

# РАЗРАБОТКА УНИВЕРСАЛЬНОЙ АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ УСТАНОВКИ ИЗМЕРЕНИЯ УГЛОВЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ

**Русинов А.П., канд. физ.-мат. наук, доцент,  
Кислов Д.А., канд. физ.-мат. наук, Налбандян В.М.  
Оренбургский государственный университет,  
Центр лазерной и информационной биофизики**

## *Введение*

В рамках Государственного задания на 2017-2019 годы по теме «Плазмонные характеристики слоистых нанокompозитных частиц со структурой «ядро-оболочка», многочастичных кластеров и пространственных решеток на их основе» (научный руководитель, профессор Кучеренко М.Г.) посредством глубокой модернизации имеющегося оборудования была реализована автоматизированная установка измерения угловых зависимостей. Данная установка существенно расширила перечень экспериментальных методов используемых в лабораториях ЦЛИБФ. Появилась возможность исследовать оптические свойства тонких диэлектрических и металлических пленок методами эллипсометрии, измерять угловые зависимости спектров люминесценции и рассеяния с учетом поляризации света, а также непосредственно регистрировать поверхностный плазмонный резонанс (ППР) в тонких пленках благородных металлов при различных внешних условиях. Данная экспериментальная техника в настоящее время находит многочисленные приложения в области биосенсорики, химической и медицинской физике [1-2].

## *1. Электронно-механическая часть установки*

Установка реализована на базе гониометра HZG 3 (Рис. 1.). В нем сохранены корпус и основные механизмы привода подвижного столика, а электропривод и управляющая электроника заменены современными компонентами, принципиально превосходящими заменяемое. Кроме того реализовано сопряжение установки с компьютером позволяющее с помощью специально написанного программного обеспечения задавать режимы ее работы, получать экспериментальные данные с прибора и обрабатывать их.

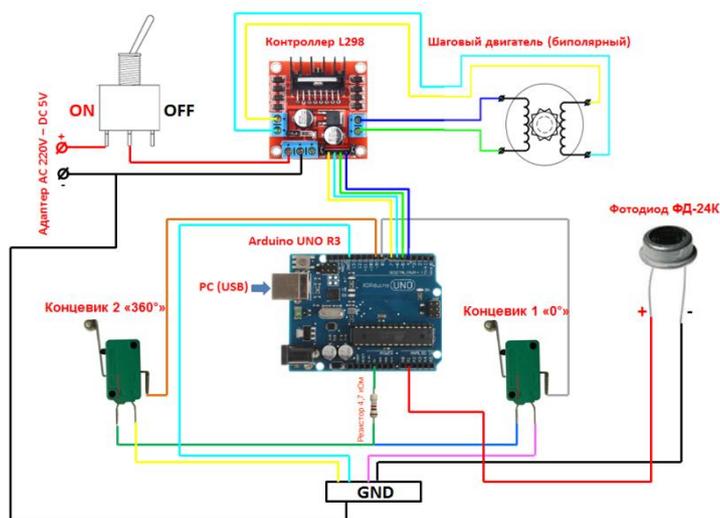
Основная механическая часть установки имеет два рельса, один из них неподвижный, второй может двигаться в одной плоскости с первым рельсом по дуге окружности относительно общего центра (см. рис.1) в диапазоне 25-335 градусов. На подвижном рельсе, в зависимости от задачи, возможно расположение источника света (лазер, светодиод) или регистрирующего устройства (фотодиод, ФЭУ) с интегрированной оптической щелью, поляризаторами и светофильтрами.

Для высокоточного позиционирования подвижного рельса был установлен биполярный шаговый двигатель rh7-1319 управляемый через H-мост, реализованный на микросхеме L298. Использование шагового двигателя позволяет

легко изменять направление, скорость и ускорение при вращении подвижной части прибора. Это дает возможность быстрого старта, остановки и реверсирования с точностью позиционирования до 0.018 градусов (программно может быть доведено до 0.009 градусов).



