuatro puntas, para medir la resistividad de los materiales de nitrocelulosa y PVA dopados con  $FeCl_3$ .

En el capítulo 3 se describe los procesos y resultados experimentales, de los parámetros de absorbancia, conductividad y la eficiencia difractiva .Se determinó el comportamiento experimental de los electrodos. Se muestra la influencia de los electrodos en el material, y se presentan los resultados de las mediciones de la eficiencia de difracción de los hologramas, al variar el voltaje.

Para finalizar en el capítulo 4 se muestran las conclusiones de este trabajo, donde se hace un breve análisis de los resultados obtenidos en los experimentos realizados con los materiales propuestos.

# Índice general

R	esum	en	IV
In	trod	cción	<b>/II</b>
Ín	dice	le figuras	XI
Ín	dice	le tablas	۲IJ
A	cróni	nos de lengua inglesa utilizados en esta tesis	<b>(</b> 11
1.	HO	OGRAFÍA	1
	1.1.	HOLOGRAMAS DE TRANSMISIÓN Y	
		REFLEXIÓN	1
	1.2.	HOLOGRAMAS DELGADOS Y DE VOLUMEN	3
	1.3.	HOLOGRAMAS DELGADOS	4
		1.3.1. REJILLAS DELGADAS DE AMPLITUD	4
		1.3.2. REJILLAS DELGADAS DE FASE	4
	1.4.	HOLOGRAMAS DE VOLUMEN	6
		1.4.1. TEORÍA DE ONDAS ACOPLADAS	6
		1.4.2. SOLUCIÓN DE LA ECUACIÓN DE ONDAS ACOPLADAS	10
		1.4.3. HOLOGRAMAS DE TRANSMISIÓN DE VOLUMEN	11
		1.4.3.1. REJILLAS DE FASE	11

		1.4.3.2. REJILLA DE AMPLITUD	13		
		1.4.4. HOLOGRAMAS DE REFLEXIÓN DE VOLUMEN	13		
		1.4.4.1. REJILLAS DE FASE	13		
		1.4.4.2. REJILLAS DE AMPLITUD	15		
	1.5.	TEORÍA DE LA MÁXIMA EFICIENCIA DIFRACTIVA PARA DIFE-			
	16	RENTES TIPOS DE REJILLAS	15		
	1.0.	LAS CON HIERBO	16		
			10		
2.	Ley	de Ohm	18		
	2.1.	CONDUCTIVIDAD	18		
	2.2.	LEY DE OHM	19		
	2.3.	INFLUENCIA DE ELECTRODOS	21		
	2.4.	MEDICIÓN DE DE RESISTENCIA POR EL MÉTODO DE 4 PUNTAS .	23		
3.	EXI	PERIMENTOS Y RESULTADOS	27		
	3.1.	NITROCELULOSA Y CLORURO FERRICO	27		
		3.1.1. ANALISIS DE ABSORBANCIA	27		
		3.1.2. REGISTRO HOLOGRÁFICO	32		
	3.2.	PVA Y CLORURO FERRICO	35		
	3.3.	MEDICIÓN DE LA RESISTENCIA Y RESISTIVIDAD	35		
	3.4.	REGISTRO CON RESISTENCIA ALTA Y			
		RESISTIVIDAD BAJA	41		
4.	Con	clusiones	44		
Bi	bibliografía 47				

# Índice de figuras

1.1.	La formación de franjas de interferencia en hologramas de a)transmisión y		
	b)reflexión	2	
1.2.	Geometrías de registro y reconstrucción de a) holograma de transmisión y		
	b) holograma de reflexión	3	
1.3.	Amplitud difractada con respecto a la modulación de fase	5	
1.4.	modelo de la rejilla del holograma	6	
1.5.	Propagación de vectores del haz R y S $\ \ldots \ \ldots$	9	
1.6.	Propagación de vectores del haz R y S $\ \ldots \ \ldots$	11	
1.7.	Normalización de la eficiencia difractiva $(\eta = \eta_B)$ con respecto a $\chi$	12	
1.8.	Eficiencia difractiva con resp cto al parárametro de modulación $\ .\ .\ .\ .$	14	
1.9.	Eficiencia difractiva con respecto al parárametro $\chi$	14	
2.1.	Material conductor rectangular	20	
2.2.	Sistema de electródico fundamental	21	
2.3.	Representación equivalente de los electrodos: a) electrodo no-polarizable		
	ideal, b) electrodo parcialemte polarizable (caso real) y c) electrodo pola-		
	rizable ideal $\ldots$	23	
2.4.	Muestra la distribución arbitraria de los cuatro electrodos sobre la periferia	24	
2.5.	Muestra un plano semi-infinito con cuatro electrodos a lo largo de su fronten ra $% \mathcal{A}$	25	
2.6.	los electrodos separados por la misma distancia S sobre una muestra plana		
	de espesor d $\ldots$	26	

3.1.	Arreglo experimental para medir la intensidad transmitida	28
3.2.	Caracterización de la intensidad transmitida vs tiempo de exposición a	
	$\lambda = 442nm.$	28
3.3.	Caracterización de la intensidad transmitida con respecto al tiempo de	
	exposición con $\lambda = 633nm$	29
3.4.	Comportamiento de la intensidad transmitida con un a $\lambda=442nm,$ y des-	
	pués es iluminada con $\lambda = 633nm$	30
3.5.	a)medición del espectro de referencia b) medición del espectro de la muestra	31
3.6.	Absorción v s longitud de onda de la película con nitrocelulos a $\ .\ .\ .\ .$	32
3.7.	a)Esquema del montaje experimental, b) Grabación del holograma y c)	
	reconstrucción del holograma	33
3.8.	Microfotografía del patrón sinosoidal obtenido por el arreglo experimental	
	$ con \ los \ ordenes \ +1 \ y \ 0 \ \ \ldots \$	34
3.9.	Registro holográfico aplicandole una diferencia de potencial. $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	34
3.10.	Intensidad transmitida vs tiempo	35
3.11.	a) Diagrama de la técnica de 4 puntas b) Arreglo experimental $\ .\ .\ .\ .$ .	36
3.12.	Voltaje contra corriente con muestra al medio ambiente. $\ldots$	37
3.13.	Voltaje contra corriente con secado por 5 minutos	38
3.14.	Voltaje contra corriente con secado por 10 minutos	38
3.15.	Voltaje contra Tiempo, de la muesta a) medio ambiente, b) con secado de	
	5 minutos, c) con secado de 10 minutos $\dots \dots \dots$	39
3.16.	Corriente contra tiempo	40
3.17.	Zonas de alta y baja resistencia contra tiempo	41
3.18.	Intensidad transmitida contra tiempo	42
3.19.	Registro holográfico de una placa: a)baja resistencia y b)alta resistencia	42
3.20.	Intensidad difractiva a primer orden de una rejilla sinosoidal del la inten-	
	sidad transmitida contra tiempo.	43

# Índice de tablas

1.1.	Máxima eficiend cia difractiva en los diferentes tipos de rejillas 	15
2.1.	Tabla de Resitividad de algunos materiales	20
3.1.	Resistencia y resistividad	39

# capítulo 1

# HOLOGRAFÍA

# 1.1. HOLOGRAMAS DE TRANSMISIÓN Y REFLEXIÓN

La holografía es una técnica interferométrica que tiene la habilidad de registrar imágenes 3D. El registro de un holograma se hace al superponer dos haces mutuamente coherentes; el haz objeto y el haz de referencia ; formando microfranjas conocidas como patrón de interferncia. Cuando se reconstruye este patrón de franjas se obtiene completamente la información tanto de amplitud y de fase del frente de onda. Hay dos principales categorías de hologramas: transmisión y reflexión. [1]

En los hologramas de transmisión figura 1.1 a) el haz objeto y el haz de referencia inciden en la misma cara de la emulsión holográfica,donde el plano de franjas de interferencia se proyectan sobre el plano de la emulsión. En el caso del holograma de reflexión figura1.1 b) el haz objeto y el haz de referencia inciden en diferentes caras de la placa de grabado, formando ondas estacionarias paralelas al plano de película holográfica.



Figura 1.1: La formación de franjas de interferencia en hologramas de a)transmisión y b)reflexión.

