

## Diseño y evaluación optoelectrónica de un dispositivo basado en un fotopolímero holográfico con moléculas dispersas de cristal líquido

### Design and optoelectronic evaluation of a holographic polymer dispersed liquid crystal device

M. Riquelme<sup>(1,S)</sup>, M. Ortuño<sup>(1,2)</sup>, A. Márquez<sup>(1,2,S)</sup>, S. Gallego<sup>(1,2,S)</sup>,  
A. Beléndez<sup>(1,2,S)</sup>, I. Pascual<sup>(1,3,S)</sup>

1. I.U. de Física Aplicada a las Ciencias y las Tecnologías, Universidad de Alicante, Spain.

2. Departamento de Física, Ingeniería de Sistemas y Teoría de la Señal, Universidad de Alicante, Spain.

3. Departamento de Óptica, Farmacología y Anatomía, Universidad de Alicante, Spain.

© Email: [marina.riquelme@ua.es](mailto:marina.riquelme@ua.es)

S: miembro de SEDOPTICA / SEDOPTICA member

Recibido / Received: 15/11/2012. Revisado / Revised: 19/02/2013. Aceptado / Accepted: 20/02/2013.

DOI: <http://dx.doi.org/10.7149/OPA.46.2.131>

#### RESUMEN:

Se ha diseñado un dispositivo holográfico sintonizable basado en un fotopolímero holográfico con moléculas dispersas de cristal líquido. La composición del material ha sido optimizada para maximizar el rendimiento en difracción. Mediante la aplicación de un campo eléctrico variable, hemos estudiado la disminución del rendimiento de difracción relativo.

**Palabras clave:** Holografía, H-PDLC, Electro-Óptica, Sintonización.

#### ABSTRACT:

We have designed a switching holographic device based on a photopolymer HPDLC (holographic photopolymer dispersed liquid crystal). Prepolymer composition has been optimized in order to maximize diffraction efficiency during the register stage. By applying a variable electric field, we have studied the relative diffraction efficiency decrease.

**Key words:** Holography, H-PDLC, Electro-Optics, Switching.

#### REFERENCIAS Y ENLACES / REFERENCES AND LINKS

- [1]. T. J. White, L. V. Natarajan, V. P. Tondiglia, P. F. Lloyd, T. J. Bunning, C. A. Guymon, "Holographic polymer dispersed liquid crystals (H-PDLCs) containing triallyl isocyanurate monomer", *Polymer* **48**, 5979-5987 (2007). [DOI](#)
- [2]. T. J. Bunning, L. V. Natarajan, V. P. Tondiglia, R. L. Sutherland, "Holographic polymer-dispersed liquid crystals (H-PDLCs)", *Annu. Rev. Mater. Sci.* **30**, 83-115 (2000). [DOI](#)
- [3]. M. Ortuño, A. Márquez, S. Gallego, E. Fernández, M. L. Álvarez, D. Méndez, A. Beléndez, "Materiales tipo H-PDLC para aplicaciones dinámicas", PO-097, *XI Congreso Nacional de Materiales*, Zaragoza, Spain (2010).
- [4]. Y. J. Liu, B. Zhang, Y. Jia, K.S. Xu, "Improvement of the diffraction properties in holographic polymer dispersed liquid crystal Bragg gratings", *Opt. Commun.* **218**, 27-32 (2003). [DOI](#)
- [5]. <http://www.merck-chemicals.com/lcd-emerging-technologies>
- [6]. M. Ortuño, E. Fernández, S. Gallego, A. Beléndez, I. Pascual, "New photopolymer holographic recording material with sustainable design", *Opt. Express* **15**, 12425-12435 (2007). [DOI](#)

## 1. Introducción

Los materiales conocidos por las siglas H-PDLC (*holographic photopolymer dispersed liquid crystals*) son un tipo de fotopolímero compuesto que incorpora cristales líquidos. Las moléculas de cristal líquido son susceptibles de orientarse en el interior de la capa de fotopolímero en función del campo eléctrico aplicado. Esto cambia la respuesta óptica del material y permite fabricar dispositivos como lentes o filtros ópticos, que tienen la ventaja de ser sintonizables mediante procedimientos electrónicos en vez de mecánicos, lo que los hace más robustos, compactos y económicos [1]. Los H-PDLC son muy utilizados para estas aplicaciones por dos razones. En primer lugar, las aplicaciones dinámicas requieren que la capa fotosensible sea de pequeño espesor, con el fin de minimizar el voltaje eléctrico necesario. En segundo lugar, la viscosidad del medio no debe ser muy alta para permitir el movimiento de reorientación de las moléculas de cristal líquido en función de la intensidad del campo eléctrico aplicado [2,3].

