

Étude d'un support d'enregistrement holographique photopolymérisable

Travaux pratiques à l'ENSC de Mulhouse pour les élèves des classes préparatoires

Yves Defosse* *stagiaire doctoral*, **Christiane Carré*** *chargée de recherche CNRS*, **Daniel-Joseph Lougnot*** *directeur de recherche CNRS*

Depuis quatre ans, le Laboratoire de photochimie générale de Mulhouse accueille dans ses locaux des élèves des classes préparatoires du lycée A. Schweitzer. Il s'agit de leur faire découvrir le monde de la recherche tout en essayant d'illustrer leur cours de chimie [1, 2]. L'un des thèmes abordés consiste à étudier et utiliser un des systèmes photopolymérisables développé en tant que support d'enregistrement holographique par le laboratoire de Mulhouse. Il est à la base de plusieurs applications réalisées en collaboration avec des partenaires universitaires ou industriels [3].

La manipulation permet de mettre en évidence le rôle des différents constituants de la composition photosensible. C'est l'occasion pour les élèves d'effectuer eux-mêmes un enregistrement holographique et une expérience d'interférométrie.

OBJECTIF PÉDAGOGIQUE

Au cours de ces travaux pratiques, les élèves découvrent et utilisent le matériel de recherche du laboratoire. Chaque groupe de quatre étudiants est en tête à tête avec un chercheur pendant 2 h 30. Le dialogue s'établit facilement et des questions très diverses sont posées au sujet du système réactionnel considéré, des écoles d'ingénieurs ou du fonctionnement de la recherche universitaire. Toutes les questions sont les bienvenues : c'est l'occasion de leur donner une image de la chimie qui soit concrète et attirante.

Afin de ne pas apporter de surcharge de travail aux élèves, les expériences choisies doivent illustrer des notions précises du cours de chimie organique ou générale. Le TP d'holographie propose d'étudier le système amorceur de la réaction de polymérisation. Les étudiants enregistrent les spectres UV-visible des échantillons avant et après irradiation. Ils utilisent la loi de Beer-Lambert et peuvent en déduire la courbe de disparition du colorant. L'étude qualitative des variations de viscosité du milieu permet d'évoquer les notions de monomère et de polymère. Au cours des expériences d'enregistrement hologra-

phique, les élèves utilisent du papier photographique. Ceci ouvre la discussion au sujet des différents supports photosensibles qui diffèrent entre eux par leur mode de mémorisation des informations incidentes. C'est l'occasion de mettre en évidence l'intérêt du système photopolymérisable en holographie comparé aux émulsions argentiques qui nécessitent un développement après exposition.

En fin de TP, les étudiants suivent en temps réel la dissolution du chlorure de sodium en milieu aqueux par interférométrie holographique. Ils utilisent ainsi une technique d'analyse basée sur l'optique pour visualiser un gradient de concentration et appréhender les phénomènes de transport mis en jeu au sein d'une solution. De telles expériences permettent d'établir des liens entre la chimie et l'optique qui ne sont pas deux mondes complètement séparés, mais qui peuvent étroitement collaborer.

PRINCIPE DE L'EXPÉRIENCE

Le milieu réactionnel se compose d'un monomère qui est un acrylate trifonctionnel, d'un colorant et d'un co-amorceur donneur d'atome d'hydrogène. Sous l'action de la lumière, le système polymérise. Le colorant passe dans un état excité par absorption des photons incidents. Il peut ensuite réagir avec le co-amorceur pour donner naissance à des radicaux libres capables d'amorcer la réaction en chaîne.

Lorsque l'échantillon photopolymérisable est placé dans le champ d'interférences de deux ondes lumineuses cohérentes, il est soumis à des variations d'intensités mises en jeu à l'échelle du micron et qui contiennent les informations d'amplitude et de phase caractérisant chacun des deux faisceaux incidents [4]. Dans les régions correspondant aux franges d'intensité maximale, il y a réaction chimique : les photons induisent localement la polymérisation du support. L'apparition des chaînes polymères se traduit par une variation d'indice de réfraction dans ces zones car monomère et polymère ne sont pas caracté-

risés par le même indice. Par contre, dans les franges de faible intensité, il n'y a pas réaction. Les informations sont mémorisées sous forme d'une modulation d'indice de réfraction [3].

