



UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE LA MIXTECA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

**CARACTERIZACIÓN DE UN COMPUESTO POLIMÉRICO AL MODIFICAR
SUS PARÁMETROS DE SÍNTESIS PARA GENERAR ELEMENTOS
REFRACTIVOS SINTONIZABLES**

TESIS

**PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS DE MATERIALES**

PRESENTA:

ING. JOSIMAR MARQUEZ GARCIA

DIRECTORES DE TESIS:

DR. JORGE GONZÁLEZ GARCÍA

DR. ANGEL SINUE CRUZ FÉLIX

HUAJUAPAN DE LEON, OAXACA

DICIEMBRE DE 2018

Dedicatoria

Le dedico y agradezco a **Dios** por haberme permitido llegar hasta este punto de mi vida gracias a su infinita bondad y amor.

A mi madre **Piedad García Morales** por su amor y apoyo incondicional, asimismo por la motivación constante que me ha permitido ser una persona de bien.

A mi padre **Raúl Márquez Celaya** por los ejemplos de perseverancia y constancia que lo caracterizan y que me ha infundado siempre, por el valor mostrado para salir adelante y sobre todo por su amor.

A mi hermano **Akbar García Morales** por ser el ejemplo de un hermano mayor y del cual he aprendido consejos y a levantarme de momentos difíciles.

A mis sobrinos **Zair Adiel García Morales** y **Aiknara Adele García Flores** por inspirarme con la inocencia de sus ojos y sonrisas para cumplir con mis objetivos.

A mis abuelos **Filogonio García Toral** y **Neli Morales Pacheco**, mi tía **Nuvia del Rosario García Morales**, así como al resto de mi familia que en las buenas y en las malas siempre me han apoyado.

Finalmente, a **Alma Rosa Velasco Rosales** que me ha brindado todo su amor, confianza y cariño incondicionales.

Agradecimientos

Agradezco la oportunidad de realizar este trabajo a mis Directores de Tesis el **Dr. Angel Sinue Cruz Félix** y el **Dr. Jorge González García**, por sus conocimientos brindados, así como por el apoyo, motivación y confianza para concretar esta etapa de mi vida.

A mis sinodales el **Dr. Agustín Santiago Alvarado**, **Dr. Felipe de Jesús Rivera López**, **Dr. Julián Javier Carmona Rodríguez** y al **Dr. Iván René Corrales Mendoza** por sus conocimientos brindados, así como su apoyo a lo largo de la elaboración de la tesis.

A la **I. A. Brenda Iris Guadalupe Licon Morán** y al **Biólogo Ulises Ruiz Castañeda** por la oportunidad de trabajo en el laboratorio de Edafología de la universidad.

Al **Dr. José Alfredo Carazo Luna**, al jefe de departamento de talleres **Rodolfo Palma Guzmán**, al **Ing. Jesús Peláez Castillo** y al técnico **Enrique Miguel López** por la oportunidad de trabajo y el apoyo en el laboratorio de manufactura y el taller de plásticos de la universidad.

Al **Dr. Rafael Izazaga Pérez**, al técnico **José Miguel Arroyo Hernández** y al **Dr. Jorge Castro Ramos** por la oportunidad de trabajo en el taller de óptica y el laboratorio de óptica biomédica del INAOE.

Al **Dr. Martín Rodolfo Palomino Merino** y al **Lic. Roberto Álvarez Zavala** por la oportunidad de trabajo en el laboratorio de caracterización de materiales de la BUAP.

Por ultimo agradezco a mis **amigos** de la universidad, con los que sigo compartiendo aventuras, risas y buenos ratos; y que fueron un gran apoyo en todo momento, con los problemas escolares, ideas o comentarios acertados.

Resumen

Actualmente, el polímero polidimetilsiloxano PDMS (Sylgard 184) se ha convertido en un material frecuentemente utilizado en la fabricación de componentes ópticos, tales como: membranas para sensores, guías de onda, lentes sólidas elásticas, debido a las características de sus propiedades optomecánicas. El estudio continuo de las propiedades físicas y químicas de este material es de gran utilidad y se complementa con investigaciones actuales en otras áreas de la ciencia, de esta forma, este trabajo de investigación describe la elaboración y caracterización optomecánica de muestras de PDMS variando sus parámetros de síntesis correspondientes a la relación de la mezcla de sus componentes (base polimérica y catalizador), además de la temperatura y el tiempo de curado. En el caso de las propiedades mecánicas, se realizaron ensayos a la tracción y a la compresión a través de una máquina universal de ensayos para obtener las curvas de esfuerzo–deformación y conocer sus propiedades mecánicas; además, se llevaron a cabo mediciones utilizando tomografía de coherencia óptica, espectroscopía Raman, UV–Visible y refractometría. Los resultados de la caracterización determinaron los parámetros de síntesis deseables para la elaboración de superficies refractivas sintonizables, para su implementación en sistemas optomecatrónicos con aplicaciones potenciales en robótica y en el área de física de la visión.

Abstract

Nowadays, the polymer known as polydimethylsiloxane PDMS (Sylgard 184) due to its optomechanics properties has become in a frequently used material for the elaboration of optical component such as: membranes for sensors applications, optical waveguides, solid elastic lenses. The continuous study of the physical and chemical properties of this material is very useful and its complemented with current research in other scientific areas, thus, this research work describes the elaboration and optomechanical characterization of PDMS samples varying the synthesis parameters, the mixture ratio of its components (polymeric base and catalyst) and varying both the curing time and temperature. In the case of mechanical properties, tensile and compression tests were performed by means of a universal machine to obtain stress–strain curves, and thus information about its mechanical properties was acquired. Moreover, an optical characterization was carried out with optical coherence tomography imaging technique, Raman and UV–Vis spectroscopy and refractometry. The results of the characterization determined the desirable synthesis parameters for the elaboration of tunable refractive surfaces to be implemented in optomechatronic systems with potential applications in robotics and the visual science fields.

Índice

Índice de tablas	IV
Índice de figuras	V
Capítulo I: Introducción	1
1.1. Planteamiento del problema	3
1.2. Justificación	4
1.3. Hipótesis	4
1.4. Objetivo general	5
1.5. Objetivos específicos	5
1.6. Metas	6
1.7. Limitaciones de la tesis	7
Capítulo II: Marco Teórico	8
2.1. Polímeros	8
2.1.1. Elastómeros	9
2.1.2. Polidimetilsiloxano (PDMS)	10
2.2. Propiedades mecánicas del PDMS	11
2.3. Caracterizaciones mecánicas del PDMS	14
2.4. Propiedades ópticas del PDMS	16
2.5. Caracterizaciones ópticas del PDMS	19

2.6. Caracterizaciones optomecánicas del PDMS	24
2.7. Elementos refractivos sintonizables	27
2.7.1. Lentes refractivas sintonizables	30
2.7.2. Análisis óptico de lentes refractivas sintonizables	31
2.7.3. Sistemas optomecatrónicos que utilizan lentes sólidas sintonizables	34
Capítulo III: Materiales y métodos	36
3.1. Descripción de la metodología general de trabajo	36
3.2. Materiales y equipos para la síntesis del PDMS	40
3.3. Moldes para la fabricación de muestras de PDMS	41
3.4. Metodología general para la síntesis del PDMS	43
Capítulo IV: Caracterización del PDMS	45
4.1. Caracterización mecánica	45
4.1.1. Ensayo a la compresión	46
4.1.2. Módulo de compresión	46
4.1.3. Coeficiente de Poisson	47
4.1.4. Ensayo a la tracción	47
4.1.5. Módulo de Young	48
4.1.6. Limite elástico	49
4.1.7. Módulos cortante y de compresibilidad	50
4.2. Caracterización óptica	51

4.2.1. Medición del índice de refracción del PDMS	51
4.2.2. Coeficientes de Reflexión y de Transmisión del PDMS	53
4.2.2. Espectroscopía UV–Visible del PDMS	54
4.2.3. Tomografía de coherencia óptica del PDMS	56
4.2.4. Espectroscopía Raman del PDMS	57
4.3. Elementos refractivos sintonizables	59
4.3.1. Elección de los parámetros de síntesis para la fabricación lentes de PDMS	59
4.3.2. Simulación mecánica de un elemento refractivo sintonizable	60
4.3.3. Fabricación de elementos refractivos sintonizables	61
4.3.4. Análisis óptico de lentes plano–convexas de PDMS	63
4.3.5. Sistema optomecatrónico con lente sintonizable de PDMS	66
Capítulo V: Discusión	70
5.1. Análisis de la caracterización mecánica del PDMS	70
5.2. Análisis de la caracterización óptica del PDMS	73
5.3. Análisis de la implementación de los elementos refractivos sintonizables	76
Capítulo VI: Conclusiones	79
6.1. Trabajo futuro	80
Referencias	82
Anexos A: Planos para la manufactura de moldes para la elaboración de elementos con PDMS	96
Anexos B: Publicaciones derivadas a partir de este trabajo de tesis	106

Índice de tablas

I. Parámetros de síntesis y módulos de Young determinados por los ensayos a la tracción.	14
II. Parámetros de síntesis y módulos de compresión (MC) del PDMS obtenidos a partir de ensayos a la compresión.	15
III. Parámetros de síntesis para ensayos a la tracción y a la compresión de muestras de PDMS.	16
IV. Temperaturas y módulos mecánicos de las muestras de PDMS.	16
V. Índice de refracción de muestras de PDMS empleando haces con diferentes longitudes de onda.	20
VI. Máximos de intensidad de los espectros Raman de las muestras de PDMS.	22
VII. Índices de refracción de muestras de PDMS con diferentes parámetros de síntesis.	23
VIII. Índices de refracción de las muestras de PDMS en función de la longitud de onda.	25
IX. Propiedades mecánicas del PDMS.	25
X. Parámetros de síntesis para las muestras y probetas de PDMS.	38
XI. Propiedades físicas del cristalino del ojo humano de una persona de 35–40 años.	59
XII. Parámetros de síntesis para la fabricación de elementos refractivos sintonizables.	60
XIII. Resultados de la simulación mecánica de las lentes de PDMS con diferentes parámetros de síntesis.	61
XIV. Parámetros geométricos de las lentes sintonizables de PDMS.	62
XV. Medición de la longitud de las líneas de un objetivo de resolución observadas a través de un sistema optomecatrónico que emplea una lente biconvexa de PDMS, ante la aplicación de esfuerzos mecánicos.	69
XVI. Modos vibracionales obtenidos experimentalmente de las muestras de PDMS.	76

Índice de figuras

2.1. Modelo de moléculas largas de un elastómero: a) sin estirar y b) sujetas a un esfuerzo de tensión.	9
2.2. Fórmula desarrollada de la cadena polimérica del PDMS.	11
2.3. Comportamiento de los diagramas esfuerzo–deformación de polímeros: a) termoplásticos, b) termoestables y c) elastómeros.	11
2.4. Vista transversal a través del OCT de una membrana de PDMS y un portaobjetos.	26
2.5. Espectro Raman de las muestras de PDMS.	27
2.6. Diagrama que representa el fenómeno físico de la refracción.	27
2.7. Diagrama óptico de una lente biconvexa (elemento refractivo).	28
2.8. Simulación en SolidWorks® de los desplazamientos de una lente sintonizable ante la aplicación de cargas de compresión.	29
2.9. Lentes refractivas sintonizables: a) lente líquida con longitud focal variable y b) lente sólida sintonizable.	30
2.10. Esquemas de la aplicación de una fuerza: a) a la tensión y b) a la compresión, en una lente sólida sintonizable.	31
2.11. Diagrama de un interferómetro en configuración Mach–Zehnder.	32
2.12. Interferogramas obtenidos de una lente sólida sintonizable ante la aplicación de tensiones radiales correspondientes a los ángulos de: (a) 0, (b) 10.29, (c) 20.57, (d) 30.86, (e) 41.14, (f) 51.43, (g) 56.57, (h) 61.71, (i) 66.86 y (j) 72.00 grados.	33
2.13. Diagrama del principio de operación de un sensor Shack–Hartmann.	34
3.1. Metodología general de trabajo para la caracterización del PDMS y la generación de elementos refractivo sintonizables.	37
3.2. Kit de preparación del PDMS Sylgard 184, base polimérica (derecha) y catalizador (izquierda).	41

3.3. Diseño 3D en SolidWorks® de los moldes para la elaboración de elementos de PDMS: a) probetas para ensayos a la compresión, b) probetas de ensayos a la tracción y c) muestras para caracterización óptica.	42
3.4. Gramaje de: a) base polimérica y b) catalizador, correspondientes a una proporción de mezcla de 10:1.25.	44
3.5. Muestras elaboradas de PDMS: a) probeta para ensayos a la compresión, b) probeta para ensayos a la tracción y c) muestra para caracterización óptica.	44
4.1. Máquina universal para ensayos mecánicos Shimadzu Modelo Autograph AG-IS.	45
4.2. Ensayo a la compresión de una probeta de PDMS.	46
4.3. Módulos de compresión de probetas de PDMS con diferentes parámetros de síntesis.	47
4.4. Ensayo a la tracción de una probeta de PDMS.	48
4.5. Módulos de Young correspondientes a las probetas de PDMS.	49
4.6. Limite elástico de las probetas de PDMS.	49
4.7. Módulos mecánicos del PDMS con diferentes parámetros de síntesis: a) módulo cortante y b) módulo de compresibilidad.	50
4.8. Refractómetro Abbe WY1A Xintian (taller de óptica del INAOE).	51
4.9. Ejemplo de una medición con índice de refracción de 1.401 a través de un refractómetro Abbe WY1A Xintian.	52
4.10. Índice de refracción de las muestras de PDMS con diferentes parámetros de síntesis.	53
4.11. a) Coeficientes de reflexión y b) coeficientes de transmisión, de las muestras de PDMS.	54
4.12. Espectrómetro UV-Visible Unicam UV300 (laboratorio de películas delgadas de la BUAP).	55
4.13. Espectros de Transmitancia de las muestras de PDMS, con diferentes temperaturas y tiempos de curado: a) 100 °C / 30 min., b) 150 °C / 18 min., c) 200 °C / 15 min. Y d) 240 °C / 10 min.	55
4.14. Tomógrafo de coherencia óptica Spectra Radar 930 (laboratorio de óptica biomédica del INAOE).	56
4.15. Imágenes del OCT de muestras de PDMS: a) M1 curadas a 100 °C y b) M5 curadas a 240 °C.	57
4.16. Espectrómetro Raman Ocean Optics QE6500 (laboratorio óptica biomédica del INAOE)	58
4.17. Espectro Raman de una muestra de PDMS de código M2 curada a 150 °C.	58

4.18. Diseño 3D de una lente biconvexa de PDMS (izquierda) y su simulación mecánica aplicando esfuerzos a la tensión (derecha).	61
4.19. Moldes para la elaboración de lentes sintonizables de tipo: a) biconvexa, b) menisco convergente y c) plano–convexa.	62
4.20. Elementos refractivos sintonizables elaborados: a) lente plano–convexa, b) lente menisco convergente y c) lente biconvexa con mordazas para soportar la lente en un sistema optomecatrónico.	63
4.21. Arreglo experimental para la medición del radio de curvatura del frente de onda, de las lentes de plano–convexas de PDMS, a través de un sensor se Shack–Hartmann.	64
4.22. Frente de onda generado por una lente plano–convexa de código M2 curada a 150 °C.	64
4.23. Radios de curvatura del frente de onda generados por las lentes plano–convexas de PDMS.	65
4.24. Arreglo experimental de un interferómetro en configuración Mach–Zehnder.	65
Figura 4.25. Interferogramas de lentes plano–convexas de código: a) M2 curada a 150 °C y b) M5 curada a 240 °C.	66
4.26. Sistema optomecatrónico que emula el comportamiento del cristalino del ojo humano.	67
4.27. Montura optomecánica del sistema optomecatrónico.	67
4.28. Aplicación de esfuerzos radiales en una lente biconvexa (de código M2, curada a 150 °C): a) a la compresión, b) sin esfuerzo y c) a la tensión.	68
5.1. Diagramas esfuerzo–deformación de probetas de PDMS (de código M2 curadas a 150 °C) para ensayos: a) a la tracción y b) a la compresión.	70
5.2. Diagramas esfuerzo–deformación obtenidos a partir de ensayos a la tracción de probetas de PDMS: a) de código M2 con diferentes temperaturas de curado, b) con diferente código a una temperatura de curado de 150 °C.	71

Capítulo I: Introducción

En este capítulo se realiza una breve introducción, planteamiento del problema, hipótesis, objetivos y métodos que se utilizarán en el desarrollo de la tesis, la cual abarca la síntesis, caracterización y aplicación del PDMS como material para fabricar elementos refractivos sintonizables.

El entorno físico en el cual se desarrollan los seres humanos está compuesto por diversos tipos de materiales que se pueden clasificar por su estructura y la relación con sus propiedades físico-químicas, como lo marca la ciencia de materiales; de acuerdo con las características de cada tipo de material se pueden emplear en ciertas áreas de las ciencias, tal es el caso de la óptica, que aplica materiales transparentes, translúcidos y opacos en el estudio de las ondas electromagnéticas [1, 2]. Actualmente, existen materiales que se utilizan para la fabricación de elementos ópticos que cumplen con tareas específicas, por ejemplo los elastómeros de silicona, utilizados en la elaboración de elementos sintonizables o adaptativos [3–5].

Los polímeros son materiales macromoleculares constituidos por unidades estructurales repetitivas denominadas monómeros; dentro de esta clasificación se encuentran los elastómeros, los cuales están formados generalmente por enlaces covalentes compuestos principalmente de carbono, hidrógeno, oxígeno o silicio, además cuentan con la propiedad de elasticidad como principal característica, la cual consiste en la deformación del material al aplicar una fuerza externa sin perder la forma original al eliminar la fuerza aplicada [6, 7]. El Polidimetilsiloxano (PDMS por sus siglas en inglés) es un polímero elastomérico, lineal, reticulado del monómero dimetilsiloxano, perteneciente al grupo de las siliconas; estos son compuestos de organosilicio, que cuentan con un contenido de silicio aproximado de entre 37.3% – 38.5% de su composición total, los cuales se caracterizan por ser materiales inertes, no tóxicos y no flamables [8–10].

En años recientes el PDMS se ha convertido en un material ampliamente utilizado en una gran variedad de aplicaciones en el campo de la ciencia y la tecnología, por ejemplo, en el desarrollo de recubrimientos de componentes microelectrónicos [11, 12], micro-válvulas [13,

14], sensores químicos [15, 16], filtros [17], fabricación de lentes líquidas de enfoque variable [18], lentes sólidas elásticas aplicadas en la visión de robots [19], elementos para sistemas microelectromecánicos (MEMS por sus siglas en inglés) [20–22] y lentes líquidas ajustables con capacidad para la corrección de aberraciones de desenfoque y astigmatismo [23]; esto se debe principalmente a sus propiedades tanto mecánicas como ópticas, que incluyen un índice de refracción aproximadamente de 1.4, un módulo de elasticidad mayor o igual a 1 MPa y una transmitancia mayor al 85%, por mencionar algunas de ellas; por estas razones, el PDMS es un material apropiado para aplicaciones tecnológicas donde se requiera elasticidad y transparencia [24].

Para llevar a cabo la elaboración de elementos de PDMS es indispensable establecer un proceso de síntesis (proceso por el cual se producen materiales a partir de compuestos simples o precursores químicos, que permiten obtener productos que no existen de forma natural, tal es el caso de los polímeros sintéticos, el acero o los composites [25]), en algunos casos se involucra litografía suave (técnicas para la fabricación o réplica de estructuras usando moldes o estampadores, denominándola suave porque usa materiales elastoméricos, como el PDMS [26]) u otros métodos de síntesis donde se puede emplear centrifugado [27]; adicionalmente en estos procedimientos, se puede variar la concentración de los componentes de precurado (base polimérica y catalizador), así como emplear diferentes tiempos y temperaturas de curado [28].

Este trabajo aborda la caracterización del PDMS Sylgard 184 variando el proceso de síntesis del material con la finalidad de contar con un compendio de propiedades mecánicas y ópticas más relevantes del PDMS, y de esta forma, elegir los parámetros de síntesis adecuados para la fabricación de elementos refractivos sintonizables, los cuales son componentes capaces de modificar sus parámetros ópticos al ser sometidos a algún tipo de estímulo físico. Por ello, se describe a detalle el proceso de fabricación y caracterización del material, para determinar las condiciones de síntesis del polímero adecuadas para su implementación en el prototipo de un sistema optomecatrónico, que emule el comportamiento del ojo humano en condiciones ideales [29, 30].

1.1. Planteamiento del problema

La caracterización de materiales se realiza por distintos métodos o técnicas dependiendo de la estructura de la que están constituidos y/o las propiedades que el usuario necesite medir, por ejemplo, los metales con estructura definida utilizan métodos de caracterización como la difracción de rayos X [31]; en tanto que para la caracterización de materiales amorfos, como en el caso de los elastómeros de silicona se aplican diferentes técnicas, por ejemplo, ensayos mecánicos, espectroscopía UV-Visible y/o infrarroja, siendo de gran utilidad para determinar sus propiedades (principalmente mecánicas y ópticas) [32, 33].

Debido a su transparencia en el espectro visible, elasticidad, resistencia al impacto y nula toxicidad, el Polidimetilsiloxano o PDMS es un material útil para su empleo en sistemas ópticos, principalmente en el área de física de la visión. El PDMS Sylgard 184 está compuesto por una base polimérica y un catalizador que al combinarse y someterse a un proceso de curado por tratamiento térmico sintetizan al material; este proceso generalmente modifica las propiedades mecánicas y ópticas del polímero, por lo que es importante realizar una caracterización, dado que las propiedades que exhiben los elementos ópticos dependen de su naturaleza física y del proceso de elaboración empleado, para producir elementos con propiedades deseables.

En la literatura actual se han reportado variaciones en los parámetros de síntesis de este elastómero de silicona y su correspondiente caracterización óptica o mecánica; aunque su aplicación tecnológica es diferente (guías de onda, MEMS, sensores químicos por mencionar algunas); también existen otros casos que describen caracterizaciones optomecánicas de este material pero no modifican sus parámetros de síntesis [21, 15, 34–37]. Por lo tanto, en este caso a través de la elaboración y caracterización de muestras de PDMS con diferentes proporciones de catalizador, tiempos y temperaturas de curado se determinarán los parámetros de síntesis deseables para la fabricación de elementos refractivos sintonizables con propiedades optomecánicas que emulen el comportamiento del ojo humano.

1.2. Justificación

El PDMS es un material polimérico con propiedades físicas útiles para aplicaciones en la ciencia y la tecnología, específicamente en el área de la óptica adaptativa, debido a su alta transparencia, capacidad de resistencia al impacto y elasticidad; por lo tanto, su aplicación en el desarrollo elementos ópticos es una alternativa a otros materiales como el vidrio, los cuales, si bien son materiales altamente transparentes, también son duros y frágiles. Por esta razón en este trabajo es fundamental determinar la relación entre el proceso de síntesis del PDMS con los cambios en sus propiedades físicas (principalmente mecánicas y ópticas). Para ello, se realizará una caracterización del material empleando ensayos mecánicos e instrumentos de análisis ópticos, con la finalidad de obtener una correlación directa entre los parámetros de síntesis y las propiedades optomecánicas del elastómero, de esta forma se podrán elegir los parámetros adecuados para poder desarrollar elementos refractivos sintonizables con características físicas que puedan emular ciertas funciones del ojo humano.

Los elementos refractivos sintonizables que se obtengan en el desarrollo de esta investigación se someterán a análisis ópticos para determinar sus características y se utilizarán en un sistema optomecatrónico para verificar su función de emular el comportamiento optomecánico del ojo humano. Se pretende que a partir de estos elementos sintonizables se desarrollen sistemas optomecatrónicos específicos para ser una alternativa en los sistemas de visión para robots. Dentro de la Universidad Tecnológica de la Mixteca existe un equipo de trabajo en óptica aplicada que investiga la aplicación del elastómero PDMS Sylgard 184 para fabricar elementos refractivos sintonizables, por lo que este trabajo contribuye con la generalización de la caracterización de las propiedades que presenta este material variando los parámetros de fabricación (concentración de la mezcla, tiempo y temperatura de curado).

1.3. Hipótesis

Al modificar diferentes parámetros en la síntesis del elastómero PDMS Sylgard 184, se pueden variar las propiedades optomecánicas del material, y mediante una caracterización se podrán identificar los parámetros de síntesis adecuados para generar elementos refractivos

sintonizables, para su aplicación particular en un prototipo optomecatrónico que emule ciertas funciones del ojo humano.

1.4. Objetivo general

Caracterizar las propiedades mecánicas y ópticas del compuesto polimérico PDMS Sylgard 184 variando sus parámetros de síntesis, para generar elementos refractivos sintonizables con propiedades específicas y poder aplicarlos en sistemas optomecatrónicos.

1.5 Objetivos específicos

1. Conocer las propiedades actuales que exhibe el elastómero PDMS Sylgard 184, como materia prima usada para la elaboración de elementos refractivos sintonizables.
2. Elaborar una metodología para la obtención de muestras y probetas hechas de PDMS, con propiedades específicas variando sus parámetros de síntesis y funcionales.
3. Analizar y aplicar la metodología para la elaboración de las muestras de PDMS, realizando un protocolo de variación de parámetros de fabricación (concentración de la mezcla, tiempo y temperatura de curado).
- 4.- Realizar ensayos mecánicos (a la compresión y a la tracción) empleando una máquina universal para la obtención de diagramas esfuerzo–deformación y el coeficiente de Poisson de muestras del material, y a partir de estos efectuar el cálculo de algunas propiedades mecánicas del PDMS.
5. Llevar a cabo una caracterización óptica de las muestras de PDMS empleando técnicas de análisis de refractometría, tomografía de coherencia óptica, espectroscopía UV–Visible.

6. Diseñar y fabricar elementos refractivos sintonizables con propiedades deseadas, en conjunto con simulaciones mecánicas, para su aplicación en sistemas optomecatrónicos.

1.6. Metas

1. Registrar las propiedades actuales que exhibe la literatura del elastómero PDMS Sylgard 184 bajo la recomendación del fabricante.

2. Contar con la metodología para la variación de los procesos de síntesis para obtener elementos refractivos sintonizables con propiedades específicas.

3. Fabricar un conjunto de 40 probetas para ensayos mecánicos y 20 muestras para pruebas ópticas variando los parámetros de síntesis (cantidad de catalizador en la mezcla, temperaturas y tiempos de curado).

4. Obtener las propiedades mecánicas (módulo de Young, módulo de compresión, módulo cortante, módulo de compresibilidad y límite elástico) del PDMS.

5. Elaborar un compendio de propiedades ópticas a partir de las pruebas realizadas con los dispositivos de medición óptica: índice de refracción, espectros de transmitancia y tomografías de coherencia óptica.

6. Determinar los parámetros de síntesis adecuados para la fabricación de elementos refractivos sintonizables del compendio de muestras, que cumplan con propiedades similares a las características ideales del ojo humano (principalmente módulo de Young, índice de refracción y transmitancia).

7. Llevar a cabo simulaciones mecánicas del elemento refractivo sintonizable con ayuda de un software comercial, que emplea métodos de elementos finitos.

8. Fabricar elementos refractivos sintonizables utilizando los parámetros de síntesis adecuados en base a la caracterización del material, para realizar análisis ópticos, así como su implementación en el desarrollo de un prototipo de sistema optomecatrónico.

9. Redacción de un artículo de investigación a partir de los resultados obtenidos con la caracterización del PDMS y la elaboración de los elementos refractivos sintonizables.

1.7. Limitaciones de la tesis

Para finalizar el capítulo se presentan algunos puntos que delimitan el trabajo:

- Debido a que el PDMS es un polímero que presenta una estructura amorfa no es posible realizar métodos de caracterización como la difracción de rayos X, por lo que quedan descartadas técnicas de caracterización para estructuras cristalinas.
- Este trabajo comprende solamente la medición de propiedades mecánicas y ópticas de muestras con diferentes proporciones de mezcla polimérica (base y catalizador), tiempo y temperatura de curado, para determinar los parámetros de síntesis óptimos para la elaboración de elementos refractivos sintonizables.
- Se propone una matriz de parámetros de síntesis, en la cual solamente se realizarán variaciones en la cantidad de catalizador, el tiempo y la temperatura de curado en la elaboración de elementos de PDMS.

Capítulo II: Marco teórico

A lo largo de este capítulo se abordarán las bases y conceptos teóricos referentes a la caracterización mecánica y óptica del PDMS, además se realizará una revisión del estado del arte existente acerca de las diferentes caracterizaciones y las aplicaciones tecnológicas de este material, así como las principales características de los elementos refractivos sintonizables.

2.1. Polímeros

Los materiales se pueden clasificar de acuerdo con su composición físico-química y su estructura atómica en: metales, cerámicos y polímeros; estos últimos, los polímeros, se producen tanto de forma natural (celulosa, seda, lana, etc.), así como de forma artificial (nylon, metacrilato, poliestireno, etc.). Actualmente, con excepción del caucho natural, prácticamente todos los materiales poliméricos que se emplean en ingeniería son de tipo sintético, esto significa que se elaboran por medio de procesamientos químicos, aplicando métodos de moldeo y solidificación [38–40].

Los polímeros son materiales que están compuestos por cadenas moleculares unidas mediante enlaces covalentes de una o más unidades repetitivas denominadas monómeros (molécula de bajo peso molecular); en algunos casos la repetición es lineal, similar a una cadena compuesta por eslabones, en otros casos son ramificados o interconectados en forma de retículos tridimensionales [41, 42].

El crecimiento de las aplicaciones donde se emplean los polímeros ha aumentado considerablemente con el paso del tiempo, principalmente por el desarrollo de herramientas de investigación científica que han permitido determinar las estructuras y sintetizar moléculas orgánicas e inorgánicas; así como también, por razones tecnológicas y comerciales, como su baja temperatura de conformación y menor costo monetario con respecto a los otros tipos de materiales, además de que poseen propiedades físicas útiles para distintas aplicaciones en ingeniería:

- 1) Densidad baja con respecto a la que presentan los metales y cerámicos.
- 2) Resistencia a la corrosión.
- 3) Baja conductividad eléctrica y térmica [40–42].

2.1.1. Elastómeros

De acuerdo a sus propiedades físicas los polímeros se clasifican en tres grupos: termoplásticos, termoestables y elastómeros [43, 44]. Los elastómeros son polímeros naturales o sintéticos que presentan una alta elasticidad (propiedad mecánica de un material de recuperar su forma original, después de estar sujeto a esfuerzos externos, cuando estos se eliminan) como propiedad característica. Las estructuras de este tipo de polímeros consisten en moléculas de cadena larga entrecruzadas y deben esta propiedad elástica a la combinación de dos características principales: 1) las moléculas largas están dobladas estrechamente cuando no están estiradas, y 2) el grado de entrecruzamiento es menor que los otros 2 tipos de polímeros. En estos materiales la deformación es causada por la aplicación de una carga de tracción o compresión que genera el enderezamiento, desdoblamiento y alargamiento parciales de las cadenas en dirección del esfuerzo, fenómeno que se representa en la figura 2.1, en la cual se pueden observar las cadenas entrecruzadas de un elastómero sometido a un esfuerzo de tensión y en condiciones de reposo.

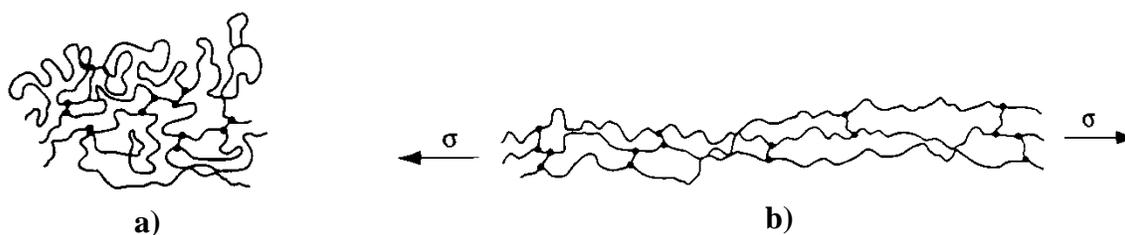


Figura 2.1. Modelo de moléculas largas de un elastómero: a) sin estirar y b) sujetas a un esfuerzo de tensión [40].

Los elastómeros son materiales amorfos (que carece de una estructura u ordenamiento atómico) y su temperatura se encuentra por arriba de su temperatura de transición vítrea (T_g) de ahí esa considerable capacidad elasticidad; se entiende a la T_g como la temperatura a la cual un polímero disminuye su densidad, dureza y rigidez, es decir, es un punto intermedio entre el

estado de fundición y el estado rígido del material; por encima de la T_g los enlaces secundarios de las moléculas son mucho más débiles que el movimiento térmico de las mismas [40–42, 44].

Los elastómeros sintéticos requieren de un proceso de curado para que se dé el entrecruzamiento de las cadenas poliméricas; en la actualidad el método más utilizado es el vulcanizado, el cual requiere de azufre para generar la reacción química. En algunos casos se necesita de un procedimiento alternativo de curado, que generalmente emplean sustancias químicas que reaccionan cuando se mezclan (en ocasiones requieren de un catalizador y/o un tratamiento térmico) para formar los entrecruzamientos entre moléculas; ciertos polímeros que se curan por este medio, como las siliconas, se clasifican en termoestables o elastómeros, dependiendo del grado de entrecruzamiento que se logra durante la reacción [38, 40].

Las siliconas también denominados polisiloxanos, son polímeros derivados del siloxano (grupo funcional de organosilicio que constituyen una cadena de átomos de silicio y de oxígeno alternados, Si – O – Si), que generalmente contienen átomos de carbono y/o hidrógeno en su estructura; además, son materiales inodoros, incoloros, inertes, repelentes al agua y estables a temperaturas menores a los 300 °C. De acuerdo a las variaciones en su composición y procesamiento, los polisiloxanos se producen en: 1) fluidos, 2) elastómeros y 3) resinas termoestables; los fluidos son polímeros de bajo peso molecular que se emplean como lubricantes, pulidores, ceras y otros líquidos; los elastómeros y los termoestables son polímeros entrecruzados, que cuando el entrecruzamiento es muy alto forman sistemas rígidos de resina que se emplean para pinturas, barnices y otros recubrimientos; en tanto, que cuando el entrecruzamiento es bajo se producen elastómeros [38, 41, 45].

2.1.2. Polidimetilsiloxano (PDMS)

Los elastómeros de silicona son polisiloxanos compuestos por silicio, hidrogeno, oxígeno y carbono, químicamente estables, resistentes a temperaturas que se encuentran en el rango de -55 °C – 300 °C y con una notable propiedad elástica [38, 40, 46]; debido a estas características, se pueden encontrar en gran variedad de productos que incluyen, aisladores de voltaje [47], recubrimientos de equipos electrónicos [48], dispositivos e implantes médicos [49]. Dentro de

este grupo de elastómeros se encuentra el Polidimetilsiloxano (PDMS), también conocido como dimeticona, comercialmente provisto en dos componentes, una base de monómero (que contiene vinil–dimetilsiloxano) y un agente de curado o catalizador (hidruro–dimetilsiloxano) que al combinarse y emplear un tratamiento térmico sintetizan al polímero. El peso molecular del monómero del PDMS es 207.4 (g/mol), con un peso molecular numeral promedio de 27000, una densidad de 0.982g/ml, además posee una viscosidad de 500 cSt. La fórmula química del PDMS es $\text{CH}_3[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_n\text{Si}(\text{CH}_3)_3$, donde n es el número de unidades repetitivas del monómero $[\text{SiO}(\text{CH}_3)_2]$; en la figura 2.2 se muestra la fórmula desarrollada del compuesto polimérico PDMS [50, 51].

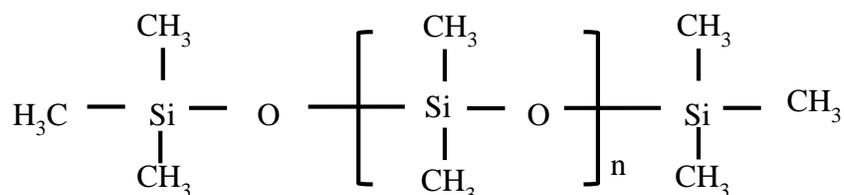


Figura 2.2. Fórmula desarrollada de la cadena polimérica del PDMS [51].

2.2. Propiedades mecánicas del PDMS

El comportamiento mecánico de los polímeros difiere para cada tipo, esto se puede ilustrar en la figura 2.3, la cual presenta los diagramas esfuerzo–deformación (curvas resultantes que relacionan los valores del esfuerzo y la correspondiente deformación unitaria calculada a partir de los datos de un ensayo realizado) que pueden presentar este tipo de materiales.

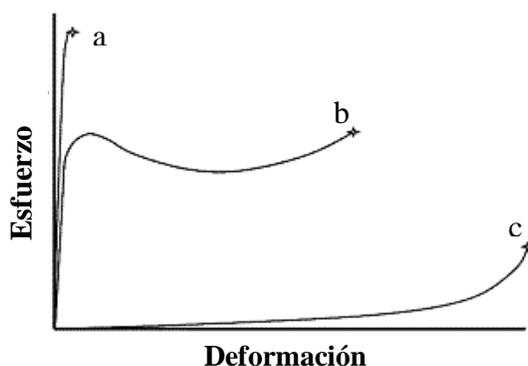


Figura 2.3. Comportamiento de los diagramas esfuerzo–deformación de polímeros: a) termoplásticos, b) termoestables y c) elastómeros [38].

La curva a) define el comportamiento esfuerzo–deformación de un polímero termoplástico, en la cual ocurre la ruptura al tiempo que se deforma elásticamente, en tanto, el comportamiento de un material termoestable, se representa en la curva b) y presenta una deformación inicial elástica, después de lo cual sigue la fluencia y una región de deformación plástica; finalmente la deformación exhibida por la curva c) es perteneciente a los elastómeros, la cual presenta un mayor rango de elasticidad que los otros dos tipos de polímeros [38, 52].

Para realizar una caracterización mecánica en materiales poliméricos, generalmente se realizan ensayos mecánicos para obtener diagramas esfuerzo–deformación y así determinar parámetros como el módulo de Young, límite elástico, coeficiente de Poisson, etc. Por lo regular, las propiedades mecánicas de los polímeros son altamente sensibles a la velocidad de deformación, a la temperatura y a la naturaleza química del medio (presencia de agua, oxígeno, disolventes orgánicos, etc.) [41, 53]. Los ensayos mecánicos frecuentemente se realizan en máquinas especializadas, denominadas máquinas universales, que son dispositivos electromecánicos o hidráulicos, compuestos por abrazaderas superiores e inferiores con facultades para someter probetas a ensayos a la tracción o a la compresión. El primero el ensayo a la tracción consiste en determinar la deformación del material a través de la aplicación de dos fuerzas que actúan en sentido opuesto y tienden a estirar el material hasta la ruptura; en tanto, que el ensayo a la compresión evalúa la deformación de un sólido ante la aplicación de esfuerzos en sentido opuesto que reducen la longitud axial y el volumen del material hasta la fractura del mismo [54–56].

En este trabajo se realiza la caracterización mecánica del PDMS a través de la elaboración de probetas que fueron sometidas a ensayos a la tracción y a la compresión, para determinar las siguientes propiedades mecánicas:

- **Módulo de Young:** relaciona la deformación elástica longitudinal producida por un esfuerzo simple a la tensión o a la compresión, con la deformación lateral que ocurre simultáneamente en un sólido. El módulo de elasticidad o módulo de Young es la pendiente de la curva esfuerzo–deformación en la región elástica. Esta relación se denomina ley de Hooke y expresa el módulo de Young (E) como:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (1)$$

donde σ y ε corresponden respectivamente al esfuerzo y a la deformación de uso ingenieril, definidos por las siguientes ecuaciones:

$$\sigma = \frac{F}{A_0}, \quad (2)$$

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (3)$$

donde A_0 es el área original de la región transversal de la muestra antes de iniciar la prueba mecánica, l_0 es la distancia original entre las marcas de calibración y l es la distancia entre las marcas después de aplicar la fuerza F . El esfuerzo y la deformación pueden ser a la tensión o a la compresión.

- **Módulo de compresión:** es la razón del esfuerzo de compresión aplicado a un material en comparación con la compresión resultante, la cual relaciona el esfuerzo de compresión entre la deformación que sufre un material. Teóricamente es igual al módulo de Young determinado en la prueba de tracción.
- **Coefficiente de Poisson:** es la relación de la deformación perpendicular con respecto a la deformación axial, representada por ν .

$$\nu = \frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_a} \quad (4)$$

donde ε_p corresponde a la deformación perpendicular y ε_a es la deformación axial.

- **Límite elástico:** es el esfuerzo de tensión máxima que un material puede soportar sin sufrir deformaciones permanentes.
- **Módulo cortante:** es la relación entre el esfuerzo cortante y la correspondiente deformación producida por éste, la cual se genera cuando un sólido es sometido a una fuerza paralela en una de sus caras, mientras que la otra se mantiene fija. Se puede obtener a partir del módulo de Young (E) y el coeficiente de Poisson (ν) como lo indica la ecuación 5:

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)}, \quad (5)$$

donde G corresponde al módulo cortante.

- **Módulo de compresibilidad:** es un parámetro que indica la resistencia a la compresión uniforme sufrida por un material, definida como la relación entre aumento de la presión aplicada y la disminución unitaria de volumen uniforme, denotada por la ecuación 6:

$$K = \frac{E}{3(1 - 2\nu)} , \quad (6)$$

donde K corresponde al módulo de compresibilidad [39, 56–59].

2.3. Caracterizaciones mecánicas del PDMS

En la literatura existen trabajos previos en donde se han realizado caracterizaciones mecánicas del PDMS utilizando diferentes parámetros de síntesis, a través de ensayos a la tracción y/o a la compresión para determinar las propiedades mecánicas del elastómero, sobresaliendo el módulo de elasticidad como medición principal, para diferentes aplicaciones del material.

En 1999 Armani *et al.* [60], reportaron técnicas de microfabricación para elaborar dispositivos microfluídicos reconfigurables utilizando PDMS, para ello, se llevó a cabo una caracterización mecánica del material, fabricando probetas con diferentes parámetros de síntesis, las cuales fueron curadas a 90 °C durante 15 minutos. Los resultados de las pruebas se muestran en la tabla I.

Tabla I. Parámetros de síntesis y módulos de Young determinados por los ensayos a la tracción [60].

Parámetros de síntesis (base:catalizador)	Módulo de Young [KPa]
5:1	868
7.5:1	826
10:1	750
12.5:1	549
15:1	360

Los resultados indican que a mayor concentración de catalizador en las probetas de PDMS, existe un incremento en el módulo de Young.

En el año 2014 Wang *et al.* [61], obtuvieron mediciones del módulo de compresión de muestras de PDMS variando las proporciones de base polimérica y catalizador, a una temperatura y tiempo de curado constantes (65 °C por una hora); empleando un instrumento macroscópico que los autores elaboraron, el cual utilizó un sensor mecánico digital Mitutoyo para tomar las mediciones en los ensayos mecánicos. Durante la experimentación utilizaron probetas cilíndricas de 2.5 – 3 mm de espesor, con diámetros nominales de 4 y 3 mm, obteniendo los resultados que se muestran en la tabla II.

Tabla II. Parámetros de síntesis y módulos de compresión (MC) del PDMS obtenidos de ensayos a la compresión.

Probetas (base:catalizador)	Diámetro de 4mm		Diámetro de 3mm		MC promedio [MPa]
	MC[MPa]	MC[MPa]	MC[MPa]	MC[MPa]	
5:1	3.584	3.728	3.458	3.582	3.59 ± 0.11
7:1	2.950	2.924	2.867	2.894	2.91 ± 0.036
10:1	2.605	2.633	2.587	2.630	2.61 ± 0.021
16.7:1	1.109	1.234	1.265	1.227	1.21 ± 0.069
25:1	0.954	-	1.006	-	0.98 ± 0.037
33:1	0.548	0.577	-	-	0.56 ± 0.021

A partir de los resultados de la tabla II se determinó que el módulo de compresión del PDMS depende de la proporción de la mezcla, para lo cual, describen que entre mayor sea la cantidad de catalizador en la síntesis del polímero, el módulo de compresión del material incrementa, lo cual indica, que el material es más rígido con el aumento catalizador en su composición.

