67 Ciencia Nicolaita

Caracterización de la gelatina de pescado dicromatada como material fotosensible

Mauricio Ortiz Gutiérrez[1], Juan Carlos Ibarra Torres[2], Marco Antonio Salgado Verduzco[1], Mario Pérez Cortés[3] y Rosa E. Orozco Muñoz[1]

[1]Facultad de Ciencias Físico Matemáticas, UMSNH; [2]Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingeniería, U. de Guadalajara; [3]Fac. Ingeniería, U.A. de Yucatán.

Resumen

La investigación sobre materiales fotosensibles como medios de registro de información es un campo muy activo a nivel mundial. Los materiales más comunes son los elementos a base de haluros de plata, fotopolímeros, cristales fotorefractivos y gelatina dicromatada. Para comprobar el funcionamiento de estos materiales se graba en ellos una rejilla holográfica y se caracteriza midiendo la Eficiencia de Difracción (ED) de este elemento. En este trabajo se presenta la caracterización óptica de una película fotosensible compuesta de gelatina de pescado de la marca Norland Products® disuelta en agua mezclada con dicromato de amonio. La mezcla de estos elementos es depositada en una celda formada por dos portaobjetos de vidrio separados en sus extremos por una película plástica. En esta celda se grabaron rejillas holográficas de fase formadas por la interferencia de dos haces provenientes de un láser de Argón con una longitud de onda de 532 nm. La máxima

ED alcanzada en este material es de 23% que corresponde a la mezcla formada por 27% de gelatina de pescado, 2.7% de dicromato de amonio y 70.3% de agua. La ventaja del material propuesto es su facilidad de fabricación, sin embargo, no alcanza una ED alta comparada con otras gelatinas dicromatadas ya reportadas en la literatura.

Palabras clave: Materiales fotosensibles, gelatina de pescado, dicromato de amonio, rejillas holográficas, eficiencia de difracción.

Abstract

Characterization of dichromate fish gelatin as photosensitive material

Research on photosensitive materials as information recording media is a very active field worldwide. The most common materials are the elements based on silver halide, photopolymer, photorefractive crystals and dichromated gelatins. To verify the suitability of these materials a holographic grating is recorded and is characterized by measuring the diffraction efficiency of this element. In this paper, the optical characterization of a photosensitive film composed of fish gelatine from Norland Products® dissolved in water mixed with ammonium dichromate is presented. The mixture of these elements is deposited in a cell formed by two glass slides separated at its ends by a plastic film. In this cell, phase holographic gratings formed by two-beam interference from an argon laser with a wavelength of 532 nm were recorded. The maximum diffraction efficiency achieved in this material is 23% corresponding to the mixture of 27% fish gelatin, 2.7% of ammonium dichromate and 70.3% water. The advantage of the proposed material is its ease of manufacture, however, does not achieve a high diffraction efficiency compared to other dichromated gelatins already reported in the literature.

Keywords: Photosensitive materials, fish gelatin, ammonium dichromated, holographic gratings, diffraction efficiency.

1. Introducción

Hoy en día los hologramas se han convertido en instrumentos de uso común, ya que se encuentran en tarjetas de crédito o en cualquier objeto al que se quiera evitar su falsificación, es por eso que se han convertido en una herramienta poderosa en cuestión de seguridad de documentos y productos.

La palabra "holografía" proviene del griego "holos" que significa completo y "graphos" que significa descripción, por lo que el significado completo de la holografía es una descripción completa de un objeto real. Para hacer un holograma de un objeto se usan técnicas avanzadas de fotografía y para ello se utiliza la luz proveniente de un láser que graba un patrón de interferencia en una película fotosensible que posteriormente es sometida a un proceso de revelado fotográfico. Para reconstruir la imagen registrada en el material fotosensible se hace pasar nuevamente un haz de luz a través de éste y de esta forma se proyecta una imagen tridimensional del objeto registrado.

A diferencia de una fotografía que solo graba la intensidad de la luz que refleja un objeto, para grabar un holograma es necesario grabar un patrón de interferencia que se forma por la superposición de dos haces de luz, uno de ellos, llamado haz de referencia, proviene directamente del láser y el otro haz, llamado haz objeto, se produce por el reflejo de la luz sobre un objeto real al ser iluminado con la luz láser.