En la figura 1.2 a) se muestra la forma de registro y reconstrucción de los hologramas de transmisión. El haz del laser se expande como haces de referencia y objeto, posteriormente se reconstruye con el haz de referencia produciéndose una imagen virtual. En este arreglo la medida del ángulo entre el haz de objeto y el haz de refencia es aproximado a 45°, en esta medida angular el espacio de las franjas de interferencia es alrededor de 1.4 vece la longitud de onda o ligeramente menor a 1  $\mu m(10^{-6})$ . En 1.2 b) representa el holograma de reflexión ( holograma de Denisyuk), el haz se encuentra de un lado de la emulsión, actuando como haz de referencia, pasa a través de la emulsión y es reflejada por el objeto en el otro lado, formando así los haces objeto. Los planos de las franjas son formados por ondas estacionarias, generadas cuando dos haces de luz coherente que viajan en direcciones opuestas, y la eficiencia difractiva puede ser del orden de 70 % . [2]



Figura 1.2: Geometrías de registro y reconstrucción de a) holograma de transmisión y b) holograma de reflexión.

### 1.2. HOLOGRAMAS DELGADOS Y DE VOLUMEN.

El espesor del medio de grabación es un factor importante en las emulsiones holográficas; cuando el grosor de la emulsión es mucho mayor al espaciamiento de las franjas de interferencia, se considera un "holograma de volumen", condición indispensable para los hologramas de reflexión, y para los hologramas de transmisión.

si el ángulo entre sus haces de referencia y objeto son iguales o mayor a 20° grados, es necesario usar la ley de Bragg para producir el comportamiento.

Las franjas de interferencia sobre el material o adentro del material (según sea el caso), dependiendo de la activación de los foto mecanismos del material se puede modular por cambios de índice de refracción, cambios de relieve, cambios de polarización, cambios de densidad óptica, cambios iónicos, cambios de radicales libres, o una mezcla de varios fenómenos al mismo tiempo.

Por consiguiente los hologramas grabados en un medio cuyo espesor es similar al espaciamiento de las franjas de interferencia, se les conoce como "hologramas delgados". Si la emulsión foto sensible se oscurece al ser iluminado, pueden ser clasificados como hologramas de amplitud, es posible mediante agentes químicos blanquear la película y construir con esta misma emulsión un hologramas delgado de fase [3].

# 1.3. HOLOGRAMAS DELGADOS.

#### 1.3.1. REJILLAS DELGADAS DE AMPLITUD.

La amplitud de la transmitancia de una rejilla delgada puede ser descrita como:

$$t_x = t_o + \Delta t \cos Kx \tag{1.1}$$

Donde:

 $t_o$  es la amplitud de transmitancia promedio.

 $\Delta t$  Son las variaciones espaciales de amplitud de  $t_o$ .

 $K = 2\pi/\Lambda$ ,  $\Lambda$  es el periodo promedio de las franjas.

En un holograma de amplitud óptica (variaciones de oscurecimiento), la máxima amplitud teórica para cada uno de los órdenes difractados es de un cuarto, respecto a la onda incidente, de modo que la eficiencia de difracción máxima es: [3]

$$\eta_{max} = 1/16 = 0.0625 \tag{1.2}$$

Esto quiere decir que los hologramas de amplitud tienen una pobre eficiencia de difracción, el máximo teórico es de 6,25%.

#### 1.3.2. REJILLAS DELGADAS DE FASE

Si la modulación de fase, es producido por los fotomecanismos naturales del medio de registro; entonces éste es proporcional a la intensidad del patrón de interferencia, el resultado del registro puede ser considerado como una rejilla delgada de fase, cuya amplitud compleja de transmitancia puede ser descrita como: [3]

$$t(x) = exp(-i\phi_o)exp - i\Delta\phi\cos(Kx) \tag{1.3}$$

Donde  $\Phi_o$  es el factor de fase constante y  $\Delta \Phi$  es la amplitud de la variación de fase. Si se desprecia el factor de fase constante, el lado derecho de la ecuación (1.3) puede ser expandido como una serie de Fourier dando como resultado:

$$t(x) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} i^n J_n(\Delta \Phi) exp(inKx)$$
(1.4)

#### 1.3 HOLOGRAMAS DELGADOS.

Donde  $J_n$  es una función Bessel del primer tipo, de orden n. Solo el primer orden difractado contribuye a la imagen primaria. Como se muestra en la figura 1.3, la amplitud difractada|(S)| de este orden es proporcional a  $J_1(\Delta)$ ; el cual aumenta primero con la modulación de fase y luego disminuye. [4]



Figura 1.3: Amplitud difractada con respecto a la modulación de fase

La eficiencia difractada de la rejilla de fase puede ser descrita como: [3]

$$\eta = J_1^2 \Delta \Phi \tag{1.5}$$

Por lo tanto el valor máximo de la eficiencia difractiva es:

$$\eta_{max} \cong 0.33 \tag{1.6}$$

En contraste con el holograma de amplitud, con el solo hecho de blanquearlos, o usar materiales que se modulen por relieve o por índice, y obtener una modulación de fase, quiere decir que los hologramas de fase tienen una alta eficiencia de difracción, el máximo teórico es de 33 %. [4]

## 1.4. HOLOGRAMAS DE VOLUMEN

### 1.4.1. TEORÍA DE ONDAS ACOPLADAS

En la teoría de ondas acopladas se asume que la luz incidente en la rejilla del holograma es monocromática.

Solo dos importantes haces se consideran para ser representados en la ecuación de la rejilla: el de entrada haz de referencia (R) y el de salida la señal de la onda difractada (S). Solo estas dos ondas obedecen la condición de Bragg o al menos se aproximan, los otros ordenes de difraccion, violan fuertemente la condición de Bragg por lo tanto son despreciados. En la figura 1.4 se muestra el modelo de la rejilla del hologrma el cual es utilizado para el análisis. El eje  $\mathbf{z}$  se elije perpendicular a la superficie del medio, el eje  $\mathbf{x}$  el plano de incidencia y paralelo al limite del medio, y el eje  $\mathbf{y}$  a la muestra. El plano de franjas es orientado perpedicular al plano de incidencia y la inclinación con respecto al limite del medio en un angulo  $\phi$ . Las franjas se muestran punteadas. El vector de la rejilla  $\mathbf{K}$  es orientado perpendicular al plano de franjas y  $\mathbf{K} = 2\pi/\Lambda$ , donde  $\Lambda$  es el periodo de las franjas. El promedio de la constante dielectrica se supone que igual dentro y fuera de los bordes de la rejilla. La medida del ángulo incidente en el medio es  $\theta$ .



Figura 1.4: modelo de la rejilla del holograma

La propagación de la onda en la rejilla esta descrita por la ecuación escalar de onda

$$\nabla^2 \mathbf{E} + k^2 \mathbf{E} = 0 \tag{1.7}$$

Donde  $\mathbf{E}(\mathbf{x}, \mathbf{z})$  es la amplitud compleja de la componente en  $\mathbf{y}$  del campo eléctrico , el cual se supone que es independiente de  $\mathbf{y}$ , y oscila con una frecuencia angular  $\omega$ . La constante de propagación k(x, z) es modulada espacialmente y esta relacionada con la constante dielectrica relativa  $\epsilon(x, z)$  y la condutividad  $\sigma(x, z)$  del medio por

$$k^2 = \frac{\omega^2}{c^2} \epsilon - i\omega\mu\sigma \tag{1.8}$$

Donde c es la velocidad de la luz en espacio libre y  $\mu$  es la permeabilidad del medio suponiendo que se encuentra en el vacio. En nuestro modelo las constantes del medio son independientes de y. La rejillas del holograma es representada por una modulación espacial de  $\epsilon$  o  $\sigma$ 

$$\epsilon = \epsilon_o + \epsilon_1 \cos(\mathbf{K} \cdot \mathbf{r})$$
  

$$\sigma = \sigma_o + \sigma_1 \cos(\mathbf{K} \cdot \mathbf{r})$$
(1.9)