En el presente trabajo se ha utilizado un fotopolímero basado en penta/hexa acrilato de dipentaeritritol (DPHPA) como monómero polimerizable al que se han incorporado las moléculas de cristal líquido. El dispositivo está formado por una capa líquida de fotopolímero situada entre dos vidrios conductores con espaciadores de 13  $\mu\text{m}$  de espesor. Para su caracterización se registraron redes de difracción no inclinadas con un montaje holográfico que utiliza para el registro un láser de estado sólido sintonizado a 532 nm y para la reconstrucción un láser de He-Ne a 633 nm. Se ha estudiado la influencia de las concentraciones de sus componentes en las características

holográficas y las propiedades optoelectrónicas dinámicas del dispositivo.

## 2. Desarrollo experimental

### 2.a. Preparación del material

El fotopolímero está compuesto por penta/hexa acrilato de dipentaeritritol como monómero polimerizable y N-vinil pirrolidona (NVP) como entrecruzante. Se incorpora el colorante eosina de etilo (YEt) que es sensible a la luz del láser de registro (532 nm) y el iniciador N-fenilglicina (NPG). Se añade ácido octanoico (OA) para prevenir la separación de fases [4]. Se utiliza el cristal líquido nemático licristal® BL087 de la empresa Merck, constituido por una mezcla de cianobifenilos que se diferencian en la longitud de la cadena alquílica [5].

En la Tabla I se muestran los porcentajes en peso de cada una de las mezclas utilizadas cuya composición resulta relevante durante la discusión de los resultados obtenidos.

### 2.b. Preparación de las placas y registro holográfico

Para la preparación de las placas se homogeneiza la disolución a 40°C en un baño ultrasónico durante 20 min, lo que permite conseguir una mezcla completa de los componentes y se previene la aparición de microburbujas de aire. Se depositan 37  $\mu\text{l}$  de disolución entre dos láminas de vidrio de 1 mm de espesor recubiertas de Indio-Óxido de Estaño (ITO, *Indium Tin Oxide*) conformando una capa líquida mediante microesferas de vidrio de 13  $\mu\text{m}$  de diámetro que actúan como espaciadores. Las placas se someten a una presión de  $2.0 \times 10^5$  Pa durante 5 min para formar una capa líquida homogénea entre los dos vidrios.

TABLA I

Composición del fotopolímero (% en peso)

Composición	DPHPA	CL BL078	YEt	NPG	NVP	OA
1	45.2	27.3	0.5	1.4	17.5	8.1
2	45.3	27.4	0.1	1.4	17.6	8.2
3	46.4	28.0	0.1	1.4	15.7	8.4
4	48.4	29.2	0.1	1.5	16.4	4.4

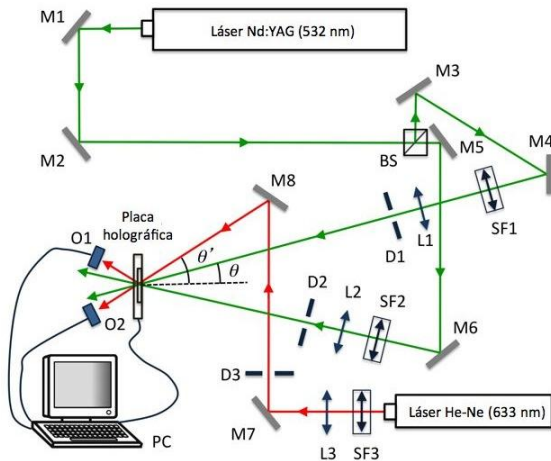


Fig. 1. Montaje holográfico. BS: divisor de haz, Di: diafragma, Li: lente, Mi: espejo, SFi: filtro espacial, Oi: detectores, PC: captura de datos.

El dispositivo experimental utilizado para el registro y reconstrucción de las redes holográficas se presenta en la Fig. 1.