Dependiendo de las aplicaciones de los hologramas, es necesario contar con un material fotosensible que registre el patrón de interferencia. Estos pueden ser películas fotosensibles como los haluros de plata (Smith 1969), cristales foto refractivos (Kamshilin et al., 2009), fotopolímeros (Kostuk 1999, Ortiz-Gutiérrez et al., 2013, Ortuño et al., 2003) y gelatina dicromatada (Solano et al., 1987), sol-gel (Kang et al., 2004**),** e independientemente de su aplicación, las características que se deben considerar en un material fotosensible para registro holográfico son: resolución, sensibilidad de energía, su selectividad de amplio espectro (longitud de onda), eficiencia de difracción (ED), fácil manejo, velocidad de revelado y fijado, capacidad de multiplexado, rango de temperatura, distorsión, etc. (Solano 1994). Otros parámetros que también se deben considerar cuando se registran hologramas es la variación en intensidad del haz de grabado (Gleeson et al., 2005) y el espesor de la muestra (Gallego et al., 2005).

Los materiales de registro holográfico ampliamente usados son los basados en tecnología de haluros de plata. La principal característica de estos materiales es su capacidad para registrar estructuras extremadamente finas comparadas con las estructuras registradas en películas fotográficas convencionales. La respuesta en frecuencia espacial de las películas holográficas a base de haluros de plata exceden las 2000 líneas/mm mientras que las películas fotográficas alcanzan 200 líneas/mm. Sin embargo, la alta resolución es siempre acompañada de baja sensibilidad, es decir, las películas holográficas requieren mayor tiempo de exposición a la luz que

las películas fotográficas. La densidad de energía necesaria para exponer materiales de alta resolución es mucho mayor que aquella requerida para materiales de baja resolución.

Existen fabricantes a nivel mundial de películas holográficas en base a haluros con alta resolución espacial tales como Ilford Limited (www.ilfordphoto.com) y Slavich (www.slavich.com). Estos fabricantes tienen disponibles películas con sensibilidad en diferentes longitudes de onda, espesores y presentaciones.

Por otra parte, las películas de gelatina dicromatada son ampliamente usadas para grabar hologramas de volumen de fase con buena ED que puede alcanzar más del 90% (Shankoff 1968, Smith 1977).

La gelatina dicromatada no es disponible comercialmente por lo que para registrar hologramas en estos materiales es necesario fabricar las placas fotosensibles usando gelatina comestible mezclada con dicromato, tal como dicromato de amonio. Los métodos para preparar tales placas y el procedimiento para revelar las placas después de haber sido expuestas a la luz son complejos y deben ser realizados con cuidado. La descripción de estos métodos pueden ser encontrados en (Solano et al., 1987, Solano 1994).

En este trabajo se reporta un material fotosensible que es empleado para almacenamiento de información, es de bajo costo y no requiere de procesos de revelado químico o térmico. Este material es compuesto por gelatina de pescado de la marca Norland Products® (www.norlandprod.com) mezclado con dicromato de amonio. El procedimiento para preparar el material fotosensible es fácil y sólo se requiere mezclar los componentes con agua, introducirlos en un horno y posteriormente se depositan sobre una celda de vidrio. En este material se registraron rejillas holográficas de baja resolución y se mide la ED como función de la cantidad de dicromato de amonio que contiene la muestra.

2. Materiales empleados

2.1. Gelatina de Pescado

La gelatina es una sustancia semisólida, incolora, translúcida, quebradiza y casi insípida obtenida mediante la ebullición prolongada de piel de animal, del tejido conectivo o de los huesos. Su uso alimentario más común es como estabilizador, espesante o texturizador en helados o mermeladas. La gelatina es una proteína en

su estado más puro. Se obtiene a partir del colágeno, es decir, una molécula proteica que forma parte de las fibras colágenas procedentes del tejido conectivo, de la piel de los animales o de los huesos. En el interior del organismo la gelatina no existe como componente ya formado, sino que se obtiene por una hidrólisis parcial irreversible del colágeno, formado por tres cadenas de polipéptidos enrolladas en forma de hélice y estabilizadas por uniones intramoleculares.

Hasta el momento, la gelatina más usada es la cola de pescado o colapez, que se comercializa en formato de hojas transparentes y se utiliza para dar más consistencia a las gelatinas de carne o de frutas. Su uso también es habitual en alimentos preparados para consumirse en frío. Se puede utilizar también como adhesivo natural.

La gelatina de pescado de Norland Products® es fabricada por la hidrólisis de colágeno que es la principal proteína que se encuentra en la piel y los huesos. La gelatina de origen animal es típicamente extraída de bovinos o piel porcina mientras que la gelatina de pescado es obtenida de la piel de bacalao y abadejo (Pollachius pollachius) lo que permite tener muchas de las características de la gelatina animal.