También, en el año 2014 Johnston *et al.* [62], realizaron la caracterización mecánica del PDMS para la fabricación de microestructuras, empleadas en microfluidos y microingeniería; para ello los autores desarrollaron probetas de PDMS con diferentes parámetros de síntesis (ver tabla III), con la finalidad de realizar mediciones de las propiedades mecánicas del material, efectuando ensayos a la tracción en una maquina universal (Hounsfield, Universal 10 kN), respetando la norma ASTM D412, utilizando probetas de tipo corbatín a una velocidad de 254 mm/min para cada muestra. Además, llevaron a cabo ensayos a la compresión en una máquina universal (Avery Denison, T42U) a una velocidad de 20 mm/min, implementando la norma ASTM D1229 con probetas cilíndricas.

Tabla III. Parámetros de síntesis para ensayos a la tracción y a la compresión de muestras de PDMS [62].

Temperatura [°C]	Tiempo de curado recomendado por Dow Corning.	Tiempo de curado establecido para ensayos a la tensión	Tiempo de curado establecido para ensayos a la compresión
25	48 hrs.	48 hrs.	48 hrs.
100	35 min.	48 min.	53 min.
125	20 min.	33 min.	38 min.
150	10 min.	23 min.	28 min.
200	-	18 min.	24 min.

En la tabla IV se aprecian las propiedades mecánicas obtenidas a partir de los diagramas esfuerzo–deformación de los ensayos mecánicos realizados; para obtener los módulos cortante y de compresibilidad utilizaron un coeficiente de Poisson $\nu = 0.499$ empleando las ecuaciones 5 y 6 respectivamente.

Tabla IV. Temperaturas y módulos mecánicos de las muestras de PDMS [62].

Temperatura [°C]	Módulo de Young [MPa]	Módulo cortante [MPa]	Módulo de compresibilidad [MPa]
25	1.32	0.44	2.2
100	2.05	0.68	3.42
125	2.46	0.82	4.11
150	2.59	0.86	4.32
200	2.97	0.99	4.95

De acuerdo a los resultados mostrados en la tabla IV, existe una relación directa entre el aumento en la temperatura de curado y el incremento de las propiedades mecánicas del material.

2.4. Propiedades ópticas del PDMS

La aplicación de materiales poliméricos en la óptica ha surgido como una alternativa a materiales como el vidrio, que permiten una alta transmitancia, pero que además se

complementan con propiedades físicas, principalmente la elasticidad y la resistencia al impacto. Por lo tanto, otra parte importante dentro de este trabajo es la caracterización de las propiedades ópticas del PDMS, de la cual se obtendrán mediciones de propiedades a través de instrumentos que utilizan la interacción del material con radiación electromagnética [63].

Las propiedades ópticas de los materiales están relacionadas con su estructura y morfología, tal es el caso del índice de refracción n , que está directamente vinculado con la polarizabilidad electrónica que depende del momento dipolar inducido por la radiación, cuando la luz incide sobre una muestra parte es reflejada, parte es absorbida, parte es dispersada y la fracción restante será transmitida. Por ende, la transparencia está relacionada con la cantidad de radiación electromagnética visible que es transmitida por la muestra, y esta será menor cuanto mayor se refleja; la ecuación de Fresnel permite evaluar la reflexión (R) que incide de forma perpendicular a la superficie del material, y esta denotada por la siguiente ecuación:

$$R = \left(\frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} \right)^2, \quad (7)$$

donde n_1 es el índice de refracción del material y n_2 es el del medio. Un polímero logra ser transparente en el espectro visible si es posible la percepción visual a través suyo, y se define como la fracción de radiación visible que es transmitida, generalmente en un plano normal a la superficie, descrito por la ecuación [64, 65]:

$$T = \frac{4n_1n_2}{(n_1 + n_2)^2}, \quad (8)$$

con T como la transmisión de radiación visible que permite el material. En cambio la absorción es una característica de la estructura electrónica de cada material, la energía electromagnética a una determinada frecuencia se puede absorber por excitación a niveles electrónicos superiores, al producirse a frecuencias fijas, además los polímeros incoloros como el PDMS prácticamente no absorben luz visible, pero este parámetro aumenta cuanto mayor sea el espesor de cada muestra [65–67].

En este trabajo de investigación se realizará el estudio de las propiedades ópticas del PDMS, que se describen a continuación:

- **El índice de refracción:** es el cambio en la velocidad de fase aparente de un haz de luz transmitido con respecto a su valor nominal c (velocidad de la luz), que corresponde a:

$$n = \frac{c}{v} \quad (9)$$

con v como la velocidad de la luz transmitida y n como el índice de refracción que está en función de la longitud de onda del haz incidente.

- **Coefficiente de reflexión:** es la fracción de luz reflejada en la interface de dos medios, definida como la razón entre el campo eléctrico reflejado por el incidente. Se puede determinar empleando el índice de refracción de un material y del medio (en este caso el aire con $n = 1$) a través de la ecuación de Fresnel (ecuación matemática que describe la cantidad de luz reflejada en la interface de dos medios distintos, ecuación 7):

$$r = \left(\frac{n - 1}{n + 1} \right)^2, \quad (10)$$

donde r corresponde al coeficiente de reflexión y n el índice de refracción del material.

- **Coefficiente de transmisión:** es la fracción de radiación visible no reflejada en la interface de dos medios y en su lugar entra al segundo medio, definida como la razón entre el campo eléctrico transmitido y el incidente, el cual se puede determinar empleando el coeficiente de reflexión a través de la ecuación:

$$t = 1 - r, \quad (11)$$

donde t corresponde al coeficiente de transmisión del material.

- **Transmitancia:** es la fracción de luz incidente, a una longitud de onda específica, que pasa a través de un material, la cual puede ser cuantificada como el cociente entre la intensidad del haz incidente y la intensidad del haz que sale del material, dado por la ecuación:

$$T = \frac{I}{I_0}, \quad (12)$$

donde T corresponde a la Transmitancia del material, I_0 a la intensidad del haz incidente e I corresponde a la intensidad del haz proveniente de la muestra.

- **Absorbancia:** es la cantidad luz incidente, a una longitud de onda específica, que absorbe un material, la cual puede ser obtenida empleando la ecuación:

$$A = -\log_{10} \left(\frac{I}{I_0} \right) \quad (13)$$

con A siendo la absorbancia del material. Para la determinación de la transmitancia y absorbancia ópticos generalmente se emplea la espectroscopía UV-Visible, la cual se basa en el análisis de la cantidad de radiación electromagnética en el rango de longitudes de onda del ultravioleta y el visible que puede absorber o transmitir un material, que utiliza la ley de Beer-Lambert, que relaciona la absorción de radiación electromagnética visible con las propiedades de un material a través de la ecuación:

$$\log_{10} \left(\frac{I}{I_0} \right) = -\varepsilon cd \quad (14)$$

Donde ε corresponde al coeficiente molar de extinción, c la concentración molar y d al grosor del material [67-70].

2.5. Caracterizaciones ópticas del PDMS

En lo que respecta a caracterizaciones ópticas del PDMS, existen trabajos de investigación donde se utilizaron muestras variando los parámetros de síntesis del material, para realizar mediciones del índice de refracción, del grosor de las muestras, transmitancia óptica y de los modos vibracionales del material.

En el año 2005 David *et al.* [71], diseñaron un sistema monolítico de guías de onda empleando PDMS, en el cual midieron el índice de refracción de muestras con proporción de base polimérica y catalizador de 10:1 a diferentes temperaturas y tiempos de curado (ver tabla V). Las mediciones se realizaron al hacer girar las muestras de PDMS a 6100 revoluciones por minuto sobre sustratos de vidrio de borosilicato usando elipsometría (técnica de caracterización

óptica basada en el cambio del estado de polarización de un haz colimado de luz monocromática, producido por la reflexión sobre una superficie, el cambio en el estado de polarización está determinado por dos ángulos que están relacionados con parámetros físicos que caracterizan la superficie iluminada) [72], a longitudes de onda de 460 y 610 nm, siendo estas elegidas para que coincidieran con las longitudes de onda de excitación y emisión para un colorante fluorescente específico sensible a los cambios en la concentración de oxígeno.

Tabla V. Índice de refracción de muestras de PDMS empleando haces con diferentes longitudes de onda [71].

Temperatura de curado (°C)	Periodo de curado (min.)	Índice de refracción	
		460 nm	610 nm
25	2880	1.451	1.416
50	60	1.465	1.417
100	30	1.465	1.422
100	60	1.466	1.421
150	30	1.469	1.432
150	60	1.472	1.432

Comparando las 6 muestras, el índice de refracción de la luz para ambas longitudes de onda (460 y 610 nm), demostró un cambio de 0.02 entre la primera y la última muestra, lo cual fue suficiente para lograr la fabricación de un sistema de guías de onda monolítico de PDMS con un grado de sensibilidad a la temperatura y humedad relativa del 15 % con un confinamiento de la luz y atenuación de 0.40 dB/cm.

Posteriormente en el año 2012 Qiu [73], reporto mediciones ópticas del PDMS variando las proporciones de base polimérica y catalizador (con relaciones de 2.5:1, 5:1, 10:1 y 20:1) en la síntesis del material curado a 65 °C durante 2 horas, esto con la finalidad de fabricar guías de onda solamente empleando este elastómero, pero con 2 composiciones poliméricas con diferente índice de refracción que correspondieran al núcleo y al revestimiento.

Los índices de refracción de las 4 diferentes composiciones de PDMS se midieron por el método de elipsometría [14]. La diferencia del índice de refracción entre las muestras con parámetros de síntesis 20:1 y 5:1 resultaron ser lo suficientemente grandes (aproximadamente de 0.017 UA para longitudes de onda en el rango 380 – 1700 nm) para que el primero fuera

utilizado como el revestimiento en tanto que la segunda proporción sería implementada para la fabricación del núcleo, respectivamente.

Para el año 2013 Lee *et al.* [75], realizaron una investigación sobre el uso del polidimetilsiloxano Sylgard 184 tratado térmicamente para ser empleado en microcanales resistentes a fluidos químicos, donde una de las características más significativas a evaluar fue la comparación de la transmitancia óptica del material elaborado con diferentes parámetros de síntesis; por ello, se elaboraron muestras de PDMS con proporciones de mezcla 10:1 correspondientes a la base polimérica / catalizador, curadas a 85 °C durante 2 horas y a 300 °C durante 30 minutos respectivamente; la transmitancia de las muestras fue medida por medio de un espectrofotómetro VARIAN modelo Cary 5000. Los resultados de los espectros de transmitancia determinaron que conforme aumento la temperatura de curado en la síntesis del material, la transmitancia óptica se redujo aproximadamente un 5% (de un 90% a un 85% aproximadamente) para longitudes de onda del rango visible del espectro electromagnético. A pesar de la pérdida de transparencia y reducción de volumen del material por el tratamiento térmico, el volumen del canal así como la transparencia no sufrieron una pérdida significativa, en cambio con el incremento de la temperatura de curado en la síntesis del material, encontraron una mejora en la resistencia del material a la exposición de fluidos químicos, como el diclorometano.

En lo que respecta a trabajos de investigación sobre espectroscopía Raman, en el año 2010 Cai *et al.* [76], fabricaron muestras de PDMS curadas a 70 °C durante 2 horas y a 150 °C por 1 hora con diferentes relaciones de base polimérica y catalizador (5:1, 9:1, 10:1 y 19:1), para el núcleo y revestimiento en guías de onda multimodo.

La espectroscopía Raman se define como la evaluación de la energía dispersada por un material, al incidir sobre él un haz de luz monocromático; una pequeña porción de esa radiación es dispersada de forma inelástica, experimentando ligeros cambios de frecuencia, que son característicos del material analizado e independiente de la frecuencia de la luz incidente. Es una técnica que se realiza directamente sobre el material y puede analizar la composición química de compuestos orgánicos e inorgánicos sin destruir las muestras y sin preparación especial, además se pueden analizar materiales en cualquier estado de la materia;

frecuentemente es empleada para el estudio de modos moleculares de baja frecuencia de los materiales como los rotatorios y vibracionales, la cual es una información específica para los enlaces químicos de las moléculas [77–80].

De los espectros obtenidos de las muestras [76], los picos más notables de cada estudio corresponden a los mismos números de onda e intensidad para todas las muestras, estos picos se pueden observar con más detalle a través de la tabla VI, la cual contiene la intensidad y el tipo de modo vibracional de los máximos de los espectros Raman, los cuales corresponden con las moléculas que conforman el PDMS.

Tabal VI. Máximos de intensidad de los espectros Raman de las muestras de PDMS [76].

Número de onda (cm ⁻¹)	Intensidad (UA)	Modo vibracional
2940.5	2.3	CH ₃ asym. stretch
2890.5	4.9	CH ₃ sym. stretch
1000	2.1	Arom. ring bend
689.2	0.43	Si – CH ₃ sym. rock
494.1	1.45	Si – O – Si stretch

Las guías de onda se basan en el efecto que se logra mediante el uso de dos medios con índice de refracción diferente, donde el medio con índice de refracción menor (núcleo) se recubre con el material con índice de refracción mayor (revestimiento), confinando la luz en el medio más denso por cuyo interior se propaga sin atravesar la superficie entre ambos medios reflejándose completamente, fenómeno que es conocido como reflexión total interna [76, 81]; por este motivo los autores [76] también realizaron mediciones del índice de refracción de las muestras de PDMS para garantizar que el revestimiento y el núcleo tuvieran diferencias en los índices de refracción. Por lo cual, utilizaron un refractómetro ABBE de la marca Zeiss, que emplea lámparas de emisión de sodio con un haz de longitud de onda de 589 nm y de tungsteno–halógeno con filtros de haz para longitudes de onda de 852, 1300 y 1550 nm, para medir el ángulo crítico de reflexión total de las diferentes muestras. Los resultados de las mediciones del índice de refracción fueron registrados en la tabla VII, determinando que existe una diferencia de 0.021 – 0.025 para longitudes de onda de 1550 nm – 589 nm, correspondiente a muestras con

diferentes parámetros de síntesis, lo cual produciría una estabilidad en la comunicación óptica de datos.

Tabla VII. Índices de refracción de muestras de PDMS con diferentes parámetros de síntesis [76].

Proporción de mezcla (base polimérica/catalizador)	Temperatura de curado (°C)	Índice de refracción			
		589 nm	852 nm	1300 nm	1550 nm
9:1	70 °C	1.435	1.427	1.423	1.422
10:1	70 °C	1.433	1.426	1.422	1.421
19:1	150 °C	1.41	1.405	1.402	1.400

Finalmente, en el 2010 Wang *et al.* [82], reportaron estudios de tomografía de coherencia óptica en *phantoms* (objeto diseñado para su escaneo o estudio de imagen en el campo de la óptica médica, para la evaluación, análisis y ajuste de desempeño de dispositivos) de tejido elaborados con PDMS para simular melanomas de diferentes espesores [82, 83]. La tomografía de coherencia óptica (OCT por sus siglas en inglés), es una tecnología de imágenes por secciones no invasiva e interferométrica, que utiliza la propagación de luz difusa para determinar información de una penetración milimétrica (aproximadamente 2 – 3 mm) de un material o tejido, que presentan la imagen del corte transversal del material o tejido en alta resolución axial y lateral en una escala micrométrica [84, 85].

Una aplicación importante de esta técnica es para medir el grosor del melanoma (cáncer que se desarrolla en la piel) y determinar márgenes quirúrgicos en caso de intervenciones, por esta razón, se fabricaron una serie de *phantoms* de PDMS para la simulación de melanomas con diferentes espesores, donde cada muestra fue preparada en una geometría de dos capas (para simular el melanoma y la piel respectivamente) con diferentes espesores; la capa superior fue elaborada con PDMS (120 μm , 250 μm , 450 μm y 730 μm) con parámetros de síntesis de 10:1 para la base polimérica y catalizador, mientras que el sustrato (de 10 mm de espesor) estuvo compuesto por PDMS y TiO_2 ; las capas superiores se elaboraron vertiendo la mezcla de los componentes del PDMS sin curar, en un portaobjetos con dos espaciadores colocados cerca de los extremos, colocando un segundo portaobjetos en la parte superior de la mezcla polimérica presionando suavemente contra los espaciadores, de esta forma cada muestra fue curada a temperatura ambiente en un lapso de 24 horas, retirando el portaobjetos de la parte superior al

termino del proceso de curado [82]. Las pruebas se realizaron en un sistema de OCT Santec modelo HSL – 2000 que empleó un láser con una velocidad de 20 escaneos por segundo y se configuró para producir una potencia de salida promedio de 7 mW centrado a 1320 nm, con un tiempo de adquisición de imagen de 50 ms y una profundidad de escaneo de 3 mm. Las mediciones de las muestras de PDMS demostraron que el material puede ser detectado en un rango de espesor de 14–450 μm .

2.6. Caracterizaciones optomecánicas del PDMS

En la literatura actual también existen evidencias de caracterizaciones optomecánicas del PDMS, en donde se han medido propiedades mecánicas y ópticas para el desarrollo de dispositivos o aplicaciones, como las lentes refractivas sintonizables o los Sistemas Microelectromecánicos (MEMS por sus siglas en inglés).

En el 2009, F. Schneider *et al.* [86], centraron su investigación en las propiedades mecánicas y ópticas del PDMS relevantes para el diseño de MEMS, específicamente en mediciones del módulo de elasticidad y del índice de refracción. Los autores midieron el módulo de Young del PDMS Sylgard 184 realizando ensayos a la tracción con muestras en forma de barras delgadas con dimensiones de 90 mm de largo, 4 mm de ancho y 2 mm de espesor, elaboradas con parámetros de síntesis 10:1 (correspondientes a la base polimérica/catalizador) curadas a 24 °C; estos ensayos mecánicos se llevaron a cabo a través de una máquina universal Zwick 74, empleando una velocidad de deformación constante de 0.1 mm/s; la curva esfuerzo–deformación de las muestras presentó un comportamiento lineal hasta alcanzar una deformación del 45%, a la cual le correspondió un módulo de Young de 1.76 MPa.

Los autores [86], también realizaron mediciones del índice de refracción, para ello, prepararon muestras con los mismos parámetros de síntesis que los empleados en los ensayos mecánicos, pero en este caso las dimensiones fueron de 30 mm de largo x 10 mm de ancho cortados en forma de oblea con un espesor de 30 μm ; además, emplearon diferentes longitudes de onda, gracias a que implementaron un refractómetro ABBE que contaba con 3 diodos láser que generaban un haz de longitud de onda correspondiente a 405, 532 y 635 nm. En la tabla

VIII se muestran los resultados, donde se aprecia un decremento en el índice de refracción conforme se aumentó la longitud de onda del haz empleado, lo cual generalmente sucede en materiales poliméricos transparentes, así como en el vidrio.

Tabla VIII. Índices de refracción de las muestras de PDMS en función de la longitud de onda [86].

Longitud de onda (nm)	Índice de refracción
405	1.4483
532	1.4348
635	1.4295

Otra caracterización optomecánica del PDMS fue la reportada en el 2014 por Cruz *et al.* [87], donde realizaron el estudio del material para la fabricación de lentes solidas ajustables. Los autores elaboraron probetas para ser empleadas en ensayos mecánicos y membranas para realizar mediciones con dispositivos de análisis óptico; ambas muestras con los mismos parámetros de síntesis: 10:1 (base polimérica/catalizador) curadas durante 20 minutos a una temperatura de 200 °C.

Para la caracterización mecánica del material adoptaron la norma ASTM D695 y fabricaron probetas de 12.4 mm de largo por 12.53 mm de ancho y 22.08 mm de altura, para posteriormente realizar ensayos a la tracción y a la compresión con la finalidad de obtener los diagramas esfuerzo–deformación, a partir de los cuales obtuvieron los parámetros mecánicos que se muestran en la tabla IX.

Tabla IX. Propiedades mecánicas del PDMS [87].

Parámetro Mecánico	Resultado
Módulo de Young	1.2 MPa
Módulo de compresión	2 MPa
Coefficiente de Poisson	0.46
Módulo cortante	411 KPa
Limite elástico	700 KPa
Límite de tracción	1.9 MPa

En lo que respecta al análisis óptico, midieron el índice de refracción, los espectros de transmitancia, absorción y Raman, además de realizar un estudio de tomografía de coherencia óptica sobre membranas de PDMS con los parámetros de síntesis anteriormente mencionados.

De acuerdo a lo reportado por los autores [87], el índice de refracción fue medido experimentalmente con un refractómetro óptico ABBE modelo WY1A con un valor de $n = 1.4325$ utilizando un haz de longitud de onda de 589 nm correspondiente a una lámpara de sodio [88]. Además, los espectros absorción y transmisión fueron obtenidos experimentalmente a través de un espectrofotómetro UV-Visible 300 de la marca Unicam, donde se determinó que las membranas absorben en un rango 0.35–0.45 unidades arbitrarias de absorción y transmiten más del 95 % de la radiación en el espectro visible.

Además, en este mismo trabajo, emplearon un tomógrafo de coherencia óptica Spectra Radar 930 que trabaja con una longitud de onda de 930 nm, un ancho de banda espectral de 100 nm y una potencia de 2 mW, para medir el espesor de membranas de PDMS correspondientes a 330 μm , a partir de la figura 2.4, de la cual también se observaron el perfil y la homogeneidad de la membrana de forma cualitativa.

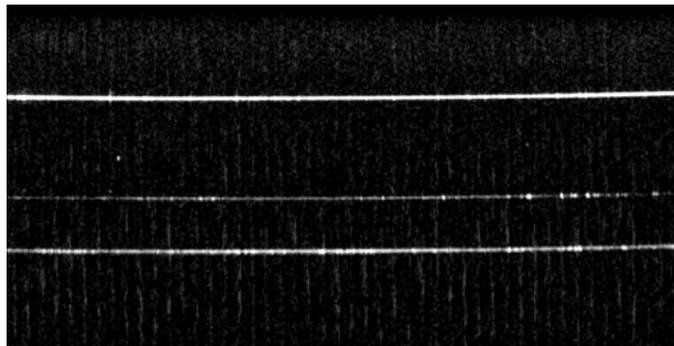


Figura 2.4. Vista transversal a través del OCT de una membrana de PDMS y un portaobjetos [87].

Por último, utilizaron un espectrómetro Raman QE6500 de Oceans Optics, que empleó un láser de 785 nm de longitud de onda, para analizar el espectro de Raman de las muestras de PDMS en un rango de longitudes de onda de 800–935 nm (figura 2.5), en el que determinaron cuatro máximos principales a 799.6, 816.1, 830.1 y 882.4 nm, el primero correspondiente a la portadora del láser empleado y los otros tres característicos de la interacción C–H (modo vibracional curvado) en el material.

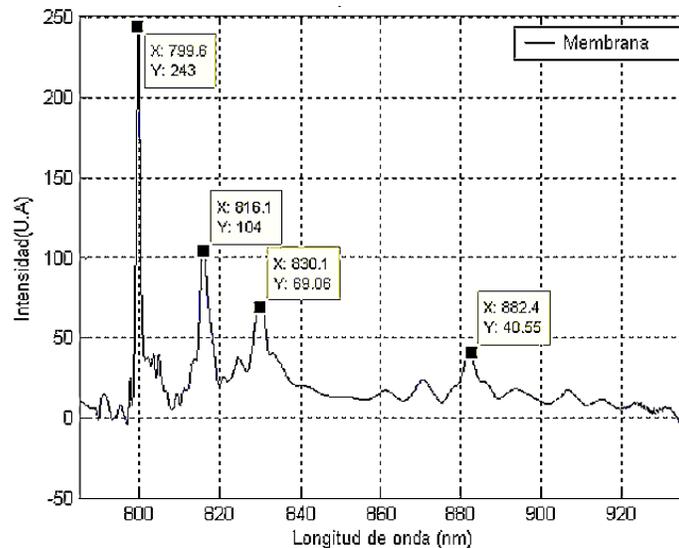


Figura 2.5. Espectro Raman de las muestras PDMS [87].

En la literatura reciente, no existen evidencias de caracterizaciones optomecánicas del PDMS variando los parámetros de síntesis del material.

2.7. Elementos refractivos sintonizables

Un elemento refractivo es aquel que refracta la luz a través de él, es decir, permite el paso de la luz cambiando su dirección de propagación de acuerdo con la ley de Snell, la cual se utiliza para calcular el ángulo de refracción de la luz al atravesar la superficie de separación entre dos medios de propagación con índice de refracción distinto, esto se ilustra en la figura 2.6 [89, 90].

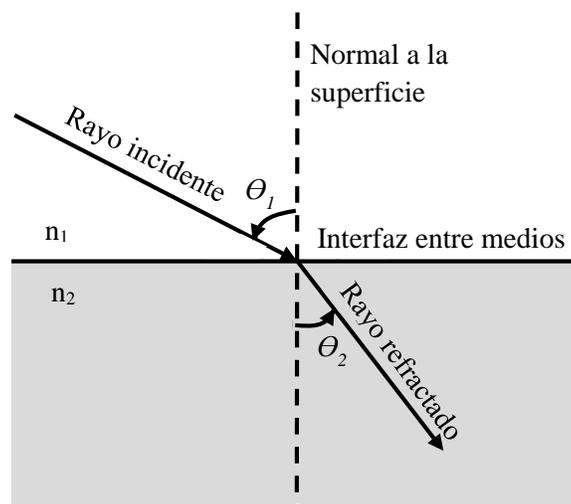


Figura 2.6. Diagrama que representa el fenómeno físico de la refracción [91].

Cuando un haz incide sobre la superficie que separa dos medios con un ángulo de incidencia θ_1 con respecto a la normal, parte de la energía se refleja y parte se transmite en el segundo medio. La parte transmitida (haz refractado), se encuentra contenida en el plano de incidencia y cambia de dirección formando un ángulo θ_2 con respecto a la normal de la superficie cuyo valor se puede obtener de acuerdo con la ley de Snell:

$$n_1 \text{sen} \theta_1 = n_2 \text{sen} \theta_2 \quad , \quad (15)$$

donde n_1 y n_2 representan a los índices de refracción, en tanto que θ_1 y θ_2 corresponden a los ángulos incidente y refractado respectivamente [65, 91, 92].

Una lente, es un ejemplo de una superficie refractora, ya que se emplean para desviar los rayos de luz incidentes y manipular su dirección. Para el caso de una lente formada por dos superficies esféricas, se pueden tomar en cuenta las siguientes características:

Radio de curvatura: es el radio de la esfera teórica a la que pertenece el casquete que forma a cada una de las superficies de la lente.

Eje óptico: es la línea imaginaria que pasa por el centro de curvatura y los vértices de la lente.

Foco: es el punto situado sobre el eje óptico, por dónde pasan todos los rayos refractados procedentes de los rayos paralelos que llegan al elemento.

Distancia focal (longitud focal): es la distancia entre el elemento óptico y el foco.

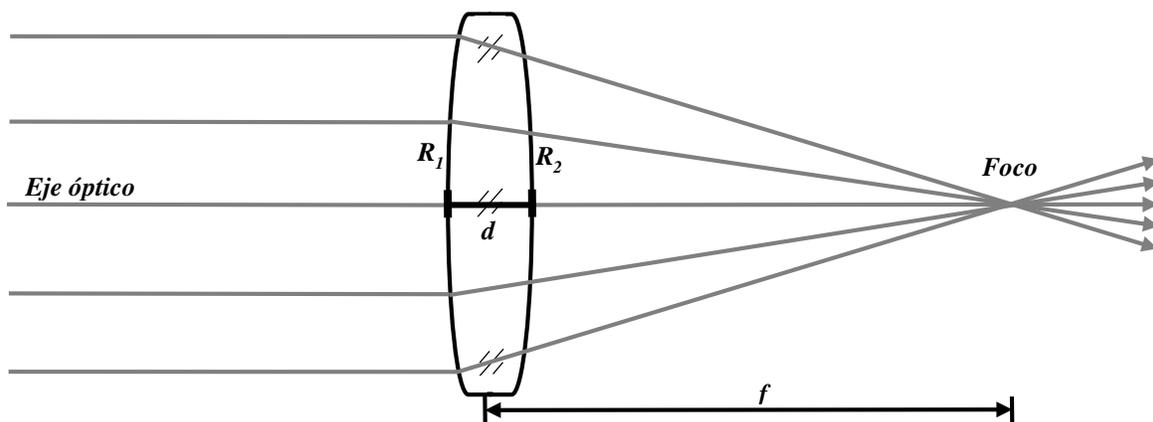


Figura 2.7. Diagrama óptico de una lente biconvexa (elemento refractivo) [89].

En la figura 2.7, se ilustra el proceso de refracción de la luz a través de una lente biconvexa [65, 91, 93]. La distancia focal de un elemento refractivo está en función de los radios de curvatura de las superficies, el índice de refracción y el grosor, tal y como puede observarse en la ecuación del constructor de lentes:

$$\frac{1}{f} = (n - 1) \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right) + \frac{(n - 1)^2 d}{n R_1 R_2}, \quad (16)$$

donde n es el índice de refracción de la lente, d es el espesor de la lente, f es la distancia focal, y R_1 , R_2 son los radios de curvatura de la lente.

De acuerdo con lo descrito en esta sección, un elemento refractivo sintonizable se define como aquel que permite el paso de la luz, cambiando su dirección de propagación de acuerdo con la ley de Snell, y además, es capaz de cambiar sus parámetros físicos como la longitud focal al modificar alguno de sus parámetros geométricos: diámetro, radios de curvatura y grosor con la aplicación de un estímulo, tal como una fuerza o un voltaje. La figura 2.8 muestra el ejemplo de un elemento refractivo sintonizable; en este caso se trata de la simulación del comportamiento mecánico de una lente sintonizable ante la aplicación de cargas de compresión [94–96].

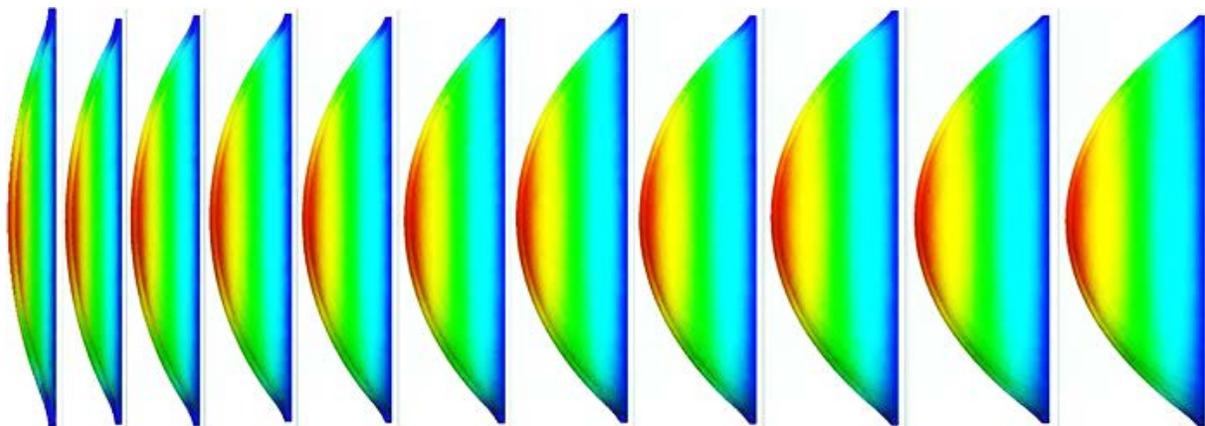


Figura 2.8. Simulación en SolidWorks® de los desplazamientos de una lente sintonizable ante la aplicación de cargas de compresión [95].

2.7.1. Lentes refractivas sintonizables

En la literatura actualmente existen investigaciones sobre dos tipos de elementos refractivos sintonizables elaborados con PDMS: las lentes líquidas con longitud focal variable y las lentes sólidas sintonizables.

Las lentes líquidas con longitud focal variable son dispositivos comúnmente compuestos por una montura cilíndrica que tiene un compartimiento para dos membranas elásticas, las cuales contienen un medio líquido entre ellas (comúnmente agua destilada), y que al modificar la cantidad de líquido se producen cambios en los parámetros geométricos de la lente [95–97]. En el segundo caso, las lentes sólidas sintonizables son lentes gruesas que al sufrir la aplicación de un estímulo físico (fuerza radial a la tensión o la compresión, un voltaje o un campo magnético) modifican sus parámetros geométricos. Comúnmente utilizan monturas mecánicas, electromecánicas o electromagnéticas para obtener cambios en sus parámetros físicos (generalmente la longitud focal) [96, 97, 99, 100].

En la figura 2.9 se muestra una comparación entre ambos tipos de lentes sintonizables, donde se ilustra la montura, componentes y la lente polimérica (de PDMS en ambos casos) de cada sistema óptico; en el caso de la lente sólida (figura 2.9 b) se empleó una montura mecánica para aplicación de esfuerzos radiales a la tensión y a la compresión [97].

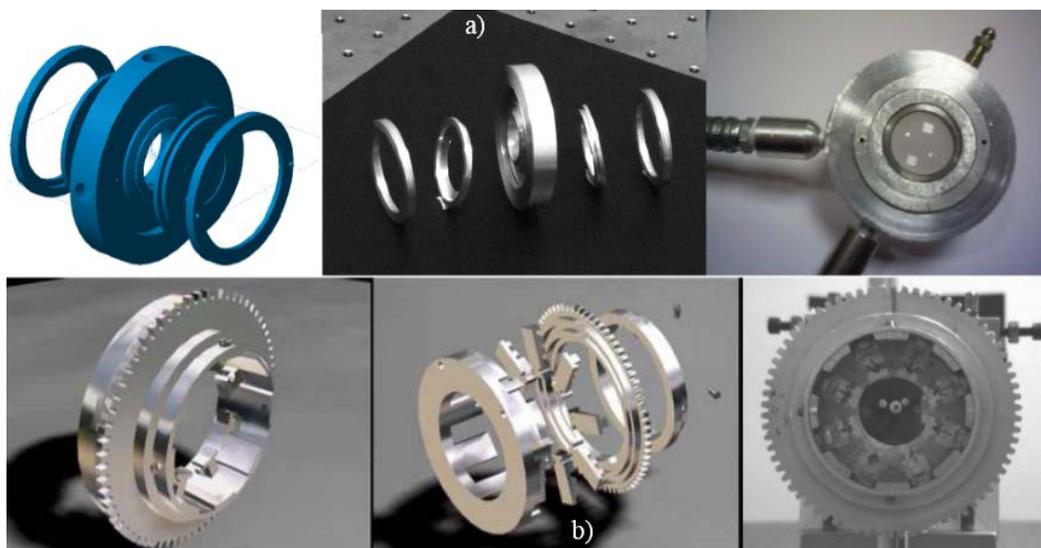


Figura 2.9. Lentes refractivas sintonizables: a) lente líquida con longitud focal variable y b) lente sólida sintonizable [96, 97].

Una lente sólida sintonizable puede ser implementada con un sistema compuesto por una montura, mordazas, una guía y un sujetador, que al combinarse mecánicamente pueden ser capaz de aplicar esfuerzos radiales (a la tensión o a la compresión) por medio de un sistema de mordazas incrustadas en el cuerpo de la lente. En la figura 2.10 se presentan los esquemas de la aplicación de un esfuerzo radial a la tensión y a la compresión en una lente sólida sintonizable [96, 101, 102].

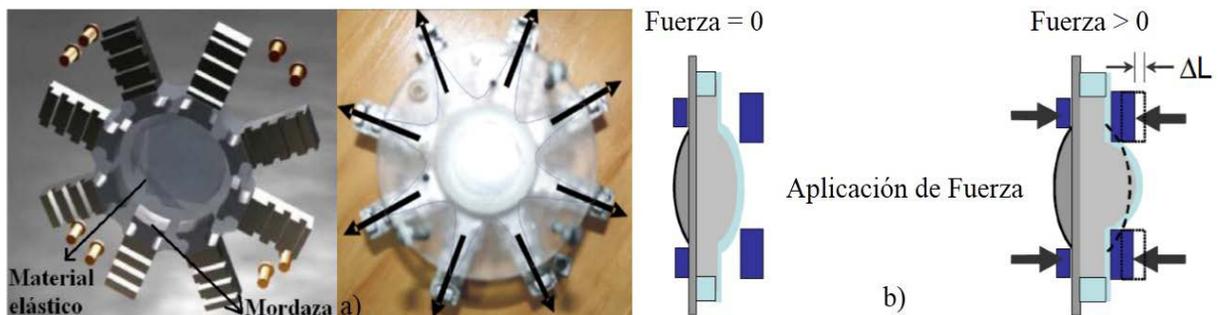


Figura 2.10. Esquemas de la aplicación de una fuerza: a) a la tensión y b) a la compresión, en una lente sólida sintonizable [101, 102].

Las lentes sólidas sintonizables pueden emplearse en dispositivos tecnológicos, por ejemplo, en teléfonos celulares, microscopios, endoscopios, sistemas zoom, etc., debido a su elasticidad, su fabricación por moldeo y a la reducción de tamaño que pueden presentar los sistemas en los que se implementan estos elementos adaptativos [96].

2.7.2. Análisis óptico de lentes refractivas sintonizables

Para realizar análisis ópticos en las lentes sólidas sintonizables es posible emplear dispositivos como los interferómetros y/o los sensores de frente de onda, con los que se puede obtener información sobre aberraciones (alteración geométrica en el frente de onda al atravesar un medio óptico), radio de curvatura del frente de onda, así como poder realizar mediciones del índice de refracción, por mencionar algunas [103].

Un interferómetro es un instrumento óptico que emplea el fenómeno físico de interferencia (superposición de 2 o más ondas que producen como resultado una perturbación que es la suma de las contribuciones de las ondas superpuestas) para realizar la mediciones de

longitudes de onda, por dar un ejemplo de sus aplicaciones. En años recientes se han desarrollado un gran número de configuraciones distintas de interferómetros ópticos, que por sus características estructurales y de funcionamiento, se pueden clasificar de la siguiente manera:

- a) De doble haz.
- b) De múltiple haz.
- c) Diferenciales.
- d) Recíprocos (o de caminos en direcciones opuestas, tipo Sagnac) [65, 90, 104].

Dentro del grupo que utiliza un doble haz se encuentra el interferómetro Mach – Zehnder, el cual es un dispositivo de división de amplitud que consiste en dos divisores de haz y de dos espejos reflectores, que cuando dos haces dentro del instrumento recorren caminos separados, puede introducirse una pequeña diferencia entre los caminos ópticos a través de una ligera inclinación de uno de los divisores de haz. Al interponer un objeto en uno de los haces, se altera la diferencia de longitud del camino óptico, cambiando por lo tanto, la distribución de franjas; son dispositivos que presentan excelentes características para detectar cambios de índice de refracción, variaciones en temperatura y esfuerzos [65, 105]. En la figura 2.11 se presenta el diagrama general de un interferómetro de este tipo.

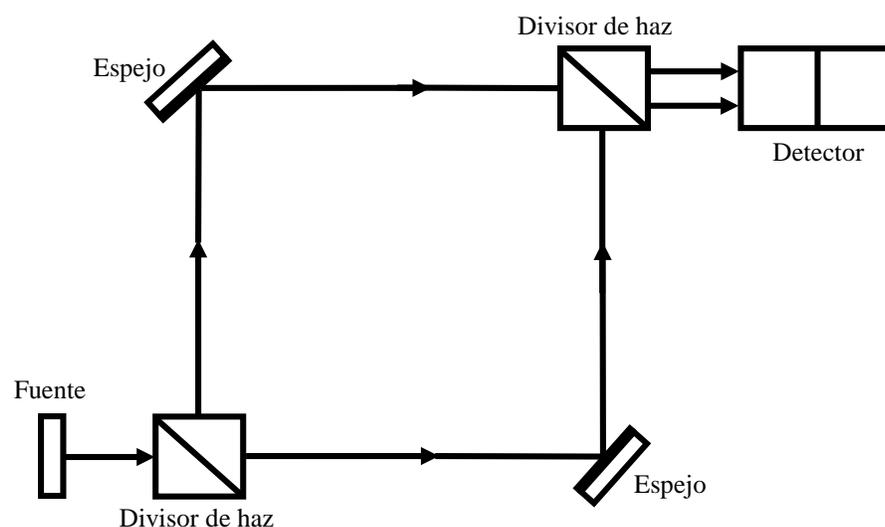


Figura 2.11. Diagrama de un interferómetro en configuración Mach–Zehnder [88].

En lo que respecta a trabajos donde se haya realizado un análisis interferométrico se encuentra lo hecho por Santiago–Alvarado *et al.* en el año 2010 [106], en el cual se presentó el diseño y la fabricación de una lente sólida sintonizable y su montura optomecánica para la aplicación de esfuerzos radiales, además de un interferómetro de difracción por punto, que utilizó la técnica PDI para generar patrones de interferencia de la lente; en la figura 2.12 se muestran los interferogramas obtenidos experimentalmente, para los cuales la lente sufrió la aplicación de esfuerzos radiales a través de un movimiento mecánico angular descrito para cada caso.

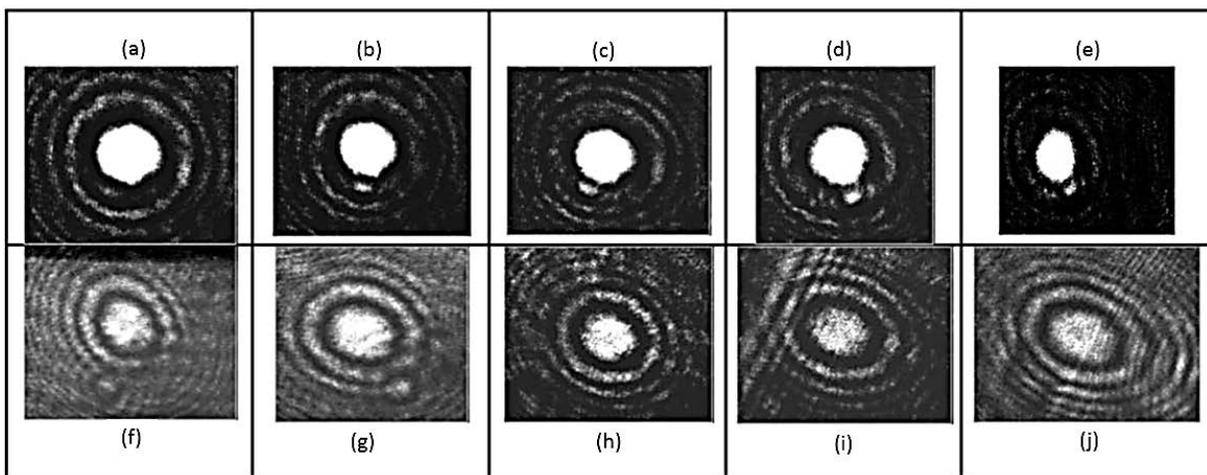


Figura 2.12. Interferogramas obtenidos de una lente sólida sintonizable ante la aplicación de tensiones radiales correspondientes a los ángulos de: (a) 0, (b) 10.29, (c) 20.57, (d) 30.86, (e) 41.14, (f) 51.43, (g) 56.57, (h) 61.71, (i) 66.86 y (j) 72.00 grados [106].

Otro dispositivo empleado en el análisis de elementos ópticos es el sensor de frente de onda, el cual es una herramienta utilizada para la medición de parámetros geométricos y aberraciones. Un sistema de este tipo es el sensor Shack–Hartmann, que basa su funcionamiento en la división del haz de un láser aplicado, en múltiples haces elementales utilizando una matriz de microlentes, la cual centra los haces secundarios en el detector CCD de una cámara, con lo que se genera un análisis de la información para determinar la fase y la intensidad del haz. En la figura 2.12 se ilustra el diagrama del principio de operación de un sensor Shack–Hartmann, donde se señala a los componentes del sistema [107–110].

