



Sistema opto-mecánico θ - 2θ para su uso en Resonancia de plasmones de superficie y Brewster-Abelès.

Opto-mechanical system θ - 2θ for its use in Surface Plasmon Resonance and Brewster-Abelès.

Espinosa-Sánchez, Y.M., Luna-Moreno, D.

Fotónica; Centro de investigaciones en Óptica; 37150. León, Gto.
essym@cio.mx, dluna@cio.mx

Innovación tecnológica: Medición de muestras líquidas, sólidas, gaseosas y aplicaciones didácticas para fenómenos ópticos.

Área de aplicación industrial: Biomédica, optoelectrónica.

Recibido: 15 enero 2016.

Aceptado: 30 mayo 2017.

Resumen

En este trabajo se muestra el diseño e implementación de un sistema opto-mecánico θ - 2θ con platinas rotatorias motorizadas de alta resolución angular, usando luz con polarización p de un láser He-Ne, mediante el cual es posible la caracterización de películas delgadas metálicas y dieléctricas usando la técnica de Resonancia de Plasmones de Superficie y de Brewster-Abelès, respectivamente. El sistema es usado con propósitos de investigación ya que se puede usar en biosensado y en sensado de muestras líquidas, sólidas y gaseosas, también tiene aplicaciones didácticas ya que su uso proporciona una visualización en tiempo real de fenómenos ópticos, como reflexión total interna, ángulo crítico, ángulo de Brewster y medición de dispersión. El software controlador de este sistema está basado en Labview, ya que proporciona una respuesta rápida, precisa y simple al medir las muestras. También es posible observar la medición en tiempo real.

Palabras Clave: Labview, Brewster-Abelès, Películas delgadas, Resonancia de plasmones de superficie, Sensor.

Abstract

In this work is shown the design and implementation of a θ - 2θ opto-mechanical system with motorized rotary stages of high angular resolution, using light with p polarization of a He-Ne laser, through which is possible the metallic and dielectric thin film characterization using the Surface Plasmon Resonance and Brewster-Abelès techniques respectively. The system is used with research purposes because it can be used in biosensing and sensing of liquid, solid and gaseous samples, also it has didactic applications since their use provides visualization in real time of some optics phenomena as total internal reflection, critic angle, Brewster angle and scattering measurement. The system controller software is based in LabVIEW because provides a better response, fast, simple and accurate when the samples are measured. Also is possible observe the measurement in real time.

Key Words: Labview, Brewster-Abelès, Thin films, Surface plasmon resonance, Sensor.

1. Introducción

En las últimas décadas se han registrado esfuerzos científicos y tecnológicos encaminados al desarrollo de sensores útiles en la medición de cantidades químicas y biológicas, por lo cual una variedad de técnicas ópticas han sido desarrolladas con el objetivo de medir cantidades químicas. Entre estas técnicas destacan las que hacen uso de esparcimiento Raman, interferometría, espectroscopía de los modos guiados de una guía de onda y la resonancia de plasmones de superficie (RPS).

El potencial de la RPS en la caracterización de películas delgadas y el estudio de los procesos en la frontera de una película metálica fue descubierto a finales de los años setenta [1,2]. La explotación de este fenómeno es, en la actualidad, el recurso más empleado en la biología y la medicina debido a que tiene mayor resolución (1×10^{-6} RIU) en la medición de cambios de índice de refracción [3].

Para que los plasmones de superficie (PS) puedan generarse, es necesario que electrones libres en la interfaz de dos materiales estén presentes. Uno de estos materiales regularmente es un metal (típicamente oro o plata), debido a la gran cantidad de electrones libres que presentan, y el otro es un

dieléctrico. Estos materiales presentan constantes dieléctricas de signos opuestos [4].

Los PS también pueden ser vistos como ondas electromagnéticas fuertemente confinadas a esa interfaz. [5]

El fenómeno óptico de RPS se lleva a cabo cuando luz incidente con polarización p , excita a los PS.

El PS está asociado a una onda electromagnética y el vector de campo alcanza su máximo en la frontera metal-dieléctrico y decae exponencialmente dentro de ambos medios [3].

En la RPS, en la configuración de Kretschmann, cuando la onda plana (con polarización p) incide a través del prisma en condiciones de reflexión total interna, al ir cambiando el ángulo de incidencia de ésta (θ_0), se encuentra cierto ángulo en el cual la reflectancia decae. Esto se debe a que los fotones de la luz con polarización p pueden interactuar con los electrones libres de la capa de metal, induciendo una oscilación en forma de onda de los electrones libres y reduciendo de este modo la intensidad de la luz reflejada.

Este ángulo de baja reflectancia es conocido como ángulo de RPS, y depende de las

características ópticas del sistema, tal como los índices de refracción de los materiales que se encuentran a ambos lados del metal [6].

Se muestra el diseño de un sistema optomecánico θ - 2θ , el cual puede usarse en su modalidad de resonancia de plasmones de superficie o puede adaptarse a la técnica de Brewster-Abelès.

El objetivo de ésta investigación es crear un sistema de RPS de forma sencilla y barata, en comparación con otros sensores, que permita su adaptación de forma fácil para realizar diferentes tareas.

Los fenómenos ópticos que rigen al sistema hacen posible su uso para la caracterización de películas delgadas metálicas y dieléctricas, puede usarse también como biosensor y como sensor, dado que es capaz de medir variaciones en el índice de refracción de muestras líquidas y gaseosas, y también puede emplearse con fines didácticos, ya que ayuda a comprender con mayor facilidad diferentes fenómenos ópticos como la reflexión y el ángulo crítico.

Para la caracterización de películas delgadas metálicas, se usa la técnica de resonancia de plasmones de superficie en la configuración de Kretschmann, mientras que para la caracterización de películas delgadas dieléctricas, se usa la técnica de Brewster-Abelès.

La técnica de RPS, en la configuración de Kretschmann, consiste en hacer incidir luz láser con polarización p , a diferentes ángulos, sobre un prisma (el prisma puede ser triangular o semicilíndrico). En este caso se emplea un prisma semicilíndrico con recubrimiento de metal en su cara plana. La luz que es reflejada por el prisma es capturada por un fotodetector. Esto permite obtener en tiempo real la curva de la señal reflejada por el prisma que es captada por el fotodetector. Finalmente, por medio de un

ajuste de curvas se puede tener información sobre los parámetros ópticos de la película metálica (índice de refracción, coeficiente de extinción y espesor).

La técnica de Brewster-Abelès consiste en hacer incidir luz láser con polarización p sobre un sustrato con y sin recubrimiento de película dieléctrica. Se obtienen dos curvas de la intensidad de luz reflejada por el sustrato con y sin recubrimiento, y obteniendo el ángulo en donde se intersecan las curvas se puede conocer el índice de refracción de la película dieléctrica.

2. Materiales y métodos

2.1. Sustratos y películas

Para usar el sistema en su modalidad Brewster-Abelès, sobre un sustrato de vidrio SFN64, de Shott glass, se hizo un escalón con una película de fluoruro de magnesio (MgF_2) de 50 nm de espesor. La película fue depositada en una cámara de vacío por evaporación térmica y su espesor se estimó con un monitor de cristal cuarzo (Leybold Inficon XTC/2, Deposition Controller, a 6 MHz de frecuencia del cristal de cuarzo).

