УДК: 539.23, 621.372.8 PACS 42.81.-i, 42.81.Pa DOI: 10.24144/2415-8038.2017.42.27-34 I.I. Сакалош, I.I. Трикур, М.Ю. Січка, І.Й. Цьома, В.М. Різак Ужгородський національний університет, 88000, м. Ужгород, вул. Волошина, 54 e-mail: ihor.sakalosh@uzhnu.edu.ua

ОСОБЛИВОСТІ ПІДГОТОВКИ ТОРЦІВ КВАРЦОВИХ ОПТИЧНИХ ВОЛОКОН ДЛЯ НАНЕСЕННЯ ПЛІВОК БАКТЕРІОРОДОПСИНУ

Наведено результати адаптації методики шліфування та полірування склоподібних матеріалів для обробки торців оптичних кварцових волокон, і результати досліджень плівкових структур на основі бактеріородопсину у желатинових та золь-гельних матрицях, нанесених на торці оптичних волокон, підготовлених за допомогою запропонованої методики. За допомогою оптичної та атомно-силової мікроскопії показано, що запропонована методика цілком прийнятна для підготовки поверхні торців оптичних кварцових волокон для нанесення плівки чутливого матеріалу.

Ключові слова: оптичне волокно, торець оптичного волокна, бактеріородопсин, шліфування, полірування, оптична мікроскопія, атомносилова мікроскопія.

Вступ

Розробка, створення та оптимізація волоконно-оптичних сенсорів – актуальна задача, вирішенням якої займається багато науковців та інженерів у різноманітних виробництва, галузях науки, охорони здоров'я, екомоніторингу, тощо. Такого задовольняють сенсори вимогам роду точного, експресного та надійного моніторингу тиску, температури, інтенсивності електромагнітних полів, хімічного аналізу середовищ та багатьох інших параметрів [1]. Малий діаметр дозволяє оптичного волокна використовувати для аналізу мікрооб'єми середовищ, що є особливо актуальним для медицини. Чутливим елементом може бути як сам торець волокна, так і плівка з матеріалу чутливого до дії досліджуваного середовища. У другому випадку однією з найважливіших проблем створення таких чутливих елементів є питання обробки та підготовки поверхні торця оптичного волокна для нанесення плівки чутливого Оскільки матеріалу. ДЛЯ нормального функціонування датчика плівкова структура на торці оптичного волокна повинна мати хорошу адгезію та прийнятну оптичну якість. Одному із способів вирішення цієї задачі і присвячена дана стаття.

В даній роботі наведено результати методики шліфування адаптації та полірування склоподібних матеріалів для обробки торців оптичних кварцових волокон, а також результати досліджень торців відполірованих волокон за допомогою оптичної та атомно-силової мікроскопії та порівняння їх характеристик з необробленими волокнами. Крім того наведено результати досліджень плівкових структур на основі бактеріородопсину у желатинових та золь-гельних матрицях нанесених на торці оптичних волокон попередньо оброблених за допомогою запропонованої методики.

Підготовка торця оптичного волокна за допомогою механічної обробки

Для покращення стабільності відтворення технології нанесення плівок на торці кварцових оптичних волокон, а також оптимізації співвідношення сигнал-шум сенсорної системи з чутливим елементом на торці оптичного волокна, було прийнято рішення відпрацювати технологію механічного шліфування та полірування торців кварцових оптичних волокон, шляхом адаптації існуючих методів і техніки шліфування та полірування зразків скляних і склоподібних матеріалів.

Схематичне зображення, використовуваного нами, пристрою для механічного шліфування та полірування торців кварцових оптичних волокон приведене на рис. 1.



Рис. 1. Схематичне зображення обладнання для механічного шліфування та полірування торців кварцових оптичних волокон: 1 - скляний столик; 2 - зовнішня частина стальної шайби для полірування; 3 - внутрішня частина стальної шайби для полірування; 4 - кварцові оптичні волокна; 5 - абразивний матеріал.