Donde  $\epsilon_1$  y  $\sigma_1$  son las amplitudes de la modulación espacial,  $\epsilon_o$  es el promedio de la constante dielectrica y  $\sigma_o$  el promedio de la conductividad; y  $\epsilon$  y  $\sigma$  se supone que son moduladas en fase. La ecuación (1.8) y (1.9) puede sen combinadas de la forma

$$k^{2} = \beta^{2} - 2i\alpha\beta + 2\kappa\beta(exp^{i\mathbf{K}\cdot\mathbf{r}} + exp^{-i\mathbf{K}\cdot\mathbf{r}})$$
(1.10)

Donde  $\beta$  es el promedio de la constante de propagación y  $\alpha$  es el promedio de la constante de absorción

$$\beta = 2\pi(\epsilon_o)^{1/2}/\lambda; \qquad \alpha = \mu c\sigma_o/2(\epsilon o)^{1/2}$$
(1.11)

y la constante de acoplamiento  $\kappa$ 

$$\kappa = \frac{1}{4} \left( \frac{2\pi}{\lambda} \epsilon_1 / (\epsilon_o)^{1/2} - i\mu c\sigma_1 / (\epsilon_o)^{1/2} \right)$$
(1.12)

La constante de acoplamiento describe el acomplamiento entre la onda de referencia R y la señal de onda S. Esto es el parametro central en la **teoría de dos ondas acopladas**. Para  $\kappa = 0$  no hay acoplamiento entre R y S , por lo tanto no hay difracción. En medios ópticos son usualmente caracterizados por su índice de refracción y su constante de absorción. Es conveniente utilizar estos parametros, si las siguientes condiciones se cumplen

$$nK_o \gg \alpha_o; \qquad nK_o \gg \alpha_1; \qquad n \gg n_1$$

$$(1.13)$$

Lo cual se cumple en casi todos los casos prácticos. Aquí n es el promedio del índice de refracción , $n_1$  y  $\alpha_1$  son las amplitudes de las modulaciones espaciales del índice de refracción y  $K_o = 2\pi/\lambda$ ,  $\lambda$  es la longitud de onda en espacio libre. Bajo las condiciones anteriores se puede escribir con una buena precisión

$$\beta = 2\pi n/\lambda \tag{1.14}$$

y la constante de acoplamiento

$$\kappa = \pi n_1 / \lambda - i\alpha_1 / 2 \tag{1.15}$$

La modulación espacial indicado por  $n_1$  o  $\alpha_1$ , forma una rejilla que acopla dos ondas R y S y conduce a un intercambio de energia ente ellas. Se describe estas ondas por amplitudes complejas R(z) y S(z) que varian a lo largo de z como resultado de este intercambio de energia o por la perdida de energia de absorción. El total del campo eléctrico en la rejilla es la superposición de dos ondas:

$$E = R(z)e^{-i\rho \cdot \mathbf{r}} + S(z)e^{-i\sigma \cdot \mathbf{r}}$$
(1.16)

los vectores de progagación  $\rho$  y  $\sigma$  contienen la infomación de la constantes de propagación y las direcciones de propagación de R y S. Estos vectores estan relacionados como:

$$\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\rho} - \mathbf{K} \tag{1.17}$$

Esta expresión tiene la apariencia de una ecuación de conservación de momento. En la figura1.5 se muestra los vecotres de interes y su orientación



Figura 1.5: Propagación de vectores del haz R y S

El factor  $c_R$  y  $c_S$  se definen como:

$$c_R = \rho_z / \beta = \cos \theta$$
$$c_S = \sigma_z / \beta = \cos \theta - \frac{K}{\beta} \cos \phi$$
(1.18)

El balance de energia del modelo de ondas acopladas es descrita por la relación

$$(c_R R R^* + c_s S S^*)' + 2\alpha (R R^* + S S^*) + i(\kappa - \kappa^*)(R S^* + R^* S) = 0$$
(1.19)

La presencia de los factores oblicuos  $c_R$  y  $c_S$  en la primera parte de la ecuación (1.19) indica el flujo de potencia de dos ondas en la dirección z que entra en el balance de la energía. En la ausencia de perdidas ohmica este flujo de potencia es conservado. La segunda y tercera parte de la ecuación que describe la perdida de energia resultante de la absorción en la rejilla. [1]

# 1.4.2. SOLUCIÓN DE LA ECUACIÓN DE ONDAS ACOPLA-DAS

La solución general de la ecuación de ondas acopladas, se define como

$$R(z) = r_1 exp(\gamma_1 z) + r_2 exp(\gamma_2 z)$$
  

$$S(z) = s_1 exp(\gamma_1 z) + s_2 exp(\gamma_2 z)$$
(1.20)

donde  $r_i$  y  $s_i$  son constantes que dependen de las condiciones de frontera,  $\gamma_{1,2}$  se definen como

$$\gamma_{1,2} = -\frac{1}{2} \left( \frac{\alpha}{c_R} + \frac{\alpha}{c_S} + i \frac{\vartheta}{c_S} \right) \pm \frac{1}{2} \left[ \left( \frac{\alpha}{c_R} - \frac{\alpha}{c_S} - i \frac{\vartheta}{c_S} \right)^2 - 4 \frac{\kappa^2}{c_R c_S} \right]^{1/2}$$
(1.21)

donde $\vartheta$ 

$$\vartheta \equiv (\beta^2 - \sigma^2)/2\beta = K\cos(\phi - \theta) - \frac{K^2}{4\pi n}\lambda$$
(1.22)

En la figura 1.6 se muestra las diferencias de un holograma de transmisión y un holograma de reflexión. Para ambos casos, la onda de referencia R empieza con una amplitud de z = 0, ésta decae conforme se va propagando a la derecha y se acopla la energia en S. En los hologramas de transmisión la señal S empieza con una amplitud cero en z = 0 y se propaga a la derecha ( $c_S > 0$ ). En los hologramas de refelxión la señal se desplaza hacia la izquierda( $c_S < 0$ ) y empieza con una amplitud cero de z = d. [1]

Resumiendo para un holograma de transmisión sus condiciones son las siguientes

$$R(0) = 1, \qquad S(0) = 0 \qquad c_S = 0$$

y para un holograma de reflexión tenemos

$$R(0) = 1,$$
  $S(d) = 0$   $c_S = 0$ 



Figura 1.6: Propagación de vectores del haz R y S

### 1.4.3. HOLOGRAMAS DE TRANSMISIÓN DE VOLUMEN.

#### 1.4.3.1. REJILLAS DE FASE

La Amplitud de la señal difractada con respecto al espesor d, se describe de la siguiente manera:

$$s(d) = \frac{-iexp(-i\chi)\sin(\Phi^2 + \chi^2)^{1/2}}{(1 + \chi^2/\Phi^2)^{1/2}}$$
(1.23)

otra forma de escribir la ecuación (1.23)

$$s(d) = -iexp(-i\chi)sinc(\Phi^2 + \chi^2)^{1/2}$$
(1.24)

Donde  $\Phi$  es el parámetro de modulación y está definido como:

$$\Phi = \pi \Delta n d / \lambda \cos \theta \tag{1.25}$$

Suponiendo que el índice de refracción varia senosoidalmente con una amplitud  $\Delta n$  sobre un valor medio de  $n_o$ , la ecuación (1.25) se modifica

$$\Phi = \pi n_0 d / \lambda \cos \theta \tag{1.26}$$

 $\chi$  es un parámetro que mide la desviación de la condición de Bragg  $n\lambda = 2d \operatorname{sen} \theta$ . La máxima amplitud difractada se obtiene cuando el ángulo de incidencia es igual al ángulo

de Bragg, es decir  $\theta = \theta_B$  y  $\chi = 0$ , la ecuación(1.23) se modifica de la siguiente manera:

$$S(d) = -sen\Phi \tag{1.27}$$

La eficiencia difractiva se define como: [4]

$$\eta = |S(d)|^2 = sen^2\Phi \tag{1.28}$$

La eficiencia difractiva aumenta inicialmente cuando incrementa la modulación  $\Phi$ , hasta que  $\Phi = \pi/2$ ,  $\eta = 1$ , de aquí en adelante la eficiencia difractiva disminuye. [4] Cuando  $\chi \neq 0$ , es porque existe una desviación en el ángulo de incidencia  $\Delta \theta$ , o una desviación en la longitud de onda del haz incidente  $\Delta \lambda$ , a partir de los valores requeridos para satisfacer la condición de Bragg, la eficiencia de difracción se reduce a: [3]

$$\eta = \frac{\operatorname{sen}^2 (\Phi^2 + \chi^2)^{1/2}}{(1 + \chi^2 / \Phi^2)}$$
(1.29)

Donde

$$\chi = \Delta n \frac{Kd}{2} \tag{1.30}$$

ó alternativamente

$$\chi = \frac{\Delta K^2 d}{8\pi n_o \cos \theta_B} \tag{1.31}$$

En la figura 1.7 se muestra la eficiencia difractiva normalizada de una rejilla de transmitancia de volumen de fase, en función del parámetro para tres valores del parámetro de modulación.