**Рис. 1.** Внешний вид установки собранной на базе гониометра HZG 3



**Рис. 2.** Электронная часть установки. Схема подключений.

Модуль, управляющий режимами работы установки и поддерживающий протокол связи с компьютером, реализован на плате Arduino UNO R3 с микроконтроллером ATmega328, схема его подключения приведена на рисунке 2. Плата Arduino UNO R3 по четырем цифровым выходам через H-мост управляет обмотками шагового двигателя, через два цифровых входа осуществляет контроль границ диапазона сканирования, считывает через аналоговый вход данные со светодиода и передает их на компьютер. Питание микроконтроллера и связь с персональным компьютером осуществляется по протоколу USB 2.0.

## 2. Программное обеспечение

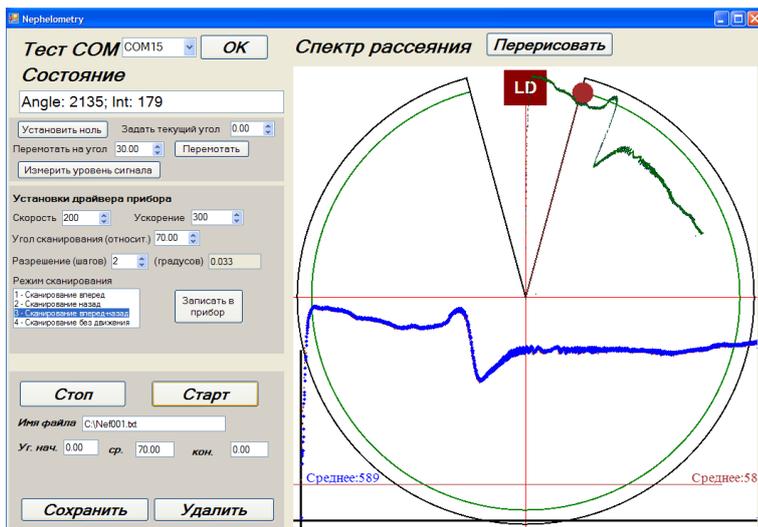
Программный пакет функционально разделен на две части: **драйвер микроконтроллера** ATmega328, интегрированного в установку, осуществляет самодиагностику узлов прибора, контролирует положение подвижной части спектрометра и считывает данные с фотоприемника и **пользовательская программа**, взаимодействующая с микроконтроллером через USB-порт, позволяет задавать режим сканирования (диапазон углов, скорость, угловое разрешение, направление сканирования и т.д.), получать данные с прибора, отображать их в графическом окне и сохранять в удобном для дальнейшей обработки формате.

Драйвер микроконтроллера реализован в программной среде Arduino (C++) в виде циклически повторяющегося участка кода, основными элементами которого является мониторинг состояния прибора (отсутствие ошибок) и ожи-

дание кодовой команды с компьютера по интерфейсу USB 2.0. Список команд драйвера составлен таким образом, чтобы в полной мере реализовать функциональность экспериментальной установки (см. таб. 1). После получения команды драйвер выполняет соответствующий участок кода и возвращается в основной цикл. Для обработки ошибочных сигналов и внештатных ситуаций предусмотрен блок кода, осуществляющий очистку регистра входного порта и «мягкий» перезапуск установки, тем самым восстанавливая ее работоспособность. При управлении шаговым двигателем используется внешняя библиотека AccelStepper.h, позволяющая задавать направление и угол поворота и регулировать максимальную скорость и ускорение двигателя.

Таблица 1.

Код команды	Функция
«1»	Запускает движение подвижной части установки по часовой стрелке на заданное число шагов двигателя с текущими скоростью, ускорением и угловым разрешением. Параллельно производится считывание показаний с фотоприемника и их передача в компьютер. Предусмотрена также экстренная остановка сканирования при достижении крайнего положения.
«2»	Аналогичен предыдущему, только поворот осуществляется против часовой стрелки.
«3»	Выполняет однократное считывание показаний с фотоприемника и передает их в компьютер.
«5»	Возвращает в компьютер записанные в драйвере текущие установки сканирования (число шагов, скорость, ускорение и угловое разрешение)
«7»	Перемещает подвижную часть установки в заданное положение из доступной области сканирования.
«8»	Запускает начальное тестирование установки, при успешном прохождении которого выдает код готовности к работе.
«9»	Записывает в драйвер новые установки сканирования (число шагов, скорость, ускорение и угловое разрешение).