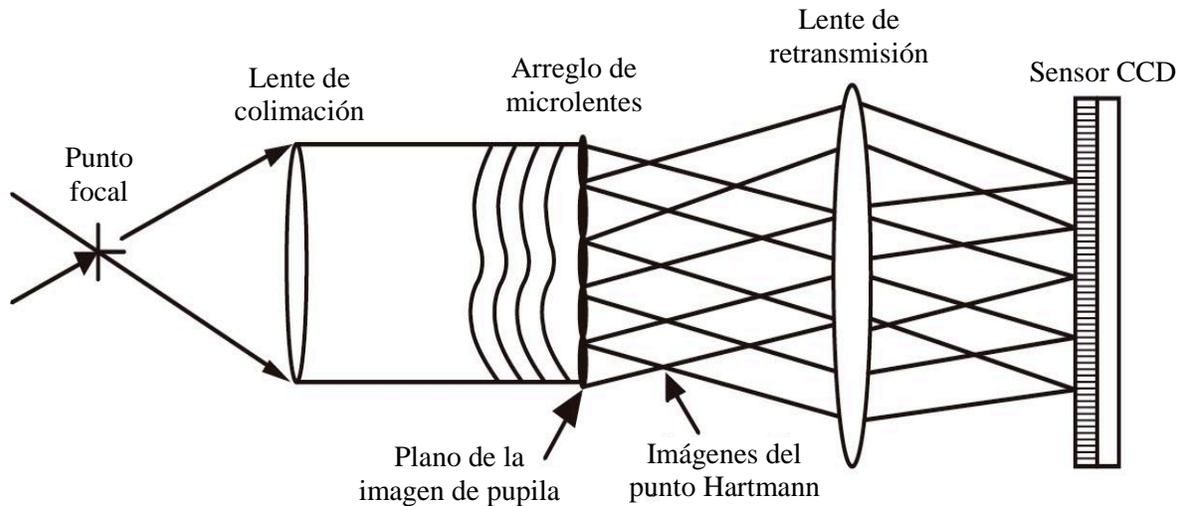


Figura 2.12. Diagrama del principio de operación de un sensor Shack–Hartmann [110].

En el 2013 Liebraut *et al.* [111], fabricaron microlentes sólidas sintonizables de PDMS con parámetros de síntesis de 10:1 correspondiente a la relación de base polimérica y catalizador, curadas a 90 °C durante 90 minutos. La longitud focal de las lentes se modificó mediante la aplicación de esfuerzos de tensión controlada empleando un sistema electromecánico. Para el análisis óptico los autores emplearon un sensor de frente de onda Shack–Hartmann (modelo WaveScope), con el que calcularon el error del frente de onda en cada microlente.

2.7.3 Sistemas Optomecátrónicos que utilizan lentes sólidas sintonizables

Existe evidencia en la literatura de la aplicación de lentes sólidas sintonizables de PDMS en sistemas optomecátrónicos (dispositivos que integran tecnologías ópticas, mecánicas, electrónicas y computacionales para el desarrollo de procesos y funciones automáticas), los cuales se desarrollan y aplican en áreas de la visión robótica, diagnóstico de padecimientos ópticos y/o con fines educativos [112, 113]. Tal es el caso del trabajo que se presentó en el 2008 Choi *et al.* [114], en el cual los autores desarrollaron un sistema robotizado para modificar la longitud focal de una lente de PDMS, empleando esfuerzos radiales a la tensión a través de un sistema que denominaron ojo KNU, el cual imita la biomecánica del ojo humano. Este dispositivo está compuesto por una lente biconvexa elaborada de PDMS (con parámetros de

síntesis de 10:0.6 correspondientes a la proporción de base polimérica/catalizador curada a una temperatura de 130 °C en un tiempo de 30 minutos), partes mecánicas y un actuador SMA de tipo devanado; este sistema es manipulado a través de un control electrónico y los resultados se aprecian por medio de una cámara CCD que visualiza un objetivo de resolución para demostrar el cambio en la longitud focal de la lente de PDMS.

Capítulo III: Materiales y métodos

Después de establecer las bases teóricas para abordar el contexto de esta investigación, en este capítulo se describe la metodología general de trabajo para la elaboración de muestras y probetas de PDMS, así como el procedimiento que se implementó para su caracterización y análisis de resultados, la cual consistió de varias etapas dependientes entre sí, que tienen como objetivo la fabricación y aplicación de elementos refractivos sintonizables.

3.1. Descripción de la metodología general de trabajo

El propósito de este trabajo es la obtención de propiedades mecánicas y ópticas del elastómero PDMS Sylgard 184 variando sus parámetros de síntesis, y la posterior selección de los parámetros adecuados para la fabricación de elementos refractivos sintonizables con características que emulen el comportamiento optomecánico del ojo humano.

La síntesis del elastómero es directa, debido a los procesos de manipulación y curado del material, así como a la propiedad de sellado que posee; el PDMS Sylgard 184 de Dow Corning® se presenta como un kit líquido–viscoso de dos componentes, una base de polímero y un catalizador (agente de curado), que cuando se combinan generan una mezcla curable en el rango de temperatura $RT < T < 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ de acuerdo con el proveedor (siendo $RT \approx 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ correspondiente a la temperatura ambiente por sus siglas en inglés “Room Temperature”) [115].

Debido a la cantidad de procesos que se efectúan, es de gran importancia contar con una serie de pasos sistemáticos a seguir, por ello a continuación se presenta un diagrama de bloques con la metodología implementada en este trabajo (ver figura 3.1).

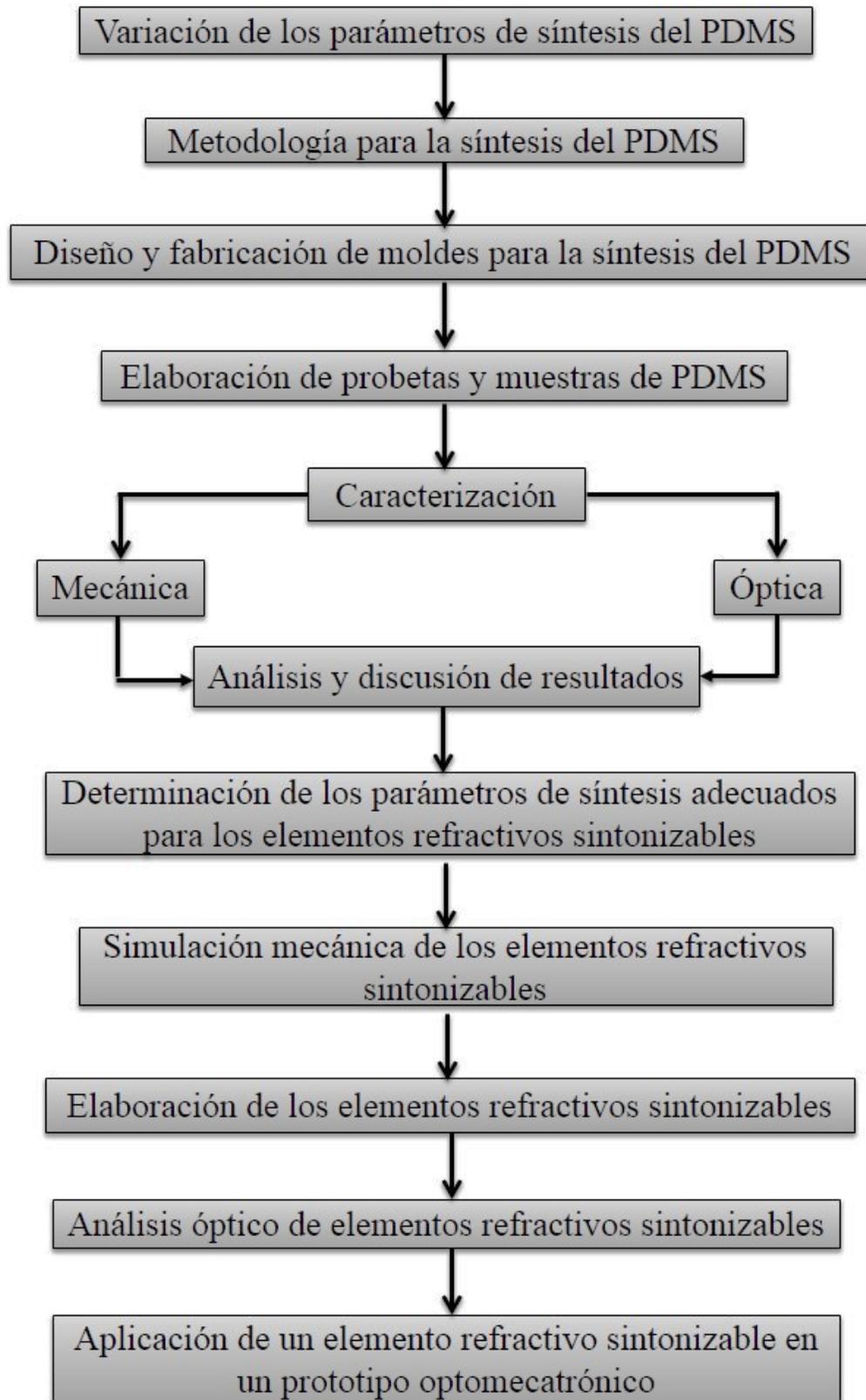


Figura 3.1. Metodología general de trabajo para la caracterización del PDMS y la generación de elementos refractivos sintonizables.

A continuación, se realiza una breve descripción de las etapas que constituyen la experimentación llevada a cabo de forma general.

Etapas 1: En primer lugar se elaboró una matriz de parámetros de síntesis que se puede observar en la tabla X, en donde se establecen la proporción másica de la mezcla (base polimérica y catalizador), tiempos y temperaturas de curado que se implementaron en la síntesis del material. De acuerdo con la tabla X, se desarrollaron 5 proporciones de mezcla con 4 temperaturas de curado (cada temperatura con su correspondiente tiempo) lo que da como resultado un total de 20 combinaciones de muestras para la caracterización mecánica y óptica.

Tabla X. Parámetros de síntesis para las muestras y probetas de PDMS.

Código de mezcla	Relación base : catalizador			
M1	10:1			
M2	10:1.25			
M3	10:1.5			
M4	10:1.75			
M5	10:2			
Tiempo/temperatura de curado [min / °C]	30/100	18/150	15/200	10/240

Estos parámetros de síntesis se basan en la recomendación del proveedor Dow Corning® y en lo reportado por la literatura [56–58, 66, 68, 70, 71, 81, 82], donde existe un aumento en la cantidad de base polimérica; para nuestro caso el cambio en la proporción de la mezcla se da por el aumento en el cantidad de catalizador, además las temperaturas de curado que se aplican están en el rango de los 100–200 °C, con una temperatura adicional de 240 °C, que de acuerdo con el proveedor no es permitida porque la descomposición térmica del PDMS comienza después de los 200 °C, lo que contradice la investigación realizada en el 2009 por Liu *et al.* [116], donde reportaron el empleo de temperaturas mayores a los 200 °C para la síntesis del PDMS, demostrando que la resistencia mecánica se reduce y existe descomposición térmica que alcanza un pico a los 310 °C con tiempos de curado entre 30 minutos y 3 horas.

Etapas 2: Se realizó una metodología de síntesis con la finalidad de dominar la fabricación de muestras de PDMS, evitando la aparición de imperfecciones (por ejemplo, la formación de burbujas dentro de las muestras o contaminación en el curado del material) y poder

modificar los parámetros de síntesis (cantidad de catalizador, tiempo y temperatura de curado). Con la metodología establecida y de acuerdo a la tabla X, se fabricaron 20 probetas para ensayos a la compresión, 20 probetas para ensayos a la tracción y 20 muestras para la caracterización óptica del compuesto polimérico Sylgard 184 (un total de 60 muestras para caracterización).

Etapa 3: Una vez elaboradas las probetas y muestras se procedió a efectuar la caracterización del material.

En primera instancia se llevaron a cabo ensayos mecánicos implementando las probetas que fueron diseñadas de acuerdo con las normas ASTM D695 y D412 para pruebas de compresión y tracción respectivamente, ambas enfocadas en polímeros, empleando una máquina universal Shimadzu AG-IS, para obtener diagramas esfuerzo-deformación de cada probeta y a partir de las gráficas determinar los principales parámetros mecánicos de esta investigación: módulo de compresión, módulo de Young, coeficiente de Poisson, límite de elástico, módulo cortante y módulo de compresibilidad [117, 118].

Una vez obtenidas las propiedades mecánicas, se procedió a realizar la caracterización óptica, en la cual se utilizaron muestras de PDMS de 2 mm de espesor para las mediciones del índice de refracción mediante un refractómetro Abbe WY1A Xintian, los espectros de transmitancia a través de un espectrómetro UV-Visible Unicam 300, además de un estudio de espectroscopía Raman para la determinación de los modos vibracionales que proporcionan información sobre la composición de una muestra del material, empleando un espectrómetro QE6500 de Oceans Optics, y finalmente un estudio de las muestras del material por medio de un tomógrafo de coherencia óptica Spectra Radar 930.

Etapa 4: Una vez obtenidas las mediciones de las propiedades mecánicas y ópticas del PDMS se realizó una comparación cualitativa con las propiedades reportadas en la literatura del cristalino del ojo humano (principalmente índice de refracción y transmitancia) para determinar los parámetros de síntesis adecuados para la fabricación de elementos refractivos sintonizables.

Etapa 5: Con modelos digitales de lentes sintonizables e implementando las mediciones de las propiedades mecánicas del PDMS obtenidas experimentalmente, se llevaron a cabo

simulaciones mecánicas empleando el método de elementos finitos con el software comercial SolidWorks®.

Etapa 6: Posteriormente se fabricaron tres tipos de elementos refractivo sintonizables, correspondientes a una lente plano convexa, una lente tipo menisco y una lente biconvexa, con parámetros de síntesis seleccionados a partir del análisis de las simulaciones mecánicas y acorde a la literatura sobre el cristalino del ojo humano, los cuales fueron tomados de la matriz de la tabla X (correspondiente al apartado 2.1 de este capítulo), para realizar análisis ópticos con cada una, a través de un interferómetro Mach–Zehnder y de un sensor de frente de onda Shack–Hartmann.

Etapa 7: Finalmente se implementó un elemento refractivo sintonizable, una lente biconvexa de PDMS en un prototipo de sistema optomecatrónico, para demostrar el cambio en los parámetros geométricos y ópticos de la lente ante la aplicación de esfuerzos mecánicos.

3.2 Materiales y equipos para la síntesis del PDMS

Los equipos y materiales que se emplean para la síntesis y fabricación de elementos de PDMS son los siguientes:

- Kit de base de polímero y catalizador de PDMS Sylgard 184 de Dow Corning [115].
- Vaso de precipitado (se recomienda de 100 ml o menor).
- Agitador de vidrio de 10 centímetros de largo.
- Balanza de precisión OHAUS modelo AX423/E [119].
- Horno eléctrico JEIO TECH modelo OF – 12 [120].
- Molde para el elemento requerido.

En la figura 3.2 se muestra una imagen del kit de preparación del PDMS Sylgard 184 de Dow Corning®.

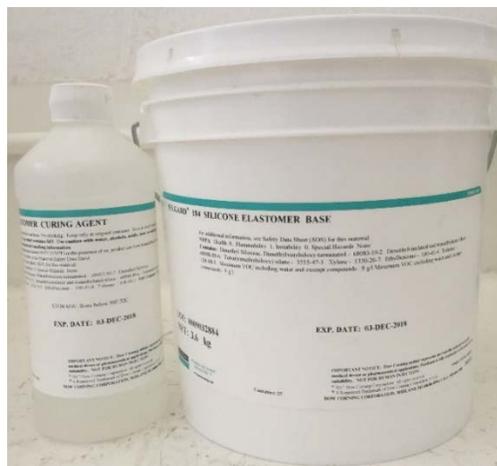


Figura 3.2. Kit de preparación del PDMS Sylgard 184, base polimérica (derecha) y catalizador (izquierda).

3.3 Moldes para la fabricación de muestras de PDMS

Para llevar a cabo la síntesis del PDMS se requirieron de moldes específicos para darle forma al elemento que se desea fabricar y que sea capaz de soportar las temperaturas de curado que se indican la tabla X. En este caso se diseñaron y posteriormente se mecanizaron 3 tipos de moldes para las muestras, con las que se llevó a cabo la caracterización del material; el primero para ensayos a la compresión, el segundo para ensayos a la tracción y el último para pruebas de análisis óptico. Estos moldes fueron diseñados en el software de diseño mecánico SolidWorks® y posteriormente manufacturados en aluminio por medio de una máquina de control numérico computarizado o también denominada (CNC por sus siglas en ingles “Computer Numerical Control”). La figura 3.3 ilustra los tres tipos de moldes que se fabricaron.

Se utilizó aluminio 6061 como material para la manufactura de los moldes, debido a las propiedades físicas que posee, tales como una conductividad térmica que puede alcanzar los 230 W/mK, una densidad de 2.700 kg/m³, baja resistencia mecánica y un punto de fusión que ronda los 660 °C; estas características le permiten ser un material altamente resistente a la corrosión, soportar las temperaturas de curado del PDMS, desempeñarse muy bien en tareas de disipación

de calor (un enfriamiento rápido a temperatura ambiente después del curado del PDMS), además se requiere aproximadamente un tercio de energía para su mecanizado, en comparación con el acero [121–122].

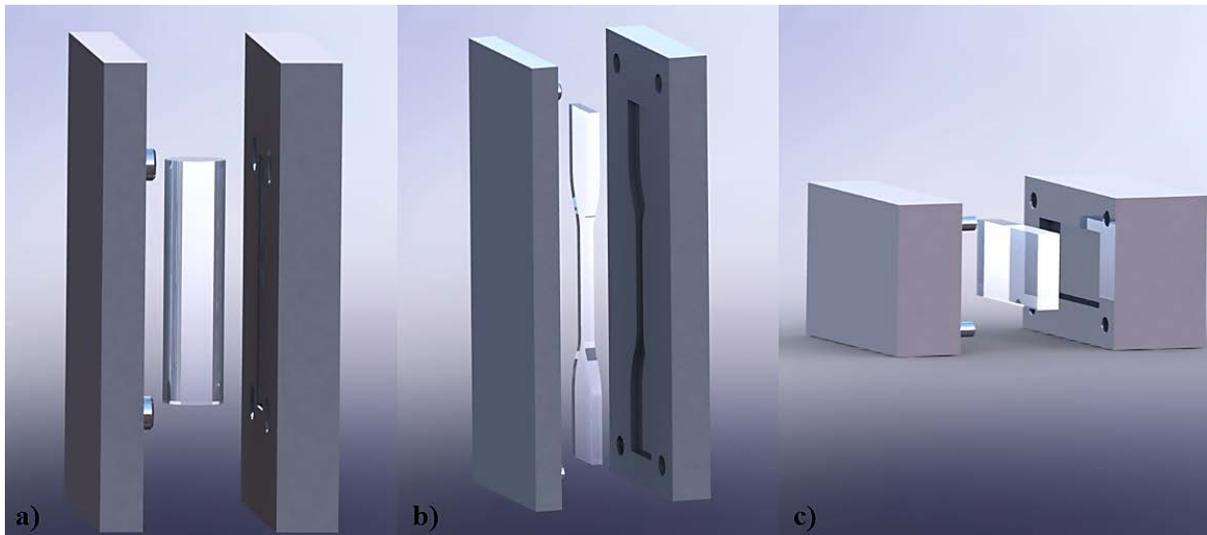


Figura 3.3. Diseño 3D en SolidWorks® de los moldes para la elaboración de elementos de PDMS: a) probetas para ensayos a la compresión, b) probetas de ensayos a la tracción y c) muestras para caracterización óptica.

El diseño de los moldes siguió el estándar ASTM D695 para ensayos a la compresión, que emplea elementos cilíndricos de longitud 25.4 mm y un diámetro de 12.7 mm. El molde para ensayos a la tracción se diseñó de acuerdo con el estándar ASTM D412, que emplea elementos con una longitud 115 mm, un espesor de 3 mm y una forma de corbatín como se muestra en la figura 3.3 b); finalmente el molde de muestras para la caracterización óptica es un simple prisma de 2 mm de espesor en forma rectangular con un ancho de 10 mm y un largo de 20 mm, como se denota en la figura 3.3 c) [117, 118]. El anexo A de este trabajo contiene los planos para el mecanizado de los moldes.

Después de manufacturar los moldes, debido a la rugosidad superficial generada por el mecanizado del aluminio, se llevó a cabo un proceso de pulido a espejo sobre las superficies de moldeo de las piezas manufacturadas en el CNC, utilizando ruedas pulidoras de algodón a través de un taladro de mano (DREMEL). En primer lugar, se empleó detergente y agua para limpiar cualquier resto o polvo que contengan las piezas y posteriormente secarlas con un paño de algodón. Después se aplicó un compuesto pulidor a las ruedas pulidoras de algodón con la

finalidad de proteger al aluminio y generar brillo a la pieza; a continuación de forma manual se realizó el desgaste de las superficies del molde a través del taladro de mano, implementando un movimiento circular uniforme sobre las superficies del molde a las que se les desea dar el acabado a espejo. Finalizado el proceso con el taladro de mano se procedió a limpiar la zona de pulido con el paño de algodón y eliminar los residuos de la pieza [123–125].

3.4 Metodología general para la síntesis del PDMS

La metodología para la síntesis de elementos de PDMS consiste en lo siguiente:

Primero se toma un recipiente transparente (en nuestro caso un vaso de precipitado) graduado, que se debe ser tarar (desprecio del peso de un contenedor) en una balanza de precisión; posteriormente se eligen los parámetros de síntesis con los que se desea fabricar el elemento de PDMS: proporción de mezcla (base polimérica/catalizador), temperatura y tiempo de curado.

El siguiente paso es verter dentro del recipiente la base polimérica para ser pesada en la balanza de precisión, después, nuevamente se tara el recipiente para depositar dentro el catalizador en su debida proporción y pesarlo. En la figura 3.4 se muestra a manera de ejemplo, el pesaje en gramos (gramaje) tanto de la base polimérica, así como del catalizador, a través de una balanza de precisión OHAUS implementando un vaso de precipitado como recipiente; donde se pesó 8 gramos correspondientes a la base polimérica (proporción de mezcla 10) y 1 gramo para el catalizador (proporción de mezcla 1.25).

Una vez pesados los componentes del kit Sylgard 184 en el mismo recipiente, lo siguiente es emplear un agitador para mezclarlos en forma de espiral durante un tiempo aproximado de diez minutos, para que exista la reacción de síntesis entre ellos; este proceso generará burbujas, las cuales desaparecerán visualmente al paso de treinta minutos. Ya con una mezcla sin burbujas dentro del recipiente, esta se podrá verter en un molde darle la forma deseada al elemento de PDMS.

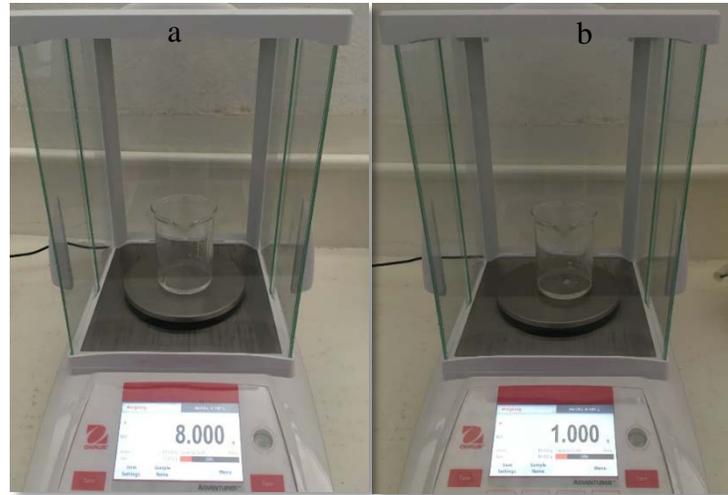


Figura 3.4. Gramaje de: a) base polimérica y b) catalizador, correspondientes a una proporción de mezcla de 10:1.25.

Pasado un tiempo de dos horas para la eliminación de burbujas dentro del molde, se procede a introducir el molde dentro de un horno eléctrico, para ser curado a la temperatura y tiempo previamente seleccionados (en este caso de la matriz de parámetros de síntesis correspondiente a la tabla X). Terminado el tiempo de curado, el molde es sustraído del horno para ser enfriado a temperatura ambiente durante un tiempo aproximado de 20 minutos; concluido este reposo, se separa el molde y se obtiene el elemento de PDMS. En la figura 3.5 se muestran las probetas elaboradas para la caracterización del material.

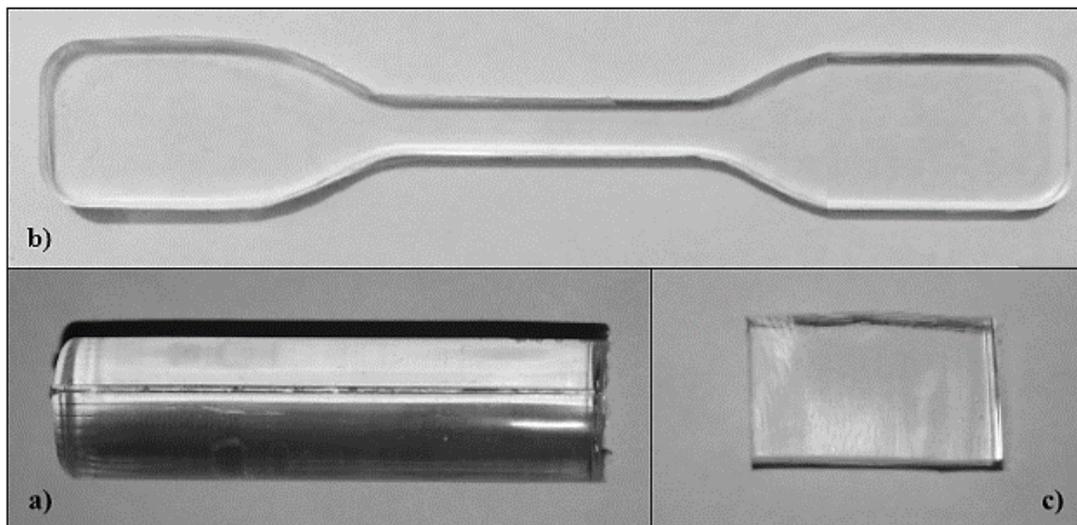


Figura 3.5. Muestras elaboradas de PDMS: a) probeta para ensayos a la compresión, b) probeta para ensayos a la tracción y c) muestra para caracterización óptica.

Capítulo IV: Caracterización del PDMS

En este capítulo se presentan los resultados de la caracterización mecánica y óptica del PDMS, dando una breve descripción de cada experimento, en conjunto con la fabricación de elementos refractivos sintonizables para análisis ópticos y su aplicación en un sistema optomecatrónico.

4.1 Caracterización mecánica

Para realizar la caracterización mecánica del PDMS se emplearon ensayos mecánicos a la compresión y a la tracción, a través una máquina universal Shimadzu Modelo Autograph AG-IS que se muestra en la figura 4.1 y que cuenta con una capacidad de carga de 5 KN [126].



Figura 4.1. Máquina universal para ensayos mecánicos Shimadzu Modelo Autograph AG-IS.

Cada ensayo mecánico se basó en un estándar específico, con el cual se efectuó un control de las mediciones, garantizando su repetibilidad en todas las pruebas para obtener los diagramas esfuerzo – deformación de cada una de las muestras de PDMS bajo las mismas condiciones. En este caso, para llevar a cabo estas pruebas fue necesario adoptar las normas ASTM D695 y D412 [117, 118].

4.1.1 Ensayo a la compresión

Para efectuar los ensayos a la compresión se empleó la norma ASTM D695 que utiliza probetas cilíndricas (cuyas características se denotan en el apartado 3.3), y son colocadas entre dos placas circulares (ver figura 4.2) paralelas a la superficie para luego ser comprimidas a una velocidad uniforme (0.08 mm/s); las cargas se registran de acuerdo con su deformación longitudinal como datos esfuerzo–deformación [118, 126].

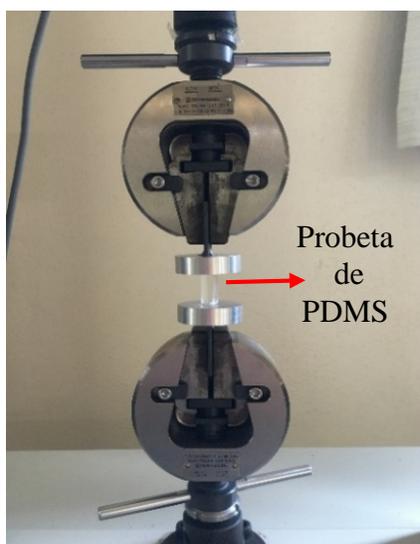


Figura 4.2. Ensayo a la compresión de una probeta de PDMS.

A través de este ensayo fue posible determinar varias propiedades mecánicas del PDMS descritas a continuación.

4.1.2 Módulo de compresión

A partir de la prueba descrita en la sección anterior se obtuvieron 20 diagramas esfuerzo–deformación (correspondientes a los parámetros de síntesis de la tabla X), de donde se obtuvieron los módulos de compresión de cada muestra conforme a la definición descrita en el apartado 2.2 de este documento. La figura 4.3 muestra la gráfica de los módulos de compresión del PDMS, donde se puede observar que, al aumentar la cantidad de catalizador, así como la temperatura de curado en la síntesis del material, el módulo de compresión se incrementa.

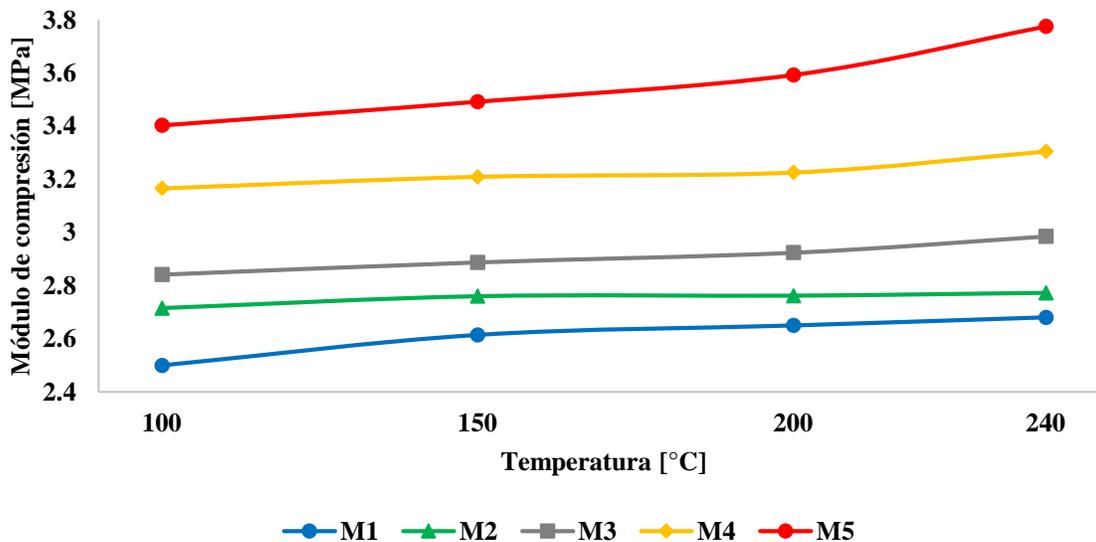


Figura 4.3. Módulos de compresión de probetas de PDMS con diferentes parámetros de síntesis.

4.1.3 Coeficiente de Poisson

Además del módulo de compresión, a partir del ensayo a la compresión también fue posible el cálculo experimental del coeficiente de Poisson (ν). Para determinar esta propiedad mecánica se empleó un vernier con una tolerancia de medida de 0.02 mm y se estableció una deformación longitudinal guía, que en este caso correspondió a 6.25 mm lo que equivale a un 25% de la deformación total de la probeta, para realizar las mediciones de la deformación transversal. Se registró la deformación transversal de cada probeta y se obtuvo un promedio general de las mediciones, el cual fue de 1.525 mm igual al 12 % de la deformación transversal, con lo que aplicando la ecuación 4 (del apartado 2.2) se obtuvo un coeficiente de Poisson $\nu = 0.48$, que concuerda con el rango de valores (0.46–0.5) establecido por la literatura [127, 128].

4.1.4 Ensayo a la tracción

En el caso de los ensayos a la tracción fue necesario implementar la norma ASTM D412, la cual indica que las probetas que se utilizan para estos ensayos pueden ser de tipo corbatín o anillo (en este caso se usaron de tipo corbatín con las características que se describen en el apartado 3.3), además indica que cada probeta empleada debe estar sostenida de los extremos de la

máquina universal (ver figura 4.4) para comparar la longitud inicial de la sujeción y la longitud final al estirar las probetas a una velocidad de alargamiento de 200 mm/min, hasta alcanzar la fractura del material [117, 126].



Figura 4.4. Ensayo a la tracción de una probeta de PDMS.

4.1.5 Módulo de Young

A través de los diagramas esfuerzo – deformación obtenidos en los ensayos a la tracción y aplicando las ecuaciones 1, 2 y 3 (del apartado 2.2) fue posible determinar el módulo de Young de las probetas de PDMS mostrados en la figura 4.5, en donde se muestran las gráficas correspondientes al módulo de Young de las 20 probetas con parámetros de síntesis indicados en la la tabla X. Estos resultados indican que, con el aumento del catalizador y la temperatura de curado en la síntesis del material, se observa un incremento en el módulo de Young (de elasticidad).

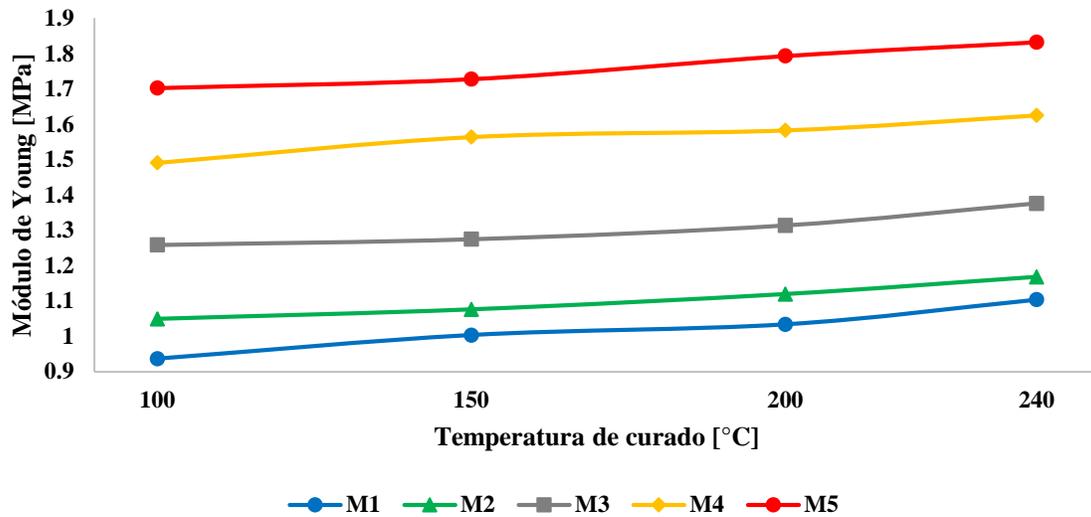


Figura 4.5. Módulos de Young correspondientes a las probetas de PDMS.

4.1.6 Limite elástico

Adicionalmente al módulo de Young, a partir de los diagramas esfuerzo–deformación obtenidos de los ensayos a la tracción también fue posible determinar el límite elástico del PDMS. La figura 4.6 muestra el comportamiento del límite elástico del material con diferentes parámetros de síntesis, que similarmente a lo que sucede con los módulos de compresión y de Young, el aumento del catalizador y de la temperatura de curado incrementan el valor de esta propiedad.

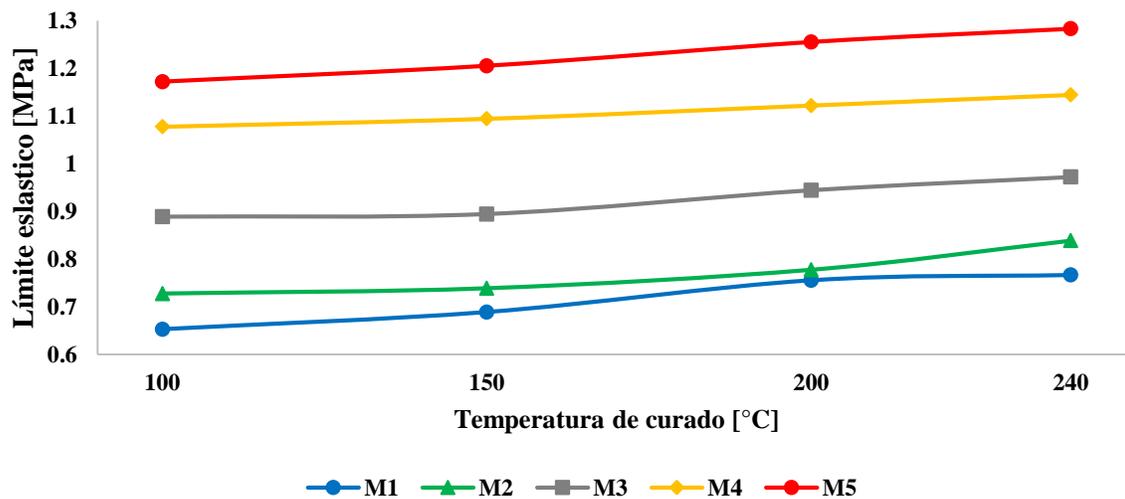


Figura 4.6. Límite elástico de las probetas de PDMS.

4.1.7 Módulos cortante y de compresibilidad

Finalmente, empleando las mediciones del módulo de Young y del coeficiente de Poisson obtenidas a partir de los ensayos mecánicos realizados e implementando las ecuaciones 5 y 6 del apartado 2.2, se realizó el cálculo del módulo cortante, así como del módulo de compresibilidad de las muestras de PDMS. Los resultados de las propiedades se presentan en las gráficas de la figura 4.7.

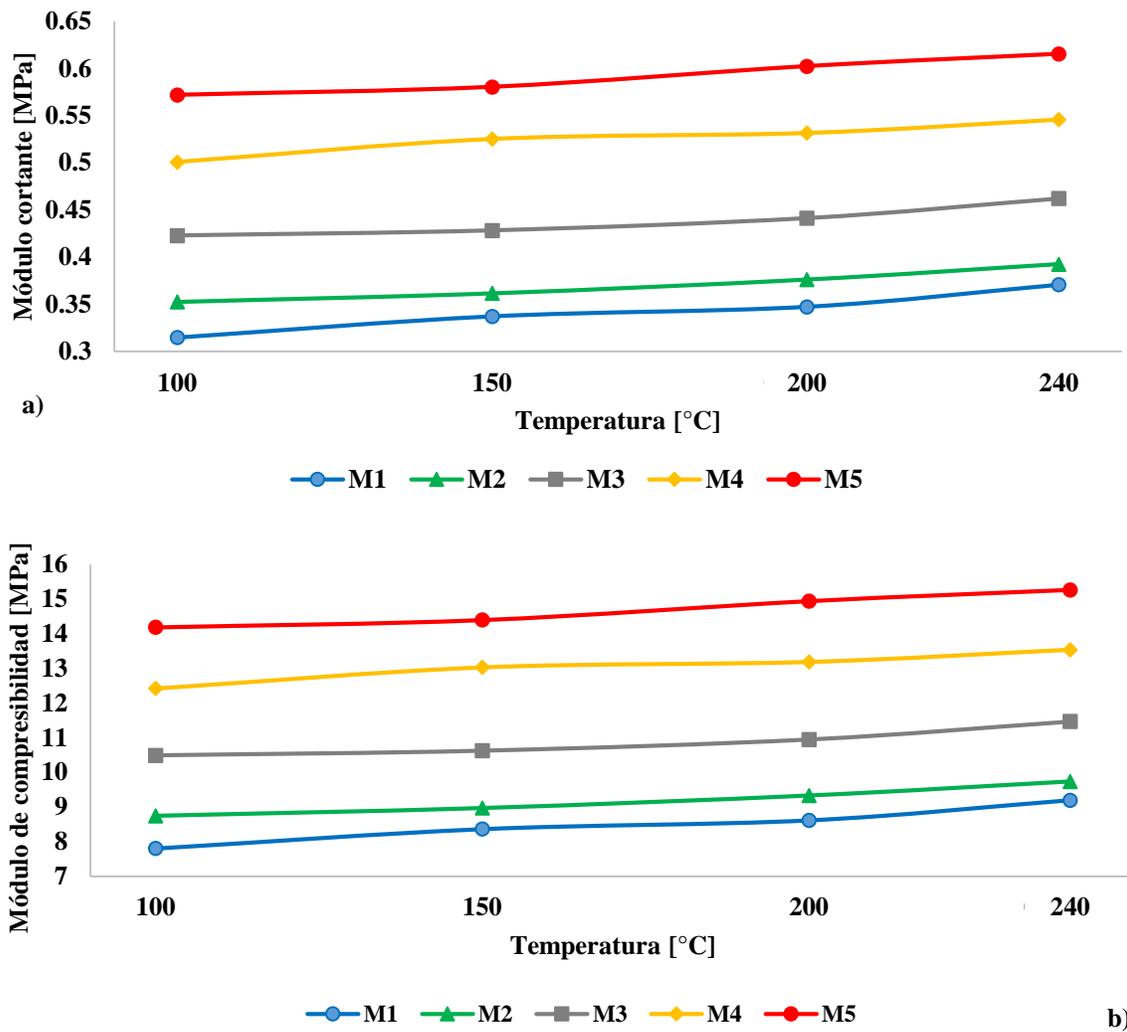


Figura 4.7. Módulos mecánicos del PDMS con diferentes parámetros de síntesis: a) módulo cortante y b) módulo de compresibilidad.

4.2 Caracterización óptica

La caracterización óptica de las muestras de PDMS Sylgard 184 se llevó a cabo empleando los siguientes equipos de laboratorio: refractómetro Abbe, espectrómetro UV-Visible, tomógrafo de coherencia óptica y espectrómetro Raman [129–132]. A continuación, se presenta la descripción experimental y los resultados obtenidos con estos dispositivos de medición.

4.2.1 Medición del índice de refracción del PDMS

Para la medición de los índices de refracción se empleó un refractómetro de proyección Abbe, modelo WY1A Xintian (ver figura 4.8), este dispositivo utiliza una lámpara de sodio con un haz de luz de longitud de onda de 598 nm; el cual está constituido por dos prismas de vidrio Flint (es un tipo de vidrio óptico de alta dispersión con un índice de refracción en el rango de 1.45–2), donde el prisma superior sirve para la iluminación, en tanto que el prisma inferior permite la medición; además su composición es robusta y la visualización de los resultados se hace de forma analógica [129].

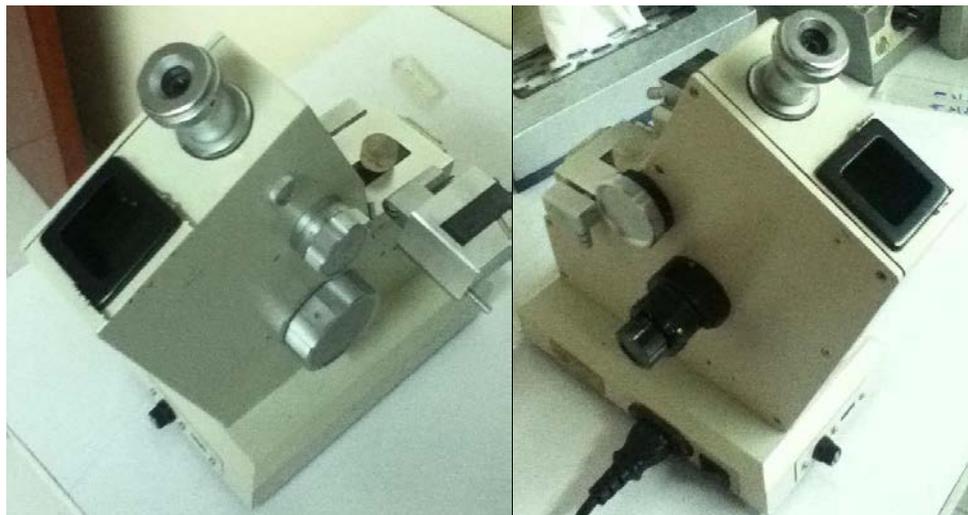


Figura 4.8. Refractómetro Abbe WY1A Xintian (taller de óptica del INAOE).