1.0

 $\begin{array}{c} 0.8 \\ 0.6 \\ 0.6 \\ 0.4 \\ 0.2 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 1.0 \\ 2.0 \\ 3.0 \\ 4.0 \\ 5.0 \end{array}$ 

Figura 1.7: Normalización de la eficiencia difractiva  $(\eta = \eta_B)$  con respecto a  $\chi$ 



#### 1.4.3.2. REJILLA DE AMPLITUD.

En una rejilla de amplitud, el índice de refracción no cambia, pero la constante de absorción  $\alpha$  varia con una amplitud  $\Delta \alpha$  del valor promedio. En este caso la eficiencia difractiva, el ángulo de Bragg  $\theta = \theta_B$ , esta dado por la expresión [3]

$$\eta = exp \frac{-2\alpha d}{\cos\theta_B} senh \frac{\Delta\alpha d}{2\cos\theta_B} \tag{1.32}$$

La máxima eficiencia difractiva es cuando

$$\Delta \alpha = \alpha = \frac{\ln 3}{d \cos \theta_B} \tag{1.33}$$

y tiene un valor

$$\eta_B = 0.037 = 3.7\% \tag{1.34}$$

### 1.4.4. HOLOGRAMAS DE REFLEXIÓN DE VOLUMEN.

Cuando el holograma es iluminado por una onda incidente, la onda difractada empieza con una amplitud S(d) = 0, en la cara posterior del holograma aumenta la amplitud a medida que se propaga.

#### 1.4.4.1. REJILLAS DE FASE.

La eficiencia difractiva de una rejilla de volumen de reflexión de fase al ángulo de Bragg está dada por la relación

$$\eta = \tanh^2 \Phi_r \tag{1.35}$$

Donde  $\Phi_r = \pi \Delta n d / \lambda \cos \theta_B$  y  $\Delta_n$  es una amplitud de la variación en el índice de refracción. Como el valor de  $\Phi_r$ , aumenta la eficiencia difractiva constantemente, tal como se muestra en la figura 1.8, a un valor límite de 1,0 [3]



Figura 1.8: Eficiencia difractiva con respcto al parárametro de modulación

Para una desviación de la condición de Bragg, la eficiencia difractiva normalizada aumenta, como se muestra en la figura1.9 como una función de los parámetros especificado por las relaciones. [3]

$$\chi_r = \Delta \theta \frac{2\pi n_o d}{\lambda} sen \theta_B \tag{1.36}$$

ó

$$\chi_r = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} \frac{2\pi n_o d}{\lambda} \cos\theta_B \tag{1.37}$$



Figura 1.9: Eficiencia difractiva con respecto al parárametro  $\chi$ 

#### 1.5 TEORÍA DE LA MÁXIMA EFICIENCIA DIFRACTIVA PARA DIFERENTES TIPOS DE REJILLAS.

#### 1.4.4.2. REJILLAS DE AMPLITUD.

Satisfaciendo la condición de Bragg , el parámetro de modulación y el parámetro de desviación queda simplificado de la siguiente manera

$$\Phi_{ra} = \frac{\Delta \alpha d}{2 \cos \theta_B} \tag{1.38}$$

у

$$\chi_{ra} = \frac{\alpha d}{\cos_B} \tag{1.39}$$

La amplitud difractada se define como:

$$S(d) = -(2\alpha/\Delta\alpha) + \left[(4\alpha^2/\Delta n^2 - 1)\right]^{1/2} \coth\left[(d\cos\theta_B(\alpha^2 - \Delta\alpha/4)^{1/2}\right]^{-1}$$
(1.40)

La eficiencia difractiva es:

$$\eta = |S(0)|^2 = -\left[(2\alpha/\Delta n^2 - 1)^{1/2} \coth\left(d/\cos\theta_B\right)(\alpha^2 - \Delta/4)^{1/2}\right]^{-2}$$
(1.41)

La máxima eficiencia difractiva cuando  $\alpha = \Delta \alpha$ , y  $ad/\cos\theta_B \ge 2$  [4]

$$\eta_{max} = (2 + \sqrt{3})^{-2} = 0.072 = 7.2\%$$
(1.42)

# 1.5. TEORÍA DE LA MÁXIMA EFICIENCIA DI-FRACTIVA PARA DIFERENTES TIPOS DE REJILLAS.

Se resume los parámetros teóricos de máximas eficiencias difractivas producidas por las diferentes modulaciones tanto en amplitud y fase del tipo de la rejilla. [4]

Tipo de rejilla	transmitan	cia Delgada	transmitan	cia de volumen	reflexión de	e volumen
modulación	Amplitud	$\Phi$	Amplitud	$\Phi$	Amplitud	$\Phi$
$\eta_{max}$	0,062	0,33	0,037	1,0	0,072	1,0

Tabla 1.1: Máxima eficiendcia difractiva en los diferentes tipos de rejillas

# 1.6. ANTECEDENTES DE REGISTROS HOLOGRÁFI-COS EN PELÍCULAS CON HIERRO

Los primeros trabajos reportados con hierro, fueron utilizando en la técnica de blanquedo del holograma, con esta técnica se lograban hologramas con mayor eficiencia difractiva y menor ruido . [5,6]

Luego se realizaron hologramas dopados con hierro, los cuales presentaron eficiencias difractivas importantes, provocando el interes de utilizarlos en diferentes matrices como ITO, polimeros, floururo de polivinilo, etc. ; en cada uno de estos casos se observaron fenómenos diferentes tanto en su estructura, propiedades eléctricas, magnéticas, temperatura, etc.; en la actualidad se continua estas lineas de investigación.

A continuación se reportan algunos trabajos realizados con hierro:

- Películas delgadas de  $PVA FeCl_3$ , con espesores de  $10\mu ma15\mu m$ , los hologramas fueron grabados en un sistema de dos haces con laser He-Cd (446.1nm), y fueron reconstruido con un laser de He-Ne (632.8nm) [7].
- Películas de floururo polivinilideno con una mezcla de haluros de FeCl<sub>3</sub> y CoCl<sub>2</sub> la cual fue praparada por método de fusión, se estudiaron por difracción de Rayos X, con analisis vibracional molecular por transmisión del espectro infrarojo (IR),y estudiar sobre la absorción optica visible ultravioleta, así como la conducitividad eléctrica y magnética en corriente directa. [8]
- Registros de volumen en alcohol polivinilico dopados con Fe, donde se analizan sus propiedades ópticas incluyendo la sensitividad y la frecuencias. Los resultados muestran una eficiencia de difracción de alrededor del 80 % con una sensibilidad de baja energía. [9],
- Películas de volumen con polimeros dopados de Co y Fe demostrando que este tipo de materiales son candidatos potenciales para grabaciones en tiempo real. [10]
- Películas con ITO dopados con Nb y Fe. Donde la morfología de la película se analiza por microscopía de fuerza atómica y su estructura por difracción de rayos X. Demostrandose la correlacion de sus propiedades eléctricas con respecto a su estructura y la dependencia de la conductividad eléctrica con respecto a la temperatura. [11]

# 1.6 ANTECEDENTES DE REGISTROS HOLOGRÁFICOS EN PELÍCULAS CON HIERRO

- Películas delgadas de PVA con Fe expuestas a UV, mostrando con espectroscopia Mässbauer la corelación de Fe<sup>+3</sup>\Fe<sup>+2</sup> [12]
- Caracterización y respuesta de las propiedades electro-ópticas para la replicación de hologramas con hierro. [13]

# capítulo 2

### Ley de Ohm

### 2.1. CONDUCTIVIDAD

Una de las características más importantes de un material es su capacidad para transmitir la corriente eléctrica, "**conductividad eléctrica**".