Основним елементом облалнання виступає шайба 3, яка може вільно вертикально рухатися у корпусі 2. Всі елементи виготовлені з нержавіючої сталі і можуть використовуватися для шліфування та полірування скляних зразків. Для строго перпендикулярної та надійної фіксації оптичного кварцового волокна, в центрі стальної шайби 3 вздовж вертикальної осі було просвердлено отвір діаметром 3 мм. Таким чином забезпечується одночасна фіксація п'яти кварцових оптичних волокон 4 діаметром 600 мкм. Фіксація волокон В отворі здійснюється за допомогою термоклею. Обробка торців реалізується рахунок за волокон горизонтального переміщення круговими рухами корпусу шайби по поверхні скляного столика 1 з нанесеним на нього абразивним порошком або алмазною пастою 5 з відповідним розміром зерен. Також можливий варіант фіксації корпусу шайби в той час як скляний столик обертається i3 заданою частотою. прикріплений до ротора центрифуги. У обох випадках металева шайба, в якій закріплені волокна, під дією власної ваги тисне на поверхню і забезпечує достатньо щільний контакт для ефективної обробки волокон абразивом. торців Якість обробленої поверхні торця визначається зернистістю використаного абразивного порошку та часом обробки. Візуальний контроль проміжних етапів процесу механічного шліфування та полірування здійснювався за допомогою оптичного мікроскопа.

Оскільки кварцове оптичне волокно досить крихке, для отримання зразків потрібної довжини або оновлення торця стаціонарного волокна, спочатку видаляється оболонка, потім, за допомогою спеціального пристрою Fiber Cleaver FC-3, обрізають волокно потрібної довжини. Практично у всіх випадках на поверхні торця утворюється виступ або впадина яка може займати до 30% відсотків поверхні (рис. 3, а). Наявність такого складного профілю поверхні приводить до суттєвого збільшення розсіювання оптичного сигналу та ускладнення формування однорідних плівок на поверхні торця волокна. Як показали попередні дослідження [2], за умови вдалого "сколу" волокна та його обробки додаткової за допомогою відповідних хімічних реактивів можна отримати плівки з прийнятною оптичною якістю та адгезією. Однак навіть у найкращих зразках з допомогою оптичного мікроскопа візуально можна спостерігати неоднорідності на поверхні як чистих торців i нанесених так на них плівок (рис. 2).



Рис. 2. Мікроскопічні знімки (збільшення x210) торця оптичного волокна обробленого розчином рігапһа (а) та плівки бактеріородопсину в матриці золь-гелю нанесеної методом витягування з розчину (б) [2].

Первинна обробка торців кварцових оптичних волокон, а саме механічне шліфування, здійснювалася за допомогою

абразивного порошку зернистістю 14 мкм. шліфування приведені Результати видно рис. 3, б. Як результатів 3 використання крупнозернистого абразивного порошку приводить до вирівнювання великих неоднорідностей рельєфу поверхні торця, але в той же час і до появи великої кількості малих подряпин які активно розсіюють світло.



Рис. 3. Мікроскопічні знімки (збільшення x210) торця кварцового оптичного волокна до обробки поверхні (а) та після механічного шліфування (б) порошком 14 мкм.

Подальша обробка торців кварцових оптичних волокон здійснювалася за алмазними допомогою полірування пастами із зернистістю 5-3 мкм та 3-2 мкм. Результати полірування приведені на рис. 4. Після полірування мілкоабразивними алмазними пастами залишаються лише незначні неоднорідності, які практично не спостерігаються за допомогою оптичного мікроскопу, що свідчить про вирівнювання поверхні торця волокна і відсутності на ньому дефектів.



Рис. 4. Мікроскопічні знімки (збільшення x210) торця кварцового оптичного волокна після полірування алмазною пастою 5-3 мкм (а) та 3-2 мкм (б).

Фінальна обробка торців кварцових оптичних волокон здійснювалася за допомогою полірування алмазною пастою із зернистістю 1-0 мкм. Результати полірування приведені на рис. 5. В даному випадку ми спостерігаємо однорідну гладку поверхню, на якій не видно жодних дефектів.



Рис. 5. Мікроскопічний знімок (збільшення x210) торця кварцового оптичного волокна після полірування алмазною пастою 1-0 мкм.

Порівнюючи наведені на рис. 3-5 мікроскопічні знімки торця волокна при 210-кратному оптичному збільшенні можна побачити всі етапи обробки торця і візуально оцінити на скільки змінився профіль його поверхні. Щоб підтвердити якість полірування торців кварцових оптичних волокон, додатково були проведені дослідження поверхні торця за допомогою атомно-силового мікроскопа. Результати атомно-силової мікроскопії приведені на рис. б.