La gelatina de pescado de Norland Products® es una gelatina tipo A y es suministrada como un producto seco. Su punto de gelificación es más bajo que la gelatina animal lo cual la hace propicia para su uso con productos congelados. El bajo punto de gelificación permite a la gelatina de pescado de Norland Products® disolverse más rápido y fácil que la gelatina animal de tal forma que puede ser fácilmente agregada en productos que van a ser congelados.

2.2. Dicromato de amonio

Se sabe desde 1800 que la adición de dicromato soluble en agua en ciertos coloides orgánicos provoca que estos materiales se vuelvan fotosensibles (Kosar 1965). Las áreas expuestas a la luz son endurecidas y se vuelven menos solubles que las áreas que no son expuestas. Esta diferencia en solubilidad puede ser convertida en una variación del espesor o la densidad del material si es lavado en agua.

El dicromato de amonio [$(NH_4)_2Cr_2O_7$] tiene un peso molecular de 252.07, 41.26% de Cr, 3.20% de H, 11.11% de N y 44.43% de O. Es preparado a partir de sulfato de amonio y dicromato de sodio. Su presentación es en forma cristalina de color naranja-rojizo brillante, es flamable e inodoro. Su sistema cristalino es monoclínico. Se descompone aproximadamente a los 180° C. La estructura molecular del dicromato de amonio es mostrada en la Figura 1.

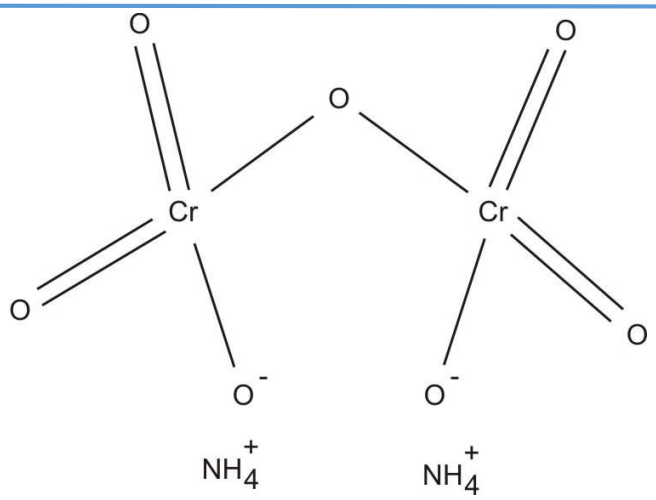

Figura 1. Estructura molecular del dicromato de amonio $(NH_4)_2Cr_2O_7$.

3. Material fotosensible

El material fotosensible que se utiliza en este trabajo es compuesto por la mezcla de gelatina de pescado y dicromato de amonio. El proceso de preparación de la mezcla es el siguiente: se mezclan por 30 minutos la gelatina de pescado con agua, después se agrega dicromato de amonio y se coloca en un agitador magnético por 30 minutos dentro de un horno a 80° C. Al finalizar este proceso se deja enfriar la muestra hasta 25° C.

Es importante seguir este procedimiento para que la mezcla obtenida al final sea homogénea. Intercambiar el orden provocará que no se puedan mezclar adecuadamente los compuestos. Si el tiempo de agitado en cada uno de los pasos mencionados se disminuye se corre el riesgo de que aparezcan grumos en la mezcla final y habrá zonas con mayor concentración de gelatina o dicromato afectando los resultados esperados. El tiempo de agitado se puede aumentar, sin embargo no se observaron mejores resultados.

Se recomienda meter la mezcla de materiales en un horno a la temperatura de 80° C para evaporar el agua suficiente de tal manera que después de este proceso de secado, la muestra pueda deslizarse entre las placas de vidrio de la celda preparada como se menciona más adelante.

Los porcentajes de los materiales empleados utilizados en este trabajo se muestran en la Tabla 1.

TABLA 1
Porcentajes de las mezclas empleadas. Los porcentajes son en peso.

	Porcentaje de gelatina de pescado	Porcentaje de agua	Porcentaje de dicromato de amonio
Concentración 1 (C1)	28.35	70.3	1.35
Concentración 2 (C2)	27	70.3	2.7
Concentración 3 (C3)	24.3	70.3	5.4
Concentración 4 (C4)	18.9	70.3	10.8

Cuando la mezcla se encuentra a 25° C se depositan en una celda fabricada con dos placas de vidrio separadas en sus extremos por una película de plástico de 110 micras de espesor. La celda se coloca de forma vertical de tal forma que la mezcla, colocada en el borde superior, se introduzca en la celda por gravedad. El espesor de la película separadora fue medido con un micrómetro digital de la marca Mitutoyo. Después de este proceso se graban rejillas holográficas como se menciona en la siguiente sección.

