

04

## Совершенствование технологии изготовления рельефных голографических решеток на бихромированном желатине, облученных коротковолновым УФ излучением

© Н.М. Ганжерли<sup>1</sup>, С.Н. Гуляев<sup>2</sup>, И.А. Маурер<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ФТИ им. А.Ф. Иоффе,

194021 Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,

195251 Санкт-Петербург, Россия

e-mail: nina.holo@mail.ioffe.ru; gulyaev@rphf.spbstu.ru

Поступила в редакцию 12.05.2021 г.

В окончательной редакции 12.05.2021 г.

Принята к публикации 09.06.2021 г.

Предложен новый вариант изготовления высокочастотных голографических решеток с пространственной частотой вплоть до  $1500 \text{ mm}^{-1}$  на слоях бихромированного желатина (БХЖ), из технологии обработки которого полностью исключены водные процедуры. Метод основан на применении ледяной уксусной кислоты после облучения слоев коротковолновым УФ излучением в отличие от стандартной методики обработки зарегистрированных когерентным излучением He–Cd-лазера голографических структур. В ходе экспериментов получены рельефно-фазовые голографические решетки с дифракционной эффективностью до 41% при толщине слоя БХЖ  $1.1 \mu\text{m}$  и до 64% при  $5.6 \mu\text{m}$ .

**Ключевые слова:** голографические дифракционные решетки, бихромированный желатин, коротковолновое УФ излучение, поверхностный рельеф, дифракционная эффективность, ледяная уксусная кислота, изопропанол.

DOI: 10.21883/OS.2021.10.51493.2283-21

### Введение

Для получения высокоэффективных рельефно-фазовых голографических решеток, в том числе высокочастотных, в качестве светочувствительной регистрирующей среды нами использовались слои бихромированного желатина [1–6], изготовленные в лабораторных условиях с использованием способа, подобного описанному в работе [7]. Интерференционная картина первоначально регистрируется в виде модуляции степени задубленности слоя по всей толщине при использовании излучения He–Cd-лазера. Основопологающей чертой обработки является облучение слоев коротковолновым УФ излучением ртутно-кварцевой лампы с длиной волны  $\lambda < 270 \text{ nm}$ , которое приводит к фотодеструкции желатина в наименее задубленных местах и, в конечном итоге, к переводу его в растворимое в воде состояние [8]. Поверхностный рельеф образуется за счет вымывания (травления) наиболее сильно разрушенных ультрафиолетом участков желатина. Однако наличие водной обработки является фактором, препятствующим получению необходимой глубины поверхностного рельефа на пространственных частотах голографической структуры, превышающих  $200\text{--}300 \text{ mm}^{-1}$  [9]. В ряде публикаций мы объясняли причину этого факта влиянием сил поверхностного натяжения, сглаживающих поверхностный рельеф во влажном набухшем слое желатина при сушке [4,5,9].

Ранее нами были продемонстрированы способы обработки слоев БХЖ после облучения коротковолновым УФ излучением, исключаящие как длительные водные процедуры, приводящие к набуханию [5], так и водную обработку вообще, замененную термообработкой образцов [6]. Это позволило получить рельефно-фазовые голографические решетки с пространственной частотой  $1500 \text{ mm}^{-1}$  и высокой дифракционной эффективностью (ДЭ), превышающей 50% [5].

В книге [10] приведены примеры органических растворителей, в которых желатин растворяется. К ним относятся уксусная кислота, глицерин, трифторэтанол, формамид, диметилсульфоксид, этиленгликоль.

Ранее было показано, что разрушенный УФ излучением желатин можно удалить из слоя галоидосеребряной фотоэмульсии не только купанием в водных растворах, но и действием на фотоэмульсию других факторов, например ледяной уксусной кислотой (ЛУК) [9]. Опыты с ЛУК для низкочастотных решеток с пространственной частотой  $110 \text{ mm}^{-1}$  дали значения высоты поверхностного рельефа, сравнимые со значениями, полученными при обработке в водных растворах по стандартной методике [8]. Согласно работе [11], ЛУК является эффективным растворителем желатина и, по нашим наблюдениям, вызывает значительно меньшее набухание желатина, чем вода. Поэтому можно предположить, что для высокочастотных решеток, записанных на слоях БХЖ, ЛУК также является эффективным травящим агентом.