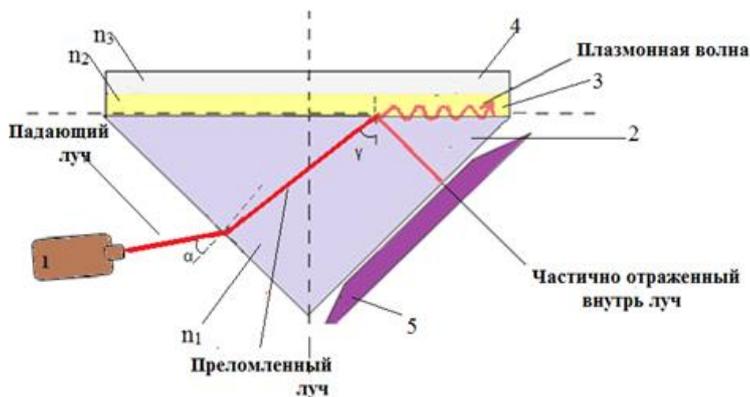


**Рис. 3.** Вид рабочего окна программы по завершению измерений.

Ехel и Origin. В правой части окна размещена графическая область, где отображаются результаты измерений в полярных координатах связанных с осью установки в реальном угловом масштабе, ниже данные зависимости перерисовываются в декартовых координатах в относительных осях с автоматическим масштабированием.

### *3. Исследование поверхностного плазмонного резонанса методом нарушенного полного внутреннего отражения*

При реализации эксперимента данная установка использовалась для регистрации угловых зависимостей коэффициента отражения света от тонких (10-100 нм) металлических пленок в схеме нарушенного полного внутреннего отражения. В этом качестве установка представляет собой универсальный высокоселективный спектрометр поверхностного плазмонного резонанса, по ряду параметров превосходящий имеющиеся на рынке приборы аналогичного типа [3].



**Рис. 4.** Схема оптической части плазмонного

Прикладная программа представляет собой Windows-приложение разработанное в среде Visual Studio 2017 на языке программирования C#. Окно программы функционально разделено две части (см. рис. 3): слева – рабочая область, позволяющая проводить подключение к драйверу прибора через последовательный порт и выполнять его инициализацию, задавать параметры и диапазон сканирования, а также сохранять полученные данные в текстовом формате, совместимом с MS

спектрометра.

1 – источник света (полупроводниковый лазер 650 нм);

2 – прямоугольная призма (ТФ-5);

3 – слой металла (Au, Ag) нанометровой толщины;

4 – Исследуемый раствор;

5 – Фотоприемник (ФД – 24);

$n_1$  – показатель преломления призмы из оптического стекла тяжелый флинт ( $n = 1.74$ );

$n_2$  – Комплексный показатель преломления плёнки благородного металла нанометровой толщины ( $\sim 50$  нм);

$n_3$  – показатель преломления исследуемой среды.

Далее показано, что данный прибор может с успехом применяться в качестве сенсора для определения концентрации различных веществ в растворах. В основу оптического плазмонного спектрометра положена схема возбуждения поверхностных плазмонов по методу Кречмана [4] (рис. 4).

В данной работе нами использовались стеклянные прямоугольные призмы с напыленным на ее основание тонким (порядка 50 нм) слоем металла. Металлическая пленка

наносилась на призму магнетронным напылением, при этом схема покрытия варьировалась: серебро; серебро, покрытое золотом; золото.