Durante el proceso de registro, el haz emitido por el láser Nd:YAG (532 nm) es colimado y filtrado con ayuda de un sistema de lentes, diafragmas y espejos. Asimismo, atraviesa un divisor de haz por el que emergen dos haces secundarios guardando relación 1:1. Estos inciden sobre la placa formando un ángulo  $\theta = 16.0^\circ$  respecto de su normal. Todas las placas se exponen durante 60 s, tiempo suficiente para que se detecte el máximo de intensidad difractada. La frecuencia espacial es de 1036 líneas/mm de acuerdo con la ley de Bragg y la intensidad total de registro es de 8 mW/cm<sup>2</sup>. La reconstrucción se realiza mediante un haz láser de He-Ne (633 nm), incidiendo en ángulo de Bragg ( $\theta' = 19.1^\circ$ ). El fotopolímero no es sensible a esta longitud de onda, por lo que durante la reconstrucción no se altera la grabación realizada.

En ambos casos se utiliza luz no polarizada. Mediante una tarjeta de adquisición de datos se digitalizan los valores de intensidad difractada. La relación entre la intensidad del haz difractado y la intensidad incidente proporciona el rendimiento en difracción (RD), sin considerar las pérdidas por reflexión o absorción. [6].

Durante el registro se produce una fotopolimerización en el material de la capa

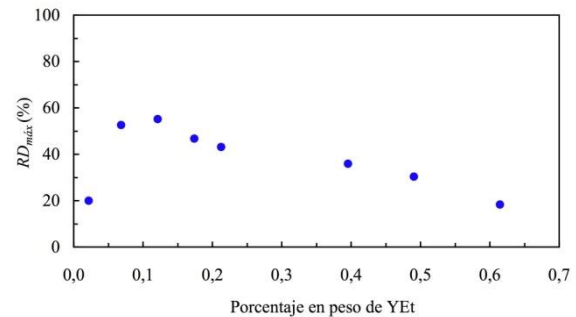


Fig. 2. Máximo rendimiento en difracción en función de la concentración de colorante YEt.

líquida, lo que da lugar a una red polimérica tridimensional altamente reticulada en las franjas luminosas de la red de difracción generada. Esto induce la separación espacial de las moléculas de cristal líquido que quedan ahora situadas preferentemente en las zonas no expuestas (franjas oscuras), donde no se forma red polimérica. Esta distribución periódica de las moléculas de cristal líquido es la que produce una modulación espacial de índice de refracción.

### 3. Optimización

El proceso de optimización se realiza por etapas. En la etapa inicial, se parte de una composición prepolimérica no optimizada (composición 1 de la Tabla I) y se modifica la cantidad de colorante YEt sin variar la masa del resto de los compuestos, atendiendo al valor que maximiza el rendimiento en difracción. En base a dicho valor, se calculan las concentraciones en peso de la nueva mezcla (composición 2) y se prosigue variando la cantidad de entrecruzante NVP, manteniendo fijas las cantidades del resto de los componentes. Las masas de los compuestos OA y NPG todavía no optimizados se modifican secuencialmente en etapas posteriores. Las masas del monómero y del cristal líquido no se modifican. Todas las medidas poseen un error del 5%.

#### 3.a. Optimización de la concentración de colorante

En la Fig. 2 se representa el máximo rendimiento en difracción del holograma RD<sub>max</sub> en función de la concentración de colorante del fotopolímero. La concentración óptima que consigue el mayor

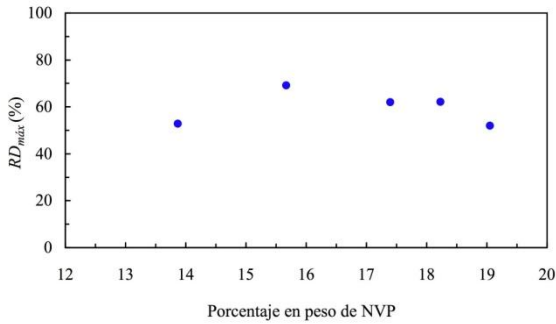


Fig. 3. Máximo rendimiento en difracción alcanzado para 5 porcentajes en peso distintos de NVP.