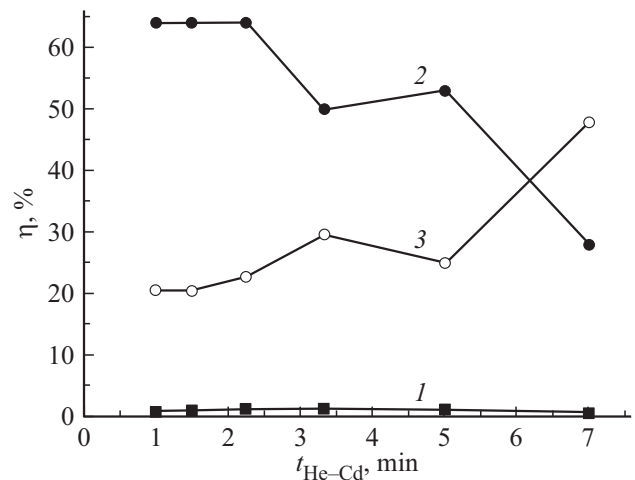
## Методика эксперимента

В настоящей работе исследован вариант обработки высокочастотных голографических решеток на слоях БХЖ, при котором на стадии формирования поверхностного рельефа голографической структуры водная процедура полностью исключается и заменяется воздействием ЛУК или ее растворов в изопропанол (изопропиловом спирте, ИПС). Изучались образцы слоев БХЖ разной толщины, изготовление в лабораторных условиях, обработка которых до облучения ультрафиолетом подробно описана в работах [1,2]. На первом этапе производилась регистрация решеток излучением He–Cd-лазера с длиной волны  $\lambda = 440 \text{ nm}$  с пространственной частотой  $1500 \text{ mm}^{-1}$  по симметричной оптической схеме. При этом в слоях БХЖ происходило избирательное световое дубление, т.е. структурирование, в результате чего образовывалось большое число поперечных связей между макромолекулами желатина в максимумах интерференционной картины. Дальнейшее купание в 2% растворе сульфата натрия в течение 6 min, сопровождающееся удалением соединений хрома из слоя, завершало процесс избирательного дубления. На втором этапе высушенные образцы решеток засвечивались УФ излучением с помощью ртутно-кварцевой лампы высокого давления ДРТ-220. Происходящая при этом фотостимулированная деструкция желатина под действием высокоэнергетических фотонов коротковолнового УФ излучения с длиной волны менее 270 nm сопровождается разрывом связей основных цепей желатиновых молекул. Более задубленные места желатинового слоя, соответствующие максимумам первоначально записанной интерференционной картины, сильнее сопротивляются разрушающему действию УФ излучения. Таким образом, воздействие УФ излучения на желатин носит также избирательный характер.

## Результаты

В экспериментах исследовались образцы решеток на слоях БХЖ толщиной от 1.1 до 13.5  $\mu\text{m}$ , которая измерялась вне области записанных голографических решеток. Время облучения образцов коротковолновым УФ излучением составляло 22–24 min. После засветки УФ излучением для обработки слоев использовалась ЛУК в разном процентном соотношении с ИПС. Операция травления производилась при комнатной температуре. Далее следовали промывка образцов в двух ваннах 100% ИПС по 1 min в каждой и окончательная сушка в струе воздуха комнатной температуры.

В процессе эксперимента, проведенного на образце толщиной 13.5  $\mu\text{m}$  с использованием 100% ЛУК, было видно, как массы желатина в виде белесой суспензии смываются в обрабатываемую ванну. При этом толщина слоя БХЖ уменьшилась почти в 2 раза. Поэтому для



**Рис. 1.** Зависимость ДЭ решеток от времени экспонирования образцов излучением гелий-кадмиевого лазера. 1 — ДЭ первого порядка дифракции до обработки; 2 — ДЭ первого порядка после обработки; 3 — ДЭ нулевого порядка после обработки.

ослабления эффекта травления было решено в дальнейшем использовать разбавленные растворы ЛУК в ИПС.