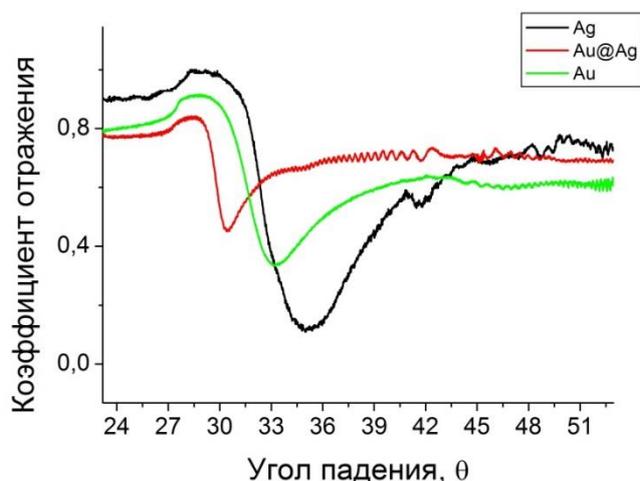
Призма крепилась в центре неподвижного столика в специальном держателе со стеклянным окошком. Между призмой и стеклом был предусмотрен специальный герметичный зазор толщиной 2-3 мм для введения исследуемой жидкости. Угол, при котором происходит резонанс, очень чувствителен к изменению показателя преломления среды, смежной с поверхностью металла. Условие возникновения поверхностного плазмонного резонанса в металлической пленке записывается как:

$$\frac{2\pi}{\lambda} n_1 \sin \theta = k_{sp} \sqrt{\frac{n_2^2(\omega) n_3^2}{n_2^2(\omega) + n_3^2}} \quad (1)$$

где  $\lambda$  – длина волны возбуждающего света;  $\theta$  – угол падения лазерного луча на металлический слой;  $k_{sp}$  – волновой вектор поверхностных плазмонов в металле.

Типичные угловые зависимости коэффициента отражения света от металлических плёнок для системы «металл-воздух» показаны на рисунке 5. Видно, что для всех образцов при определенном угле падения на кривых угловой зависимости коэффициента отражения света возникает провал. В этот момент металл активно поглощает свет, что обусловлено возникновением поверхностного плазмонного резонанса. Для каждого образца угол, при котором наблюдается резонанс, разный. Для плёнки Ag этот угол равен  $35^\circ$ , для слоистой пленки Au@Ag –  $30.5^\circ$ . Плазмонный резонанс в плёнке Au наступает при угле падения света в  $33.23^\circ$ .

Если к металлу с наружной стороны добавить диэлектрическую среду, то форма кривой не меняется, однако угол ППР сдвигается в сторону больших значений пропорционально изменению диэлектрической проницаемости. Для иллюстрации работы установки в режиме плазмонного сенсора были взяты две экспериментальные системы: «сахар + вода» и «этанол + вода».



**Рис. 5.** Зависимость коэффициента отражения от угла падения света для системы «металл-воздух» для трёх плёнок (Ag, Au@Ag, Au)

Для плавного изменения диэлектрической проницаемости исследуемого образца варьировалась концентрация примеси в образце: для системы «этанол + вода» концентрация этанола изменялась в пределах 0 – 100%; для системы «сахар + вода» концентрация приготовленных растворов варьировалась в диапазоне от 0.0417 до 0.2085 г / мл.