Olivares-Pérez et al (2005) presentaron la caracterización de hologramas fabricados en resina mezclada con dicromato de amonio en el que presentan un modelo químico sobre la función del dicromato en el proceso de grabado de hologramas; en este trabajo no se presenta un estudio químico que relacione la gelatina de pescado con dicromato de amonio debido a que aún se está estudiando.

4. Resultados

Para grabar rejillas holográficas de fase en tiempo real en el material fotosensible se usa la interferencia de dos haces de luz provenientes de un láser de Argón con emisión en 532 nm y 190 mW de potencia. Este patrón de interferencia incide directamente sobre la celda fotosensible durante 10 minutos. Al mismo tiempo se mide la ED a primer orden de la rejilla que se graba sobre el material empleando un haz de lectura de un láser de He-Ne con línea de emisión en 594 nm y 5 mW de potencia.

En la Figura 2 se muestra un esquema de la interferencia de dos haces de luz. Los haces forman un ángulo de 4 grados y generan una rejilla de 264 líneas/mm. El haz de lectura incide normalmente sobre la celda fotosensible y se mide la intensidad del orden +1 de difracción.

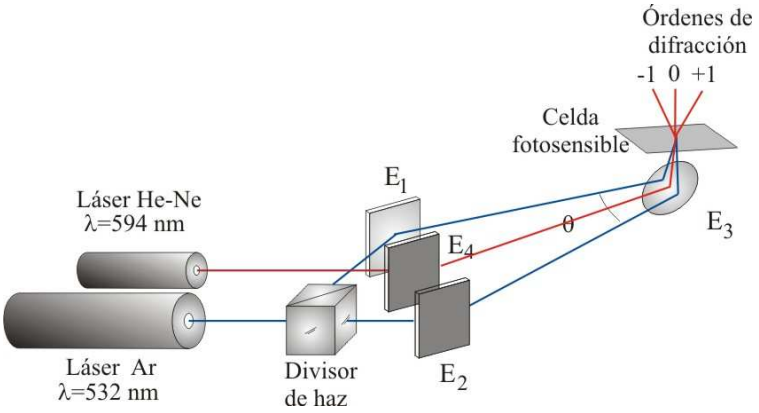

Figura 2. Esquema del arreglo empleado para grabar la rejilla holográfica de fase.

Para caracterizar al material fotosensible, se mide la ED de las rejillas holográficas que se define como la razón de intensidades del haz incidente y del haz difractado a primer orden expresado como porcentaje y está dado por la ecuación (1)

$$ED(\%) = 100\frac{I_{+1}}{I_0} \quad \text{..... (1)}$$

donde el término I_{+1} es la intensidad del haz difractado en el orden +1 e I_0 es la intensidad del haz de lectura incidente. La intensidad de los haces fue medida empleando un radiómetro de la marca Newport modelo 2930C.

Las rejillas grabadas en este material fotosensible corresponden a rejillas holográficas de fase por modulación del índice de refracción. En la Figura 3 se muestra la ED de las rejillas grabadas en el material fotosensible propuesto. Cada curva corresponde a diferente concentración de dicromato de amonio (ver Tabla 1).

Como puede verse en la Figura 3, para las diferentes mezclas se obtienen diferentes valores de la ED. La eficiencia más baja que se obtiene es cuando se utiliza la concentración 4 (10.8% de dicromato de amonio) así como cuando se utiliza la concentración 1 (1.35% de dicromato de amonio), obteniéndose valores de la ED máximos del 12%, sin embargo, este valor se alcanza con menor energía de exposición para la concentración 4 pero presenta un rápido decaimiento en la ED, mientras que para la concentración 1 la ED presenta un incremento suave hasta ser constante.