El siguiente procedimiento se llevó a cabo para efectuar las mediciones, primero se realizó la calibración del equipo utilizando un bloque de material de prueba con índice de

refracción definido de 1.536. Luego, se aplicó un recubrimiento en cada una de las muestras del elastómero aplicando un aceite con propiedades definidas únicamente en una de sus caras de la muestra, de esta forma una por una, fueron colocadas en el portaobjetos del dispositivo para efectuar la medición.

La medición del índice de refracción de cada muestra de PDMS consistió en alinear justo por la mitad una interfaz de dos tonalidades (en la parte superior un espectro luminoso y en la parte inferior un espectro oscuro) a través del mando de ajuste óptico (mango rotatorio circular), observando el resultado en el ocular del refractómetro como lo indica el ejemplo de la figura 4.9, en donde se observa una medición de un índice de refracción de 1.401 de acuerdo con la escala de la pantalla; los valores del índice de refracción obtenidos se presentan en la figura 4.9.

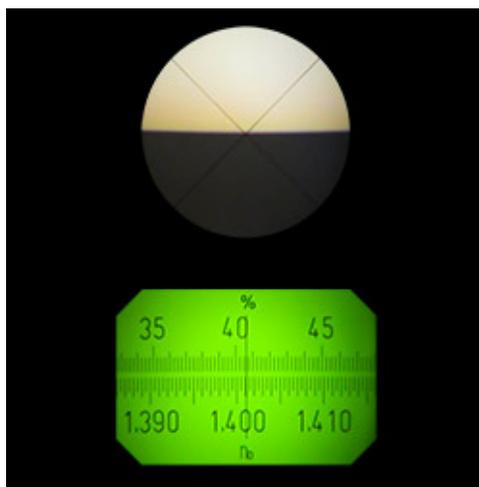


Figura 4.9. Ejemplo de una medición con índice de refracción de 1.401 a través de un refractómetro Abbe WY1A Xintian [133].

En la figura 4.10 se muestra la gráfica de los índices de refracción medidos de las muestras de PDMS con parámetros de síntesis indicados en la tabla X; estos resultados indican un incremento en el índice de refracción del material cuando existe un aumento en la cantidad de catalizador y temperatura de curado en el proceso de síntesis del material.

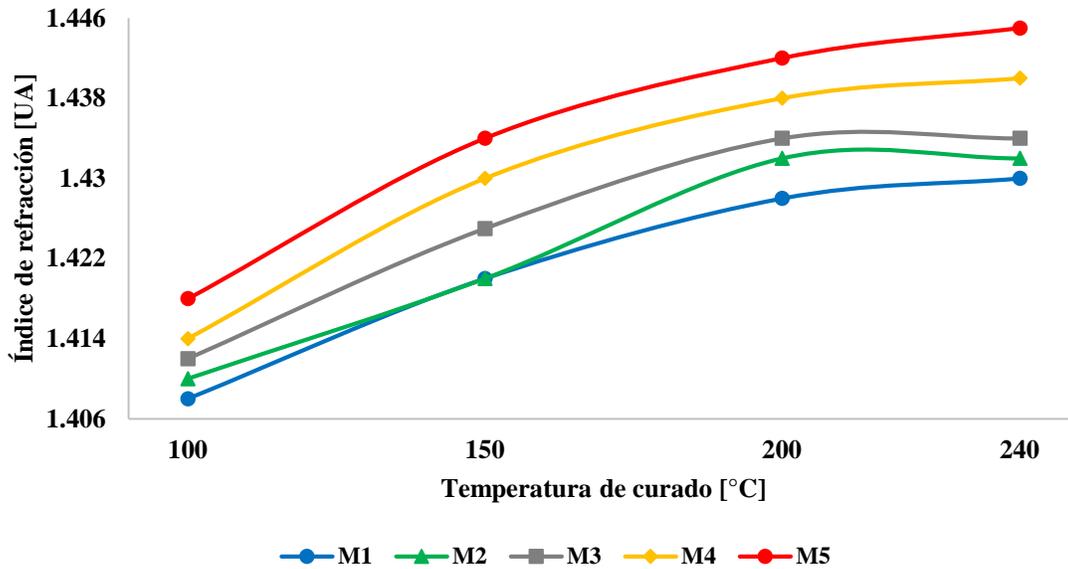
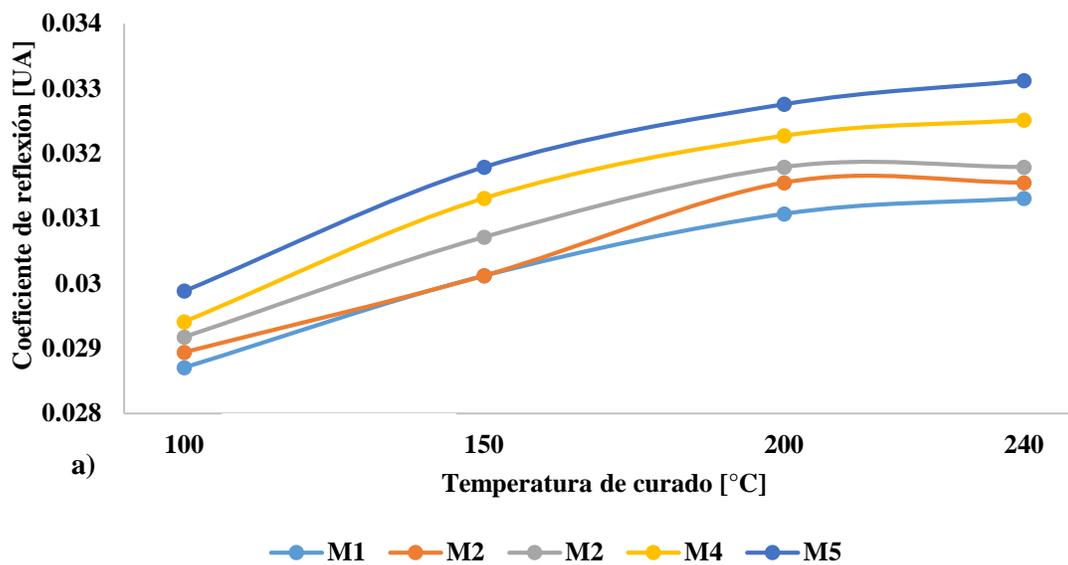


Figura 4.10. Índice de refracción de las muestras de PDMS con diferentes parámetros de síntesis.

4.2.2 Coeficientes de Reflexión y de Transmisión del PDMS

Una vez obtenidos los resultados con el refractómetro Abbe, fue posible realizar el cálculo de los coeficientes de reflexión y transmisión del material; esto se llevó a cabo empleando las mediciones del índice de refracción de las muestras de PDMS, así como las ecuaciones 10 y 11 del apartado 2.4 de este trabajo.



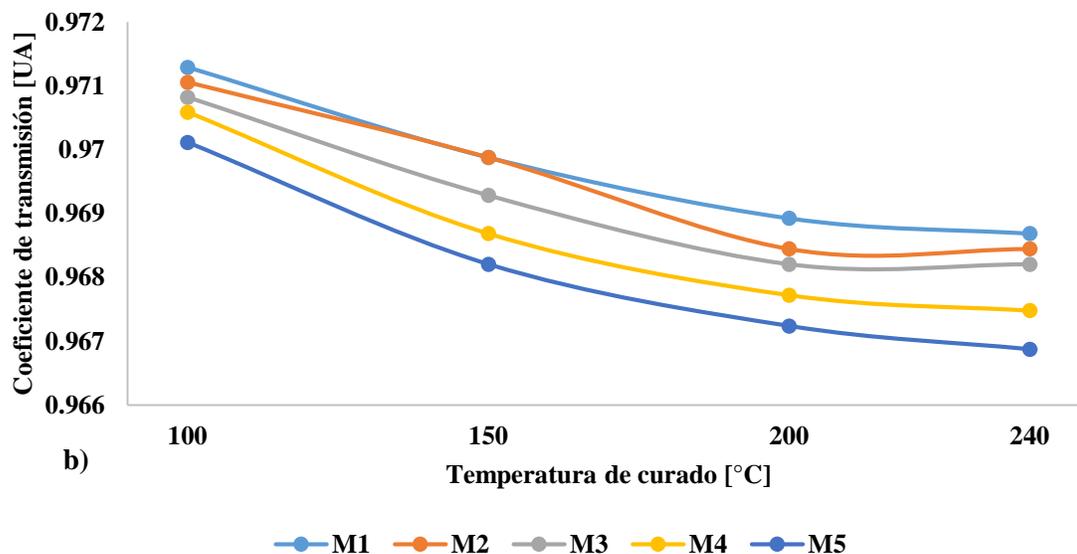


Figura 4.11. a) Coeficientes de reflexión y b) coeficientes de transmisión, de las muestras de PDMS.

Los resultados se presentan en las gráficas de la figura 4.11, que muestran en el primer caso que los coeficientes de reflexión tienen un comportamiento similar al de los índices de refracción, lo cual indica que existe un crecimiento en la reflexión del material cuando aumentan los parámetros de síntesis. En lo que respecta a los coeficientes de transmisión sucede lo inverso, se denota una ligera disminución de la transmisión conforme se incrementa el catalizador y la temperatura de curado en la síntesis del PDMS.

4.2.3 Espectroscopía UV–Visible del PDMS

La siguiente parte de la caracterización óptica del material, corresponde a la transmitancia de las muestras de PDMS, para lo cual se empleó un espectrómetro UV–Visible Unicam UV 300, (ver figura 4.12), que es un dispositivo preconfigurado y que utiliza 2 lámparas (una de tungsteno y otra de deuterio) para emitir luz con longitudes de onda en el rango de 200–1100 nm. Para obtener los espectros de transmitancia de las diferentes muestras del material, se configuró el método de escaneo del dispositivo, el tipo de experimento (en este caso transmitancia), el rango de barrido (en este caso 200–1100 nm), la longitud de onda para el cambio de lámpara del dispositivo (a 340 nm), el ancho de banda de 1.5 nm y el número de

ciclos, que en este caso correspondió a 1. Después se hizo el barrido de la línea base para la calibración del espectrómetro, para finalmente colocar cada una de las muestras y obtener los respectivos resultados que se presentan en la figura 4.13.



Figura 4.12. Espectrómetro UV-Visible Unicam UV300 (laboratorio de películas delgadas de la BUAP).

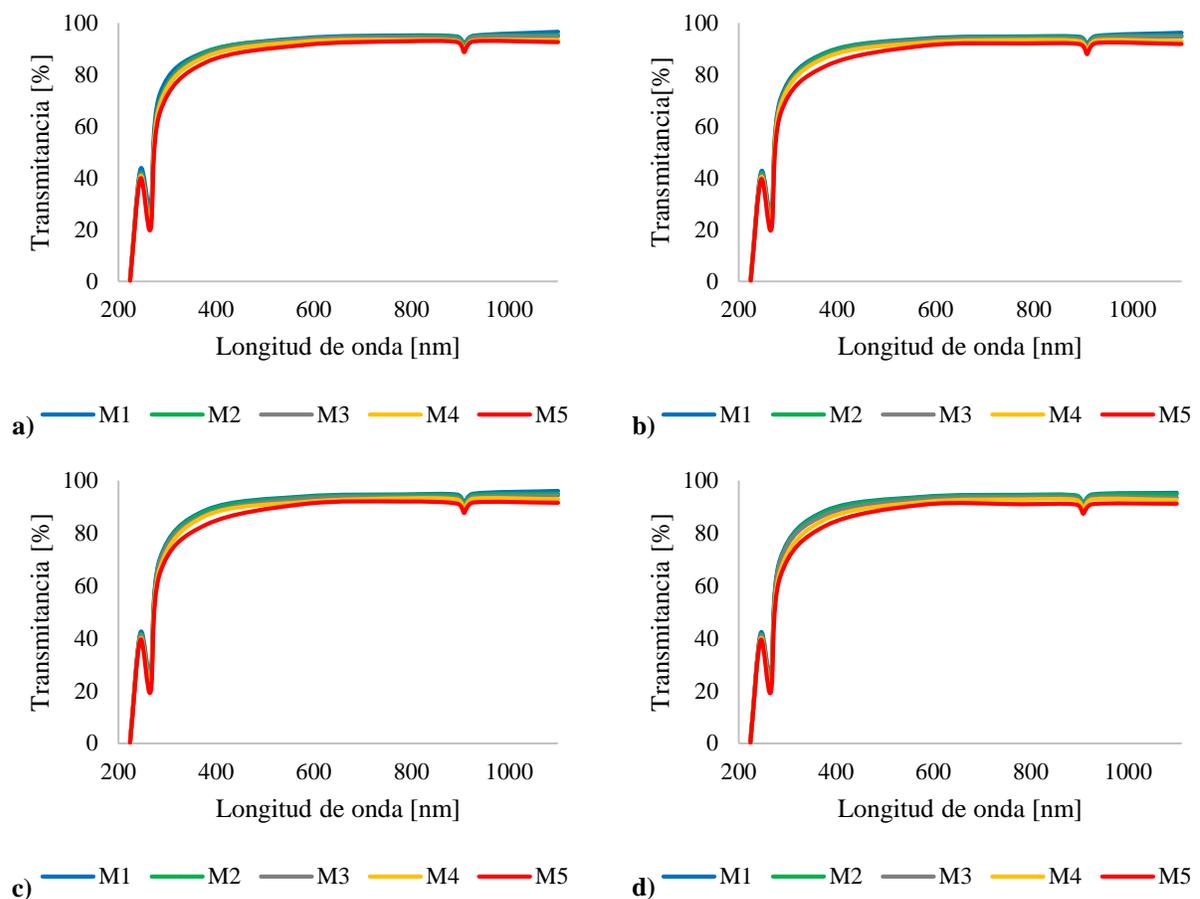


Figura 4.13. Espectros de Transmitancia de las muestras de PDMS, con diferentes temperaturas y tiempos de curado: a) 100 °C / 30 min., b) 150 °C / 18 min., c) 200 °C / 15 min. y d) 240 °C / 10 min.

La figura anterior muestra los espectros de transmitancia de las muestras de PDMS (correspondientes a los parámetros de síntesis de la tabla X). De acuerdo con los resultados, existe una disminución en la transmitancia con el aumento en los parámetros de síntesis del material. En todos los casos la transmitancia del material incrementa conforme las longitudes de onda se aproximan al infrarrojo cercano.

4.2.4 Tomografía de coherencia óptica del PDMS

En este trabajo se utilizó un tomógrafo de coherencia óptica Spectral Radar 930, para el estudio cualitativo del perfil y homogeneidad del material. Este sistema de análisis óptico trabaja a una longitud de onda de $930 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$, con un ancho de banda espectral de $100 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$, una potencia de 2 mW, y una profundidad de imagen de 1.6 mm. En la figura 4.14 se muestra el dispositivo que se encuentra conectado a una computadora y emplea una interfaz con el usuario, los cuales conforman el tomógrafo de coherencia óptica.

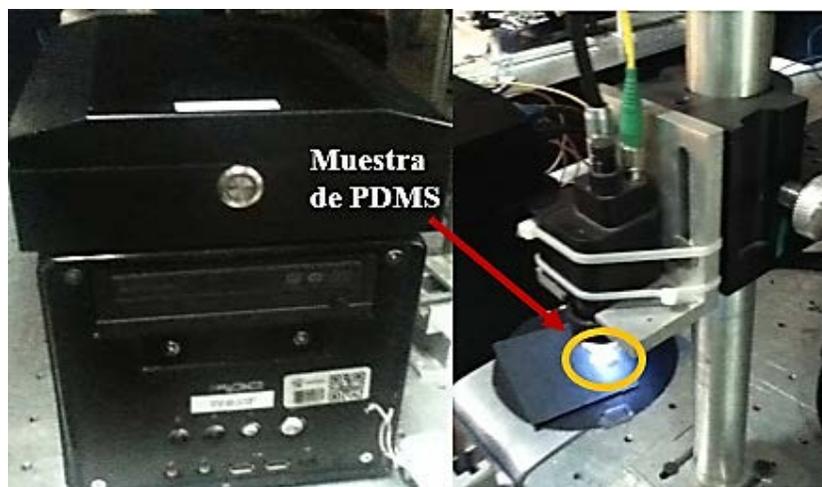


Figura 4.14. Tomógrafo de coherencia óptica Spectral Radar 930 (laboratorio de óptica biomédica del INAOE).

Se analizaron las muestras de PDMS, en dirección horizontal con el detector del dispositivo, obteniéndose imágenes como las que se muestran en la figura 4.15, correspondientes a las muestras con códigos M1 y M5 curadas a 100 y 240 °C respectivamente.

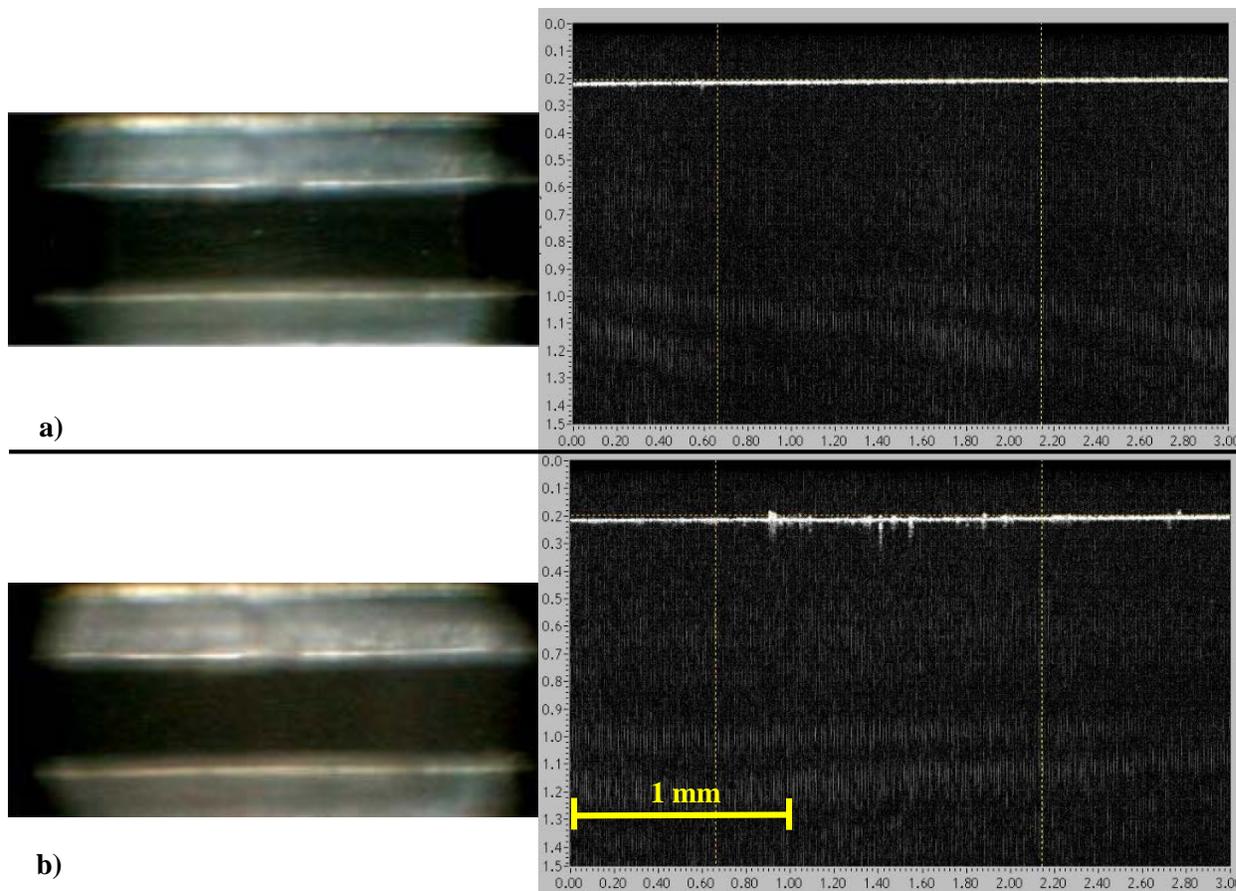


Figura 4.15. Imágenes del OCT de muestras de PDMS: a) M1 curadas a 100 °C y b) M5 curadas a 240 °C.

De acuerdo con la figura 4.15, se observa la superficie y el corte transversal de las muestras de PDMS, en donde se aprecia que no existe contaminación o presencia de burbujas en el material; conjuntamente en la parte derecha de la imagen (corte transversal de 1.6 mm de profundidad), se presenta el perfil de las muestras, en ambos casos es prácticamente homogéneo en la superficie de interfaz del material, además, se observan las fibras que componen al elastómero y que cambian su ordenamiento de una muestra con respecto a la otra, esto ocasionado por la modificación en los parámetros de síntesis.

4.2.5 Espectroscopía Raman del PDMS

Se realizaron pruebas de espectroscopía Raman sobre una muestra de PDMS con la finalidad de determinar algunos modos vibracionales correspondientes a las moléculas que componen el

material, para esto se empleó una muestra correspondiente al código M2 curada a 150 °C. Por tal motivo se utilizó un espectrómetro Raman QE6500 de Oceans Optics, el cual emplea un láser de 785 nm de longitud de onda como fuente de excitación, posee una punta de prueba de dos fibras, una de colección y otra de excitación, de 200 y 90 μm respectivamente (ver figura 4.16).

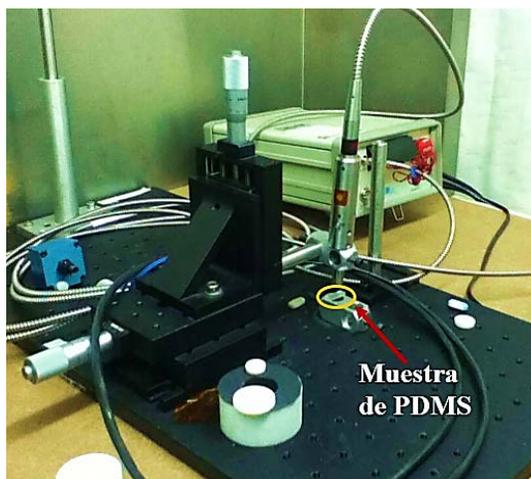


Figura 4.16. Espectrómetro Raman Ocean Optics QE6500 (laboratorio óptica biomédica del INAOE).

Los espectros Raman son la representación gráfica del esparcimiento inelástico producido por la excitación de un material con un haz de luz monocromática [79, 80, 134]. El espectro resultante de esta prueba se puede observar en la figura 4.17, donde se muestran los máximos de intensidad detectados por el dispositivo.

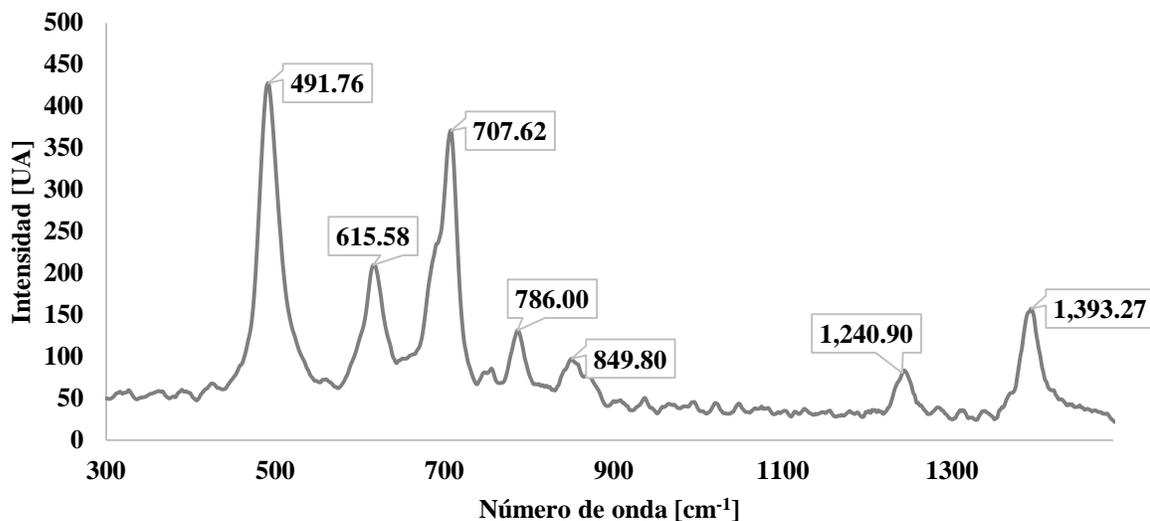


Figura 4.17. Espectro Raman de una muestra de PDMS de código M2 curada a 150 °C.

4.3 Elementos refractivos sintonizables

Concluida la caracterización mecánica y óptica del PDMS, el siguiente paso de este trabajo de investigación consistió en la elaboración de elementos refractivos sintonizables, para su análisis óptico y su aplicación en el desarrollo de un prototipo de sistema de tipo optomecatrónico descrito en las secciones posteriores.

4.3.1 Elección de los parámetros de síntesis para la fabricación lentes de PDMS

En este caso se determinaron los tipos de elementos refractivos sintonizables a fabricar, y se estableció que se diseñarían 3 tipos de componentes ópticos: lente plano–convexa, lente menisco convergente y lente biconvexa.

Las dos primeras se utilizaron para un análisis óptico a través de un sensor de frente de onda Shack–Hartmann y un interferómetro en configuración Mach–Zehnder, en tanto, que la última se implementó en un prototipo de sistema optomecatrónico.

Para la fabricación de las lentes se consideraron los parámetros de síntesis límites, superior e inferior de la tabla X; además, se realizó una investigación en la literatura (reciente), de la magnitud física de 2 propiedades del cristalino del ojo humano en personas con un rango de edad de 35–40 años, para compararlas con los resultados obtenidos de la caracterización optomecánica del PDMS y determinar una tercera combinación de parámetros de síntesis para la elaboración de la lente biconvexa. Estas propiedades se describen en la tabla XI.

Tabla XI. Propiedades físicas del cristalino del ojo humano de una persona de 35–40 años [135–137].

Propiedades físicas	Magnitudes del cristalino del ojo humano
Índice de refracción	1.41
Transmitancia	95 – 99 % (en el espectro visible)

Los parámetros de síntesis adecuados para la fabricación de la lente biconvexa correspondieron a un código M2 con una temperatura de curado de 150 °C; esto se determinó

debido a que con estos parámetros se generan valores similares de índice de refracción y de la transmitancia presentados por la tabla XI, además de que tiene mayor valor en las propiedades mecánicas que la muestra de código M1 con la misma temperatura de curado. Los parámetros de síntesis para la elaboración de lentes sólidas refractivas sintonizables se especifican en la tabla XII.

Tabla XII. Parámetros de síntesis para la fabricación de elementos refractivos sintonizables.

Código	Proporción de mezcla (base : catalizador)	Tiempo / temperatura de curado
M1	10:1	30 min. / 100 °C
M2	10:1.25	18 min. / 150 °C
M5	10:2	10 min. / 240 °C

4.3.2 Simulación mecánica de un elemento refractivo sintonizable

Se llevaron a cabo simulaciones para el análisis del comportamiento mecánico de lentes con parámetros de síntesis correspondientes a la tabla XII. Para esto, se utilizó el software de diseño asistido por computadora (CAD por sus siglas en inglés) SolidWorks®, el cual emplea el método de elementos finitos para el cálculo de esfuerzos y deformación mecánica.

Para realizar la simulación mecánica de las lentes de PDMS se utilizó el diseño de la geometría 3D de un elemento óptico (lente plano–convexa) previamente elaborado por el grupo de investigación en óptica de la Universidad Tecnológica de la Mixteca. A través de este diseño fue posible realizar la edición del material, ingresando los valores de las propiedades correspondientes a la caracterización mecánica del elastómero (módulo de Young, coeficiente de Poisson, límite elástico, módulo de compresión y módulo cortante).

Aplicando esfuerzos de tensión correspondientes a 1.5 N en cada una de las lentes con diferentes parámetros de síntesis, se obtuvieron resultados de la deformación unitaria y los desplazamientos máximos, que son expuestos en la tabla XIII. En la figura 4.18 se muestran el diseño 3D de la lente biconvexa de PDMS, así como su correspondiente simulación mecánica.

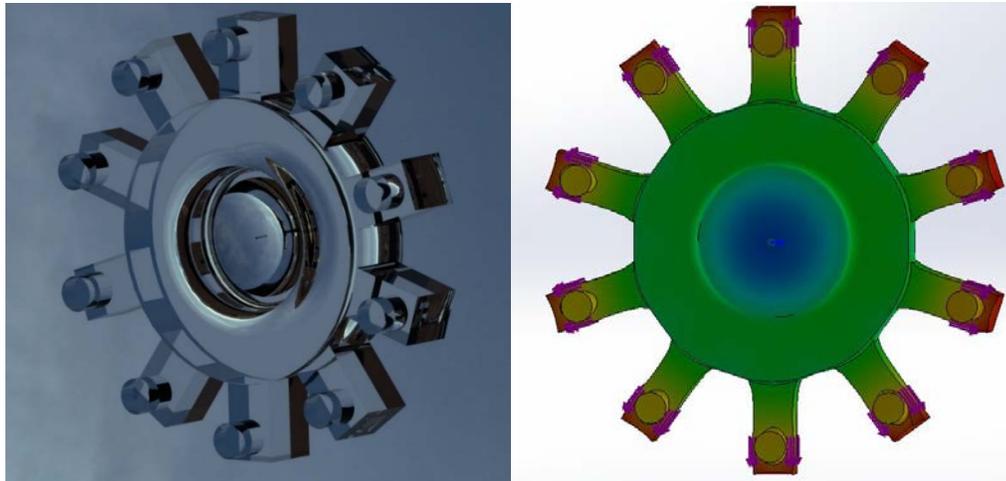


Figura 4.18. Diseño 3D de una lente biconvexa de PDMS (izquierda) y su simulación mecánica aplicando esfuerzos a la tensión (derecha).

Tabla XIII. Resultados de la simulación mecánica de las lentes de PDMS con diferentes parámetros de síntesis.

Lente	Desplazamiento máximo [mm]	Deformación unitaria
M1 100 °C	0.3138	0.1199
M2 150 °C	0.2949	0.1045
M5 240 °C	0.1844	0.0705

Los resultados de la tabla indican que el aumento de los parámetros de síntesis disminuyen el desplazamiento máximo y la deformación unitaria ante la aplicación de un esfuerzo de 1.5 N a la tensión en una lente sólida sintonizable de PDMS.

4.3.3 Fabricación de elementos refractivos sintonizables

Una vez determinados los parámetros de síntesis y concluida la simulación mecánica, se llevó a cabo la elaboración de los elementos refractivos sintonizables; para ello, se diseñaron y manufacturaron los moldes para cada tipo de lente con parámetros geométricos que se indican en la tabla XIV, utilizando la metodología apartado 3.3. Se utilizó el software SolidWorks® para el diseño de los moldes que posteriormente serían mecanizados sobre placas de aluminio a través de una máquina CNC, concluyendo con el pulido de las caras de los moldes para corregir

imperfecciones del proceso de manufactura. En la figura 4.19 se muestra el diseño de los moldes de las lentes, además, en el anexo A se describen los planos de manufactura para cada uno de los moldes.

Tabla XIV. Parámetros geométricos de las lentes sintonizables de PDMS.

Características	Lente tipo menisco	Lente plano-convexa	Lente biconvexa
Radio de curvatura	En el eje X: 7.63 mm	En el eje X: 7.63 mm	Superficie anterior: 10.2 mm
	En el eje Y: 7.4 mm	En el eje Y: 7.4 mm	Superficie posterior: - 6mm
Constante cónica	En el eje X: - 0.465	En el eje X: - 0.465	Superficie anterior: - 3.1316
	En el eje Y: - 0.481	En el eje Y: - 0.481	Superficie posterior: -1
Grosor	0.5 mm	5.05 mm	4 mm
Diámetro	14.14 mm	14.14 mm	10 mm

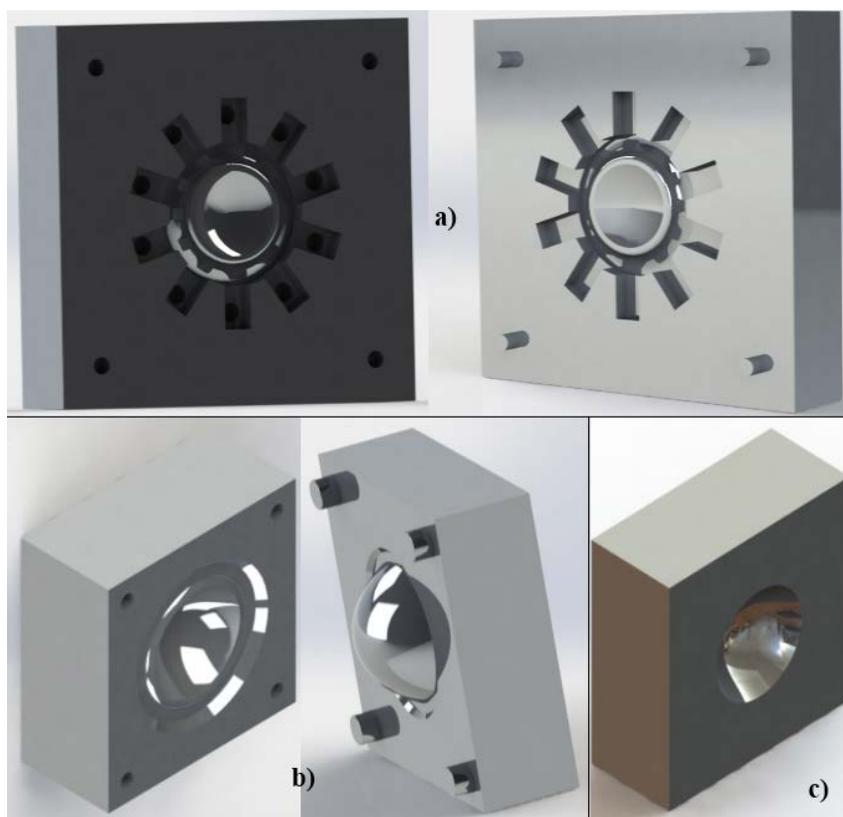


Figura 4.19. Moldes para la elaboración de lentes sintonizables de tipo: a) biconvexa, b) menisco convergente c) plano-convexa.

Se implementó la metodología de síntesis del PDMS del apartado 3.4, la cual indica los pasos que se deben llevar a cabo para la síntesis y elaboración de elementos de PDMS, en este

caso lentes sintonizables con parámetros de síntesis de la tabla XII. En la figura 4.20 se muestran los elementos refractivos sintonizables fabricados.

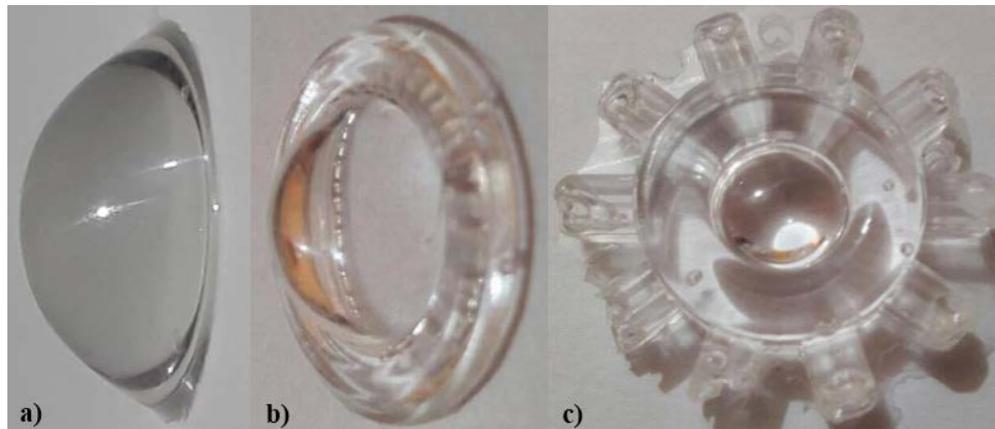


Figura 4.20. Elementos refractivos sintonizables elaborados: a) lente plano–convexa, b) lente menisco convergente y c) lente biconvexa con mordazas para soportar la lente en un sistema optomecatrónico.

Se elaboraron un total de 7 lentes de PDMS (3 plano–convexas, 3 tipo menisco y una biconvexa), para análisis ópticos e implementación (lente biconvexa) en el desarrollo de un prototipo de sistema optomecatrónico.

4.3.4 Análisis óptico de lentes plano–convexas de PDMS

Para el análisis óptico de los elementos refractivos sintonizables, se llevaron a cabo pruebas implementando un sensor de frente de onda Shack–Hartmann WFS150–5C de THORLABS®, así como un interferómetro en configuración Mach–Zehnder.

Se realizó el análisis del radio de curvatura del frente de onda (distancia entre el plano de referencia del sensor y la fuente puntual del frente de onda) de las lentes plano–convexas de PDMS; para lo cual, fue necesario implementar el arreglo experimental que se muestra en la figura 4.21, con la finalidad de establecer la colimación de un haz monocromático (láser con longitud de onda de 633 nm y potencia de 2.0 mW) que incidió sobre las lentes frente al plano de referencia del sensor [138].

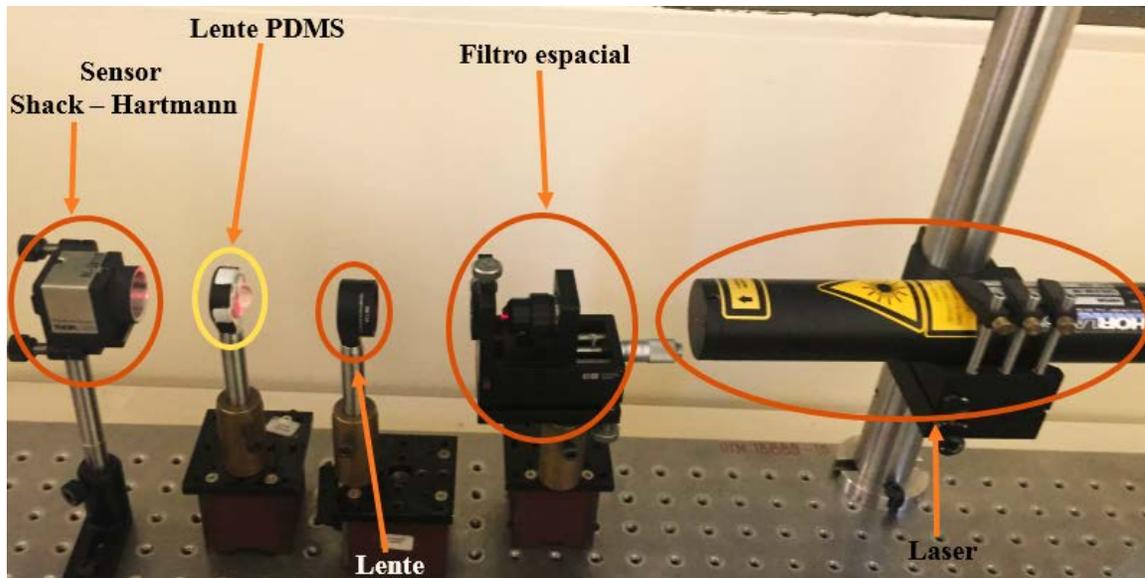


Figura 4.21. Arreglo experimental para la medición del radio de curvatura del frente de onda, de las lentes de plano-convexas de PDMS, a través de un sensor Shack-Hartmann.

En esta prueba, se utilizaron 3 lentes de PDMS con parámetros de síntesis de acuerdo con la tabla XII, colocadas a 65.5 mm del sensor, de las cuales, se obtuvieron frentes de onda, como el que se muestra en la figura 4.22.

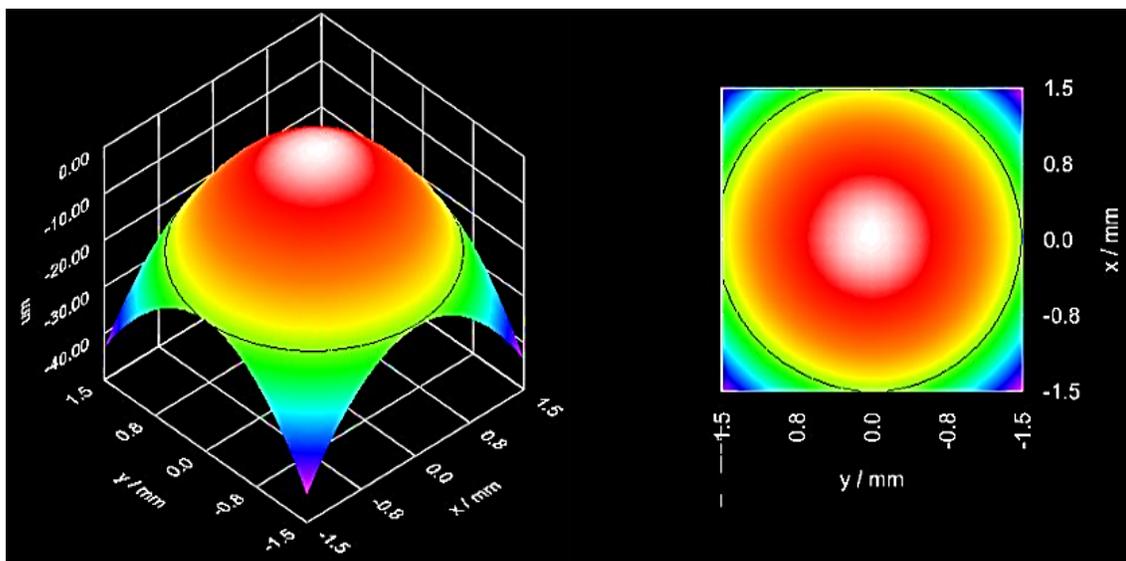


Figura 4.22. Frente de onda generado por una lente plano-convexa de código M2 curada a 150 °C.

Los radios de curvatura del frente de onda se muestran en la gráfica de la figura 4.23, y muestra un incremento en los resultados conforme aumentan los parámetros de síntesis del PDMS.

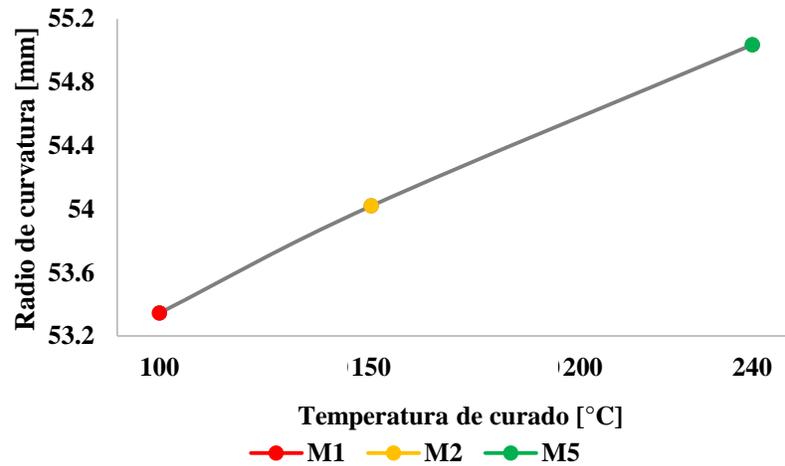


Figura 4.23. Radios de curvatura del frente de onda generados por las lentes plano-convexas de PDMS.

Otro estudio realizado sobre las lentes de PDMS, se llevó a cabo por medio de un interferómetro en configuración Mach-Zehnder, como se muestra en la figura 4.24.