Se depositó una película de plata sobre un prisma semicilíndrico de vidrio BK7 para usar el sistema en modo RPS. El espesor del recubrimiento de plata fue medido dentro de la campana de evaporación, con un monitor de cristal de cuarzo del mismo modo que la película de MgF_2 . La plata con una pureza de 99.99% fue evaporada usando un cañón de electrones (5kV, 26 mA) en una tasa de evaporación de 3Å/s en una atmósfera de 4×10^{-4} mbar de presión.

2.2. Descripción del sistema

El sistema de resonancia de plasmones de superficie del que se hace uso, es un sistema

que usa el acoplamiento con prisma en la configuración de Kretschmann.

Se diseñó y construyó un sistema electrónico y mecánico para obtener datos, procesarlos y al mismo tiempo, manejar el sistema desde la computadora. En la Figura 1 se muestra el diagrama general del sistema.

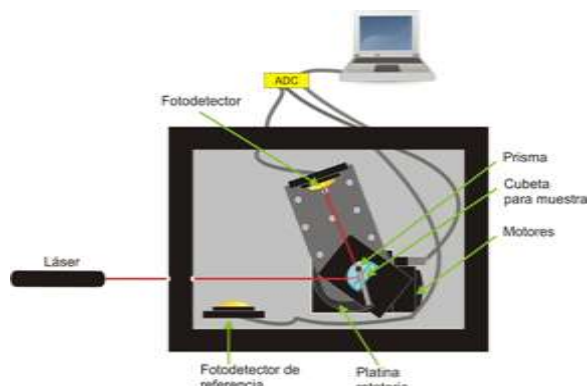


Figura 1. Diagrama general del sistema.

El sistema consta de tres partes, el arreglo electrónico, el mecánico y el software controlador. A continuación se describe cada una de las partes que conforman el sistema.

2.2.1. Arreglo electrónico del sistema

Está compuesto por una tarjeta de adquisición de datos, dos fotodetectores y una tarjeta controladora de los motores paso a paso.

La función de la tarjeta de adquisición de datos es convertir las señales analógicas a digitales y establecer la comunicación con la computadora. En la Figura 2 se observa el diagrama electrónico de la tarjeta de adquisición de datos. Su componente central es el microcontrolador PIC18F4550 de Microchip [7], que fue elegido por las características que presenta, dentro de las cuales destacan las siguientes:

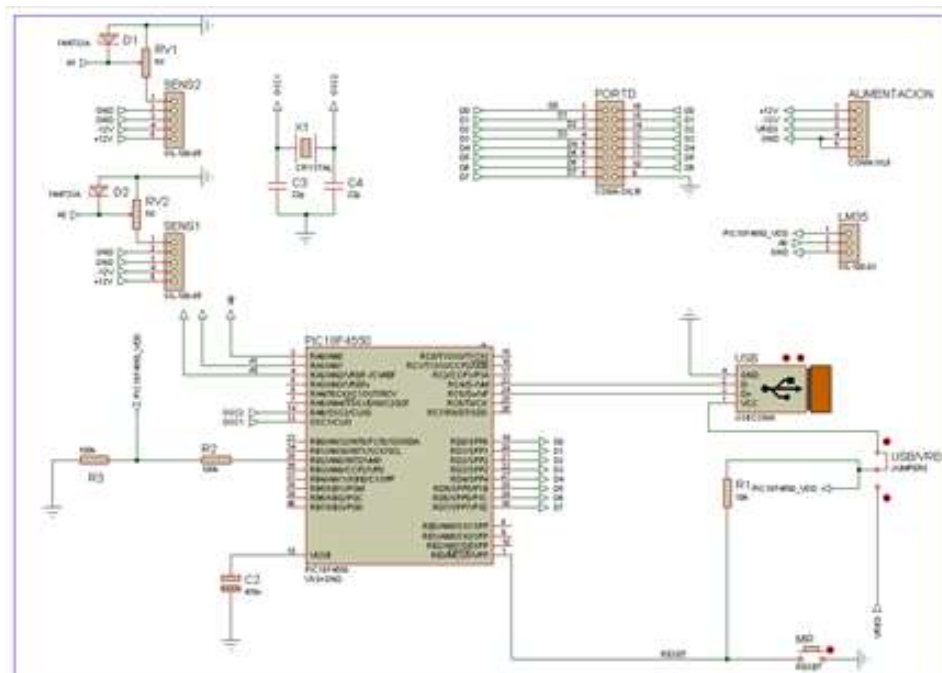


Figura 2. Diagrama electrónico de la tarjeta de adquisición de datos.

- Frecuencia de operación de 48 MHz.
- Puertos de I/O.
- Puertos A, B, C, D y E.
- Canal USB (Universal Serial Bus).

- 13 Canales de conversión Analógico a Digital (ADC) de 10 bits.

El microcontrolador dispone también de diferentes unidades funcionales, mediante las cuales realiza tareas específicas. En este caso, las unidades funcionales que se usan son: la conversión analógica – digital, mediante la cual una señal analógica puede ser adquirida y transformada a señal digital, tiene 10 bits de resolución, 13 canales multiplexados, señal de reloj de conversión configurable y tiempo de adquisición programable. Este microcontrolador también permite la comunicación por puerto USB.

Además del diseño y elaboración de la tarjeta de adquisición de datos, se realizó una segunda placa de circuito impreso, la cual se usa como interfaz que se adapta en la tarjeta de potencia del controlador de los motores, con la finalidad de convertir un conector RS-232 del tipo DB-25 a un conector de tipo DIL de 16 pines colocado en dicha tarjeta de control ADC.

La tarjeta del adaptador, fue realizada con la finalidad de conectar de manera sencilla y en forma de interfaz, el controlador de los motores paso a paso bipolares con las salidas del microcontrolador PIC18F4550. En la Figura 3 se puede observar el diagrama electrónico de estos adaptadores.

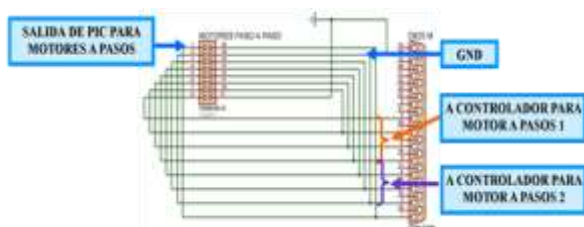


Figura 3. Diagrama electrónico del adaptador para motores a paso.

Los fotodetectores son una parte fundamental de nuestro sistema, dado que son los encargados de percibir la intensidad de luz láser que se mide. Son dispositivos capaces de convertir el estímulo de una señal luminosa en una variación de intensidad [8].

El funcionamiento de las tarjetas que contienen a los fotodetectores ocurre de la siguiente forma: el haz de luz láser incide en un prisma semiesférico o en un sustrato rectangular. Éste haz de luz es reflejado a través del prisma hacia uno de los fotodetectores y al ser captado se genera un voltaje, el cual es demasiado pequeño, por lo que se usa una etapa de amplificación de 0 a 5 volts. El otro fotodetector es el que se usa de referencia, para cerciorarse que dentro del sistema no exista ninguna reflexión que afecte las mediciones.

En la Figura 4 se muestra el diagrama electrónico usado para las dos placas de los fotodetectores.

Las tarjetas controladoras de los motores de las plataformas son tarjetas de potencia. En la Figura 5 se muestra el diagrama electrónico usado para cada uno de los motores. Cada tarjeta consiste de un arreglo de 4 opto-acopladores 4N32, mediante los cuales es posible aislar la tarjeta de control de las bobinas de los motores.