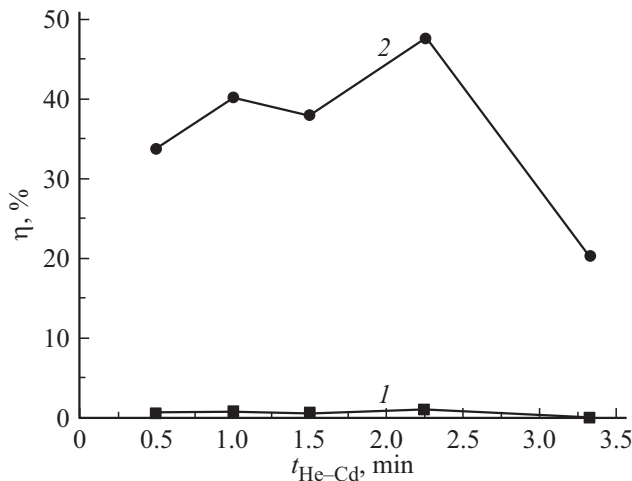
Так, образец толщиной 5.65  $\mu\text{m}$  обрабатывался в растворе 50% ЛУК+50% ИПС в течение 13 s. На рис. 1 представлены зависимости ДЭ  $\eta$  нулевого и первого порядков дифракции от времени экспонирования образца когерентным излучением He–Cd-лазера. Дифракционная эффективность определялась как отношение интенсивности света в нулевом или первом порядках дифракции к интенсивности падающего пучка. Для считывания использовалось излучение He–Ne-лазера с длиной волны  $\lambda = 0.63 \mu\text{m}$ . Диаметр считывающего пучка составлял 2 mm. Освещение образцов осуществлялось под углом, соответствующим условиям Брэгга. Максимальные значения ДЭ (первого порядка), равные 64%, наблюдались для трех решеток с разным временем экспонирования когерентным светом He–Cd-лазера.

Такая же концентрация ЛУК в ИПС и такое же время травления были использованы для обработки более тонкого образца — толщиной 1.65  $\mu\text{m}$ . Величины ДЭ решеток при этом находились в диапазоне 12–18%, что значительно ниже полученного выше результата. В данном случае уменьшение высоты поверхностного рельефа, которая определяет величину ДЭ, мы связываем с избыточным травлением тонкого слоя желатина. Поэтому для обработки тонких образцов было решено либо уменьшить концентрацию ЛУК в ИПС, либо значительно сократить время травления. Результаты применения предложенных вариантов обработки представлены на рис. 2 и 3, которые свидетельствуют об эффективности использования предложенных режимов травления тонких слоев БХЖ.

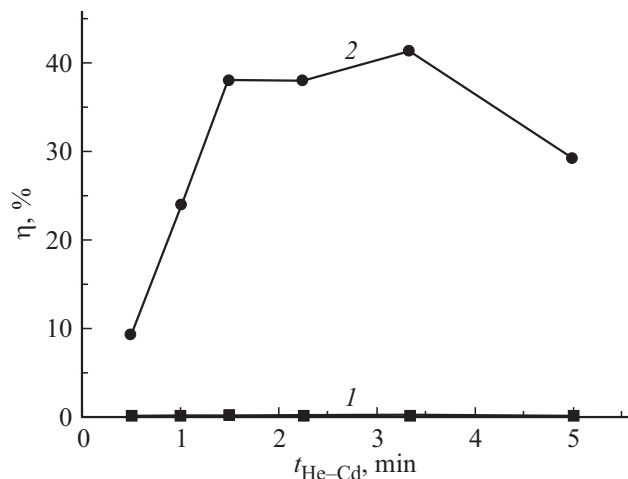
Параметры лучших образцов голографических решеток сведены в таблицу. Из нее видно, что высокие значения ДЭ можно получить на слоях даже столь

Параметры образцов голографических решеток

Толщина слоя БХЖ, $\mu\text{m}$	Концентрация ЛУК в ИПС, %	Время травления, s	Начальная ДЭ 1-го порядка, %	ДЭ 1-го порядка после обработки, %	Увеличение ДЭ, раз
5.65	50	13	1.2	64	53
1.94	25	10	0.94	47.6	51
1.1	50	6	0.2	41.3	207



**Рис. 2.** Зависимость ДЭ решеток от времени экспонирования образцов излучением гелий-кадмиевого лазера для образца толщиной 1.94  $\mu\text{m}$ . 1 — ДЭ первого порядка дифракции до обработки; 2 — ДЭ первого порядка после обработки.