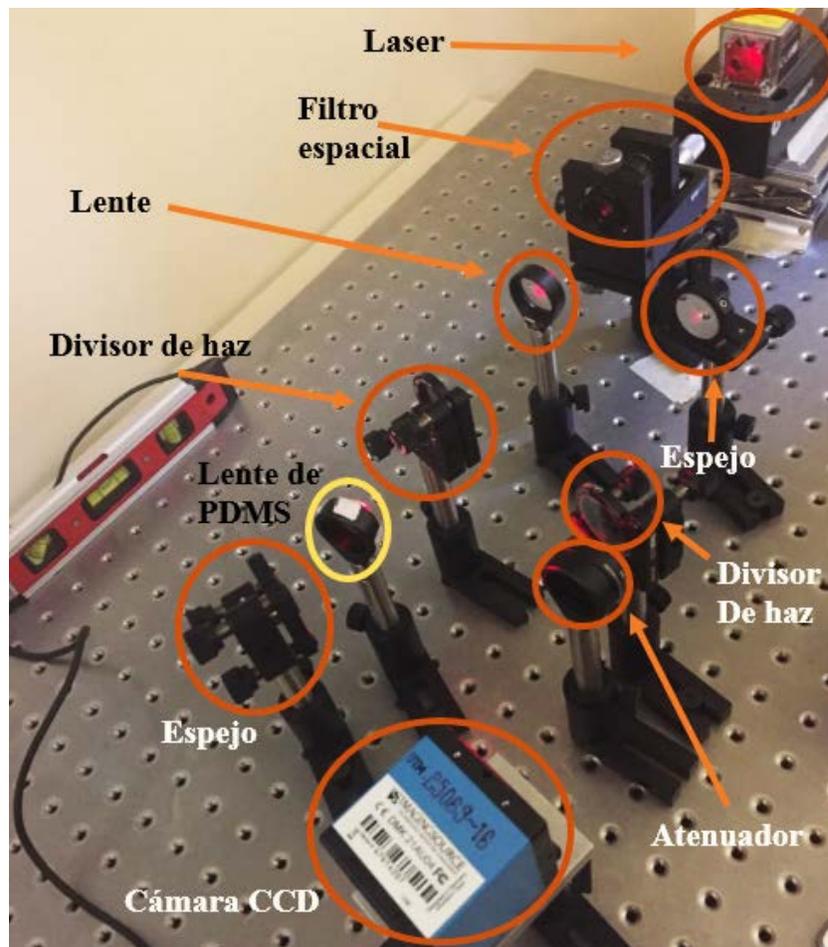


Figura 4.24. Arreglo experimental de un interferómetro en configuración Mach-Zehnder.

A través de este sistema óptico se obtuvieron los interferogramas de cada una de las lentes plano–convexas (con parámetros de síntesis de acuerdo con la tabla XII), como los que se muestran en la figura 4.25.

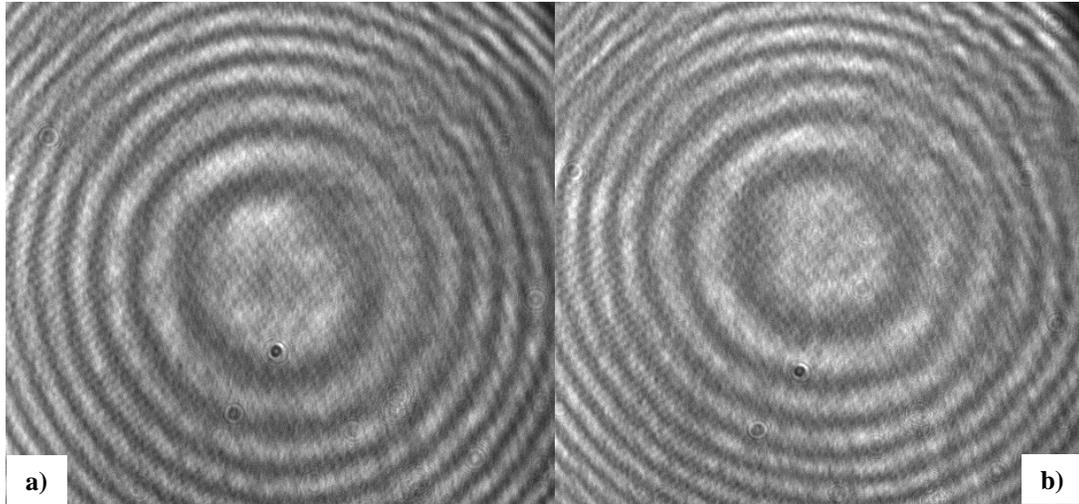


Figura 4.25. Interferogramas de lentes plano–convexas de código: a) M2 curada a 150 °C y b) M5 curada a 240 °C.

Los interferogramas obtenidos presentaron variaciones en el diámetro de los anillos de Newton (patrón de interferencia causado por la reflexión de la luz entre dos superficies) conforme se modifican los parámetros de síntesis del material.

4.3.5 Sistema optomecatrónico con lente sintonizable de PDMS

Después del análisis óptico de las lentes plano–convexas, el siguiente paso en el trabajo experimental consistió en la implementación de una lente biconvexa de PDMS en un prototipo de sistema optomecatrónico, previamente elaborado por el grupo de investigación en óptica de la Universidad Tecnológica de la Mixteca, el cual fue diseñado para emular las características optomecánicas del cristalino del ojo humano. Está compuesto por una montura optomecánica, un módulo de control electrónico, una interfaz computacional, una cámara CCD y un objetivo de resolución (ver figura 4.26).

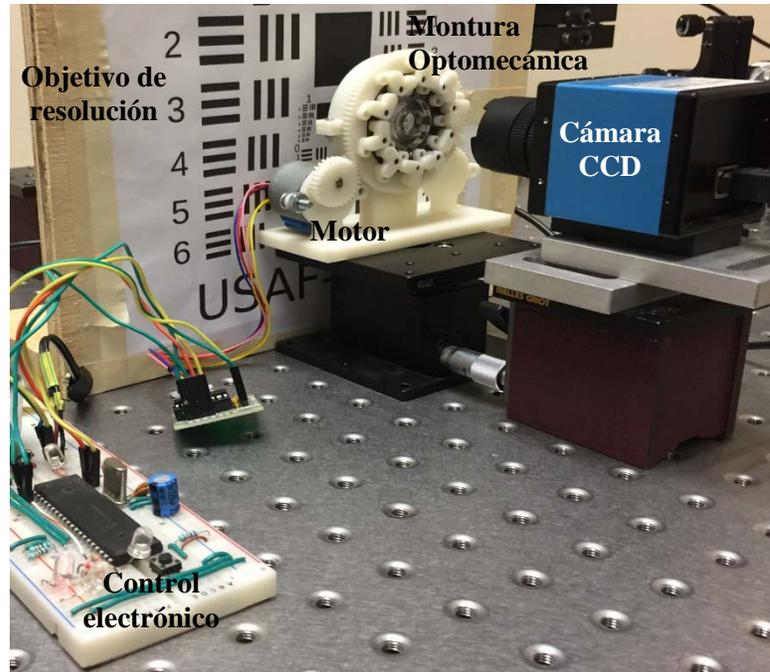


Figura 4.26. Sistema optomecatrónico que emula el comportamiento del cristalino del ojo humano.

La montura optomecánica (ver figura 4.27) consta en un motor a pasos, que al girar en cualquiera de las 2 direcciones provoca el movimiento radial de los engranes, que a su vez por medio de sujetadores provocan esfuerzos radiales a la tensión o la compresión (dependiendo de la dirección) en la lente biconvexa de PDMS, lo cual provoca que el elemento sintonizable se estire o se contraiga de tal forma que cambie sus parámetros geométricos (radio de curvatura, diámetro, grosor), con lo cual se producen cambios en la longitud focal.



Figura 4.27. Montura optomecánica del sistema optomecatrónico.

El motor a pasos es activado por medio de un control electrónico y cuenta con una interfaz computacional para que el usuario pueda manipular la aplicación de los esfuerzos mecánicos sobre la lente sintonizable.

La montura optomecánica con la lente fueron colocados frente a un objetivo de resolución, enfocando la cámara CCD para visualizar las líneas del blanco. Se llevó a cabo la medición de la imagen sin la aplicación de esfuerzos, luego, se aplicaron esfuerzos de compresión y de tensión sobre la lente. Las imágenes obtenidas son mostradas en la figura 4.28.

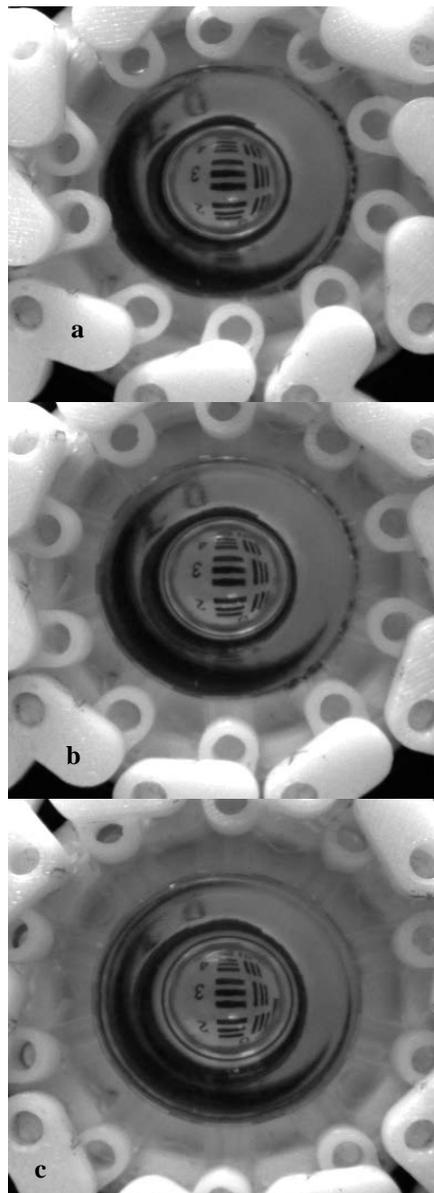


Figura 4.28. Aplicación de esfuerzos radiales en una lente biconvexa (de código M2, curada a 150 °C): a) a la compresión, b) sin esfuerzo y c) a la tensión.

Se midieron longitudes en pixeles para luego hacer la conversión a milímetros de la línea horizontal, así como de la línea vertical marcadas con el número 3, y se muestran en la tabla XIV.

Tabla XV. Medición de la longitud de las líneas de un objetivo de resolución observadas a través de un sistema optomecatrónico que emplea una lente biconvexa de PDMS, ante la aplicación de esfuerzos mecánicos.

Esfuerzo radial	Longitud horizontal [mm]	Longitud vertical [mm]
A la tensión	2.84	2.44
Sin esfuerzo	3.04	2.54
A la compresión	3.25	2.64

La tabla anterior exhibe que la lente sufre cambios en sus parámetros geométricos, generando un desenfoque de la imagen a partir de la aplicación de esfuerzos de compresión y de tensión, disminuyendo e incrementando el tamaño de las líneas, respectivamente.

Capítulo V: Discusión

En este capítulo se realiza una breve discusión sobre la caracterización realizada al polímero PDMS y a las lentes elaboradas de este material variando sus parámetros de síntesis; se emplean datos obtenidos de la literatura existente para compararlos con los resultados obtenidos durante este trabajo de investigación.

5.1 Análisis de la caracterización mecánica del PDMS

En general, los ensayos mecánicos se realizan para la obtención de diagramas esfuerzo–deformación, de los cuales a través de ecuaciones matemáticas (descritas en el apartado 2.2 de este documento) se determinan algunas propiedades mecánicas que posee determinado material, en este caso para el PDMS con diferentes parámetros de síntesis.

Se llevaron a cabo dos tipos de ensayos mecánicos para generar diagramas esfuerzo–deformación con probetas de PDMS, como los que se muestran en la figura 5.1. Estas curvas corresponden a muestras del material de código M2 con una temperatura de curado de 150 °C, para ensayos a la tracción (ver figura 5.1 a)) y a la compresión (ver figura 5.1 b)); los resultados presentan comportamientos similares a los reportados por las referencias [38], [62] y [87].

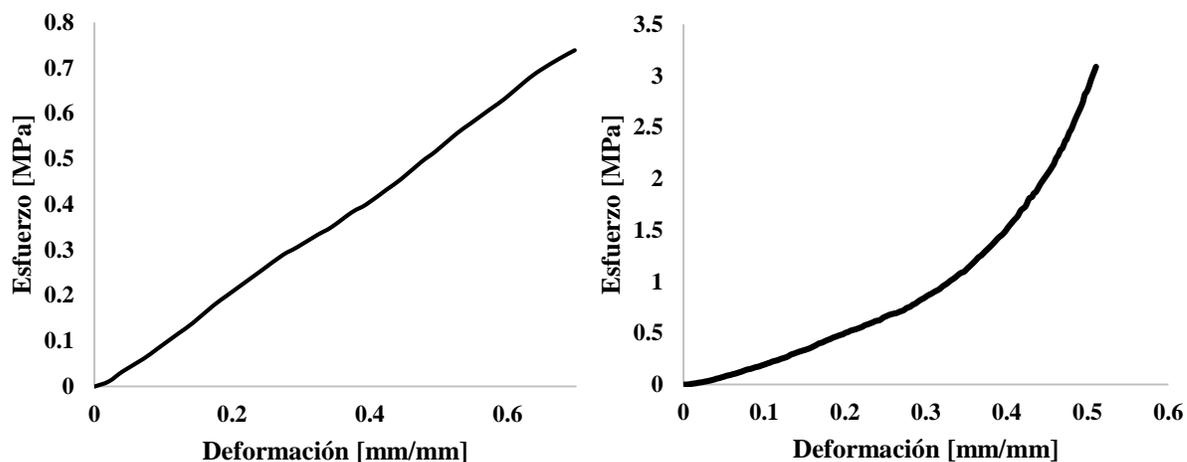


Figura 5.1. Diagramas esfuerzo–deformación de probetas de PDMS (de código M2 curadas a 150 °C) para ensayos: a) a la tracción y b) a la compresión.

La figura 5.2 a) muestra los resultados de los diagramas esfuerzo–deformación de las probetas de PDMS correspondientes al código M2 con diferentes temperaturas de curado y nos indica que, al aumentar la temperatura en el tratamiento térmico del material en el proceso de síntesis, se exhibe un incremento en la pendiente de las curvas. En lo que respecta a la figura 5.2 b) se utilizaron muestras con la misma temperatura de curado (150 °C durante 18 minutos de acuerdo con la tabla X), de códigos diferentes (muestras generadas con diferente razón de concentración base:catalizador como se muestra en la tabla X); estos resultados demuestran que el material aumenta su resistencia al esfuerzo mecánico conforme se incrementa la cantidad de catalizador en la síntesis del polímero. Estos resultados se repiten para todas las muestras y concuerda con lo descrito por las referencias [61] y [62], en donde al incrementar los parámetros de síntesis, aumenta la pendiente de los diagramas esfuerzo–deformación, lo cual corresponde a una disminución en la elasticidad del material.

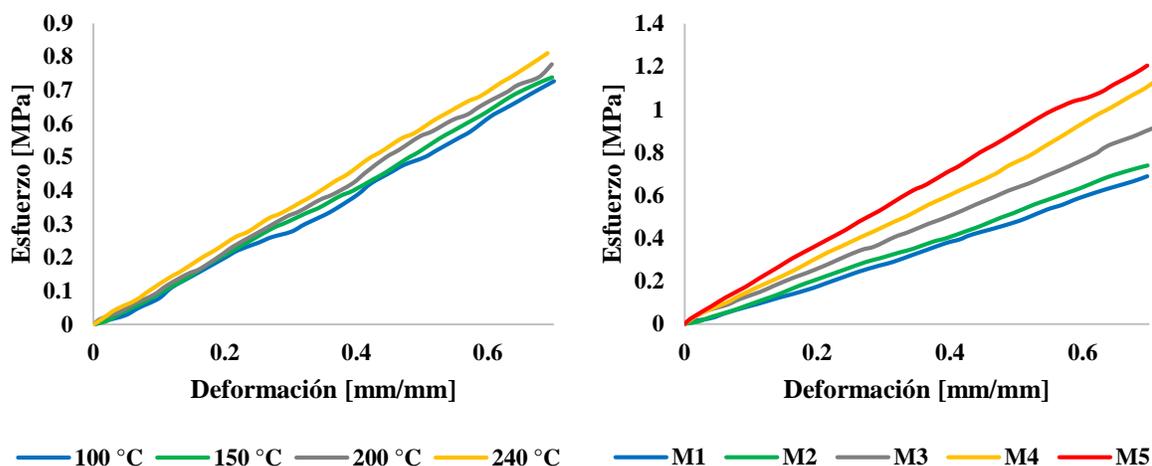


Figura 5.2. Diagramas esfuerzo–deformación obtenidos a partir de ensayos a la tracción de probetas de PDMS: a) de código M2 con diferentes temperaturas de curado, b) con diferente código a una temperatura de curado de 150 °C.

El módulo de compresión de un material es teóricamente igual a su módulo de Young, de acuerdo con la definición y las ecuaciones del apartado 2.2. En el caso del PDMS, experimentalmente el módulo de compresión difiere del valor del módulo de Young como lo exhibe la referencia [62], que, al realizar estos dos tipos de ensayos mecánicos obtuvieron

diferentes resultados en la pendiente correspondiente a los diagramas esfuerzo–deformación para cada tipo de ensayo, lo que coincide con los resultados obtenidos en el apartado 4.1 de este trabajo.

La elasticidad de un material se caracteriza principalmente por su módulo de Young, en el caso del PDMS varía alrededor 1–100 MPa, por lo que, no existe un consenso en la literatura actual sobre un valor único; esto se debe principalmente al hecho de que el módulo de Young es muy sensible al grado de reticulación (depende de la proporción exacta de la base polimérica/catalizador, la temperatura y el tiempo de curado) del material. En cada caracterización del PDMS existen diferencias en la síntesis del material, lo cual causa esta variación en los resultados de las caracterizaciones [38, 128].

En los elastómeros la aplicación de esfuerzos relativamente bajos produce deformaciones macroscópicas significativas, esto es generado por el enderezamiento y desenrollado de las cadenas poliméricas que lo conforman, en dirección al esfuerzo aplicado. Sin embargo, una vez que estos polímeros se han estirado y alineado, una deformación mayor requerirá vencer las fuerzas de los enlaces que unen a las cadenas, afectando la integridad de las macromoléculas, por lo que la deformación dejaría de ser reversible. En los polímeros el incremento de la temperatura produce un aumento en su módulo de Young, esto se debe con que a mayores temperaturas se favorece el enrollamiento y plegamiento de las cadenas poliméricas, lo que provoca una contracción que solo puede ser contrarrestada con el incremento de los esfuerzos aplicados, además, otro factor que afecta la elasticidad es la composición del material. Al aumentar el entrecruzamiento entre las cadenas moleculares de un material elastomérico, este incrementa su rigidez, por lo que la magnitud del módulo de Young es directamente proporcional a la densidad de entrecruzamientos [40, 41].

De acuerdo con los resultados obtenidos, tanto el módulo de compresión como el módulo de Young, aumentan su magnitud con el incremento de los parámetros de síntesis, que corresponden a la cantidad de catalizador, así como también al tiempo y temperatura del tratamiento térmico de curado. Esto significa que el material disminuye su elasticidad conforme aumentan los parámetros de síntesis, lo cual es coherente acorde a los resultados presentados por las referencias [60] a la [62], debido a que aumenta el grado de reticulación del compuesto

polimérico, por lo que existe un mayor entrecruzamiento de las cadenas poliméricas, que causa una disminución en la elasticidad del material.

El coeficiente de Poisson revela la relación entre las deformaciones longitudinales que sufre un material en sentido perpendicular y en dirección a la fuerza aplicada. En los elastómeros típicamente ronda alrededor de 0.5, lo que significa que, si una porción de PDMS se deforma por esfuerzos a la tensión, por ejemplo, un 10 %, el espesor del material sufrirá una disminución aproximada del 5%. En este trabajo la medición del coeficiente de Poisson resultó ser de 0.48, lo cual es aceptable de acuerdo con las referencias [60], [61], [62], [127] y [128], que indican que el coeficiente de Poisson también está relacionado con el grado de reticulación del elastómero, y para este material es permisible en un rango de 0.46–0.5. Existieron variaciones en las mediciones experimentales, pero debido a que el error se encontraba en el rango de 0.0001 – 0.001, este no se consideró significativo y se decidió tomar el promedio de las mediciones para determinar el valor nominal para esta propiedad mecánica.

Los resultados que corresponden al módulo cortante y de compresibilidad fueron calculados de acuerdo con las ecuaciones 5 y 6 del apartado 2.2 de este documento de investigación y están en función del módulo de Young y el coeficiente de Poisson.

5.2 Análisis de la caracterización óptica del PDMS

En lo que se refiere a la caracterización óptica del PDMS, se obtuvieron resultados de mediciones del índice de refracción, transmitancia, perfil y homogeneidad cualitativas, así como de espectroscopía Raman, los cuales fueron analizados y comparados con respecto a la literatura existente.

En el caso del índice de refracción se tomaron mediciones de las muestras implementando un refractómetro Abbe descrito en el apartado 4.2.1, los cuales están representados en la gráfica de la figura 4.10 del capítulo anterior. Los resultados obtenidos muestran que conforme se aumenta la cantidad de catalizador y la temperatura de curado en la síntesis del material existe un incremento en el índice de refracción, esto concuerda con el

comportamiento de las mediciones realizadas por las referencias [73], [76], [139], donde al modificar los parámetros de síntesis, obtienen cambios en el índice de refracción del PDMS.

De acuerdo con lo publicado por Park *et al.* en el 2018 [139], el aumento del índice de refracción está relacionado con el peso molecular y la densidad del PDMS, a partir de la siguiente ecuación:

$$n = \sqrt{\frac{2CN_A\rho + M}{M - CN_A\rho}}, \quad (17)$$

donde n como el índice de refracción del material, ρ como la densidad del material, N_A el número de Avogadro, C una constante asociada a la polarizabilidad del material y M correspondiente al peso molecular del PDMS[140].

El peso molecular del elastómero PDMS Sylgard 184 está en función de la síntesis del material que produce la reacción de 2 componentes a través de su mezcla y posterior curado. Estos 2 componentes corresponden a una base polimérica que contiene poli-dimetilsiloxano ($-[\text{OSi}(\text{CH}_3)_2]_x-$) polímero que contiene un grupo vinilo de silicio ($\text{SiCH}=\text{CH}_2$), que tiene fórmula química de $\text{CH}_2=(\text{CH})(\text{CH}_3)_2\text{Si}-[\text{OSi}(\text{CH}_3)_2]_x-\text{OSi}(\text{CH}_3)_2(\text{CH})=\text{CH}_2$, y un agente de curado (catalizador) conformado por un polímero con grupos de hidruro de silicio (SiH) que tiene una fórmula química $(\text{CH}_3)_3\text{Si}-[\text{OSiH}(\text{CH}_3)]_m-[\text{OSi}(\text{CH}_3)_2]_n-\text{OSi}(\text{CH}_3)_3$. De la mezcla de ambos componentes dos grupos funcionales se unen mediante una reacción de hidrosililación que es catalizada por platino y forma enlaces $\text{Si}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Si}$; esta reacción múltiple permite la formación de una estructura reticulada tridimensional. El peso molecular (M) para el PDMS depende la ecuación:

$$M = \{348.82 + 74.16(x + n) + 60.13m\} \text{ g/mol} , \quad (18)$$

donde x corresponde al número de moléculas de $[\text{OSi}(\text{CH}_3)_2]$, en tanto que m y n se definen como el número de moléculas de $[\text{OSiH}(\text{CH}_3)]$ y $[\text{OSi}(\text{CH}_3)_2]$ que aporta el catalizador en la síntesis del material. Entonces, cuando existen cambios en el peso molecular y en la densidad del material debido a la modificación en los parámetros de síntesis del PDMS, se producen cambios en el índice de refracción [140–142].

En este trabajo también se utilizó un espectrómetro UV-Visible para obtener los espectros de transmitancia del material. Estos resultados se pueden observar en la figura 4.14 del capítulo anterior, e indican que el aumento del catalizador, del tiempo y la temperatura de curado en la síntesis del material provocan que las muestras disminuyan su capacidad de transmitir radiación en el espectro visible, lo que concuerda con el trabajo de investigación realizado por Lee et al. [71], donde se emplearon diferentes temperaturas en el curado del material, lo cual provocó una reducción en la capacidad de transmisión del elastómero de silicona.

Además de la medición del índice de refracción y de la espectroscopía UV-Visible, se realizaron pruebas de tomografía de coherencia óptica para el estudio cualitativo del perfil y la homogeneidad de las muestras de PDMS establecidas por la tabla IX. De acuerdo a las imágenes obtenidas del corte transversal, se concluye que el material es homogéneo ya que no existió contaminación de otra sustancia o material ni presencia de burbujas de aire en las muestras, asimismo, se detectó uniformidad en la superficie de la interfaz de las muestras. Lo anterior concuerda con las membranas de PDMS analizadas en la referencia [50]; también se observan cambios en las fibras del material (ver figura 4.16), se agrupan de diferente forma y dirección, esto se debe al cambio en los entrecruzamientos de las cadenas poliméricas, generadas por la modificación en los parámetros de síntesis del material [40, 41].

El análisis vibracional de polímeros empleando espectroscopía Raman es un método experimental conveniente para obtener parámetros estructurales, así también para analizar especies químicas presentes en el compuesto, por lo que es posible adquirir datos sobre el estado de orden de los polímeros, la orientación de cadenas y modos vibracionales entre otros [78, 79]. Los datos obtenidos por la espectroscopía Raman realizada sobre la muestra de PDMS con parámetros de síntesis M2 a 150 °C, se presentan en la tabla XVI, y además se menciona el modo vibracional al cual pertenece cada uno de los máximos detectados.

Tabla XVI. Modos vibracionales obtenidos experimentalmente de las muestras de PDMS [50, 76, 143, 144].

Número de onda (cm^{-1}), correspondientes al máximo de intensidad	Modo vibracional
491.76	Stretch Si–O–Si
615.58	Stretch asimétrico Si–C
707.62	Stretch simétrico Si–C
786	Stretch asimétrico Si–C
894.8	Stretch asimétrico CH_3
1240.9	Bending simétrico SiCH_3
1393.27	Bending asimétrico CH_3

El espectro Raman obtenido descrito en la tabla, muestra picos de intensidad Stretch Si–O–Si en 491.76 cm^{-1} , Stretch simétrico Si–C en 707.62 cm^{-1} y Stretch asimétrico Si–C en 786 cm^{-1} de acuerdo a lo reportado por [76, 143]; en 615.58 cm^{-1} existe un máximo con modo vibracional Stretch asimétrico Si–C, en 894.8 cm^{-1} de Stretch asimétrico CH_3 y en 1240.9 cm^{-1} un Bending simétrico SiCH_3 que pertenece a valores en un rango de $1250\text{--}1220 \text{ cm}^{-1}$ de acuerdo con [144], además de un pico en 1393.27 que correspondiente a un modo vibracional Bending asimétrico CH_3 que se presenta en valores cercanos a 1410 cm^{-1} con base en [50, 144].

5.3 Análisis de la implementación de los elementos refractivos sintonizables

En la última etapa de este trabajo de investigación se elaboraron elementos refractivos sintonizables con diferentes parámetros de síntesis, de los cuales se realizaron análisis mecánicos por medio de simulaciones de cargas a la tensión, además de análisis ópticos a través de un sensor de frente de onda, interferometría y un prototipo de un sistema optomecatrónico.

Las simulaciones de esfuerzos mecánicos aplicados a una lente de PDMS emplearon el método de elementos finitos con el software de diseño mecánico SolidWorks®; se utilizaron las propiedades mecánicas obtenidas en la caracterización del material para tres diferentes tipos de parámetros de síntesis establecidos en la tabla XI. Los resultados obtenidos de la simulación mecánica presentaron un comportamiento mecánico similar a los ya publicados en las

referencias [95] y [145], además, conforme aumentan los parámetros en la síntesis del material, se requiere la aplicación de un esfuerzo mayor para obtener el mismo desplazamiento, tal y como lo muestra la tabla XII donde se comparan los esfuerzos máximos que pueden soportar las lentes y el desplazamiento generado a través de estos esfuerzos, en conjunto con la deformación unitaria para cada caso. La tendencia de los resultados de cada simulación concuerda con la caracterización mecánica realizada en este trabajo, la cual establece un aumento en la dureza del material y concuerdan con los resultados de los trabajos [38] y [39]. Debido al aumento en el grado de reticulación de las cadenas moleculares del material y las caracterizaciones previas de la literatura, se sabe que, al modificar los parámetros de síntesis, existe un aumento en la dureza del material como lo señalan las referencias [60], [61] y [62].

Se realizaron mediciones de los radios de curvatura del frente de onda sobre lentes plano convexas de PDMS, empleando un sensor de frente de onda Shack–Hartmann. Los resultados de estas pruebas se presentan en la gráfica de la figura 4.23 del capítulo anterior, la que indica que el aumento en los parámetros de síntesis provoca un incremento en la magnitud del radio de curvatura del frente de onda.

El radio de curvatura del frente de onda generado por un haz gaussiano (haz de radiación electromagnética monocromática cuyos perfiles de amplitud y campo eléctrico están dados por la función gaussiana) que es transmitido a través de una lente planoconvexa con distancia focal f satisface la siguiente ecuación [146, 147]:

$$\frac{1}{R'} = \frac{1}{R} - \frac{(n-1)}{R_{lente}}, \quad (19)$$

donde R_{lente} corresponde al radio de curvatura de la lente, R al radio de curvatura del frente de onda en el aire que incide sobre la lente planoconvexa de distancia focal f y R' al radio de curvatura del frente de onda generado por la lente [146, 147]. De acuerdo con lo anterior, el aumento del índice de refracción del material provoca un incremento en el valor del radio de curvatura del frente de onda generado por la lente de PDMS, lo que concuerda con los resultados obtenidos en este trabajo de investigación.

La aplicación de lentes sólidas sintonizables de PDMS en el área de física de la visión tiene como finalidad emular algunas de las funciones del ojo humano, en este caso particular,

las características optomecánicas del cristalino, empleando esfuerzos radiales sobre una lente con parámetros de síntesis determinados a partir de la caracterización de muestras del material (M2 curadas a 150 °C en un tiempo de 18 minutos).

La lente fue montada en un sistema que aplicó esfuerzos radiales mecánicos sobre ella, y que a su vez causaron modificaciones en sus parámetros geométricos. Cuando la lente se somete a cargas a la compresión, existe un desenfoque de la imagen causado por la disminución del radio de curvatura de la lente, lo que provoca modificación de la longitud focal; en caso contrario, ante la aplicación de un esfuerzo a la tensión, se produce un aumento en el radio de curvatura y la longitud focal de la lente, generando el desenfoque de la imagen. Estos resultados son semejantes a los presentados en el trabajo de la referencia [99], con diferencias en los parámetros de síntesis y el modelo del elemento refractivo implementado.

En la literatura actual existen trabajos donde se emplea el PDMS para la elaboración de lentes refractivas sintonizables en sistemas optomecatrónicos, sin embargo, no presentan variaciones en los parámetros de síntesis del material, y tampoco una caracterización mecánica u óptica del elastómero para determinar las propiedades adecuadas para su implementación [19, 99]. En este caso, se llevó a cabo una variación en los parámetros de síntesis del material, que provoca cambios en sus propiedades mecánicas y ópticas, y a partir de esto, determinar el más apropiado a través de una caracterización, para su implementación en el desarrollo de un prototipo optomecatrónico que ante la aplicación de esfuerzos radiales, modifica los parámetros geométricos de la lente, con lo cual se emulan las características optomecánicas del cristalino del ojo humano.

Capítulo VI: Conclusiones

Se presentan las conclusiones generales del trabajo de investigación sobre la caracterización del PDMS variando sus parámetros de síntesis con una aplicación particular en la generación de elementos refractivos sintonizables que se emplean en sistemas optomecatrónicos y en general en el área de física de la visión.

Dentro de este trabajo de investigación se obtuvieron diversas propiedades mecánicas y ópticas del elastómero PDMS Sylgard 184, en los cuales se modificaron los parámetros de síntesis (cantidad de catalizador en la mezcla, tiempos y temperaturas de curado).

El aumento en los parámetros de síntesis produce diferencias en los valores de las propiedades mecánicas del PDMS, principalmente en el módulo de Young; esto probablemente se deba al grado de reticulación que alcanza el material. El aumento de contenido de catalizador y la temperatura de curado provocan que las cadenas moleculares del polímero se entrecrucen con mayor incidencia, lo que induce que al momento de la aplicación de esfuerzos mecánicos, este entrecruzamiento disminuya la capacidad de estiramiento de las ramificaciones de las cadenas moleculares, derivando en una disminución en la elasticidad del material, esto se fundamenta con lo reportado por [60–62].

En lo que respecta a las propiedades ópticas del PDMS, experimentalmente se muestra un incremento en el índice de refracción en las muestras evaluadas conforme se aumentaron los parámetros en la síntesis del material, esto es producido por el aumento en el peso molecular y la densidad en la síntesis del material.

De acuerdo con los resultados obtenidos a través de la tomografía de coherencia óptica, se determinó que las muestras de PDMS no presentan contaminación, además de que no existe presencia de burbujas de aire en el proceso de elaboración por moldeo de los componentes poliméricos.

A partir de las simulaciones mecánicas realizadas se comprobó el aumento en la dureza del material cuando se modifican los valores de las propiedades mecánicas, las cuales están en función de los parámetros de síntesis, de acuerdo con la caracterización realizada en este trabajo.

El análisis óptico realizado a través del sensor de frente de onda Shack–Hartmann sobre las lentes demostró que al aumentar los parámetros en la síntesis del PDMS, se producen cambios en los radios de curvatura del frente de onda transmitido; el radio de curvatura del frente de onda está en función del índice de refracción, al aumentar el índice de refracción del material el radio de curvatura del frente de onda incrementa su valor.

La lente elaborada de PDMS con parámetros de síntesis correspondientes a un código M2 curada a 150 °C por 18 minutos, fue implementada en el prototipo de sistema optomecánico, debido a que exhibe valores en sus propiedades ópticas (correspondientes al índice de refracción y transmitancia) similares a los presentados por el cristalino de una persona en el rango de 35–40 años, de acuerdo con la tabla XIV [135–137], además de que su elasticidad es menor que la correspondiente a una muestra de M1 con la misma temperatura de curado. Esto se llevó a cabo con el objetivo de observar su comportamiento optomecánico ante la aplicación de esfuerzos radiales a la tensión y a la compresión. Se obtuvieron resultados que indican que al someter el elemento sintonizable a cargas a la compresión o a la tensión este se deforma, lo que causa una variación en la distancia focal y en consecuencia, una deformación en la imagen, aumentado o disminuyendo de tamaño (aproximadamente un 4% en el eje vertical y un 6 % en el eje horizontal), de acuerdo con los resultados obtenidos.

6.1 Trabajo futuro

Después de realizar la investigación, desarrollo experimental y análisis de este trabajo, se percibieron algunos puntos en donde se podría optimizar el desarrollo y aplicación de los elementos refractivos sintonizables de PDMS para futuras aplicaciones en áreas de la visión.

Al contar con materia prima correspondiente a aluminio 6061 para la manufactura de moldes de PDMS, se plantea la propuesta de diseñar y generar un sistema mecatrónico para el

pulido a espejo de moldes, que se emplean en la elaboración de lentes de PDMS, debido a que en el mecanizado del aluminio a través de sistemas de CNC se producen imperfecciones en las caras principales que afectan la rugosidad y transparencia de las superficies para moldeo.

Después de la caracterización del material y del análisis óptico de elementos refractivos sintonizables, se determinó que existen diferencias en las propiedades mecánicas y ópticas conforme cambian los parámetros de síntesis del elastómero de silicona. Por ello, es posible realizar la fabricación de lentes a partir de capas del material. Considerando el antecedente de que ya se han realizado trabajos donde se elaboran por ejemplo, guías de onda de PDMS con diferentes parámetros de síntesis para obtener diferentes valores del índices de refracción, menor elasticidad y diferentes transmitancias para un solo dispositivo óptico implementado.

Después de la implementación de las lentes de PDMS en el sistema optomecatrónico se detectaron algunos puntos que se pueden perfeccionar, como una reducción del tamaño de la lente, la disminución de tamaño de la montura mecánica y el desarrollo de una variante en la interfaz gráfica con el usuario para la aplicación de los esfuerzos mecánicos correspondientes. Con estas adaptaciones se buscaría optimizar la aplicación del sistema optomecatrónico y realizar un análisis de los resultados para una comparación con los modelos anteriores.

Referencias

- [1] Shackelford, J., [Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros], Pearson Prentice Hall, sexta edición, Estados Unidos, 1–5, (2005).
- [2] Malacara, D., [Óptica tradicional y moderna], FCE, tercera edición, México, 1–10, (2002).
- [3] Zhang, D., Lien, V., Berdichevsky, V., Choi, J. and Lo Y., “Fluidic adaptive lens with high focal length tunability,” *Applied Physics Letters*, vol. 82, 3171–3172, (2003)
- [4] Sz–Yuan, L., Hsi–Wen, T., Wen–Chih C. and Weileun, F., “Thermal Actuated Solid Tunable Lens,” *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 18 (21), 2191–2193, (2006).
- [5] González, A., Jiménez, L., Cabrera, G., Bernal–Ortega P., López, J. and Verdejo, R., “Elastómeros dieléctricos para su uso como actuadores o músculos artificiales,” *Revista de plásticos modernos*, vol. 109 (698), 14–17, (2015).
- [6] Billmeyer, F., [Ciencia de los polímeros], Editorial Reverte, segunda edición, Estados Unidos, 3–20, (2004).
- [7] López–Serrano, F. and Mendizábal, E., [Introducción a la ciencia de los polímeros], Universidad de Guadalajara, México, 2–8, (2015).
- [8] European Centre for Ecotoxicology and Toxicology of Chemicals, [Linear Polydimethylsiloxanes], ECETOC AISBL, segunda edición, Bélgica, 5–8, (2011).
- [9] Mark, J., Allcock, H. and West, R., [Inorganic Polymers], Oxford University Press, segunda edición, Reino Unido, 154–165, (2005).
- [10] Mata, A., Fleischman, A. and Roy, S., “Characterization of Polydimethylsiloxane (PDMS) Properties for Biomedical Micro/Nanosystems,” *Biomedical Microdevices*, vol. 7, 28–293, (2005).

- [11] Yang, S. and Jiang K., “Elastomer Application in Microsystem and Microfluidics,” [Advanced Elastomers], INTECH, 203–222, (2012).
- [12] Friend, J. and Yeo, L., “Fabrication of microfluidic devices using polydimethylsiloxane,” *Biomicrofluidics*, vol. 4 (026502), 1–5, (2010).
- [13] Abhinkar, B., (2007), Modeling and Development of Fabrication Method for Embedding Membrane Based Microvalve in Bulk Microfluidic Device, (Thesis Master of Science in Industrial Engineering), Oregon State University, Estados Unidos.
- [14] Yoo, J., Moon, M., Choi, Y., Kang, C. and Kim, Y., “A high performance microfluidic system integrated with the micropump and microvalve on the same substrate,” *Microelectronic Engineering*, vol. 83, 1684–1687, (2006).
- [15] Wessling, M., Lopez, M. and Strathmann, H., “Accelerated plasticization of thin-film composite membranes used in gas separation,” *Separation and Purification Technology*, vol. 24, 223–233, (2001).
- [16] Lowder, T., Gordon, J., Schultz, S. and Selfridge R., “Volatile organic compound sensing using a surfacerelief D-shaped fiber Bragg grating and a polydimethylsiloxane layer,” *Optics Letters*, vol. 32 (17), 2523–2525, (2007).
- [17] Lécluse, A., Chao, S. and Meldrum, D., “Embedding off-the-shelf filter in PDMS chip for microbe sampling,” *Microfluid Nanofluid*, vol. 11, 221–225, (2011).
- [18] Ren, H. and Wu, S., “Variable–focus liquid lens by changing aperture,” *Applied Physics Letters*, vol. 86, 1–3, (2005).
- [19] Lin, W., Chen, A., Huang, K., and Wang Y., [Design and fabrication of soft zoom lens applied in robot vision], INTECH, Ales Ude, China, 1–12, (2010).
- [20] Jo, B., Van Lerberghe, L., Motsegood, K. and Beebe, D., “Three–dimensional micro–channel fabrication in Polydimethylsiloxane (PDMS) Elastomer,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 9 (1), 76–81, (2000).

- [21] Schneider, F., Fellner, T., Wilde, J. and Wallrabe, U., “Mechanical properties of silicones for MEMS,” *Journal of micromechanics and microengineering*, vol. 18, 1–9, (2008).
- [22] Ruhhammer, J., Zens, M., Goldschmidtboeing, F., Seifert, A. and Woias, P., “Highly elastic conductive polymeric MEMS,” *Science and Technology of Advanced Materials*, vol. 16, 1–10, (2015).
- [23] Fuh, Y., Hsu, K., Lin, M. and Fan, J., “Characterization of adjustable fluidic lenses and capability for aberration correction of defocus and astigmatism,” *Optik*, vol. 124, 706–709, (2013).
- [24] Roh, C., Lee, J. and Kang, C., “Physical Properties of PDMS (Polydimethylsiloxane) microfluidic devices on fluid behaviors: various diameters and shapes of periodically – embedded microstructures,” *materials*, vol. 9 (836), 1–15, (2016).
- [25] Esquivel, M., (2011). Síntesis, caracterización y aplicaciones de materiales periódicos mesoporosos organosilícicos. (Tesis para obtener el grado de doctor), Universidad de Córdoba, España.
- [26] Cabriales, A., (2015). Estudio de microestructuración del polidimetilsiloxano por grabado laser y sus aplicaciones. (Tesis para obtener el grado de licenciado en física), UNAM, Mexico.
- [27] Mora, O., (2016). Diseño y fabricación de una microválvula para sistemas Lab-on-a-Chip. (Tesis para obtener el grado de ingeniero mecánico), UNAM, México.
- [28] Lee, S. W. and Lee, S. S., “Shrinkage ratio of PDMS and its alignment method for the wafer level process,” *Springer*, vol. 14, 205–208, (2008).
- [29] Feng, G. and Chou Y., “Fabrication and characterization of optofluidic flexible meniscus–biconvex lens system,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 156, 342–349, (2009).
- [30] Santiago–Alvarado, A., Cruz–Félix, A., Hernández–Méndez, A. and Pérez–Maldonado, Y., “Design and characterization of a tunable opto-mechatronic system to mimic the focusing

and the regulation of illumination in the formation of images made by the human eye,” *Micro and Nanotechnology Sensors, Systems, and Applications VII*, vol. 9467 (94671Y), 1–8, (2015).

[31] Goldstein, J., [Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis], Kluwer Academic/Plenum Publishers, tercera edición, Estados Unidos, 17–18, (2003).

[32] Rodríguez, R., Pérez, A., García, J., Garrido, B. and Morante, J., “Modificación de las propiedades ópticas y mecánicas de polímeros mediante implantación iónica,” *boletín de la sociedad española de Cerámica y Vidrio*, vol. 39 (9), 449 – 452, (2000).

[33] Ruiz, G., Montoya, C. and Paniagua, M., “Degradabilidad de un polímero de almidón de yuca”, *Revista EIA*, vol., 12, 67 – 78, (2009).

[34] Lotters, J., Olthuis, W., Veltink, P. and Bergveld, P., “The mechanical properties of the rubber elastic polymer polydimethylsiloxane for sensor applications,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 7, 145–147, (1997).

[35] Huang, C., Bian, Z., Fang, C., Zhou, X. and Song, J., “Experimental and Theoretical Study on Mechanical Properties of Porous PDMS,” *Journal of Applied Mechanics*, vol. 85 (4), 1–10, (2018).