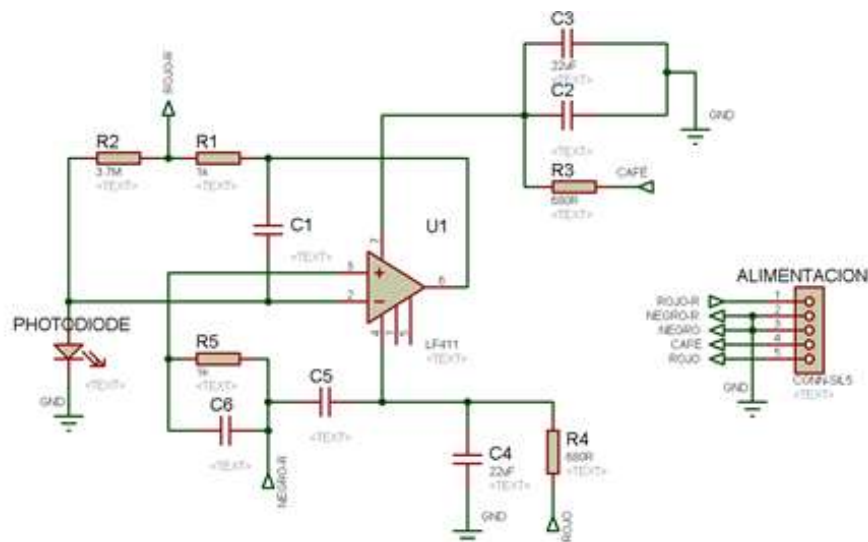


Figura 4. Diagrama electrónico de las tarjetas de los fotodetectores.

Los pulsos de control se transmiten cuando los LED's internos se encienden, éstos están a la entrada de cada opto-acoplador. La

resistencia, antes de cada opto-acoplador, sirve para limitar la corriente que llega a los opto-acopladores.

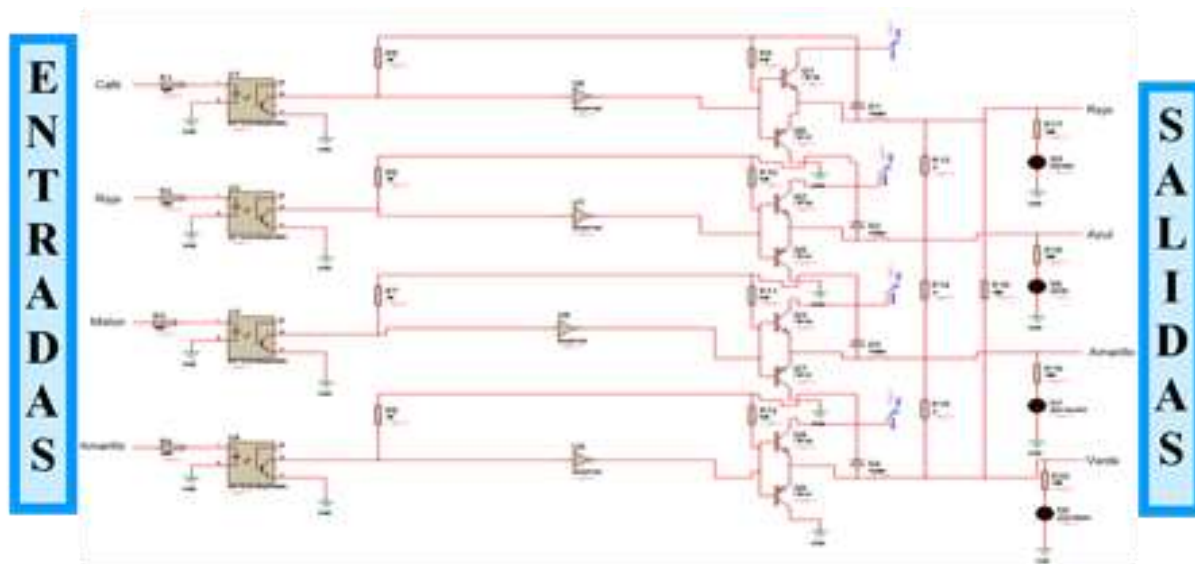


Figura 5. Diagrama electrónico usado para cada una de las tarjetas que controlan los motores de las plataformas.

La salida de cada opto-acoplador es un transistor en configuración Darlington, cuyo emisor se conecta al negativo de la fuente. El colector se conecta al positivo de la fuente de alimentación por medio de una resistencia de 10 kΩ, de modo que si se recibe un voltaje del puerto de control, se tiene un nivel bajo a la salida del opto-acoplador y viceversa.

La salida del opto-acoplador se conecta a la entrada del circuito ULN2803, que es una interfaz entre circuitos de baja potencia y cargas que requieren mayor voltaje y corriente. Este circuito tiene en sus salidas resistencias de pull up de 3.9 kΩ.

El circuito, además, invierte la señal, por lo que los pulsos de control salen del circuito

con el mismo nivel de la entrada (alto o bajo) y con mayor potencia.

La última etapa de los controladores es la etapa de potencia, la cual consta de puentes H discretos. Estos puentes están formados por transistores de potencia Darlington NPN (TIP102) y PNP (TIP107). Cuando el puerto de salida entrega niveles bajos en las 4 líneas del motor, los transistores PNP se polarizan directamente, entregando niveles bajos en las bobinas del motor. Cuando una línea entrega un nivel alto, el transistor NPN correspondiente se polariza directamente. Al mismo tiempo, el transistor PNP en serie se polariza inversamente, abriendo la línea del negativo por lo que la bobina correspondiente se energiza, dando como resultado el giro en 0.01° del rotor del motor.

El motor queda en esa posición hasta que recibe un pulso en cualquiera de sus bobinas contiguas y lo hará en el sentido de las manecillas del reloj o en forma contraria, dependiendo del pulso recibido.

Los motores a pasos son alimentados por una fuente lineal de 12V, y están compuestos por dos bobinas por las que puede circular corriente en uno u otro sentido, según la secuencia definida para obtener el giro del mismo.

2.2.2 Arreglo mecánico del sistema

Está formado por la parte mecánica donde se encuentra el fotodetector, los motores a pasos bipolares que mueven las platinas del fotodetector y las monturas donde se coloca el prisma o el sustrato de vidrio rectangular.

La parte mecánica del fotodetector está formada por una superficie plana rectangular perforada, la cual se encuentra dentro del sistema giratorio del sistema mecánico. Está hecho de aluminio debido a que es un material ligero, resistente a la corrosión y no es magnético. Debido a que este material

refleja la luz, se optó por anodizar en color negro opaco las piezas de aluminio, lo cual también ayuda a disminuir el desgaste del material. Este mecanismo está montado en el eje de los motores a paso bipolares.

Los motores a pasos bipolares, fueron elegidos para este sistema debido a que se requieren movimientos muy precisos. Estos motores pueden ser operados con pasos completos o medios pasos. Para nuestro caso, los motores se usan a pasos completos.

En el sistema son usadas dos plataformas de rotación (Standa Rotary Stage mod.8MR108-2) [9]. Cada plataforma cuenta con un motor. Estos motores tienen alta precisión y estabilidad. Existen otras características importantes de esta plataforma, entre las que destacan las siguientes:

- Dispone de 360° de rotación.
- Resolución de 0.01 grados.
- Indicador de posición angular con una escala de 360° grabada en la plataforma giratoria.
- Incrementos de 1° .
- 10 micras de excentricidad.
- Velocidad de rotación de 12 $^\circ/s$.
- Capacidad de carga de 10 kg horizontal y 2 kg radial.
- Par de 1 Newton metro (Nm).
- Peso de 1.07 Kg.
- Alimentación del motor a 12 VCD.
- Cero backlash
- Corriente máxima de 1A.