**Рис. 3.** Зависимость ДЭ решеток от времени экспонирования образцов излучением гелий-кадмиевого лазера для образца толщиной 1.1  $\mu\text{m}$ . 1 — ДЭ первого порядка дифракции до обработки; 2 — ДЭ первого порядка после обработки.

малой толщины, как 1–2  $\mu\text{m}$ . Значительное (до 200 раз) увеличение ДЭ после окончательной обработки говорит о формировании глубокой рельефной структуры на поверхности слоя БХЖ.

## Заключение

Продемонстрирована эффективность использования ледяной уксусной кислоты и ее растворов в изопропанол в технологии обработки высокочастотных голографических решеток с высокой пространственной частотой  $1500 \text{ mm}^{-1}$ , регистрируемых на слоях БХЖ разной толщины. Достигнутые значения максимальной дифракционной эффективности (64%) превосходят лучшие результаты, полученные нами ранее в экспериментах с короткой водной обработкой (55%).

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] Ганжерли Н.М., Гуляев С.Н., Маурер И.А. // Письма в ЖТФ. 2016. Т. 42. В. 19. С. 26; Ganzherli N.M., Gulyaev S.N., Maurer I.A. // Techn. Phys. Lett. 2016. V. 42. N 10. P. 988. doi 10.1134/S1063785016100060
- [2] Ганжерли Н.М., Гуляев С.Н., Маурер И.А. // Опт. и спектр. 2018. Т. 125. № 1. С. 62; Ganzherli N.M., Gulyaev S.N., Maurer I.A. // Opt. Spectrosc. 2018. V. 125. N 1. P. 65. doi 10.21883/OS.2018.07.46268.73-18
- [3] Ганжерли Н.М., Гуляев С.Н., Маурер И.А., Хазвалеева Д.Р. // Опт. и спектр. 2018. Т. 124. № 3. С. 400; Ganzherli N.M., Gulyaev S.N., Maurer I.A., Khazvalieva D.R. // Opt. Spectrosc. 2018. V. 124. N 3. P. 408. doi 10.1134/S0030400X18030116
- [4] Ганжерли Н.М., Гуляев С.Н., Маурер И.А., Хазвалеева Д.Р. // Письма в ЖТФ. 2019. Т. 45. № 12. С. 30; Ganzherli N.M., Gulyaev S.N., Maurer I.A., Khazvalieva D.R. // Techn. Phys. Lett. 2019. V. 45. N 12. P. 613. doi 10.1134/S1063785019060245
- [5] Ганжерли Н.М., Гуляев С.Н., Маурер И.А., Архипов А.В. // Автометрия. 2020. Т. 56. № 12. С. 92; Ganzherli N.M., Gulyaev S.N., Maurer I.A., Arkhipov A.V. // Optoelectronics, Instrumentation and Data Processing. 2020. V. 56. N 2. P. 77. doi 10.3103/S87566999020020065
- [6] Ганжерли Н.М., Гуляев С.Н., Маурер И.А. // Опт. и спектр. 2020. Т. 128. № 10. С. 1507; Ganzherli N.M., Gulyaev S.N., Maurer I.A. // Opt. Spectrosc. 2020. V. 128. N 10. P. 1618. doi 10.1134/S0030400X20100100
- [7] Shankoff T.A. // Appl. Opt. 1968. V. 7. N 10. P. 2101. doi 10.1364/AO.7.002101

- [8] *Гуляев С.Н., Ратушный В.П.* // Оптический журн. 2003. Т. 70. № 2. С. 45; *Gulyaev S.N., Ratushnyi V.P.* // J. Opt. Technol. 2003. V. 70. N 2. P. 105. doi 10.1364/JOT.70.000105
- [9] *Гуляев С.Н.* Рельефно-фазовые голограммы на фотоэмульсионных слоях, облученных ультрафиолетовым излучением. Автореф. канд. дис. СПб., 2006. 196 с.
- [10] *Джеймс Т.Х.* Теория фотографического процесса. Л.: Химия, 1980. С. 66; *James T.H.* The Theory of the Photographic Process. NY.: Macmillan Publishing Co, 1977.
- [11] *Umberger J.Q.* // Phot. Sci. Eng. 1967. V. 11. N 6. P. 385.