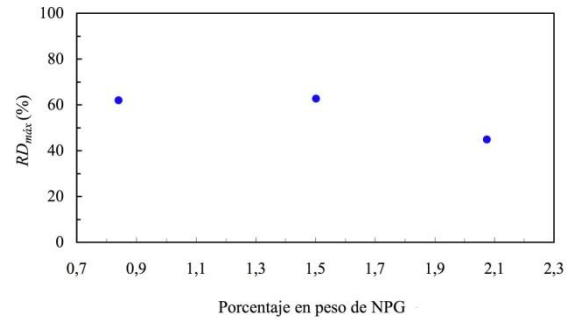


Fig. 5. Máximo rendimiento en difracción alcanzado para tres porcentajes en peso distintos de NPG

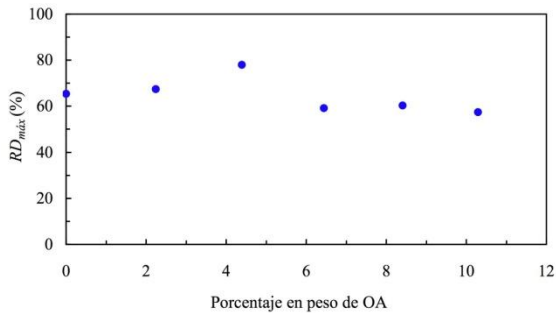


Fig. 4. Máximo rendimiento en difracción alcanzado para 6 porcentajes en peso distintos de OA.

valor de rendimiento en difracción máximo ( $RD_{max}$ ) se sitúa en los valores inferiores dentro del rango estudiado. Para la menor concentración, 0.02%, se obtiene un rendimiento pequeño,  $RD_{max}=25\%$ , mientras que para una concentración entre 0.06%–0.10% (composición 2) se obtiene el rendimiento en difracción máximo más elevado,  $RD_{max}=67\%$ . Un aumento adicional de la concentración de colorante reduce proporcionalmente el rendimiento en difracción.

### 3.b. Optimización del entrecruzante NVP

Tomando como referencia la composición 2, se continúa con la optimización del entrecruzante NVP siguiendo el mismo procedimiento que se utilizó en el apartado de optimización del colorante. En la Fig. 3 se muestran los resultados obtenidos.

Tal y como se observa en la Fig. 3, el mejor porcentaje en peso de NVP es 15.7% (composición 3), ya que permite alcanzar un rendimiento en difracción máximo del 69.2%. Por debajo de dicho valor, el rendimiento en

difracción disminuye. A medida que se supera la proporción óptima, el rendimiento también es menor.

### 3.c. Optimización de la concentración del aditivo OA

Partiendo de la composición 3, se ha continuado optimizando la disolución prepolimérica. En la Fig. 4 se ha representado el máximo rendimiento en difracción alcanzado para seis porcentajes en peso de ácido octanoico (OA).

Se observa un aumento progresivo del rendimiento en difracción desde el 65.5% hasta el 78.0% para porcentajes en peso comprendidos entre el 0% y el 4.4%. El rendimiento en difracción máximo (78%) se obtiene para una concentración del 4.4 % (composición 4). Porcentajes mayores producen un leve decrecimiento del rendimiento máximo hasta un valor del 57.5%.

### 3.d. Optimización de la concentración de iniciador de la polimerización

El siguiente paso es modificar la cantidad de entrecruzante a partir de la composición 4. En la Fig. 5 se ha representado el máximo rendimiento en difracción alcanzado en función del porcentaje en peso de coiniador. Se observa que para el rango comprendido entre el 0.8% y el 1.5%, el rendimiento en difracción apenas varía, situándose alrededor del 62.0%. Por ello el resultado de optimizar el NPG proporciona los mismos porcentajes que en la composición 4. Un aumento adicional de la cantidad de NPG implica una disminución en el rendimiento en difracción.

Nótese que el rendimiento en difracción

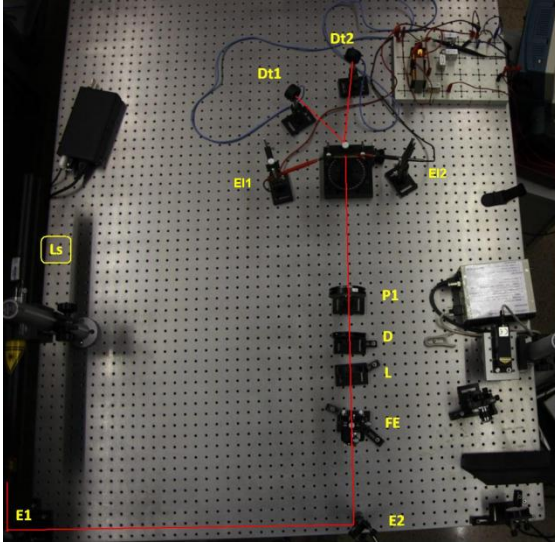


Fig. 6. Montaje optoelectrónico.