Debido a que ésta plataforma no cuenta con un controlador de etapa motorizada, es que se tuvo que diseñar e implementar la tarjeta que controla los motores de las plataformas, cuya explicación de funcionamiento se proporcionó en el apartado 2.2.1.

2.1.1. Software controlador del sistema

La interfaz de control del sistema fue diseñada en el entorno del software Labview. Este Software fue elegido por su entorno gráfico y de instrumentación.

Para lograr la comunicación entre la interfaz hecha en Labview y el sistema de RPS se usó la tarjeta de adquisición de datos antes descrita, la cual está basada en un microcontrolador.

La forma que tiene el microcontrolador de realizar la adquisición de la señal y de enviarla a la computadora, es mediante un programa que se realizó en el compilador CCS del lenguaje de programación C. El programa realizado en CCS proporciona una serie de instrucciones que el microcontrolador debe ejecutar, tales como establecer los puertos del microcontrolador que serán usados como entradas y los que serán usados como salidas. En el programa se estableció el uso de un puerto de entrada del microcontrolador que permite adquirir una señal analógica. Se hace uso de este puerto debido a que la señal adquirida por el microcontrolador es la que proviene del fotodetector. Este programa también se encarga de controlar el movimiento, sentido de giro y velocidad de los motores a pasos bipolares.

En los siguientes apartados se describe cada uno de los elementos que conforman la interfaz.

a) USB Status

Esta pestaña indica si la tarjeta de adquisición de datos está conectada a la computadora.

La tarjeta de adquisición de datos tiene conexión al puerto USB, esto se debe a que el uso del puerto USB permite una mayor rapidez en la transferencia de datos. En promedio, el puerto USB transfiere información a una velocidad mayor que 12

mbps [10]. En la Figura 6 se observa ésta parte de la interfaz.

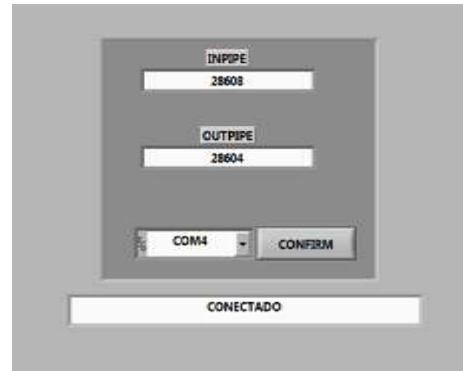


Figura 6. Pestaña de la interfaz "USB STATUS".

b) Perform Test

En esta parte de la interfaz es graficada, en tiempo real, la señal que es reflejada por el prisma y captada con el fotodetector. Lo que se obtiene del fotodetector es una señal analógica y mediante el uso del convertidor Analógico-Digital del microcontrolador, que se encuentra en la tarjeta de adquisición de datos, se convierte a digital. La adquisición de datos se lleva a cabo cuando los motores que controlan las platinas del prisma y del fotodetector se activan y empiezan a girar de acuerdo a lo especificado en la interfaz. Como consecuencia el haz de luz láser incide a diferentes ángulos sobre el prisma, ya que la luz reflejada del prisma es captada con el fotodetector en los distintos ángulos de incidencia.

En esta parte de la interfaz se muestra también la temperatura a la cual está siendo realizada la prueba. Este dato es obtenido de un Microcontrolador de Texas Instruments, con un sensor de temperatura interno (MSP-EXP430G2), que se encuentra en la caja donde está el sistema.

En los datos obtenidos de esta prueba también se especifican la temperatura al iniciar la prueba y la temperatura al finalizar la misma.

En la Figura 7 se muestra la parte de la

interfaz dónde se encuentra ésta función.

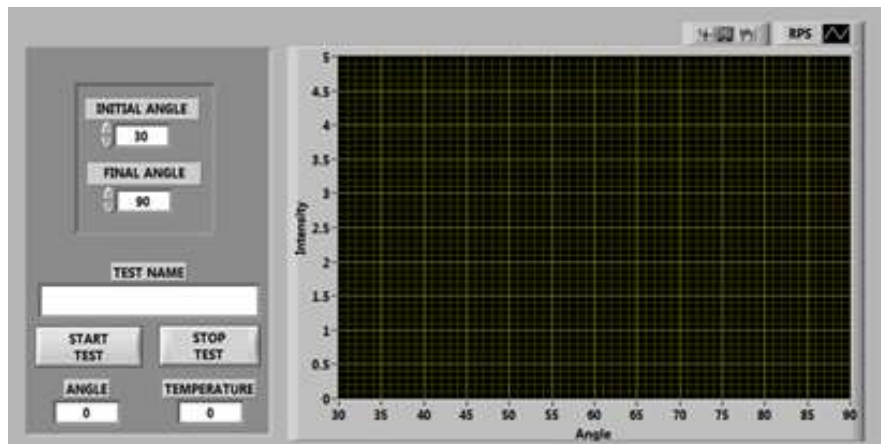


Figura 7. Pestaña de la interfaz “Perform Test”.

c) Perform Analysis

En esta parte de la interfaz es donde se lleva a cabo el análisis de los datos obtenidos en la pestaña “Perform Test”.

El primer proceso que se realiza es el suavizado de los datos. Esto se hace con la finalidad de que la señal esté lo más uniforme posible antes de realizar los demás cálculos. Para el suavizado se utiliza el filtro Butterworth, mediante el cual se busca producir una respuesta tan plana como sea posible hasta la frecuencia de corte. Para este caso, la frecuencia de corte que es usada es de 0.09 Hz. Después del suavizado, la señal es graficada.

Cuando la señal es filtrada, se obtiene el valor máximo y mínimo de la señal, haciendo uso de la función “Array Max & Min” de Labview. Los máximos y mínimos son en función de la intensidad de la luz captada por el fotodetector.

El ángulo de resonancia (ángulo de mínima reflectancia) y el ancho de la curva de resonancia son los datos que se obtienen de este análisis. También se muestran la temperatura inicial y final en el momento en el que se hizo la adquisición de los datos. En la Figura 8 se observa ésta pestaña de la interfaz.

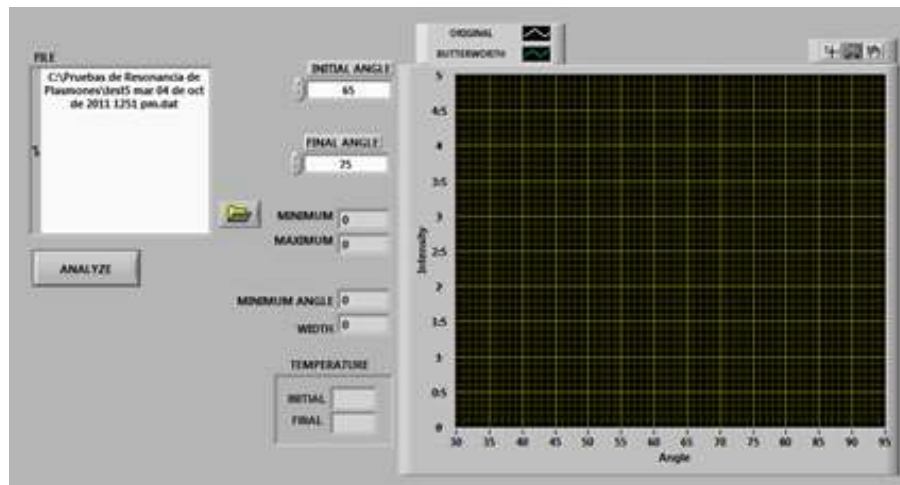


Figura 8. Pestaña de la interfaz "Perform analysis".

d) Sensor Calibration

En esta ventana es mostrada la intensidad de luz láser que es reflejada por el prisma y que está siendo captada por el fotodetector. Se muestra también un indicador de referencia y en éste se muestra la luz que está siendo captada por un segundo fotodetector que está colocado en la caja donde se encuentra el sistema. La finalidad de estos indicadores, además de mostrar la intensidad de luz láser captada por los fotodetectores, es, en el caso del fotodetector que capta la luz que refleja el prisma, se evite que la intensidad iguale o exceda su equivalente a 5V, dado que este es el voltaje máximo que puede soportar el fotodetector y llegado a este voltaje se satura. En el caso del indicador del fotodetector de referencia es para probar la uniformidad de la intensidad de la luz incidente.