Le montage expérimental est décrit (figure 1). Après élargissement, le faisceau laser passe au travers d'un cube séparateur pour donner naissance à deux ondes spatialement et temporellement cohérentes. Le faisceau objet traverse une cuve transparente remplie d'eau et vient interférer avec le faisceau de référence au niveau du support photosensible.

L'hologramme de la cuve est enregistré : pendant l'exposition, le colorant disparaît et le système réactionnel polymérise.

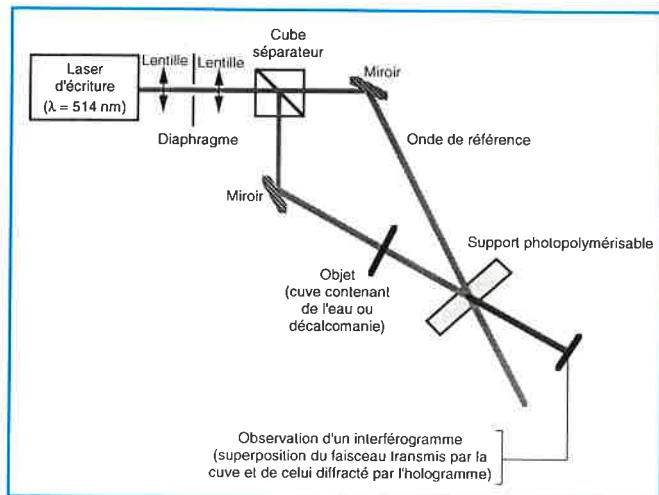


Figure 1 - Montage expérimental utilisé pour enregistrer un hologramme ou pour effectuer une expérience d'interférométrie (c'est la superposition de l'onde diffractée par l'hologramme et de celle transmise par la cuve contenant de l'eau qui est observée sur l'écran).

Lorsqu'il est ensuite rééclairé par le faisceau de référence, il y a diffraction et on retrouve intégralement l'onde lumineuse issue de la cuve au moment de l'enregistrement (figure 2).

En interférométrie, l'hologramme est simultanément réilluminé par les deux faisceaux. Il s'agit d'observer la superposition de l'onde de référence diffractée et de l'onde objet transmise dans la même direction. Les deux ondes étant en phase en tout point, une teinte uniforme est observée sur l'écran placé sur le trajet des faisceaux.

Lorsque du chlorure de sodium est introduit au fond de la cuve, il se dissout et un gradient de concentration s'établit. La concentration en sel, qui est nulle à la surface, est une fonction

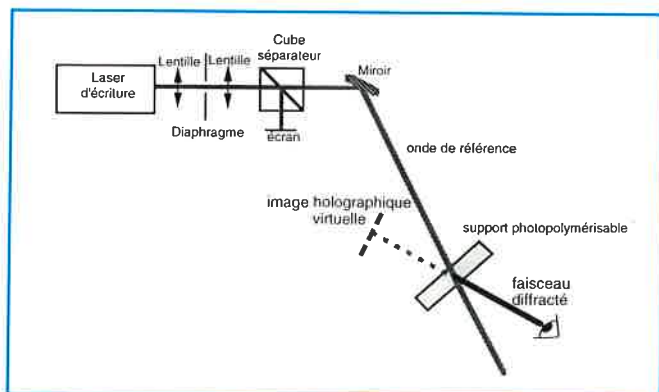


Figure 2 - Restitution d'une image holographique.

croissante de l'abscisse du point considéré. Optiquement, ceci correspond à une variation locale d'indice de réfraction et se traduit par une modification de phase pour l'onde objet. Une succession de franges sombres et brillantes apparaît sur l'écran. Elles sont dues à l'interférence de l'onde de référence diffractée qui représente la cuve à l'instant initial, et de l'onde objet dont la phase dépend localement de la concentration en sel. Plus ces franges sont serrées, plus important est le gradient de concentration. Son évolution peut être suivie à partir de l'analyse en fonction du temps de ces franges [3, 4].