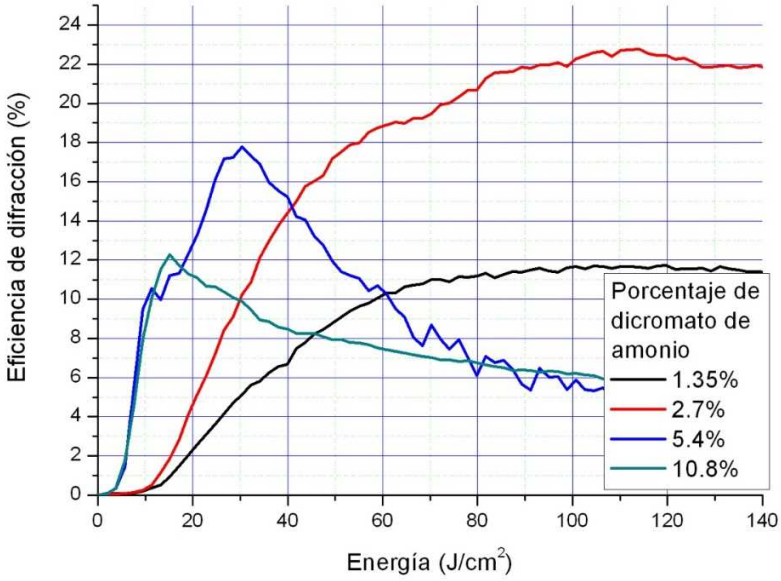

Figura 3. Gráfica de la eficiencia de difracción vs energía de exposición para las diferentes mezclas. La máxima eficiencia se obtiene con 2.7% de dicromato de amonio.

Si se utiliza la concentración 3 (5.4% de dicromato de amonio), se alcanza un valor de 18% para la ED con una energía de exposición de 30 Joules/cm^2. Si se sobrepasa este valor de energía, la rejilla tiende a perder eficiencia, lo que indica que la muestra se daña a estos valores de energía.

La mejor ED se alcanza para la concentración 2 correspondiente al 2.7% de dicromato de amonio, 27% de gelatina de pescado y 70.3% de agua mezclados como se mencionó anteriormente. El valor de la eficiencia que se alcanza es del 23% sin embargo se necesitan 110 Joules/cm^2 de energía para registrar esta rejilla.

Se observa de la Figura 3 que para las concentraciones 3 y 4 se pierde más del 50% de la eficiencia alcanzada si se expone a valores de energía de 15 J/cm^2 y 30 J/cm^2 respectivamente. Para las muestras de concentración 1 y 2 no se alcanza a apreciar pérdidas de difracción considerables y se mantienen constantes hasta valores de exposición de energía de 140 J/cm^2. Para valores de energía mayores no se midió la ED porque se aprecia que su valor ha alcanzado un máximo.

El dicromato de amonio provoca que la gelatina de pescado reaccione a la longitud de onda de 532 nm. Se puede observar que a mayor cantidad de dicromato de amonio se obtienen eficiencias de difracción con menor energía pero de menor valor que las alcanzadas con porcentajes menores de dicromato. En base a los resultados mostrados, en la Figura 4 se muestra el comportamiento de la ED como función del dicromato de amonio. Como puede observarse en la Figura 4 la concentración de dicromato de amonio es fundamental para la obtención de alta ED.

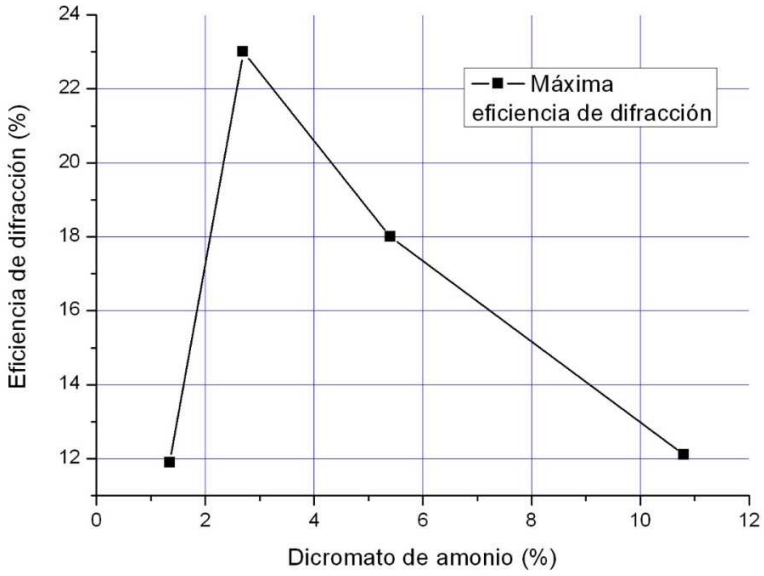

Figura 4. Máxima eficiencia de difracción obtenida para las diferentes celdas en función de la concentración de dicromato de amonio.