En la mayoría de los materiales esas partículas que se mueven son los electrones (e) o huecos (h), que dan lugar a una "**conductividad electrónica**".Sin embargo, en otros sistemas es el movimiento de los iones (atomos ó moléculas cargadas positivimente o ne-gativiamente) el que transmite la corriente, y se habla de "**conductividad ionica**".

La conductividad de un material depende de numerosos factores: tipo de enlace, defectos de red, microestructuras, velocidad de difusión ( en conductores iónicos) etc. Por este motivo, la conductividad es problablemente la magnitud física que representa un mayor intervalo de variación.

Así mientras que la conductividad en los aislantes es de orden de  $10^{-22}(\Omega m)^{-1}$ , en los semiconductores varía entre  $10^{-6}y10^4(\Omega m)^{-1}$  y en los buenos conductores llega a ser mayor de  $10^7(\Omega m)^{-1}$ . Aunque son fundamentales los metales y algunos compuestos cerámicos los que presentan conductividad apreciables, también se han descubiertos en los últimos años algunos materiales poliméricos con conductividades muy elevadas, los cuales tienen enalces  $\pi$  alternados.

### 2.2. LEY DE OHM

Para hacer un flujo de corriente, se tiene que mover la carga. La rapidez con que se mueve, en respuesta a un impulso dado, depende de la naturaleza del material. Para la mayoría de las materiales, la desisdad de corriente J es proporcional a la fuerza por unidad de carga:

$$\mathbf{J} = \sigma \mathbf{f} \tag{2.1}$$

El factor de proporcionalidad $\sigma$  es una constante empírica que varía de un material a otro.

La densidad de corriente en este caso es producida por una fuerza electromagnética o también llamada fuerza de Lorentz:

$$\mathbf{J} = \sigma(\mathbf{E} + \mathbf{v} \mathbf{x} \mathbf{B}) \tag{2.2}$$

Ordinariamente, la velocidad de la carga es suficientemente pequeña que el segundo termino puede ser ignorado:

$$\mathbf{J} = \sigma \mathbf{E} \tag{2.3}$$

La ecuación se llama la **LEY DE OHM**, aunque realmente la física que hay detrás, está contenida en la ecuación (2.2).

El inverso de la conductividad es llamado resistividad:

$$\rho = \frac{1}{\sigma} \tag{2.4}$$

En la siguiente tabla se muestra algunos materiales que pueden ser conductores, semiconductores y aislantes. [14]

MATERIAL	RESITIVIDAD	MATERIALES	RESISTIVIDAD
CONDUCTORES	$\Omega - M$	SEMICONDUCTORES	$\Omega \cdot M$
plata	$1,59X10^{-8}$	agua con sal(saturada)	$4,4X10^{-2}$
cobre	$1,68X10^{-8}$	germanio	$4,6X10^{-1}$
oro	$2,21X10^{-8}$	diamante	2,7
aluminio	$2,65X10^{-8}$	silicon	$2,5X10^{3}$
hierro	$9,61X10^{-8}$	AISLADORES	
mercurio	$9,58X10^{-7}$	agua(pura)	$2,5X10^{5}$
nicrom	$41,00X10^{-6}$	madera	$10^8 - 10^{11}$
Manganeso	$1,44X10^{-6}$	vidrio	$10^{10} - 10^{14}$
Grafito	$1,4X10^{-5}$	cuarzo (fundido )	$10^{16}$

Tabla 2.1: Tabla de Resitividad de algunos materiales

Se puede considerar un conductor rectangular de sección transversal de area A y una longitud l que lleva una coriente constante I, como se muestra en la figura 2.1 [15,16]



Figura 2.1: Material conductor rectangular

Al aplicar una diferencia de potencial V entre sus extremos. Las secciones transversales son superficies equiponteciales, la intensidad del campo eléctrico y la densidad de corriente serán constantes en todos los puntos y tendrán los valores:

$$E = \frac{V}{l} \qquad \qquad y \qquad \qquad J = \frac{I}{A} \tag{2.5}$$

La resisitividad se puede escribir como:

$$\rho = \frac{E}{J} = \frac{V/l}{I/A} \tag{2.6}$$

Pero V/I es la resistencia R, de manera que se obtiene [15]

$$R = \rho \frac{l}{A} \tag{2.7}$$

### 2.3. INFLUENCIA DE ELECTRODOS

En los procesos de intercambio de carga la transferencia tiene lugar entre dos fases, una es un conductor electrónico, metal. Y la otra como conductor iónico, disolución, el cual se denominan "**procesos de electrodos**" que agrupan todo conjunto de intercambios que acompañan a dicha transferencia.

Cuando en el proceso se trasfiere carga positiva al electrodo, se habla de un proceso **catódico** o de reducción , mientras que se trata de un proceso **anódico** o de **oxidación** cuando se transfiere carga negativa al eletrodo.

La interfase metal-disolución , indicada en la figura2.2 viene caracterizada por un gradiente de potencial que da lugar a una distribución de carga responsable de la estructura electroquímica. La reacción que se produce en esta interfase se llama **reacción de electrodo**, que puede agrupar varias etapas, entre las que debe estar la **etapa de transferencia de carga**, correspondiente a la carga que pasa de una fase a otra, y donde participan todos los constituyentes que la formen.



Figura 2.2: Sistema de electródico fundamental.

La densidad de una reacción de electrodo se puede establecer a partir de la carga

transferida. Las leyes de Farday dan la equivalencia cuantitativa entre la cantidad de materia transformada y la carga que ha pasado a través de la interfase.

La transformación electroquímica de 1 mol de una especie electroactiva, reqiere del paso de nF culombios, donde n es el número de cargas intercambiadas y F es la **constante de Faraday**. Esta constante es igual  $9,65X10^7C/Kmol$ , es decir, la carga necesaria para transformar 1 mol de especie electroactiva a un número de cargas unitarias que han sido transferidas. Si en un proceso circula una coriente I, durante un tiempo t, la carga transferida es It, y la relación It/nF nos proporciona el número de moles transferidos durante un tiempo determinado.

La densidad de la reacción viene relacionada con la corriente eléctrica que circula por el electrodo. La corriente implicada en una reacción a travez del electrodo, se le conoce como **corriente faradaica**.

Donde la la velocidad de reacción (VR) de electrodo se define en términos del número de moles de especie electroactiva que fueron transformados por unidad de tiempo. La cantidad de sustancia transformada en el electrodo es proporcional a la carga transferida, por lo tanto la velocidad de la reacción es proporcional a la corriente.

$$VR = \frac{I}{nF} \tag{2.8}$$

de acuerdo con las leyes de Faraday.

Por otro lado las reacciones de electrodo tienen lugar en la interfase metal-disolución, donde su velocidad depende del área de interfase, y en consecuencia se expresa en función de la **densidad de corriente**, **J**, corresponde a la corriente por unidad de área de la superficie del electrodo.

La VR depende del potencial aplicado al electrodo, produciendo la **polarización** de los electrodo. Las variaciones de la polarización de los electrodos se conoce como **des-polarización** y las especies responsables de esta variación se les llaman **despolarizador**.

Si los electrodos mantienen su polarización, no tienen lugar a cambios de potencial

con el paso de corriente, se habla de electrodo **no-polarizable**. En cambio, si se tiene un electrodo **polarizable** bajo un aumento del potencial al ser aplicado no origina paso de corriente apreciable.

En la Figura 2.3 se representa el equivalente eléctrico de un electrodo, el cual consiste en un condensador, una resistencia, ambos conectados en paralelo. Cuando el electrodo se comporta con cero resistencia, no tiene lugar variaciones del potencial al paso de la corriente, teniendo un electrodo no-polarizable. Pero si la resistencia es muy grande no hay paso de corriente faradaica, entonces el potencial toma un valor determiando, formando un electrodo polarizable. [17]



Figura 2.3: Representación equivalente de los electrodos: a) electrodo no-polarizable ideal, b) electrodo parcialemte polarizable (caso real) y c) electrodo polarizable ideal

# 2.4. MEDICIÓN DE DE RESISTENCIA POR EL MÉTODO DE 4 PUNTAS

En la industria de los semiconductores o polimeros conductores se utilizan frecuentemente la técnica conocida de 4 puntas para medir la resistividad.