Рис. 6. 2D та 3D АСМ-зображення поверхні відполірованого торця кварцового оптичного волокна.

Як видно з отриманих даних, в результаті механічного шліфування та полірування кварцових оптичних волокон шорсткість поверхні відполірованого торця не перевищує 10 нм, що порівняно з шорсткістю поверхні покривних стекол, які використовуються як підкладки для плівок [3], шорсткістю нанесення та поверхні чистих желатинових або зольгельних плівок, які використовуються в якості матриці [4]. Враховуючи отримані результати, можна зробити висновок про цілковиту придатність запропонованої технології механічної обробки поверхні торців волокон для їх підготовки до нанесення плівок бактеріородопсину.

Характеристики плівкових структур на основі бактеріородопсину на торцях механічно оброблених оптичних волокон

Оскільки на адгезію та однорідність плівок впливає не лише рельєф, а й стан поверхні підкладки, в нашому випадку поверхні торця багатомодового кварцового оптичного волокна, було проведено його хімічну обробку. додаткову Частину кварцового оптичного волокна відполірованим торцем занурювали на одну годину у суміш перекису водню і сірчаної кислоти у співвідношенні 30:70 (piranha). Потім промивали у дистильованій воді під дією ультразвуку, сушка проводилась на повітрі при кімнатній температурі. Оскільки суміш є сильним окислювачем, вона лозволяє усунути більшість органічних речовин, а також покращує гідрофільність оброблюваної поверхні. Детальніше методика додаткової хімічної обробки торця кварцового оптичного волокна та її результати описані в [2].

нанесення плівкоутворюючої Для суміші (суспензії пурпурних мембран в тій чи іншій матриці) на торець кварцового оптичного волокна висушування та отриманих плівок використовувалися методи описані y [2]. Дані методи дозволяють одержати однорідні плівки з добре контрольованою товщиною та високою оптичною якістю.

Методика, передбачає шо використання фотографічної желатини як матриці для отримання плівок бактеріородопсину, більш проста i приводить отримання до якісних однорідних плівок. Тому для відпрацювання технології спочатку наносилися плівки бактеріородопсину в желатиновій матриці на торці 600мікронного кварцового оптичного волокна. Підготовку торця волокна описано вище, плівкоутворюючу суміш готували згідно стандартних методик [2, 5]. Висушування проводилося плівок при кімнатній температурі у ексикаторі.

На рис. 7, б наведено мікрофотографію плівки бактеріородопсину в желатиновій матриці, яка нанесена на попередньо відполірований та оброблений розчином *piranha* торець волокна. Порівняно з плівками які наносилися на торці без полірування (рис. 7, а) шліфування та відсутній нерівномірний розподіл плівкоутворюючої суміші, спричинений складним рельєфом торця, і, як видно з рисунку, в результаті отримується однорідна плівка без видимих сторонніх включень та дефектів.



Рис. 7. Плівка бактеріородопсину в желатиновій матриці нанесена на торець волокна після хімічної (а) [2] та після механічної й хімічної (б) підготовки.

Нанесена плівка має хорошу адгезію до торця кварцового оптичного волокна. В процесі висушування не спостерігалося відшарування чи розтріскування плівки незалежно від методики отримання. Для плівок отриманих методом нанесення мікропіпеткою на торець вертикально інтенсивність закріпленого волокна відбитого сигналу дещо більша ніж для плівок отриманих методом занурення у плівкоутворюючу суміш, що може бути зумовлено більшою товщиною плівки.

Результати атомно-силової мікроскопії плівки бактеріородопсину в желатиновій на відполірований матриці нанесеної торець кварцового оптичного волокна приведені на рис. 8 показали, що при внесенні бактеріородопсину у матрицю шорсткість поверхні плівки зростає більш ніж на порядок порівняно з шорсткістю волокна без плівки. торця Суттєве зростання неоднорідності поверхні плівок при внесенні молекул бактеріородопсину у матрицю желатини порівняно з плівками чистої желатини спостерігається і для плівкових структур отриманих на скляних підкладках [6, 7]. Пояснити даний ефект можна значними розмірами фрагментів пурпурних мембран та їх довільною орієнтацією в матриці відносно поверхні торця волокна. При зростанні товщини плівки неоднорідність поверхні зменшується.