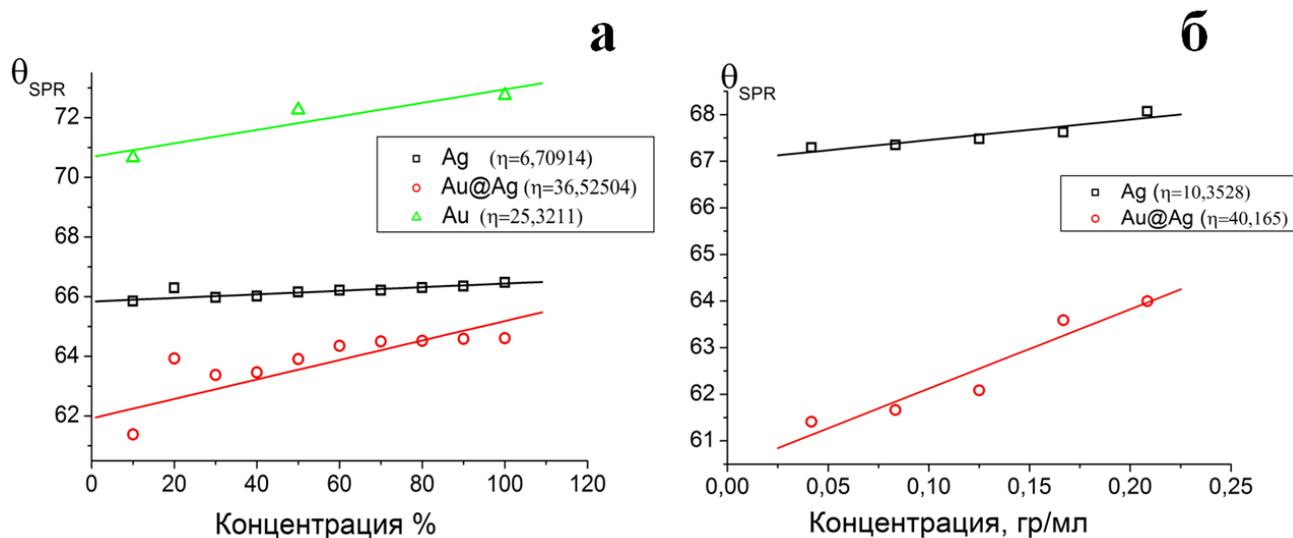
Для того чтобы сравнить чувствительность сенсора, работающего на разных плёнках металла, введём величину:

$$\eta = \frac{\Delta\theta}{\Delta\epsilon} \quad (2)$$

Разность углов, стоящая в числителе формулы (2), высчитывалась по экспериментальным данным. Для диэлектрической проницаемости использовались табличные значения.

На рисунке 6 представлены зависимости угла возникновения поверхностного плазмонного резонанса от концентрации этилового спирта и сахара для призм с разными плёнками металла.

Из рисунка 6 следует отметить, что угол возникновения ППР изменяется линейно, в зависимости от концентрации примеси в растворе. Угол наклона прямой, который характеризует чувствительность прибора, для каждой плёнки металла разный. Наилучшая чувствительность обнаружилась у сенсора на основе слоистой наноплёнки.



**Рис. 6.** Концентрационная зависимость угла возникновения поверхностного плазмонного резонанса на разных плёнках для смеси: а – «вода + этанол»; б – «сахар + вода»

При рассмотрении двух растворов этанола и сахара, величина  $\eta$  для одной плёнки разная, так как среда отличается не только диэлектрической проницаемостью, но и учитывается взаимодействия исследуемой среды с металлическим напылением.

Необходимо отметить, что полученные экспериментальные результаты находятся в хорошем согласии с теоретическими расчетами других авторов.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках Госзадания № 3.7758.2017/БЧ, РФФИ в рамках научного проекта № 15-08-04132\17\_a и Совета по грантам Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых (стипендия Президента Российской Федерации, № СП-1340.2015.1)*

#### Список литературы

1. Wong C.L., Ho H P., Yu T.T., Suen Y.K., Chow W.W.Y., Wu S.Y., Law W.C., Yuan W., Li W.J., Kong S.K., et al. Two-dimensional biosensor arrays based on surface plasmon resonance phase imaging // *Applied Optics*. 2007. Vol. 46. № 12. P. 2325.
2. Lee J.-Y., Chou T.-K., Shill H.-C. Polarization-interferometric surface-plasmon-resonance imaging system. 2008. Vol. 33. № 5. P. 434-436.
3. Lecamyer P., Canva M., Rolland .T. Metallic film optimization in a surface plasmon resonance biosensor by the extended Rouard method // *Applied Optics*. 2007. Vol. 46. № 12. P. 2361.
4. Schroter U., Heitmain D. Grating couplers for surface plasmons excited on thin metal films in the Kretschmann-Raether configuration // *Physical Review B*. 1999. Vol. 60. № 7. P. 4992- 4999.