[36] Wang, Z., (2011). Polydimethylsiloxane mechanical properties measured by macroscopic compression and nanoindentation techniques. (Thesis of Master of Science in Mechanical Engineering), University of South Florida, Estados Unidos.

[37] Lee, W., Yeo, K., Andriyana, A., Shee, Y. and Mahamd – Adikan, F., “Effect of cyclic compression and curing agent concentration on the stabilization of mechanical properties of PDMS elastomer,” *Materials and Design*, vol. 96, 470–475, (2016).

[38] Callister, W., [Introducción ciencia e ingeniería de los materiales], Editorial Willey, Estados Unidos, 524–563, (2009).

[39] Askeland, D., Pradeep, P. and Wendelin J., [Ciencia e ingeniería de materiales], Editorial Thomson, Estados Unidos, 10–634, (2014).

- [40] Groover, M., [Fundamentos de manufactura moderna], McGraw Hill, Estados Unidos, 147–173, (2007).
- [41] Montes, J., Cuevas, F. and Cintas, J., [Ciencia e ingeniera de los materiales], Paraninfo, España, 1–126, (2014).
- [42] López, F., [Fundamentos de Polímeros], Escuela Venezolana para la Enseñanza de la Química, Venezuela, 1–55, (2004).
- [43] Climent–Montoliu, F., “Biomateriales I. Clasificación de los materiales,” Revista de la real academia de medicina de Catalunya, vol. 3, 139 – 151, (1993).
- [44] Carey, F. and Giuliano, R., [Química orgánica], Editorial McGraw Hill, novena edición, Estados Unidos, 1129–1130, (2014).
- [45] Greenwood, N. and Earnshaw, A., [Chemistry of the elements], Butterworth Heinemann, segunda edición, Reino Unido, 361–366, (2014).
- [46] Harper, C., [Handbook of plastics, elastomers and composites], McGraw Hill, cuarta edición, Estados Unidos, 224, (2004).
- [47] Kim, S., Cherney, E. and Hackam, R., “The loss and recovery of hydrophobicity of RTV silicone rubber insulator coatings,” IEEE Transactions on Power Delivery, vol. 5, 1491–1500, (1990).
- [48] Wu, J., Pike, R., Wong, C., Kim, N. and Tanielian, M., “Evaluation and characterization of reliable non–hermetic conformal coatings for microelectromechanical system (MEMS) device encapsulation,” IEEE Transactions on advanced packaging, vol. 23, 721–728, (2000).
- [49] Alnaimat, F., Shepherd, D. and Dearn, K., “Crack growth in medical–grade silicone and polyurethane ether elastomers ,” Polymer Testing, vol. 62, 225–234, (2017).
- [50] Santiago, A. and Vásquez, S., “Propiedades físico–químicas de membranas PDMS empleadas en lentes líquidas,” Superficies y vacío, vol. 22(3), 61–66, (2009).

- [51] Goddard, E. and Gruber J., [Principles of Polymer Science and Technology in Cosmetics and Personal Care], Marcel Dekker, Inc., Estados Unidos, 290–330, (1999).
- [52] Fitzgerald, R., [Mecánica de materiales], Editorial Alfaomega, Estados Unidos, 5–18, (1996).
- [53] Gere, J. and Timoshenko, S., [Mecánica de materiales], Springer, tercera edición, Estados Unidos, 16–19, (1991).
- [54] Davis, J., [Tensile Testing] ASM International, segunda edición, Estados Unidos, 1–7, (2004).
- [55] Gallego, P. and Claros, R., (2007). Diseño mecánico de una máquina universal de ensayos para polímeros. (Tesis para obtener el grado de tecnólogo mecánico), Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia.
- [56] Beer, F., Johnston, E., Dewolf, J. and Mazurek, D., [Mecánica de materiales], Editorial McGraw Hill, quinta edición, Estados Unidos, 7–95 (2009).
- [57] Ortiz, L., [Resistencia de materiales], McGraw Hill, tercera edición, España, 20–25, (2007).
- [58] Lautrup, B., [Physics of Continuous Matter], CRC Press, segunda edición, Estados Unidos, 125–130, (2011).
- [59] Koh, I., López, A., Helgason, B. and Ferguson, S., “The compressive modulus and strength of saturated calcium sulphate dihydrate cements: Implications for testing standards,” *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, vol. 34, 187–198, (2014).
- [60] Armani, D., Liu, C. and Aluru, N., “Re-configurable fluid circuits by PDMS elastomer micromachining,” *IEEE*, vol. 7803, 222–227, (1999).
- [61] Wang, Z., Volinsky, A. and Gallant N., “Crosslinking Effect on Polydimethylsiloxane Elastic Modulus Measured by Custom-Built Compression Instrument,” *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 41050, 1–4, (2014).

- [62] Johnston, I., McCluskey, D., Tan, C. and Tracey M., “Mechanical characterization of bulk Sylgard 184 for microfluidics and microengineering,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 24, 0350171–0350177, (2014).
- [63] Sultanova, N., Kasarova, S. and Nikolov, I., “Characteristics of Optical Polymers in the Design of Polymer and Hybrid Optical Systems,” *Bulgarian Journal of Physics*, vol. 40, 258–264, (2013).
- [64] Bäumer, S., [Handbook of plastics optics], Editorial Wiley, Alemania, 109–114, (2005).
- [65] Hecht, E., [Óptica], Editorial Pearson, Estados Unidos, 38–143, (1999).
- [66] Seymour, R. and Carraher, C., [Introducción a la química de los polímeros], Editorial Reverte, Estados Unidos, 148–152, (1999).
- [67] Newell, J., [Ciencia de Materiales aplicaciones en ingeniería], Editorial Alfaomega, Estados Unidos, 264–268, (2010).
- [68] Griffiths, D., [Introduction to electrodynamics], Prentice Hall, tercera edición, Estados Unidos, 384–387, (1999).
- [69] Perkampus, H., [UV–Vis Spectroscopy and its applications], Springer–Verlag, Alemania, 1–6, (1992).
- [70] Owen, A., [Fundamentos de la espectroscopia UV–Visible moderna], Agilent Technologies, Alemania, 16–18, (2000).
- [71] David, A., Chang-Yen, Richard, K. and Gale, B., “A Monolithic PDMS Waveguide System Fabricated Using Soft-Lithography Techniques,” *Journal of Lightwave Technology*, vol. 23(6), 2088–2093, (2005).
- [72] Álvarez – Herrero, A., (2002). Caracterización elipsométrica de materiales dieléctricos de aplicación en el desarrollo de sensores evanescentes de fibra óptica para el sector aeroespacial. (Tesis doctoral), Universidad Complutense de Madrid, España.

- [73] Qiu, W., (2012). PDMS Based Waveguides for Microfluidics and EOCB. (Thesis Master of Science in Mechanical Engineering), Louisiana State University, Estados Unidos.
- [74] Enríquez, A., (2016). Cálculo de segundo y tercer orden de la dispersión de velocidad de grupo en un compresor de prismas para pulsos de femtosegundos, (Tesis para obtener el título de ingeniero en Telecomunicaciones), Universidad Nacional Autónoma de México, México.
- [75] Lee, J., Kim, J., Kim, H., Min Bae, Y., Lee, K. and Cho, H., “Effect of thermal treatment on the chemical resistance of polydimethylsiloxane for microfluidic devices,” *Journal of micromechanics and microengineering*, vol. 23, 1–7, (2013).
- [76] Cai, D., Neyer, A., Kuckuk, R. and Heise, H., “Raman, mid-infrared, near-infrared and ultraviolet–visible spectroscopy of PDMS silicone rubber for characterization of polymer optical waveguide materials,” *Journal of Molecular Structure*, vol. 976, 274–281, (2010).
- [77] Olsen, E., [Métodos ópticos de análisis], Editorial Reverte, Estados Unidos, 1–4, (1990).
- [78] González – Cantellano, M. and Montaña – Zetina, L., “La espectroscopia y su tecnología: Un repaso histórico y su importancia para el siglo XXI,” *Latin – American Journal of Physics Education*, vol. 9 (4), 1–14, (2015).
- [79] Castro, J., Villanueva, A. and Ortiz, C., “Espectroscopia Raman y sus aplicaciones,” *Óptica pura y aplicada*, vol. 46, 83–95, (2013).
- [80] Ruiz, J., (2012). Reconocimiento de Picos y Eliminación de Ruidos de Espectros Raman de Muestras Químicas y Biológicas, (Tesis para obtener el título de maestro en ciencias con especialidad en óptica), Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica, México.
- [81] DeCusatis, C., [Fiber Optic Essentials], Elsevier, Estados Unidos, 4–8, (2006).
- [82] Wang, T., Mallidi, S., Qiu, J., Ma, L., Paranjape, A., Sun, J., Kuranov, R., Johnston, K., and Milner T., “Comparison of pulsed photothermal radiometry, optical coherence tomography and ultrasound for melanoma thickness measurement in PDMS tissue phantoms,” *Journal of biophotonics*, vol. 4(5), 335–344, (2010).

- [83] Iturralde, M., [Dictionary and handbook of nuclear medicine and clinical imaging], CRC Press, Estados Unidos, 218–219, (1990).
- [84] Boyd, S., Brancato, R. and Straatsma, B., [Optical Coherence Tomography atlas and text], Jaypee - Highlights Medical Publishers, Inc., Estados Unidos, 1–6, (2009).
- [85] Bouma, B. and Tearney G., [Handbook of Optical Coherence Tomography], Marcel Dekker, Inc., Estados Unidos, 1–3, (2002).
- [86] Schneider, F., Draheim, J., Kamberger, R. and Ulrike, W., “Process and material properties of polydimethylsiloxane (PDMS) for Optical MEMS,” *Sensors and Actuators A: Physical*; vol. 151, 95–99, (2009).
- [87] Cruz, A., Santiago, A., Iturbide, F. and Licona, B., “Physical–chemical properties of PDMS samples used in tunable lenses,” *International Journal of Engineering Science and Innovative Technology (IJESIT)*, vol. 3, 563–571, (2014).
- [88] Shaw, D. and Sun, T., “Optical properties of variable–focus liquid–filled optical lenses with different membrane shapes,” *Optical Engineering*, vol. 46 (2), 1–6, (2007).
- [89] Kingslake, R. and Johnson, B., [Lens design fundamentals], SPIE Press, segunda edición, Reino Unido, 25–27, (2010).
- [90] Gettys, E., Keller, F. and Skove, M., [Física para ciencias e ingeniería vol. II], McGraw Hill, segunda edición, Estados Unidos, 865–872, (2005).
- [91] Malacara, D., [Óptica básica], Conaculta, 30–111, (1989).
- [92] Born, M., and Wolf, E., [Principios De Óptica: teoría electromagnética], McGraw Hill, segunda edición, Estados Unidos, 865–872, (2005).
- [93] Halliday, D., Resnick, R. and Krane, K., [Física vol. 2], Continental, cuarta edición, Estados Unidos, 377–383, (1992).

- [94] Ren, H. and Wu, S., [Introduction to Adaptive Lenses], Wiley, Estados Unidos, 15–22, (2012).
- [95] Santiago, A., González, J., Iturbide, F., Campos, M., Cruz, V. and Rafferty, P., “Simulating the functioning of variable focus length liquid – filled lenses using the finite element method (FEM),” *Optik*, vol. 124, 1003–1010, (2013).
- [96] Santiago, A., González, J., Iturbide, F., López, A., Cruz V. and Castro–González, G., “Lentes sintonizables y sus aplicaciones,” *Temas de ciencia y tecnología*, vol. 15 (45), 31–40, (2011).
- [97] Santiago–Alvarado, A., Vazquez–Montiel, S., Campos, Muñoz–Lopez, J., Cruz – Martinez, V., Diaz – González, G., and Campos – Garcia, M., “Comparison between liquid and solid tunable focus lenses,” *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 24, 1–10, (2011).
- [98] Moran, P., Dharmatileke, S., Khaw, A., Tan, K., and Chan, M., “Fluidic lenses with variable focal length,” *Applied Physics Letters*, vol. 88 (041120), 1–3, (2006).
- [99] Choi, J., Son, H., and Lee, Y., “Biomimetic variable-focus lens system controlled by winding-type SMA actuator,” *Optical Society of America*, vol. 17 (10), 8152–8164, (2009).
- [100] Liebetraut, P., Petsch, S., Mönch, W. and Zappe, H., “Tunable solid–body elastomer lenses with electromagnetic actuation,” *Optical Society of America*, vol. 50 (19), 3268–3274, (2011).
- [101] González–García, J., Iturbide–Jiménez, F., Santiago–Alvarado, A. and Castillejos–Reyes, V., “Rediseño, análisis y simulación mecánica del comportamiento de una lente sólida elástica SEL de apertura máxima,” *Revista Mexicana de Física*, vol. 59, 545–553, (2013).
- [102] Beadie, G., Sandrock, M., Wiggins, M., Lepkowicz, R., Shirk, J., Ponting, M., Yang, Y., Kazmierczak, T., Hiltner, A., and Baer, E., “Tunable polymer lens,” *Optical Society of America*, vol. 16 (16), 11847 – 11857, (2008).

- [103] Mahajan, V., [Aberration Theory Made Simple], SPIE Press, segunda edición, Estados Unidos, 1–2, (2011).
- [104] Navarrete, M., (1994). Interferómetro de fibra óptica de tres brazos. Aplicación para el desarrollo de un sensor de presión, (Memoria para optar por el grado de Doctora en ciencias físicas), Universidad Complutense de Madrid, España.
- [105] Toker, G., [Holographic Interferometry a Mach–Zehnder approach], CRC Press, Estados Unidos, 1–5, (2012).
- [106] Santiago–Alvarado, A., Vazquez–Montiel, S., Granados–Agustín, F., Gonzalez–Garcia, J., Rueda – Soriano, E. and Campos–Garcia, M., “Measurement of aberrations of a solid elastic lens using a point-diffraction interferometer,” *Optical Engineering*, vol. 49 (12), 1–9, (2010).
- [107] Zhao, L., Guo, W., Li, X., and Chen, I., “Reference–free Shack–Hartmann wavefront sensor,” *Optics Letters*, vol. 36 (15), 2752–2754, (2011).
- [108] Tomás–Juan, J., “Aberrometría ocular: aplicaciones clínicas y limitaciones de los sensores de frente de onda,” *Ciencia y Tecnología para la Salud Visual y Ocular*, vol. 12 (1), 93–105, (2014).
- [109] Mahajan, V., [Optical imaging and aberrations part III Wavefront analysis], SPIE Press, Estados Unidos, 383–384, (2013).
- [110] Geary, J., [Introduction to Wavefront sensors], SPIE Press, Estados Unidos, 89–102, (1995).
- [111] Liebetraut, P., Petsch, S., Liebeskind, J. and Zappe, H., “Elastomeric lenses with tunable astigmatism,” *Science & Applications*, vol. 2, 1–6, (2013).
- [112] Cho, H, [Optomechatronics fusion of optical and mechatronic engineering], CRC Press, Estados Unidos, 8–13, (2006).

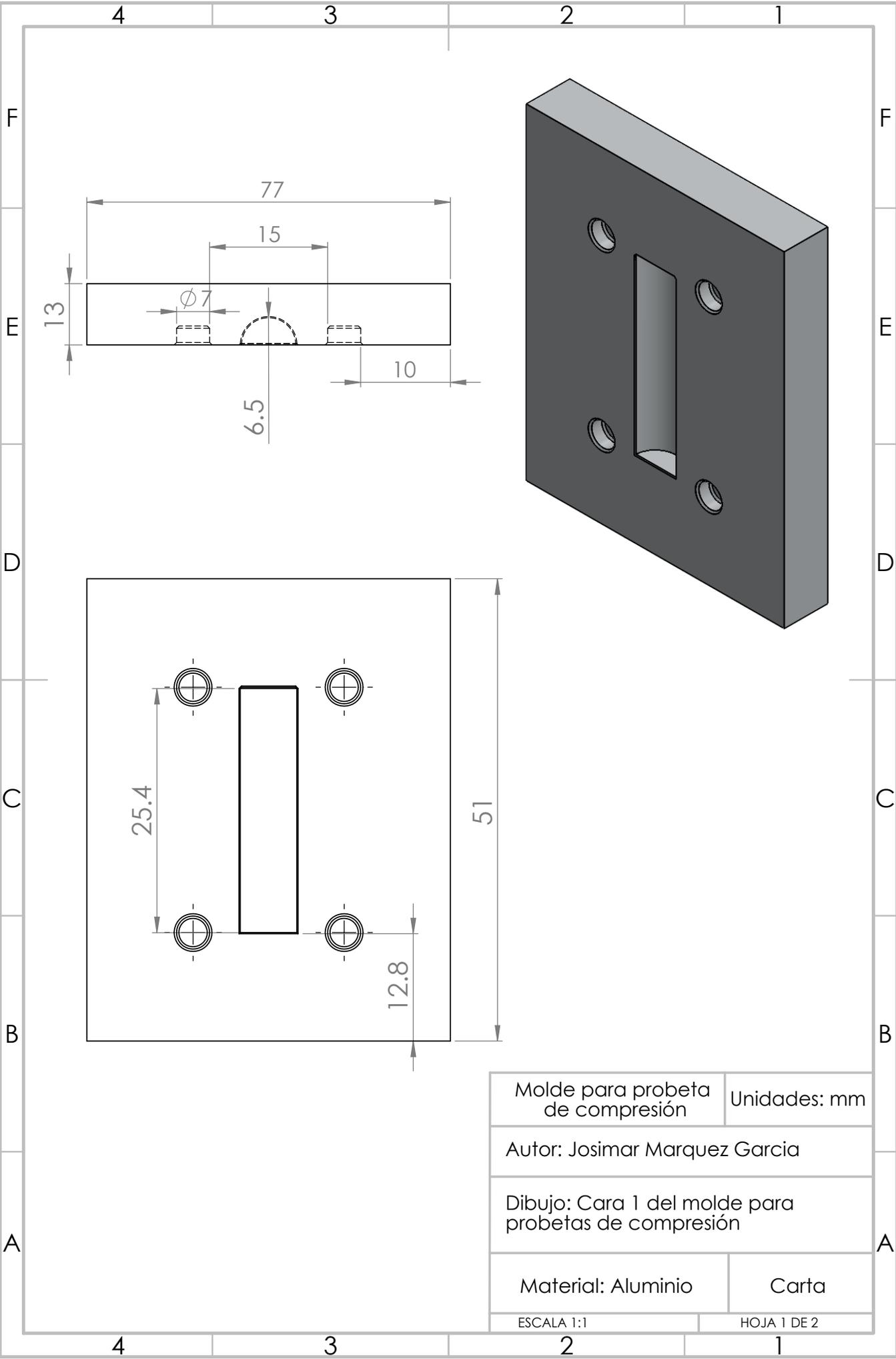
- [113] Cho, H., [Opto–mechatronic systems handbook Techniques and Applications], CRC Press, Estados Unidos, 1–10, (2003).
- [114] Choi, J., Son, H., and Lee, Y., “Design of biomimetic robot–eye system with single vari–focal lens and winding–type SMA actuator,” International conference on control, automation and systems 2008, 2533 – 2537, (2008).
- [115] Dow Corning, Datasheet Sylgard 184 Silicone Elastomer, (2014).
- [116] Liu, M., Sun, J. and Chen, Q.,” Influences of heating temperature on mechanical properties of polydimethylsiloxane,” Sensors and Actuators A: Physical, vol. 151, 42–45, (2009).
- [117] Standard Method Tension Testing of Vulcanized Rubber, ASTM International, 92–102, (1969).
- [118] Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics (D695), ASTM International, 1–8, (1969).
- [119] OHAUS, AdventurerTM balances AX423 instruction manual (2017).
- [120] JEIO TECH, Operation manual model OF–12, (2014).
- [121] González, H. and Vidal, M.,” Caracterización del aluminio para la fabricación de insertos de moldes de inyección de plásticos,” Quinto Congreso Cubano de Ingeniería Mecánica y Metalurgia, vol. 3, 7–11, (2008).
- [122] Picas, J., Guasch, J., Forn, A., Castaño, A., and Ruperez, E.,”Nuevos materiales base aluminio para moldes de inyección de plásticos,” Anales de Mecánica de la Fractura, vol. 1, 311–316, (2006).
- [123] <https://www.privarsa.com.mx/pulido-de-moldes-para-la-inyeccion-de-plastico/>. Última visita, 18 de junio de 2018.
- [124]<http://www.interempresas.net/Plastico/Articulos/22205-Nuevas-tecnologias-para-el-pulido-de-materiales-de-acero.html>. Última revisión, 18 de junio de 2018.

- [125] <https://es.wikihow.com/pulir-aluminio>. Última revisión, 21 de noviembre de 2018.
- [126] Shimadzu, Autograph AG–IS series, manual, (2016).
- [127] Kuo, A., [Polymer Data Handbook (Polydimethylsiloxane)], Oxford University Press, 411–435, (1999).
- [128] Folch, A., [Introduction to BioMEMS], CRC Press, 1–24, (2013).
- [129] <http://www.gysinpo.com/products/Others/2014/0829/WY1A.html>. Última revisión 18 de junio de 2018.
- [130] UNICAM, UV Series user manual, (2000).
- [131] THORLABS, Spectral Radar OCT operating manual, (2007).
- [132] Ocean Optics, QE65000 scientific–grade spectrometer operating manual, (2010).
- [133] <http://www.pce-iberica.es/medidor-detalles-tecnicos/instrumento-deoptico/refractometro-abbe-2waj.htm>. Última revisión octubre de 2017.
- [134] Gardiner, D. and Graves, P., [Practical Raman Spectroscopy], Springer–Verlag Berlin Heidelberg, 2–12, (1989).
- [135] Gross, H., [Handbook of Optical Systems: Vol. 4 Survey of Optical Instruments], WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 1–5, (2008).
- [136] Fisher, R., “The elastic constants of the human lens,” *Journal of Physiology*, vol. 212, 147–180, (1971).
- [137] Artigas, J., Felipe, A., Navea, A., Fandiño, A. and Artigas, C., “Spectral transmission of the human crystalline lens in adult and elderly persons: color and total transmission of visible light,” *Investigative Ophthalmology & Visual Science*, vol. 53 (7), 4076–4084, (2012).
- [138] THORLABS, Operation Manual, WFS150–5C (/M), 49–50, (2018).

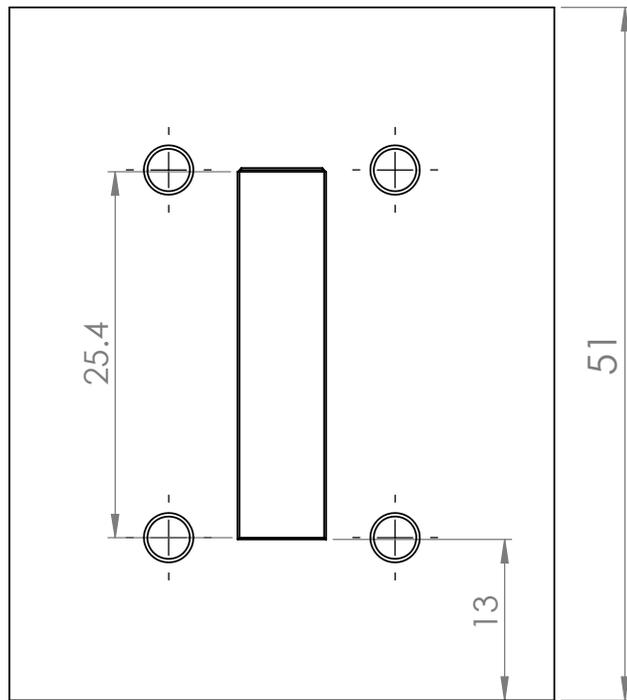
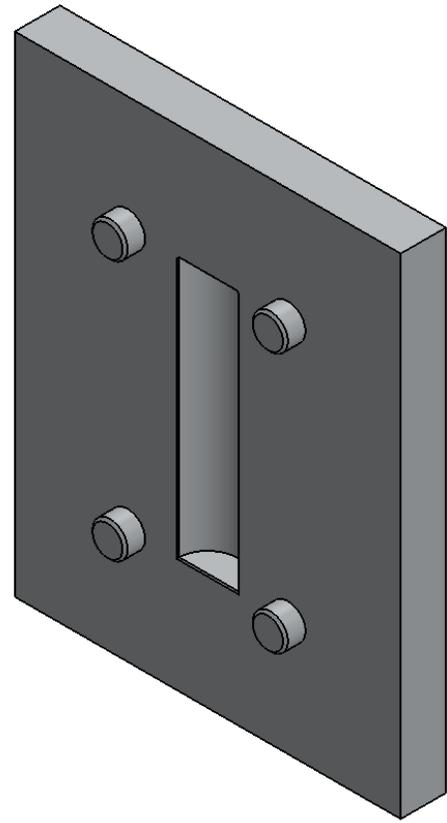
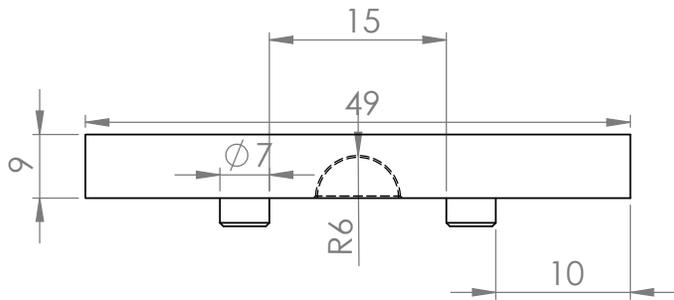
- [139] Wang, S., Kallur, A. and Goshu, A., “Fabrication and Characterization of PDMS thin film,” SPIE, vol. 7935, 793501–793506, (2013).
- [140] Park, J., Cabosky, R., Ye, Z. and Kim, I., “Investigating the mechanical and optical properties of thin PDMS film by flat-punched indentation,” *Optical Materials*, vol. 85, 153–161, (2018).
- [141] Lamberti, A., Di Donato, M., Chiappone, A., Giorgis, F. and Canavese, G., “Tunable electromechanical actuation in silicone dielectric film,” *Smart Materials and Structures*, vol. 23 (105001), 1–8, (2014).
- [142] Ana, U., Critchlow, G., Ford, K., Godfrey, N., Grandy, D. and Spence, M., “A preliminary investigation into the apparent adhesive effect of stearic acid on cured silicone elastomer,” *International Journal of Adhesion & Adhesives*, vol. 30, 781–788, (2010).
- [143] Durkin, A., Ediger, M. and Pettit, G., “Quantification of Polydimethylsiloxane concentration in turbid samples using Raman spectroscopy and the method of partial least squares,” *Lasers Medical Science*, vol. 13, 32–41, (1998).
- [144] Colthup, N. and Daly, L., [Introduction to Infrared and Raman spectroscopy], Academic Press, Estados Unidos, 350–370, (1990).
- [145] Santiago-Alvarado, A., Cruz-Félix, A., Iturbide-Jiménez, F., Martínez-López, M., Ramírez-Como, M., Armengol-Cruz, V. and Vásquez-Báez, I., “Design and analysis of an adaptive lens that mimics the performance of the crystalline lens in the human eye,” SPIE, vol. 9192, 1–9, (2014).
- [146] Svelto, O., [Principles of lasers], Springer, quinta edición, Italia, 150–161, (2010).
- [147] Saleh, B. and Teich, M., [Fundamentals of Photonics], Wiley, Estados Unidos, 81–93, (1991).

ANEXOS A:

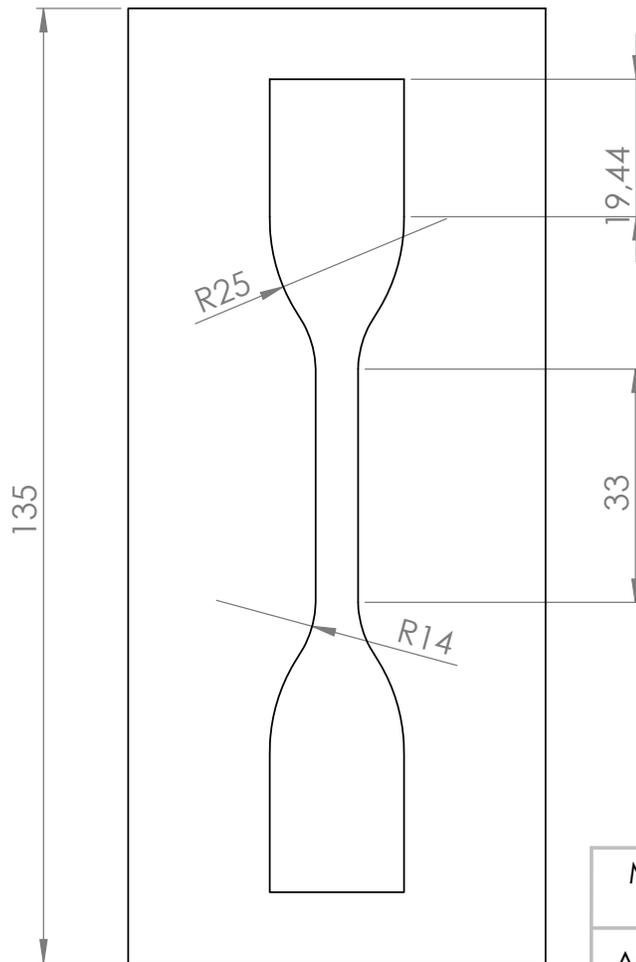
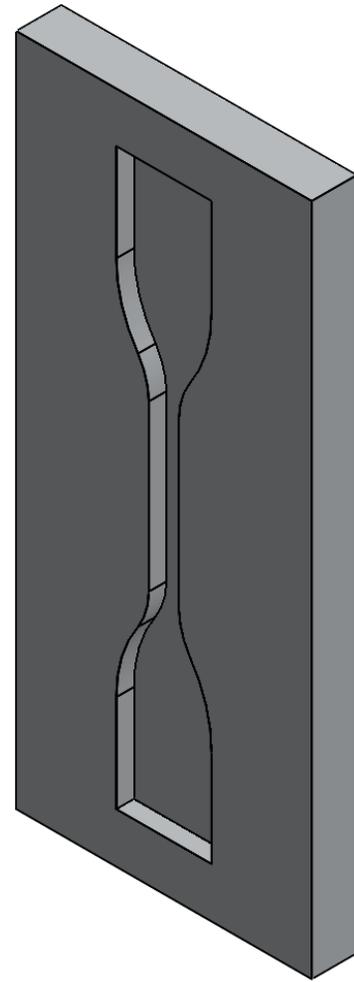
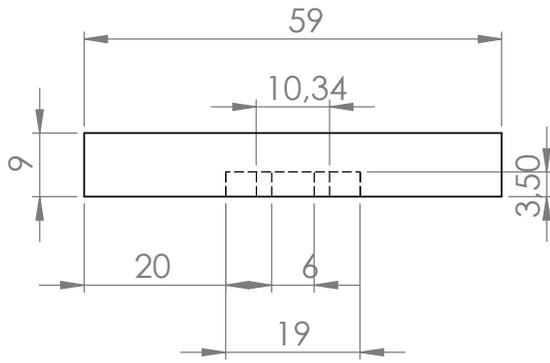
Planos de manufactura de los moldes para la elaboración de elementos con PDMS.



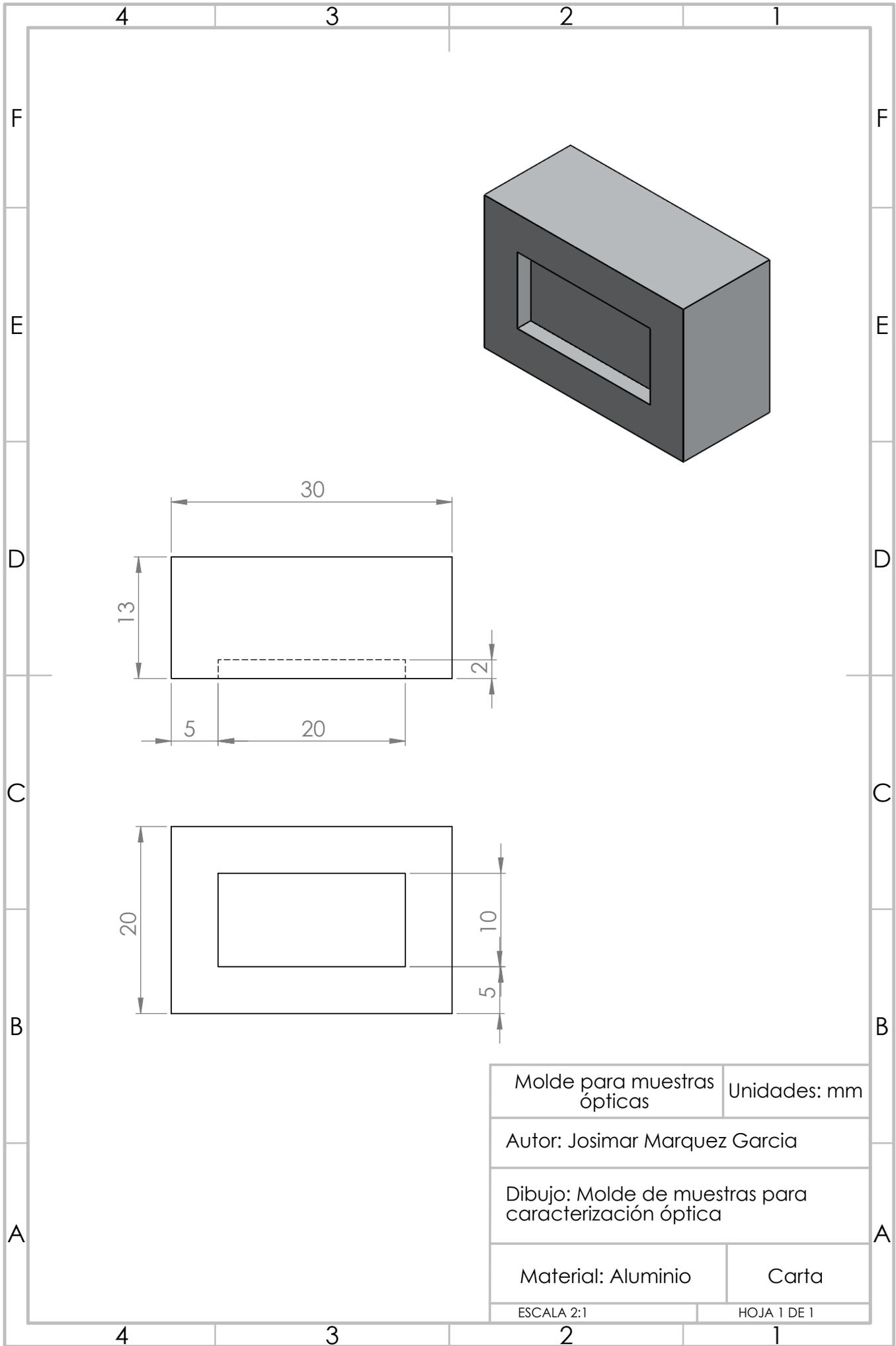
Molde para probeta de compresión	Unidades: mm
Autor: Josimar Marquez Garcia	
Dibujo: Cara 1 del molde para probetas de compresión	
Material: Aluminio	Carta
ESCALA 1:1	HOJA 1 DE 2



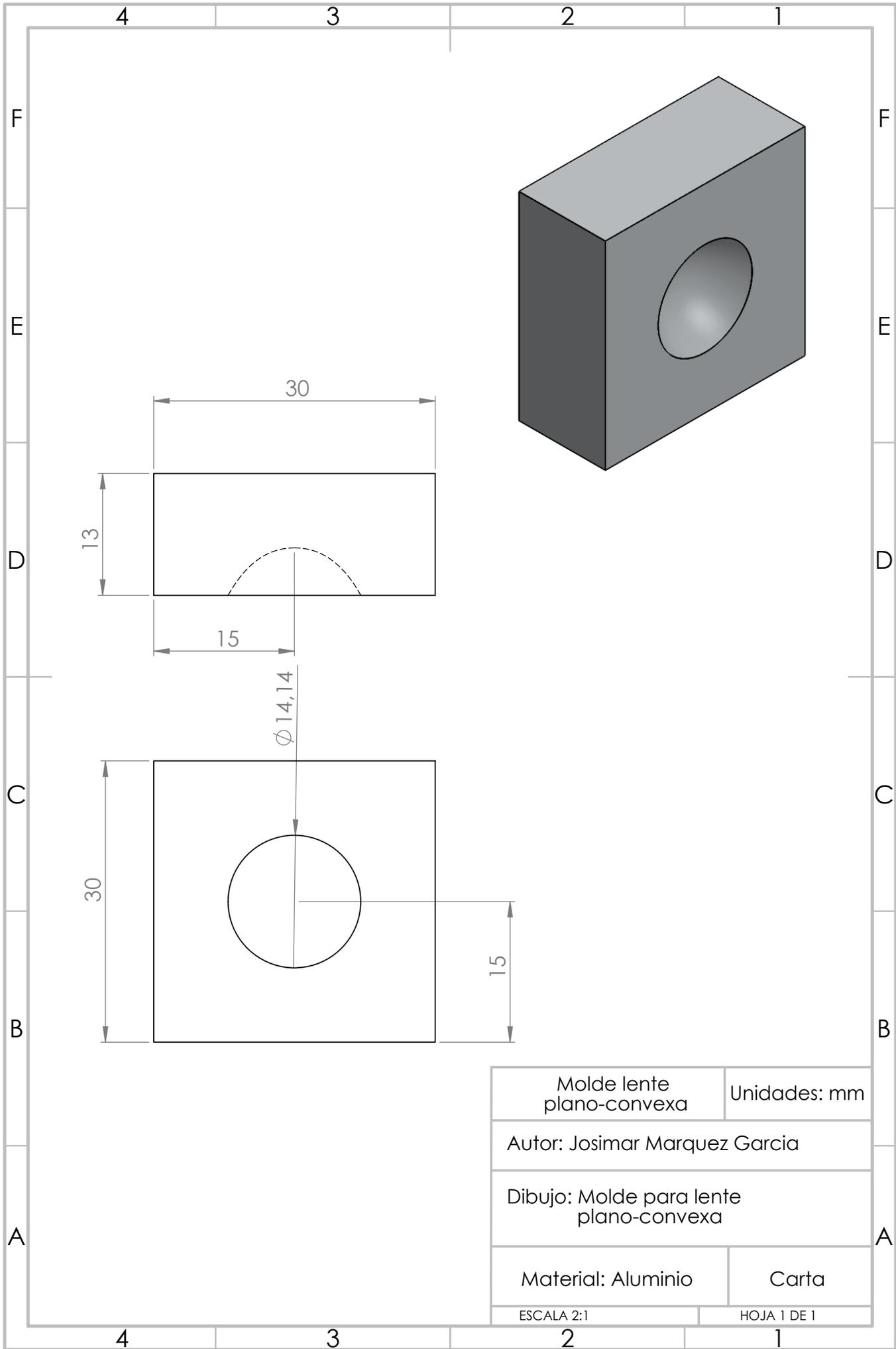
Molde para probeta de compresión	Unidades: mm
Autor: Josimar Marquez Garcia	
Dibujo: Cara 2 del molde para probetas de compresión	
Material: Aluminio	Carta
ESCALA 1:1	HOJA 2 DE 2



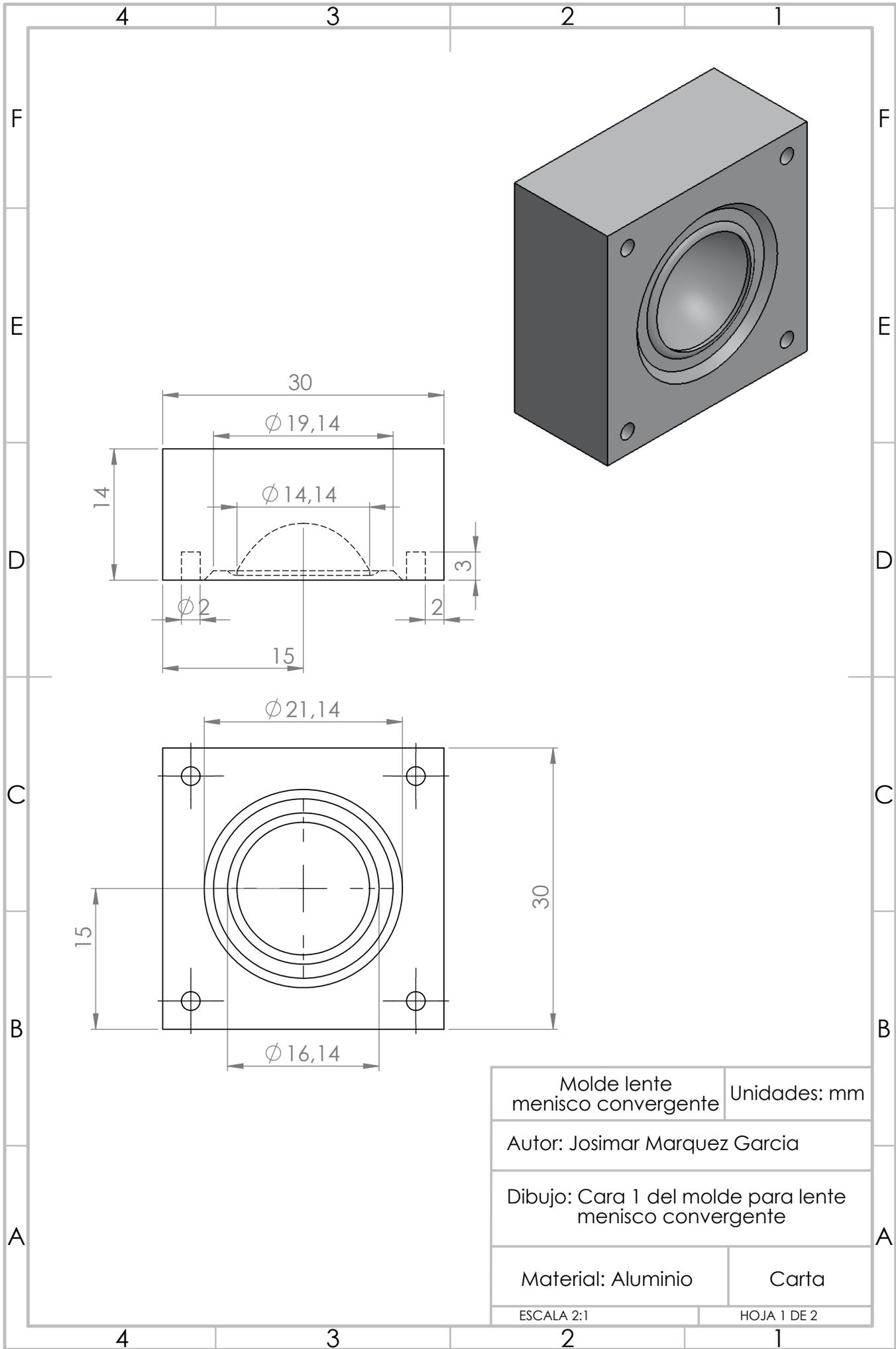
Molde para probeta de tracción	Unidades: mm
Autor: Josimar Marquez Garcia	
Dibujo: Molde para probetas de tracción	
Material: Aluminio	Carta
ESCALA 1:1	HOJA 1 DE 1