Hay también un indicador que muestra la temperatura a la que está operando el sistema. En la Figura 9 se muestra ésta parte de la interfaz.

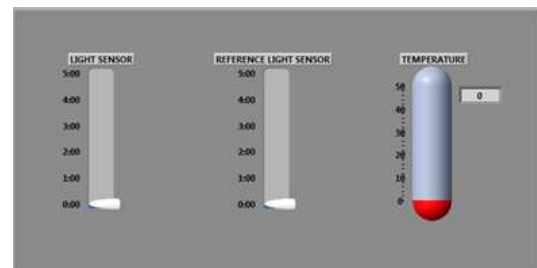


Figura 9. Pestaña de la interfaz "Sensor Calibration".

e) Motor Calibration

En esta parte es donde se lleva a cabo la manipulación de los motores que controlan a las platinas del fotodetector y del prisma. Para poder desplazar las platinas es necesario, primeramente, que el usuario especifique los grados que desea que las platinas giren. Se tiene la opción de mover las platinas juntas o de manera independiente.

A continuación se muestra en la Fig. 10 la pestaña que se acaba de describir.



Figura 10. Pestaña de la interfaz “Motor Calibration”.

f) Measuring Photodetector

En esta pestaña (Figura 11) se realiza la medición de la luz láser esparcida por una muestra. Para realizar esta medición es necesario especificar los grados a los cuales la detección de luz láser por parte del fotodetector iniciará. El usuario especifica el nombre de la prueba y el tiempo durante el cual la detección será llevada a cabo.

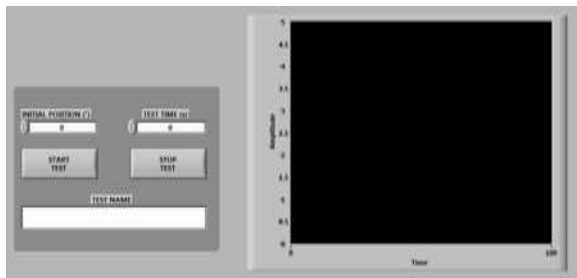


Figura 11. Pestaña de la interfaz “Measuring Photodetector”.

g) Brewster

La técnica del ángulo de Brewster es un método de medición simple y rápido basado en el efecto descrito primero por Brewster en 1815. Ésta técnica es adecuada para cualquier tipo de películas transparentes y no es requerido un arreglo ni un proceso de análisis sofisticado [11]. Cuando el ángulo entre el haz incidente y la película coincide con el ángulo de Brewster (θ_B), el vector de campo eléctrico de la luz reflejada no tiene componente en el plano de incidencia. El índice de refracción (n) de un material dado (en aire) está relacionado a θ_B por la Ecuación (1).

$$n = \tan(\theta_B) \quad \text{Ec. (1)}$$

Sin embargo, en el caso del análisis de una película, la estimación del índice de refracción de la película no es simple, ya que la respuesta es el índice de refracción efectivo del sistema sustrato-película. En este sentido, la técnica Brewster-Abelès debe ser usada [12].

Una vez que se tiene el archivo de datos de la reflectancia del sustrato, se procede a usar la parte de la interfaz nombrada como “Brewster” para calcular el índice de refracción del sustrato. A continuación, en la Figura 12 se observa la imagen de ésta parte de la interfaz.

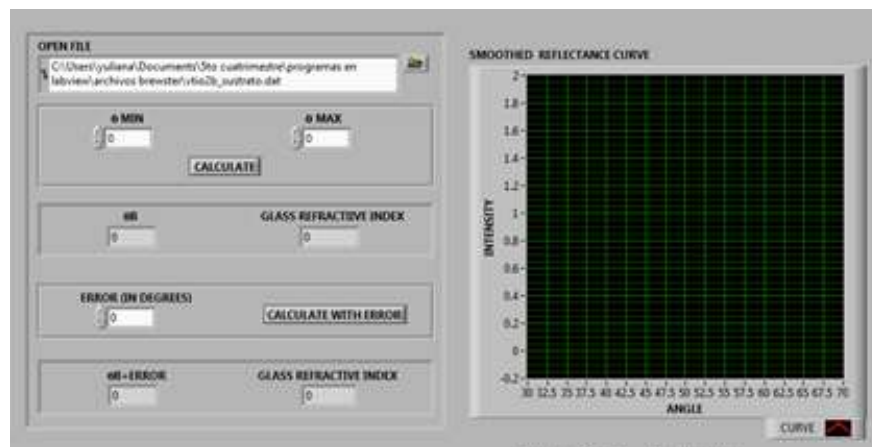


Figura 12. Pestaña de la interfaz “Brewster”.

En esta parte de la interfaz el primer paso es cargar los datos. Antes de realizar el cálculo de índice de refracción, se especifican los ángulos inicial y final que delimitan el rango de análisis.

El cálculo se realiza buscando el mínimo valor de intensidad de luz reflejada, a partir de un arreglo de datos obtenidos mediante la función “Array Max & Min” de Labiew. Una vez que se obtiene este valor, se busca, su posición dentro del vector. Al obtener ésta posición, se busca en el vector que corresponde a los ángulos, la misma posición, para encontrar a qué ángulo ocurre la mínima reflectancia.

Al ángulo dónde ocurre la mínima reflectancia se le conoce como ángulo de Brewster θ_B . Al encontrar éste ángulo, lo que se hace es encontrar el índice de refracción del sustrato mediante la Ecuación (1).

h) Brewster-Abelès

La técnica de Brewster-Abelès es una de las más populares para la determinación de índice de refracción de una película delgada óptica. Es un arreglo simple de usar y de armar. El método consiste en iluminar regiones de un sustrato con y sin recubrimiento con luz láser con polarización p . El ángulo de incidencia es escaneado para

encontrar un ángulo de reflectancia en común. El ángulo de reflectancia en común es el ángulo de Brewster para la película, es decir, el ángulo de Brewster es el punto donde se intersecan las dos curvas de reflectancia. El índice de refracción de la película es encontrado simplemente obteniendo la tangente de éste ángulo [3,12].

En esta parte de la interfaz lo que se hace es obtener el ángulo de Brewster de una película dieléctrica. Esto se hace mediante la obtención de la curva de reflectancia del sustrato sobre el cual fue depositada la película, luego se obtiene la curva de reflectancia de la película dieléctrica. Estas curvas se obtienen usando la función de la interfaz “Perform Test”. Cuando los datos son obtenidos se cargan al programa.