Esta técnica consiste en inducir a la muestra una diferencia de potencial, y una corriente a traves de cuatro pequeños contactos ohmicos colocados sobre la muestra en una superficie plana para determinar la resistividad, con las siguientes condiciones [18]:

a) Los contactos deben tener minima superficie.

b) La muestra debe ser lo más homogénea posible.

c) La superficie de la muestra debe de estar optimamente en contacto con los electrodos, es decir la muestra no debe tener huecos.

Como se muestra en la figura 2.4, los conectores (electrodos) definidos como A, B, CyD, son colocados en forma arbitraria en la perifieria.



Figura 2.4: Muestra la distribución arbitraria de los cuatro electrodos sobre la periferia

Al aplicar una corriente  $I_{BC}$  se mide una difer<br/>ncia de potencial  $V_D - V_A$ , que se puede definir como:

$$R_{AD,BC} = \frac{V_C - V_B}{I_{AB}} \tag{2.9}$$

Similiarmente se define :

$$R_{DB,CA} = \frac{V_A - V_C}{I_{CA}} \tag{2.10}$$

El método de medición se basa en el teorema de la simple relación entre  $R_{AB,CD}$  y  $R_{BC,DA}$ 

$$exp(\frac{-\pi d}{\rho}R_{AD,BC}) + exp(\frac{-\pi d}{\rho}R_{DB,CA}) = 1$$
(2.11)

Donde  $\rho$  es la resistividad del material y **d** es el espesor de la muestra. [18]

Sobre la superficie plana de la muestra, colocando los electrodos a lo largo de su frontera, el cual esten espaciados a una distancia **a**, **b y c** como se observa en la figura 2.5 [19]



Figura 2.5: Muestra un plano semi-infinito con cuatro electrodos a lo largo de su frontenra

Al aplicar una corriente 2I en el electrodo A ,por simetría podemos ver que la corriente se distribuye en todas direcciones uniformemente sobre la muestra.

$$J = 2I/2\pi r d \tag{2.12}$$

La fuerza del Campo E, es radialmente orientada y de acuerdo con la forma generalizada de la ley de Ohm, tenemos :

$$E = \rho J = \rho I / \pi r d \tag{2.13}$$

La diferencia de potencial entre los contactos C y D

$$V_{CD} = V_D - V_C = \int_d^f E dr$$

$$V_D - V_C = I \frac{\rho}{\pi d} \int_d^f \frac{1}{r} dr$$

$$V_D - V_C = I \frac{\rho}{\pi d} Ln(\frac{f}{d}) \qquad (2.14)$$

En caso particular la muestra es finita, con un espesor (d), con una geometría plana, electrodos equidistantes, y separados una distancia s>>d, como se muestra en la figura 2.6 [20]



Figura 2.6: los electrodos separados por la misma distancia S sobre una muestra plana de espesor d

Si a = s y b = 2s, entonces f/d = 2 la ecuación (2.14) se modifica de la siguiente manera:

$$V_D - V_C = I \frac{\rho Ln(2)}{\pi d} \tag{2.15}$$

Por lo tanto la resitividad se define como: [21]

$$\rho = \frac{\pi d}{\ln(2)} \frac{V_{CD}}{I} \tag{2.16}$$

# capítulo 3

# EXPERIMENTOS Y RESULTADOS

### 3.1. NITROCELULOSA Y CLORURO FERRICO

La nitrocelulosa la usamos como una matriz, el cual presenta un carácter hidrofóbico es decir es permeable a la humedad ambiental, y es una base común para sustratos de emulsiones de películas fotográficas y como fotosensibilizador el cloruro Férrico grado reactivo.

#### 3.1.1. ANALISIS DE ABSORBANCIA

En la figura 3.1 se representa el esquema del montaje experimental, el cual nos permitira caracterizar el cambio de transmitancia bajo la acción de luz.

El estudio se realiza con tres tipos diferentes de laseres de la marca: Omnichrome (442nm), DPSSL Driver(633nm) y Uniphase(532nm), un filtro y un fotodetector marca Newport.



Figura 3.1: Arreglo experimental para medir la intensidad transmitida

En la Figura 3.2 se presenta la dependencia en intensidad con respecto al tiempo, al incidir un haz con longitud de onda de 442nm, con una potencia de 18mW y diametro 1,32mm.



Figura 3.2: Caracterización de la intensidad transmitida v<br/>s tiempo de exposición a $\lambda=442nm.$ 

La luz transmitida fue del 20%.

En la Figura3.3 se muestra la intensidad transmitida respecto al tiempo de exposición con la longitud de onda de 633nm, con una potencia de 10 mW.



Figura 3.3: Caracterización de la intensidad transmitida con respecto al tiempo de exposición con  $\lambda=633nm$ 

La luz trasm<br/>tida fue del  $11\,\%$  .

En las figuras  $3.2 \text{ y} 3.3 \text{ se observa que la película con nitrocelulosa absorbe más la luz roja (633nm) que la radición azul (442nm).$ 

Se hace incidir una radiación luminosa con una longitud de onda de 442nm a la muestra, por 5 minutos. Posteriormente iluminamos con una logitud de onda de 633nm, se obtiene la restauración parcial ionica, es decir se hace un borrado parcial, los resultados se presentan en a figura 3.4.



Figura 3.4: Comportamiento de la intensidad transmitida con un<br/>a $\lambda=442nm,$ y después es iluminada con  $\lambda=633nm$ 

En esta figura 3.4 se puede observar que el primer minuto de exposición con 633nm se presenta mayor intensidad transmitida y posteriormente la respuesta decae es decir es màs absorbente.

Para poder observar la absorbancia de la muestra, se utiiza un espectrometro (marca Ocean Optics).

Se graba un patrón espectral como referencia, utilizando una lampara de mercurioxenon(Hg-Xe). Posteriormente se mide el espectro de la película, dando como resultado la absorción de la muestra. En la figura 3.5 se muestra el esquema experimental.



Figura 3.5: a)medición del espectro de referencia b) medición del espectro de la muestra

En la figura 3.6, la curva con línea negra representa el espectro de la película no iluminada con laser, la curva con línea azul representa el espécimen iluminada con la luz de 442nm con un tiempo de exposición de 5 minutos, la curva con línea roja muestra la emulsión sometida a luz de 633nm con un tiempo de exposición de 5 minutos y por último la curva con línea verde indica que la muestra se ilumino con una longitud de onda de 532nm con un tiempo de exposición de 5 minutos.



Figura 3.6: Absorción vs longitud de onda de la película con nitrocelulosa

Analizando las figuras 3.2, 3.3, 3.4 y 3.6, se puede observar que obtenemos mayor modulación en amplitud para la longitud de onda de 532nm.

Por otro lado, se observa que se hace más transparente la muestra al ser iluminada con una longitud de onda entre 500nm a 600nm. Posteriormente este espécimen se ilumina con una longitud de onda de 633nm, observando una degradación que se verificar en la figura 3.6 la cual presenta un pequeño incremento en la absorción .

El borrado esta basado en la restauración de la interconversión ionica de fe<sup>+2</sup>  $\leftrightarrow$  fe<sup>+3</sup> de la distribución original ionica , entonces el material regresa a su estado inicial. La degradación o borrado parcial significa que permanece en algún subnivel de energia del Fe<sup>+2</sup>.

### 3.1.2. REGISTRO HOLOGRÁFICO

Finalmente se estudia el registro holográfico para longitudes de onda de 532nm y 633nm.

Hacemos incidir un haz de luz a un sistema telescopico formado por dos lentes convexas con distancia focal de 5cm y 10cm respectivamente utilizadas para expandir el haz de luz. La luz reincide sobre una rejilla de ronchi con una frecuencia especial de 500 lineas\pulgada, los rayos difactados pasan a travez de una lente con un distancia focal de 30 cm. y se coloca un filtro.