Рис. 8. 2D та 3D ACM-зображення поверхні плівки БР в желатиновій матриці на відполірованому торці кварцового оптичного волокна.

За допомогою волоконно-оптичного було Ү-розгалуджувача проведено дослідження спектральних характеристик плівки на торці кварцового оптичного Результати волокна. спектральних досліджень (рис. 9) показали наявність характерних для БР смуг поглинання на 410 нм та 570 нм. Це свідчить про відсутність структурних ЧИ функціональних пошкоджень молекул бактеріородопсину у процесі нанесення плівки на торець кварцового оптичного волокна.



Рис. 9. Спектр відбивання плівки бактеріородопсину в желатиновій матриці на торці кварцового оптичного волокна.

Анологічно до плівок у желатинових матрицях наносилися плівки з використанням в якості матриці неорганічного SiO₂-золь-гельного скла. Методики підготовки плівкоутворюючої суміші та отримання плівок описані в [2, 4].

Аналогічно до попереднього випадку, для візуального контролю якості отриманих плівкових структур використовувалася оптична мікроскопія, а для більш детального аналізу – АСМ та оптична спектроскопія. На рис. 10 наведено мікрофотографію плівки бактеріородопсину в золь-гельній матриці, нанесеній на торець оптичного волокна без механічної обробки та на відполірований згідно методик описаних вище. В обох випадках використовувалася обробка торця розчином *piranha* перед нанесенням плівки.



Рис. 10. Плівка бактеріородопсину в золь-гельній матриці нанесена, методом витягування з розчину, на відполірований торець кварцового оптичного волокна (б) та торець без механічної обробки (а) [2].

Як видно з рис. 10, після додаткової обробки поверхні торця, нам вдалося отримати якісну плівку бактеріородопсину у золь-гельній матриці без видимих тріщин та дефектів. Як і у випадку желатинової матриці, рівномірне забарвлення плівки (рис. 10, б) свідчить про рівномірний розподіл плівкоутворюючого матеріалу по поверхні торця, що не спостерігалося для плівок на торцях i3 нерівною поверхнею (рис. 10, а). Слід відмітити, що зразки отримували лише вдалі при нанесенні методом витягування із розчину і повільного висихання плівки у парах розчинника в закритій посудині при пониженій температурі. При використанні інших методів нанесення чи режимів висушування спостерігалося розтріскування, а в деяких випадках руйнування плівки.

Результати атомно-силової мікроскопії плівки бактеріородопсину в золь-гельній матриці, нанесеної на відшліфований торець кварцового оптичного волокна, приведені на рис. 11. Як видно з отриманих даних, плівки бактеріородопсину у зольгельних матрицях мають більші неоднорідності поверхні ніж плівки в желатинових матрицях. Максимальні перепади по висоті складають майже 400 нм (рис. 11) порівняно з 120 нм (рис. 8) желатинових плівок. Збільшення лля

шорсткості поверхні зумовлено усадками, які виникають у матеріалі матриці під час випаровування води із пор золь-гельного скла, в той же час фрагменти пурпурних мембран не змінюють своїх розмірів.



Рис. 11. 2D та 3D ACM - зображення поверхні плівки БР в золь-гельній матриці на відполірованому торці кварцового оптичного волокна.



Рис. 12. Спектр відбивання плівки бактеріородопсину в золь-гельній матриці на торці кварцового оптичного волокна.

Спектр відбивання для даної плівки наведено на рис. 12. На спектрі видно чітку смугу поглинання бактеріородопсину на 570 нм, що свідчить про збереження ним своїх властивостей при впровадженні у золь-гельну матрицю.

