

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 23175

(54) Procédé de fabrication d'un matériau sur support rigide ou souple pour l'enregistrement d'un hologramme, de développement et de protection de ce dernier.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). G 03 C 1/66, 5/22; G 03 H 1/00.

(22) Date de dépôt..... 24 octobre 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 17 du 30-4-1982.

(71) Déposant : ASSOCIATION POUR LE DEVELOPPEMENT DE LA PHOTONIQUE (ADEPHOT),
association de droit local, résidant en France.

(72) Invention de : Patrick Meyrueis, Michel Grosmann et Romualda Grzymala, épouse Piel.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Pierre Nuss, conseil en brevets,
10, rue Jacques Kablé, 67000 Strasbourg.

La présente invention concerne le domaine des supports pour l'enregistrement et le développement d'un hologramme, et a pour objet un procédé de fabrication d'un matériau sur support rigide ou souple, de développement et de protection de ce dernier.

Actuellement, les supports utilisés pour l'enregistrement et le développement d'hologrammes sont généralement des émulsions photographiques peu sensibles, mais de grande résolution, des supports thermoplastiques basés sur l'interaction de charges électriques avec de la lumière, des photorésists dans lesquels s'effectue une modulation de la surface du support par développement chimique, ou des photopolymères dans lesquels s'effectue une polymérisation d'un monomère sous l'effet de la lumière.

Cependant, ces supports existants présentent une efficacité de diffraction relativement faible, à savoir environ 60 % pour des émulsions argentiques blanchies et encore moins pour les autres, et le rapport signal/bruit est médiocre. En outre, la résolution de ces supports est souvent insuffisante et leur prix de revient est relativement élevé.

La présente invention a pour but de pallier ces inconvénients.

Elle a, en effet, pour objet un procédé de fabrication d'un matériau sur support rigide ou souple pour l'enregistrement d'un hologramme, caractérisé en ce qu'il consiste à préparer 12 à 18 % en poids de gélatine pure en suspension dans l'eau en effectuant un mixage initial jusqu'à dissolution complète à une température de 20 ° C, puis un mixage final pendant environ 5 à 10 minutes à 70 ° C, à filtrer la solution obtenue au moyen d'un filtre chauffé à 50 ° C, à abaisser la température et à la maintenir à 40 ° C, puis à ajouter du dichromate d'ammonium dans une proportion de 0,5 % du poids de la gélatine, et à effectuer un mélange jusqu'à dissolution complète, puis, en maintenant toujours le bain obtenu à 40 ° C, à immerger dans ce dernier, pendant environ une minute un support rigide ou souple, à retirer ensuite verticalement ce dernier à une vitesse de 1 à 5 cm/min., à sécher le support en position verticale, à l'air, pendant une

heure, puis à durcir l'ensemble du support, au four pendant deux heures à 150 ° C, à sensibiliser alors le support durci par trempage pendant 5 minutes dans une solution d'eau à 4 % à 10 % de dichromate d'ammonium et à stocker ensuite dans l'obscurité le support à 20 ° C à 30 ° C pendant une durée maximum de 48 heures dans un air à 30 % à 40 % d'humidité.

Le support ainsi obtenu est alors préparé par passage à l'eau courante, suivi d'un passage avec agitation dans l'alcool isopropylique et d'un séchage en position verticale, et enfin, par passage dans une étuve à vide pendant 1 à 2 heures à 90 ° C.

L'invention a également pour objet un procédé de développement du matériau sur support rigide ou souple impressionné qui consiste à tremper d'abord le support dans une solution à 0,5 % en poids de dichromate d'ammonium et de fixateur dilué avec de l'eau distillée, à rincer pendant 10 minutes à l'eau courante à 20 ° C, puis à immerger le support pendant 3 minutes avec agitation dans une solution à 50 % d'alcool isopropylique et 50 % d'eau distillée, à immerger ensuite le support pendant 2 minutes dans une solution à 90 % d'alcool isopropylique et 10 % d'eau distillée, à le plonger ensuite, avec agitation, pendant environ 10 à 20 minutes dans de l'alcool isopropylique, et enfin à sécher le support pendant au moins 2 minutes dans un jet d'air chaud, puis à le passer dans une étuve à vide pendant 1 à 2 heures à 90 ° C.

Selon une variante de réalisation de l'invention, le support peut être immergé uniquement dans l'alcool isopropylique pur pendant environ 10 à 20 minutes après le rinçage à l'eau courante, puis être séché.

Le procédé de fabrication du matériau sur support rigide ou souple conforme à l'invention donne d'excellents résultats pour des épaisseurs de couche de gélatine de 1 à 15 μ sur des supports de 3 cm x 8 cm et de 1 à 4 μ pour des supports de 12 cm x 12 cm.