máximo alcanzado en los apartados 3.c. y 3.d. es distinto aunque la composición empleada sea la misma. Este hecho puede relacionarse con efectos producidos por la presencia de impurezas o el efecto inhibidor del oxígeno sobre el proceso de polimerización.

#### 4. Respuesta optoelectrónica dinámica

Tras el registro de las redes de difracción se somete el dispositivo a un campo eléctrico variable mediante un generador con función de onda cuadrada bipolar (Tektronik AFG3022B "dual channel arbitrary function generator" 250 MS/s, 25 MHz) conectado a un amplificador de voltaje (N4L "laboratory power amplifier" LPA400). La señal se monitoriza mediante un osciloscopio (Tektronik TDS1012B "two channel digital storage oscilloscope" 1 GS/s, 100 MHz).

En la Fig. 6 se muestra el montaje experimental utilizado. La luz proveniente del laser He-Ne (Ls) es redireccionada por una serie de espejos ( $E_i$ ) y atraviesa un filtro espacial (FE), una lente (L) y un diafragma (D). El haz emergente atraviesa un polarizador vertical (P1) e incide sobre el dispositivo H-PDLC en ángulo de Bragg. La diferencia de potencial se aplica mediante dos electrodos ( $E_i$ ) conectados a los bornes de la placa. La intensidad de los haces difractado y transmitido se monitoriza mediante dos detectores ( $Dt_i$ ).

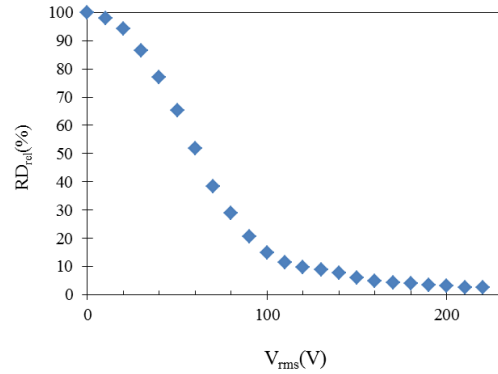


Fig. 7: Variación del rendimiento en difracción del dispositivo H-PDLC en función del voltaje RMS aplicado.

En la Fig. 7 puede observarse la variación del rendimiento en difracción relativo de un dispositivo preparado a partir de la composición 4 de la Tabla I en función del voltaje RMS aplicado. El dispositivo es capaz de disminuir su rendimiento en difracción inicial un 97.5% al aplicar un voltaje de 220 V.

#### 5. Conclusiones

Se ha diseñado un dispositivo H-PDLC capaz de variar la intensidad del haz difractado en función del campo eléctrico aplicado, estudiándose los principales parámetros que afectan de forma significativa a sus características.

Se ha optimizado la composición química del fotopolímero empleado para su elaboración, atendiendo a las concentraciones que maximizan el rendimiento en difracción. Se ha comprobado que la concentración de colorante es uno de los parámetros más importantes a la hora de optimizar la respuesta del dispositivo, ya que afecta en gran medida al rendimiento en difracción alcanzado por el holograma. Una concentración superior a la óptima produce un rendimiento en difracción pequeño. Lo mismo sucede para la concentración de iniciador, entrecruzante y aditivo ácido octanoico, aunque en este caso el intervalo en el que se sitúa la concentración óptima es más amplio.

La respuesta electroóptica del material muestra que a un voltaje de 220 V disminuye el rendimiento en difracción un 97.5% respecto a su valor inicial. En el rango comprendido entre los 0 y 60 V la derivada del rendimiento en

difracción respecto al voltaje es mucho mayor que entre el intervalo entre 60 y 220 V.

### **Agradecimientos**

Este trabajo ha sido financiado por el Ministerio de Economía y Competitividad (proyectos FIS2011-29803-C02-01 y FIS2011-29803-C02-02) y la Generalitat Valenciana (proyectos PROMETEO/2011/021 e ISIC/2012/013).