Висновки

Узагальнюючи наведені вище дані, зробити можемо висновок, що запропонована методика цілком прийнятна для підготовки поверхні торця оптичного кварцового волокна для нанесення плівки чутливого матеріалу. Проведення торців шліфування полірування та оптичних кварцових згілно волокон запропонованої методики приводить до вирівнювання їх поверхні, усунення сколів та тріщин. В свою чергу однорідна гладка поверхня приводить до рівномірного розподілу плівкоутворюючої суміші, покращення адгезії однорідності та отриманих плівок. Додаткова механічна обробка ніяким чином не впливає на оптичні властивості бактеріородопсину, водночас інтенсивність корисного сигналу зростає за рахунок зменшення розсіювання на неоднорідностях плівки.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

- Krohn D. A. Fiber Optic Sensors: Fundamentals and Applications / D. A. Krohn, T. W. MacDougall, A. Mendez. – Bellingham: SPIE Press Book, 2015. – 332 c. – (Fourth Edition). – (PM247).
- І. І. Сакалош, І.І. Трикур, Й. П. Шаркань, М.Ю. Січка, О.І. Корпош, І.Й. Цьома, В.В. Ярош, В.М. Різак "Одержання плівок бактеріородопсину в органічних та неорганічних матрицях на торці оптичного волокна" Науковий вісник Ужгородського університету, серія Фізика Т. 34, (2013) С. 230-235.
- Трикур І. І. Одержання плівкових структур на основі бактеріородопсину та дослідження впливу вологості й аміаку на їх оптичні характеристики :

автореф. дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук : спец. 01.04.10 "Фізика напівпровідників і діелектриків" / Трикур Іван Іванович – Ужгород, 2015. – 20 с.

- S.O. Korposh, M.Y. Sichka, I.I. Trikur, Y.P. Sharkany, D.H. Yang, S.W. Lee, J.J. Ramsden, "Films based on bacteriorhodopsin in sol-gel matrices", Proc. SPIE № 5956, 2005, pp.312-320.
- Плівкові структури фотохромного матеріалу бактеріородопсину (ФХМБР). ТУ У 02070832.008 – 97. від 25.12.1997.
- 6. J.P. Sharkany, I.I. Trikur, S.O. Korposh, J.J. Ramsden, "Sensitive elements based on bacteriorhodopsin for fiber–optics

sensors of chemical components" Proc. SPIE № 5855, 2005, pp. 411-414.

 Й.П. Шаркань, Дж.Дж. Рамсден, І.І. Сакалош, М.Ю. Січка, С.О. Корпош, І.І. Трикур "Одержання та структурні

Стаття надійшла до редакції 3.12.2017.

особливості нанокомпозитних плівок бактеріородопсин - квантові точки CdSe/ZnS — мікропористазоль-гельна матриця" Фізика і хімія твердого тіла Т. 11, № 1 (2010) С. 170-175.

И.И. Сакалош, И.И. Трикур, М.Ю. Сичка, И.И. Цьома, В.М. Ризак Ужгородский национальный университет, 88000, г. Ужгород, ул. Волошина, 54

ОСОБЕННОСТИ ПОДГОТОВКИ ТОРЦОВ КВАРЦЕВЫХ ОПТИЧЕСКИХ ВОЛОКОН ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ПЛЕНОК БАКТЕРИОРОДОПСИНА

Приведены результаты адаптации методики плифовки и полировки стеклообразных материалов для обработки торцов оптических кварцевых волокон, и результаты исследований пленочных структур на основе бактериородопсина в желатиновых и золь-гельных матрицах, нанесенных на торцы оптических волокон, подготовленных с помощью предложенной методики. С помощью оптической и атомно-силовой микроскопии показано, что предложенная методика вполне приемлема для подготовки торцов оптических кварцевых волокон для нанесения пленки чувствительного материала.

Ключевые слова: оптическое волокно, торец оптического волокна, бактериородопсин, шлифовка, полировка, оптическая микроскопия, атомносиловая микроскопия.

PACS 42.81.-i, 42.81.Pa DOI: 10.24144/2415-8038.2017.42.27-34 I.I. Sakalosh, I.I. Trykur, M.Y. Sichka, I.Y. Tsoma, V.M. Rizak Uzhhorod National University, 88000, Uzhhorod, Voloshin Str., 54

PREPARATION FEATURES OF THE END-FACES OF QUARTZ OPTICAL FIBERS FOR BACTERIORHODOPSIN FILMS DEPOSITION

In order to improve the performance of sensors based on bacteriorhodopsin with a sensitive element at the end-face of the quartz optical fiber, we have proposed and developed the technology of mechanical grinding and polishing of the end-faces of quartz optical fibers via adapting the existing methods and techniques for grinding and polishing of glass and glassy materials. After grinding the end-face of the quartz optical fiber was subjected to additional chemical treatment in a mixture of hydrogen peroxide and sulfuric acid in 30:70 (piranha) ratio.