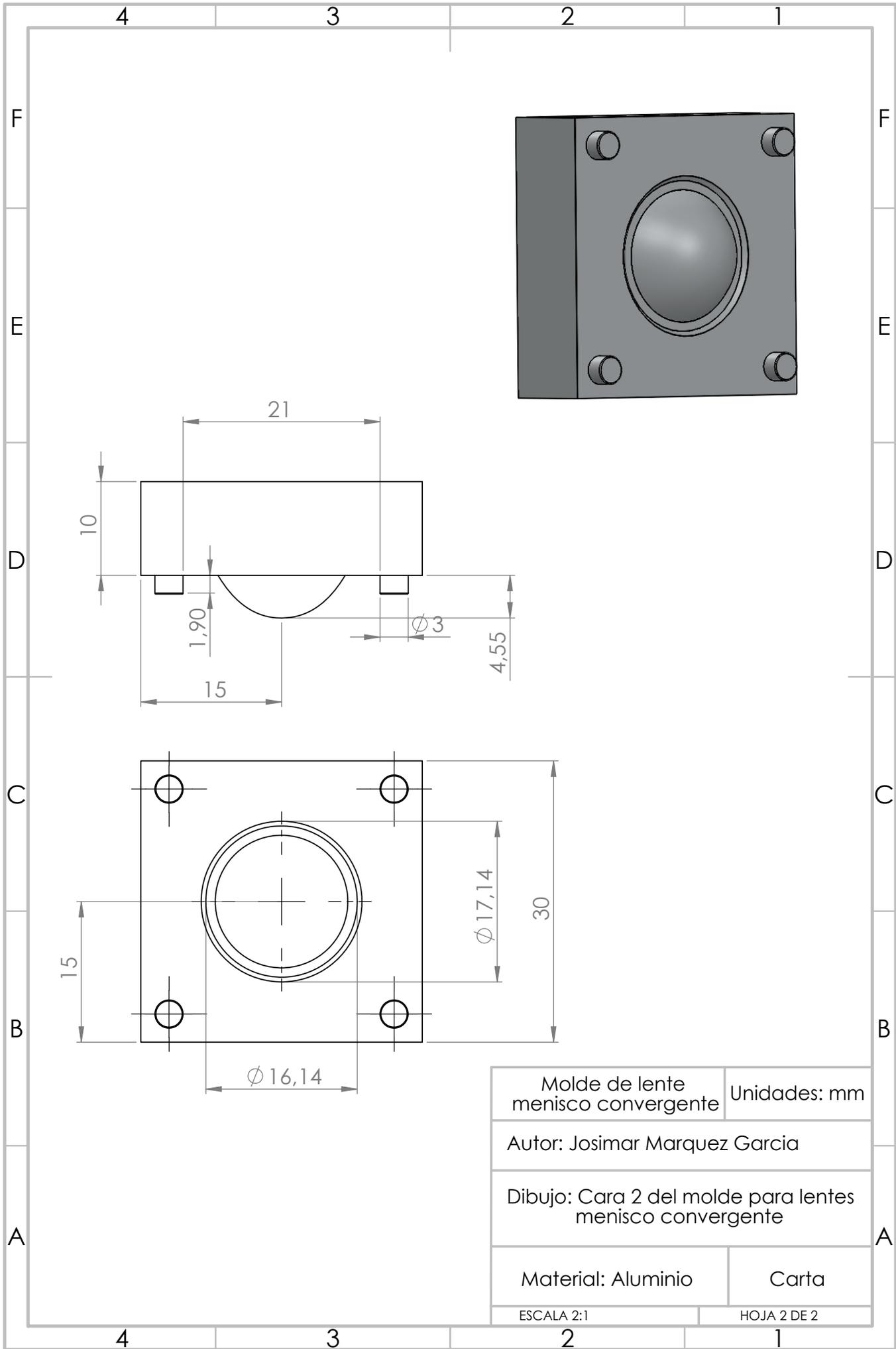
Molde para muestras ópticas	Unidades: mm
Autor: Josimar Marquez Garcia	
Dibujo: Molde de muestras para caracterización óptica	
Material: Aluminio	Carta
ESCALA 2:1	HOJA 1 DE 1



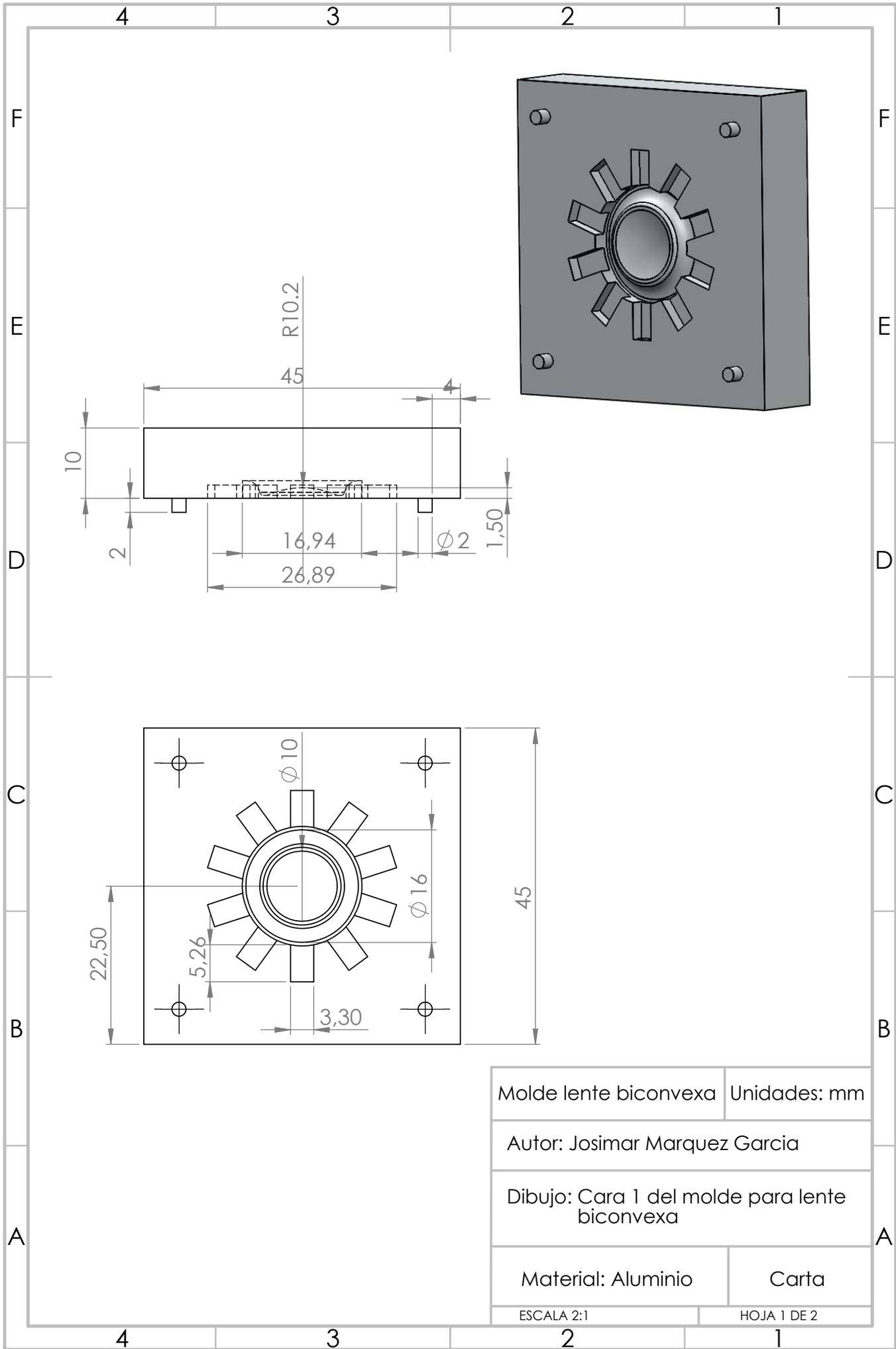
Molde lente plano-convexa	Unidades: mm
Autor: Josimar Marquez Garcia	
Dibujo: Molde para lente plano-convexa	
Material: Aluminio	Carta
ESCALA 2:1	HOJA 1 DE 1



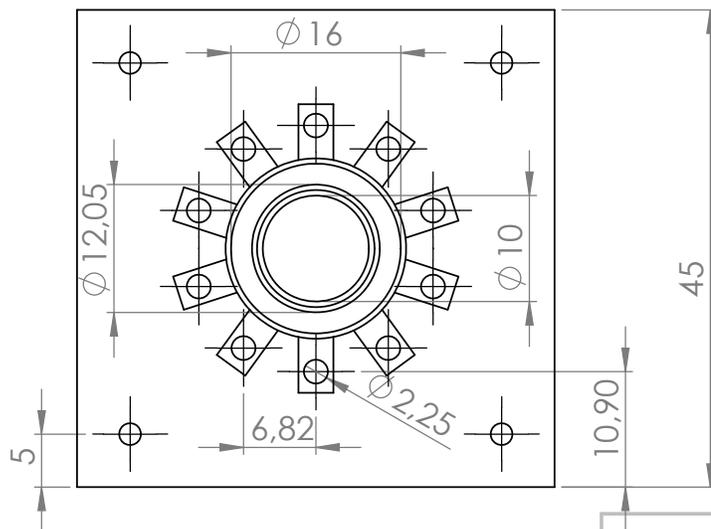
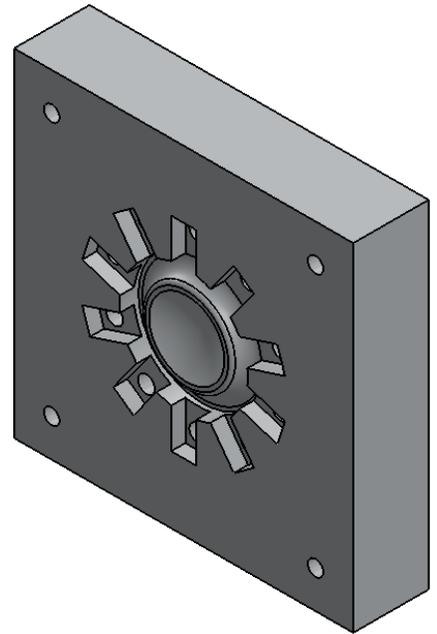
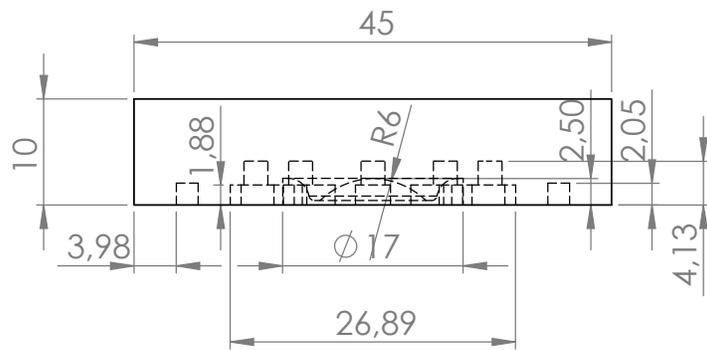
Molde lente menisco convergente	Unidades: mm
Autor: Josimar Marquez Garcia	
Dibujo: Cara 1 del molde para lente menisco convergente	
Material: Aluminio	Carta
ESCALA 2:1	HOJA 1 DE 2



Molde de lente menisco convergente	Unidades: mm
Autor: Josimar Marquez Garcia	
Dibujo: Cara 2 del molde para lentes menisco convergente	
Material: Aluminio	Carta
ESCALA 2:1	HOJA 2 DE 2



Molde lente biconvexa	Unidades: mm
Autor: Josimar Marquez Garcia	
Dibujo: Cara 1 del molde para lente biconvexa	
Material: Aluminio	Carta
ESCALA 2:1	HOJA 1 DE 2



Molde lente biconvexa Unidades: mm

Autor: Josimar Marquez Garcia

Dibujo: Cara 2 del molde para lente biconvexa

Material: Aluminio

Carta

ESCALA 2:1

HOJA 2 DE 2

ANEXOS B:

Publicaciones derivadas a partir de este trabajo de tesis.

PROCEEDINGS OF SPIE

[SPIDigitalLibrary.org/conference-proceedings-of-spie](https://spiedigitallibrary.org/conference-proceedings-of-spie)

Characterization of PDMS samples with variation of its synthesis parameters for tunable optics applications

Josimar Marquez-Garcia, Angel S. Cruz-Félix, Agustín Santiago-Alvarado, Jorge González-García

Characterization of PDMS samples with variation of its synthesis parameters for tunable optics applications

Josimar Marquez-Garcia, Angel S. Cruz-Félix*, Agustín Santiago-Alvarado, Jorge González-García
Technological University of the Mixteca, Physics and Mathematics Institute, Carretera a Acatlima
km 2.5, Huajuapán de León, Oax., C. P. 69000.

ABSTRACT

Nowadays the elastomer known as polydimethylsiloxane (PDMS, Sylgard 184), due to its physical properties, low cost and easy handle, have become a frequently used material for the elaboration of optical components such as: variable focal length liquid lenses, optical waveguides, solid elastic lenses, etc. In recent years, we have been working in the characterization of this material for applications in visual sciences; in this work, we describe the elaboration of PDMS-made samples, also, we present physical and optical properties of the samples by varying its synthesis parameters such as base: curing agent ratio, and both, curing time and temperature. In the case of mechanical properties, tensile and compression tests were carried out through a universal testing machine to obtain the respective stress-strain curves, and to obtain information regarding its optical properties, UV-vis spectroscopy is applied to the samples to obtain transmittance and absorbance curves. Index of refraction variation was obtained through an Abbe refractometer. Results from the characterization will determine the proper synthesis parameters for the elaboration of tunable refractive surfaces for potential applications in robotics.

Keywords: PDMS characterization, UV-vis spectra.

1. INTRODUCTION

Polydimethylsiloxane (PDMS, Sylgard 184), is a linear polymer that belongs to the compounds that are referred to as silicones [1-2], and has become a common material used for the fabrication of optical components due to its physical properties, some examples of these are: high transparency, transmittance up to 95 %, low cost, easy handle and non-toxicity, which make it ideal in its use in different fields such as: chemistry, biomedicine, physics and micro- and nano-technology.

The synthesis process (process to produce some materials through simple compounds or chemical precursors that allows to obtain products that do not exist in its natural form, such as polymers or composites materials) of the PDMS, may differ, it may involve soft lithography, or other techniques where the ratio of the components mixture and the curing time and temperature vary [3].

In recent years, PDMS has been used to fabricate a variety of components for different fields, some examples are: micro-molds, micro-valves, separators tubes, micro-fluidic systems, chemical sensors, bio-chips cells, etc. [4-13]. In the field of optics, its usage has been reported for the fabrication of tunable focus liquid lenses formed by a chamber with a liquid medium bounded by two transparent elastic membranes, where the focal length its changed by changing the amount of liquid within the chamber [14], such publication deals just with the analysis of the shape acquired by the membranes and not with the involved fabrication process. Several PDMS-made optical components found in the literature include: solid elastic lenses [15], waveguides [16], and others related to specific applications. Also, there have been reports where a variation on the material's refractive index is presented when the synthesis parameters are changed.

It is of great importance to have an extensive list of PDMS properties which will be useful to determine which are suitable for some specific applications, and in this direction, we present a characterization of this polymer with a set of the most relevant mechanical and optical properties by varying its synthesis parameters. In the next sections, we present the synthesis and the fabrication of the samples processes and the followed methodology to obtain our results.

*sinue@mixteco.utm.mx; phone +52 953 532 0399; www.utm.mx/

2. MATERIALS AND METHOD

In this section, we briefly describe the process to obtain PDMS samples with variation of its synthesis parameters and the fabrication process of the samples. The elaboration method to obtain the samples is simple and straightforward [15]. The PDMS Sylgard 184 was provided by Dow Corning and it was supplied in two components: base and curing agent (catalyst). Both components are weighted in a precision balance scale with a specific ratio of base: curing agent (see Table 1), and hand-blended by approximately 5 min until a homogenous phase is acquired (air bubbles may appear at this stage). The mixture, is then poured into special molds where CNC machining techniques were used to generate them, these were designed using commercial finite element software and following the ASTM D695 and ASTM D412 standards to obtain mechanical properties from compressive and tensile tests of the polymer respectively (see Figure 1).

The molds with the mixture were left at rest at room temperature until no existing air bubbles were visually apparent (approximately 85 min). Finally, they were introduced into an electric furnace for thermic treatment during a time lapse in accordance to Table 1. Figure 1 shows the final product.

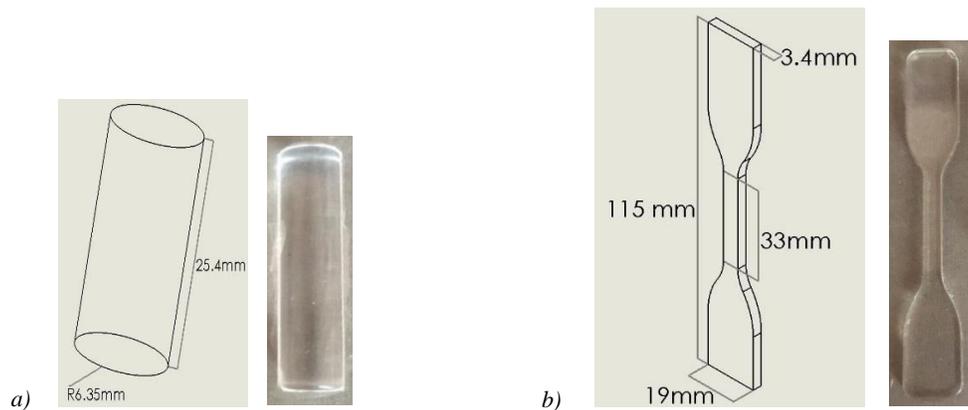


Figure 1. Molds designs and final samples. ASTM D695 and ASTM D412 standards were adopted to perform: a) compressive test and b) tensile test.

To establish a reference, we have coded our samples regarding their parameters and in Table 1 we present a matrix-style display relating these: mixture ratio (base: curing agent), curing time and curing temperature.

Table 1. Code for PDMS samples relating its synthesis parameters.

Code	Ratio (base : curing agent)	Curing Time / Temperature
M1	10 : 1	30 min / 100 °C
		18 min / 150 °C
		15 min / 200 °C
		10 min / 240 °C
M2	10 : 1.25	30 min / 100 °C
		18 min / 150 °C
		15 min / 200 °C
		10 min / 240 °C
M3	10 : 1.5	30 min / 100 °C
		18 min / 150 °C
		15 min / 200 °C
		10 min / 240 °C
M4	10 : 1.75	30 min / 100 °C
		18 min / 150 °C
		15 min / 200 °C
		10 min / 240 °C
M5	10 : 2	30 min / 100 °C
		18 min / 150 °C
		15 min / 200 °C
		10 min / 240 °C

3. RESULTS

3.1 Mechanical Characterization

A common method to determine the mechanical properties in polymers are compressive and tensile tests; they were performed to the PDMS samples by means of a universal testing machine model AG-IS Autograph from Shimadzu with a charge capacity of 5 kN. Both were made following the ASTM D695 and ASTM D412 standards respectively.

The compressive test describes the behavior of the material when a load is applied onto it and its sized is reduced at a uniform relative velocity (approximately 0.08 mm/s), the compressive modulus is a parameter normally determined by the test. Figure 2a, shows the experimental setup for the test, the sample is subjected to a perpendicular load exerted by two parallel plates.

On the other hand, a tensile test is used to determine how a material will react when a tension force is applied to it. To perform this test, we adopted the ASTM D412 standard for polymers, where samples of bow tie-type were employed, in this case, a constant elongation velocity of 200 mm/min was implemented by the testing machine; the experimental setup is shown the figure 2b, where the sample is being grasp by the upper and lower holding grips.

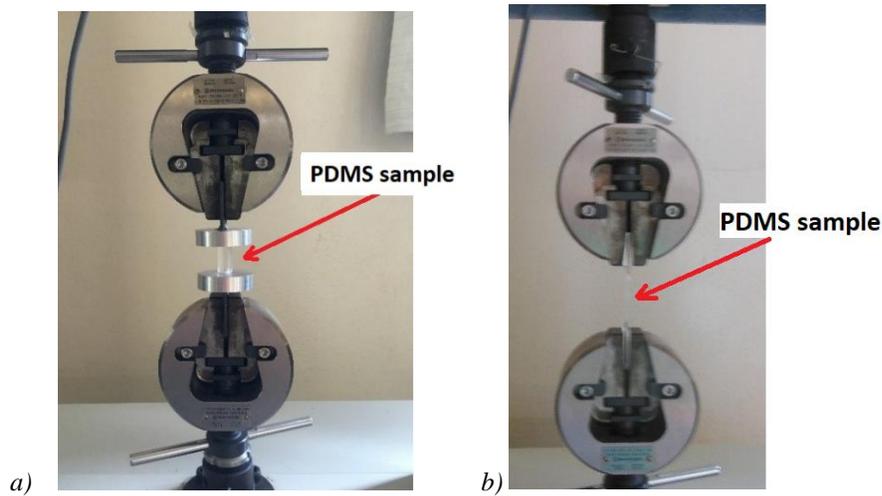


Figure 2. Mechanical properties of PDMS sample through a universal testing machine: a) compressive test; b) tensile test.

Stress-strain curves from the compressive and tensile tests were obtained for all our samples in accordance to Table 1. Figure 3 shows the obtained compressive modulus and Figure 4 shows the obtained tension modulus from the data, both are presented with respect to the curing temperature.

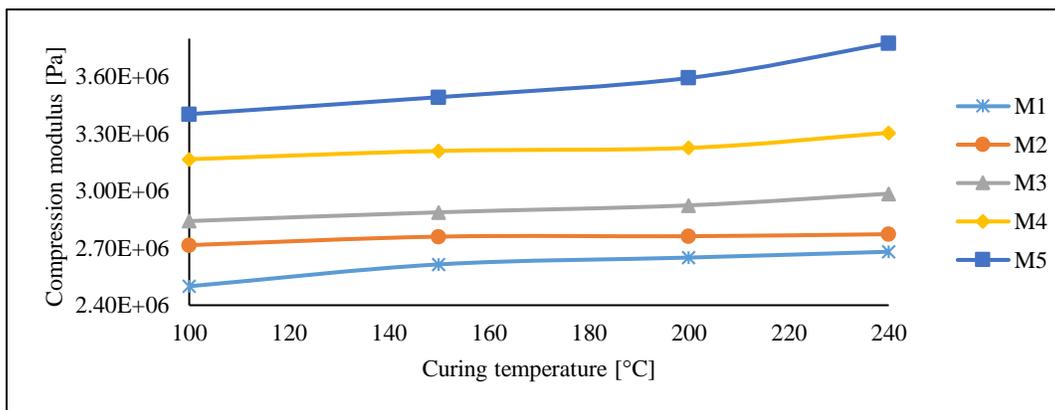


Figure 3. Compression modulus for each of the PDMS samples.

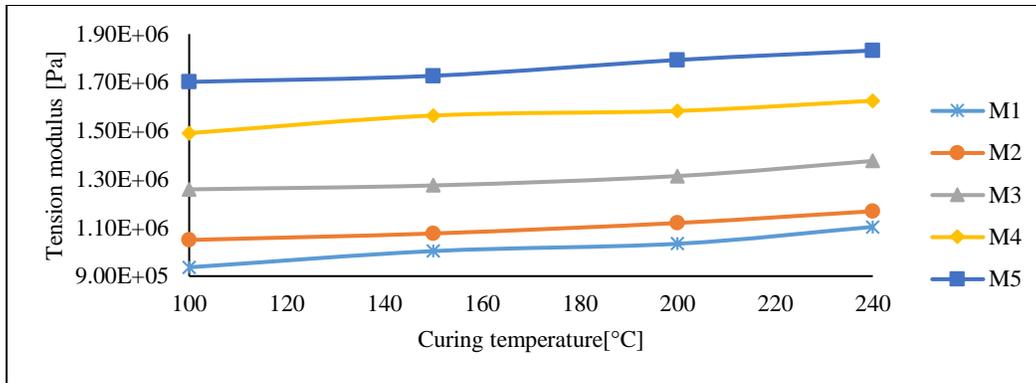


Figure 4. Tension modulus for each of the PDMS samples.

3.2 Optical Characterization

For the case of the optical characterization, we employed membrane-type samples. Each of the membranes was fabricated following the same procedure as mentioned before in section 2, and they were 20 mm X 19 mm X 3.4 mm.

Measurements of the refraction index (n_D) of each of the samples were carried out by means of an Abbe refractometer model WY1A from Xintian and the variation is shown in Figure 5.

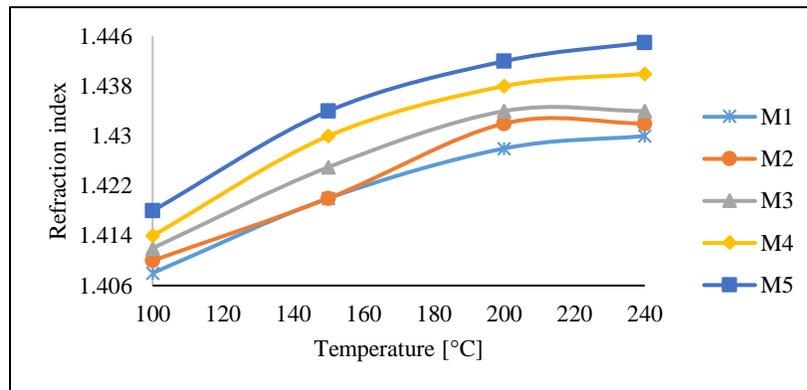


Figure 5. Refraction index variation of the PDMS samples with respect to the curing temperature.

Another important feature to consider is how much of the incident energy is transmitted and how much is being absorbed by the material. Transmittance and absorbance curves were obtained in the UV-vis range by means of a Unicam UV 300 spectrometer. Figures 6 and 7 show the average of the maximum values with typical error vertical bars from the observed wavelength of the transmittance and absorbance curves respectively of the complete set of the samples.

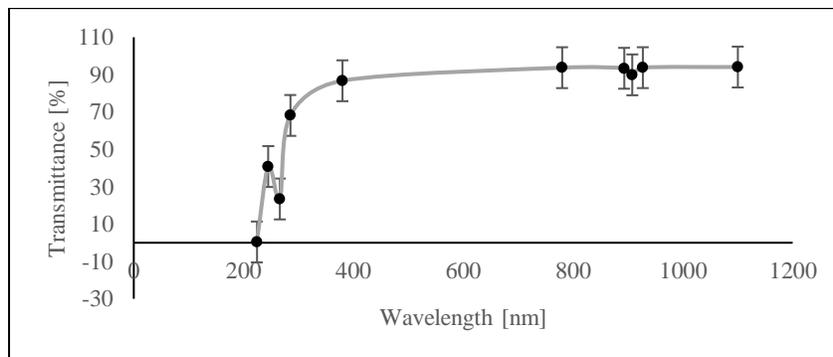


Figure 6. Average of transmittance maximum values from the complete set of the PDMS samples.

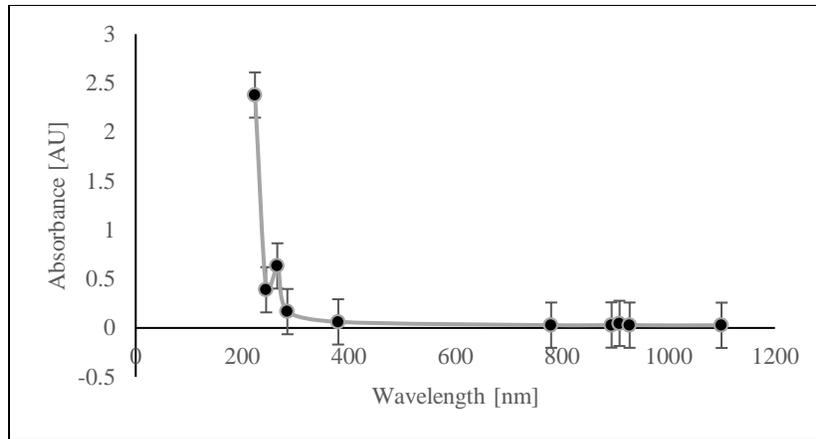


Figure 7. Average of absorbance maximum values from the complete set of the PDMS samples.

4. DISCUSSION

We first observe the variation of the mechanical properties of the material shown in the curves from Figure 3, which correspond to the variation of the compressive modulus of all the samples. It is shown, that as the proportion of the curing agent (catalyst) is increased, the compressive modulus for each sample increases, as the same with the curing temperature, although, the curing time decreases in accordance to Table 1. The minimum value observed is 2.499 MPa and corresponds to the M1 sample (10:1 ratio at 100 °C for 30 min) and, on the other hand, the maximum value observed is 3.776 MPa and corresponds to the M5 sample (10:2 ratio at 240 °C for 10 min). From Figure 4, we observe a similar behavior with the tension modulus of each of the samples, as the proportion of the curing agent is increased, the tension modulus increases with the curing temperature. The minimum value of the tension modulus observed is 0.936 MPa and corresponds to the M1 sample (10:1 ratio at 100 °C for 30 min) and the maximum value observed is 1.831 MPa and corresponds to the M5 sample (10:2 ratio at 240 °C for 10 min).

Regarding the index of refraction of the samples, we see from Figure 5 a similar behavior, as the proportion of the curing agent (catalyst) and the curing temperature are increased, its value increases. We can also note, that for every set of the samples with respect to the components ratio, its minimum value will always be at the lowest curing temperature i.e. 100 °C. Again, the minimum value of the observed index of refraction is 1.408 and it correspond to the M1 sample (10:1 ratio at 100 °C for 30 min), whereas the maximum value is 1.445 and corresponds to the M5 sample (10:2 ratio at 240 °C for 10 min).

The curves shown in Figures 6 and 7 indicate that the average transmittance is approximately up to 95% and the average absorbance is approximately 0.3 AU for the complete set of the PDMS samples.

5. CONCLUSION

A robust PDMS characterization is presented. From the obtained results, we can state that as we change the synthesis parameters of the polymer, such as curing temperature, components ratio and curing time, a variation on its mechanical and optical properties is achieved. Moreover, a relationship between the parameters exists, as the proportion of catalyst is increased, index of refraction, tension and compressive modulus are increased.

These results are useful to select an adequate components ratio of the mixture as we can include its mechanical and optical properties in the analysis for the fabrication of tunable refractive surfaces. Future work includes a statistical analysis of the parameters to find a mathematical model that allows us to predict its behavior.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to thank to Dr. Jorge Castro-Ramos (INAOE), Dr. Rafael Izazaga-Pérez (INAOE), Dr. Rodolfo Palomino-Merino (BUAP) and to Dr. Norma F. Santos-Sánchez (UTM) for their valuable contributions and their support given for the realization of this work.

REFERENCES

- [1] Joint Assessment of Commodity Chemicals, [Linear Polydimethylsiloxanes], (Report No. 26), (1994).
- [2] Cai, D., Neyer, A., Kuckuk, R. and Heise, H., “Raman, mid-infrared, near-infrared and ultraviolet-visible spectroscopy of PDMS silicone rubber for characterization of polymer optical waveguide materials,” *Journal of Molecular Structure*, 976, 274 – 281, (2010).
- [3] “Síntesis química”, <https://mundoquimica.wordpress.com/sintesis-quimica/>, (09 January 2017).
- [4] N. Chronis, G. L. Liu, K.-H. Jeong, and L. P. Lee, *Opt. Express* 11, 2370 (2003).
- [5] K. -H. Jeong, G. Liu, N. Chronis, y L. Lee. *Opt. Express* 12, 2494 (2004).
- [6] Qiu, W., (2012). PDMS Based Waveguides for Microuidics and EOCB. (Thesis Master of Science in Mechanical Engineering), Louisiana State University, USA.
- [7] Wang, Z., Volinsky, A. and Gallant, N., “Crosslinking Effect on Polydimethylsiloxane Elastic Modulus Measured by Custom-Built Compression Instrument,” *Applied Polymer Science*, 41050, 1 – 4, (2014).
- [8] Johnston, I., McCluskey, D., Tan, C. and Tracey M., “Mechanical characterization of bulk Sylgard 184 for microfluidics and microengineering,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 24, 0350171 – 0350177, (2014).
- [9] Armani, D., Liu, C. and Aluru, N., “Re-configurable fluid circuits by PDMS elastomer micromachining,” *IEEE*, 7803, 222 – 227, (1999).
- [10] Callister, W., [Introducción ciencia e ingeniería de los materiales], Editorial Wiley, Utah, 462 – 474 (2009).
- [11] Fuard, D., Tzvetkova-Chevolleau, T., Decossas, S., Tracqui, P. and Schiavone P., “Optimization of polydi-methylsiloxane (PDMS) substrates for studying cellular adhesion and motility,” *Microelectronic Engineering*, 85, 1289–1293, (2008).
- [12] Carrillo, F., Gupta, S., Balooch, M., Marshall, S., Marshall, G., Pruitt, L. and Puttlitz, C., “Nanoindentation of polydimethylsiloxane elastomers: Effect of crosslinking, work of adhesion, and fluid environment on elastic modulus,” *J. Mater. Res.*, 20 (10), 2820 – 2830, (2005).
- [13] Damodara S., George, D. and Sen A., “Single step fabrication and characterization of PDMS micro lens and its use in optocapillary flow manipulation,” *Sensors and Actuators B: Chemical*, 227, 383 – 392, (2016).
- [14] A. Santiago-Alvarado, S. Vázquez-Montiel, J. González-García, B. I. G Licona-Moran, J. A. Rayas-Álvarez, y G. Castro-González, “Manufacture and characterization of PDMS elastic membranes for liquid lenses with variable focal length (LLFV),” *ÓPTICA PURA Y APLICADA*, 41 (4) 381-388 (2008).
- [15] Cruz, A., Santiago, A., Iturbide, F. and Licona, B., “Physical-chemical properties of PDMS samples used in tunable lenses,” *International Journal of Engineering Science and Innovative Technology (IJESIT)*, Volume 3, 563 – 571, (2014).
- [16] Qiu, W., “PDMS Based Waveguides for Microuidics and EOCB”, (Thesis Master of Science in Mechanical Engineering), Louisiana State University, USA, (2012).

Mechanical and optical characterization of PDMS refractive surfaces with aspheric profiles

Josimar Marquez-García, Angel S. Cruz-Félix, Agustín Santiago-Alvarado, Jorge González-García.
Universidad Tecnológica de la Mixteca, Carretera a Acatlima Km 2.5, Huajuapán de León, Oaxaca, C.P. 69000, México.

ABSTRACT

The elastomer PDMS (polydimethylsiloxane, Sylgard 184) is a material used in the elaboration of optical components such as lenses, waveguides, membranes, etc. We present in this work the opto – mechanical characterization of this material with variations on its synthesis parameters. Once we obtained a detailed characterization, we could determine the best synthesis parameters to elaborate tunable refractive surfaces with aspheric profiles.

1. INTRODUCTION

The Polydimethylsiloxane (PDMS), is a silicone elastomer, it's used for the optical devices fabrication due its high transparency, low cost, simple handling, and zero toxicity. [1-4]. It'd been informed of its use for the elaboration of liquid tunable glasses [5], solid elastic glasses [6], wave guides [7], and others related with specific applications. In this work it'll showed a mechanical and optical characterization of this polymer, varying its synthesis parameters and with the most appropriate ones will be the elaboration of aspheric profiles.

2. MATERIALS AND METHODS

Sylgard 184 PDMS given by Down Corning, it's provided in two components: base and cured agent (catalyzer). Both components are weighed up in a precision equilibrium scale with synthesis parameters related to the chart 1 and are mixed up around 5 minutes by hand until is get an homogenous phase. The mix is poured out in a mechanized mold in CNC machines, and designed by a finite elements software following the ASTM D695 and ASTM D412 norms [8].

Table 1. Synthesis parameters for PDMS samples.

Code	Ratio (base : catalyst)	Time / curing temperature
M1	10:1	30 min / 100 °C
M2	10:1.25	18 min / 150 °C
M3	10:1.50	
M4	10:1.75	15 min / 200 °C
M5	10:2	10 min / 240 °C

3. PDMS CHARACTERIZATION

Were performed tensile and compression's test, employed a Shimadzu Universal machine AG - IS model. The figure 1 and 2 shown the compression and tensile modules respectively, obtained from the stress-strain curves of the samples according to the table 1.

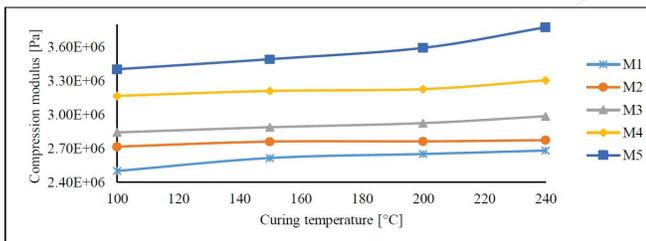


Figure 1. Compression modules of PDMS samples with respect the curing temperature.

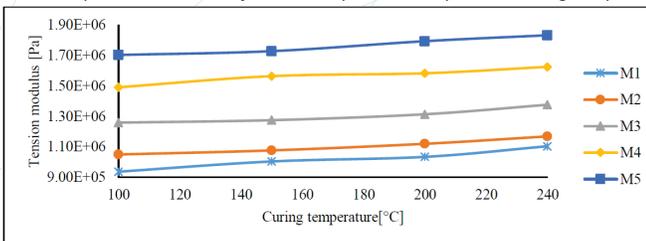


Figure 2. Tensile modules of PDMS samples with respect the curing temperature.

In the case of optical characterization, it has been used membrane kind samples. Measurements of the refraction index (nD) had been done of each single sample by a Xintian's model WY1A Abbe refractometer, the variation is shown in Figure 3.

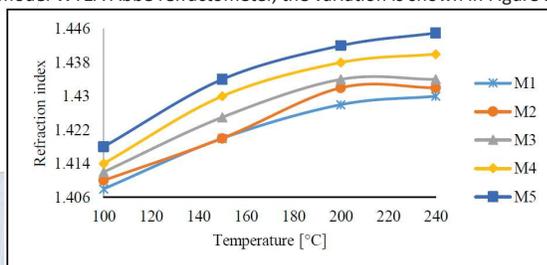


Figure 3. Refraction index of PDMS samples with respect the curing temperature.

Another main characteristic to consider is when the incident energy it's transmitted and when it's been absorbed by the material. The transmittance and absorbance curves were obtained in the UV – vis rank by an Unicam UV 300 spectrometer.

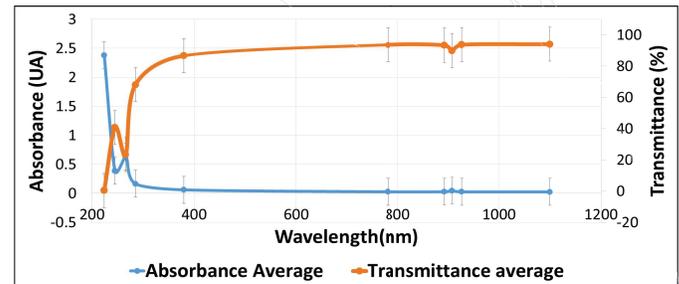


Figure 4. Absorbance and transmittance's spectra of PDMS samples.

4. BICONICAL LENSES

The synthesis parameters M2 and M5 were used with curing temperatures of 150 °C and 240 °C to make biconical lenses and obtain the interferograms of each one.

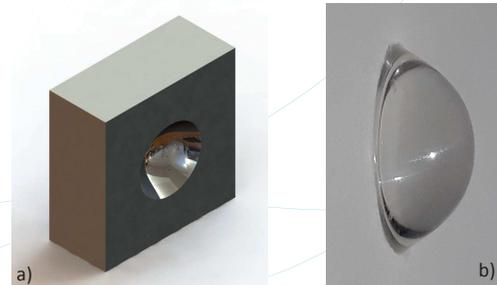


Figure 5. a) 3D model of the mold to manufacture lenses, b) biconical lens.

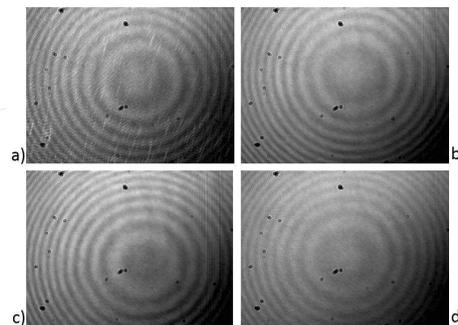


Figure 6. Interferograms of lens with synthesis parameters: a) M2 to 150 °C, b) M2 to 240 °C, c) M5 to 150 °C, d) M5 to 240 °C.

5. CONCLUSION

From the obtained results, we can state that as we change the synthesis parameters of the polymer, such as curing temperature, components ratio and curing time, a variation on its mechanical and optical properties is achieved. Moreover, a relationship between the parameters exists, as the proportion of catalyst is increased, index of refraction, tension and compressive modulus are increased. These results are useful to select an adequate components ratio of the mixture as we can include its mechanical and optical properties in the analysis for the fabrication of tunable refractive surfaces.

REFERENCES

- [1] Joint Assessment of Commodity Chemicals, [Linear Polydimethylsiloxanes], (Report No. 26), (1994).
- [2] Cai, D., Neyer, A., Kuckuk, R. and Heise, H., "Raman, mid-infrared, near-infrared and ultraviolet-visible spectroscopy of PDMS silicone rubber for characterization of polymer optical waveguide materials," Journal of Molecular Structure, 976, 274 – 281, (2010).
- [3] Johnston, I., McCluskey, D., Tan, C. and Tracey, M., "Mechanical characterization of bulk Sylgard 184 for microfluidics and microengineering," Journal of Micromechanics and Microengineering, 24, 0350171 – 0350177, (2014).
- [4] Santiago, A. and Vásquez, S., "Propiedades físico-químicas de membranas PDMS empleadas en lentes líquidas," Superficies y vacío, 22(3), 61 – 66, (2009).
- [5] A. Santiago-Alvarado, S. Vázquez-Montiel, J. González-García, B. I. G. Licona-Moran, J. A. Rayas-Álvarez, y G. Castro-González, "Manufacture and characterization of PDMS elastic membranes for liquid lenses with variable focal length (LLFV)," OPTICA PURA Y APLICADA, 41 (4): 381-388 (2008).
- [6] Cruz, A., Santiago, A., Iturbide, F. and Licona, B., "Physical-chemical properties of PDMS samples used in tunable lenses," International Journal of Engineering Science and Innovative Technology (IJEST), Volume 3, 563 – 571, (2014).
- [7] Qiu, W., "PDMS Based Waveguides for Microfluidics and EOCB", (Thesis Master of Science in Mechanical Engineering), Louisiana State University, USA, (2012).
- [8] Dow Corning, Datasheet Sylgard 184 Silicone Elastomer, (2014).

PROCEEDINGS OF SPIE

SPIDigitalLibrary.org/conference-proceedings-of-spie

Tunable GRIN PDMS-made lenses with aspheric profile

Emilio R. Reyes-Perez, Angel S. Cruz-Felix, Agustin Santiago-Alvarado, Josimar Marquez-Garcia

Emilio R. Reyes-Perez, Angel S. Cruz-Felix, Agustin Santiago-Alvarado, Josimar Marquez-Garcia, "Tunable GRIN PDMS-made lenses with aspheric profile," Proc. SPIE 10745, Current Developments in Lens Design and Optical Engineering XIX, 107450R (17 September 2018); doi: 10.1117/12.2321993

SPIE.

Event: SPIE Optical Engineering + Applications, 2018, San Diego, California, United States

Tunable GRIN PDMS-made lenses with aspheric profile

Emilio R. Reyes-Perez, Angel S. Cruz-Felix, Agustin Santiago-Alvarado,
Josimar Marquez-Garcia

Inst. of Physics and Mathematics, Technological University of the Mixteca, Carretera a Acatlima km
2.5, Huajuapán de León, Oax., Mexico, C.P. 69000

ABSTRACT

Previously, we have studied the behavior of PDMS samples with variation of its synthesis parameters and it has been shown that there exists a direct relation with the variation of its physical parameters such as its refractive index. This property is useful to develop a surface with variable refractive index. In this work we present the design and study of a refractive surface PDMS-made multilayer lens with aspheric profile. The lens has been mounted into a mechanical mounting system to introduce low order aberrations.

Keywords: Tunable lens, GRIN lens, aspheric profile, crystalline lens.

1. INTRODUCTION

Although lens design is one of the oldest areas in optics, novel techniques for manufacturing optical components have been implemented for specific applications, including the development of bio-inspired devices¹⁻². As a special case, we can consider to the human eye as an optical system and to analyze it mainly in the field of geometrical optics¹⁻¹¹.