Seleccionamos el orden central y el orden +1 mediante un diafragma. Estos dos haces pasan por una lente con distancia focal de 30cm, en esta distancia se superponen los haces produciendo la inteferencia. En este lugar se coloca la muestra, y por último se coloca el fotodetector.

En la figura 3.7 se muestra el esquema del montaje experimental



Figura 3.7: a) Esquema del montaje experimental, b) Grabación del holograma y c) reconstrucción del holograma

Se mide la eficiencia de difracción del orden  $\pm \ 1$  .

Con el laser de 633 nm la eficiencia difractiva fue de  $3,0 \pm 0,2\%$ , y con la longitud de onda de 532 fue de  $4,6 \pm 0,2\%$ .

En la Figura 3.8 se muestra el holograma(rejilla senusoidal) grabado en el material de nitrocelulosa y cloruro ferrico. Esta imagen se obtuvo con un microscopio Olympus BX51.



Figura 3.8: Microfotografía del patrón sinosoidal obtenido por el arreglo experimental con los ordenes  $+1 \ge 0$ 

Utiizando el mismo montaje experimental para el registro hologràfico, agregamos una fuente de voltaje variable con rango de 0-100 Vdc, para mejorar la eficiencia difractiva y la rapidez del grabado, como se muestra en la siguiente figura.3.9



Figura 3.9: Registro holográfico aplicandole una diferencia de potencial.

La figura 3.10 muestra los resultados de las mediciones, del arreglo de las figuras 3.7 y 3.9.



Figura 3.10: Intensidad transmitida vs tiempo

Obsevamos que con o sin campo eléctrico aplicado a la muestra , no se producen cambio dentro del rango de errores experimentales. En otras palabras, el material de nitrocelulosas es indiferente al potencial aplicado.

### 3.2. PVA Y CLORURO FERRICO

El alcohol propivinílico (PVA) se utiliza como una matriz y como fotosensibilizador el Cloruro Ferrico( $FeCl_3$ ), el cual presenta un caracter hidrofílico es decir que tienen afinidad al agua, y es una base común para emulsiones fotográficas.

# 3.3. MEDICIÓN DE LA RESISTENCIA Y RESIS-TIVIDAD

Con el proposito de estudiar las caracteristicas electricas del material, en primer lugar corresponde conocer la resitividad, parametro que nos pemite controlar la variación del indice de refracción al realizar un registro holográfico de una película.

El método que se utiliza para medir la resistividad de la película es la técnica de cuatro

puntas.

El arreglo experimental se muestra en la figura 3.11. Los electrodos son puntas de latón, estos tienen una lontitud de 10mm, y el ancho de los cuatro electrodos es de 6,8mm, diametro de espeso de 0,064mm por cada electrodo. Se colocan sobre la muestra y cada uno de los electrodos es conectado de la siguiente manera :El primer electrodo (1) va colocado al polo positivo de la fuente de voltaje (Newport de 0 - 30V a 3A),conectado a la punta positiva del multimetro (ML-600). El segundo electrodo (2) se conecta a la punta negativa del multimetro. El tercer (3) y el cuarto (4) electrodo estan unidos por una resitencia de  $68K\Omega$  y este a su vez esta en paralelo con otro multimetro (ML-600).

Teniendo presente, que la muestra absorbe los vapores de agua del ambiente, se utiliza un sistema de calentamiento resistivo para variar la humedad .



Figura 3.11: a) Diagrama de la técnica de 4 puntas b)Arreglo experimental

La muestra sin humedad en la superficie, tiene un espesor 0,1 mm., siendo la humedad inicial de 34%, utilizando la fuente externa de 1 - 10 Vdc., variando en incrementos de 1Vdc.

De la medición del voltaje  $V_I$ , el cual dividimos por la resistencia de 68K $\Omega$ , obtenemos la corriente del circuito, y con el otro medidor determinanos el voltaje de muestra V.

Posteriormente esta muestra se les hace un secado con aire por 5 minutos, 10 minutos, y 15 minutos.

En la figura 3.12 se muestra la gráfica de la diferencia de potencial con respecto a la corriente con humedad de 34 % sin secar, la figura 3.13 muestra cuando la placa con PVA y cloruro ferrico se somete a secado por 5 minutos, la figura 3.14 correspode al secado de la muestra por 10 minutos.



Figura 3.12: Voltaje contra corriente con muestra al medio ambiente.



Figura 3.13: Voltaje contra corriente con secado por 5 minutos.



Figura 3.14: Voltaje contra corriente con secado por 10 minutos.

La muestra con un secado de 15 minutos, no se midio debido a la alta resistencia que presenta. En las figuras 3.12 y 3.13 se observa una correspondecia lineal con respecto a la diferencia de potencial y la corriente, que circula en la muestra. En la figura 3.14 se pierde la linealidad, esto quiere decir que la muestra tiene un rango óptimo de humedad entre 30 a 50% donde se cumple la ley de Ohm.

Haciendo un promedio de la Resistencia y utilizando la fórmula de cuatro puntas obtenemos los valores de la resistividad, que se muestran en la tabla 3.1.

ESTADO DE	RESISTENCIA	RESISTIVIDAD
MUESTRA	V/I	$\frac{\pi d}{\ln(2)} \frac{V}{I}$
	Ω	$\Omega \cdot $ cm.
medio ambiente	$(1.8 \pm 0.02) \cdot 10^6$	$8,29 \cdot 10^5$
secado de 5 minutos	$(2.24 \pm 0.01) \cdot 10^6$	$1,22 \cdot 10^{6}$

Tabla 3.1: Resistencia y resistividad

Se midio la resistividad de la muestra con una humedad inicial del 34 %, manteniendo constate la corriente en la muestra. Midiendo también para las muestras con secado de 5 y 10, respectivamente mostrando los resultados en la figura 3.15



Figura 3.15: Voltaje contra Tiempo, de la muesta a) medio ambiente, b)con secado de 5 minutos, c) con secado de 10 minutos

Los resultados que se muestan en la figura 3.15 se observa que el voltaje no varia.

Se realiza una medición para ver como actuan electrodos con el método de dos puntas con una muestra de alta resistencia , manteniedo el voltaje de la fuente constante a 5 Volts y una humedad constante de 37 %.



Figura 3.16: Corriente contra tiempo

En la figura 3.16 se observa claramente que los electrodos afectan de manera exponencial a la película, por ajuste numérico obtuvimos la ecuación que se ajusta a la curva sobre las puntos de los resultados obtenidos de la forma siguiente .

$$y = 8,46e^{(-x/68,04)} + 1,63 \tag{3.1}$$

Los electrodos como se mencionó en el capítulo 2, forman una interfase entre la película y el electrodo. Generandose un circuito interno en paralelo que esta compuesto de una resistencia y un capacitor, visible en los resultados obtenidos del experimento.

# 3.4. REGISTRO CON RESISTENCIA ALTA Y RESISTIVIDAD BAJA

Usando el método de cuatro puntas, se realiza una prueba teniendo como constante el voltaje externo de 5 Vdc.

La muestra se encuentra a una humedad relativa de 47 % y con el sistema de calentamiendo hacemos que pierda humedad, obteniendo el siguiente resultado



Figura 3.17: Zonas de alta y baja resistencia contra tiempo

Para los fines de esta investigación definimos que mara este material, sí la resistencia es menor a  $100k\Omega$  es baja , y si es mayor a  $100K\Omega$  es alta.

En la figura 3.18 se muestra la intesidad transmitida del orden +1 con un laser de 532nm a las películas de baja y alta resistencia, asi mismo los resultados obtenidos al aplicarle una diferencia de potencial de 100 Vdc.



Figura 3.18: Intensidad transmitida contra tiempo

Los resultados de la figura 3.18 muestran el comportamiento de la eficiencia difractiva del orden +1, comprobando que cuando se ilumina la placa sin voltaje, no importa si esta tiene baja o alta resitencia, la eficiencia difractiva y la rapidez del grabdo son muy similiares. Por otra parte esots parametros aumenta cuando se somete a una diferencia de potencial con respecto a la alta y baja resistencia.