Le procédé de fabrication du matériau sur support rigide ou souple peut également consister, conformément à une variante de réalisation de l'invention, à préparer 4 % en poids de géla-

tine pure en suspension dans l'eau en effectuant un mixage initial jusqu'à dissolution complète à une température de 20 ° C, puis un mixage final pendant environ 5 à 10 minutes à 70 ° C, à filtrer la solution obtenue au moyen d'un filtre chauffé à 50 ° C, à ajouter alors 0,5 % en poids, par rapport au poids de gélatine, de dichromate d'ammonium, et à effectuer un mélange jusqu'à dissolution complète en maintenant la température à environ 50 ° C, puis à appliquer le produit obtenu au moyen d'un applicateur quelconque à une température de 50 ° C par dépôt dudit produit sur le support rigide ou souple, à enlever ensuite l'excédent de produit avec une lame espacée du support d'une distance de 0,5 à 1 mm de manière à réaliser une répartition uniforme, à faire sécher le support en position strictement horizontale à l'air ambiant pendant environ 24 heures, et enfin à le durcir au four à 150 ° C pendant 2 heures, à le sensibiliser par trempage pendant 5 minutes dans une solution d'eau à 4 % à 10 % de dichromate d'ammonium, puis à le stocker dans l'obscurité pendant une durée maximum de 48 heures à 20 ° C à 30 ° C dans un air à 30 % à 40 % d'humidité.

Ce procédé de fabrication du matériau sur support rigide ou souple permet l'obtention d'épaisseurs de couches de gélatine de 6 à 15 μ sur des supports de 12 cm x 12 cm. Le développement du support est identique à celui des supports obtenus par immersion.

Les procédés de fabrication de matériaux sur support rigide ou souple décrits ci-dessus permettent l'obtention de supports utilisables jusqu'à des longueurs d'ondes limites de 540 nm du fait de la sensibilité spectrale du matériau.

Pour des longueurs d'ondes supérieures, à savoir de 633 nm et de 647 nm, les procédés de fabrication décrits ci-dessus sont complétés par une étape de sensibilisation qui consiste à préparer une solution sensibilisatrice comprenant 0,06 M de dichromate d'ammonium et 10 mg/ml de colorant vert ou bleu de méthylène sec, à remuer cette solution pendant environ 2 minutes jusqu'à dissolution complète du vert ou bleu de méthylène, à filtrer la solution avec un filtre rapide Whatman n° 541, à sensibiliser le support dans l'obscurité par trempage avec agitation

pendant 6 minutes, puis à passer le côté gélatine au rouleau à essorer, le côté substrat étant essuyé, et à sécher alors le support dans un air à 40 % d'humidité, le support pouvant ensuite subir une exposition holographique dans un délai de 48 heures et être développé.

Pour la protection contre l'humidité d'un hologramme enregistré sur un support rigide ou souple, l'invention prévoit un procédé qui consiste à appliquer sur le support, après le développement, au moyen d'une colle à base d'époxy-résine, une plaque de verre ou un film transparent souple. Cette protection peut également être obtenue par enduction du support rigide ou souple au moyen d'un vernis protecteur.

Il est ainsi possible, dans le cas d'utilisation d'un support souple, d'obtenir un hologramme à haute luminosité, qui peut lui-même être collé sur tout autre support tel que du papier, ou un pare-brise d'avion pour constituer des miroirs holographiques dans des systèmes de pilotage à tête haute.

Les matériaux sur support rigide ou souple obtenus par application du procédé conforme à l'invention permettent l'enregistrement ou la production d'images tridimensionnelles d'objets tridimensionnels diffusants ou spéculaires par réflexion ou par transmission. Ce procédé permet une production de masse, à un bas prix de revient, d'hologrammes pour diverses applications scientifiques, industrielles, bio-médicales, artistiques et commerciales. En outre, grâce à l'invention, il est possible de réaliser avec un même type de support des enregistrements à des longueurs d'ondes atteignant 647 nm.

Bien entendu, l'invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits. Des modifications restent possibles, sans sortir pour autant du domaine de protection de l'invention.