Para hacer el cálculo del índice de refracción de la película delgada dieléctrica se usa el apartado de la interfaz que lleva el nombre de “Brewster-Abelès”. En la Figura 13 se observa una imagen de ésta pestaña de la interfaz.

Se cargan los archivos que tienen los datos de las curvas de reflectancia del sustrato y de la película dieléctrica. Después se lleva a cabo el proceso para la obtención del índice de refracción de la película dieléctrica. Aquí lo que se hace es restar los arreglos de datos correspondientes a la intensidad de la luz del

sustrato y de la película, y el punto donde se obtiene un cero, es el punto donde dichas curvas se cruzan. Una vez obtenido este punto, se obtiene su número de elemento

dentro del arreglo de datos, y se busca para dicho número, el valor que le corresponde en el arreglo de datos correspondiente al ángulo.

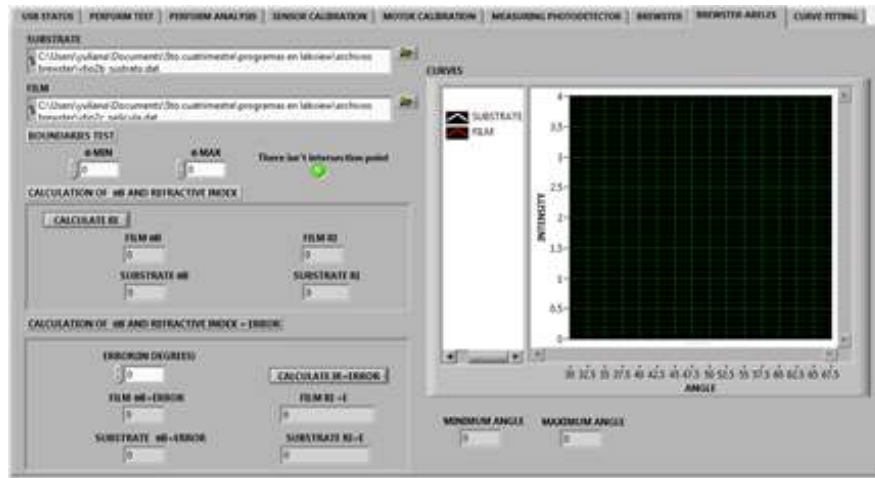


Figura 13. Pestaña de la interfaz “Brewster-Abeles”.

Teniendo el ángulo, se usa también la Ecuación (1) para obtener el índice de refracción de la película.

i) Curve Fitting

Mediante la técnica de resonancia de plasmones de superficie es posible obtener el índice de refracción de una película delgada metálica. Para este método se usó el acoplamiento con prisma en la configuración de Kretschmann.

La interacción entre la onda de luz y el plasmón de superficie en el método de Reflexión Total Atenuada (RTA), puede ser analizada usando la teoría de reflexión de capas múltiples de Fresnel.

El coeficiente de reflexión para polarización p (r_p), está definido como la razón de amplitudes entre el campo eléctrico reflejado y el incidente.

La reflectancia está definida como una fracción de la energía de la luz incidente que

es reflejada, y es representada con el símbolo R_p para polarización p .

El arreglo que se está usando es un arreglo de RTA en la configuración de Kretschmann y la obtención de la curva teórica, para este arreglo, está basada en el cálculo de los coeficientes de reflexión de Fresnel para la estructura, usando el formalismo matricial. En este formalismo, cada una de las interfaces que compone el sistema es representada por una matriz. En la Ecuación 2 se observa esta representación [13,14].

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta & \frac{i \sin \delta}{\eta} \\ i\eta \sin \delta & \cos \delta \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_s \end{bmatrix} \quad \text{Ec. (2)}$$

Donde B y C representan, respectivamente, la amplitud de los campos eléctricos y magnéticos normalizados, δ es el espesor de fase (dado por $(2\pi/\lambda)nd\cos\theta$), d es el grosor físico, n el índice de refracción de la película delgada, λ es la longitud de onda, η_s es el índice de refracción del sustrato y θ es el ángulo para el medio incidente.

Y es la admitancia total del sistema ($Y = C/B$); entonces, la amplitud de reflectancia está dada por:

$$r = \frac{\eta_0 - Y}{\eta_0 + Y}, \quad \text{Ec. (3)}$$

y la reflectancia como:

$$R = |r|^2 = \left| \frac{\eta_0 - Y}{\eta_0 + Y} \right|^2, \quad \text{Ec. (4)}$$

Donde η_0 es el índice de refracción del medio de salida.

Para iniciar, se obtienen los datos experimentales y por ende la curva de resonancia usando la parte de la interfaz nombrada como “Perform Test”. Para este caso, se usa el sistema como se muestra en la Figura 1.

Una vez que se obtienen los datos, se procede a realizar el ajuste de curvas. Para realizar este ajuste se usa un programa hecho en el software de Matlab, en el cual, se usa la función de optimización “*fminsearch*” y después se utiliza el método de mínimos cuadrados [15].

En esta parte de la interfaz es donde se lleva a cabo el ajuste de la curva de RPS teórica a la curva de RPS obtenida al realizar el experimento. Este ajuste se realiza con la finalidad de que al aproximar la curva teórica a la experimental, se pueda conocer el índice de refracción, el coeficiente de extinción y el espesor de la película metálica que se encuentra adherida al sustrato.

Para realizar el ajuste de curvas se realizaron dos interfaces, una en la plataforma de Labview y otra en la plataforma de Matlab. En la Figura 14 se muestra la pestaña de la interfaz realizada en Labview.

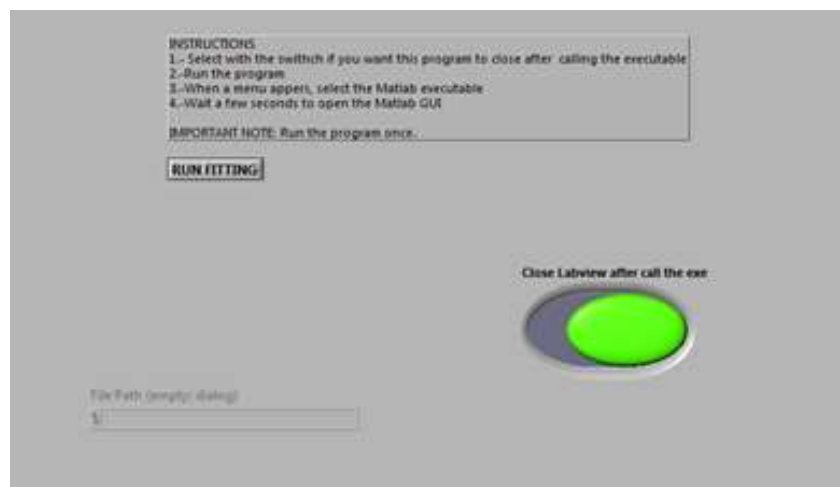


Figura 14. Pestaña de la interfaz “Curve Fitting”.

La interfaz hecha en Labview hace un “llamado” a la interfaz que hace el ajuste de curvas en Matlab.

Al usar esta pestaña de la interfaz lo que sucede es que se muestra una ventana por medio de la cual se hace el ajuste de curvas.

A continuación, en la Figura 15 se muestra la interfaz realizada en Matlab mediante la cual se lleva a cabo el ajuste.