PARTIE EXPÉRIMENTALE

1. Etude du système photopolymérisable

Deux expériences sont proposées. La première met en évidence le changement de viscosité du milieu réactionnel dû à la polymérisation et la seconde permet de déterminer le taux de disparition du colorant en fonction de l'énergie lumineuse reçue par l'échantillon.

Les étudiants peuvent observer qualitativement la polymérisation par étude du changement de viscosité du matériau qui est produit par irradiation. Au départ, le milieu réactionnel est un liquide de haute viscosité. Les élèves préparent eux-mêmes les échantillons obtenus par dépôt d'une goutte du mélange photosensible entre deux lames porte-objet de microscope, séparées par une cale en aluminium de 30 μm . Les échantillons sont ensuite illuminés à 514 nm, longueur d'onde émise par le laser à argon. L'intensité incidente est de 0,5 mW/cm^2 . Après chaque exposition, les plaques de verre sont écartées l'une de l'autre afin d'observer l'état du film polymérique. Au bout de 30 secondes, le milieu se présente sous la forme d'un film mou uniforme, difficilement détachable du verre, alors qu'après 60 secondes, il est parfaitement rigide et n'adhère plus au support. C'est l'occasion pour les étudiants d'utiliser un spectrophotomètre UV-visible (Beckman DU7) pour caractériser le colorant, et d'appliquer la loi de Beer Lambert. Les spectres d'absorption sont enregistrés avant et après irradiation de chaque échantillon afin de tracer la courbe de la concentration en colorant encore présent en fonction de l'énergie lumineuse reçue (figure 3).

2. Application : enregistrement d'une image holographique

Les élèves enregistrent eux-mêmes un hologramme avec le support photopolymérisable. L'objet est une décalcomanie collée sur une plaque de verre dépolie. La lumière qu'elle transmet interfère avec l'onde de référence (figure 1). Immédiatement après enregistrement, les étudiants observent l'image holographique restituée par le système polymérique éclairé par le faisceau de référence. Cette expérience permet de mettre en évidence le caractère autodéveloppant du matériau (il ne nécessite aucune phase de développement, contrairement aux émulsions argentiques).

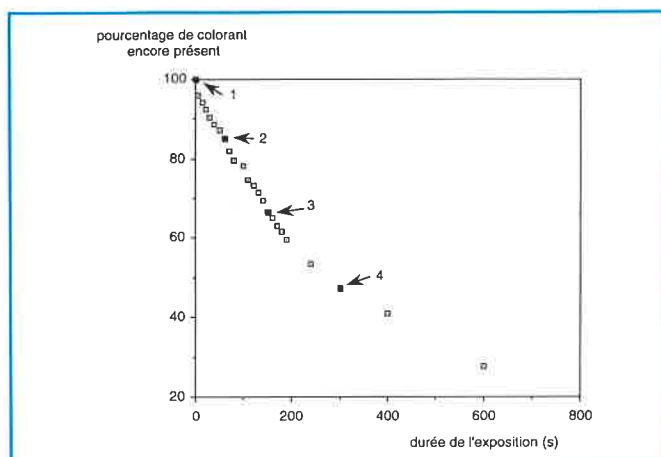


Figure 3 - Courbe du pourcentage en colorant encore présent dans l'échantillon en fonction de la durée de l'exposition (la longueur d'onde d'irradiation est de 514 nm et l'intensité incidente de 0,5 mW/cm²) :

1. avant exposition, 2. après 1 min d'exposition, 3. après 2 min 30 s d'exposition, 4. après 5 min d'exposition.

3. Étude de la dissolution du chlorure de sodium en milieu aqueux

Après avoir enregistré l'hologramme de la cuve contenant l'eau et introduit le chlorure de sodium, les étudiants suivent en temps réel par observation de l'interférogramme les variations de concentration dans le milieu. Elles sont dues aux processus de diffusion des espèces ioniques ou à l'intervention humaine. C'est le moment de leur montrer que l'obtention d'une solution homogène n'est pas un processus immédiat. Deux interférogrammes (avant et après agitation dans la cuve) sont mémorisés.