Con base en los resultados obtenidos, se puede mencionar que el material propuesto es de baja resolución debido a que la frecuencia de la rejilla que se registra es de 264 líneas/mm. Con el tinte utilizado (dicromato de amonio) es posible utilizar la longitud de onda de 532 nm reduciendo su capacidad de registrar hologramas con otra longitud de onda; la energía que se requiere para registrar rejillas es alta comparada con las que se requiere para grabar rejillas con otros materiales según se ha reportado en la literatura. Las muestras fueron registradas

con una temperatura ambiente de 30° C. Sin duda, estos parámetros se pueden mejorar y abren la posibilidad de continuar caracterizando la gelatina de pescado.

5. Conclusiones

Se presentó un material fotosensible compuesto por gelatina de pescado disuelta en agua y dicromato de amonio en el que se grabaron rejillas holográficas de fase en tiempo real. Se midió la ED de las rejillas grabadas en cada una de las muestras preparadas con diferente concentración alcanzando un máximo de 23% para la mezcla con 27% de gelatina de pescado, 2.7% de dicromato de amonio y 70.3% de agua. El espesor de la celda fotosensible fue de 110 micras y se empleó un láser de Argón que emite un haz de luz de 532 nm correspondiente al color verde con una potencia de 190 mW para grabar la rejilla. El haz de lectura para medir la eficiencia es de un láser He-Ne con línea de emisión de 594 nm y 5 mW de potencia. El material propuesto no alcanza una alta ED sin embargo, el procedimiento para mezclar los materiales es muy sencillo lo que lo hace atractivo para su uso en actividades académicas.

6. Referencias

Gallego S., Ortuño M., Neipp C., Márquez A., Beléndez A., Pascual I., Kelly J. V. and Sheridan J. T. 2005. 3 Dimensional analysis of holographic photopolymers based memories. Optics express. 13(9): 3543-3557.

Gleeson M. R., Kelly J. V., O´Neill F. T. and Sheridan J. T. 2005. Recording beam modulation during grating formation. Applied optics. 44(26): 5475-5482.

Hariharan P. 1980. Holographic recording materials: recent developments. Optical Engineering. 19(5): 636-641.

Kamshilin A. A., Romashko R. V. and Kulchin Y. N. 2009. Adaptive interferometry with photorefractive crystals. J. of Applied Physics. 105: 031101-1 - 031101-11.

Kang, D. J., Kim, J. K. and Bae, B. S. 2004. Simple fabrication of diffraction gratings by two-beam interference method in highly photosensitive hybrid sol-gel films. Optics express. 12(17): 3947-3953.

Kosar J. 1965. Light-Sensitive Systems, first ed. New York. John Wiley and Sons.

Kostuk R. K. 1999. Dynamic hologram recording characteristics in DuPont photopolymers. Applied optics. 38(8): 1357-1363.

Olivares-Pérez A., Ibarra-Torres J. C., Ortiz-Gutiérrez M., Pérez-Cortés M. and Fuentes-Tapia I. 2005. Rosin (colophony) hologrames sensitized with ammonium dichromate. Optical Materials. 27: 1825-1831.

Ortiz-Gutiérrez, M., Salgado-Verduzco M. A., Ibarra-Torres J. C., Pérez-Cortés M., and Pérez-Sánchez M. M. 2013. Registro de rejillas holográficas en Norland Optical Adhesive no. 72. *Ciencia Nicolaita*. 58: 7-19.

Ortuño M, Gallego S, Garcia C, Neipp C. and Pascual I. 2003. Holographic characteristics of a 1 mm-thick photopolymer to be used in holographic memories. Applied optics. 42(35): 7008-7012.

Shankoff T. A. 1968. Phase holograms in dichromated gelatin. Applied optics. 7(10): 2101-2105.

Smith, H. M. 1969. Principles of holography, New York, John Wiley & Sons.

Smith, H. M. 1977. Holographic recording materials. Springer-Verlag, New York.

Solano C., Lessard R. A. and Roberge P. C. 1987. Methylene blue sensitized gelatin as photosensitive medium for conventional and polarizing holography. Applied optics. 26(10): 1989-1997.

Solano C. 1994. Principales parámetros de los materiales fotosensibles para utilizarse en holografía. *Revista Mexicana de Física*. 40(5): 686-712.

http://www.ilfordphoto.com/products/default.asp (consultado en julio de 2016).

http://www.norlandprod.com (consultado en noviembre de 2014).

http://www.slavich.com (consultado en julio de 2016).