The results of the grinding and polishing technique adaptation for the glass-like materials for the treatment of the end-faces of quartz optical fibers and the results of investigations of the polished end-faces of quartz optical fibers with the help of optical and atomic force microscopy and comparison of their characteristics with the raw fibers are presented. In addition, the results of investigations of film structures based

Науковий вісник Ужгородського університету. Серія Фізика. № 42. – 2017

on bacteriorhodopsin in gelatin and sol-gel matrices deposited on the end-faces of quartz optical fibers pretreated with the help of the proposed procedure are presented. Microscopic studies of the surface of the end-faces of quartz optical fibers prepared with the help of the technology that we have worked out indicate that the surface roughness of the polished end-faces does not exceed 10 nm. Investigation of the characteristics of the obtained films showed that, at the end-faces of the quartz optical fiber, a homogeneous transparent film is formed, which has a good adhesion. Spectral studies of the obtained films showed the presence of a clear absorption band of bacteriorhodopsin at 570 nm, which indicates that it keeps its optical characteristics. **Keywords:** optical fiber, optical fiber end-face, bacteriorhodopsin, grinding, polishing, optical microscopy, atomic force microscopy.

REFERENCES

- Krohn D. A. Fiber Optic Sensors: Fundamentals and Applications / D. A. Krohn, T. W. MacDougall, A. Mendez. – Bellingham: SPIE Press Book, 2015. – 332 c. – (Fourth Edition). – (PM247).
- Sakalosh, I. I., Trykur, I. I., Sharkany, Y. P., Sichka, M. Y., Korposh, O. I., Tsoma, I. Y., Yarosh, V. V., Rizak, V. M., (2013), "Obtaining of bacteriorhodopsin films in organic and inorganic matrices at the optical fiber end", [Oderzhannya plivok bakteriorodopsynu v orhanichnykh ta neorhanichnykh matrytsyakh na tortsi optychnoho volokna], Scientific Herald of Uzhhorod University. Series Physics [Nauk. Visn. Uzhhorod. Univ. Ser. Fiz.], No 34, pp. 230-235.
- 3. Trikur, I. I. (2015), Preparation film structures based on bacteriorhodopsin and study the influence of humidity and ammonia on their optical characteristics: Author's thesis [Oderzhannya plivkovykh struktur na osnovi bakteriorodopsynu ta doslidzhennya vplyvu volohosti y amiaku na yikh optychni kharakterystyky: avtoref. dys. na zdobuttya nauk. stupenya kand. fiz.-mat. nauk], Uzhhorod, 2015, 20 p.

- S.O. Korposh, M.Y. Sichka, I.I. Trikur, Y.P. Sharkany, D.H. Yang, S.W. Lee, J.J. Ramsden, "Films based on bacteriorhodopsin in sol-gel matrices", Proc. SPIE № 5956, 2005, pp. 312-320.
- Film structures of the photochromic material of bacteriorhodopsin [Plivkovi struktury fotokhromnoho materialu bakteriorodopsynu (FKHMBR)]. TV V 02070832.008 – 97., 25.12.1997.
- J.P. Sharkany, I.I. Trikur, S.O. Korposh, J.J. Ramsden, "Sensitive elements based on bacteriorhodopsin for fiber–optics sensors of chemical components" Proc. SPIE № 5855, 2005, pp. 411-414.
- Sharkany, Y. P., Ramsden, J. J., Sakalosh, 7. I. I., Sichka, M. Y., Korposh, S. O., Trykur, I. I. (2010), "Obtaining and Structural Features of Nano-Composite Film Bacteriorhodopsin – Quantum Dots CdSe/ZnS ____ Microporous Sol-Gel Matrix", [Oderzhannya ta strukturni osoblyvosti nanokompozytnykh plivok bakteriorodopsyn - kvantovi tochkv CdSe/ZnS – mikroporysta zol'-hel'na matrytsya], Physics and Chemistry of Solid State [Fizyka i khimiya tverdoho tila] Vol. 11, No 1, p. 170-175.

© Ужгородський національний університет