En la Figura 3.19 se presenta el registro holográfico de la placa a) baja resistencia y b) alta resistencia; en ambos casos se utilizó un microscopio (Edmund E-Zoom) con una relación del zoom de 6,3 : 1.



Figura 3.19: Registro holográfico de una placa: a)baja resistencia y b)alta resistencia

En la figura 3.19 a) las franjas oscuras tiene de baja resistencia debido a que se observa un acumulamiento de microgotas de agua , y en las frajas claras presentan alta resitencia.Cabe aclarar que en figura 3.19 las franjas oscuras y las franjas claras tienen alta resistencia.

La película de alta resistencia, es iluminado con una longitud de onda de 532nm aplicando una diferencia de potencial de 100V, en el momento que se registra, la muestra se expone a aire húmedo, y se mide la eficiencia difractiva de la rejilla constuida con el material de PVA dopado con cloruro ferricco, observandose el siguiente comportamiento.



Figura 3.20: Intensidad difractiva a primer orden de una rejilla sinosoidal del la intensidad transmitida contra tiempo.

Analizando los datos de la figura 3.20,observamos que sí la muestra presenta alta resistencia y aplicamos voltaje y se aumenta la humedad al iniciar el registro holográfico tenemos que la rapidez del registro holográfico mejora considerablemente, teniendeo como consecuencia que la superficie de la muestra sufra algún deterioro.

Cuando la muestra tiene baja resistencia y se realiza el mismo procedimiento, no se obtuvieron resultados satisfactorios porque la superficie de la muestra se torna turbia de tal manera que la placa queda totalmente inservible y no se puede ralizar el registro holográfico.

# capítulo 4

### Conclusiones

Hemos estudiado los procesos de registro holográfico y cambios de transmitancia, en dos tipos de polimeros dopados con iones de hierro: con matriz de nitrocelulosa y con matriz de PVA, observando las propiedades de conductividad eléctrica de las películas de volumen construidas.

El mecanismo de registro en estos materiales estan relacionados con cambios en la absorción de la película, el cual se produce por la transición de los iones de hierro entre los estados  $Fe^{+3}$  y  $Fe^{+2}$ .

El espectro de absorción de las películas con matriz de nitrocelulosa se concentra en las longitudes de onda menores de 500 nm.

La modificación del pico espectral de absorbación se produce cuando la muestra con matriz de nitrocelulosa se ilumina con longitudes cercanas o dentro del rango de 500 nm , por consiguiente el holograma tiene una fuerte componente de amplitud.

La película con nitrocelulosa cuando se ilumina con longitudes de onda mayores de 600nm, no presenta cambios significativos en el espectro de absorción, por tanto los hologramas presentan modulación de fase, es decir, modifica el indice de refracción, esto se explica con la relación de Kramers-Kronig.

Las condiciones ambientales no afectan a las peliculas con matriz de nitrocelulosa , estas presentan alta resistividad.

La eficiencia difractiva y la velocidad del regristro del holograma de nitrocelulosa y  $FeCl_3$  es muy similar con o sin aplicación de voltaje.

Las propiedades eléctricas de la película con matriz de PVA se determinan con la hidratación del material. La resistencia depende de las condiciones ambientales (temperatura y humedad del aire) y cambia con el tiempo. En general, sí la película presenta menor humedad mayor es su resistencia, y en caso contrario tiene menor resistencia.

La muestra de PVA presenta propiedade hidrofílicas, por tanto hay saturación en los electródos, sin embargo con el método de 4 puntas se evita la influencia de los electrodos.

El rango de humedad 30 al 50 % es óptimo para tener mediciones confiables y repetitivas en películad de PVA. Sí la muestra presenta una humedad menor a 30 %, la muestra tiene alta resistencia no puede ser medida y si la humedad es mayor a 50 % la película no graba debido al deterioro superficial de la película.

Las peliculas de PVA dopadas con cloruro de hierro pueden ser modificados con aplicación de Voltaje.

El registro holográfico de PVA con baja resistencia sometida a una diferencia de potencial, presenta un acumulamiento de microgotas en las franjas oscuras y en as franjas claras se observa seco, ausencia de microgotas, y en el caso de un holograma de alta resistencia se observa seco, tanto las franjas oscuras y claras.

Los hologramas de PVA de baja resistencia aplicandoles un campo eléctrico presentan mayor velocidad en el registro y un aumento en el valor de la eficiencia difractivas.

Para estudios posteriores se puede hacer un sistema de control de humedad mas preciso para mediciones de resistividad de una muestra de PVA y para las películas de nitrocelulosa para hacer un estudio del cambio del índice de refracción con las relaciones de Kramers-Cronig.

### Bibliografía

- H. Kogelnik. Coupled wave theory for thick hologram gratings. The Bell System Technical Journal, Vol. 48, no. 9, November 1969, pp. 2909-2947, 48:2909-2947, November 1969.
- [2] G. Saxby. *Practical holography*. Inst of Physics Pub Inc, 2004.
- [3] P. Hariharan. *Basics of holography*. Cambridge Univ Pr, 2002.
- [4] P. Hariharan. Optical holography: Principles, techniques, and applications. Number 20. Cambridge Univ Pr, 1996.
- [5] CB Burckhardt and ET Doherty. A bleach process for high-efficiency low-noise holograms. Applied Optics, 8(12):2479–2482, 1969.
- [6] R.J. Collier, C.B. Burckhardt, and L.H. Lin. Optical holography. Academic Press, 1971.
- [7] BA Budkevich, AM Polikanin, VA Pilipovich, and N.Y. Petrochenko. Amplitudephase hologram recording on feel 3-pva films. *Journal of Applied Spectroscopy*, 50(6):621–624, 1989.
- [8] A. Tawansi, AH Oraby, HI Abdelkader, and M. Abdelaziz. Fecljsub¿3j/sub¿cocljsub¿2j/sub¿mixed fillers effects on the structural, electrical and magnetic properties of pvdf films. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 262(2):203–211, 2003.

- [9] R. Changkakoti, G. Manivannan, A. Singh, and R. A. Lessard. Ferric chloride doped polyvinyl alcohol for volume hologram recording: A characterization study. *Optical Engineering*, 32:2240–2245, September 1993.
- [10] G. Manivannan, R. Changkakoti, and R.A. Lessard. Cr (vi)-and fe (iii)-doped polymer systems as real-time holographic recording materials. *Optical Engineering*, 32:671–676, 1993.
- [11] AR Bally, EN Korobeinikova, PE Schmid, F. Lévy, and F. Bussy. Structural and electrical properties of fe-doped thin films. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 31:1149, 1998.
- [12] V. Kuncser, G. Filoti, R. Podgorsek, M. Biebricher, and H. Franke. The diffraction efficiency in fe: Pva explained by mössbauer spectroscopy. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 31:2315, 1998.
- [13] MP Hernandez-Garay, A. Olivares-Perez, and I. Fuentes-Tapia. Characterization and evolution of electro-optical properties from holograms replication on polymer (pva) with salts (fecl3). In *Information OpticsDNA-Based Nanoscale Integration*, volume 860, pages 446–454, 2006.
- [14] D.J. Griffiths and Reed College. Introduction to electrodynamics, volume 3. prentice Hall New Jersey, 1999.
- [15] D. Halliday, R. Resnick, and K.S. Krane. *Física*. Continental, 1977.
- [16] J.A. Edminister and J. Edminister. Schaum's outline of theory and problems of electromagnetics. Schaum's Outline Series, 1995.
- [17] J.M. Costa. Fundamentos de electródica. Cinética Electroquímica y sus Aplicaciones. Alhambra, 1981.
- [18] LJ van der PAUYV. A method of measuring specific resistivity and hall effect of discs of arbitrary shape. 1958.
- [19] LJ Van der Pauw. A method of measuring the resistivity and hall coefficient on lamellae of arbitrary shape. *Philips Technical Review*, 20(8):220–224, 1958.
- [20] TR Kuphaldt. Kelvin (4-wire) resistance measurement. All About Circuits, 1, 2003.

[21] FM Smits. Measurement of sheet resistivities with the four-point probe. Bell Syst. Tech. J, 37(3):711–18, 1958.