The image quality of the human eye is related to the cornea and crystalline lens^{3,6,12-13}, and therefore there is interest in the study of them¹⁴⁻¹⁵. In this direction, the crystalline lens is formed by different densities protein layers which causes a Gradient Refractive Index (GRIN) effect⁹. A GRIN lens is often used to enhance the focus, increase field of view, and to decrease optical aberrations¹⁶⁻¹⁹.

Another important feature of the crystalline lens is the ability to focus different objects at different distances by means of the accommodation process. The type of optical components which are able to modify its own focal length by several means are called tunable lenses²⁰⁻²³.

Tunable lenses have properties like the regulation of its curvature radii, focus power and fast response^{20-12,24}, in order to acquire sharp images²⁴. Works on the development of tunable lenses allow to reduce space of bulk optical systems^{20,22}, therefore, it has a wide range of applications with different mechanism to achieve the change in the curvature radii²⁰⁻²¹. Several works are found in the literature i.e.: adaptive microlens actuated by a photopolymer²⁰, variable-focus lens based on liquid-membrane-liquid structure²⁵, biomimetic variable-focus lens²⁴, tunable lens with automatically controlled applied stress²⁶, etc. A tunable lens is used to obtain a bioinspired optical component that replicates the accommodation process of the human eye¹⁰ and has the capacity to induce optical aberrations^{11,24}. These works in tunable lenses make use of the polymer known as PDMS (polydimethylsiloxane, Sylgard 184)^{4-5,10-11,21-22,24-27} for the fabrication process, without considering the GRIN feature.

Some of the properties that PDMS exhibit are: elasticity, high transparency^{24,26,28-29}, compressibility, hydrophobicity, low dispersion in the visible and infrared spectrum, and variation on the refractive index with applied mechanic stress^{28,30}. The synthesis procedure recommended by the manufacturer (Dow Corning) is a precursors mixture ratio of 10:1 (base : curing agent), in thermal polymerization²⁸. Reports found in the literature state that mechanical and optical properties, including refractive index, of the PDMS are different when different mixture ratios and curing temperatures are applied to the synthesis process³¹⁻³³.

In this work we design and manufacture two types of tunable lenses, the first is a lens with the features of the crystalline lens of the human eye and the latter is a lens with biconical profile. The lenses were manufactured by two different

procedures: using a constant mixture ratio of the precursors and varying the mixture ratio to obtain a GRIN tunable lens.

Also, we design a mechanical system to manipulate the lens and to induce deformations to change the curvature radii of both surfaces of the lens and therefore induce aberrations. Finally, we show results of optical and mechanical simulation and analysis of aberrations of the lenses.

2. PROCEDURE

2.1 Design and manufacture

As in previous works, we adopted the parameters specified in the schematic eye model described by Navarro et. al.^{4,15,26,34}, this model considers the eye as an optical system formed by two surfaces with rotational symmetry, moreover it defines each surface with two parameters: radius of curvature and conic constant (see table 1). On the other hand, the biconical lens was designed with the parameters given in table 1.

Table 1. Parameters used in our study for the design of the lenses.

Feature	Crystalline lens	Feature	Biconical lens
Radius of Curvature	Anterior surface = 10.2 mm	X axis	Radius of Curvature = 7.63 mm
	Posterior surface = -6 mm		Conic constant = -0.465
Conic constant	Anterior surface = -3.1316	Y axis	Radius of Curvature = 7.40 mm
	Posterior surface = -1		Conic constant = -0.481
Thickness	4 mm	Thickness	5.05 mm
Diameter	10 mm	Diameter	14.14 mm

Figure 1 shows the designs used to simulate the mechanical behavior under compression, a cylindrical part was added in the biconical lens with 11.1 mm of diameter and 2 mm of thickness. This cylindrical part provides a surface that allows radial compression in the simulation process and optical characterization. The design for the GRIN lenses consists of different layers with different PDMS mixture ratios (base : curing agent) in the range from 10:1 to 10:2 in steps of 0.25. Table 2 shows the corresponding values of mixture ratio for each layer as shown in figure 1.

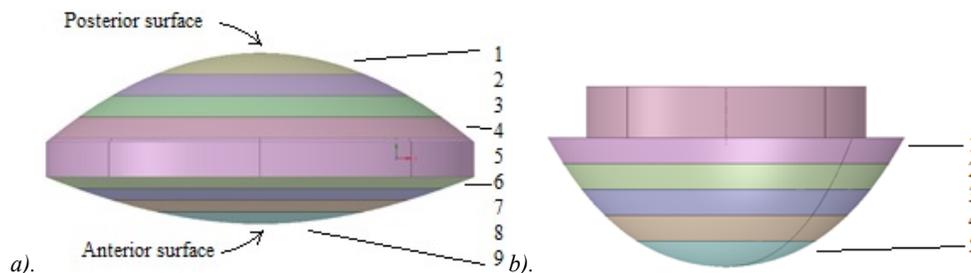


Figure 1. Design of the lenses represented with layers; a) Crystalline lens; b) biconical lens.

Table 2. Parameters used in our study for the biconical lens.

Layer	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Crystalline	10:1	10:1.25	10:1.5	10:1.75	10:2	10:1.75	10:1.5	10:1.25	10:1
Biconical	10:2	10:1.75	10:1.5	10:1.25	10:1				

Mechanical and optical properties of PDMS with a curing temperature of 150°C are shown in table 3. We used a density of 0.982 g/ml and the Poisson's ratio equal to 0.488³²⁻³³. The distribution of layers with different mixture ratios consider high values of refractive index in the center and decreasing toward the extremes, obtaining by this way a tunable GRIN lens. In the biconical lens the high value starts from the cylinder toward the last layer, there is no reason to choose this distribution. The crystalline lens is formed by nine sections meanwhile the biconical lens is formed by five, this includes the mid layer shown in figure 1.a) and the top cylindrical part of the lens in figure 1.b).

Table 3. Mechanical and optical properties of PDMS with different mixture ratios at a curing temperature of 150°C.

Mixture ratio (base : curing agent)	Tension modulus [MPa]	Compression modulus [MPa]	Refractive index	Shear modulus [MPa]	Bulk modulus [MPa]	Yield Strength [MPa]
10:1	1.004	2.615	1.420	0.337	14.134	0.689
10:1.25	1.076	2.760	1.420	0.362	15.159	0.739
10:1.5	1.275	2.888	1.425	0.428	17.953	0.894
10:1.75	1.563	3.210	1.430	0.525	22.021	1.094
10:2	1.728	3.493	1.434	0.581	24.333	1.206

The mechanical simulation was performed using finite element commercial software. Once the simulation was completed, we proceeded to find the parameters of the sagittal equation using numerical approximation methods. Optical simulation was performed using OSLO[®] commercial software.

The manufacture of the lens was as follow: the PDMS mixture was poured into aluminum molds and introduced into a muffle furnace for thermal treatment of 150°C for 15 minutes for the case of lenses with homogeneous refractive index and for the case of the GRIN lenses we applied thermal treatment of 4 minutes for each layer. Figure 2 shows the manufactured lenses, where the homogeneous lenses were made with a 10:1 mixture ratio. The thickness of each layer was controlled by means of the volume contained between each of them and a syringe was used for this purpose.

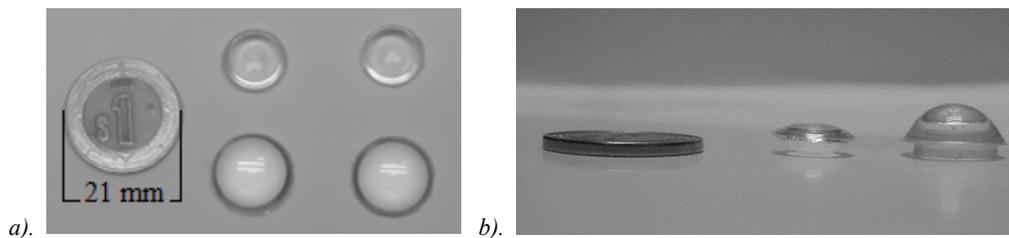


Figure 2. *a)* Manufactured lenses compared with a mexican peso; the first two lenses on the right of the coin have homogeneous refractive index and the next two present GRIN. *b)* Side view of the lenses compared with a mexican peso.

2.2 Mechanical mounting system

The mechanical mounting system was designed to hold the lenses using eight movable support posts and to induce radial pressure and compress over the perimeter of the lenses to change the curvature radii of its surfaces. The posts displacements are generated by the adjustment rotation disk with guide slots. The displacement control is made manually. The next figure shows the designed and manufactured system, obtained by design software and a three-dimensional additive manufacturing to reduce time and costs.

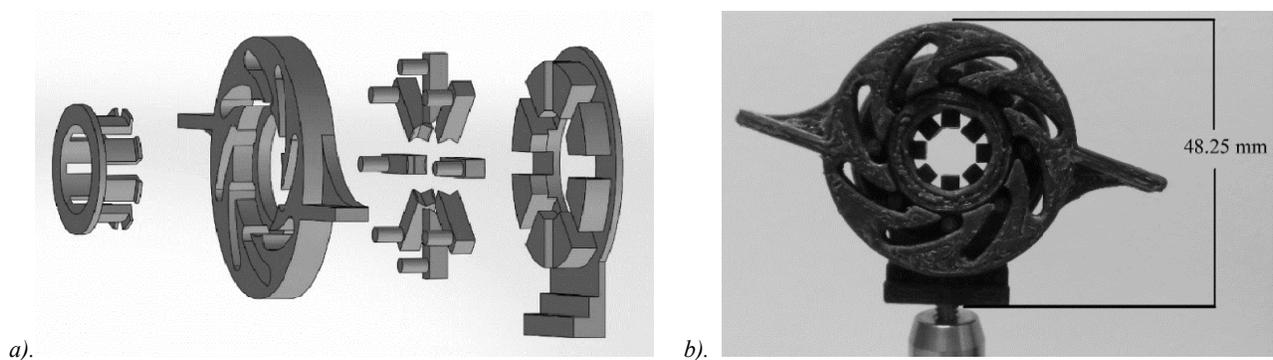


Figure 3. *a)* Isometric view of the design. *b)* Front view of the manufactured mechanical mounting system.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Mechanical simulation

We introduced the mechanical properties of the PDMS shown in table 2 into the simulation software (equal setting conditions of each lens), and we varied the radial pressure from 0.08 MPa to 0.637 MPa, with increasing steps of 0.08 MPa obtaining 8 results per lens. The approximated number of finite elements was of 17300 with 31500 nodes.

In figure 4 we can see the mechanical performance for homogenous and GRIN crystalline lenses. A uniform ES (equivalent stress) distribution is found on the side of the anterior surface for the homogeneous lens. In the GRIN lens, we see that stress is concentrated in the middle layer that has a 10:2 mixture ratio with low difference in comparison with the maximum value. EES (equivalent elastic strain) results show a uniform distribution in the GRIN lens, caused by variation of mechanical properties of the PDMS layers, where the softer layers are placed on the extremes and the hardest layer at the middle.

Although there is a more uniform EES distribution in the GRIN lens compared with the one of the homogeneous lenses, its maximum value is lower than the exhibited by the homogeneous lens and in consequence the TD (total deformation) values are also lower, even when both distributions are similar.

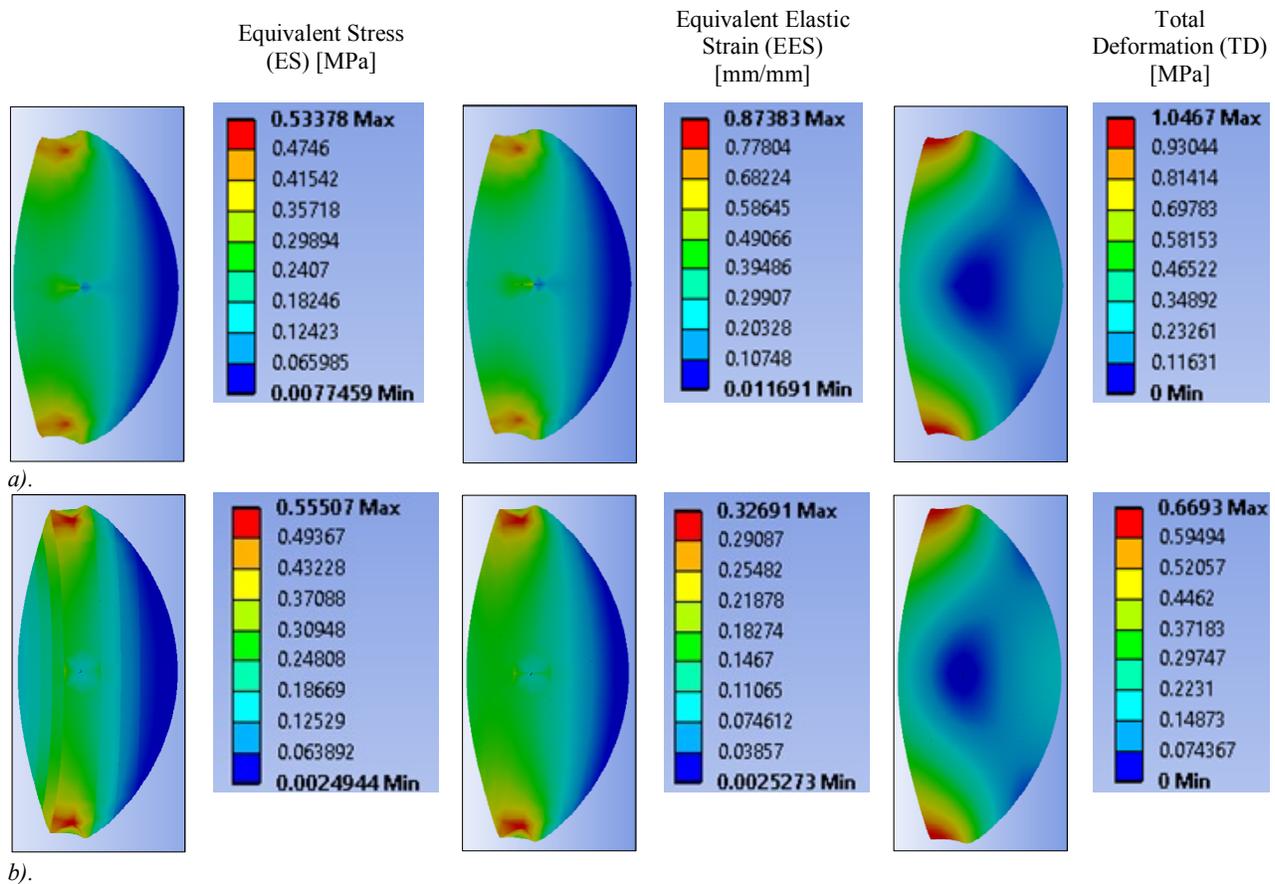


Figure 4. Color coded graphics of mechanical behavior of the crystalline lenses under compression of 0.637 MPa. a) Homogeneous refractive index; b) GRIN.

Least square approximation was applied to the obtained data from the mechanical simulation. As seen in figures 5 and 6, GRIN lens exhibits less variation of the curvature parameters, and also, from the same figures we observe its behavior as expected, decreasing radii as pressure increases, which is not presented in the anterior surface of homogeneous lens, this

is explained by a non-uniform deformation caused over the border of the lens, as seen from the ESI and TD distribution of the mechanical simulations (figure 4).

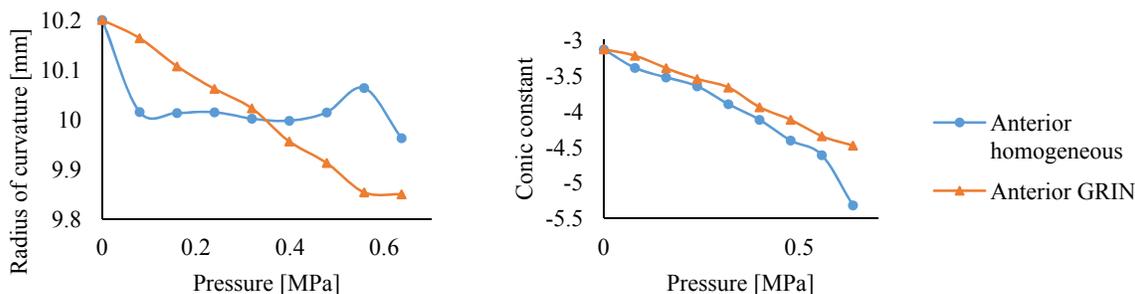


Figure 5. Curvature parameters of the anterior surface of the crystalline lens; homogeneous refractive index vs GRIN.

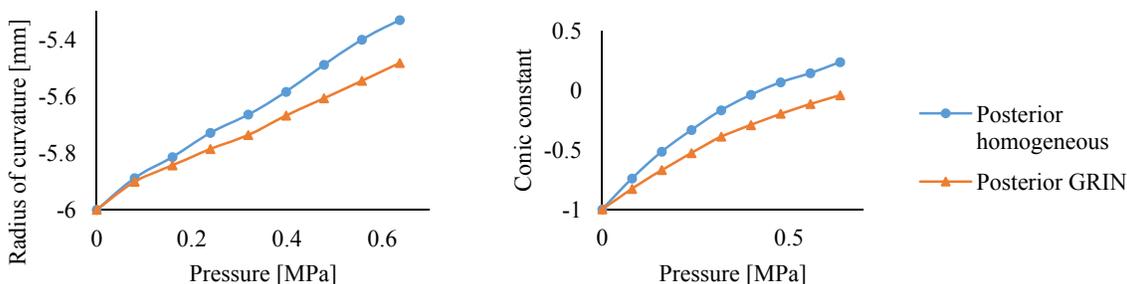


Figure 6. Curvature parameters of posterior surface of the crystalline lens; homogeneous refractive index vs GRIN.

Figure 7 shows the results of the thickness from the mechanical simulation data and the focal length from the optical simulation in OSLO as a function of pressures. The results of the GRIN lens show a similar behavior with respect to the lens with homogeneous refractive index.

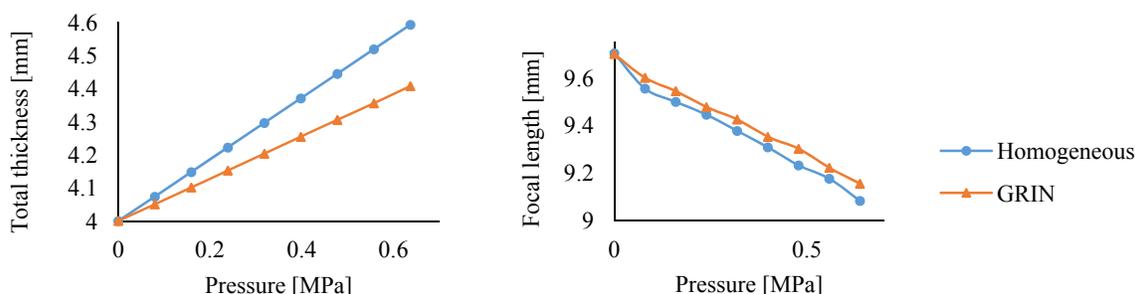


Figure 7. Thickness and focal length values of the crystalline lens obtained from the optical simulation in OSLO; homogeneous refractive index vs GRIN.

Results of the mechanical simulation for the biconical lens are shown in figure 8. Values of curvature parameters in figure 9 and thickness and focal length in figure 10 show a similar behavior presented by the crystalline lenses with differences in the ESI and TD results; we can see that the ESI distribution is concentrated on the cylindrical part that was added to the main design of the lens and the TD distributions show an uniform color map; this affects directly in the radii of curvature which is inferior that the one exhibited in the homogenous refractive index lens (see figure 9). An increased

value of the focal length of the GRIN lens is shown in figure 9; this is in part because the compression is being held over the middle layer.

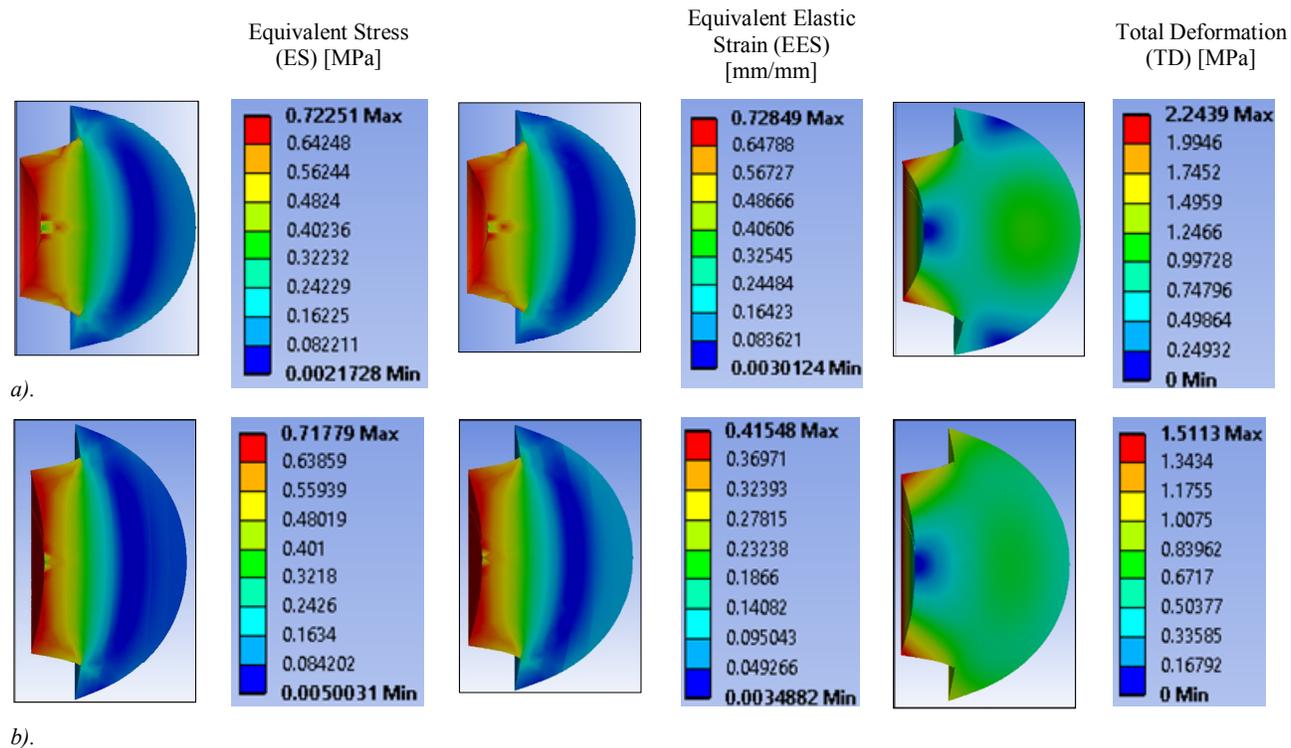


Figure 8. Color coded graphics of mechanical behavior of the biconical lenses under compression of 0.637 MPa. *a)* Homogeneous refractive index; *b)* GRIN.

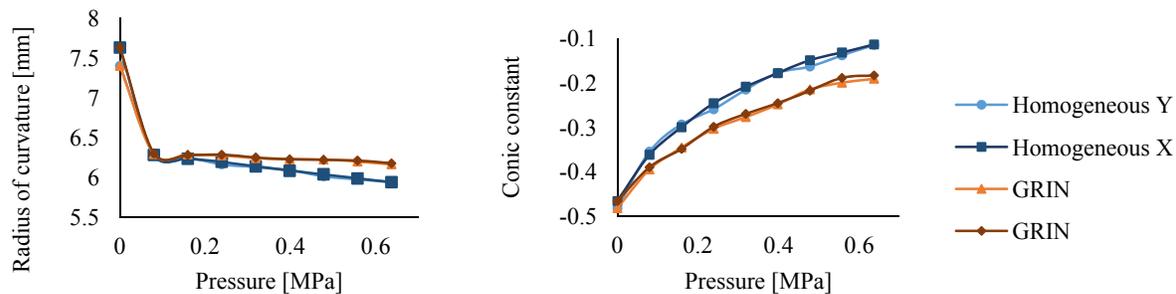


Figure 9. Curvature parameters of the biconical lens; homogeneous refractive index vs GRIN.

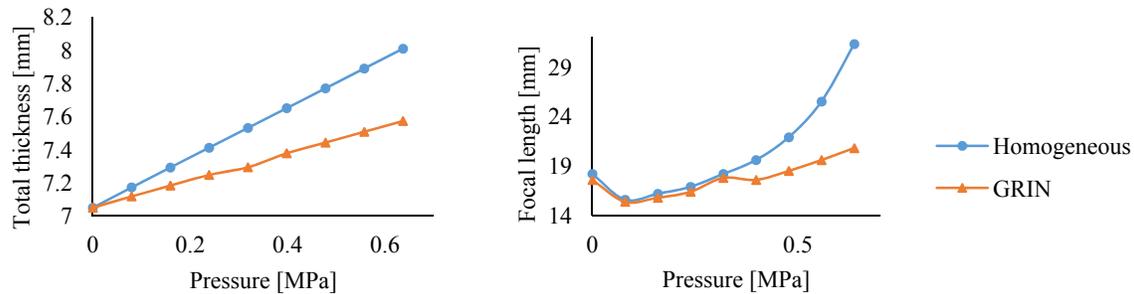


Figure 10. Thickness and focal length values of the biconical lens obtained from the optical simulation in OSLO; homogeneous refractive index vs GRIN.

3.2 Optical characterization

Wavefront analysis was performed under different conditions: relaxed condition and radial compression over eight, four and two zones. Wavefront maps and Zernike coefficients were obtained with a commercial Shack-Hartmann wavefront sensor from Thorlabs and using a He-Ne laser source with 633 nm wavelength; experimental setup is shown in figure 11. The maximum compression diameter is 8.6 mm.

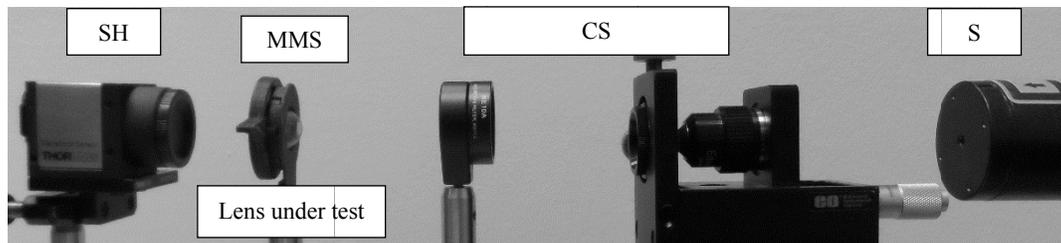


Figure 11. Experimental setup for the optical characterization: SH: Shack-Hartmann sensor; MMS: Mechanical mounting system; CS: Collimating system; S: He-Ne Source. The lenses were placed within the mechanical mounting system, then wavefront maps were obtained in relaxed condition and when radial compression was applied upon them.

The Zernike representation scheme of the wavefront sensor software follows the ANSI Z80.28-210 standard³⁵; we present coefficients of low order aberrations of the analysis in figures 12 and 13. Figure 12.a) shows the homogeneous refractive index and GRIN crystalline lenses under relaxed condition and radial compression over eight zones; figure 12.b) shows the same information for the biconical lenses. We observe that defocus is minor in the GRIN crystalline lens with respect to the crystalline lens with homogeneous refractive index in relaxed condition. On the other hand, defocus increased in the GRIN biconical lens in relaxed condition and increased when radial compression over eight zones was applied.

In figure 13 we see information about the crystalline and biconical GRIN lenses under different compression conditions: relaxed condition, radial compression over eight, four and two zones. Defocus in crystalline lens, becomes larger, except for the cases when radial compression over two zones is applied. For the biconical lenses there is an increase in defocus and it occurs in relaxed condition and decreased for cases when radial compression is applied. When the biconical lens is under radial compression over two zones has larger values of other coefficients.

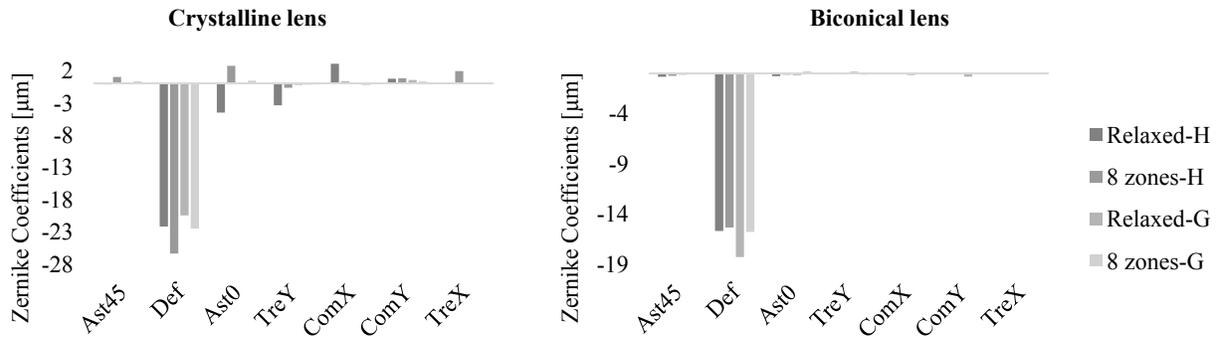


Figure 12. Zernike coefficients obtained from the Shack-Hartmann wavefront sensor in different cases: relaxed condition and radial compression over eight zones. *a)* Crystalline lenses with homogeneous refractive index vs GRIN. *b)* Biconical lenses with homogeneous refractive index vs GRIN.

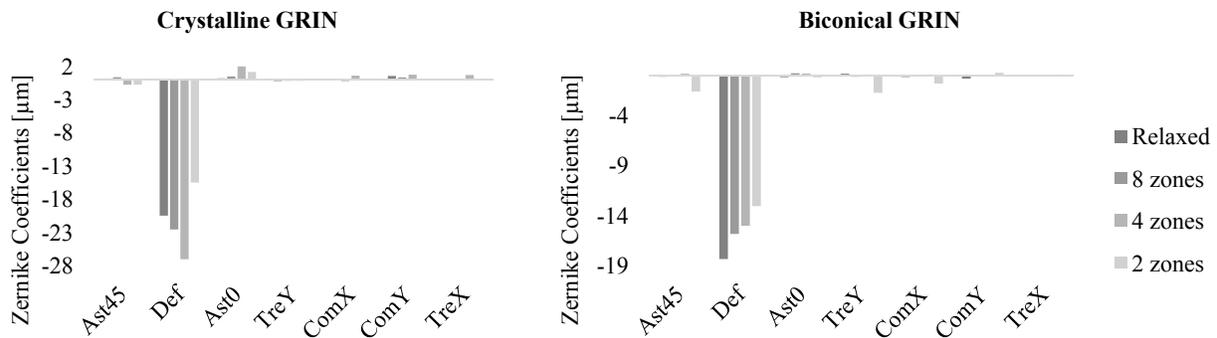


Figure 13. Zernike coefficients obtained from the Shack-Hartmann wavefront sensor in different cases: relaxed condition and radial compression over eight, four and two zones. *a)* Crystalline lenses with homogeneous refractive index vs GRIN. *b)* Biconical lenses with homogeneous refractive index vs GRIN.

Another important metric to evaluate the optical performance of the lens is the point spread function (PSF), which describes the intensity distribution in the image plane in response to an impulse. In figure 14 we show the normalized intensity PSF of the crystalline lenses in relaxed condition, the PSFs were calculated using a 10 mm diameter pupil. Figure 14.a) shows the PSF of the homogeneous refractive index crystalline lens and figure 14.b) shows the PSF of the GRIN crystalline lens. We can observe that the size of intensity distribution increases in the GRIN lens and this behavior was expected as defocus increases.

Figure 15 shows the normalized intensity PSF of the biconical lenses in relaxed condition, the PSFs were calculated using a 10 mm diameter pupil. Figure 14.a) shows the PSF of the homogeneous refractive index biconical lens and figure 14.b) shows the PSF of the GRIN biconical lens.

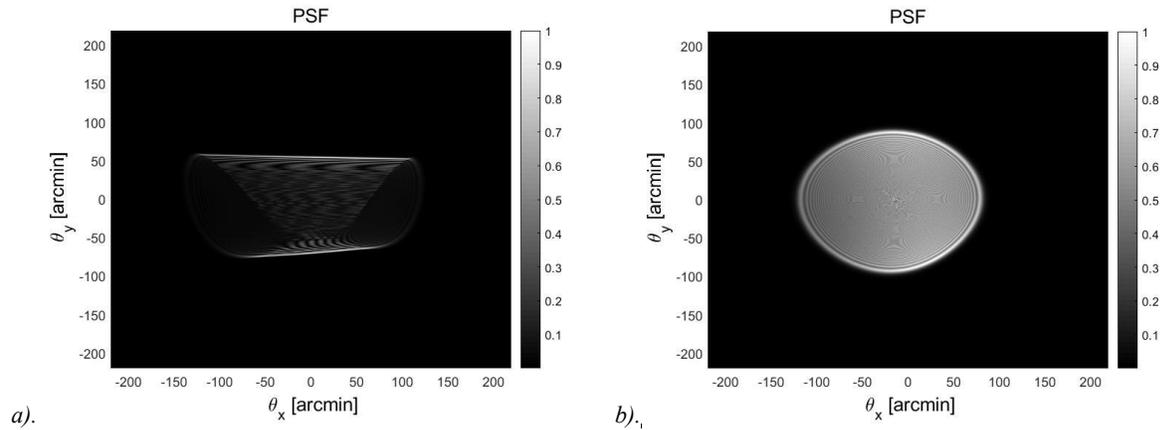


Figure 14. PSF of the crystalline lens calculate from the Zernike polynomial representation of the wavefront; a) Homogeneous refractive index lens; b) GRIN lens.

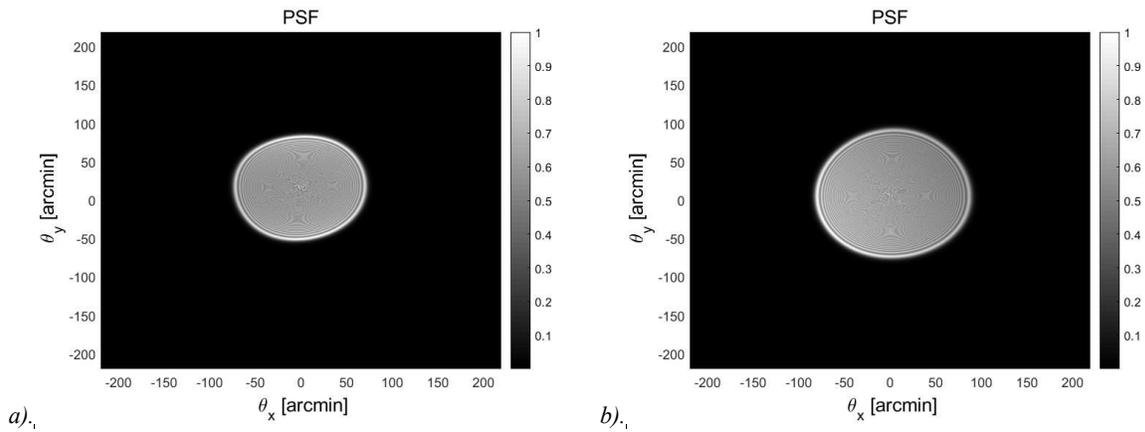


Figure 15. PSF of the biconical lens calculate from the Zernike polynomial representation of the wavefront; a) Homogeneous refractive index lens; b) GRIN lens.

4. CONCLUSIONS

In this work we provide a method to obtain low cost tunable GRIN lenses. Mechanical and optical PDMS properties were used to design a tunable GRIN lens with aspheric profile, specifically we manufactured a crystalline type lens and a lens with biconical profile. The designs of the lenses were used to simulate the mechanical performance of the homogeneous refractive index and GRIN lenses to compare them and extract information about the deformation to calculate curvature parameters with the goal of simulate the optical performance of the lenses. The mechanical performance of GRIN lens shows a better response when referring to stress distribution, although this advantage disappears when we see the deformation expressed in terms of the radius of curvature and conic constant with respect to the crystalline lens. The change in focal length is visible, both lenses in all cases show a modification which can be verified in the PSF graphs.

On the other hand, a mechanical mounting system was developed to hold both lenses and it can induce radial compression over eight, four and two zones; it was manufactured by means of 3D printing to reduced time and cost. Regarding the optical characterization, the obtained wavefront aberrations show large values of defocus for both lenses. In the case of biconical lens, defocus increases with GRIN feature, and for crystalline lens it decreases, and other aberrations coefficients vanished. This can be seen from the PSF graphs of both, the homogenous refractive index and

GRIN lenses where a modification in the distribution is shown. It is important to emphasize that no sophisticated equipment was used to manufacture the lenses, thus, some higher order coefficients could be due to the polish procedure applied to the molds we used.

REFERENCES

- [1] Sun, H., [Lens Design: A Practical Guide], CRC Press, Boca Raton, (2017).
- [2] Velzel, C., [A Course in Lens Design], Springer, Dordrecht, (2014).
- [3] Roorda, A., [Encyclopedia of Imaging Science and Technology: Human Visual System-Image Formation], John Wiley & Sons, Inc., 539-557 (2002).
- [4] Santiago-Alvarado, A., Cruz-Félix, A. S., Martínez-López, M., Ramírez-Como, M., Armengol-Cruz, V. and Vásquez-Báez, I., "Design and analysis of an adaptive lens that mimics the performance of the crystalline lens in the human eye," Proc. SPIE 9192, 1-9 (2014).
- [5] Cruz-Félix, A. S., Santiago-Alvarado, A., Reyes-Pérez, E. R., López-Olazagasti, E. and Tepichín-Rodríguez, E., "Manufactura and analysis of a refractive surface with variable asphericity to model the human cornea," Proc. SPIE. 9578, 1-6 (2015).
- [6] Artal, P., "Optics of the eye and its impact in vision: a tutorial," Advances in Optics and Photonics, 6(3), 340–367 (2014).
- [7] Gross, H., Blechinger, F. and Achtner, B., [Human Eye. Handbook of Optical Systems: Vol. 4 Survey of Optical Instruments], WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 1-87 (2008).
- [8] Marcos, S., "Calidad Óptica del ojo," Investigación y Ciencia, (2005).
- [9] Gomez-Reino, C., Perez, M. V. and Bao, C., [Light Propagation in GRIN Media], Springer, Heidelberg, 1-9 (2002).
- [10] Carpi, F., Frediani, G., Turco, S. and De Rossi, D., "Bioinspired Tunable Lens with Muscle-Like Electroactive Elastomers," Advanced Functional Materials, 21, 4152–4158 (2011).
- [11] Liebetraut, P., Petsch, S., Liebeskind, J. and Zappe, H., "Elastomeric lenses with tunable astigmatism," Light: Science & Applications, 2(e98), 1-6 (2013).
- [12] Vaghefi, E., Malcolm, D. T. K., Jacobs, M. D. and Donaldson, P. J., "Development of a 3D finite element model of lens microcirculation," BioMedical Engineering OnLine, 11(69), 1-26 (2012).
- [13] Agresta, B., Knorz, M. C., Donatti, C. and Jackson, D., "Visual acuity improvements after implantation of toric intraocular lenses in cataract patients with astigmatism: a systematic review," BioMed Central Ophthalmology, 12(41), 1-6 (2012).
- [14] Lanchares, E., Navarro, R. and Calvo, B., "Hyperelastic modelling of the crystalline lens: Accommodation and presbyopia," Journal of Optometry, 5, 110-120 (2012).
- [15] Navarro, R., Palos, F. and González, L. M., "Adaptive model of the gradient index of the human lens. II. Optics of the accommodating aging lens," Optical Society of America, 24(9), 2911-2920 (2007).
- [16] Alio, J. L. and Pikkell, J., [Multifocal Intraocular Lenses: The Art and the Practice], Springer, Suiza (2014).
- [17] Yin, K., Lai, C.-Y., Wang, J., Ji, S., Aldridge, J., Feng, J., Olah, A., Baer, E. and Michael Ponting, "Bioinspired adaptive gradient refractive index distribution lens," Optical Engineering, 57(2), 1-7 (2018).
- [18] Ji, S., Ponting, M., Lepkowicz, R. S., Rosenberg, A., Flynn, R., Beadie, G. and Baer, E., "A bio-inspired polymeric gradient refractive index (GRIN) human eye lens," Optics Express, 20(24), 26746-26754 (2012).
- [19] Shirk, J.S., Sandrock, M., Scribner, D., Fleet, E., Stroman, R., Baer, E. and Hiltner, A., "Biomimetic Gradient Index (GRIN) Lenses," NRL Review, 53-61 (2006).
- [20] Xu, S., Ren, H., Lin, Y.-J., Jim Moharam, M. G., Wu, S.-T. and Tabiryan, N., "Adaptive liquid lens actuated by photo-polymer," OPTICS EXPRESS, 17(20), 17590-17595 (2009).
- [21] Santiago, F., Bagwell, B. E., Pinon III, V. and Krishna, S., "Adaptive polymer lens for rapid zoom shortwave infrared imaging applications," Optical Engineering, 53(12), 125101-14 (2014)
- [22] Fuh, Y.-K., Hsu, K.-C., Lin, M.-X. and Fan, J.-R., "Characterization of adjustable fluidic lenses and capability for aberration correction of defocus and astigmatism," Optik, 124, 706-709 (2013).
- [23] Lee, W. M., Upadhyaya, A., Reece, P. J. and Giang Phan, T., "Fabricating low cost and high performance elastomer lenses using hanging droplets," Biomedical Optics Express, 5(5), 1626-1635 (2014).
- [24] Choi, J.-M., Son, H.-M. and Lee, Y.-J., "Biomimetic variable-focus lens system controlled by winding-type SMA actuator," Optics Express, 17 (10) 8152-8164 (2009).

- [25] Wang, L., Oku H. and Ishikawa., M., “Variable-focus lens with 30mm optical aperture based on liquid–membrane–liquid structure,” *Applied Physics Letters*, Vol. 102(131111), 1-5 (2013)
- [26] Cruz-Félix, A. S., Santiago-Alvarado, A., Hernandez-Mendez, A., Reyes-Perez, E. R. and Tepichin-Rodriguez E., “Optical performance of a PDMS tunable lens with automatically controlled applied stress,” *Proc. SPIE* 9947, págs. 1-8 (2016).
- [27] Jiang, H. and Zeng, X., [Microlenses :Properties, Fabrication and Liquid Lenses], CRC Press, Boca Raton (2013).
- [28] Ren, H. and Wu, S.-T., [Introduction to Adaptive Lenses], John Wiley & Sons, Inc., New Jersey (2012).
- [29] Cruz-Félix, A. S., Santiago-Alvarado, A., Licona-Morán., B., “Physical-chemical properties of PDMS samples used in tunable lenses,” *International Journal of Engineering Science and Innovative Technology (IJESIT)*, 3(2), 563-571 (2014).
- [30] Turek, I., Tarjányi, N., Martincek, I. and Kácik, D., “Effect of mechanical stress on optical properties of polydimethylsiloxane,” *Optical Materials*, 36, 965–970 (2014).
- [31] Johnston, I. D., McCluskey, D. K., Tan, C. K. L. and Tracey, M. C., “Mechanical characterization of bulk Sylgard 184 for microfluidics and microengineering,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 24(035017), 1-7 (2014).
- [32] Paoli, F. D., [Measuring Polydimethylsiloxane (PDMS) Mechanical Properties Using Flat Punch Nanoindentation Focusing on Obtaining Full Contact], Florida : Graduate Theses and Dissertations, (2015).
- [33] Marquez-Garcia, J., Cruz-Félix, A. S., Santiago-Alvarado, A. and González-García, J., “Characterization of PDMS samples with variation of its synthesis parameters for tunable optics applications,” *Proc. SPIE* 10372, 1-6 (2017).
- [34] Navarro, R., Santamaría, J. and Béscos, J., “Acommodation-dependent model of the human eye with aspherics,” *J. Opt. Soc. Am. A*, 2(8), 1273-1281 (1985).
- [35] Thorlabs. [Optical Wavefront Sensors (Shack-Hartmann): WFS Series Operation Manual], Thorlabs GmbH, (2015).