Le déphasage entre le faisceau objet et l'onde de référence diffractée est donné par :

$$\Delta \phi = 2 \pi \frac{\Delta d}{\lambda}$$

λ : longueur d'onde à laquelle l'hologramme est enregistré et utilisé,

Δd : différence de chemin optique parcouru respectivement par le faisceau objet et l'onde diffractée.

entre deux franges sombres successives qui correspondent aux

points où les deux ondes sont en opposition de phase, le déphasage est égal à 2π . La variation de chemin optique est due au chlorure de sodium qui modifie l'indice de réfraction dans la cuve :

$$L [n(p+1) - n(p)] = \lambda$$

L : largeur de la cuve,

$n(p)$, $n(p+1)$: indices de réfraction pour les p et $p+1^{\text{e}}$ franges. La concentration en chlorure de sodium, qui est en première approximation proportionnelle à l'indice de réfraction, est déterminée en tout point de la solution en repérant la position des franges sombres sur l'écran.

Conclusion

Notre ambition est d'aborder avec les élèves de mathématiques spéciales un problème concret en suivant une démarche proche de celle qu'adopterait un ingénieur. Nous souhaitons, également, montrer à de futurs cadres que le travail du chercheur universitaire peut s'insérer dans une perspective industrielle. Enfin, l'étude spatio-temporelle des phénomènes de diffusion intervenant dans la dissolution d'une substance cristalline par la technique d'interférométrie holographique se trouve être d'actualité : la dernière mission spatiale MIR a embarqué une expérience dans laquelle des phénomènes de croissance cristalline sont suivis par interférométrie.

RÉFÉRENCES

- [1] C. Carré, R. Tupinon, D.J. Lougnot, *BUP*, **1992**, 86 (745), 885.
- [2] C. Carré, R. Tupinon, D.J. Lougnot, *L'Actualité Chimique*, **1991**, 2, 145.
- [3] C. Carré, D.J. Lougnot, P. Leclere, Y. Renotte, Y. Lion, *J. Optics*, **1992**, 23 (2), 73.
- C. Carré, D.J. Lougnot, *J. Physique III*, sous presse, **1993**.
- [4] P. Hariharan, *Optical Holography*, Cambridge University Press, Cambridge, **1984**.
- J.C. Viéno, P. Smigielski, H. Royer, *Holographie optique-développements, applications*, Dunod Ed., Paris, **1971**.
- C. Durou, J. Mahenc, *C.R. Acad. Sc. Paris*, **1971**, 272 C, 2035.

EN BREF

INGÉNIEURS CHIMISTES PAR LA VOIE DE LA FORMATION CONTINUE

Les Écoles Nationales Supérieures de Chimie de Clermont-Ferrand (ENSCCF), Lille (ENSCL), Montpellier (ENSCM), Mulhouse (ENSCMu), Rennes (ENSCR) et l'École Nationale Supérieure de Chimie et de Physique de Bordeaux (ENSCPB) se sont associées dans un service commun de formation continue. Sa vocation est de préparer les candidats à une entrée directe en 2^e année de formation initiale, indifféremment dans l'un des six établissements cités. Le diplôme obtenu par cette voie est identique à celui sanctionnant la formation initiale.

Les candidats doivent remplir deux conditions :

- être titulaires d'un DUT, d'un BTS ou d'un diplôme sanctionnant une formation technologique jugée équivalente,
- justifier d'une activité salariée minimale de 30 mois, au 1^{er} septembre de l'année d'inscription, dans les fonctions de technicien supérieur.

La formation est répartie sur trois années. Durant la première, les candidats conservent leur activité professionnelle et suivent un enseignement par correspondance. Ensuite, les candidats deviennent, pendant 2 ans, élèves de l'école pour laquelle ils auront opté. Au cours de leur scolarisation, les candidats (salariés ou demandeurs d'emploi) peuvent bénéficier des rémuné-