En esta ventana se cargan los datos de la curva experimental y se proporcionan los

índices de refracción del sustrato, del material que está después de la película metálica; el espesor del sustrato y del material después de la película metálica y la longitud de onda del láser que se usó. Y

finalmente, el usuario proporciona las semillas a partir de las cuales se iniciarán los cálculos, estas son: índice de refracción, coeficiente de extinción y espesor de la película metálica.

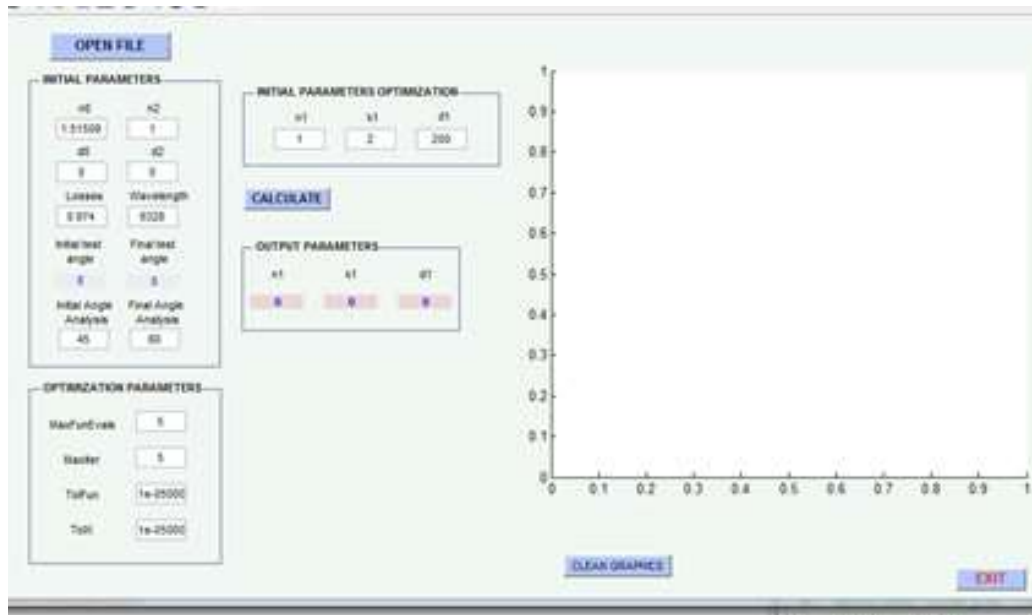


Figura 15. Interfaz realizada en Matlab mediante la cual se hace el ajuste de curvas.

Cuando el programa se ejecuta, se usa la función de Matlab “Optimset”. Con ésta función es posible cargar a una variable, una estructura de parámetros de optimización mencionados antes.

Luego se cargan los datos que corresponden a la semilla inicial del algoritmo y se agrupan en un vector de tres elementos.

Después se hace uso de la función “fminsearch”.

Lo que se programó fue el método de mínimos cuadrados, mediante el cual lo que se busca es minimizar la suma de cuadrados de las diferencias, en la Ecuación (5) se muestra la fórmula de mínimos cuadrados que es la base de la función que se usó.

$$S = \sum_{i=1}^n (y_i - f(x_i))^2 \quad \text{Ec. (5)}$$

En esta función se restan los datos teóricos de los datos experimentales.

Dentro de ésta función, para poder realizar la resta es necesario contar con los datos teóricos. Para la obtención de los datos teóricos, se encuentra implementada la teoría de reflexión de múltiples capas de Fresnel.

En conclusión, lo que ésta parte del programa es: mediante “fminsearch”, minimizar la suma resultante de la técnica de mínimos cuadrados. Esto es logrado por la función “fminsearch” debido a que va generando diferentes valores de los datos que se desean obtener a partir de la “semilla” con que se indica el programa, proporcionando, finalmente, los valores de los datos que desean conocerse, para los cuales se obtuvo el valor mínimo de la función de mínimos cuadrados.

3. Resultados

3.1. Cálculo del índice de refracción de una película de fluoruro de magnesio

En la Figura 16 se observa la gráfica de la intensidad de luz reflejada, primeramente sobre el sustrato SFN64 (línea blanca) y después sobre el escalón de MgF_2 (línea roja). Se observa en la gráfica que las líneas se intersecan en un punto. En este punto de intersección es donde la reflectancia del sustrato descubierto y el escalón de película delgada son iguales [12]. Esto se debe a que

la luz no fue reflejada de la interfaz aire-película en el ángulo de Brewster de la película, entonces, la reflectividad del sustrato cubierto con la película es el mismo que el de un sustrato descubierto en el ángulo de Brewster θ_B . Entonces, el índice de refracción de la película fue calculado usando la Ecuación (1).

Después de realizar algunas pruebas, se encontró que es posible determinar el valor del índice de refracción de la película con una incertidumbre de ± 0.002 [16].

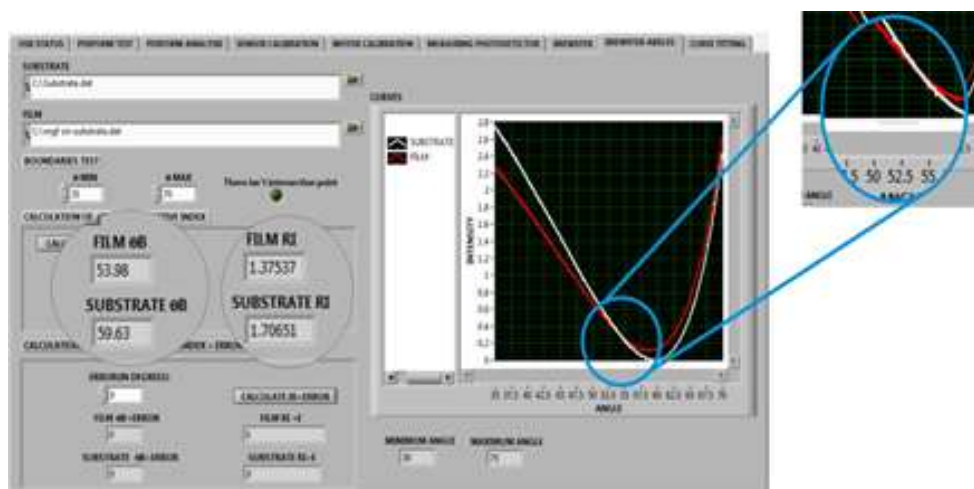


Figura 16. Uso de la pestaña Brewster-Abelès. Se muestra la intensidad de luz reflejada por un sustrato SF6 y una película de fluoruro de magnesio. Así como el índice de refracción de la película.

El ángulo de Brewster de la película es de 53.98° y su índice de refracción, de acuerdo a la interfaz usada es de 1.375. En uno de los artículos citados [17], el índice de refracción del Fluoruro de Magnesio es de 1.38, por lo que la diferencia entre el índice calculado con el sistema y el que se da en la referencia es de 0.00463.

3.2. Cálculo del índice de refracción de una película de plata

Se obtuvo la curva de resonancia de la película de plata depositada sobre el prisma BK7.

Para obtener los parámetros ópticos de la película (índice de refracción, coeficiente de extinción y espesor) se hizo un ajuste de curvas usando la pestaña "curve fitting" de la interfaz, tal como se muestra en la Figura 17.

En la Figura 17 se observa que después de cien iteraciones, el programa arrojó que el índice de refracción (n) para la película, es de 0.095685 (o $\epsilon_r = n^2 - k^2 = -15.1798$), el coeficiente de extinción (k) es de 3.8973 (o $\epsilon_i = 2nk = 0.7458$) y el espesor (d) es de 501.4381 \AA (50.14381 nm).