- R E V E N D I C A T I O N S -

1. Procédé de fabrication d'un matériau sur support rigide ou souple pour l'enregistrement d'un hologramme, caractérisé en ce qu'il consiste à préparer 12 à 18 % en poids de gélatine pure en suspension dans l'eau en effectuant un mixage initial jusqu'à dissolution complète à une température de 20 ° C, puis un mixage final pendant environ 5 à 10 minutes à 70 ° C, à filtrer la solution obtenue au moyen d'un filtre chauffé à 50 ° C, à abaisser la température et à la maintenir à 40 ° C, puis à ajouter du dichromate d'ammonium dans une proportion de 0,5 % du poids de la gélatine, et à effectuer un mélange jusqu'à dissolution complète, puis, en maintenant toujours le bain obtenu à 40 ° C, à immerger dans ce dernier, pendant environ une minute un support rigide ou souple, à retirer ensuite verticalement ce dernier à une vitesse de 1 à 5cm/min., à sécher le support en position verticale, à l'air, pendant une heure, puis à durcir l'ensemble du support au four pendant deux heures à 150 ° C, à sensibiliser alors le support durci par trempage pendant 5 minutes dans une solution d'eau à 4 % à 10 % de dichromate d'ammonium et à stocker ensuite dans l'obscurité le support à 20 ° C à 30 ° C pendant une durée maximum de 48 heures dans un air à 30 % à 40 % d'humidité.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'il consiste à préparer 4 % en poids de gélatine pure en suspension dans l'eau en effectuant un mixage initial jusqu'à dissolution complète à une température de 20 ° C, puis un mixage final pendant environ 5 à 10 minutes à 70 ° C, à filtrer la solution obtenue au moyen d'un filtre chauffé à 50 ° C, à ajouter alors 0,5 % en poids, par rapport au poids de gélatine, de dichromate d'ammonium, et à effectuer un mélange jusqu'à dissolution complète en maintenant la température à environ 50 ° C, puis à appliquer le produit obtenu au moyen d'un applicateur quelconque à une température de 50 ° C par dépôt dudit produit sur le support rigide ou souple, à enlever ensuite l'excédent de produit avec une lame espacée du support d'une distance de 0,5 à 1 mm de manière à réaliser une répartition uniforme, à

faire sécher le support en position strictement horizontale à l'air ambiant pendant environ 24 heures, et enfin à le durcir au four à 150 ° C pendant 2 heures, à le sensibiliser par trempage pendant 5 minutes dans une solution d'eau à 4 % à 10 % de dichromate d'ammonium, puis à le stocker dans l'obscurité pendant une durée maximum de 48 heures à 20 ° C à 30 ° C dans un air à 30 % à 40 % d'humidité.

3. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que, pour des longueurs d'ondes supérieures à 540 nm, à savoir de 633 et de 647 nm, il consiste, après le stockage d'une durée maximum de 48 heures, à préparer une solution sensibilisatrice comprenant 0,06 M de dichromate d'ammonium et 10mg/ml de colorant vert ou bleu de méthylène sec, à remuer cette solution pendant environ 2 minutes jusqu'à dissolution complète du vert ou bleu de méthylène, à filtrer la solution avec un filtre rapide Whatman n° 541, à sensibiliser le support rigide ou souple dans l'obscurité par trempage avec agitation pendant 6 minutes, puis à passer le côté gélatine au rouleau à essorer, le côté substrat étant essuyé, et à sécher alors le support dans un air à 40 % d'humidité, le support pouvant ensuite subir une exposition holographique dans un délai de 48 heures et être développé.

4. Procédé de développement de supports obtenus par application des procédés suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'il consiste à tremper d'abord le support dans une solution à 0,5 % en poids de dichromate d'ammonium et de fixateur dilué avec de l'eau distillée, à rincer pendant 10 minutes à l'eau courante à 20 ° C, puis à immerger le support pendant 2 minutes avec agitation dans une solution à 50 % d'alcool isopropylique et 50 % d'eau distillée, à immerger ensuite le support pendant 2 minutes dans une solution à 90 % d'alcool isopropylique et 10 % d'eau distillée, à le plonger ensuite, avec agitation, pendant environ 10 à 20 minutes dans de l'alcool isopropylique et enfin à sécher le support pendant au moins 2 minutes dans un jet d'air chaud, puis à le passer dans une étuve à vide à 90 ° C pendant 1 à

2 heures.

5 5. Procédé suivant la revendication 4, caractérisé en ce qu'après le rinçage à l'eau courante à 20 ° C, le support est uniquement immergé dans l'alcool isopropylique pur pendant environ 10 à 20 minutes, puis est séché.

10 6. Procédé de protection d'un hologramme sur support rigide ou souple obtenu par application des procédés suivant les revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il consiste à appliquer sur le support, après le développement, une plaque de verre ou un film transparent souple au moyen d'une colle époxy-résine.

 7. Procédé suivant la revendication 6, caractérisé en ce qu'il consiste à enduire le support rigide ou souple au moyen d'un vernis protecteur.