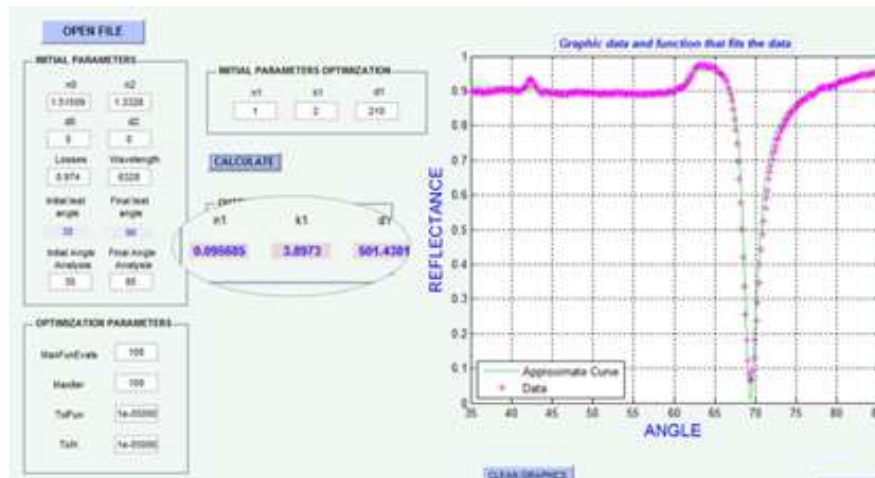


Figura 17. Uso de la pestaña “Curve Fitting”. Cálculo del índice de refracción, coeficiente de extinción y espesor de una película de plata.

Lynch y Huttner [16], encuentran el valor de la constante dieléctrica real e imaginaria para una película delgada de plata, de $\epsilon_r = -10.4$ y $\epsilon_i = 1.4$, Johnson y Christi [17] da un valor de $\epsilon_r = -12.3$ y $\epsilon_i = 1.2$, Matsubara y Kuwata [18], usan el valor de $n = 0.0666$ (o $\epsilon_r = -16.3576$) y $k = 4.045$ (o $\epsilon_i = 0.03588$), y Barnes [19], encuentra un valor de $\epsilon_r = -10.73$ y $\epsilon_i = 1.279$. Barnes hace una comparación del valor de la constante dieléctrica encontrada con la de otros autores y concluye que el valor de la permitividad de una película metálica depende de la manera en que se deposita, posiblemente su tamaño, y el sustrato donde se deposita, o sea que la permitividad relativa (o constante dieléctrica o índice de refracción), no es constante.

Las variaciones existentes entre los parámetros obtenidos y los que se reportan, pueden deberse a diferentes factores, como lo son, la temperatura, agentes contaminantes dentro de la campana de evaporación o el deterioro de la película.

4. Conclusiones

El sistema opto-mecánico θ - 2θ aquí mostrado, es un sistema sencillo que permite realizar mediciones rápidas, simples y

precisas con el apoyo de herramientas como Labiew y Matlab.

A través de las pruebas hechas, es posible mostrar la versatilidad de éste sistema para realizar diversas tareas, tales como la caracterización de películas delgadas dieléctricas y metálicas, sensado y biosensado.

De igual forma, es posible determinar propiedades que caracterizan a las muestras, tales como el ancho de la curva de resonancia que se obtiene, el ángulo de resonancia, etc. Además, usando éste sistema, en su modalidad de RPS, es posible hacer mediciones del ángulo crítico. Estos experimentos, pueden ser descritos con precisión usando los coeficientes de reflexión de Fresnel.

En aplicaciones como sensado y biosensado, la caracterización de las películas delgadas juega un papel determinante, ya que el control de parámetros como índices de refracción (parte real y parte compleja) y espesores garantizan un mejor funcionamiento y aplicación del sensor, pues de estos parámetros dependerá el rango de índices de refracción que el sensor sea capaz

de detectar, así como la resolución en la que cambios de índices pueden ser detectados.

5. Agradecimientos

Los autores agradecen a Octavio Popa, Carlos Juárez y a la dirección de vinculación del Centro de Investigaciones en Óptica A.C. por la asistencia en la fabricación de los prismas así como en la evaporación de las películas.

6. Referencias

- [1] Homola, J., Yee, S. S., & Gauglitz, G. (1999). Surface plasmon resonance sensors: review. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 54(1), 3-15.
- [2] Piliarik, M., & Homola, J. (2009). Surface plasmon resonance (SPR) sensors: approaching their limits?. *Optics express*, 17(19), 16505-16517.
- [3] Špačková, B., Wrobel, P., Bocková, M., & Homola, J. (2016). Optical Biosensors Based on Plasmonic Nanostructures: A Review. *Proceedings of the IEEE*, 104(12), 2380-2408.
- [4] Wijaya, E., Lenaerts, C., Maricot, S., Hastanin, J., Habraken, S., Vilcot, J. P., & Szunerits, S. (2011). Surface plasmon resonance-based biosensors: From the development of different SPR structures to novel surface functionalization strategies. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 15(5), 208-224.
- [5] Schasfoort, R. B., & Tudos, A. J. (2008). *Handbook of surface plasmon resonance*. Royal Society of Chemistry.
- [6] Maier, S. A. (2007). *Plasmonics: fundamentals and applications*. Springer Science & Business Media.
- [7] <http://ww1.microchip.com/downloads/en/devicedoc/39632e.pdf> (06/03/2017).
- [8] <http://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/19119/1/Sistemas%20de%20adquisici%C3%B3n%20y%20Procesamiento%20de%20datos.pdf> (06/03/2017).
- [9] <http://www.vmtim.de/eng/8mr1802.htm> (06/03/2017).
- [10] Axelson, J. (2015). *USB complete: the developer's guide*. Lakeview research LLC.
- [11] Tamayama, Y. (2015). Brewster effect in metafilms composed of bi-anisotropic split-ring resonators. *Optics letters*, 40(7), 1382-1385.
- [12] Wu, Q. H., & Hodgkinson, I. (1993). Precision of Brewster-angle methods for optical thin films. *JOSA A*, 10(9), 2072-2075.
- [13] Devanarayanan, V. P., Manjuladevi, V., & Gupta, R. K. (2016). Surface plasmon resonance sensor based on a new opto-mechanical scanning mechanism. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 227, 643-648.
- [14] Levesque, L. (2011). Determination of thickness and optical constants of metal films from an extended ATR spectrum by using a statistical method.

- Optics & Laser Technology*, 43(1), 14-19.
- [15] Lagarias, J. C., Reeds, J. A., Wright, M. H., & Wright, P. E. (1998). Convergence properties of the Nelder--Mead simplex method in low dimensions. *SIAM Journal on optimization*, 9(1), 112-147.
- [16] Lynch, D. W., & Hunter, W. R. (1991). An introduction to the data for several metals. *Handbook of Optical Constants of Solids II*, 341-419
- [17] Johnson, P. B., & Christy, R. W. (1972). Optical constants of the noble metals. *Physical review B*, 6(12), 4370.
- [18] Matsubara, K., Kawata, S., & Minami, S. (1990). Multilayer system for a high-precision surface plasmon resonance sensor. *Optics letters*, 15(1), 75-77.
- [19] Barnes, W. L. (2009). Comparing experiment and theory in plasmonics. *Journal of Optics A: Pure and Applied Optic*, 11(11), 114002.